

# Nanoskopische 3D-Bildgebung mit laserbasiertem extrem ultraviolettem Licht

Silvio Fuchs<sup>\*1,2,3</sup>, Johann J. Abel<sup>2,3</sup>, Felix Wiesner<sup>2,3</sup>, Martin Wünsche<sup>2,3</sup>,  
Julius Reinhard<sup>2,3</sup>, and Gerhard G. Paulus<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup>Institut für Optik und Quantenelektronik, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Jena, Deutschland

<sup>3</sup>Helmholtz-Institut Jena, Jena, Deutschland

*Die Kohärenztomographie im extremen Ultraviolettbereich (XCT) ist eine neue Methode zur 3D-Vermessung von Nanostrukturen mit Nanometer-Auflösung. Sie verwendet das interferometrische Prinzip der optischen Kohärenztomographie (OCT) um mittels Fourier-Transformation Strukturinformationen zu extrahieren. Ein speziell entwickelter Phasenrekonstruktionsalgorithmus (PR-XCT) ermöglicht artefaktfreie XCT. Experimentell wurden axiale Auflösungen von 24 nm erreicht, laterale Auflösungen von etwa 23  $\mu\text{m}$  und hohe Materialempfindlichkeit. Der PR-XCT-Algorithmus erlaubt quantitative Informationen und markierungsfreie Identifizierung vergrabener Strukturen im Nanometerbereich. Optimierung der Modellparameter ermöglicht zusätzliche Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken.*

*Coherence tomography in the extreme ultraviolet (XCT) range is a new method for 3D measurement of nanostructures with nanoscale resolution. It uses the interferometric principle of optical coherence tomography (OCT) to extract structural information by Fourier transform. A specially developed phase reconstruction algorithm (PR-XCT) enables artifact-free XCT. Axial resolutions of 24 nm, lateral resolutions of about 23  $\mu\text{m}$ , and high material sensitivity have been experimentally demonstrated. The PR-XCT algorithm allows quantitative information and label-free identification of buried structures in the nanometer range. Optimization of model parameters provides additional insight into surface roughness and layer thicknesses.*

## 1. Einleitung

Die Kohärenztomographie im extrem ultravioletten Spektralbereich (XUV) - auch XCT genannt - ist eine Abwandlung der optischen Kohärenztomographie (OCT) [1] für den XUV-Spektralbereich. Bei der OCT wird die Strukturinformation in axialer Richtung nicht direkt abgebildet, sondern durch die interferometrische Überlagerung des von der Probe zurückgestreuten Lichts mit einer Referenzwelle rekonstruiert. Infolgedessen hängt die axiale Auflösung nur von der Kohärenzlänge  $l_c = \lambda_0^2 / \Delta\lambda$  (mit  $\lambda_0$  der zentralen Wellenlänge und  $\Delta\lambda$  der spektralen Bandbreite) der Lichtquelle und nicht von den geometrischen Eigenschaften der Strahlung ab. OCT mit breitbandigen sichtbaren und nahinfraroten Lichtquellen erreicht in der Regel axiale (Tiefen-)Auflösungen in der Größenordnung von einigen Mikrometern. Durch Verringerung der zentralen Wellenlänge in den XUV-Spektralbereich kann eine axiale Auflösung im Nanobereich erreicht werden. Darüber hinaus ist diese hohe axiale Auflösung unabhängig von den Fokussierungsbedingungen, was im XUV, wo die Fokussierung mit hoher NA bekanntermaßen schwierig und teuer ist, ein großer Vorteil ist. Die XCT ist am leistungsfähigsten, wenn sie in den spektralen Transmissionsfenstern der Probenmaterialien eingesetzt wird. Das Transmissionsfenster von Silizium (30- 99 eV) entspricht beispielsweise einer Kohärenzlänge von etwa 12 nm, was Anwendungen für die Halbleiterprüfung nahelegt.

## 2. Prinzip

Für OCT sind normalerweise breitbandige Strahlteiler notwendig, um das interferometrische Prinzip der Messung zu ermöglichen. Im XUV-Bereich ist dies jedoch äußerst kompliziert und teuer. Deshalb wird bei der XCT eine Variante des Fourier-Domain-OCT-Schemas verwendet, bei der Strahlteiler vollständig vermieden werden. Bei der XCT dient die Oberflächenreflexion der Probe als Referenzwelle [2]. Dieses Schema führt zu einem robusten und intrinsisch stabilen Versuchsaufbau, bei dem breitbandige XUV-Strahlung ohne weitere Aufspaltung direkt auf die Probe fokussiert wird. Der reflektierte Strahl, d. h. die Überlagerung aller rückgestreuten Teilwellen aus jeder Schicht der Probe, wird mit einem XUV-Spektrometer spektral analysiert [6] (siehe auch Abb. 1).

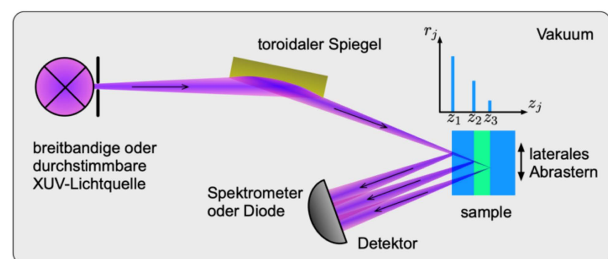


Abbildung 1: Prinzip der XCT. Das Licht der breitbandigen EUV-Quelle wird mit einem toroidalen Spiegel auf die eigentliche Probe fokussiert. Mit einem Spektrometer werden die spektralen Modulationen analysiert und die Tiefenstruktur durch Fourier-Transformation rekonstruiert.

Die Strukturinformation ist in den spektralen Modulationen kodiert und kann so über eine Fourier-Transformation extrahiert werden. Die laterale Auflösung wird durch konventionelle Abbildung und Abtastung der Probe erreicht. Der vereinfachte Aufbau ohne eine eindeutige Referenzwelle hat jedoch einen charakteristischen Nachteil: Die Rekonstruktion liefert nur die Autokorrelation der Tiefenstruktur der Probe und nicht die tatsächliche Struktur, da die Phaseninformation verloren geht. Eine Möglichkeit zur Lösung dieses Problems ist die digitale Rückgewinnung der unbekanntenen Phase. Das zugrundeliegende eindimensionale Phasenrekonstruktionsproblem ist, im Gegensatz zu seinem zweidimensionalen Gegenstück, z. B. bei der kohärenten Beugungsbildgebung, notorisch instabil. Wir haben jedoch erfolgreich einen stabilen eindimensionalen Phasenrekonstruktionsalgorithmus (PR-XCT) entwickelt, der die tatsächliche Probenstruktur aus ihrer Autokorrelation gewinnt und eine artefaktfreie XCT ermöglicht [4].

### 3. Messergebnisse

Die XCT wurde mit breitbandiger XUV-Strahlung aus einer lasergestützten Hohen Harmonischen-Quelle (HHG) durchgeführt, die speziell für die Anforderungen der XCT hinsichtlich spektraler Bandbreite und Ebenheit entwickelt wurde [5]. XCT-Scans [4] von zwei nanometerdünnen, lateral strukturierten, in Silizium eingebetteten Goldschichten sind in Abbildung 2 dargestellt.

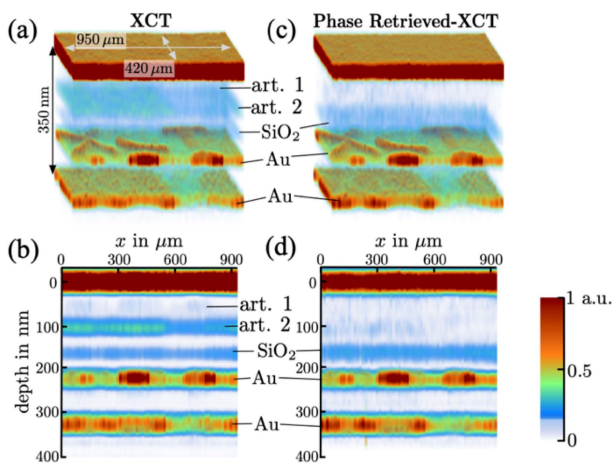


Abbildung 2: XCT-Tomogramm zweier vergrabener Goldschichten in Silizium. Teil (a) und (b) zeigen das XCT Tomogramm in 3D und in Schnittansicht nach direkter Fouriertransformation. Artefakte sind deutlich zu erkennen. Erst mit dem eindimensionalen Phasenrekonstruktionsalgorithmus können die Artefakte beseitigt werden (c) und (d) [4].

Es konnte eine axiale Auflösung von 24 nm erreicht werden. Die laterale Auflösung war durch die Spotgröße des XUV-Fokus auf ca. 23 µm begrenzt. Mit Hilfe der Phasenrekonstruktion konnten alle Artefakte aus dem Tomogramm entfernt werden. Ein weiteres bemerkenswertes Ergebnis ist die hohe Materialempfindlichkeit der XCT. So wurde eine Siliziumdioxidschicht entdeckt, die während des Produktionsprozesses der Probe entstanden ist und nur wenige Nanometer dick ist. Diese Schicht

konnte mit einem Rasterelektronenmikroskop in einem dünnen Schnitt aus der Probe nicht erkannt werden, und auch in einem Transmissionselektronenmikroskop-Bild ist sie nur schwer zu erkennen.

Darüber hinaus ist der PR-XCT-Algorithmus in der Lage, quantitative Informationen über das Material im Inneren der Probe zu extrahieren. So ist eine markierungsfreie, elementspezifische Identifizierung von vergrabenen Strukturen mit einer Tiefenaufklärung im Nanometerbereich möglich. Durch algorithmische Optimierung der Modellparameter werden sogar Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken unterhalb der herkömmlichen XCT-Auflösung möglich [6,7].

Abbildung 3 zeigt das Ergebnis einer solchen Messung und Rekonstruktion. Das reflektierte modulierte Spektrum wurde wiederum mit einem modularen XUV-Spektrometer mit Reflexionsgitter vermessen. Abbildung 3(a) zeigt die Tiefenstruktur einer Probe, die aus einer dünnen Titanschicht und einer natürlich gewachsenen Siliziumoxidschicht besteht, die zwischen Siliziumabstandshaltern auf einem Titanoxidsubstrat vergraben ist. Dargestellt sind die Autokorrelation (blaue Linie) sowie die artefaktfreie Struktur (rote Linie) nach eindimensionaler Phasenrekonstruktion. Dieses phasenaufgelöste Signal wurde verwendet, um zusätzlich zur Tiefenstruktur die Reflektivitäten der einzelnen Schichten zu erhalten. Die gemessenen Reflektivitäten wurden mit einem auf dem Matrixformalismus basierenden Modell für die Reflektivität von Mehrschichtgrenzflächen verglichen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3(b)-(e) dargestellt.

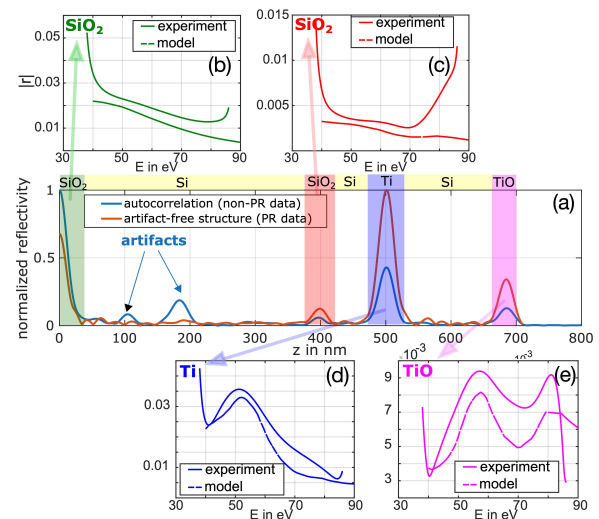


Abbildung 3: Experimentelle materialaufgelöste XCT-Ergebnisse: (a) Die Fourier-Transformation des gemessenen Intensitätsspektrums (blau) enthält Autokorrelationsartefakte. Die artefaktfreie Struktur (rot) wird durch Phasenrekonstruktion gewonnen. Die Peak-Amplituden enthalten nun die Information über die Reflektivitäten der einzelnen Schichten. (b)-(e) Das effektive Reflexionsvermögen einzelner Schichten wird durch eine Fourier-Transformation des entsprechenden Tiefenbereichs ermittelt. Das spektrale Verhalten ermöglicht die Identifizierung von z. B. Titan. [6]

Die Energieabhängigkeit des Reflexionsvermögens von Titan im betrachteten Spektralfenster wird durch die M-Kante des Titans bestimmt. Dieses Verhalten wird im Experiment deutlich reproduziert und ermöglicht die Unterscheidung von Titan im Vergleich zu anderen Materialien mit ähnlichem mittleren Reflexionsvermögen im Silizium-Transmissionsfenster. Aufgrund von Leistungsschwankungen des treibenden Lasers gibt es einen kleinen konstanten Offset im absoluten Reflexionsvermögen. Da die Materialinformationen jedoch eher im Gradienten als im absoluten Offset kodiert sind, ist eine label-freie, elementspezifische Identifizierung vergrabener Strukturen mit einer Tiefenauflösung im Nanometerbereich möglich. Durch algorithmische Optimierung der Modellparameter werden sogar Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken unterhalb der herkömmlichen XCT-Auflösung möglich.

XCT kann sehr hohe Sensitivitäten erreichen. Um dies zu demonstrieren, wurden verschiedene Graphenschichten untersucht, die in einer Si-Matrix eingebettet sind. Es wurden verschiedene Proben charakterisiert, die aus unterschiedlichen Mengen an Graphen bestehen, das unter 200 nm dicken Deckschichten aus amorphem Silizium vergraben ist [7]. Um Flächen von 25 mm<sup>2</sup> zu untersuchen, wurde eine laterale Schrittweite von 250 µm gewählt. Die Tiefenauflösung beträgt etwa  $\Delta z = 27$  nm. 3D-Tomografiebilder (Abb. 4b)) zeigen, dass die Reflektivität in dem Bereich, in dem die Graphenschicht abgetrennt wurde, erhöht ist.

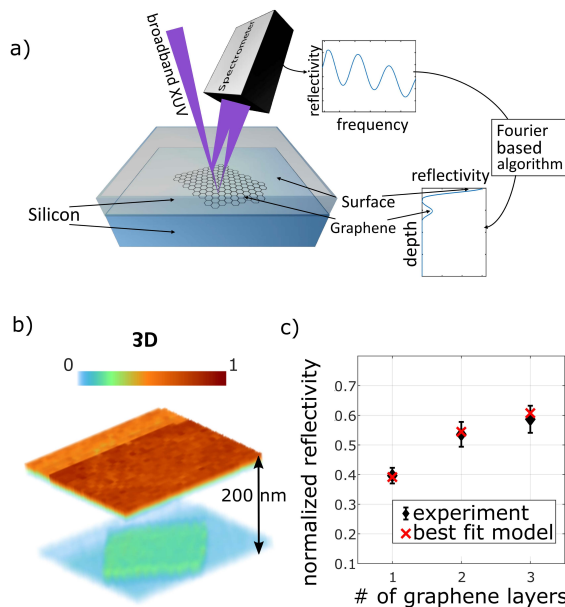


Abbildung 4: Messung von eingebettetem Graphen mittels XUV-Kohärenztomographie: a) Breitband-XUV wird auf eine Probe fokussiert, die aus in Silizium verkapseltem Graphen besteht. Die Interferenz der Reflexionen in unterschiedlichen Tiefen moduliert das reflektierte Spektrum. Durch einen Fourier-basierten Rekonstruktionsalgorithmus kann die Probenstruktur ermittelt werden. b) Tomogramm einer Graphen-Monoschicht unter einer 200-nm-Deckschicht. c) Gemittelte normalisierte Reflektivitäten für drei Proben mit einer Monoschicht, einer Doppelschicht und einer Dreifachschicht aus Graphen im

Vergleich zu einem Modell, das Grenzflächenrauigkeit und native Oxidation berücksichtigt [7].

Ein schwaches Hintergrundsignal einer nativen Oxidschicht unter dem Graphen ist ebenfalls sichtbar. Die XCT kann zwischen Mono-, Doppel- und Dreifachschichten von Graphen unterscheiden, indem sie ein Reflexionsvermögen misst, das mit der Anzahl der Schichten zunimmt (Abb. 4c)). Neben der Anzahl der Graphenschichten wird das Reflexionsvermögen stark von der Rauheit und der Bildung von nativen Oxiden an den Grenzflächen beeinflusst. Wir konnten zeigen, dass durch die Einbeziehung dieser Effekte in ein parametrisiertes Modell die experimentell ermittelten Reflektivitäten reproduziert werden können. Infolgedessen können sogar die Rauigkeiten und Oxiddicken quantifiziert werden. Die Anwendung von XCT zur Charakterisierung von 2D-Materialien ist nicht auf in Silizium eingebettetes Graphen beschränkt. Es kann eine breite Palette von Funktionsschichten und Einbettungsmaterialien abgebildet werden. Wir gehen davon aus, dass die XCT als wichtiges Instrument für die Qualitätskontrolle nanoelektronischer Bauelemente und als Methode zur Untersuchung der Physik solcher Bauelemente weiterentwickelt werden kann.

Die vorgestellten Experimente zeigen eindrucksvoll, dass XCT in vielen Bereichen der Nanobildgebung und Diagnostik vielfältiges Anwendungspotential besitzt. In Zukunft soll die spektrale Auflösung noch weiter gesteigert werden, um noch kleinere Änderungen an Schichtparametern detektieren zu können. Außerdem soll die intrinsische Zeitauflösung der HHG-Quellen ausgenutzt werden, um auch dynamische Effekte mit XCT abzubilden. Außerdem soll durch Kombination mit anderen Bildgebungsmethoden die laterale Auflösung von XCT, die bisher auf den Mikrometerbereich beschränkt ist, weiter verbessert werden, sodass auch dreidimensionale nanoskopische Tomogramme aufgenommen werden können.

## Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung; Bundesministerium für Bildung und Forschung (VIP "X-Coherent"); Thüringer Aufbaubank (2018FGR008, 2015FGR0094); Deutsche Forschungsgemeinschaft (PA 730/9-1).

FW ist Mitglied der Max Planck School of Photonics unterstützt durch das BMBF, der Max Planck Society, und der Fraunhofer Society.

## Kontaktinformationen

Laserinstitut Hochschule Mittweida

Technikumplatz 17, 09648 Mittweida

Prof. Dr. Silvio Fuchs

silvio.fuchs@hs-mittweida.de

## Literaturverzeichnis

- [1] Huang, D., Swanson, E., Lin, C., Schuman, J., Stinson, W., Chang, W., Hee, M., Flotte, T., Gregory, K., Puliafito, C., and Fujimoto, J. G. (1991): *Optical coherence tomography*, Science, 254, p. 1178-1181.
- [2] Fuchs, S., Blinne, A., Rödel, C., Zastra, U., Hilbert, V., Wünsche, M., Bierbach, J., Frumker, E., Förster, E. and Paulus, G. G. (2012): *Optical coherence tomography using broad-bandwidth XUV and soft X-ray radiation*, Appl. Phys. B, vol. 106, p. 789-795.
- [3] Fuchs, S., Rödel, C., Blinne, A., Zastra, U., Wünsche, M., Hilbert, V., Glaser, L., Viefhaus, J., Frumker, E., Corkum, P., Förster, E. and Paulus, G. G. (2016): *Nanometer resolution optical coherence tomography using broad bandwidth XUV and soft x-ray radiation*, Sci. Rep., vol. 6, p. 20658.
- [4] Fuchs, S., Wünsche, M., Nathanael, J., Abel, J. J., Rödel, C., Biedermann, J., Reinhard, J., Hübner, U. and Paulus, G. G. (2017): *Optical coherence tomography with nanoscale axial resolution using a laser-driven high-harmonic source*, Optica, vol. 4, p. 903.
- [5] Wünsche, M., Fuchs, S., Aull, S., Nathanael, J., Möller, M., Rödel, C. and Paulus, G. G. (2017): *Quasi-supercontinuum source in the extreme ultraviolet using multiple frequency combs from high-harmonic generation*, Opt. Express, vol. 25, p. 6936.
- [6] Wiesner, F., Wünsche, M., Reinhard, J., Abel, J. J., Nathanael, J., Skruszewicz, S., Rödel, C., Yulin, S., Gawlik, A., Schmidl, G., Hübner, U., Plentz, J., Paulus, G. G., & Fuchs, S. (2021): *Material-specific imaging of nanolayers using extreme ultraviolet coherence tomography*. Optica, vol. 8(2), p. 230.
- [7] Wiesner, F., Skruszewicz, S., Rödel, C., Abel, J. J., Reinhard, J., Wünsche, M., Nathanael, J., Grünewald, M., Hübner, U., Paulus, G. G., & Fuchs, S. (2022): *Characterization of encapsulated graphene layers using extreme ultraviolet coherence tomography*. Opt. Express, vol. 30, p. 32267.