



**TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN**

Vienna University of Technology

DIPLOMARBEIT

Optische Eigenschaften von beschichteten transparenten Granulaten mit beliebiger Form

ausgeführt am Institut für Festkörperphysik
der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von
Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christoph Eisenmenger-Sittner
Dipl. Ing. Harald Mahr

durch
Marie-Theres Smolle, BSc
Rainergasse 9A
1040 Wien

Wien, September 2014

Marie-Theres Smolle

Kurzfassung

In der vorliegenden Arbeit wird eine Methode zur Schichtdickenbestimmung basierend auf Transmissionsmessungen verwendet, um eine Aussage über die Schichtdickenverteilungen beschichteter Mikrogaskugeln mit einer Größe von $30 - 80 \mu\text{m}$ zu treffen.

Ein spezieller Magnetronsputtersprozess ermöglicht eine einheitliche Beschichtung des granularen Materials. Es werden die Elemente Platin, Kupfer und Titan verwendet.

An Durchlichtbildern, welche von einem Lichtmikroskop aufgenommen werden, sollen die Transmissionsmessungen durchgeführt werden. Dafür ist es wichtig, die Wellenlängen zu kennen, auf die der CCD-Chip der Kamera, mit der die Bilder aufgenommen werden, sensitiv ist. Ein Fabry-Pérot Filter, der mittels Aufdampfen erzeugt wird, soll den CCD-Chip mit Licht bekannter Wellenlänge bestrahlen. Dies ermöglicht es, die charakteristische Wellenlängen für jeden der drei Farbkanäle zu bestimmen.

Da das Mikroskop für Durchlichtaufnahmen umgebaut werden muss, wird eine neue Lichtquelle benötigt. Diese soll bestimmte technische Anforderungen erfüllen, wie beispielsweise ausreichende Helligkeit, sowie die Abdeckung eines großen Bereichs des sichtbaren Spektrums. Weiters soll ein Kreuztisch das automatische Verschieben der Probe ermöglichen.

Für die Bildauswertung wird die von DI Harald Mahr entwickelte Software *DiamondView* verwendet, welche eine einfache und rasche Verarbeitung von Durchlichtaufnahmen ermöglicht. Die Idee, die dem Programm zugrunde liegt, war die Untersuchung von beschichteten Diamanten. Das Programm basiert auf einem Algorithmus, der das Granulat von Verunreinigungen am Objekträger unterscheidet und die Messergebnisse als Helligkeitsverteilung der drei Farbkanäle ausgibt.

Bei einer ausreichenden Anzahl an Objekten lässt sich hierdurch eine Aussage über die statistische Verteilung der Schichtdicken treffen. Eine Erweiterung der Software gestattet es unterschiedliche granulare Materialien, wie zum Beispiel Mikrogaskugeln, zu untersuchen.

Abstract

In this work a method based on transmission measurements is used to calculate film thicknesses which also makes it possible to give a statement about distribution of coated glass microspheres with the size of $30 - 80 \mu\text{m}$.

A special magnetron sputtering process allows the deposition of relatively uniform coatings on granulates. The used elements are platinum, copper and titanium.

The transmission measurements are done at back light images, which were taken with an optical microscope. Therefore the knowledge of the sensitive wavelength of the CCD chips of the camera, used for taking the pictures is important. A Fabry-Pérot filter produced by physical vapor deposition is used to irradiate the CCD chip with light of known wavelength. This enables to determine the characteristic wavelengths for each of the three color channels.

The optical microscope has to be adapted and a new illuminant has to be used to take back light images. The technical requirements relating to the light source are sufficient brightness as well as covering a broad optical spectrum in the visible range. Furthermore, to move the sample automatically an XY cross table is necessary.

To apply image processing methods to the sample images the software package *DiamondView* developed by DI Harald Mahr was used. The aim was to provide easy and fast processing of the back light images for the investigation of coated diamonds. An algorithm was implemented to distinguish granulate particles from contaminations on the carrier substrates and to display the data obtained in the form of a brightness distribution for the three colour channels.

For a sufficient number of particles a statement about the statistical distribution of the film thickness can be made. Because of an expansion of the software it is possible to determine different granulare materials, for example microspheres.

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei meinem Betreuer Prof. Dr. Christoph Eisenmenger-Sittner bedanken, der mir diese Diplomarbeit ermöglicht hat und mich mit Ratschlägen und seinem fachlichem Wissen unterstützt hat.

Ich danke dem „Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung“, FWF, der meine Arbeit im Rahmen eines Projekts finanzierte.

Weiters möchte ich den Kollegen der Arbeitsgruppe „Dünne Schichten“ des Instituts für Festkörperphysik für das angenehme Arbeitsklima und die fachlichen Diskussionen danken. Ich möchte hier vor allem DI Harald Mahr hervorheben, dessen entwickeltes Programm *DiamondView* für die Auswertung verwendet wurde und dessen Geduld ich manchmal auf die Probe gestellt habe.

Ich möchte mich auch bei meinen Eltern für den Rückhalt und die Unterstützung während meiner Studienzeit bedanken, wodurch es mir möglich war, mich vorrangig auf mein Studium zu konzentrieren.

Ebenso sollen hier meine Studienkollegen, insbesondere meine Freundinnen, Jacqueline Atanelov und Laura Stöber, erwähnt werden, mit denen ich das Studium gemeistert habe und die mich stets motivierten.

Auch möchte ich mich bei meinem Freund, Lukas Juen, bedanken. Er hat mich durch mein Studium begleitet und mir vor schwierigen Prüfungen Zuversicht zugesprochen. Vielen Dank dafür Lukas.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Allgemeines	1
1.2	Ausgangssituation und Zielsetzung	2
2	Grundlagen	3
2.1	Einleitung	3
2.2	Mikroglaskugeln	3
2.3	Beschichtungsverfahren	4
2.3.1	Thermisches Aufdampfen	4
2.3.2	Sputtern	5
2.4	Beschichtung von Granulaten	9
2.5	Optik	10
2.5.1	Brechung	10
2.5.2	Transmission	12
2.5.3	Aufbau und Funktionsweise eines Lichtmikroskops	14
2.5.4	Verwendung und Wirkungsweise eines Fabry-Pérot Filters	15
3	Umbau des Lichtmikroskops	18
3.1	Allgemeines	18
3.2	Möglichkeiten der Beleuchtung für die Transmissionsmessung	19
3.2.1	Osram Oled 3	19
3.2.2	Mega Zenigata 92 CRI	20
3.3	Einbau der Lichtquelle	21

4	Bestimmung der Messwellenlänge des Mikroskops mittels Fabry-Pérot-Filter	23
4.1	Allgemeines	23
4.2	Herstellung eines Fabry-Pérot-Filters	24
4.3	Berechnung des Fabry-Pérot-Filters	28
4.4	Profilometermessung	30
4.5	Spektrometrie	31
4.6	Bestimmung der Messwellenlänge	34
4.6.1	Transmissionsverläufe des Fabry-Pérot-Filters für die Farbkanäle des CCD-Chips	34
4.6.2	Bestimmung der Wellenlängen der Farbkanäle	36
5	Analytische Untersuchung	43
5.1	Einleitung	43
5.2	Berechnung des effektiven Weges durch eine Mikroglaskugel	43
5.3	Brechung	45
6	Experimentelle Untersuchungen	51
6.1	Zielsetzung	51
6.2	Auswertung der Mikroglaskugeln	52
6.2.1	Einfügen eines Bildes	52
6.2.2	Messung der Schichtdickenverteilung	53
6.2.3	Kalibrierung	56
6.3	Ergebnisse	58
6.3.1	Kupfer	58
6.3.2	Platin	59
6.3.3	Titan	61
6.4	Diskussion der Messergebnisse	61
6.5	Mischproben	64
7	Zusammenfassung und Ausblick	66
	Anhang	69

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Allgemeines¹

Die Dünnschichttechnologie findet in vielen Bereichen ihre Anwendung und wird vorwiegend zur Verbesserung von chemischen, mechanischen, elektrischen und optischen Eigenschaften eines Festkörpers eingesetzt. Ihr Gebrauch ist mit Vorteilen verbunden. Das Ersetzen des Grundmaterials durch ein Material, dem man durch Beschichten die gewünschte Beschaffenheit verleiht, bringt viele positive Effekte mit sich. Dazu gehören beispielsweise niedrigere Material- und Herstellungskosten, geringeres Gewicht und einfachere Anschaffung. Mitunter stellt die Beschichtung die einzige Möglichkeit dar, die geforderten Oberflächeneigenschaften zu erzielen.

Dünne Schichten werden in der Technik und Medizin zum Beispiel als Korrosions- oder Verschleißschutz, sowie zum Ändern von optischen Eigenschaften von Linsen, beispielsweise als Antireflexionsschicht, eingesetzt. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Dickenmessung solcher Oberflächenvergütungen am Beispiel von Mikroglaskugeln.

Bei allen Applikationen spielt die Messung der Schichtdicke eine zentrale Rolle, da viele gewünschte Betriebs- und Gebrauchseigenschaften eine Funktion der Schichtdicke sind, zum Beispiel Reflexionsgrad, spezifischer elektrischer Widerstand, Haftfestigkeit, Dichte, innere Spannung, Diffusionskonstante, Zugfestigkeit, Schmelztemperatur, Durchschlagfeldstärke, Koezitivfeldstärke,...²

¹vgl. [Kie93]

² [TS10]

1.2 Ausgangssituation und Zielsetzung

Am Institut für Festkörperphysik an der TU Wien wurden bereits Schichtdickenmessungen von Diamantproben, die einen Durchmesser von etwa $350\text{ }\mu\text{m}$ aufwiesen, mit einem Durchlichtscanner durchgeführt. Nun sollen beschichtete Mikroglaskugeln mit einem Durchmesser von $30\text{--}80\text{ }\mu\text{m}$ vermessen werden. Bei so geringen Abmessungen reicht allerdings die Auflösung des Scanners nicht mehr aus, um die Objekte abzubilden. Die notwendige höhere Auflösung bietet ein Mikroskop. Mit Hilfe dieses Lichtmikroskops sollen Durchlichtbilder unterschiedlicher Proben aufgenommen werden, aus denen sich die Transmissionswerte beschichteter Mikroglaskugeln ablesen lassen. Die Kenntnis über die Intensität des transmittierten Lichts erlaubt die Schichtdickenbestimmungen basierend auf den physikalischen Zusammenhängen zwischen Transmission und Schichtdicke.

Aufgrund der Tatsache, dass es während des Beschichtungsvorganges (Sputtern) keine Möglichkeit gibt, die Rate, mit der die Mikroglaskugeln beschichtet werden, genau festzulegen ist eine nachträgliche Schichtdickenmessung erforderlich. Die Bestimmung der Schichtdickenverteilung gibt Aufschluss über die Anzahl der beschichteten Mikroglaskugeln mit einer bestimmten Schichtdicke.

Kapitel 2

Grundlagen

2.1 Einleitung

Um die Verständlichkeit aller in weiterer Folge durchgeführten Experimente und Berechnungen zu gewährleisten, sollen die benötigten theoretischen Grundlagen zusammengefasst werden. Den Ausgangspunkt bildet dabei die Beschreibung von Mikroglaskugeln, die für die Experimente verwendet werden. Im Anschluss folgt die Vorstellung der angewendeten Beschichtungsverfahren. Die Grundlagen der Optik wie Brechung und Transmission, tragen zum Verständnis der analytischen Untersuchungen an den Mikroglaskugeln in Kapitel 5 bei.

2.2 Mikroglaskugeln¹

Mikroglaskugeln sind hohle Glaskugeln, die einen Durchmesser zwischen 5 und 200 μm haben können. Abhängig von dem Typ der Mikroglaskugeln gibt es unterschiedliche Größenverteilungen. Weiters unterscheiden sie sich in Dichte, Berstdruck und thermischer Leitfähigkeit. Für die Versuche wurden ausschließlich Kugeln der Firma 3M vom Typ S38 verwendet. Eine Aufzählung weiterer Mikroglaskugeln des Materials Kalknatronborsilicat ist in Tabelle 2.1 aufgelistet. Damit die Mikroglaskugeln für die Beschichtung eine einheitliche Größe besitzen wurden sie mit einem geeigneten Gitter gesiebt. Somit kamen Kugeln mit einem Durchmesser von 30 – 80 μm zum Einsatz. Genauer zur Herstellung und Charakterisierung der Mikroglaskugeln ist in [Sch09] zu finden.

¹vgl. [Sch09]

Typ	Wahre Kugeldichte [g/cm ³]	Berstdruck [MPa]	Größen- verteilung [μm]	Thermische Leitfähigkeit [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
S38	0,3	28	15-75	0,127
S38HS	0,38	38,5	20-75	0,127
S60	0,6	69	15-55	0,2
S60HS	0,6	124	15-50	0,2
iM30K	0,6	3200	9-25	0,2
K37	0,37	20,6	20-80	0,124
K37	0,46	41,2	15-70	0,153

Tabelle 2.1: Erhältliche Mikrogaskugeln der Firma 3M [Sch09]

2.3 Beschichtungsverfahren²

Die im Zuge dieser Arbeit verwendeten Beschichtungsverfahren werden in den nächsten Kapiteln beschrieben.

2.3.1 Thermisches Aufdampfen³

Beim thermischen Aufdampfen wird im Hochvakuum das Ausgangsmaterial, mit dem das Substrat beschichtet werden soll, erhitzt und in die Gasphase übergeführt. Die Temperatur muss sich dafür in der Nähe des Siedepunktes des Ausgangsmaterials befinden. Der Dampf wandert zum gegenüberliegenden Substrat und beginnt sich dort durch Kondensation an der Oberfläche abzulagern (siehe Abb. 2.1). Es bildet sich somit eine dünne Schicht aus dem verdampften Material. Mittels einer drehbaren Blende lässt sich der Dampfstrom erforderlichenfalls unterbrechen. Die Dicke der Schicht hängt nicht nur von der Dauer der Bedampfung ab, sondern auch von der Verdampfungsrate des Materials, das heißt von der Masse des Schichtmaterials, die pro Zeiteinheit auf das Substrat aufgebracht wird. Während des Beschichtungsvorgangs kann mit Hilfe eines Schwingquarzes die Rate gemessen werden.

Die Verwendung eines Hochvakuums (10^{-1} bis 10^{-5} Pa) ist deswegen erforderlich, um Verunreinigungen der Schicht zu verhindern. Weiters werden aufgrund des niederen Drucks in der Vakuumkammer die Zusammenstöße mit den noch im Vakuum befindlichen Gasteilchen minimiert. Bei Zusammenstößen mit anderen Atomen bzw. Molekülen kann es zu unerwünschten chemischen Reaktionen kommen, wie beispielsweise der Oxidation von Metaldämpfen.

²vgl. [Kie93]

³vgl. [KR95]

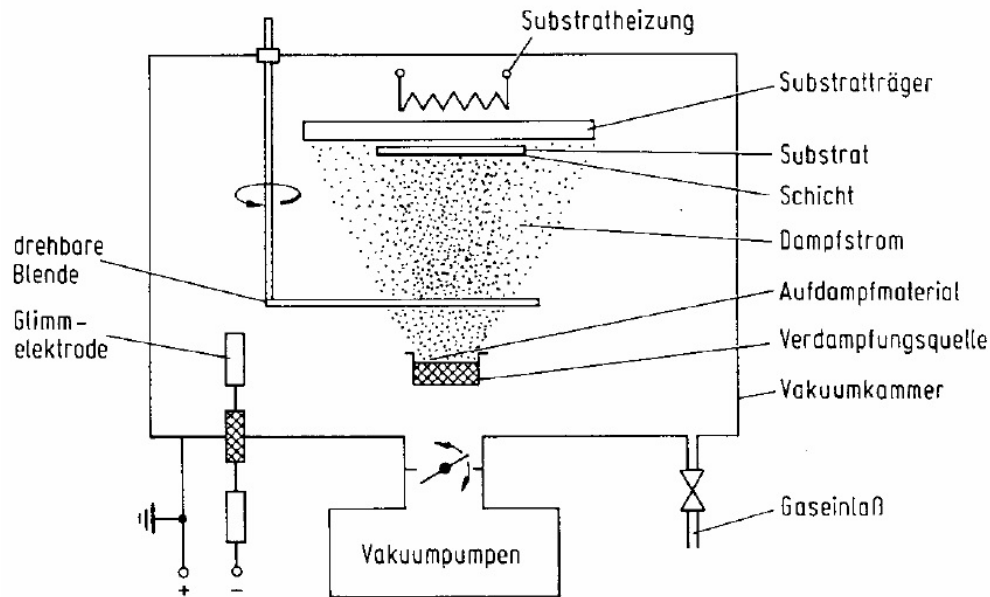


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Bedampfungsvorganges [Hae87]

2.3.2 Sputtern⁴

Ein weiteres Beschichtungsverfahren ist das Sputtern, auch Kathodenzerstäubung genannt. Dabei befinden sich das Target $\equiv$ Quelle und das Substrat in einer Hochvakuumkammer, in die ein Arbeitsgas mit einem Druck von 0,1 bis 1 Pa eingelassen wird. Als Arbeitsgas wird unter anderem Argon verwendet, da es ein Edelgas und somit reaktionsträge ist. Zwischen Anode (Substrat) und Kathode (Target) wird eine Spannung angelegt. Dies verursacht eine Beschleunigung der Elektronen in Richtung der Anode und hält eine anomale Glimmentladung aufrecht. Das durch Stöße ionisierte Argon wird zur negativen Kathode hin beschleunigt. Anders als beim thermischen Aufdampfen werden die Atome aus der Kathode bzw. dem Target durch Beschuss mit Ionen herausgelöst und durch Impulsübertragung in die Gasphase übergeführt. Die schematische Darstellung eines Sputterprozesses ist in Abb. 2.2 dargestellt.

Die Zahl der Targetatome, die pro auftreffendes Ion emittiert werden, wird Sputterausbeute Y genannt. Sie ist abhängig vom Targetmaterial, dem Arbeitsgas, sowie von der Energie und dem Einfallswinkel der Ionen.

⁴vgl. [Ede13, Sch09]

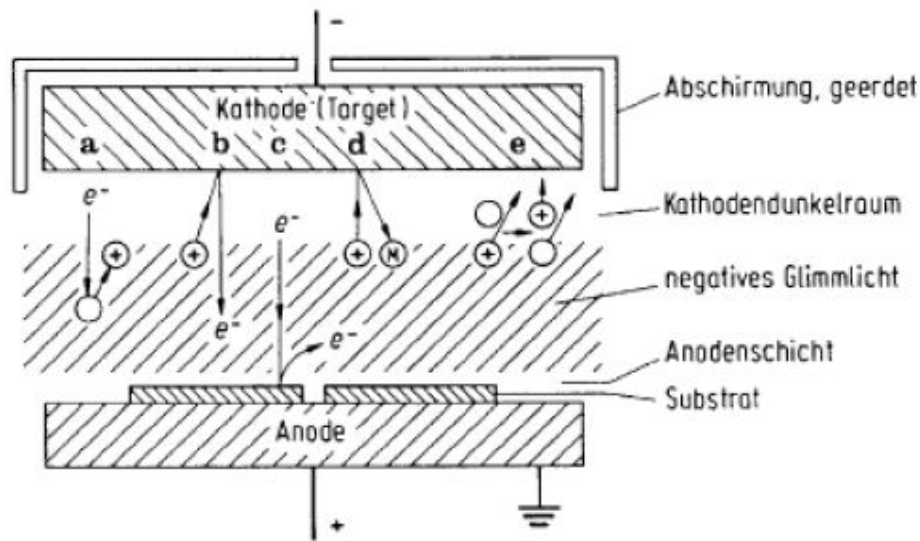


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines Sputterprozesses; (a) Ionisation durch Elektronenstoß, (b) ioneninduzierte Elektronenemission am Target, (c) elektroneninduzierte Sekundäremission an der Anode, (d) Neutralteilchenemission vom Target (= Kathodenzerstäubung), (e) Umladungsprozess: schnelles Argonion + langsames Argonatom → schnelles Argonatom + langsames Argonion [Hae87]

- Abhängigkeit von der Ionenenergie:

Der Sputterprozess setzt erst bei einer Schwellenenergie E_{thres} (=“Threshold“) von etwa 10 bis 30 eV ein, die für die jeweilige Targetionen-Kombination charakteristisch ist. Die Ausbeute Y steigt bei senkrechtem Ioneneinfall zunächst annähernd linear mit der Ionenenergie E_i an, erreicht zwischen 10^4 und 10^5 eV ein Maximum und fällt mit steigender Energie E_i , aufgrund zunehmender Eindringtiefe und Ionenimplanation (Einbau von Fremdatomen), wieder ab (siehe Abb. 2.3).

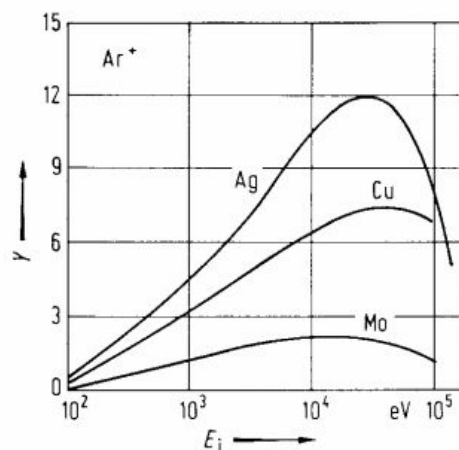


Abbildung 2.3: Sputterausbeute Y in Abhängigkeit von der Ionenenergie E_i [Hae87]

- Abhängigkeit vom Targetmaterial:

Trägt man die Ausbeute Y bei gegebener Art und Energie der Ionen als Funktion der Ordnungszahl der Targetelemente auf (siehe Abb. 2.4), so ist zu erkennen, dass die Übergangsmetalle in ihren Gruppen einem periodischen Verlauf folgen.

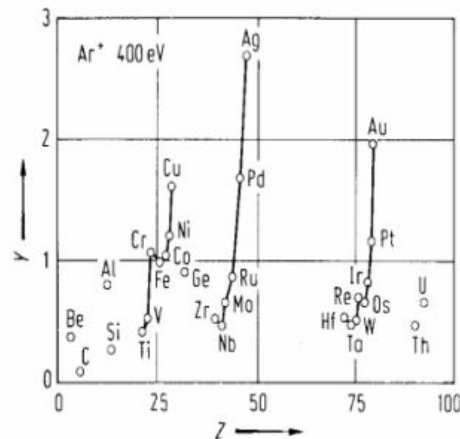


Abbildung 2.4: Sputterausbeute Y in Abhängigkeit vom Targetmaterial (Ordnungszahl Z) [Hae87]

- Abhängigkeit von der Masse der Ionen:

Die Ausbeute Y erreicht ein Maximum, wenn die Ionenmasse M_i annähernd mit der Masse der Targetatome M_t übereinstimmt. Helium, Neon, Argon, Krypton und Xenon sind Edelgase und können als Arbeitgas eingesetzt werden. Aufgrund der ähnlichen Massenzahlen eignet sich beispielsweise Argon gut für die Beschichtung mit Kupfertargets (siehe Abb. 2.5).

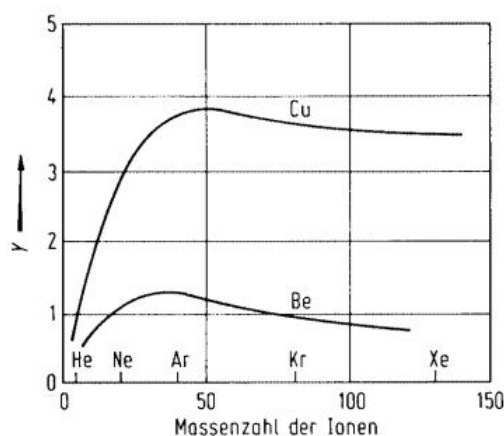


Abbildung 2.5: Sputterausbeute Y in Abhängigkeit von der Ionenmasse [Hae87]

- Abhängigkeit vom Einfallswinkel der Ionen:

Mit von Null aus wachsendem Einfallswinkel θ , gemessen vom Lot, steigt die Ausbeute Y zunächst an, weil die für die Auslösung eines Atoms erforderliche Richtungsänderung des Impulses geringer ist als bei senkrechtem Einfall. Die Sputterausbeute Y nimmt bei kleinen Winkeln θ im Verhältnis $1/\cos(\theta)$ zu. Bei großem Einfallswinkel θ wird die Ionenreflexion jedoch dominierend, sodass die Ausbeute Y wieder abnimmt (siehe Abb. 2.6).

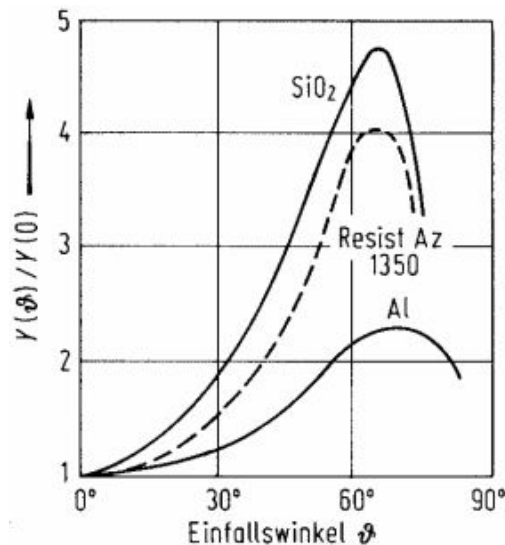


Abbildung 2.6: Sputterausbeute Y in Abhängigkeit vom Einfallswinkel θ [Hae87]

Für Kupfer, Platin und Titan sind die Sputterausbeuten in Tabelle 2.2 zusammengefasst.

E_i [eV]	Cu	Pt	Ti
200	1,1	0,6	0,2
600	2,3	1,6	0,6
1000	3,2	-	-
2000	4,3	-	1,1

Tabelle 2.2: Sputterausbeute Y von Kupfer, Platin und Titan als Funktion der Energie E_i der auftreffenden Ar-Atome. [Hae87]

Neben der physikalischen Gasabscheidephase (PVD-Verfahren), die auf rein physikalischen Wirkungen, wie der Kondensation von Materialdampf an der Substratoberfläche, beruht, gibt es auch die sogenannte chemischen Gasabscheidephase (CVD-Verfahren). Dazu gehören unter anderem die Plasmapolymersation und die Atomlagenabscheidung. Da in der vorliegenden Arbeit nur PVD-Verfahren verwendet werden, wird auf die CVD-Verfahren nicht näher eingegangen.

2.4 Beschichtung von Granulaten⁵

Obwohl das Beschichten von planen Substraten ein Standardverfahren darstellt, ist die Beschichtung von granularen Materialien, wie beispielsweise Mikrogaskugeln oder anderen Pulvern, mit einigen Schwierigkeiten verbunden. Jede Seite jedes Teilchens muss dem Sputterstrahl ausgesetzt werden, um eine gleichmäßige Beschichtung zu gewährleisten. Dafür ist ein Rotationsmechanismus erforderlich, der die Teilchen während des Sputtervorganges durchmischt. Im Verlauf des Durchmischungsvorgangs verkeilen sich allerdings die Mikrogaskugeln miteinander. Dies verhindert, dass Teilchen dem Sputterstrahl ausgesetzt und beschichtet werden. Zusätzlich neigen Teilchen bei fortstreitendem Beschichten im Vakuum dazu, zu verkleben-vor allem, wenn die Teilchen mit Metall beschichtet werden. Der Grund liegt in der Abwesenheit einer Trennschicht, wie zum Beispiel Luft.

Um diesen Problemen entgegenzuwirken gibt es mehrere Lösungsansätze. Eine Möglichkeit wäre eine Rotationstrommel, deren Rotationsachse horizontal ist. Ebenso kann mit Hilfe von Vibration des Probenhalters das Granulat in Bewegung gehalten werden. Eine andere Möglichkeit, das Verklumpen des Pulvers zu verhindern, ist die Verwendung einer geneigten, rotierenden Schale.

In dieser Arbeit kam neben einer Schale, in die die Mikrogaskugeln gefüllt werden, ein Rüttelmechanismus zum Einsatz. Dieser ist notwendig, um während des Beschichtungsvorganges gebildete Klumpen zu lösen. Dafür wurde die Schale auf eine größere, sich drehende Scheibe gelegt. Die Konstruktion ist in Abbildung 2.7 dargestellt.

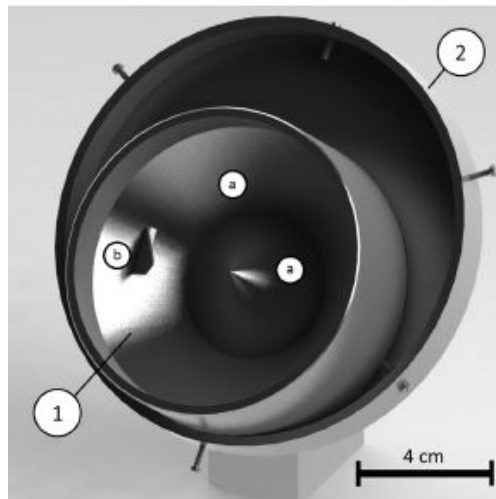


Abbildung 2.7: Darstellung der Beschichtungsapparatur: die beschichtete Schale (1) mit rauer Oberfläche (a) und Flosse (b) wird durch in die Scheibe (2) eingelassenen Schrauben periodisch angehoben. [Sch13]

Die Scheibe hat einen äußeren Rand, sodass die Schale daran hinunter rollen kann. Zusätzlich sind daran Schrauben angebracht, die radial nach innen zeigen. Wenn die Schale in die Scheibe gelegt wird (siehe Abb. 2.8), wird sie in Folge der Drehbewegung in regelmäßigen Abständen von den Schrauben angehoben und durch den darauf folgenden Absturz erschüttert. Dies

⁵vgl. [Sch10, Sch13]

hat zur Folge, dass bereits gebildete Klumpen zerfallen und dass sich Teilchen, die an der Oberfläche der Schale haften, lösen.

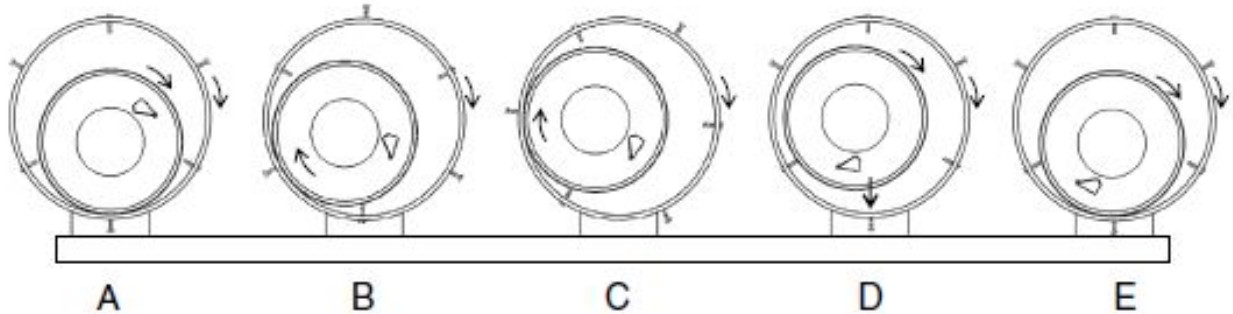


Abbildung 2.8: Rüttelmechanismus: (A) die Schale befindet sich in Ausgangsposition, (B) die Schale wird durch eine Schraube angehoben, (C) die Schale befindet sich in höchstmöglicher Position und beginnt über die Schraube zu rollen, (D) die Schale gleitet über die Oberfläche der Scheibe, (E) die Schale fällt gegen die Wand der Scheibe. Durch das entstehende Rütteln werden Verklumpungen des Pulvers gelöst. [Sch13]

2.5 Optik

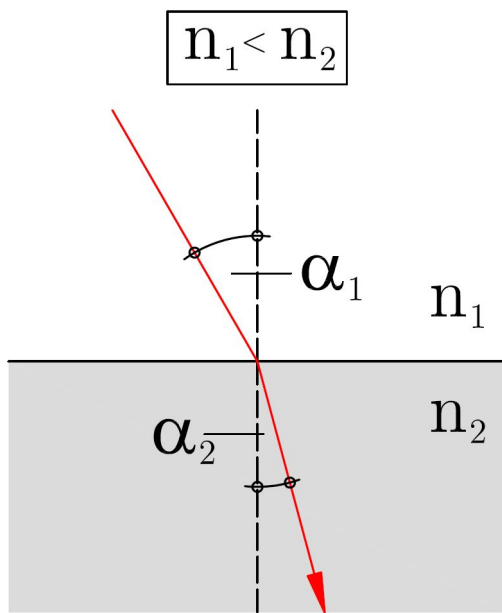
Da die Untersuchung der beschichteten Mikroglasskugeln in weiterer Folge mit einem Lichtmikroskop erfolgt, werden in diesem Kapitel die relevanten Grundlagen der Brechung und Transmission erklärt.

2.5.1 Brechung

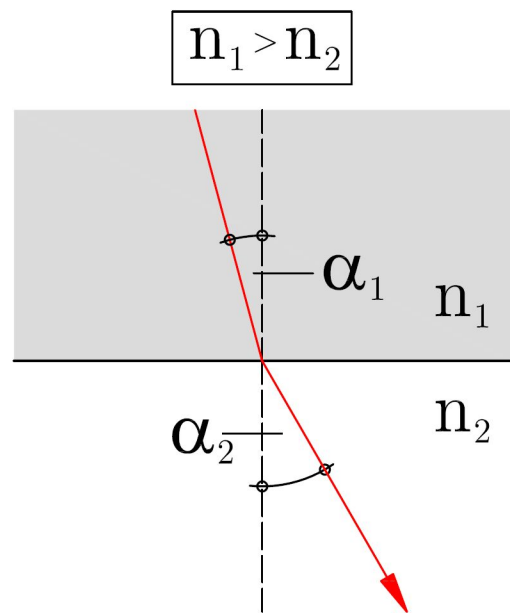
Trifft Licht auf die Grenzfläche zweier Medien wird es gebrochen. Der Grund liegt in den für jedes Material charakteristischen Brechungsindizes und den damit einhergehenden unterschiedlichen Phasengeschwindigkeiten der elektromagnetischen Wellen. Der Brechungsindex ist das Verhältnis zwischen der Vakuumlichtgeschwindigkeit c_0 und der Lichtgeschwindigkeit im Medium c_M .

$$n = \frac{c_0}{c_M} \quad (2.1)$$

Beim Übergang eines Lichtstrahls vom optisch dünneren Medium, d.h vom Medium mit kleinerem Brechungsindex (z.B. Luft) ins optisch dichtere Medium (z.B. Glas) kommt es zu einer Brechung zum Lot (siehe Abb. 2.9(a)). Der Einfallswinkel α_1 ist in diesem Fall größer als der Brechungswinkel α_2 . Erfolgt der Übergang vom optisch dichteren ins optisch dünnere Medium spricht man von einer Brechung des Strahls vom Lot (siehe Abb. 2.9(b)).



(a) Vom optisch dünneren ins optisch dichtere Medium: Brechung zum Lot



(b) Vom optisch dichteren ins optisch dünnere Medium: Brechung vom Lot

Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der Lichtbrechung

Sind der Einfallswinkel α_1 des Lichts und die Brechungsindizes n_1 und n_2 bekannt, lässt sich der Brechungswinkel α_2 mit dem Snellius'schen Brechungsgesetz (siehe Gl. 2.2) berechnen.

$$n_1 \sin(\alpha_1) = n_2 \sin(\alpha_2) \quad (2.2)$$

Bei einer Brechung vom optisch dichteren ins optisch dünnere ($n_1 \leq n_2$) Medium kann es zur sogenannten Totalreflexion kommen. Das bedeutet, dass das Licht nicht mehr ins andere Medium eindringt, sondern an der Grenzfläche reflektiert wird (siehe Abb. 2.10). Dabei ist der Reflexionswinkel α'_1 gleich dem Einfallswinkel α_1 . Sobald α_1 einen bestimmten Wert überschritten hat, kommt es zur Totalreflexion. Der Grenzwinkel ist jener Winkel α_1 , der einem Brechungswinkel $\alpha_2 = \frac{\pi}{2}$ zugeordnet ist. Er kann mittels Gleichung 2.3 bestimmt werden.

$$\alpha_1 \geq \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \quad (2.3)$$

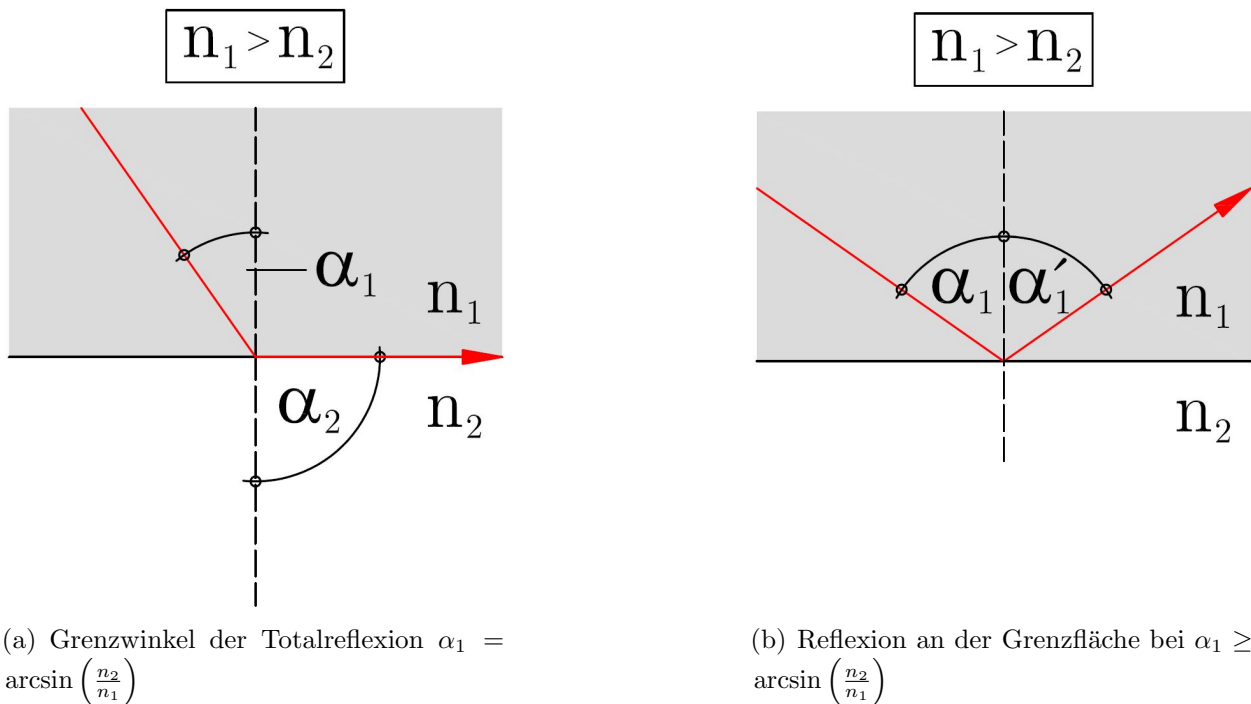


Abbildung 2.10: Totalreflexion

2.5.2 Transmission⁶

Beim Durchgang von Strahlung durch ein Medium mit endlicher Dicke kommt es zur teilweisen oder vollständigen Absorption. Das bedeutet, dass der auf der gegenüberliegenden Seite austretende Strahl an Intensität verliert. Aus dem Verhältnis der Intensität des Strahls vor und nach dem Durchgang lässt sich der Transmissionskoeffizient T bestimmen:

$$T = \frac{I_1}{I_0} \quad (2.4)$$

T ... Transmissionskoeffizient

I_0 ... Intensität des einfallenden Strahls

I_1 ... Intensität des ausfallenden Strahls

Die Intensität der transmittierten Strahlung und damit die Transmission ist abhängig von der Wellenlänge der einfallenden Strahlung, sowie von den Stoffeigenschaften und der Dicke des zu durchquerenden Mediums. Somit eignet sich die Transmissionsmessung zur Schichtdickenbestimmung. Es wird dafür ein Lichtstrahl mit bekannter Wellenlänge λ auf die zu vermessende Schicht gerichtet und die Intensität des Strahls sowohl vor als auch nach dem Durchgang durch die Probe bestimmt. Da die zu messende Schicht auf einem Glassubstrat aufgebracht ist, trägt auch dieses zur Transmission des Lichtstrahls bei. Der einfallende Lichtstrahl mit der Intensität I_0 trifft auf die Probe auf, wird teilweise von dem aufgetragenen Material absorbiert, durchquert das Substrat und verlässt dieses mit der Intensität I_2 (siehe Abb. 2.11).

⁶vgl. [Mah09]

Bei der Probe handelt es sich demnach um ein mehrschichtiges System. Die Transmission durch das gesamte System beträgt

$$T = \frac{I_2}{I_0}. \quad (2.5)$$

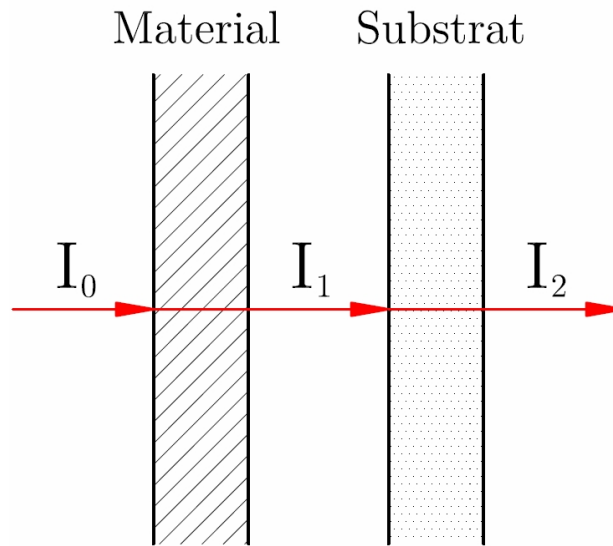


Abbildung 2.11: Transmissionsverhalten eines Mehrschichtsystems

Der Lichtstrahl verlässt die Schicht des untersuchten Materials mit der Intensität I_1 . Für die Transmission gilt dann:

$$T_M = \frac{I_1}{I_0} \quad (2.6)$$

Der abgeschwächte Lichtstrahl trifft als nächstes auf das Substrat. Es gilt:

$$T_S = \frac{I_2}{I_1} \quad (2.7)$$

Betrachtet man die Transmission der Schicht und des Glases separat, kommt man zum Ergebnis, dass die Transmissionskoeffizienten der einzelnen Materialien durch Multiplikation die gesamte Transmission ergeben.

$$T = T_M \cdot T_S = \frac{I_1}{I_0} \cdot \frac{I_2}{I_1} = \frac{I_2}{I_0} \quad (2.8)$$

Bei diesem Modell werden allerdings viele Effekte, wie beispielsweise nicht senkrechter Lichteinfall auf die Oberfläche und Interferenzerscheinungen, nicht berücksichtigt.

Mit Hilfe der Fresnelgleichung (siehe Gl. 2.9) lässt sich die Transmission von Mehrschichtsystemen berechnen, wobei q die Anzahl der Medien ist, die das Licht durchquert.

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{r=i}^q \begin{bmatrix} \cos \delta_r & i \sin \delta_r / \eta_r \\ i \eta_r \sin \delta_r & \cos \delta_r \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_m \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

Die Variable δ_r enthält die Dicke d_r des jeweiligen Mediums, durch die das Licht transmittiert, den Brechungsindex N_r , sowie die Wellenlänge λ des Lichts.

$$\delta_r = \frac{2\pi N_r d_r}{\lambda} \quad (2.10)$$

N_r ist der komplexe Brechungsindex der einzelnen Materialien, der sich aus dem Brechungskoeffizienten n_r und dem Absorptionskoeffizienten k_r zusammen setzt (siehe Gl. 2.11). Beim Durchgang des Lichts kommt es aufgrund des imaginären Brechungsindex der Schicht zur Absorption.

$$N_r = (n_r - i k_r) \quad (2.11)$$

η_r errechnet sich durch Multiplikation der komplexen Brechungsindizes N_r der einzelnen Schichten mit der Konstanten $\mathcal{V} = 2,65 \cdot 10^{-3}$ (siehe Gl. 2.12). η_m ist der Brechungsindex des umgebenden Mediums, das in den meisten Fällen Luft ist. In diesem Fall gilt $\eta_m = \eta_0 = 1$.

$$\eta_r = N_r \mathcal{V} = (n_r - i k_r) \mathcal{V} \quad (2.12)$$

Nachdem die Matrix $\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix}$ berechnet wurde, lässt sich mit Gleichung 2.13 die Transmission berechnen.

$$T = \frac{4 \eta_0 \operatorname{Re}(\eta_m)}{(\eta_0 B + C)(\eta_0 B + C)^*} \quad (2.13)$$

2.5.3 Aufbau und Funktionsweise eines Lichtmikroskops

Mit Hilfe eines Mikroskops werden kleine Objekte in zwei Stufen vergrößert. Das einfachste Mikroskop ist ein System bestehend aus zwei Sammellinsen. Der Strahlendurchgang ist in Abb. 2.12 schematisch dargestellt. Der Gegenstand G wird durch die Objektivlinse auf das Zwischenbild ZB abgebildet. ZB ist ein reelles, vergrößertes und seitenverkehrtes Bild des Gegenstandes. Durch das Okular, das wie eine Lupe wirkt, wird das Zwischenbild, das sich innerhalb der Brennweite F_2 befindet, ein weiteres Mal vergrößert, sodass das virtuelle Bild B entsteht. Zur Konstruktion der Bilder ZB und B werden Parallelstrahlen, die zu Brennstrahlen werden und Mittelpunktstrahlen verwendet. Durch die Vergrößerung der Tubuslänge (Abstand zwischen den inneren Brennpunkten F_1 und F_2) wird das Bild vergrößert.

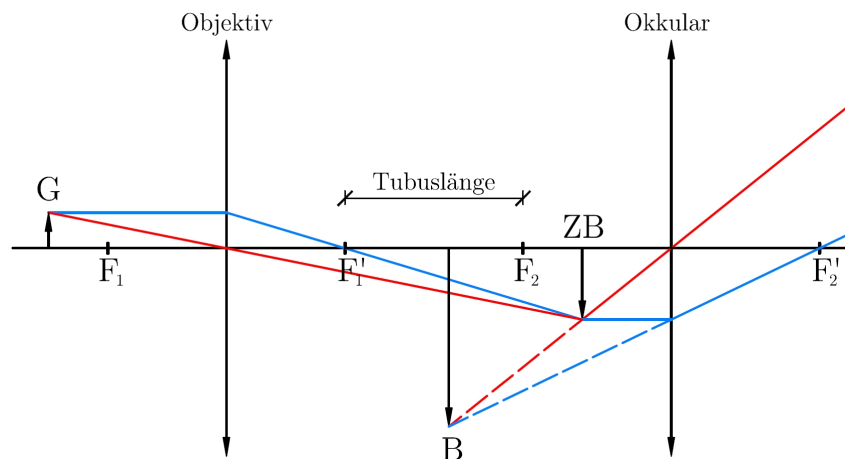


Abbildung 2.12: Strahlengang eines Mikroskops

Abhängig von der Beleuchtungstechnik eines Mikroskops können Durchlicht- oder Auflichtbilder erzeugt werden. Bei der Durchlichtmikroskopie befindet sich die Lichtquelle unterhalb der Probe, sodass das Licht das Präparat durchquert und das Transmissionsverhalten untersucht werden kann. Es ist erforderlich, dass das Präparat transparent oder dünn geschnitten ist. Dies ist bei der Auflichtmikroskopie nicht notwendig, da das Licht an der Oberfläche der Probe reflektiert wird. Es lässt sich damit die Oberflächenbeschaffenheit der Probe untersuchen. In Kapitel 3 wird das für die Transmissionsmessungen verwendete Lichtmikroskop näher beschrieben.

2.5.4 Verwendung und Wirkungsweise eines Fabry-Pérot Filters

Ein Fabry-Pérot Filter dient als optischer Filter, der aus einer breitbandigen Strahlung ein schmalbandiges Spektrum herausfiltert. In der vorliegenden Arbeit wird es dazu verwendet, um den CCD-Chip der Kamera, mit der die Bilder aufgenommen werden, mit Licht bekannter Wellenlänge zu bestrahlen. Um das Mikroskop als Schichtdickenmessgerät basierend auf Transmissionsmessung verwenden zu können ist es wichtig, die Wellenlängen zu kennen, auf die der CCD-Chip sensitiv ist.

Die Funktionsweise eines Fabry-Pérot-Filters beruht auf dem Effekt der konstruktiven und destruktiven Interferenz. Zur Veranschaulichung wird hier als Beispiel die Brechung eines Lichtstrahls an einer planparallelen Platte angeführt (siehe Abb. 2.13). Beim Auftreffen des Lichts wird ein Teil reflektiert und ein Teil gebrochen (Punkt A). Der gebrochene Strahl wird an der Unterseite der Platte ein weiteres Mal reflektiert (Punkt B), tritt nach erneuter Brechung an der Oberkante (Punkt C) wieder aus und überlagert sich mit dem ersten Teilstrahl.

Als Gangunterschied Δs wird der Wegunterschied zwischen den sich überlagernden Strahlen bezeichnet. Dieser ist maßgebend für die Interferenz. Er berechnet sich bei einer Platte der Dicke d mit Brechungsindex n zu

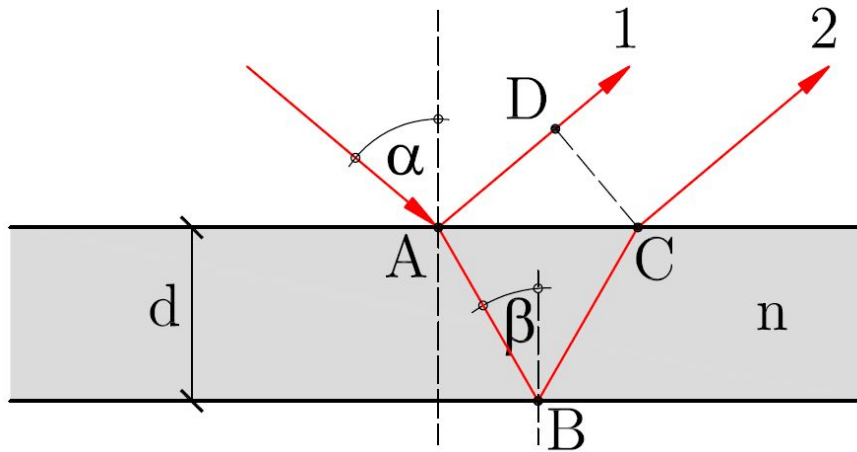


Abbildung 2.13: Zur Berechnung des Gangunterschiedes bei der Interferenz an einer planparallelen durchsichtigen Platte [Dem04]

$$\Delta s = s_2 - s_1 \quad (2.14)$$

$$\Delta s = n(\overline{AB} + \overline{BC}) - \overline{AD} \quad (2.15)$$

Die Strecken $\overline{AB}$ und $\overline{BC}$ lassen sich gemäß Gleichung 2.16 berechnen.

$$\cos(\beta) = \frac{d}{\overline{AB}} = \frac{d}{\overline{BC}} \rightarrow \overline{AB} = \overline{BC} = \frac{d}{\cos(\beta)} \quad (2.16)$$

Nach einigen trigonometrischen Überlegungen,

$$2 \tan(\beta) = \frac{\overline{AC}}{d} \leftarrow \overline{AC} = \frac{\overline{AD}}{\sin(\alpha)} \quad (2.17)$$

$$2 \tan(\beta) = \frac{\overline{AD}}{d \sin(\alpha)}, \quad (2.18)$$

erhält man für die Strecke $\overline{AD}$

$$\overline{AD} = 2 d \tan(\beta) \sin(\alpha) \quad (2.19)$$

Dies ergibt, nach Gleichung 2.15, den Gangunterschied Δs

$$\Delta s = \frac{2 n d}{\cos(\beta)} - 2 d \tan(\beta) \sin(\alpha) \quad (2.20)$$

Wegen des Brechungsgesetzes $\sin(\alpha) = n \sin(\beta)$ und $\tan(\beta) = \frac{\sin(\beta)}{\cos(\beta)}$ lässt sich dies umformen in

$$\Delta s = \frac{2 n d}{\cos(\beta)} - \frac{2 n d \sin^2(\beta)}{\cos(\beta)} \quad (2.21)$$

$$= \frac{2 n d}{\cos(\beta)} (1 - \sin^2(\beta)) \quad (2.22)$$

$$= 2 n d \cos(\beta) \quad (2.23)$$

$$= 2 n d \sqrt{1 - \sin^2(\beta)} \quad (2.24)$$

$$= 2 n d \sqrt{1 - \frac{\sin^2(\alpha)}{n^2}} \quad (2.25)$$

$$\Delta s = 2 d \sqrt{n^2 - \sin^2(\alpha)} \quad (2.26)$$

Zwischen den Teilstrahlen ergibt sich gemäß Gleichung 2.27 eine Phasendifferenz $\Delta\varphi$

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta s \quad (2.27)$$

Abhängig von der Phasendifferenz $\Delta\varphi$ interferieren die Teilstrahlen konstruktiv oder destruktiv miteinander. Wellenlängen die konstruktiv interferieren zeigen im Transmissionsspektrum ein Maximum (siehe Abb 2.14).

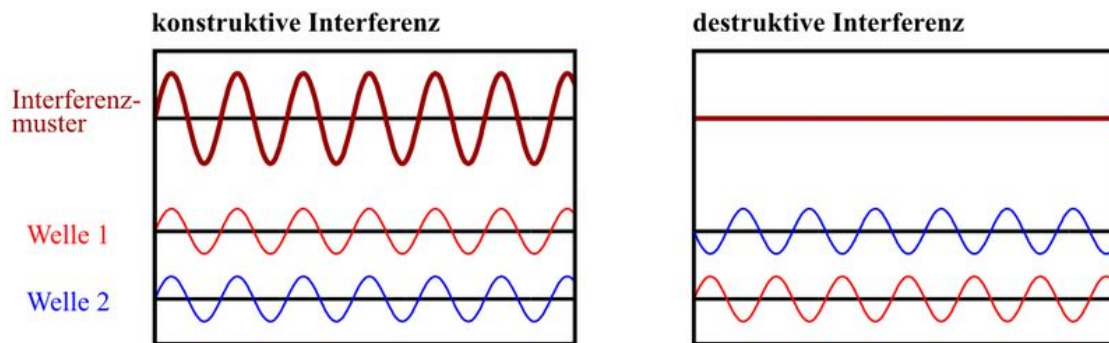


Abbildung 2.14: Konstruktive und destruktive Interferenz von zwei Wellen

Im Fall des Fabry-Pérot-Filters wird der Strahl an zwei halbdurchlässigen Spiegeln reflektiert. Die Dicke d der planparallelen Platte entspricht dem Abstand der Spiegel. Ändert sich der Spiegelabstand, interferieren unterschiedliche Wellenlängen miteinander. Anwendung findet das Fabry-Pérot-Filter vor allem in der Spektroskopie als Interferenzfilter oder zur Kalibrierung unbekannter Frequenzskalen. Auch in der Lasertechnik kommt das Fabry-Pérot-Filter als Laser-Resonator oder als Moderator für monochromatische Strahlung zum Einsatz.

Kapitel 3

Umbau des Lichtmikroskops

3.1 Allgemeines

Mit einem Rasterelektronenmikroskop wurden bereits Schichtdickenmessungen beschichteter Mikrogaskugeln vorgenommen. Zu diesem Zweck wurden diese zerbrochen und an den Kanten vermessen. Für eine zerstörungsfreie Schichtdickenmessung soll mit Hilfe von Durchlichtaufnahmen die Intensität des transmittierten Licht gemessen werden, um dadurch auf die Schichtdicke schließen zu können. Bedingt durch die geringe Abmessung der Mikrogaskugeln ($\varnothing = 30\text{-}80\text{ }\mu\text{m}$) ist die Auflösung eines Durchlichtscanners zu gering, um die Objekte abzubilden. Die notwendige höhere Auflösung liefert das Mikroskop. Zur Erstellung von Durchlichtaufnahmen ist allerdings ein Umbau erforderlich. Zum einen wird ein Kreuztisch mit einer Ausnehmung benötigt, sodass das Licht von unten auf die Probe treffen kann. Zum anderen muss die Lichtquelle ausreichend hell und deren Spektrum bekannt sein, sowie den sichtbaren Bereich möglichst gleichmäßig abdecken.

Der Einsatz eines Lichtmikroskops bringt weitere Probleme mit sich. Dazu gehören die ungleichmäßige Ausleuchtung der Objekte bei Durchlichtaufnahmen und das notwendige Verschieben der Probe. Da das Mikroskop nur einen kleinen Bildausschnitt der Probe abbildet, müssen mehrere Bilder aufgenommen werden, um hinreichende statistische Informationen zu erhalten. Das Verschieben soll durch den Kreuztisch ermöglicht werden, der in der x-y-Ebene verstellbar ist und manuell via Joystick oder über den Computer mit Hilfe einer geeigneten Software angesteuert wird. Die Analyse der vom Mikroskop aufgenommenen Bilder erfolgt über eine Bildverarbeitungssoftware, die die Intensität ausgewählter Bildausschnitt liefert.

3.2 Möglichkeiten der Beleuchtung für die Transmissionsmessung

Anstatt die Probe mit einem Lichtstrahl einer bestimmten Wellenlänge zu bestrahlen, wird die Probe mit weißem Licht beleuchtet. Dieses sollte eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Wellenlängen des sichtbaren Spektrums aufweisen. Für die Beleuchtung am Mikroskop zur Erzeugung von Durchlichtbildern stehen zwei unterschiedliche Lichtquellen zur Verfügung, die OLED (**O**rganic **L**ight **E**mitting **D**iode) Osram Oled 3 und das LED-Array Mega Zenigata 92 CRI. Um zu entscheiden welche Lichtquelle die geeignetste zur Untersuchung der Mikroglaskugeln ist, werden die Spektren mit Hilfe eines Spektrometers gemessen. Ein Spektrometer dient dazu Eigenschaften von Licht als Funktion seiner Wellenlänge, Frequenz oder Energie zu untersuchen. Die häufigste Verwendung eines Spektrometers besteht in der Messung der Intensität von Licht. Man kann aber auch andere Eigenschaften messen, wie zum Beispiel die Polarisation. Weiters werden Helligkeit, sowie Gleichmäßigkeit der Ausleuchtung beider Lichtquellen verglichen.

3.2.1 Osram Oled 3

Das aufgenommene Spektrum der OLED ist in Abb. 3.1 dargestellt. Da die Intensität des Lichts abhängig von der Leistung und damit von der angelegten Spannung ist, ist auf der y-Achse die normierte Intensität I_{rel} aufgetragen.

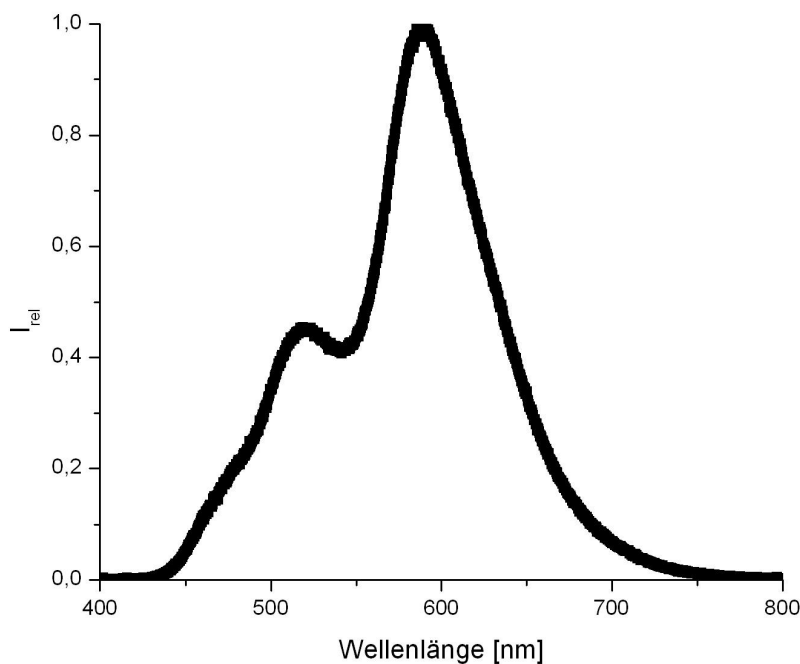


Abbildung 3.1: Spektrum der OLED

Die OLED weist ein schmales Spektrum auf. Dadurch ist diese Lichtquelle nicht für Transmissionsmessungen geeignet. Das Spektrum sollte den Großteil der Wellenlängen im sichtbaren Bereich abdecken. Die Ausleuchtung ist zwar aufgrund der großen Ausdehnung der Lichtquelle gleichmäßig, allerdings nicht ausreichend hell.

3.2.2 Mega Zenigata 92 CRI

Im Gegensatz zur OLED ist der Grenzwert der Leistung der LED hoch genug (25 Watt), sodass sie ausreichend hell ist und sich als Lichtquelle eignet. Der Nachteil ist jedoch, dass das Licht auf einen kleinen Bereich fokussiert ist und somit die Lichtstärke stark winkelabhängig ist. Es ist daher notwendig, den Abstrahlwinkel der Leuchte aufzuweiten. Zu diesem Zweck wird eine sogenannte Diffusorfolie verwendet.

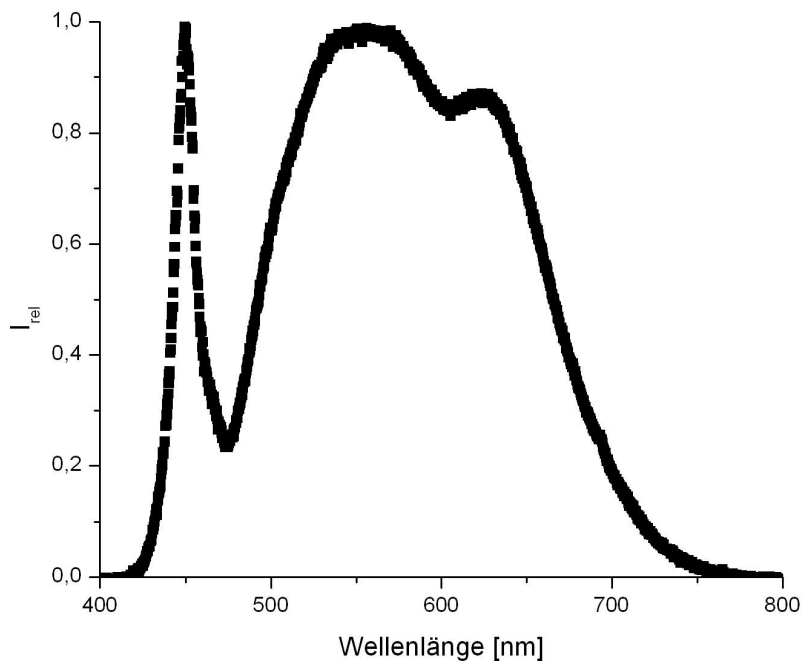


Abbildung 3.2: Spektrum der LED

Wie man beim Vergleich von Abbildung 3.1 und Abbildung 3.2 erkennen kann, ist das Spektrum der LED (siehe Abb. 3.2) breiter, als das der OLED, wodurch sie sich besser als Lichtquelle eignet. Die Auswertung des transmittierten Lichts erfolgt nun mittels CCD (Charge Coupled Device) Chip.

3.3 Einbau der Lichtquelle

Nachdem in Kapitel 3.2 die Vor- und Nachteile verschiedener Lichtquellen diskutiert wurden, wird in diesem Kapitel der Einbau der Beleuchtung beschrieben. Aufgrund ihrer ausreichenden Helligkeit wird für die Transmissionsmessung am Lichtmikroskop das LED-Array verwendet. Da die Abmessung der Leuchte nur etwa 15 mm beträgt, ergibt sich im Bildfeld ein merkbarer Intensitätsgradient. Abbildung 3.3 zeigt Mikroskopaufnahmen mit und ohne Diffusor.

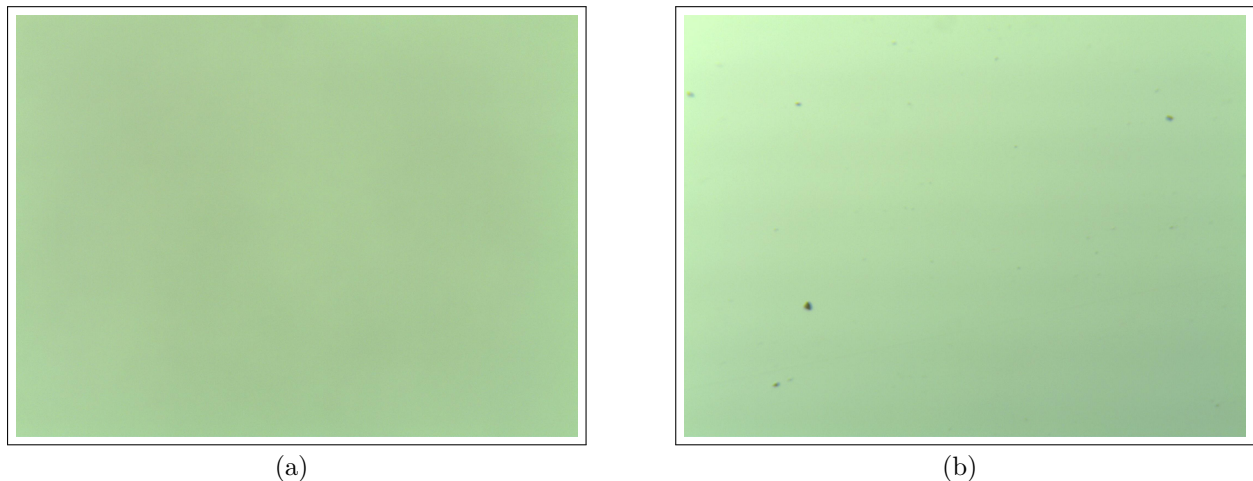


Abbildung 3.3: Durchlichtaufnahmen mit (a) und ohne (b) Diffusor.

Um eine gleichmäßige Ausleuchtung zu erzielen ist es notwendig, die ausgeleuchtete Fläche auf der Probe zu vergrößern. Da der Querschnitt des Lichtkegels mit zunehmendem Abstand zwischen Lichtquelle und Präparat größer wird, wird die LED an der Unterseite des Kreuztisches angebracht. Eine Diffusorfolie sowie ein Milchüberfang verursachen eine zusätzliche Streuung des Lichts und somit einen größeren Abstrahlwinkel.

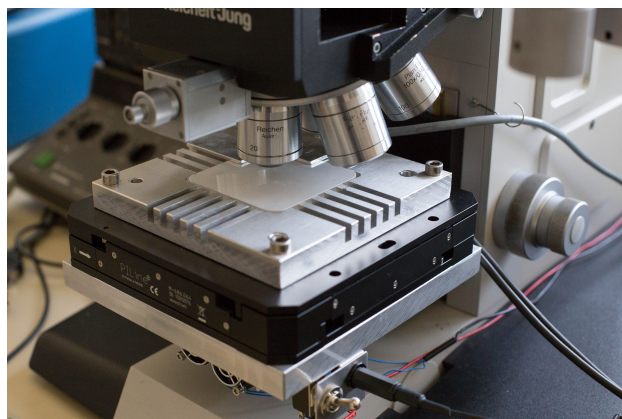


Abbildung 3.4: Kreuztisch der Firma PI. Ein Milchüberfang weitet den Abstrahlwinkel der unten angebrachten Lichtquelle auf.

Zum Verschieben der Probe kommt der Kreutztisch M-686.D64 der Firma PI zum Einsatz. Abbildung 3.4 zeigt den verwendeten Kreutztisch. Die Abmessungen betragen 170x170x32 mm. Zwei fein arbeitende Piezoelemente erlauben das genaue und ruckfreie Positionieren des zu betrachtenden Objektes. Der Kreutztisch wird mit einer Software manuell via Joystick oder durch Eingabe am Computer angesteuert. Soll sich der Kreutztisch um eine bestimmte Weglänge verschieben, kann diese im dafür verwendeten Programm eingegeben werden. Um die Probe um genau einen Bildausschnitt zu verschieben, wurde dieser bei unterschiedlichen Vergrößerungen ausgemessen (siehe Tab. 3.1). Die minimale Schrittweite, die der Kreutztisch zurücklegen kann beträgt $0,3 \mu\text{m}$.

Vergrößerung	Schrittgröße $\leftrightarrow$ [mm]	Schrittgröße $\updownarrow$ [mm]
5 x	2,17	1,62
20 x	0,525	0,400
50 x	0,210	0,156
100 x	0,105	0,078
150 x	0,069	0,052

Tabelle 3.1: Abmessungen der Bildausschnitte bei unterschiedlichen Vergrößerungen.

Kapitel 4

Bestimmung der Messwellenlänge des Mikroskops mittels Fabry-Pérot-Filter

4.1 Allgemeines¹

Damit das Mikroskop als Schichtdickenmessgerät basierend auf Transmissionsmessungen verwendet werden kann, ist es wichtig, die Wellenlänge, auf die der rote, grüne und blaue Farbkanal des CCD Chips sensitiv ist, zu kennen. Um den CCD Chip mit Licht bekannter Wellenlänge zu bestrahlen, wird zunächst ein Fabry-Pérot-Filter durch Bedampfen hergestellt.

Das Fabry-Pérot-Filter besteht aus zwei parallelen, halbdurchlässigen Spiegeln. Der Aufbau ist in Abb. 4.1 dargestellt. Das Fabry-Pérot-Filter, das zur Bestimmung der Messwellenlänge des Lichtmikroskops verwendet wird, wurde mit einem keilförmigen Schichtprofil realisiert. Die spiegelnden Flächen haben dadurch keinen konstanten Abstand zueinander, wodurch es zur Interferenz unterschiedlicher Wellenlängen kommt. Aufgrund der spiegelnden Oberflächen, auf die der Lichtstrahl trifft, kommt es zur Vielstrahlinterferenz. Dies bedeutet, dass sich viele Teilstrahlen überlagern. Der eintretende Strahl wird zwischen den Flächen hin- und herreflektiert, wobei die bei der Reflexion austretenden Anteile miteinander interferieren. Der Spiegelabstand ist gering und liegt unterhalb der Kohärenzlänge der verwendeten Lichtquelle. Bei bekanntem Abstand d der beiden reflektierenden Flächen ist die optische Wegdifferenz $2nd$. Es lassen sich jene Wellenlängen λ_m , die maximal interferieren, gemäß Gleichung 4.1 berechnen.

$$\Delta s = m \lambda_m \Rightarrow \lambda_m = \frac{2nd}{m} \quad (4.1)$$

Der variable Spiegelabstand wird durch ein keilförmiges Schichtprofil auf Glas realisiert. Zu diesem Zweck kam eine Bedampfungsanlage des Institutes für Festkörperphysik der TU-Wien zum Einsatz, die es erlaubt, über eine programmierbare Schrittmotoransteuerung kontinuierliche Schichtdickengradienten zu erzeugen. Mit der Einstellung von Beschichtungsdauer und Beschichtungsrate lässt sich somit die Beschaffenheit der Schicht variieren. Es wurden Versuchsreihen mit unterschiedlichen Bedampfungsparametern durchgeführt. Dies hatte verschiedene Dicken und Dickengradienten der Schicht zur Folge.

¹vgl. [Bal06]

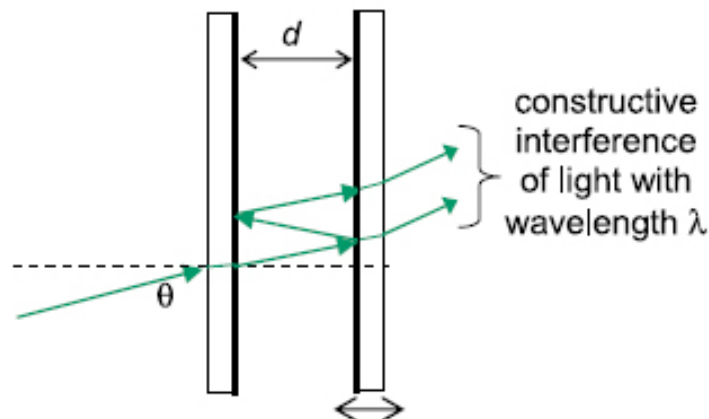
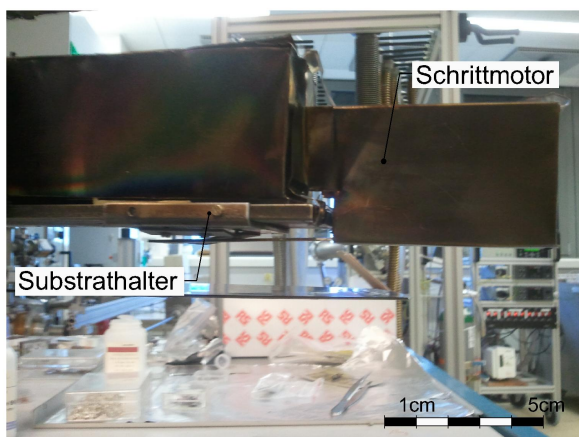


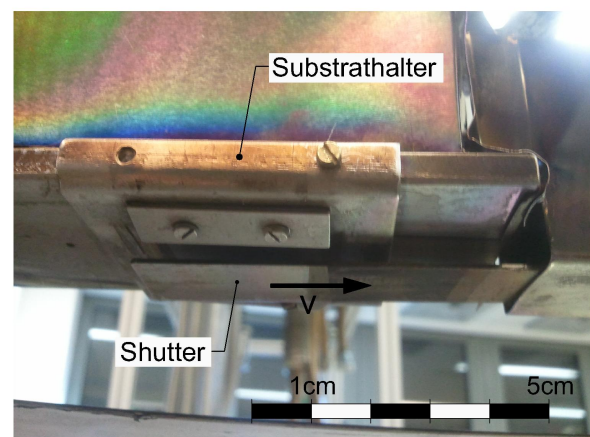
Abbildung 4.1: Prinzip eines Fabry-Pérot-Filters [Bal06]

4.2 Herstellung eines Fabry-Pérot-Filters

Das Glas (Mikroskopobjektträger) wird mittels Aufdampfen im Hochvakuum (siehe Kap. 2.3.1) mit Silber (Ag) und Magnesiumfluorid (MgF_2) beschichtet. Als Erstes wird eine Silberschicht konstanter Dicke aufgebracht, die als erster Spiegel des Fabry-Pérot-Filters dient. Durch das Bedampfen von Materialien steigt der Druck in der Vakuumkammer. Es ist daher erforderlich den Druck zwischen den einzelnen Beschichtungsvorgängen abzusaugen. Nachdem die Kammer wieder auf den erforderlichen Druck evakuiert wurde, wird eine weitere Schicht mit Magnesiumfluorid aufgetragen. Diese Lage weist allerdings keine konstante Dicke, sondern einen Dickengradienten auf. Dadurch kommt der gewünschte veränderliche Abstand zwischen den Spiegeln des Fabry-Pérot-Filters zustande. Diese keilförmige Schicht wird mit Hilfe eines Shuttters realisiert, der durch einen vakuumtauglichen Schrittmotor angesteuert wird (siehe Abb. 4.2).



(a) Schrittmotor



(b) Substrathalter

Abbildung 4.2: Schrittmotoransteuerung

Innerhalb der verwendeten Software lassen sich Anfangs- und Endposition sowie die Schrittmotorgeschwindigkeit einstellen. Damit zu Beginn der Messung kein Materialdampf auf dem Substrat kondensieren kann, wird es vom Shutter in der Ausgangsposition vollständig bedeckt. Mit Hilfe des Schrittmotors wird er dann während des Aufdampfens langsam geöffnet, bis das Substrat völlig freiliegt (siehe Abb. 4.3).

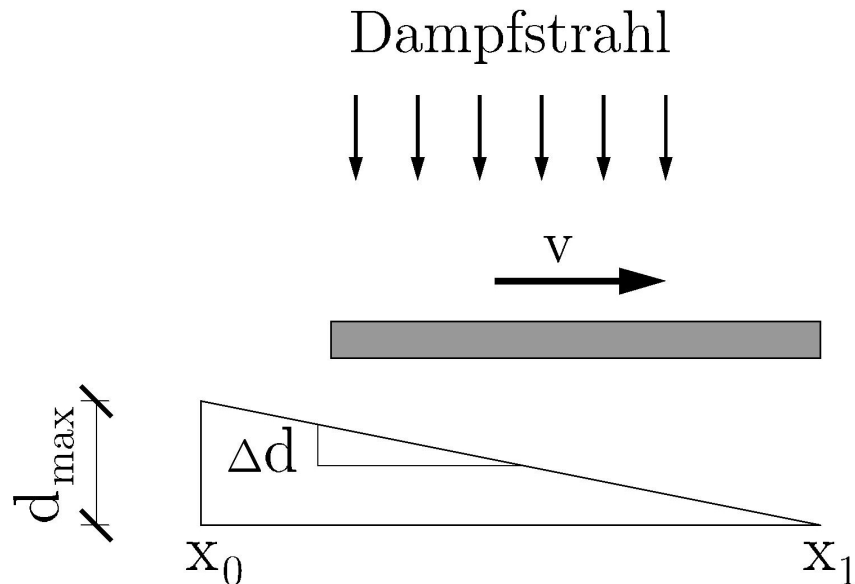


Abbildung 4.3: Funktionsweise des Shutters

Durch diesen Vorgang entsteht eine keilförmige Beschichtung. Je nachdem wie schnell das Substrat freigelegt wird, weist die Schicht eine andere Maximaldicke, sowie einen anderen Dickengradienten auf. Die Dicke der Schicht ist somit eine Funktion der Schrittmotorgeschwindigkeit, $\Delta d = \Delta d(v)$. Folglich lässt sich aus den Schrittmotorparametern auf die Rampenparameter schließen. Nach erneutem Evakuieren folgt das Aufdampfen des zweiten Spiegels durch eine weitere Silberschicht konstanter Dicke. Dabei wird dieselbe Bedampfungsrate wie bei der ersten Schicht verwendet. Eine schematische Darstellung des Schichtaufbaues ist in Abbildung 4.4 zu sehen.

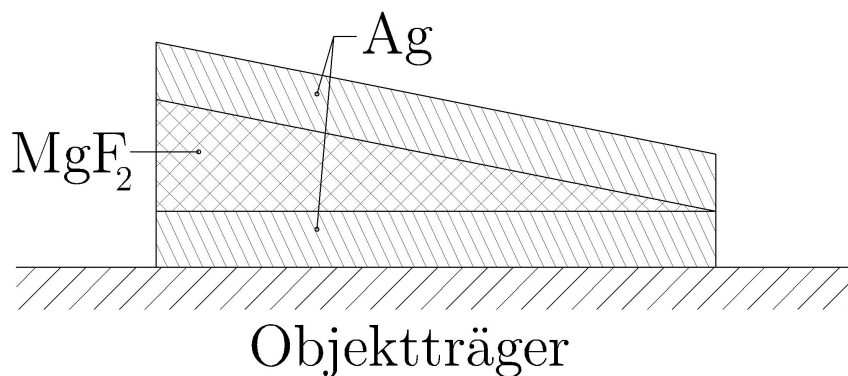


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung des Schichtaufbaus

Im Laufe der Arbeit wurden mehrere Fabry-Pérot-Filter mit unterschiedlichen Bedampfungsparametern hergestellt, bis die passenden Einstellungen (Beschichtungsdauer und Bedampfungsrate) gefunden waren. Abbildung 4.5 zeigt zwei Interferenzmuster, die für die Messung der Messwellenlänge nicht geeignet sind, da das Interferenzmuster zu schmal ist.

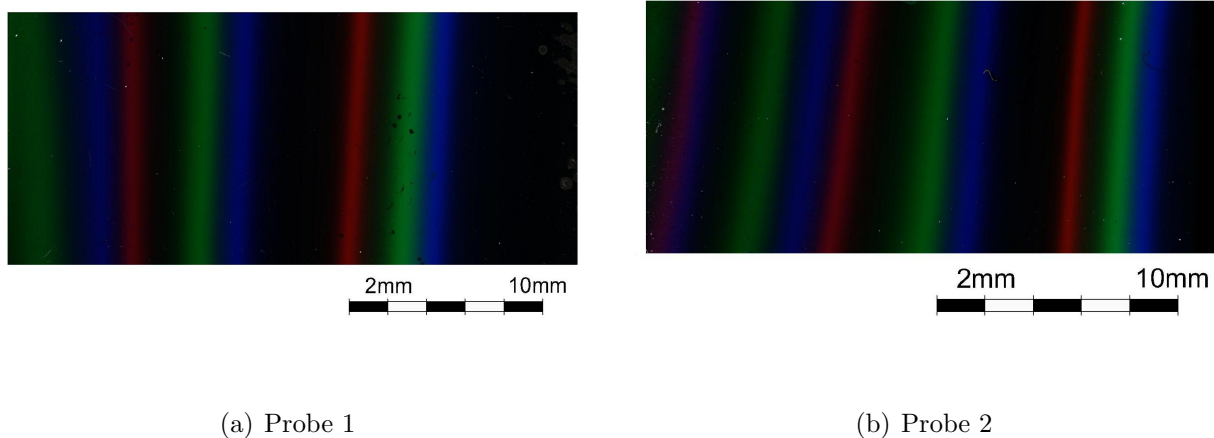


Abbildung 4.5: Interferenzmuster der Fabry-Pérot-Filter bei unterschiedlichen Bedampfungsparametern. Die Dicke der Magnesiumfluoridschicht nimmt von links nach rechts ab.

Die Silberschichten des Fabry-Pérot-Filters in Abbildung 4.5(a) wurden für eine Dauer von 250 s mit einer Rate von $1 \text{ \AA/s}$ bedampft. Die Bedampfungsparameter der keilförmigen Schicht Magnesiumfluorid sind $10 \text{ \AA/s}$ und eine Schrittmotorgeschwindigkeit von 1 unit. Bei dieser Geschwindigkeit dauert es 910 s bis zur vollständigen Freilegung des Substrats. Dies entspricht einer Geschwindigkeit von ca. $0,04 \text{ mm/s}$.

Für die Herstellung des Interferenzmusters von Probe 2 (siehe Abb. 4.5(b)) wurde das Glas mit den gleichen Bedampfungsparametern wie Probe 1 mit Silber beschichtet. Es wurde eine Bedampfungsrate von $1 \text{ \AA/s}$ für 250 s verwendet. Der Unterschied beider Proben liegt in der Magnesiumfluoridschicht. Während sich der Shutter bei Probe 1 mit einer Geschwindigkeit von 1 unit öffnete, lief er bei Probe 2 mit einer Geschwindigkeit von 2 units ($0,07 \text{ mm/s}$). Es dauerte somit 455 s bis das Substrat freilag.

Da Probe 1 und 2 nicht den erforderlichen Ansprüchen der Transmissionsmessung entsprachen (zu schmales Interferenzmuster), wurde die Magnesiumfluoridschicht bei der nächsten Probe durch eine zusätzliche Schicht konstanter Dicke vergrößert. Der modifizierte Schichtaufbau ist in Abbildung 4.6 schematisch dargestellt.

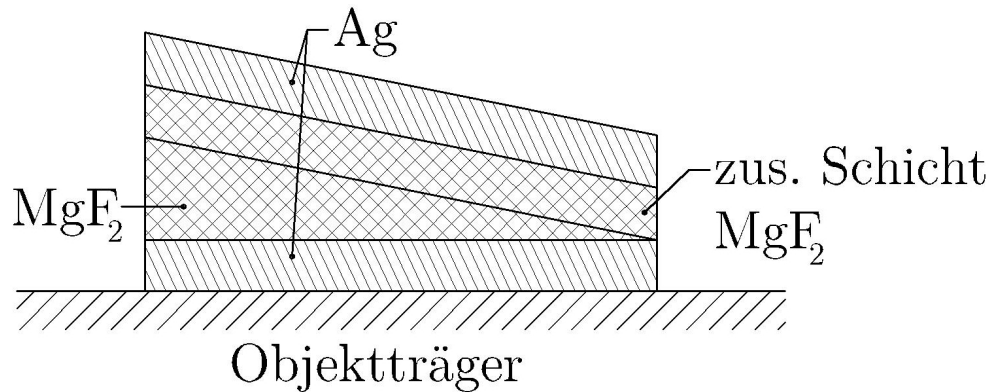


Abbildung 4.6: Modifizierter Schichtaufbau

Zur Herstellung dieses Fabry-Pérot-Filters wurde der gläserne Objektträger mit zwei Silberschichten mit einer Rate von $1 \text{ \AA/s}$ für je 180 s bedampft. Die Bedampfungsrates der dazwischenliegenden Schicht aus Magnesiumfluorid war $5 \text{ \AA/s}$. Der Shutter legte das Substrat mit einer programmintern eingestellten Geschwindigkeit von 3 units ($0,11 \text{ mm/s}$) frei. Dies entspricht einer Zeitspanne von 305 s. Da die Probe anschließend mit einem Spektrometer mit endlicher Ortsauflösung vermessen werden soll, muss das resultierende Interferenzmuster so breit wie möglich sein und sich mittig auf der Probe befinden. Um das zu erzielen, wurde die Gesamtdicke der Magnesiumfluoridschicht vergrößert, bevor die zweite Silberschicht aufgebracht wurde. Dies erreichte man durch weiteres Bedampfen für 75 s mit Magnesiumfluorid. Wie gewünscht verschiebt sich das Interferenzmuster in die Mitte der Probe. Das resultierende Interferenzmuster ist in Abb. 4.7 zu sehen.

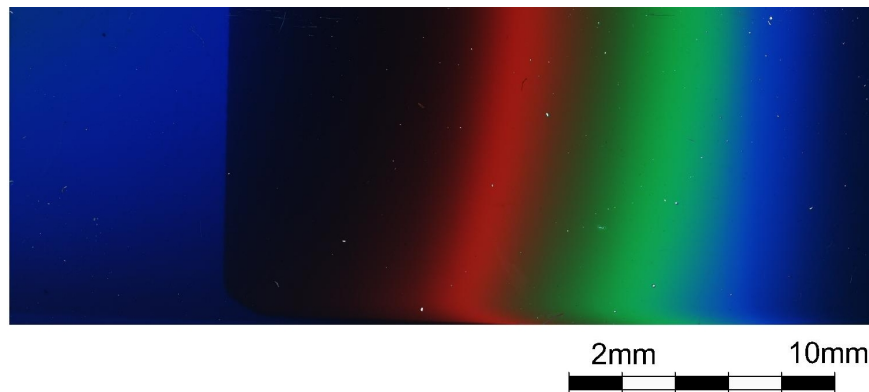


Abbildung 4.7: Interferenzmuster des Fabry-Pérot-Filters

4.3 Berechnung des Fabry-Pérot-Filters²

Um die Wellenlängen λ_m , die konstruktiv miteinander interferieren, zu berechnen, muss zunächst der Abstand $d(x)$ der Spiegelflächen berechnet werden. Da dieser Abstand nicht konstant ist, sondern aufgrund des keilförmigen Profils der Magnesiumfluoridschicht einen Gradienten aufweist, ist die Dicke abhängig von der Position auf dem Substrat.

Die Dicke $d(x)$ lässt sich über die Geradengleichung $y(x) = kx + d$ berechnen.

$$d(x) = \frac{(d - h_0)}{l} x + h_0 \quad (4.2)$$

$d(x)$ ist die Dicke der Schicht an einer bestimmten Stelle x auf dem Substrat der Länge l . Die Minimaldicke h_0 kommt aufgrund des modifizierten Schichtaufbaus (siehe Abb. 4.6) zustande. Die Steigung k ergibt sich dann mit der Maximaldicke d zu $k = (d - h_0)/l$.

Bei einem Abstand d zwischen den beiden reflektierenden Ebenen ist die optische Wegdifferenz $2nd$. Es werden solche Wellenlängen maximal durchgelassen für die gilt:

$$\Delta s = m \lambda_m \Rightarrow \lambda_m = \frac{2nd}{m} \quad (4.3)$$

Dabei gibt m die Ordnung der Maxima an. n ist der Brechungsindex des Mediums, das sich zwischen den Spiegeln befindet. Oft ist das Vakuum oder Luft, was einen Brechungsindex von 1 zur Folge hat. Im vorliegenden Fall handelt es sich allerdings um Magnesiumfluorid, dessen Brechungsindex 1,38 beträgt.

In Tabelle 4.1 sind die Wellenlängen λ_m der Probe berechnet. Für den Vergleich dieser Berechnungen mit der Probe sind in Abbildung 4.8 Linien in einem Abstand von 2 mm eingezeichnet.

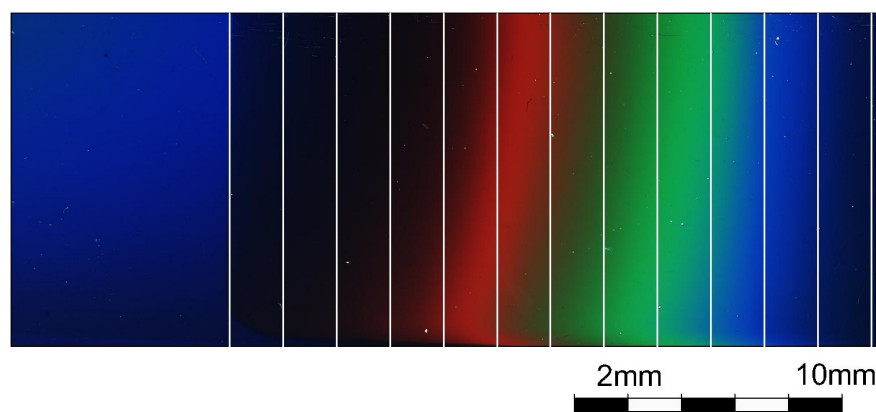


Abbildung 4.8: Interferenzmuster des Fabry-Pérot-Filters

²vgl. [Dem04]

Die Bedampfungsparameter wurden so ausgewählt, dass sich nur die erste Ordnung des sichtbaren Bereiches (400-750 nm) des Interferenzmusters auf dem Substrat befindet. In den Abbildungen 4.5(a) und 4.5(b) sind auch Maxima höherer Ordnungen erkennbar.

Position x [mm]	d(x) [nm]	1. Ordnung	2. Ordnung
0,00	330,00	911	455
0,52	325,60	899	449
1,04	321,20	887	443
1,56	316,80	874	437
2,08	312,40	862	431
2,60	308,00	850	425
3,12	303,60	838	419
3,64	299,20	826	413
4,16	294,80	814	407
4,68	290,40	802	401
5,20	286,00	789	395
5,72	281,60	777	389
6,24	277,20	765	383
6,76	272,80	753	376
7,28	268,40	741	370
7,80	264,00	729	364
8,32	259,60	716	358
8,84	255,20	704	352
9,36	250,80	692	346
9,88	246,40	680	340
10,40	242,00	668	334
10,92	237,60	656	328
11,44	233,20	644	322
11,96	228,80	631	316
12,48	224,40	619	310
13,00	220,00	607	304
13,52	215,60	595	298
14,04	211,20	583	291
14,56	206,80	571	285
15,08	202,40	559	279
15,60	198,00	546	273
16,12	193,60	534	267
16,64	189,20	522	261
17,16	184,80	510	255
17,68	180,40	498	249
18,20	176,00	486	243
18,72	171,60	474	237
19,24	167,20	461	231
19,76	162,80	449	225
20,28	158,40	437	219
20,80	154,00	425	213

Position x [mm]	d(x) [nm]	1. Ordnung	2. Ordnung
21,32	149,60	413	206
21,84	145,20	401	200
22,36	140,80	389	194
22,88	136,40	376	188
23,40	132,00	364	182
23,92	127,60	352	176
24,44	123,20	340	170
24,96	118,80	328	164
25,48	114,40	316	158
26,00	110,00	304	152

Tabelle 4.1: Konstruktiv interferierende Wellenlängen des Fabry-Pérot Filters

4.4 Profilometermessung

Eine abschließende Dickenmessung mittels Profilometer diene zur Verifizierung des keilförmigen Schichtprofils. Abb. 4.9 zeigt die Ergebnisse der Schichtdickenmessung des Fabry-Pérot-Filters mittels Profilometer. Jede Position wurde dreimal vermessen.

Mit Hilfe der Standardabweichung σ lassen sich die Fehlerbalken für jede Position ermitteln. Auf Grund der Tatsache, dass der Schwingquarz seitlich und nicht, wie das Substrat, direkt über der Quelle positioniert ist, ist die Rate, mit der der Dampf auf das Substrat trifft höher als jene, die den Schwingquarz erreicht.

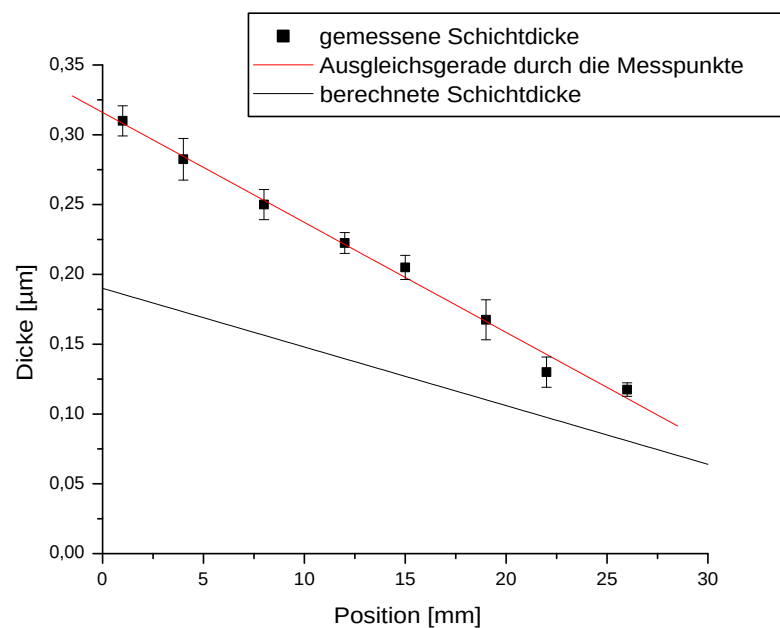


Abbildung 4.9: Schichtdickenmessung des Fabry-Pérot-Filters

Die räumliche Verteilung des Dampfstroms Φ ist in Abb. 4.10 dargestellt. Das von der Quelle Q verdampfte Material trifft unter dem Winkel Θ auf ein im Abstand r positioniertes Flächenelement dF_S , welches unter dem Winkel α zur Quelle angebracht ist. Gleichung 4.4 wird als Abscheidegesetz bezeichnet und beschreibt die in einen beliebigen Raumwinkel emittierte Materiemenge R (vgl. [Mah09]).

$$R = \frac{\Phi}{r^2} \cos(\alpha) \cos(\Theta) \quad (4.4)$$

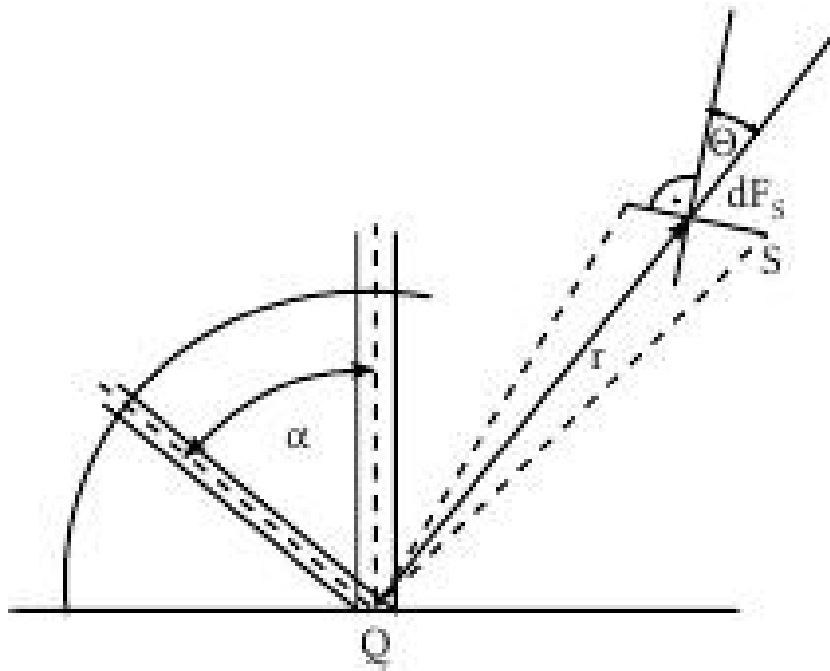


Abbildung 4.10: Schematische Darstellung der Dampfstromdichtenausbreitung [Mah09]

Entsprechend der Anschauung sinkt mit zunehmendem Abstand r und zunehmenden Winkeln α und Θ die Bedampfungsrate. Das erklärt die größere Mindestschichtdicke, sowie die stärkere Steigung der Ausgleichsgerade der Messpunkte gegenüber der berechneten Schichtdicke, die sich über die vom Schwingquarz angezeigte Rate und die Beschichtungsdauer gemäß Gleichung 4.2 ermitteln lässt.

4.5 Spektrometrie

Zur Untersuchung welche Wellenlänge welchem Farbkanal des CCD-Chips entspricht, wurde das Fabry-Pérot-Filter mit einem Transmissionsspektrometer vermessen. Abb. 4.11 zeigt das verwendete Transmissionsspektrometer HR4000. Als Lichtquelle dient eine Deuterium-Halogen Lampe, deren Spektrum im sichtbaren Bereich liegt. Das Licht wird mittels Lichtwellenleiter in den Messbereich gebracht, wo es mit der Probe interagiert. Der auf die Probe treffende

Strahlenquerschnitt misst ungefähr 0,5 - 1 mm. Die Aufnahme des transmittierten Lichts erfolgt über einen anderen Lichtwellenleiter, der es zum eigentlichen Spektrometer führt. Dort wird das Licht durch ein Gitter aufgespalten und die wellenlängenabhängige Intensität des CCD-Chips aufgenommen.

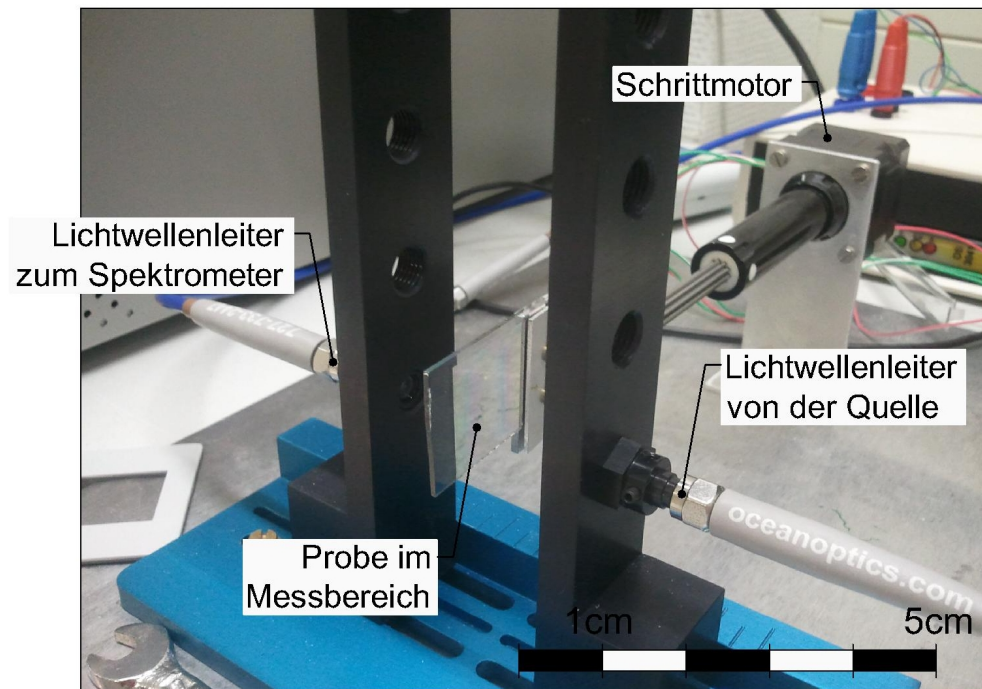


Abbildung 4.11: Transmissionsspektrometer

Mit Hilfe des Spektrometers kann das Transmissionsspektrum des Fabry-Pérot-Filters an einzelnen Positionen ermittelt werden. Dabei wird es mittels Schrittmotoransteuerung in den Lichtstrahl der Deuterium-Halogenlampe gebracht. Die Ergebnisse der in Abb. 4.12 markierten Messbereiche sind in Abb. 4.13 dargestellt.

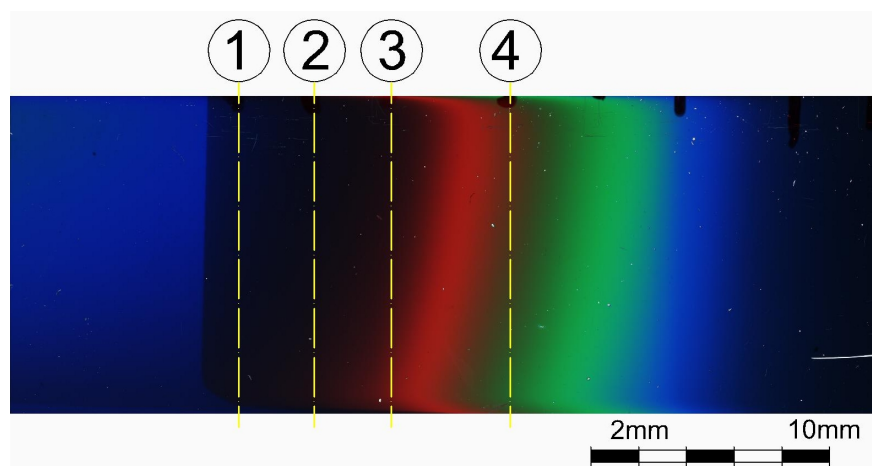


Abbildung 4.12: Probenpositionen des Fabry-Pérot-Filters

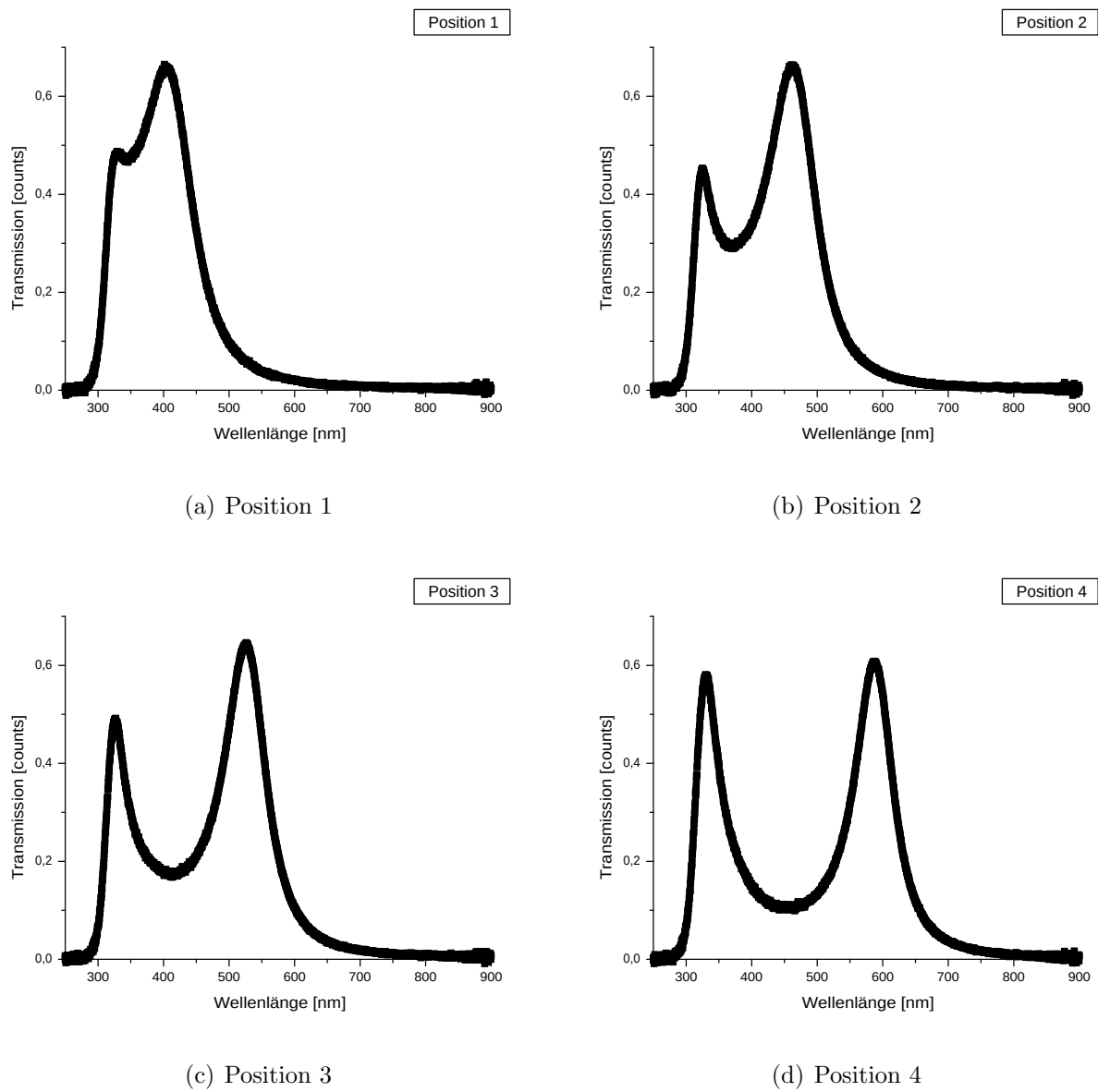


Abbildung 4.13: Änderung der Transmission als Funktion der Wellenlänge in Abhängigkeit von der Position auf dem Fabry-Pérot-Filter

Abhängig von der Position auf dem Fabry-Pérot-Filter, an der die Messung durchgeführt wird, ändert sich die spektrale Verteilung des transmittierten Lichts. In Abbildung 4.13 sieht man, dass der Transmissionspeak den sichtbaren Bereich gleichmäßig abdeckt. Der Peak im Bereich zwischen 300 und 350 nm, der bei Positionsänderung an der gleichen Stelle bleibt, weist auf das Transmissionsvermögen der Silberschicht im UV-Bereich hin. Wurden genügend viele Punkte vermessen, ist es möglich die Transmission einer Wellenlänge in Abhängigkeit der Probenposition darzustellen.

Von den mit dem Mikroskop aufgenommenen Bildern wurden mit der Software *DiamondView* Linescans gemessen. Die daraus resultierenden Helligkeitswerte mussten mit Gleichung 4.5 in Transmissionswerte umgerechnet.

$$T(H) = \frac{H (T_1 - T_2) + T_2 H_1 - T_1 H_2}{(H_1 - H_2)} \quad (4.5)$$

Um die Transmission T einer Helligkeit H zu ermitteln, benötigt man zwei Bereiche mit bekannter Transmission aus denen die Helligkeitswerte abzulesen sind. In diesem Fall ist $T_1 = 0,9$ die Transmission durch Glas und $T_2 = 0$ die minimale Transmission. Die bekannten Bereiche für diese Kalibrierung sind in Abb. 4.14 eingezeichnet.

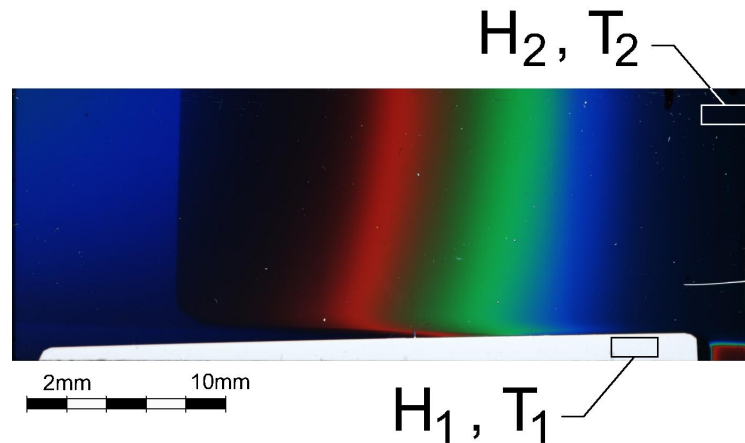


Abbildung 4.14: Bereiche mit bekannter Transmission zur Umrechnung von Helligkeit in Transmission

4.6 Bestimmung der Messwellenlänge

4.6.1 Transmissionsverläufe des Fabry-Pérot-Filters für die Farbkanäle des CCD-Chips

Die Auswertung der gemessenen Transmissionsverläufe an einer Vielzahl Positionen des Fabry-Pérot-Filters (siehe Abb. 4.13) ermöglicht die Bestimmung der Wellenlänge des roten, grünen und blauen Farbkanals, auf die der CCD-Chip der Kamera sensitiv ist. Um eine

statistisch relevante Aussage zu erhalten wurden Linescans an drei Höhen (oben, mitte, unten) der Probe vorgenommen (siehe Abb. 4.15).

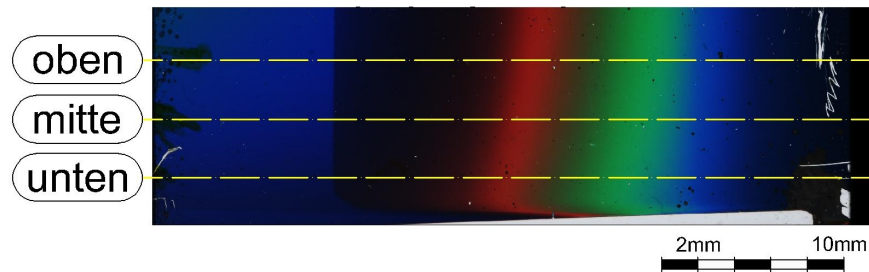


Abbildung 4.15: Unterschiedliche Höhen, an denen die Linescans vorgenommen wurden

Die Resultate der Transmissionsverläufe der mittleren und unteren Position des Fabry-Pérot-Filters sind im Anhang angegeben. Abbildung 4.16 zeigt den oberen Linescan des Fabry-Pérot-Filters, der mit dem Lichtmikroskop aufgenommen wurde.

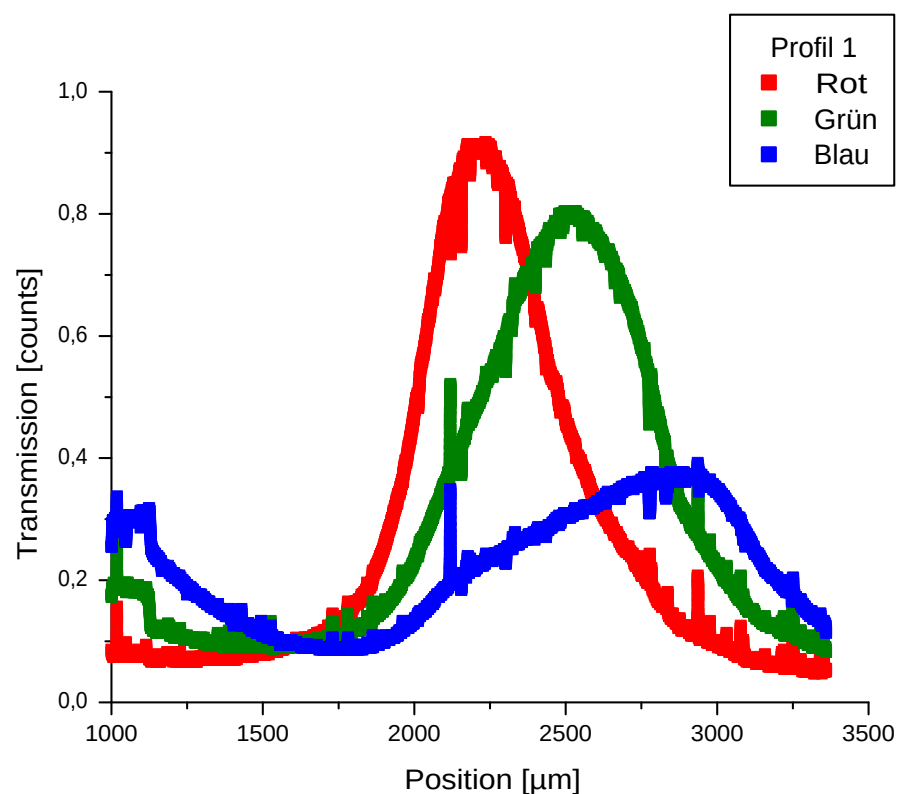


Abbildung 4.16: Linescan des Fabry-Pérot-Filters

4.6.2 Bestimmung der Wellenlängen der Farbkanäle

Der nächste Schritt ist die Bestimmung jener Wellenlängen, deren Transmissionsverlauf die beste Übereinstimmung mit den Farbkanälen des CCD-Chips (rot, grün, blau) aufweisen. Die Auswertung erfolgte bei allen Messungen über den Vergleich des Gaußfits ($f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}x^2}$) der Messpunkte. Als Auswahlkriterium, mit dem entschieden wird, welche Wellenlänge am besten zum dazugehörigen Farbkanal passt, wird die Position der maximalen Transmission festgelegt. Jeder einzelne Gaußfit kann durch diesen Punkt charakterisiert werden. Der Gaußfit einer Wellenlänge, dessen Transmissionsmaximum die geringste Abweichung zum entsprechenden Farbkanal aufweist, wird als beste Annäherung an die Wellenlänge des Farbkanals angenommen. Da die Untersuchung bei allen Ergebnissen gleich abläuft, wird hier nur eine Wellenlänge an einer Position (Rot, Oben) diskutiert. Alle weiteren Resultate sind im Anhang zu finden.

Die Mitte des Gaußplots des roten Farbkanals liegt bei $2247,0 \mu\text{m}$. Ein Vergleich der mit dem Spektrometer gemessenen Wellenlängen soll die Wellenlänge des Farbkanals bestimmen. Die drei zum Farbkanal am nächsten liegenden Wellenlängen (560 nm, 570 nm und 580 nm) werden in Abbildung 4.17 gegenübergestellt.

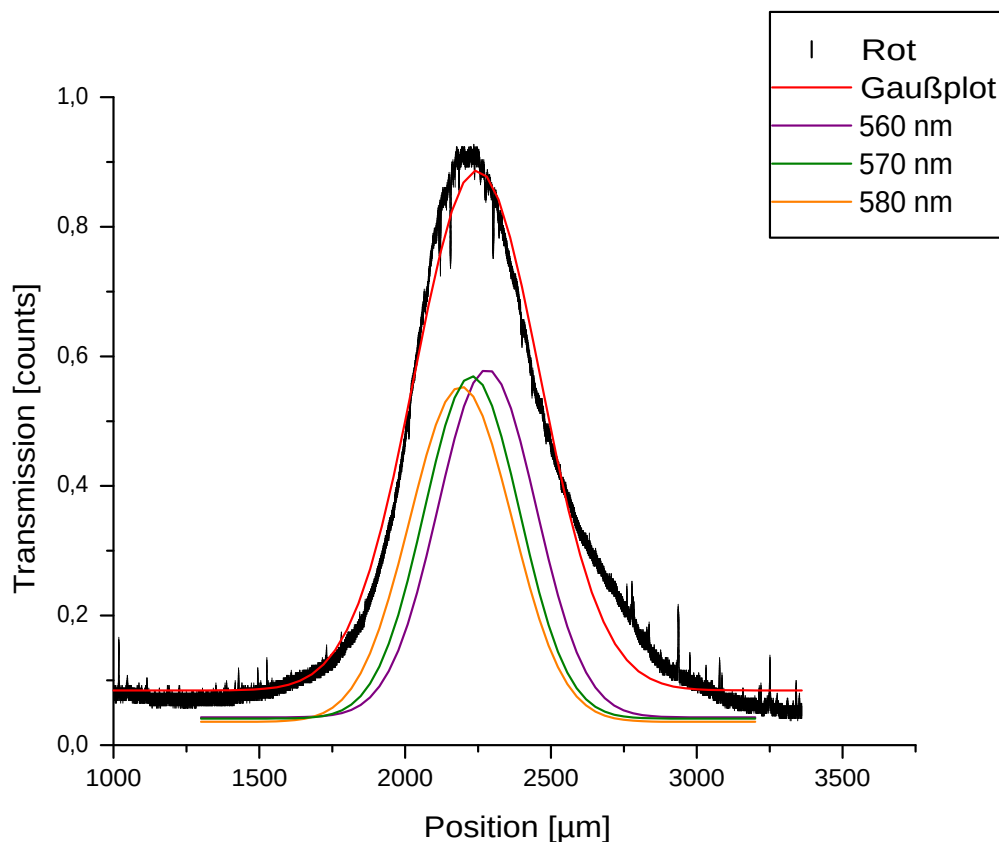
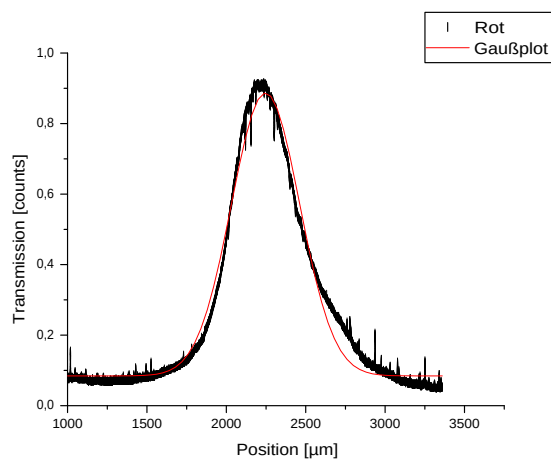
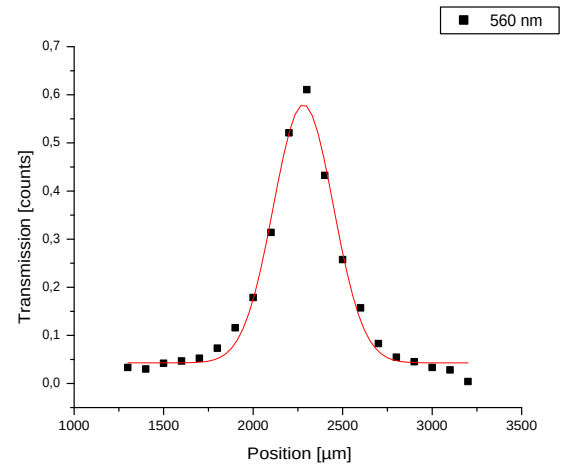


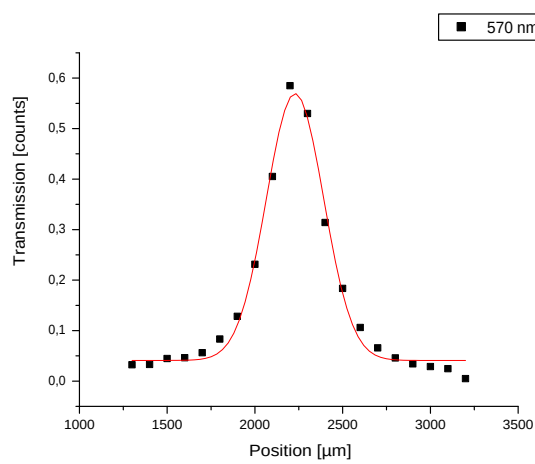
Abbildung 4.17: Ermittlung der Messwellenlänge für den roten Farbkanal



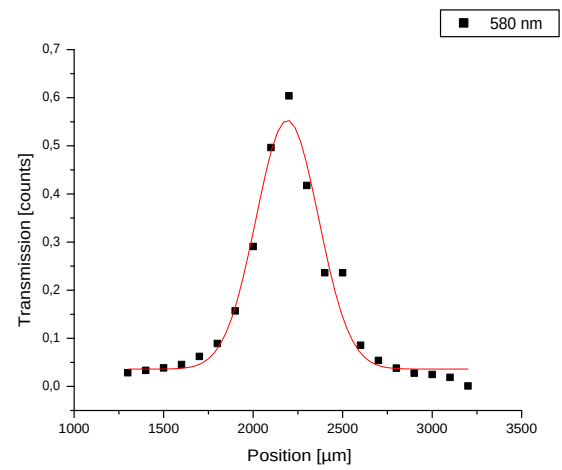
(a) Rot



(b) 560 nm



(c) 570 nm



(d) 580 nm

Abbildung 4.18: Vergleich der Wellenlängen für den roten Farbkanal

Jeder Gaußfit wird durch die Position des Maximums charakterisiert. Die ermittelten Werte für die Wellenlängen 560 nm, 570 nm und 580 nm sind in Tabelle 4.2 angegeben.

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal
560	2281,0	34,0	1,5 %
570	2228,6	18,4	0,8 %
580	2191,1	55,9	2,5 %

Tabelle 4.2: Ergebnisse der Analyse des roten Farbkanals

Man erkennt, dass die Wellenlänge 570 nm die beste Übereinstimmung mit dem roten Farbkanal aufweist.

Nach dem selben Prinzip werden im Folgenden die Messwellenlängen des grünen und blauen Farbkanals bestimmt. Die Analyse der Transmissionsverläufe ist in Abbildung 4.20- 4.21 ersichtlich.

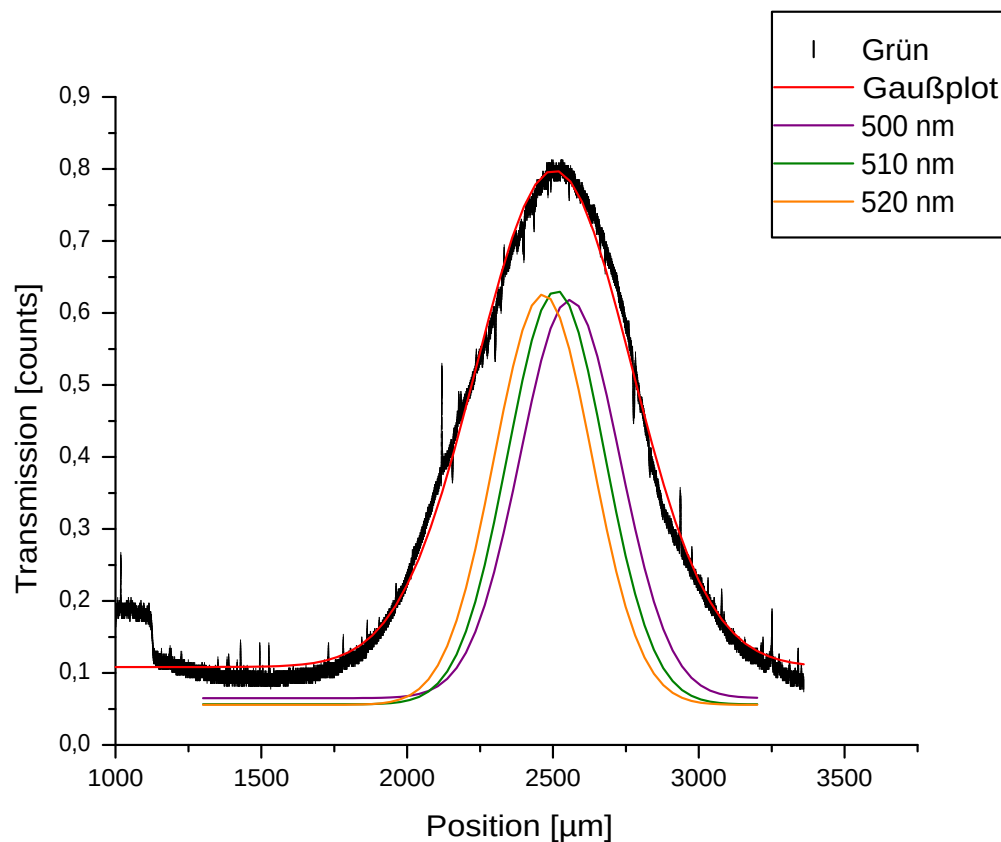
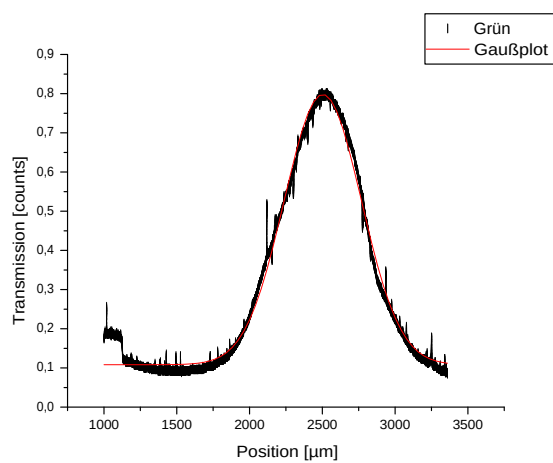
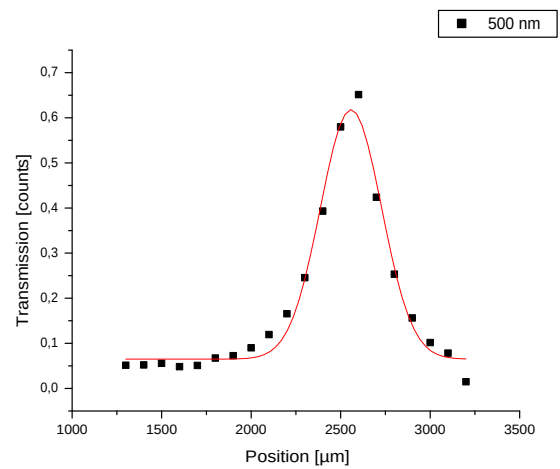


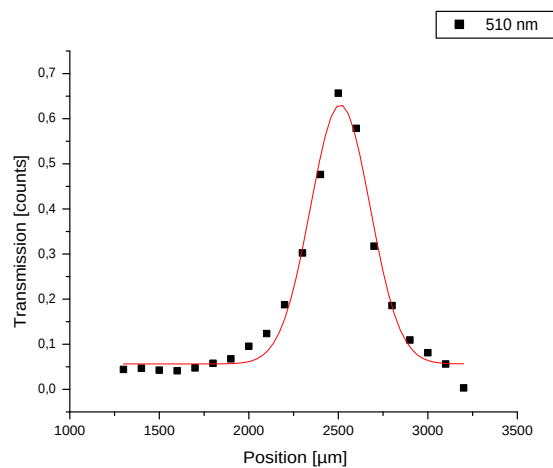
Abbildung 4.19: Ermittlung der Messwellenlänge für den grünen Farbkanal



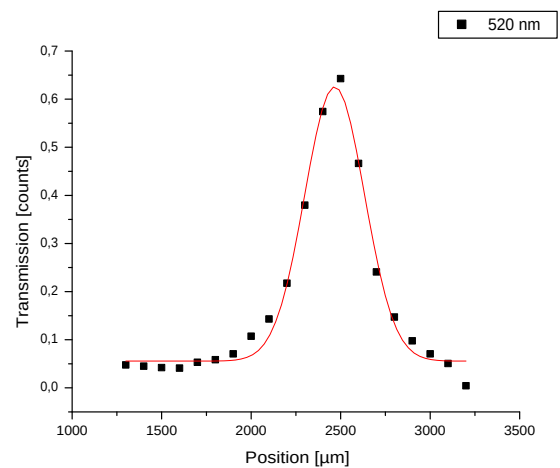
(a) Grün



(b) 500 nm



(c) 510 nm



(d) 520 nm

Abbildung 4.20: Vergleich der Wellenlängen für den grünen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal
500	2557,8	54,2	2,2 %
510	2551,3	7,7	0,3 %
520	2446,6	37,0	1,5 %

Tabelle 4.3: Ergebnisse der Analyse des grünen Farbkanals

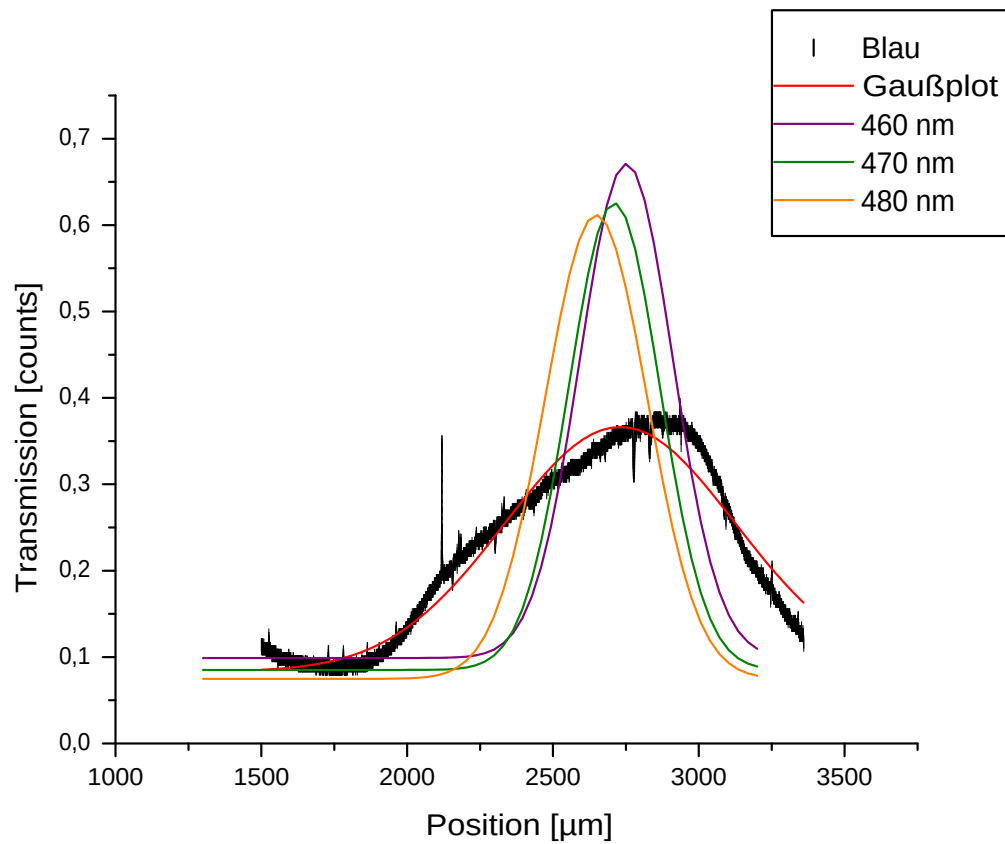
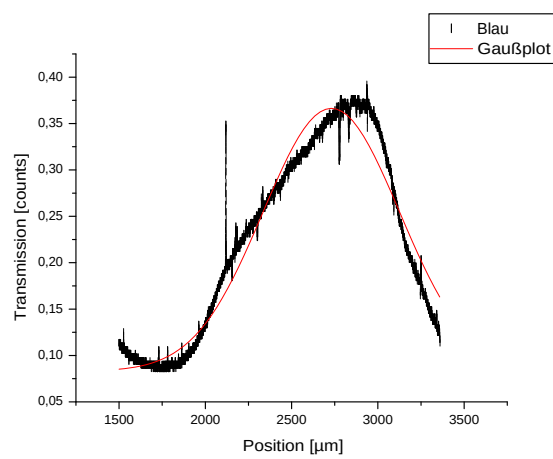


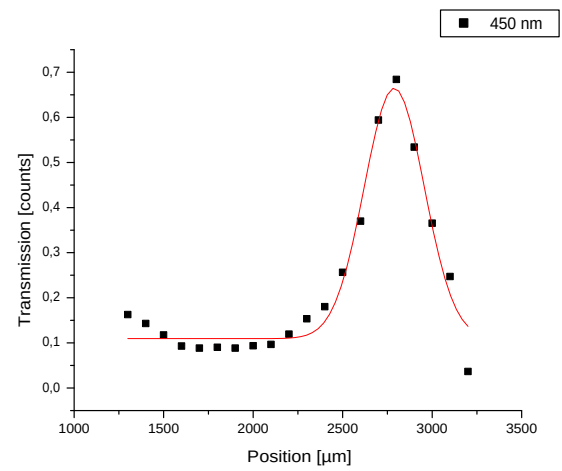
Abbildung 4.21: Ermittlung der Messwellenlänge für den blauen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal
460	2751,6	21,2	0,8 %
470	2710,2	20,2	0,1 %
480	2648,0	82,4	3,0 %

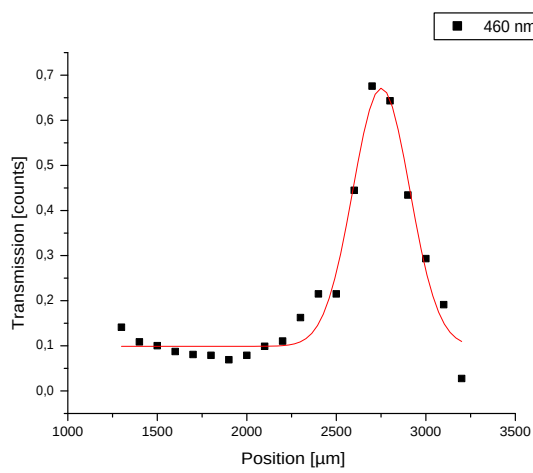
Tabelle 4.4: Ergebnisse der Analyse des blauen Farbkanals



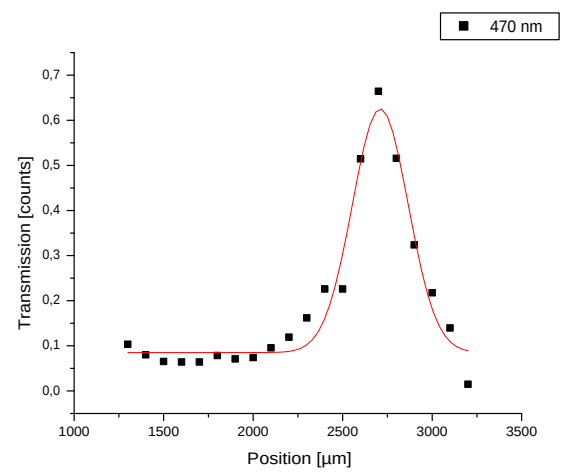
(a) Blau



(b) 450 nm



(c) 460 nm



(d) 470 nm

Abbildung 4.22: Vergleich der Wellenlängen für den blauen Farbkanal

Die Analyse des oberen Linescans liefert die Messwellenlängen 570, 510 und 470 nm für den roten, grünen und blauen Farbkanal.

Nach der Auswertung sämtlicher Wellenlängen der drei Positionen (oben, mitte unten), wird über die entsprechenden Wellenlängen des jeweiligen Farbkanals gemittelt. Man erhält dann für den roten Farbkanal eine durchschnittliche Wellenlänge von $\lambda_{rot} = 580$ nm, für den grünen Farbkanal $\lambda_{grün} = 523$ nm und $\lambda_{blau} = 480$ nm für den blauen Farbkanal (siehe Tab. 4.5).

	rot	grün	blau
oben	570 nm	510 nm	470 nm
mitte	570 nm	510 nm	470 nm
unten	600 nm	550 nm	490 nm
Mittelwert	508 nm	523 nm	477 nm

Tabelle 4.5: Ergebnisse der Messwellenlängenbestimmung der Farbkanäle

Die bestimmten Messwellenlängen geben an, auf welche Wellenlänge der rote, grüne und blaue Farbkanal des CCD-Chip sensitiv ist, also welche Wellenlänge einem roten, grünen oder blauen Pixel zugeordnet wird. Damit lässt sich das Programm, mit dem in weiterer Folge die Schichtdicken gemessen werden, optimieren.

Kapitel 5

Analytische Untersuchung

5.1 Einleitung

Im Zuge der Arbeit wird eine analytische Untersuchung von beschichteten Mikroglaskugeln durchgeführt, bei der der effektive Weg des Lichts durch die Mikroglaskugel, sowie die Brechung parallel auf die Kugel eintreffender Lichtstrahlen, bestimmt wird. Dies kann in weiterer Folge dazu verwendet werden, um den genauen Weg, den das Licht durch die Kugel zurücklegt, zu bestimmen. Mit dieser Kenntnis lässt sich das Transmissionsverhalten untersuchen und auf die Schichtdicke schließen.

5.2 Berechnung des effektiven Weges durch eine Mikroglaskugel

In der vorliegenden Arbeit soll die Schichtdicke von beschichteten Mikroglaskugeln untersucht werden. Aufgrund der geometrischen Gegebenheiten nimmt der Weg Δy , den das Licht bei senkrechtem Einfall durch die Schicht zurücklegt, zur Mitte der Kugel hin ab. In Abbildung 5.1 ist der Verlauf der Schichtdicke in y-Richtung dargestellt. Um eine möglichst allgemeine Aussage über den effektiven Weg Δy , den das Licht tatsächlich durch die Schicht zurücklegt, zu treffen, wurde die Darstellung auf den Kugelradius r und die Schichtdicke d normiert. Auf der y-Achse ist demnach das Vielfache der Schicht aufgetragen, das das Licht durchläuft. Um den Einfluss der Schichtdicke in Abhängigkeit vom Kugelradius darzustellen, wurden drei verschiedene Verhältnisse untersucht. Liegt beispielsweise eine Mikroglaskugel mit einem Radius von $30\text{ }\mu\text{m}$ vor, die eine Schichtdicke von 30 nm aufweist, ist $d/r = 0,001$.

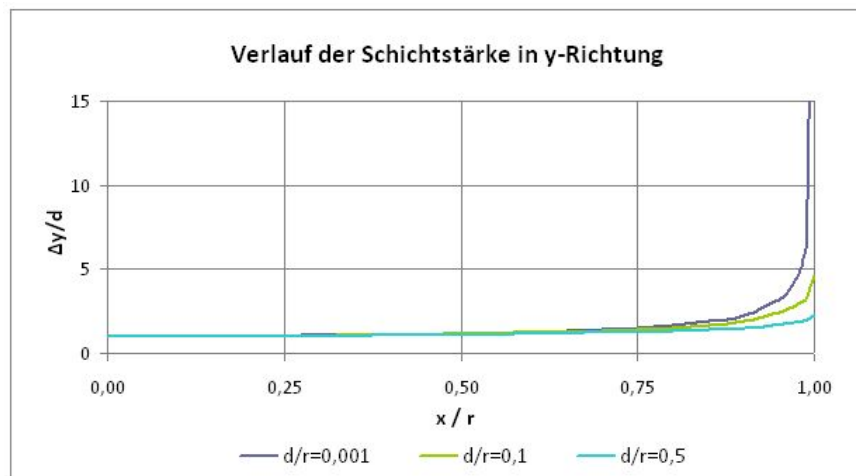


Abbildung 5.1: Verlauf der Schichtstärke in y-Richtung

Tabelle 5.1 listet die in Abbildung 5.1 graphisch dargestellten Ergebnisse auf. Bei 75% des Kugelradius durchläuft das Licht die 1,5-, 1,4- und 1,3-fache Schichtdicke. Bis zu diesem Wert kann man die Kugel näherungsweise als planparallele Platte ansehen. Danach kommt es zu einem signifikanten Anstieg des effektiven Weges. Das bedeutet, dass das Licht keine Schicht konstanter Dicke durchläuft. Die Folge daraus ist, dass die Intensität nach außen hin schwächer wird.

d/r	0,001	0,1	0,5
x/r	$\Delta y/d$		
0,00	1,00	1,00	1,00
0,05	1,00	1,00	1,00
0,10	1,01	1,00	1,00
0,15	1,01	1,01	1,01
0,20	1,02	1,02	1,01
0,25	1,03	1,03	1,02
0,30	1,05	1,04	1,03
0,35	1,07	1,06	1,04
0,40	1,09	1,08	1,06
0,45	1,12	1,11	1,08
0,50	1,15	1,14	1,10
0,55	1,20	1,17	1,12
0,60	1,25	1,22	1,15

d/r	0,001	0,1	0,5
x/r	$\Delta y/d$		
0,65	1,32	1,27	1,18
0,70	1,40	1,34	1,23
0,75	1,51	1,43	1,28
0,80	1,67	1,55	1,34
0,85	1,90	1,71	1,42
0,90	2,29	1,97	1,53
0,95	3,19	2,42	1,70
1,00	44,73	4,58	2,24

Tabelle 5.1: Mit größer werdendem Radius durchläuft das Licht ein Vielfaches der Schichtdicke.

5.3 Brechung

Die Berechnung des Strahlengangs wird aus Gründen der Rotationssymmetrie der Kugel auf die x-y-Ebene beschränkt.

Es wird von einem Lichtstrahl ausgegangen, der parallel zur y-Achse auf die Mikrogaskugel trifft. Der Innen- und Außenradius, r_1 und r_2 , der Hohlkugel, die Schichtdicke D ($r_3 = r_2 + D$), sowie die Brechungsindizes von Luft $n_1 = 1$, der Beschichtung n_2 , mit $n_2 > n_3$ und von Glas $n_3 = 1,47$ sind gegeben. Die x-Koordinate x_0 des einfallenden Strahls wird ebenfalls als bekannt angenommen. Abbildung 5.2 veranschaulicht die ersten Schritte der analytischen Untersuchungen.

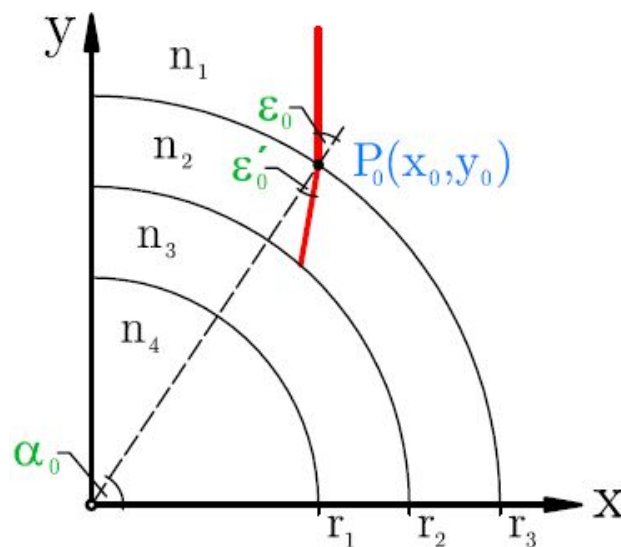


Abbildung 5.2: Schnittpunkt P_0 und Brechung des Lichtstrahls

Zunächst muss der Schnittpunkt zwischen dem Lichtstrahl und dem äußersten Kreis eruiert werden. Durch Umformung der Kreisgleichung erhält man y_0 gemäß Gleichung 5.1.

$$y_0 = \sqrt{r_3^2 - x_0^2} \quad (5.1)$$

Den Winkel α_0 des Lots im Punkt (x_0, y_0) erhält man aus der Beziehung

$$x_0 = r_3 \cos(\alpha_0) \rightarrow \alpha_0 = \arccos\left(\frac{x_0}{r_3}\right) \quad (5.2)$$

Damit lässt sich nun der Einfallswinkel ϵ_0 des Lichts am Übergang zur Beschichtung bestimmen.

$$\epsilon_0 = 90^\circ - \alpha_0 \quad (5.3)$$

Da das Licht vom optisch dünneren ins optisch dichtere Medium übergeht, kommt es zu einer Brechung zum Lot. Mit dem Snellius'schen Brechungsgesetz (Gl. 2.2) berechnet sich der Winkel des gebrochenen Strahls ϵ'_0 zu

$$n_1 \sin(\epsilon) = n_2 \sin(\epsilon') \quad (5.4)$$

$$\epsilon'_0 = \arcsin\left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\epsilon_0)\right) \quad (5.5)$$

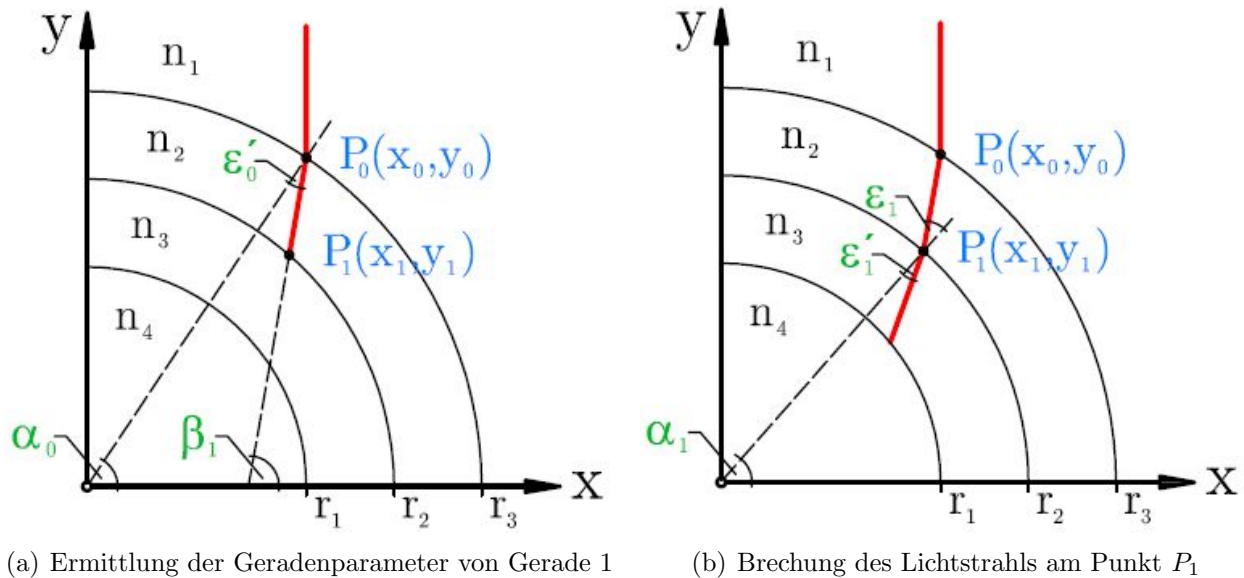


Abbildung 5.3: Schnittpunkt P_1

Der gebrochene Lichtstrahl wird in weiterer Folge als Gerade 1 bezeichnet und durch Gleichung 5.6 beschrieben.

$$y_1 = k_1 x_1 + d_1 \quad (5.6)$$

Mit dem dazugehörigen Neigungswinkel $\beta_1 = \alpha_0 + \epsilon'_0$ ergibt sich die Steigung k_1 der Geraden 1 zu

$$k_1 = \tan(\beta_1) \quad (5.7)$$

Da auch der Punkt (x_0, y_0) auf der Geraden 1 liegt (siehe Abb. 5.3(a)) lässt sich Gleichung 5.6 umschreiben in

$$y_0 = k_1 x_0 + d_1 \rightarrow d_1 = y_0 - k_1 x_0 \quad (5.8)$$

Da nun alle Parameter der Geraden 1 bekannt sind, lässt sich der Schnittpunkt des Lichtstrahls mit der Oberfläche der Mikrogaskugel P_1 berechnen, indem Gleichung 5.6 in die Kreisgleichung des Mittelkreises eingesetzt wird.

$$r_2^2 = x_1^2 + y_1^2 \quad (5.9)$$

$$r_2^2 = x_1^2 + (k_1 x_1 + d_1)^2 \quad (5.10)$$

Nach dem Ausquadrieren erhält man Gleichung 5.11:

$$x_1(1 + k_1^2) + 2k_1 d_1 x_1 + d_1^2 - r_2^2 = 0 \quad (5.11)$$

Mit Hilfe der quadratischen Lösungsformel ergeben sich folgende Lösungen:

$$x_1 = -\frac{\sqrt{(k_1^2 + 1)r_2^2 - d_1^2} + d_1 k_1}{k_1^2 + 1} \quad (5.12)$$

$$x_1 = \frac{\sqrt{(k_1^2 + 1)r_2^2 - d_1^2} - d_1 k_1}{k_1^2 + 1} \quad (5.13)$$

Abhängig davon, ob x_0 positiv oder negativ ist, wird die obere bzw. die untere Gleichung verwendet. Für $x_0 < 0$ verwendet man Gleichung 5.12, für $x_0 > 0$ Gleichung 5.13. Einsetzen von x_1 in Gleichung 5.6 liefert den dazugehörigen y_1 -Wert.

Wie in Abbildung 5.3(b) zu sehen ist, ist der Winkel des neuen Lots nun ein anderer als der bei der ersten Brechung. Dies hat zur Folge, dass der Einfallswinkel ϵ_1 der Geraden 1 auf den Mittelkreis nicht dem Winkel ϵ'_0 entspricht. Bei einer Brechung an zwei parallelen Ebenen wäre dies der Fall. Es muss demnach der Winkel ϵ_1 zum neuen Lot ermittelt werden. Der Winkel α_1 lässt sich gemäß Gleichung 5.1 berechnen. Der Einfallswinkel ϵ_1 der Gerade 1 auf den Mittelkreis ergibt sich nach trigonometrischen Überlegungen zu

$$\epsilon_1 = \beta_1 - \alpha_1 \quad (5.14)$$

Mit Hilfe des Snellius'schen Brechungsgesetzes (Gl. 2.2) erhält man den Winkel ϵ'_1 des gebrochenen Lichts gemäß Gleichung 5.15.

$$\epsilon'_1 = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_3} \sin(\epsilon_1)\right) \quad (5.15)$$

Die Ermittlung der nächsten Schnittpunkte (x_2, y_2) , (x_3, y_3) , (x_4, y_4) und (x_5, y_5) , sowie die entsprechenden Einfallswinkel ϵ_2 , ϵ_3 , ϵ_4 und ϵ_5 erfolgen analog. Die dazugehörigen Abbildungen, sowie eine beispielhafte numerische Berechnung des kompletten Strahlendurchgangs durch die beschichtete Mikrogaskugel befinden sich im Anhang.

Da es sich bei Punkt 3 um einen Übergang vom optisch dichteren ins optisch dünnere Medium handelt, kann es zur Totalreflexion kommen. Dies ist dann der Fall, wenn der Einfallswinkel ϵ_3 den Grenzwinkel der Totalreflexion gemäß Gleichung 5.16 überschreitet

$$n_4/n_3 \sin \epsilon_3 > 1 \quad (5.16)$$

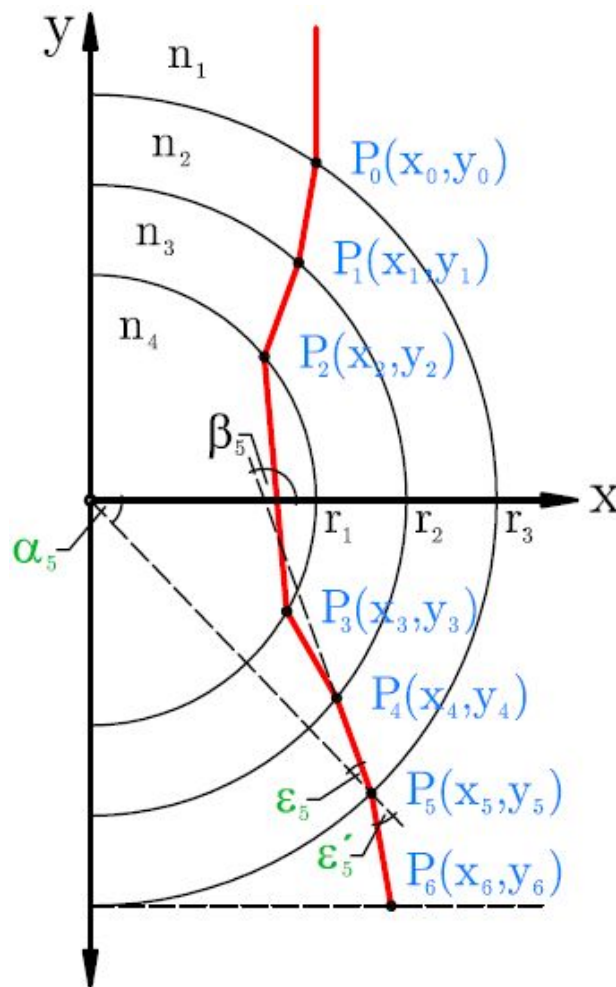


Abbildung 5.4: Ermittlung der Austrittsposition P_6

Die Motivation der durchgeführten analytischen Berechnungen bestand darin, die Richtung und die Position eines Lichtstrahls nach der Durchquerung einer beschichteten Mikrogaskugel zu bestimmen. Hierfür wird die Gerade des austretenden Lichtstrahls ausgehend vom Punkt (x_5, y_5) mit einer Geraden, die parallel zur x-Achse und tangential zum Außenkreis verläuft, geschnitten (siehe Abb. 5.4). Der resultierende Schnittpunkt wird als Punkt P_6 bezeichnet. Die Geradengleichung des austretenden Strahls lautet

$$y_5 = k_6 x_5 + d_6. \quad (5.17)$$

Setzt man in Gleichung 5.17 den Ordinatenwert $y_6 = -r_3$ ein, erhält man den Punkt $P_6 = (x_6, y_6)$. Ein Vergleich der Lagekoordinate x_6 des austretenden Lichts mit dem Wert x_0 des einfallenden Lichtstrahls normiert auf den Kugelradius r_2 zeigt den Einfluss des Strahlendurchganges durch die Mikrogaskugel auf Lage und Richtung des Lichtes.

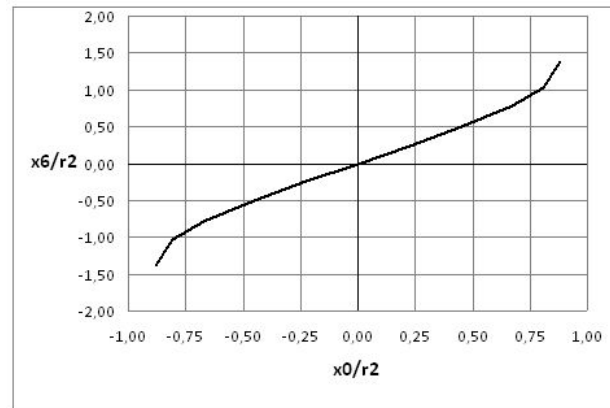


Abbildung 5.5: Vergleich des Einfallspunktes des Lichts

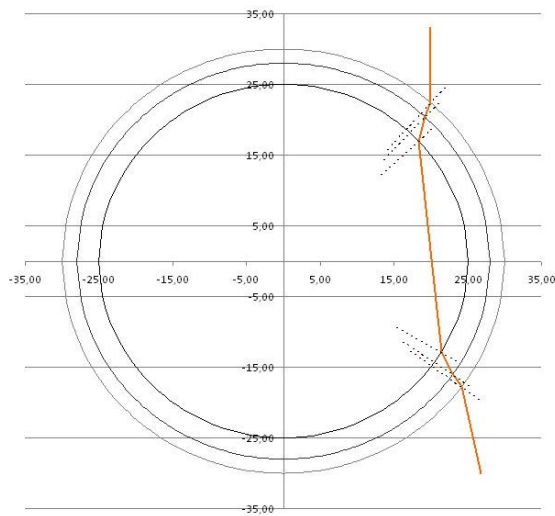
In Abbildung 5.5 ist erkennbar, dass der zunächst annähernd lineare Verlauf der Funktion mit zunehmenden x_0/r_2 steiler wird. Dies bedeutet, dass die Ablenkung des Lichtstrahls bei größer werdendem Abstand von der Kugelmitte verstärkt wird.

Wie schon bei der Untersuchung der Schichtstärke in Abhängigkeit von der Lage des Strahleneintrittes (siehe Abb. 5.1), zeigt sich auch bei der Analyse des Strahlendurchganges, dass Lichtstrahlen, die im Zentrum (unterhalb von $0,75r$) eintreten, ein ähnliches Verhalten aufweisen, wie beim Durchgang durch planparallele Platten.

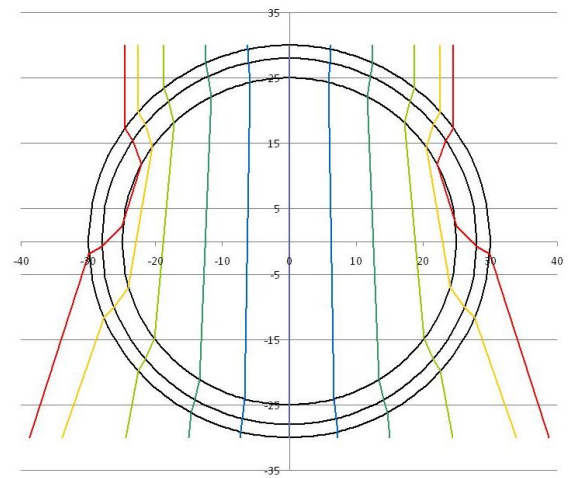
Der vollständige Strahlendurchgang eines Lichtstrahls ist in Abb. 5.6(a) zu sehen. Betrachtet man nun mehrere auf die Hohlkugel parallel einfallende Strahlen (siehe Abb. 5.6(b)) so ist zu erkennen, dass diese nach dem Durchgang durch die Kugel divergent austreten. Mit zunehmendem Abstand des einfallenden Strahls von der y-Achse vergrößert sich der Einfallswinkel ϵ_0 und damit auch der Brechungswinkel ϵ'_0 .

Zur besseren Darstellung des Brechungsverhaltens wurde in den Abbildungen 5.6(a) und 5.6(b) die aufgebrachte Schicht gegenüber realistischen Verhältnissen überdimensioniert.

Ist der Brechungsindex nicht $n_2 > n_3$ sondern $n_2 < n_3$, was bei Kupfer mit $n = 1,1$ der Fall ist, kommt es bei der ersten Brechung statt einer Brechung zum Lot zu einer Brechung vom Lot. Diese Winkeländerung macht allerdings wesentlich weniger aus, als jene, die durch die gekrümmte Oberfläche bewirkt wird. Aufgrund der gekrümmten Oberfläche kommt es immer zu einem divergenten Strahlungsaustritt.



(a) Schematische Darstellung des Strahlendurchgangs eines Lichtstrahls durch eine beschichtete Hohlkugel



(b) Parallel einfallende Strahlen treten diverget aus der Kugel aus

Abbildung 5.6: Schematische Darstellung der Lichtbrechung durch eine beschichtete Mikrogaskugel

Um dennoch die Auswirkung unterschiedlicher Brechungsindizes auf das Brechungsverhalten der Kugel zu untersuchen, wird die analytische Herleitung des Strahlenganges an Beispielen angewandt. Die Austrittspunkte bei unterschiedlichen Beschichtungsmaterialien geben Aufschluß über den Einfluss des Brechungsindex auf das Brechungsverhalten der Kugel. Da mit drei Materialien Experimente durchgeführt wurden, werden diese behandelt.

Ausgegangen wird von einer Mikrogaskugel, die eine Wandstärke von $1\text{ }\mu\text{m}$ aufweist, mit einem Radius r von $30,00\text{ }\mu\text{m}$. Für die Schicht wird eine Dicke d von $70,00\text{ nm}$ angenommen. Die Brechungsindizes der Materialien sind $n_{Cu} = 1,1$, $n_{Pt} = 2,0$ und $n_{Ti} = 1,8$. Geht man von einem fixen Eintrittspunkt mit einem x-Wert von beispielsweise $25\text{ }\mu\text{m}$ aus, so kommt es bei den unterschiedlichen Materialien zu geringen Abweichungen zwischen den x-Koordinaten der Austrittspunkte. Tabelle 5.2 zeigt die zugehörigen Koordinatenwerte. Dies bestärkt die Annahme, dass nicht der Brechungsindex, sondern die gekrümmte Oberfläche das divergente Austreten der Strahlen bewirkt.

	Cu	Ti	Pt
x_6	26,92	27,02	27,02

Tabelle 5.2: Vergleich der x-Werte des Austrittspunktes P_6

Kapitel 6

Experimentelle Untersuchungen

6.1 Zielsetzung

Die experimentellen Untersuchungen dienen der Bestimmung der Schichtdickenverteilung von beschichteten Mikrogaskugeln. Dabei wird analysiert, welche Schichtdicke mit welcher Häufigkeit auftritt. Im Rahmen der durchgeführten Laborversuche wurden drei unterschiedliche Targetmaterialien für die Beschichtung verwendet.

- Kupfer
- Platin
- Titan

Die Beschichtung der Mikrogaskugeln erfolgte mit dem Sputterverfahren (siehe Kapitel 2.3.2). Die unterschiedlichen Targetmaterialien weisen eine unterschiedliche Sputterausbeute auf (siehe Tab. 2.2). Dies legt den Schluß nahe, dass bei gleicher Beschichtungszeit von verschiedenen Materialien unterschiedliche Schichtdicken zustande kommen.

Um die Schichtdickenverteilung zu untersuchen, werden mit der Software DiamondView die Transmissionswerte der beschichteten Mikrogaskugeln aus den Mikroskopbildern ermittelt. In den folgenden Kapiteln wird der Umgang mit der Software zur Bildauswertung erklärt. Weiters werden die Messergebnisse der jeweiligen Targetmaterialien diskutiert und miteinander verglichen.

6.2 Auswertung der Mikroglaskugeln

Mit Hilfe der von DI Harald Mahr entwickelten Software *DiamondView* erfolgte die Auswertung der Mikroglaskugeln. Ursprünglich wurde die Software entwickelt, um die Schichtdicke beschichteter Diamanten zu messen. Eine Erweiterung der Software ermöglicht die Schichtdickenbestimmung unterschiedlicher granularer Materialien.

Die Vorgehensweise der Schichtdickenbestimmung wird in den folgenden Kapiteln erläutert.

6.2.1 Einfügen eines Bildes

Das mit dem Mikroskop aufgenommene Bild wird in *DiamondView* geöffnet. Die Schichtdickenbestimmung erfolgt in allen drei Farbkanälen (rot, grün, blau). Abbildung 6.1 zeigt die Arbeitsfläche des Programms mit bereits eingefügtem Bild. Rechts befinden sich die Optionen, die zur Schichtdickenbestimmung notwendig sind. Mit der Funktion *Append File* kann man weitere Bilder einfügen und die Auswertung an mehreren Bildern durchführen. Zur besseren Veranschaulichung wird in diesem Beispiel die Schichtdickenbestimmung nur an einem Bild gezeigt.

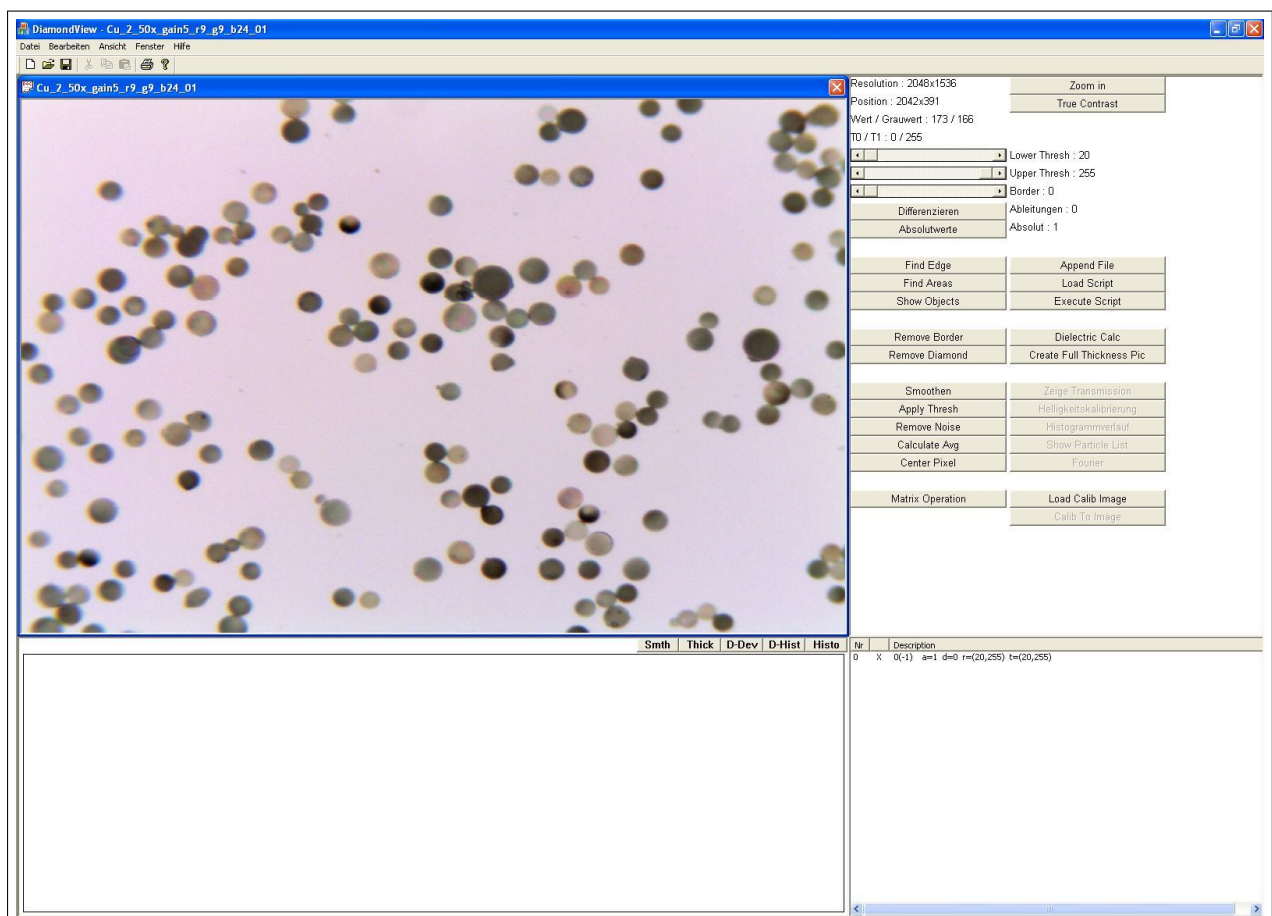


Abbildung 6.1: Durchlichtbild von beschichteten Mikroglaskugeln im Programm *DiamondView*

6.2.2 Messung der Schichtdickenverteilung

Bei der Messung der Schichtdickenverteilung werden nur die Schichtdicken einzelner Mikroglaskugeln für die Berechnung verwendet. Das bedeutet, dass Mikroglaskugeln, die auf dem Objektträger zu dicht beieinander liegen und Cluster bilden, keinen Beitrag zur Berechnung liefern. Damit das Programm die Mikroglaskugeln als solche erkennt müssen diese definiert werden. Die Abbildungen 6.2- 6.5 zeigen die einzelnen Schritte für die Bearbeitung eines Bildes.

Im ersten Schritt wird eine einzelne Mikroglaskugel ausgewählt über die mit der Maus eine rote Linie (Linescan) gezogen wird. Im Graphen- und Histogrammfenster unterhalb des Bildes werden die Helligkeitswerte der drei Farbkanäle entlang des Linescans durch die Kugel gezeigt. Damit das Programm die Mikroglaskugeln erkennt und von Verunreinigungen unterscheidet, muss eine untere Grenzwelle definiert werden. Dazu dient die Funktion *Lower Tresh.* Mit dem Schieberegler wird der Wert bis zum Scheitelpunkt der Farbkanäle erhöht (siehe Abb 6.2). Unbeschichtete Mikroglaskugeln oder Verunreinigungen am Substrat liegen über diesem Schwellwert, werden nicht als Mikroglaskugeln erkannt und werden bei der Berechnung der Schichtdickenverteilung nicht berücksichtigt.

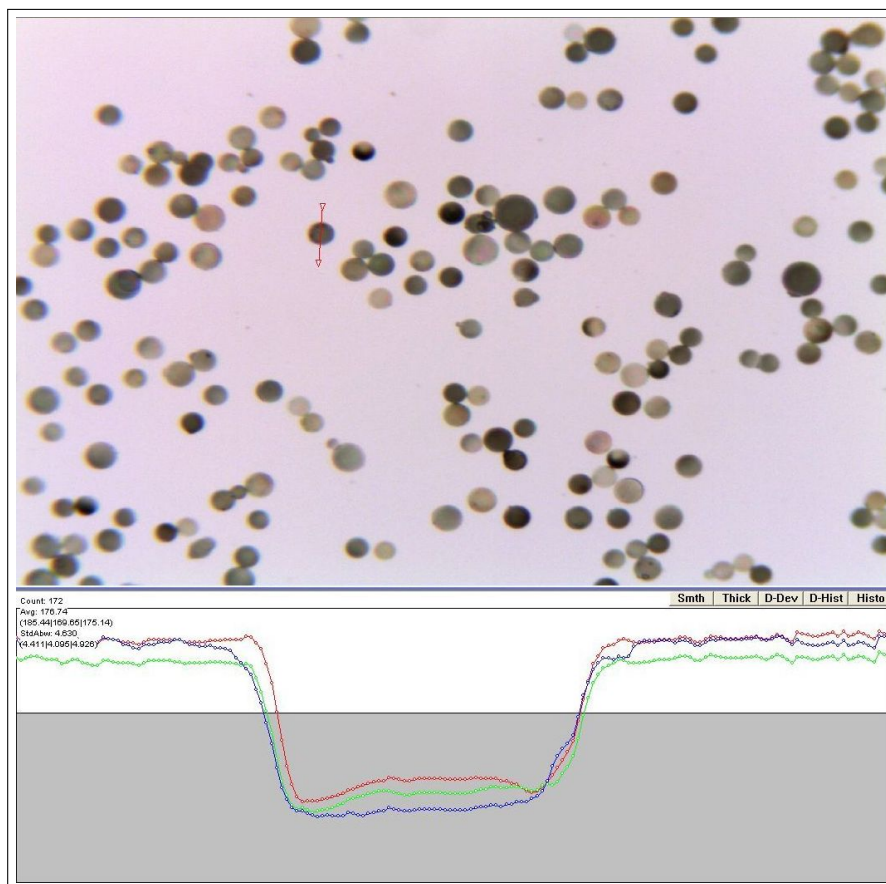


Abbildung 6.2: Bestimmung der Grenzwelle zur Erkennung der Mikroglaskugeln

Nachdem die Grenzwelle eingestellt ist werden mit der Option *Find Edge* die Ränder der Objekte gesucht. Das dabei erzeugte Binärbild ist in Abbildung 6.3 zu sehen.

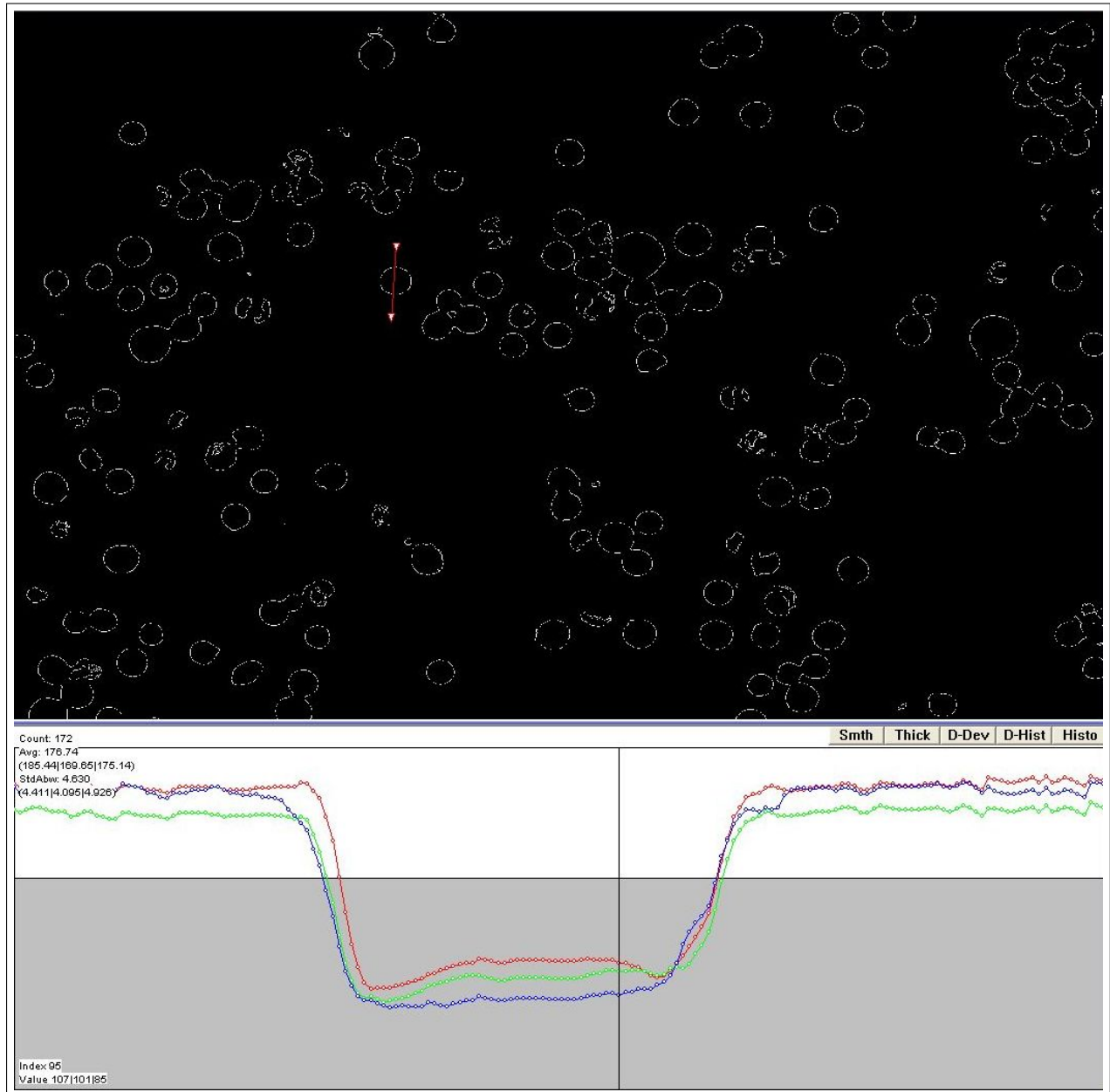


Abbildung 6.3: Kantenerkennung der Objekte

Da einige Objekte zu dicht beieinander liegen, muss als nächstes die Objektgröße definiert werden. Nun wird in eine einzelne Kugel ein Linescan gelegt. Hineinzoomen erleichtert die Platzierung der roten Linie (siehe Abb. 6.4). Nur Objekte, deren Abmessungen um maximal 20% von der ausgewählten Kugel abweichen werden berücksichtigt. Wird keine Größe mittels Linescan selektiert, werden alle geschlossenen Objekte beibehalten.

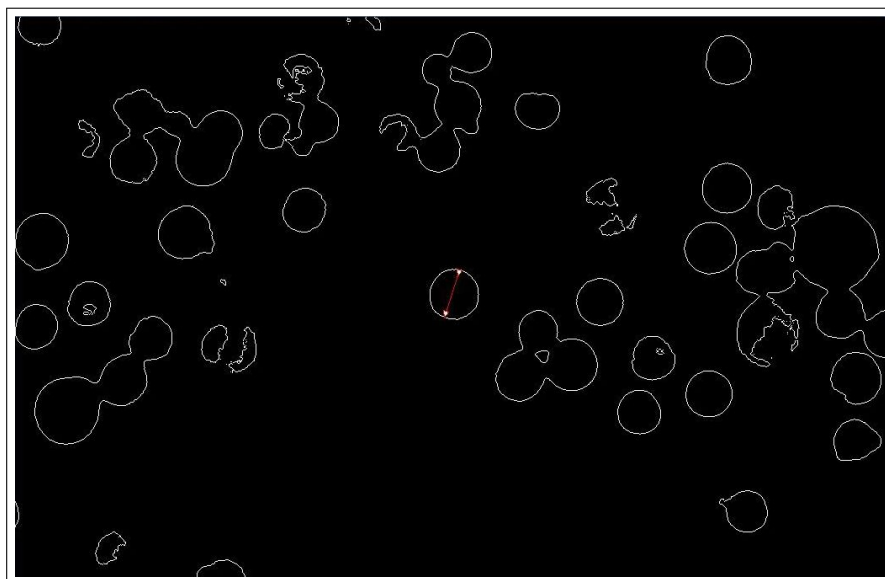


Abbildung 6.4: Linescan innerhalb einer Kugel zur Objekterkennung

Find Areas extrahiert Objekte mit der vorher definierten Größe. Die in Abbildung 6.5 zu erkennenden blauen Kanten sind Objekte, die nicht zur Berechnung der Schichtdickenverteilung beitragen, da sie nicht im Bereich der selektierten Größe sind.

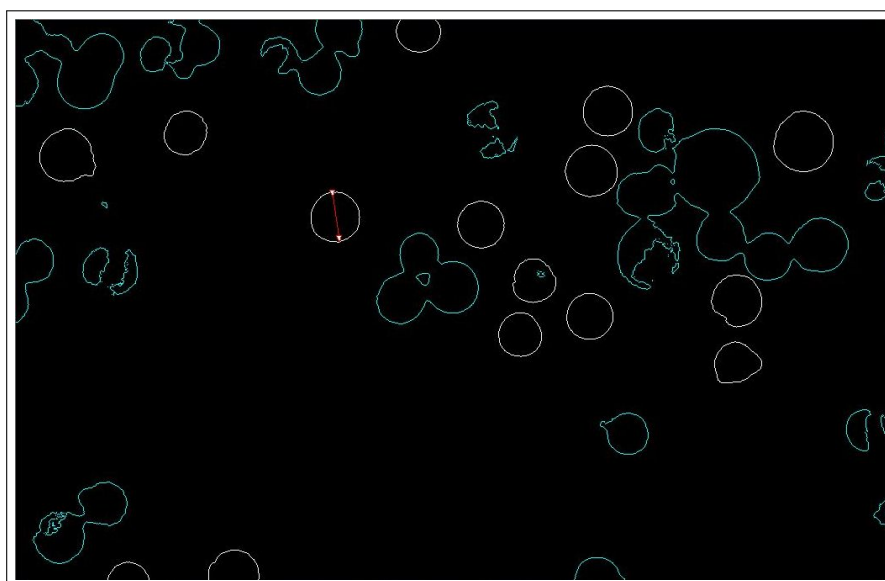
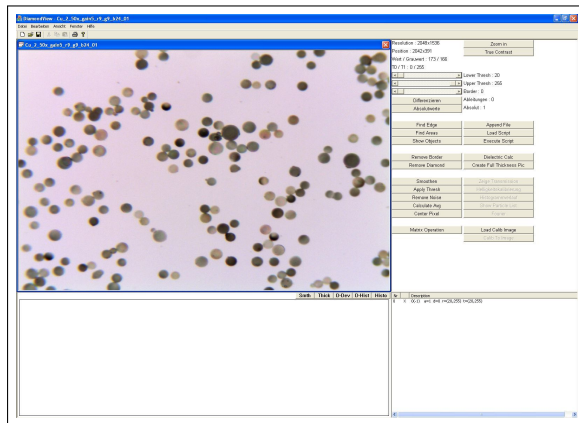
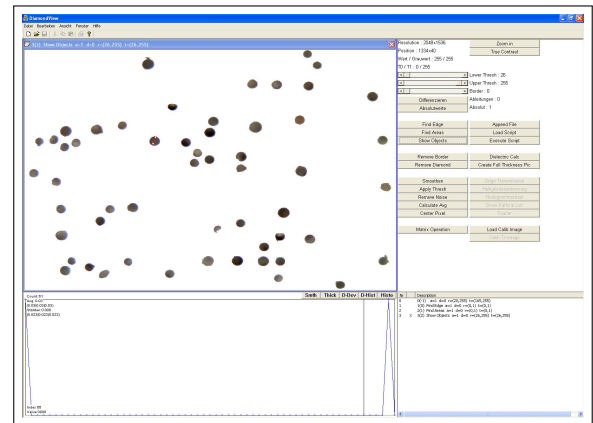


Abbildung 6.5: Kugelerkennung

Show Objects schließt den Objekterkennungsprozess ab, indem das Binärbild auf das Urbild angewendet und somit die Objekte mit den entsprechenden Pixelwerten aus dem Urbild gefüllt werden. Abbildung 6.6 stellt das Originalbild dem bearbeiteten gegenüber. In Abbildung 6.6(b) sind deutlich weniger Objekte vorhanden als in Abbildung 6.6(a), da die durchgeführten Operationen Cluster oder zerbrochene Mikroglaskugeln eliminiert haben.



(a)



(b)

Abbildung 6.6: Im Originalbild (a) sind alle Objekte zu sehen, während (b) das bearbeitete Bild ist, mit dem die Schichtdickenverteilung berechnet wird.

6.2.3 Kalibrierung

Da sich die Mikroglaskugeln auf einem Objektträger befinden, ist es für die Schichtdickenmessung wichtig auf diesen zu kalibrieren. Dabei wird ein Linescan über einen freien Bereich des Substrates gezogen (siehe Abb. 6.7).

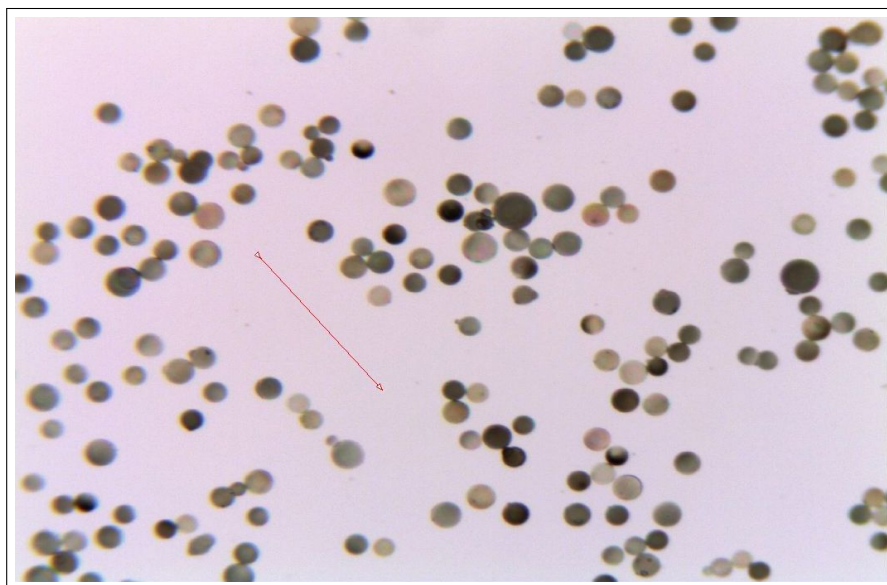


Abbildung 6.7: Kalibrierung des Objektträgers

Mit der Funktion *Dielectric Calc* erscheint ein Fenster, bei dem das Substrat definiert werden kann. Im vorliegenden Fall handelt es sich bei dem Objektträger um Glas. Weiters muss angegeben werden, um welche Objekte mit welcher Beschichtung es sich handelt. Im vorliegenden Beispiel werden Glaskugeln untersucht, die mit Kupfer beschichtet wurden. Anschließendes Ausführen der Operation *Create Full Thickness Pic* liefert ein Histogramm der vorkommenden Schichtdicken (siehe Abb. 6.8).

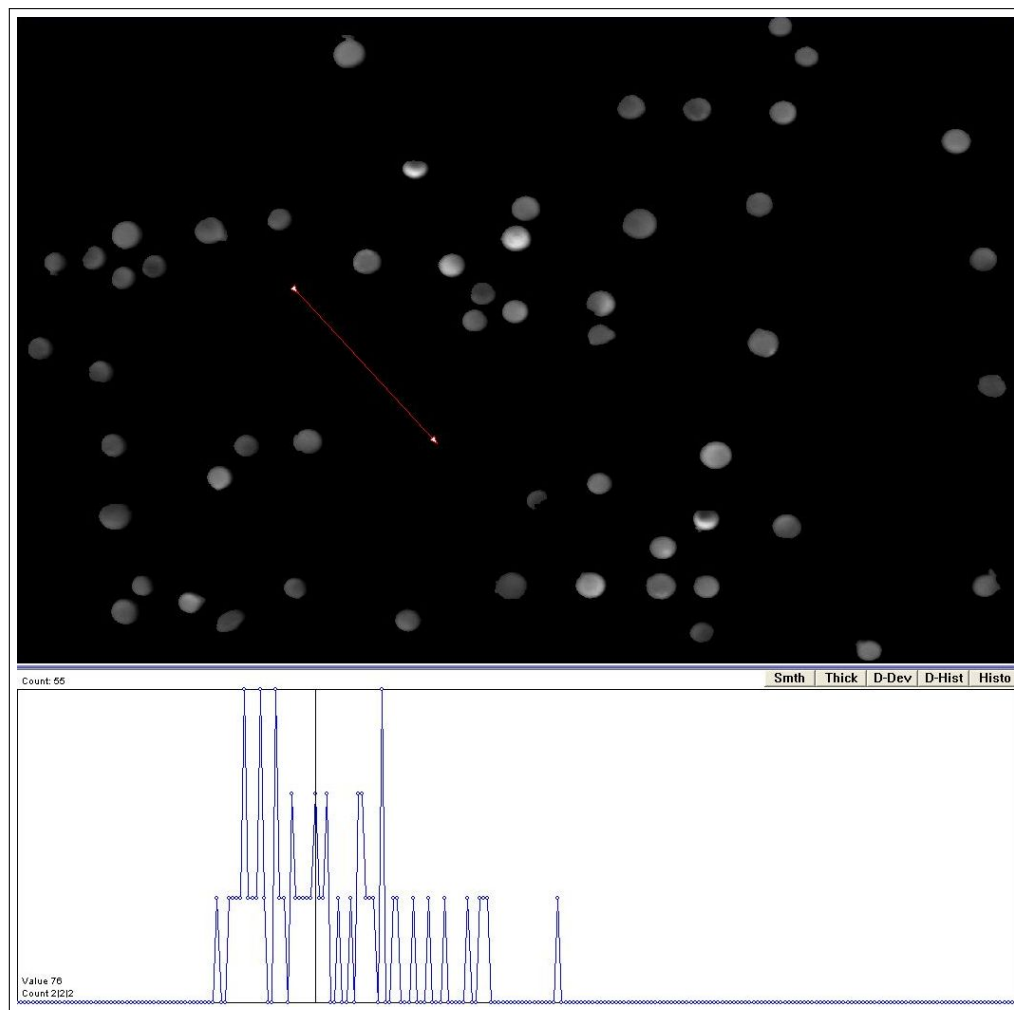


Abbildung 6.8: Histogramm der Schichtdicken

6.3 Ergebnisse

Von jeder Probe wurden 25 Durchlichtbilder mit dem Lichtmikroskop aufgenommen und mithilfe der Software *DiamondView* ausgewertet.

6.3.1 Kupfer

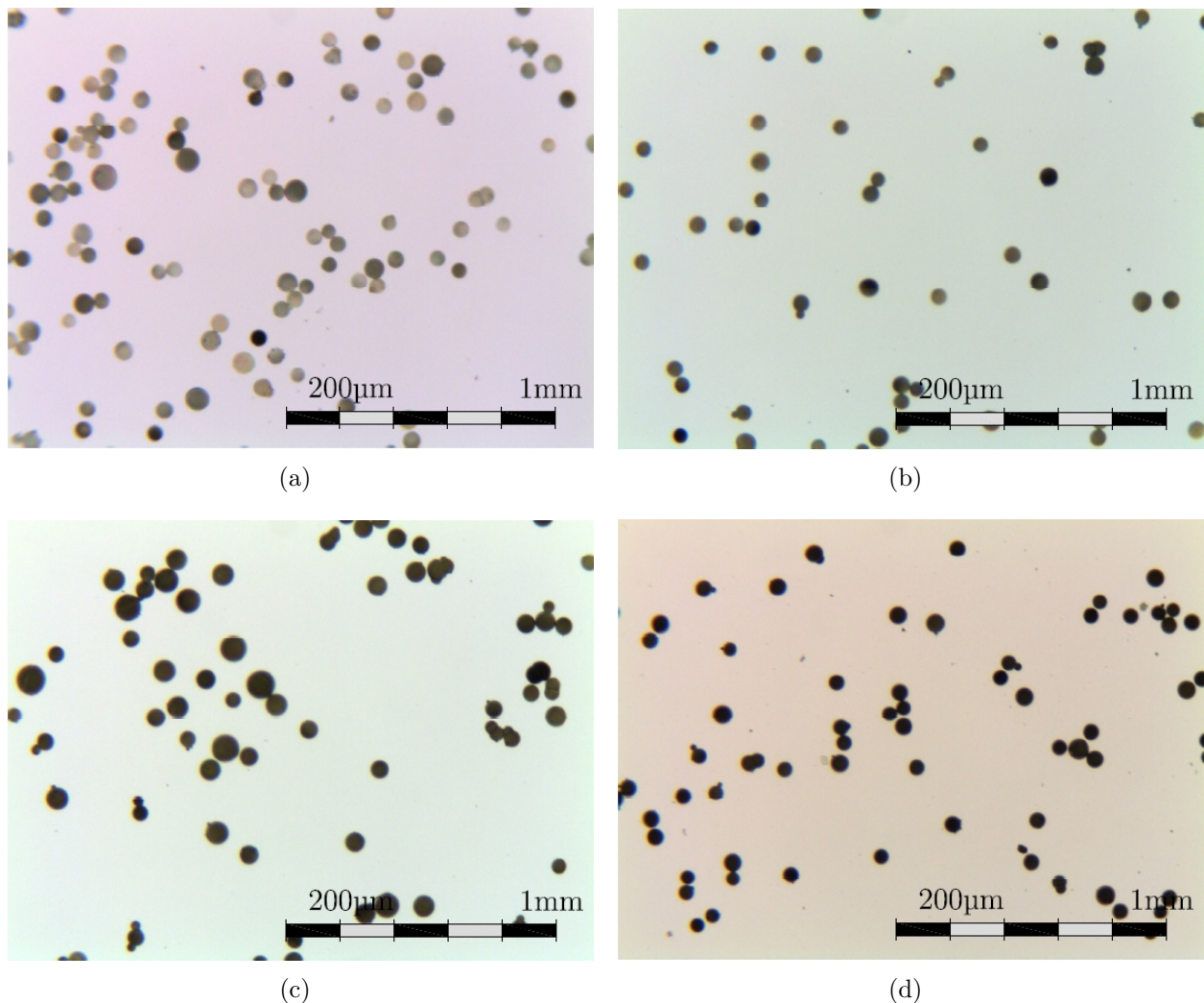


Abbildung 6.9: Durchlichtaufnahmen von beschichteten Mikroglasskugeln. Die Beschichtung erfolgte mit Kupfer für (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min und (d) 60 min

Zunächst wurden Mikroglasskugeln mit Kupfer beschichtet. Um festzustellen, bei welcher Beschichtungsdauer sich welche Schichtdicke ergibt, wurden die Mikroglasskugeln unterschiedlich lange beschichtet. Die Zeit der Beschichtung der einzelnen Versuchsreihen betrug 15, 30, 45 und 60 Minuten. In Abbildung 6.10 sind die Schichtdickenverteilungen der unterschiedlichen Beschichtungszeiten aufgetragen. Sie zeigt, wie viele Glaskugeln eine bestimmte Dicke aufweisen. Es ist erkennbar, dass, wie erwartet, bei längeren Beschichtungszeiten die Dicke der Schicht auf den Kugeln zunimmt. Das Maximum wandert.

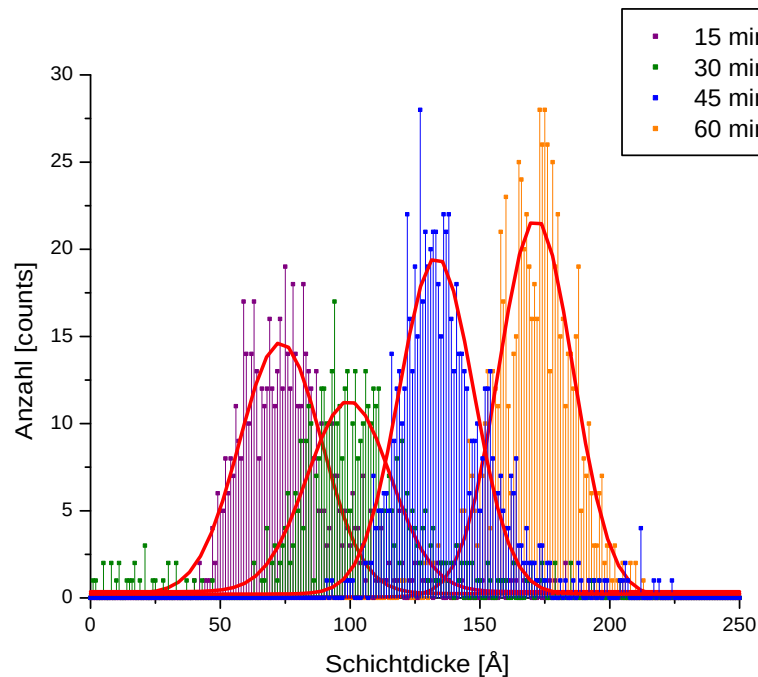


Abbildung 6.10: Schichtdickenverteilungen von mit Kupfer beschichteten Mikrogaskugeln für eine Dauer von 15, 30, 45 und 60 Minuten

Bei einer Dauer von 15 Minuten weist die Kupferschicht eine Dicke von 50 bis 110 Å auf. Die Schichtdickenverteilung hat ihr Maximum bei etwa 73 Å. Stellt man dem die Dickenverteilung der 30 Minuten lang beschichteten Kugeln, also der doppelten Zeit, gegenüber, bei der das Maximum bei 100 Å liegt, stellt man fest, dass es bei doppelter Beschichtungsdauer nicht zur doppelten Schichtdicke kommt.

6.3.2 Platin

Zur Verifizierung der Reproduzierbarkeit der Schichtdickenverteilungen wurden in den nächsten Versuchsreihen jeweils drei Proben für eine Dauer von 5 bzw. 15 Minuten mit Platin beschichtet. Die in Abbildung 6.11 dargestellten Verteilungen von den für fünf Minuten beschichteten Mikrogaskugeln stimmen gut überein.

Im Gegensatz dazu ist in Abbildung 6.12 zu sehen, dass die Verteilung der Schichtdicke der Probe Pt_3 stark von den Verteilungen der anderen Proben abweicht. Da allerdings Pt_1 und Pt_2 gut übereinstimmen, liegt der Schluss nahe, dass ein Fehler bei der Beschichtung oder bei der Auswertung dieser Probe passiert ist. Trotzdem lässt sich festhalten, dass die Schichtdickenverteilungen von Mikrogaskugeln mit gleicher Beschichtungszeit ähnlich sind, zumal sich die fünfminütig beschichteten Verteilungen decken.

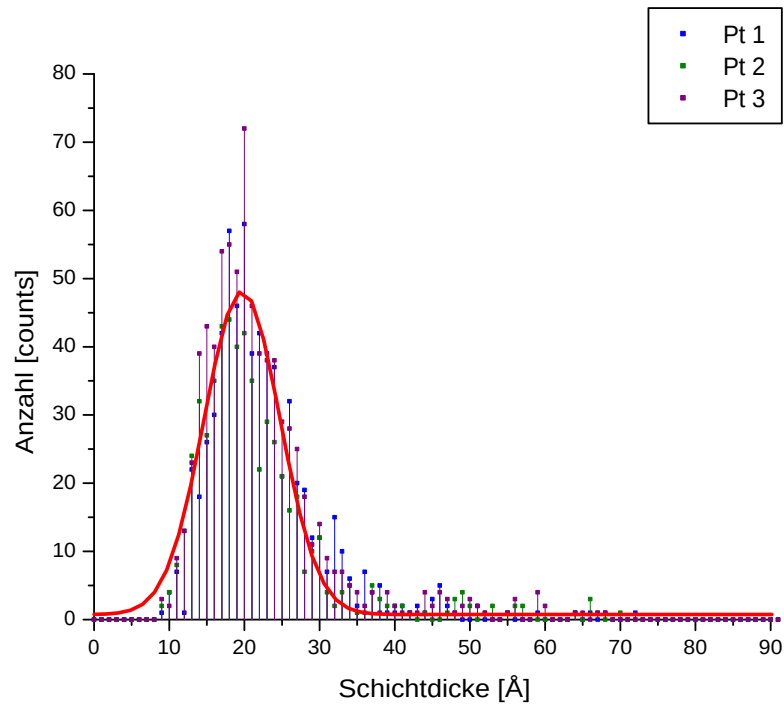


Abbildung 6.11: Für 5 Minuten mit Platin beschichtete Mikroglaskugeln

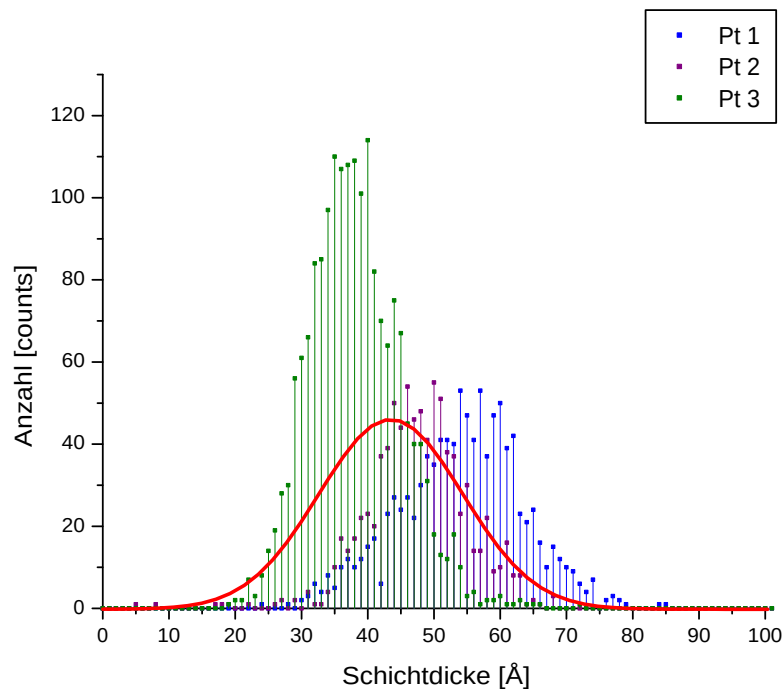


Abbildung 6.12: Für 15 Minuten mit Platin beschichtete Mikroglaskugeln

6.3.3 Titan

Ein weiteres Targetmaterial, das zur Beschichtung der Mikrogaskugeln verwendet wurde, war Titan. Die Beschichtungsdauer betrug 60 Minuten und die Schichtdickenverteilung ist in Abbildung 6.13 dargestellt. Hier ist wieder die Reproduzierbarkeit der Versuche zu erkennen. Die Dicke der Titanschicht nach 60 Minuten liegt zwischen 80 und 120 Å. Die meisten Gaskugeln weisen eine Schichtdicke von 100 Å auf.

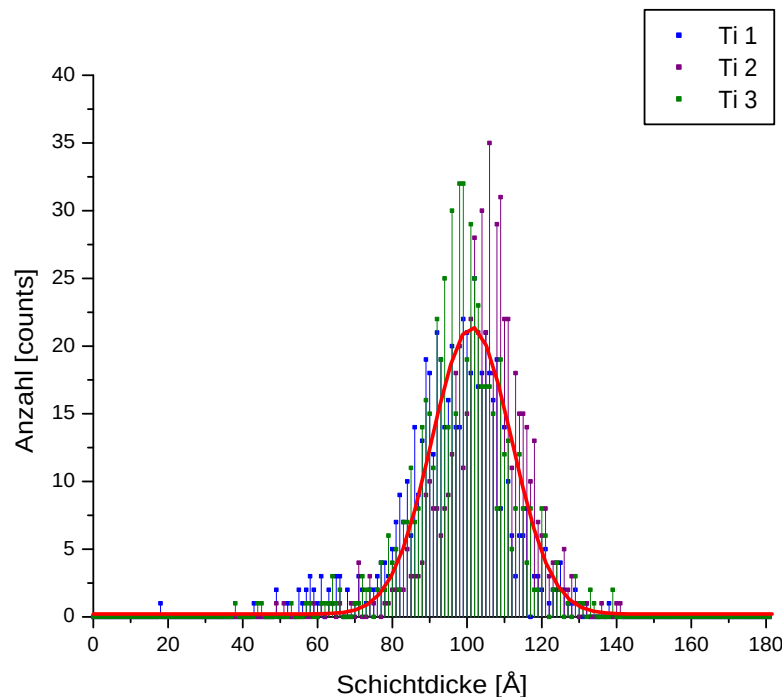


Abbildung 6.13: Für 60 Minuten mit Titan beschichtete Mikrogaskugeln

6.4 Diskussion der Messergebnisse

In diesem Kapitel sollen die verschiedenen Proben miteinander verglichen werden. Zum einen werden beschichtete Gaskugeln desselben Targetmaterials, aber anderen Beschichtungszeiten gegenübergestellt, zum anderen wird diskutiert, wie sich die Sputterausbeute unterschiedlicher Materialien bei gleicher Beschichtungsdauer auf die Schichtdicke auswirkt.

In Abbildung 6.14 sind die Schichtdickenverteilungen von platinbeschichteten Mikrogaskugeln gegenübergestellt. Es ist erkennbar, dass bei längerer Beschichtungsdauer die Schichtdicke auf den Mikrogaskugeln zunimmt. Allerdings steigt die Schichtdicke nicht linear mit der Dauer der Beschichtung. Während das Maximum der Schichtdickenverteilung bei einer Beschichtungszeit von fünf Minuten bei etwa 20 Å liegt, liegt es bei 15 Minuten bei etwa 43 Å.

Vergleicht man die Schichtdickenverteilungen von Kupfer, Platin und Titan bei gleicher Beschichtungszeit (siehe Abb. 6.15 und Abb. 6.16) sind die unterschiedlichen Sputterausbeuten,

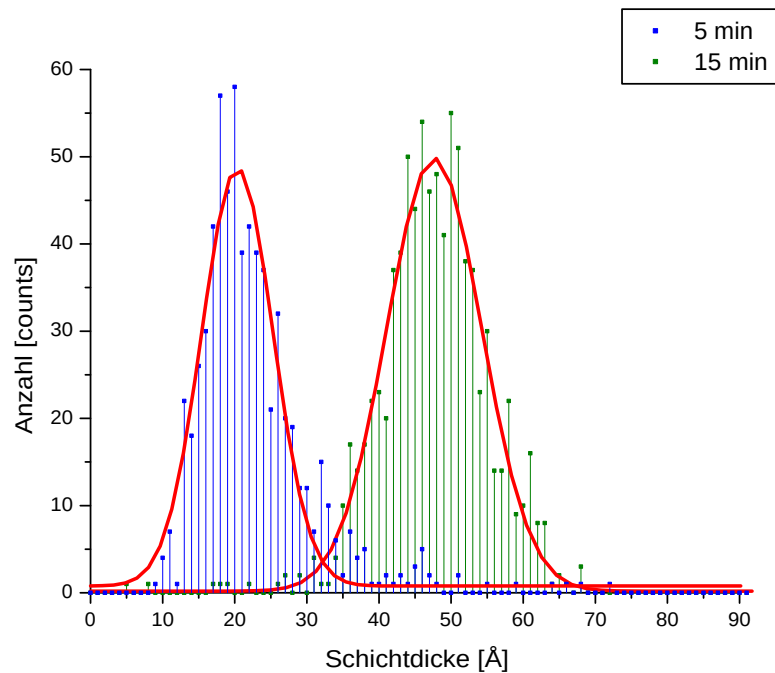


Abbildung 6.14: Vergleich der Schichtdickenverteilung von Platin bei einer Beschichtungsdauer von 5 und 15 Minuten

welche in Tabelle 2.2 ersichtlich sind, erkennbar. Die mit Kupfer beschichteten Mikroglasskugeln weisen eine größere Schichtdicke auf ($73 \text{ \AA}$), als die, die mit Platin beschichtet wurden ($20 \text{ \AA}$).

Die unterschiedliche Höhe des Gaußplots in Abbildung 6.15 resultiert aus der Auswertung der Schichtdickenverteilung mittels *DiamondView*. Liegen Mikroglasskugeln übereinander oder zu dicht beieinander kann die Software sie nicht mehr als solche erkennen. Trotzdem lässt sich eine Aussage darüber treffen, welche Schichtdicke bei einer bestimmten Beschichtungsdauer am häufigsten auftritt.

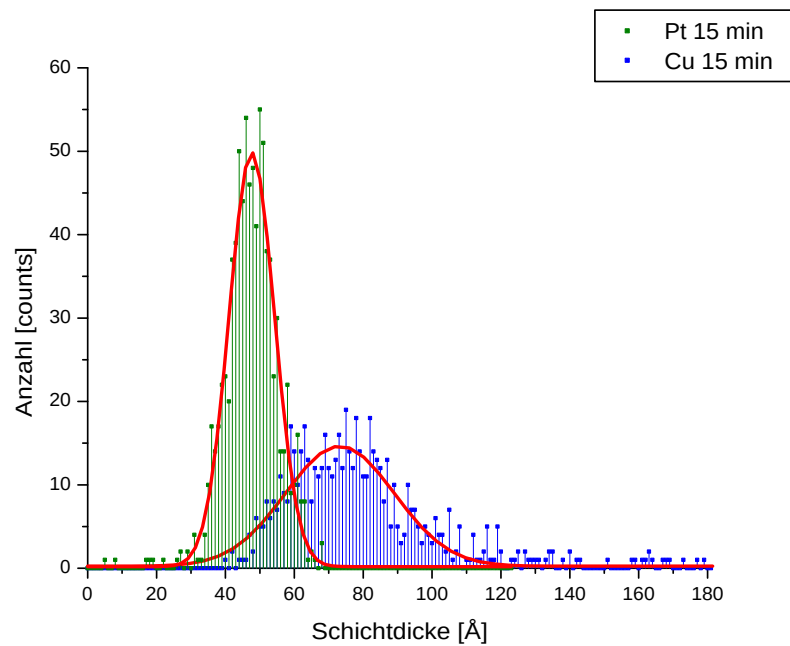


Abbildung 6.15: Vergleich der Schichtdickenverteilung bei einer Beschichtungsdauer von 15 Minuten von Kupfer und Platin

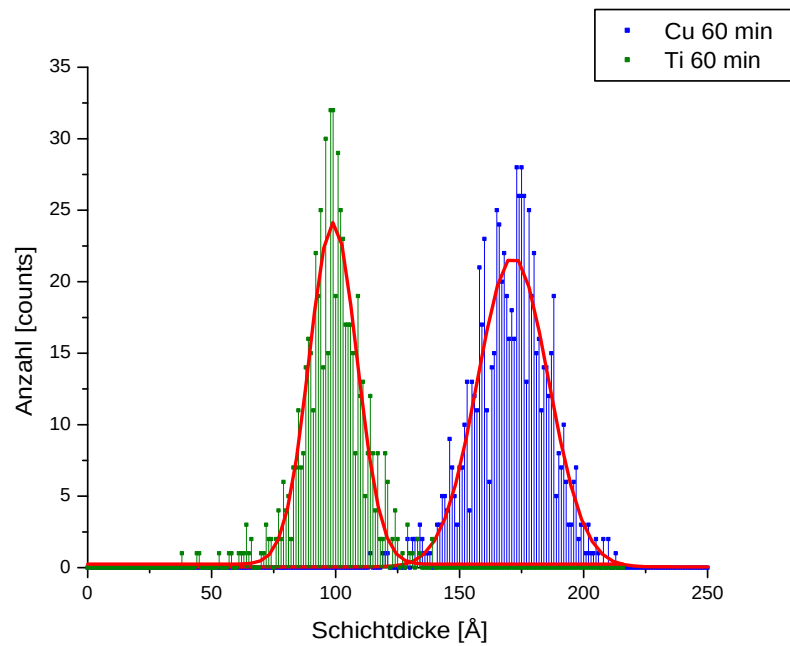


Abbildung 6.16: Vergleich der Schichtdickenverteilung bei einer Beschichtungsdauer von 60 Minuten von Kupfer und Titan

Tabelle 6.1 fasst die Ergebnisse der Schichtdickenverteilung der Targetmaterialien bei unterschiedlichen Beschichtungszeiten zusammen.

Targetmaterial	Beschichtungsdauer [min]	mittlere Schichtdicke [Å]	Halbwertsbreite [Å]
Kupfer	15	73	31
	30	99	32
	45	133	28
	60	171	28
Platin	5	19	10
	15	43	21
Titan	60	101	21

Tabelle 6.1: Zusammenfassung der Ergebnisse der Schichtdickenverteilungen

6.5 Mischproben

Zusätzlich zur Auswertung der Schichtdickenverteilung der Mikrogaskugeln mit unterschiedlichen Beschichtungsmaterialien, wurden Mischproben untersucht. Unter einer Mischprobe versteht man die Mischung von Mikrogaskugeln unterschiedlicher Beschichtungsdauer und der damit einhergehenden unterschiedlichen mittleren Schichtdicke.

Als Mischprobe wurden mit Kupfer beschichtete Mikrogaskugeln verwendet, die für 5 und 60 Minuten beschichtet wurden. Aufgrund des mit der Beschichtungsdauer verbundenen großen Unterschieds in der mittleren Schichtdicke erhofft man sich eine bessere Erkennung des Mischverhältnisses. Ziel dieser Erhebung war es zu eruieren, ob das Mischverhältnis der Probe mithilfe der Software *DiamondView* bestimmt werden kann.

Die Mischverhältnisse der 5 bzw. 60 Minuten beschichteten Mikrogaskugeln waren 1 : 3, 3 : 1 und 1 : 1. Betrachtet man die Ergebnisse der Versuchsreihen, welche in den Abbildungen 6.17 und 6.18 dargestellt sind, zeigt sich, dass die Anzahl der Objekte, die eine bestimmte Schichtdicke aufweisen, das Mischverhältnis widerspiegeln. Wenn es sich um eine Mischung unbekannter Zusammensetzung handelt, lässt sich aus der Schichtdickenverteilung ablesen, in welchem Mischverhältnis die Komponenten zu einander stehen.

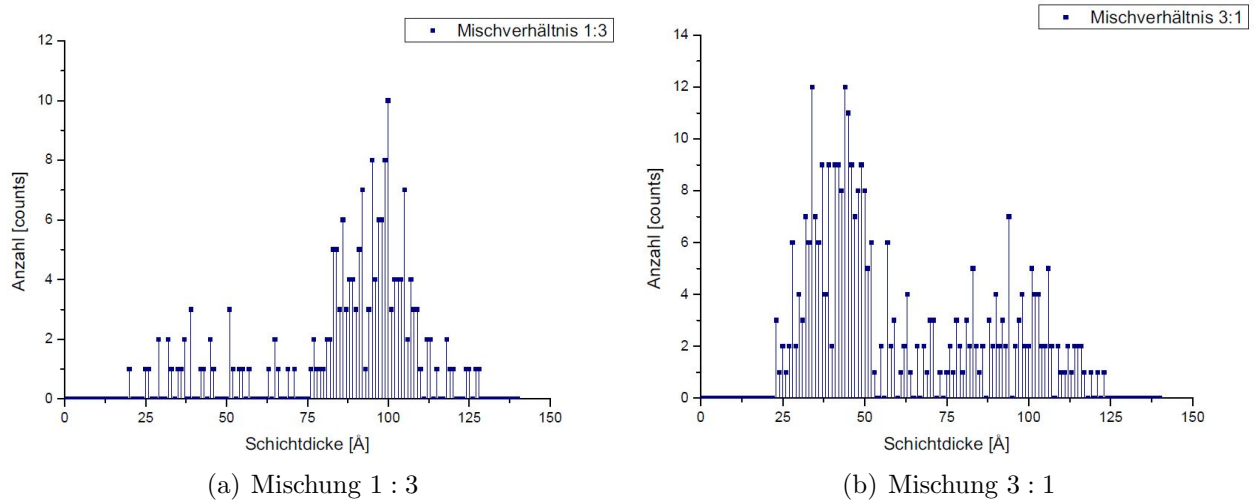


Abbildung 6.17: Proben mit den Mischverhältnissen 1:3 (a) und 3:1 (b)

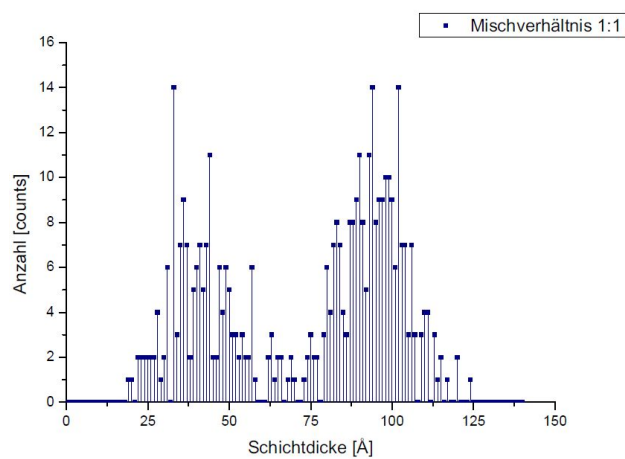


Abbildung 6.18: Probe mit dem Mischungsverhältnis 1 : 1

Kapitel 7

Zusammenfassung und Ausblick

In der Dünnschichttechnologie ist die Kenntnis über die Dicke einer Schicht von essentieller Bedeutung, da sie physikalische Eigenschaften von Materialien verändert. Oft ist es nicht möglich die Beschichtungsrate während des Beschichtungsprozesses zu kontrollieren, um so auf die Schichtdicke schließen zu können. Eine nachfolgende Schichtdickenmessung ist daher erforderlich.

Die Schichtdickenmessung beschichteter Mikrogaskugeln war Gegenstand dieser Arbeit. Die Beschichtung mit verschiedenen Materialien erfolgte mit einer Sputteranlage. Ein spezieller Mechanismus erlaubte es, eine möglichst gleichmäßige Schicht auf die Kugeloberfläche aufzubringen.

Der Durchmesser der zu untersuchenden Objekten betrug $30 - 80 \mu\text{m}$. Zunächst wurde eruiert, wie weit es möglich ist, die Kugel als zwei planparallele Platten anzusehen. Die analytischen Untersuchungen beinhalteten unter anderem die Berechnung des effektiven Wegs, den das Licht bei senkrechtem Einfall auf die Kugeloberfläche durch die Schicht durchläuft. Dieser nimmt zur Kugelmitte ab und steigt nach außen hin an. Allerdings ist diese Änderung bis zu 75% des Kugelradius minimal, wodurch sich die Kugel bis zu diesem Wert nicht wesentlich von zwei plan parallelen Platten unterscheidet. Dies spiegelt sich auch durch den Austrittspunkt des Lichts wider, das beim Durchgang durch die Kugel gebrochen wird. Die Kugel bewirkt eine Brechung und somit eine Versetzung des Lichtstrahls. Vergleicht man die Position des einfallenden mit der des austretenden Strahls, so ist erkennbar, dass der zunächst lineare Verlauf der Funktion ab $0,75r$ steiler wird und die gekrümmte Oberfläche eine Auswirkung auf den Strahlengang hat.

Da die Schichtdickenbestimmung auf Transmissionsmessungen basiert, mussten Durchlichtbilder der Mikrogaskugeln aufgenommen werden. Dafür war der Umbau eines Lichtmikroskops notwendig. Als Lichtquelle wurde das LED-Array Mega Zinigata 92 CRI verwendet, da es ausreichend hell ist und einen großen Bereich des sichtbaren Spektrums abdeckt. Zum automatischen Verschieben der Probe kam der Kreutztisch M-686.D64 der Firma PI zum Einsatz, der sich manuell via Joystick oder durch Eingabe am Computer ansteuern lässt.

Um das Lichtmikroskop als Schichtdickenmessgerät basierend auf Transmissionsmessung verwenden zu können, ist es wichtig, die charakteristischen Wellenlängen auf die der CCD-Chip der Kamera sensitiv ist, zu kennen. Mit Hilfe eines durch Aufdampfen erzeugtem

Fabry-Pérot-Filters konnte der CCD-Chip mit Licht bekannter Wellenlänge bestrahlt werden. Durch ein keilförmiges Dickenprofil kommt es zur konstruktiven Interferenz unterschiedlicher Wellenlängen. Die sich ergebenden Messwellenlängen für die Farbkanäle lauten $\lambda_{rot} = 580 \text{ nm}$, $\lambda_{grün} = 523 \text{ nm}$ und $\lambda_{blau} = 480 \text{ nm}$.

Nachdem Durchlichtaufnahmen von Mikroglaskugeln mit dem Mikroskop gemacht wurden, wurden diese mit Hilfe des von DI Harald Mahr entwickelten Programms *DiamondView* bearbeitet. Mit der Software wurde die Schichtdickenverteilung der beschichteten Mikroglaskugeln ausgegeben. Da es sich um ein granulares Material handelt und nicht um eine plane Oberfläche, werden nicht alle Mikroglaskugeln gleich beschichtet. Es kommt zu einer Schichtdickenverteilung, die von Targetmaterial und Beschichtungsdauer abhängt.

Als Targetmaterialien kamen Kupfer, Platin und Titan zum Einsatz. Zunächst wurden Mikroglaskugeln für 15, 30, 45 und 60 Minuten mit Kupfer beschichtet. Mit zunehmender Beschichtungsdauer steigt auch die Schichtdicke. Bei 15 Minuten beträgt die mittlere Schichtdicke $73,23 \text{ Å}$, bei 30 Minuten $99,52 \text{ Å}$, bei 45 Minuten $133,23 \text{ Å}$ und bei 60 Minuten $171,55 \text{ Å}$. Platin wurde mit einer Beschichtungsdauer von 5 und 15 Minuten beschichtet. Dies hatte eine mittlere Schichtdicke von $19,685 \text{ Å}$ und $43,484 \text{ Å}$ zur Folge. Mikroglaskugeln, deren Beschichtung mit Titan für 60 Minuten erfolgte weisen eine mittlere Schichtdicke von $101,25 \text{ Å}$ auf. Da alle drei Materialien verschiedene Sputterausbeuten haben, treten trotz gleicher Beschichtungsdauer unterschiedliche Schichtdicken auf.

Die Schichtdickenverteilung folgt einer Normalverteilung. Dies ist damit zu erklären, dass einige Mikroglaskugeln durch andere überdeckt werden und somit dem Sputterstrahl weniger ausgesetzt sind als andere.

Gegenstand zukünftiger Untersuchungen wäre die Schichtdickenbestimmung von transparenten Materialien, wie beispielsweise Titandioxid. Bei solchen Materialien erfolgt keine Absorption durch das aufgebrachte Material. Über die Intensität des transmittierten Lichts kann somit nicht auf die Dicke der aufgetragenen Schicht geschlossen werden. Trotzdem können auftretenden Interferenzmuster Aufschluss über die Schichtdicke geben.

Literaturverzeichnis

- [Bal06] BALL, D. W.: *Field Guide to Spectroscopy*. SPIE Press, 2006.
- [Dem04] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 2, Elektrizität und Optik*. Springer, 2004.
- [Ede13] EDER, A.: *Herstellung und Untersuchung bleifreier tribologischer Beschichtungen auf Silberbasis*. Technische Universität Wien, Institut für Festkörperphysik, Österreich, 2013.
- [Hae87] HAEFER, R.: *Oberflächen und Dünnschichttechnologie*. Springer, 1987.
- [Kie93] KIENEL, G.: *Vakuumbeschichtung: Band 4: Anwendungen, Teil 1*. VDI Verlag GmbH, Düsseldorf, Deutschland, 1993.
- [KR95] KIENEL, G. ; RÖLL, K.: *Vakuumbeschichtung: Band 2: Verfahren und Anlagen*. VDI Verlag GmbH, Düsseldorf, Deutschland, 1995.
- [Mah09] MAHR, H.: *Numerische Berechnung zur Beschichtung granularer Materialien in einer Magnetron-Sputteranlage*. Technische Universität Wien, Institut für Festkörperphysik, Österreich, 2009.
- [Sch09] SCHMID, Gerwin: *Beschichten von Mikroglasskugeln zur Wasserstoffspeicherung in Verbindung mit NaBH₄*. Technische Universität Wien, Institut für Festkörperphysik, Österreich, 2009.
- [Sch10] SCHMID, Gerwin: Optimization of a container design for despoiting uniform metal coatings on glass microspheres by magnetron sputtering. In: *Surface & Coating Technology* (2010.)
- [Sch13] SCHMID, Gerwin: A method for uniformly coating powdery substrates by magnetron sputtering. In: *Surface & Coating Technology* (2013.)
- [TS10] TIPPMANN, H. ; SPIESS, L.: *Schichtdickenmessung - MNE 4*. TU Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik, 2010

Anhang

A. Messwellenlänge

Die Resultate der Transmissionsverläufe der mittleren und unteren Position des Fabry-Pérot-Filters für die Bestimmung der Messwellenlänge sind in den folgenden Kapiteln aufgelistet.

A.1. Mitte

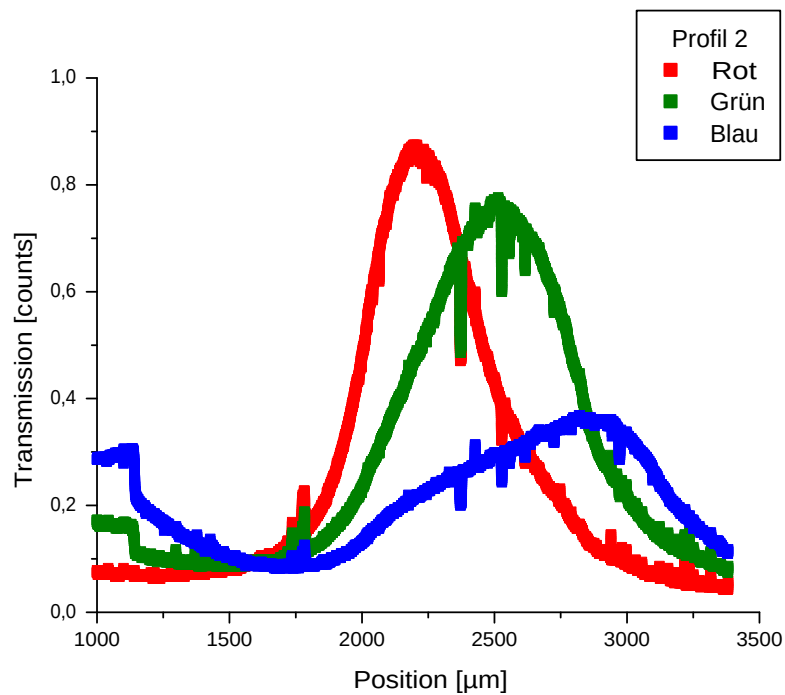
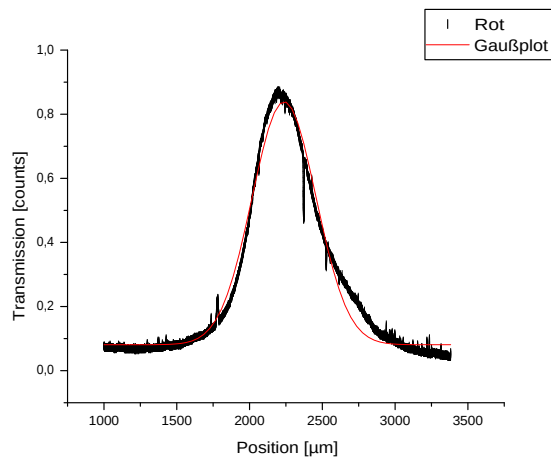
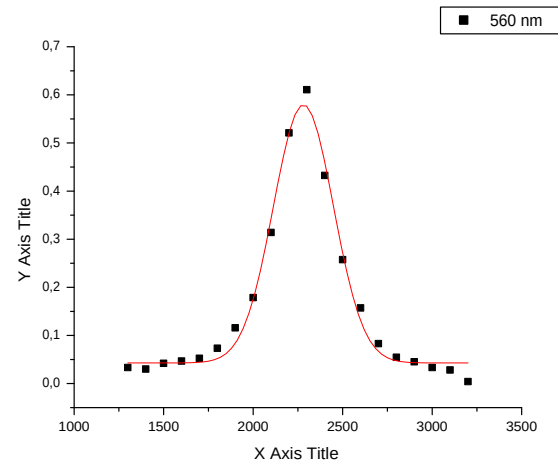


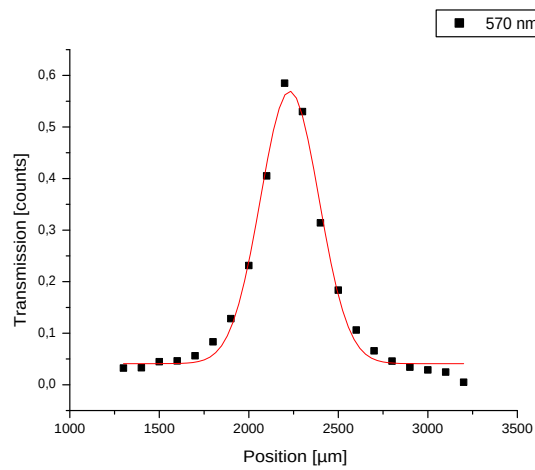
Abbildung 7.1: Linescan an der mittleren Position



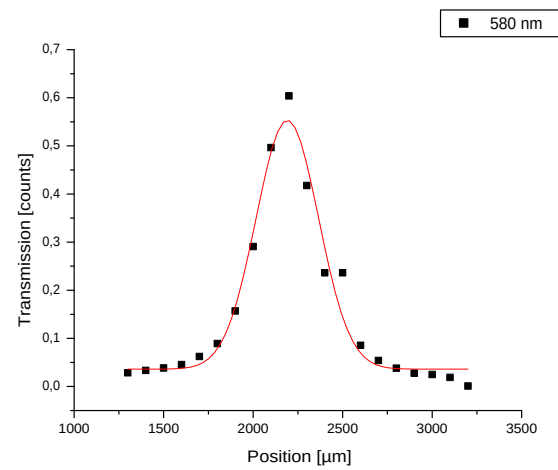
(a) Rot



(b) 560 nm



(c) 570 nm



(d) 580 nm

Abbildung 7.2: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den roten Farbkanal

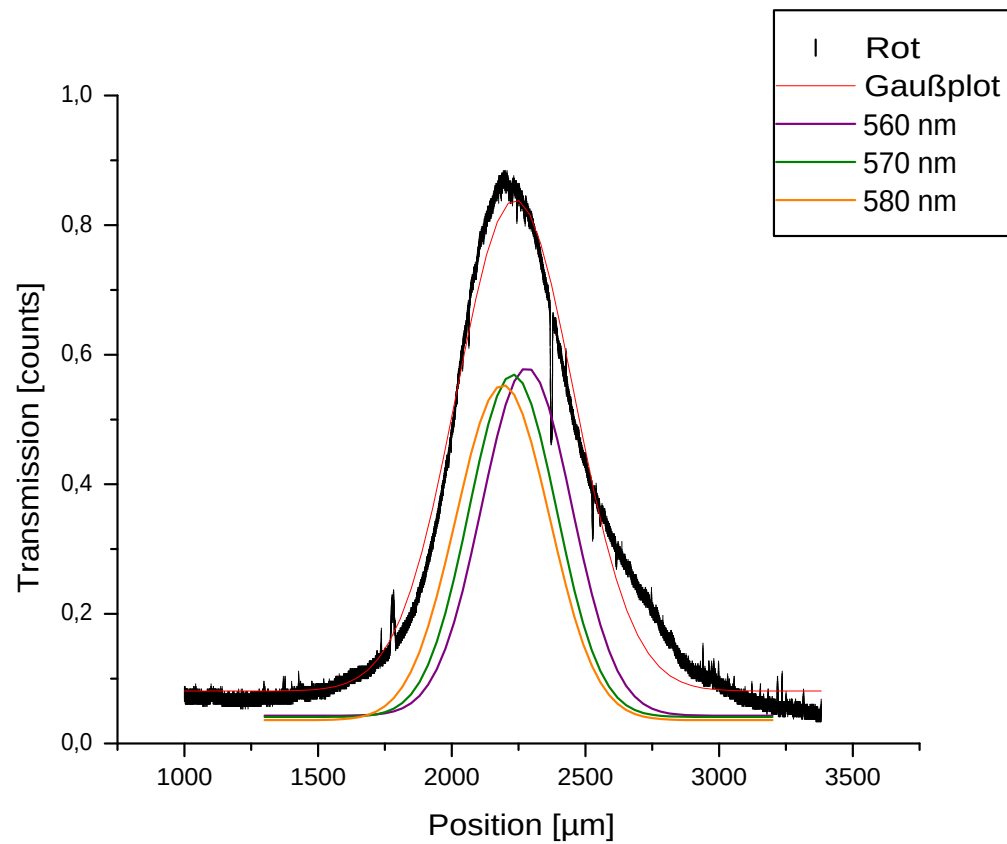
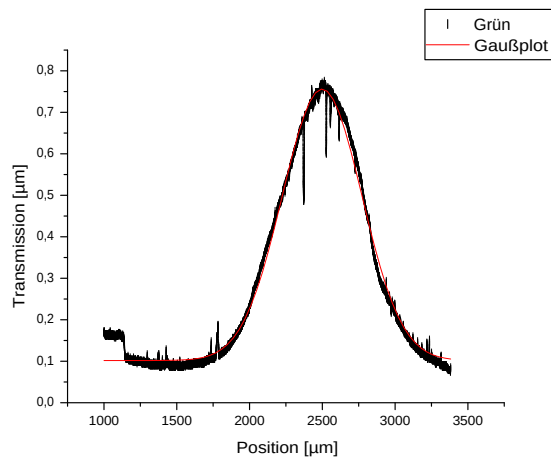


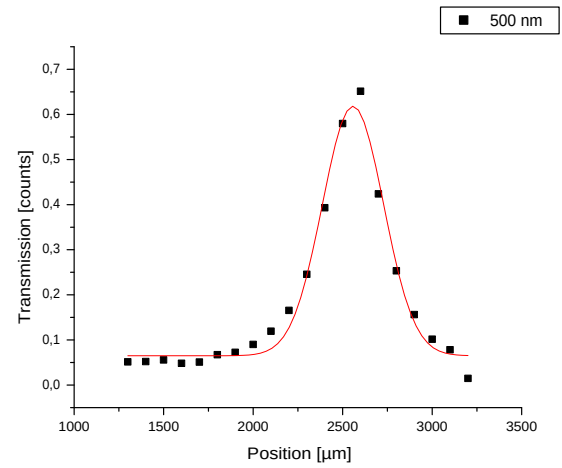
Abbildung 7.3: Ermittlung der Messwellenlänge für den roten Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal
560	2281,0	43,4	1,9 %
570	2228,6	9,0	0,4 %
580	2191,1	46,5	2,1 %

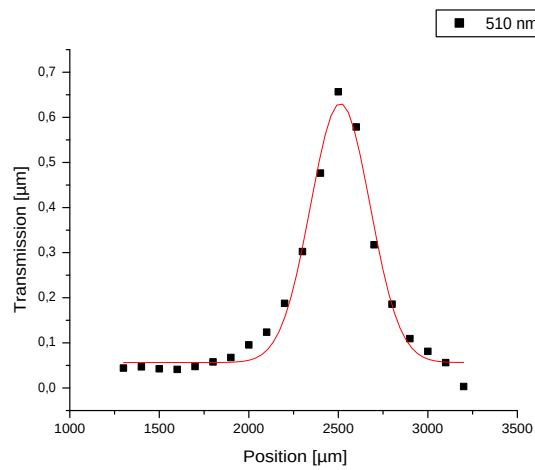
Tabelle 7.1: Ergebnisse der Analyse des roten Farbkanals



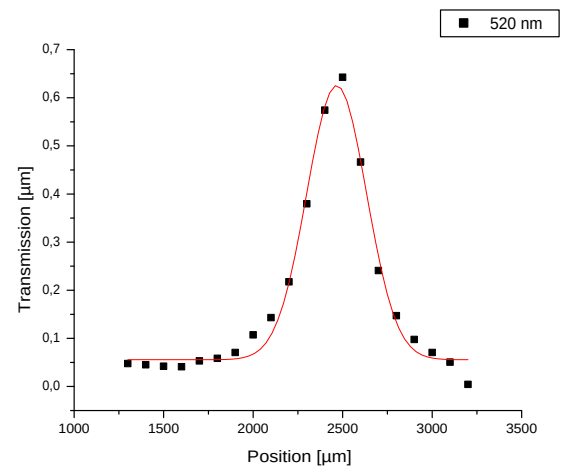
(a) Grün



(b) 500 nm



(c) 510 nm



(d) 520 nm

Abbildung 7.4: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den grünen Farbkanal

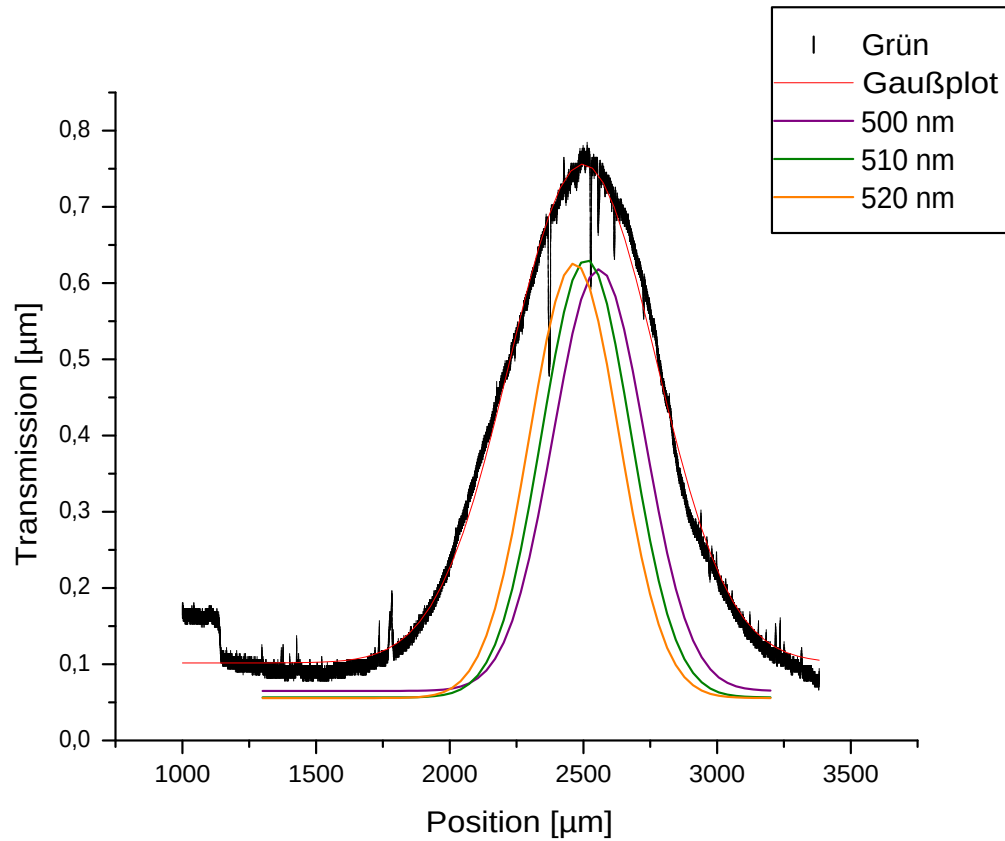
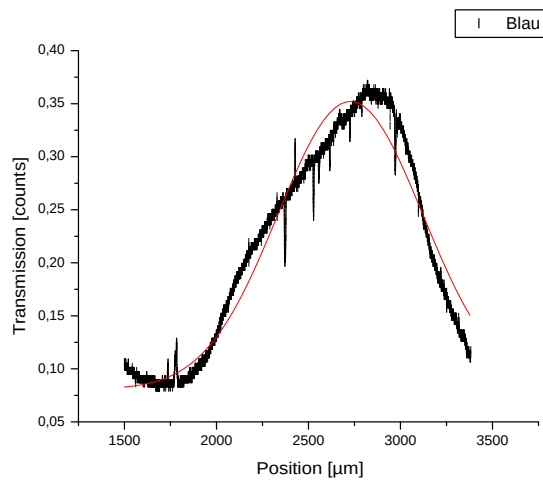


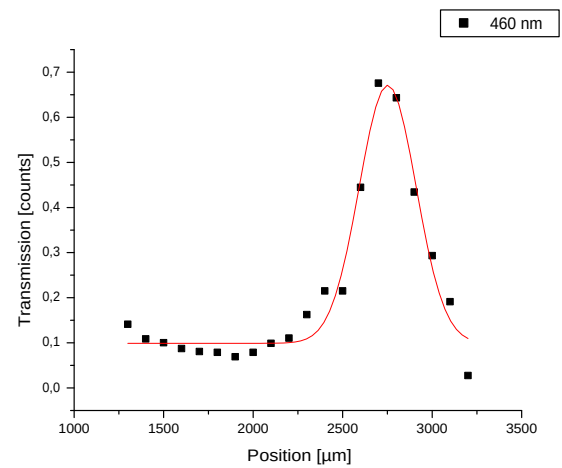
Abbildung 7.5: Ermittlung der Messwellenlänge für den grünen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal
500	2557,8	58,9	2,3 %
510	2511,3	12,4	0,5 %
520	2466,6	32,3	1,3 %

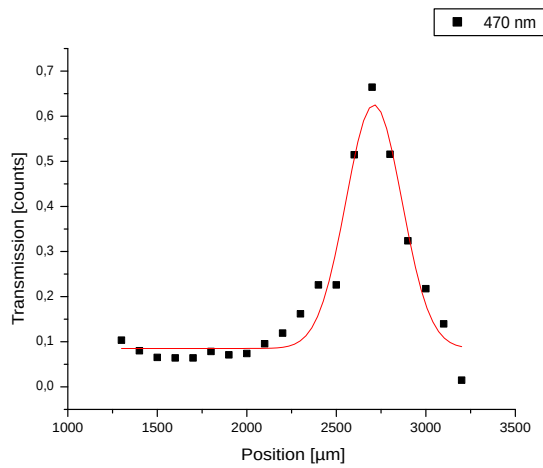
Tabelle 7.2: Ergebnisse der Analyse des grünen Farbkanals



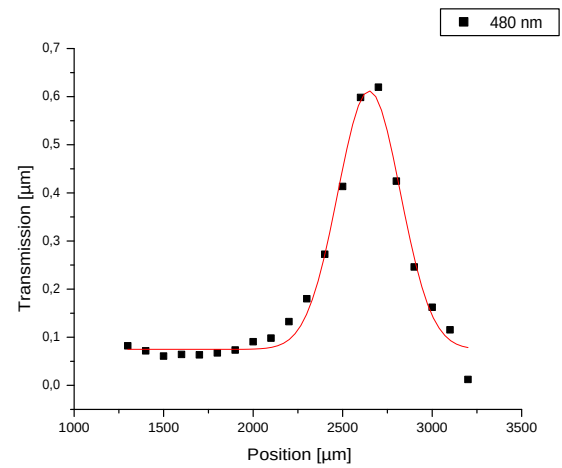
(a) Blau



(b) 460 nm



(c) 470 nm



(d) 480 nm

Abbildung 7.6: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den blauen Farbkanal

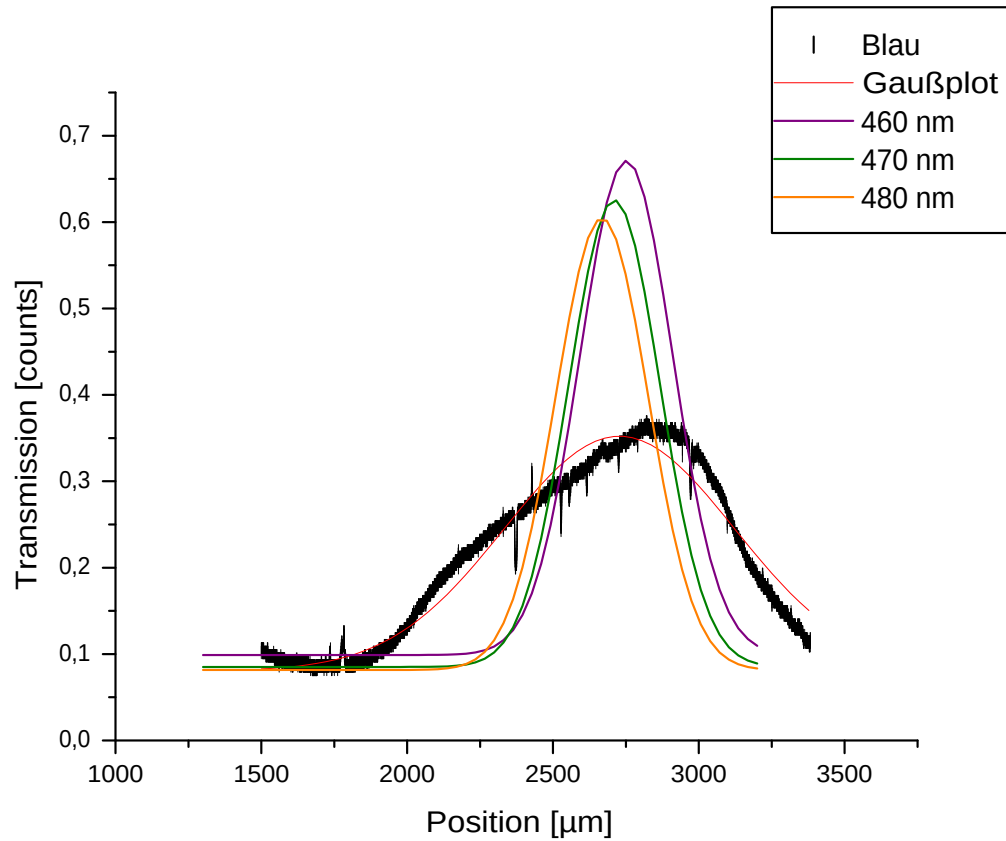


Abbildung 7.7: Ermittlung der Messwellenlänge für den blauen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal
460	2751,6	23,9	0,9 %
470	2710,2	17,5	0,6 %
480	2667,8	59,9	2,2 %

Tabelle 7.3: Ergebnisse der Analyse des blauen Farbkanals

A.2. Unten

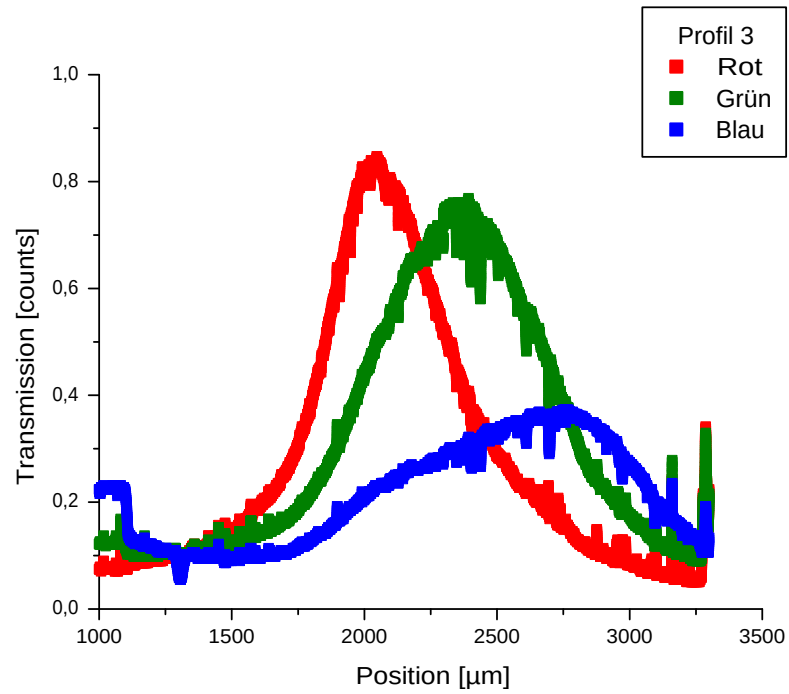
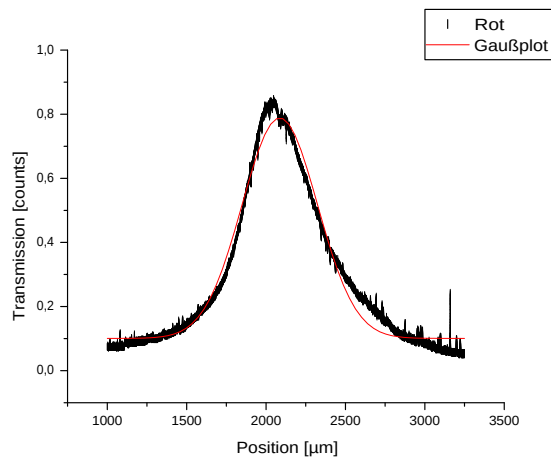
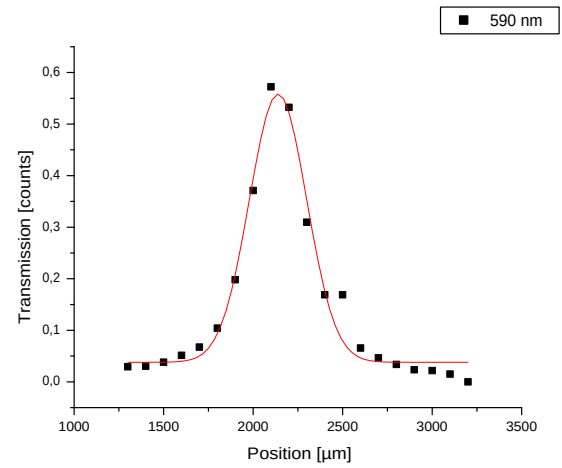


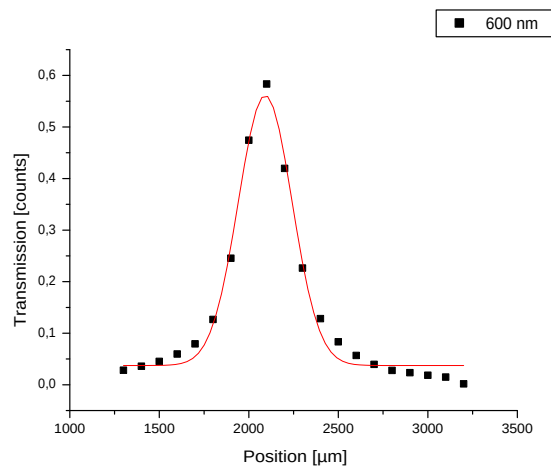
Abbildung 7.8: Linescan an der unteren Position



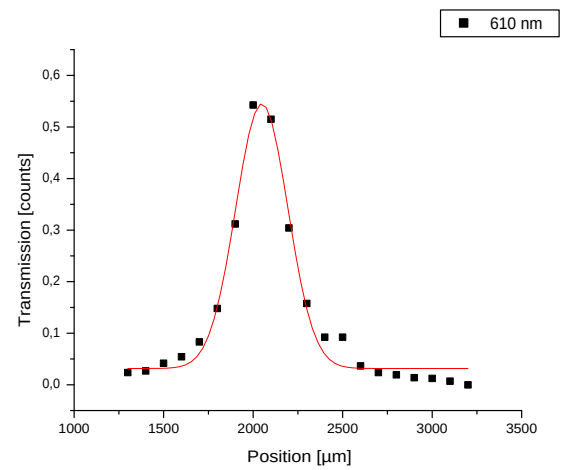
(a) Rot



(b) 590 nm



(c) 600 nm



(d) 610 nm

Abbildung 7.9: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den roten Farbkanal

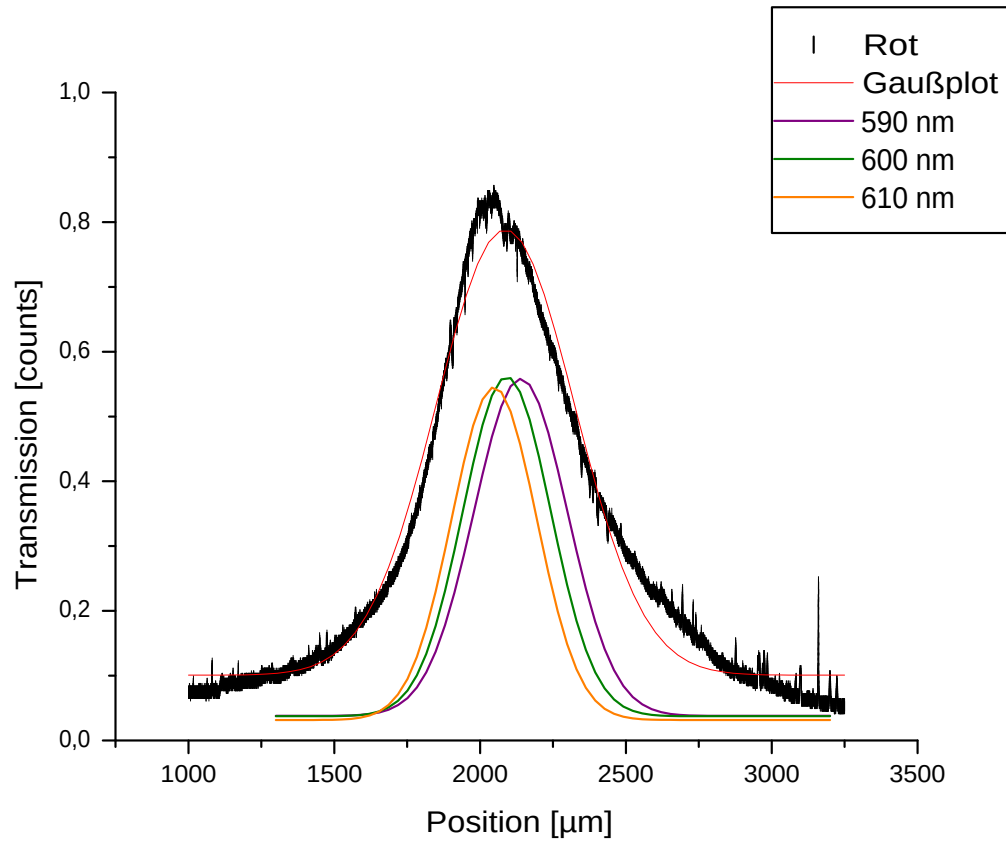
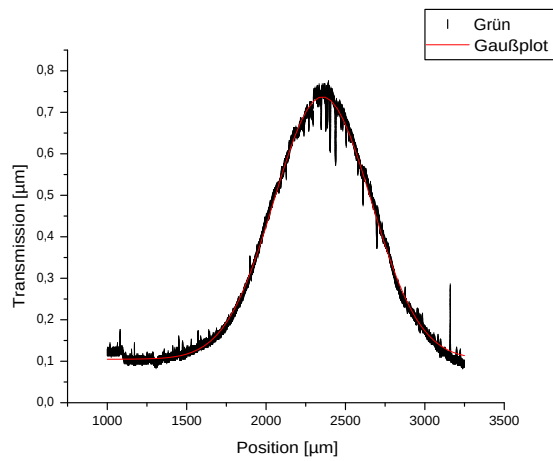


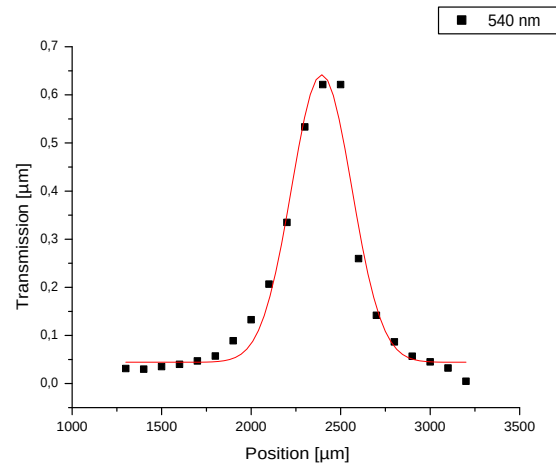
Abbildung 7.10: Ermittlung der Messwellenlänge für den roten Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal [μm]	Abweichung zum roten Farbkanal
590	2139,2	52,5	2,5 %
600	2091,6	4,9	0,2 %
610	2048,3	38,4	1,8 %

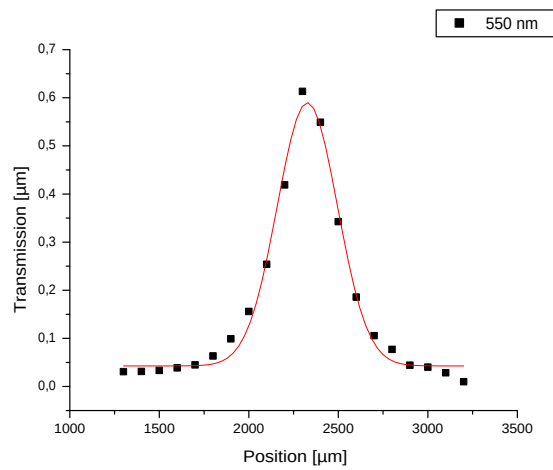
Tabelle 7.4: Ergebnisse der Analyse des roten Farbkanals



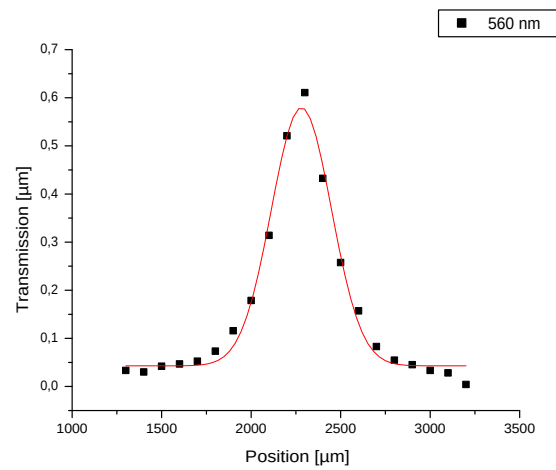
(a) Grün



(b) 540 nm



(c) 550 nm



(d) 560 nm

Abbildung 7.11: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den grünen Farbkanal

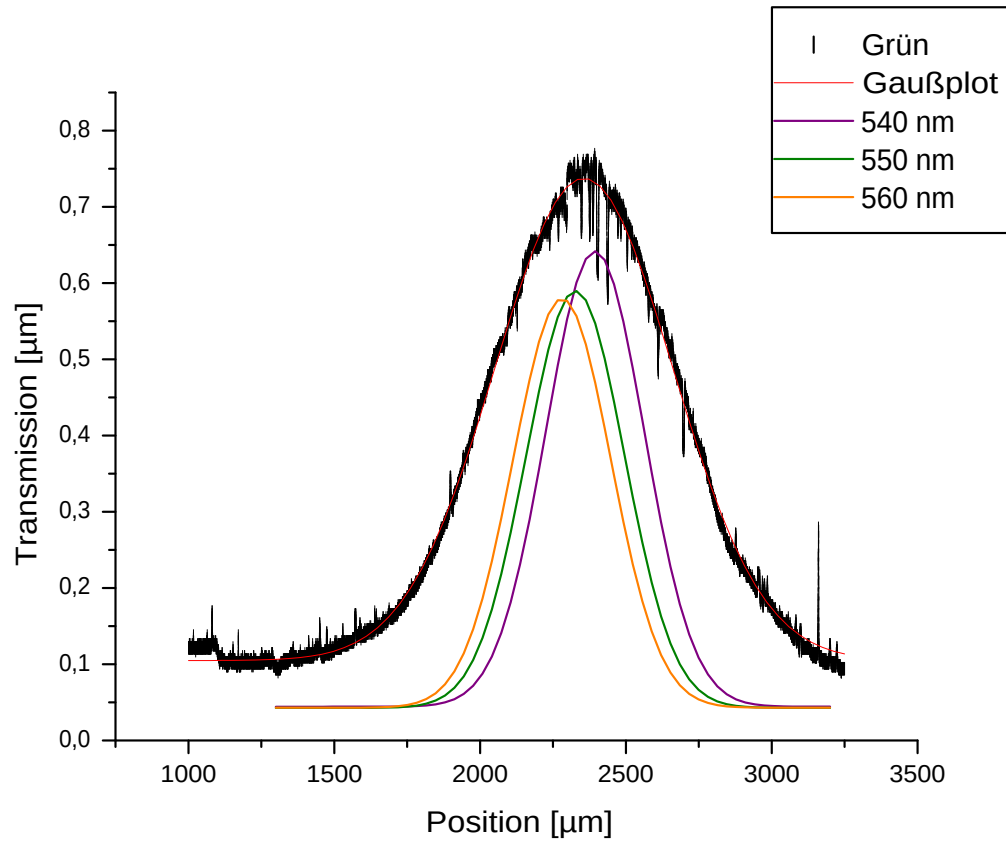
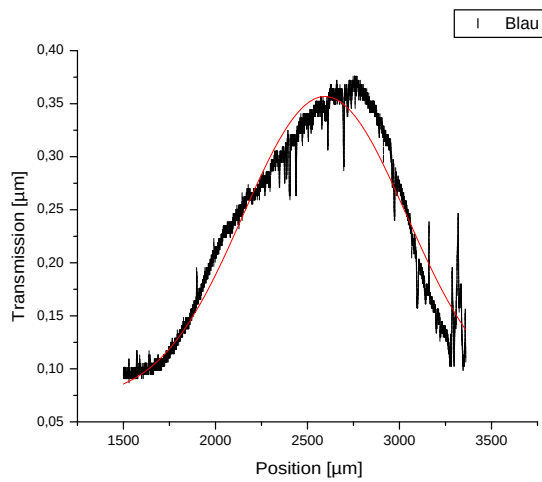


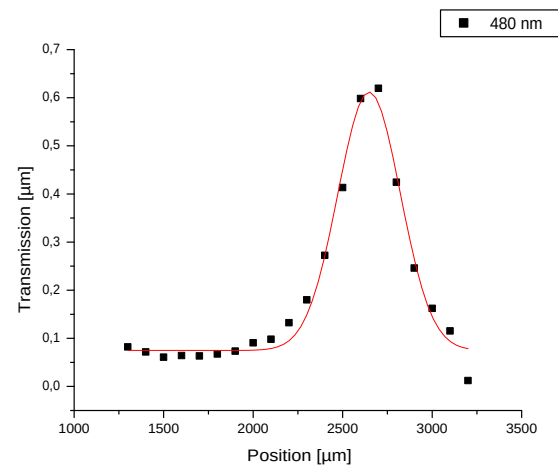
Abbildung 7.12: Ermittlung der Messwellenlänge für den grünen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal [μm]	Abweichung zum grünen Farbkanal
540	2394,0	38,2	1,6 %
550	2326,9	28,9	1,2 %
560	2281,0	74,8	3,2 %

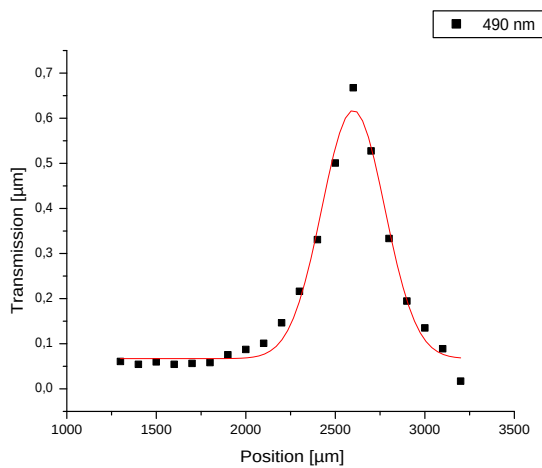
Tabelle 7.5: Ergebnisse der Analyse des grünen Farbkanals



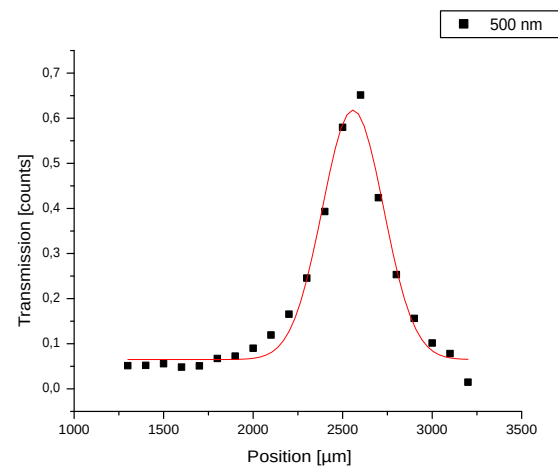
(a) Blau



(b) 480 nm



(c) 490 nm



(d) 500 nm

Abbildung 7.13: Vergleich der Wellenlängen mit den Transmissionsmessungen für den blauen Farbkanal

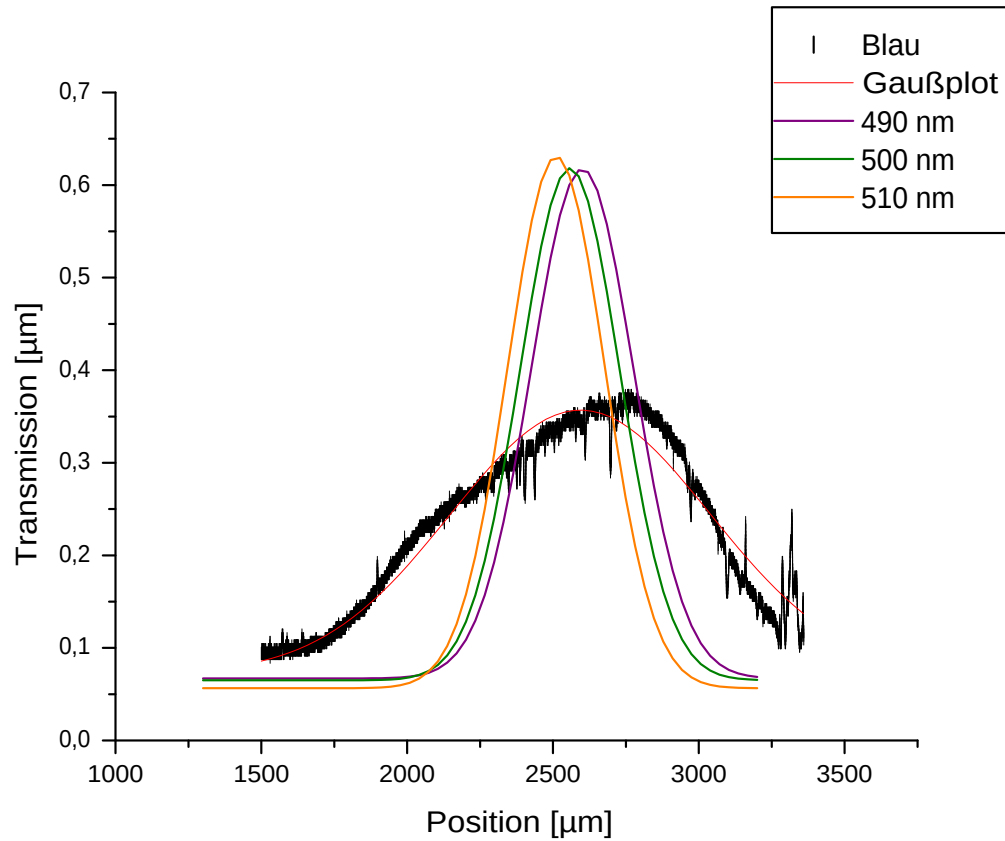


Abbildung 7.14: Ermittlung der Messwellenlänge für den blauen Farbkanal

Wellenlänge [nm]	Mitte des Gaußplots [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal [μm]	Abweichung zum blauen Farbkanal
480	2648,0	53,5	2,1 %
490	2600,6	5,5	0,2 %
500	2557,8	36,7	1,4 %

Tabelle 7.6: Ergebnisse der Analyse des blauen Farbkanals

B. Brechung

Anhand des Beispiels einer mit Kupfer beschichteten Mikroglasskugel wird der Strahldurchgang berechnet. Ausgegangen wird von einer Mikroglasskugel, die eine Wandstärke von $1\text{ }\mu\text{m}$ aufweist, mit einem Radius r von $30,00\text{ }\mu\text{m}$. Für die Schicht wird eine Dicke d von $70,00\text{ nm}$ angenommen. Die in der Berechnung verwendeten Bezeichnungen sind definiert als $r_3 = 30,07\text{ }\mu\text{m}$, $r_2 = 30,00\text{ }\mu\text{m}$ und $r_1 = 29,00\text{ }\mu\text{m}$. Als Brechungsindizes werden $n_1 = 1$ für Luft, $n_2 = 1,13$ für Kupfer, $n_3 = 1,47$ für Glas und $n_4 = n_1$ angenommen. Ausgegangen wird von einem parallel zur y-Achse einfallenden Lichtstrahl bei $x_0 = 25\text{ }\mu\text{m}$.

Es erfolgt nun die Berechnung der Schnittpunkte des Lichtstrahls mit der Kugeloberfläche, sowie der Brechung an den verschiedenen Medien.

- Schnittpunkt $P_0(x_0, y_0)$:

$$r_3^2 = x_0^2 + y_0^2 \rightarrow y_0 = \sqrt{r_3^2 - x_0^2}$$

$$y_0 = 16,71\text{ }\mu\text{m}$$

- Lotwinkel α_0 :

$$x_0 = r_3 \cos(\alpha_0) \rightarrow \alpha_0 = \arccos\left(\frac{x_0}{r_3}\right)$$

$$\alpha_0 = 33,76^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_0 :

$$180^\circ = \alpha_0 + \epsilon_0 + 90^\circ \rightarrow \epsilon_0 = 90^\circ - \alpha_0$$

$$\epsilon_0 = 56,24^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_0 :

$$n_1 \sin(\epsilon_0) = n_2 \sin(\epsilon'_0) \rightarrow \epsilon'_0 = \arcsin\left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\epsilon_0)\right)$$

$$\epsilon'_0 = 49,10^\circ$$

- Steigung der Gerade 1:

$$k_1 = \tan(\beta_1)$$

$$180^\circ = \alpha_0 + \epsilon'_0 + 180^\circ - \beta_1 \rightarrow \beta_1 = \alpha_0 + \epsilon'_0$$

$$\beta_1 = 82,85^\circ$$

$$k_1 = 7,98$$

- Geradengleichung der Geraden 1:

$$y_1 = k_1 x_1 + d_1$$

auch P_0 liegt auf der Geraden 1:

$$y_0 = k_1 x_0 + d_1 \rightarrow d_1 = y_0 - k_1 x_0$$

$$d_1 = - - 182,70$$

- Schnittpunkt P_1 :

$$r_2^2 = x_1^2 + y_1^2 \rightarrow y_1 = \sqrt{r_2^2 - x_1^2}$$

$$y_1 = k_1 x_1 + d_1$$

Gleichsetzen beider Gleichungen liefert:

$$\begin{aligned}\sqrt{r_2^2 - x_1^2} &= k_1 x_1 + d_1 \\ r_2^2 - x_1^2 &= k_1^2 x_1^2 + 2 k_1 x_1 d_1 + d_1^2 \\ x_1^2 + k_1^2 x_1^2 + 2 k_1 x_1 d_1 + d_1^2 - r_2^2 &= 0 \\ x_1^2 (1 + k_1^2) + 2 k_1 x_1 d_1 + d_1^2 - r_2^2 &= 0 \\ x_1^2 + \frac{2 k_1 x_1 d_1}{(1 + k_1^2)} + \frac{(d_1^2 - r_2^2)}{(1 + k_1^2)} &= 0\end{aligned}$$

Kleine Lösungsformel zur Lösung der quadratischen Gleichung:

$$\begin{aligned}x &= -\frac{k_1 d_1}{(1 + k_1^2)} \pm \sqrt{\left(\frac{k_1 d_1}{(1 + k_1^2)}\right)^2 - \frac{(d_1^2 - r_2^2)}{(1 + k_1^2)}} \\ &= -\frac{k_1 d_1}{(1 + k_1^2)} \pm \sqrt{\frac{k_1^2 d_1^2 - (d_1^2 - r_2^2)(1 + k_1^2)}{(1 + k_1^2)}} \\ &= -\frac{k_1 d_1}{(1 + k_1^2)} \pm \frac{1}{(1 + k_1^2)} \sqrt{k_1^2 d_1^2 - (d_1^2 + d_1^2 k_1^2 - r_2^2 - k_1^2 r_2^2)} \\ &= \frac{1}{(1 + k_1^2)} \left(-k_1 d_1 \pm \sqrt{k_1^2 d_1^2 - d_1^2 - d_1^2 k_1^2 + r_2^2 + k_1^2 r_2^2} \right) \\ x &= \frac{1}{(1 + k_1^2)} \left(-k_1 d_1 \pm \sqrt{r_2^2 + k_1^2 r_2^2 - d_1^2} \right)\end{aligned}$$

Positiver x-Wert wird verwendet.

$$x_1 = 24,99 \mu m$$

Einsetzen in die Geradengleichung der Gerade 1 liefert dazugehörigen y-Wert und somit den nächsten Schnittpunkt $P_1(x_1, y_1)$.

$$y_1 = 16,60 \mu m$$

- Lotwinkel α_1 :

$$x_1 = r_2 \cos(\alpha_1) \rightarrow \alpha_1 = \arccos\left(\frac{x_1}{r_2}\right)$$

$$\alpha_1 = 33,60^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_1 :

$$180^\circ = \alpha_1 + \epsilon_1 - \beta_1 \rightarrow \epsilon_1 = \beta_1 - \alpha_1$$

$$\epsilon_1 = 49,25^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_1 :

$$n_2 \sin(\epsilon_1) = n_3 \sin(\epsilon'_1) \rightarrow \epsilon'_1 = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_3} \sin(\epsilon_1)\right)$$

$$\epsilon'_1 = 34,53^\circ$$

- Steigung der Gerade 2:

$$k_2 = \tan(\beta_2)$$

$$180^\circ = \alpha_1 + \epsilon'_1 + 180^\circ - \beta_2 \rightarrow \beta_2 = \alpha_1 + \epsilon'_1$$

$$\beta_2 = 68,14^\circ$$

$$k_2 = 2,49$$

- Geradengleichung der Geraden 2:

$$y_2 = k_2 x_2 + d_2$$

auch P_1 liegt auf der Geraden 2:

$$y_1 = k_2 x_1 + d_2 \rightarrow d_2 = y_1 - k_2 x_1$$

$$d_2 = -45,67$$

- Schnittpunkt P_2 :

$$r_1^2 = x_2^2 + y_2^2 \rightarrow y_2 = \sqrt{r_1^2 - x_2^2}$$

$$y_2 = k_2 x_2 + d_2$$

$$\sqrt{r_1^2 - x_2^2} = k_2 x_2 + d_2$$

$\vdots$

$$x = \frac{1}{(1 + k_2^2)} \left(-k_2 d_2 \pm \sqrt{r_1^2 + k_2^2 r_1^2 - d_2^2} \right)$$

$$x_2 = 24,53 \mu m$$

$$y_2 = 15,47 \mu m$$

- Lotwinkel α_2 :

$$x_2 = r_1 \cos(\alpha_2) \rightarrow \alpha_2 = \arccos\left(\frac{x_2}{r_1}\right)$$

$$\alpha_2 = 32,23^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_2 :

$$180^\circ = \alpha_2 + \epsilon_2 - \beta_2 \rightarrow \epsilon_2 = \beta_2 - \alpha_2$$

$$\epsilon_2 = 35,90^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_2 :

$$n_3 \sin(\epsilon_2) = n_1 \sin(\epsilon'_2) \rightarrow \epsilon'_2 = \arcsin\left(\frac{n_3}{n_1} \sin(\epsilon_2)\right)$$

$$\epsilon'_2 = 59,55^\circ$$

- Steigung der Gerade 3:

$$k_3 = \tan(\beta_3)$$

$$180^\circ = \alpha_2 + \epsilon'_2 + 180^\circ - \beta_3 \rightarrow \beta_3 = \alpha_2 + \epsilon'_2$$

$$\beta_3 = 91,78^\circ$$

$$k_3 = -32,14$$

- Geradengleichung der Geraden 3:

$$y_3 = k_3 x_3 + d_3$$

auch P_2 liegt auf der Geraden 3:

$$y_2 = k_3 x_2 + d_3 \rightarrow d_3 = y_2 - k_3 x_2$$

$$d_3 = 803,95$$

- Schnittpunkt P_3 :

$$r_1^2 = x_3^2 + y_3^2 \rightarrow y_3 = \sqrt{r_1^2 - x_3^2}$$

$$y_3 = k_3 x_3 + d_3$$

$$\sqrt{r_1^2 - x_3^2} = k_3 x_3 + d_3$$

$\vdots$

$$x = \frac{1}{(1 + k_3^2)} \left(-k_3 d_3 \pm \sqrt{r_1^2 + k_3^2 r_1^2 - d_3^2} \right)$$

$$x_3 = 25,44 \mu m$$

$$y_3 = -13,91 \mu m$$

- Lotwinkel α_3 :

$$x_3 = r_1 \cos(\alpha_3) \rightarrow \alpha_3 = \arccos\left(\frac{x_3}{r_1}\right)$$

$$\alpha_3 = 28,67^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_3 :

$$180^\circ = \alpha_3 + \epsilon_3 + \beta_3 \rightarrow \epsilon_3 = 180^\circ - \alpha_3 - \beta_3$$

$$\epsilon_3 = 59,55^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_3 :

$$n_1 \sin(\epsilon_3) = n_3 \sin(\epsilon'_3) \rightarrow \epsilon'_3 = \arcsin\left(\frac{n_1}{n_3} \sin(\epsilon_3)\right)$$

$$\epsilon'_3 = 35,90^\circ$$

- Steigung der Gerade 4:

$$k_4 = \tan(\beta_4)$$

$$180^\circ = \alpha_3 + \epsilon'_3 + \beta_4 \rightarrow \beta_4 = 180^\circ - \alpha_3 - \epsilon'_3$$

$$\beta_4 = 64,57^\circ$$

$$k_4 = -2,10$$

- Geradengleichung der Geraden 4:

$$y_4 = k_4 x_4 + d_4$$

auch P_3 liegt auf der Geraden 4:

$$y_3 = k_4 x_3 + d_4 \rightarrow d_4 = y_3 - k_4 x_3$$

$$d_4 = 39,61$$

- Schnittpunkt P_4 :

$$r_2^2 = x_4^2 + y_4^2 \rightarrow y_4 = \sqrt{r_2^2 - x_4^2}$$

$$y_4 = k_4 x_4 + d_4$$

$$\sqrt{r_2^2 - x_4^2} = k_4 x_4 + d_4$$

$\vdots$

$$x = \frac{1}{(1 + k_4^2)} \left(-k_4 d_4 \pm \sqrt{r_2^2 + k_4^2 r_2^2 - d_4^2} \right)$$

$$x_4 = 25,97 \mu m$$

$$y_4 = -15,02 \mu m$$

- Lotwinkel α_4 :

$$x_4 = r_2 \cos(\alpha_4) \rightarrow \alpha_4 = \arccos\left(\frac{x_4}{r_2}\right)$$

$$\alpha_4 = 30,04^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_4 :

$$180^\circ = \alpha_4 + \epsilon_4 + \beta_4 \rightarrow \epsilon_4 = 180^\circ - \alpha_4 - \beta_4$$

$$\epsilon_4 = 34,53^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_4 :

$$n_3 \sin(\epsilon_4) = n_2 \sin(\epsilon'_4) \rightarrow \epsilon'_4 = \arcsin\left(\frac{n_3}{n_2} \sin(\epsilon_4)\right)$$

$$\epsilon'_4 = 49,25^\circ$$

- Steigung der Gerade 5:

$$k_5 = \tan(\beta_5)$$

$$180^\circ = \alpha_4 + \epsilon'_4 + \beta_5 \rightarrow \beta_5 = 180^\circ - \alpha_4 - \epsilon'_4$$

$$\beta_5 = 79,29^\circ$$

$$k_5 = -5,29$$

- Geradengleichung der Geraden 5:

$$y_5 = k_5 x_5 + d_5$$

auch P_4 liegt auf der Geraden 5:

$$y_4 = k_5 x_4 + d_5 \rightarrow d_5 = y_4 - k_5 x_4$$

$$d_5 = 122,30$$

- Schnittpunkt P_5 :

$$r_3^2 = x_5^2 + y_5^2 \rightarrow y_5 = \sqrt{r_3^2 - x_5^2}$$

$$y_5 = k_5 x_5 + d_5$$

$$\sqrt{r_3^2 - x_5^2} = k_5 x_5 + d_5$$

$\vdots$

$$x = \frac{1}{(1 + k_5^2)} \left(-k_5 d_5 \pm \sqrt{r_3^2 + k_5^2 d_5^2 - d_5^2} \right)$$

$$x_5 = 25,99 \mu m$$

$$y_5 = -15,12 \mu m$$

- Lotwinkel α_5 :

$$x_5 = r_3 \cos(\alpha_5) \rightarrow \alpha_5 = \arccos\left(\frac{x_5}{r_3}\right)$$

$$\alpha_5 = 30,19^\circ$$

- Einfallswinkel ϵ_5 :

$$180^\circ = \alpha_5 + \epsilon_5 + \beta_5 \rightarrow \epsilon_5 = 180^\circ - \alpha_5 - \beta_5$$

$$\epsilon_5 = 49,10^\circ$$

- Brechungswinkel ϵ'_5 :

$$n_2 \sin(\epsilon_5) = n_1 \sin(\epsilon'_5) \rightarrow \epsilon'_5 = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1} \sin(\epsilon_5)\right)$$

$$\epsilon'_5 = 56,24^\circ$$

- Steigung der Gerade 6:

$$k_6 = \tan(\beta_6)$$

$$180^\circ = \alpha_5 + \epsilon'_5 + \beta_6 \rightarrow \beta_6 = 180^\circ - \alpha_5 - \epsilon'_5$$

$$\beta_6 = 86,44^\circ$$

$$k_6 = -16,06$$

- Geradengleichung der Geraden 6:

$$y_6 = k_6 x_6 + d_6$$

auch P_5 liegt auf der Geraden 6:

$$y_5 = k_6 x_5 + d_6 \rightarrow d_6 = y_5 - k_6 x_5$$

$$d_6 = 402,17$$

- Schnittpunkt P_6 bei $y_6 = -r_3$

$$y_6 = k_6 x_6 + d_6 \rightarrow x_6 = \frac{1}{k_6} (y_6 - d_6)$$

$$x_6 = 26,92 \mu m$$