

Dissertation

Celina Hellmich

Entwicklung und Herstellung von 3D-Mikronormalen für die dimensionelle Messtechnik

ISSN 2941-1297
ISBN 978-3-944659-51-0

DOI 10.7795/110.20250731

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Dissertationen

PTB-Diss-19

Braunschweig, November 2025

Celina Hellmich

**Entwicklung und Herstellung von 3D-Mikro-
normalen für die dimensionelle Messtechnik**

ISSN 2941-1297

ISBN 978-3-944659-51-0

DOI 10.7795/110.20250731

Empfohlene Zitierweise/recommended citation

Hellmich, C., 2025. *Entwicklung und Herstellung von 3D-Mikronormalen für die dimensionelle Messtechnik*. Dissertation, Technische Universität Braunschweig. Braunschweig: Physikalisch-Technische Bundesanstalt. PTB-Bericht Diss-19. ISBN 978-3-944659-51-0. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/110.20250731>

Impressum:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21
Telefax: (05 31) 592-92 92
www.ptb.de

Entwicklung und Herstellung von 3D-Mikronormalen für die dimensionelle Messtechnik

**Von der Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig**

**zur Erlangung des Grades
einer Doktorin der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)**

genehmigte Dissertation

**von Celina Hellmich
aus Oberhausen**

eingereicht am: 25.03.25

Disputation am: 11.07.25

1. Referentin: Prof. Dr. Stefanie Kroker
2. Referent: Prof. Dr. Rainer Tutsch

Druckjahr 2025

Dissertation an der Technischen Universität Braunschweig,
Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik

Abstract

Height level standards and 1D or 2D grid structures are used to calibrate dimensional measuring machines in the nano to micrometer range. These standards can be used to calibrate the vertical and lateral axes and determine the orthogonality between the lateral axes. As an improvement, 3D standards can be used that combine the properties of 1D and 2D standards and enable the determination of the orthogonality errors between the lateral and vertical axes. Its 3D measuring principle is based on a coordinate-based approach. The currently used 3D standards for atomic force microscopes and scanning electron microscopes with measuring field sizes up to $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ are manufactured individually with focussed ion beam and are limited in their lateral scalability.

Therefore, in this work new reproducible manufacturing processes for the laterally scalable production of reproducible 3D standards, based on silicon and silicon dioxide, for use in optical microscopy and electron microscopy are developed. Two process chains have been created to address the different requirements of the measuring methods. 3D standards for optical microscopes were manufactured as two-stage pyramids with edge lengths between $5 \mu\text{m}$ - $240 \mu\text{m}$ and circular reference marker with diameters of 300 nm - $10 \mu\text{m}$. Silicon oxide was deposited on a silicon wafer and structured using electron beam lithography and a dry etching process. The roughness analyses (tactile and optical) also confirm the low roughness ($R_a < 3 \text{ nm}$, $S_a < 5 \text{ nm}$) of all surface levels. A mixture of materials in the measuring area can lead to incorrect height measurements. This is prevented by coating the entire measuring surface with 100 nm chromium, which also ensures the durability of the structures. The tactile and optical step height measurements show that the structures across the entire wafer meet the requirements of DIN 32567-2 with regard to the consistency of the layer height and the flatness of the layers, which should be $< 2 \%$ of the height steps. Coating the entire measuring field with 100 nm chromium also prevents incorrect height measurements due to material influences and ensures the stability of the structures. A 3D test calibration with a confocal microscope proves that all markers can be recognized by the commercial software and used for calibration. The results are in good agreement with a conventional 1D and 2D calibration of the device used. With the scalable 3D standards, it will therefore be possible to carry out 3D calibration on optical microscopes in the future.

3D standards for use in the SEM should have pyramid structures with an edge angle smaller than 60° in order to realize a 3D reconstruction. The developed process allows the production of single-step pyramids with edge lengths between $5 \mu\text{m}$ - $40 \mu\text{m}$, as well as circular reference markers with diameters from 300 nm to $3 \mu\text{m}$. The dry etching of silicon was optimized via gas and pressure variation achieving an angle range of 55° - 86° . The tactile step height measurements had shown that the etching process leads to step height deviations of up to 300 nm from the mean value of all measured structures due to an inhomogeneous etching rate over the entire wafer. The heights on the individual chips vary by up to 40 nm from the edge of the chip to its center. Locally in a range of $600 \times 600 \mu\text{m}^2$, however, both the structure heights and the surfaces quality meet the required flatness, constancy of the layer thickness and arithmetic mean roughness value below 2% of the height steps. In addition, 3D standards with holes in the substrate instead of metal pillars on top were produced as reference markers to avoid material mixing in the BSE images.

The transition from laboratory to industrial production was completed for both process chains.

Kurzfassung

Zur Kalibrierung von dimensionellen Messgeräten im Bereich von Nano- bis Mikrometer werden Höhenstufennormale und 1D- bzw. 2D-Gitterstrukturen verwendet. Mit diesen Normalen können die vertikale und die lateralen Achsen kalibriert und die Orthogonalität zwischen den lateralen Achsen bestimmt werden. Als Verbesserung können 3D-Normale genutzt werden, die die Eigenschaften von 1D- und 2D-Normalen vereinen und zudem die Orthogonalitätsfehler zwischen den lateralen und der vertikalen Achse bestimmbar machen. Die aktuellen 3D-Normale für Rasterkraftmikroskope und Rasterelektronenmikroskope werden mit Messfeldgrößen bis $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ in Einzelstückfertigung mit Ionenfeinstrahlanlagen aus Platin auf Silizium hergestellt und sind lateral nur wenig skalierbar.

In dieser Arbeit werden daher neue reproduzierbare Herstellungsprozesse für die lateral skalierbare Fertigung von 3D-Mikronormalen, auf Basis von Silizium und Siliziumdioxid, zur Anwendung in der optischen Mikroskopie und in der Elektronenmikroskopie entwickelt. Durch unterschiedliche Anforderungen der Messmethoden sind zwei Prozessketten entstanden. 3D-Mikronormale für optische Mikroskope wurden als zweistufige Pyramiden mit Kantenlängen zwischen $5 \mu\text{m} - 240 \mu\text{m}$ und runden Referenzstrukturen mit Durchmessern von $300 \text{ nm} - 10 \mu\text{m}$ gefertigt. Dafür wurde Siliziumdioxid auf einen Silizium-Wafer abgeschieden und mit Elektronenstrahlolithographie und einem Trockenätzprozess strukturiert. Zur Optimierung der Oberflächen, wurden Ätzstoppschichten und Ätzmaskierungen aus Chrom und Aluminium verwendet. Die taktilen und optischen Stufenhöhenmessungen zeigen, dass die Strukturen über den ganzen Wafer hinweg die Anforderung, aus der DIN 32567-2 bzgl. der Konstanz der Schichthöhe und der Ebenheit der Schichten die $<2 \%$ der Höhenstufen sein soll, erfüllen. Auch die Rauheitsanalysen (taktil und optisch) belegen die geringe Rauheit ($R_a < 3 \text{ nm}$, $S_a < 5 \text{ nm}$) aller Schichtebenen. Eine Mischung von Materialien im Messfeld kann zu fehlerhaften Höhenmessungen führen. Dies wird durch die Beschichtung des ganzen Messfeldes mit 100 nm Chrom verhindert und zusätzlich kann so die Beständigkeit der Strukturen sichergestellt werden. Bei einer 3D-Testkalibrierung mit einem konfokalen Mikroskop wurden alle Marker von der kommerziellen Software erkannt und konnten für die Kalibrierung verwendet werden. Die Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung mit einer herkömmlichen 1D- und 2D-Kalibrierung des verwendeten Gerätes. Mit hier entwickelten skalierbaren 3D-Normalen eröffnet sich die Möglichkeit zukünftig auch an optischen Mikroskopen 3D-Kalibrierungen durchführen zu können.

3D-Mikronormale zur Anwendung in Rasterelektronenmikroskopen sollen Pyramidenstrukturen mit einem Kantenwinkel kleiner 60° aufweisen, um eine 3D Rekonstruktion zu realisieren. Der entwickelte Prozess erlaubt die Fertigung einstufiger Pyramiden mit Kantenlängen zwischen $5 \mu\text{m} - 40 \mu\text{m}$, sowie runde Referenzstrukturen mit Durchmessern von 300 nm bis $3 \mu\text{m}$. Das Trockenätzen von Silizium wurde über Gas- und Druckvariation so optimiert, dass ein Winkelbereich von $55^\circ - 86^\circ$ eingestellt werden kann. Die taktilen Stufenhöhenmessungen zeigen, dass der Ätzprozess durch eine inhomogene Ätzrate über den gesamten Wafer zu Stufenhöhenabweichungen von bis zu 300 nm zum Mittelwert aller gemessener Strukturen über dem Wafer führt. Auch auf den einzelnen Chips schwanken die Höhen vom Chip-Rand im Vergleich zur Chipmitte, um bis zu 40 nm . Lokal in einem Bereich von $600 \times 600 \mu\text{m}^2$ erfüllen aber sowohl die Strukturhöhen als auch die Oberflächen die Anforderungen, dass Ebenheit, Konstanz der Schichtdicke und arithmetischer Mittenrauwert $<2 \%$ der Höhenstufen liegen sollen. Zusätzlich wurden 3D-Normale mit Vertiefungen im Substrat als Referenzstrukturen hergestellt, um Materialmix bei den Aufnahmen mit rückgestreuten Elektronen zu vermeiden.

Der Übergang von einer Labor- zu einer industriellen Fertigung wurde für beide Prozessketten erfolgreich vollzogen.

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin an der Physikalisch Technischen Bundesanstalt in Braunschweig in den Jahren 2021 bis 2025.

Ganz besonders möchte ich Frau Prof. Dr. rer. nat. Stefanie Kroker für die Betreuung, viele konstruktive Diskussionen und vor allem ihr Vertrauen in meine Arbeit danken. Zudem gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. Ing. Rainer Tutsch für die Übernahme des Koreferates.

Bei meinen beiden Mentoren an der PTB, Sebastian Bütetisch und Thomas Weimann, möchte ich mich für die durchgehende wertvolle Unterstützung bedanken, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre. Weiterer Dank gebührt Rudolf Meeß der mir beim Finden und Verfolgen des roten Fadens eine sehr große Hilfe war. Für die kritische Durchsicht sowie die hilfreichen Korrekturanmerkungen möchte ich mich bei Christoph Weichert, Sebastian Bütetisch und Judith Krakowski bedanken.

Danken möchte ich weiterhin allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der PTB, die während meiner Tätigkeit dort durch ihren Einsatz und ihre Unterstützung zum Entstehen der Arbeit beigetragen haben. Besonderer Dank geht an die Kollegen des Fachbereichs 5.2 Dimensionelle Nanometrologie und der Arbeitsgruppe 2.44 Nanostrukturierung und Reinraumzentrum-Infrastruktur, die mir immer für eine Diskussion bei einem Kaffee oder für das Finden von Lösungsansätzen beim Warten aufs Vakuum zur Seite standen.

Über das gewöhnliche Maß haben mich Thomas Ahbe, Christoph Weichert, Anni Sauthoff, Michelle Fernandez Scarioni, Kathrin Störr, Maikel Petrich, Peter Hinze, Lena Heinrich, André Felgner, Thorsten Dziomba, Dorothee Hüser und Rainer Köning unterstützt - jeder in seinem speziellen Fachgebiet mit viel Geduld bei Anlageneinweisungen, Messungen, Auswertungen oder mit einem offenen Ohr für all meine Fragen und Herausforderungen.

Den Doktorandinnen und Doktoranden der Abteilung 5 Fertigungsmesstechnik und den Graduiertenschulen B-IGSM und NanoMet möchte ich vor allem für die moralische Unterstützung und das großartige Arbeitsklima danken.

Die Arbeit wurde zu großen Teilen durch das Projekt „3D μ -Normale“ im Rahmen des Programms TransMet finanziert. Für die fantastische Zusammenarbeit mit der point electronic GmbH möchte ich mich besonders bei Dr. Ing. Matthias Hemmleb bedanken.

Braunschweig, im Februar 2025

Celina Hellmich

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Anforderungen von dimensionellen Messmethoden an Kalibriernormale	3
2.1	Tastschnittgeräte	4
2.2	Rastersondenmikroskope	4
2.3	Optische Profilometer	5
2.4	Rasterelektronenmikroskope	8
2.5	Methoden der Messauswertung	10
3	Mögliche Fertigungsmethoden zur Herstellung von 3D-Mikronormalen	13
3.1	Methoden der Lithografie und Nano-/Mikrostrukturierung	14
3.2	Strukturfertigung mit nasschemischem Ätzen	18
3.3	Strukturfertigung durch Trockenätzen	20
3.3.1	Strukturfertigung mit Siliziumdioxid	21
3.3.2	Einstellen der Flankengeometrie in Siliziumdioxid	22
3.3.3	Strukturfertigung mit Silizium	23
3.3.4	Einstellen der Flankengeometrie von Silizium	25
4	Auswahl von Fertigungsmethoden und Design der 3D-Mikronormale	29
4.1	Allgemeine Vorgaben an Designelemente von 3D-Mikronormalen	30
4.2	3D-Mikronormale für optische Mikroskope	31
4.2.1	3D-Mikronormal-Design	33
4.2.2	Chip- und Waferdesign	34
4.2.3	Auswahl der Herstellungsprozesse	36
4.3	3D-Mikronormale für Rasterelektronenmikroskope	38
4.3.1	3D-Mikronormal-Design	39
4.3.2	Chip- und Waferdesign	40
4.3.3	Auswahl der Herstellungsprozesse	41
5	Optimierung der Herstellungsprozesse von Pyramiden- und Markerstrukturen	45
5.1	Verwendete Anlagentechnik und Materialien	45
5.2	Notwendigkeit einer Ätzstoppschicht	47
5.3	Anforderungen und Materialien einer Ätzmaskierung	49
5.4	Pyramidenstrukturfertigung aus Siliziumdioxid	52
5.4.1	Schichtauftrag von Siliziumdioxid	52
5.4.2	Ätzen von Siliziumdioxid durch Trockenätzen	53
5.5	Pyramidenstrukturfertigung in Silizium mit Trockenätzen	56
5.6	Methoden der Markerherstellung	61
6	Herstellung von 3D-Mikronormalen für die dimensionelle Messtechnik	65
6.1	Prozesskette der 3D-Mikronormale für optische Mikroskopie	65
6.2	Prozesskette der 3D-Mikronormale für Rasterelektronenmikroskopie	69
7	Analyse der 3D-Mikronormale zur Anwendung in der optischen Mikroskopie	73
7.1	Analyse der Strukturhöhen	73
7.1.1	Taktile Messauswertung	73

7.1.2	Höhenmessung mit dem Tastschnittgerät	75
7.1.3	Vergleich von taktil und optisch gemessenen Höhen der Strukturebenen	79
7.1.4	Vergleich von taktil und optisch gemessenen Rauheiten der Strukturebenen	80
7.2	Analyse der Markerpositionen mit dem Rasterelektronenmikroskop	82
7.2.1	Laterale Markerpositionsbestimmung	82
7.2.2	Einfluss des Fokus auf die Skalierung am Rasterelektronenmikroskop	86
7.2.3	Analyse der lateralen Markerpositionsbestimmung	88
7.3	Durchführung einer Testkalibrierung am Beispiel eines Konfokalmikroskopes	92
8	Analyse der 3D-Mikronormale zur Anwendung in der Rasterelektronenmikroskopie	95
8.1	Analyse der Strukturhöhen	95
8.1.1	Analyse der Strukturhöhen mit Tastschnittgerät	95
8.1.2	Taktil gemessene Rauheiten der Strukturebenen	99
8.2	Laterale Markerpositionsbestimmung	100
8.2.1	Erhabene Marker	100
8.2.2	Vertiefte Marker	103
9	Fazit und Ausblick	107
9.1	Fazit	107
9.2	Ausblick auf die Überführung von 3D-Mikronormalen in die Industriefertigung	109
9.2.1	Industrielle Fertigung von 3D-Mikronormalen für optische Mikroskope	109
9.2.2	Industrielle Fertigung von 3D-Mikronormalen für Elektronenmikroskope	114
9.2.3	Befestigung der 3D-Mikronormalchips auf Trägerplatten	116
	Literaturverzeichnis	119
A.	Anhang	133
A.1	Probenbezeichnung	133
A.2	Differenzielle Chebyshev Polynome	134
A.3	Weitere Bilder der Fertigungsoptimierung	136
A.4	Weitere Bilder der Analysen	138

1 Einleitung

Ein wesentlicher Beitrag zum Erfolg der Mikro- und Nanotechnologien war und ist die Fähigkeit, Objekte in ihrem jeweiligen Größenmaßstab zu visualisieren und ihre Eigenschaften zu bestimmen [1]. Um Objekte in diesen Maßstäben mit möglichst geringer Unsicherheit charakterisieren zu können, müssen die verwendeten Messgeräte kalibriert werden. Hierfür gibt es in allen Mitgliedsländern der Welthandelsorganisation nationale Metrologieinstitute (NMI), die primäre Messnormale, also die wichtigsten SI-Einheiten und weitere abgeleitete Einheiten, bereithalten [2]. So kann eine ununterbrochene Rückführungskette zwischen den SI-Einheitsdefinitionen und ihrem praktischen Einsatz im Rahmen von Transferrormalen in der Industrie und Wissenschaft sichergestellt werden. Dabei sind dimensionelle Messgrößen von großer Bedeutung, da die Akkuranz von gefertigten Bauteilen, vor allem in der Mikro- und Nanotechnologie, oft starke Auswirkungen auf ihre Funktion hat. Die Rückführbarkeit dimensioneller Messgrößen wird über eine Kette von Kalibrierungen auf der Basis geeigneter Normale sichergestellt. Für die Bestimmung der Messunsicherheit von Messergebnissen nach international anerkannten Richtlinien müssen die Unsicherheitsbeiträge der für die Messung verwendeten kalibrierten Normale berücksichtigt werden [3]. Für dimensionelle Messmethoden stehen verschiedene Arten von Normalen zur Kalibrierung der einzelnen Messgerätmerkmale zur Verfügung. Stufenhöhennormale werden verwendet, um die vertikale Achse eines Messgerätes zu kalibrieren. Diese bestehen meist aus rechteckigen oder trapezförmigen Vorsprüngen oder Nuten in verschiedenen Höhen oder Tiefen, um auch die Nichtlinearitäten der vertikalen Achse und den gesamten vertikalen Messbereich eines Messgerätes abdecken zu können [4]. Zur Kalibrierung der lateralen Achsen werden oft 1D- und 2D-Gitterstrukturen verwendet. Durch die Mittelung über viele Gitterperioden lassen sich auch hier die Nichtlinearitäten in X- und Y- Richtung ermitteln [3]. Mit 2D-Lateralnormalen kann zusätzlich noch die Abweichung der Orthogonalität zwischen den X- und Y- Achsen bestimmt werden. Zur Kalibrierung der vertikalen und lateralen Achsen eines Messgerätes werden also verschiedene 1D- und 2D-Normale in mehreren Mess- und Auswerteschritten verwendet, um die Skalierungsfaktoren der drei Achsen und den Orthogonalitätsfehler zwischen den lateralen Achsen zu bestimmen. Für eine vollständige Kalibrierung von 3D-Messgeräten muss aber auch der Orthogonalitätsfehler zwischen den lateralen Achsen und der vertikalen Achse bestimmt werden. Zur Kalibrierung können 3D-Normale verwendet werden, die die Eigenschaften von 1D- und 2D-Normalen vereinen und mit nur einer Messung alle Achsen-Skalierungen und die Orthogonalitätsfehler nicht nur zwischen den lateralen Achsen, sondern auch zwischen den lateralen und der vertikalen Achse bestimmen können. Ein Beispiel für derzeit verwendete 3D-Normale in der Mikrotechnik ist das mit fokussiertem Ionenstrahl (focussed ion beam - FIB) hergestellte 3D-Normal [5]. Dieses wird für die Kalibrierung von Rasterelektronenmikroskopen (REM) [6–8] und Rasterkraftmikroskopen (atomic force microscope - AFM) [9] verwendet. Es besteht aus mehrstufigen Pyramidenstrukturen mit Referenzmarken auf allen Höhenebenen. Der Kalibrierungsansatz basiert auf dem Prinzip der Referenzmarken, das auch in der Nahbereichsphotogrammetrie [6] verwendet wird. Dabei wird der bekannte Abstand zwischen Messmarken verwendet, um die Größen anderer Objekte im Bild zu bestimmen. Das bedeutet, dass mit den gegebenen Koordinaten der Referenzstrukturen und den

über ein zu kalibrierendes Messgerät gemessenen Koordinaten, die Kalibrierung mit Hilfe einer geometrischen Transformation durchgeführt werden kann [9]. Dazu werden die erforderlichen Referenzdaten über ein metrologisches Rastersondenmikroskop rückgeführt ermittelt. Jedes der aktuell hergestellten 3D-Normale ist eine Einzelstückanfertigung, bei der die Pyramidenstruktur in einem aufbauenden Verfahren in der FIB aus Platin hergestellt wird. Die Referenzmarken sind ringförmige Vertiefungen, die auf allen Strukturebenen ebenfalls mit der FIB in das Material geschrieben werden. Vorteile des FIB-Verfahrens sind der maskenlose Prozess, mit dem die Herstellung unterschiedlichster 3D-Geometrien möglich ist und gleichzeitig eine optische Kontrolle über das REM durchgeführt werden kann [10]. Eine der Herausforderungen im FIB-Prozess ist es, wichtige Prozessparameter wie den Gasfluss oder die Temperatur über die gesamte Prozesszeit stabil zu halten, da es sonst durch die Drift des Ionenstrahls zu Abweichungen der Geometrien kommen kann [10]. Die reproduzierbare und gleichmäßige Fertigung von großen oder vielen Strukturen in einem Prozess wird dadurch sehr schwierig. 3D-Normale werden doch nicht nur in den Abmaßen der Messfelder wie sie für REM und AFM bereits verfügbar sind gebraucht. Auch in der optischen Mikroskopie sind 3D-Kalibrierungen zunehmend für quantitative und rückführbare Messungen nötig [11]. Darüber hinaus ist es in der optischen Mikroskopie von Vorteil, nicht nur die Skalierung der lateralen Achsen, sondern auch die Orthogonalitätsabweichungen zwischen allen Achsen zu berücksichtigen. Typische laterale Ausdehnungen der Messfelder von konfokalen Mikroskopen liegen beispielsweise zwischen $100\ \mu\text{m}$ - $150\ \mu\text{m}$ für eine $100\times$ Vergrößerung und reichen bis zu $1000\ \mu\text{m}$ - $2000\ \mu\text{m}$ für eine $10\times$ Vergrößerung. Für die Kalibrierung von Lichtmikroskopen müssen die 3D-Normale daher in der Größe skaliert werden, um möglichst viele verschiedene Messvolumina abdecken zu können. Die Skalierung der 3D-Normale auf mehrere hundert Mikrometer ist aus wirtschaftlichen und prozesstechnischen Gründen bei der Verwendung einer FIB für die Herstellung nicht realistisch.

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung von reproduzierbaren skalierbaren Herstellungsprozessen zur Fertigung von 3D-Mikronormalen mit mindestens einer Höhenstufe für die Anwendung in der dimensionellen Messtechnik. Die Normale sollen dabei eine Messfeldgröße von $40\ \mu\text{m}$ - $1200\ \mu\text{m}$ umfassen und gleichzeitig Referenzstrukturen mit einer Größe von $300\ \text{nm}$ - $10\ \mu\text{m}$ aufweisen. Dies beruht auf den Anforderungen und Charakteristika verschiedener dimensioneller Messmethoden bezogen auf ihre Kalibrierung (Kapitel 2). Die Anforderungen der Messmethoden beinhalten Eigenschaften der Höhenstufen, wie dass die Konstanz der Schichthöhe, die Ebenheit der Schichten und der arithmetische Mittenrauwert der Schichtebenen unter 2 % der Höhenstufen sein soll [12]. Weiterhin dürfen keine transparenten Materialien oder Materialmischungen im Messfeld vorhanden sein. Die Normale zur Anwendung im REM müssen zudem Kantensteigungen kleiner als 60° aufweisen, damit die 3D-Höhenrekonstruktion durchgeführt werden kann. Außerdem sollen die Normale eine geringe Alterung und eine geringe Änderung mit den Umgebungsbedingungen aufweisen. Diese Anforderungen müssen mit den verschiedenen möglichen Herstellungsmethoden (Kapitel 3) abgeglichen und durch weitere, bezüglich der Herstellung, erweitert werden. Der Herstellungsprozess muss lateral skalierbar und dabei reproduzierbar, in die Industrie transferierbar und wirtschaftlich sein. Daraus lassen sich dann Design und Fertigungsvorgaben für die 3D-Mikronormale ableiten (Kapitel 4), die so gewählt werden, dass auch die existierende kommerzielle Auswertesoftware bei der Nutzung der 3D-Mikronormale verwendet werden kann. Die ausgewählten Herstellungsmethoden werden bezüglich der genannten Vorgaben optimiert (Kapitel 5) und eine Prozesskette zur Herstellung der 3D-Mikronormale wird vorgestellt (Kapitel 6). Anschließend wird anhand von taktilen und optischen Höhenmessungen, sowie der Positionsbestimmung der Markerkoordinaten validiert, ob die so entwickelten und hergestellten 3D-Mikronormale den festgelegten Anforderungen entsprechen (Kapitel 7 und 8).

2 Anforderungen von dimensionellen Messmethoden an Kalibriernormale

Nach der DIN EN ISO 25178-6:2010 kann die Messung von Oberflächen in drei Klassen von Messmethoden eingeteilt werden [13]: Linienhafte Profilmessmethoden, flächenhafte Topographiemessmethoden und flächenintegrierende Methoden. In diesem Kapitel werden die Eigenschaften und von Profilmessmethoden wie dem Tastschnittverfahren und flächentopografische Messmethoden wie interferometrische optische Mikroskope, konfokale Mikroskope, Rastersondenmikroskope und Rasterelektronenmikroskope diskutiert.

Mit Profilmessmethoden können topographische Profile $Z(x)$ gemessen werden, während flächenhafte Topographiemessmethoden topographische Abbilder $Z(x,y)$ erzeugen. Aus den Topographiedaten können verschiedene Arten von Oberflächenparametern berechnet werden, die aber stark von der verwendeten Messmethode abhängen. Bei jeder Messmethode kommt es zu Wechselwirkungen zwischen Messsonde und Oberfläche der Probe. Variationen der Probenmaterialeigenschaften wie Elastizität, elektrische Leitfähigkeit oder optische Eigenschaften können die Messung der Oberfläche beeinflussen. Aber auch die Messmethoden selbst haben individuelle Beschränkungen im Messbereich, der Auflösung und den möglichen Gerätefehlern.

Eine allgemeine Anforderung an Normale ist die Möglichkeit einer reproduzierbaren und zerstörungsfreien Messung. D.h., bei der Materialauswahl der Normale müssen die Langzeitstabilität, Härte und die mögliche Beeinflussung durch Umgebungsbedingungen und das Messverfahren mitberücksichtigt werden. Weiterhin muss das Messfeld markiert werden, entweder durch Referenzmarkierungen oder die Angabe von Koordinaten, wobei das Messfeld hinreichend homogen gestaltet werden soll, sodass innerhalb dieses Feldes an beliebigen Stellen gemessen werden kann. Die Normale müssen eine Kennzeichnung haben aus welcher der Hersteller, die Art des Normals und die nominellen bzw. Referenzwerte hervorgehen. Dazu müssen die Kalibrierwerte samt Unsicherheit, die Art der Rückführung, die Messposition und der Zeitpunkt der Kalibrierung dokumentiert werden. Sollten schon bei der Fertigung/Kalibrierung Kratzer oder Verunreinigungen innerhalb des Referenzfeldes auftreten, sind diese ebenfalls eindeutig zu bezeichnen [10]. Wie in Abbildung 2.1 dargestellt, gehen bei der

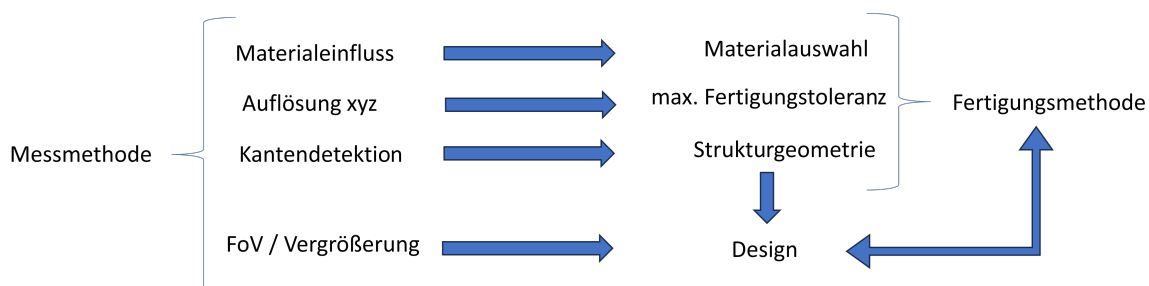


Abbildung 2.1: Schema der Einflussgrößen der Messmethoden auf die Fertigungsmethoden und das Design der 3D-Mikronormale.

Entwicklung eines Normals zur Kalibrierung von verschiedenen dimensionellen Messgeräten sowohl die Eigenschaften der Messgeräte als auch ihre Interaktion mit verschiedenen Materialien in die messbaren Ergebnisse ein. In den folgenden Abschnitten werden daher die Eigenschaften der Messmethoden und ihre Anforderungen an bereits vorhandene Normale aufgezeigt. Daraus lassen sich dann zusammen mit den möglichen Fertigungsmethoden (Kapitel 3) die Design- und Fertigungsvorgaben (Kapitel 4) für dreidimensionale Kalibriernormale ableiten.

2.1 Tastschnittgeräte

Zur Messung von Oberflächenprofilen die aus der Rauheit, Welligkeit und der Form einer Oberfläche bestehen, werden oft Tastschnittgeräte verwendet. Tastschnittgeräte können je nach Gerätekonfiguration und Umgebungsbedingungen bestimmte Messabweichungen wie beispielsweise den Nullpunkt drift aufweisen. Dieser hat Einfluss auf das gemessene Primärprofil und die gemessene Welligkeit. In der ISO 12179:2021 wird daher die Kalibrierung von Tastschnittgeräten vorgestellt [14]. Für die Kalibrierung der vertikalen Profiltiefe werden Tiefeneinstellnormale oder Parallelendmaße empfohlen. Dabei werden die Rillen des Tiefeneinstellnormales einzeln abgetastet und ihre Tiefe ermittelt. Die Abweichung des Mittelwertes der Messerwerte wird dann mit dem im Kalibrierschein des Tiefeneinstellnormals angegebenen Werten verglichen. Zur Kalibrierung der horizontalen Profilkomponente wird ein Rillenabstandsnormale abgetastet und ebenfalls die Abweichung der Messwerte zu den im Kalibrierschein angegebenen Werten ermittelt. Das Profilkordinatensystem der Tastschnittgeräte kann über schräge Plangläser, eine Kugel oder ein entsprechendes Prisma kalibriert werden. Zudem kann das Rauheitsprofil über ein Raunormal ermittelt werden.

In der DIN EN ISO 5436-1:2000 werden die Anforderungen an die nötigen Normale zur Kalibrierung von Tastschnittgeräten definiert [4]. Die verwendeten Materialien müssen hart genug sein, um eine angemessene Lebensdauer der Normale sicherzustellen. Beispielsweise kann, bei dem in dieser Arbeit verwendete Tastschnittgerät Tencor P-17 der Firma KLA, eine Antastkraft von 0,5 mg-50 mg eingestellt werden [15]. Zudem muss die Oberfläche so glatt sein, dass die Auswertung der Oberflächenprofile nicht beeinflusst wird. Die Messfenster müssen entsprechend der Länge der gewünschten Tastschnitte gewählt werden, weitere Abmaße der Normale werden hier nicht weiter definiert, um die Eigenschaften und Anwendungsmöglichkeiten der Normale nicht einzuschränken. Es gibt kein Normal, mit dem jede Geräte- und Messeigenschaft der Tastschnittgeräte abgedeckt werden kann. Deswegen müssen zur Kalibrierung eines Messgerätes verschiedene Normale mit ihren eingeschränkten Anwendungsbereichen korrekt verwendet und verknüpft werden. In der ISO 5436-1 werden fünf Typen von Normalen mit zusätzlichen Unterkategorien benannt und definiert [4].

2.2 Rastersondenmikroskope

Für die zuverlässige und vergleichbare quantitative dimensionelle Messung von Oberflächeneigenschaften im Mikro- und Nanometerbereich, in denen konventionelle optische und tastende Messverfahren nicht das nötige Auflösungsvermögen besitzen, werden oft Rastersondenmikroskope (scanning probe microscopy - SPM) verwendet. Nach der VDI/VDE 2656-Blatt1:2019 können SPM unter metrologischen Gesichtspunkten in drei Kategorien eingeteilt werden [10]. Zum einen „metrologische SPM“. Das sind Referenzgeräte mit integrierten Laserinterferometern, die eine direkte Rückführung der Position über die Wellenlänge des Lasers auf die SI-Einheit Meter ermöglichen. Zum anderen SPM

mit Positionsmessung mittels integrierten Wegaufnehmern wie beispielsweise kapazitiver/induktiver Sensoren, zu deren Kalibration entweder vorübergehend Laserinterferometern oder rückgeführten Normalen verwendet werden. Die dritte Kategorie sind SPM, bei denen die Position über eine an die Verstellelemente angelegte Spannung bestimmt und über Normale kalibriert werden kann.

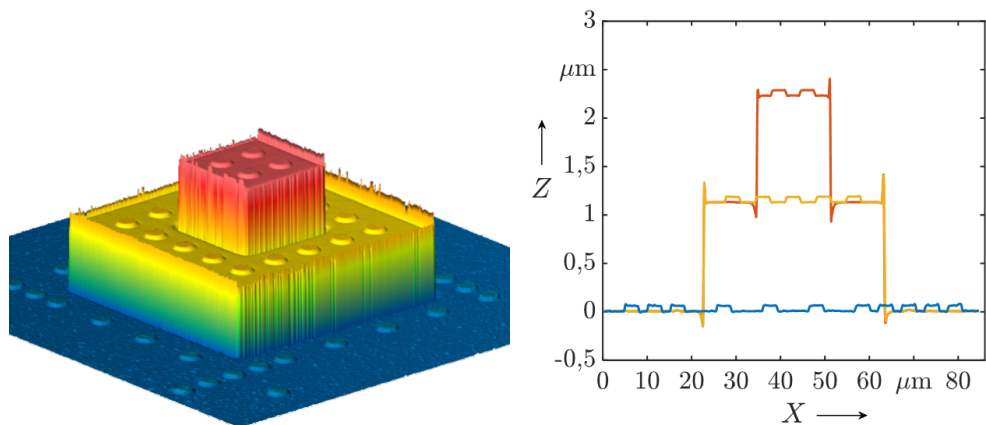
Meist liegt der Schwerpunkt der Kalibrierung von dreidimensional messenden Geräten auf der Bestimmung der Skalierungsfaktoren der kartesischen Achsen c_x , c_y und c_z sowie der nichtlinearen Positionsabweichungen der Achsen. Insgesamt gibt es aber 21 Führungsabweichungen oder Freiheitsgrade [10]. Für die Kalibrierung der verschiedenen Abweichungen müssen daher die entsprechend passenden Normale gewählt werden. Mit einem Ebenheitsnormal können entlang der X- und Y-Achse gemessene Geradheitsabweichungen der Z-Position bestimmt werden. Rechtwinkligkeitsabweichungen der XY-Ebene, sowie c_x , c_y und die jeweiligen Nichtlinearitäten können über 2D-Normale gemessen werden. Die Kalibrierung der Z-Achse wird wie bei den Tastschnittgeräten auch über Stufenhöhennormale realisiert.

Die Rechtwinkligkeitsabweichung der X- und Y-Achse zur Z-Achse kann nur über die Verwendung eines 3D-Normals ermittelt werden. Für die Rastersondenmikroskopie gibt es verschiedenste Hersteller von Normalen, die oft auf die ISO 5436 zurückzuführen sind [4, 10]. Alternativ oder ergänzend zu den Lateral- und Stufenhöhennormalen können 3D-Normale genutzt werden, die eine zeitgleiche Kalibrierung aller drei Scanachsen ermöglichen [10, 16, 17]. Zusätzlich können weitere Kalibrierfaktoren wie die Rechtwinkligkeitsfehler zwischen den XZ- und YZ-Achsen ermittelt werden, was mit 1D- und 2D-Normalen so nicht möglich ist [10].

Die 3D-Normale müssen daher auch zusätzlichen Anforderungen, im Vergleich zu denen der 1D- und 2D-Normalen genügen. Bei einer landmarkenbasierten 3D-Kalibrierung müssen Referenzpunkte über den Messraum verteilt auf verschiedenen Höhenebenen angeordnet werden. Dazu werden oft einfache geometrische Körper, wie beispielsweise Stufenpyramiden verwendet. Zur Kalibrierung eines SPM werden die mittels eines Normals ermittelten 3D-Koordinaten der Referenzpunkte (X-, Y-, Z-Positionen) mit den vom SPM gemessenen Koordinaten verglichen. Dazu müssen die Kalibrierartefaktstrukturen über glatte Seitenflächen, möglichst über verrundete Kanten, verfügen, sollten zur Vermeidung materialbedingter Kontraste aus demselben Material bestehen, die Höhenstufen sollten möglichst eben sein, die Referenzpunkte sollten entsprechend weit von den Strukturkanten positioniert werden sowie eine charakteristische homogene Form haben und mit mindestens 9x9 Pixeln erfasst werden [10]. Zudem sollte die Orientierung des 3D-Normals eindeutig erkennbar sein. Die Referenzfläche sollte den gesamten Scanbereich des SPM erfassen und den maximalen Auslenkungsbereich des Z-Scanners nicht überschreiten. Die meisten SPM-Scannersysteme sind in ihren lateralen und vertikalen Bewegungen begrenzt. Sie können Strukturhöhen von etwa 8 μm -12 μm (Z-Bereich) erfassen. Der laterale Scanbereich bewegt sich meist in einem Bereich bis zu 100 μm x 100 μm [16]. Dokumentiert werden müssen die bei der Kalibrierung des Normals verwendete Methode zur Ermittlung der Referenzkoordinaten, alle drei Referenzkoordinaten für jeden eindeutig bezeichneten Referenzpunkt und die Größe und Form der Referenzpunkte [10].

2.3 Optische Profilometer

Optische Profilometer basieren heute oft entweder auf interferometrischen Mikroskopen oder auf konfokaler Mikroskopie (confocal laser scanning microscope - CLSM). In beiden Fällen werden Bilder der Objekt Oberfläche generiert, während ein sogenannter Tiefenscan durchgeführt wird, d. h.



a) 3D-Ansicht mit Überschwingern an den Strukturkanten. b) Ebenenschnitte mit Überschwingern an den Strukturkanten.

Abbildung 2.2: Aufnahme eines konfokalen Mikroskops einer zweistufigen Pyramide.

der Abstand zwischen Sensor und Messobjekt wird verändert [18, 19]. In der Interferometrie gibt es die phasenverschiebende Interferometrie (phase-shifting interferometry - PSI) die zwar eine hohe Präzision, aber dafür einen begrenzten Dynamikbereich hat [20]. Der Höhenunterschied zwischen zwei benachbarten Datenpunkten muss kleiner als $\frac{1}{4}$ der verwendeten Wellenlänge sein [20]. Hat die Lichtquelle beispielsweise eine Wellenlänge von 600 nm, beträgt die maximale Stufe, die gemessen werden kann, $\frac{600}{4} = 150$ nm. Um diese Einschränkung des Eindeutigkeitsbereiches zu überwinden, wird in der Regel die Weißlicht-Interferometrie (WLI) eingesetzt [20], die oft eine Kombination von PSI und Kohärenz-Abtastinterferometrie (coherence scanning interferometry - CSI) ist [21].

Bei konfokalen Mikroskopen können in Abhängigkeit von der zu messenden Oberflächenstruktur systematische Abweichungen auftreten. Beispielsweise führen optische Aberrationen der Objektive der Messinstrumente wie sphärische Aberrationen zu einer Bildwölbung [22, 23]. Wird das gemessene Profil jedoch von einem gemessenen Profil einer Referenzfläche abgezogen, ergibt das wieder eine ebene Fläche [21].

Weiterhin kann es zu Randeffekten an Höhenstufen kommen, die auf Pixel, die direkt an der Strukturkante liegen, zurückgeführt werden können. Dieser Fehler kann dazu führen, dass Proben mit gleicher Stufenhöhe, aber unterschiedlicher Breite einen unterschiedlichen Stufenhöhenwert ergeben [24, 25]. Zu diesen Messartefakten gehört auch das „Überschießen“ an steilen Kanten (sogenannte Batwings) [25, 26] wie in Abbildung 2.2 dargestellt, und Artefakte, die durch gleiche Krümmung der Wellenfront und der Messfläche entstehen [26, 27]. Shang et al. haben gezeigt, dass die Größe der Lochblende einen starken Einfluss auf den Batwing-Effekt haben kann [28]. Zudem hat auch die Strukturhöhe im Vergleich zur verwendeten Wellenlänge einen Einfluss auf die Ausbildung des Batwing-Effektes. Xie et al. haben gezeigt, dass es bei steilen Kanten zur Ausbildung von Batwings kommt, wenn das Höhen-zu-Wellenlängen-Verhältnis nahe 0,25 liegt und sie verschwinden, wenn es nahe 0,5 ist. Diese Abschätzung ist jedoch nur bedingt anwendbar, da konfokale Mikroskope, insbesondere mit hoher numerischer Apertur (NA), empfindlich auf quasi-rechtwinklige Kanten reagieren. Folglich weichen die Messergebnisse von denen einer senkrechten Kante ab [25].

Bei WLI kommt es zu einem ähnlichen Batwing-Effekt, der aber dadurch zustande kommt, dass die

Stufenhöhe kleiner als die Kohärenzlänge der Weißlichtquelle ist. Hier überlagert sich das Licht aus dem oberen und das aus dem unteren Teil [29, 30]. Einflüsse auf die Größe und das Auftreten der Batwings haben die effektive Wellenlänge [31], NA des Objektivs [32], Gitterperiode des Objektes [32], Polarisation des verwendeten Lichtes [29] und die Strukturhöhe [31].

Bei CSI-Instrumenten kann weiterhin das Problem bestehen, dass die korrekte Oberflächenhöhe an den Stellen nahe der Stufe nicht angezeigt wird, selbst wenn die Stufenhöhe deutlich größer als die Kohärenzlänge ist. Dies ist auf eine Kombination aus Abschattung und der Art und Weise zurückzuführen, in der sich das Licht an der Stufenkante beugt [30]. Diese Art von Messfehlern wird nicht nur vom Messobjekt, sondern vor allem auch durch gerätespezifische Eigenschaften beeinflusst. Deswegen müssen die Auswirkungen auf die Höhenmessung bei der Konzeption von 3D-Normalen mit beachtet werden. Die Höhenebenen müssen eine genügend große Fläche aufweisen, dass die Marker so weit von den Strukturkanten entfernt platziert werden können und sie von den Überschwingern nicht beeinflusst werden. Gleichzeitig müssen auch die Marker selbst bezüglich der Abstände zueinander, ihrer Durchmesser und der damit verbundenen Auflösungsfähigkeit ausgewählt werden. Aber auch bei der Messung von flachen Strukturen können stufenförmige Fehler auftreten. Fehler dieser Art werden gemeinhin als „Geisterstufen“ bezeichnet [30, 33]. Diese Stufen entsprechen in der Regel einem 2π -Phasensprung oder einem Oberflächenhöhenfehler von etwa der Hälfte der mittleren Wellenlänge. Dadurch sind CSI empfindlich gegenüber Oberflächengradienten. Die Abhängigkeit der Dispersion vom Lichteinfallswinkel ist häufig die Ursache für 2π -Fehler bei CSI-Messungen, selbst wenn der Winkel im Vergleich zur numerischen Apertur (NA) des Objektivs gering ist. Deswegen sollten die 3D-Normale möglichst ebene und parallele Höhenstufen aufweisen.

Eine weitere Herausforderung bei der Nutzung von optischen Systemen ist, dass Mischungen von Materialien mit sehr unterschiedlichen optischen Eigenschaften zu Messfehlern in der Höhenbestimmung führen können [30, 34]. Verschiedene Materialien weisen bei der Reflexion unterschiedliche Phasenänderungen auf, die je nach den verwendeten Verarbeitungsalgorithmen die Messung der Oberflächenhöhe beeinflussen. Die Auswirkungen unterschiedlicher Materialien können durch Beschichtung der Probe mit einer einzigen Materialschicht, z. B. Gold (Au) oder Chrom (Cr) von mindesten 60 nm Dicke, vermieden werden [34]. Bei dieser Methode muss sichergestellt werden, dass eine gleichmäßige und opake Beschichtung auf der gesamten Probe aufgebracht wird [33, 34]. Andernfalls müssen, sofern die optischen Eigenschaften der zu messenden Materialien bekannt sind, die Messungen durch Korrekturfaktoren angepasst werden [20, 30].

Die VDI 2655:2008-Blatt 1.1 beschäftigt sich mit Richtlinien und Methoden, mit denen Interferenzmikroskope in wesentlichen messtechnischen Eigenschaften charakterisiert werden können [34]. Die beschriebenen Prozeduren für die Kalibrierung sind vergleichbar zu den Methoden, die sich bereits bei den Richtlinien für die Rückführung von Tastschnittgeräten (Abschnitt 2.1) bewährt haben. Entsprechend werden, soweit es möglich ist, auch die dort erprobten Normale (Planglas, optisches Gitter, Tiefeneinstellnormal, Raunormal) übernommen [4]. Für konfokale Mikroskope gibt es die Richtlinie VDI/VDE 2655:2010-Blatt 1.2, zur Messung der Topografie technischer Oberflächen [35]. Die beschriebenen Prozeduren für die Kalibrierung entsprechen genauso wie die der VDI 2655 Blatt 1.1 denen der Tastschnittgeräte. Allerdings gilt diese Richtlinie im Gegensatz zu Blatt 1.1 nur für unbeschichtete Proben. Das heißt, die Einflüsse von Probenbeschichtungen und transparenten Materialien werden nicht behandelt. In der DIN 32567-5 werden qualitative Abschätzungen der material- und verfahrensspezifischen Einflüsse auf optische und taktile dimensionelle Messtechnik ausgeführt [36] und Prüfkörper für die Verfahren [12, 37] sowie Korrekturwerte abgeleitet [38, 39].

2.4 Rasterelektronenmikroskope

Die Rasterelektronenmikroskopie ist eine leistungsstarke Methode der hochauflösenden Mikroskopie, die in modernen Physiklaboren weit verbreitet ist. Sie ermöglicht es, sehr hochauflösende Bilder der zu untersuchende Oberfläche zu erhalten, wodurch Informationen über die ebenen Abmessungen der Objekte in der Scanebene gesammelt werden können. Es fehlt jedoch an Informationen über die räumliche Dimension in Bezug auf die Tiefe/Höhe [40].

Es gibt bereits einige Anstrengungen, die Graustufen eines einzelnen REM-Bildes in vertikale Erhebungen umzuwandeln. Dies ist jedoch nicht generell möglich, da die Graustufen nicht von der lokalen Höhe, sondern von der Neigung, den lokalen Materialinhomogenitäten und elektrischen Eigenschaften sowie der Position des Detektors abhängen [41]. In der DIN EN ISO 25178-6:2010 wird zum einen die SEM-Stereoskopie-Methode genannt [13], bei der zwei (oder auch mehrere) Bilder mit Sekundärelektronen unter leicht unterschiedlichen Winkeln aufgenommen werden. Durch den Vergleich der Bilder ergibt sich ein Stereoeffekt, der eine Ermittlung der Oberflächentopografie erlaubt. Zum anderen wird die winkelaufgelöste scannende Elektronenmikroskopie-Methode genannt [13], bei der lokale Gradienten der Oberfläche durch die Winkelverteilungen der Sekundärelektronenemissionsintensität ermittelt werden. Ein flächenhaftes Abbild der Topografie wird durch Integration dieser lokalen Gradienten gebildet [13]. Stereoskopische Verfahren beruhen auf der Bestimmung der Oberflächenhöhe anhand der perspektivischen Verschiebung einzelner Merkmale in einer Reihe von Bildern der Probe [41]. Die Bilder werden mit verschiedenen Probenneigungen oder durch Veränderung der Strahlneigung aufgenommen. Beide Verfahren setzen das Vorhandensein signifikanter und eindeutig identifizierbarer Merkmale auf der Oberfläche voraus, meist werden Segmente oder Konturen mit Kantendetektionsalgorithmen extrahiert, um sie in den unterschiedlichen Ansichten abzugleichen [41, 42].

In der Literatur werden aber noch weitere Methoden zur dreidimensionalen Oberflächenrekonstruktion im REM erarbeitet. Eine basiert auf der Grundlage der sogenannten „shape from shading“ oder auch photometrischen Rekonstruktion, die sich besonders für glatte Oberflächen eignet [41, 43]. Photometrische Methoden beruhen auf der Kenntnis der Winkelverteilung der rückgestreuten (backscattered electrons - BSE-REM) oder sekundären Elektronen (secondary electrons - SE-REM) und der Geometrie der Detektoranordnung [40]. Üblicherweise gibt es mehrere Detektoren, die symmetrisch zum Elektronenstrahl angeordnet sind. Durch Kombination der Signale dieser Detektoren kann die lokale Oberflächenneigung entlang der Abtastlinie von Detektor zu Detektor abgeschätzt werden. Wenn der Elektronenstrahl die Probe von Zeile zu Zeile abtastet, wird als Ergebnis eine Reihe von Zeilenabtastungen angezeigt, die Informationen über die Topografie enthalten. Wichtige Einflussfaktoren bei derartigen Aufnahmen sind die symmetrische Anordnung der Detektoren und ob ihre Empfindlichkeit und die der nachgeschalteten Elektronik gleich sind [40].

Eine Voraussetzung für den Einsatz dieser Methoden des 3D-REM ist die Qualitätskontrolle und daher die Entwicklung von Kalibrierungsmethoden, um die Rückverfolgbarkeit zu gewährleisten. Denn die Verwendung von REM-Bildern für die quantitative Analyse von Proben wird durch die Vergrößerungsgenauigkeit eingeschränkt. Verzerrungen und Nichtlinearitäten können sowohl bei niedrigen als auch bei hohen Vergrößerungen auftreten. Bei niedrigen Vergrößerungen weichen die gemessenen Werte sowohl in X- als auch in Y-Richtung im Allgemeinen nichtlinear von den nominalen Pixelgrößen ab. Dies lässt sich zumindest teilweise durch eine Dilatation erklären, die durch eine gnomonische Projektion der abgebildeten Oberfläche verursacht wird [41]. Das heißt bei einer geringen Vergrößerung nimmt die Vergrößerung selbst mit der Ablenkung des Strahls von der optischen Achse zu: Bereiche,

die weit von der optischen Achse entfernt sind, werden stärker vergrößert als solche, die sich in der Nähe der Achse befinden, was schließlich zu einer tonnenförmigen Verzerrung führt [44].

Andererseits kann bei hohen Vergrößerungen die Stabilität der Messung für Verzerrungen verantwortlich sein. Mechanische Vibrationen, Instabilität der Probe oder Aufladungseffekte können während des Scannens zu Drift oder scheinbaren Verschiebungen führen [45]. Insbesondere kann es zu Abweichungen von der Orthogonalität zwischen den horizontalen Achsen kommen, die vor allem auf die Abbildungsdrift oder auf systematische Linsenverzerrungen zurückzuführen sind [41].

Die DIN EN ISO 9220:2022, die sich mit der Untersuchung von metallischen Überzügen und der Messung von Schichtdicken von Querschnitten im REM befasst, gibt in einem kurzen Absatz eine Anweisung zum Kalibrieren der Längenmessfunktion des REM an [46]: „Für die Kalibrierung der Längenmessfunktion der REM-Software sind geeignete Werkzeuge erforderlich, z. B. können ein Objektstrichmaßstab oder eine Strichkreuzplatte oder ein Stück eines Silizium-Wafers mit einem regelmäßigen Muster aus (zylindrischen) metallischen Erhebungen mit einem zertifizierten Abstand der Zylinderachsen oder kugelförmige Polymerpartikel mit einem zertifizierten Durchmesser im Bereich von einigen Zehntelmikrometern bis zu einigen Mikrometern verwendet werden, die alle im Handel erhältlich sind. Sie sollten eine Messunsicherheit von weniger als 5 % haben.“

In der ISO 16700 werden die Anforderungen an zertifizierte Referenzmaterialien wie die Vakuumtauglichkeit, guter Kontrast, elektrische Leitfähigkeit, die Möglichkeit der Reinigung des Referenzmaterials und ein valides Kalibrierzertifikat aufgeführt [47]. Das Referenzmaterial enthält dabei üblicherweise ein orthogonales Kreuzgitter oder Punktmuster oder Linien- bzw. Punktarrays, bei denen die Unsicherheit der Abstände im Bereich der zu messenden Genauigkeit sein soll. Zur Abdeckung des Vergrößerungsspektrums von REM können verschieden große Arrays auf einer Probe vorhanden sein oder mehrere unterschiedlich große Referenzproben genutzt werden. Als verwendbare Referenzmaterialien werden Gold, Nickel, Kupfer, Aluminium oder andere Metalle auf Silizium-Substraten genannt [47]. Weiterhin gibt die ISO 16700 Einflussfaktoren an, die die Vergrößerung beeinflussen können. Beispielsweise hat die Drift des Elektronenstrahls, Astigmatismus oder die magnetische Resthysterese der Linsen einen Einfluss auf den Fokus, der wiederum einen Einfluss auf die abgebildete Vergrößerung hat. Aber auch äußere Einflüsse wie magnetische oder elektrostatische Felder können zu Verzerrungen führen [47].

Damit zeigt sich, dass schon allein die zweidimensionale Kalibrierung von Elektronenmikroskopen ein komplexes Verfahren erfordert, da viele Einflussfaktoren wie Beschleunigungsspannung, Arbeitsabstand, Vergrößerung und Scandrehung beachtet werden müssen [8]. Die dreidimensionale Kalibrierung erhöht die Komplexität dann noch beträchtlich. Eine Methode zur 3D-Kalibrierung von REM sind die schon in Abschnitt 2.2 beschriebenen Pyramidenstrukturen [10], deren Konzept in der automatischen Erkennung räumlich verteilter Marker auf einer bekannten dreidimensionalen Struktur besteht [8]. Diese 3D-Normale bestehen aus mehrstufigen Pyramiden für die geometrische Kalibrierung und einem sphärischen Element (siehe Kapitel 3, Abbildung 3.1). Das kugelförmige Element ermöglicht die Detektor-Justierung [48]. Das Design der Kalibrierstrukturen beinhaltet räumlich verteilte, kreisförmige Referenzmarken mit bekannten Mittelpunktswerten. Die notwendige Referenzvermessung der Kalibrierstruktur wird in der PTB mit dem Metrological Large-Range SPM (MetLR-SPM, basierend auf einer NanoMeasuringMachine von SIOS) durchgeführt [49].

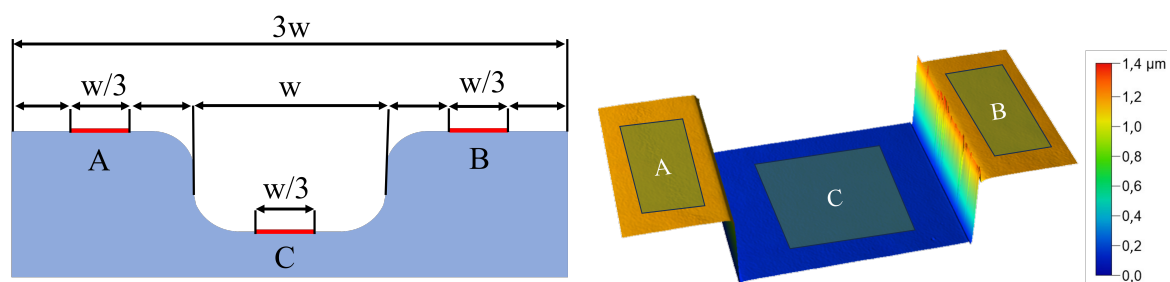
2.5 Methoden der Messauswertung

Für die in den vorhergehenden Abschnitten beschriebenen Möglichkeiten zur Kalibrierung von dimensionellen Messmethoden werden in den Normen und Richtlinien nur wenige Methoden zur Auswertung der Kalibrationen vorgegeben. Eine vorgegebene Methode ist die Auswertung der Tiefeneinstellnormale zur Kalibrierung der vertikalen Profilkomponenten über die sogenannte „3W-Regel“ aus der ISO 5436-1 [4]. Demnach muss das Profil die dreifache Länge der Breite w der Rille oder Stufe betragen und es wird jeweils $\frac{w}{3}$ der Datenpunkte an den Kanten nicht verwendet, um Einflüsse von Kanteneffekten auf die Auswertung zu vermeiden (Abbildung 2.3 a)). In der VDI 2656 wird erweiternd zur 3W-Regel noch die Histogramm-Methode erklärt, die bei glatten Proben zu ähnlichen Ergebnissen wie die 3W-Regel führt [10]. Bei der Histogramm-Methode wird die Häufigkeitsverteilung der gemessenen Höhenwerte analysiert. Bei einer Höhenstufe mit steilen Kanten sollten sich so zwei Peaks ergeben, einer mit den Höhenwerten der Stufe und einer mit den Höhenwerten des Substrates. Von diesen Peaks werden die Schwerpunkte bestimmt und die Differenz gebildet, diese entspricht dann der Stufenhöhe.

Bei flächenhaft messenden Geräten wird eine alternative flächenhafte Auswertung in Anlehnung an die 3W-Regel empfohlen, sofern eine zeilenweise Auswertung der Fläche einen unverhältnismäßigen Aufwand darstellt [10]. Dazu werden die Flächen ebenfalls in gedrittelte Bereiche eingeteilt, wobei die Bereiche an den Kanten von der Auswertung ausgeschlossen werden (Abbildung 2.3b b)). Je nach Verfahren wird auch empfohlen, die ersten und letzten Zeilen nicht in der Auswertung zu berücksichtigen, weil in diesen die Führungsabweichungen den größten Einfluss haben können [10]. Für mehrstufige 3D-Mikronormale kann die 3w-Regel nicht unverändert angewandt werden, da die erste Höhenebene durch die nächsthöhere Ebene geteilt wird. Im Unterabschnitt 7.1.1 wird die 3w-Regel daher für die Anforderungen einer zweistufigen Pyramide erweitert.

Bei allen bisher genannten Methoden müssen die Oberflächenmerkmale wie Probenneigung, Rauschen und Verunreinigungen immer berücksichtigt werden [10]: Die Probenneigung lässt sich durch einen Abzug des Untergrundes und einen Ebenenabzug reduzieren. Das Rauschen kann reduziert werden, wenn über möglichst viele Datenpunkte gemittelt wird. Verunreinigungen und Abnutzungserscheinungen sollten immer aus der Auswertung ausgeschlossen werden.

Für die Auswertung der 3D-Kalibriernormale für SPM gibt die VDI 2656 an, die mitgelieferte Software zu verwenden [10]. Diese basiert auf dem Vergleich von gemessenen 3D-Koordinaten der



a) Anwendung der 3w-Regel bei der Auswertung von Stufenhöhen, adaptiert von [4]. b) Flächige Höhenevaluation von Tiefeneinstellnormalen, adaptiert von [34].

Abbildung 2.3: Stufenhöhenauswertung nach der 3w-Regel.

Referenzmarken mit dem zu kalibrierenden Messgerät mit den Referenz-3D-Koordinaten, die durch rückgeführte Messungen, z. B. mit einem metrologischen Rasterkraftmikroskop an den nationalen Metrologieinstituten (NMIs), ermittelt werden [50, 51]. Mit dem Ansatz einer affinen 3D-Transformation können die Parameter (Skalierungs-/Kopplungsfaktoren) bestimmt werden:

$$\begin{bmatrix} x \\ y \\ z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_1 & r_2 & r_3 \\ r_4 & r_5 & r_6 \\ r_7 & r_8 & r_9 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_x & 0 & 0 \\ 0 & c_y & 0 \\ 0 & 0 & c_z \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & c_{xy} & c_{xz} \\ 0 & 1 & c_{yz} \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} m_x \\ m_y \\ m_z \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} t_x \\ t_y \\ t_z \end{bmatrix} \quad (2.5.1)$$

Mit den gemessenen Koordinaten m , den Objektkoordinaten x , y und z , den Rotationsfaktoren r , den nicht-isotropen Skalierungsfaktoren c_x , c_y , c_z , den Kopplungsfaktoren c_{xy} , c_{xz} , c_{yz} und den Translationsoffsets t_x , t_y , t_z [16, 50]. Die 3D-Mikronormale die in dieser Arbeit entwickelt werden, sollen daher über Referenzstrukturen verfügen die von der Software erkannt und verarbeitet werden können. Dafür muss besonders die Rundheit und der Kontrast zum Untergrundmaterial beachtet werden. Zudem müssen die Strukturfeldgrößen den Messfeldgrößen der Messgeräte mit den verschiedenen Vergrößerungen entsprechen, da immer mindestens eine Pyramide oder ein 4er-Array komplett im Messfeld erfasst werden muss.

Diese Software und die beinhalteten Algorithmen wurden von Xu et al. untersucht [50]. Zur Überprüfung von möglichen Rechenfehlern des 3D-Kalibrierungsalgorithmus wurden mit der Monte-Carlo-Methode Referenzkalibrierungsmatrizen unter bestimmten Randbedingungen erstellt. Als Ergebnis wurde festgestellt, dass die Rechenfehler der Kopplungskoeffizienten c_{xz} und c_{yz} bis zu $\frac{1}{3}$ des gesamten Kalibrierungsunsicherheitsbudgets eines metrologischen SPM für diese Koeffizienten erreichen können. Dies verdeutlicht die nicht zu vernachlässigenden Auswirkungen von Orthogonalitätsfehlern zwischen den lateralen und der vertikalen Achse und die Bedeutung der 3D-Normale, mit denen diese Fehler erst messbar werden. Für andere Koeffizienten, nämlich c_x , c_y , c_z und c_{xy} , bleiben die Berechnungsfehler relativ gering und haben nur einen begrenzten Einfluss auf den Kalibrierungsprozess. Die Studie bestätigte, dass der entwickelte Algorithmus und die Software für die 3D-Kalibrierungsauswertung im Zusammenhang mit der Kalibrierungsunsicherheit nach dem Stand der Technik zuverlässig sind [50]. Die pyramidenförmigen 3D-Kalibriernormale und die dazugehörige Software eignen sich aber nicht nur für die Kalibrierung von SPM, sondern auch für konventionelle 2D- und 3D-REM [7, 50]. Mit der in dieser Arbeit zu entwickelnden lateral skalierbaren Prozesskette für 3D-Mikronormale, kann die vorhandene Software, sofern die bereits genannten Anforderungen der Software erfüllt werden, mit geringen Anpassungen zur Kalibrierung von optischen Mikroskopen genutzt werden.

3 Mögliche Fertigungsmethoden zur Herstellung von 3D-Mikronormalen

Die 3D-Mikronormale die aktuell von der point electronic GmbH zur Anwendung im REM und im AFM vertrieben werden, sind mit FIB hergestellte Einzelfertigungen, welche in Abbildung 3.1 dargestellt sind [5]. In Serie sind sie per Skript nacheinander mit nur großen Abweichungen in der Z-Höhe fertigbar. Sie werden in Messfeldgrößen von $45 \times 45 \mu\text{m}^2$ und $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ für die Anwendung im AFM und REM angeboten. Die Herstellung mit der FIB und das Design der Strukturen wurde von Ritter et al. [7, 9, 16, 48] entwickelt und optimiert. Die Methode der FIB-Herstellung wurde gewählt, weil durch den maskenlosen Prozess die Herstellung von 3D-Objekten unterschiedlichster Form möglich ist. Zudem können sowohl aufbauende als auch subtraktive Bearbeitungsschritte im gleichen Prozess genutzt werden. Außerdem ist eine gleichzeitige optische Kontrolle mithilfe des REM möglich [16, 17]. Bei der FIB-Herstellung ist einer der limitierenden Faktoren die Strahlgröße. Einerseits kann nur ein sehr kleiner Strahl die gewünschte Auflösung im Nanometerbereich erreichen, was lange Schreibzeiten zur Folge hat. Diese könnte zwar durch Erhöhung der Scangeschwindigkeit wieder verringert werden, allerdings kann das Material-Redepositionseffekte bei der subtraktiven Bearbeitung von Materialien zur Folge haben [16, 52, 53]. Deshalb wurde bei der Fertigung der 3D-Mikronormale von der Strukturierung des Silizium-Substrates abgesehen und die Pyramidenstruktur mit FIB-Metall-Abscheidung aufbauend hergestellt. Für große Schreibzeiten wurden dann weitere Herausforderungen festgestellt: Die Prozessparameter wie etwa der Gasfluss, der Materialnadelabstand zur Probe, von

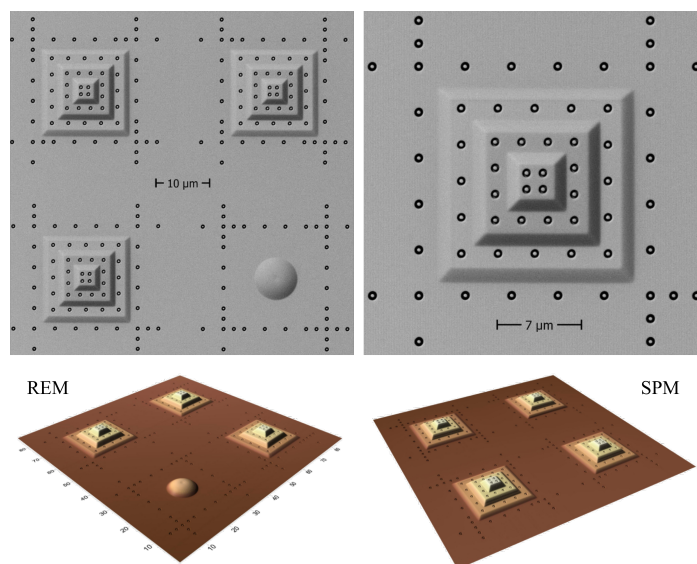


Abbildung 3.1: 3D-Normale, die von der point electronic GmbH mittels FIB hergestellt wurden [5]-Stand 2024.

der Temperatur und der Probengeometrie beeinflusst wird, schwanken teilweise stark und es kommt zudem auch zu Abweichungen durch die Drift des Ionenstrahls [16]. Sodass eine reproduzierbare und gleichmäßige Fertigung von großen Strukturen, wie sie für die optische Mikroskopie benötigt werden (bis zu $2000 \times 2000 \mu\text{m}^2$ Messfeldgröße) oder mehr als eine Struktur im gleichen Prozess nur mit Fertigungsabweichungen realisierbar sind. Die Herstellung von 3D-Mikronormalen ist daher in der FIB-Einzelfertigung von Strukturarray-Größen $<100 \mu\text{m}$ mit guten Ergebnissen machbar (siehe Abbildung 3.1), aber eine Skalierung des Prozesses hinsichtlich der lateralen Strukturgrößen und der Chip-Anzahl ist in der geforderten Reproduzierbarkeit und Präzision und unter wirtschaftlichen Aspekten nicht möglich.

Im Folgenden werden nur Herstellungsprozesse vorgestellt, bei denen die Optionen zur lateralen Skalierung (mind. $20 \mu\text{m}$ - $2000 \mu\text{m}$), mit Referenzstrukturgrößen von 300 nm - $10 \mu\text{m}$, und der Möglichkeit zur Serienfertigung gegeben sind. Einer der Hauptvorteile des waferbasierten Herstellungsverfahrens gegenüber der Einzelstückfertigung besteht darin, dass alle Chips auf einem Wafer denselben Prozess durchlaufen und daher die Schwankungen der kritischen Dimensionen (critical dimension - CD) der Strukturen auf dem Wafer deutlich geringer sind als bei der Einzelstückfertigung. Die beiden Hauptarten von Ätzverfahren zur Strukturierung von Materialien sind das nasschemische Ätzen und das Trockenätzen [54]. Beim Nassätzverfahren werden flüssige Chemikalien oder Ätzmittel verwendet, um das Substratmaterial abzutragen. Beim Trockenätzen wird zwischen drei Unterarten unterschieden: chemischen Reaktionen (unter Verwendung reaktiver Plasmen oder Gase), physikalischem Abtragen (im Allgemeinen durch Impulsübertragung) und einer Kombination aus chemischen Reaktionen und physikalischem Abtragen. Bei der Nassätzung hingegen handelt es sich um einen rein chemischen Prozess. Im Vergleich zu Nassätzverfahren auf chemischer Basis haben Trockenätzverfahren - vor allem das Plasmaätzen - den Vorteil, dass sie nur geringe Schäden am Substrat verursachen und die Strukturform gut kontrollierbar ist [55]. Zudem sind beim nasschemischen Ätzen zusätzliche Reinigungsschritte erforderlich, um die nach dem Nassätzen auf dem Wafer verbliebenen Rückstände zu entfernen [56].

3.1 Methoden der Lithografie und Nano-/Mikrostrukturierung

Seit Jahrzehnten werden kontinuierliche Forschungsanstrengungen unternommen, um Nanofertigungstechnologien weiterzuentwickeln, die die präzise Herstellung von Nanostrukturen in Übereinstimmung mit dem nominalen Design ermöglichen. Dabei haben eine Vielzahl von Nanofabrikationstechnologien, darunter optische/Elektronenstrahlithografie, Nanoimprint-Lithografie (NIL), Atomlagenabscheidung (ALD), chemisch-mechanisches Polieren (CMP), 3D-Druck und Nanotransferdruck (nTP) die Möglichkeiten geschaffen, Materialien im Bereich von 1 nm - 100 nm mit einer Genauigkeit im Nanometermaßstab zu strukturieren [52, 57]. Für die Herstellung von 3D-Mikronormalen sind Strukturen mit Größen im Bereich 300 nm - $10 \mu\text{m}$ vorgesehen, aber auch die Mikrofabrikationstechniken haben von der kontinuierlichen Herunterskalierung der Bauteile und der Weiterentwicklung der Nanofertigungstechnologien profitiert.

Im Wesentlichen basiert die Silizium-Technologie auf einer Kombination oder Abfolge von additiven und subtraktiven Verfahren wie Ionenimplantation oder Sputtern und physikalischem Ätzen, die in der Regel zusammen mit einer Reihe von Lithografie- oder Direktstrukturierungsschritten angewandt werden [58]. Der Lithografieprozess selbst kann in zwei Kategorien unterteilt werden, nämlich maskiert und maskenlos [59]. Bei der maskierten Lithografie werden die Nano-/Mikro-Designs mithilfe einer

Maske mit beispielsweise Fotolithografie [60], Kontaktlithographie [61], Röntgenlithographie [62] oder Nanoimprint-Lithographie [63] auf die Oberfläche des Substrates übertragen. Im Gegensatz dazu werden bei der maskenlosen Lithografie die Nano-/Mikrostrukturen ohne Maske auf die Oberfläche übertragen. Bekannte Verfahren dafür sind Rastersondenlithografie (SPL) [64], fokussierte Ionenstrahl-lithografie (IBL) [65], Elektronenstrahl-lithografie (EBL) [66] und das Zwei-Photonen-Laserschreiben (2PL) [67].

Die meisten genannten Lithografie-Typen bewegen sich in einem durchschnittlichen Auflösungsbe-reich von 10 - 100 nm. Bei der 1:1 Fotolithografie ohne weitere Optiken zwischen Maske und Wafer ist das Auflösungsvermögen mit 2500 nm durch die verwendeten Wellenlängen und optische Abbil-dungsfehler deutlich geringer [68]. Abhängig von der verwendeten Belichtungstechnologie werden in der optischen Lithografie fotosensitive Lacke zur Designübertragung verwendet. Diese werden

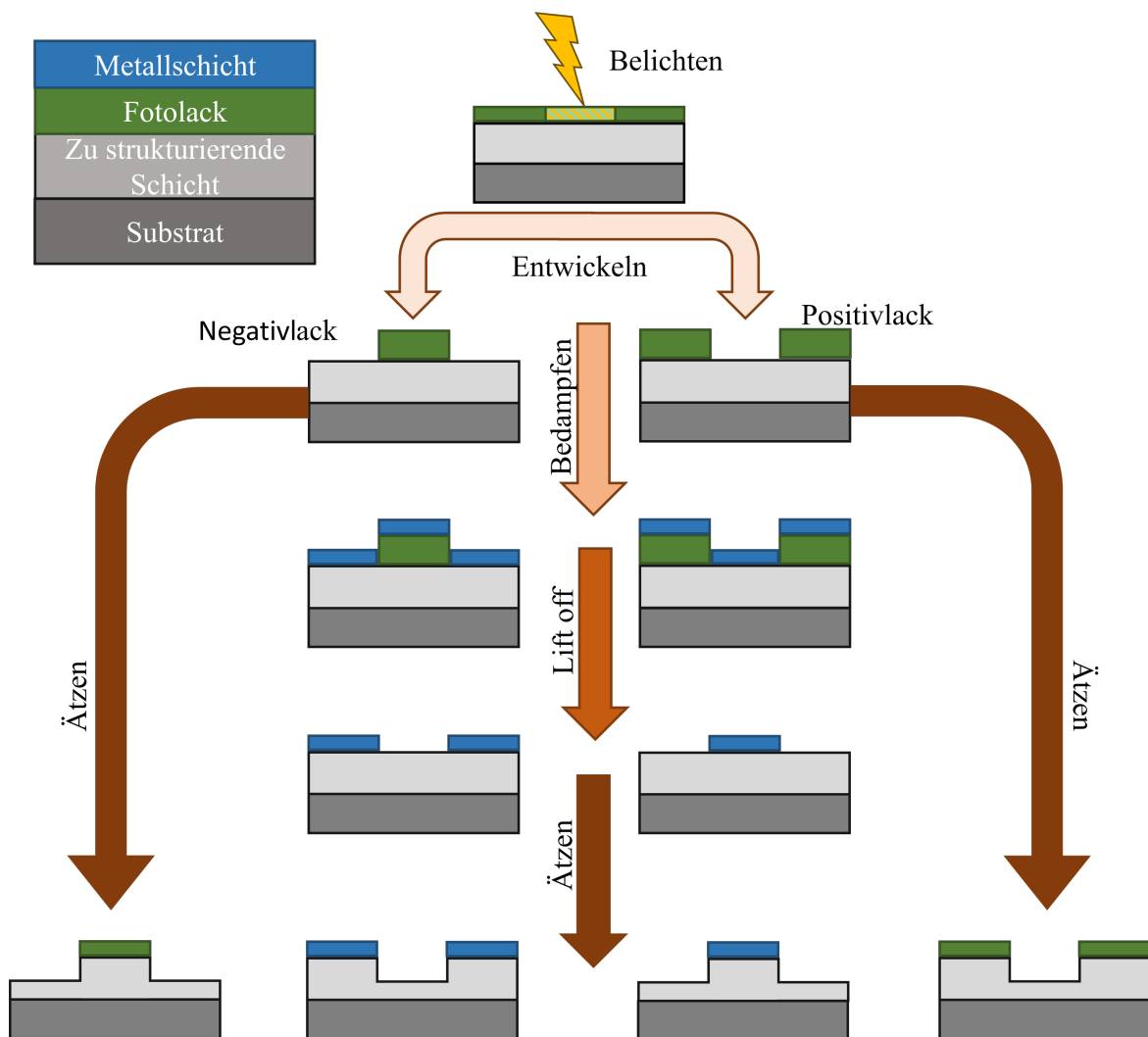


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Verwendung von verschiedenen Lackarten, ihre Funktion und dem Lift off Prozess in der Lithografie.

zunächst auf die zu strukturierende Oberfläche aufgebracht, entsprechend dem Design belichtet und dann entwickelt. Dabei wird zwischen positiven und negativen Fotolacken unterschieden [69]. Bei Positivlacken werden die belichteten Bereiche des Lackes chemisch so verändert, dass sie nach dem Entwicklungsschritt mit Lösungsmitteln entfernt werden können. Es verbleiben also nur unbelichtete Lackbereiche auf dem Substrat. Im Gegensatz dazu werden die belichteten Bereiche eines Negativlackes unlöslich und verbleiben auf dem Substrat, während die unbelichteten Bereiche entfernt werden (siehe Abbildung 3.2) [69]. Bei der Entwicklung spielen Lackart, Entwickler, Temperatur und Dauer der Entwicklung eine große Rolle bezüglich der Auflösung der Strukturen [70]. Wird der Lack überentwickelt kann die Haftung von Lack und Substrat reduziert werden. Dadurch können bei der Entfernung des löslichen Lackbereiches hohe Kräfte entstehen, die zu Ausreißen oder zur kompletten Ablösung des eigentlich unlöslichen Lackbereiches führen [71].

Eine der wichtigsten Nanofabrikationstechniken ist die Elektronenstrahlithografie [72]. Das gewünschte Design wird dabei maskenlos mit einem fokussierten Elektronenstrahl in den Lack übertragen. Diese Art der optischen Lithografie hat den Vorteil einer sehr hohen Auflösung (~ 10 nm) und die Möglichkeit beliebige Muster ohne Maske zu erzeugen. Nachteil ist die lange Schreibzeit bei komplexen Designs und die damit einhergehende Kostenineffizienz für die Strukturgrößen, die für die Anwendung in der optischen Mikroskopie nötig werden [69]. Obwohl dies bei der Herstellung von Prototypen oder Kleinserien zur Untersuchung von grundlegenden Fragestellungen in der Mikro-/Nanophysik kein großes Problem darstellt, schränkt es die industrielle Fabrikation ein [58]. Zu den Bemühungen, diese Herausforderung zu meistern, gehören die Projektions-EBL [73] und der Einsatz vieler paralleler Strahlen [70]. Ein weiteres Problem beim EBL ist der sogenannte Proximity-Effekt. Dabei ist die Elektronenstrahldosis an einem beliebigen Punkt von der Dichte des Musters um den Punkt herum abhängig. So können beispielsweise bei einem Linienmuster mit geringem Abstand die zu belichtenden Bereiche sich gegenseitig beeinflussen, was zu einer chemischen Reaktion in den eigentlich unbelichteten Bereichen des Lackes und damit zur „Aufweichung“ des Musters führen kann [74].

Optische Fotolithografie ist ein maskenbasiertes Verfahren, das durch die Position von der Maske im Bezug zum Wafer unterteilt wird. Bei der Kontakt- und Proximitybelichtung ist die Maske im direkten Kontakt mit dem Wafer oder in einem kleinen Abstand von $10\ \mu\text{m}$ - $50\ \mu\text{m}$ über den Wafer angebracht. Die gewünschten Strukturen werden über das durchfallende Licht (meist im UV-Bereich) 1:1 auf dem Fotolack abgebildet [69]. Der Hauptvorteil der Kontaktlithografie besteht darin, dass das System ohne komplexe Projektionsoptiken zwischen Objekt und Bild auskommt, allerdings kann es bei Kontakt von Maske und Wafer zu Beschädigungen an beiden Elementen kommen [58]. Deswegen wurde die Projektionsbelichtung entwickelt, bei der die Fotomaske nicht mehr 1:1 abgebildet wird, sondern mit einem Linsensystem auf 4:1 verkleinert wird. Es kann jeweils nur ein Teil des Wafers belichtet werden (die Maskengröße ist nicht beliebig skalierbar). Deswegen ist ein Step-and-Repeat-System erforderlich, um die gesamte Waferfläche abzudecken. Ein weiterer Vorteil gegenüber der Kontaktlithografie ist die einfachere und kostengünstigere Fotomaskenherstellung, da die gewünschten Strukturgrößen nicht mehr 1:1, sondern nur 4:1 auf der Maske geschrieben werden müssen. Daher ist die Projektionsbelichtung das verbreitetste industrielle System in der Mikrofertigung und kann im Vergleich zu den Kontakt- und Proximity-Methoden höhere Auflösungen erzielen [58].

Unabhängig von der Lithografiemethode entsteht am Ende der Belichtung und Entwicklung des Lackes eine Lackmaske mit dem gewünschten Strukturdesign. Um dieses in das Substratmaterial zu übertragen, gibt es verschiedene Möglichkeiten des nasschemischen oder Trockenätzens die in den nachfolgenden Abschnitten weitergehend erklärt werden. Für einige abtragenden Prozesse ist eine

Lackmaske aber nicht nutzbar, weil beispielsweise die Selektivität zwischen dem Lack und dem zu entfernendem Material limitiert ist.

Um Metalle als Maskierung zu nutzen oder um metallische Mikro- und Nanostrukturen auf dem Substrat zu erhalten wird meist die sogenannte „Lift off“-Technik verwendet [75, 76]. Dazu wird auf dem strukturierten Lack das gewünschte Material ganzflächig auf dem Wafer abgeschieden. Anschließend wird der Lack mit dem darüber liegenden Material nasschemisch abgelöst, wodurch eine strukturierte Materialschicht auf dem Substrat zurückbleibt (siehe Abbildung 3.2). Für den Lift off Prozess ist es wichtig, dass die Fotolackhöhe mindestens zwei bis drei Mal so hoch ist wie die abgeschiedene Materialschicht, da bei Lackhöhen kleiner oder gleich der abzuscheidenden Materialhöhe es zu unvollständigen Lackablösungen kommen kann [77]. Weiterhin sollte beim Abscheiden der Materialschicht darauf geachtet werden, dass der Abstand zwischen Materialquelle und Waferoberfläche möglichst groß ist, damit ein möglichst kollimierter Materialstrom auf die Probe trifft und so Ablagerungen an den Fotolackwänden vermieden werden können [76] (siehe Abbildung 3.3). Deshalb wird oft auch ein Zwei-Schichten-Fotolack verwendet. Dabei werden die Eigenschaften der Lacke so gewählt, dass ein Unterschnitt entsteht, durch den die abgeschiedene Materialschicht die Seitenwände nicht mehr erreichen kann [76].

Es ist auch möglich, anstatt der Lift off-Technik das Ionenstrahlfräsen oder nasschemisches Ätzen zur Metallstrukturierung zu verwenden [76]. Abasahl et al. haben gezeigt, dass das Ionenstrahlfräsen in der Nanostrukturierung bei sehr kleinen Strukturen präzisere Umrise als der Lift off Prozess erzeugen kann [76], aber industriell wird der Lift off Prozess oft noch aufgrund der geringen Kosten und der einfachen Durchführung bevorzugt [75].

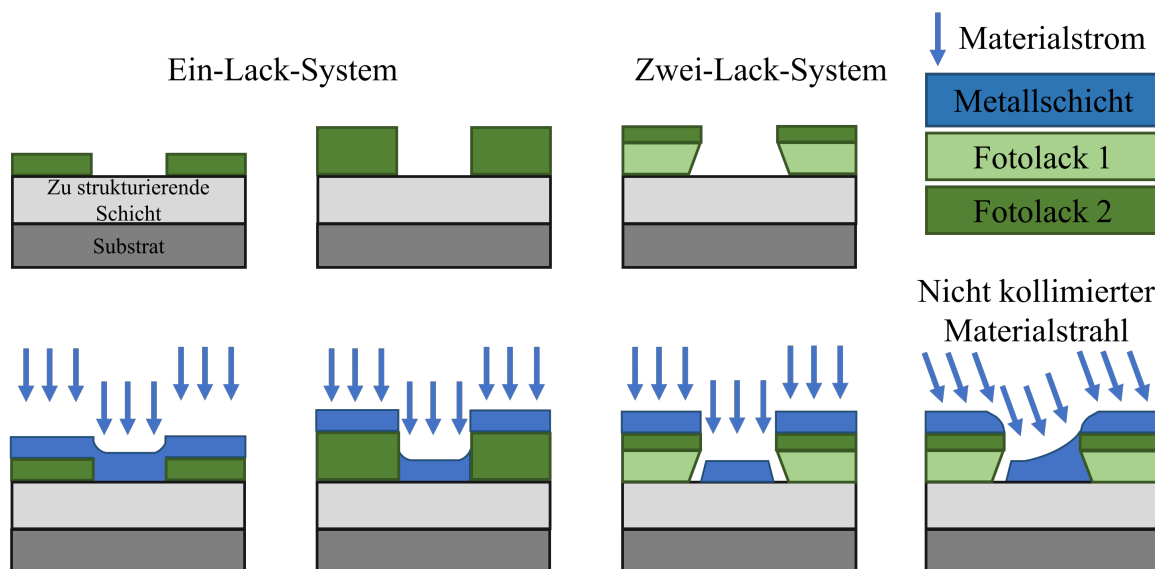


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Einflusses der Lackhöhe, der Unterscheidung eines zwei-Lack Systems und der Materialstrahl-Kollimierung auf den Lift off Prozess.

3.2 Strukturfertigung mit nasschemischem Ätzen

Nasschemisches Ätzen ist ein chemischer Prozess, der je nach verwendetem Ätzmittel und abhängig von der Orientierung des Kristallgitters im Silizium-Wafer isotrop oder anisotrop erfolgt [54, 78]. Zu den am häufigsten verwendeten anisotropen Ätzmitteln gehören Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH), Kaliumhydroxid (KOH), Natriumhydroxid (NaOH), Thyliendiaminpyrokatechinwasser (EDP) und Hydrazin/Wasser [54]. Das in der EDP verwendete Brenzkatechin ist jedoch als sehr giftiges und korrosives Material bekannt [79]. Daher müssen bei der Benutzung hohe Sicherheitsanforderungen erfüllt werden. Die Prozessmaterialien müssen von anderen Materialien getrennt gehalten und nicht mit anderen Prozessen vermischt werden, weil während des EDP-Ätzprozesses ein giftiger Dampf entsteht, der schwer zu reinigende Rückstände hinterlässt [79].

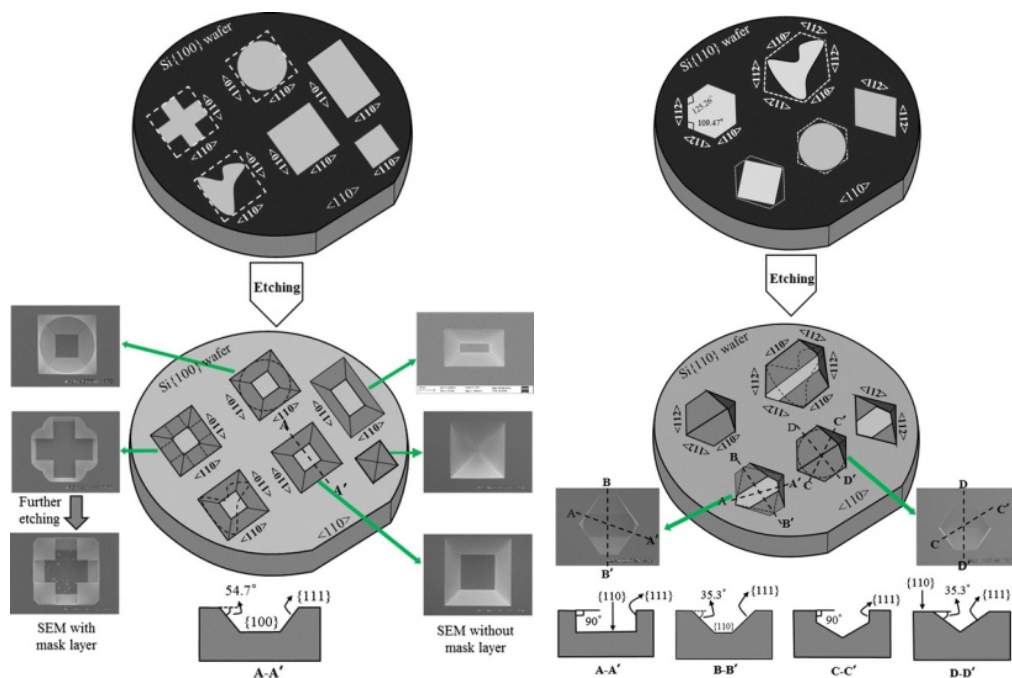
Die KOH-Lösung ist eines der beliebtesten anisotropen Ätzmittel, da es im Gegensatz zu anderen Ätzmitteln ungiftig ist [54]. Zudem hat KOH eine höhere Ätzrate in Silizium verglichen mit EDP und TMAH [79, 80]. Die Ätzselektivität von KOH gegenüber SiO_2 ist jedoch nicht hoch genug, um SiO_2 als Maskierungsschicht für längere KOH-Ätzprozesse zu verwenden. Stattdessen werden Siliziumnitridfilme (Si_3N_4) als Maskierungsschicht bevorzugt. Ein Problem beim Ätzen mit KOH ist, dass die enthaltenden Kaliumionen und andere Metallionen das Substrat verunreinigen [81]. Es gibt Ansätze zur Dekontaminationsreinigung der Silizium-Oberflächen, aber es können trotzdem immer noch kleine Mengen an Metallionen im Substrat nachgewiesen werden [82, 83].

Deshalb wird die Nutzung von TMAH immer beliebter, weil es ungiftig ist und keine Metallionen enthält und daher keine Kontamination verursacht [54]. Nachteile der Benutzung von TMAH sind eine niedrige Silizium-Ätzrate, eine hohe Aluminium-Ätzrate, raue Silizium-Oberflächen und die Schwierigkeit beim Tiefätzen die gewünschten Strukturen zu formen, da es zu starken Unterschneidungen kommt [79].

Eine der wichtigsten Problematiken beim nasschemischen Ätzen ist die raue Oberflächentextur, die meist aus Mikropyramiden besteht. Diese entstehen durch Ablagerungen von Reaktionsprodukten, durch kleine Wasserstoff-Bläschen (H_2), die beim Ätzprozess entstehen und durch Oberflächenkontaminationen und durch Defekte im Substrat vor dem Ätzen [84]. Um die Rauheit der geätzten Oberfläche zu verringern und die Hinterschneidung zu verbessern, fügten Merlos et al. einer TMAH-Lösung Isopropylalkohol (IPA) hinzu und verbesserten die Ätzeigenschaften, verringerten dadurch aber auch die Ätzrate [85]. Kovacs et al. verwendeten eine Reihe von Additiven, darunter Pyrazin, und stellten die Auswirkungen der Additive als Katalysatoren dar [86]. Es zeigt sich, dass die Ätzrate von Silizium, die Unterätzung und die Rauheit der geätzten Oberfläche erheblich von der Art und Menge des Additivs sowie von der Konzentration und Temperatur der Ätzlösung-Lösung abhängen [87]. Ein weiterer wichtiger Parameter, der die Gleichmäßigkeit der geätzten Oberfläche bestimmt, ist die Diffusion von Reaktionsprodukten von der Substratoberfläche in die Hauptlösung. Zur Verbesserung der Diffusion können Magnetprüher und Ultraschall verwendet werden [79, 88]. Allerdings konnte in vielen Studien keine Verbesserung der Oberflächenqualität festgestellt werden [88, 89], zudem reduziert sich die Homogenität der Ätzrate über den Wafer bei Nutzung eines Magnetprühers mit gleichmäßiger Drehzahl. Bei allen bisher genannten Studien konnte die Oberflächenrauheit nicht unter 30 nm reduziert werden [87–89].

Um die Qualität der Substratoberfläche zu verbessern, gibt es im nasschemischen Ätzen mehrere Ätzstopptechniken, beispielsweise die Dotierung mit Bor-Atomen oder einen elektrochemischen Ätzstopp [79, 90]. Beim Dotieren mit Bor-Atomen wird die abnehmende Ätzrate von anisotropen Ätzmitteln bei einer Dotierkonzentration von 10^{-19} cm^3 im Silizium ausgenutzt [91]. Dazu können

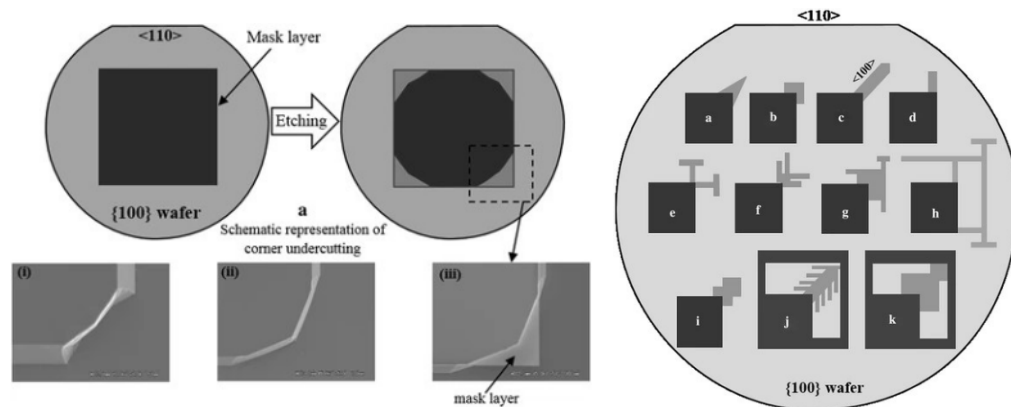
entweder Borddiffusionsöfen oder Ionenimplantationsverfahren verwendet werden [92]. Ein Nachteil dieser Technik ist aber, dass das stark dotierte Silizium degeneriert. Bei der elektrochemischen Ätzstoptechnik wird die Ätzrate durch das Anlegen einer Spannung an das Substrat geregelt [93, 94]. Durch die anodische Oxidation der Silizium-Oberfläche kann die Ätzreaktion verringert bis verhindert werden. So können in unterschiedlich dotierten Bereichen (Phosphordotiert oder Bordotiert) auch unterschiedliche Ätzraten im gleichen Prozess eingestellt werden. Die Schwierigkeit hier liegt im Zusammenspiel der einzelnen Prozessparameter wie Temperatur, Ätzmedienkonzentration, Additive und angelegter Spannung. Hinzu kommt, dass die Art und Stärke der Beleuchtung einen Einfluss auf die elektrochemische Ätzstoptechnik und die Silizium-Ätzrate hat [95]. Zudem kann mit diesen Techniken die Mikromaskierung durch H_2 -Bläschen nicht verhindert werden und muss weiterhin durch geeignete Additive, Ätzmedienkonzentration oder mechanische Einwirkungen entfernt werden. Die Anisotropie im nasschemischen Ätzen kann aufgrund der unterschiedlichen Ätzraten der verschiedenen kristallinen Orientierungen im Silizium erreicht werden [97]. Beispielsweise ist die Ätzrate der $\langle 111 \rangle$ -Ebene im Gegensatz zu den Ätzraten der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Ebenen um den Faktor 100 geringer. Je nach Kristallebenen-Orientierung der Silizium-Wafer ($Si\langle 100 \rangle$ oder $Si\langle 110 \rangle$) und der Orientierung der Ätzmaskierung auf dem Wafer können unterschiedliche Strukturwinkel zwischen den Ebenen entstehen (siehe Abbildung 3.4) [96]. Ein Ausrichtungsfehler der Maskierung zu den Kristallebenen des Wafers kann zu Verformungen des zu ätzenden Bereichs führen. Das exakte Ausrichten der Masken anhand des Waferflat muss also unbedingt gegeben sein. Dies ist auch der Grund weshalb es nicht möglich ist runde Strukturen mit anisotropen nasschemischen Ätzen herzustellen. Ein weiteres Problem kann durch starkes Unterätzen bei der Herstellung konvexer Ecken in $\langle 100 \rangle$



a) Schematische Darstellung von unterschiedlichen Profilen in $Si\langle 100 \rangle$ geätzt [96].
 b) Schematische Darstellung von unterschiedlichen Profilen in $Si\langle 110 \rangle$ geätzt [96].

Abbildung 3.4: Darstellung des Einflusses der Kristallebenen auf das entstehende Ätzprofil [96].

und $\langle 110 \rangle$ orientierten Si-Wafern auftreten [98,99]. Experimente zeigen, dass die $\langle 411 \rangle$ -Ebenen mit hoher Ätzrate geätzt werden, was dann zur Unterätzung der konvexen Ecke führt. Um das Problem zu reduzieren, wurden bereits verschiedene Arten von Eckenkompensationsgeometrien untersucht und diskutiert. Dabei ist vor allem der Raumbedarf der Kompensationsgeometrien beim Design der Strukturen entscheidend, da viele der untersuchten Geometrien einen hohen Platzbedarf haben wie in Abbildung 3.5 dargestellt [99].



a) Unterschneidung der Maskierung an den konvexen Ecken auf einem Si $\langle 100 \rangle$ -Wafer [99].

b) Verschiedene Arten von Eckenkompensationsgeometrien zur Realisierung der konvexen Ecken auf Si $\langle 100 \rangle$ -Wafern [99].

Abbildung 3.5: Möglichkeiten der Eckenkompensationsgeometrien [99].

3.3 Strukturfertigung durch Trockenätzen

Die in dieser Arbeit herzustellenden 3D-Normale sollen aus mindestens einer Höhenstufe bestehen, damit sie als 3D-Messartefakt genutzt werden können. Diese können entweder direkt im Substrat oder durch die Strukturierung einer auf das Substrat aufgetragenen Schicht erzeugt werden. In Abbildung 3.6 ist die Strukturierung schematisch am Beispiel von Silizium und SiO_2 dargestellt. Wird ein auf das Substrat aufgetragenes Material strukturiert, hat das den Vorteil, dass die Ebenheit der aufgetragenen Schicht nur durch die Homogenität des auftragenden Prozesses beeinflusst wird. Die weitere Prozessierung, also vor allem die Strukturierung hat dagegen kaum oder keinen Einfluss auf die Ebenheit der Oberflächen. Der Ätzprozess kann bei entsprechender Selektivität auf dem Substrat stoppen und so die Auswirkungen lokaler Inhomogenitäten des Ätzprozesses verhindern. Wird direkt das Substratmaterial strukturiert, sind die entstehenden Strukturhöhen völlig von der Homogenität des abtragenden Prozesses abhängig, die bei vielen Anlagen zum Rand der Wafer hin stark abnehmen kann. Zudem hat auch die Geometrie und der Abstand der Strukturen zueinander einen Einfluss auf die lokale Ätzrate. Dies ist gerade für Kalibrierartefakte mit höherer lateraler CD ein entscheidender Aspekt, da die Höhenebenen innerhalb einer Struktur möglichst parallel sein sollten. In den folgenden Abschnitten werden daher die Möglichkeiten und Grenzen des Trockenätzens von SiO_2 und Silizium vor allem bezogen auf die Möglichkeit der Generierung von definierten Flankenwinkeln der Strukturwände und der Oberflächeneigenschaften dargestellt und erklärt.

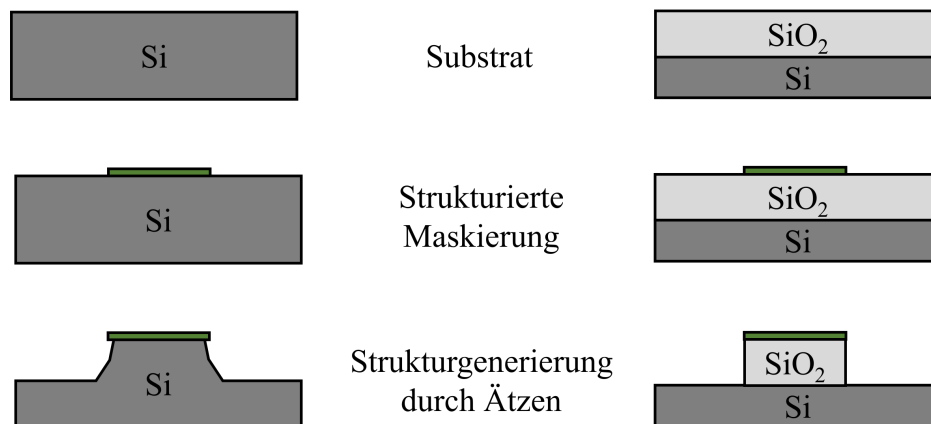


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der Fertigung von Strukturen direkt im Substrat oder in einer aufgebracht Materialschicht.

3.3.1 Strukturfertigung mit Siliziumdioxid

Es gibt unterschiedliche Verfahren, um SiO_2 auf einem Substrat zu erzeugen. Bei der thermischen Oxidation von Silizium wird das Silizium-Substrat unter Sauerstoffeinfluss bei Temperaturen von ca. 1000°C an der Oberfläche in SiO_2 umgewandelt. Das heißt im Gegensatz zu anderen Prozessarten wird keine Schicht auf ein Substrat abgeschieden, sondern das Silizium an der Oberfläche in SiO_2 umgewandelt. Die Wachstumsraten und Schichteigenschaften können durch Prozessparameter wie Dotierung und Kristallorientierung des Substrates und Temperatur eingestellt werden. Mit der thermischen Oxidation kann allerdings nur eine einzige Schicht mit einer einzigen Gesamthöhe aufgewachsen werden. Diese würden dann in mehreren Belichtungs- und Ätzschritten ohne die Vorteile einer Ätzstoppschicht und vergrabenen Masken strukturiert werden. Das kann wiederum zu rauen Oberflächen und möglichen Welligkeiten über den Wafer führen. Bei den abscheidenden Verfahren kommen beispielsweise Ion Beam Deposition (IBD), Physical Vapor Deposition (PVD) und Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition (PECVD) für die Fertigung der Pyramidenstufen in Frage. Verglichen mit den aus der Gasphase abscheidenden Prozessen hat PECVD eine gute Abscheidungs gleichmäßigkeit, sehr gute Reproduzierbarkeit und bessere Schichtdickenkontrolle [100]. Mit dem IBD-Verfahren können glattere Schichten hergestellt werden als mit PECVD, allerdings ist die Abscheidungsrate auch wesentlich geringer [101]. Für Dünnschichten im Nanometerbereich hat die höhere Prozesszeit nur geringe Auswirkungen. Bei Schichtdicken dagegen, die auf mehrere Mikrometer skalierbar sein soll, würde die Nutzung von IBD zu sehr langen Prozesszeiten führen, die zudem mit der Stufenanzahl der 3D-Normale korreliert.

Die Oberflächeneigenschaften von PECVD- SiO_2 sind stark von den Prozessparametern abhängig. So wird die Oberflächenrauheit vor allem durch die Temperatur beeinflusst, da die anfänglichen Materialcluster mit steigender Temperatur größer werden und so beim Zusammenwachsen die Oberflächenrauheit erhöhen können [102]. Eine Verringerung der Prozess temperatur reduziert zum einen die Oberflächenrauheit, aber gleichzeitig auch die Abscheidungsrate, da die Oberflächenmigration der Cluster bei steigender Temperatur zunimmt [101]. Zur Prozessoptimierung muss daher zwischen der Abscheidungsrate und den daraus resultierenden Oberflächeneigenschaften abgewogen werden.

3.3.2 Einstellen der Flankengeometrie in Siliziumdioxid

In der Mikroelektronik gibt es Bedarf an nicht vertikalen Seitenwänden in SiO_2 -Schichten. Vor allem bei der Fertigung von mikroelektromechanischen Systemen (MEMS) ist die Zuverlässigkeit ihrer Metallkontakte von der Abdeckung der Seitenwände mit dem Kontaktmaterial abhängig. Die meisten Metallabscheidungsmethoden haben dabei nur eine begrenzte Maßhaltigkeit bei zu steilen Seitenwänden [104].

SiO_2 gilt im Allgemeinen als schwierig zu ätzendes Material, weil es resistent gegenüber den meisten reaktiven chemischen Plasmastoffen ist. Daher ist ein rein chemischer Plasmaätzprozess für diese Anwendung nicht sinnvoll [105]. Zur Generierung flacher Strukturkanten im SiO_2 wird daher oft versucht das Profil eines abgeschrägten Fotolackes in die unterliegende Schicht zu übertragen, indem Ätzprozesse genutzt werden, bei denen die Ätzrate von Lackmaske und SiO_2 im Verhältnis 1:1 ist [106]. Methoden zur Herstellung abgeschrägter Fotolackprofile, wie z. B. die Mehrfachbelichtung oder das erneute Ausheizen nach der Fotolackentwicklung (Abbildung 3.7), haben sich bisher als nicht reproduzierbar genug erwiesen [103, 106]. Zudem ist es nicht möglich, Fotolacke als vergrabene Masken zu verwenden, weil sie einen erneuten PECVD-Prozess nicht unbeschädigt überstehen würden. Eine weitere Methode ist die Graustufenlithografie [107], aber die Kosten für die Graustufenmasken sind sehr viel höher als die von Standardmasken.

Unter bestimmten Prozessbedingungen kann es in einem anisotropen Ätzprozess zu gleichzeitiger isotroper Abscheidung eines Polymers kommen. Diese Methode basiert auf einem Gleichgewicht zwischen isotroper Polymerabscheidung und Materialätzung. Als Ergebnis dieses Gleichgewichts bildet sich auf der Oberseite, den Seitenwänden der Maske und den Seitenwänden des SiO_2 ein Polymerfilm mit einer bestimmten stationären Dicke. Die Polymerdicke auf der Oberseite der Maske bestimmt die Ätzselektivität, während die Polymerdicke auf den Seitenwänden die Strukturkantenneigung und die Seitenwandrauheit bestimmt [106, 108]. Diese Plasmaprozessbedingungen sind aber stark maschinenabhängig (Geometrie und Größe der Kammer, Abstand zur Probe etc.), sodass derartige Prozesse nur mit hohem zeitlichem Aufwand auf andere Ätzanlagen übertragen werden können.

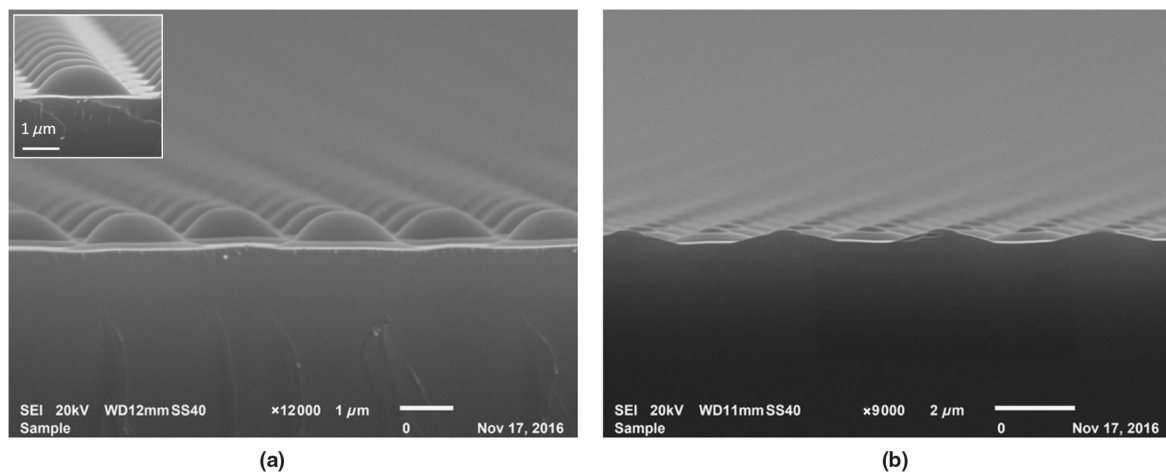


Abbildung 3.7: Änderung der Lackgeometrie durch erneutes Ausheizen des Lackes nach der Entwicklung und Ausheizung (kleines Bild) und Ätzung a) nach 90 s geätztes SiO_2 mit einer Maske aus AZ5214E und b) nach 180 s [103].

Für die Anwendung der 3D-Mikronormale im REM muss ein abgeflachtes Kantenprofil zur Höhenrekonstruktion vorhanden sein. Die Strukturgenerierung im SiO₂ ist für diese Anwendung riskant, da ein genügend flacher Winkel durch Anpassen der Prozessparameter nicht gewährleistet werden kann. Für die Anwendung der 3D-Mikronormale in der optischen Mikroskopie dagegen hat die Strukturierung von homogen abgeschiedenen SiO₂-Schichten sehr viele Vorteile, vor allem bezüglich der Ebenheit der Höhenebenen zueinander und der Möglichkeit vergrabene Maskierungs- und Ätzstoppschichten zu verwenden.

Trotzdem müssen die verschiedenen Eigenschaften und Herausforderungen von Trockenätzprozessen zum Strukturieren von SiO₂-Schichten berücksichtigt werden. Beim Ionenstrahlätzen muss beispielsweise beachtet werden, dass durch das reine mechanische Abtragen von Material und Maske die Selektivität zwischen ihnen gering ist und es damit nicht für größere Ätztiefen sinnvoll verwendet werden kann. Das klassische reaktive Ionenätzen kombiniert Eigenschaften vom chemischen Plasmaätzen und Ionenstrahlätzen, aber ist dabei deutlich materialspezifischer als das Ionenstrahlätzen. Zudem sind meisten reaktiven Ionenprozesse in ihrer Ätzrate inhomogen über den Wafer, sodass oft ein sogenanntes „Bully Eye“ Muster aus konzentrischen Ringen über den ganzen Wafer entsteht. Außerdem kann es zum „loading effect“ kommen. Das bedeutet, dass die Ätzrate von der Größe der zu ätzenden Substratfläche abhängt. Eine größere zu ätzende Fläche kann zur Verarmung der aktiven Reaktanten führen, was wiederum die Ätzrate reduziert [105]. Dieser Effekt führt ebenfalls zu einem inhomogenen Ätzergebnis, gerade dann, wenn unterschiedlich große Strukturen auf dem Wafer geätzt werden sollen. Dieser Effekt kann aber durch Designänderungen und Prozessparameteranpassungen reduziert werden [105].

Eine erweiterte Form des reaktiven Ionenätzens ist das induktiv gekoppelte Plasmaätzen (ICP). Dabei wird das Plasma in einem magnetischen Wechselfeld (P_{ICP}) erzeugt und die Reaktanten daraus mit einer zusätzlichen kapazitiven Leistungseinkopplung (P_{HF}) auf das Substrat gelenkt. Der Vorteil dabei ist eine hohe Plasmadichte bei niedrigem Prozessdruck, was zu einer hohen Ätzrate und durch die gelenkten Reaktanten zu einem homogeneren Ätzergebnis über den Wafer führt.

3.3.3 Strukturfertigung mit Silizium

Die Vorteile des Strukturierens von aufgebrachtem Material, dass bspw. die Z-Höhenhomogenität nur vom schichtauftragenden Prozess beeinflusst wird, sind beim Ätzen direkt in das Silizium nicht gegeben. Auch die Nutzung von vergrabenen Masken und Ätzstoppschichten zur Reduzierung von Oberflächenrauheiten ist nicht möglich. Allerdings lässt sich durch Parametervariationen eine sehr große Vielfalt von Ätzprofilen und Aspektverhältnissen erzielen, die beim Ätzen von SiO₂ nicht möglich sind. Daher ist beim Fertigen von Strukturen im Silizium in der Anwendung als 3D-Mikronormale nicht nur die Optimierung des Ätzprofils wichtig, sondern besonders auch die Rauheit der entstehenden Oberflächen. Ein Effekt beim Trockenätzen von Silizium ist die Bildung von sogenanntem „Silizium-Grass“ oder auch „schwarzem Silizium“ [109]. Dabei können sich durch verschiedenen Kontaminationsquellen kleine Mikromasken bilden, die dann zu sehr rauen Oberflächen führen können wie in Abbildung 3.8 dargestellt. Bei maskenlosen Ätzprozessen wird die Rauheit im Allgemeinen als intrinsische Instabilität der Ätzfront behandelt, die auf die Umverteilung der Ätzgas-Radikale zurückzuführen ist, oder direkt durch die Ionen induziert wird, die den Ätzprozess unterstützen [110,111]. Als Kontaminationsquellen für Mikromaskierungen werden Verunreinigung durch O₂ oder Aluminium aus der Ätzkammer beobachtet [112]. Im Falle von schwarzem Silizium bildet sich Silizium-Mikrogras in einer passivierenden anisotropen Ätzung aufgrund eines empfindlichen Gleichgewichts zwischen

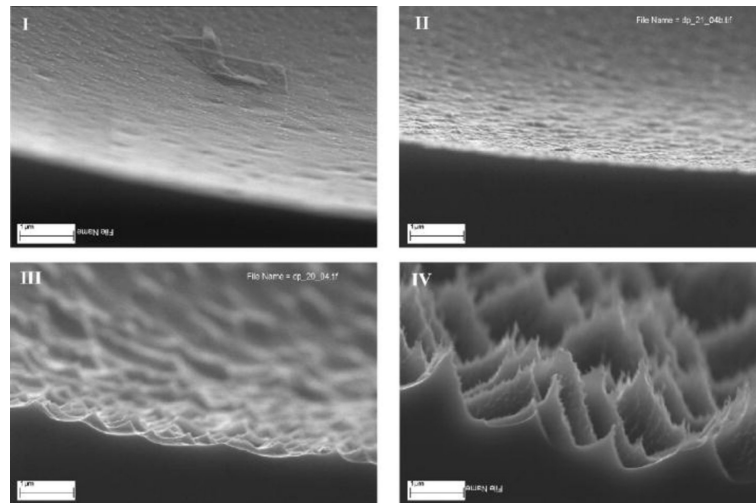


Abbildung 3.8: Charakteristische Oberflächenrauheiten beim Trockenätzen von Si. Typ I ist die nahezu glatte Oberfläche. Typ II hat eine sehr feinkörnige Rauheit mit geringer Amplitude. Typ III hat eine höhere Amplitude und eine wellenförmige Oberflächenmorphologie. Typ IV ist die Rauheit mit hoher Amplitude, die durch gerade Seitenwände und gekrümmte Täler gekennzeichnet ist. [110].

Mikromaske, Ionenfluss und -energie sowie Oberflächenpassivierung [109]. Beim Ätzen mit Maskierungsmaterial zeigt sich, dass besonders Maskierungen aus Fotolacken die Rauheit der Oberflächen stark erhöhen können [97]. Für die Herstellung der 3D-Mikronormale muss daher sichergestellt werden, dass derartige Oberflächenrauheiten in den Ätzprozessen nicht auftreten, um eine Stufenhöhenauswertung zu gewährleisten.

Auch die Art der Dotierung des Silizium-Wafers kann einen Einfluss auf den Ätzprozess haben. So hat ein n-Typ Silizium, mit Phosphor oder Arsen dotiert, eine höhere Ätzrate als undotiertes Si. Dies ist kein chemischer Effekt, sondern von den elektrischen Eigenschaften des Siliziums abhängig, da er nur bei elektrischer Aktivierung der Dotierstoffe nachgewiesen werden kann [113]. Eine detaillierte Studie über den Dotierungseffekt bei Silizium wurde von Winters und Haaren veröffentlicht [114]. Im Allgemeinen wird Silizium in Trockenätzprozessen mit halogenbasierten Ätzgasen (Fluor (F), Chlor (Cl) und Brom (Br)) geätzt, wobei oft fluorbasierte Gase verwendet werden, weil diese den Vorteil haben, dass sie in den meisten gängigen Ionenätzsystemen verwendet werden können [97, 115]. F-basierte Plasmen werden im Allgemeinen für isotropes Ätzen verwendet, Cl- und Br-basierte Plasmen wie Chlorid (Cl_2) werden in erster Linie verwendet, um anisotrope Ätzprofile zu erzielen [116]. Die F-Atome im Plasma werden durch Elektronenstoßdissoziationen gebildet, deshalb reagieren sie mit dem Oberflächen-Silizium und bilden SiF_4 [117, 118]. Es entstehen jedoch auch erhebliche Mengen an SiF_2 und SiF_3 als primäre und nachfolgende Ätzprodukte. Obwohl verschiedene fluorierte Gase wie Tetrafluormethan (CF_4), Fluoroform (CHF_3), Stickstofftrifluorid (NF_3), Bortrifluorid (BF_3) usw. verwendet werden, ist Schwefelhexafluorid (SF_6) aufgrund seiner höheren Ätzrate und seiner Inertheit besonders nützlich. SF_6 enthält außerdem keine Kohlenstoff- und Wasserstoffatome und hat daher den Vorteil, dass keine Kohlenwasserstoff- Nebenprodukte entstehen, die sehr schnell entzündlich sind [97, 119]. Die genaue chemische Reaktion, die beim Ätzen von Silizium mit fluoriertem Plasma abläuft, ist aber noch immer nicht vollständig geklärt und Gegenstand einiger Diskussionen [120, 121].

3.3.4 Einstellen der Flankengeometrie von Silizium

Bei den meisten Anwendungen von trocken geätztem Silizium wird der Prozess auf ein anisotropes Ätzen von Strukturen mit hohem Aspektverhältnis optimiert [123]. Aber es existieren auch einige wenige Anwendungen für flachere Flankenprofile. Beispielsweise kann ein konisches Profil in Kombination mit einem Rückseitenreflektor für den Lichteinfang verwendet werden, um die Energieumwandlungseffizienz einer Solarzelle zu verbessern. Weiterhin kann so die Verwendung eines dünneren Absorbermaterials ermöglicht werden, um gleichzeitig eine akzeptable Energieeffizienz zu erhalten [123].

Für anisotrope Prozess wird meist eine von Laermer und Schilp entwickelte Methode, der sogenannte "Bosch-Prozess" verwendet. Das ist ein Raumtemperaturverfahren, das auf einer kontinuierlichen Abfolge von Passivierungs- und Ätzschritten basiert und damit Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis erzielt [124]. Mit einem anisotropen Trockenätzprozess kann ein Flankenwinkel $<90^\circ$ nur mit einer entsprechend abgeschrägten Ätzmaskierung durch eine Graustufenmaske oder Doppelbelichtung des Fotolackes erreicht werden. Dies ist aber wie in Unterabschnitt 3.3.2 beschrieben, kostenintensiv oder wenig reproduzierbar [123].

Auch kann beim Trockenätzen mit Gaswechseln ein verjüngtes Profil erzeugt werden, indem nach einer bestimmten Anzahl von Bosch-Standardprozesszyklen ein SF_6 -Ätzschritt hinzugefügt wird. Dieses Verfahren führt jedoch zu einer schalenförmigen Seitenwand wie in Abbildung 3.9) gezeigt ist [122]. Saffih et al. haben zudem gezeigt, dass es möglich ist, ein vertikales Ätzprofil durch einen weiteren anisotropen Ätzschritt ohne Maskierung in ein konischeres Profil umzuwandeln. Dabei werden Flankenwinkel von 76° erreicht. Allerdings war die Oberseite des Silizium durch das maskenlose Ätzen sehr rau [123]. In einem zweiten Versuch konnte in einem nicht umschaltenden Pseudo-Bosch-Prozess, bei dem Ätz- und Passivierungsgase in einem Ätzschritt verwendet werden, ein Flankenwinkel von 51° erreicht werden. Aber die Oberfläche war aufgrund der überschüssigen Bildung von Fluorkohlenstoffpolymeren als Inhibitor wie in Abbildung 3.10) zu sehen extrem rau [123].

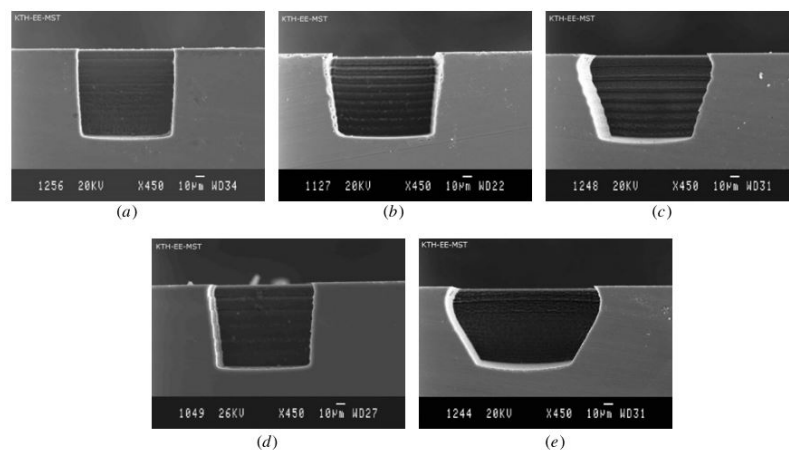


Abbildung 3.9: REM-Aufnahmen von 100 µm breiten Gräben mit unterschiedlichen Seitenwandwinkeln. (a) 3° , 13 Bosch-Zyklen vor einer isotropen Ätzung von 15 s. (b) 8° , 13 Zyklen/30 s isotropes Ätzen. (c) 18° , 13 Zyklen/60 s isotropes Ätzen. (d) 5° , 21 Zyklen/30 s isotropes Ätzen. (e) 30° , 5 Zyklen/60 s isotropes Ätzen. [122]

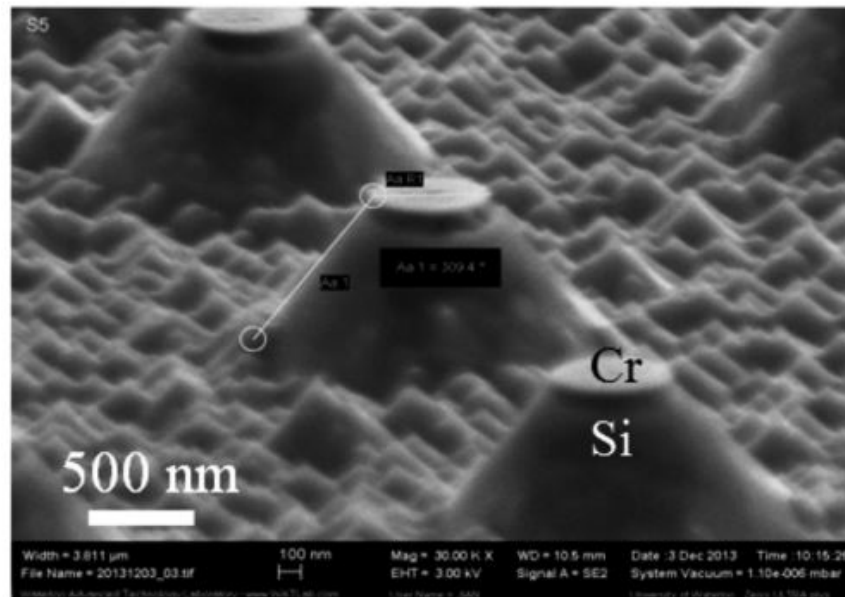


Abbildung 3.10: Reduzierung des Strukturwinkels bei gleichzeitig sehr rauer Oberfläche [123].

Eine weitere Methode besteht darin, die latente Erosion der Ätzmaske zu nutzen, die zu einer allmählichen Schrumpfung der Maskenstruktur führt [125]. Diese Methode erfordert eine geringe Ätzselektivität zwischen der Maske und dem zu ätzenden Material, so dass eine dicke Maske erforderlich wäre, um eine hohe Struktur in die Zielschicht zu ätzen [123].

Beim nasschemischen Ätzen, wie in Abschnitt 3.2 erläutert, können die unterschiedlichen Ätzraten der Kristallebenen von Silizium ausgenutzt werden, um für $\langle 100 \rangle$ Silizium einen Winkel von $54,7^\circ$ zu erreichen. Dieser Winkel kann aber im Gegensatz zum Trockenätzen nicht anhand von Prozessparametern verändert werden.

Denn durch die Anpassung der Prozessparameter kann auch ein stark isotroper Ätzprozess erzeugt werden. Beispielsweise führt das Ätzen von Silizium in fluorbasierten Plasmen wie SF_6 , CF_4 , SiF_4 , NF_3 , XeF_2 oder F_2 , normalerweise zu einem starken Unterätzen der Maske [97].

Zusätzlich kann der Flankenwinkel noch durch die Zugabe von O_2 zum fluorbasierten Ätzgas bei Durchflussraten von 2-10 sccm um 10° verändert werden [109, 122, 126]. Wird O_2 -Gas dem SF_6 -Plasma hinzugefügt entstehen O-Radikale, die die F-Atomdichte erhöhen, da die Rekombinationsreaktion von SF_6 reduziert wird. Die F-Atomdichte steigt auf ein Maximum und sinkt dann aufgrund der Verdünnung des Gases wieder ab [117, 118]. Ähnlich verhält sich auch die Ätzrate von Si. Mit steigendem F-Atom Gehalt steigt sie und fällt bei Reduzierung der freien F-Atome und eines wachsenden $\text{Si}_x\text{O}_y\text{F}_z$ -Films wieder ab [117].

Dieser Effekt ist nicht nur auf SF_6 -haltige Plasmagase beschränkt, sondern kann auch bei anderen fluorhaltigen Gasen wie beispielsweise CF_4 beobachtet werden. Ein großer Unterschied besteht aber zum SF_6 darin, dass sich im Gegensatz zum C_xF_y -Film in der CF_4 -Chemie aufgrund seiner hohen Flüchtigkeit bei Raumtemperatur kein passivierender S_xF_y -Film bildet. Ein steigender Kammerdruck in der Ätzanlage führt zu einer Verringerung der mittleren freien Weglänge der Ionen im Plasma, was zu einem Verlust der Richtungsabhängigkeit und damit zu einer isotroperen Ätzung und gleichzeitig

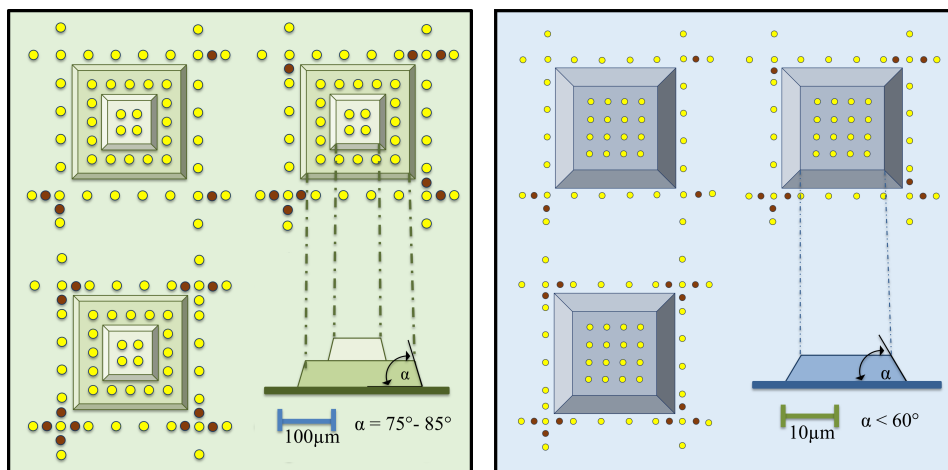
einer Erhöhung der Ätzrate führen kann [117].

Wird dagegen die Temperatur der Probe verringert oder kryogenes Trockenätzen genutzt, wird die Reaktionswahrscheinlichkeit der Radikalen, also dem chemischen Beitrag des Ätzprozesses mit dem Silizium reduziert, was zu einem deutlich anisotroperen Prozess führt [117].

Die Herstellung von Strukturen im Silizium mit genügend flachen Strukturwinkeln für die Höhenrekonstruktion im REM über die Anpassung der Prozessparameter ist vielversprechend. Allerdings birgt diese Herstellungsweise das Risiko von rauen Oberflächen und globalen Inhomogenitäten der Äztiefen über den Wafer. Dies hat auf die kleineren Messfeldgrößen bei der Anwendung im REM weniger starke Auswirkungen wie für die Messfeldgrößen bei der Anwendung in der optischen Mikroskopie. Die Strukturen sollen bis zu 2000 μm lang sein, deswegen muss die lokale Äztiefe auch in dieser Größenordnung homogen sein. Aufgrund der unterschiedlichen Anforderungen und der Vor- und Nachteile der bisher diskutierten Herstellungsprozesse werden im Rahmen der vorliegenden Arbeit zwei verschiedene Herstellungsprozesse für die Strukturhöhen untersucht. 3D-Mikronormale für die optischen Mikroskopie werden aus aufgetragenen SiO_2 -Schichten strukturiert, während für die Anwendung im REM das Silizium direkt in einem möglichst flachen Winkel geätzt werden soll.

4 Auswahl von Fertigungsmethoden und Design der 3D-Mikronormale

Wie 1D- und 2D-Normale müssen auch Strukturen, zum Einsatz in der 3D-Kalibrierung dimensioneller Messgeräte, bestimmte Anforderungen erfüllen. Diese variieren je nach Messverfahren. Gleichzeitig schränken auch die möglichen Fertigungsmethoden das Design der Kalibrierungsartefakte ein. Die Anforderungen der Messmethoden und die Möglichkeiten der Herstellung müssen weiterhin unter den Aspekten der Übertragbarkeit auf die industrielle Produktion und der Kosten- und Aufwandseffizienz abgewogen werden. Obwohl die aktuellen Forschungsanstrengungen viele wissenschaftlich relevante Methoden hervorbringen, sind diese im industriellen Maßstab oft nicht oder nur mit zeitaufwändiger Handarbeit anwendbar. Ziel ist es, ein möglichst einfaches, massenproduktionstaugliches und leicht reproduzierbares Herstellungsverfahren zu entwickeln, mit dem 3D-Mikronormale produziert werden können, die den Anforderungen der jeweiligen Messgeräte genügen. Weil es nicht möglich ist, ein 3D-Mikronormal herzustellen, das alle Anforderungen aller dimensionellen Messmethoden gleichzeitig erfüllt, werden zunächst zwei verschiedene Standards für die optische Mikroskopie und für das REM entwickelt. In Abbildung 4.1 a) ist einmal das zweistufige Design eines 4er-Arrays von Pyramidenstrukturen für die Anwendung in der optischen Mikroskopie und in b) für das REM als einstufiges Design dargestellt. Für jede Strukturkomponente der Kalibrierartefakte wird das geeignete Design und Herstellungsprozess basierend auf den bisherigen Erfahrungen der point electronic GmbH mit 3D-Kalibrierstrukturen ausgewählt [5]. In den folgenden Abschnitten werden zunächst die allgemeinen Anforderungen skizziert, die prinzipiell für 3D-Mikronormale gelten sollten. Die Spezifikationen der Normale für die optischen Mikroskopie und das REM werden dann in den folgenden Abschnitten diskutiert.



a) 3D-Mikronormal zur Anwendung in optischen Mikroskopen.

b) 3D-Mikronormal zur Anwendung im REM.

Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der geplanten 3D-Mikronormale.

4.1 Allgemeine Vorgaben an Designelemente von 3D-Mikronormalen

Nach der VDI 2656-Blatt 1 bestehen 3D-Normale aus einfachen geometrischen Körpern auf einem Substrat und enthalten Referenzpunkte auf allen Strukturebenen [10]. Für die 3D-Kalibrierung ist essenziell, dass die Referenzpunkte auf verschiedenen Z-Höhen und lateral über das Strukturvolumen verteilt sind. Das 3D-Mikronormal muss also mindestens eine Höhenstufe und Referenzpunkte auf allen Ebenen enthalten. Weiterhin muss das 3D-Mikronormal das Messvolumen der zu kalibrierenden Messgeräten ausfüllen. Folglich müssen die Herstellungsprozesse der Trägerstruktur und der Referenzpunkte lateral und vertikal so skalierbar sein, dass die unterschiedlichen Vergrößerungen der Mikroskope durch unterschiedlich große 3D-Mikronormale abgedeckt werden können. Gleichzeitig wird die maximale Höhe aber durch den maximalen Z-Höhenbereich von SPM und Tastschnittgeräten begrenzt, da eine rückgeführte Referenzmessung der Z-Höhen des 3D-Mikronormal zwingend notwendig für eine Eignung als Kalibrierartefakt ist. Das metrologische-AFM (metrological large range AFM - met. LR-AFM) der PTB Braunschweig hat beispielsweise ein Messvolumen von $25 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$ (X,Y,Z) [49, 51].

Aus den Erfahrungen und Normen von Stufenhöhennormalen ist bekannt, dass zur Kalibrierung der Z-Höhe sowohl für taktile als auch optische Messmethoden die Höhenebenen möglichst plan und parallel zueinander sein müssen [10]. Die Variation der Schichtdicke, des arithmetischen Mittelrauwerts und der lokalen Welligkeit des Substrates müssen kleiner zwei Prozent der Schichtdicke sein [12, 36]. Für eine Höhenstufe von $1 \mu\text{m}$ dürfte die Schicht folglich nicht mehr als 20 nm in der Z-Höhe variieren. Die DIN 32567-4 weist darauf hin, dass an den Kalibrierstrukturen an denen taktile Referenzmessungen durchgeführt wurden, keine optischen Messungen an derselben Stelle durchgeführt werden sollten [37]. Deshalb wird auf dem Kalibrierartefaktchip in der Nähe der Pyramidenstrukturen eine weitere Struktur für die taktilen Referenzmessungen in das Design integriert. Diese sind in Abbildung 4.4 in Unterabschnitt 4.2.2 dargestellt. Die bei den 3D-Normalen verwendete Kalibrierstrategie basiert auf dem Vergleich der gemessenen Referenzpunktkoordinaten mit den referenzierten Koordinaten. Die Genauigkeit dieser Strategie hängt damit zu großen Teilen von der Genauigkeit der Bestimmung der Referenzpunktkoordinaten ab. Deswegen müssen die Referenzpunkte eindeutig von REM, SPM und optischen Mikroskopen registrierbare geometrische Strukturen sein [16]. Bei der Entwicklung der FIB-3D-Normale wurden von Ritter verschiedene Referenzpunktgeometrien wie Kreise, Ringe und Quadrate in unterschiedlichen Größen hergestellt und getestet. Dazu wurden auch Analysen bezüglich der Bildauswertung unter dem Aspekt von mehr oder weniger viel Rauschen in den Höhenwerten unternommen. Diese zeigten, dass kreisförmige und ringförmige Referenzpunkte ähnlich genaue Ergebnisse liefern [16]. Die aktuelle Auswerte-Software kann mit verschiedenen Arten von Markern arbeiten, ist invariant gegenüber umgekehrten Kontrasten und berücksichtigt sowohl ringförmige oder kreisförmige Marker als auch vertiefte oder vorspringende Strukturen [50]. Zudem enthält jede Pyramide vier spezielle Eckstrukturen aus Referenzmarkern, die in einem Code angeordnet sind (dunkel markiert in Abbildung 4.1). So ist jede Pyramide des 4er-Arrays eindeutig identifizierbar und die eventuelle Rotation des Arrays ist ebenso für den Benutzer aber auch für eine Automatisierung erkennbar. Deswegen werden auch in dieser Arbeit kreisförmige Referenzpunkte verwendet, die mit dem Liftoff-Prozess (Abschnitt 3.1) aus verschiedenen Materialien und reproduzierbar in verschiedenen Größen hergestellt werden können. Diese Referenzpunkte werden im Folgenden als Marker bezeichnet.

Zum besseren Auffinden der Kalibrierstrukturen auf dem Chip wird das 4er-Array mit einem Rahmen und Findestrukturen (parallele Linien und Pfeile) umgeben [16]. Zudem werden in den Ecken Re-

gistrirmarken verwendet durch die eine automatisierte Ausrichtung der Struktur erfolgen kann [8]. Die verwendeten Materialien werden entsprechend der Messmethode ausgewählt. Dabei wird aber die VDI 2656 und die DIN 32567-1:2015 beachtet. Diese sagt aus, dass das Normal aus möglichst homogenem Material bestehen sollte, da es bei unterschiedlichen Materialien auf den Ebenen zu ungewollten Wechselwirkungen kommen kann, die die Höhenauswertung beeinflussen können [10,36]. Die Probenbezeichnung wird aus der Grundbezeichnung (Pyramidennormal-PN), der Anwendungsart (optische Mikroskope-OM; REM-REM), dem Herstellungsort (Labor-L; Industrie-I) und weiteren Eigenschaften wie Chipart, Basisstrukturgröße, Markerart/größe etc. zusammengesetzt. Im Anhang A.1 ist die vollständige Tabelle A.1 zur Übersicht abgebildet.

4.2 3D-Mikronormale für optische Mikroskope

Für die 3D-Kalibrierstrukturen zur Anwendung in optischen Mikroskopen ist vor allem die laterale und vertikale Hochskalierung der Strukturen sehr wichtig. Aktuell verfügbare FIB-3D-Normale sind in den XY-Abmessungen eines 4er-Array von $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ bis $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ verfügbar. In Abbildung 4.2 a) ist eine Pyramide des $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ Array der FIB-gefertigten Strukturen mit einem konfokalen Mikroskop (Olympus LEXT OLS4100) mit 100x-Objektiv als Intensitätsbild sowie als Schnitt durch alle Höhenebenen gezeigt. Wobei die ringförmigen Referenzpunkte kaum detektierbar sind. Verglichen mit der im waferbasierten Prozess hergestellten Struktur mit gleichen Kantenlängen aber um 400 nm größeren Markern, sind diese bei gleichen Messbedingungen besser aufzulösen. Für eine

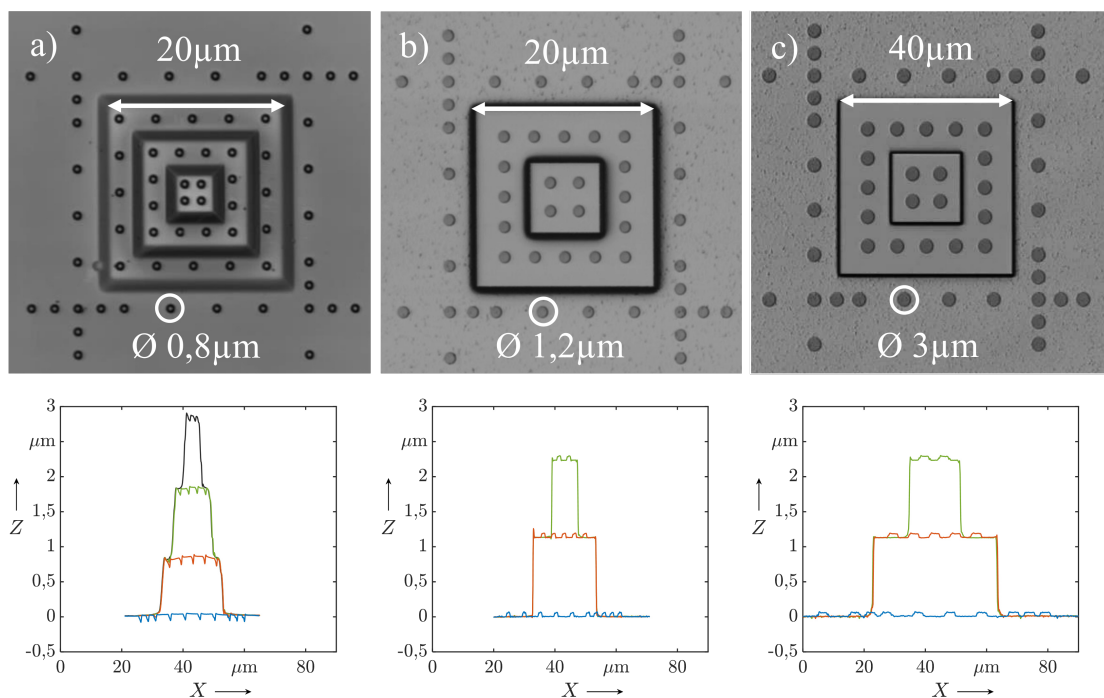
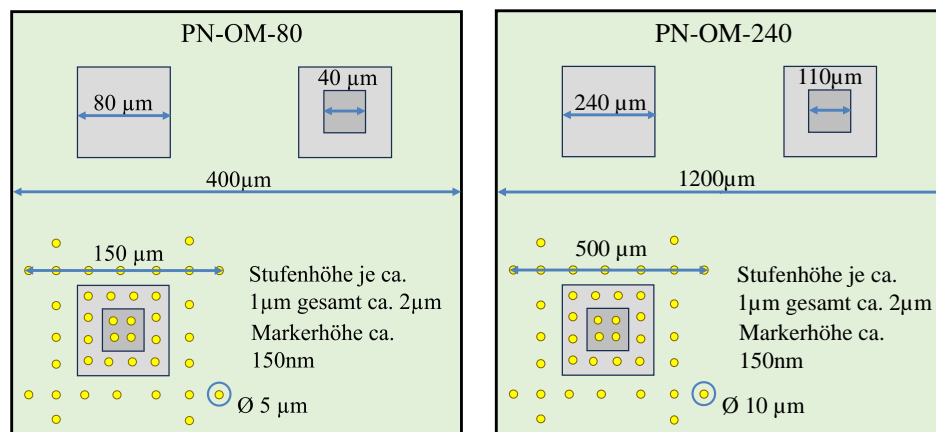


Abbildung 4.2: Aufnahmen mit einem Konfokalmikroskop von a) einer FIB-gefertigten mmc80 Struktur (100x, z3) b) einer waferbasiert hergestellten PN-20 Struktur (100x z3) c) einer waferbasiert hergestellten PN-40 Struktur (100x z1.3).

Tabelle 4.1: Ergebnisse der Recherche bzgl. Messfeldgrößen der verschiedenen Objektive von optischen Mikroskopen und Abdeckung durch die beiden PN-OM-Strukturgrößen

Objektiv	mittl. Messfeld in μm	PN-OM-80		PN-OM-240	
		1 Pyramide 150 μm -200 μm	4er Array 330 μm -400 μm	1 Pyramide 500 μm -600 μm	4er Array 1050 μm -1200 μm
10x	1437 \pm 232	-	-	-	+
20x	710 \pm 106	-	+	+	-
50x	283 \pm 44	+	-	-	-
100x	133 \pm 12	o	-	-	-

reproduzierbare Kalibrierung ist die Größe aber aufgrund der auftretenden Batwings (Abschnitt 2.3) noch nicht ausreichend (Abbildung 4.2 b)). In Abbildung 4.2 c) ist die gleiche Struktur mit 40 μm Kantenlänge und 3 μm großen Markern dargestellt. Dies sind für dieses Mikroskop und Objektiv die minimalen Größen, bei der die Marker für eine Kalibration ausreichend gut detektierbar sind. Für die Detektion mit der Auswertungs-Software von point electronic GmbH, müssen die Marker mit mindestens neun Pixeln abgebildet werden, einen guten Kontrast zum Untergrund aufzeigen und eine kreisförmige Geometrie haben. Es gibt auf dem Markt viele verschiedene Geräte unterschiedlicher Hersteller, die sich bzgl. der Messfeldgröße, numerischer Apertur der Objektive, Laserwellenlänge, Zoom-Stufen und weiteren Eigenschaften unterscheiden. Daher ist es nicht möglich mit nur einer Kalibrierstrukturgröße alle Vergrößerungen und alle Messfelder abzudecken. In Zusammenarbeit mit der point electronic GmbH und den Kollegen A. Felgner und T. Dziomba der PTB Braunschweig wurde daher eine Übersicht verfügbarer optischer Mikroskope und ihrer Eigenschaften erstellt, um bei der Größenauswahl möglichst viele Geräte und Objektive abdecken zu können. In die Übersicht wurden von fünf Herstellern sechs konfokale Mikroskope, acht interferometrische Mikroskope und zwei Geräte mit Fokusvariation aufgenommen. In Tabelle 4.1 sind die aus der Recherche ermittelten



a) Aufbau der Struktur PN-OM-80.

b) Aufbau der Struktur PN-OM-240.

Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau der beiden Strukturgrößen des 3D-Mikronormals zur Anwendung in optischen Mikroskopen.

Messfeldbereiche der verschiedenen Objektive angegeben. Daraus wurden zwei Größen an 3D-Mikronormalen entwickelt (Abbildung 4.3) die in den folgenden Abschnitten näher beschrieben werden.

4.2.1 3D-Mikronormal-Design

Für die Kalibrierung mit der Software von point electronic GmbH, muss entweder das gesamte 4er-Array oder eine einzelne Pyramide im Messfeld vollständig abgebildet werden. Daher werden vorerst zwei Strukturgrößen gewählt, mit denen möglichst viele Vergrößerungen mit entweder einer Pyramide oder dem gesamten 4er-Array abgedeckt werden können. Die Struktur PN-OM-80 hat eine Basiskantenlänge von 80 µm und die zweite Stufe hat eine Kantenlänge von 40 µm. Zusammen mit dem Markermuster (Durchmesser: 5 µm) ergibt sich so der Messbereich einer Pyramide von 150 µm-200 µm und eines 4er-Arrays von 330-400 µm (siehe Abbildung 4.3). Die zweite größere Struktur PN-OM-240 hat eine Basiskantenlänge von 240 µm und ihre zweite Stufe eine Kantenlänge von 110 µm. Mit dem Markermuster (Durchmesser: 10 µm) entsteht ein Messbereich mit einer Pyramide von 500 µm-600 µm und einer mit dem 4er-Array von 1050 µm-2000 µm. Damit können die Messbereiche vieler Geräte mit 10x, 20x und 50x -Vergrößerungen abgedeckt werden, in einigen Einzelfällen auch das 100x-Vergrößerung mit einer einzelnen PN-OM-80-Pyramide. Die angegebenen Markerdurchmesser von 5 µm und 10 µm stellen bezogen auf die Gesamtgröße der Messfelder eines 4er-Arrays den minimalen Durchmesser dar, damit die Auswerte-Software reproduzierbare Ergebnisse liefern kann. Es ist möglich, die Markerdurchmesser weiter zu vergrößern. Allerdings werden der Skalierung durch die nötigen minimalen Abstände zueinander und zu den Strukturkanten Grenzen gesetzt. Zudem kann die Pixelgröße der optischen Mikroskope je nach Detektor recht unterschiedlich sein, aber bei den meisten Geräten ist es möglich die Pixelanzahl beim Messvorgang im Bereich zwischen 512 x 512 Pixeln und 2048 x 2048 Pixeln einzustellen, um die Marker passend auflösen zu können. Die minimale Markerhöhen bzw. -tiefen werden durch die Gesamthöhe der Stufen festgelegt, da durch die Software des Projektpartners zur Auswertung der Markerhöhen eine minimale Graustufendifferenz vorgegeben wurde. Die minimale Markerhöhe M_H berechnet sich für eine 8 bit Graustufenauflösung zu:

$$\min. M_H = \frac{S_H * 10}{256}, \quad (4.2.1)$$

mit S_H als Gesamtstrukturhöhe und einem Grauwertbereich von mindestens 10. Für eine zweistufige Pyramide mit einer Gesamthöhe von 2 µm würde sich so eine Mindesthöhe der Marker von 78 nm ergeben.

Xie et al. haben für konfokale und interferometrische Mikroskope gezeigt, dass die Ausprägung der sogenannten „Batwing“-Überschwinger an quasisenkrechten Kanten durch das Strukturhöhen zu Wellenlängen-Verhältnis beschrieben werden kann [127]. Zusätzlich werden die Überschwinger auch von der NA der Objektive und der Ausrichtung der Proben zur optischen Achse des Objektivs beeinflusst. Auch Probeneigenschaften wie Homogenität, Oberflächenrauheit und Steilheit der Kanten können die Überschwinger erzeugen [127]. Die Wellenlängen und Optiken der Geräte am Markt haben eine große Vielfalt, daher ist es nicht möglich das Problem der Überschwinger an den Kanten für jedes Gerät durch die Strukturhöhenanpassung der Normale zu reduzieren. Daher werden die Überschwinger als gegebenes Messartefakt angenommen und nur bei der Platzierung der Marker mit einem Mindestabstand von den Strukturkanten entfernt berücksichtigt.

4.2.2 Chip- und Waferdesign

Die Größe der einzelnen Chips aus Silizium wird durch das Abwägen der Handlingsicherheit gegenüber der Maximierung der Anzahl von Chips auf einem Wafer ausgewählt. Bei kleinen Chipgrößen erhöht sich die Wahrscheinlichkeit der Zerstörung durch Fallenlassen oder Zerkratzen mit einer Pinzette beim Reinigen nach dem Sägen, aber auch beim Aufkleben der einzelnen Chips auf Trägerplättchen, die für die einfachere Handhabung des Endnutzers gedacht sind. Eine Mindestgröße von $5 \times 5 \text{ mm}^2$ hat sich bei manueller Handhabung als vorteilhaft erwiesen.

Bei dem Chip- und Waferdesign wird zwischen der Laborfertigung und der späteren kommerziellen Fertigung des 3D-Mikronormals unterschieden. Im kommerziellen 3D-Mikronormal-Design wird ein 4er-Array der Pyramidenstrukturen in der Mitte des Chips platziert (siehe Abbildung 4.4). Um das Array herum wird eine Rahmen-Struktur platziert, die entsprechend den Strukturhöhen der Pyramidenstufen gefertigt wird, und somit bspw. für taktile Referenzmessungen in der Nähe des Struktur-Arrays genutzt werden kann, wie in DIN 32567-4 empfohlen wird [37].

Damit der Endnutzer auch bei kleinen Vergrößerungen das Pyramiden-Array schnell und einfach finden kann, werden um den Rahmen herum vier Pfeile als Findestrukturen positioniert, die auf das 4er-Array verweisen. In den Ecken außerhalb des Pfeilbereichs werden Registriermarken verteilt, durch die sowohl eine automatisierte als auch händische Ausrichtung der Struktur erfolgen kann [8]. An den oberen und unteren Kanten des Chips wird ein Querschnitts-Streifenmuster platziert, das in den gleichen Abmaßen, wie die Pyramidenstruktur hergestellt wird. Damit können über eine Querschnitts-Präparation die Strukturwinkel und Schichthöhen überwacht werden und zudem bietet es einen zusätzlichen Bereich für taktile Referenzmessungen. Diese Streifen werden nicht an allen vier Seiten des Chips platziert, weil die Chips, unabhängig von der Herstellungsart, im letzten Schritt auf einen Trägerplättchen aufgebracht werden sollen und die Handhabung mit der Pinzette an den Seiten zu Schäden an den Strukturen führen.

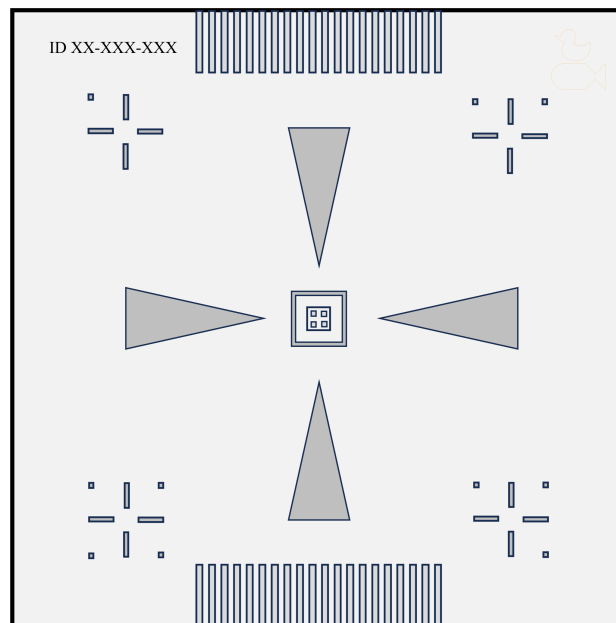
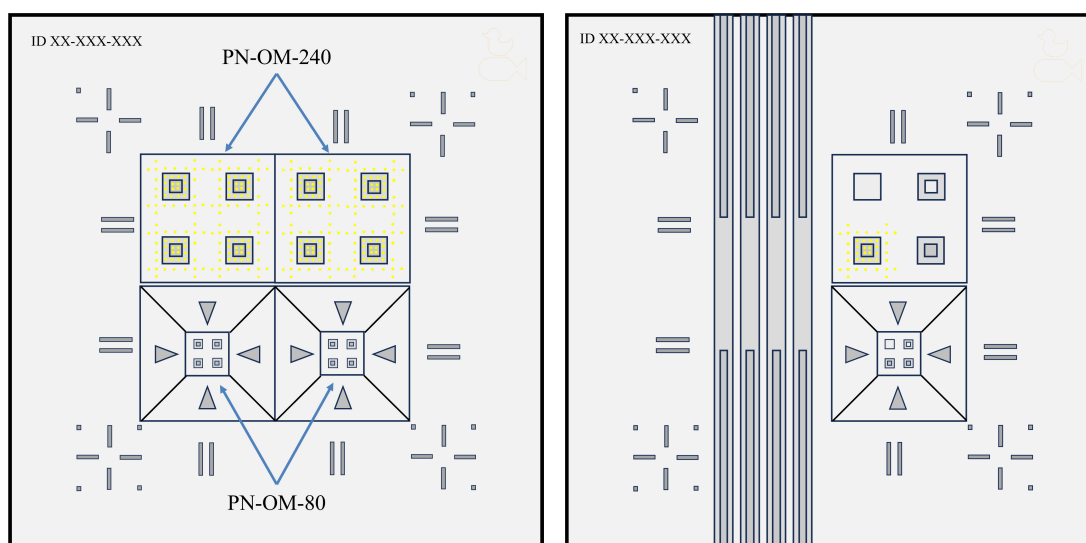


Abbildung 4.4: Schematischer Aufbau des 3D-Mikronormal-Designs.



a) Aufbau des Strukturchips mit den PN-OM-80 und PN-OM-240 Strukturen
 b) Aufbau des Testchips mit den Querschnittsstreifen und den Hauptprozessschritten.

Abbildung 4.5: Schematischer Aufbau des Chipdesigns für die Optimierung der Laborfertigung.

Eine der Hauptaufgaben dieser Arbeit ist die Entwicklung und Optimierung der Herstellungsprozesse. Gerade in der Laborfertigung werden einzelne Wafer in Handarbeit mit vielen, teilweise zeitaufwändigen Prozessschritten hergestellt (Unterabschnitt 4.2.3). Deswegen ist es von Vorteil, möglichst viele Aspekte, wie laterale Skalierbarkeit der Strukturgrößen und Teststrukturen zur Analyse und Prozessüberwachung, auf einem Chip bzw. Wafer zu vereinen. Das Design der laborgefertigten Strukturen wird daher in zwei Chip-Arten aufgeteilt (Abbildung 4.5). Der Strukturchip in a) ähnelt in gewissen Punkten dem 3D-Mikronormal-Chipdesign, mit Rahmen, Findestrukturen und Registriermarken. Aber es wird nicht nur ein 4er-Array einer Größe in der Mitte platziert, sondern jeweils zwei 4er-Arrays beider in Abschnitt 4.2 beschriebenen Größen. So wird durch mögliche Verunreinigungen oder Pinzettenschäden nicht gleich der ganze Chip unbrauchbar und es können in den Analysen Vergleiche über alle Strukturen auf einem Chip gezogen werden. So kann eine bessere statistische Grundlage für mögliche, nötige Prozess- oder Designänderungen geschaffen werden. Die Testchips in b) werden dagegen vor allem zur Überwachung und Optimierung der Herstellungsparameter genutzt. Wie in Abbildung 4.5b) zu sehen, werden die 4er-Arrays beider Größen in die Hauptprozessschritte (Belichtungs- und Ätzschritte) unterteilt, die im folgenden Abschnitt näher erläutert werden. So können bei möglichen Problemstellungen die verursachenden Prozessschritte eingegrenzt werden, was die Zeit der Fehlersuche und -behebung verkürzt. Im restlichen Teil des Chips sind Querschnittsbalken mit den Abmaßen der Pyramidenstrukturen platziert, anhand derer die Ausrichtung der Stufenebenen zueinander, Strukturwinkel, Schichthöhen und Schichtabdeckung untersucht werden können. In der Laborherstellung werden 3“-Silizium-Wafer verwendet, um eine Kompatibilität mit vorhandenen Anlagen zu gewährleisten. So können auf dem Wafer 81 $5 \times 5 \text{ m}^2$ große Chips in einem 9×9 quadratischem Muster verteilt werden (Abbildung 7.2 in Kapitel 7). Neun Testchips werden auf die Außenkanten und die Mitte des Wafers verteilt um mögliche Inhomogenitäten, die bei dem Schichtauftrag und den Ätzprozessen im Randbereich des Wafers auftreten können, überwachen zu

können. Die restlichen 72 Chips sind vom Design her identische Strukturchips, bei denen über den ganzen Wafer die Größe der lateralen und vertikalen Abweichungen von den Sollgrößen analysiert werden sollen.

4.2.3 Auswahl der Herstellungsprozesse

Die 3D-Mikronormale für optische Mikroskope sollen einen vertikalen Höhenbereich von mehreren Mikrometern abdecken und es soll möglich sein sowohl die Stufenanzahl als auch die Stufenhöhe je nach Anwendung variabel gestalten zu können. Zudem müssen die Höhenebenen eine konstante Schichtdicke und einen arithmetischen Mittenrauwert mit Schwankungen unter 2 % haben [12]. Die Höhenauflösung des in dieser Arbeit genutzten konfokalen Mikroskops (Olympus LEXT OLS4100 [128]) liegt im Bereich von 10 nm. Daher ist das Ziel, die Abweichungen der Ebenenhöhen unter diesem Schwellwert zu begrenzen, um die Höhenmessung nicht durch die Ebenheitsabweichungen des Normals negativ zu beeinflussen. Die Strukturierung eines auf das Substrat aufgetragenen Materials hat den Vorteil, dass die Höhe der aufgetragenen Schicht nur durch die Homogenität des auftragenden Prozesses beeinflusst wird und die weitere Prozessierung, also vor allem die Strukturierung kaum oder keinen Einfluss auf die Strukturstufenhöhen hat. Der Ätzprozess kann bei entsprechender Selektivität auf dem Substrat stoppen und so die Auswirkungen lokaler Inhomogenitäten des Ätzprozesses verhindern.

Dies ist gerade für Kalibrierartefakte mit höherer lateraler CD ein entscheidender Aspekt, weil die Strukturhöhe innerhalb eines Pyramidenarrays möglichst wenig schwanken sollte. Deswegen werden die Stufenhöhen aus SiO₂ auf dem Silizium-Substrat mit PECVD aufgewachsen. Das PECVD-SiO₂ hat im Gegensatz zu den aus der Gasphase abscheidenden Prozessen eine gute Gleichmäßigkeit, sehr gute Reproduzierbarkeit und bessere Schichtdickenkontrolle bei gleichzeitig hoher Abscheidungsrate. In der Laborfertigung sind in der vorhandenen PECVD-Anlage Schichtdicken bis 1 µm innerhalb einer Stunde herstellbar. Bei Prozesszeiten von über einer Stunde müssen anschließend Reinigungsprozesse durchgeführt werden, weil sich das SiO₂ im Prozess in der gesamten Prozesskammer absetzt und so mit der Zeit die Plasmabedingungen in der Kammer ändert, was wiederum zu Inhomogenitäten der Schicht führen kann. Daher werden die Strukturen zunächst mit 1 µm hohen Stufen gefertigt, mit der Option die Schichtdicken bei Bedarf zu erhöhen oder zu verringern.

Zum Strukturieren der Höhenstufen wird ein Trockenätzprozess verwendet. Da es resistent den meisten reaktiven chemischen Plasmen gegenüber ist, wurde eine erweiterte Form des reaktiven Ionenätzens, das induktiv gekoppelte Plasmaätzen (ICP) verwendet. Der Vorteil dabei ist eine hohe Plasmadichte bei niedrigem Prozessdruck, was zu einer hohen Ätzrate und durch die gelenkten Reaktanten zu einem homogeneren Ätzergebnis über den Wafer führt. Die Flankengeometrie über Ätzparameter zu kontrollieren ist bis heute nur mit geringem Erfolg möglich (siehe Unterabschnitt 3.3.2). Die Priorität der hier zu fertigenden 3D-Mikronormale liegt aber viel mehr auf der Herstellung großer ebener Flächen mit möglichst wenig Schwankungen in der Schichtdicke. Deshalb wird der Aufbau der Stufenebenen mit steilen Kanten im SiO₂ und dem Strukturieren durch Trockenätzen, auch bezüglich der Übertragbarkeit des Prozesses in die Industriefertigung, als am sinnvollsten erachtet.

Eine Herausforderung dabei ist, dass Mischungen von Materialien mit sehr unterschiedlichen optischen Eigenschaften zu Messfehlern in optischen Mikroskopen führen können [30, 34]. Deshalb wird nach der Strukturierung der Höhenstufen im SiO₂ die gesamte Struktur und das ganze Messfeld mit einer mindestens 100 nm dicken Chrom-Schicht überzogen. Eine Gold-Schicht wäre zwar auch denkbar, aber in Hinblick auf taktile Referenzmessungen, könnte es bei einer im Gegensatz zu Chrom weichen

Gold zu Riefenbildung und damit verbundenen ungenaueren Höhenmessungen kommen. Ohnehin wird Chrom oder auch Titan als Haftschicht für Edelmetalle verwendet, um eine Entnetzung, also die Verringerung der Haftfläche, zu dielektrischen Substraten wie Metalloxide zu verhindern [72, 129]. Der Chrom-Überzug muss, wie die SiO_2 -Schichten auch, bezüglich Ebenheit und geringer Rauheit optimiert werden. Um weitere Mixtur von Materialien zu verhindern, werden auch die Marker aus Chrom gefertigt.

Bei der Markerherstellung ist besonders ihre Rundheit entscheidend, da die Koordinatenbestimmung der Mittelpunkte genauer funktioniert, wenn die Marker rund sind [130]. In der Laborherstellung wird EBL verwendet, was den Vorteil von schnellen Designänderungen von Wafer zu Wafer möglich macht. Zum Strukturieren wird in der Laborherstellung der Liftoff-Prozess verwendet. In Abbildung 4.6 ist der beabsichtigte Prozessablauf verkürzt schematisch dargestellt. Für jede Strukturstufe wurde SiO_2 mit PECVD für die erste Stufe auf dem Substrat und für alle weiteren auf dem schon vorhandenen SiO_2 abgeschieden. Zudem musste für jede Stufe das Maskenmaterial (Details in Abschnitt 5.3) abgeschieden und strukturiert werden. Im Ätzprozess mittels ICP-RIE wurden dann die SiO_2 -Schichten in die Pyramidenform geätzt. Anschließend wurde das Maskenmaterial entfernt und die Deckschicht aus Chrom auf der gesamten Struktur abgeschieden. Danach wurden die Marker auf die Chrom-Schicht aufgebracht und ebenfalls durch Liftoff strukturiert. In Kapitel 5 ist beschrieben, wie die geplanten Prozessschritte bezogen auf die Anforderungen der optischen Mikroskope optimiert werden.

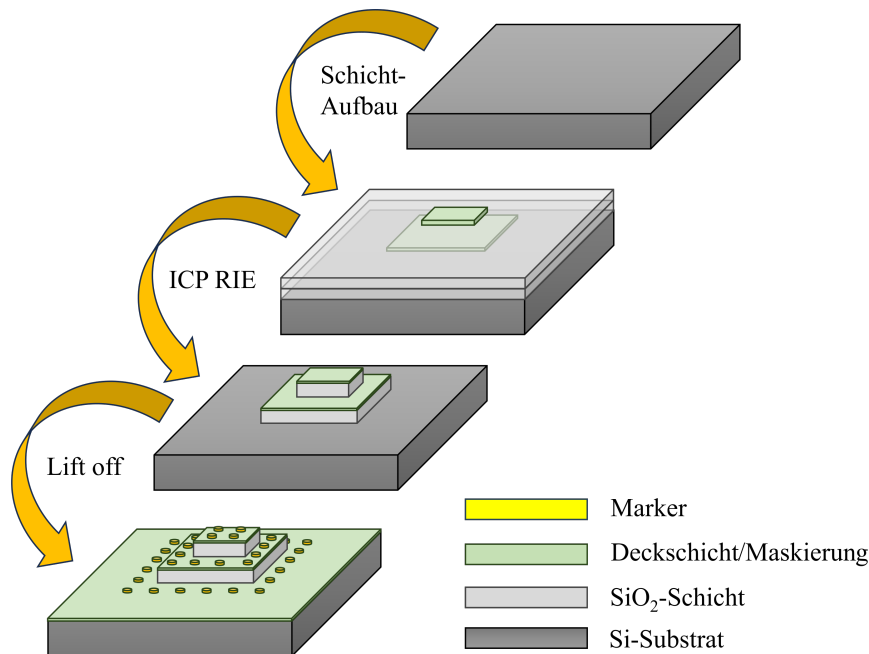


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung der Herstellung eines zweistufigen 3D-Mikronormals zu Anwendung in der optischen Mikroskopie.

4.3 3D-Mikronormale für Rasterelektronenmikroskope

Für 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM ist besonders die geometrische Form der Strukturen entscheidend. Die Abbildung dreidimensionaler Objekte mit einem REM ist zunächst zweidimensional. Erst die Nutzung von zueinander verkippten Stereobildpaaren, zum Beispiel durch mehrsegmentige BSE-Detektoren lässt eine Berechnung der Höheninformation und damit eine Berechnung der dreidimensionalen Abbildung des Objekts zu [40]. Bei der Nutzung von BSE-Detektoren gibt es meist ein Paar von Detektoren, die symmetrisch zum Elektronenstrahl angeordnet sind. Durch Kombination der Signale dieser Detektoren kann die lokale Oberflächenneigung entlang der Abtastlinie von Detektor zu Detektor abgeschätzt werden. Durch die Umrechnung der Intensitätsbilder in Gradienten in X- und Y-Richtung und die Nutzung von Rekonstruktionsalgorithmen wie beispielsweise dem Frankot-Cellappa-Algorithmus [131] kann ein Höhenbild der gemessenen Struktur erzeugt werden. Dabei haben die Eigenschaften der Detektorfelder, wie beispielsweise unterschiedliche Sensitivitäten und die sogenannte „Cutoff-Energie“ (Totzone des Detektors), einen Einfluss auf die spätere Höhenrekonstruktion [132]. Aber auch Probeneigenschaften wie Materialzusammensetzung und Strukturwinkel haben einen Einfluss auf die BSE-Intensität, die den Detektor erreicht [133]. Rau et al. haben gezeigt, dass das gemessene Signal des Detektorfeldes mit steigendem Strukturwinkel ab 60° abfällt [132] (schematisch dargestellt in Abbildung 4.7 a-c)). Zudem können Abschattungseffekte wie in Abbildung 4.7 d) je nach Strukturwinkel auftreten [134]. Der Einfluss des Strukturwinkels ist zusätzlich noch vom Abstand der Probe zum Detektor W_{Probe} und der Primärstrahlenergie E_0 abhängig. Zudem ist die Winkelverteilung der BSE, abhängig von Probengeometrie und -material immer noch Teil der aktuellen Forschung.

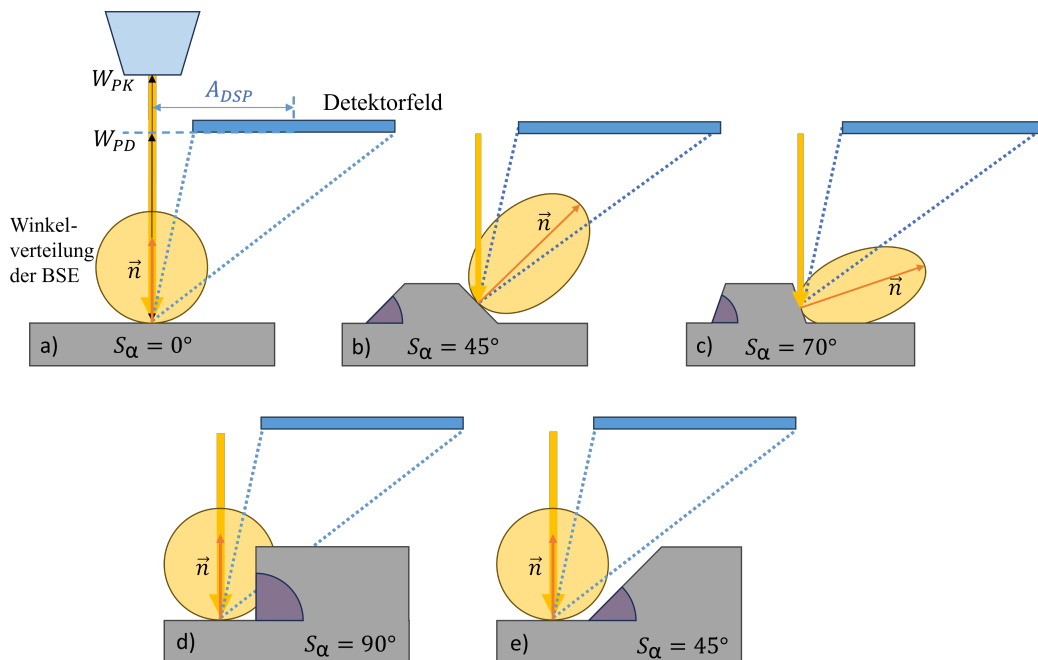


Abbildung 4.7: Schematische Darstellung der Auswirkung von verschiedenen Strukturwinkeln und dem Abschattungs-Effekt auf die von den BSE-Detektoren gemessene Intensität.

Es kann daher kein genauer Strukturwinkelbereich benannt werden, bei dem die 3D-Rekonstruktion vom realen Höhenwert abweicht. Forschungsergebnisse und Erfahrungsberichte von Anwendern und dem Projektpartner point electronic GmbH deuten aber darauf hin, dass der Flankenwinkel der Höhenstufen 70° nicht übersteigen darf und ein Winkelbereich von $35 - 60^\circ$ anzustreben ist [132, 135]. Bei der Herstellung von Stufenhöhen mit geneigtem Kantenwinkel wird die Maskierung unterätzt, deshalb muss diese je nach Winkel und Unterätzungsgrad größer gewählt werden als die Fläche, die die Stufe auf ihrer oberen Ebene minimal haben soll. Zudem sollen die Strukturen durch Trockenätzen direkt im Silizium-Substrat hergestellt werden (Unterabschnitt 3.3.4). Das heißt, dass für die Herstellung mehrstufiger Strukturen keine vergrabenen Masken verwendet werden können und dementsprechend jede Stufe einzeln mit einer eigenen Maskierung geätzt werden muss. Für eine zweite Stufe muss aber eine entsprechende Kantenabdeckung der ersten Stufe mit dem Maskenmaterial gegeben sein, die von dem Strukturwinkel, verwendeten Materialien, Depositionsmethode und der Oberflächenrauheit abhängt. Zusammen mit den zahlreichen Prozessparametern, die die Flankenneigung bedingen (Unterabschnitt 3.3.4) stellt die Herstellung von den Anforderungen des REM entsprechenden Strukturen eine sehr große Herausforderung dar, deren Erfolg nicht garantiert ist. Deswegen wird die Priorität in dieser Arbeit zunächst auf die Herstellung einstufiger 3D-Mikronormale gelegt (Abbildung 4.8)), die bei guten Ergebnissen zukünftig in ein zweistufiges Design erweitert werden, um auch die nichtlinearen Fehler der Höhenabbildung ermitteln zu können.

4.3.1 3D-Mikronormal-Design

Aktuell verfügbare FIB 3D-Normale für die Anwendung im REM sind in zwei Größen erhältlich. Das mmc80-Normal hat ein Messfeld von $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ und besteht aus einem 4er-Array mit Pyramiden mit drei $1 \mu\text{m}$ hohen Stufen, einem Flankenwinkel von $38,5^\circ$ und ringförmigen Referenzstrukturen mit einem Durchmesser von $0,8 \mu\text{m}$ [5]. Die zweite Struktur (mmc40) ist ähnlich aufgebaut, hat aber eine Messfeldgröße von $45 \times 45 \mu\text{m}^2$, die Stufenhöhen betragen jeweils $0,6 \mu\text{m}$ mit einem Flankenwinkel von 56° und ringförmigen Referenzmarkern mit einem Durchmesser von $0,6 \mu\text{m}$ [5]. Auch in der Anwendung im REM muss entweder das gesamte 4er-Array oder eine einzelne Pyramide im Messfeld vollständig abgebildet werden. Um den kalibrierbaren Vergrößerungsbereich zu erhöhen und die Skalierbarkeit des Herstellungsprozesses zu untersuchen, werden vier Messfeldgrößen mit entsprechenden Strukturen gewählt (Tabelle 4.2). Die PN-REM-40 Struktur hat eine größere Messfeldgröße von $180 \times 180 \mu\text{m}^2$ als das mmc80 FIB-Normal, mit einer Stufenoberflächenkantenlänge von

Tabelle 4.2: Parameter der vorhandenen FIB-3D-Normale und der neu herzustellenden 3D-Mikronormale.

Struktur	Messfeldgröße in μm^2	Markerdurchmesser in μm	Kantenlänge in μm	Stufenhöhe in μm
mmc40	45 x 45	0,6	10	0,6
mmc80	90 x 90	0,8	20	1
PN-REM-5	22 x 22	0,3	5	0,3
PN-REM-10	45 x 45	0,6	10	0,6
PN-REM-20	90 x 90	1,2	20	1
PN-REM-40	180 x 180	3	40	2

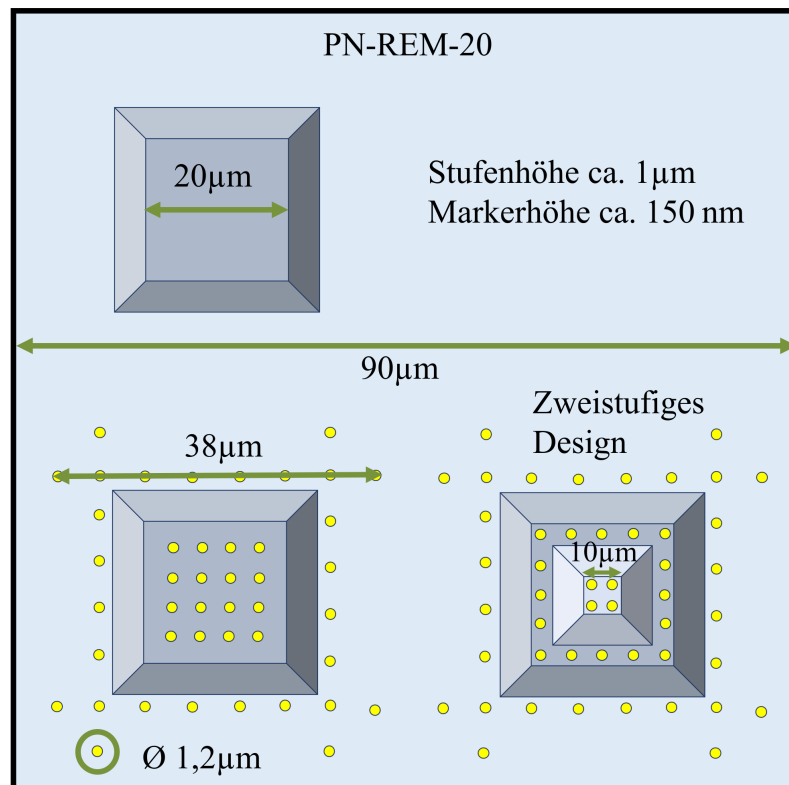
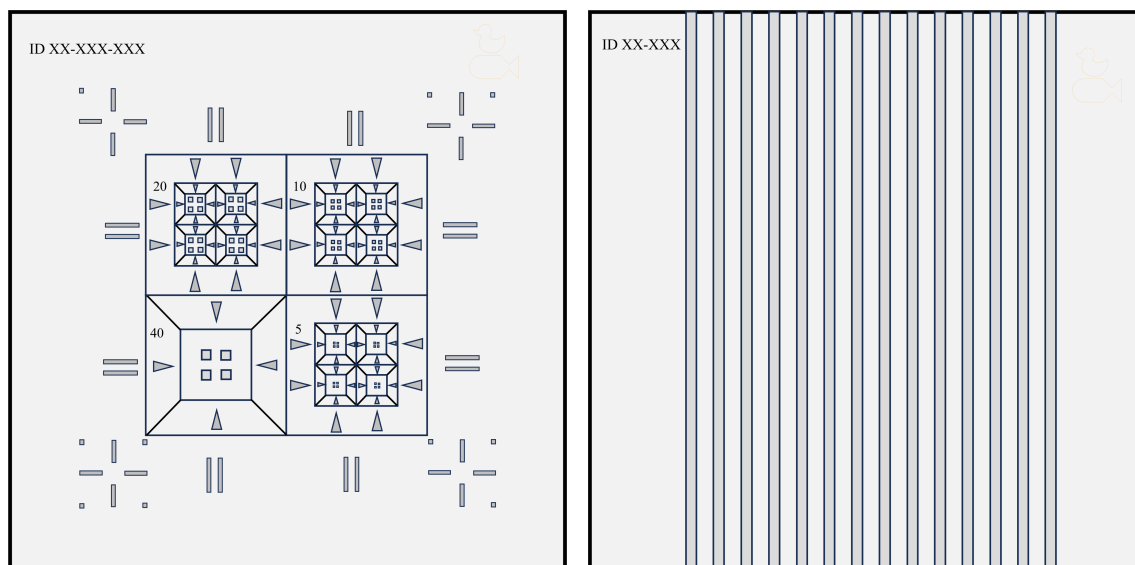


Abbildung 4.8: Schematische Darstellung des Designs für die 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM.

40 µm und einem Markerdurchmesser von 3 µm. Die zweite Struktur PN-REM-20 entspricht von der Messfeldgröße und Stufenoberflächenkantenlänge (20 µm) dem mmc80 FIB-Normal, allerdings hat sie größere Marker mit 1,2 µm Durchmesser (siehe Abbildung 4.8). Die dritte Struktur PN-REM-10 ist halb so groß wie die PN-REM-20 Struktur und entspricht den Abmaßen des mmc40 FIB-Normal mit einer Stufenoberflächenkantenlänge von 10 µm. Die vierte Struktur PN-REM-5 hat eine Messfeldgröße von 22 x 22 µm², mit einer Stufenoberflächenkantenlänge von 5 µm und Markerdurchmesser von 0,3 µm. Die Gesamthöhe der Struktur sollte immer vollständig im Bereich der Tiefenschärfe liegen, wenn das gesamte Messfeld im Sichtfeld des REM ausgefüllt ist. Die Tiefenschärfe im REM wird grob mit $\frac{1}{10}$ der Messfeldbreite angegeben [135]. Damit darf die PN-REM-20 eine maximale Höhe von 9 µm haben.

4.3.2 Chip- und Waferdesign

Die Größe der Substratchips wird wie bei den 3D-Normalen für die Anwendung in der optischen Mikroskopie auf 5 x 5 mm² festgelegt. Das 3D-Mikronormal-Design entspricht dem schon beschriebenen 3D-Mikronormal-Design der 3D-Mikronormale für die optische Anwendung (Unterabschnitt 4.2.2), schematisch dargestellt in Abbildung 4.4. Einzig die lateralen und vertikalen Größen der Strukturen, und damit auch die Größe des Rahmens um die Struktur, unterscheiden sich. Für die Laborfertigung werden zwei verschiedene Chip-Designs verwendet (Abbildung 4.9). Auf dem Strukturchip werden



a) Aufbau des Strukturchips mit den PN-REM-5, PN-REM-10, PN-REM-20 und PN-REM-40 Strukturen. b) Aufbau des Testchips mit den Streifen für die Querschnittsanalyse.

Abbildung 4.9: Schematischer Aufbau des Chipdesigns für die Optimierung der Laborfertigung.

Rahmen, Findestrukturen und Registriermarken rund um die vier Strukturgrößen platziert (Abbildung 4.9 a)). Von den PN-REM-20, PN-REM-10, und PN-REM-5 Strukturen gibt es jeweils vier 4er-Arrays in einem Feld, während von der PN-REM-40 Struktur ein einzelnes 4er-Array platziert wird. Weil die höchste Priorität bei der Herstellung der 3D-Mikronormale auf den geneigten Strukturkanten liegt, werden in das Design zunächst keine Marker integriert. Die Platzierung der Marker und ihre Abstände zueinander hängen stark vom erreichbaren Flankenwinkel und damit den Abmaßen der Struktur-Oberfläche im Vergleich zu ihrer Basis ab.

Der Testchip in Abbildung 4.9 basierend b) besteht nur aus Querschnittsstreifen, da er im Besonderen der Überprüfung der Strukturwinkel durch Querschnittsschliffe, und den taktilen Messungen zur Ätzratenbestimmung dienen soll.

Dadurch, dass der Prozess für die einstufigen PN-REM aus deutlich weniger Belichtungs-, Depositions- und Ätzschritten als der PN-OM Prozess besteht, sind weitere Teststrukturen zu Prozessanalyse hier nicht nötig. Beide Chiparten werden jeweils abwechselnd in acht Reihen a acht Chips der gleichen Art auf einem 3“-Wafer platziert. Mit jedem Wafer können so 32 Struktur- und 32 Testchips hergestellt werden.

4.3.3 Auswahl der Herstellungsprozesse

Zur 3D-Rekonstruktion aus den 2D BSE-Aufnahmen der 3D-Mikronormale im REM muss der Flankenwinkel der Höhenstufen prozessseitig in einem Bereich von 35° - 60° einstellbar sein. Weil das SiO₂ sich in dieser Hinsicht im Trockenätzprozess nur wenig kontrollierbar zeigt, wird für die 3D-Mikronormale auf die Vorteile einer aufgebracht und dann strukturierten Schicht verzichtet und direkt das Silizium-Substrat strukturiert. So muss jede Strukturebene einzeln geätzt werden, weil im Silizium keine vergrabenen Masken genutzt werden können. Das ist für das Ätzen der ersten Stufe

grundsätzlich unproblematisch, sofern der Grad der Unterätzung der Ätzmaske durch den gewählten Prozess bekannt ist und die Größe der Ätzmaskierung dementsprechend vergrößert werden. Für weitere Stufen muss die Flankengeometrie der ersten Stufe aber möglichst flach und eben sein, da die Kanten sonst beim Abscheiden der Ätzmaskierung für die nachfolgende Stufe nicht komplett bedeckt wird (Abbildung 4.10). Das führt in einem isotropen Ätzprozess zu Veränderungen an der Strukturgeometrie der ersten Stufe, was vermieden werden muss. Die Homogenität und Größe der Ätzrate über den Wafer, sowie Oberflächenrauheit und Flankengeometrie sind alle von Prozessparametern wie Gaszusammensetzung, Druck, Plasmaleistung und Kammer-Geometrie abhängig, die sich zusätzlich auch noch gegenseitig beeinflussen können. Deshalb ist es nötig, über Parameterstudien das Optimum für jede Anforderung zu finden. Dazu soll der Prozess des reaktiven Ionenätzens (RIE) mit einem SF_6 -Gas über die Zugabe von O_2 und der Variation des Prozessdruckes so angepasst werden, dass im Silizium ein flacher Kantenwinkel entsteht (Unterabschnitt 3.3.4), gleichzeitig aber die Substratoberflächen glatt bleiben. Weil sowohl die Zugabe von O_2 -Gas als auch die Erhöhung des Druckes die Ätzrate erhöht, kann es anschließend nötig sein auch die Leistung anzupassen, damit auch Schichthöhen $< 1 \mu\text{m}$ reproduzierbar und homogen geätzt werden können. Für die Laborversuche wird aber zunächst eine Schichthöhe von $1 \mu\text{m}$ passend zur PN-REM-20 Struktur hergestellt. Zusätzlich zu den Prozessparametern kann aber auch das verwendete Maskenmaterial Einfluss auf den Grad der Unterätzung nehmen. Zhang et al. haben verschiedene Maskenmaterialien (Cr, Al, SU-8, SiO_2) in einem isotropen Plasmazprozess sowie einem Bosch-Prozess untersucht [55]. Bei einem isotropen Prozess hatte das Maskenmaterial nur einen geringen Einfluss, weshalb bei der Auswahl der Maskenmaterialien eher die Selektivität zum Silizium als Kriterium herangezogen wird. Je nach Prozessparameterkombination kann sich die Ätzrate von Maskierung und Substrat je nach Material unterschiedlich ändern. Als Materialien werden Chrom, Aluminium, und SiO_2 untersucht. Lacke eignen sich aufgrund der Zugabe von O_2 zum Plasma-Gasgemisch nicht als Maskierung, weil sie in O_2 -Plasmen nach kurzer Prozesszeit verbrennen können.

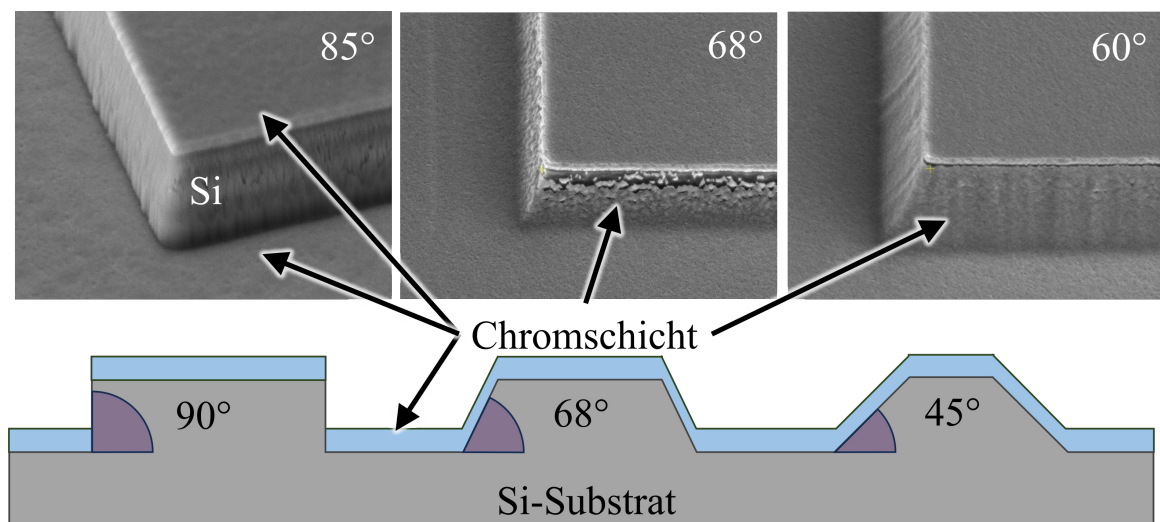


Abbildung 4.10: Auswirkung des Strukturkantenwinkels auf die Materialabdeckung ebenjener Kanten.

Die Wellenlänge der Elektronen im REM kann im Pikometerbereich liegen, aber aufgrund von optischen Fehlern liegt die minimale Auflösung eher im Nanometerbereich. Daher sollten die lateralen Abweichungen der Marker zum Sollwert bestenfalls auch im Nanometerbereich liegen. Weiterhin sollen die Markerdurchmesser zwischen $0,3\ \mu\text{m}$ und $3\ \mu\text{m}$ liegen. Deswegen wird zur Herstellung der Markerstrukturen die EBL in Kombination mit einem Liftoff-Prozess verwendet. Die Genauigkeit einer auf Referenzpunkten basierenden Kalibrierungsstrategie hängt weitgehend von der Genauigkeit der Bestimmung der Koordinaten der Referenzdaten aus den Messdaten ab. Deswegen ist es wichtig, dass die Marker einen genügend hohen Kontrast im BSE-Bild im Vergleich zum Substratmaterial haben. Gleichzeitig dürfen die Marker das Substrat aber auch nicht völlig überstrahlen, da dann der Grauwertbereich der Strukturflanken im Substrat abnimmt, was die 3D-Rekonstruktion der Strukturen negativ beeinflussen kann. Deswegen werden Materialien, die gut im Liftoff-Prozess funktionieren und unterschiedlich hohe Kernladungszahlen Z haben, untersucht (je höher der Z -Zahlunterschied, desto höher der Kontrast im BSE-Bild [46]). Als Materialkombination zum Silizium mit $Z_{\text{Si}}=14$ werden daher Chrom ($Z_{\text{Cr}}=24$), Gold ($Z_{\text{Au}}=79$) und AuPd ($Z_{\text{Pd}}=46$) ausgewählt. In Abbildung 4.11 ist der geplante Prozessablauf verkürzt schematisch dargestellt. Für den einstufigen Prozess wird auf dem Silizium zunächst das Maskenmaterial über EBL und Liftoff strukturiert. Im RIE-Ätzprozess wird dann die Strukturstufe in das Silizium geätzt und dann das Maskenmaterial entfernt. Anschließend werden die Marker ebenfalls mit EBL und Liftoff auf der Silizium-Struktur aufgebracht und strukturiert. In Kapitel 5 werden die geplanten Prozessschritte bezogen auf die Anforderungen des REM optimiert.

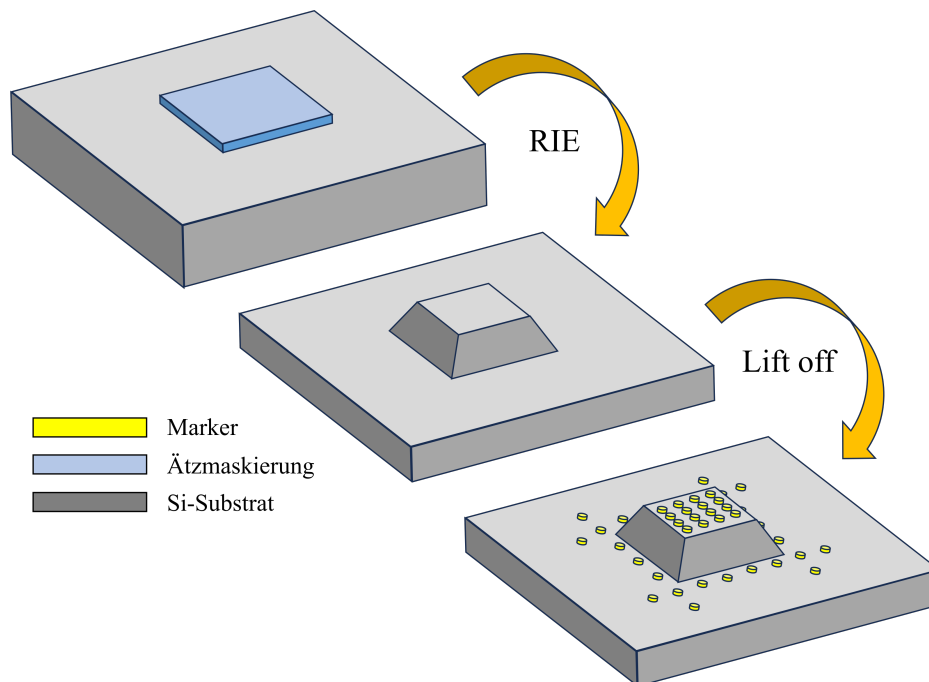


Abbildung 4.11: Schematische Darstellung der Herstellung eines einstufigen 3D-Mikronormals zur Anwendung im REM.

5 Optimierung der Herstellungsprozesse von Pyramiden- und Markerstrukturen

In diesem Kapitel sollen die in Kapitel 3 identifizierten Herstellungsmethoden für die 3D-Mikronormale entsprechend den jeweiligen Anforderungen des späteren Anwendungsbereiches optimiert werden. Dazu werden die einzelnen Strukturen der 3D-Mikronormale, Maskierungen, Pyramidenstrukturen und Markerstrukturen, zunächst einzeln in den Kernaspekten ihrer Herstellungsmethoden optimiert. In Kapitel 6 werden dann die einzelnen Prozessabschnitte zusammengefügt und die kompletten optimierten Herstellungsketten der 3D-Mikronormale beschrieben.

5.1 Verwendete Anlagentechnik und Materialien

Für alle folgende Prozesse werden als Substrat 3“-Silizium-Wafer der Firma Siegart Wafer GmbH mit einer $\langle 100 \rangle$ Orientierung, einer p-Dotierung mit Boron und einer Dicke von $381 \mu\text{m} \pm 20 \mu\text{m}$ verwendet.

Für die 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen wird auf das Substrat SiO_2 mit dem IC-PECVD System-SI 500 D der Firma SENTECH Instruments GmbH aufgetragen. Diese Anlage nutzt zur Plasmaerzeugung eine planare dreifach-Spiralen-Antenne (Planar Triple Spiral Antenna-PTSA) die ein gleichmäßiges Plasma mit hoher Ionendichte erzeugt und die Möglichkeit bietet die Abscheidetemperaturen auf $<100^\circ\text{C}$ einzustellen. Zur Abscheidung der SiO_2 -Schichten wird ein Gasgemisch aus Argon (Ar), O_2 und Monosilan genutzt.

Zum Ätzen der SiO_2 -Schichten wird ein ICP-RIE Plasma Etch System-SI 500 C der Firma SENTECH Instruments GmbH verwendet. An dieser Anlage können die Gase CF_4 , CHF_3 , SF_6 , C_4F_8 , O_2 und Ar als Ätzgase verwendet werden. Die Elektrode bzw. der Waferhalter wird mit einer Wasserkühlung auf eine Temperatur von 15°C eingestellt. Zur Überwachung des Ätzprozesses wird eine auf Laserinterferometrie basierende Endpunktdetektion eingesetzt. Es wird der Wechsel zwischen konstruktiver und destruktiver Interferenz gemessen, der sich aus der Änderung des optischen Weges im zu ätzenden Material ergibt. Entsprechend muss das Material bei der verwendeten Lichtwellenlänge transparent sein. Die Interferenzsignale können Informationen über die Ätzrate in Echtzeit liefern, da sie mit der Dicke der optischen Weglänge zusammenhängen, die wiederum über den Brechungsindex mit der tatsächlichen Dicke zusammenhängt. Für die Herstellung der 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM werden die Strukturstufen mit einem RIE Plasma Etch System-Etchlab 200 der Firma SENTECH Instruments GmbH direkt in das Silizium-Substrat geätzt. An dieser Anlage können als Ätzgase CF_4 , CHF_3 , SF_6 , O_2 und Ar genutzt werden. Die Waferkühlung kann hier auf $10^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}$ eingestellt werden. Die Ätzmaskierungen für beide Ätzprozesse werden mithilfe der EBL und dem Liftoff-Verfahren hergestellt. Dazu wird ein Zwei-Lacksystem bestehend aus einer $0,15 \mu\text{m}$ dicken Schicht PMMA AR-P 642.04 und einer zweiten $0,17 \mu\text{m}$ dicken Schicht PMMA AR-P 672.03 verwendet. Zum Belichten wird ein EBP 5200 der Firma RAITH GmbH verwendet. Zum Entwickeln des Lackes wird eine Mischung aus Ethylmethylketon (MEK), Methylisobutylketon (MIBK) und

Isopropanol (IPA) verwendet die von Thoms et al. als Hochkontrast-Entwickler evaluiert wurde [136]. Zum Aufdampfen der Metallschichten wird eine HV-Verdampfungsanlage Classic 500 E der Firma Pfeiffer Vacuum GmbH verwendet. Mit dieser Anlage können mit Verdampferschiffchen die Materialien Au, Ag, Ni, Cr, Ge, AuGe, AuPd, Ti und Al in Dünnschichten von 5 nm - 200 nm auf 3“- und 4“-Wafer aufgedampft werden. Für den anschließende Lift-off-Prozess werden die Wafer dann über Nacht in Azeton aufbewahrt und am folgenden Tag in einem Ultraschallbad mit mehrfachem Azeton-Wechsel gereinigt und mit Stickstoff getrocknet.

Zur Markerherstellung werden, wie bei der Herstellung der Ätzmaskierung die EBL, die Aufdampfungsanlage und der Lift-off-Prozess verwendet.

Zum Entfernen von Chrom- und Aluminium-Schichten werden nasschemische Ätzlösungen, das TechniEtch Al80 zum Ätzen von Aluminium der Firma MicroChemicals GmbH und für Chrom das Chrome Etch 18 von der Firma micro resist technology GmbH, verwendet.

Für die Prozessoptimierung beim Trockenätzen ist die Bestimmung der Ätzraten für Maskierung, Strukturmaterial und Substrat sehr wichtig, da beispielsweise die Mindestdicke der Ätzmaskierung von der Ätzrate abhängt und zudem ein Bewertungskriterium die Selektivität zwischen den unterschiedlichen Materialien ist (siehe Abschnitt 5.2). Daher werden für alle Ätzprozess die Ätzraten bestimmt. Dazu werden die Proben nach dem Aufbringen der Ätzmaskierung, nach dem Ätzen der Strukturen und nach dem Entfernen des Masken-Materials taktill mit einem Tastschnittgerät dem Dektak XT der Firma Bruker gemessen. In Abbildung 5.1 ist das Messprinzip schematisch dargestellt. Es werden die Höhen H_1 , H_3 und H_4 taktill bestimmt. Mit $H_2 = H_3 - H_4$ werden die Ätztiefe der Maskierung $T_M = H_1 - H_2$, die Ätztiefe der Struktur $T_S = H_4$ und mit der Ätzzeit dann die entsprechenden Ätzraten bestimmt.

Um die Chips zu vereinzeln wird der Wafer zunächst mit einem Schutzlack, dem AZ5214 E der Firma MicroChemicals GmbH, belackt und dann mit der Wafersäge DAD3220 der DISCO Corporation in die einzelnen Chips gesägt. Zum Entfernen des Schutzlackes und zum Säubern wird Azeton und ein Ultraschallbad verwendet.

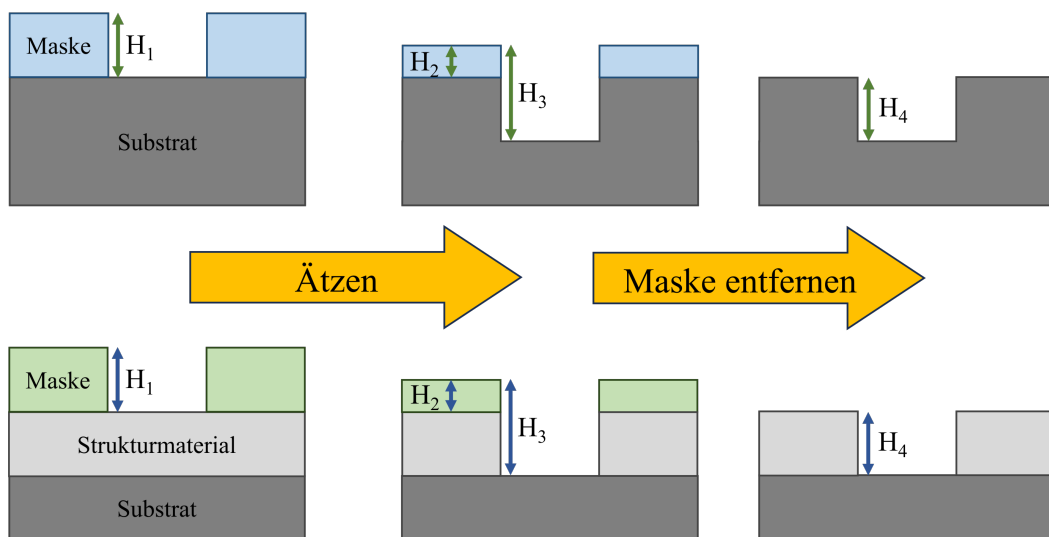


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung der Ermittlung der Ätzraten von Maske und strukturiertem Material.

5.2 Notwendigkeit einer Ätzstoppschicht

Für die herzustellenden Stufenpyramiden soll die Höhe qualifiziert werden. Dafür müssen alle Strukturebenen möglichst glatte und ebene Oberflächen aufweisen. Durch die hier vorgestellte Herstellungsart des Trockenätzens, wird entweder das auf dem Substrat aufgebraute Material oder direkt das Substrat geätzt, um die gewünschten Strukturen zu generieren. Beim Ätzen von aufgebrautem Material ist das Ziel, den Ätzprozess direkt bei Erreichen des Substrates zu beenden ohne das Substrat negativ zu beinträchtigen. Die Prozesskontrolle wird über eine Endpunktdetektion auf der Mitte des Wafers vorgenommen. Dabei wird üblicherweise eine „Überätzungszeit“ von 5 s - 10 s nach Erreichen des Substrates hinzugefügt, damit auf dem gesamten Wafer keine Rückstände des zu ätzenden Materials zurückbleiben. Damit diese Überätzung am Substrat keine Schäden verursacht, sollte die Selektivität S zwischen den beiden Materialien hoch sein. Sie berechnet sich zu [137]:

$$S = \frac{E_1}{E_2}, \quad (5.2.1)$$

wobei E_1 die Ätzrate des Strukturmaterial ist und E_2 die Ätzrate der Maskierung oder des Substrates ist. Diese sind stark abhängig vom verwendeten Ätzprozess, den verwendeten Materialien und den jeweiligen Prozessparametern.

Für die in dieser Arbeit verwendeten Materialien, Silizium als Substrat und SiO_2 als Strukturmaterial, ist die Selektivität für die geplanten Ätztiefen zu gering. Sie kann zwar über die Prozessparameter erhöht werden, aber diese beeinflussen gleichzeitig auch die Ätzrate und die Flankengeometrie der zu ätzenden Strukturen in einem möglicherweise ungewollten Maße.

In Abbildung 5.2 wurden die Pyramidenstufen aus SiO_2 mit PECVD abgeschieden und im ICP-Prozess geätzt mit einer Selektivität von $S_{\text{SiO}_2/\text{Si}} = 1,7$ des SiO_2 zum Substratmaterial Si. Die kraterartige Oberfläche ist sehr gut erkennbar, die allein durch das Überätzen von zehn Sekunden bei einer Ätzrate von $2,6 \text{ nm s}^{-1}$ im Silizium entstanden sind. Eine solche Substratoberfläche ist für die Höhenmessung

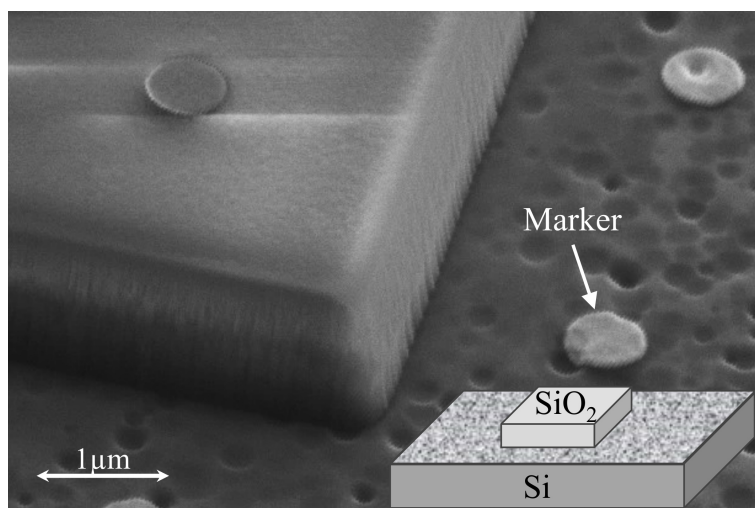


Abbildung 5.2: Die Überätzung des Si-Substratmaterials ohne Ätzstoppschicht führt zu rauen Substratoberflächen.

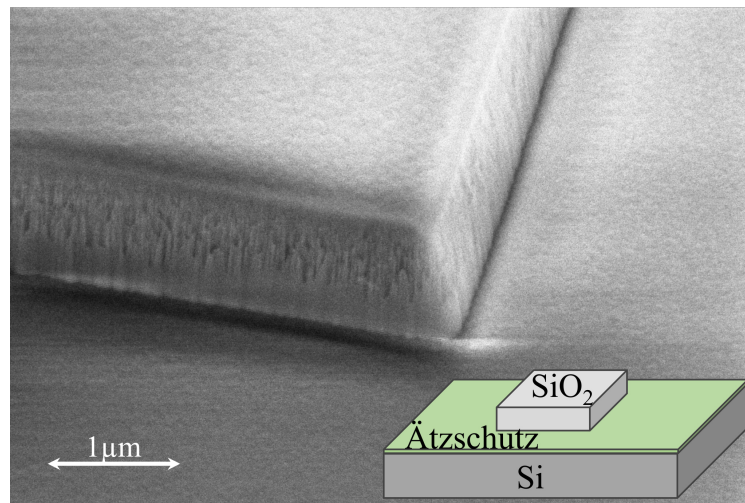


Abbildung 5.3: Die Optimierung der Substratoberfläche durch eine Ätزشoppschicht aus 100 nm Cr führt zu glatten Substratoberflächen.

nicht verwendbar, da dies zu einer hohen Standardabweichung des messbaren Höhenwertes sowohl taktil als auch optisch führen würde. Zudem pflanzt sich jegliche Oberflächenstruktur beim Aufbringen des Markermaterials weiter fort, sodass auch die auf dem Substrat aufgetragenen Marker zu uneben für eine Höhenmessung wären.

Um das Substrat zu schützen und eine möglichst ebene Grundfläche zu schaffen, kann eine zusätzliche Ätزشoppschicht zwischen Substrat und Strukturmaterial aufgebracht werden. Diese Schicht sollte eine möglichst hohe Selektivität zum Strukturmaterial haben, als geschlossene Schicht mit wenig eigener Oberflächenstruktur vorliegen, haltbar gegenüber taktilen Messmethoden sein und je nach optischer Anwendung nicht transparent für die verwendeten Wellenlängen sein und keinen zu hohen Materialkontrast im REM erzeugen. Gold würde mit einer Kernladungszahl $Z_{Au} = 79$ möglicherweise einen hohen Materialkontrast zum SiO₂ ($Z_{Si} = 14$, $Z_O = 8$) erzeugen. Es kann zudem eine eher granulare Oberfläche haben, ist für taktile Messungen oft zu weich und daher als Ätزشoppschicht nicht geeignet. Aluminium ist mit $Z_{Al} = 13$ und einer Selektivität zu SiO₂ von 8,4 eher geeignet. Allerdings hat sich in praktischen Versuchen gezeigt, dass es, entweder durch interne Schichtspannungen oder die mangelnde Haftung ans Substrat, zu Abplatzungen beim Sägen der Chips aus dem Wafer kommen kann. Damit entspricht die Haltbarkeit nicht den Voraussetzungen (Abbildung A.2 im Anhang A.3). Letztendlich wurde Chrom als Ätزشoppschicht ausgewählt, da es mit der $Z_{Cr} = 24$ zu einem moderaten Materialkontrast im REM führt, sich glatt aufbringen lässt, eine gute Haltbarkeit gegenüber taktilen Messmethoden und dem Sägen aufweist und die Selektivität zum Strukturmaterial SiO₂ mit 44,7 hoch ist. Abbildung 5.3 zeigt die Struktur mit einer Ätزشoppschicht aus Chrom. Dabei zeigt sich eine deutliche Reduzierung der Rauheit der Substratoberfläche. In den folgenden Abschnitten werden die Ätzparameter variiert, um die Strukturen für die jeweiligen Anwendungen zu optimieren. Dabei wird immer auch die Ätzrate der Maskierungs- und Ätزشoppschichten überwacht, weil sich die Selektivitäten durch die Parametervariationen ändern können. Sollten für weitere Messverfahren zusätzliche Anforderungen bzgl. ihrer Eigenschaften auftreten, kann die Ätزشoppschicht entsprechend den oben genannten Kriterien für die jeweilige Anwendung angepasst werden.

5.3 Anforderungen und Materialien einer Ätzmaskierung

Um eine gewünschte Struktur mithilfe des Trockenätzens zu generieren, werden immer nur bestimmte Bereiche des aufgetragenen Materials oder des Substrates direkt entfernt (Abbildung 3.6). Dazu muss eine entsprechend dem gewünschten Design strukturierte Maske auf das zu ätzende Material aufgebracht werden, um die Bereiche, die nicht bearbeitet werden sollen zu schützen. Je nach Prozess und geometrischer Struktur muss das Maskenmaterial bestimmten Anforderungen entsprechen [126]. So muss das Maskenmaterial nach dem Ätzvorgang entfernt werden können, ohne, dass das Substrat dabei geschädigt oder die geätzte Struktur verändert wird. Zusätzlich muss das Maskenmaterial aber auch dem Ätzprozess widerstehen. Daher muss die Selektivität zwischen Maskenmaterial und Strukturmaterial, möglichst hoch sein. Sind Materialauswahl und/oder die Prozessparameter nur begrenzt variierbar, kann bei einer niedrigen Selektivität auch die Dicke des Maskenmaterials erhöht werden, um ein adäquates Ätzergebnis zu erzielen. Eine zu hohe Maskendicke kann allerdings die erreichbare Auflösung der zu übertragenden Strukturen limitieren.

Bei metallischen Masken hat die Art der Strukturierung, nasschemisch oder im Lift-off-Prozess, ebenfalls einen Einfluss auf das Maskenprofil [138]. Für die mehrstufigen Pyramidenstrukturen, die auf SiO_2 basieren, wird die Prozessdauer recht lang geschätzt ($\text{Ätzrate}_{\text{SiO}_2} \approx 270 \text{ nm min}^{-1}$, Stufenhöhe $\approx 1 \mu\text{m} \rightarrow t_{\text{etch}_{2\mu\text{m}}} \approx 7,4 \text{ min}$). Zudem sind bei den Parametervariationen für die ins Silizium geätzten REM-Strukturen eine Prozessgasvariation mit Sauerstoff geplant. Aus diesen beiden Gründen wurden Fotolacke als Maskenmaterial ausgeschlossen. Diese könnte zwar eine ausreichende Selektivität zu Silizium oder SiO_2 aufweisen, müssen aber dafür eine gewisse Dicke haben, was dann zur Limitierung der geometrischen Auflösung führen kann. Außerdem kann der chemische Anteil des Ätzprozesses bei langen Ätzzeiten oder hohen Ätzraten die Lackstruktur so verändern, dass dieser nur noch schwer zu entfernen ist. Im Vergleich mit metallischen Maskenmaterialien sind Lackmasken chemisch nur wenig widerstandsfähig. Metallmasken können zudem dem Ionenstrahlätzen widerstehen und sind sehr einfach zu strukturieren, weil verglichen mit Lackmasken nur dünne Schichten benötigt werden. Außerdem können Metallätzmasken mit Hilfe von Nasschemie entfernt werden, welche das Substrat nicht angreift [126]. Deswegen wurde zunächst auf eine Metallmaske aus Chrom zurückgegriffen, das eine hohe Selektivität zu Silizium und SiO_2 aufweist ($S_{\text{Si}/\text{Cr}} = 26,3$ und $S_{\text{SiO}_2/\text{Cr}} = 44,7$) und nach dem Ätzvorgang nasschemisch entfernt werden kann. Für das Ätzen einer SiO_2 Stufe auf Silizium-Substrat mit einer 100 nm dicken Ätzstoppschicht wurde eine daher eine 50 nm dicke Chrom-Maske aufgebracht und die Probe mit ICP 3,7 min lang geätzt. Im Anschluss sollte die Chrom-Maske dann nasschemisch nach einer Minute vollkommen entfernt sein ($\text{Ätzrate}_{\text{Cr}_{\text{nasschem}}} = 60 \text{ nm min}^{-1}$).

In Abbildung 5.4 a) ist die geätzte Struktur nach vierminütigem nasschemischem Ätzen der Chrom-Maske zu sehen. Auf dem SiO_2 sind immer noch Rückstände der Chrom-Maske zu erkennen, zudem zeigt sich im Querschnittsbild, dass durch das lange nasschemische Ätzen auch die Ätzstoppschicht entfernt wurde und auch schon unter der SiO_2 -Struktur weggeätzt wird. Das kann dazu führen, dass die Struktur sich vom Substrat löst, bevor das Maskenmaterial vollkommen entfernt ist. EDX-Analysen dieser Proben zeigten einen kleinen Anteil von F und Kohlenstoff (C) in der Oberflächensatzensetzung. F konnte bei den verwendeten Prozessschritten nur beim ICP-Ätzvorgang des SiO_2 mit CHF_3 auf die Probe gelangen, deswegen liegt die Vermutung nahe, dass sich während des SiO_2 Ätzens in der ICP eine fluorkohlenstoffhaltige Schicht auf dem Maskenmaterial abgelagert hat [139]. Dadurch kann das Chrom-Ätzmittel das Chrom nur noch schlecht angreifen, was die Ätzzeit stark erhöht. Bei weiteren Versuchen wurde auf die in der ICP geätzten Probe noch einmal eine weitere Chrom-Schicht abgeschieden, diese hat sich aber sofort wieder abgelöst (Abbildung A.2 im Anhang),

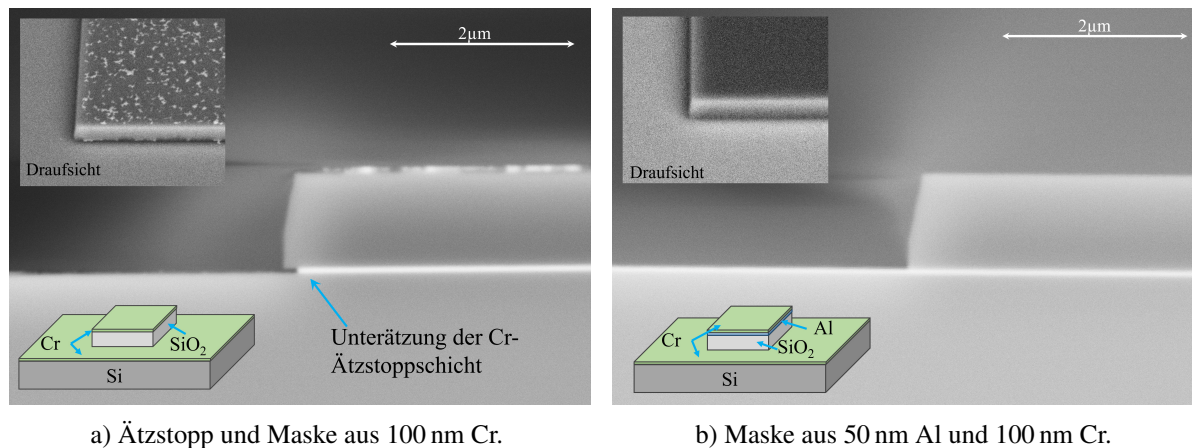


Abbildung 5.4: Aufbau und Einfluss der Ätzmaskierungsschichten.

was den Verdacht einer durch den ICP-Prozess abgeschiedenen teflonartigen Schicht weiter bestärkt. Trockenätzplasmen basieren für SiO_2 typischerweise auf Fluorcarbongasen, daher wird das Problem der rückstandslosen Ätzmaskenentfernung über ein Multimaterialschichtsystem gelöst. Als Ätzmaske wird auf das SiO_2 zunächst 50 nm Aluminium aufgedampft und darauf dann 100 nm Cr. Dadurch wird die höhere Selektivität und Ätzbeständigkeit des Chroms ausgenutzt, kann dieses aber über ein nasschemisches Aluminium-Ätzmittel mithilfe der unterliegenden Aluminium-Schicht einfach nasschemisch entfernen. Das Aluminium wird durch das Chrom vor dem ICP-Ätzprozess und der Ablagerung von Fluorkohlenstoffschichten geschützt. Das Aluminium-Ätzmittel (Technietch Al 80) ätzt Chrom nur geringfügig, weshalb die die Ätzstoppschicht aus Chrom beim Entfernen der Maske intakt bleibt. In Abbildung 5.4 b) sieht man den schematischen Aufbau der Probe, sowie das Ergebnis der Maskenentfernung über den Aluminium Lift off. Das rückstandslose Entfernen der Ätzmasken ist so aber nur für einstufige Pyramidenstrukturen möglich, weil eine zweite Stufe samt der unterliegenden Maskierung mit entfernt werden würde. Die Kalibrierartefakte sind als mehrstufige Pyramidenstrukturen geplant, deshalb muss das Design der Masken angepasst werden, dass auch mehrstufige Pyramidenstrukturen hergestellt und ihre Maskierungen rückstandslos entfernt werden können. Dafür wurde ein neues Design mit vergrabenen Masken entwickelt. In Abbildung 5.5 ist am Beispiel einer zweistufigen Pyramide gezeigt, dass die Maskierung für die mittlere Ebene nicht mehr wie vorher die gesamte Fläche der Stufe abdeckt. In der Mitte wird der Bereich, den die nächste

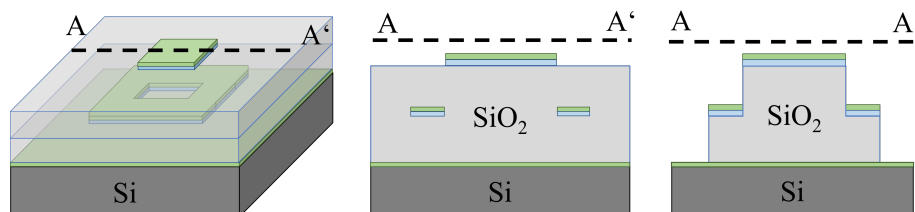


Abbildung 5.5: Schematischer Aufbau der der Multimaterial-Maskierung für die Herstellung mehrstufiger Pyramiden.

Ebene einnehmen soll, ausgespart, sodass bei der Abscheidung der nächsten PECVD-SiO₂ Schicht das SiO₂ der ersten und zweiten Schicht nicht durch eine Maskierungsschicht getrennt sind. So kann die Maskierungsschicht der mittleren Ebene nasschemisch entfernt werden, ohne die darauf liegende Ebene ebenfalls zu entfernen. Bei der Ätzstoppschicht auf dem Substrat ist es möglich, die gleiche Aussparung zu verwenden und sie ebenfalls aus Aluminium und Chrom aufzubauen und nach dem Trockenätzvorgang rückstandslos zu entfernen. Allerdings bedeutet das zusätzliche Belichtungs-, Entwicklungs- und Liftoff- Prozesse, die sowohl den Gesamtprozess verlängern als auch die Kosten der Herstellung erhöhen. In Abbildung 5.6 ist der Querschnitt einer im Rahmen der Arbeit hergestellten zweistufigen Pyramide mit jeweils 1 µm hohen Stufen zu sehen. In den Detailaufnahmen von Abbildung 5.7 sind die jeweiligen Kanten der Stufen, in a) mit Maskierungsschichten und in b) nach dem Entfernen der Maskierungsschicht gezeigt. Man erkennt, dass die Ausrichtung der Maskierungen der verschiedenen Ebenen zueinander nicht zu 100 % korrekt erfolgt ist. Dadurch gibt es an den Kanten Aufwerfungen, die beim Entfernen der Maskierung wegbrechen können. Die Höhenmessung wird von den Aufwerfungen nicht beeinträchtigt, da nach der ISO 5436 nur die Messwerte des mittleren Drittels der Stufenebene verwendet werden sollen [4]. Zudem werden auch die Marker bereits aufgrund der Überschwinger optischer Messsysteme an Strukturkanten genügend weit von diesen entfernt platziert, sodass auch die Marker nicht beeinträchtigt werden. Allerdings kann das Wegbrechen der Aufwerfung zu einer unnötigen Verschmutzung des Chips führen, die vermieden werden soll. Daher wird die Ausrichtung der Masken zueinander optimiert und zudem werden immer die Teststreifen zur Querschnittserstellung in der Qualitätskontrolle überprüft.

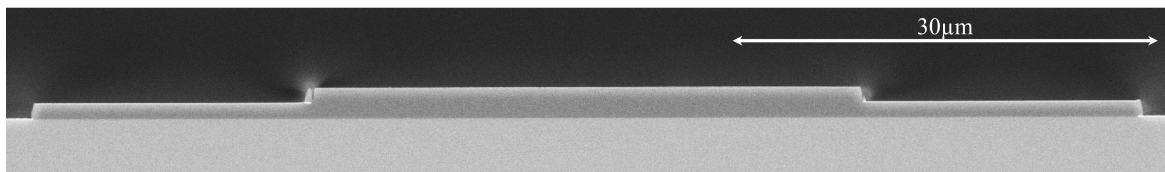
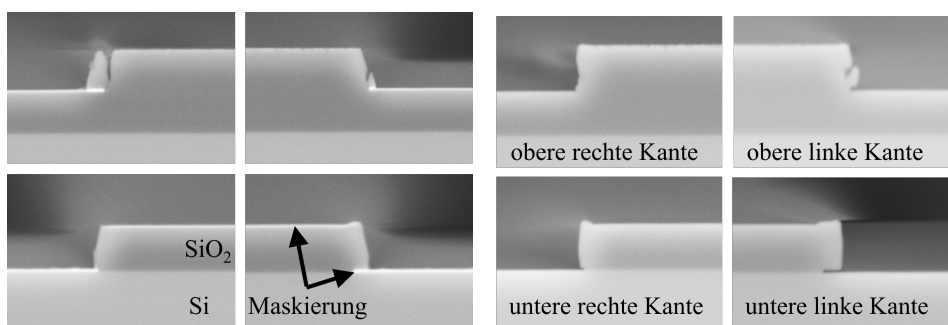


Abbildung 5.6: Querschnitt einer zweistufigen SiO₂ Pyramidenstruktur mit Multimaterial-Maskierung.



a) Vor Entfernen der Maskierungsschichten. b) Nach Entfernen der Maskierungsschichten.

Abbildung 5.7: Detailansicht des Querschnittes der zweistufigen Pyramide, bei der die Ausrichtung der Ätzmaskierungen zueinander noch optimiert werden muss, um die gezeigten Aufwerfungen zu verhindern.

5.4 Pyramidenstrukturfertigung aus Siliziumdioxid

In diesem Abschnitt wird das Aufbringen und Strukturieren von SiO₂-Schichten auf Silizium-Wafern untersucht, qualifiziert und bzgl. der Anforderungen für 3D-Mikronormale zur Anwendung bei optischen Mikroskopen optimiert. Dazu wird zunächst der Schichtauftrag von SiO₂ mit PECVD untersucht und auf Ebenheit optimiert. Anschließend werden die Prozessparameter des Trockenätzprozesses bezüglich der Ätzzeit und der Strukturgeometrie des SiO₂ angepasst.

5.4.1 Schichtauftrag von Siliziumdioxid

Für den Schichtauftrag von SiO₂ wird in dieser Arbeit das ICP plasma deposition system „SI 500 D“ von Sentech genutzt. Die Prozessparameter (Tabelle 5.1) wurden so optimiert, dass die SiO₂-Schichten bei einer möglichst hohen Schichtabscheidungsrate, eine möglichst geringe Oberflächenrauheit aufzeigen. Die Schichthöhe des SiO₂ sollte nicht nur über den Bereich der Strukturgröße von wenigen dutzend bis einigen hundert Mikrometern, sondern über den gesamten Wafer möglichst eben sein. Um die Verteilung der Schichthöhenabweichungen zu untersuchen, wurden ca. 1000 nm SiO₂ auf einem 3“- Silizium-Wafer abgeschieden und mit ellipsometrischen Messungen, durchgeführt von A. Sorokina vom Institut für Halbleitertechnik der TU Braunschweig, die Schichtdicke an 25 Stellen auf dem Wafer gemessen. In Abbildung 5.8 a) ist die Höhendifferenz der einzelnen Messpunkte zum Mittelwert aller Messungen von 996,17 nm auf diesem Wafer dargestellt.

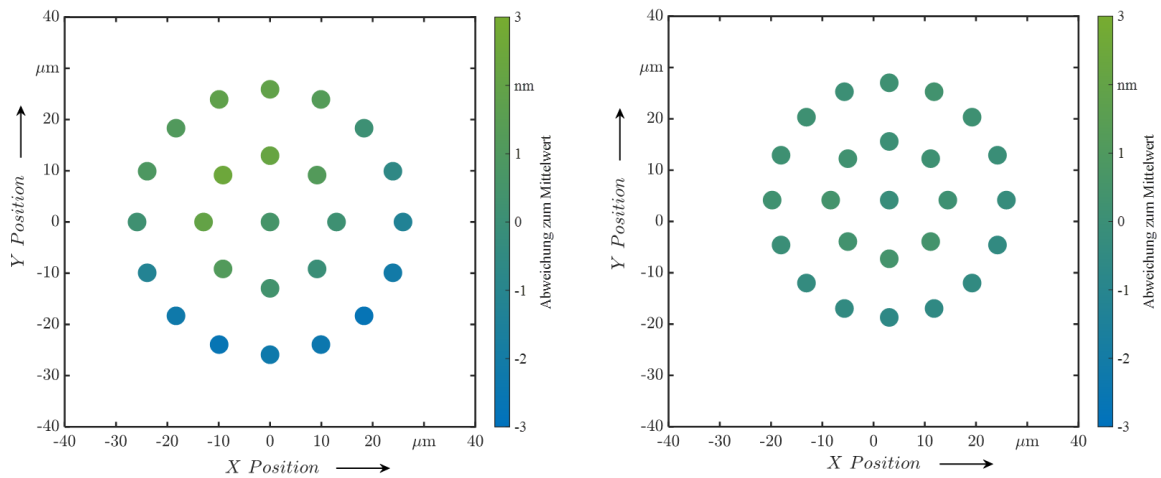
Es zeigt sich, dass der PECVD-Prozess zu einer ebenen Schicht auf dem untersuchten Bereich des Wafers führt mit Abweichungen vom Mittelwert im Bereich von -2,69 nm bis 2,53 nm. Dieser Wert ist für die meisten Anwendungen mit einem Höhenauflösungsvermögen >10 nm ausreichend eben. Bei allen Versuchen zeigte sich allerdings ein Abfall der Schichtdicke vor allem im unteren Wafer-Bereich (Abbildung 5.8). Vermutlich kommt es zu dem inhomogenen Schichtaufbau durch den dort befindlichen Gaseinlass. Gerade die Clusterbildung der ersten Schichten trägt zur Rauheit der Schichtoberflächen stark bei, deswegen kann eine unzureichende Abscheidung zu einer durchgängig niedrigeren Schichthöhe in diesem Bereich führen. Der Wafer konnte während des PECVD-Prozesses nicht gedreht werden, weil nur eine starre Waferhalterung vorhanden war. Deshalb wurde der Prozess in acht kürzere Einzelprozesse aufgeteilt und nach jedem Durchgang um 22,5° auf dem Waferhalter per Hand gedreht.

In Abbildung 5.8 b) ist wieder die Höhendifferenz der einzelnen Messpunkte zum Mittelwert des gesamten Wafers (1027,93 nm) dargestellt. Durch die Aufteilung des Prozesses und dem Drehen des Wafers konnte die Schichtebenheit noch einmal deutlich verbessert werden. Die SiO₂-Schicht zeigt nur noch Abweichungen zum Mittelwert im Bereich von -0,66 nm bis 0,44 nm.

Bezüglich der Substratwahl und seines Einflusses auf die Oberflächeneigenschaften aufgebrachtter SiO₂-Schichten haben Amirzada et al. in ihrer Arbeit nachgewiesen, dass die Art des Substrates

Tabelle 5.1: Prozessparameter des optimierten PECVD Prozesses

Prozessparameter	Temperatur in °C	Druck in Pa	Gaszusammensetzung in sccm	Abscheiderate in nm/s
Parameterwerte	130	1	13 O ₂ 126 Ar 130,5 SiH ₄	~ 0,4



a) Höhenabweichungen zum Mittelwert von 996,17 nm einer in einem Prozessschritt gewachsenen SiO₂-Schicht b) Höhenabweichungen zum Mittelwert von 1027,93 nm einer in acht Einzelschritten gewachsenen SiO₂-Schicht

Abbildung 5.8: Ellipsometrisch gemessene Höhenabweichungen zum Mittelwert von zwei SiO₂-Schichten auf Si-Substrat.

bei höheren Schichtdicken (>150 nm) nur einen vernachlässigbaren Einfluss auf die resultierende Oberflächenrauheit von SiO₂-Schichten hat [101]. Damit verbleibt die Schichtabscheidung als größter fertigungstechnischer Einflussfaktor bezüglich der Unsicherheit der Höhenbestimmung.

Für die in dieser Arbeit beispielhafte Herstellung eines 3D-Mikronormals für ein konfokales 3D-Mikroskopes mit einer Hölenaufösung von 10 nm, hat eine SiO₂-Schicht, wie sie in diesem Unterabschnitt vorgestellt wurde, eine ausreichende Ebenheit und wird in den folgenden Untersuchungen zum Trockenätzen von SiO₂ verwendet.

5.4.2 Ätzen von Siliziumdioxid durch Trockenätzen

Die Kalibrierartefakte für optische Normale sollen einen Z-Höhenbereich von mehreren Mikrometern abdecken und es soll möglich sein, sowohl die Stufenanzahl als auch die Stufenhöhe je nach Anwendung variabel gestalten zu können. Daher muss die Ätzrate des Plasmaprozesses zur Strukturgenerierung im SiO₂ entsprechend hoch sein. Um Ätzrate, Selektivität und das Ätzprofil zu optimieren, wurde die Energie, mit der die Reaktanten auf das zu ätzende Material treffen über die induktive Leistungseinkopplung P_{HF} zwischen 50 W und 300 W variiert, wodurch vor allem die Ätzrate aber auch in geringem Maße die Flankengeometrie durch die Veränderung der Plasmadichte beeinflusst werden kann. In Abbildung 5.9 a) sind Querschnitte der Flankengeometrien des SiO₂ die durch das Ätzen mit der jeweiligen P_{HF} entstanden sind, gezeigt. Basierend auf der Flankengeometrie kommen $P_{HF} = 100$ W, 150 W und 300 W nicht als Ätzprozess zur Fertigung von 3D-Mikronormalen in Frage. Zwar sind die Vorgaben bzgl. der Flankengeometrie für die 3D-Mikronormale zur Nutzung in optischen Mikroskopen nicht auf einen bestimmten Winkel festgelegt. Jedoch ist die Struktur am Substrat „eingekerbt“, was bei allen Messmethoden zu unerwünschten Problemen führen könnte.

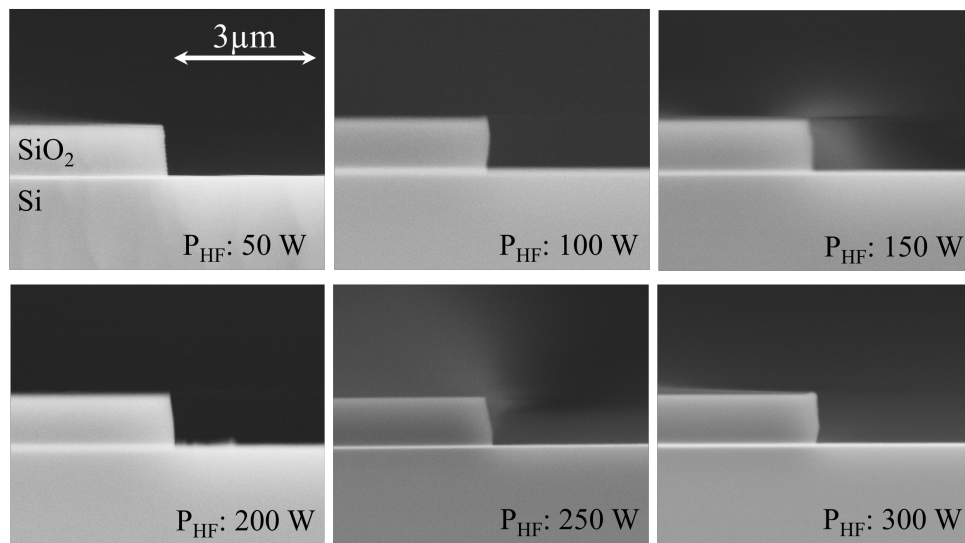


Abbildung 5.9: Veränderung der Flankengeometrie der SiO₂-Stufen durch die P_{HF}-Variation im ICP-RIE-Prozess.

Diese Art der Unterätzung am Strukturfuß könnte durch das sogenannte „Micro-Trenching“ entstehen. In der Mikrotechnik ist das ein Effekt, der entweder durch die Streuung der Ionen des Ätzprozesses an den Seitenwänden von geätzten Gruben oder durch die negative Aufladung der Seitenwände durch Elektronen und dem Einfluss des damit verbundenen elektrischen Feldes auf die Ionenflugbahn entsteht. Er führt zu einer tieferen Rille am Fuß der Struktur [140]. Durch die Ätzschutzschicht aus Chrom zwischen dem Silizium-Substrat und der SiO₂-Schicht kommt es in dem hier vorliegenden Fall nicht direkt zu der beschriebenen Rillenbildung, da die Ätzrate von Chrom im Vergleich zum SiO₂ sehr gering ist. Stattdessen ist es möglich, dass die positiv geladenen Ionen an der Ätzschutzschicht gestreut und von den negativ geladenen Seitenwänden angezogen werden und so die Unterätzung am Strukturfuß verursacht haben. In Abbildung 5.10 ist die Selektivität von SiO₂ zu Chrom über die variierte P_{HF} aufgetragen, die weiteren Prozessparameter sind in Tabelle 5.2 dokumentiert. Bei 50 W liegt die Ätzrate von SiO₂ bei ca. 150 nm/min, das bedeutet, dass das Ätzen einer 1 µm hohe SiO₂-Schicht bereits 6,7 min dauern würde. Für mehrstufige Artefakte oder höhere Stufenhöhen würde sich die Ätzzeit entsprechend vergrößern, was zu einem Aufheizen der Probe trotz Probenkühlung und damit zu einer Änderung des Plasmaprozesses und entsprechenden Inhomogenitäten im Prozess führen würde. Bei den höheren P_{HF}-Werten von 200 W und 250 W nimmt die Selektivität zwar deutlich ab, ist aber mit ca. 28 für 250 W immer noch ausreichend und die Ätzzeit von 3,6 min für 1 µm Schichtdicke ist nur halb so lang wie bei dem Prozess mit einer Leistungseinkopplung von 50 W. Sowohl bei einstufigen als auch mehrstufigen Strukturen muss die Dicke der Maskierung immer an die unter ihr liegende Strukturhöhe angepasst werden. Beispielsweise müsste für eine zweistufige Struktur mit jeweils 1 µm dicken Schichten die obere Chrom-Maske mindestens 70 nm dick sein, während die vergrabene Chrom-Maske der ersten Ebene eine Dicke von mindestens 35 nm haben sollte. Weil die Prototypen für optische Mikroskope zunächst mit Stufenhöhen von 1 µm-2 µm und erstmal nur zwei Ebenen gefertigt werden sollen, werden sie mit den Prozessparametern aus Tabelle 5.2 und einer P_{HF} = 250 W gefertigt.

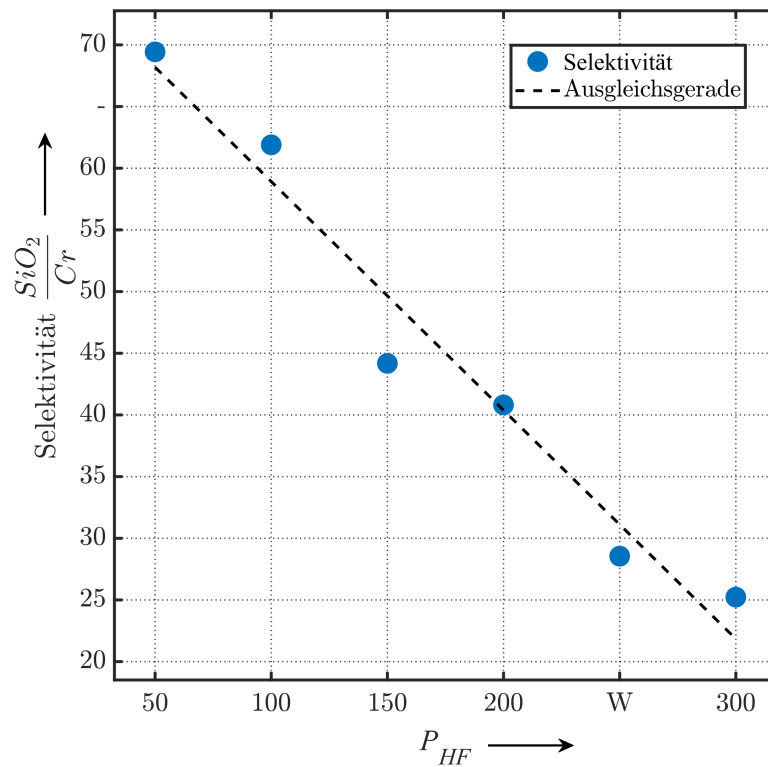


Abbildung 5.10: Selektivität von SiO_2 zu Cr bei der P_{HF} -Variation im ICP-RIE-Prozess.

Tabelle 5.2: Prozessparameter und Ätzergebnisse der P_{HF} -Variation im ICP-RIE-Prozess

CHF_3 in sccm	Druck in Pa	Quelle in W	P_{HF} in W	Ätzzeit in s	Äztiefe SiO_2 in μm	Ätzrate SiO_2 in nm/min	Ätzrate Cr in nm/min
40	0,5	400	50	395	1	152,9	2,2
40	0,5	400	100	284	1	211,3	3,4
40	0,5	400	150	253	1	236,6	5,4
40	0,5	400	200	222	1	269,7	6,6
40	0,5	400	250	220	1	272,5	9,5
40	0,5	400	300	206	1	291,8	11,6

5.5 Pyramidenstrukturfertigung in Silizium mit Trockenätzen

Die 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM sollen einen Höhenstufenbereich von mehreren 100 nm bis in den unteren einstelligen Mikrometerbereich abdecken. Bei der Prozessentwicklung liegt der Schwerpunkt im Gegensatz zum Ätzen des SiO₂ für die Normale in der optischen Anwendung nicht auf einer hohen Ätzrate. Dafür wird besonderes Augenmerk auf die Flankengeometrie und die Oberflächenrauheiten beim Ätzen in das Silizium-Substrat gelegt. Dadurch, dass hier direkt in das Substrat geätzt wird, können weder Ätzstoppschichten noch vergrabene Masken verwendet werden. Ein großer Vorteil des Ätzens von Silizium ist aber, dass über die Variation von Ätzgaszusammensetzung, Druck und weiteren Parametern die Flankengeometrie und die Oberflächeneigenschaften sehr variabel einstellbar sind (siehe Unterabschnitt 3.3.4). Wie schon im Unterabschnitt 4.3.1 dargelegt, dürfen die 3D-Mikronormale für das REM keine steilen Kanten haben, da sonst die korrekte Höhenrekonstruktion aus den BSE-Daten nicht mehr gewährleistet werden kann. Um die Flankengeometrie von Silizium-Strukturen zu einem möglichst flachen Winkel zu ätzen, wird als Startprozess der Parametervariationen das RIE mit einem fluorbasierten Gas verwendet (Tabelle 5.3). Variiert wurden dann der Anteil von O₂ im Gasgemisch bei gleichbleibendem Gesamtgasfluss. Für das Gasgemisch mit dem geringsten Flankenwinkel wurde der Druck im Reaktor von 6 Pa bis 12 Pa gesteigert (Tabelle 5.4). Für diese Parametertests wurden pro Prozesspunkt nicht jeweils ein ganzer Wafer geätzt, sondern es wurde ein Wafer mit 84 Chips vorbereitet. Davon besteht die Hälfte aus 4er-Pyramidenarrays in vier Größen und die andere Hälfte aus Querschnittsbalken zur Flankenwinkelbestimmung (siehe Abbildung 4.9). Für jeden Prozesspunkt der Parametervariation wurden dann jeweils zwei Chips mit Pyramidenarrays und zwei Chips mit Querschnittsbalken auf einem blanken Silizium-Wafer mit Wachs befestigt, um den sogenannten „loading Effekt“ zu vermeiden. Hier ändert sich die Ätzrate aufgrund der Abnahme der exponierten Silizium-Fläche im Reaktor [97]. Durch die Anwesenheit des Silizium-Wafers haben die Strukturen und ihre Geometrie so sehr viel weniger Einfluss auf den Ätzvorgang, denn auch die Geometrie der zu ätzenden Strukturen hat einen Einfluss auf die (lokale) Ätzrate und damit auch die entstehenden Flankengeometrien und Ätztiefen [116]. In Abbildung 5.11 sieht man die Querschnitte der Strukturen mit dem jeweiligen O₂-Gehalt während des Ätzprozesses. Zur besseren Flankendetektion wurden die Proben nach dem Ätzen und Entfernen der Maskierungsschichten mit 100 nm Chrom bedampft. Wie in der Literatur beschrieben hat die Zugabe von O₂ die Ätzrate durch Erhöhung der F-Atom-Konzentration um einen Faktor von vier erhöht (Tabelle 5.3), die dann im

Tabelle 5.3: Prozessparameter und Ätzergebnisse der Gasvariation im RIE-Prozess.

SF ₆ in sccm	O ₂ in sccm	Druck in Pa	Leistung in W	Ätzzeit in s	Ätztiefe Si in nm	Ätzrate Si in nm/min	Ätzrate Cr in nm/min
60	0	8	250	95	934	590	16,6
55	5	8	250	27	1133	2540	8,5
50	10	8	250	38	979	1550	5,0
45	15	8	250	28	862	1850	6,0
40	20	8	250	35	1053	1800	9,5
35	25	8	250	37	885	1440	15,1
30	30	8	250	50	979	1180	16,8
20	40	8	250	253	1222	290	34,3

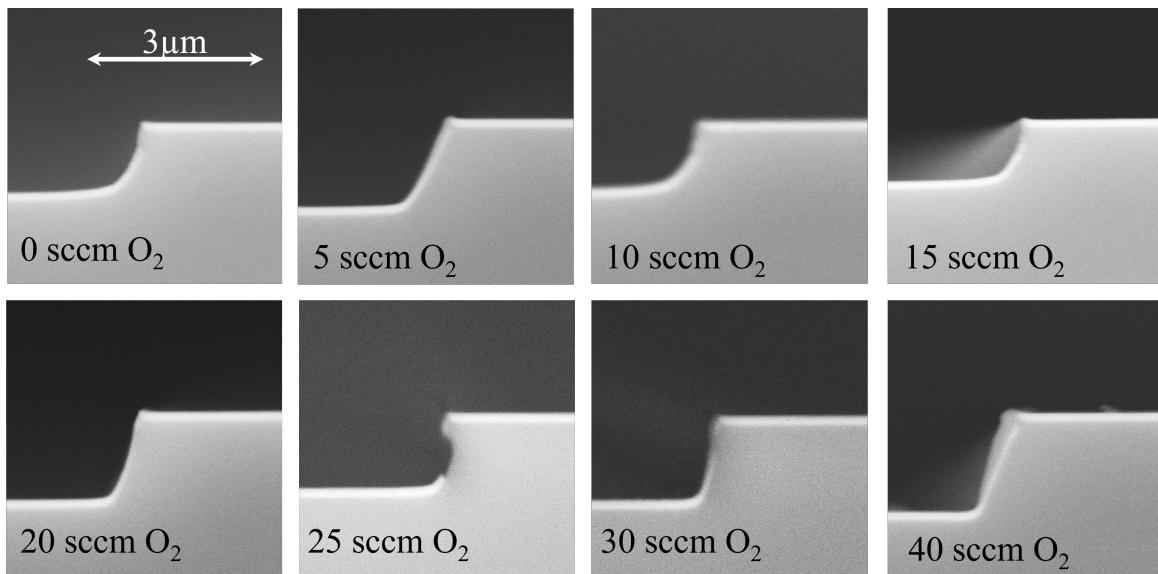


Abbildung 5.11: Querschnitte zeigen die Änderung der Strukturkantengeometrie der Si-Stufen durch die Gasvariation im RIE-Prozess.

Verlauf der weiteren Zugabe von O_2 durch die Verdünnung und des wachsenden $Si_xO_yF_z$ -Films wieder absinkt [117]. Die Verdünnung der F-konzentration mit O_2 trägt zur Passivierung der Seitenwände bei und verringert die Isotropie der Ätzung, weshalb auch der Flankenwinkel wieder zunimmt. Durch die Zugabe und Erhöhung des O_2 -Gehaltes im Ätzgas kann also der Flankenwinkel zwischen 63° und 80° eingestellt werden (Abbildung 5.12). Der geringste Flankenwinkel konnte mit einer Zugabe von 5 sccm O_2 erreicht werden, hier ist zugleich die Ätzrate auch am höchsten.

Die Oberflächen der geätzten Strukturen fallen je nach O_2 Zugabe sehr unterschiedlich aus. In Abbildung 5.13 sind exemplarisch die Seitenwände der Strukturen von den Prozessen mit 0 sccm

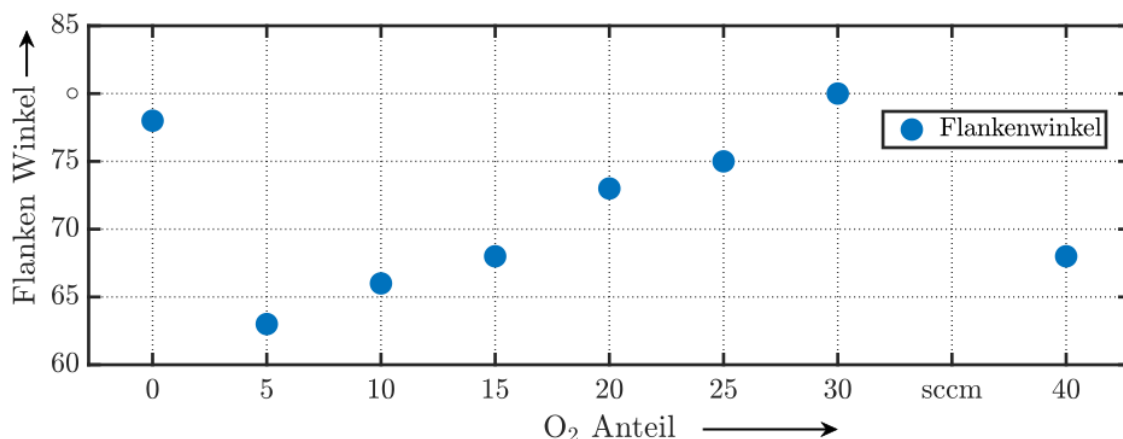
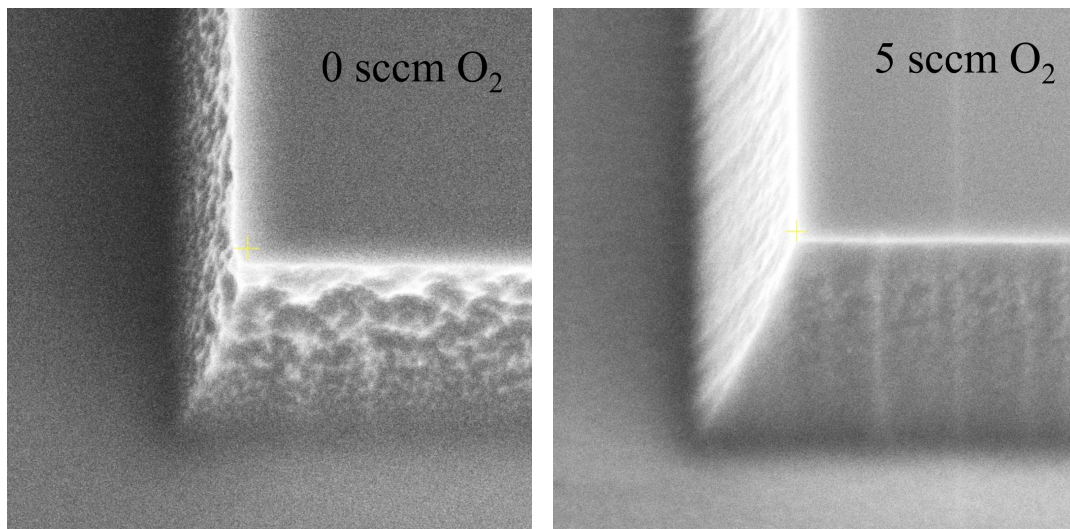


Abbildung 5.12: Flankenwinkel der Si-Stufen bei der Gasvariation im RIE-Prozess.



a) Seitenwandrauheit einer Si-Stufe geätzt mit 0 sccm O₂ im Gasgemisch. b) Seitenwandrauheit einer Si-Stufe geätzt mit 5 sccm O₂ im Gasgemisch.

Abbildung 5.13: Darstellung der Seitenwandrauheit der Si-Stufen im REM.

und 5 sccm O₂ zu sehen. Die Seitenwände der Struktur bei 0 sccm O₂ zeigen eine raue Oberfläche. Die kraterartigen Strukturen auf den Seitenwänden werden zur oberen Kante hin größer. Auch wirkt die obere Kante „ausgefranst“. Bei der Zugabe von 5 sccm O₂ sind die Seitenwände im Vergleich deutlich glatter und die obere Kante ist gerader geschnitten. Bei weiterer Erhöhung des O₂ zeigen die jeweiligen Proben verschieden starke Ausprägungen Oberflächenrauheiten auf den Seitenwänden im Bereich zwischen den hier gezeigten Extremen (Abbildung A.3 im Anhang A). Bei keiner der Proben traten aber auf der Substratoberfläche starke Unregelmäßigkeiten oder Siliziumgras auf.

Um den Flankenwinkel weiter abzuflachen, wurde bei dem Prozesspunkt mit dem geringsten Winkel bei der O₂-Zugabe (5 sccm O₂) der Prozessdruck zwischen 6 Pa und 12 Pa variiert (Tabelle 5.4). Damit bleibt der Plasmazprozess weiterhin im Bereich des reaktiven Ionenätzens. In Abbildung 5.14 sind die Querschnitte der so generierten Strukturflanken zu sehen. Die Erhöhung des Kammerdrucks führt zu einer Verringerung der mittleren freien Weglänge der Ionen im Plasma, was zu einem Verlust der Richtungsabhängigkeit und einer isotroperen Ätzung führt. Je höher der Druck, desto flacher wird der entstehende Flankenwinkel und auch die Ätzraten steigt entsprechend an. Die Abbildung 5.15 a) verdeutlicht, dass der Zusammenhang zwischen Flankenwinkel und Druck in diesem Bereich nicht-

Tabelle 5.4: Prozessparameter und Ätzergebnisse der Druckvariation im RIE-Prozess.

SF ₆ in sccm	O ₂ in sccm	Druck in Pa	Leistung in W	Ätzzeit in s	Äztiefe Si in µm	Ätzrate Si in nm/min	Ätzrate Cr in nm/min
55	5	6	250	120	3,02	1510	3,4
55	5	8	250	120	4,02	2010	8,5
55	5	10	250	120	5,08	2540	12,5
55	5	12	250	120	7,36	3680	27,2

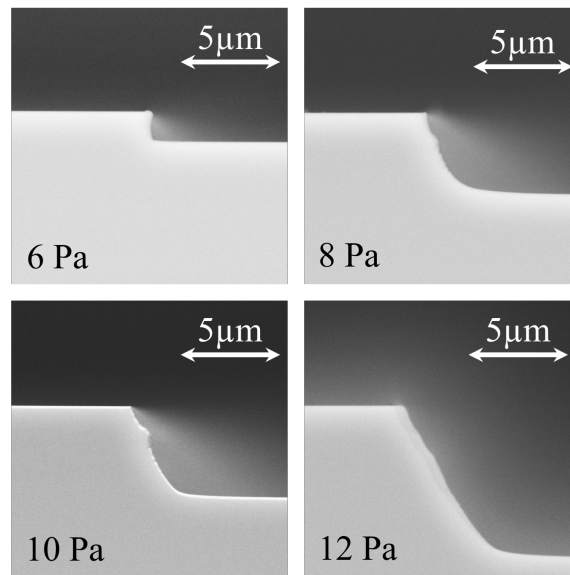
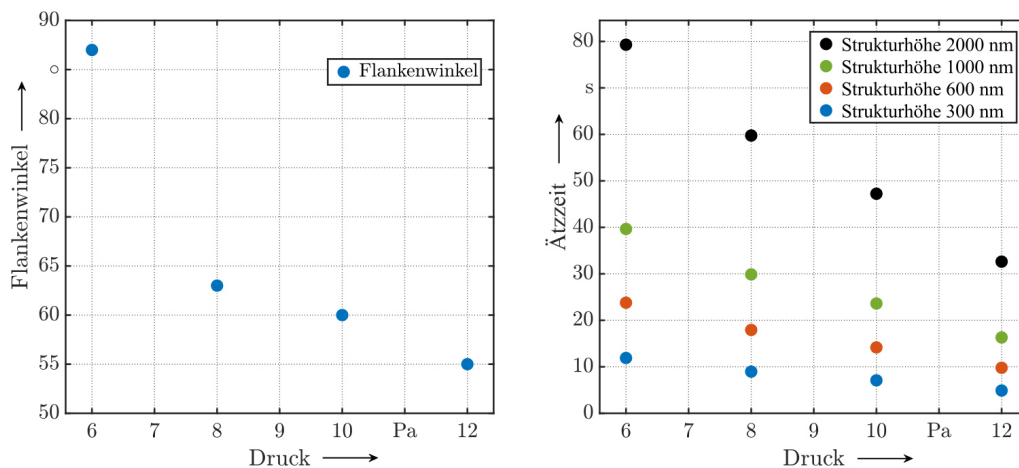


Abbildung 5.14: Einfluss des Prozessdruck auf die Seitenwandgeometrie im Si. Bei Erhöhung des Druckes verringert sich der Flankenwinkel, während die Ätzrate stark ansteigt.

linear ist. Der Literatur zufolge steigen Isotropie und Ätzrate bis zu einem bestimmten Druckbereich weiter an, bis sie ein Plateau erreichen [97]. Die Ätzrate von Silizium ist bei 12 Pa schon bei über $3,5 \mu\text{m}/\text{min}$, das ist für die Fertigung von Strukturhöhen im einstelligen Mikrometerbereich keine Herausforderung, aber für die Fertigung von Strukturen mit Höhen $<1 \mu\text{m}$ verringert sich die Ätzzeit auf wenige Sekunden (Abbildung 5.15 b)). So können Schwankungen, die in der Anfangsphase eines



a) Darstellung der Flankenwinkel über die Druck- b) Darstellung der Ätzzeiten für verschiedene Strukturhöhen im Si über die Druckerhöhung.

Abbildung 5.15: Einfluss des Prozessdruck auf die Ätzraten und die Flankenwinkel.

Plasmaprozesses auftreten einen sehr hohen Einfluss auf den Ätzprozess nehmen. Daher sollte für die spätere Herstellung von 3D-Mikronormalen die Ätzrate deutlich reduziert werden, möglichst ohne den Flankenwinkel zu sehr zu beeinflussen. Beispielsweise über die Reduzierung der Leistung von 250 W auf 50 W. Mit diesen Untersuchungen ist es schon jetzt möglich, die Flankengeometrie zwischen 86° und 55° über die Prozessparameter einzustellen. Mit der stärkeren Isotropie des Prozesses wurde auch die Unterätzung der Maskierungsschichten immer größer. Dadurch kam es teilweise dazu, dass die Maskierung während des Prozesses durch die starke Unterätzung kollabiert ist (siehe Abbildung 5.16). Das kann zu unregelmäßigen Ätzergebnissen im oberen Strukturbereich und zu vermehrten Verschmutzung der Probe führen, wenn Teile der Maskierung bei der Prozessierung wegbrechen. Zur besseren Stabilisierung könnte eine zusätzliche Schicht aus SiO_2 zwischen die Maskierungsschichten Chrom und Aluminium aufgebracht werden. Zudem sollten die Strukturen außerhalb der Pyramidenarrays, also die Abgrenzungen und Finde-Strukturen entsprechend der Flankenwinkeln verbreitert werden, dass sie weiterhin ihre Funktion erfüllen und sich die Maskierung während des Ätzprozesses nicht durch die starke Unterätzung löst.

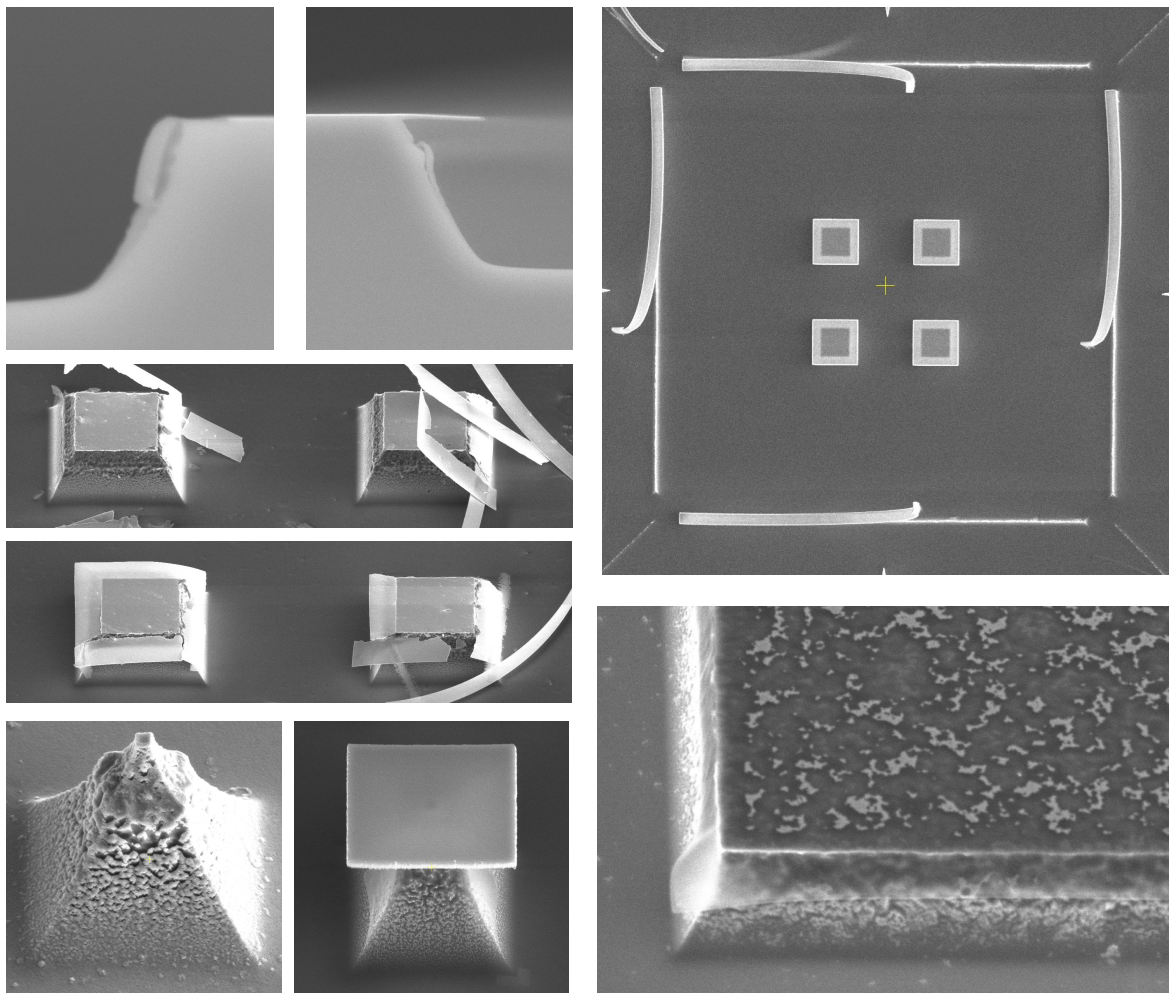


Abbildung 5.16: Verschiedene Auswirkungen von starker Unterätzung auf die Maskierung.

5.6 Methoden der Markerherstellung

Die Genauigkeit einer auf Referenzpunkten basierenden Kalibrierungsstrategie hängt von der Genauigkeit der Bestimmung der Referenzkoordinaten aus den Messdaten ab. Deswegen ist es wichtig, dass das Markermaterial einen genügend hohen Kontrast zum Substratmaterial hat und die Marker möglichst rund sind. Der Kontrast im BSE-REM-Bild ist von der Kernladungszahl Z der vorhandenen Materialien abhängig. Daher wurden die möglichen Markermaterialien nach ihrer Kernladungszahl ausgewählt. Aluminium ist mit $Z_{Al} = 13$ so nahe an Silizium ($Z_{Si} = 14$), dass im BSE-REM kaum ein Kontrastunterschied sichtbar werden würde. Ti, Cr, Ni und Ge liegen mit Kernladungszahlen zwischen 22 und 32 in einem ähnlichen Bereich. Chrom ist im Lift-off-Prozess einfach und unproblematisch verwendbar und wurde so als erstes Markermaterial ausgewählt. Als Material mit hoher Kernladungszahl wurde Gold ($Z_{Au} = 79$) ausgewählt. Zusätzlich dazu noch AuPd, weil Palladium mit $Z_{Pd} = 47$ im Bereich zwischen Chrom und Gold liegt und das Palladium die weichen Materialeigenschaften des Goldes etwas ausgleicht. Silber (Ag) liegt mit seiner Kernladungszahl von 46 auch im Bereich von Pd. Aber die Härte von Silber nach Vickers [141] ist in einem ähnlichen Bereich wie Gold (Silber: 251 MPa; Gold: 216 MPa; Chrom: 1060 MPa) und kann daher problematisch für zerstörungsfreie taktile Messungen sein.

Zur Untersuchung der Markereigenschaften wurden drei 3"-Silizium-Wafer mit einem zwei-Lacksystem (Abschnitt 3.1) mit der EBL belichtet und entwickelt. Anschließend wurden die drei ausgewählten Materialien auf den jeweiligen Wafer mit einer Dicke von 90 nm aufgedampft. Damit das Gold am Substrat haftet, wurde als Haftvermittlungsschicht beim AuPd 10 nm Aluminium und beim Gold Silber (Ag) als Haftvermittlungsschicht aufgebracht.

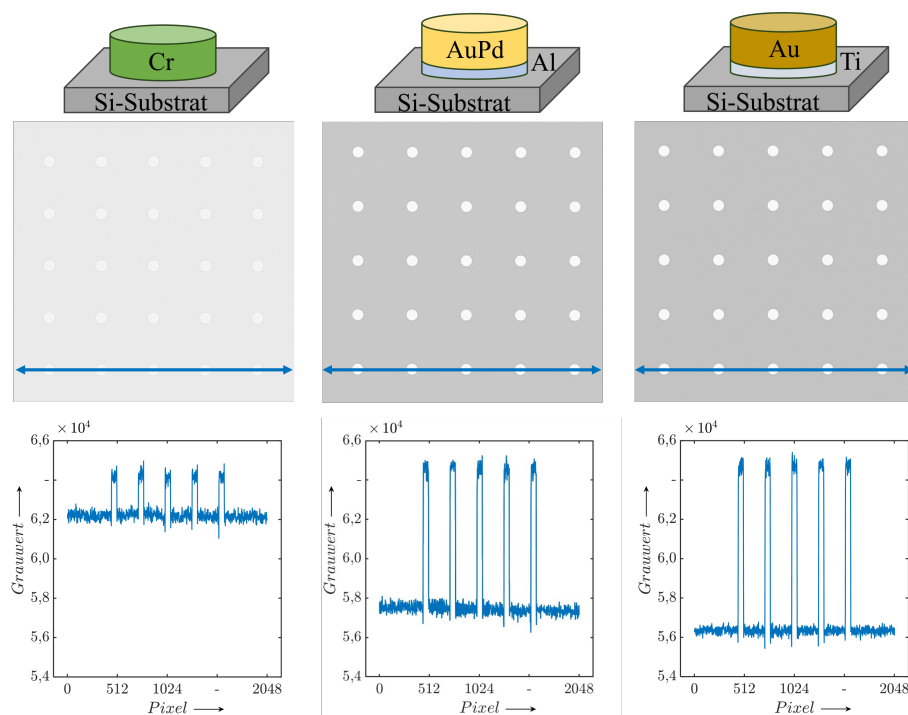


Abbildung 5.17: Darstellung des Aufbaus der drei Markermaterialien, der jeweiligen BSE-REM-Bilder und der 16-bit Grauwerte jedes Markermaterials.

10 nm Titan zwischen Substrat und Markermaterial aufgebracht. Im letzten Schritt wurde der Liftoff-Prozess durchgeführt. In Abbildung 5.17 sind BSE-REM-Bilder von Markern aus Chrom, AuPd und Gold mit einem Durchmesser von jeweils 4 µm und den jeweiligen 16 bit Grauwerten über die Bildlänge gezeigt.

Der Kontrast K zwischen Markermaterial und dem Substrat kann nach Michelson über das Verhältnis der maximalen und minimalen Helligkeiten H berechnet werden [142]:

$$K = \frac{H_{\max} - H_{\min}}{H_{\max} + H_{\min}} \text{ mit } 0 \leq K \leq 1. \quad (5.6.1)$$

Für Chrom auf Silizium zeigt sich im Vergleich zu AuPd und Gold ein geringer Kontrast von 0,05, während AuPd bei 0,15 und Gold bei 0,18 höher sind. Bei allen drei Materialien ist es möglich, die Marker mit Bildverarbeitungsmethoden zu erkennen und die Mittelpunkte zu bestimmen.

Die Marker sollen über den ganzen Nutzungsbereich des REM funktionieren, deswegen wurden BSE-Bilder mit unterschiedliche Beschleunigungsspannungen zwischen 5 kV und 20 kV aufgenommen. Dabei zeigt sich, dass lediglich bei den Chrom-Markern bei 20 kV Beschleunigungsspannung das Rausch-zu-Signalverhältnis so hoch ist, dass ein Filter nötig ist, um das Hintergrundrauschen zu reduzieren. Nur bezogen auf den Kontrast, ist es bei allen verwendeten Materialien möglich, mit entsprechenden Bildverarbeitungsmethoden die Marker als Referenzpunkte zu erkennen und ihre lateralen Koordinaten zu bestimmen.

In Abbildung 5.18 sind jeweils vier Markerdurchmesser der drei Materialien in SE-REM-Bildern dargestellt, um die Oberflächentopografie zu zeigen. Es ist erkennbar, dass die Gold-Marker, die am wenigsten fragmentierten Kanten aufweisen, dafür aber eine deutlich granularere Oberfläche als die anderen beiden Materialien haben. Fragmentierte Außenkanten können zu einer höheren Unsicherheit bei der Bestimmung der Kreismittelpunktskoordinaten beitragen, während die Granularität der Oberflächen die Unsicherheit bei der Bestimmung der Z-Koordinate erhöht.

Die Rundheit R von kreisförmigen Objekten kann über das Verhältnis der Fläche F zum Umfang U berechnet werden [143]:

$$R = 4\pi \frac{F}{U^2}. \quad (5.6.2)$$

Wobei die Rundheit für einen idealen Kreis zu 1 wird und für irreguläre Strukturen gegen 0 geht. Die Umfangsbestimmung bei digitalen auf Pixeln basierenden Bildern erfolgt oft durch die Vernetzung der Pixelmittelpunkte miteinander mit anschließender Addition einer Gewichtung basierend auf den Winkeln zwischen zwei Segmenten [144]. Damit liegen aber Teile der äußeren Pixel außerhalb der berechneten Umfangslinie und diese geht als zu geringer Wert in die Rundheitsberechnung mit ein. Zudem hat auch die Anzahl der Pixel pro zu beurteilender Struktur einen Einfluss auf die Berechnung [145]. Korrekturen zum Beispiel durch Subpixelinterpolation wurden nicht vorgenommen, da die Rundheit hier nur vergleichend zur Prozessbeurteilung verwendet wird.

Eine Überprüfung einer in Matlab verwendeten Algorithmik [146, 147] zeigt, dass bei künstlich erzeugten Bildern, bei denen die Markerdurchmesser nicht glatt in ganze Pixelzahlen aufgeteilt werden können (Markerdurchmesser liegen im Bereich von 31,49 px - 32,49 px pro Marker) die Pixel-Verschiebungen zu Abweichungen von bis zu 5 % in der Rundheitsberechnung bei einem idealen Kreis mit 32 Pixeln im Durchmesser führen können. Daher sind bei den Messdaten der Marker nur Abweichungen, die über 5 % liegen überhaupt als signifikant einzustufen.

Untersucht wurden fünf Markerdurchmesser der drei Materialien bei drei Beschleunigungsspannungen und es wurde über 60 Marker gemittelt. Alle Ergebnisse lagen mit der genutzten Matlab-Algorithmik

in einem Bereich von $R = 0,95 - 0,99$ und sind damit alle rund.

Im Umgang mit den Proben zeigte sich, dass die Haltbarkeit sowohl bei den Gold-Markern als auch bei den AuPd-Markern geringer ist als bei den Chrom-Markern. Alle drei Proben wurden in Haftgelboxen mit der Haltekraft X4 verschickt und auf gleiche Weise mit Pinzetten bewegt. Bei den Gold-Markern kam es zu starken Schäden, die ein 3D-Mikronormal für die Nutzung unbrauchbar machen würden (Abbildung A.5 im Anhang A).

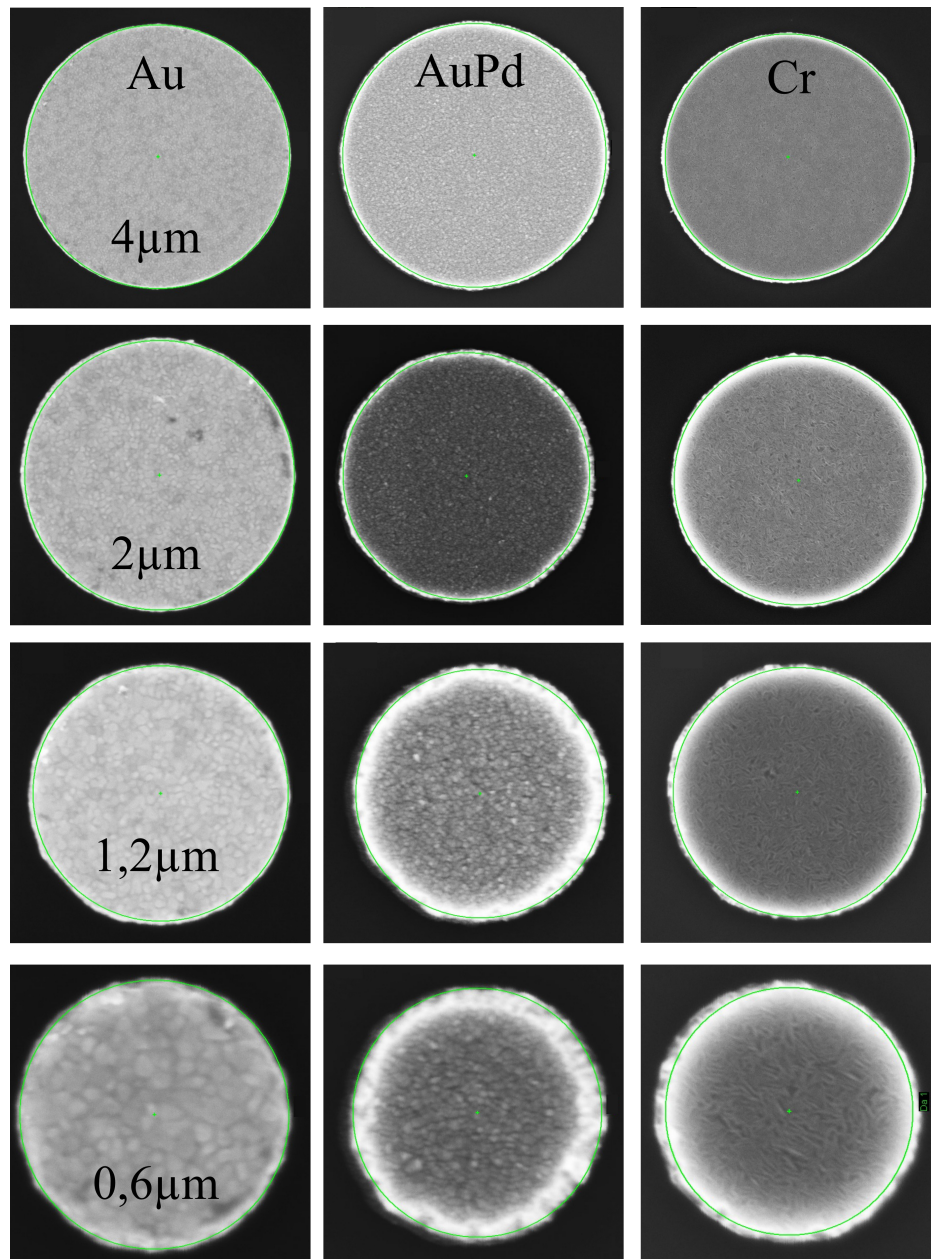


Abbildung 5.18: SE-REM-Aufnahmen der drei Markermaterialien in vier Größen.

6 Herstellung von 3D-Mikronormalen für die dimensionelle Messtechnik

In diesem Kapitel werden die in Kapitel 4 aufgestellten Design-Vorgaben und die in Kapitel 5 gewonnenen Erkenntnisse durch die Optimierung der Herstellungsprozesse genutzt, um 3D-Mikronormale zur Anwendung in der optischen Mikroskopie und im REM herzustellen.

Für die Anwendung in der optischen Mikroskopie sind vor allem die laterale Skalierbarkeit und die Ebenheit der Höhenstufen von hoher Priorität. Gleichzeitig soll aber auch ein Materialmix im Messfeld vermieden werden, da dies zu Fehlern in der Höhenmessung in optischen Mikroskopen führen kann. Für die Anwendung im REM ist vor allem die Flankengeometrie entscheidend für die korrekte 3D-Rekonstruktion. Aber auch das Markermaterial und der entstehende Kontrast im BSE-Bild ist ein wichtiger Aspekt für die Fertigung.

6.1 Prozesskette der 3D-Mikronormale für optische Mikroskopie

Mit den Anforderungen der Messmethoden und den Vorgaben aus dem Design sowie den Erkenntnissen der Prozessoptimierung kann eine Prozesskette zur Herstellung von 3D-Mikronormalen zur Anwendung in der optischen Mikroskopie entworfen werden. In Abbildung 6.1 ist diese für eine zweistufige Pyramidenstruktur mit rundem Markersystem schematisch dargestellt.

Als Substrat dient ein Silizium-Wafer, auf den eine Ätzschutzschicht aus Chrom aufgebracht wird. Auf diese Ätzschutzschicht wird dann $1\ \mu\text{m}$ SiO_2 mit dem im Unterabschnitt 5.4.1 beschriebenen PECVD Prozess aufgebracht, als Basisstufe der Pyramidenstruktur. Darauf wird dann die Ätzmaskierung der Basisstufe mit einer Aussparung für die zweite Stufe aufgebracht. Je nachdem wie viele Höhenstufen das 3D-Mikronormal haben soll, kann dieser Schritt entsprechend oft wiederholt werden. Bei der letzten Höhenstufe wird dann eine Ätzmaskierung ohne Aussparung auf das SiO_2 aufgebracht.

Alle Ätzmaskierungen bestehen jeweils aus einer Aluminium-Schicht und einer Chrom-Schicht. Wobei die Chrom-Schicht allein als Ätzmaskierung fungiert und die Aluminium-Schicht nur dem restlosen Entfernen der Chrom-Schicht dient (Abschnitt 5.3). Sowohl die Strukturierung der Ätzschutzschicht als auch der Ätzmaskierungen wird mit EBL und dem Liftoff-Prozess durchgeführt.

Im nächsten Schritt werden die SiO_2 -Schichten, in dem in Unterabschnitt 5.4.2 qualifizierten Ätzprozess, strukturiert und anschließend die Ätzmaskierungen nasschemisch entfernt.

Auf die so hergestellten zweistufigen SiO_2 -Strukturen wird dann eine 100 nm dicke Deckschicht aus Chrom abgeschieden, um eine, für die optischen Mikroskope opake homogene Oberfläche zu schaffen. Auf dieser Deckschicht werden dann die Marker auf allen Pyramidenebenen mit dem Liftoff-Prozess hergestellt.

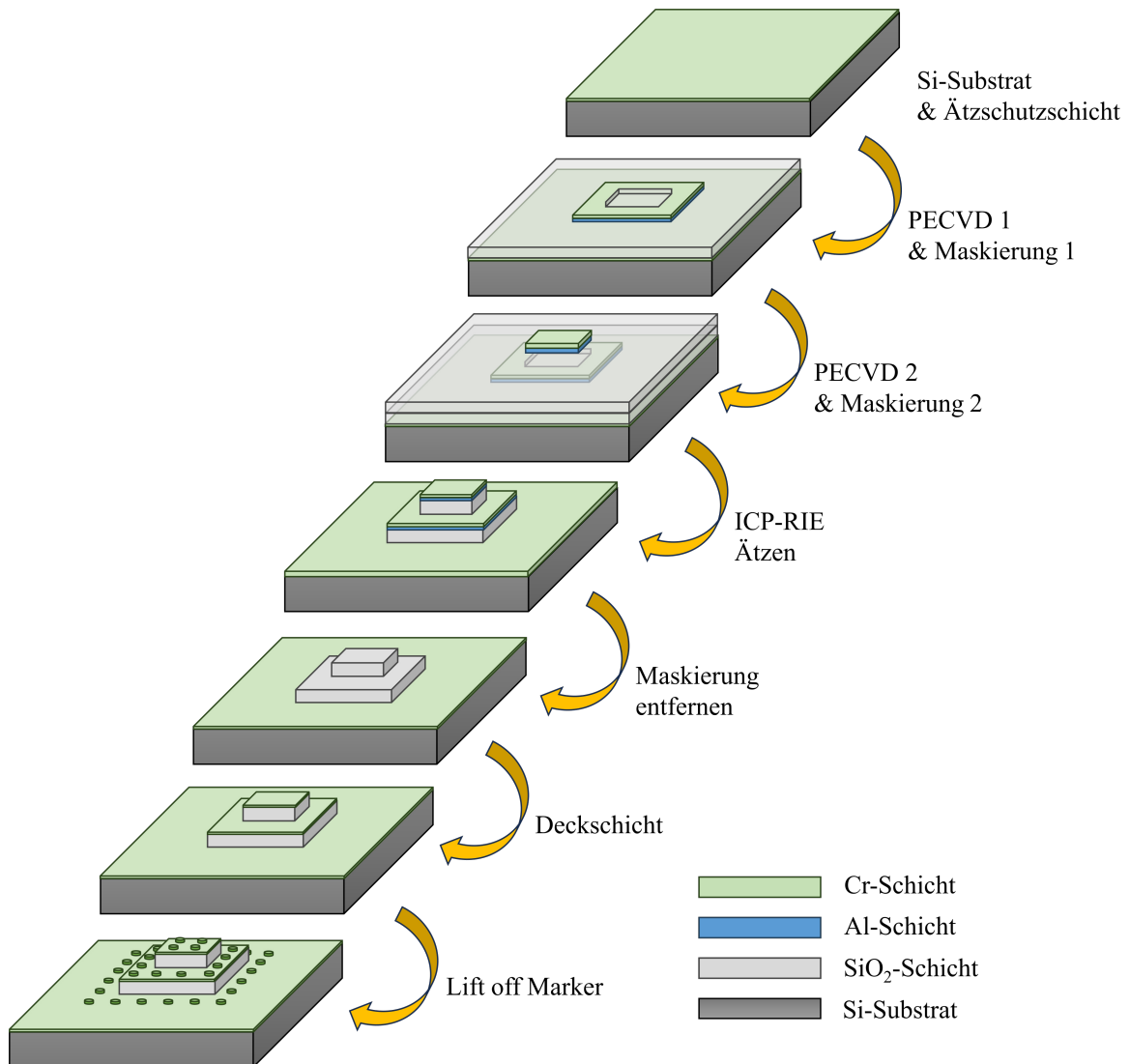


Abbildung 6.1: Schematisch dargestellte Prozesskette zur Herstellung des 3D-Mikronormalen für die Anwendung in optischen Mikroskopen.

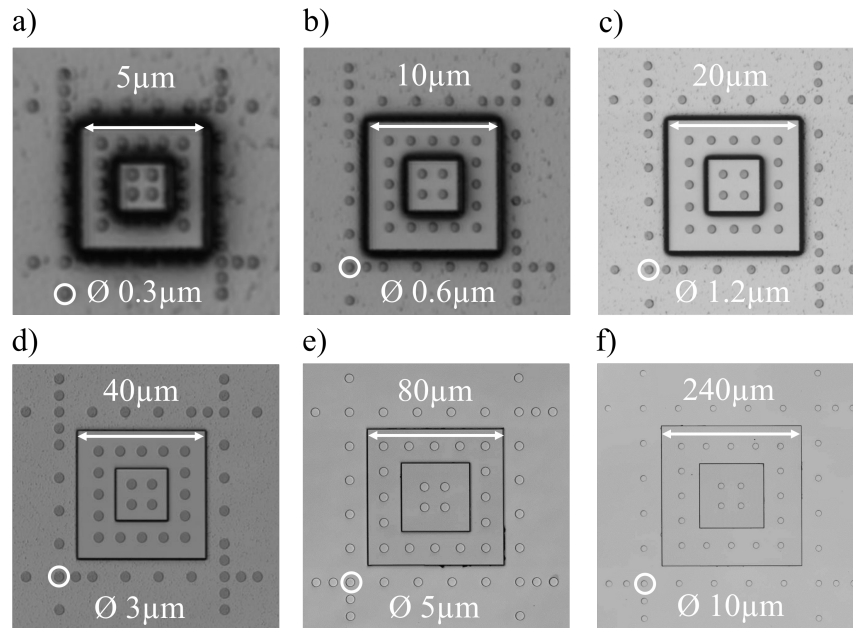


Abbildung 6.2: Die Prozesskette kann Strukturen mit Kantenlängen im Bereich von 5 μm bis 240 μm und Marker-Durchmessern von 0,3 μm bis 10 μm skalieren.

Um die Skalierbarkeit des Prozesses zu überprüfen, wurde zum einen der Strukturchip des Labor-Designs der 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen mit den Strukturen PN-OM-L-80 und PN-OM-L-240 gefertigt und zum anderen der Strukturchip des Labor-Designs der 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM mit den vier Größe, allerdings abgewandelt als zwei-stufiges Design, mit dem oben erklärten Prozess hergestellt. In Abbildung 6.2 sind jeweils eine Pyramide der gefertigten 4er-Arrays mit einem konfokalen optischen Mikroskop (Lext OLS4100) aufgenommen worden. Es zeigt sich, dass der Prozess sowohl für die Pyramidenstrukturfertigung als auch für die Markerfertigung sehr gut zwischen Basiskantenlängen von 5 μm bis 240 μm und Marker-Durchmessern von 0,3 μm bis 10 μm skalierbar ist. Auch eine noch höhere laterale Skalierung bei den Kantenlängen und Marker-Durchmessern ist möglich.

Nur die Skalierung in der Z-Höhe konnte in der Laborfertigung nicht weiter untersucht werden, da die vorhandene Dünnschicht-Anlagentechnik nicht auf höhere Schichtdicken als 1 μm -2 μm beim PECVD-SiO₂ und bis zu 100 nm-150 nm beim Metall-Aufdampfen ausgelegt ist.

Anhand der Aufnahmen mit dem konfokalen Mikroskop lässt sich auch feststellen, dass die die kleineren Größen, die für das REM vorgesehen sind (Abbildung 6.2 a), b) und c)) eine starke Abschattung an den Strukturkanten zeigen, die bei a) eine Messung der Marker komplett verhindert. Bei der Strukturgröße die in Abbildung 6.2 c) dargestellt ist, hat die Abschattung auf die Marker keinen Einfluss mehr. Allerdings sind sie auch hier für eine Messung noch nicht auflösbar.

Abbildung 6.3 zeigt für den Vergleich von FIB und waferbasiert hergestellten 3D-Mikronormalen die mit einem konfokalen Mikroskop aufgenommenen Intensitätsbilder und die entsprechenden Schnitte durch die Höhenebenen. Die in Abbildung 6.3 c) dargestellte FIB Struktur (mmc160) wurde der Arbeitsgruppe 5.14 3D-Rauheitsmesstechnik der PTB von der Firma point electronic GmbH be-

reitgestellt und ist im Handel nicht erhältlich. In Abbildung 6.2 c) sind die Inhomogenitäten und Parallelitätsabweichungen der Ebenen, welche durch die Skalierung im FIB-Prozess entsteht, erkennbar. Das Design und der Aufbau der neuen waferbasiert hergestellten Struktur PN-OM-80 ist denen der FIB-generierten ähnlich, außer dass sie hier nur zwei Höhenebenen hat und die Markierungen keine kreisförmigen Löcher, sondern zylindrische Erhebungen mit einer Höhe von 150 nm sind. Die Marker sind zudem um 0,4 μm größer im Durchmesser als die FIB-Marker. Die PN-OM-40 (Abbildung 6.3 d)) entspricht bzgl. der Basiskantenlänge und dem Markerdurchmesser den Größen der FIB-40-Struktur (Abbildung 6.3 c)). Beide Strukturen können mit dem 50x Objektiv im Konfokalmikroskop aufgelöst werden, allerdings ist ein weiterführender herstellungstechnischer Vergleich der Strukturen wenig sinnvoll, da sich die Herstellungsprozesse und die Marker zu stark unterscheiden.

Allerdings kann im Vergleich von Abbildung 6.3 b) und d) der Einfluss der ausgewählten Objektiven auf die Überschinger an den Kanten gezeigt werden. Beide Strukturen haben annähernd gleiche Stufenhöhen und mit dem 100x Objektiv sind deutliche Überschinger an den linken Strukturkanten zu sehen, während diese bei dem 50x Objektiv deutlich geringer ausfallen.

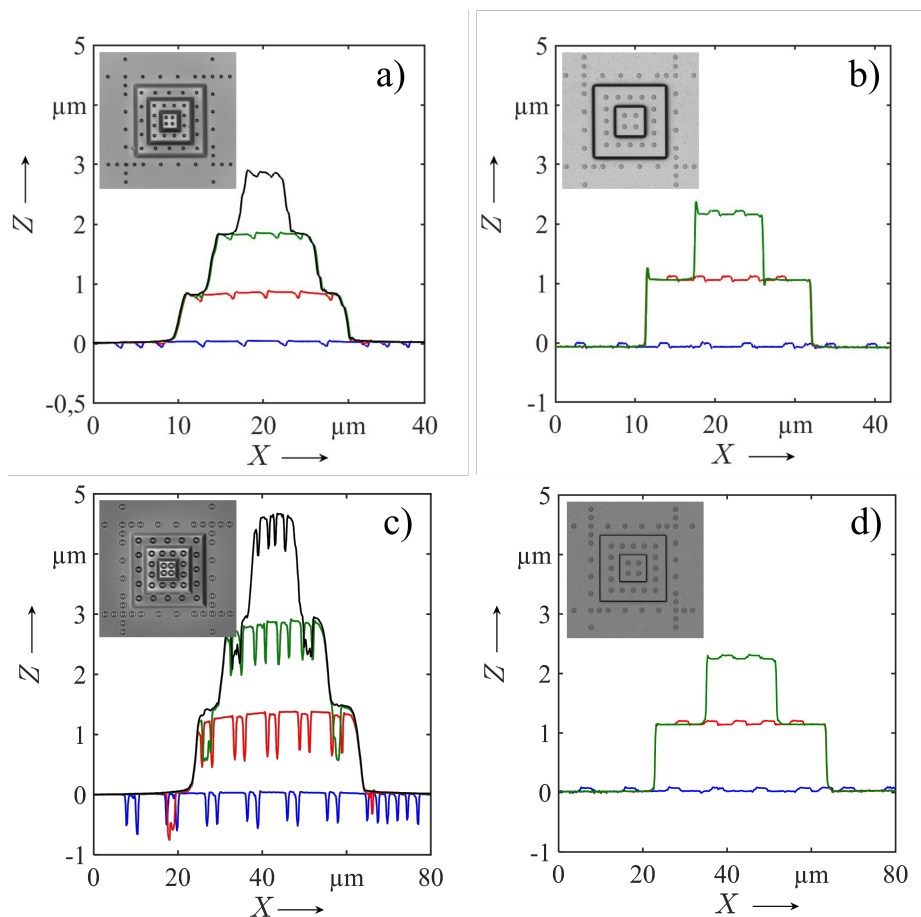


Abbildung 6.3: Darstellung von Ebenenschnitten der mmc80 (a) und mmc160 (c)) FIB-gefertigten Normale im Vergleich zu den im waferbasierten Prozess gefertigten 3D-Mikronormalen in vergleichbaren lateralen Größen (b) und d)).

6.2 Prozesskette der 3D-Mikronormale für Rasterelektronenmikroskopie

Die in Abschnitt 5.5 vorgestellte Prozessoptimierung der Herstellung von flachen Flankengeometrien im Silizium wurde zusammen mit in Kapitel 3 ausgeführten Rechercheergebnissen genutzt, um eine Fertigung gemeinsam mit Industriepartnern umzusetzen. In Abbildung 6.4 ist der Prozess schematisch dargestellt. Als Substrat wurden 4“-Silizium-Wafer verwendet, weil dies die einzige Wafergröße ist, die sowohl bei den Industriepartnern als auch mit der Anlagentechnik der PTB Braunschweig verwendet werden kann. Die Pyramidenstruktur wurde direkt in das Silizium-Substrat geätzt, weshalb die Ätzmaskierung direkt auf das Substrat aufgebracht wurde. Die Ätzmaskierung besteht ebenfalls aus einer Aluminium- und einer Chrom-Schicht. Wobei die Chrom-Schicht weiterhin allein als Ätzmaskierung fungiert und die Aluminium-Schicht nur dem restlosen Entfernen der Chrom-Schicht dient. Die Strukturierung der Ätzmaskierungen wurde mit EBL und dem Lift-off-Prozess an der PTB durchgeführt. Die Mitarbeiter der der Hahn-Schickard Gesellschaft (HSG) in Stuttgart haben im Vorfeld nach Beratung mit der PTB eigene Versuche an ihrer RIE-Trockenätzanlage unternommen, um die Ergebnisse aus Abschnitt 5.5 auf ihre Anlage zu übertragen. Dazu wurde das gleiche $\text{SF}_6\text{-O}_2$ -Verhältnis von 11 : 1 gewählt, allerdings lag die Gesamtmenge des Gasgemisches bei HSG bei 36 sccm. Wie in Abschnitt 5.5 vorgeschlagen, wurde die Leistung reduziert, wodurch die Ätzrate auf ca. $0,34 \mu\text{m}/\text{min}$ verringert werden konnte und die geätzten Oberflächen zusätzlich eine höhere Ebenheit aufweisen. Die Wafer wurden mit den Prozessparametern aus Tabelle 6.1 von der HSG geätzt. In der PTB wurden dann die Ätzmaskierungen nasschemisch entfernt. Zur Herstellung der Markerstrukturen

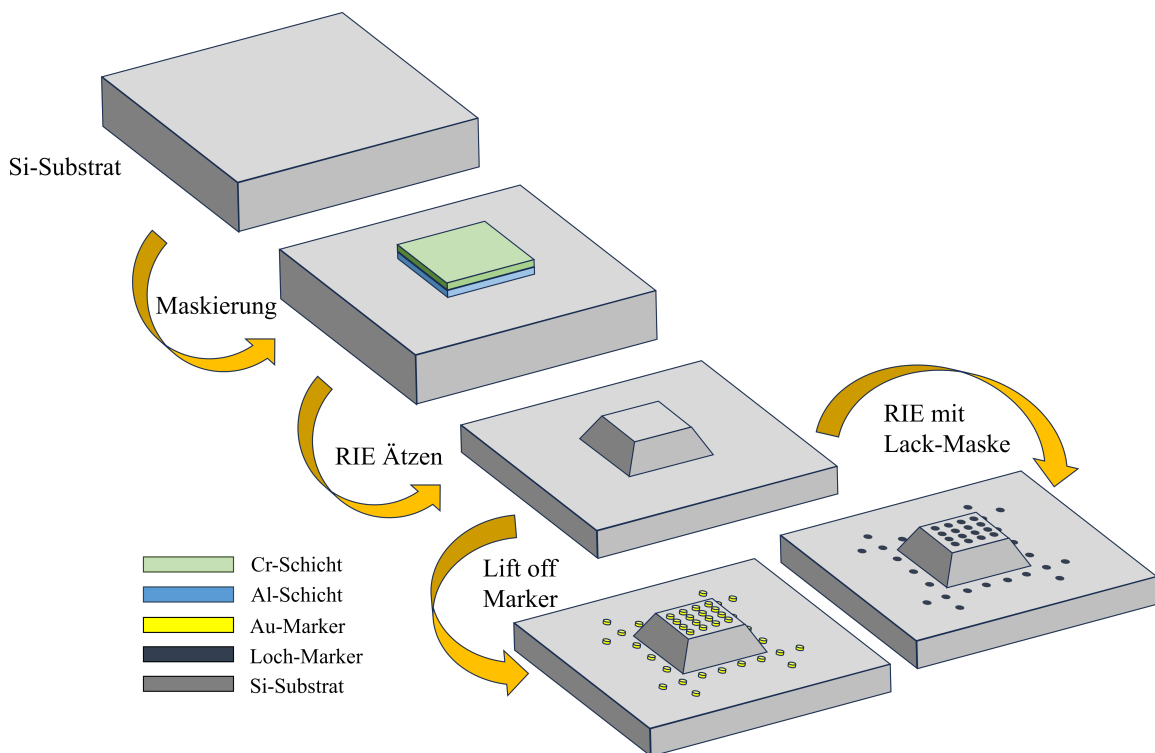


Abbildung 6.4: Schematisch dargestellte Prozesskette zur Herstellung des 3D-Mikronormal für die Anwendung im REM mit zwei Markerarten.

Tabelle 6.1: Prozessparameter und Ätzergebnisse der Ätzprozesse der Pyramidenstruktur und der vertieften Marker durch HSG

Prozess	SF ₆ in sccm	O ₂ in sccm	Druck in Pa	Leistung in W	Ätzzeit in s	Ätztiefe Si in µm	Ätzrate Si in µm/min
Strukturätzen	33	3	8	50	180	1,04	0,34
Markerätzen	50	0	20	58	-	0,27	-

wurde ein zwei-Lack-System (Abschnitt 5.1) auf den geätzten Wafer aufgebracht. Am Fraunhofer Institute for Electronic Nano Systems (ENAS) in Chemnitz wurde von den Mitarbeitern des ENAS die EBL, Entwicklung des Lackes und Bedampfung mit dem Markermaterial Gold sowie einer Haftschrift aus Titan durchgeführt. Im Anschluss wurde der letzte Schritt des Gold-Lift-off an der PTB durchgeführt.

Es kam bei den Markerstrukturen aus Gold zu Fertigungsabweichungen (Abschnitt 8.2), daher wurde eine weitere Möglichkeit der Markergenerierung, in das Substrat geätzte runde Löcher, untersucht. Die Markerererkennung der Software funktioniert mit runden Löchern, wie schon von Ritter gezeigt, in der 3D-Rekonstruktion sehr gut [16]. So können mögliche Unsicherheiten bezüglich des Materialmixes in der 3D-Rekonstruktion der BSE-Daten im REM eliminiert werden. Zur Fertigung der Marker als Löcher im Silizium-Substrat wurde eine 290 nm dicke Lackschicht aus PMMA P 642,06 als Ätzmaskierung verwendet, die mit der EBL der PTB strukturiert wurde. Von der HSG wurden in einem zweiten Ätzschritt dann die Löcher in das Silizium geätzt (Tabelle 6.1).

In Abbildung 6.5 ist einmal in a) der flachste Winkel der Prozessoptimierung aus Abschnitt 5.5 und zu anderen in b) der mit dem Prozess von HSG hergestellte Strukturwinkel gezeigt. Im HSG-Prozess konnte in den unteren $\frac{2}{3}$ der Struktur ähnlich flache Winkel wie im Laborprozess in a) erreicht werden. Allerdings wurde die Struktur im oberen Drittel deutlich steiler, was bei der 3D-Rekonstruktion zu falschen Höhen führt, wie in Abschnitt 9.2.2 gezeigt ist. Daher müssen die Prozessschritte bei der HSG weiter optimiert werden. Abbildung 6.6 zeigt den Vergleich der Schnittebenen der 3D-Rekonstruierten einstufigen 3D-Mikronormalen einmal in a) mit vertieften und einmal in b) mit erhöhten Markern mit dem mit FIB hergestellten 3D-Normal, sowie die jeweiligen BSE-REM-Aufnahmen und 3D-Ansichten. Die 3D-Rekonstruktionen wurden mit der Software der point electronic GmbH aus jeweils

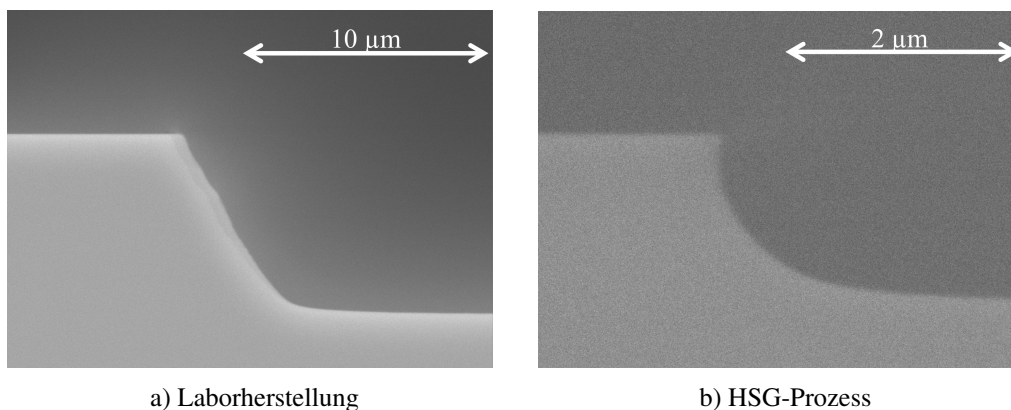
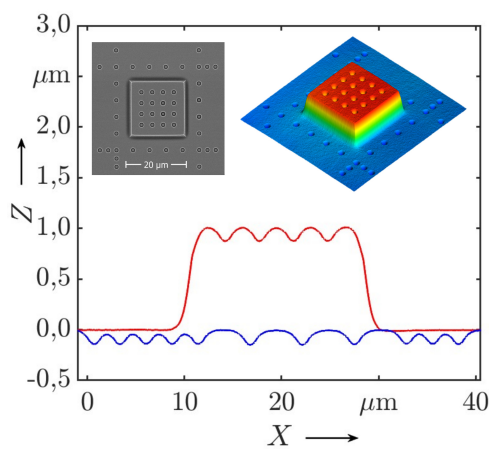
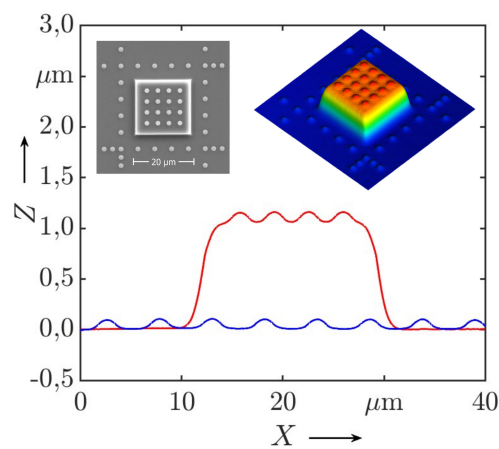


Abbildung 6.5: Querschnitte der Flankengeometrie vom Labor- und dem HSG-Prozess.

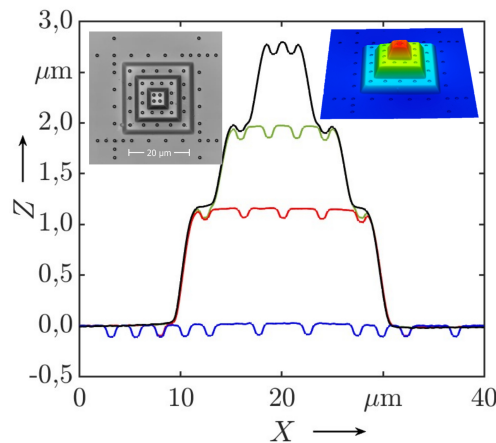
vier BSE-Detektorbildern rekonstruiert. Deutlich zu sehen ist der Kontrastunterschied zwischen den aus Gold gefertigten Markern in a) und den vertieften Markern von b) und c). Zudem zeigt sich auch die Verrundung sowohl der vertieften als auch erhöhten Marker, welche typisch für REM-Aufnahmen mit Beschleunigungsspannungen von 15 kV sind. Diese könnte die Höhenmessung der Stufenebene erschweren. Eine Änderung des Designs, beispielsweise eine Erhöhung der Abmaße der oberen Ebene oder Verkleinerung der Markerdurchmesser, könnten zur Optimierung des 3D-Mikronormalen zur Anwendung im REM genutzt werden.



a) Laborherstellung eines einstufigen 3D-Mikronormalen mit vertieften Markern.



b) Laborherstellung eines einstufigen 3D-Mikronormalen mit erhöhten Markern.



c) FIB-Herstellung eines dreistufigen 3D-Normalen mmc80.

Abbildung 6.6: Darstellung der Ebenenschnitte, sowie der jeweiligen REM-Aufnahmen und 3D-Modelle.

7 Analyse der 3D-Mikronormale zur Anwendung in der optischen Mikroskopie

Die bei den 3D-Mikronormalen verwendete Kalibrierstrategie basiert auf dem Vergleich der gemessenen Referenzpunktkoordinaten mit den auf nationale Normale rückgeführten Koordinaten. Die Genauigkeit dieser Strategie hängt damit von der Genauigkeit der Bestimmung der Referenzpunktkoordinaten ab. Weil aber rückgeführte Messungen mit dem MetLR-SPM der PTB sehr zeit- und kostenaufwändig sind, wurde für die Testphase zur Evaluation der grundsätzlichen Nutzbarkeit der entwickelten Strukturen auf deutlich schnellere, aber dafür nicht rückgeführte Methoden zur Bestimmung der Referenzkoordinaten zurückgegriffen.

7.1 Analyse der Strukturhöhen

Für die Kalibrierung von Z-Höhen ist es sowohl für taktile als auch optische Messmethoden essenziell, dass die Höhenebenen möglichst plan und parallel zueinander sind. Zudem sollen die lokale Variation der Schichtdicke, der arithmetische Mittelrauwert und die Welligkeit des Substrates kleiner zwei Prozent der Schichtdicke sein [12]. In den folgenden Abschnitten werden daher die Strukturhöhen mit taktilen und optischen Messmethoden bestimmt und verglichen. Zudem soll eine Abschätzung der Rauheitswerte der Strukturebenen aus diesen Messungen bestimmt werden.

7.1.1 Taktile Messauswertung

Für die in dieser Arbeit hergestellten 3D-Mikronormale zu Anwendung in optischen Mikroskopen kann die 3w-Regel nicht einfach übernommen werden, weil die Strukturen aus zwei Höhenstufen bestehen. Für die geplanten Höhenmessungen wird die 3w-Regel daher abgewandelt. Entsprechend der Regel wird für jede taktil gemessene Höhenstufe nur das mittlere Drittel zwischen den Strukturkanten für die Höhenauswertung verwendet. Die mittlere Höhenstufe wird durch die nächste Höhenstufe geteilt, daher werden für die mittleren Stufen zwei Bereiche, in Abbildung 7.1 blau markiert, in die Höhenevaluation aufgenommen. Ausgewertet werden die Höhen dann über eine lineare Fit-funktion. Dazu werden je nach Höhenstufen zwei parallele Linien definiert [148]:

$$Z_1 = \begin{cases} a_1 + bX, & X \in A \vee X \in B \vee X \in C \\ a_2 + bX, & X \in D \vee X \in E \end{cases} \quad Z_2 = \begin{cases} c_1 + dX, & X \in A \vee X \in B \vee X \in C \\ c_2 + dX, & X \in F. \end{cases} \quad (7.1.1)$$

Mit A, B, C , als die Messwerte der Substratebene und D, E, F als die Messwerte der ersten und zweiten Stufe (Abbildung 7.1). Die Höhen H_1 und H_2 zwischen der Substratebene und den Stufenhöhenbereichen berechnet sich dann wie folgt [148]:

$$H_1 = \frac{a_2 - a_1}{\sqrt{1 + b^2}} \quad H_2 = \frac{c_2 - c_1}{\sqrt{1 + d^2}}. \quad (7.1.2)$$

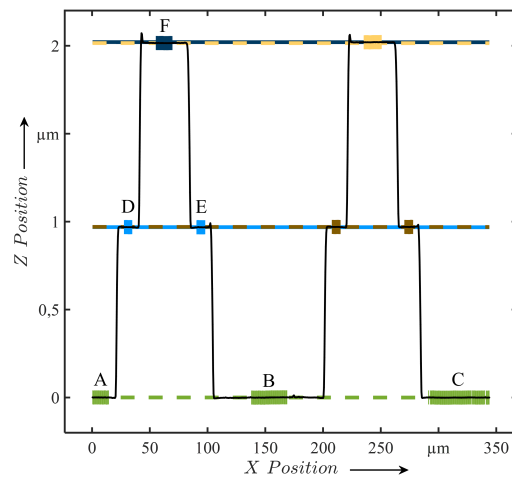


Abbildung 7.1: Anpassung der 3w-Regel für die Profillinienauswertung einer zweistufigen Struktur.

Die Parallelität der Höhenebenen bestätigt sich durch die Auswertung der Residuen (Abbildung 7.5). Zur Messung der Schichthöhen der 3D-Mikronormale wurde ein Tencor P-17-Profilometer der Firma KLA Coperation verwendet, das eine Wiederholbarkeit der Stufenhöhe von 4 \AA bei einer Stufe von 1 \mu m aufweist [15]. Für jede Strukturhöhe werden jeweils fünf Profillinien mit dem Tencor gemessen und gemittelt. Vor und nach jeder Messung wurden zur Kalibrierung des Profilometers zwei Stufenhöhenstandards (4451 PTB 04) mit den Höhen $1016,2 \text{ nm}$ mit einer erweiterten Messunsicherheit von 4 nm (C02 R18 N361) und $2090,2 \text{ nm}$ mit einer erweiterten Messunsicherheit von 6 nm (C02 R16 N312) verwendet. Weil die Höhen der Stufenhöhennormale vor und nach der Messung keine zeitliche Drift aufwiesen wurden sie gemittelt, um dann die Kalibrierfaktoren a_k und b_k zu bestimmen:

$$H_{nN} = a_k H_{mN} + b_k, \quad (7.1.3)$$

mit H_{nN} als nominale Höhe des Stufennormals und H_{mN} der mit dem Tencor gemessenen Höhe. Die Kalibrierfaktoren können dann über die Messung beider Stufenhöhennormale wie folgt bestimmt werden:

$$a_k = \frac{H_{nN_{2\mu\text{m}}} - H_{nN_{1\mu\text{m}}}}{H_{mN_{2\mu\text{m}}} - H_{mN_{1\mu\text{m}}}} \quad (7.1.4)$$

$$b_k = \frac{H_{nN_{2\mu\text{m}}} + H_{nN_{1\mu\text{m}}}}{2} - a_k \frac{H_{mN_{2\mu\text{m}}} + H_{mN_{1\mu\text{m}}}}{2}.$$

Alle in den folgenden Abschnitten gemessenen Höhenwerte der Pyramidenstrukturen wurden mit den ermittelten Kalibrierfaktoren a_k und b_k korrigiert:

$$H_{kP} = a_k H_{mP} + b_k, \quad (7.1.5)$$

mit H_{mP} der gemessenen Höhe der Pyramidenebene und H_{kP} der über die Stufenhöhennormale korrigierten Höhe der Pyramidenebene.

7.1.2 Höhenmessung mit dem Tastschnittgerät

Zur Analyse der Strukturhöhen der 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen wurde ein Wafer mit der in Abschnitt 6.1 vorgestellten Prozesskette und dem in Unterabschnitt 4.2.2 erläuterten Chipdesign hergestellt.

In Abbildung 7.2 ist der Aufbau des Waferdesigns aus Test- und Strukturchips dargestellt. In gleicher Art werden die Ergebnisse der taktilen Höhenmessungen über die Chipposition verteilt dargestellt, um die Höhenabweichungen über den gesamten 3"-Wafer analysieren zu können. Auf dem Wafer sind 81 Chips in einem quadratischen 9 x 9 Muster angeordnet, wobei neun der 81 Chips Testchips sind, die über den Wafer verteilt sind, um den Prozess über den Wafer zu quantifizieren. Auf diesen befinden sich jeweils zwei zweistufige Pyramiden beider Strukturgrößen (PN-OM-80 und PN-OM-240). Auf den restlichen 72 Strukturchips befinden sich jeweils zwei 4er-Arrays in den beiden Strukturgrößen. Gemessen wurden 33 der 81 Chips, darunter alle neun Testchips, alle jeweils vorhandenen Pyramidenstrukturen. Für die neun Testchips ergibt das jeweils acht Höhenwerte (zwei Höhenstufen pro Pyramide und zwei Pyramiden pro Strukturgröße) pro Chip und für die 24 Strukturchips wurden 32 Höhenwerte pro Chip gemessen (zwei Höhenstufen pro Pyramide, vier Pyramiden pro Array und jeweils zwei Arrays pro Strukturgröße). In Abbildung 7.3 sind die Abweichungen vom Mittelwert aller 33 gemessenen Chips anhand ihrer Position auf dem Wafer aufgetragen. Der Mittelwert der Höhe der untere Basisstufe von allen gemessenen Chips liegt bei $H_1 = 944,5 \text{ nm}$ mit Abweichungen von $-11,7 \text{ nm}$ bis $3,9 \text{ nm}$. Der Mittelwert der zweiten Stufe aller Chips liegt bei $H_2 = 1969,7 \text{ nm}$ mit Abweichungen von $-15,8 \text{ nm}$ bis $4,0 \text{ nm}$. Hier fällt auf, dass alle Eckchips (x0y0, x0y8, x8y0 und

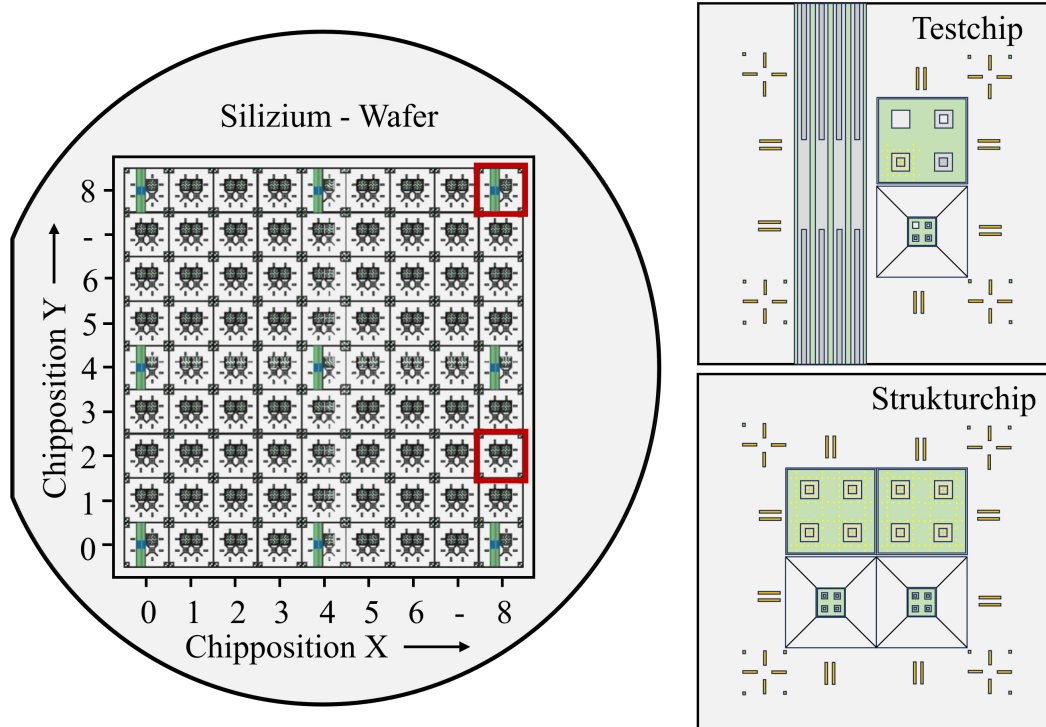
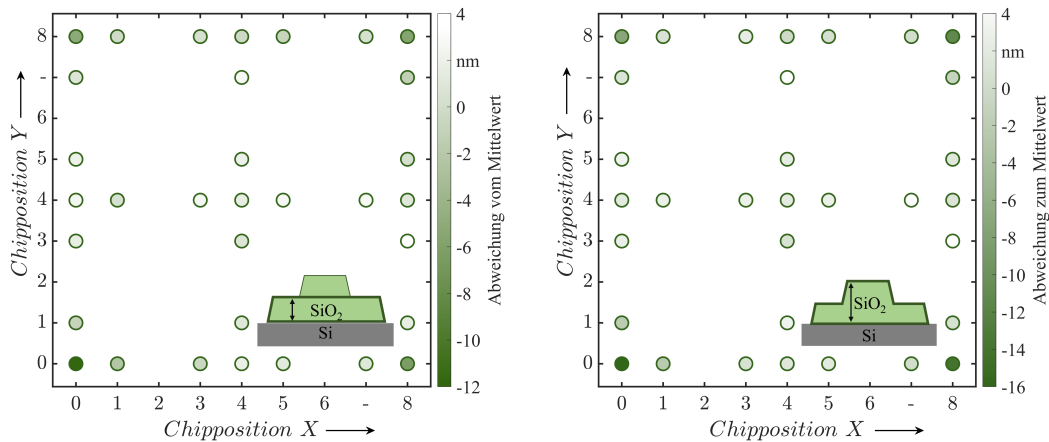


Abbildung 7.2: Aufbau des Waferdesigns aus Struktur- und Testchips.



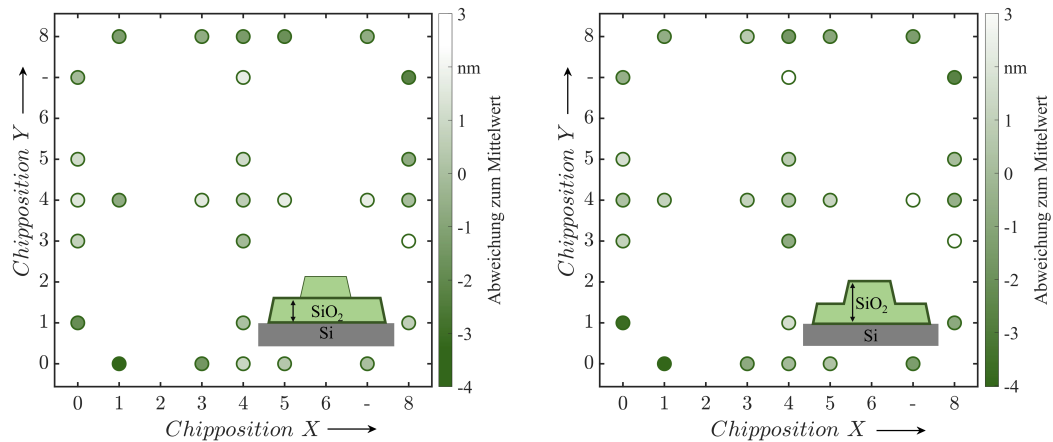
a) Mittelwert der ersten Pyramidenschicht $H_1 = 944,5 \text{ nm}$ b) Mittelwert der zweiten Pyramidenschicht $H_2 = 1969,7 \text{ nm}$

Abbildung 7.3: Höhendifferenz aller gemessenen Chips zum Mittelwert aller Pyramiden der ersten Stufe und der zweiten Pyramidenstufe

x8y8) deutlich größere Abweichungen bei den Höhenwerten aufweisen als die restlichen gemessenen Chips. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Eck-Chips zu nahe am Rand des Wafers platziert sind. In randnahen Bereichen des Wafers kann die Schichthöhe aufgrund von Inhomogenitäten im PECVD-Prozess, die am Waferrand auftreten, abnehmen [149]. Die entstehenden Schichthöhenunterschiede können durch eine Homogenisierung des Prozessplasmas (Ausrichtung des Gaseinlass zum Waferhalter, Änderung der Kammergeometrie, Optimierung von Druck und Temperatur) verbessert, aber nicht völlig unterdrückt werden. Aus diesem Grund werden die Chips an den Ecken des Layouts für die weitere Betrachtung der Ergebnisse nicht weiterverwendet. Zudem wird die Anzahl der Chips auf dem Wafer in Zukunft reduziert, um einen ausreichenden Abstand zum Waferrand und damit eine homogenere Schichthöhenverteilung der entstehenden Strukturen zu erreichen. Die Ergebnisse der Höhenmessungen für die verbleibenden 29 Chips liegen ohne die Eck-Chips bei einem Mittelwert von $H_1 = 945,5 \text{ nm}$ mit Abweichungen von $-3,0 \text{ nm}$ bis $2,4 \text{ nm}$ für die Basisstufe und bei $H_2 = 1971,3 \text{ nm}$ mit Abweichungen von $-4,2 \text{ nm}$ bis $3,0 \text{ nm}$ für die zweite Stufe (Abbildung 7.4). Die höchsten Abweichungen zum Mittelwert haben auch hier die Chips in den Randbereichen des Wafers mit bis zu $3,0 \text{ nm}$ für die Basisstufe und bis zu $4,2 \text{ nm}$ für die zweite Stufe. Bei der Betrachtung der einzelnen Chips, einmal in der Mitte des Wafers (Chip x4y5) und am Rand (Chip x1y0), zeigt der

Tabelle 7.1: Mittlere Höhenwerte H_i und die Standardabweichung σ des gesamten Wafers ohne die Eckchips und von zwei beispielhaft ausgewählten Einzelchips.

	H_1 in nm	$\sigma(H_1)$ in nm	H_2 in nm	$\sigma(H_2)$ in nm
Wafer	945,5	1,4	1971,3	1,8
Chip x4y5	946,5	1,3	1972,1	1,3
Chip x1y0	942,2	2,8	1967,4	1,8

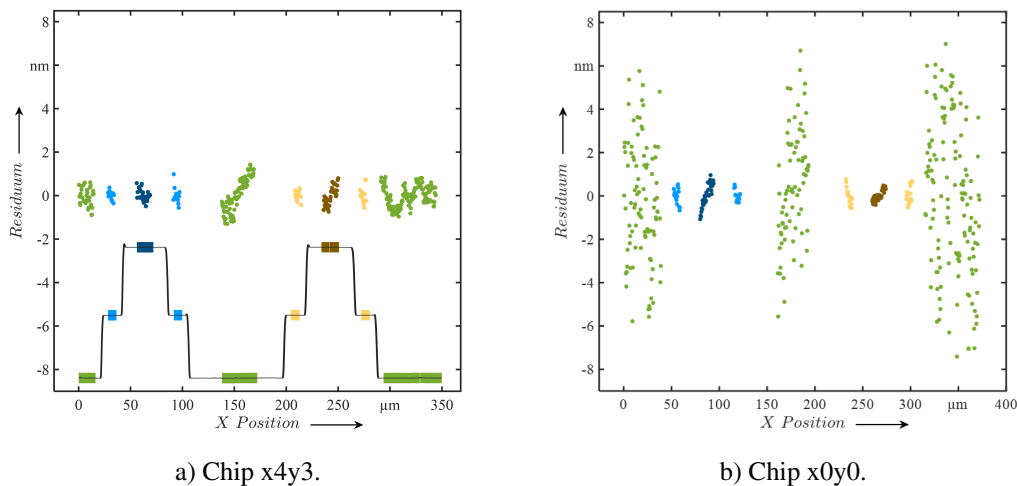


a) Mittelwert der ersten Pyramidenschicht $H_1 = 945,5 \text{ nm}$.
 b) Mittelwert der zweiten Pyramidenschicht $H_2 = 1971,3 \text{ nm}$.

Abbildung 7.4: Höhendifferenz aller gemessenen Chips, ohne die Eckchips, zum Mittelwert der Pyramiden der ersten Stufe und der zweiten Pyramidenstufe.

Randchip im Vergleich zum Chip in der Mitte zwar etwas geringere Höhenwerte und eine etwas höhere Standardabweichung der Höhen der 16 Pyramiden auf einem Chip (Tabelle 7.1), aber die Abweichungen sind so gering, dass eine Herstellungsgenauigkeit der Stufenhöhen für den ganzen Wafer im Bereich von $<5 \text{ nm}$ der jeweiligen Stufenhöhe angegeben werden kann, ohne jeden einzelnen Chip messen zu müssen.

Um die Konstanz der Schichthöhen zu bestimmen, wurden für die in Abbildung 7.1 markierten Messbereiche von den Messwerten die über die Formel (7.1.1) angepassten Z-Werte abgezogen und



a) Chip x4y3.

b) Chip x0y0.

Abbildung 7.5: Residuen aller Höhenebenen, von einem Chip in der Wafermitte a) und einem am Waferrand b).

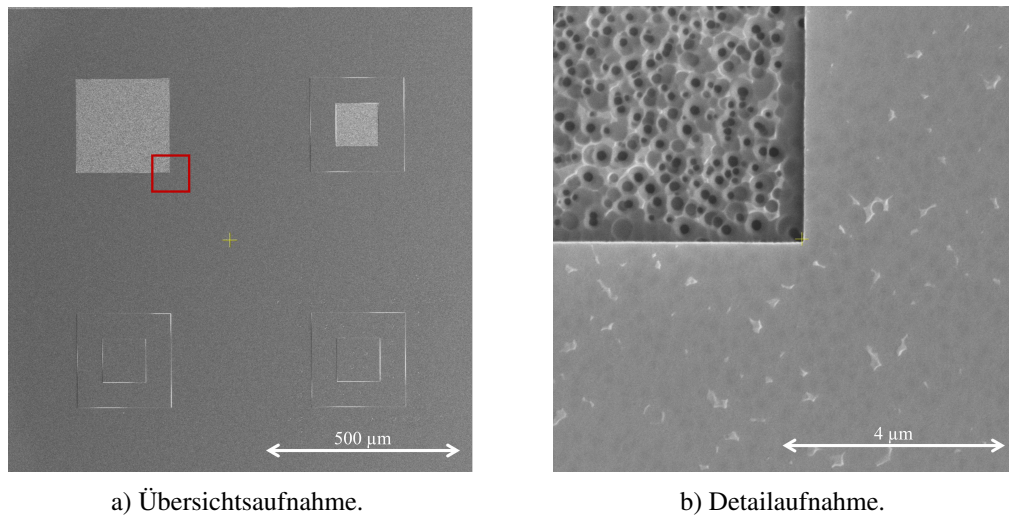


Abbildung 7.6: REM-Aufnahmen der Substratschutzoberfläche des Chips x0y0.

das Residuum zu berechnen. In Abbildung 7.5 sind beispielhaft die Residuen von zwei PN-OM-80 Pyramiden eines Chips in der Wafermitte (x4y3) in a) und eines Chips vom Rand (x0y0) in b) dargestellt. Die Residuen des Chips in der Wafermitte haben maximale Abweichungen von -1,3 nm bis 1,4 nm. Bei dem Chip am Waferrand haben die Residuen der Substratebene (grün markiert) eine deutlich höhere Streuung von -7,4 nm bis 7,0 nm, während die Residuen der Stufenebenen alle im Bereich von -1,1 nm bis 1,0 nm liegen. Alle Abweichungen liegen aber noch innerhalb der geforderten 2 % der lokalen Schichtvariation, die bei den untersuchten Schichthöhen bei 18,9 nm und 39,4 nm liegen. Eine mögliche Erklärung für die höheren Abweichungen der Substratebene des Rand-Chips kann eine inhomogene Ätzrate des SiO₂ zum Waferrand hin sein. Fällt die Ätzrate zum Rand hin ab, ist die Ätzdauer zu kurz, um am Waferrand das komplette SiO₂ auf dem Substratschutz zu entfernen und es würden Rückstände zurückbleiben. Durch eine Erhöhung der Ätzdauer um 5 s - 10 s könnte das SiO₂ auch am Waferrand restlos entfernt werden. Allerdings kann es dann in der Wafermitte mit der höheren Ätzrate zu einer Überätzung der Ätzenschutzschicht kommen, da das Chrom in der Mitte früher als am Rand des Wafers freigelegt wird.

Steigt die Ätzrate zum Rand hin an tritt der gegenteilige Effekt ein, die Ätzenschutzschicht am Rand wird früher als in der Mitte des Wafers freigelegt und die Ätzenschutzschicht ist dem Plasma ausgesetzt. Dadurch kann es zu Oberflächenrauheiten, aber auch zur Ablagerung einer, in Abschnitt 5.3 bereits beschriebenen, teflonartigen Schicht kommen. In Abbildung 7.6 ist in a) eine Übersichtsaufnahme der PN-OM-80 Teststruktur des Chips x0y0 im REM dargestellt und in b) eine Detailaufnahme der Ätzenschutzschicht am Rand einer Aussparung. In der Aussparung ist das geätzte, sehr raue, Silizium-Substrat zusehen und auf der Ätzenschutzschicht zeigen sich hellere Rückstände. Diese sind auf den Chips in der Mitte des Wafers nicht zu sehen.

Die Ergebnisse zeigen, dass die mit dem PECVD- und Aufdampfverfahren abgeschiedenen Materialschichten durch den Ätzprozess nur in den Randbereichen beeinflusst werden. Daher ist der wichtigste Faktor für reproduzierbare Höhen über den Wafer in dieser Prozesskette das homogene Aufbringen der Materialschichten. Für eine Übertragung in einen industriellen Prozess muss daher ein besonderes Augenmerk auf die Ebenheit der aufgetragenen Materialschichten gelegt werden und diese immer

wieder in der Qualitätskontrolle überwacht werden. So kann der Vorteil der waferbasierten Fertigung, dass viele Strukturen gleichzeitig denselben Prozess durchlaufen, die dann nur geringe Abweichungen in den Dimensionen aufweisen, für die Z-Höhe nachgewiesen werden.

7.1.3 Vergleich von taktil und optisch gemessenen Höhen der Strukturebenen

Vor den taktilen Messungen wurden zur weiteren Analyse optische Messungen von L. Heinrich der Arbeitsgruppe 5.14 PTB Braunschweig an dem in Unterabschnitt 7.1.2 vorgestellten Wafer durchgeführt. Dazu wurde ein CLSM (LEXT OLS4100) und ein optischer 3D-Profiler im PSI-Modus (S neox, Sensofar) zur Ermittlung der Schichthöhen genutzt.

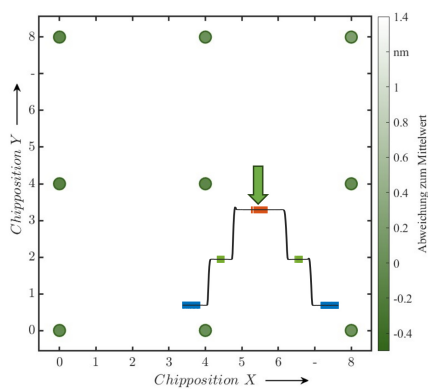
Untersucht werden die neun Testchips, im Detail die eine Pyramidenstruktur der PN-OM-80 Struktur, auf der keine Marker aufgebracht wurden. Für das CLSM wird ein 100x Objektiv mit einem Zoomfaktor von eins verwendet und für jeden Chip ein aus 299 Profillinien gemittelt Höhenprofil abgebildet. Für das PSI wurden Weißlicht und ein 20x Objektiv verwendet, und für jeden Chip wurden zehn Profillinien gemessen und gemittelt. Die Schichthöhen wurden dann aus allen Profillinien nach der abgewandelten 3w-Regel und der Anwendung der parallelen linearen Best-Fit-Methode [148] wie im Unterabschnitt 7.1.1 erklärt, ermittelt. Verglichen werden die Daten dann mit den taktil ermittelten Daten aus dem Unterabschnitt 7.1.2. Die Tabelle 7.2 zeigt die Daten der neun Chips, die mit den drei Methoden gemessen wurden. Dabei sind die Mittelwerte der zwei Höherebenen der jeweiligen Methoden aufgelistet. Die Ergebnisse aller Messmethoden zeigen eine gute Übereinstimmung. Allerdings weichen, wie bereits im Unterabschnitt 7.1.2 beschrieben, die Eck-Chips (x0y0, x0y8, x8y0 und x8y8) deutlich stärker in der Höhe nach unten ab, was auf den PECVD-Prozess am Waferrand zurückzuführen ist. Dies lässt sich auch mit allen verwendeten Messmethoden nachweisen.

Tabelle 7.2: Vergleich optisch gemessener mit taktilen Höhenwerten aller Eck-Chips.

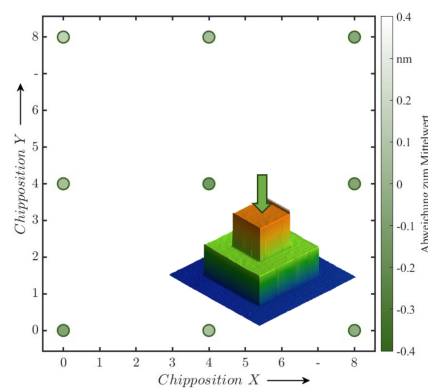
Chip-Position	Taktil		CLSM		PSI	
	H_1	H_2	H_1	H_2	H_1	H_2
	in nm	in nm	in nm	in nm	in nm	in nm
X0Y0	927,7	1946,1	935,2	1960,6	939,4	1956,1
X0Y4	946,8	1973,0	946,1	1974,8	939,1	1958,9
X0Y8	941,2	1964,1	940,1	1961,0	940,1	1960,9
X4Y0	947,8	1973,3	947,7	1977,3	945,9	1963,4
X4Y4	945,9	1971,3	947,0	1976,4	942,0	1962,0
X4Y8	948,1	1974,6	945,9	1972,9	944,2	1965,2
X8Y0	936,6	1952,4	934,6	1951,3	936,1	1953,9
X8Y4	948,1	1973,8	949,7	1973,6	945,2	1965,1
X8Y8	941,7	1962,9	934,7	1957,2	941,6	1959,6
Mittelwert	942,7	1966,0	942,3	1967,3	941,5	1960,6

7.1.4 Vergleich von taktil und optisch gemessenen Rauheiten der Strukturebenen

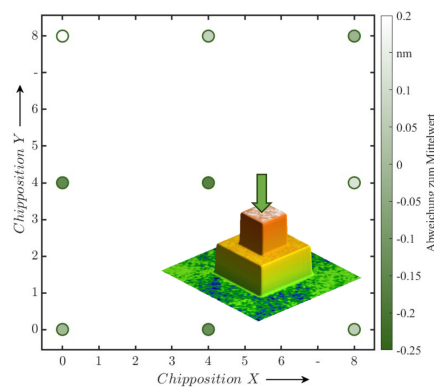
In der DIN 32567 wird vorgegeben, dass der arithmetische Mittelrauwert R_a kleiner 2 % der Schichtdicke sein soll. Der hier analysierte Wafer hat Stufenhöhen von $H_1 = 945,5 \text{ nm}$ für die Basisstufe und bei $H_2 = 1971,3 \text{ nm}$ für die zweite Stufe. Damit sollte das taktil ermittelte R_a und die flächige S_a der optischen Messgeräte kleiner 18,9 nm bzw. 39,4 nm sein, um die Vorgaben zu erfüllen. Hier ist nur eine ungefähre Größenordnung der Oberflächenrauheit der drei Strukturebenen zur Qualifizierung des Herstellungsprozesses erforderlich. zur Analyse der Rauheit wurden deshalb die Daten, die in Unterabschnitt 7.1.3 mit dem CLSM, dem PSI und dem Tastschnittgerät von den neun Testchips aufgenommen wurden, verwendet. Die taktilen Messungen wurden als letztes vorgenommen, damit eine eventuelle Beschädigung durch die Tastspitze das Messfeld der optischen Messungen nicht beeinträchtigt. Dabei muss betont werden, dass diese Messungen weder nach Norm aufgenommen noch die Messgeräte bzgl. der Rauheit kalibriert wurden. Auch die Auswertung wurde dementsprechend nicht nach Norm durchgeführt und es werden keine Unsicherheiten angegeben. Die flächige Auswertung der optischen Daten (CLSM und PSI) werden mit der frei verfügbaren Software Gwyddion [150]



a) Mittelwert $R_a = 0,49 \text{ nm}$ (taktil).



b) Mittelwert $S_a = 1,38 \text{ nm}$ (CLSM).



c) Mittelwert $S_a = 0,98 \text{ nm}$ (PSI).

Abbildung 7.7: Vergleich Von R_a und S_a der oberen Ebene aller neun Chips mit taktilen und optischen (PSI und CLSM) Messmethoden.

durchgeführt, indem die Höhendaten der einzelnen Ebenen maskiert werden. Für jede Ebene wird eine Neigungskorrektur durch einen Ebenenfit durchgeführt und über das „Statistical Quantities Tool“ [150] die mittlere Rauheit S_a des maskierten Bereiches berechnet:

$$S_a = \frac{1}{M N} \sum_{m=1}^M \sum_{n=1}^N |z(x_m, y_n)|. \quad (7.1.6)$$

Bei den Linienprofilen, die mit dem Tastschnittgerät aufgenommen wurden, wurden die Daten in die einzelnen Ebenen aufgeteilt und jeweils eine Neigungskorrektur mit einem Linienfit in Matlab durchgeführt. Anschließend wurde der arithmetische Mittelrauwert R_a mit folgender Formel berechnet [151]:

$$R_a = \frac{1}{M} \sum_{m=1}^M |z_m|. \quad (7.1.7)$$

In Abbildung 7.7 sind beispielhaft die Abweichungen zum Mittelwert der Rauheiten der obersten Ebene der neun Chips von allen drei Messmethoden dargestellt. Die taktilen Messungen haben leicht geringere Rauheitswerte als die optischen Messungen, wobei die Werte des CLSM höher liegen als die mit dem PSI ermittelten Rauheiten. Die Unterschiede der optischen Messergebnisse können durch die unterschiedlichen NA-Werte der verwendeten Objektive erklärt werden (CLSM: 100x mit $NA = 0,95$; PSI: 20x mit $NA = 0,45$). Im Vergleich der Rauheitswerte der einzelnen Ebenen wird deutlich, dass die unterste Ebene E_1 teilweise doppelt so hohe Rauheitswerte aufweisen wie die oberste Ebene E_3 (siehe Tabelle 7.3). Dies kann auf die Prozessierung zurückgeführt werden, da die Substratoberfläche die meisten Prozessschritte (3xAufdampfen, 3xStrukturieren und 2xPECVD) erlebt, während die obere Ebene nur einen Aufdampf- und Strukturierungsschritt durchläuft. Die Anzahl der Stufen und damit der Prozessschritte, hat damit einen, wenn auch sehr geringen, Einfluss auf die resultierende Oberflächenrauheit. Grundsätzlich liegen aber alle Werte unter 5 nm (Tabelle 7.3), sodass die Anforderung von Rauheiten kleiner 2 % der Stufenhöhe erfüllt werden.

Tabelle 7.3: Vergleich von optischen und taktilen Rauheitswerten S_a bzw. R_a der Substratebene E_1 und den Strukturebenen E_2 und E_3 aller Testchips.

Chip-Position	Taktill R_a			CLSM S_a			PSI S_a		
	E_1 in nm	E_2 in nm	E_3 in nm	E_1 in nm	E_2 in nm	E_3 nm	E_1 in nm	E_2 in nm	E_3 in nm
X0Y0	2,44	0,47	0,43	4,22	2,32	1,31	1,34	1,34	0,98
X0Y4	0,82	0,53	0,33	3,22	1,80	1,44	1,22	1,08	0,84
X0Y8	1,02	0,52	0,38	2,60	1,73	1,54	1,14	1,15	1,18
X4Y0	0,87	0,46	0,50	2,51	2,05	1,46	1,13	1,25	0,86
X4Y4	0,73	0,51	0,38	2,87	2,19	1,25	1,07	1,18	0,82
X4Y8	0,58	0,60	0,51	2,56	1,87	1,44	1,18	1,34	1,06
X8Y0	1,27	0,62	0,55	2,99	1,86	1,36	1,10	0,97	1,04
X8Y4	1,08	1,37	0,47	3,04	1,80	1,32	1,22	1,23	1,10
X8Y8	0,84	0,55	0,68	2,63	1,58	1,33	1,37	1,16	0,97
Mittelwert	1,07	0,62	0,47	2,96	1,90	1,38	1,20	1,19	0,98

7.2 Analyse der Markerpositionen mit dem Rasterelektronenmikroskop

Für die Bestimmung der lateralen Referenzkoordinaten der Marker wurde ein REM verwendet, da dieses über einen hohen Schärfentiefebereich verfügt. Bei hohen Auflösungen wird die Schärfentiefe mit $\frac{1}{10}$ der Bildfeldbreite angegeben [135], sodass die Marker auf allen Strukturebenen in einem Bild im Fokus dargestellt werden können.

Allerdings ist das REM der PTB kein metrologisches Gerät, für die Nutzung der 3D-Mikronormale als Kalibrierartefakt müsste zur Ermittlung der lateralen Markerkoordinaten ein auf das Meter rückgeführtes Gerät oder ein entsprechendes Kalibriernormal für das REM verwendet werden. Aufgenommen werden die Bilder der folgenden Abschnitte mit einem Verios G4 der Firma Thermo Fischer, mit einem BSE-4-Quadranten-Detektor, der zwischen REM-Polschuh und Probe geschoben wird. Zur Bildaufnahme wurde die Software der Firma point electronic GmbH verwendet. In den folgenden Abschnitten werden erst die Markerpositionsbestimmung erklärt und der Einfluss des Fokus im REM auf die Skalierungsfaktoren erörtert. Anschließend werden die Markerpositionsabweichungen zum nominalen Design und dem Positionsmittelwert aller gemessener Marker bestimmt.

7.2.1 Laterale Markerpositionsbestimmung

Die Auswertung der Markerpositionen wurde in Matlab durchgeführt. Dazu werden die aufgenommenen Intensitätsdaten normiert. Dann wird das Intensitätsbild mittels des Sobel-Operators [152], eine Faltung mit den beiden Sobel Matrizen S_x und S_y , in die Gradientenbilder G_x und G_y überführt. Über das geometrische Mittel:

$$I_G = \sqrt{G_x^2 + G_y^2}, \quad (7.2.1)$$

ergibt sich die Grauwertmatrix I_G . Mit einem Schwellwert kann die Matrix binarisiert werden:

$$I_{G01} = \begin{cases} I_{Gij} < 0,5 \rightarrow I_{Gij} = 0 \\ I_{Gij} \geq 0,5 \rightarrow I_{Gij} = 1, \end{cases} \quad (7.2.2)$$

mit $I_{Gij} = 1$ als Kante und $I_{Gij} = 0$ als keine Kante. Die Bestimmung der Markermittelpunkte wird über die Kreisdetektion eines abgewandelten Hough-Algorithmus realisiert [130]. Dieser Ablauf ist in Abbildung 7.8 schematisch mit Beispieldaten dargestellt.

Für eine komplette Darstellung des PN-OM-80 4er-Arrays wird im REM eine Vergrößerung von 350x eingestellt. Die REM-Bilder wurden mit einer Größe von 2048 x 2048 Pixeln aufgenommen und einer Pixelauflösung von $173,4 \text{ nm px}^{-1}$ aufgenommen. Deshalb können die Markerpositionen mit dem Hough-Algorithmus nur mit einer Genauigkeit von 173,4 nm bestimmt werden. Weil aber die Positionsabweichung der gemessenen Marker zum Design deutlich kleiner erwartet werden, wurde eine Subpixellagebestimmung durchgeführt. Dazu werden alle 224 Markerbereiche ausgeschnitten, normiert und mit 2^5 von 79 x 79 Pixel auf 2497 x 2497 Pixel interpoliert. So kann die Pixelgröße von 173,4 nm auf 5,4 nm reduziert werden. Dann werden alle Pixel bestimmt deren Intensität über einem Schwellwert von 0,6 liegt. Über den Mittelwert dieser Pixelkoordinaten wurde dann der Mittelpunkt des Markers bestimmt.

Um die Positionsabweichung von den gemessenen Markern zu den Designkoordinaten zu bestimmen, muss jeder der 224 gemessenen Marker dem richtigen Marker des Designs zugeordnet werden. Dabei kann es zu Fehlzuordnungen kommen, da die im REM aufgenommenen Bilder, aufgrund der Positionsgenauigkeit des Probenstückes, nicht immer genau mittig zentriert und in der 0° Orientierung

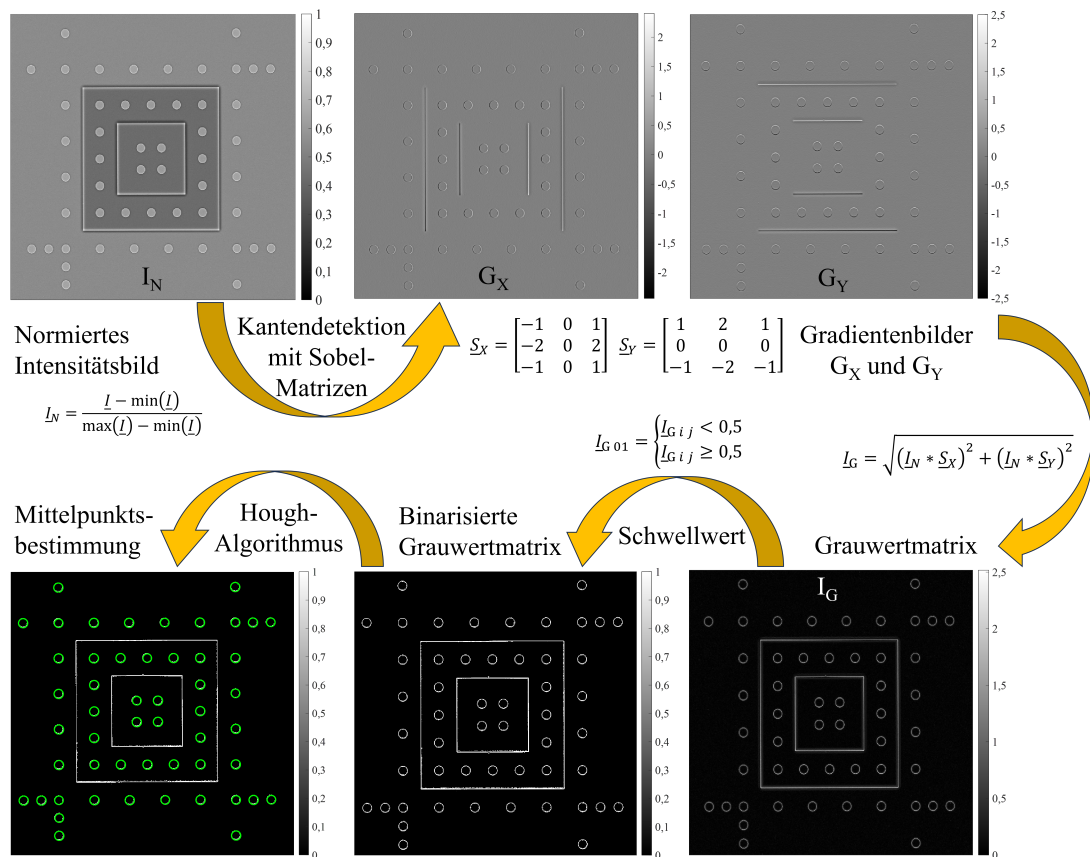
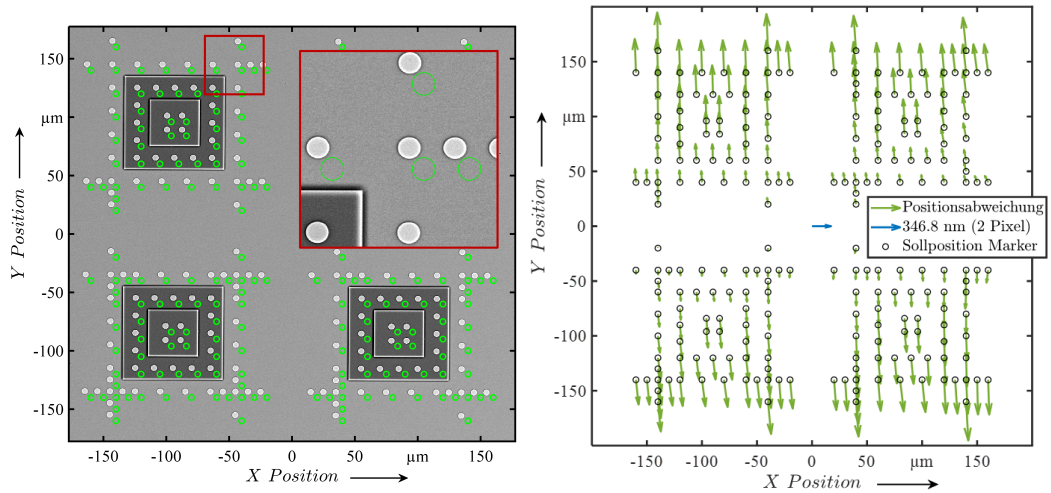


Abbildung 7.8: Schematische Darstellung der Matlab-Routine zur Mittelpunktsbestimmung der kreisförmigen Marker.

ausgerichtet werden können. In Abbildung 7.9 a) ist das aufgenommene REM-Bild eines Arrays mit den Soll-Positionen der Marker entsprechend dem Design dargestellt, bei denen eine Verschiebung sowohl in X- als auch in Y-Richtung zu sehen ist. Diesbezüglich wurde bei allen Daten für die Zuordnung zunächst eine grobe Zentrierung anhand der äußeren Marker vorgenommen, sodass die gemessenen Daten zum Design hin verschoben und rotiert werden. Über ein Abstandskriterium kann dann jeder gemessene Marker dem entsprechenden Marker des Designs zugeordnet werden.

Um die Positionsabweichung der gemessenen Marker zum Design zu berechnen, werden die Messdaten vom Messkoordinatensystem mithilfe einer rigiden Rotation und Translation in das Objektkoordinatensystem überführt. Dazu wurde der Kabsch-Algorithmus verwendet [153]. In Abbildung 7.9 b) ist die Positionsabweichung der gemessenen Marker zum Design nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus dargestellt. Der blaue Pfeil in der Mitte dient als Maßstabsbalken für die Positionsabweichung und entspricht hier der Länge von 2 Pixeln. Das Fehlerbild wird von einem großen Skalierungsfehler in Y-Richtung dominiert, der bis zu 0,7 μm groß ist.

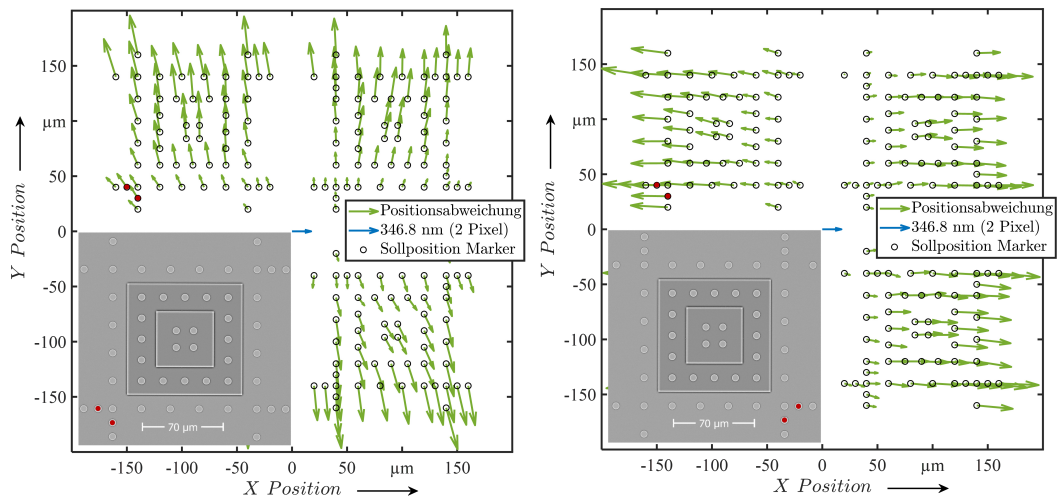
Dieses Fehlerbild könnte durch systematische Fehler des REM's, wie Drift oder Abbildungsfehler, zustande gekommen sein. Um zu überprüfen, ob der dominierende Fehler auf ein Objekt oder das abbildende System zurückzuführen ist, wird die Probe einmal bei 0° und einmal um 90° gedreht gemessen. Dazu wurde der Probenstisch im REM um 90° rotiert und die Probe dann wieder vollständig



a) BSE-REM-Bild im Vergleich zu den Soll- b) Abweichungen der Marker zu den Soll-
Positionen des Designs. Positionen den Designs, mit Anwendung des
Kabsch-Algorithmus.

Abbildung 7.9: Positionsabweichungen zum Design.

in das Messfeld gebracht. Bei der Auswertung der ungedrehten und um 90° gedrehten Probe werden beide Datensätze mithilfe des Kabsch-Algorithmus auf das Design bei 0° gedreht, dadurch stehen die Maschinenkoordinatensysteme beider Aufnahmen dann im 90° Winkel zueinander, während die Objektkoordinatensysteme beider Aufnahmen gleich orientiert sind. Je nachdem ob der Objekt- oder der



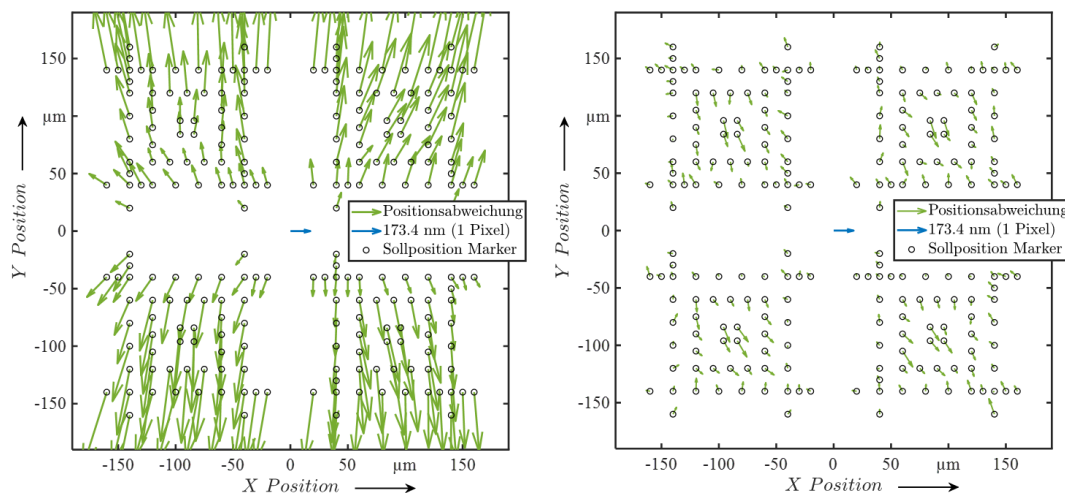
a) Aufnahme der Probe bei 0°.

b) Aufnahme der Probe bei 90°

Abbildung 7.10: Positionsabweichung von rotierten Proben, beide mit Kabsch-Algorithmus auf 0° gedreht.

Maschinenfehler dominiert, ändert auch das Fehlerbild seine Orientierung. In Abbildung 7.10 a) ist die Positionsabweichung einer bei ca. 0° aufgenommenen und mit dem Kabsch-Algorithmus korrigierten Probe, sowie einen Ausschnitt des entsprechenden REM-Bildes zu sehen. In Abbildung 7.10 b) wurde dieselbe Probe um 90° gedreht aufgenommen. Beim Vergleich der beiden Grafiken zeigt sich, dass das Fehlerbild um ca. 90° rotiert ist. Daraus lässt sich schließen, dass der dominierende Fehler auf das REM zurückzuführen ist. Aus den Daten kann somit keine direkte Aussage über die Herstellungsqualität der Marker getroffen werden, da der Skalierungsfehler vom REM an allen 12 Chippositionen auf dem Wafer den Objektfehler überlagert. Die Anwendung eines Fehlertrennverfahrens setzt eine Konstanz der systematischen Fehler des REM voraus. Diese müsste zukünftig über zusätzlichem messtechnischem Aufwand separat bearbeitet und beurteilt werden.

Positionsabweichungen vom Design können über 2D Vektor-Polynome beschrieben werden. Die Fehler dieser REM-Messung kann lassen sich über 2D Vektor-Polynome 1. Ordnung beschreiben. Über die Methode der kleinsten Quadrate können die Polynom-Koeffizienten dann so angepasst werden, dass die Abweichung minimal wird. Dabei ist es vorteilhaft, wenn die Vektor-Polynome orthogonal sind. Die 2D Vektor-Zernike-Polynome 1-6 (2D VZP₁₋₆) sind orthogonal und beinhalten den Versatz in X und Y, die Gesamtskalierung, die Rotation, die Skalendifferenz und die Orthogonalität. Allerdings sind die 2D VZP auf den Einheitskreis definiert [154]. Die 2D Differentielle Chebyshev Polynome (2D DCP) sind ebenfalls orthogonal, aber im Gegensatz zu den 2D VZP auf das Einheitsquadrat definiert. Die 2D DCP₁₋₅ beinhalten wie die 2D VZP₁₋₆ den Versatz in X und Y, die Skalierung in X und Y und die Orthogonalität (siehe Anhang A.2). Allerdings enthalten sie keine Rotation [155]. Diese wurde aber über den Kabsch-Algorithmus ermittelt. Daher werden im Folgenden die 2D DCP₁₋₅ verwendet. In Abbildung 7.11 a) ist zum Vergleich nochmal die Positionsabweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und in Abbildung 7.11 b) das Residuum nach Anwendung vom



a) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus.

b) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP₁₋₅.

Abbildung 7.11: Die Positionsabweichungen zu den Soll-Positionen der Marker im Design zeigen die dominanten linearen Fehler des REM (a) und das Residuum der nichtlinearen Fehler höherer Ordnungen von REM und Objekt (b).

Kabsch-Algorithmus und nach Abzug der 2D DCP₁₋₅ dargestellt. Die Abweichungen aller Marker sind deutlich geringer im Vergleich zu den unkorrigierten Fehlern und liegen im Größenbereich kleiner ein Pixel. Die Restfehler sind vermutlich 2D Fehler höherer Ordnung aus der Herstellung und den REM-Aufnahmen. Außerdem ist auffällig, dass alle Marker der obersten Ebene in eine Richtung abweichen. Dies deutet auf eine Orthogonalitätsabweichung in Z-Richtung des REM's hin. Im Vergleich der gemessenen Markerpositionen zum Design können so zwar die linearen Fehler 1. Ordnung korrigiert werden, aber da sowohl die Fehler des abbildenden Systems als auch die Objektfehler abgezogen werden, kann hier keine Aussage zur Herstellungsfehlern 1. Ordnung gemacht werden. Daher werden im später folgenden Unterabschnitt 7.2.3 nicht die Positionsabweichungen zum Design berechnet, sondern zum Mittelwert aller gemessenen Markerpositionen.

7.2.2 Einfluss des Fokus auf die Skalierung am Rasterelektronenmikroskop

Für eine erfolgreiche Bildaufnahme am REM muss die bedienende Person geeignete REM-Parameter (Detektortyp, Vergrößerung, Strahlspannung, Arbeitsabstand) entsprechend der aufzunehmenden Probe auswählen. Jede Änderung am Elektronenstrahl kann die Bildaufnahme und damit geometrischen und optische Eigenschaften, wie Pixelgröße, optische Fehler, Fokus etc. beeinflussen. Parameter wie Beschleunigungsspannung, Vergrößerung, Strahldurchmesser, Abstand von Probenoberfläche zum Polschuh (working distance = WD_{Probe}) und Scandrehung müssen für vergleichbare Messungen konstant gehalten werden.

Zunächst wurde der Einfluss des Fokus auf die Skalierungsfaktoren untersucht. Üblicherweise wird bei dem verwendeten REM vor der eigentlichen Messung die Vergrößerung auf ca. 1500x gestellt und der Fokus manuell entsprechend der maximalen Kantensteigung optimiert. Anschließend wurde über die Softwarefunktion „link z to free working distance (FWD)“ der Abstand von der Probenoberfläche zum Polschuh des REM ermittelt. Über den Probenstisch konnte dann die Probe so verfahren werden, dass ein optimaler Abstand zum Detektor entsteht. Der verbaute PN-Detektor (BSD-50-4-1-56-OPW [156]) hat die höchste geometrische Elektronen-Sammel-Effizienz bei einem ca. 4 mm großen Abstand zur Probe [156]. Der Detektor hat eine Dicke von 2,5 mm und ist möglichst nahe am Polschuh positioniert, daher wird WD_{Probe} , bei dem alle folgenden Messungen stattfinden werden, auf 6 mm festgelegt. Als Probe wird der, mit der in Abschnitt 6.1 beschriebenen Prozesskette, hergestellte Wafer verwendet. Es wurde ein in der Mitte des Wafers platzierter Chip und davon ein Pyramidenarray der PN-OM-80 für die Messungen ausgewählt. Zur Überprüfung des Einflusses vom Fokus auf die Skalierungsfaktoren wurde dieser WD_{Fokus} zwischen 5,5 mm und 6,5 mm in 0,1 mm Schritten bei einer bei WD_{Probe} feststehenden Probe variiert. D.h. bei $WD_{\text{Fokus}} = 6$ mm ist die Probe so im optimalen Schärfebereich und bei $WD_{\text{Fokus}} = 5,5$ mm bzw. $WD_{\text{Fokus}} = 6,5$ mm unscharf. Alle anderen REM-Parameter wurden konstant gehalten.

In Abbildung 7.12 sind die Skalierung in X und Y über den eingestellten Fokuspunkt aufgetragen. Die Skalierung wurde über die im Unterabschnitt 7.2.1 vorgestellten 2D-DCP₁₋₅ ermittelt. Bei 6 mm haben die Skalierungsfaktoren insgesamt die geringste Abweichung zum Wert 1, wobei Wert von eins einer perfekten Wiedergabe des Designs entspricht. Wird der Fokus um 0,5 mm höher oder niedriger als die Probenoberfläche gefahren, steigt die Abweichung zum Wert 1 an.

Die zur Fertigung der 3D-Mikronormale verwendeten Silizium-Wafer sind nicht perfekt eben und es ist wahrscheinlich, dass die Probenhalterung im REM nicht perfekt parallel zum Detektor ausgerichtet ist. Also kann es über den Wafer hinweg zu Höhenschwankungen bei den Messungen kommen. Über die Belichtungsschritte mit der EBL, bei denen über den Wafer hinweg immer zuerst das Substrat

fokussiert wird, kann über die Fokus-Koordinaten die Ebenheit des Wafers mit einer Abweichung von ca. $80\ \mu\text{m}$ angegeben werden. Allerdings ist das immer eine Überlagerung der Ausprägung des Wafers selbst und der Ebenheit der Auflagefläche in der EBL. Der Tiefenschärfebereich wird für hohe Auflösungen mit einem Öffnungswinkel des Elektronenstrahls von $\alpha_p = 10\ \text{mrad}$ mit ca. $\frac{1}{10}$ der Bildfeldbreite angegeben [135], bei einer Vergrößerung von 350x entspricht das einer Bildfeldbreite von $\sim 355\ \mu\text{m}$ wodurch der Tiefenschärfebereich bei $\sim 35,5\ \mu\text{m}$ liegen würde. Für kleine Vergrößerungen mit größerem Strahldurchmesser, und/oder höherem Abstand zur Probe verringert sich der Öffnungswinkel des Elektronenstrahls aber auf $\alpha_p = 1\ \text{mrad}$. Der Tiefenschärfebereich würde dann auf $\sim 300\ \mu\text{m}$ ansteigen [135]. Der Öffnungswinkel des Elektronenstrahls des verwendeten REM ist nicht bekannt. Weshalb der Tiefenschärfebereich zwischen $35\ \mu\text{m}$ - $300\ \mu\text{m}$ liegen kann. So können schon die Ebenheitsabweichungen des Wafers zur Defokussierung führen. Diese sind mit dem bloßen Auge nicht immer wahrnehmbar, haben aber einen Einfluss auf die Skalierungsfaktoren. Deshalb muss vor jeder Aufnahme der Fokus in der Mitte des Chips bei hoher Vergrößerung (gleichbleibend im Bereich von 1500x-2500x) neu gesetzt und anschließend die physikalische Höhe der Probe über den FWD rekaliert werden, um dann den WD_{Probe} wieder auf 6 mm zu setzen.

Dass die Skalierungen in X und Y auch bei optimiertem Fokus nicht bei 1 sind, liegt daran, dass die Skalierung von den gemessenen Markerkoordinaten zum nominalen Design ermittelt wird und nicht zu den realen Markerkoordinaten. Die realen Koordinaten weichen vom Design aufgrund von eventuellen Schreibfehlern in der EBL ab und es spielen hier auch die Abbildungsfehler des REM selbst bei den Koordinatenabweichungen eine wichtige Rolle.

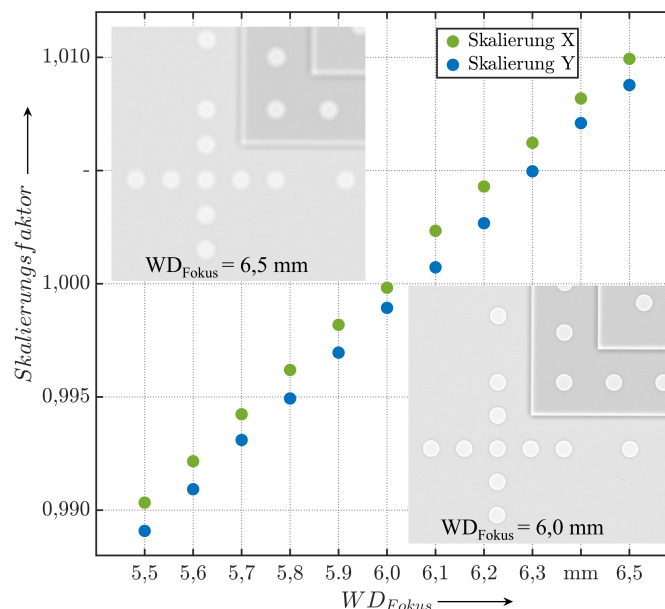


Abbildung 7.12: Die Skalierungsfaktoren X und Y sind stark abhängig von der Fokussierung der gemessenen Probe.

7.2.3 Analyse der lateralen Markerpositionsbestimmung

Die Herstellung der 3D-Mikronormale soll möglichst reproduzierbar sein. Daher müssen die lateralen Markerpositionsabweichungen über den gesamten Wafer konstant sein. Zur Beurteilung der Abweichungen wird die mittlere, absolute, radiale Abweichung aller Marker eines Chips zu den Mittelwerten aller gemessener Chips betrachtet. Vor und nach den Messungen der Chips wurde ein Vergrößerungsreferenznormal MRS-4.2 (globale Genauigkeit $500\ \mu\text{m} \pm 0,25\ \mu\text{m}$) mit den gleichen REM-Parametereinstellungen wie die Chips aufgenommen. Hierfür wurden ein symmetrischer 4Q-BSE-Detektor (point electronic GmbH) und eine spezielle Bildaufnahme- und Analysesoftware [5] verwendet. An 12 Waferpositionen, wie in Abbildung 7.13 zu sehen, wurden beide PN-OM-80 4er-Arrays aufgenommen. Alle Bilder, einschließlich der Bilder des MRS-4.2-Standards, wurden bei 15 kV Hochspannung und 1,6 nA Strahlstrom mit einem Arbeitsabstand (WD_{Probe}) von 6 mm und 2048×2048 Pixeln aufgenommen. Die Vergrößerung wurde bei den PN-OM-80 4er-Arrays auf 350x eingestellt, so dass alle vier Pyramiden des 4er-Arrays vollständig mit allen 224 Markern im Messbereich dargestellt werden.

Die Vorversuche aus Unterabschnitt 7.2.2 haben gezeigt, dass der einstellbare Fokus einen starken Einfluss auf die Skalierung hat und typische Schwankungen in der Waferhöhe zu Defokussierungen führen können. Deswegen wurde der Fokus für jeden gemessenen Chip in der Mitte des Chips bei einer Vergrößerung von 2500x optimiert und anschließend die physikalische Höhe der Probe über die FWD rekaliert, um dann den WD_{Probe} wieder auf 6 mm zu setzen.

Für beide 4er-Arrays von jedem der 12 Chips wurden die Markerpositionen über die in Unterabschnitt 7.2.1 vorgestellte Routine einmal mit der Anwendung des Kabsch-Algorithmus zum Design bestimmt. In einer zweiten Untersuchung wurden bei jedem Array individuell berechnete Polynome

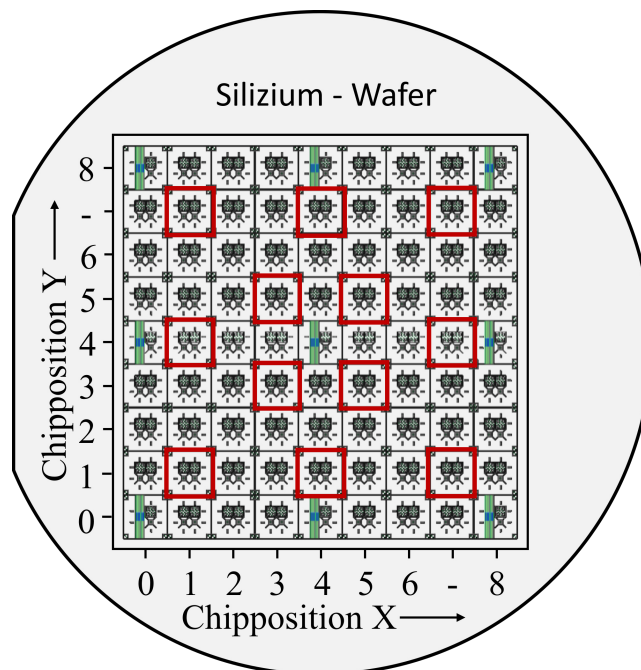


Abbildung 7.13: Darstellung der Messpositionen auf dem Wafer.

(2D DCP₁₋₅) abgezogen. Dadurch werden Variationen und Drift der linearen Fehler des REM, aber auch Variationen der linearen Fehler des Messobjektes über den Wafer abgezogen. In beiden Fällen wird anschließend für jede der 224 Markerpositionen der Mittelwert der Markerposition über die zwei 4er Arrays der 12 Chips berechnet:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{24} \sum_{j=1}^{24} x_{ij}, \quad (7.2.3)$$

mit x_{ij} als x-Koordinate des i-ten Markers im j-ten Array. Damit kann die Abweichung der jeweiligen Marker der 24 Arrays zu diesem Mittelwert bestimmt werden:

$$\Delta x_{ij} = x_{ij} - \bar{x}_i. \quad (7.2.4)$$

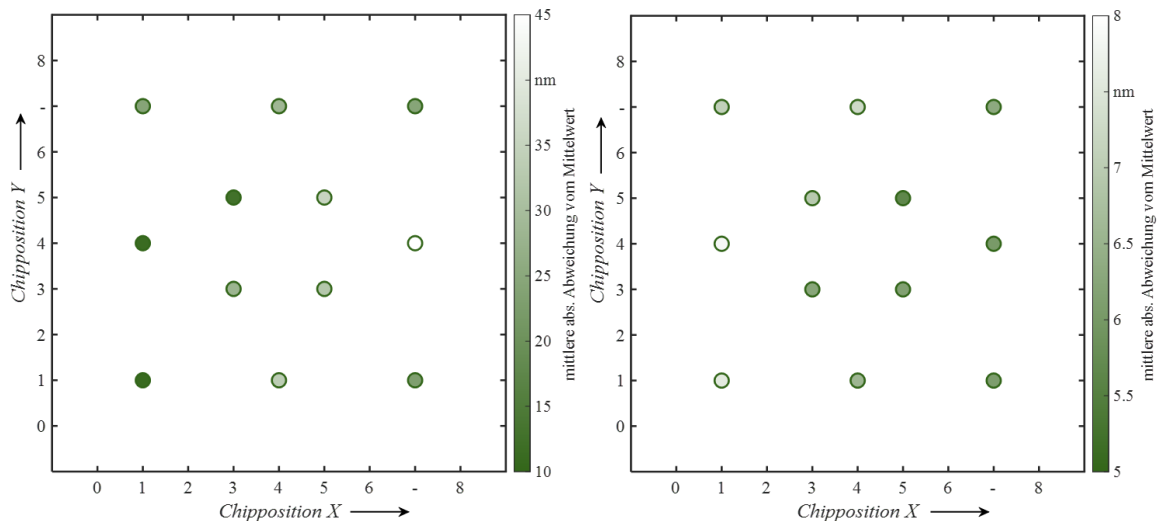
Mit der radialen Abweichung:

$$\Delta r_{ij} = \sqrt{\Delta x_{ij}^2 + \Delta y_{ij}^2}, \quad (7.2.5)$$

mit Δy_{ij} als Abweichung zum Mittelwert der y-Koordinate der Marker, berechnet sich die mittlere radiale Abweichung für den k-ten Chip über:

$$\Delta r_k = \frac{1}{448} \sum_{j=k}^{k+1} \sum_{i=1}^{224} \Delta r_{ij}. \quad (7.2.6)$$

Daraus wurde dann für jeden der 12 Chips die absolute, mittlere, radiale Abweichung aller Marker eines Chips berechnet (2x224) und über die Chipposition aufgetragen. In Abbildung 7.14 a) sind die Ergebnisse der gemessenen Markerpositionen, auf die nur der Kabsch-Algorithmus angewandt wurde, abgebildet. Über den Wafer verteilt liegt die mittlere absolute radiale Abweichung vom Mittelwert



a) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus. b) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP₁₋₅.

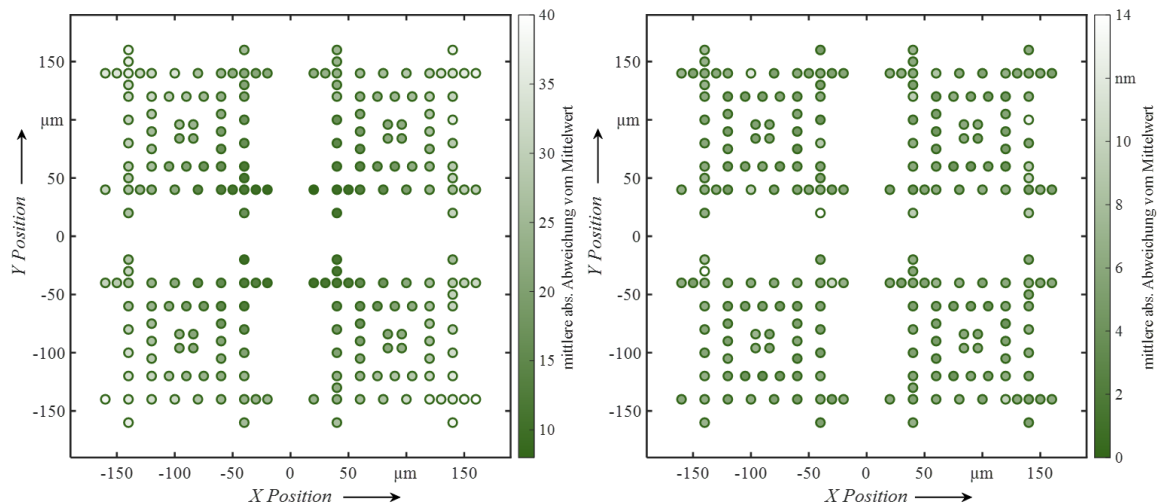
Abbildung 7.14: Mittlere Positionsabweichungen der Chips zum Mittelwert der Marker aller 12 Chips.

aller Markerpositionen zwischen 10 und 45 nm. Nach Abzug der 2D DCP₁₋₅ bleibt nur noch ein Residuum von 5 nm - 8 nm. Über den Wafer können so weder bei linearen Fehlern 1. Ordnung noch dem Residuum der nichtlinearen Fehler höherer Ordnung von Herstellung und REM eine Systematik über den Wafer festgestellt werden.

Bei der Betrachtung der mittleren radialen Abweichung pro Marker über die zwei Arrays der 12 Chips:

$$\Delta r_i = \frac{1}{24} \sum_{j=1}^{24} \Delta r_{ij}, \quad (7.2.7)$$

aufgetragen über die Markerposition des Designs in Abbildung 7.15 ist die Größenordnung der Markerpositonsabweichungen vergleichbar mit den Ergebnissen der Chips über den Wafer. Allerdings zeigt sich in a) bei Anwendung des Kabsch-Algorithmus, dass die Markerpositionsabweichung nach außen hin größer wird, was auf eine Variation der Skalierung hindeutet. Diese Systematik tritt bei Abzug der 2D DCP₁₋₅ in b) nicht auf. Daher könnten nur lineare Fehler, beispielsweise des REM's wie Schwankungen in der Strahlspannung, Drift etc. die Skalierungsvariation verursachen. Vom Objekt könnte es bereits bei der EBL ein gleichbleibender Skalierungsfehler beim Schreiben der Marker dafür verantwortlich sein. Die tatsächlichen Ursachen für diese Systematik könnte zukünftig über ein Fehlertrennverfahren näher untersucht werden. Bei dem Residuum in b) liegen die meisten absoluten, mittleren radialen Abweichungen vom Positionsmittelwert der Marker im Bereich 4 nm - 6 nm mit einzelnen Ausreißern. In Abbildung 7.16 ist beispielhaft von einem 4er-Array eines Chips (x7y4) die absolute radiale Abweichung vom Positionsmittelwert nach Abzug der 2D DCP₁₋₅ zum Design dargestellt. Der blaue Pfeil in der Mitte dient als Maßstab von der Länge eines Pixels (173,4 nm). Es zeigt sich, dass die hohe Abweichung einzelner Marker durch Verschmutzungen die nahe der gemessenen Marker liegen herrührt. Werden die Marker deren Position durch Verschmutzungen



a) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus. b) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP₁₋₅.

Abbildung 7.15: Mittlere Positionsabweichungen der Markerpositionen zum Mittelwert der Marker aller 12 Chips.

verfälscht werden, von der Auswertung ausgeschlossen, reduziert sich die mittlere radiale Abweichung auf ca. 5 nm. In diesem Bereich liegt auch die Subpixel-Lagebestimmung (Pixelgröße = 5,4 nm) sowie die angegebene Schreibgenauigkeit der EBL (~10 nm). Daraus lässt sich schließen, dass die Fertigungsabweichung über den Wafer wahrscheinlich im Bereich zwischen 5 und 45 nm liegen wird. Eine genaue Qualifizierung der Herstellungsqualität lässt sich aber nur über eine rückgeführte Messung der Markerpositionen bestimmen. Eine weitere Möglichkeit wäre die Trennung der Maschinen- und Objektfehler über ein 2D-Selbstkalibrierungsverfahren, bei dem durch das Messen des Objektes in verschiedenen Rotationswinkeln die Berechnung der Einzelfehler möglich wird. Allerdings ist auch bei diesem Verfahren die Rückführung auf das Meter nötig, um die Gesamtskalierung bestimmen zu können.

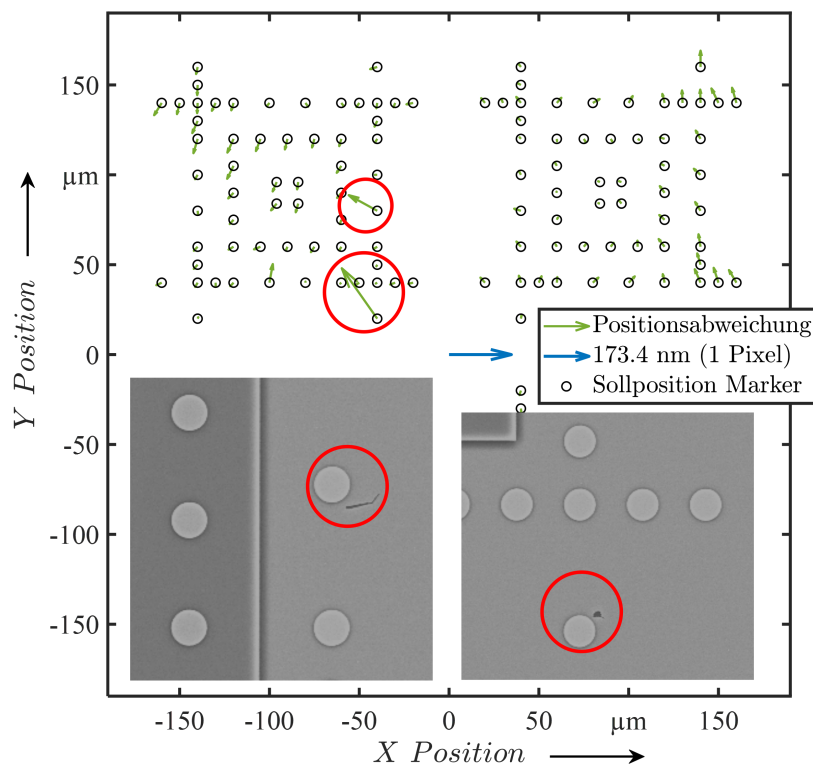


Abbildung 7.16: Mittlere radiale Abweichung vom Positionsmittelwert von Array 1 des Chip x7y4 mit Verschmutzungen

7.3 Durchführung einer Testkalibrierung am Beispiel eines Konfokalmikroskopes

In den letzten Abschnitten konnte gezeigt werden, dass das in dieser Arbeit entwickelte und hergestellte 3D-Mikronormal zur Anwendung in optischen Mikroskopen den aufgestellten Anforderungen genügt. Die Stufenhöhen erfüllen die Anforderungen bezüglich Ebenheit und Reproduzierbarkeit über den Wafer hinweg. Zwar können die lateralen Positionsabweichungen der Marker ohne rückgeführte Messung nicht genügend genau bestimmt werden, aber es ist möglich, die Abweichung zu den Markerpositionsmittelwerten auf unter 50 nm einzugrenzen.

Ohne eine Positionsbestimmung der Marker mit entsprechender Unsicherheit kann eine Kalibrierung eines optischen Messsystems mit dem entwickelten 3D-Mikronormal nicht durchgeführt werden. Trotzdem soll in diesem Abschnitt gezeigt werden, dass es grundsätzlich möglich ist, die 3D-Mikronormale zur Kalibrierung von optischen Mikroskopen zu nutzen. Das schließt ein, dass sich die Markerstrukturen in der für die Kalibrierung erforderlichen Qualität abbilden lassen. Dazu wird ein Testdurchlauf am Beispiel eines CLSM durchgeführt und mit einer klassischen 2D-Kalibrierung bestehend aus einem Stufenhöhennormal und einem Gitternormal verglichen.

Der Referenzdatensatz wurde von der Firma point electronic GmbH auf Basis von kalibrierten REM-Bildern sowie kalibrierter Höhenmessungen am Tatschnittgerät erstellt. Zudem wurde die Auswertungssoftware so angepasst, dass auch kreisförmige erhöhte Marker zur Ermittlung der Markerpositionen verwendet werden können. Nähere Details zur Funktionsweise der Auswerte-Software sind durch Xu et al. beschrieben [50].

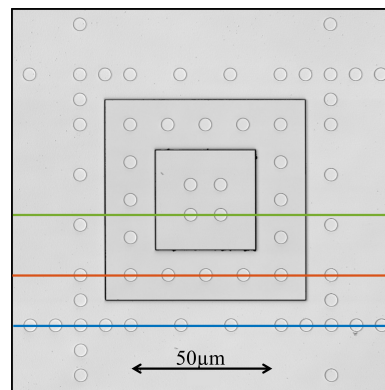
Die Messungen des Chips x4y5, der auch im REM und mit dem Tatschnittgerät charakterisiert wurde, wurde von L. Heinrich (Arbeitsgruppe 5.14 der PTB) am CLSM vermessen. Die Messung der PN-OM-80 Struktur wurde mit dem 20x-Objektiv ($N_a = 0,95$) und einem Zoom von 1,7 nach einer einstündigen Aufwärmphase des Gerätes durchgeführt. Die klassische 2D Kalibrierung wurde mit einem Stufenhöhennormal (B2000 C08 R07 N89) mit einer Höhe von 2092 nm mit einer Unsicherheit von 2,5 nm und einem Gitternormal mit einer Pitch-Größe von 9000 nm mit einer Unsicherheit von 1 nm in X- und Y-Richtung mit den gleichen Einstellungen wie bei dem PN-OM-80-Mikronormal durchgeführt. Die Auswertung der Messungen wurde mit der Software microCal der point electronic GmbH vorgenommen. Aus der affinen Transformation der gemessenen Daten auf die Referenzdaten konnten dann die Kalibrierfaktoren der Skalierung in X,Y,Z (c_x, c_y, c_z) und der Orthogonalitätsabweichungen zwischen den Achsen (c_{xy}, c_{yz}, c_{xz}) bestimmt und mit den Skalierungsfaktoren und der Orthogonalitätsabweichung zwischen der X- und Y-Achse der klassischen Kalibrierung verglichen werden.

Bei der Messung des PN-OM-80 mit dem CLSM konnten alle 224 Markierungen aufgelöst und

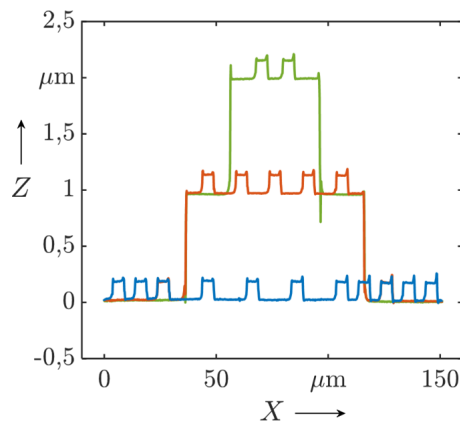
Tabelle 7.4: Ermittelte Skalierungsfaktoren aus der klassischen 1D/2D und der 3D-Kalibrierung.

Korrekturfaktor	PN-OM-80	Stufen- und Gitternormal
c_x	1,0022	1,0025
c_y	0,9998	0,9994
c_z	1,0007	1,0009
c_{xy}	0,0030	0,0029
c_{xz}	0,0001	-
c_{yz}	0,0033	-

für die Testkalibrierung verwendet werden. Die für das CLSM ermittelten Skalierungsfaktoren des 3D-Mikronormals und der 1D/2D-Standards, sind in guter Übereinstimmung (Tabelle 7.4). Mit der 1D/2D-Kalibrierung können die Orthogonalitätsabweichung zur Z-Achse nicht bestimmt werden, daher gibt es dazu keine Vergleichsmöglichkeiten. In Abbildung 7.17 ist in a) ein Intensitätsbild einer der gemessenen Pyramiden der PN-OM-80-Struktur mit den entsprechenden Ebenenschnitten in b) dargestellt. Die Überschwinger an den Kanten der Pyramidenstruktur und den Markern sind gut zu erkennen. Diese können einen deutlichen Einfluss auf die Genauigkeiten der Höhenmessungen haben, wenn die Ausläufer der Überschwinger in den Bereich der Höhenmessungen (nach der 3 σ -Regel) übergehen. Nach Zhang et al. werden die Überschwingsprofile von verschiedenen Faktoren beeinflusst, wie z.B. der zentralen Wellenlänge, dem Spektrum des beleuchtenden Lichts, dem Schatteneffekt und der numerischen Apertur [157]. Deswegen müssen in Zukunft noch weitere Untersuchungen an den Strukturen durchgeführt werden. Grundsätzlich ist die Nutzung der neu entwickelten und hergestellten 3D-Mikronormale als Kalibrierstruktur aber möglich.



a) Intensitätsbild des PN-OM-80 mit CLSM aufgenommen.



b) Ebenenschnitte durch die Höhenebenen des PN-OM-80.

Abbildung 7.17: Alle Marker der PN-OM-80 sind im konfokalen Mikroskop trotz der Überschwinger an den Kanten detektier- und auswertbar.

8 Analyse der 3D-Mikronormale zur Anwendung in der Rasterelektronenmikroskopie

Genauso wie bei den 3D-Mikronormalen zur Anwendung in optischen Mikroskopen, sollen in diesem Kapitel die Referenzkoordinaten der 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM ermittelt werden. Auch hier werden die Höhendaten der Pyramidenstrukturen des Wafers, der in Abschnitt 6.2 vorgestellten Prozesskette gefertigt wurde, mit einem Tastschnittgerät gemessen und, weil es nur einstufige Pyramidenstrukturen sind, nach der in der ISO 5436 vorgeschlagenen 3w-Regel ausgewertet. Zudem werden auch noch die Rahmenstruktur und die Streifen an den Rändern der Chips gemessen und mit den Höhendaten der Pyramidenstrukturen verglichen. Die lateralen Markerpositionen der vertieften und erhabenen Marker wurden über aufgenommene BSE-Bilder der 4er-Arrays mit angepassten Subpixellagebestimmungen ermittelt.

8.1 Analyse der Strukturhöhen

Wie auch bei der Analyse der Z-Höhen der 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen, ist es auch für die Anwendung im REM essenziell, dass die Strukturebenen möglichst plan und parallel zueinander sind. Der arithmetische Mittelrauwert, die Konstanz der Schichtdicke und die lokale Welligkeit des Substrates sollen kleiner 2 % der Schichtdicke sein.

Die Strukturen werden direkt in das Substrat geätzt, weshalb keine Ätzschutzschichten für die unteren Ebenen verwendet werden können. Somit hat der Trockenätzprozess einen sehr starken Einfluss auf die Homogenität der Ätztiefe und die Oberflächenrauheiten über den Wafer. Gleichzeitig hat der flache Winkel der Pyramidenstrukturen bei der Optimierung des Ätzprozesses aber die höchste Priorität, da die aktuelle 3D-Rekonstruktion auf einen flachen Winkelbereich beschränkt ist. Deswegen können hier nicht die gleichen Erwartungen bezüglich der Höhenhomogenität wie bei den 3D-Mikronormalen zur Anwendung in optischen Mikroskopen erfüllt werden.

In den folgenden Abschnitten werden die Strukturhöhen und die Größenordnung der Oberflächenrauheit der Pyramiden und weiterer Teststrukturen auf den Chips mit einem Tastschnittgerät bestimmt.

8.1.1 Analyse der Strukturhöhen mit Tastschnittgerät

In Abbildung 8.1 ist der Aufbau vom Wafer-/Chip-Design und die Messstellen dargestellt. Auf dem 4"-Wafer sind 144 gleiche Chips in einem quadratischen 12 x 12 Muster angeordnet. Davon wurden bei 26 über den Wafer verteilten Chips die Höhen des 4er-Pyramidenarrays in der Mitte des Chips taktill gemessen (rot und blau markiert). Bei zehn (blau markiert) dieser 26 Chips wurde zudem der geätzte Rahmen um das 4er-Array herum an vier Stellen gemessen. Zusätzlich werden bei diesen Chips die in Abbildung 8.1 b) dargestellten Streifen am oberen und unteren Rand sechs Mal gemessen. Damit soll die Homogenität der Ätztiefe sowohl über den Wafer aber auch innerhalb der einzelnen Chips analysiert werden.

Zur Messung der Schichthöhen der 3D-Standardstrukturen wurde das Tencor P-17-Profilometer

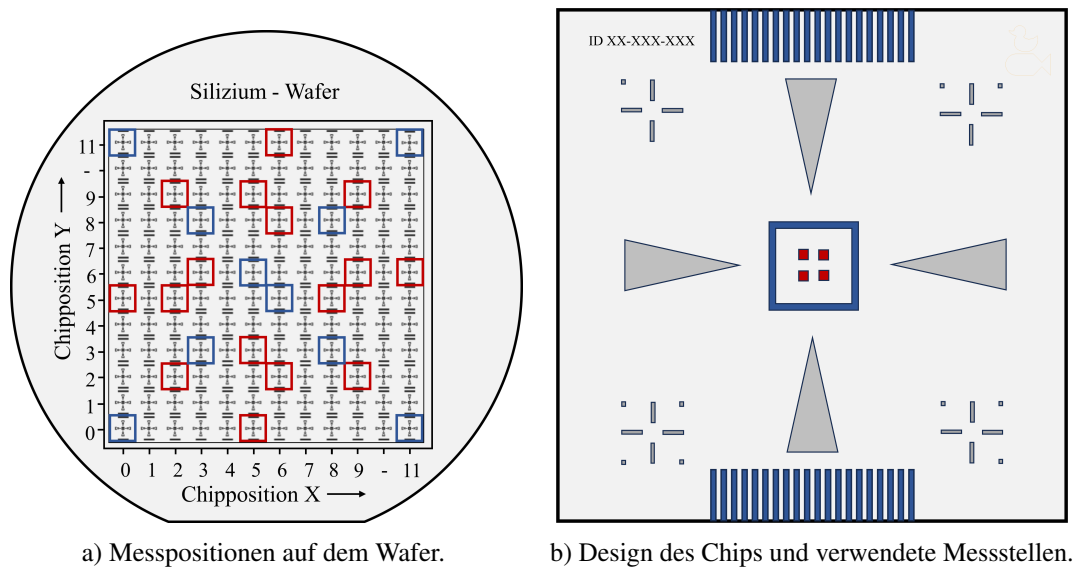


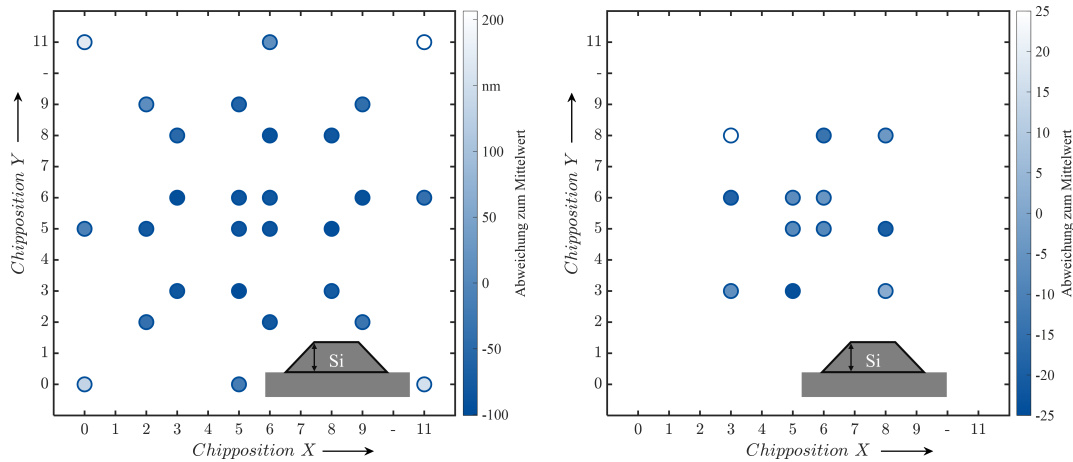
Abbildung 8.1: Darstellung vom Aufbau von Wafer und Chips.

und die im Unterabschnitt 7.1.2 beschriebene Messaufnahme und Auswertung verwendet. Einziger Unterschied ist, dass die hier untersuchten Strukturen nur über eine Höhenstufe verfügen und die 3w-Regel daher ohne die Anpassungen aus Unterabschnitt 7.1.2 verwendet werden kann.

In Abbildung 8.2 sind die Abweichungen vom Mittelwert von allen 29 gemessenen Chips anhand ihrer Position auf dem Wafer dargestellt. Der Mittelwert der Pyramidenhöhen liegt bei $H = 1003,6$ nm mit Abweichungen von $-100,6$ nm bis $+206,6$ nm wobei hier, ebenso wie bei den 3D-Mikronormalen für die optische Anwendung, die Eck-Chips (X0Y0, X0Y11, X11Y0, X11Y11) am weitesten vom Mittelwert abweichen. Allerdings ist die Abweichung hier um den Faktor 20 größer. Die Eckchips sind bis zu 200 nm höher als der Mittelwert, während die Chips in der Wafermitte um bis zu 100 nm niedriger sind. Eine Anpassung des Waferdesigns mit weniger Chips und damit mehr Platz zum Waferrand bringt hier keine genügend hohe Reduzierung der Höhenebenenabweichungen. Lässt man die vier Eckchips bei den Berechnungen weg, verringert sich der Mittelwert zwar auf $H = 935,95$ nm, aber die Höhenabweichungen zum Mittelwert liegen immer noch bei $-81,4$ nm bis $+33$ nm. Selbst wenn die äußersten drei Chip-Reihen weggelassen werden, was die Gesamtchipanzahl auf 36 pro Wafer verringern würde, zeigen die Chips weiterhin Abweichungen von $-27,5$ nm bis $23,7$ nm zum Mittelwert von $H = 926,7$ nm. Damit ist es für diesen Prozess nicht möglich die Konstanz der Schichthöhe $<2\%$ über den gesamten Wafer zu erreichen, die bei dem Mittelwert von $H = 926,7$ nm bei $18,5$ nm liegt.

Daher müssen die Chips alle einzeln in der Höhe entweder mit einem Tastschnittgerät oder einem SPM gemessen werden. In der DIN 32567-4 wird empfohlen taktile Messungen aufgrund der Gefahr von Beschädigungen nicht im Messfeld durchzuführen [37]. Aus diesem Grund wird im nächsten Schritt die Homogenität der Ätztiefe über die 5×5 mm² großen Chips untersucht.

Dazu wurden bei den in Abbildung 8.1 blau markierten Chips zusätzlich zu den Pyramidenhöhen auch die Höhen vom Rahmen um die Pyramiden sowie die Streifen am oberen und unteren Ende der Chips gemessen. Es zeigt sich, dass die vier Pyramiden an sich eine sehr geringe Höhenabweichung zueinander aufweisen, in Tabelle 8.1 ist die Standardabweichung der vier Pyramiden eines jeden



a) Mittelwert der Pyramidenhöhe aller gemessener Chips $H = 1003,6 \text{ nm}$ b) Mittelwert der Pyramidenhöhe von 12 der inneren gemessenen Chips $H = 926,7 \text{ nm}$

Abbildung 8.2: Die Höhendifferenz zum Mittelwert kann durch Reduzierung der Schreibbreite auf dem Wafer nicht in ausreichendem Maße gesenkt werden.

Chips angeben und die Schwankungen liegen alle im Bereich $<2,1 \text{ nm}$. Auch die Höhenmessungen der Rahmen und der Streifen weisen eine maximale Standardabweichung von unter 6 nm auf. Der mittlere Bereich des Chips verfügt damit über lokal homogene Ätztiefen, weil die Höhe der Rahmen und Pyramiden im Rahmen ihrer Standardabweichung übereinstimmen. Allerdings zeigt die Höhe der Streifen am oberen Rand des Chips eine deutliche Abweichung zu der Höhe der Streifen am unteren Rand des Chips, während Pyramiden und Rahmenstruktur zwischen diesen Höhenwerten liegen. Die Streifen haben eine bis zu 45 nm abweichende Höhe verglichen mit den Pyramidenstrukturen. Sie eignen sich nicht als Messfläche zur Ermittlung der Pyramidenhöhen, aufgrund der starken Variation der Höhenabweichung zwischen Stufen und Pyramiden von Chips zu Chip. Die Rahmenstruktur

Tabelle 8.1: Taktile Höhenwerten aller Eck-Chips mit Standardabweichung.

Chip-Positionen	Höhe			
	Pyramiden in nm	Rahmen in nm	Streifen in nm	
			Oben	Unten
X0Y0	$1106,7 \pm 2,1$	$1106,2 \pm 2,7$	$1082,9 \pm 1,3$	$1142,0 \pm 2,1$
X0Y11	$1143,7 \pm 0,9$	$1141,4 \pm 1,1$	$1110,3 \pm 4,9$	$1178,2 \pm 3,0$
X3Y3	$895,3 \pm 0,7$	$898,4 \pm 0,6$	$893,1 \pm 2,5$	$909,7 \pm 1,8$
X3Y8	$928,1 \pm 0,5$	$928,3 \pm 1,2$	$917,6 \pm 2,6$	$943,1 \pm 1,6$
X5Y6	$894,2 \pm 0,7$	$895,6 \pm 2,9$	$927,0 \pm 5,5$	$880,6 \pm 1,2$
X6Y5	$893,0 \pm 1,5$	$894,9 \pm 3,7$	$879,8 \pm 2,7$	$909,6 \pm 5,1$
X8Y3	$902,7 \pm 1,0$	$902,0 \pm 0,8$	$917,0 \pm 1,4$	$899,2 \pm 2,8$
X8Y8	$897,6 \pm 1,1$	$898,8 \pm 0,4$	$908,3 \pm 2,4$	$896,4 \pm 1,9$
X11Y0	$1127,3 \pm 1,3$	$1129,9 \pm 3,1$	$1172,0 \pm 1,5$	$1103,7 \pm 2,8$
X11Y11	$1179,4 \pm 0,9$	$1180,4 \pm 3,7$	$1216,9 \pm 4,1$	$1151,8 \pm 1,2$

dagegen weicht von den Pyramidenstrukturen nur um bis zu 3 nm in der Höhe ab und könnte daher als Messfläche zur Ermittlung der Pyramidenhöhen genutzt werden.

Für die Bestimmung der Konstanz der Schichthöhen wurde wie im Unterabschnitt 7.1.2 bei den Messbereichen nach der 3 σ -Regel über die Formel (7.1.1) die angepassten Z-Werte abgezogen, um das Residuum zu erhalten. In Abbildung 8.3 a) ist das Residuum zweier Pyramidenstrukturen vom Chip x0y11 dargestellt. Sowohl Substrat als auch die Höhenebenen liegen in einem Bereich von -0,52 nm bis 0,36 nm. In b) sind die Residuen der Rahmenstruktur gezeigt. Die Residuen der Strukturhöhen liegen mit Abweichungen zwischen -0,49 nm bis 0,63 nm in einem ähnlichen Bereich wie die der Pyramiden in a). Das Substrat dagegen hat über die größere Messlänge von 625 μm etwas höhere Abweichungen zwischen -1,52 nm bis 1,95 nm. Mit Strukturhöhen von 1127,3 nm (Pyramiden) bzw. 1129,9 nm (Rahmen) liegen damit alle Residuen im geforderten Bereich von <2 % der Schichthöhen (ca. 22,5 nm). Die Konstanz der lokalen Schichthöhe kann somit trotz der globalen inhomogenen Ätzrate nachgewiesen werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass der verwendete Trockenätzprozess zwar lokal zu homogenen Ätztiefen führt, aber es zu deutlichen Höhenunterschieden an den Rändern der Chips im Vergleich zur Mitte (Pyramiden- und Rahmenstrukturen) kommt und über den Wafer hinweg ist der Prozess sehr inhomogen. Dies kann zum einen durch den „loading effect“ kommen (Unterabschnitt 3.3.4), da hier große Flächen des Wafers geätzt werden und die entstehenden Strukturen mit der freien Fläche verglichen eher klein sind. Daher könnte eine Änderung des Designs, zur Reduzierung der freien Flächen einen homogenen Prozess bewirken, dafür würde die Schreibzeit des EBL-Prozesses entsprechend ansteigen, oder es müsste ein positiv-Lack verwendet werden, bei dem nur belichtete Bereiche bei der Entwicklung des Lackes bestehen bleiben (Schematisch dargestellt im Anhang A, Abbildung A.9). Bis dahin ist es nötig, jeden Chip bezüglich seiner Stufenhöhen taktil oder mit SPM zu messen und so entsprechend genaue Höhenangaben zu erhalten.

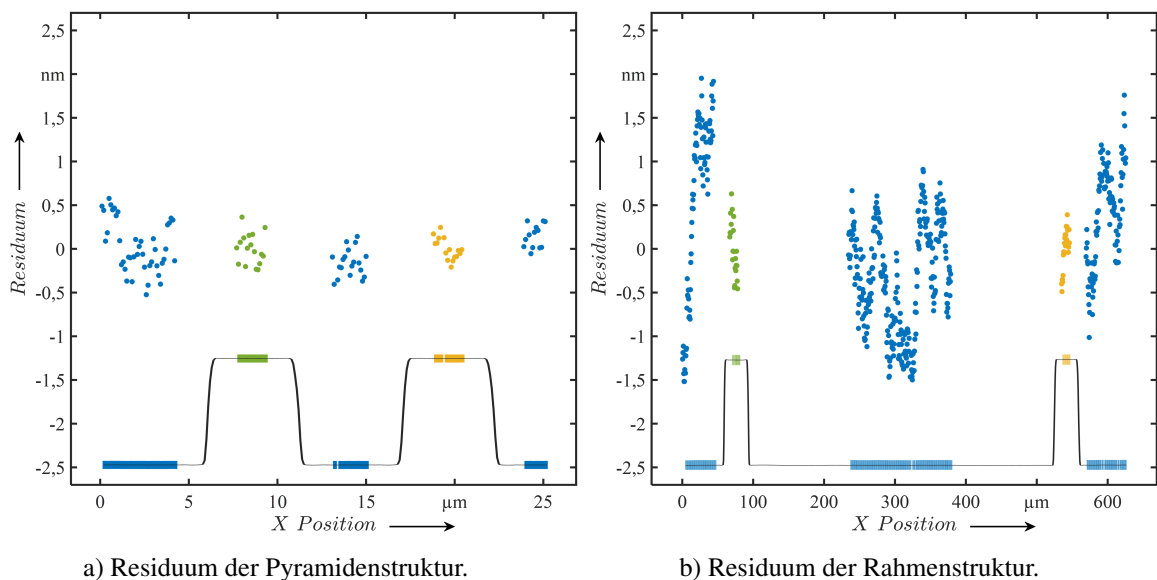


Abbildung 8.3: Residuen aller Höhenebenen, von einem Chip x0y11 am Waferrand, von den Pyramidenstrukturen in a) und der Rahmenstruktur in b).

8.1.2 Taktil gemessene Rauheiten der Strukturebenen

Analog zum Unterabschnitt 7.1.4, wurde auch für die 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM lediglich eine Größenordnung der Oberflächenrauheiten bestimmt, um den Ätzprozess zu qualifizieren. Dazu wurden die mit dem Tastschnittgerät generierten Daten verwendet und der arithmetische Mittenrauwert R_a nach der Aufteilung in die einzelnen Ebenen und der Durchführung einer Neigungskorrektur in Matlab über die Formel (7.1.7) bestimmt. Untersucht wurden dabei die Pyramidenstrukturen in der Mitte des Chips und die Rahmenstruktur, die um die Pyramiden herum gelegen ist. Die Streifen am oberen und unteren Rand der Chips wurde aufgrund ihrer Untauglichkeit als Messfläche zur Höhenermittlung nicht weiter untersucht. In Abbildung 8.4 sind die Abweichungen vom jeweiligen Mittelwert der zehn Chips auf den zwei Ebenen der beiden Strukturen dargestellt. Beim Vergleich der Rauheitswerte der Substratebene mit der Pyramidenoberfläche zeigt sich, dass auch hier die geätzte Fläche eine leicht höhere Rauheit als die durch die Maskierung geschützte Pyramidenoberseite hat.

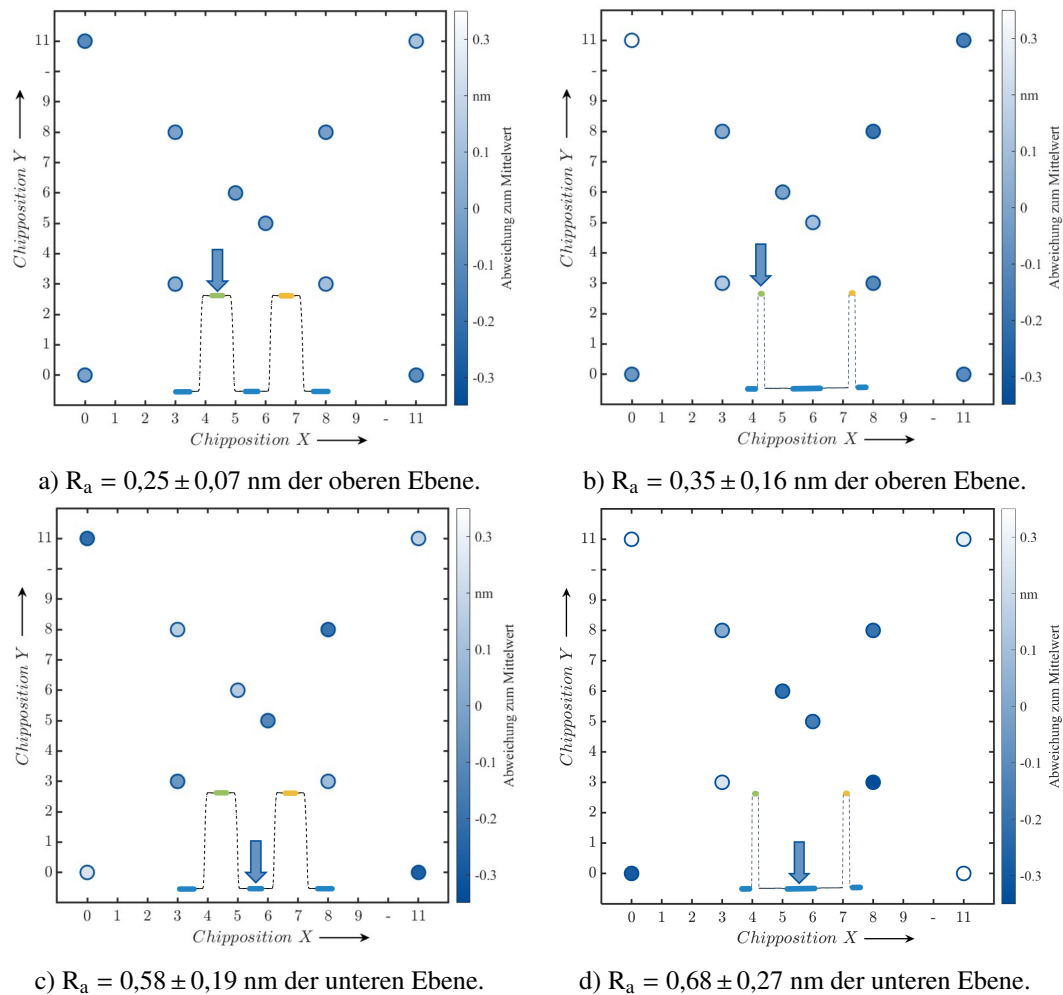


Abbildung 8.4: Mittlere arithmetische Mittenrauwerte R_a und die Standardabweichung von Pyramiden- und Rahmenstrukturen über den Wafer gemessen.

Grundsätzlich sind die Oberflächen mit R_a -Werten unter 1 nm aber sehr glatt. Die Vorgabe, dass R_a -Wert kleiner 2 % der Stufenhöhen sein muss, ist damit erfüllt. Zudem scheint die Position des Chips auf dem Wafer keinen Einfluss auf die Oberflächenrauheiten zu haben. Daher kann der Prozess bezüglich Oberflächenrauheiten als sehr gut optimiert und homogen beschrieben werden.

8.2 Laterale Markerpositionsbestimmung

Wie in Abschnitt 7.2, wurden auch die Markerpositionen der 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM analysiert. Dazu wurde ebenfalls das Verios G4 REM mit dem 4Q-BSE-Detektor und der Bildaufnahme- und Analysesoftware von der point electronic GmbH verwendet. Bei allen Messungen wurde vor nach den Messungen ein Vergrößerungsreferenznormal MRS-4.2 (globale Genauigkeit $500 \mu\text{m} \pm 0,25 \mu\text{m}$) mit der passenden Vergrößerung aufgenommen.

Alle Bilder, einschließlich der Bilder des MRS-4.2-Standards, wurden bei 5 kV Hochspannung und 0,8 nA Strahlstrom mit einem Arbeitsabstand (WD_{Probe}) von 6 mm und 2048 x 2048 Pixeln aufgenommen. Die Vergrößerung wurde bei den PN-REM-20-Arrays auf 4500x eingestellt, so dass alle vier Pyramiden des Arrays vollständig mit allen 209 Markierungen im Messfeld dargestellt werden. Auch das Verfahren der Rekalibrierung von Fokus und Probenabstand wurde für jeden Chip übernommen. Die Auswertung der Markerpositionen wurde ebenfalls in Matlab mit der in Unterabschnitt 7.2.1 beschriebenen Routine durchgeführt. Allerdings musste sowohl für die erhabenen Marker aus Gold als auch für die vertieften Marker die Subpixellagebestimmung angepasst werden. Diese Änderungen werden in den folgenden Unterabschnitten erörtert.

Auf dem 4"-Wafer mit den erhabenen Markern, der zusammen mit zwei Industriepartnern hergestellt wurde (Abschnitt 6.2), sind 211 Chips platziert. Davon wurde an zehn Chippositionen das vorhandene 4er-Array aufgenommen. Der Wafer mit den vertieften Markern, der in Kooperation zwischen PTB und einem Industriepartner hergestellt wurde (Abschnitt 6.2), hat eine etwas reduzierte Chipanzahl mit 144 Chips, von denen ebenfalls zehn analysiert wurden.

8.2.1 Erhabene Marker

Bei den 3D-Mikronormalen zur Anwendung in optischen Mikroskopen wurde eine Subpixellagebestimmung basierend über eine Interpolation mit 2^5 erfolgreich verwendet. Bei den 3D-Mikronormalen zur Anwendung im REM mit einer Vergrößerung von 4500x sind die Pixel 44,2 nm groß. Über die Interpolation mit 2^5 kann die Pixelgröße auf 1,4 nm verringert werden.

Die Ergebnisse der Berechnung der Abweichung der Markerpositionen zum Design, unter Verwendung des Kabsch-Algorithmus bei Verwendung der Interpolation als Subpixellagebestimmung sind in Abbildung 8.5 a) im Vergleich zu den Ergebnissen der 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen aus dem Unterabschnitt 7.2.1 in b) dargestellt. Aus den Untersuchungen der PN-OM-80 Strukturen ist bekannt, dass der dominante Fehler des REM eine Skalendifferenz ist. Dies entspricht aber nicht den Ergebnissen der PN-REM-20-Struktur in a), da die Marker der oberen Ebene ein anderes Fehlerfeld als die Marker der unteren Ebene zu haben scheinen. Die Ursache dafür liegt daher hier eher beim Objekt selbst. Eine Erklärung liefert eine genauere Betrachtung der Intensitätsbilder. In Abbildung 8.6 ist das Intensitätsbild in Falschfarben eines Arrays um 90° in a) und desselben Arrays um 180° in b) gedreht gemessen dargestellt. Erst in den Intensitätsbildern mit Falschfarbencodierung fällt auf, dass die Marker der unteren Ebene alle eine inhomogene Intensitätsverteilung zeigen, während die Marker der oberen Ebene sehr homogen sind. Bei Änderung des Probenwinkels um 90° von

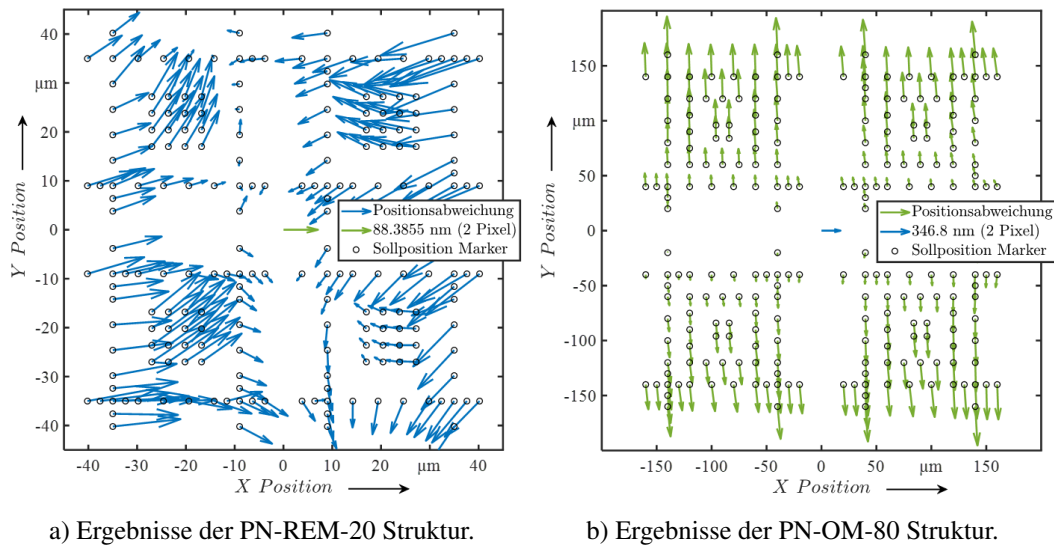


Abbildung 8.5: Vergleich der Positionsabweichungen zum Design nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus, der 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM (a) und in optischen Mikroskopen (b)).

Abbildung a) zu b) dreht auch das Intensitätsmuster der Marker der unteren Ebene mit. Daraus lässt sich schließen, dass dieses Artefakt vom Objekt stammt und nicht vom abbildenden System. Eine mögliche Erklärung dafür ist eine inhomogene Schichthöhe innerhalb der Marker der unteren Ebene. Eventuell dadurch entstanden, dass beim Abscheiden der Gold-Schicht kein kollimierter Atomstrom verwendet wurde (Abschnitt 3.1). Dadurch, dass die Herstellung dieses Wafers von Indus-

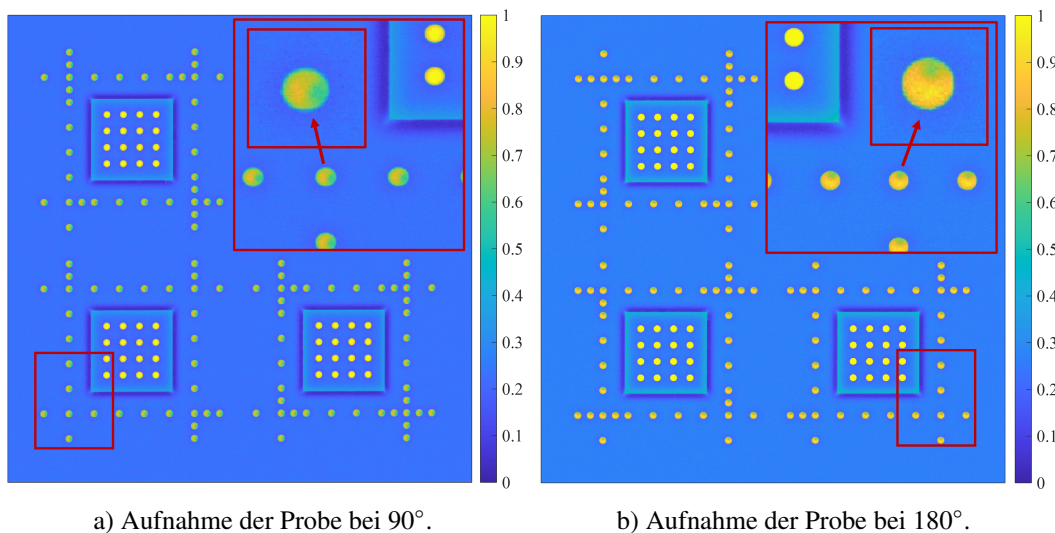


Abbildung 8.6: Normierte Intensitätsbilder in Falschfarbencodierung eines aufgenommenen Beispie-larrays.

triestern durchgeführt wurde, kann diese Theorie aber nicht abschließend bestätigt werden. Bei der Herstellung von erhobenen Markern sollte aber immer auf einen möglichst homogenen Materialauftrag geachtet werden.

Um die Marker trotz der Intensitätsinhomogenität in der Subpixellagebestimmung zu identifizieren, wurden die Markerausschnitte von 77 x 77 Pixel auf 153 x 153 Pixel mit 2^1 interpoliert und normiert, sodass die Untergrundintensität bei 0 und die Markerintensität bei 1 liegt. Über einen Schwellwert wurden dann zeilen- und spaltenweise überprüft, ob der Intensitätswert eines Pixels über dem Schwellwert liegt. Der erste und letzte so gefundene Pixel einer jeden Zeile oder Spalte wurde dann für einen Kreisfit nach Taubin [158] verwendet, über den dann der Mittelpunkt des Markers bestimmt wird.

Für die homogenen Marker der oberen Ebene konnten gute Übereinstimmungen mit einem Schwellwert von 0,6 erreicht werden, für die inhomogenen Marker muss der Schwellwert auf 0,4 gesenkt werden. In Abbildung 8.7 sind die Ergebnisse der Markerpositionsabweichung zum Design mit der erweiterten Subpixellagebestimmung dargestellt. In a) ist das Residuum nach Abzug der DCP_{1-5} deutlich unter der Größe eines Pixels und es sind auch keine systematischen Fehler der oberen Ebene mehr erkennbar. Allerdings ist die verwendete Subpixellagebestimmung auch anfällig für Verschmutzungen in der Nähe der Marker. In Abbildung 8.7 sind die mittleren absoluten radialen Abweichungen vom Positionsmittelwert über die Markerposition aufgetragen und es sind deutlich drei Ausreißer zu erkennen die anhand der REM-Bilder über Verschmutzungen in der Nähe oder auf den Markern zu einer hohen Abweichung führen.

Mit den bereinigten Daten ohne die verschmutzten Marker können die mittleren absoluten radialen Abweichungen vom Positionsmittelwert der zehn Chippositionen über die Markerposition, wie in Unterabschnitt 7.2.3 beschrieben, aufgetragen werden (Abbildung 8.8). Mit Anwendung des Kabsch-Algorithmus liegen die Abweichungen zum Mittelwert zwischen 25 nm und 135 nm. Wie schon bei den PN-OM-80 aus Unterabschnitt 7.2.1 steigt die Abweichung der Marker nach außen hin an. Das deutet auf eine Variation des Skalierungsfehlers entweder der Probe oder durch Drift des REM,

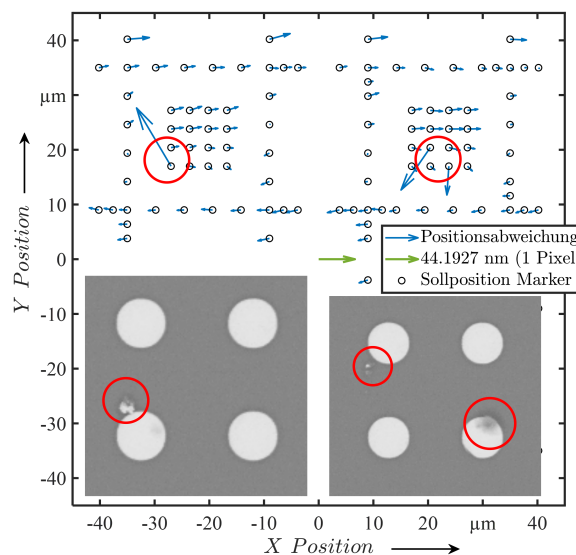
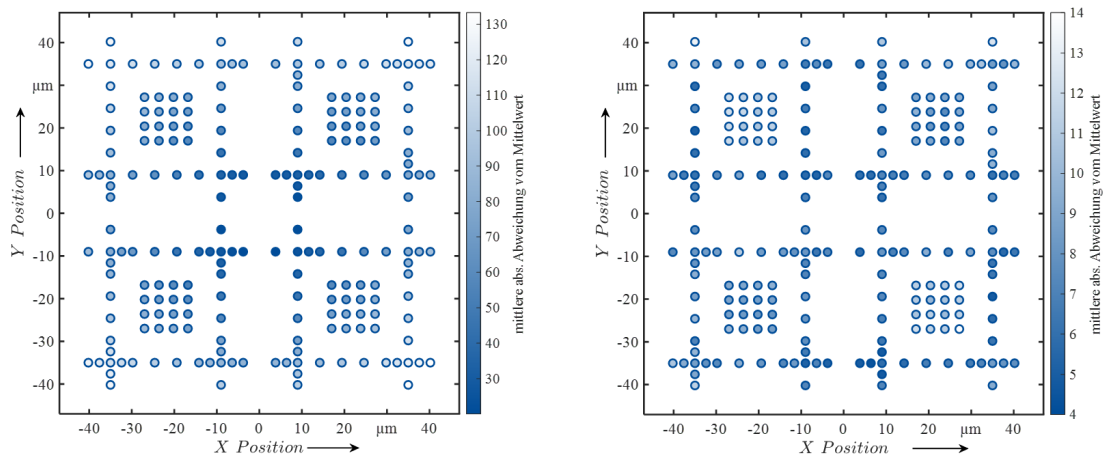


Abbildung 8.7: Abweichung zum Mittelwert der Marker nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP_{1-5} mit Verschmutzungen.

bzw. durch Änderungen der Z-Position zum Fokus wie in Unterabschnitt 7.2.2 beschrieben hin. Bei zusätzlichem Abzug der DCP_{1-5} bleibt ein Residuum von 4 nm - 14 nm übrig. Daraus lässt sich schließen, dass die Fertigungsabweichung über den Wafer wahrscheinlich im Bereich zwischen 4 nm und 135 nm liegen wird.

Ob die Abweichungen bei dem PN-REM-20 mit erhabenen Markern aus Gold teilweise höher liegen als die Abweichungen von der PN-OM-80 Struktur mit den Markern aus Chrom, oder die Skalierungsvariation des REM durch den Vergrößerungsbereich (PN-OM-80: 350x; PN-REM-20: 4500x) beeinflusst wird, lässt sich ohne die realen Markerpositionen durch eine rückgeführte Messung oder die Aufteilung der Fehler in Objekt- und Maschinenfehler nicht erklären. Daher sollten in Zukunft dahin weitergehende Untersuchungen durchgeführt werden.



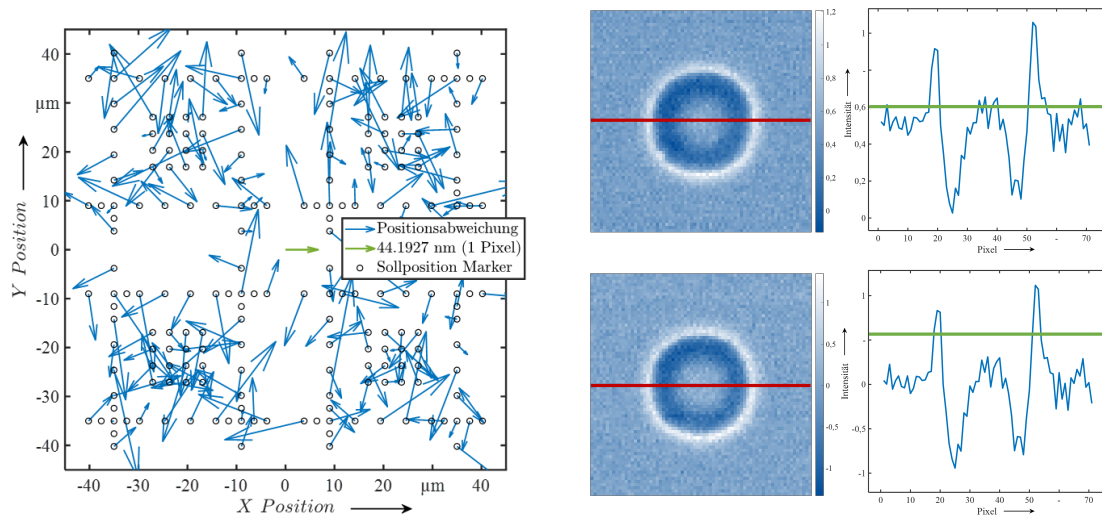
a) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus. b) Abweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP_{1-5} .

Abbildung 8.8: Mittlere Positionsabweichungen der Markerpositionen zum Mittelwert der Marker aller 10 Chips.

8.2.2 Vertiefte Marker

Bei den in das Substrat reingezteten Markern kann weder die Interpolationsmethode der PN-OM-80 noch der für die erhabenen Gold-Marker verwendete Kreisfit nach Taubin unverändert übernommen werden. In Abbildung 8.9 a) sind die Markerpositionsabweichungen zum Design nach Abzug der DCP_{1-5} unter Verwendung der Subpixellagebestimmung der erhabenen Marker dargestellt. Diese sind teilweise größer als vier Pixel (>180 nm). Das liegt an der Intensitätsverteilung der Marker, die im Gegensatz zu den erhabenen Markern aus einem intensitätsstarken Ring und einem intensitätsschwachen Ring besteht (Abbildung 8.9 b)). Die Größe und Ausbildung dieser Ringe ist dabei abhängig von der verwendeten Beschleunigungsspannung. Wird die Intensität auf 1 normiert, kann es je nach Rauschen dazu kommen, dass ein Schwellwert von 0,6 falsche Ergebnisse liefert. Eine Anpassung des Schwellwertes ist aber nicht zielführend, da die Marker bezüglich des Rauschens und der Untergrundintensität teilweise voneinander abweichen.

Um dieses Problem zu umgehen, wurden die Ecken der ausgeschnittenen Markerbilder verwendet um die Intensität des Untergrundes auf 0 zu setzen. Damit schwanken die Intensitäten zwischen 1



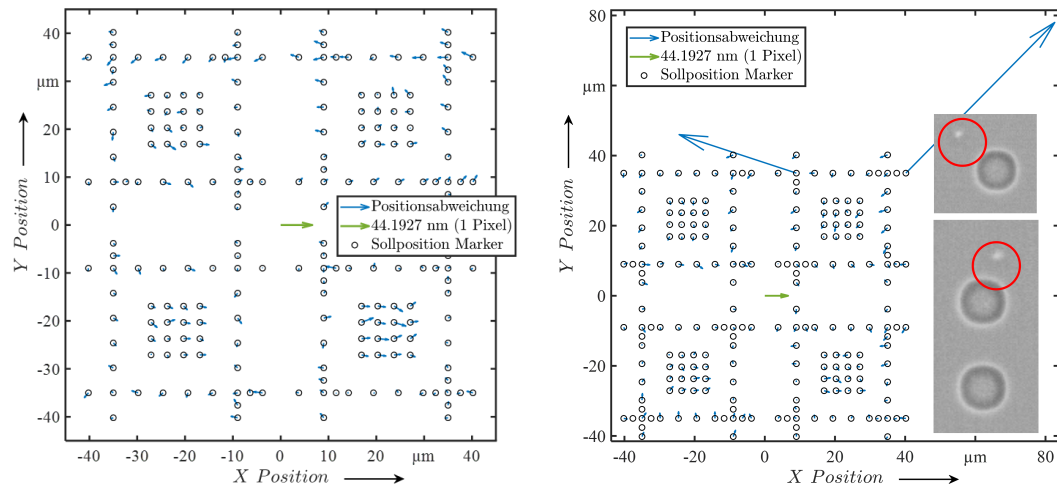
a) Positionsabweichung nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und DCP_{1-5} . b) Darstellung der Intensitätsverteilung und Schnitt durch die Intensität der vertieften Marker

Abbildung 8.9: Gründe für die Anpassung der Subpixellagebestimmung bei vertieften Markern

und -1 um den Untergrund bei 0 herum. Ein Schwellwert von 0,6 zusammen mit dem Kreisfit nach Taubin liefert dann die Ergebnisse, die in Abbildung 8.10 dargestellt sind. Abbildung 8.10 a) zeigt das Residuum nach Abzug der DCP_{1-5} mit maximal 12 nm Abweichung zum Design.

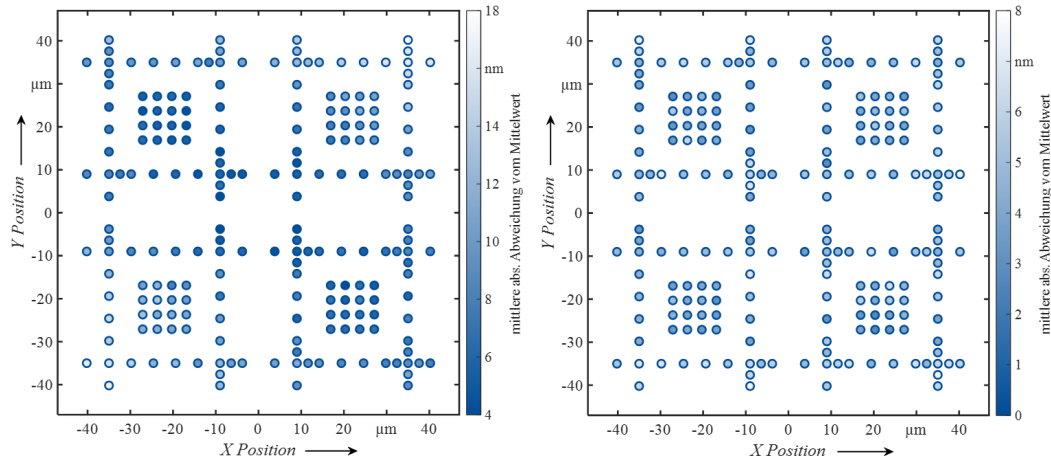
Wie auch bei den erhabenen Markern ist auch die hier weiter angepasste Subpixellagebestimmung anfällig für Verschmutzungen in der Nähe der Marker wie in b) dargestellt. Mit den bereinigten Daten, ohne die durch Verschmutzung beeinträchtigten Marker, wurde der Mittelwert aller über die zehn Chippositionen ermittelten Markerpositionen berechnet. Trägt man die mittlere absolute radiale Abweichung vom Positionsmittelwert über die Markerposition auf, ergibt sich bei ausschließlicher Anwendung des Kabsch-Algorithmus eine absolute mittlere radiale Abweichung vom Positionsmittelwert zwischen 4 nm und 18 nm (8.10 c)). Das Residuum ist hier sehr viel kleiner als bei den erhabenen Markern aus Gold oder den Chrom-Markern der PN-OM-80 Strukturen. Auch das Fehlerbild zeigt eher eine Orthogonalitätsvariation statt wie bei den zuvor untersuchten Strukturen eine Skalendifferenz. Dies könnte möglicherweise daran liegen, dass im Messfeld kein Metall vorhanden ist und der Materialmix der anderen Strukturen durch Aufladungseffekte oder Überlagerungen im BSE-Signal zu höheren Residuen führt. Die Auswirkungen verschiedener Materialien und Materialmischungen auf die Abbildung der Marker muss daher zukünftig weiter untersucht werden.

Bei einem zusätzlichen Abzug der DCP_{1-5} in d) reduziert sich das Residuum auf 2 nm - 8 nm. Daraus lässt sich schließen, dass die Fertigungsabweichung über den Wafer wahrscheinlich im Bereich zwischen 2 nm und 18 nm liegen wird. Dies gilt aber nur für die hier verwendete Beschleunigungsspannung von 5 kV. Wie in Abbildung 8.11 dargestellt, ändern sich die Erscheinung der Marker je nachdem mit welcher Beschleunigungsspannung die Bilder aufgenommen werden. Dadurch wird eine Markerpositionsbestimmung, zumindest über die hier verwendete Subpixellagebestimmung, die für das gesamte Spektrum der Beschleunigungsspannungen eines REM's funktionieren soll, deutlich aufwändiger.



a) Abweichung zum Design nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und den DCP₁₋₅.

b) Einfluss der Verschmutzungen auf die Markerpositionsbestimmung.



c) Abweichung zum Mittelwert der Marker nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus ohne Verschmutzungen.

d) Abweichung zum Mittelwert der Marker nach Anwendung des Kabsch-Algorithmus und den DCP₁₋₅ ohne Verschmutzungen.

Abbildung 8.10: Auswirkungen von Verschmutzungen an den Markern auf die Positionsermittlung.

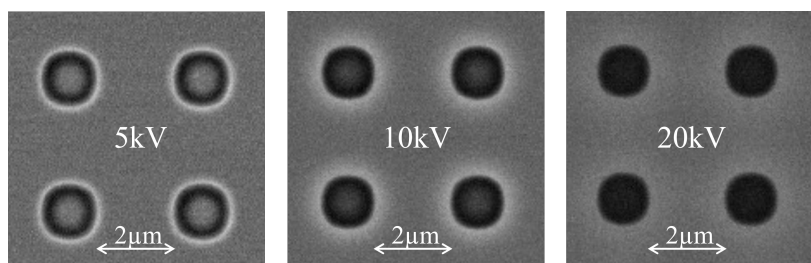


Abbildung 8.11: Änderung der Erscheinung der vertieften Marker durch unterschiedliche Beschleunigungsspannungen in BSE-REM Aufnahmen.

9 Fazit und Ausblick

9.1 Fazit

In dieser Arbeit werden neu entwickelte Herstellungsprozesse für die lateral skalierbare Fertigung reproduzierbarer 3D-Mikronormale zur Anwendung in der dimensionellen Messtechnik vorgestellt. Durch unterschiedliche Anforderungen der Messmethoden sind zwei verschiedene Prozessketten entstanden, mit denen zum einen 3D-Mikronormale zur Anwendung in der optischen Mikroskopie und zum anderen 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM hergestellt werden können.

Für die 3D-Mikronormale zur Anwendung in der optischen Mikroskopie sind die laterale Skalierbarkeit, die Ebenheit der Höhenebenen und ein arithmetischer Mittenrauwert unterhalb von 2 % der Stufenhöhen, wichtig. In Kapitel 6 konnte die Skalierbarkeit mit einer minimalen Basiskantenlänge einer Pyramide von 5 μm bis zu einer maximalen Basiskantenlänge von 240 μm ohne Qualitätsverluste nachgewiesen werden. Auch die metallischen Marker können in Größen von 300 nm bis 10 μm Durchmesser gefertigt werden. Eine weitere laterale Skalierung sowohl der Marker als auch der Pyramidenstrukturen ist mit dem entwickelten Prozess möglich. Die Höhenmessungen über den gesamten Wafer zeigen, dass die Fertigung aufgebrachtter Schichten mit einer maximalen Schwankung der Stufenhöhen über den Wafer im Bereich von -4 nm bis 3 nm, bei Stufenhöhen von $H_1 = 945,5$ nm und $H_2 = 1971,3$ nm, möglich ist, sofern der materialabscheidende Prozessschritt entsprechend optimiert ist und die Chips nicht zu nahe am Waferrand platziert werden. Zudem konnte das Residuum der Stufenhöhen mit maximalen Werten von $\pm 1,5$ nm und des Substrates mit maximalen Werten von $\pm 7,5$ nm bestimmt werden. Damit ist die Anforderung nach der Ebenheit der Höhenstufen erfüllt. Der arithmetische Mittenrauwert konnte zwar nicht normgerecht, aber mit übereinstimmenden Ergebnissen von drei Messmethoden bei < 3 nm bestimmt werden. Auch hier ist die Anforderung, unter 2 % der Stufenhöhen zu bleiben, erfüllt.

Für die auf Referenzmarken basierende 3D-Kalibriermethode müssen zudem die Marker auf allen Höhenebenen vorhanden, möglichst rund und erkennbar für verschiedene Messmethoden sein. Mit dem REM konnte anhand von BSE-Bildern gezeigt werden, dass die Marker über den Wafer hinweg mit einer mittleren absoluten Abweichung vom Mittelwert der Markerpositionen im Subpixelbereich zwischen 5 nm und 40 nm gefertigt werden können. Dabei zeigen sich keine systematischen Unterschiede zwischen den Markern auf den verschiedenen Höhenebenen. Eine genaue Einschätzung der Markerpositionsabweichungen kann aber nur durch die Bestimmung der realen Markerpositionen mit einer auf das Meter rückgeführten Messmethode bestimmt werden. Durch die 3D-Testkalibrierung mit einem konfokalen Mikroskop konnte nachgewiesen werden, dass alle 224 Marker erkannt und für die Kalibrierung verwendet werden können. Zudem sind die Ergebnisse in Übereinstimmung mit einer herkömmlichen 1D- und 2D-Kalibrierung des verwendeten Gerätes.

Durch die Beschichtung des gesamten Messbereichs der 3D-Mikronormale mit 100 nm Chrom und die Herstellung der Marker ebenfalls aus Chrom kann eine fehlerhafte Höhenmessung, durch die Vermischung unterschiedlicher Materialien, mit optischen Messmethoden verhindert und die Beständigkeit der Strukturen sichergestellt werden.

Für die 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM ist die wichtigste Anforderung die Generierung von Strukturkanten mit flachem Winkel (35 - 60°). Mit der Prozessparametervariation, die in Abschnitt 5.5 vorgestellt wurde, kann mit den untersuchten Prozessparametern ein Kantenwinkel in einem Winkelbereich von 55° - 86° im Silizium eingestellt werden. Durch weitere Optimierung von Druck und Leistung kann der Winkelbereich noch erweitert werden. Die Übertragung in den Industrieprozess war notwendig, um die weiteren Aspekte der Strukturen, wie Markerart und Herstellungsgenauigkeit der Marker, untersuchen zu können. Dies kann aber dementsprechend aus wirtschaftlichen und zeit-technischen Gründen nicht in dem Ausmaß iteriert und optimiert werden, wie es im eigenen Labor möglich wäre.

Die Höhenmessungen über den Wafer zeigen, dass das Ätzen direkt in das Silizium wie erwartet deutlich inhomogener ist als das Strukturieren einer sehr homogen aufgetragenen zusätzlichen Materialschicht. Über den Wafer hinweg sind Höhenunterschiede der Pyramidenstufen von bis zu 300 nm gemessen worden. Auch auf den einzelnen Chips schwanken die Höhen, die am Chip-Rand (Streifen) im Vergleich zur Chipmitte (Pyramidenarray) gemessen werden, um bis zu 40 nm. Die Streifen am Chiprand können nicht zur Messabnahme der Höhe verwendet werden, weil der Höhenunterschied zu den Pyramiden in der Wafermitte zu weit abweicht und für jeden gemessenen Chip unterschiedlich ist. Lokal im Bereich der Pyramiden und des Rahmens ist die Ätztiefe aber mit einer Standardabweichung <3 nm wieder sehr homogen und erfüllt die Anforderungen der Ebenheit der Strukturebenen. Auch der arithmetische Mittenrauwert liegt über den gesamten Wafer bei <1 nm für die untersuchten Strukturen (Pyramidenarray und Rahmen). Bezüglich der Ebenheit und Rauheit steht der Nutzung der einzelnen Chips also nichts entgegen, allerdings müssen die Höhen von jedem einzelnen Chip, beispielsweise über die Rahmen-Struktur, bestimmt werden, da keine ausreichend kleine Schwankungsbandbreite für den ganzen Wafer erreicht werden konnte.

Die Referenzmarken können zum einen als metallische Erhebungen oder als Löcher im Strukturmaterial generiert werden. Bei beiden Methoden konnte über die Markerpositionsbestimmung im REM eine Subpixel-Abweichung zum Design nach Abzug der DCP₁₋₅ ermittelt werden. Für die erhabenen Marker ist eine mittlere absolute Abweichung vom Mittelwert der Markerpositionen im Bereich von 4 nm und 130 nm und bei den vertieften Markern zwischen 3 nm und 18 nm ermittelt worden. Bei beiden Markerarten musste die Subpixellagebestimmung angepasst werden. Die erhabenen Marker der unteren Ebene zeigen Inhomogenitäten in der Intensität, was durch einen unregelmäßigen Materialauftrag zustande kommen kann. Das Intensitätsbild der vertieften Marker unterscheidet sich zu dem der erhabenen Marker und verändert sich je nach Beschleunigungsspannung des Primärstrahls des REM. Das gesamte Parameterspektrum des REM soll nutzbar sein, weswegen die Subpixellagebestimmung für jede Einstellung durchführbar sein muss.

Die Entwicklung der Herstellungsprozesse von 3D-Mikronormalen zur Anwendung in optischen Mikroskopen ist damit erfolgreich abgeschlossen und wird nach einer umfangreichen Test- und Messphase an verschiedenen optischen Mikroskopen bei Bedarf wiederaufgenommen.

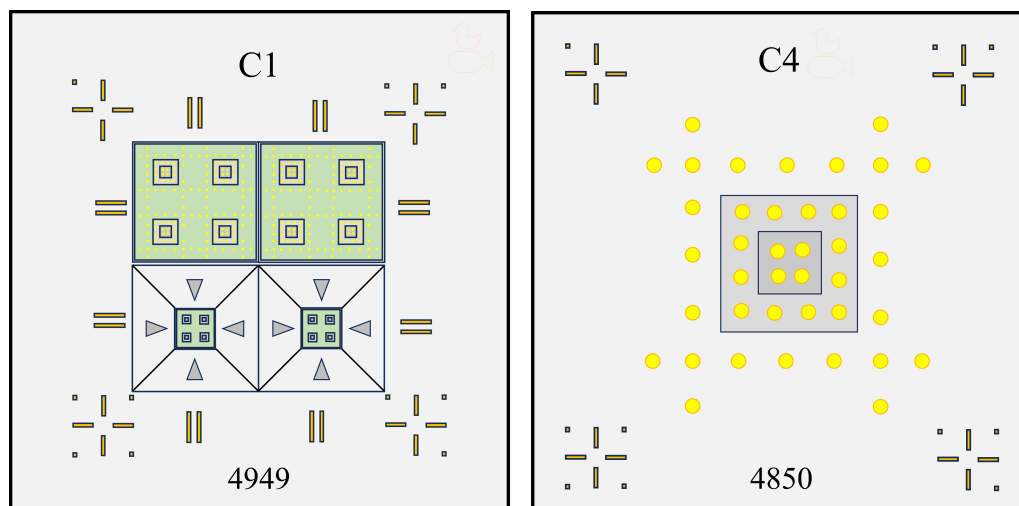
Die Entwicklung der Herstellungsprozesse von 3D-Mikronormalen zur Anwendung im REM bedarf noch weiterer Optimierung im Ätzprozess bezüglich flacherer Kantenwinkel und der Markerpositionsauswertung, auch im Hinblick auf die Fertigung mehrstufige Strukturen.

9.2 Ausblick auf die Überführung von 3D-Mikronormalen in die Industriefertigung

In diesem Ausblick soll vor allem auf die Übertragung der in dieser Arbeit entwickelten Laborherstellung der 3D-Mikronormalen zur Anwendung in optischen Mikroskopen und im REM in die industrielle Fertigung eingegangen werden. Bei den 3D-Mikronormalen zur Anwendung in der optischen Mikroskopie wird der Laborprozess mit EBL auf einen fotolithografischen Prozess mit vorher gefertigten Belichtungsmasken umgestellt. Bei der Übertragung und Änderung der Prozesse kann es durchaus zu neuen bisher nicht aufgetretenen Herausforderungen kommen, weshalb in dem neuen Design für den Industrieprozess möglichst viele Teststrukturen integriert wurden. Damit sollen die Möglichkeiten und Grenzen der fotolithografischen industriellen Fertigung analysiert werden. Daher werden in den folgenden Abschnitten die ersten Schritte zur Übertragung der Prozesse und die noch verbleibenden Herausforderungen gezeigt. Zusätzlich wird der Bedarf an Änderungen der Chipbefestigung auf Trägerplättchen dargelegt.

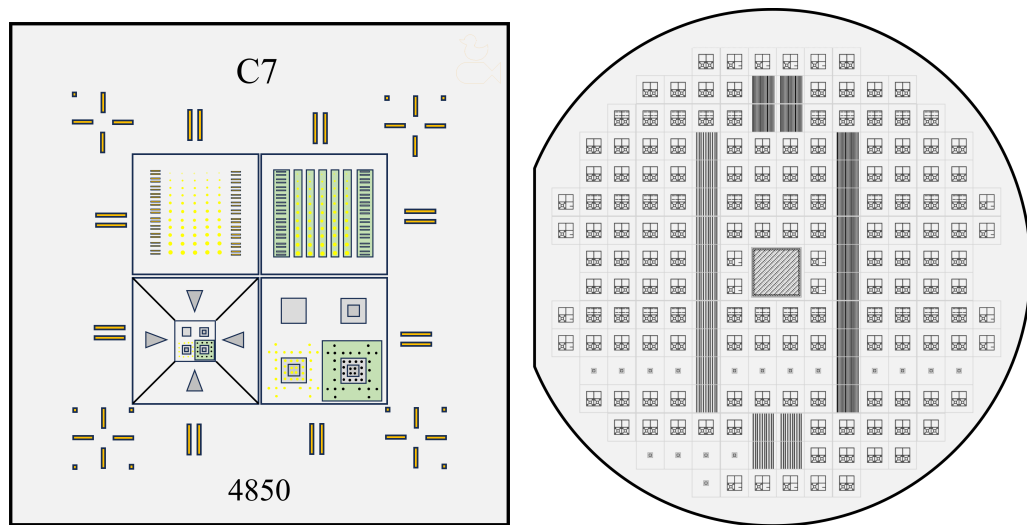
9.2.1 Industrielle Fertigung von 3D-Mikronormalen für optische Mikroskope

Während in der Laborfertigung das Design von Charge zu Charge durch den maskenlosen Prozess ohne großen zeitlichen und finanziellen Aufwand geändert werden kann, ist in der industriellen Herstellung ein maskenbasierter fotolithografischer 1:1 Prozess angedacht. Dabei wird eine oder bei mehrschichtigen Prozessen auch mehrere Masken mit dem gewünschten Design gefertigt mit denen dann viele Wafer kostengünstig belichtet werden können. Dafür sind aber Designänderungen sehr viel aufwändiger und teurer. Aus diesem Grund wurde für den ersten Maskensatz ein Design entwickelt, auf dem neun verschiedene Chip-Arten mit unterschiedlichem Design platziert sind, um damit möglichst viele Einflussfaktoren wie die Markergrößen und -Art auf die Messbarkeit mit



a) Chip C1 gleicht dem Strukturchip der Laborherstellung. b) Chip C4 zur Erweiterung der lateralen Skalierung.

Abbildung 9.1: Das Chipdesign der Industriefertigung ähnelt dem Design der Laborherstellung, aber mit Erweiterungen bezgl. der lateralen Skalierungen.



a) Chip C7 als erweiterter Testchip.

b) Waferdesign mit Platzierung der Chiparten auf dem 4"-Wafer.

Abbildung 9.2: Chip- und Waferdesign der Industriefertigung.

optischen Mikroskopen untersuchen zu können. Der erste Chip C1 entspricht vom Design her dem Strukturchip aus der Laborfertigung (PN-OM-L-SC = PN-OM-I-C1; siehe Abbildung 9.1 a)).

C2 und C3 entsprechen ebenfalls C1 mit dem einzigen Unterschied, dass bei der kleineren Struktur PN-OM-80 die Markerdurchmesser von $5\ \mu\text{m}$ auf $7\ \mu\text{m}$ (C2) bzw. $9\ \mu\text{m}$ (C3) erhöht wurden, um zu untersuchen wie groß die Marker bei gleichbleibendem Abstand zueinander und zu den Kanten werden können.

Der Chip C4 dient der Frage, wie groß der Prozess lateral skaliert werden kann. Daher ist auf dem Chip neben den Registriermarken nur eine einzige zweistufige Pyramide mit Markermuster ohne Orientierungskodierung vorgesehen. Die Struktur PN-OM-I-C4 hat eine Basiskantenlänge von $960\ \mu\text{m}$, die zweite Stufe hat eine Kantenlänge von $440\ \mu\text{m}$ und die Marker einen Durchmesser von $40\ \mu\text{m}$ (Abbildung 9.1 b)).

Die beiden Chips C5 und C6 enthalten zweistufige Querschnittsbalken in den Abmaßen der PN-OM-80 (C5) und PN-OM-240 (C6), zur Überwachung der Ausrichtung der Stufen zueinander, des Strukturwinkels und den Schichteigenschaften. Der Chip C7 ist ein Testchip ähnlich dem PN-OM-L-TC (Abbildung 9.2 a)). Auch hier sind die Haupt-Prozessschritte der PN-OM-80 und PN-OM-240 Struktur einzeln gestaltet, mit dem Zusatz, dass bei einer der jeweils vier Pyramiden die Maske so gestaltet wurde, dass die Marker nicht als Erhebungen, sondern als Vertiefungen gefertigt werden.

In Abschnitt 3.1 wurde gezeigt, dass mit der gleichen Lackart (Positiv- oder Negativlack) sowohl Löcher als auch Erhebungen gefertigt werden können, je nachdem ob ein weiterer Metallisationsschritt und der Liftoff Prozess durchgeführt werden oder ob die Lackmaske direkt genutzt wird. Es ist aber nicht möglich, beide Prozesse auf ein und demselben Wafer durchzuführen oder unterschiedlichen Lack auf unterschiedlichen Teilen des Wafers zu verwenden. Um trotzdem die Marker als Erhebungen und Vertiefungen auf dem gleichen Wafer herstellen zu können, wurde die Belichtungsfläche der Marker invertiert. Zum Fertigen der erhöhten Marker wird nur die Markerfläche belichtet, im Fall der vertieften Marker wird alles außer der Markerfläche belichtet. Bei maskenlosen Prozessen würde eine

invertierte Belichtung zu sehr langen Schreibzeiten führen, was diesen Prozess unwirtschaftlich macht - dies wurde deshalb in der Laborfertigung so nicht durchgeführt. Bei maskenbasierten Prozessen ist die Belichtungszeit dagegen unabhängig von der Belichtungsfläche und damit hat die invertierte Version zur Erzeugung von Vertiefungen mit dem gleichen Prozess wie die Erhöhungen keine höheren Kosten zur Folge.

Zudem sind auf dem Chip C7 noch zwei Felder mit einer Markergrößenvariation von $1\ \mu\text{m}$ - $20\ \mu\text{m}$ Durchmesser, ebenfalls einmal als Erhöhungen und einmal als Vertiefung, vorhanden (siehe Abbildung 9.3 links). Dies dient zum einem dem Test, wie klein die Marker mit einem maskenbasierten fotolithografischen Prozess gestaltet werden können, aber auch um an einem konfokalen Mikroskop die minimalen Markergrößen in Bezug auf die Messfeldgröße und das Objektiv zu bestimmen.

Die Chips C8 und C9 entsprechen dem Design der Chips C1 und C2, mit dem Unterschied, dass bei C8 und C9 die Marker-Maskierung invertiert wurde um das Design von C1 und C2 mit Vertiefungen als Marker zu erhalten.

In der Industriefertigung wird, die als einzige mit den Anlagen der PTB kompatible Größe, der 4"-Wafer verwendet. So konnten 200 $5\times 5\ \text{mm}$ Chips um das Detektionsfeld in der Mitte des Wafers platziert werden (siehe Abbildung 9.2 b)). Der C1 Chip wird 67-mal über den Wafer verteilt platziert, C2, C3, C4, C8 und C9 jeweils 17-mal, die Querschnitts-Chips C5 und C6 jeweils 14-mal und der Testchip C7 20-mal. Hergestellt wurde der Wafer von dem bereits in Abschnitt 6.2 erwähnten Industriepartner HSG. In Abbildung 9.3 sind REM-Bilder verschiedener Strukturen von den Chips C2, C3 und C7 zu sehen. Auf dem Chip C7 ist wie beschrieben die Markergrößenvariation als Vertiefungen und Erhöhungen gefertigt, bei den vertieften Markern ist der kleinste fertigbare Durchmesser $2,5\ \mu\text{m}$ und bei den Erhöhungen $4\ \mu\text{m}$. Die Unterschiede werden durch das nasschemische Ätzen der

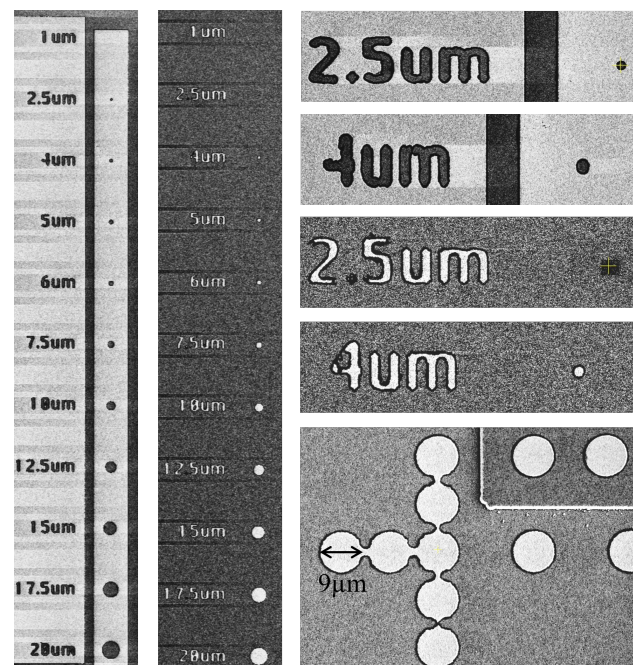


Abbildung 9.3: Darstellung der Markervariation als Vertiefungen und Erhebungen von C7, sowie der $9\ \mu\text{m}$ Markerdurchmesser von C3.

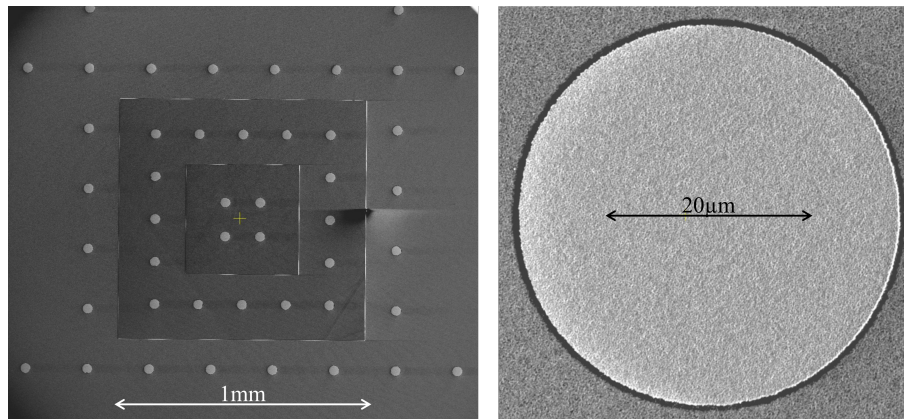


Abbildung 9.4: Darstellung der Struktur und Marker von C4.

Marker bedingt. Bei den Vertiefungen wird nur der Marker geätzt, während alles andere durch eine Maskierung geschützt ist. Bei sehr kleinen Durchmessern kann es zum einen dazu kommen, dass die Lack-Maske bei der Belichtung nicht durchgängig belichtet wird oder, dass der Querschnitt zu klein ist, sodass das Ätzmedium nicht genügend Raum hat, um den Marker in das Material zu ätzen. Bei erhöhten Markern wird nur der Marker mit der Maske geschützt und das restliche Material wird geätzt. Dabei kann es schnell zu Unterätzungen der Maskierung kommen, sodass die runden Marker im Durchmesser kleiner werden als im Design vorgesehen. Bei sehr kleinen Markern kann es so passieren, dass der Marker vollständig entfernt wird. Über die Chips C2 und C3 sollte geprüft werden, wie groß die Marker bei gleichbleibendem Abstand zueinander und zu den Kanten werden können. In Abbildung 9.3 zeigt sich, dass bei $9\ \mu\text{m}$ Durchmesser die Marker bereits miteinander verbunden sind, was auf das Überstrahlen beim Belichten in Bereichen die nahe beieinander liegen zurückzuführen ist. In Abbildung 9.4 sind REM-Bilder von dem Chip C4 zu sehen. Die Struktur ist so groß, dass sie im REM auch bei kleinster Vergrößerungsstufe nicht komplett gezeigt werden kann. Damit kann die laterale Skalierung des Prozesses auch in der Industriefertigung sowohl für die Pyramidenstrukturen als auch die Marker verifiziert werden. Verschiedene Stufenhöhen sind auf einem Wafer nicht fertigbar, für die Untersuchung der vertikalen Skalierung müssten daher weitere Wafer mit unterschiedlich dickem SiO_2 abgeschieden werden. Grundsätzlich funktioniert die Übertragung der Laborherstellung der 3D-Mikronormale in den industriellen Prozess sehr gut. In Abbildung 9.5 ist die PN-OM-80 Struktur einmal mit vertieften Markern und einmal mit erhöhten Markern in verschiedenen Vergrößerungen als REM-Bilder gezeigt. Dass die Pyramidenstrukturen nicht einem 90° Winkel entsprechen, ist für die Nutzung als 3D-Mikronormale irrelevant, da die Pyramidenstrukturen nur als Basis für die Verteilung der Marker auf verschiedenen Höhenebenen dienen.

Bei der Betrachtung der vergrößerten Marker fällt bei beiden Versionen auf, dass der Untergrund und auch das Markermaterial recht rau erscheint. Daher muss geprüft werden, ob die so hergestellten 3D-Mikronormale den Anforderungen der Rauheit und Ebenheit ($<2\%$ der Stufenhöhe) entsprechen. Sofern das nicht der Fall ist, können entweder zusätzliche Ätzstoppschichten ergänzt oder die abscheidenden Prozesse bezüglich der Ebenheit noch weiter optimiert werden.

Weiterführend sollten umfangreichen Testmessungen an unterschiedlichen optischen Mikroskopen durchgeführt werden, um mögliche Herausforderungen und Fehlerquellen, die herstellungstechnisch gelöst werden können, identifizieren zu können.

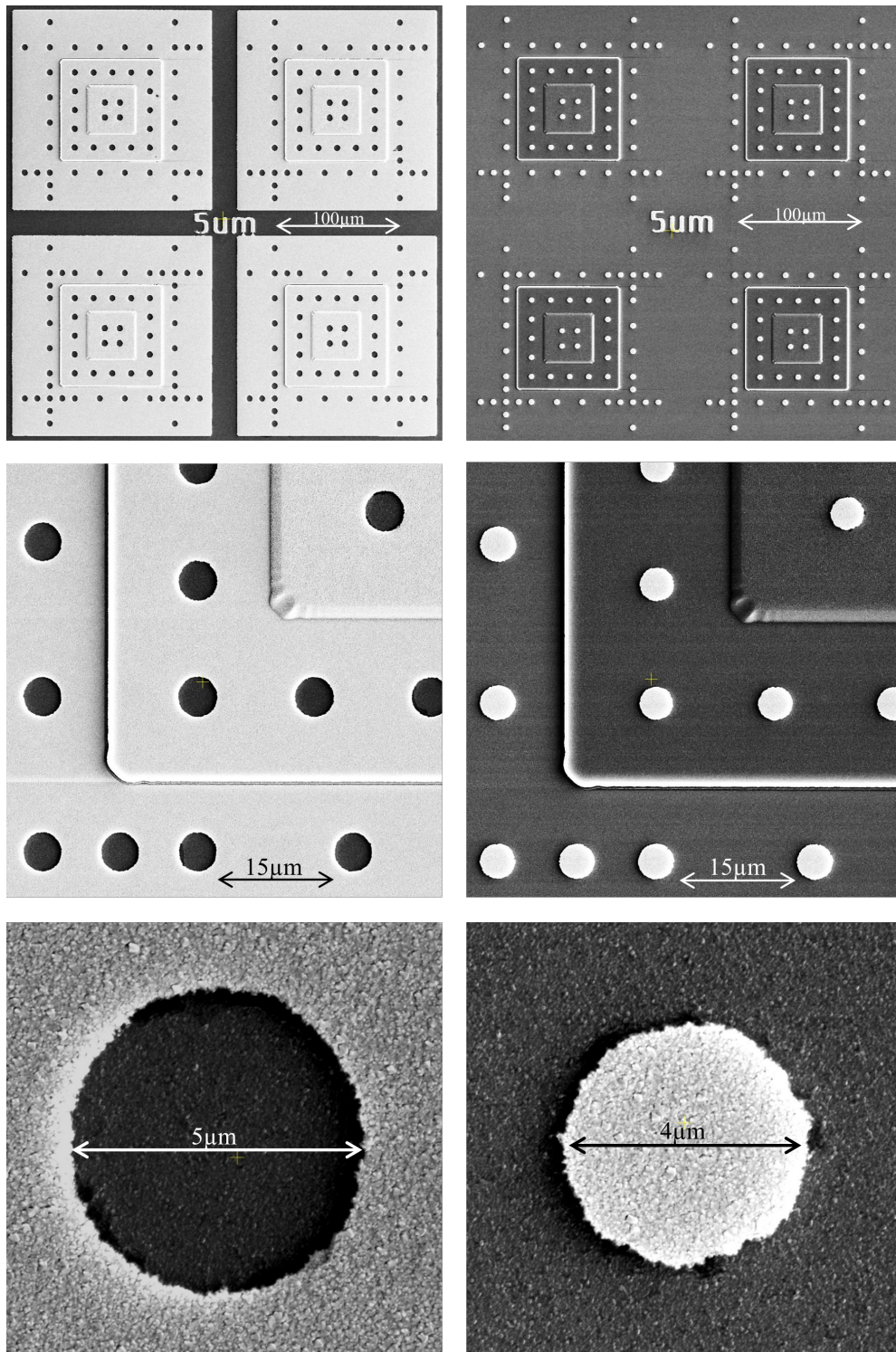


Abbildung 9.5: Darstellung der PN-OM-I-80 Strukturen in verschiedenen Vergrößerungen im REM.

9.2.2 Industrielle Fertigung von 3D-Mikronormale für Elektronenmikroskope

Wie schon in Abschnitt 6.2 beschrieben, wurde der Prozess für die 3D-Mikronormale zur Anwendung im REM in die Industrie übertragen. Ohne die gleichen Möglichkeiten zur Iteration und Optimierung wie in der Laborherstellung, konnte die Flankengeometrie nicht exakt reproduziert werden. Im Folgenden wird die Auswirkungen der Flankengeometrie auf die 3D-Rekonstruktion exemplarisch an einem Chip mit vertieften Markern gezeigt.

Um aus den 2D-Aufnahmen einer PN-REM-20 Struktur mit dem REM die Höhe der Strukturen zu rekonstruieren, wird diesmal nicht das Summen-Bild des 4Q-BSE-Detektors aufgenommen, sondern die vier einzelnen Bilder der vier Detektoren. Auch hier müssen alle Aufnahme-Parameter des REM konstant gehalten werden. Ein Chip des im Unterabschnitt 8.2.2 vorgestellten Wafers mit vertieften Markern wurden bei 5 kV, 10 kV und 15 kV Beschleunigungsspannung und jeweils 0,8 nA Strahlstrom mit einem Arbeitsabstand (WD_{Probe}) von 6 mm und 2048 x 2048 Pixeln aufgenommen. Die Vergrößerung wurde auf 4500x eingestellt. Die vier Detektorbilder werden dann von der Software als mehrseitige-Tiff gespeichert und können mit Matlab verarbeitet werden.

Über die Kombination der Intensitäten können dann die Gradienten in X- und Y- Richtung berechnet werden. Die Ausrichtung der Detektorfelder zur Probe kann aus den Meta-Daten der Tiff entnommen werden, damit lassen sich die Gradienten G wie folgt berechnen [159]:

$$G_x = \frac{-I_1 - I_2 + I_3 + I_4}{I_1 + I_2 + I_3 + I_4} \quad (9.2.1)$$

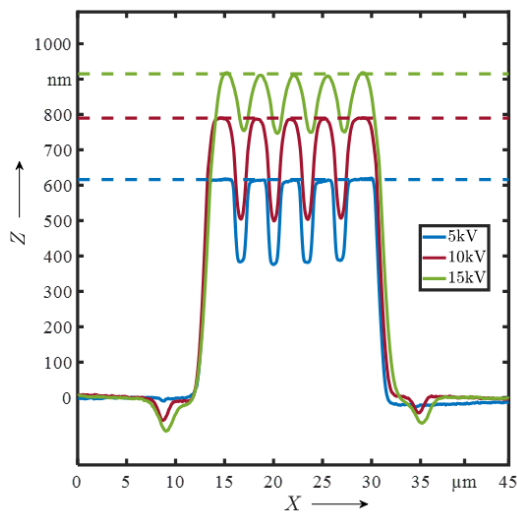
$$G_y = \frac{I_1 - I_2 + I_3 - I_4}{I_1 + I_2 + I_3 + I_4},$$

mit I_n als die Intensitäten der Detektorfelder D_n mit $n = 1,2,3,4$. Die einzelnen Detektorfelder detektieren unterschiedlich viel Intensität, aufgrund der vorhandenen Detektorgeometrie je nachdem wo der Elektronenstrahl die Probe abrastert. Deswegen zeigen die berechneten Gradienten G_x und G_y einen linearen Anstieg der Intensität, die sich bei der Integration im rekonstruierten Höhenbild als Wölbung ausprägt. Dieses Problem wird von der Software von point electronic GmbH über einen Kugelfit anhand einer Aufnahme an einer ebenen Fläche bei gleichen REM-Parametern gelöst. Hier ist aber die aufgenommene Struktur bekannt und in Abschnitt 8.1 wurde die Ebenheit der Probe im Bereich der Pyramiden bis zur Rahmenstruktur gezeigt. Somit wird hier von den Gradienten G_x und G_y eine Ebene durch die Nutzung einer Maskierung der Pyramidenstruktur und Marker abgezogen. Die Höhenrekonstruktion wurde mit dem Frankot-Chellappa-Algorithmus durchgeführt [131] und mit dem Pixel-Maß verrechnet.

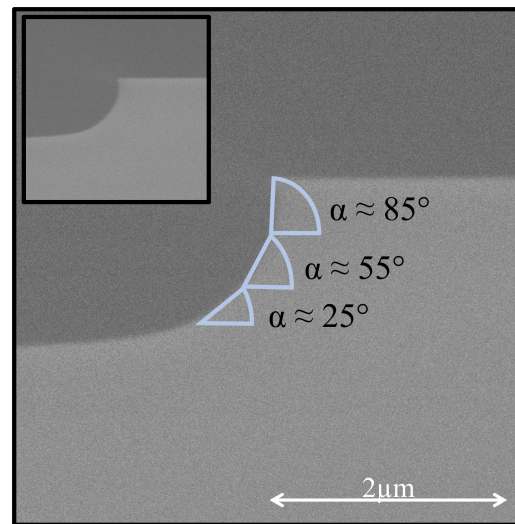
Im REM zeigen sich Abbildungsfehler in den BSE-Aufnahmen, wie in den Abschnitten zur Markerpositionsermittlung dargelegt, daher wurden die Skalierungsfaktoren c_x, c_y und c_z über eine 3D-Kalibrierung mit einer FIB-gefertigten MMC-80-4BSD ID 354 ermittelt. Deren Referenzdaten wurden mit einem AFM des Typs SIS Nanostation II im Reinraumzentrum der PTB bestimmt. Dieses Gerät wird regelmäßig mit 2D-Lateralnormalen und Stufenhöhennormalen, die am Met. LR-SPM auf Basis der Nanopositionier- und Messmaschine der Firma SIOS GmbH überwacht werden, kalibriert [160]. Die 3D-Kalibrierung wurde für die gleichen Messparameter, wie die Messung der PN-REM-20 Struktur, bei allen drei Beschleunigungsspannungen durchgeführt. Die so ermittelten Korrekturfaktoren der Skalierung wurden dann auf die Höhenrekonstruktion des Frankot-Chellappa-Algorithmus angewandt.

In Abbildung 9.6 a) sind Höhenschnitte durch die höhenrekonstruierten Daten der mit drei verschiedenen Beschleunigungsspannungen aufgenommenen Pyramidenstrukturen dargestellt. Bei allen drei Beschleunigungsspannungen ergeben sich unterschiedliche Höhenwerte für die Pyramidenstufenhöhe. Bei 5 kV ist die Höhe mit $H_{5\text{kV}} = 615 \text{ nm}$ am niedrigsten, die Höhe bei 10 kV ist mit $H_{10\text{kV}} = 790 \text{ nm}$ etwas höher und bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV wird die Stufenhöhe zu $H_{15\text{kV}} = 915 \text{ nm}$ berechnet. Damit weichen alle drei rekonstruierten Höhen von der mit dem im Tastschnittverfahren ermittelten Höhe von $H_{\text{taktil}} = 893,0 \pm 1,5 \text{ nm}$ ab.

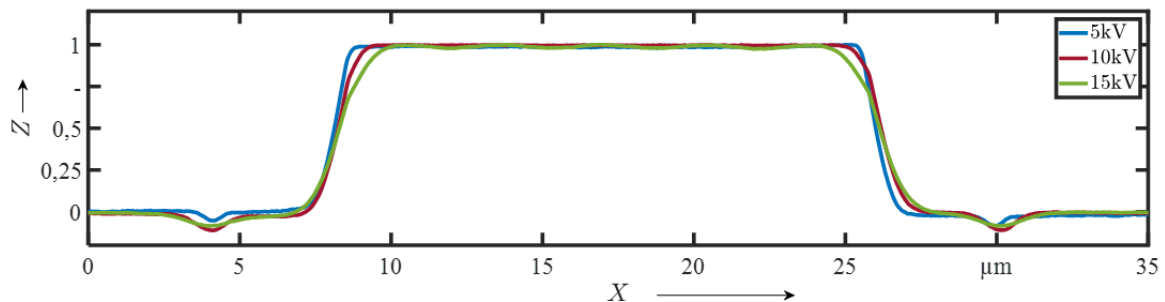
Dass die 3D-Rekonstruktion hier teilweise Abweichungen von bis zu 280 nm zeigt, liegt an der Pyramidenstruktur selbst. In Abbildung 9.6 b) ist ein Querschnitt der gefertigten Pyramidenstufe zu sehen. Wie erhofft hat der Mittelteil der Stufenflanke einen Winkel von ca. 55° und nach unten hin läuft die Flanke in einem 25° Winkel aus. Nach oben zur Kante hin wird die Struktur aber deutlich steiler mit einem Flankenwinkel von 85° . Wie bereits in der Arbeit vorher schon beschrieben, können



a) Ebenenschnitte durch rekonstruierte Höhen mit verschiedenen Beschleunigungsspannungen.



b) Querschnitt der Flankengeometrie.



c) Ebenenschnitte der rekonstruierten Höhen. Durch die Normierung der Höhen auf 1 wird die Verrundung durch höhere Beschleunigungsspannungen verdeutlicht.

Abbildung 9.6: 3D-Rekonstruierte Höhen aus 4Q-BSE-REM-Bildern bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen.

in der 3D-Rekonstruktion keine beliebigen Winkel korrekt dargestellt werden, weshalb in der Prozessoptimierung ein Winkelbereich von $35^\circ - 60^\circ$ angestrebt wurde. Der obere Teil der Probe ist also zu steil, um in der Rekonstruktion korrekt dargestellt zu werden. Dass die Beschleunigungsspannung hier einen so starken Einfluss auf die rekonstruierten Höhen hat, liegt in den Eigenschaften der BSE begründet. Je höher die Beschleunigungsspannung ist, desto tiefer ist der Wechselwirkungsbereich im Material. Deshalb werden Ecken und kleine Strukturen bei steigender Beschleunigungsspannung immer stärker verrundet. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 9.6 c) die auf 1 normierte Höhe der drei Beschleunigungsspannungen dargestellt. Je höher die Beschleunigungsspannung ist, desto runder werden die oberen und unteren Kanten der Struktur ausgeprägt, sodass bei 15 kV, die in der Realität sehr steile obere Kante so stark verrundet wurde, dass bei der Höhenrekonstruktion annähernd die richtige Höhe ermittelt werden kann ($H_{\text{taktil}} - H_{15\text{kV}} = 22 \text{ nm}$).

Für die Nutzung der PN-REM-Strukturen als 3D-Mikronormale ist es daher essenziell, dass die Strukturwinkel entsprechend den Vorgaben in einem Winkelbereich von $35^\circ - 60^\circ$ gefertigt werden, da sie sonst zur Höhenrekonstruktion nicht genutzt werden können. Daher müssen die Ätzprozesse des Industriepartners dahingehend in Zukunft noch weiter optimiert werden.

9.2.3 Befestigung der 3D-Mikronormalchips auf Trägerplatten

In den Abschnitten zu den lateralen Markerpositionsbestimmungen konnte für alle untersuchten Wafer und Markerarten die Positionsabweichungen zum Mittelwert nach Abzug der DCP_{1-5} mit $<15 \text{ nm}$ bestimmt werden. Diese Analysen wurden an den noch nicht vereinzelt Wafern durchgeführt. Aber zur Nutzung der 3D-Mikronormale müssen die Wafer mit einer Wafersäge vereinzelt, gereinigt und die so entstandenen $5 \times 5 \text{ mm}^2$ Chips auf eine größere Trägerplatte aufgebracht werden, damit ein risikoarmes Handling der Benutzer gewährleistet werden kann.

Bei den FIB-gefertigten 3D-Normalen wurde das Substrat schon vor dem Prozess vereinzelt und auf Aluminium-Trägerplatten mit einem leitfähigen Zweikomponentenkleber befestigt. Die Herstellung der Strukturen erfolgt dann anschließend als Einzelfertigung mit einer nachfolgenden rückgeführten Messung der Markerkoordinaten, weshalb die Befestigung des Substrats an die Trägerplatte kaum Auswirkungen auf die Referenzkoordinaten der Marker hat.

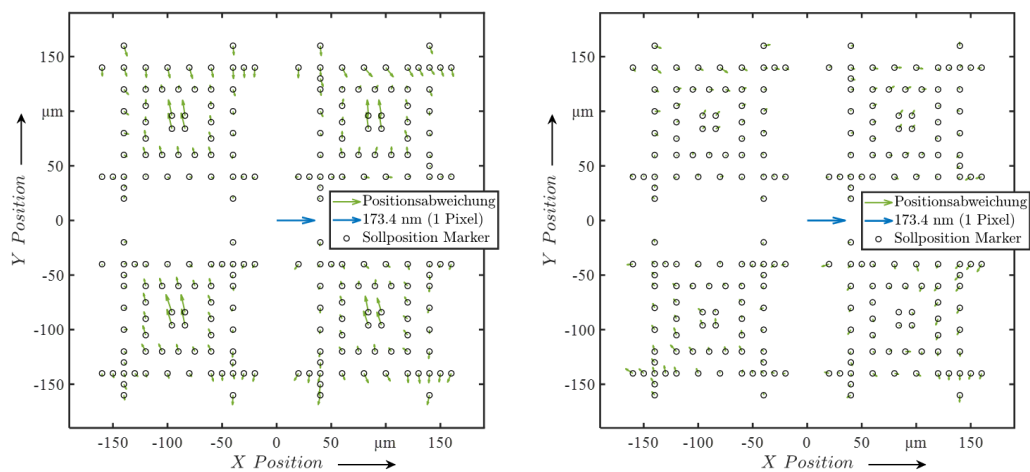
Bei den in dieser Arbeit entwickelten waferbasierten Prozessen kann die anschließende Prozessierung zur Vereinzelung sowie die Befestigung auf einer Trägerplatte aber einen starken Einfluss auf den Strukturchip haben.

In Abbildung 9.7 wurde ein Chip der mit dem in Abschnitt 6.1 vorgestellten Prozesskette für 3D-Mikronormale zur Anwendung in optischen Mikroskopen hergestellt wurde, dreimal mit den in Abschnitt 7.2 beschriebenen Einstellungen aufgenommen und mit der Matlabroutine zur Ermittlung der Positionsabweichungen zum Design mit Abzug der DCP_{1-5} ausgewertet. In a) ist der Chip aufgenommen worden als der Wafer noch intakt war. In b) wurde der Wafer zersägt und mit einem thermoplastischen Polymer (Crystalbond der Firma Plano GmbH), das bei 85° schmilzt auf einen Silizium-Wafer befestigt. Im Vergleich zu dem Wafer in a) haben sich die Positionsabweichungen verringert und auch die Richtungen geändert. Das könnte auf das Sägen zurückgeführt werden, durch das interne Waferspannungen gelöst oder neue Verspannungen in den Chip eingebracht wurden.

Wird der gesägte Chip mit dem leitfähigen zwei-Komponenten Kleber auf eine Aluminium-Trägerplatte befestigt und bei 180°C ausgehärtet, verändert das die Markerpositionen sehr deutlich (siehe Abbildung 9.7 c)). Dies ist auf die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Silizium ($\text{CTE}_{\text{Si}} = 2,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und Aluminium ($\text{CTE}_{\text{Al}} = 23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) zurückzuführen. Sowohl beim Ausheizen mit

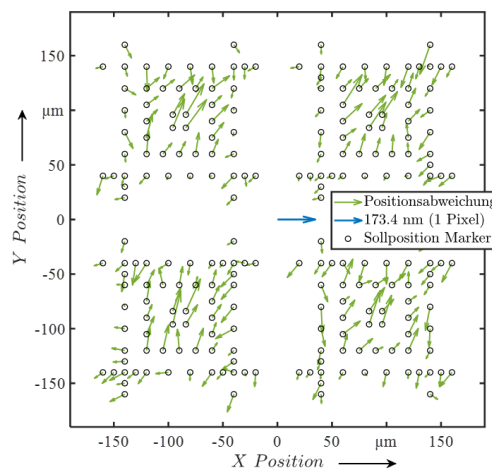
hohen Temperaturen aber auch bei Temperaturabweichungen, beispielsweise bei unterschiedlichen Temperaturen in den Messlaboren beim Kunden, kann es zu Positionsveränderungen durch die unterschiedliche thermische Ausdehnung der Materialien kommen.

Die Befestigung der Chips auf geeigneten Trägerplatten mit dem entsprechenden Klebstoff ist daher kein triviales Thema, das in Zukunft noch tiefergehend untersucht werden muss. Ziel ist es, dass die Reproduzierbarkeit der entwickelten Prozesse bei der Vereinzelnung und Kundenhandhabung erhalten bleibt. Dies würde es ermöglichen, dass für bestimmte Unsicherheitsanforderungen nicht alle Chips eines Wafers einzeln kalibriert werden müssten.



a) Gemessen als intakter Wafer.

b) Gemessen als gesägter Chip mit Cristalbond auf Si befestigt.



c) Gemessen als gesägter Chip mit Zweikomponentenkleber auf Al befestigt.

Abbildung 9.7: Auswirkungen des Sägens und der Befestigung des Chips x4y3 auf die Markerpositionsabweichungen zum Design.

Literaturverzeichnis

- [1] H. N. Hansen, K. Carneiro, H. Haitjema, L. De Chiffre, Dimensional micro and nano metrology, *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 55 (2) (2006) 721–743. doi:10.1016/j.cirp.2006.10.005.
- [2] Bureau International des Poids et Mesures, Work Programme of the BIPM Headquarters for the four years 2024-2027, Tech. Rep. January, BIPM (2023).
- [3] U. Neuschaefer-Rube, M. Neugebauer, T. Dziomba, H. U. Danzebrink, L. Koenders, H. Bosse, New developments of measurement standards and procedures for micro and nanometrology at the PTB, 11th IMEKO TC14 Symposium on Laser Metrology for Precision Measurement and Inspection in Industry, LMPMI 2014 (2014) 13–18.
URL <https://www.imeko.info/index.php/proceedings/5015-new-developments-of-measurement-standards-and-procedures-for-micro-and-nanometrology-at-the-ptb>
- [4] DIN EN ISO 5436-1:2000, Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren; Normale; Teil 1: Maßverkörperung, Deutsche Norm, (2000).
- [5] C. Sichtung, point electronic GmbH - Elektronik und Software für Elektronenmikroskope.
URL <https://www.pointelectronic.de/>
- [6] M. Ritter, M. Hemmleb, P. Faber, B. Lich, H. Hohenberg, SEM/FIB Stage Calibration with photogrammetric Methods, in: ISPRS Commission V Symposium, Dresden, 2006, p. 6.
URL https://www.researchgate.net/publication/254740167_SEMFIB_stage_calibration_with_photogrammetric_methods
- [7] D. Berger, M. Ritter, M. Hemmleb, G. Dai, T. Dziomba, A new quantitative height standard for the routine calibration of a 4-quadrant-large-angles-BSE-detector, in: EMC 2008 14th European Microscopy Congress 1–5 September 2008, Aachen, Germany, Vol. 2, 2009, pp. 533–534. doi:10.1007/978-3-540-85156-1_267.
- [8] G. Moldovan, M. Hemmleb, Development of Geometrical Analysis in SEM, *Microscopy and Analysis* 34 (December) (2020) 14–16.
URL <https://analyticalscience.wiley.com/content/article-do/development-geometrical-analysis-sem>
- [9] M. Ritter, T. Dziomba, A. Kranzmann, L. Koenders, A landmark-based 3D calibration strategy for SPM, *Measurement Science and Technology* 18 (2) (2007) 404–414. doi:10.1088/0957-0233/18/2/S12.
- [10] VDI/VDE 2656-Blatt1:2019: Bestimmung geometrischer Messgrößen mit Rastersondenmikroskopischen Kalibrierung von Messsystemen, Richtlinie, (2019).

- [11] X. You, J. Liu, Y. Li, Y. Jiang, J. Liu, 3D microscopy in industrial measurements, *Journal of Microscopy* 289 (3) (2023) 137–156. doi:10.1111/jmi.13161.
- [12] DIN 32567-2:2014 Fertigungsmittel für Mikrosysteme – Ermittlung von Materialeinflüssen auf die optische und taktile dimensionelle Messtechnik – Teil 2: Prüfkörper für taktile Verfahren, Deutsche Norm, (2014).
- [13] DIN EN ISO 25178-6:2010, Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft – Teil 6: Klassifizierung von Methoden zur Messung der Oberflächenbeschaffenheit, Deutsche Norm, (2010).
- [14] DIN EN ISO 12179:2022, Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren – Kalibrierung von Tastschnittgeräten, Deutsche Norm, April (2009).
- [15] Schaefer Technologie GmbH, Benchtop Stylus Profilers.
URL https://schaefer-tec.com/wp-content/uploads/KTS-09-Tencor_Line_Card.pdf
- [16] M. Ritter, T. Dziomba, M. Hemmleb, L. Koenders, A. Kranzmann, A 3D-Calibration Method for the Quantitative SPM Measurement of Hardness Intenders, *MAPAN -Journal of Metrology Society of India* 23 (3) (2007) 167–175.
URL https://www.researchgate.net/publication/216713011_A_3D-Calibration_Method_for_the_Quantitative_SPM_Measurement_of_Hardness_Intenders
- [17] M. Ritter, M. Hemmleb, O. Sinram, J. Albertz, H. Hohenberg, A Versatile 3D Calibration Object for Various Micro-Range Measurement Methods, *ISPRS Congress (Istanbul)* 25 (2004) 696–701.
- [18] W. Xie, P. Lehmann, J. Niehues, Lateral resolution and transfer characteristics of vertical scanning white-light interferometers, *Applied Optics* 51 (11) (2012) 1795–1803. doi:10.1364/AO.51.001795.
- [19] G. S. Kino, S. S. C. Chim, Mirau Correlation microscope, *Optics Letters* 15 (10) (1990) 579. doi:10.1364/ol.15.000579.
- [20] M. Conroy, J. Armstrong, A comparison of surface metrology techniques, *Journal of Physics: Conference Series* 13 (2005) 458–465. doi:10.1088/1742-6596/13/1/106.
- [21] J. Buajarern, C. S. Kang, J. W. Kim, Characteristics of laser scanning confocal microscopes for surface texture measurements, *Surface Topography: Metrology and Properties* 2 (1) (2014). doi:10.1088/2051-672X/2/1/014003.
- [22] M. Rahlves, B. Roth, E. Reithmeier, Systematic errors on curved microstructures caused by aberrations in confocal surface metrology, *Optics Express* 23 (8) (2015) 9640. doi:10.1364/oe.23.009640.

- [23] T. D. Visser, S. H. Wiersma, Spherical aberration and the electromagnetic field in high-aperture systems, *Journal of the Optical Society of America A* 8 (9) (1991) 1404. doi:10.1364/josaa.8.001404.
- [24] T. Pahl, S. Hagemeyer, J. Bischoff, E. Manske, P. Lehmann, Rigorous 3D modeling of confocal microscopy on 2D surface topographies, *Measurement Science and Technology* 32 (9) (2021). doi:10.1088/1361-6501/abfd69.
- [25] W. Xie, Transfer characteristics of white light interferometers and confocal microscopes, Dissertation,, University of Kassel (2017).
- [26] S. Hagemeyer, P. Lehmann, High resolution topography sensors in a multisensor measuring setup, in: *SPIE Proceedings* 11056, no. October, 2019, p. 11. doi:10.1117/12.2525539.
- [27] F. Mauch, W. Lyda, M. Gronle, W. Osten, Improved signal model for confocal sensors accounting for object depending artifacts, *Optics Express* 20 (18) (2012) 10. doi:10.1364/oe.20.019936.
- [28] H. Shang, D. Sun, P. Yu, Q. Sun, J. Gao, T. J. Hall, Analysis for system errors in measuring the sidewall angle of a silica waveguide with confocal laser scanning microscope (CLSM), *Measurement Science and Technology* 30 (2) (2019). doi:10.1088/1361-6501/aaf5bf.
- [29] P. Lehmann, W. Xie, Signal formation in depth-scanning 3D interference microscopy at high numerical apertures, *SPECKLE 2015: VI International Conference on Speckle Metrology* 9660 (2015). doi:10.1117/12.2197635.
- [30] J. Petzing, J. Coupland, R. K. Leach, Measurement Good Practice Guide No. 116: The Measurement of Rough Surface Topography using Coherence Scanning Interferometry, *Measurement Good Practice Guide* (116) (2010) 123.
- [31] W. Xie, S. Hagemeyer, C. Woigt, H. Hillmer, P. Lehmann, Influences of edges and steep slopes in 3D interference and confocal microscopy, *Optical Micro- and Nanometrology VI* 9890 (2016). doi:10.1117/12.2228307.
- [32] A. Harasaki, J. C. Wyant, Fringe modulation skewing effect in white-light vertical scanning interferometry, *Applied Optics* 39 (13) (2000) 2101. doi:10.1364/ao.39.002101.
- [33] R. Leach, L. Brown, X. Jiang, R. Blunt, M. Conroy, D. Mauger, A national measurement good practice guide No.108 Guide for the Measurement of Smooth Surface Topography using Coherence Scanning Interferometry, Tech. rep., NPL, Teddington (2008). doi:10.1017/S0950268817002722.
- [34] VDI/VDE 2655:2008-Blatt 1.1, Optische Messtechnik an Mikrotopografien Kalibrieren von Interferenzmikroskopen und Tiefeneinstellnormalen für die Rauheitsmessung Optical, Richtlinie, March (2008).
- [35] VDI/VDE 2655 Blatt 1.2, Optische Messtechnik an Mikrotopografien Kalibrieren von konfokalen Mikroskopen und Tiefeneinstellnormalen für die Rauheitsmessung, Richtlinie, (2010).

- [36] DIN 32567-1:2015, Fertigungsmittel für Mikrosysteme – Ermittlung von Materialeinflüssen auf die optische und taktile dimensionelle Messtechnik – Teil 1: Qualitative Abschätzung der material- und verfahrensspezifischen Einflüsse, Deutsche Norm, (2015).
- [37] DIN 32567-4:2015, Fertigungsmittel für Mikrosysteme – Ermittlung von Materialeinflüssen auf die optische und taktile dimensionelle Messtechnik – Teil 4: Prüfkörper für optische Verfahren, Deutsche Norm, (2015).
- [38] DIN 32567-3:2014, Fertigungsmittel für Mikrosysteme – Ermittlung von Materialeinflüssen auf die optische und taktile dimensionelle Messtechnik – Teil 3: Ableitung von Korrekturwerten für taktile Messgeräte, Deutsche Norm, (2014).
- [39] DIN 32567-5:2015, Fertigungsmittel für Mikrosysteme – Ermittlung von Materialeinflüssen auf die optische und taktile dimensionelle Messtechnik – Teil 5: Ableitung von Korrekturwerten für optische Messgeräte Production, Deutsche Norm, (2015).
- [40] A. A. Borzunov, V. Y. Karaulov, N. A. Koshev, D. V. Lukyanenko, E. I. Rau, A. G. Yagola, S. V. Zaitsev, 3D surface topography imaging in SEM with improved backscattered electron detector: Arrangement and reconstruction algorithm, *Ultramicroscopy* 207 (August) (2019) 112830. doi:10.1016/j.ultramicro.2019.112830.
- [41] F. Marinello, P. Bariani, E. Savio, A. Horsewell, L. De Chiffre, Critical factors in SEM 3D stereo microscopy, *Measurement Science and Technology* 19 (6) (2008). doi:10.1088/0957-0233/19/6/065705.
- [42] G. Piazzesi, Photogrammetry with the scanning electron microscope, *Journal of Physics E: Scientific Instruments* (1972). doi:10.1088/0022-3735/6/4/023.
- [43] W. Drzazga, J. Paluszynski, W. Slowko, Three-dimensional characterization of microstructures in a SEM, *Measurement Science and Technology* 17 (1) (2006) 28–31. doi:10.1088/0957-0233/17/1/006.
- [44] P. Bariani, L. De Chiffre, H. N. Hansen, A. Horsewell, Investigation on the traceability of three dimensional scanning electron microscope measurements based on the stereo-pair technique, *Precision Engineering* 29 (2) (2005) 219–228. doi:10.1016/j.precisioneng.2004.08.002.
- [45] D. B. Ballard, Procedure for Calibrating the Magnification of an Scanning Electron Microscope Using NBS SRM 484, *Nbsir* (1977).
- [46] DIN EN ISO 9220:2022, Metallische Überzüge – Messung der Schichtdicke – Verfahren mit Rasterelektronenmikroskop, Deutsche Norm, (2022).
- [47] ISO 16700:2016, Microbeam analysis - Scanning electron microscopy - Guidelines for calibrating image magnification, *Internationale Norm*, (2016).
- [48] M. Hemmleb, D. Berger, M. Ritter, Automated Geometric SEM Calibration, *G.I.T. Imaging & Microscopy* (2015) 42–44.
URL https://www.pointelectronic.de/media/3110/automated_{_}geometric_{_}sem_{_}calibration.pdf

- [49] G. Dai, F. Pohlenz, H. U. Danzebrink, M. Xu, K. Hasche, G. Wilkening, Metrological large range scanning probe microscope, *Review of Scientific Instruments* 75 (4) (2004) 962–970. doi:10.1063/1.1651638.
- [50] M. Xu, M. Hemmleb, G. Dai, Validation and reliability of the 3D calibration evaluation algorithm for SPM, *Measurement Science and Technology* 35 (9) (2024) 95020. doi:10.1088/1361-6501/ad56b4.
- [51] G. Dai, L. Koenders, J. Fluegge, M. Hemmleb, Fast and accurate: High-speed metrological large-range AFM for surface and nanometrology, *Measurement Science and Technology* 29 (5) (2018). doi:10.1088/1361-6501/aaaf8a.
- [52] P. Li, S. Chen, H. Dai, Z. Yang, Z. Chen, Y. Wang, Y. Chen, W. Peng, W. Shan, H. Duan, Recent advances in focused ion beam nanofabrication for nanostructures and devices: Fundamentals and applications, *Nanoscale* 13 (3) (2021) 1529–1565. doi:10.1039/d0nr07539f.
- [53] A. Tseng, Recent developments in nanofabrication using focused ion beams, *Small* 1 (10) (2005) 924–939. arXiv:https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/sml1.200500113, doi:https://doi.org/10.1002/sml1.200500113. URL https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/sml1.200500113
- [54] N. N. Alias, K. A. Yaacob, S. N. Yusoh, A. M. Abdullah, Comparison of KOH and TMAH Etching on Sinw Arrays Fabricated via AFM Lithography, *Journal of Physics: Conference Series* 1082 (1) (2018). doi:10.1088/1742-6596/1082/1/012051.
- [55] Y. Zhang, Z. Hou, C. Si, G. Han, Y. Zhao, X. Lu, J. Liu, J. Ning, F. Yang, Effects of Mask Material on Lateral Undercut of Silicon Dry Etching, *Micromachines* 14 (2) (2023). doi:10.3390/mi14020306.
- [56] X. Klemenschits, S. Selberherr, L. Filipovic, Modeling of gate stack patterning for advanced technology nodes: A review, *Micromachines* 9 (12) (2018). doi:10.3390/mi9120631.
- [57] F. Fang, N. Zhang, D. Guo, K. Ehmann, B. Cheung, K. Liu, K. Yamamura, Towards atomic and close-to-atomic scale manufacturing, *International Journal of Extreme Manufacturing* 1 (1) (2019). doi:10.1088/2631-7990/ab0dfc.
- [58] G. Rius, Antoni Baldi, Babak Ziaie, M. Z. Atashbar, 3. Introduction to Micro-/Nanofabrication, in: *Springer Handbook of Nanotechnology*, Springer-Verlag, 2017, Ch. 3, pp. 51–86. doi:10.1007/978-3-319-49347-3.
- [59] N. Baig, I. Kammakam, W. Falath, I. Kammakam, Nanomaterials: A review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges, *Materials Advances* 2 (6) (2021) 1821–1871. doi:10.1039/d0ma00807a.
- [60] W. Wu, D. Dey, O. G. Memis, A. Katsnelson, H. Mohseni, Fabrication of large area periodic nanostructures using nanosphere photolithography, *Nanoscale Research Letters* 3 (10) (2008) 351–354. doi:10.1007/s11671-008-9164-y.

- [61] L. Francioso, P. Siciliano, Top-down contact lithography fabrication of a TiO₂ nanowire array over a SiO₂ mesa, *Nanotechnology* 17 (15) (2006) 3761–3767. doi : 10.1088/0957-4484/17/15/025.
- [62] K. Kim, K. Park, H. Nam, G. H. Kim, S. K. Hong, S. Kim, H. Woo, S. Yoon, J. H. Kim, G. Lim, Fabrication of oblique submicron-scale structures using synchrotron hard X-ray lithography, *Polymers* 13 (7) (2021). doi : 10.3390/polym13071045.
- [63] E. Menumorov, S. D. Golze, R. A. Hughes, S. Neretina, Arrays of highly complex noble metal nanostructures using nanoimprint lithography in combination with liquid-phase epitaxy, *Nanoscale* 10 (38) (2018) 18186–18194. doi : 10.1039/c8nr06874g.
- [64] S. T. Howell, A. Grushina, F. Holzner, J. Brugger, Thermal scanning probe lithography—a review, *Microsystems and Nanoengineering* 6 (1) (2020) 1–24. doi : 10.1038/s41378-019-0124-8.
- [65] R. Córdoba, P. Orús, S. Strothauer, T. E. Torres, J. M. De Teresa, Ultra-fast direct growth of metallic micro- and nano-structures by focused ion beam irradiation, *Scientific Reports* 9 (1) (2019) 1–10. doi : 10.1038/s41598-019-50411-w.
- [66] G. Yoon, I. Kim, S. So, J. Mun, M. Kim, J. Rho, Fabrication of three-dimensional suspended, interlayered and hierarchical nanostructures by accuracy-improved electron beam lithography overlay, *Scientific Reports* 7 (1) (2017) 1–8. doi : 10.1038/s41598-017-06833-5.
- [67] L. Weidenfeller, J. Kirchner, M. Hofmann, M. Kuehnel, C. Reinhardt, I. Rangelow, E. Manske, Laser-microfabrication with accurate positioning and metrological traceability 10930 (0) (2019) 20. doi : 10.1117/12.2508248.
- [68] H. Schiff, A. Kristensen, *Nanoimprint Lithography*, 2017, pp. 113–142. doi : 10.1007/978-3-662-54357-3_5.
- [69] Paras, K. Yadav, P. Kumar, D. R. Teja, S. Chakraborty, M. Chakraborty, S. S. Mohapatra, A. Sahoo, M. M. Chou, C. T. Liang, D. R. Hang, A Review on Low-Dimensional Nanomaterials: Nanofabrication, Characterization and Applications, *Nanomaterials* 13 (1) (2023) 1–44. doi : 10.3390/nano13010160.
- [70] M. A. Mohammad, M. Muhammad, S. K. Dew, M. Stepanova, Fundamentals of Electron Beam Exposure and Development, in: M. Stepanova, S. Dew (Eds.), *Nanofabrication - Techniques and Principles*, Springer-Verlag, 2012, pp. 11–42. doi : 10.1007/978-3-7091-0424-8_2.
- [71] T. Tanaka, M. Morigami, N. Atoda, Mechanism Of Resist Pattern Collapse During Development Process, *Japanese Journal of Applied Physics* 32 (12 S) (1993) 6059–6064. doi : 10.1143/JJAP.32.6059.
- [72] P. Muñoz, Y. S. Yong, M. Dijkstra, F. B. Segerink, S. M. García-Blanco, Double metal layer lift-off process for the robust fabrication of plasmonic nano-antenna arrays on dielectric substrates using e-beam lithography, *Optical Materials Express* 9 (5) (2019) 2046. doi : 10.1364/ome.9.002046.

- [73] J. A. Liddle, S. D. Berger, M. Hill, High throughput projection electron-beam lithography employing SCALPEL, *Charged-Particle Optics 2014* (1993).
- [74] D. Maily, Nanofabrication techniques, *European Physical Journal: Special Topics* 172 (1) (2009) 333–342. doi : 10.1140/epjst/e2009-01058-x.
- [75] Y. Chen, Z. Li, Q. Xiang, Y. Wang, Z. Zhang, H. Duan, Reliable fabrication of plasmonic nanostructures without an adhesion layer using dry lift-off, *Nanotechnology* 26 (40) (2015). doi : 10.1088/0957-4484/26/40/405301.
- [76] B. Abasahl, C. Santschi, T. V. Raziman, O. J. Martin, Fabrication of plasmonic structures with well-controlled nanometric features: A comparison between lift-off and ion beam etching, *Nanotechnology* 32 (47) (2021). doi : 10.1088/1361-6528/ac1a93.
- [77] S. Sung, C. H. Kim, J. Lee, J. Y. Jung, J. H. Jeong, J. H. Choi, E. S. Lee, Advanced metal lift-offs and nanoimprint for plasmonic metal patterns, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing - Green Technology* 1 (1) (2014) 25–30. doi : 10.1007/s40684-014-0004-5.
- [78] J. Rouhi, S. Mahmud, S. D. Hutagalung, N. Naderi, S. Kakooei, M. J. Abdullah, Controlling the shape and gap width of silicon electrodes using local anodic oxidation and anisotropic TMAH wet etching, *Semiconductor Science and Technology* 27 (6) (2012). doi : 10.1088/0268-1242/27/6/065001.
- [79] Gözde Ceren Yasinok, Development of electrochemical etch-stop techniques for integrated MEMS sensors, Masterarbeit, Middle East Technical University (2006).
- [80] O. Tabata, R. Asahi, H. Funabashi, K. Shimaoka, S. Sugiyama, Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions, *Sensors and Actuators: A. Physical* 34 (1) (1992) 51–57. doi : 10.1016/0924-4247(92)80139-T.
- [81] W. Liang, T. Kho, J. Tong, P. Narangari, S. Armand, M. Ernst, D. Walter, S. Surve, M. Stocks, A. Blakers, K. C. Fong, Highly reproducible c-Si texturing by metal-free TMAH etchant and monoTEX agent, *Solar Energy Materials and Solar Cells* 222 (December 2020) (2020). doi : 10.1016/j.solmat.2020.110909.
URL <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2020.110909>
- [82] M. Aslam, B. E. Artz, S. L. Kaberline, T. J. Prater, A Comparison of Cleaning Procedures for Removing Potassium from Wafers Exposed to KOH, *IEEE Transactions on Electron Devices* 40 (2) (1993) 292–295. doi : 10.1109/16.182503.
- [83] D. Sinha, Nickel Contamination from Caustic Etching of Silicon Wafers, *ECS Journal of Solid State Science and Technology* 7 (5) (2018) N55–N58. doi : 10.1149/2.0061805jss.
- [84] G. Chen, I. Kashkoush, Effect of Pre-Cleaning on Texturization of c-Si Wafers in a KOH/IPA Mixture, *ECS Transactions* 25 (15) (2010). doi : 10.1149/1.3300415.
- [85] A. Merlos, M. Acero, M. H. Bao, J. Bausells, J. Esteve, TMAH/IPA anisotropic etching characteristics, *Sensors and Actuators: A. Physical* 37-38 (C) (1993) 737–743. doi : 10.1016/0924-4247(93)80125-Z.

- [86] G. T. Kovacs, N. I. Maluf, K. E. Petersen, Bulk micromachining of silicon, *Proceedings of the IEEE* 86 (8) (1998) 1536–1551. doi : 10.1109/5.704259.
- [87] K. H. Jun, B. J. Kim, J. S. Kim, Effect of additives on the anisotropic etching of silicon by using a TMAH based solution, *Electronic Materials Letters* 11 (5) (2015) 871–880. doi : 10.1007/s13391-015-4499-x.
- [88] M. J. Archer, F. S. Ligler, Fabrication and characterization of silicon micro-funnels and tapered micro-channels for stochastic sensing applications, *Sensors* 8 (6) (2008) 3848–3872. doi : 10.3390/s8063848.
- [89] G. Canavese, S. L. Marasso, M. Quaglio, M. Cocuzza, C. Ricciardi, C. F. Pirri, Polymeric mask protection for alternative KOH silicon wet etching, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 17 (7) (2007) 1387–1393. doi : 10.1088/0960-1317/17/7/022.
- [90] K. A. Jackson, *Silicon Devices - Structures and Processing*, Wiley-VCH, 1998.
- [91] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgärtel, Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions: II . Influence of Dopants, *Journal of The Electrochemical Society* 137 (11) (1990) 3626–3632. doi : 10.1149/1.2086278.
- [92] L. Lin, A. P. Pisano, Silicon-Processed Microneedles, *Journal of Microelectromechanical System* 8 (1) (1999) 78–84.
- [93] M. J. Madou, *Fundamentals of Microfabrication - The Science of Miniaturization*, 2nd Edition, 2002. doi : <https://doi.org/10.1201/9781482274004>.
- [94] O. Tabata, S. Konishi, P. Cusin, Y. Ito, F. Kawai, S. Hirai, S. Kawamura, Micro fabricated tunable bending stiffness devices, *Sensors and Actuators, A: Physical* 89 (1-2) (2001) 119–123. doi : 10.1016/S0924-4247(00)00538-0.
- [95] R. Voss, H. Seidel, H. Baumgärtel, Light-controlled, electrochemical anisotropic etching of Silicon, in: *TRANSDUCERS '91: 1991 International Conference on Solid-State Sensors and Actuators*, Vol. 11, IEEE, San Francisco, CA, USA., 1991, pp. 140–143. doi : 10.1109/SENSOR.1991.148821.
- [96] S. S. Singh, P. Pal, A. K. Pandey, Y. Xing, K. Sato, Determination of precise crystallographic directions for mask alignment in wet bulk micromachining for MEMS, *Micro and Nano Systems Letters* 4 (1) (2016) 65–67. doi : 10.1186/s40486-016-0027-5.
- [97] P. Panduranga, A. Abdou, Z. Ren, R. H. Pedersen, M. P. Nezhad, Isotropic silicon etch characteristics in a purely inductively coupled SF 6 plasma, *Journal of Vacuum Science & Technology B* 37 (6) (2019) 061206. doi : 10.1116/1.5116021.
- [98] W. Fan, D. Zhang, A simple approach to convex corner compensation in anisotropic KOH etching on a (100) silicon wafer, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 16 (10) (2006) 1951–1957. doi : 10.1088/0960-1317/16/10/006.

- [99] P. Pal, K. Sato, A comprehensive review on convex and concave corners in silicon bulk micromachining based on anisotropic wet chemical etching, *Micro and Nano Systems Letters* 3 (1) (2015). doi:10.1186/s40486-015-0012-4.
- [100] Z. Chen, P. Sana, J. Salami, A. Rohatgi, A Novel and Effective PECVD SiO₂/SiN Antireflection Coating for Si Solar Cells, *IEEE Transactions on Electron Devices* 40 (6) (1993) 1161–1165. doi:10.1109/16.214744.
- [101] M. R. Amirzada, A. Tatzel, V. Viereck, H. Hillmer, Surface roughness analysis of SiO₂ for PECVD, PVD and IBD on different substrates, *Applied Nanoscience (Switzerland)* 6 (2) (2016) 215–222. doi:10.1007/s13204-015-0432-8.
- [102] S. H. Lee, M. G. So, Effects of deposition temperature and pressure of the surface roughness and the grain size of polycrystalline Si_{1-x}Ge_x films, *Journal of Materials Science* 35 (19) (2000) 4789–4794. doi:10.1023/A:1004868627888.
- [103] M. Ashraf, S. V. Sundararajan, G. Greci, Low-power, low-pressure reactive-ion etching process for silicon etching with vertical and smooth walls for mechanobiology application, *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS* 16 (3) (2017) 034501. doi:10.1117/1.jmm.16.3.034501.
- [104] V. Bliznetsov, B. Li, J. Wung Lee, H. Lin, MEMS industry-worth etching to fabricate tapered structures in SiO₂, *Journal of Microelectromechanical Systems* 26 (6) (2017) 1400–1407. doi:10.1109/JMEMS.2017.2755046.
- [105] M. Huff, Recent advances in reactive ion etching and applications of high-aspect-ratio microfabrication, *Micromachines* 12 (8) (aug 2021). doi:10.3390/mi12080991.
- [106] M. V. Bazylenko, M. Gross, Reactive ion etching of silica structures for integrated optics applications, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 14 (6) (1996) 2994–3003. doi:10.1116/1.580258.
- [107] L. Mosher, C. M. Waits, B. Morgan, R. Ghodssi, Double-exposure grayscale photolithography, *Journal of Microelectromechanical Systems* 18 (2) (2009) 308–315. doi:10.1109/JMEMS.2008.2011703.
- [108] M. Gross, C. M. Horwitz, Modeling of sloped sidewalls formed by simultaneous etching and deposition, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena* 7 (3) (1989) 534–541. doi:https://doi.org/10.1116/1.584780.
- [109] H. Jansen, M. De Boer, R. Legtenberg, M. Elwenspoek, The black silicon method: A universal method for determining the parameter setting of a fluorine-based reactive ion etcher in deep silicon trench etching with profile control, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 5 (2) (1995) 115–120. doi:10.1088/0960-1317/5/2/015.
- [110] K. P. Larsen, D. H. Petersen, O. Hansen, Study of the Roughness in a Photoresist Masked, Isotropic, SF₆-Based ICP Silicon Etch, *Journal of The Electrochemical Society* 153 (12) (2006) G1051. doi:10.1149/1.2357723.

- [111] R. Pétri, P. Brault, O. Vatel, D. Henry, E. André, P. Dumas, F. Salvan, Silicon roughness induced by plasma etching, *Journal of Applied Physics* 75 (11) (1994) 7498–7506. doi: 10.1063/1.356622.
- [112] N. O. Plank, M. A. Blauw, E. W. Van Der Drift, R. Cheung, The etching of silicon carbide in inductively coupled SF₆/O₂ plasma, *Journal of Physics D: Applied Physics* 36 (5) (2003) 482–487. doi:10.1088/0022-3727/36/5/310.
- [113] C. J. Mogab, The Loading Effect in Plasma Etching, *Journal of The Electrochemical Society* 124 (8) (1977) 1262–1268. doi:10.1149/1.2133542.
- [114] H. F. Winters, D. Haarer, Influence of doping on the etching of Si(111), *Physical Review B* 36 (12) (1987) 6613–6623. doi:10.1103/PhysRevB.36.6613.
- [115] R. Legtenberg, H. Jansen, M. Boer de, M. Elwenspoek, Anisotropic reactive ion etching of silicon using SF₆/O₂/CHF₃ gas mixtures, *Journal of the Electrochemical Society* 142 (6) (1995).
URL http://doc.utwente.nl/14188/1/K183_{_}{_}{_}{_}.pdf
- [116] H. Jansen, H. Gardeniers, M. De Boer, M. Elwenspoek, J. Fluitman, A survey on the reactive ion etching of silicon in microtechnology, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 6 (1) (1996) 14–28. doi:10.1088/0960-1317/6/1/002.
- [117] R. F. Figueroa, S. Spiesshoefer, S. L. Burkett, L. Schaper, Control of sidewall slope in silicon vias using SF₆-O₂ plasma etching in a conventional reactive ion etching tool, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 23 (5) (2005) 2226. doi:10.1116/1.2041654.
- [118] R. D'Agostino, F. Cramarossa, S. De Benedictis, G. Ferraro, Spectroscopic diagnostics of CF₄-O₂ plasmas during Si and SiO₂ etching processes, *Journal of Applied Physics* 52 (3) (1981) 1259–1265. doi:10.1063/1.329748.
- [119] D. C. Hays, K. B. Jung, Y. B. Hahn, E. S. Lambers, S. J. Pearton, J. Donahue, D. Johnson, R. J. Shul, Comparison of F₂-Based Gases for High-Rate Dry Etching of Si, *Journal of The Electrochemical Society* 146 (10) (1999) 3812–3816. doi:10.1149/1.1392556.
- [120] V. M. Donnelly, Review Article: Reactions of fluorine atoms with silicon, revisited, again, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 35 (5) (2017). doi:10.1116/1.4983922.
URL <http://dx.doi.org/10.1116/1.4983922>
- [121] R. Knizikevičius, V. Kopustinskas, Influence of temperature on the formation of SiF₂ molecules, *Microelectronic Engineering* 157 (2016) 42–45. doi:10.1016/j.mee.2016.02.018.
- [122] N. Roxhed, P. Griss, G. Stemme, A method for tapered deep reactive ion etching using a modified Bosch process, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 17 (5) (2007) 1087–1092. doi:10.1088/0960-1317/17/5/031.

- [123] F. Saffih, C. Con, A. Alshammari, M. Yavuz, B. Cui, Fabrication of silicon nanostructures with large taper angle by reactive ion etching, *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena* 32 (6) (2014) 06F104. doi:10.1116/1.4901420.
URL <http://dx.doi.org/10.1116/1.4901420>
- [124] M. J. De Boer, J. G. Gardeniers, H. V. Jansen, E. Smulders, M. J. Gilde, G. Roelofs, J. N. Sasserath, M. Elwenspoek, Guidelines for etching silicon MEMS structures using fluorine high-density plasmas at cryogenic temperatures, *Journal of Microelectromechanical Systems* 11 (4) (2002) 385–401. doi:10.1109/JMEMS.2002.800928.
- [125] H. Kudoh, T. Yoshida, M. Fukumoto, T. Ohzone, Tapered SiO₂ Etch in Diode-Type Reactive Ion Etching, *Journal of The Electrochemical Society* 133 (8) (1986) 1666–1670. doi:10.1149/1.2108989.
- [126] M. D. Henry, ICP etching of silicon for micro and nanoscale devices, Dissertation,, California Institute of Technology (2010).
- [127] W. Xie, S. Hagemeyer, J. Bischoff, R. Mastyllo, E. Manske, P. Lehmann, Transfer characteristics of optical profilers with respect to rectangular edge and step height measurement, *Optical Measurement Systems for Industrial Inspection X 10329* (2017) 12. doi:10.1117/12.2270185.
- [128] Olympus, Safety guide 3D Measuring Laser Microscope OLS4100, Sicherheitsdatenblatt,.
- [129] X. Zhu, M. Todeschini, A. Bastos da Silva Fanta, L. Liu, F. Jensen, J. Hübner, H. Jansen, A. Han, P. Shi, A. Ming, C. Xie, In-depth evolution of chemical states and sub-10-nm-resolution crystal orientation mapping of nanograins in Ti(5 nm)/Au(20 nm)/Cr(3 nm) tri-layer thin films, *Applied Surface Science* 453 (2018) 365–372. doi:10.1016/j.apsusc.2018.05.042.
URL <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.05.042>
- [130] R. K. Yip, P. K. Tam, D. N. Leung, Modification of Hough transform for circles and ellipses detection using a 2-dimensional array, *Pattern Recognition* 25 (9) (1992) 1007–1022. doi:10.1016/0031-3203(92)90064-P.
- [131] R. T. Frankot, R. Chellappa, A Method for Enforcing Integrability in Shape from Shading Algorithms, *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 10 (4) (1988) 439–451. doi:10.1109/34.3909.
- [132] E. I. Rau, V. Y. Karaulov, S. V. Zaitsev, Backscattered electron detector for 3D microstructure visualization in scanning electron microscopy, *Review of Scientific Instruments* 90 (2) (2019). doi:10.1063/1.5054746.
URL <http://dx.doi.org/10.1063/1.5054746>
- [133] H. Niedrig, Electron backscattering from thin films, *Journal of Applied Physics* 53 (4) (1982). doi:10.1063/1.331005.
- [134] D. Chen, A. Miyamoto, S. Kaneko, Robust surface reconstruction in SEM using two BSE detectors, *IEICE Transactions on Information and Systems* E96-D (10) (2013) 2224–2234. doi:10.1587/transinf.E96.D.2224.

- [135] L. Reimer, *Scanning Electron Microscopy*, 2nd Edition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998. doi:10.1007/978-3-540-38967-5.
- [136] S. Thoms, D. Macintyre, M. McCarthy, Sub - 35 nm Metal Gratings Fabricated Using PMMA with High Contrast Developers, *Microelectronie Engineering* 41/42 (March) (1998) 207–210.
- [137] K. Racka-Szmidt, B. Stonio, J. Żelazko, M. Filipiak, M. Sochacki, A review: Inductively coupled plasma reactive ion etching of silicon carbide, *Materials* 15 (1) (2022). doi:10.3390/ma15010123.
- [138] T. Schäfer, *Herstellung anwendungsbezogener SiO₂-Grabenstrukturen im sub- μ m-Bereich durch RIE und ICP-Prozesse*, Diplomarbeit, Technische Universität Chemnitz (2006).
- [139] N. R. Rueger, M. F. Doemling, M. Schaepkens, J. J. Beulens, T. E. F. M. Standaert, G. S. Oehrlein, Selective etching of SiO₂ over polycrystalline silicon using CHF₃ in an inductively coupled plasma reactor, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 17 (5) (1999) 2492–2502. doi:10.1116/1.581987.
- [140] M. Schaepkens, G. S. Oehrlein, Asymmetric microtrenching during inductively coupled plasma oxide etching in the presence of a weak magnetic field, *Applied Physics Letters* 72 (11) (1998) 1293–1295. doi:10.1063/1.121068.
- [141] G. V. Samsonov, *Mechanical Properties of the Elements*, Springer US, Boston, MA, 1968, pp. 387–446. doi:10.1007/978-1-4684-6066-7_7.
URL https://doi.org/10.1007/978-1-4684-6066-7_7
- [142] A. A. Michelson, *Studies in Optics*, The University of Chicago Press, Chicago, 1927.
URL https://ia601406.us.archive.org/0/items/in.ernet.dli.2015.86849/2015.86849.Studies-In-Optics{}_text.pdf
- [143] E. P. Cox, A Method of Assigning Numerical and Percentage Values to the Degree of Roundness of Sand Grains, *Journal of Paleontology* 1 (3) (1927) 179–183.
URL https://www.jstor.org/stable/pdf/1298056.pdf?refreqid=fastly-default%3Aa32961594a367ed3619e4210a7ed5055%ab{}_segments=&initiator=&acceptTC=1
- [144] A. Vossepoel, A. Smeulders, Vector code probability and metrication error in the representation of straight lines of finite length, *Computer Graphics and Image Processing* 19 (1) (1982) 83. doi:10.1016/0146-664x(82)90119-8.
- [145] Y. Takashimizu, M. Iiyoshi, New parameter of roundness R: circularity corrected by aspect ratio, *Progress in Earth and Planetary Science* 3 (1) (2016). doi:10.1186/s40645-015-0078-x.
URL <http://dx.doi.org/10.1186/s40645-015-0078-x>
- [146] S. Eddins, *Revised Circularity Measurement in regionprops (R2023a)* (2023).
URL <https://blogs.mathworks.com/steve/2023/03/21/revised-circularity-measurement-in-regionprops-r2023a/>
- [147] The MathWorks Inc., *regionprops - Measure properties of image regions*.
URL <https://de.mathworks.com/help/images/ref/regionprops.html>

- [148] A. B. Forbes, P. M. Harris, R. K. Leach, NPL Report CMSC 33/03: The comparison of algorithms for the assessment of Type A1 surface texture reference artefacts, Tech. Rep. December (2003).
URL <https://eprintspublications.npl.co.uk/2899/1/cmssc33.pdf>
- [149] Y. Y. Chen, Z. H. Ye, C. H. Sun, L. G. Deng, S. Zhang, W. Xing, X. N. Hu, R. J. Ding, L. He, Dry etched SiO₂ Mask for HgCdTe Etching Process, *Journal of Electronic Materials* 45 (9) (2016) 4705–4710. doi:10.1007/s11664-016-4479-4.
- [150] P. Klapetek, D. Nečas, C. Anderson, Gwyddion user guide, Tech. rep. (2009).
- [151] R. K. Leach, The measurement of surface texture using stylus instruments., *Measurement Good Practice Guide No. 37* (2) (2001) 100.
URL <http://publications.npl.co.uk/npl{ }web/pdf/mgpg37.pdf>
- [152] I. Sobel, G. Feldman, An Isotropic 3x3 Image Gradient Operator, *Stanford Artificial Intelligence Project (SAIL)* (June) (2015) 271–272. doi:10.13140/RG.2.1.1912.4965.
- [153] W. Kabsch, A discussion of the solution for the best rotation to relate two sets of vectors, *Acta Crystallographica Section A* 34 (5) (1978) 827–828. doi:10.1107/S0567739478001680.
- [154] J. Ruoff, M. Totzeck, Orientation Zernike polynomials: a useful way to describe the polarization effects of optical imaging systems, *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS* 8 (3) (2009) 031404. doi:10.1117/1.3173803.
- [155] M. Aftab, J. H. Burge, G. A. Smith, L. Graves, C. jin Oh, D. W. Kim, Modal Data Processing for High Resolution Deflectometry, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing - Green Technology* 6 (2) (2019) 255–270. doi:10.1007/s40684-019-00047-y.
- [156] PNDetector GmbH, Annular Backscattered Electron Detection Module (2015).
- [157] J. Zhang, Q. Yuan, X. Fan, L. Chen, L. Lei, Y. Fu, Z. Xu, J. Ma, Z. Gao, Quantitative Evaluation of the Batwing Effect on Depth Measurement in Coherence Scanning Interferometry for Rectangular Gratings, *Photonics* 11 (4) (2024) 341. doi:10.3390/photonics11040341.
- [158] G. Taubin, Estimation of Planar Curves, Surfaces, and Nonplanar Space Curves Defined by Implicit Equations with Applications to Edge and Range Image Segmentation, *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 13 (11) (1991) 1115–1138. doi:10.1109/34.103273.
- [159] A. Thiel, Photometrische 3D-Rekonstruktion aus Bilddaten eines Rasterelektronenmikroskops mit einem 4-Quadranten-Rückstreuelektronen-Detektor, Diplomarbeit, Technische Universität Berlin (2010).
- [160] point electronic GmbH, Messprotokoll MMC-80-4BSD, ID 354, Tech. rep. (2019).

A Anhang

A.1 Probenbezeichnung

Tabelle A.1: Probenbezeichnung

Grundbezeichnung	Herstellungs-ort	Anwendung	Chipart	Basisstrukturgröße in μm	Stufenanzahl	Markerart	Markergröße in μm
Pyramiden-Normal PN	Labor L	Optische Mikroskope -OM	Testchip -TC	-80 -240	-2	Erhöhung -H	-5 -10
			Strukturchip -SC	-80 -240			-5 -10
		Raster-elektronenmikroskop -REM	Testchip -TC	-20	-1	-	-
			Strukturchip -SC	-5 -10 -20 -40	-1	-	-
	Industrie I	Optische Mikroskope -OM	-C1	-80 -240	-2	Erhöhung -H	-5 -10
			-C2	-80 -240		Erhöhung -H	-7 -10
			-C3	-80 -240		Erhöhung -H	-9 -10
			-C4	-960		Erhöhung -H	-40
			-C5	-80		-	-
			-C6	-240		-	-
			-C7	-80 -240		Vertiefung -T	-5 -10
				-		Erhöhung -H	1-20
		-C8	-80 -240	Vertiefung -T	-5 -10		
	Raster-elektronenmikroskop -REM	Kalibrier-artefaktchip -KAC	-20	-1	Erhöhung -H	-1,2	
					Vertiefung -T	-1,2	

A.2 Differenzielle Chebyshev Polynome

Die differenziellen Chebyshev Polynome setzen sich angelehnt an Aftab et al. [155] entsprechend der Gleichung:

$$\vec{G}_j(x,y) = T_n(y)U_{m-1}(x)\vec{e}_x + T_m(x)U_{n-1}(y)\vec{e}_y,$$

zusammen. Dabei ist j die Polynomordnung und m und n sind Indizes, die die beiden Dimensionen der Polynome darstellen. Die Chebyshev Polynomen zweiter Art U_m und den Chebyshev Polynomen erster Art T_n berechnen sich entsprechend der Gleichungen:

$$U_m = \frac{1}{m} \frac{\sin(m \arccos(x))}{\sin(\arccos(x))}, U_0(x) = 0,$$

$$T_n(x) = \cos(n \arccos(x)).$$

Die differenziellen Chebyshev Polynome 1-5 sind in der Tabelle A.2 aufgeführt und in Abbildung A.1 bildlich anhand des Markermusters einer Pyramide dargestellt.

Tabelle A.2: Darstellung der differenziellen Chebyshev Polynome 1-5.

Beschreibung	j	m	n	\vec{G}_j
Versatz in X	1	1	0	$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}$
Versatz in Y	2	0	1	$\begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}$
Skalierung X	3	2	0	$\begin{pmatrix} x \\ 0 \end{pmatrix}$
Skalierung Y	5	0	2	$\begin{pmatrix} 0 \\ y \end{pmatrix}$
Orthogonalität	4	1	1	$\begin{pmatrix} y \\ x \end{pmatrix}$

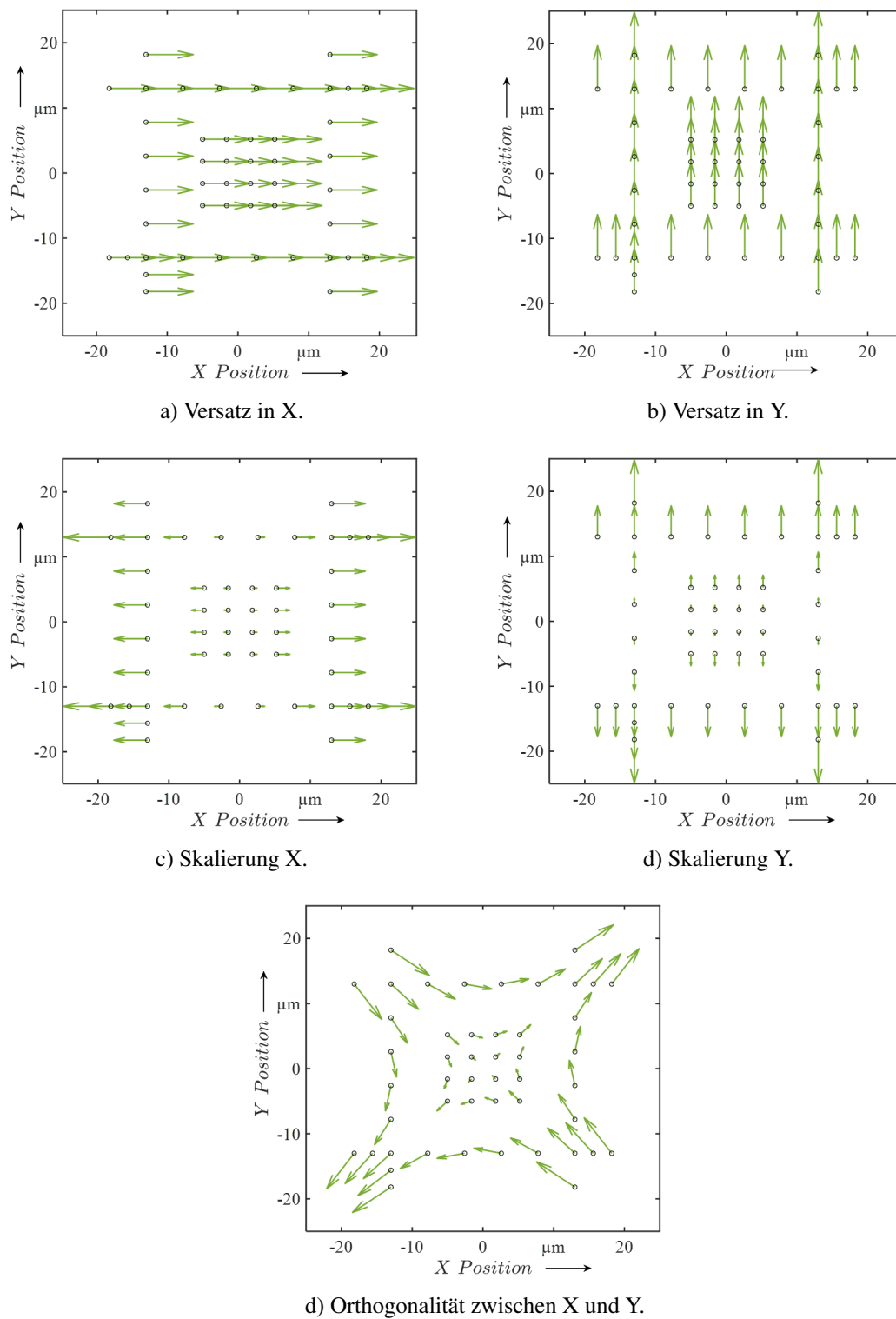
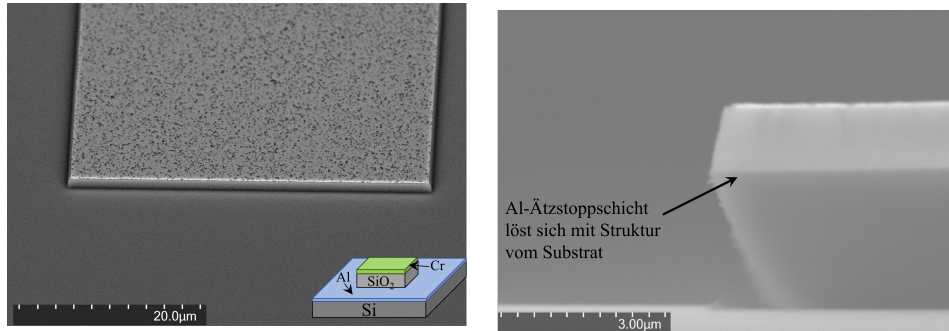


Abbildung A.1: Bildliche Darstellung der differentiellen Chebyshev Polynome 1-5.

A.3 Weitere Bilder der Fertigungsoptimierung



a) Querschnitt mit Chrom-Ätzstopp und Resisten der Chrom-Maske
b) Aufnahme mit 50° Winkel von der Oberfläche der Stufe

Abbildung A.2: Stufe mit 100 nm Aluminium-Ätzstoppschicht und Hartmaske aus 100 nm Chrom.

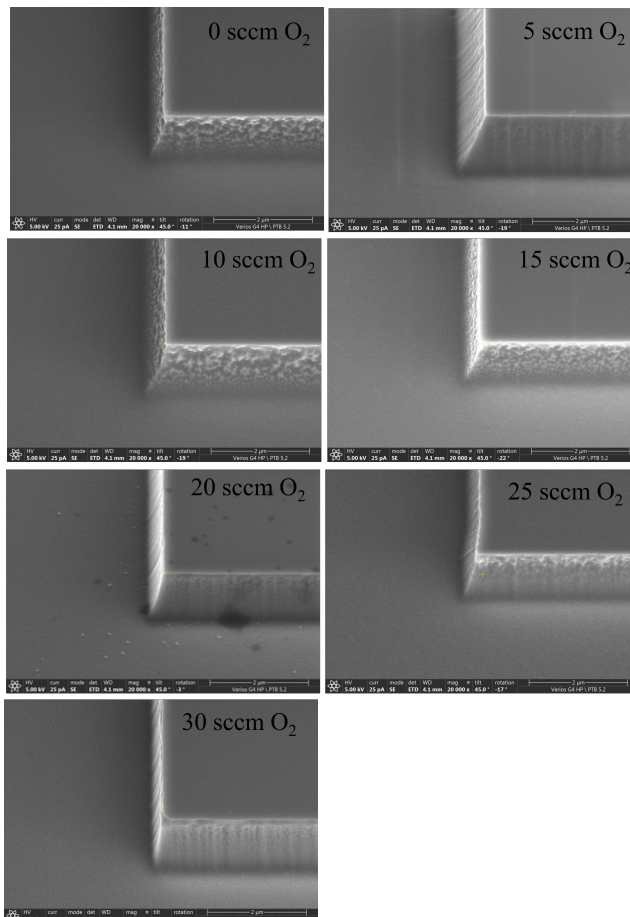


Abbildung A.3: Darstellung der Seitenwandrauheit von Si-Stufen der O₂-Variation im REM.

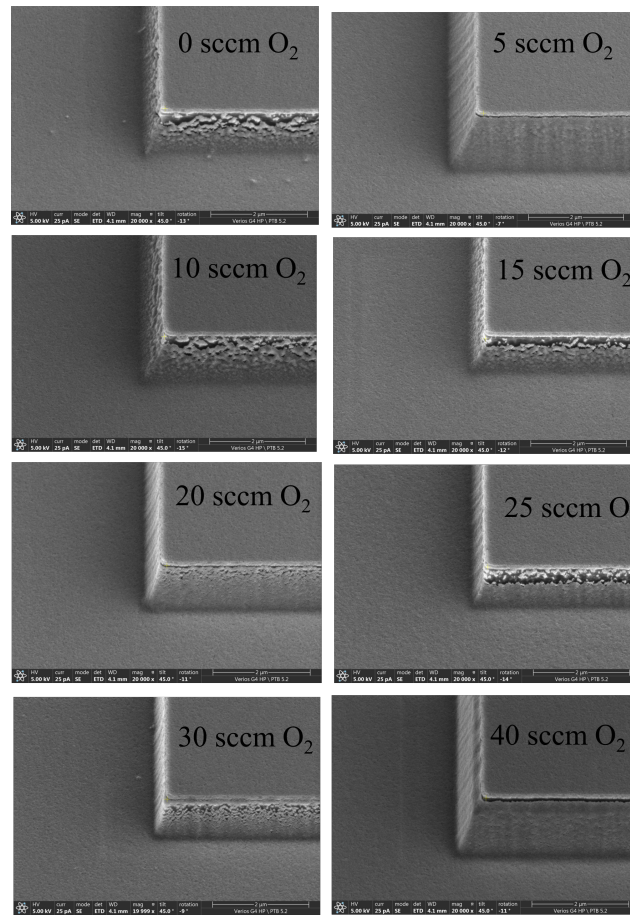


Abbildung A.4: Darstellung vom Si-Stufen der O₂-Variation im REM mit 100 nm Cr bedampft.

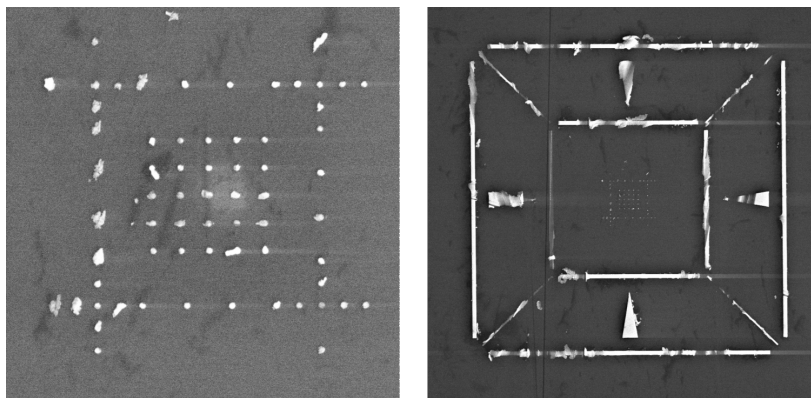
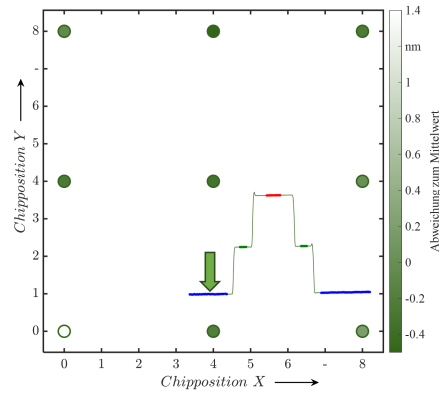
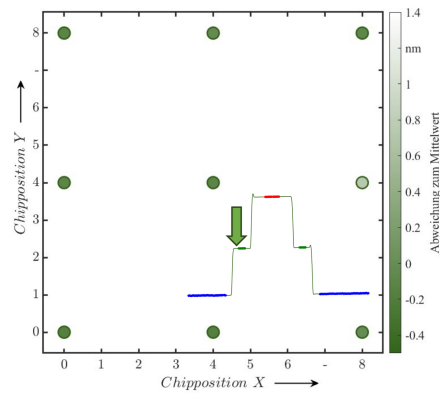


Abbildung A.5: Darstellung vom Markerstrukturen aus Au auf Si, beschädigt durch Versand in Haftgelbox mit Haltekraft X4.

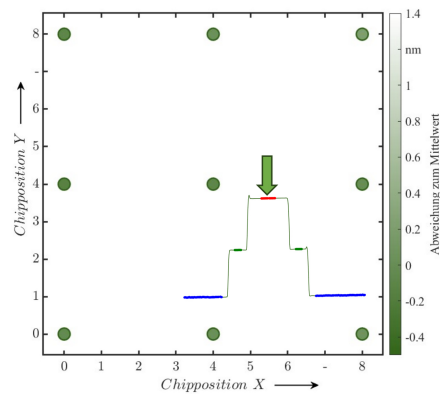
A.4 Weitere Bilder der Analysen



a) Mittelwert $R_a = 1,07$ nm der Ebene 1.

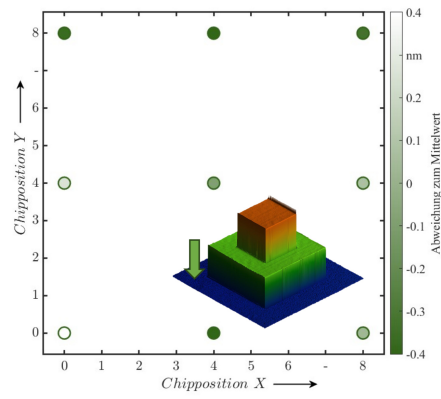


b) Mittelwert $R_a = 0,62$ nm der Ebene 2.

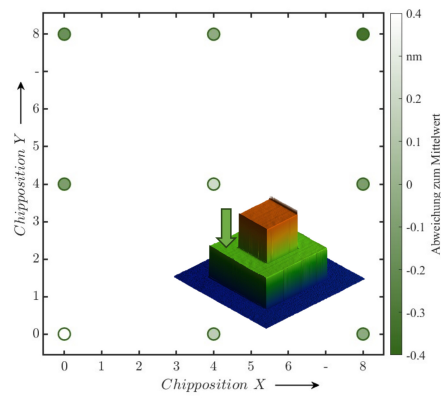


c) Mittelwert $R_a = 0,47$ nm der Ebene 3.

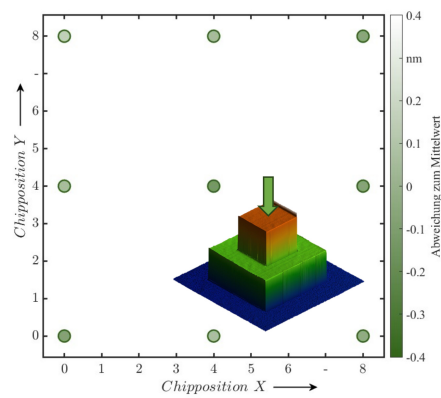
Abbildung A.6: Arithmetischer Mittenrauwert R_a aller drei Ebenen taktil aufgenommen.



a) Mittelwert $S_a = 2,96$ nm der Ebene 1.

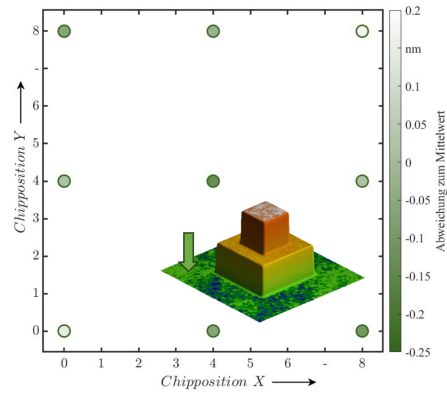


b) Mittelwert $S_a = 1,90$ nm der Ebene 2.

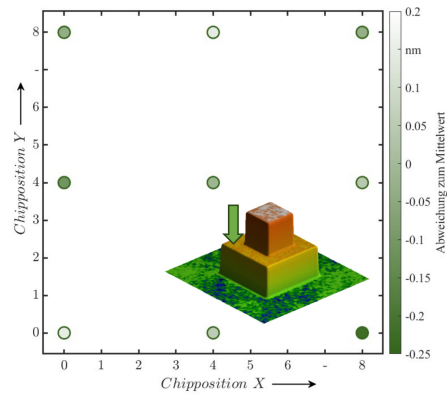


c) Mittelwert $S_a = 1,38$ nm der Ebene 3.

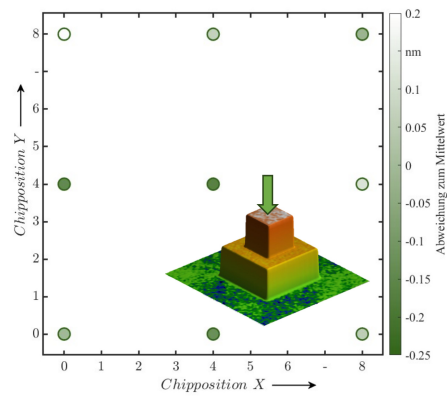
Abbildung A.7: Arithmetischer Mittenrauwert S_a aller drei Ebenen aufgenommen mit konfokalem Mikroskop.



a) Mittelwert $S_a = 1,20$ nm der Ebene 1.



b) Mittelwert $S_a = 1,19$ nm der Ebene 2.



c) Mittelwert $S_a = 0,98$ nm der Ebene 3.

Abbildung A.8: Arithmetischer Mittenrauwert S_a aller drei Ebenen aufgenommen mit PSI.

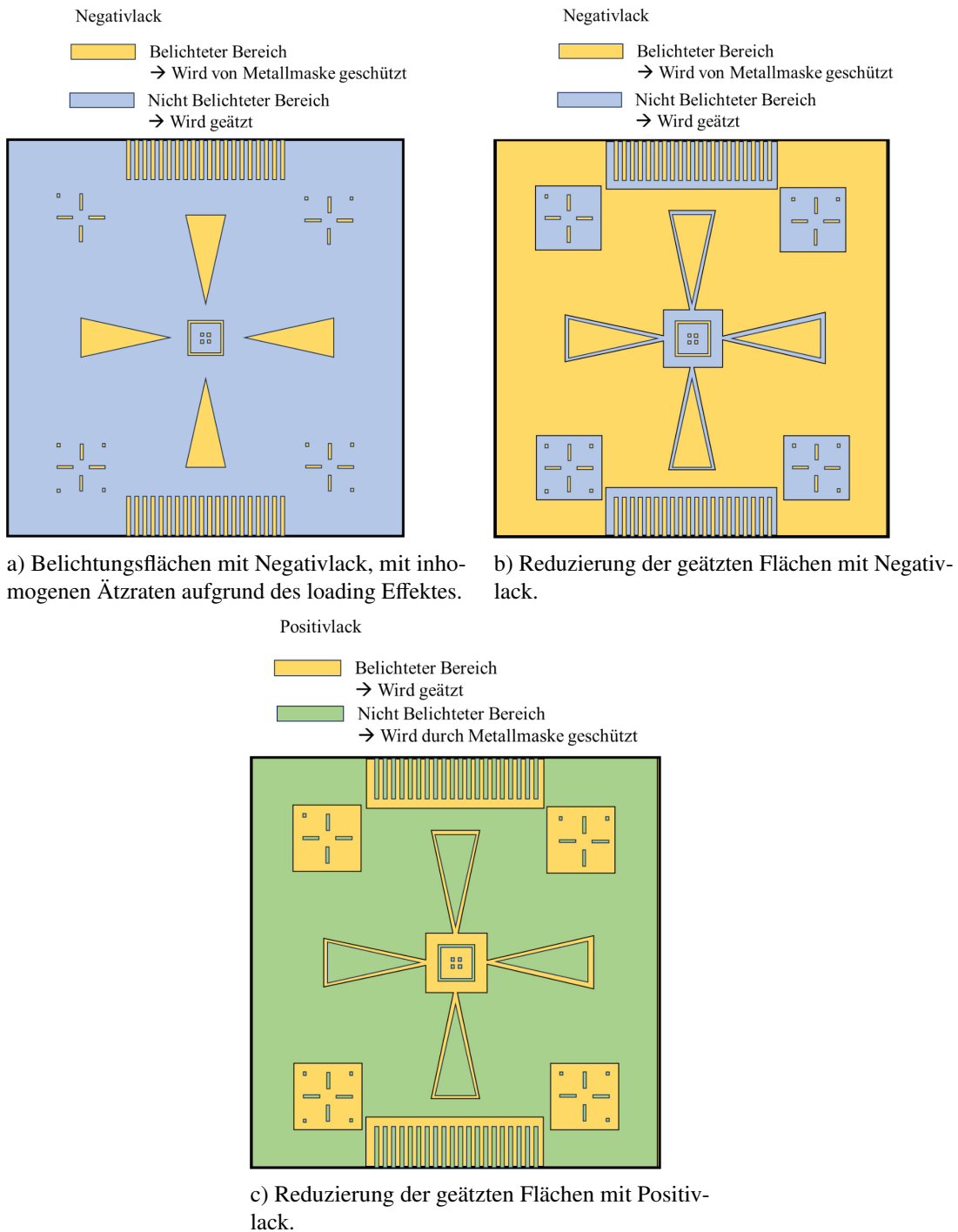
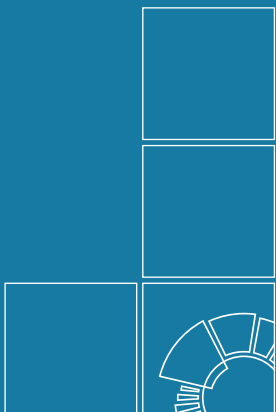


Abbildung A.9: Möglichkeiten zur Reduzierung des loading Effektes.



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21

Telefax: (05 31) 592-92 92

www.ptb.de