

Weiterentwicklungen und neue Möglichkeiten der Ellipso-Höhentopometrie EHT

Klaus Leonhardt

[mailto: klaus.e.leonhardt@t-online.de](mailto:klaus.e.leonhardt@t-online.de)

Für die Ellipso-Höhentopometrie werden neue Messobjekte mit weiterentwickelten Messmethoden vorgestellt. Eine metallografisch polierte und geätzte Aluminiumlegierung mit ihren Überschichtungen und ihrem Materialaufbau. Dann eine extrem raue Elektrode einer Lithium-Ionen-Batterie, die sich aus Nanokristalliten unterschiedlicher anisotroper Orientierung zusammensetzt.

1 Einführung

Die Ellipso-Höhentopometrie [1, 2, 4, ..., 8] misst Topografien der Oberflächenerhebungen, der Rauheit und der Mikroform $H(x,y)$ wie in der konventionellen Topografie, aber darüber hinaus auch noch ellipsometrische Größen $\Psi(x,y)$ und $\Delta(x,y)$ mit hoher Ortsauflösung.

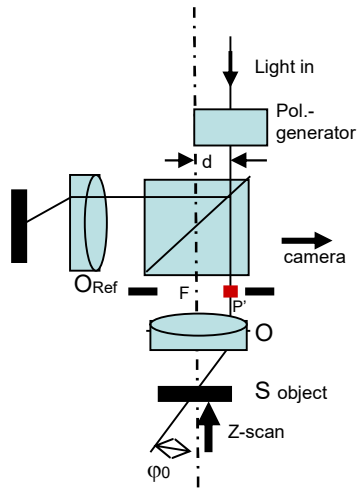


Fig. 1 Prinzip der Ellipso-Höhentopometrie

Dazu wird in einem stark modifizierten Linnik-Interferometer, Fig. 1, das Bild einer Eintrittspupille seitlich versetzt um d als P' in die hintere Brennebene F des hochaperturigen Mikroskopobjektives O projiziert und so ein Schrägeinfallswinkel ϕ_0 auf dem Objekt S erzeugt. Dadurch werden die ellipsometrischen Messungen und eine sehr effektive Einengung der Einhüllenden des Z-Scans möglich [5]. Für isotrope Objekte werden mindestens zwei Z-Scans - einer mit p-Polarisation und mit s-Polarisation - aufgenommen. [5,6] Der Quotient $V = I_{\text{Term}3p} / I_{\text{Term}3s}$ der Fouriertransformierten der Intensität bei der zentralen Fourierfrequenz führt für jedes Pixel x,y zu $\rho(x,y) = \tan(\Psi(x,y)) \exp\{i\Delta(x,y)\}$, dem ellipsometrischen Verhältnis [3]. Damit wird eine lokale Materialerkennung möglich. Durch numerische Inversion der Schichtgleichungen oder durch KQ-Methoden werden die Schichtdicken berechnet [5,6,7].

2. Al-Si-Cu-Legierung metallografisch poliert und geätzt. Links oben in Fig. 2 die 3-D-Topografie mit überlagerter Helligkeit. Darunter die Höhentopographie grauwertcodiert in nm. Rechts die gemessenen ellipsometrischen Winkel $\Delta(x,y)$ und $\Psi(x,y)$ auf demselben Pixelraster.

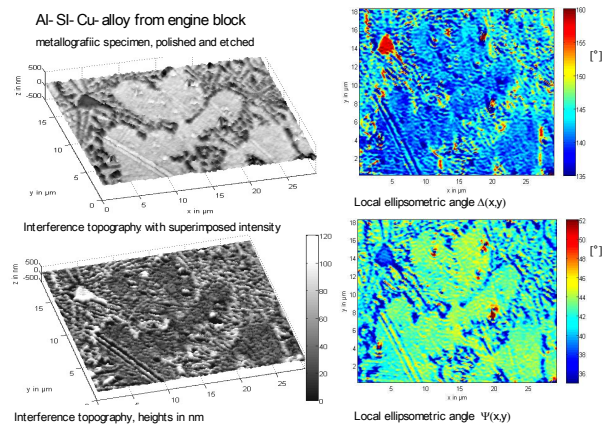


Fig. 2 Al-Legierung metallografisch poliert und geätzt.

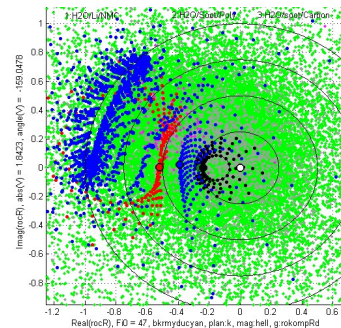


Fig. 3 Segmentation der verschiedenen Materialdomänen im ρ -Diagramm.

In Fig. 3 erkennt man die Wolke der gestreuten Messpunkte und für jede Materialdomäne die theoretisch berechneten Kurvenscharen des Materialaufbaus: blau für H_2O über Oxide über Aluminium, schwarz für H_2O über Oxide über Silizium, rot für H_2O über Oxide über Al-Legierung, braun für H_2O über Oxide über Kupfer und blau für H_2O über Oxide über Eisen.

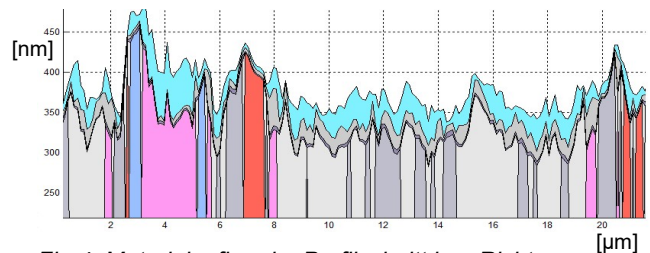


Fig.4 Materialaufbau im Profilschnitt in x-Richtung durch den großen Si-Kristall rechts oben in Fig. 2

In Fig. 4 erkennt man die Grundmaterialien der Materialdomänen: Aluminium hellgrau, Legierung dunkelgrau, Silizium violett, Kupfer rot und Eisen blau. Als oberste Schicht ergibt sich immer Wasser, blau, adsorbiert aus der Luft, darunter die Oxidschichten. Gut erkennbar ist wieder der große Siliziumkristallit an der Stelle $x=4\mu\text{m}$, flankiert von zwei Eisenkristalliten.

3. Oberfläche der Elektrode einer Lithium-Ionen-Batterie. Fig. 5 zeigt extrem raue und zackige Graphitknollen einer Anode.

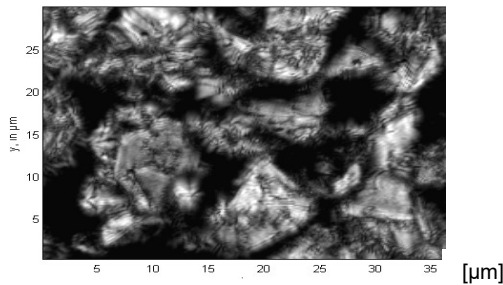


Fig.5 Elektrode einer Lithium-Ionen-Batterie.

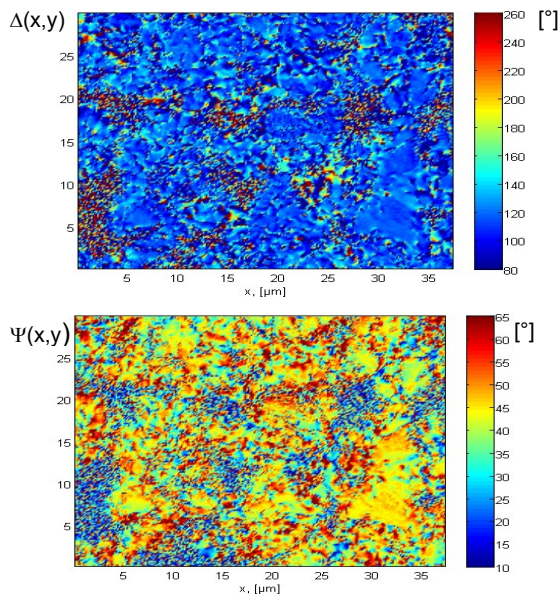


Fig. 6 Gemessene lokale ellipsometrische Winkel

Graphit ist anisotrop. Zur Segmentation setzen wir daher Graphitdomänen mit unterschiedlicher Orientierung des Ellipsoids der Wellennormalen an.

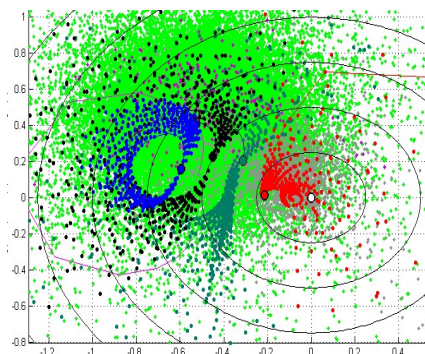


Fig.7 Segmentation im komplexen ρ -Diagramm

Für die blauen Kurvenschar die theoretischen Modellkurven der Orientierung entsprechend \mathbf{o} (ordentlich), für die dunkelgrüne Kurvenschar \mathbf{eo} (außerordentlich) und

für Zwischenwerte die schwarze Kurvenschar jeweils mit den entsprechenden Brechzahlen aus der Literatur. Außerdem die rote Schar für das Bindermaterial.

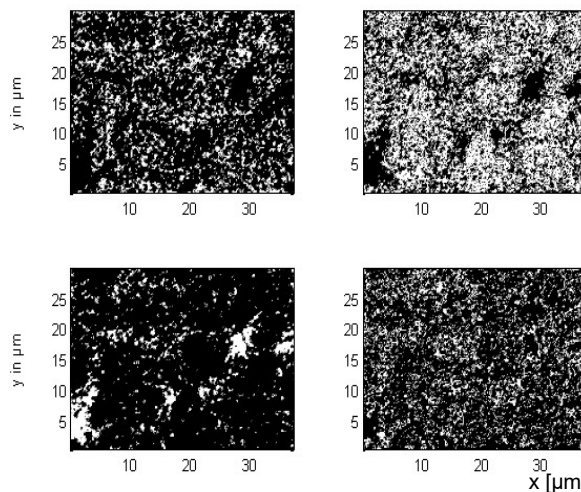


Fig. 8 Materialverteilung im Objektfeld

Das Ergebnis der Segmentation ist in den Materialkarten der Fig. 8 zu sehen. Links oben Graphit mit Orientierung \mathbf{o} , daneben Graphit mit Orientierung entsprechend der Zwischenstellung und darunter für Orientierung \mathbf{eo} . Links unten die interessante Verteilung des Binders.

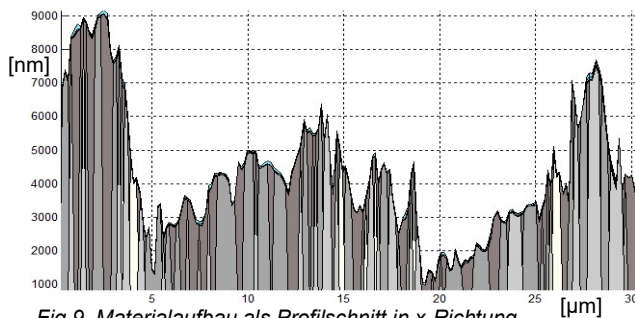


Fig.9 Materialaufbau als Profilschnitt in x-Richtung

Fig. 9 zeigt, dass die groben Knollen aus Fig. 5 aus unzähligen Nanokristalliten unterschiedlicher Kristallorientierungen zusammengesetzt sind: dunkelgrau Achsorientierung \mathbf{o} , grau Zwischenstellung, hellgrau Orientierung \mathbf{eo} , Binder weiß.

Literatur

- [1] Leonhardt et al. Micro-Ellipso-Height Profilometrie, Optics Communications 80 Nr.3,1981.
- [2] K. Leonhardt et al. Topometrie for locally changing Materials, Optics Letters 293 (1989) 1772-1774.
- [3] R.M.A. Azzam and N.M. Bashara, Ellipsometry and polarized Light, North Holland, Amsterdam, 1977.
- [4] K. Leonhardt et al. Optical topometry of surfaces with locally changing materials J. Mod. Optics 46 Nr.1 (1999).
- [5] K. Leonhardt et al. Interferometry for Ellipso-Height Topometry part 1, OPTIK 113 Nr,12 (2003) 513-519.
- [6] K. Leonhardt et al. Interferometry for Ellipso-Height Topometry part 2. OPTIK 121 Nr. 10 (2010) 623-632.
- [7] K. Leonhardt et al. Interferometry for Ellipso-Height Topometry part 3, PTIK 125Nr. 10 (2014) 5286-5294.
- [8] K. Leonhardt und U. Breitmeier, Ellipso- Höhentopometrie, TM Technisches Messen, (2018) 53-61.