



Marcel Flemming

Problemstellung

Die Entwicklungen in der Nanotechnik stellen die quantitative Charakterisierung (Metrologie) von Oberflächenstrukturen vor neuartige Herausforderungen. Die für Mikrostrukturen etablierten Verfahren und klar definierten Charakterisierungsmerkmale lassen sich nur sehr begrenzt durch einfaches Herunterskalieren in den Nanometerbereich übertragen.

In den vergangenen Jahren wurde insbesondere die Rasterkraftmikroskopie (Scanning Force Microscopy – SFM) zur Untersuchung der Nanotopografie von Oberflächen und Schichten zunehmend etabliert. Hier werden bislang vorwiegend die rein qualitativen Informationen der SFM-Bilder und die aus der Mikrometrologie formal übernommenen Rauheitsparameter genutzt.

Weitreichende Perspektiven für eine adäquatere Beschreibung von Nanostrukturen bieten dagegen Leistungsspektraldichte-Funktionen (PSD – Power Spectral Density), da erst auf der Basis solcher Funktionen die notwendigen Informationen über die laterale Verteilung der einzelnen Strukturanteile gewonnen werden können. Diese Verteilung ist aber von essentieller Bedeutung für die funktionale Wirkung.

Die PSD ist wie folgt definiert:

$$PSD(f_x, f_y) = \lim_{L \rightarrow \infty} \frac{1}{L^2} \left| \int_0^L \int_0^L h(x, y) e^{-j2\pi(f_x x + f_y y)} dx dy \right|^2$$

wobei f_x, f_y die Ortsfrequenzen eines zweidimensionalen Oberflächenprofils $h(x, y)$, definiert über eine quadratische Fläche der Seitenlänge L , bedeuten.

Im Folgenden sind dazu beispielhaft Ergebnisse unserer Untersuchungen für verschiedene Anwendungen dargestellt. Die SFM-Messungen werden mit einem Rasterkraftmikroskop D 3100 (Fa. VEECO) im Tapping Mode unter Verwendung von einkristallinen Si-Spitzen (Fa. Nanosensors) mit Nominalradien von 10 nm durchgeführt. Für die PSD-Analyse werden am IOF entwickelte Programme eingesetzt /1/.

Beispiele

Abb. 1a zeigt die SFM-Aufnahme einer am IOM Leipzig durch Ionenstrahlätzen von InP erzeugten Nanostruktur, deren hoher Ordnungsgrad und laterale Dimension quantitativ durch den Peak in der PSD-Funktion (Abb. 1b) erfasst werden.

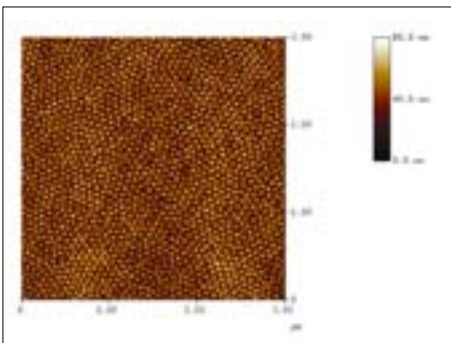


Abb. 1a: SFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von ionenstrahlgeätztem InP.

Fig. 1a: SFM image of the surface structure of ion beam etched InP.

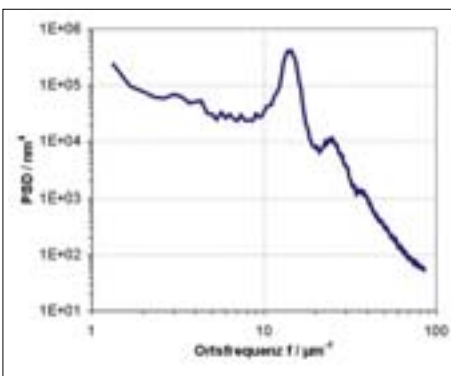


Abb. 1b: PSD-Funktion der Oberflächenstruktur aus Abb. 1a.

Fig. 1b: PSD function corresponding to the surface structure of Fig. 1a.

The problem

Today's rapidly developing nanotechnologies result in novel challenges for the quantitative characterization of surface structures. The measurement techniques and well-defined features used in the characterization process, which have been well established for microstructures, cannot a priori be extended to the nanometer range by a simple downscaling.

During the past decade, Scanning Force Microscopy (SFM) has become increasingly used to investigate the nano-topography of surfaces and thin films. However, the SFM data evaluation has been restricted mainly to qualitative image information and the estimation of simple roughness parameters as formally defined for micro-roughness.

The appropriate description of nanostructures can be accomplished through Power Spectral Densities (PSD). These functions provide otherwise missing information about the lateral distribution of the individual roughness components. In many current applications, it is just this distribution that crucially affects the desired surface functionality.

The PSD is defined as:

$$PSD(f_x, f_y) = \lim_{L \rightarrow \infty} \frac{1}{L^2} \left| \int_0^L \int_0^L h(x, y) e^{-j2\pi(f_x x + f_y y)} dx dy \right|^2$$

where f_x, f_y are the spatial frequencies of the two-dimensional surface profile $h(x, y)$ defined for a square area with side length L .

We present several examples of results for various applications. The SFM measurements were performed with a scanning force microscope D3100 from VEECO in the Tapping Mode. Single crystalline Si tips (Nanosensors Inc.) with a 10 nm nominal radius were used. For PSD analysis we employed software tools developed at the IOF /1/.

Examples

Fig. 1a shows the SFM image of a nano-structure that was ion-beam etched into InP at the Institute of Surface Modification (IOM) in Leipzig. The character and dimension of this highly ordered nano-structure are quantitatively represented by the peak of the PSD function (Fig. 1b).



Annette Hultaker



Angela Duparré

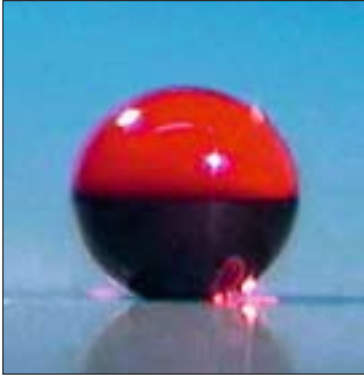


Abb. 2:
Wassertropfen auf einer
ultra-hydrophoben Oberfläche.

Fig. 2:
Water drop on an
ultra-hydrophobic surface.

Ein neuartiger Ansatz zur Erzeugung ultra-hydrophober Oberflächen (Abb. 2) mit optischer Qualität basiert auf statistischen Nanorauheiten von Beschichtungen [2]. Diese Arbeiten werden im BMBF-Verbundprojekt „Nanophob“ (OD2001_018) gefördert. Die gezielte Einstellung optimaler Rauheiten erfordert Rauheitsanalysen über einen ausgedehnten Ortsfrequenzbereich, wobei Anteile bei hohen Ortsfrequenzen wegen der Unwirksamkeit für die optische Streuung bei gleichzeitig starker Wirkung für den funktionalen Effekt besonders bedeutsam sind.

In Abb. 3a sind die Oberflächen gesputterter ZrO_2 -Schichten zu sehen. Die Struktur der rauheren Schicht (Abb. 3a, rechts) führt zu PSD-Werten (Abb. 3b), die den Effekt echter Ultrahydrophobie bei tolerabler Lichtstreuung vorherbestimmen lassen. Tatsächlich liefert diese Nanorauheit (zusammen mit einer hydrophoben Monolagen-Deckschicht) einen hohen Wasserrandwinkel von $> 150^\circ$ und Streulichtwerte kleiner 0,2 % [2].

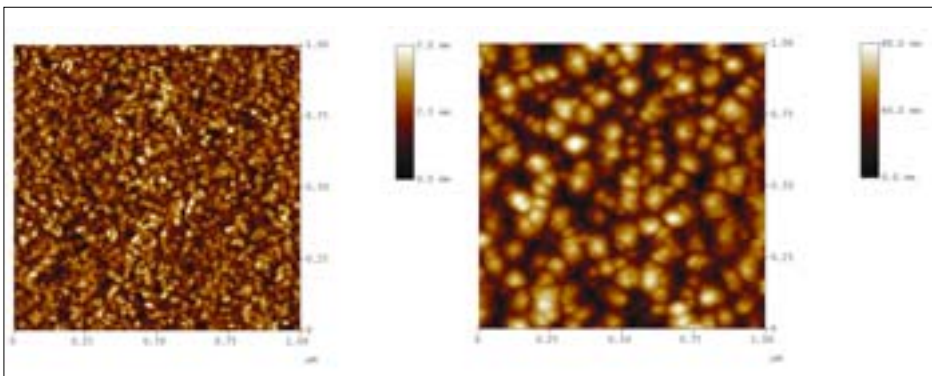


Abb. 3a:
SFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von gesputterten ZrO_2 -Schichten mit unterschiedlicher Rauheit (Höhenscala linkes Bild: 5 nm; rechtes Bild: 80 nm).

Fig. 3a:
SFM image of the surface structure of sputtered ZrO_2 coatings with different roughness (height scale left image: 5 nm; right image: 80 nm)..

Abb. 4a zeigt Ergebnisse von Rauheitsanalysen an Substraten und Beschichtungen für den EUV-Bereich (Extreme Ultra Violet). In diesem Bereich müssen die Substrate zwingend eine Superpolitur besitzen und dürfen nach Beschichtung nur geringe Rauheitserhöhungen im Subnanometer-Bereich aufweisen.

Im Beispiel sind die SFM-Aufnahmen der Oberfläche eines superpolierten Si-Wafers (Abb. 4a, links) sowie eines Sc/Si- (Abb. 4a, Mitte) und eines Mo/Si-Vielschichtsystems (Abb. 4a, rechts) auf Si zu sehen. Die SFM-Bilder verschaffen einen qualitativen Eindruck, die rms-Rauheitsparameter einen quantitativen Fingerprint. Die adäquatere Metrologie wird wiederum durch die PSDs (Abb. 4b) erzielt. Diese verdeutlichen, dass die Rauheitserhöhungen von den beiden Systemen durch Beiträge in unterschiedlichen Ortsfrequenzbereichen hervorgerufen werden.

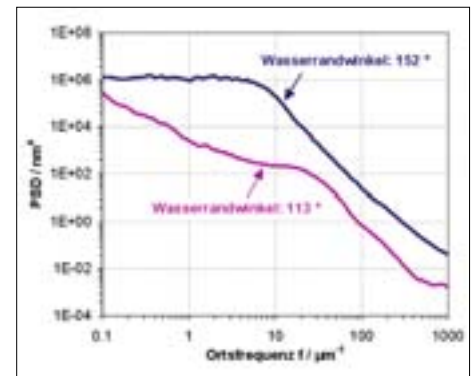


Abb. 3b:
PSD-Funktionen und Wasserrandwinkel der Oberflächenstrukturen aus Abb. 3a.

Fig. 3b:
PSD functions and water contact angles corresponding to the surface structures of Fig. 3a.

A novel approach to achieve ultra-hydrophobic surfaces (see Fig. 2) with optical quality utilizes statistical nano-roughness of coatings [2]. This work is currently being supported by the BMBF in the joint project „Nanophob“ (OD2001_018). Proper control of optimum roughness requires that the roughness analysis be extended over a wide spatial frequency range. Particularly important is high spatial frequency roughness, as this does not induce optical scatter although significantly contributing to the desired functional effect.

Fig. 3a displays the surfaces of sputtered ZrO_2 layers. The rougher film structure (Fig. 3a, right) results in PSD values (Fig. 3b) that suggest real ultra-hydrophobicity and tolerable light scatter. This nano-roughness (together with a hydrophobic monolayer on top) in fact provided a high water contact angle of $> 150^\circ$ and light scatter $< 0.2\%$ [2].

A roughness analysis on substrates and thin film coatings for the EUV (Extreme Ultra Violet) range are shown in Fig. 4a. In the EUV range, substrates must be super-polished, and only a slight roughness increase in the sub-nanometer range is permitted after coating.

Examples of SFM images are given in Fig. 4 for the surfaces of a super-polished Si-wafer (4a, left) as well as an Sc/Si multilayer (4a, middle) and an Mo/Si multilayer (4a, right) deposited onto Si. The SFM images provide a qualitative impression and the rms-roughness a quantitative fingerprint. The more appropriate metrology however, is again achieved through the PSD functions (Fig. 4b). Only the PSDs clarify that for the two systems, the increased roughness is caused by contributions from different spatial frequency ranges.

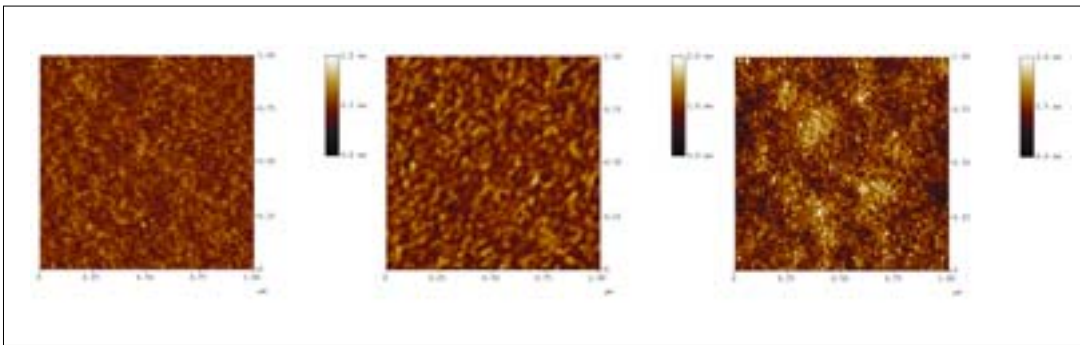


Abb. 4a: SFM-Aufnahmen der Oberflächenstruktur eines superpolierten Si-Wafers (links; Höhengala: 1 nm; rms: 0,08 nm), eines Sc/Si-Vielschichtsystems (Mitte; Höhengala: 2 nm; rms: 0,19 nm) und eines Mo/Si-Vielschichtsystems (rechts; Höhengala: 3 nm; rms: 0,40 nm) auf Si-Wafer.

Fig. 4a: SFM images of the surface structure of a super polished Si wafer (left image; height scale: 1 nm; rms: 0.08 nm), a Sc/Si multilayer system (central image; height scale: 2 nm; rms: 0.19 nm), and a Mo/Si multilayer system (right image; height scale: 3 nm; rms: 0.40 nm) on Si wafer.

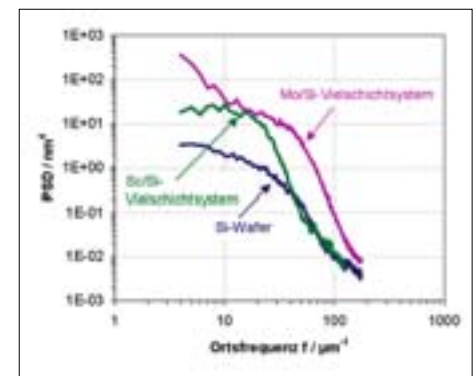


Abb. 4b: PSD-Funktionen der Oberflächenstrukturen aus Abb. 4a.

Fig. 4b: PSD functions corresponding to the surface structures of Fig. 4a.

Untersuchungsgegenstand

Weitere Ergebnisse unserer bisherigen Untersuchungen zeigen, dass beim Übergang zu hohen Ortsfrequenzen ($\geq 100 \mu\text{m}^{-1}$ bzw. laterale Dimensionen $\leq 10 \text{ nm}$), trotz bereits durchführbarer Messungen (s. Abb. 3), beim derzeitigen internationalen Stand der Technik noch fundamentale Unklarheiten über Möglichkeiten und Grenzen sinnvoller Messungen und physikalisch sauberer Interpretation bestehen. In vielen Anwendungen der Nanotechnologie können Strukturen aber durch Rauheitsanteile mit Ortsfrequenzen im Bereich $100 \mu\text{m}^{-1}$ – $1\,000 \mu\text{m}^{-1}$ die Eigenschaften der Oberfläche wesentlich beeinflussen. Deshalb sind systematische experimentell-empirische und messtheoretische Untersuchungen auf der Basis von SFM in Arbeit, die Einflüsse der Messabläufe, Messspitzen und Auswertetechnik unter diesem Aspekt näher untersuchen. Dabei soll u. a. geklärt werden, welche Aussagen die Charakterisierung lateraler Strukturdimensionen liefert, wenn diese im Bereich der Messspitzenausdehnung und darunter liegen.

Als Basis dafür wurde, gestützt auf die bisherigen Ergebnisse, eine erste Fallunterscheidung vorgenommen:

- Messspitze sehr klein gegenüber der niedrigsten zu erfassenden Ortswellenlänge: „getreue Profilwiedergabe“, **Auflösung** der Strukturanteile ist gegeben.
- Messspitze \geq Ortswellenlänge: tatsächliche Auflösung im strengen Sinne nicht mehr gegeben: „modifizierte Profilwiedergabe“. Die Rauheitsanalyse enthält aber **Informationen** über die Nanostrukturen, die für die Anwendungen relevant sind.
- Messspitze sehr groß gegenüber der Ortswellenlänge: Die Rauheitsanalyse enthält keine verwertbaren Informationen mehr.

Weiterhin wird das Problem der Kalibrierung von SFM-Messungen im Nanometerbereich untersucht und in der Mitarbeit im VDI/VDE/GMA Fachausschuss 3.41/43 „geometrische Messgrößen und Kalibrierung“ vorangetrieben.

Außer der Rasterkraftmikroskopie, die Oberflächen lokal bis in Bereiche von ca. $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ erfasst, setzen wir für die Nanometrologie weitere Verfahren ein, die größere Messbereiche überdecken und sich mit ihren unterschiedlichen Leistungsparametern ideal mit SFM kombinieren lassen. Das betrifft insbesondere die Streulichtmessung, Weißlichtinterferometrie (WLI) und konfokale Mikroskopie (LSM). Abb. 5 ordnet einige der Verfahren zusammen mit SFM hinsichtlich vertikaler und lateraler Auflösung ein. Die Anordnungen zur Streulichtmessung sind in /3/ und in einem im Beitrag im gleichen Heft /4/ beschrieben.

Literatur:

- /1/ Duparré, A.; Ferré-Borrull, J.; Gliech, S.; Notni, G.; Bennett, J. M.: „Surface characterization techniques for determining rms roughness and power spectral densities of optical components“, *Applied Optics* 41 (2002) 154–171.
- /2/ Flemming, M.; Hultaker, A.; Reihls, K.; Duparré, A.: „Modelling and characterization of thin film nanostructures for ultra-hydrophobic surfaces with controlled optical scatter“, *Proc. SPIE* 5250 (2003), im Druck.
- /3/ Duparré, A.: „Untersuchungen der Mikro- und Nanorauheit von Oberflächen durch Streulichtmessung“, *VDI-Berichte* 1669 (2003) 43–50.
- /4/ Gliech, S.; Benkert, N.; Duparré, A.: „High-sensitivity light scattering analysis of optical components from the VUV to IR“, *Jahresbericht Fraunhofer IOF* 2003, S. 74–79.

Research topic

Even though some measurements have already been performed at very high spatial frequencies ($\geq 100 \mu\text{m}^{-1}$, or lateral dimensions $\leq 10 \text{ nm}$), see Fig. 3, our investigations reveal that the current state-of-the-art is fundamentally lacking in knowledge regarding the capabilities and limits of useful measurements and clear interpretation within this region. However for a large variety of nanotechnology applications, roughness structures at spatial frequencies from $100 \mu\text{m}^{-1}$ to $1000 \mu\text{m}^{-1}$ can significantly affect surface properties. Therefore, we perform systematic experimental/empirical and methodical theoretical work on the basis of SFM to study the influence of the measurement procedures, tips, and data evaluation within this critical roughness range. One of the main questions to be answered is: What kind of information does the characterization of lateral dimensions provide if these dimensions are of the order of magnitude of the tip size or smaller.

On the basis of results obtained until now our first approach defines the following categories:

- Tip size very small as compared with lowest spatial wavelength to be registered: „true representation of roughness profile“, resolution of the surface structures.
- Tip size \geq spatial wavelength: resolution in the strict sense not possible: „modified profile representation“. However, the roughness analysis contains nano-structural information that is relevant for the applications.
- Tip size very large as compared with spatial wavelength: roughness analysis contains no useful information.

In addition, the calibration problem of SFM measurements in the nanometer range is being investigated and promoted through activities in the VDI/VDE/GMA Committee 3.41/43 „geometric parameters and calibration“.

Besides Scanning Force Microscopy that measures surfaces areas up to $\sim 100 \times 100 \mu\text{m}^2$, we employ measurement techniques for nano-metrology which cover large surface areas and ideally compliment SFM. In particular,

light scattering techniques, white light interferometry and confocal microscopy are used. In the diagram in Fig. 5, some of these techniques together with SFM are depicted with respect to vertical and lateral resolution. The equipment used for light scattering measurement is described in detail in /3/ and in another paper of this annual report /4/.

References:

- /1/ Duparré, A.; Ferré-Borrull, J.; Glied, S.; Notni, G.; Bennett, J. M.: „Surface characterization techniques for determining rms roughness and power spectral densities of optical components“, Applied Optics 41 (2002) 154–171.
- /2/ Flemming, M.; Hultaker, A.; Reihls, K.; Duparré, A.: „Modelling and characterization of thin film nanostructures for ultra-hydrophobic surfaces with controlled optical scatter“, Proc. SPIE 5250 (2003), im Druck.
- /3/ Duparré, A.: „Untersuchungen der Mikro- und Nanorauheit von Oberflächen durch Streulichtmessung“, VDI-Berichte 1669 (2003) 43–50.
- /4/ Glied, S.; Benkert, N.; Duparré, A.: „High-sensitivity light scattering analysis of optical components from the VUV to IR“, Jahresbericht Fraunhofer IOF 2003, S. 74–79.

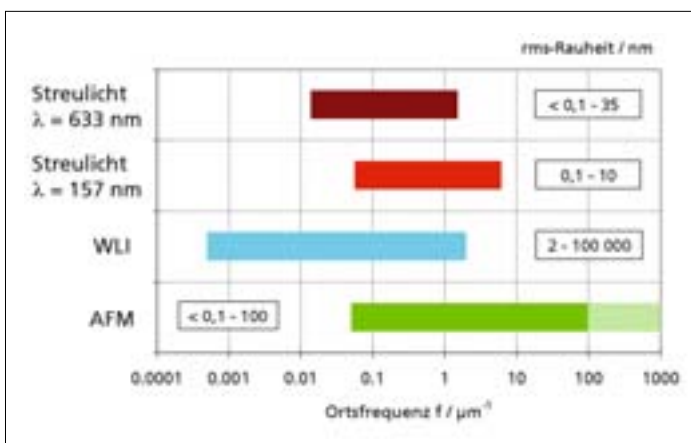


Abb. 5: Vertikale und laterale Auflösung verschiedener Nanometrologie-Verfahren (SFM, WLI, Streulichtmessung).

Fig. 5: Resolution (vertical and lateral) of different Nanometrology methods (SFM, WLI, Scatter measurement).