

**WESTFÄLISCHE
WILHELMS-UNIVERSITÄT
MÜNSTER**

Aufbau eines Ablationslasersystems für die kondensierte Kryptonkonversionselektronenquelle des KATRIN-Experiments

Set up of an ablation laser system for the Krypton conversion electron
source of the KATRIN experiment

Bachelorarbeit

von
Michael Murra

Themensteller: Prof. Dr. Christian Weinheimer
Zweitgutachter: Dr. Volker Hannen
Westfälische-Wilhelms-Universität Münster
Institut für Kernphysik
AG Prof. Dr. C. Weinheimer

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
1.1	Das KATRIN-Experiment	5
1.2	Die kondensierte Kryptonkalibrationsquelle	6
1.3	Motivation der Arbeit	7
2	Theoretische Grundlagen	9
2.1	Laser	9
2.1.1	Pumpe	9
2.1.2	LasermEDIUM	9
2.1.3	Resonator	10
2.1.4	Q-Switch	10
2.2	Graphit	12
2.3	Ablation	13
2.4	Ellipsometrie	13
3	Laserschutz	17
3.1	Außenbereich	17
3.2	Innenbereich	18
3.3	Schutzbrillen	19
4	Aufbau	21
4.1	Nd:YAG Laser	21
4.2	Glan Laser Polarizer	22
4.3	Spiegelsystem	24
4.4	Graphitsubstrat	26
5	Durchführung und Auswertung	27
5.1	In Betriebnahme des Lasers und erste Tests	27
5.2	Bestimmung der Leistung	30
5.3	Rasterung	37
5.4	Ablation bei verschiedenen Leistungen	38
5.4.1	Ablation bei 306° mit 41 mW/cm ²	39
5.4.2	Ablation bei 304° mit 69 mW/cm ²	41
5.4.3	Ablation bei 303° mit 84 mW/cm ²	43
5.4.4	Ablation bei 302° mit 101 mW/cm ²	44
5.4.5	Ablation bei 300° mit 139 mW/cm ²	45

5.4.6	Ablation bei 295° mit 260 mW/cm ²	47
5.4.7	Ablation bei 286° mit 556,13 mW/cm ²	48
5.5	Heizen vs. Ablation	50
5.6	Künstliche Verunreinigung	50
6	Zusammenfassung und Ausblick	53
6.1	Zusammenfassung	53
6.2	Ausblick	53
7	Anhang	55

1 Einleitung

1.1 Das KATRIN-Experiment

Zahlreiche Versuche mit atmosphärischen, solaren, Beschleuniger- und Reaktor-neutrinos haben gezeigt, dass Neutrinos einer Sorte in eine andere oszillieren können. Daher können Neutrinos, wie früher angenommen, nicht masselos sein.

Ziel des KARlsruhe TRItium Neutrinoexperiments KATRIN ist es durch Vermessung des β -Endspektrums von Tritium die Neutrinomasse direkt zu bestimmen.

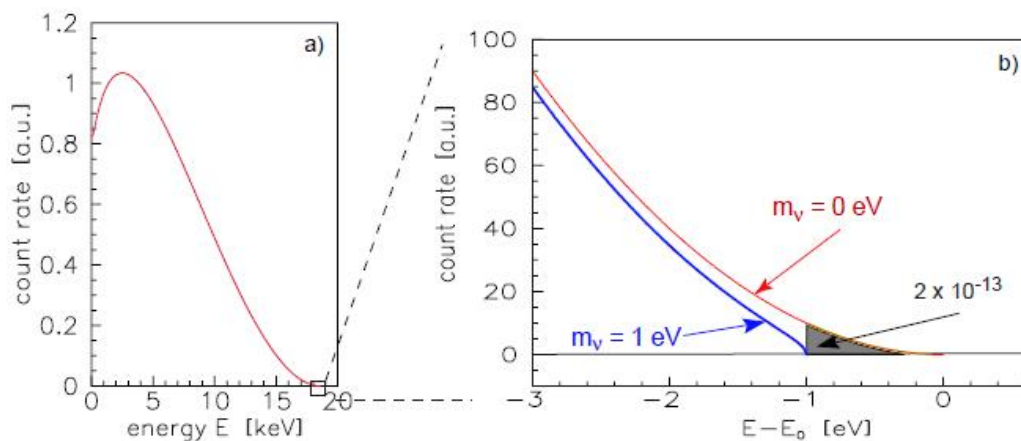


Abbildung 1.1: **Energiespektrum der Zerfallselektronen:** Dargestellt ist die Zählrate als Funktion der kinetischen Energie der Zerfallselektronen aus dem β -Spektrum des Tritiumzerfalls. Links ist das vollständige Spektrum zu sehen, rechts der Endpunktsbereich beginnend bei -3 eV relativ zum Endpunkt des Spektrums. Die rote Kurve beschreibt das Spektrum für ein masseloses Neutrino. Die blaue Kurve für die Masse von 1 eV. Insgesamt fallen in diesen Bereich nur $2 \cdot 10^{-13}$ Elektronen der Gesamtanzahl der beim Zerfall emittierten Elektronen. (Abbildung aus [KAT04])

Beim β -Zerfall des radioaktiven Tritiums wird ein Neutron in ein Proton umgewandelt, wobei ein Elektron und ein Elektron-Antineutrino emittiert werden, auf die die Zerfallsenergie von 18,6 keV aufgeteilt wird.

Die Elektronen im Endpunktsbereich des Spektrums besitzen die maximale kinetische Energie,

sodass die Differenz zur gesamten Zerfallsenergie die Ruhemasse des Neutrinos beschreibt. Das KATRIN-Experiment besteht aus folgenden Hauptkomponenten: der Windowless Gaseous Tritium Source (ab hier: WGTS), der Differential Pumping Section (ab hier: DPS), der Cryogenic Pumping Section (ab hier: CPS), dem Vor- und Hauptspektrometer und dem Detektor.

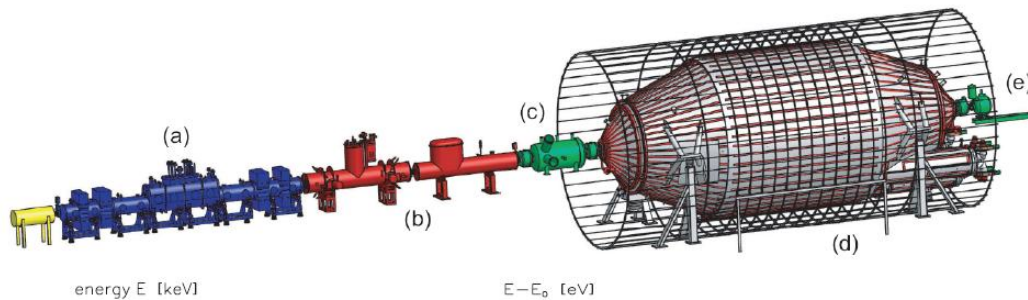


Abbildung 1.2: **Schematischer Aufbau des KATRIN-Experiments:** Zu sehen sind die WGTS (a), die DPS und CPS (b), das Vor- (c) und Hauptspektrometer (d), sowie der Detektor (e). Insgesamt hat das Experiment eine Länge von etwa 70m. (Abbildung aus [Ost09])

Die WGTS bildet die Tritiumquelle, in der das Tritium zerfällt und Elektronen frei werden. Diese werden über Magnetfelder auf eine Bahn gelenkt. Durch die DPS und CPS werden alle anderen entstandenen Teilchen außer den Elektronen aus dem Teilchenstrahl durch differentielles bzw. kryogenes Pumpen entfernt.

Da nur die Elektronen mit maximaler kinetischer Energie für den Versuch von Bedeutung sind, werden niederenergetische Elektronen durch das Vor- und Hauptspektrometer herausgefiltert. Dabei wirken beide nach dem Prinzip des MAC-E-Filters (Magnetic Adiabatic Collimation with Electrostatic Filter). Die adiabatisch geführten Elektronen vollziehen im Spektrometer eine Zyklotronbewegung um die einzelnen Magnetfeldlinien. Dabei wird die transversale Energie der Elektronen langsam in longitudinale Energie, welche parallel zu den Feldlinien des Magnetfeldes steht, umgewandelt bis diese in der Mitte des Spektrometers ihr Maximum erreicht. Dort ist das Magnetfeld am geringsten. Durch Anlegen einer Retardierungsspannung an diesem Punkt wird ein Gegenfeld erzeugt, welches die niederenergetischen Elektronen zurückstößt und somit reflektiert. Nur die Elektronen mit maximaler Energie sind in der Lage dieses Gegenfeld zu überwinden.

Anschließend werden sie von einem Detektor gemessen.

1.2 Die kondensierte Kryptonkalibrationsquelle

Die Condensed Krypton Source (ab hier: CKrS) dient der Energiekalibrierung des KATRIN-Experiments über monoenergetische Konversionselektronen aus der Kernabregung von $^{83\text{m}}\text{Kr}$ in

den Grundzustand. Die Halbwertszeit des Isotops beträgt 1,83 h. Dies hat den Vorteil, dass nach relativ kurzer Zeit keine hohe Konzentration an Krypton mehr im Strahlengang und Spektrometer vorhanden ist, wodurch es zu keiner längeren Kontermation kommen kann. Die Konversionselektronen aus der K-32 Linie besitzen eine Energie von 17,8 keV, was der Energie aus dem Tritiumzerfall sehr nahe kommt. Damit ist es möglich, das Experiment zu kalibrieren.

Die Quelle wird am Ende der CPS installiert, direkt vor dem Vorspektrometer.

Insgesamt besteht der experimentelle Aufbau der CKrS aus drei Teilen: Gaseinlasssystem, Kryosystem mit Substratbereich und Optikaufbau zur Analyse und Reinigung des Substrats.

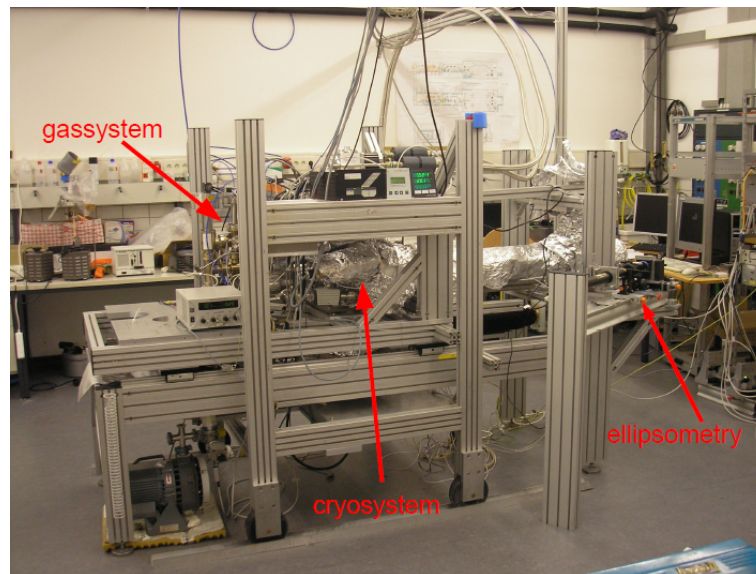


Abbildung 1.3: **Aufbau der CKrS:** Zu sehen sind die einzelnen Komponenten Gassystem, Kryosystem und Ellipsometrie. (Abbildung aus [Spi11])

$^{83\text{m}}\text{Kr}$ entsteht in einem Quellvolumen und wird in das Gassystem geleitet. Über eine $\sim 200\text{ K}$ kalte Kapillare gelangt das Gas zum Substrat, bestehend aus Highly Oriented Pyrolytic Graphite (ab hier: HOPG), welches durch einen Kaltfinger und einen Heizer auf $\sim 30\text{ K}$ gehalten wird. Dort adsorbiert das Krypton auf der Oberfläche des HOPG und zerfällt unter Emission von Konversionselektronen.

Dieser Teil wird später in den Flussschlauch gefahren, sodass die Elektronen auf die Magnetbahn gelangen können.

Durch Ellipsometrie lässt sich bestimmen, wie dick die aufgefrorene Schicht ist. Danach wird das Substrat durch Laserablation gereinigt.

1.3 Motivation der Arbeit

Ziel der Bachelorarbeit ist der Aufbau des Ablationslasersystems für die kondensierte Kryptonquelle des KATRIN-Experiments.

Dazu mussten zunächst gewisse Sicherheitsstandards für den Umgang mit leistungsstarken Lasern in einem Labor erfüllt werden.

Mit dem realisierten Aufbau wird dann die Ablation bei verschiedenen Leistungen am Substrat getestet. Es soll gezeigt werden, dass nicht nur das aufgefrorene Krypton, sondern auch verunreinigende Restgase, die ebenfalls auf das Substrat auffrieren, beseitigt werden können.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Laser

Das Wort Laser steht für die Abkürzung „Light Amplification by stimulated Emission of Radiation“.

Das Grundprinzip besteht darin, eine Besetzungsinversion, d.h. es befinden sich mehr Elektronen im angeregten Zustand als im Grundzustand, im Lasermedium zu erzeugen, wodurch es zur stimulierten Emission von Licht kommt.

Wichtig dabei ist, dass eine Besetzungsinversion nur geschaffen werden kann, falls die Elektronen über mindestens zwei Niveaus in den Grundzustand zurückkehren, man also mit dem Grundzustand zusammen einen Vorgang über drei Niveaus hat.

Ein Laser kann erst entstehen, sobald die stimulierte Emission der spontanen Emission überwiegt. Im Wesentlichen sind drei Bauteile nötig: Das Lasermedium, die Pumpe und ein Resonator. Für besonders kurze Pulse wird zusätzlich ein Q-Switch verwendet.

2.1.1 Pumpe

Es gibt zwei wesentliche Arten von Pumpen, die elektronische Pumpe und die optische Pumpe. Diese erzeugen eine Besetzungsinversion im Lasermedium, d.h. durch ständiges „Pumpen“, wie z.B. bei einer Blitzlampe, die pulsartig Photonen aussendet, werden ständig Elektronen vom Grundzustand in den angeregten Zustand gepumpt. Kommt es zur Emission und die Elektronen regen sich ab, so werden sie umgehend wieder angeregt, sodass die Besetzungsinversion aufrecht erhalten wird.

2.1.2 Lasermedium

Im Lasermedium, in diesem Versuch ein Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat-Kristall, werden die Photonen durch stimulierte Emission erzeugt, die später auch die Wellenlänge des Lasers charakterisieren. Dabei wird durch Pumpen eine Besetzungsinversion geschaffen, worauf eine stimulierte Emission folgt. Da die Emission immer über dieselben Energieniveaus erfolgt, haben alle erzeugten Photonen gleiche Energie und Wellenlänge.

Um einen funktionierenden Laser zu erhalten, muss der Strahl noch durch einen Resonator verstärkt werden.

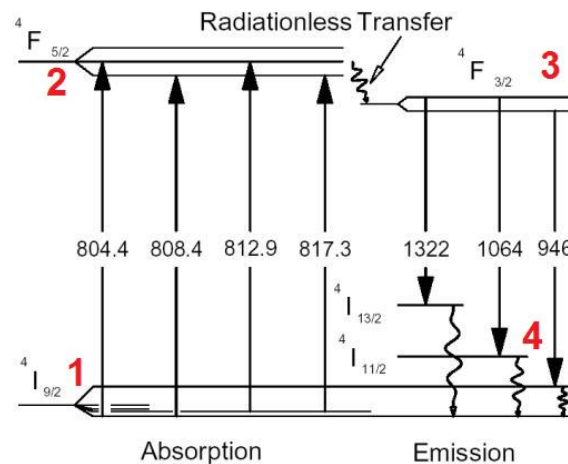


Abbildung 2.1: **Schematische Darstellung der Energieniveaus eines Nd:YAG-Lasers:** Abgebildet ist der Grundzustand (1). Von diesem wird in einen höheren Zustand gepumpt (2). Von diesem aus gehen die Elektronen strahlungslos in ein Übergangsniveau (3) über. Die charakteristische Wellenlänge von 1064 nm entsteht beim Übergang von Niveau (3) zu (4). Von dort gehen die Elektronen zurück in den Grundzustand. Insgesamt spricht man von einem Vier-Niveau-Laser. (Abbildung aus [Den10])

2.1.3 Resonator

Im einfachsten Fall bilden zwei planparallele Spiegel, die das Lasermedium umgeben, einen Resonator. Einer der Spiegel reflektiert zu 100 % und einer zu 99,9 % Strahlung. Der Strahl kann dann über letzteren Spiegel ausgekoppelt werden.

Werden Photonen aus dem Lasermedium emittiert, werden diese an den Spiegeln reflektiert und gehen zurück ins Medium. Da sie genau die Energie der Bandlücke besitzen, regen sie weitere Elektronen im Medium an, die wiederum neue Photonen erzeugen, sodass eine regelrechte Photonenlawine entsteht und somit der Laserstrahl durch diesen fortlaufenden Prozess verstärkt wird. Genügt die Photonenwellenlänge λ der Resonator-Bedingung $L = n \cdot \frac{\lambda}{2}$ (L =Resonatorlänge, n =natürliche Zahl), so entsteht eine stehende Welle, die sich durch konstruktive Interferenz verstärkt. Alle anderen entstehenden Wellenlängen werden durch destruktive Interferenz gelöscht.

Ist die Verstärkung groß genug, sodass die sogenannte Laserschwelle überschritten wird, kann der Strahl über den zweiten Spiegel aus dem System entkommen und es entsteht der Laserstrahl.

2.1.4 Q-Switch

Ein Q-Switch oder auch Güteschalter wird bei Pulslasern dazu verwendet, sehr scharfe und kurze Pulse (im Nanosekundenbereich) mit sehr hohen Intensitäten zu erzeugen.

Dabei werden künstlich die Resonatorverluste erhöht, um zu verhindern, dass die Laserschwelle erreicht wird, damit die im Lasermedium gespeicherte Energie maximal wird. Ist dies der Fall, so

wird die Güte schlagartig erhöht und es folgt ein exponentieller Anstieg der Photonenzahl, sodass ein sehr scharfer Puls mit maximaler Intensität erzeugt wird, während die Besetzungsinversion unter die Laserschwelle fällt.

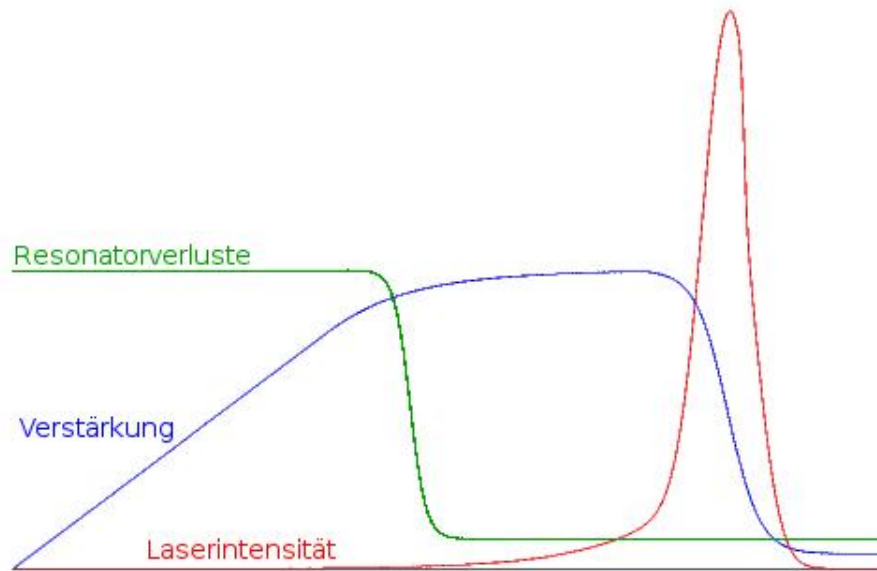


Abbildung 2.2: **Schematische Darstellung des zeitlichen Verlaufs beim Q-Switching eines Lasers:** Zunächst werden die Resonatorverluste künstlich hoch gehalten (grün). Ist die maximale Energie erreicht, erhöht sich die Güte und die Resonatorverluste werden schlagartig verringert. Es kommt zur Verstärkung (blau), sodass sich die Intensität des Strahls exponentiell erhöht und ein scharfer Puls entsteht (rot). (Abbildung aus [Wik07])

Man unterscheidet zwischen aktiven und passiven Güteschaltern.

Bei den aktiven Güteschaltern werden größtenteils elektro-optische Modulatoren, wie Pockelszelle oder Kerrzelle, oder akusto-optische Modulatoren verwendet. Da in dem Laser des Versuchsaufbaus eine Pockelszelle verwendet wird, wird nur eine solche an dieser Stelle erklärt.

Die Pockelszelle beruht auf dem Pockels-Effekt und besteht aus einem doppelbrechenden Kristall. Durch Elektroden ist es möglich, ein elektrisches Feld im Kristall zu erzeugen. Von der Variation dieses Feldes ist die doppelbrechende Wirkung des Kristalls abhängig, was der elektro-optische Pockels-Effekt beschreibt. Durch Anlegen verschiedener Spannungen an die Elektroden lässt sich die Phase des Laserstrahls modulieren, da dieser aus polarisiertem Licht besteht. Wird vor der Zelle ein Polarisationsfilter angebracht, so lässt er je nach Polarisation des Lichtes den Laserstrahl durch oder blockiert ihn. Über den doppelbrechenden Effekt der Pockelszelle lässt sich die Polarisationsrichtung des Laserstrahls ändern, d.h. ist der Güteschalter aus, so blockiert der Filter den Strahl, wird der Q-Switch betätigt, so ändert sich das elektrische Feld im Kristall, die Doppelbrechung setzt ein, die Polarisationsrichtung des Laserstrahls wird verändert und der

Filter lässt den Strahl passieren. Um ein schnelles Umschalten zu gewährleisten, müssen hohe Spannungen angeschlossen werden.

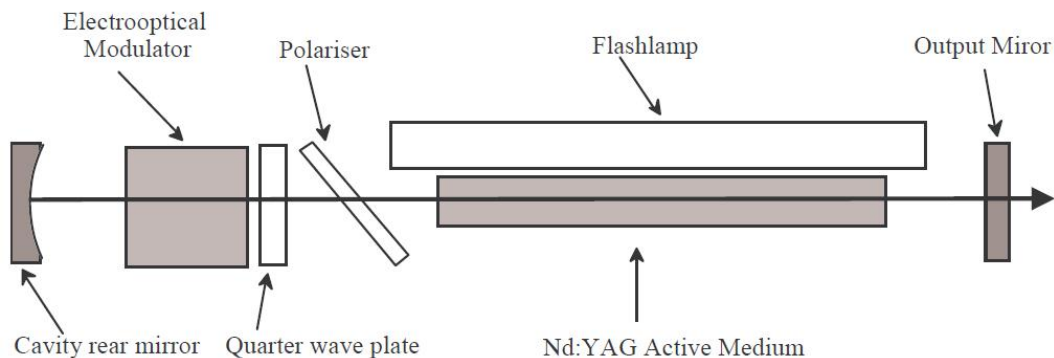


Abbildung 2.3: **Schematischer Aufbau des verwendeten Nd:YAG-Lasers:** Gepumpt wird mit einer Blitzlampe (Flashlamp). Als Lasermedium wird ein Nd:YAG Kristall verwendet. Der Resonator wird aus einem abgerundeten Spiegel (Cavity rear mirror) und einem planparallelen Spiegel (Output mirror) gebildet. Der Q-Switch besteht aus einer Pokelszelle (Electrooptical Modulator), einem λ -Viertel-Plättchen (Quarter wave plate) und einem Polarisator (Polariser). (Abbildung aus [Qual])

2.2 Graphit

Graphit ist eine der möglichen Erscheinungsformen von Kohlenstoff, bei der die Atome zu regelmäßigen Sechsecken in ebenen Schichten aufgebaut sind. Die einzelnen Schichten werden über Van-der-Waals Kräfte zwischen benachbarten Atomen zweier Schichten gebunden. Dies ist im Vergleich zur Bindung zwischen Atomen innerhalb einer Schicht schwach, sodass die Graphenebenen leicht voneinander zu trennen sind.

Die Achse, die senkrecht zu den Schichten steht, wird als c-Achse bezeichnet.

Für den Versuch wird eine spezielle Form des Graphit verwendet, das Highly Oriented Pyrolytic Graphite (HOPG). Es ist atomar flach und weist einen sehr geringen Mosaikwinkel von $0,4^\circ \pm 0,1^\circ$ [Jel07] auf, welcher die Verkipfung der einzelnen c-Achsen gegeneinander beschreibt.

Es handelt sich um einen uniaxialen Kristall, der optisch anisotrop ist.

Für die Wärmeleitfähigkeit bedeutet das, dass Wärmeenergie nicht senkrecht sondern oberflächlich am Substrat abgeleitet wird, sodass die innere Struktur des HOPG bei hoher Energiezufuhr nicht zerstört wird. Dabei liegt der Wärmeleitwert für die oberflächliche Wärmeleitung bei 1800 W/C° und für die senkrechte lediglich bei $8 - 10 \text{ W/C}^\circ$ [SPI11]. Dies macht man sich bei der Laserablation zu Nutze.

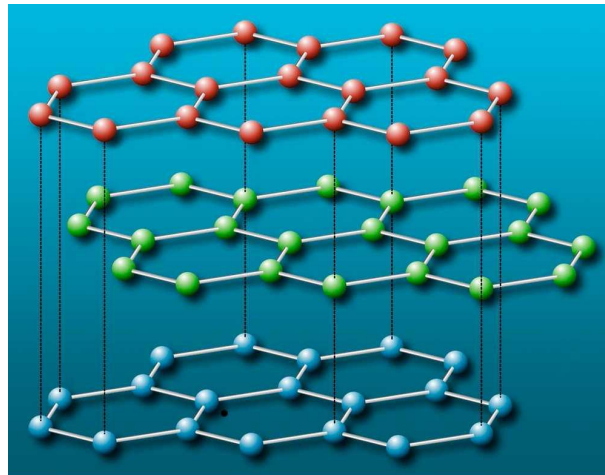


Abbildung 2.4: **Aufbau der HOPG Struktur:** Es sind die sechseckigen Graphenebenen erkennbar. Diese haben einen Abstand von $3,354 \text{ \AA}$ [Kur99]. Die senkrechten Achsen werden als c-Achsen bezeichnet. (Abbildung aus [Ost09])

2.3 Ablation

Ziel der Laserablation ist es, die Oberfläche eines Substrats zu reinigen, d.h. sie atomar glatt zu bekommen. Dabei werden Fremdatome, also Verunreinigungen, auf der Oberfläche durch einen sehr leistungsstarken Puls laser thermisch abgelöst und somit beseitigt. Durch die hohen Energien, die durch den Laser übertragen werden, beginnen die Fremdpartikel heftig zu schwingen bis sie schließlich von der Oberfläche gerissen werden.

Hierbei macht man sich die besondere Struktur des Graphit zu Nutze. Die in Wärme umgewandelte Energie des Lasers wird oberflächlich abgeleitet, sodass die innere Struktur des Substrats bei der Ablation nicht zerstört wird. Laut [Vol89] liegt die Zerstörschwelle bei über 25 mJ pro Puls der Länge 3 ns bei einer Spotgröße von 1 mm .

2.4 Ellipsometrie

Mit Hilfe der Ellipsometrie lässt sich die Schichtdicke bestimmen, die auf das Substrat aufgefroren wurde, bzw. nach der Ablation die Schichtdicke, die von dem Substrat entfernt wurde.

Das Prinzip der Ellipsometrie beruht darauf, dass senkrecht und parallel zur Einfallsebene polarisiertes Licht an einem Schichtsystem unterschiedlich reflektiert wird.

Dazu analysiert man nach der Interaktion mit dem Substrat, inwiefern sich der vorher definierte Polarisationszustand geändert hat.

Der Aufbau besteht im Allgemeinen aus einem monochromatischem Laser **L** als Lichtquelle, einer Anordnung von polarisierenden Komponenten **P**, welche den gewünschten Polarisationsgrad erzeugen, dem Substrat **S**, einem analysierenden Linearpolarisator **A**, der den transmittierten

Strahl analysiert, und einem Detektor **D**, der die ankommende Intensität misst.

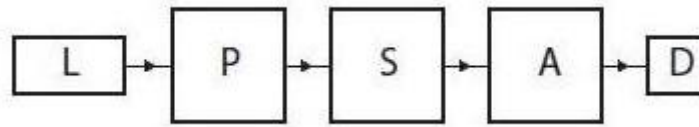


Abbildung 2.5: **Allgemeiner schematischer Aufbau der Ellipsometrie:** Der Laser **L** emittiert Licht. Durch polarisierende Komponenten **P** wird der Strahl in den gewünschten Polarisationszustand gebracht. Es kommt zur Interaktion mit dem Substrat **S**. Der Polarisationszustand des reflektierten Strahls wird mit Hilfe eines Analysators **A** analysiert. Ein Detektor **D** misst die ankommende Intensität. (Abbildung aus [Weg11])

Bei der verwendeten Ellipsometrie am aktuellen Aufbau der CKrS läuft der Laserstrahl aus einem Helium-Neon-Laser zunächst durch einen Linearpolarisator, um einen reinen Strahl zu gewährleisten. Dann wird er durch ein $\lambda/4$ -Plättchen in ein zirkular polarisierten Strahl umgewandelt. Anschließend läuft der Strahl durch eine Lochblende und wiederum durch einen Linearpolarisator. Vor der Kammer steht ein weiteres $\lambda/4$ -Plättchen, wodurch der Strahl elliptisch polarisiert wird. Der Strahl wird durch einen geeigneten Winkel derart auf das Substrat gelenkt, dass nach der Reflexion am HOPG der Strahl linear polarisiert ist. Dieser wird dann durch einen Linearpolarisator, dem Analysator, ausgelöscht. Dieser befindet sich in der Vakuumkammer und ist fest installiert. Bei der PC-Ellipsometrie ist deshalb zusätzlich zum Polarisator das zweite $\lambda/4$ -Plättchen drehbar. Bei der P-Ellipsometrie, die in dieser Arbeit verwendet wurde, ist das zweite $\lambda/4$ -Plättchen fest, sodass mit dem Analysator der reflektierte Strahl nie ganz ausgelöscht werden kann und man in diesem Fall ein Intensitätsminimum sucht.

Der Winkel des Polarisators ist der Ausgabeparameter der Ellipsometrie. Je größer der Polarisatorwinkel ist, desto dicker ist die aufgefrorene Schicht auf dem Substrat.

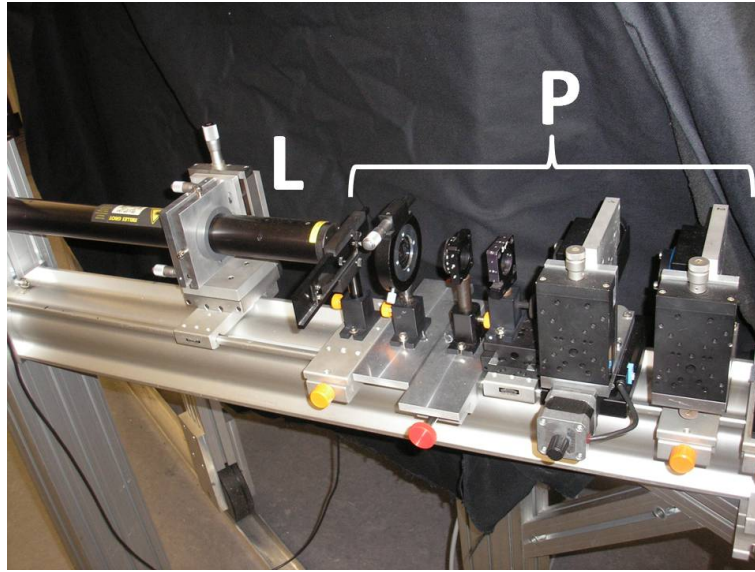


Abbildung 2.6: **Verwendeter Aufbau der Ellipsometrie:** Zu sehen sind der Laser (**L**) und die Anordnung der polarisierenden Komponenten (**P**). (Abbildung aus [Spi11])

Aus der Differenz zwischen einem gemessenen Startwert x_0 und dem gemessenen Wert x nach dem Auffrieren eines Films lässt sich die aufgefrorene bzw. entfernte Schichtdicke bestimmen. Dazu muss man die ausgegebenen Ellipsometriewinkel bezüglich der Einfallsebene y umrechnen zu:

$$y = 90 - x \quad \text{und} \quad y_0 = 90 - x_0 \quad (2.1)$$

Dann erhält man den relativen Polarisatorwinkel über:

$$P = y - y_0 \quad (2.2)$$

Die Schichtdicke bestimmt sich dann über:

$$d(P) = a \cdot \sqrt{P - b} + c \cdot P + e, \quad (2.3)$$

mit (siehe [Spi11])

$$a = (-121,996 \pm 0,097) \frac{\text{\AA}}{\text{deg}^{1/2}}$$

$$b = (-19,6923 \pm 0,0004) \text{ deg}$$

$$c = (-5,59 \pm 0,02) \frac{\text{\AA}}{\text{deg}}$$

$$e = (541,10 \pm 0,47) \text{\AA}.$$

3 Laserschutz

Bei dem Nd:YAG Laser handelt es sich um einen Laser der Klasse 4. Dies ist die höchste Stufe, in die ein Laser eingeteilt werden kann. Bei Lasern der Klasse 4 sind sogar die Reflexe an Oberflächen noch sehr gefährlich für das menschliche Auge und die Haut.

Deshalb muss ein Labor zunächst gewisse Sicherheitsstandards erfüllen, bevor der Laser in Betrieb genommen werden darf. Anschließend wird das Labor von einem Laserschutzbeauftragten überprüft und bei Erfüllung aller Richtlinien freigegeben.

3.1 Außenbereich

Von außen wurde eine Laserwarnleuchte installiert, die brennt, wenn der Laser im Labor in Betrieb ist. Leuchtet die Lampe, so sind die Personen gewarnt. Es ist ihnen aber erlaubt das Labor zu betreten.



Abbildung 3.1: **Bild der Warnleuchte:** Ist die Leuchte an, so signalisiert sie den anderen Personen, dass der Laser in Betrieb ist. Sie dürfen das Labor aber betreten. Ist zusätzlich ein „Zutritt verboten“ Schild über der Türklinke, so ist dies nicht mehr gestattet.

Ist zusätzlich ein Schild über der Türklinke angebracht, auf dem „Zutritt Verboten“ steht, so ist es nicht gestattet das Labor zu betreten, da mit dem Laser neue unbekannte Tests durchgeführt werden.

Außerdem werden auf der Tür Warnhinweisschilder mit allen nötigen Spezifikationen des Lasers wie Laserklasse, Wellenlänge, mittlere Strahlungsleistung, Strahlungsleistung eines Pules mit Pulslänge, und dem Verantwortlichen des Laserbetriebs angebracht.

3.2 Innenbereich

Im Eingangsbereich des Labors befindet sich vor der Tür ein Vorhang aus Verdunkelungssatin (Contralux CS, 100 % Trevira CS, schwarz, schwer entflammbar DIN 4102B1) der Firma Westholt, sodass man zunächst in eine Art Vorraum kommt. Dieser soll verhindern, dass Personen, die den Raum ohne Schutzbrille betreten, ausversehen geblendet werden.

Später ist der Laserbereich von einer großen Box umgeben worden, die aus drei großen schwarz eloxierten Aluminiumplatten der Firma AluPoint besteht, um jegliche Reflexe zu unterdrücken. An der offenen Seite wurde ein Vorhang installiert, sodass die Box vor der Kryptonquelle aufgestellt werden konnte.

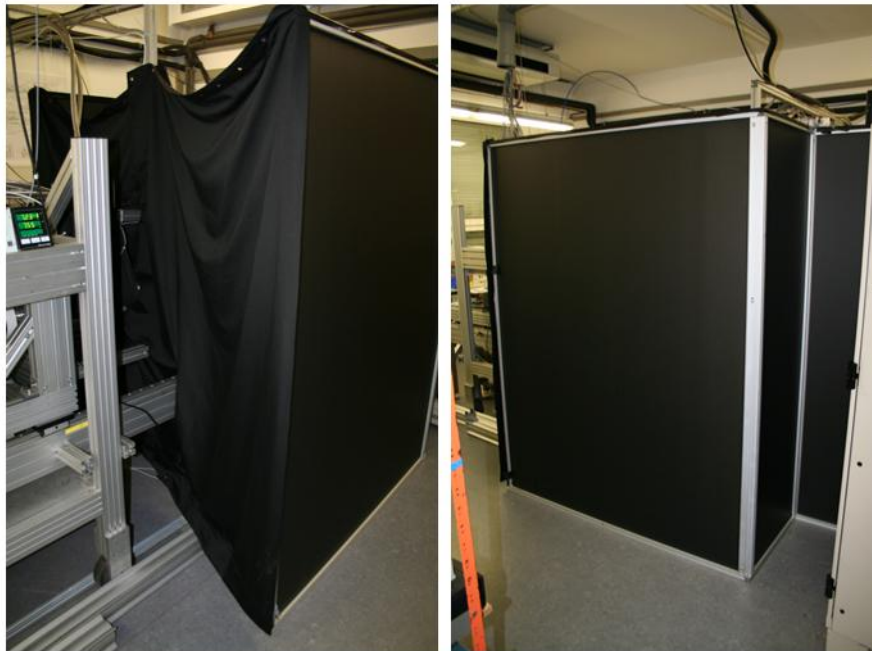


Abbildung 3.2: **Bilder von der Box, in der das Lasersystem aufgebaut wurde:** Links der offene Bereich der Box, welcher mit einem speziellen Vorhang abgeschirmt wurde, rechts die Box von schräg hinten gesehen. Sie besteht aus einem Gerüst aus Kanya-Profilen und schwarz eloxierten Aluminiumplatten.

Damit ist es für andere Personen möglich, während des Laserbetriebes im Labor zu arbeiten. Die Person, die innerhalb des abgeschirmten Bereichs mit dem Laser arbeiten will, muss eine Schutzbrille tragen. Zudem muss sie vor dem Arbeiten mit dem Laser an einer Laserschutzun-

terweisung durch den Laserschutzbeauftragten teilnehmen. Während des Betriebes sind Uhren, Ringe, Schmuck und andere reflektierende Gegenstände abzulegen und Haut, Hände und Gesicht ausreichend zu schützen.

Falls trotzdem Komplikationen mit dem Laser auftreten sollten, gibt es direkt neben der Tür einen Not-Aus Schalter für das Lasersystem, der sofort die Stromzufuhr des Systems stoppt, sobald er gedrückt wird.

3.3 Schutzbrillen



Abbildung 3.3: Bild der verwendeten Laserschutzbrille

Zum Schutz vor der Strahlung werden bei der Arbeit mit dem Laser Schutzbrillen getragen. Diese müssen in diesem Fall eine Wellenlänge von 532 nm abschirmen können. Wichtig dabei ist, dass man trotz Brille niemals direkt in den Strahl schaut. Denn dann bietet die Brille nur Schutz für maximal 10 s - 15 s.

Die Charakterisierung einer Laserschutzbrille wird im Folgenden anhand von Tabelle 3.1 gezeigt.

Tabelle 3.1: Charakterisierung einer Laserschutzbrille

Art	Wellenlänge in nm	Schutzstufe (prEn207)	Hersteller	Normzeichen	
D	180-315	L10	LV	DIN	CE S
IR	180-315	L5	LV	DIN	CE S
DI	>315-532	L8	LV	DIN	CE S
MR	>315-532	L6	LV	DIN	CE S
DR	1045-1100	L7	LV	DIN	CE S
I	1045-1100	L8	LV	DIN	CE S
M	1045-1100	L6	LV	DIN	CE S

Dabei steht **D** für Dauerstrichlaser, **I** für Impulslaser, **R** für Riesenimpulslaser und **M** für Modengekoppelter Laser. In der zweiten Spalte sind die Wellenlängen angegeben, für die jeweils der Schutz gilt. Die Schutzstufe **L** lässt sich aus einer nach Richtlinien angefertigten Tabelle ablesen (siehe im Anhang Abb. 7.4). Dafür muss man für CW-Laser die maximale Leistung und für Impulslaser die Energie der Pulse berechnen. Anschließend folgen Herstellerkennbuchstaben und Normzeichen.

Die in diesem Fall wichtigen Einträge wurden in der Tabelle hervorgehoben.

Hier schirmt die Brille Laserstrahlung der Wellenlängen **>315-532 nm** sowohl für Dauerstrich- als auch Impulslaser mit der Schutzstufe **L8** ab. Das bedeutet, dass die Schutzbrille eine Energiedichte von $H=5 \cdot 10^5 \text{ J/m}^2$ aushält. Für den verwendeten Laser erhält man mit einer Impulsenergie von 200 mJ und einem Spotdurchmesser von 5 mm bei einer Frequenz von 10 Hz eine Energiedichte von $H=3,22 \cdot 10^4 \text{ J/m}^2$, was der Schutzstufe L7 entspricht (siehe Anhang Abb. 7.4).

LV steht für die Herstellerfirma Laservision. Die Brille wurde nach den DIN Richtlinien angefertigt.

4 Aufbau

Der Aufbau befindet sich direkt vor der CKrS. Er besteht aus einem Nd:YAG Laser, einem Polarisator, einem Zweispiegelsystem und dem zu reinigenden Substrat. Die einzelnen Komponenten werden im Folgenden weiter ausdifferenziert.

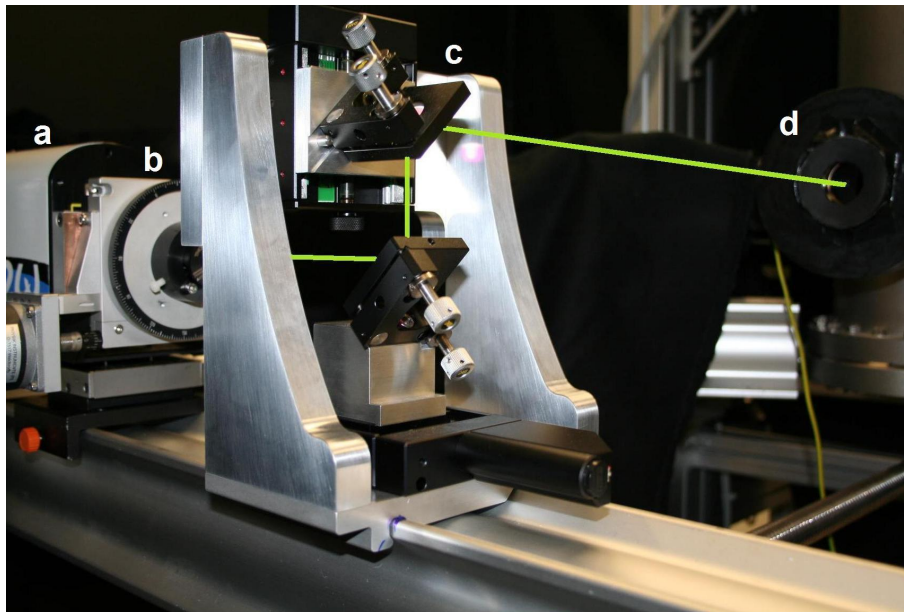


Abbildung 4.1: **Aufbau des Versuchs:** Zu sehen sind der Laser (a), der Glan Laser Polarizer (b), das Spiegelsystem (c) und der Eingang zum Substrat (d) und ein angedeuteter Strahlengang (grün).

4.1 Nd:YAG Laser

Bei dem verwendeten Ablationslaser handelt es sich um einen frequenzverdoppelten Neodym-dotierten Yttrium-Aluminium-Granat-Laser, kurz Nd:YAG-Laser der Fima Quantel vom Typ Brilliant.

Dieser ist ein Puls laser mit einer Wellenlänge von 532 nm und einer Leistung von 2 W. Gepumpt wird mit einer Blitzlampe bei einer Frequenz von 10 Hz, sodass sich eine Leistung von 200 mJ pro Puls ergibt, bei einer Pulslänge von 5-10 ns.

Die hohen Leistungen werden durch einen Q-Switch erreicht. Die Verzögerung zwischen Flas-

hlamp (FL) und Q-Switch (QS) lässt sich manuell einstellen und liegt für die maximale Leistung bei $195 \mu s$.

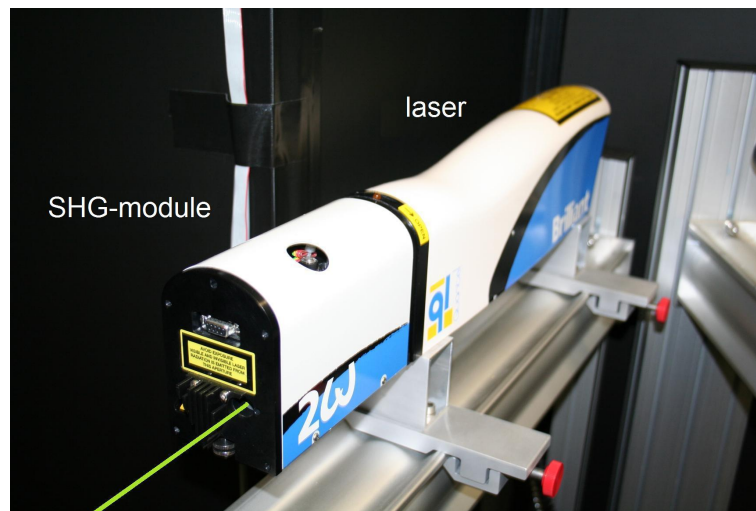


Abbildung 4.2: **Laserkopf mit SHG-Modul:** Zu sehen ist der Laserkopf. Hier befindet sich der Nd:YAG-Kristall und alle anderen beschriebenen Bauteile. Zur Frequenzverdopplung wird ein SHG-Modul (Secound Harmonic Generator-Modul) verwendet, sodass der Laser am Ende mit einer Wellenlänge von 532 nm anstatt 1064 nm strahlt.

4.2 Glan Laser Polarizer

Der Glan Laser Polarizer (GL10-A, 10 mm CA, Coating: 350 - 700 nm, mit Halterung SM1PM10) der Firma Thorlabs wird verwendet, um die Leistung des Laserstrahls für die Ablation zu regulieren. Er besteht aus einem doppelbrechenden Kristall, sodass polarisiertes Licht über zwei Achsen gebrochen wird. Der ordentliche Strahl läuft weiter im System, der außerordentliche wird nach oben gebrochen und durch einen Beamdump abgeschirmt.

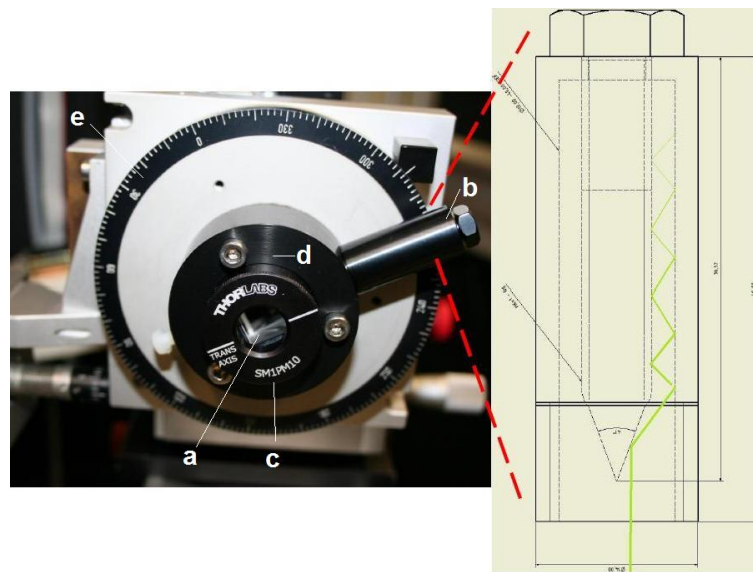


Abbildung 4.3: **Glan Laser Polarizer mit Beamdump:** Links ist der Glan Laser Polarizer mit dem Beamdump zu sehen. Er besteht aus dem doppelbrechenden Kristall (a), dem Beamdump (b) der Thorlabshalterung (c) und einer selbst erstellten Halterung (d). Insgesamt ist der Aufbau auf einem Drehtisch montiert (e). Rechts daneben ist die technische Zeichnung des Beamdumps dargestellt. Der außerordentliche Strahl (grün) wird an der schwarz eloxierten Schraube mehrfach gebrochen und durch Streuung neutralisiert. Eine größere Darstellung des Beamdumps ist im Anhang.

Die Thorlabs-Halterung wird zusammen mit dem Beamdump durch eine selbst erstellte Halterung auf einem Drehtisch montiert. Dieser lässt sich per LabVIEW ansteuern.

Dadurch ist es möglich eine genaue Gradzahl am Computer einzustellen, über die man die gewünschte Leistung für die Ablation erhält.

Zur Leistungsmessung wurde ein Powermeter der Firma Coherent benutzt (Fieldmax II-TO) mit einem Thermopile Sensorkopf (PM3). Das Messgerät kann ebenfalls mit LabVIEW gesteuert werden.

Das LabVIEW-Programm für die Leistungsausmessung soll an dieser Stelle kurz erklärt werden.

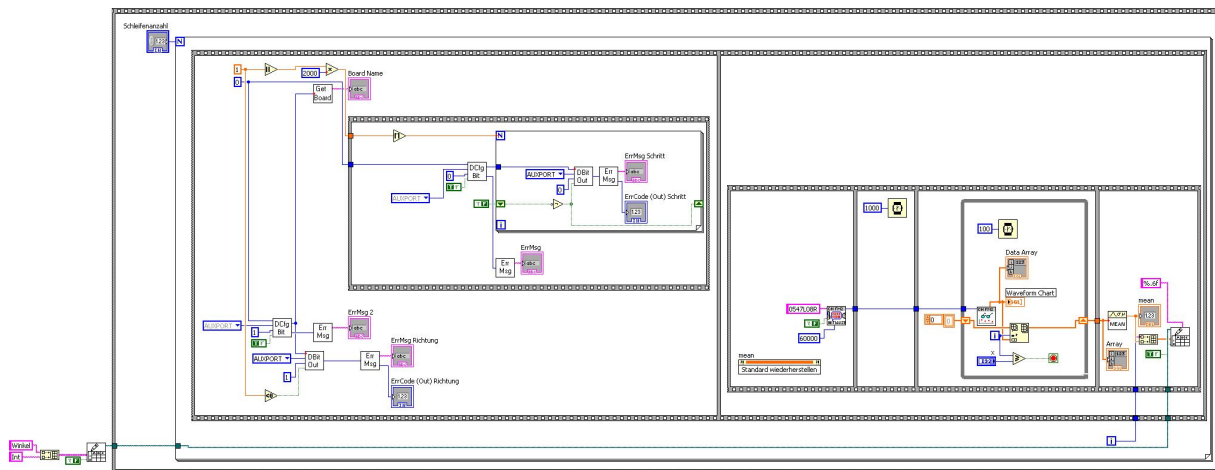


Abbildung 4.4: **LabVIEW-Programm zur Leistungsausmessung in Abhängigkeit des eingestellten Winkels am GLP-Drehtisch:** In der ersten Sequenz wird der Drehtisch über ein 5 V TTL-Signal um 2° gedreht. In der nächsten Sequenz werden über das Messgerät 100 Werte aufgenommen und der Mittelwert gebildet. Anschließend beginnt das Programm von vorne. Bei 180 Schleifendurchläufen erhält man eine Winkelabhängigkeit der Leistung über 360° .

Das Programm besteht aus zwei Sequenzen, welche von einer For-Schleife umgeben werden. In der ersten Sequenz wird der Motor des Drehtisches über ein 5 V TTL-Signal angesteuert und dreht sich genau eine Skaleneinheit, was 2000 Schritten entspricht oder 2° im Winkel. Ist die Sequenz beendet, so beginnt das Messgerät, welches durch die zweite Sequenz angesteuert wird, 100 Messwerte aufzunehmen (Die Anzahl der Messwerte ist variabel einstellbar) und schreibt diese in ein Array. Anschließend wird aus allen Messwerten der Mittelwert gebildet und dieser in einer Textdatei gespeichert.

Der Vorgang beginnt von Neuem. Stellt man eine Schleifenanzahl von 180 ein, so erhält man eine Abhängigkeit der Leistung für 360° in 2° Schritten.

4.3 Spiegelsystem

Der Strahl kann über eine motorgesteuerte Zweispiegelanordnung über das Substrat gefahren werden. Dabei sind die beiden Spiegel so angeordnet, dass man den Strahl sowohl in der Horizontalen als auch Vertikalen bewegen kann, wodurch sich das Substrat Stück für Stück abrastern lässt.

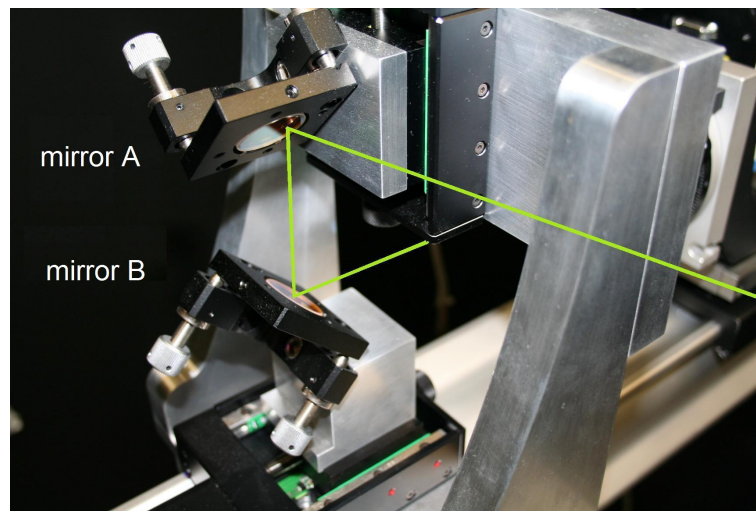


Abbildung 4.5: **Zweispiegelanordnung zur Rasterung des Substrats:** Die beiden Spiegel sind so ausgerichtet, dass sich der Strahl sowohl vertikal (mirror A) als auch horizontal (mirror B) verschieben lässt, sodass das Substrat abgerastert werden kann.

Die beiden Drehtische lassen sich über LabVIEW ansteuern. Im Folgenden soll kurz das Programm „TESTAblation.vi“ zur Rasterung erläutert werden.

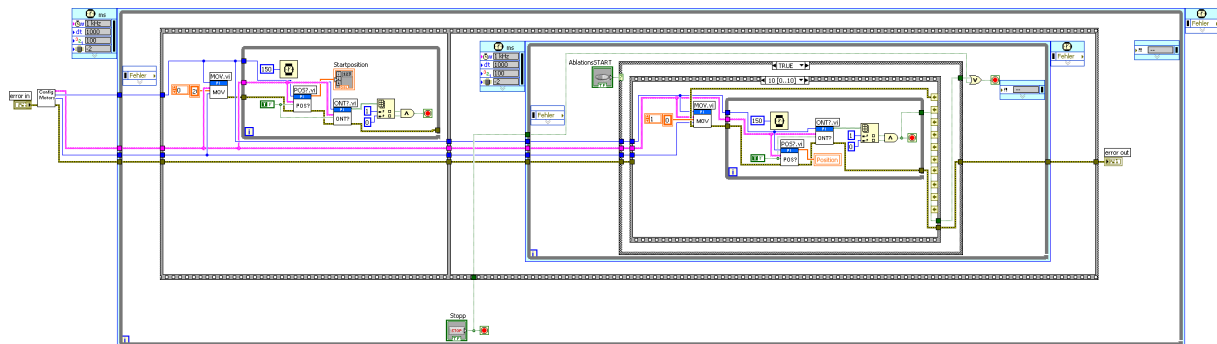


Abbildung 4.6: **TESTAblation.vi zur Rasterung des Substrats:** Die eigentliche Rasterung wird in der zweiten Sequenz vollzogen. Diese besteht aus gestapelten Sequenzen in einer Case-Struktur, wobei eine Sequenz für eine vertikale oder horizontale Bewegung stehen kann.

Nach dem Starten des Programms werden zunächst die beiden Motoren der Spiegel mit einem „Config“-SubVI konfiguriert. Der Hauptteil des Programms ist von einer While-Schleife umgeben und besteht aus zwei flachen Sequenzen. In der ersten Sequenz werden die Spiegel an ihre Startposition gefahren. Haben sie diese erreicht, so folgt die zweite Sequenz. Diese besteht aus einer While-Schleife, in die eine Case-Struktur eingebaut ist. Die Case-Struktur kann durch einen Schalter „AblationsSTART“ geschaltet werden. Steht der Schalter auf True, so werden 10 gestapelte Sequenzen in der Case-Struktur ausgeführt. Jede der Sequenzen steht entweder für eine vertikale oder eine horizontale Bewegung. So fährt beispielsweise der erste Spiegel zunächst eine horizontale Strecke ab. Hat er sein Ziel erreicht, folgt die zweite Sequenz und der zweite Spiegel fährt ein Stück vertikal nach unten. Daraus ergibt sich eine Rasterung, bei der man im Programm einstellen muss wie weit die Spiegel jeweils fahren sollen. Ist die Rasterung vollzogen, so ist die zweite Hauptsequenz beendet und das Programm beginnt von vorne, sodass die Spiegel wieder in die Startposition fahren.

4.4 Graphitsubstrat

Auf das Substrat wird das gasförmige Krypton aufgefroren, von wo aus die Konversionselektronen emittiert werden. Dieses soll anschließend durch Ablation wieder gereinigt werden. Es befindet sich in einer Vakuumkammer am Ende des Gassystems der Kryptonquelle.

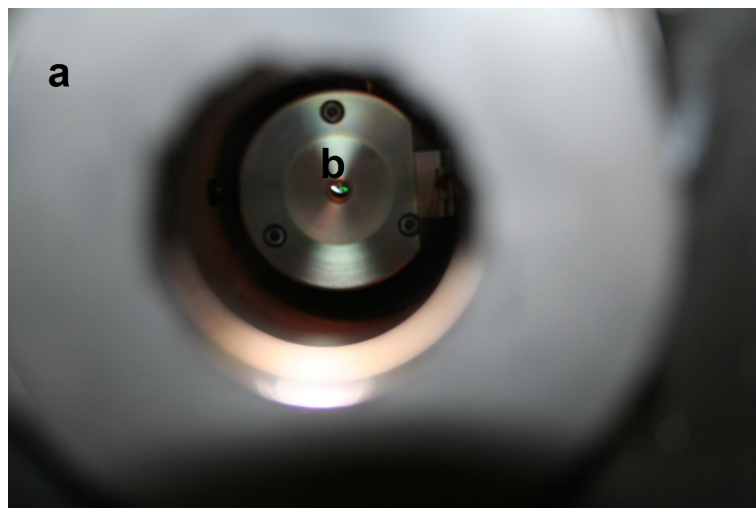


Abbildung 4.7: **HOPG-Substrat:** Zu sehen ist die Öffnung zum HOPG Substrat (a) und das Substrat selbst (b). Das Eingangsfenster ist speziell beschichtet, sodass kein Licht der Wellenlänge von 532 nm reflektiert wird.

5 Durchführung und Auswertung

5.1 In Betriebnahme des Lasers und erste Tests

Bevor der Laser benutzt werden kann, muss er zunächst 20 Minuten warm laufen, damit Kühlwasser, Q-Switch und Flashlampen auf Betriebstemperatur gelangen können.

Der "Power"-Schalter ist durch ein Schloss gesichert und kann nur mit Hilfe eines Sicherheitsschlüssels betätigt werden.

Zur Steuerung wird eine Remote Control Box an das Netzteil angeschlossen, an der man verschiedene Konfigurationen für die gewünschte Leistung einstellen kann.

Auf dem Display werden ebenfalls Fehlermeldungen ausgegeben, die alle zunächst behoben werden müssen, bevor es möglich ist, den Laser zu verwenden. So muss ein Interlockschalter durch ein BNC-Stecker kurzgeschlossen werden, sofern kein externes Interlocksystem angeschlossen ist. Zusätzlich muss manuell ein Shutter am Laserkopf geöffnet werden.

Es musste außerdem noch das Kühlsystem entlüftet werden, da der Laser lange Zeit nicht genutzt wurde und sich Luft im System gesammelt hatte. Dies geschieht über einen extra Schlauch mit Ventil, über den man die überschüssige Luft entweichen lassen kann.

Ist alles in Ordnung, so kann der Laser gestartet werden. Dazu betätigt man zunächst den Startknopf der Flashlampen, sodass diese zu blitzen beginnen. Es dauert 80 Laserpulse, also 8 s, bis der Q-Switch bereit ist.

Nun hat man die Möglichkeit einen „Single shot“ („single shot“-Knopf neben „Q-Switch“), also einen Einzelschuss, abzugeben oder einen kontinuierlichen Betrieb mit 10 Laserpulsen pro Sekunde einzustellen („start“-Knopf neben „Q-Switch“).

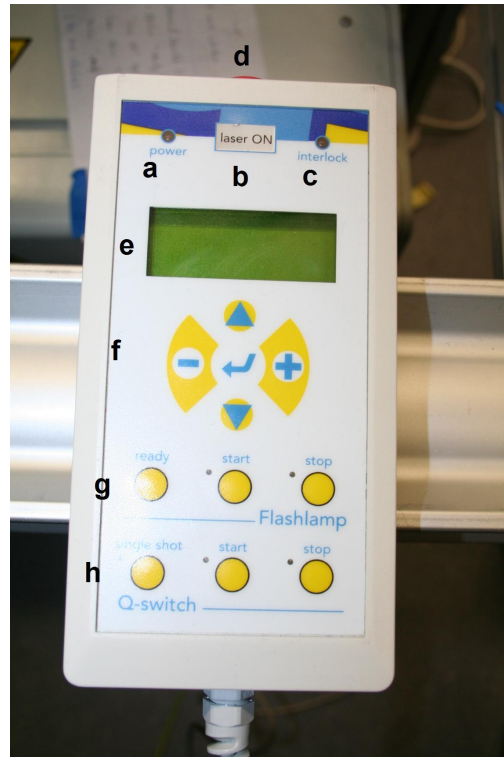


Abbildung 5.1: **Remote Control Box des Lasers:** Ist das Netzteil eingeschaltet, so leuchten sowohl die Lampe über Power (a) als auch die Lampe mit der Aufschrift „laser ON“ (b). Gibt es eine Fehlermeldung, so blinkt die Lampe über Interlock (c) und der Fehler wird auf dem Display angezeigt (e). Ist alles in Ordnung, so leuchtet sie ebenfalls. Gibt es irgendein Problem mit dem Laser, so kann das gesamte Gerät über einen Notaus-Knopf sofort abgestellt werden (d). Mit den Tasten bei (f) lassen sich die gewünschten Konfigurationen im Menü einstellen. Will man den Laser starten, so muss man zunächst den Knopf „start“ für die Flashlampen drücken (g). Nach 8 s kann man den Q-Switch einschalten (h). Man kann einen Einzelschuss abgeben („Single shot“) oder einen kontinuierlichen Betrieb einstellen („start“). Will man den Laser abstellen, so muss man auf den Knopf „stop“ drücken. Stoppt man die Flashlampen, so wird automatisch auch der Q-Switch gestoppt. Stoppt man nur den Q-Switch, so laufen die Flashlampen weiter.

Für die ersten Tests wurde die Einstellung für die maximale Leistung des Lasers gewählt: Die Zeitverzögerung zwischen Flashlampen und Q-Switch (FL-QS) beträgt $195 \mu\text{s}$, die Spannung für die Flashlampen 1380 V.

Der GLP stand dabei auf 150° , was etwa einer Leistung von 410 mW entspricht. Die genaue Umrechnung wird in einem späteren Kapitel erläutert und diskutiert.

Zunächst wurden nur 4 Einzelschüsse auf das Substrat abgegeben. Über das Massenspektrometer Transpector 2 der Firma Inficon, das nach dem Prinzip eines Quadrupol-Massenfilters arbeitet, sieht man, dass jeder Schuss Krypton vom Substrat gelöst hat, welches dann vom Massenspektrometer detektiert wurde (siehe Abbildung 5.2).

Anschließend wurde ein Film auf das Substrat aufgefroren. Im zweiten Test wurde der GLP auf 140° eingestellt, was etwa 60 mW entspricht. Es ergibt sich ein ähnliches Spektrum wie im ersten Test.

Damit konnte erst einmal gezeigt werden, dass Ablation grundsätzlich mit diesem Aufbau möglich ist. In den folgenden Versuchen wurden verschiedene Leistungen eingestellt und die aufgefrorenen Schichten und entfernten Schichten genau mit der Ellipsometrie vermessen, um Aussagen über den Erfolg der Ablation machen zu können.

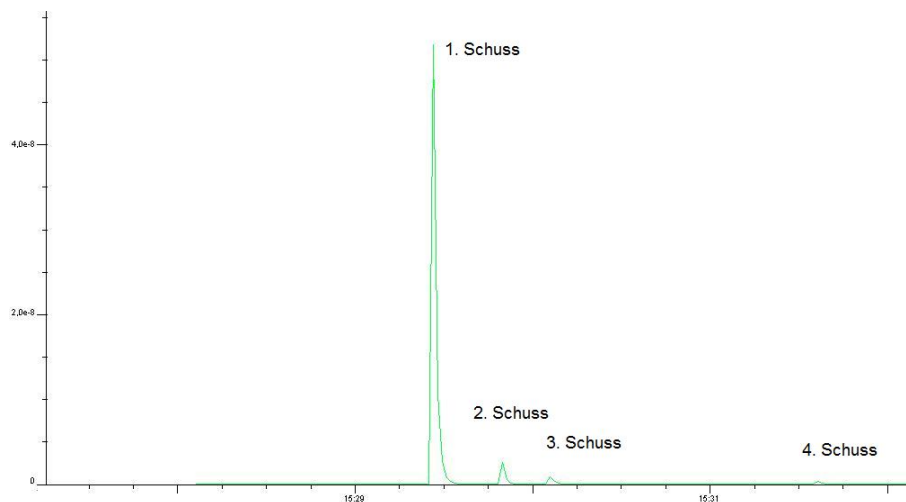


Abbildung 5.2: **Massenspektrum nach 4 Ablationsschüssen:** Dies ist das Spektrum des ersten Tests. Aufgetragen ist der Druck an Kryptongas in der Kammer gegen die Zeit. Jeder Peak entstand zum Zeitpunkt eines Schusses mit dem Laser. Ablatiert wurde mit $\sim 410 \text{ mW}$.

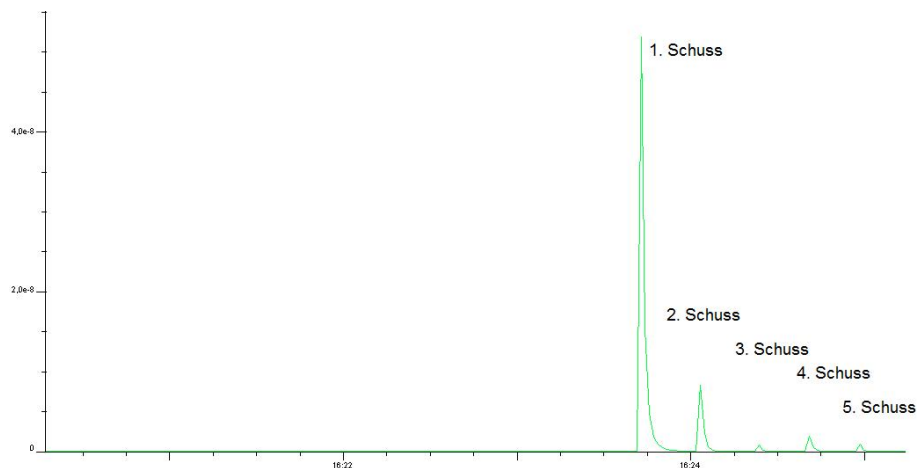


Abbildung 5.3: **Massenspektrum nach 5 Ablationsschüssen:** Dies ist das Spektrum des zweiten Tests. Aufgetragen ist der Druck an Kryptongas in der Kammer gegen die Zeit. Jeder Peak entstand zum Zeitpunkt eines Schusses mit dem Laser. Ablatiert wurde mit ~ 60 mW.

5.2 Bestimmung der Leistung

Die Einstellung der Leistung des Laserstrahls soll über den Glan Laser Polarizer geschehen, indem man den zur jeweiligen Leistung dazugehörigen Winkel einstellt.

Man erwartet eine \cos^2 -Verteilung der Form $P = a \cdot [\cos(\frac{b \cdot x \cdot \pi}{180^\circ} + \frac{c \cdot \pi}{180^\circ})]^2$ über 360° , da es sich bei dem GLP um einen doppelbrechenden Kristall handelt.

Zuvor wurde der Laser über die Konfigurationseinstellung und Messung mit dem Leistungsmessgerät auf $P_0 \approx 57$ mW eingestellt.

Mit dem Programm „Leistungsmessung.vi“ wurden die Werte, wie in Kapitel 4.2 beschrieben, aufgenommen und mittels Gnuplot ausgewertet.

Der Fehler für die Winkeleinstellung wurde mit $\pm 0,3^\circ$ abgeschätzt, da man den Winkel am Drehtisch zwar sehr genau einstellen kann, aber die absolute Einstellung etwas gröber ist. Die Leistung wurde mit einem systematischen Fehler von $\Delta P = \frac{1\%}{\sqrt{100}}$ W versehen mit der Messungenauigkeit von 1 % des Lasermessgerätes und der Bildung des Mittelwertes aus je 100 Messwerten.

Daraus ergeben sich:

$$a = (0,0565 \pm 0,0001) \text{ W}$$

$$b = (1,0063 \pm 0,0011)$$

$$c = (-44,32 \pm 0,19) \text{ deg}$$

Anschließend wurde durch die Amplitude a geteilt, um die Verteilung auf 1 zu normieren und somit relative Werte für die Leistung in Abhängigkeit des Winkels zu erhalten.

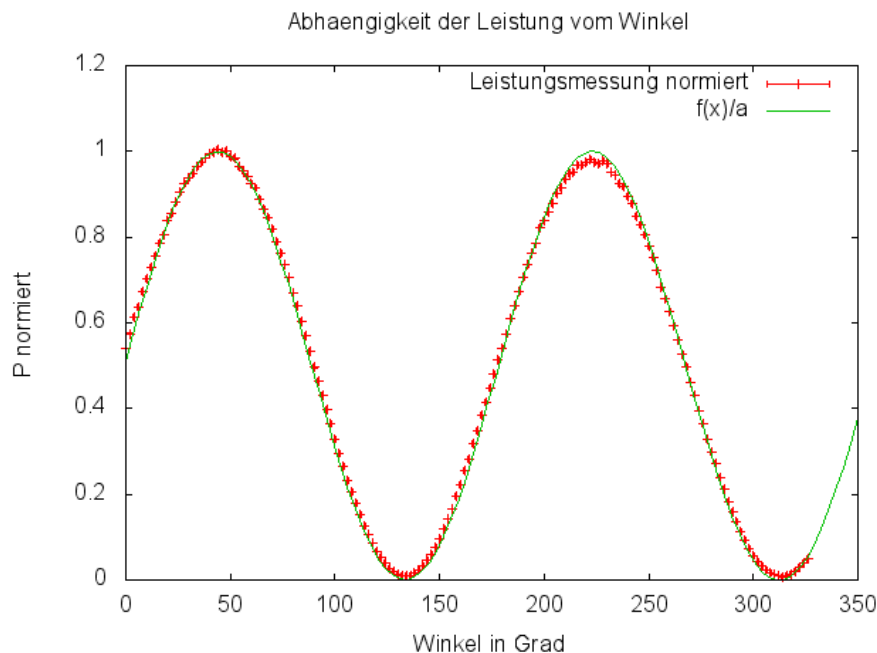


Abbildung 5.4: **Abhängigkeit der Leistung des Lasers vom Winkel des GLP:** Aufgetragen sind die auf 1 normierten Messwerte für die Leistung des Laserstrahls gegen die Winkel (rot), die am GLP eingestellt werden können. Darüber gelegt wurde ein normierter \cos^2 -Fit ($f(x)$), der die Werte sehr gut beschreibt (grün).

Nach der Messung ist festgestellt worden, dass der Sensor durch den Laser beschädigt wurde. Die aufgetragene schwarze Schicht, die zur besseren Absorption der Laserstrahlung dient, wurde durch den Laser entfernt, sodass sich ein blanker Fleck auf dem Sensor befindet, der Strahlung sehr stark reflektiert.

Die relative Verteilung kann problemlos übernommen werden, allerdings konnte nicht sichergestellt sein, dass die absoluten Messwerte richtig sind. Deshalb wurde beim Institut für Angewandte Physik ein Pyrosensor (LM-P5) der Firma Coherent zusammen mit dem Messgerät FieldMate ebenfalls von der Firma Coherent ausgeliehen. Der neue Sensor ist für Kurzpulslaser geeignet und zeigt die Energie pro Puls an.

Zu beachten war, dass höchstens eine Intensität von $I=50 \text{ mJ/cm}^2$ auf die Oberfläche des Sensors wirken darf.

Um sicher zu sein, diese Grenze nicht zu überschreiten, wurde ein Homogenisierer, der aus einem Mikrolinsenarray mit gekreuzten Zylinderlinsen besteht, verwendet, um den Strahl auf eine quadratische Fläche von etwa $(1,0 \pm 0,1) \text{ cm}^2$ aufzuweiten.

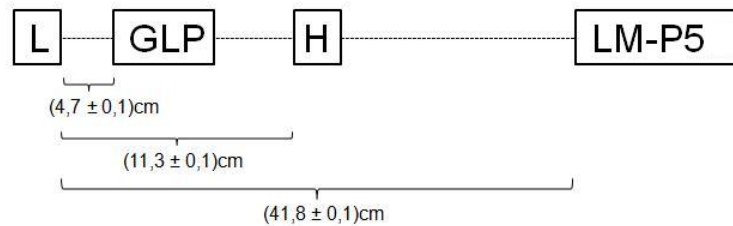


Abbildung 5.5: **Schematischer Aufbau zur Aufweitung des Strahls und Messung der Leistung:** Dargestellt sind der Laser (L), der Glan Laser Polarizer (GLP), der Homogenisierer (H) und der Pyrosensor (LM-P5) sowie die Abstände in Bezug zum Austrittspunkt des Laserstrahls.

Durch die erhaltene relative Verteilung konnte ein Minimum bei $\sim 312^\circ$ ermittelt werden. Von diesem Wert ausgehend wurde nach oben und nach unten hin ein Bereich, der innerhalb der einzuhaltenden Grenze von $I=50 \text{ mJ/cm}^2$ liegt, bestimmt.

Dazu wurde jeweils ein Einzelschuss abgegeben. Das Leistungsmessgerät zeigt die Energie pro Puls an. Darüber lässt sich die Energie pro Sekunde bestimmen. Da die Fläche des aufgefächerten Spots $\sim 1 \text{ cm}^2$ betrug, kann man darüber direkt auf die Intensität schließen, also Energie pro Sekunde pro Quadratzentimeter.

Zum Beispiel hat das Messgerät für den Winkel von 294° eine Leistung von $5,55 \text{ mJ/Puls}$ angezeigt. Bei 10 Schüssen pro Sekunde ergibt sich für die Leistung $55,5 \text{ mJ/s}$, was einer Intensität von $55,5 \text{ mW/cm}^2$ entspricht. Dieser Winkel wurde als untere Grenze gewählt. Als obere Grenze wurde der Winkel 332° bestimmt, was einer Intensität von $51,6 \text{ mW/cm}^2$ entspricht. Der Bereich dazwischen wurde in 2° -Schritten manuell ausgemessen. Zur Messung wurde der Laser über das Konfigurationsmenü zunächst auf etwa halbe Leistung eingestellt.

Der Fehler für die Winkeleinstellung bleibt gleich. Für die Leistung ergibt sich jeweils ein systematischer Fehler von $\pm 5 \%$, was der Messungenauigkeit des Pyrosensors entspricht.

Daraus hat sich Folgendes für die Parameter der \cos^2 -Verteilung ergeben:

$$a = (0,5124 \pm 0,0030) \text{ W}$$

$$b = (1,0034 \pm 0,0001)$$

$$c = (-44,32 \pm 0,19) \text{ deg}$$

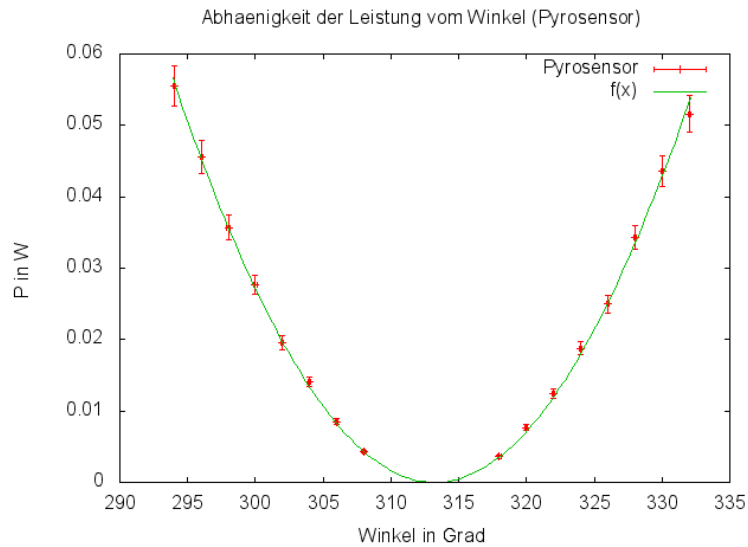


Abbildung 5.6: **Winkelabhängigkeit der Leistung gemessen mit dem Pyrosensor:** Aufgetragen sind die Messwerte für die Leistung des Laserstrahls gegen die Winkel (rote Kreuze), die am GLP eingestellt werden können. Darüber gelegt wurde ein \cos^2 -Fit ($f(x)$), der die Werte sehr gut beschreibt (grün).

Die eingestellte Leistung des Laserstrahls entspricht der Amplitude a , also $P_0 = (512,4 \pm 3,0)$ mW. Anschließend wurde die Messung in dem gleichen Bereich noch einmal mit dem leicht beschädigten Thermosensor (PM-3) durchgeführt, um zu testen, inwiefern dieser beschädigt wurde und noch funktionsfähig ist.

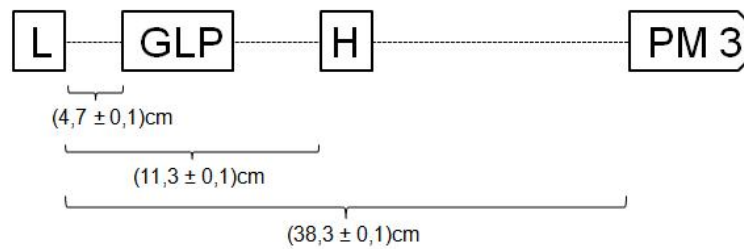


Abbildung 5.7: **Schematischer Aufbau zur Aufweitung des Strahls und Messung der Leistung:** Dargestellt sind der Laser (L), der Glan Laser Polarizer (GLP), der Homogenisierer (H) und der Thermosensor (PM 3) sowie die Abstände in Bezug zum Austrittspunkt des Laserstrahls.

Daraus hat sich Folgendes für die Parameter der \cos^2 -Verteilung ergeben:

$$a = (0,4469 \pm 0,0010) \text{ W}$$

$$b = (1,0034 \pm 0,0001)$$

$$c = (-44,32 \pm 0,19) \text{ deg}$$

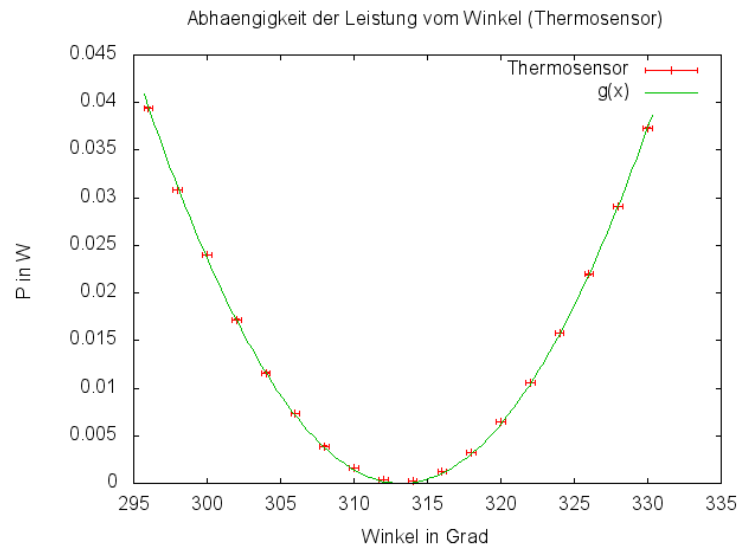


Abbildung 5.8: **Winkelabhängigkeit der Leistung gemessen mit dem Thermosensor:** Aufgetragen sind die Messwerte für die Leistung des Laserstrahls gegen die Winkel (rote Kreuze), die am GLP eingestellt werden können. Darüber gelegt wurde ein \cos^2 -Fit ($g(x)$), der die Werte sehr gut beschreibt (grün).

Es ist zu sehen, dass die Amplitude, die durch den Thermosensor ermittelt wurde, etwa 65,5 mW tiefer liegt als die Amplitude, die durch den Pyrosensor bestimmt wurde. Dies lässt vermuten, dass der Thermosensor doch etwas beschädigt ist und nicht mehr die korrekten Werte ausgibt. Im Vergleich sind noch einmal beide erhaltenen Fits aufgetragen. Das Minimum und die Phase stimmen überein, die Amplitude jedoch nicht.

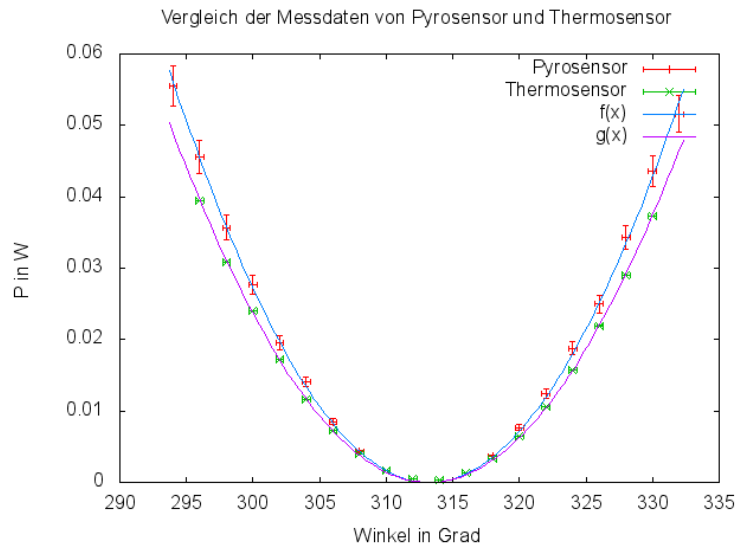


Abbildung 5.9: **Vergleich der Winkelabhängigkeit der Leistung zwischen Pyro- und Thermosensor:** Aufgetragen ist die Leistung des Laserstrahls gegen die Winkel am GLP. Zu sehen sind die Messdaten aus dem Pyrosensor (rot) mit dem dazugehörigen \cos^2 -Fit $f(x)$ (blau) im Vergleich zu den Messdaten aus dem Thermosensor (grün) mit dem dazugehörigen \cos^2 -Fit $g(x)$ (lila). Es ist zu sehen, dass beide das gleiche Minimum besitzen und in der Phase übereinstimmen. Die Amplitude aus dem Thermosensor liegt etwas niedriger als die aus dem Pyrosensor.

Im weiteren Verlauf wird mit den Parametern gearbeitet, die mit Hilfe des Pyrosensors ermittelt wurden. Damit ist eine Umrechnung vom eingestellten Winkel am Glan Laser Polarizer in die verwendete Leistung bestimmt worden.

Bei dem verwendeten Aufbau ergab sich das Problem, dass der Strahlengang bis zum Substrat so lang war, dass der Strahl durch den Homogenisierer auf eine Fläche von 2 cm x 2 cm aufgeweitet worden ist. Da das Substrat nur eine Fläche von 1 cm x 1 cm besitzt, würde bei der Ablation die meiste Energie verloren gehen und es unmöglich machen, vernünftige Aussagen über die am Substrat ankommende Leistung zu machen.

Deshalb wurde die Leistung pro Quadratzentimeter über die Fläche des Laserspots, der auf das Substrat trifft, ermittelt. Dazu wurde die Länge des Strahlengangs ausgemessen und in diesem Abstand ein Brennpapier in den Strahlengang des Aufbaus ohne Spiegel gehalten, auf welchem sich die Form des Laserspots eingebrannt hat.

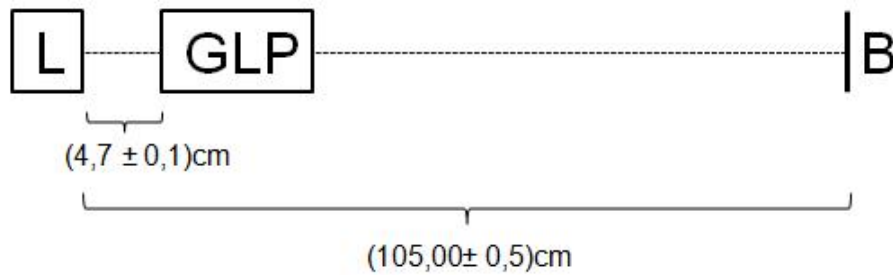


Abbildung 5.10: **Schematischer Aufbau zur Bestimmung der Beamspotgröße:** Verwendet wurden der Laser (L), der Glan Laser Polarizer (GLP) und ein spezielles Brennpapier (B).

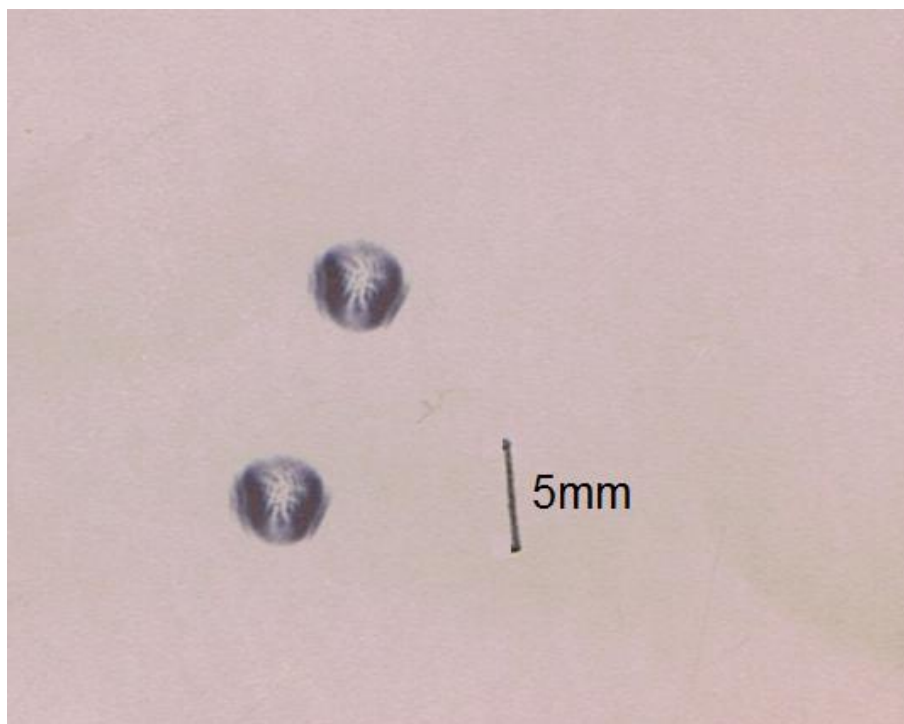


Abbildung 5.11: **Beamspotgröße:** Zu sehen sind zwei eingebrannte Laserspots. Diese wurden im gleichen Abstand vom Laser gemacht, den auch das Substrat nach dem Strahlengang vom Laser aus besitzt.

Man beobachtet eine elliptische Form mit den Halbachsen $a = (4,5 \pm 0,1)$ mm und $b = (5,5 \pm 0,1)$ mm, was einer Fläche von $A = (0,19 \pm 0,01)$ cm² entspricht.

Anhand der ermittelten Fit-Parameter der \cos^2 -Verteilung, der Winkeleinstellung am GLP und der eben bestimmten Fläche, lässt sich nun die verwendete Leistung bestimmen. Beispiel: Ist der GLP auf 306° eingestellt, so entspricht dies laut der \cos^2 -Verteilung einer Leistung von $(8,21 \pm 0,05)$ mW auf einer Fläche von $(0,19 \pm 0,01)$ cm². Dies entspricht einer Leistung von $(41,20 \pm 2,45)$ mW pro Quadratzentimeter.

Die verwendeten Winkel mit den dazugehörigen Leistungen lassen sich aus Tabelle 5.1 entnehmen. Der Fehler der Leistung pro cm² setzt sich aus der Fehlerfortpflanzung des \cos^2 -Fits und dem Fehler aus der Bestimmung der Fläche des Spots zusammen.

Tabelle 5.1: Verwendete Winkel mit dazugehöriger Leistung pro cm²

Winkel GLP in ° ($\pm 0,3^\circ$)	Leistung P pro cm ² (mW/cm ²)	Fehler in mW/cm ²
306,0	41,20	2,45
304,0	68,58	3,97
303,0	84,03	4,87
302,0	101,01	5,85
300,0	139,41	8,07
295,0	260,23	15,07
286,0	556,13	32,20

5.3 Rasterung

Da das Substrat am derzeitigen Aufbau der CKrS nur eine Fläche von etwa 1 cm² besitzt und schwer zugänglich ist, konnte es leider nicht abgerastert werden. Es wurde immer nur am gleichen Punkt ablatiert. Dennoch soll an dieser Stelle kurz gezeigt werden, dass die Rasterung mit dem geschriebenen Programm „TESTAblation.vi“ prinzipiell möglich ist und am späteren endgültigen Aufbau theoretisch verwendet werden könnte. Ablatiert wurde dabei ein mit Bleistift geschwärztes Stück kariertes Papier. Die Linien der Abrasterung sind eindeutig zu erkennen. Die noch leicht vorhandenen Reste innerhalb des gerasterten Bereichs stellen für die Ablation am HOPG kein Problem dar. Durch die oberflächliche Wärmeausbreitung aufgrund der beschriebenen besonderen Struktur des Substrats werden auch diese Bereiche stark erhitzt und gesäubert.

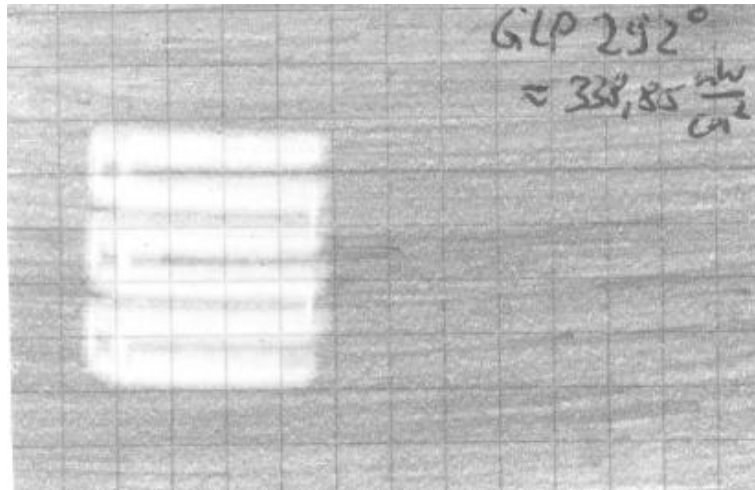


Abbildung 5.12: **Ablation mit Rasterung:** Zu sehen ist ein mit Bleistift geschwärztes Stück kariertes Papier. Während der Ablation bei einer Leistung von $\sim 339 \text{ mW/cm}^2$ wurde das Papier mit Hilfe des motorgesteuerten Spiegelsystems abgerastert. Dabei wurde eine Fläche von etwa $2 \text{ cm} \times 2,5 \text{ cm}$ abgefahren. Die schwarzen Reste im ablatierten Bereich stellen für den späteren Aufbau an der CKrS kein Problem dar, da das HOPG die besondere Eigenschaft besitzt, die entstehende Wärme an der Oberfläche abzuleiten, sodass diese Stellen ebenfalls stark erhitzt und beseitigt werden.

5.4 Ablation bei verschiedenen Leistungen

Für das Testen der Ablation bei verschiedenen Leistungen und Zeiten wurde jeweils zu Beginn mit Hilfe der Ellipsometrie der „Ist-Zustand“ des Substrats gemessen. Als Parameter wurde der Polarisatorwinkel, sprich die Stellung des Polarisators, ausgegeben. Je größer der Winkel ist, desto dicker ist auch die Schicht auf dem Substrat.

Dann wurde ein Film aus Krypton auf das Substrat gefroren. Dabei wurde an das thermodynamische Ventil, welches zum Öffnen und Schließen des Gassystems zur Substratkammer hin verwendet wird, eine Spannung von 6 V angelegt, sodass es über eine Dauer von 3 Minuten halb geöffnet war. Anschließend gab es 10 Minuten Diffusionszeit, sodass das restliche Kryptongas aus der Kapillare zum Substrat diffundieren konnte.

Als nächstes wurde wieder eine Ellipsometriemessung durchgeführt, um später angeben zu können wie dick die aufgefrorene Schicht war.

Nun wurde bei einer gewählten Leistung und Zeitdauer Ablation betrieben. Danach wurde wieder eine Messung mit der Ellipsometrie durchgeführt. Wichtig zu beobachten war es, ob nach der Ablation der „Ist-Zustand“ wiederhergestellt werden konnte, nicht alles beseitigt werden konnte, oder sogar mehr entfernt wurde, was bedeutet, dass das Substrat vor dem Auffrieren des Films nicht sauber war.

Häufig wurde weiter Ablation am vermeintlich sauberen Substrat durchgeführt, um zu testen,

ob sich noch Verunreinigungen auf dem HOPG befinden. Dazu wurde solange ablatiert, bis sich keine Änderung der Ellipsometriemessung mehr ergeben hat.

Zusätzlich wurden Aufzeichnungen mit dem oben erwähnten Massenspektrometer gemacht. Dieses zeigt an, wenn sich in der Substratkammer der Druck für bestimmte Gase erhöht, was einer Freisetzung der Gase vom Substrat entspricht.

5.4.1 Ablation bei 306° mit 41 mW/cm²

Tabelle 5.2: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 41 mW/cm²

mit Film in °	Fehler in °	ohne Film in °	Fehler in °	Art	Dauer in s
71,43	0,16	66,58	0,19	aufgefroren	
71,43	0,16	66,60	0,14	ablatiert	15
71,42	0,23	66,33	0,19	aufgefroren	
71,42	0,23	66,47	0,17	ablatiert	45
71,33	0,18	66,47	0,17	aufgefroren	
71,33	0,18	66,32	0,17	ablatiert	90

Zuerst wurde mit einer Leistung von 41 mW pro cm² begonnen. In Tabelle 5.2 sind die aufgenommenen Werte für drei Ablationsvorgänge bei 15 s, 45 s und 90 s aufgelistet. Außerdem die Winkel für die jeweils zuvor aufgefrorenen Schichten. Dabei ist die Tabelle folgendermaßen zu verstehen: In einer Zeile, in der „aufgefroren“ steht, wurde zeitlich gesehen erst der Wert „ohne Film“ gemessen und anschließend nach dem Auffrieren der Wert „mit Film“. In einer Zeile, in der „ablatiert“ steht, wurde zuerst der Wert „mit Film“ und nach der Ablation der Wert „ohne Film“ gemessen. Oft wurde auf ein zuvor ablatiertes Substrat ein Film aufgefroren bzw. ein zuvor aufgefrorener Film ablatiert, sodass es vorkommen kann, dass die Werte für „ohne Film“ bzw. die Werte für „mit Film“ gleich sind.

Es wird deutlich, dass durch Ablation ein Großteil des Kryptons entfernt werden konnte, allerdings ging der Polarisatorwinkel nicht tiefer als $(66,32 \pm 0,17)^\circ$ bei einer Dauer von 90 s herunter. Man kann sehen, dass sich der Wert des Winkels mit zunehmender Zeit etwas verbessert. Je länger man also Ablation betreibt, desto sauberer wird das Substrat. Erfahrungen mit dem Ausheizen des Substrats haben gezeigt, dass man auf einen Winkel von etwa $(64,35 \pm 0,10)^\circ$ kommen kann. Deshalb wurde die Leistung für weitere Versuche erhöht.

In Tabelle 5.3 sind analog zu 5.2 die Schichtdicken dargestellt, die aufgefroren und entfernt wurden. Der Fehler für die Schichtdicke ergibt sich aus der Fehlerfortpflanzung aus der Formel (2.3) zur Bestimmung der Schichtdicke.

Tabelle 5.3: Schichtdicken bei Ablation mit 41 mW/cm²

relativer Winkel in °	Fehler in °	Schichtdicke in Å	Fehler in Å	Art
-4,84	0,25	98,12	5,45	aufgefroren
-4,83	0,21	97,91	4,62	ablatiert
-5,09	0,30	103,38	6,50	aufgefroren
-4,94	0,29	100,23	6,23	ablatiert
-4,85	0,25	98,22	5,36	aufgefroren
-5,00	0,24	101,56	5,27	ablatiert

Man sieht, dass im Bereich des Fehlers immer $\sim 100 \text{ Å}$ aufgefroren und dann wieder entfernt worden sind. Auf dem Substrat müssen sich also schon vor dem Frieren alte Lagen aus Krypton und Restgasen befunden haben.

Dass durch Ablation das Kryptongas entfernt werden konnte, ist ebenfalls an den aufgenommen Massenspektren zu sehen. Beispielhaft dafür ist das Spektrum für 90 s gezeigt. Die restlichen Spektren finden sich im Anhang wieder.

Es ist zu beobachten, dass zu Beginn der Ablation der Druck steil ansteigt zu einem Peak, dann aber nur schwach abfällt und sich in eine Art Plateau einpendelt. Zum Ende der Ablation bricht auch das Plateau abrupt ab. Dies konnte auf allen anderen Massenspektren, die noch folgen, ebenfalls beobachtet werden. Da die Ablationsschüsse zeitlich und lokal sehr begrenzt sind, und somit die übertragene Wärmeenergie, liegt die Vermutung nahe, dass ein kleiner Teil des vom Substrat gelösten Kryptongases während des Ablationsvorgangs auf das Substrat rekondensiert und dann ständig neu ablatiert und dann gemessen wird, wodurch dieses Plateau entsteht. Da die Werte des Massenspektrums nicht während der Ablation wieder auf die Ausgangswerte fallen, sondern erst abrupt nach dem Beenden der Ablation, muss davon ausgegangen werden, dass das Substrat nie komplett gereinigt werden konnte, da immer noch ein kleiner Teil Restgas, wie eben beschrieben, auf das Substrat rekondensiert ist.

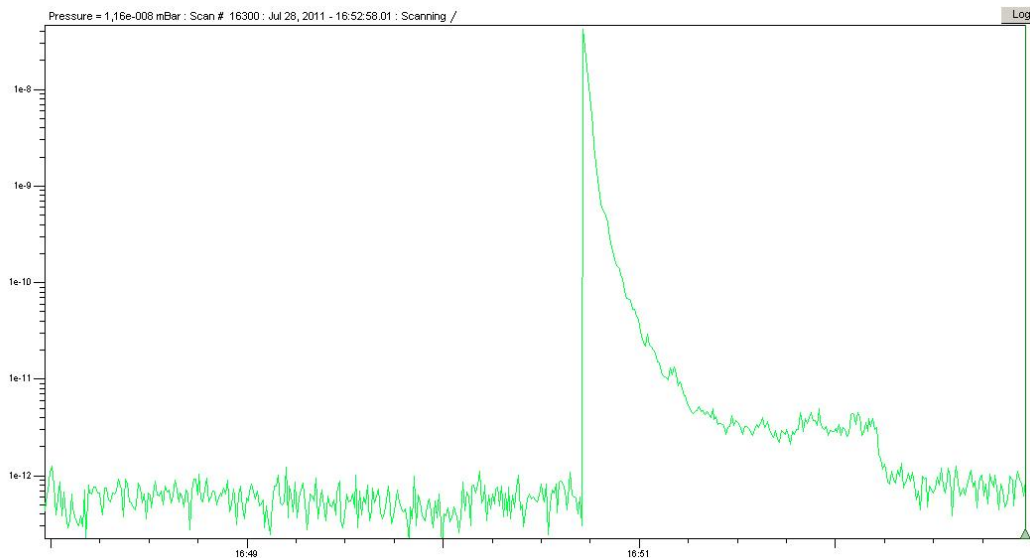


Abbildung 5.13: **Massenspektrum während 90s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam in ein Plateau ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Dennoch konnte das Substrat nicht ausreichend gereinigt werden bei der Leistung mit 41 mW/cm^2 .

5.4.2 Ablation bei 304° mit 69 mW/cm^2

Tabelle 5.4: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 69 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer in s
70,65	0,23	65,21	0,28	ablatiert	60
70,19	0,10	65,21	0,28	aufgefroren	
70,19	0,10	65,02	0,14	ablatiert	60

Tabelle 5.5: Schichtdicken bei Ablation mit 69 mW/cm^2

relativer Winkel in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Schichtdicke in \AA	Fehler in \AA	Art
-5,44	0,36	110,99	7,85	ablatiert
-4,98	0,30	101,03	6,39	aufgefroren
-5,17	0,18	105,19	3,87	ablatiert

Bei dieser Leistung wurde zwei mal Ablation bei einer Dauer von 60 s betrieben. Die Ergebnisse $(65,21 \pm 0,28)^\circ$ und $(65,02 \pm 0,14)^\circ$ sind im Bereich des Fehlers von der gleichen Größenordnung. Sie zeigen eine Verbesserung gegenüber der zuvor verwendeten Leistung. Vergleicht man die dazugehörigen Schichtdicken $(110,99 \pm 7,85) \text{ \AA}$ und $(105,19 \pm 3,87) \text{ \AA}$, die entfernt wurden, mit den aufgefrorenen Schichten $\sim 100 \text{ \AA}$, so sieht man, dass hier mehr entfernt

als aufgefroren wurde. Das bedeutet, dass das Substrat vor dem Auffrieren nicht sauber gewesen sein kann. Es ist nun sauberer als vorher, aber der Wert des Winkels hat noch nicht den gewünschten Wert um die $(64,35 \pm 0,10)^\circ$ erreicht.

Das Massenspektrum zeigt einen ähnlichen Verlauf wie im oberen Abschnitt bereits beschrieben.

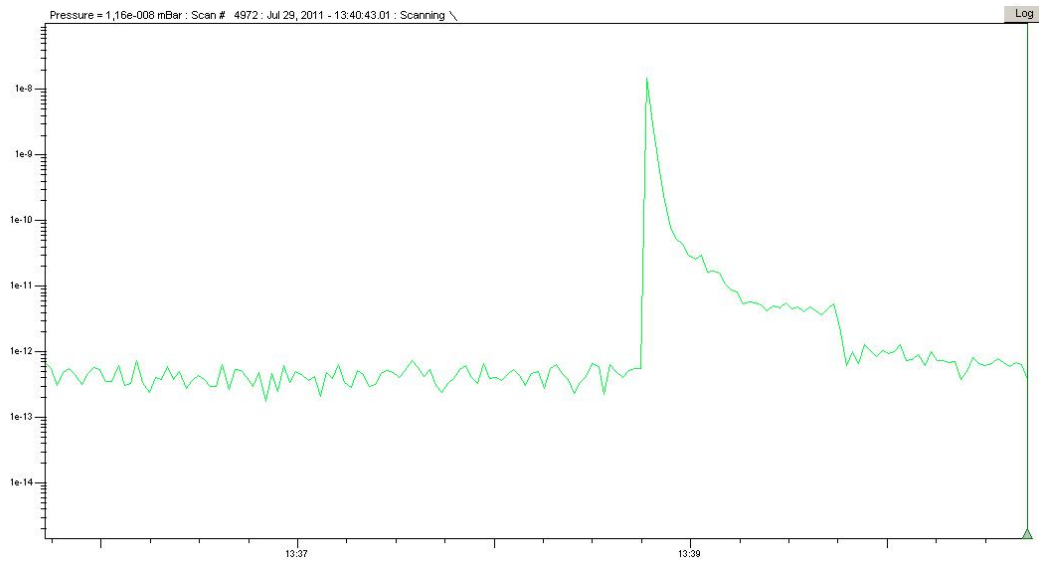


Abbildung 5.14: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde mit einer Leistung von 69 mW/cm^2 Ablation betrieben.

5.4.3 Ablation bei 303° mit 84 mW/cm²

Tabelle 5.6: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 84 mW/cm²

mit Film in °	Fehler in °	ohne Film in °	Fehler in °	Art	Dauer in s
71,53	0,15	66,32	0,17	aufgefroren	
71,53	0,15	66,18	0,14	ablatiert	15
71,00	0,12	66,18	0,20	aufgefroren	
71,00	0,12	65,89	0,37	ablatiert	90
70,61	0,13	65,85	0,29	aufgefroren	
70,61	0,13	65,44	0,30	ablatiert	60
70,65	0,23	65,44	0,30	aufgefroren	

Es wurde bei dieser Leistung drei mal Ablation bei 15 s, 60 s und 90 s durchgeführt. Der Wert für 15 s mit $(66,18 \pm 0,14)^\circ$ ist verhältnismäßig schlecht. Die Ablation mit einer Dauer von 15 s ist also nicht gut geeignet zur Reinigung des Substrats. Die anderen beiden Werte weisen keine Verbesserung im Vergleich zum letzten Abschnitt auf. Hier zu beachten ist allerdings, dass die Fehler mit $\pm 0,37^\circ$ 90 s und mit $\pm 0,30^\circ$ mit 60 s recht hoch sind, sodass die Werte im Bereich des Fehlers nicht schlechter sind als bei der Ablation mit 69 mW/cm². Betrachtet man die dazugehörigen Schichtdicken, die in Tabelle 5.7 dargestellt sind, sieht man das $\sim 100 \text{ \AA}$ aufgefroren und etwa $(105 \pm 5) \text{ \AA}$ entfernt worden sind.

Tabelle 5.7: Schichtdicken bei Ablation mit 84 mW/cm²

relativer Winkel in °	Fehler in °	Schichtdicke in Å	Fehler in Å	Art
-5,21	0,22	105,98	4,80	aufgefroren
-5,35	0,20	108,96	4,41	ablatiert
-4,82	0,24	97,52	5,12	aufgefroren
-5,11	0,39	103,81	8,33	ablatiert
-4,75	0,32	96,19	6,88	aufgefroren
-5,16	0,33	104,99	7,13	ablatiert
-5,21	0,38	105,93	8,23	aufgefroren

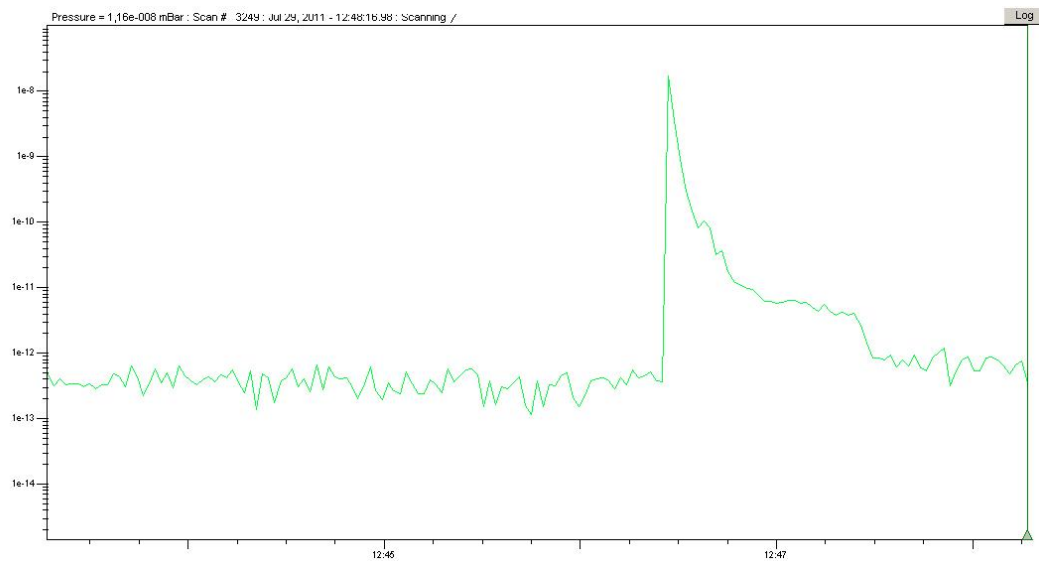


Abbildung 5.15: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde mit einer Leistung von 84 mW/cm^2 Ablation betrieben.

5.4.4 Ablation bei 302° mit 101 mW/cm^2

Tabelle 5.8: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 101 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer in s
72,40	0,25	64,80	0,06	aufgefroren	
72,40	0,25	64,40	0,08	ablatiert	60

Tabelle 5.9: Schichtdicken bei Ablation mit 101 mW/cm^2

relativer Winkel in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Schichtdicke in \AA	Fehler in \AA	Art
-7,60	0,26	159,46	6,00	aufgefroren
-8,01	0,26	168,91	6,18	ablatiert

In Tabelle 5.8 ist die Ablation für eine Messung bei einer Dauer von 60 s aufgelistet. Mit $(64,40 \pm 0,08)^\circ$ ist dieser Wert sehr nahe an dem Erfahrungswert beim Sauberheizen des Substrats. Analog dazu kann man die aufgefroren Schichtdicke $((159,46 \pm 6,00) \text{ \AA})$ und entfernten Schichtdicke $((168,91 \pm 6,18) \text{ \AA})$ vergleichen, die in 5.9 dargestellt sind. Man erkennt, dass deutlich mehr entfernt als aufgefroren wurde.

Mit einer Einstellung ab $\sim 100 \text{ mW/cm}^2$ und einer Dauer von 60 s erhält man also mit der Ablation die gleiche Sauberkeitsstufe wie beim Heizen des Substrats. Allerdings kann man hier nur von

einem einzigen Punkt sprechen, an dem ablatiert wurde. Aufgrund der beschriebenen Probleme war eine Rasterung nicht möglich, sodass man immer nur den Vergleich in einem Punkt ziehen kann, nie aber in Bezug auf das ganze Substrat.

Aus dem Massenspektrum kann man wiederum das beschriebene Plateau erkennen, dass beim Ende der Ablation abrupt abfällt, sodass man nicht von einem sauberen Substrat ausgehen kann.

Um zu überprüfen, ob der erhaltene Wert reproduzierbar ist oder sich noch verbessern lässt, wurde bei noch höheren Leistungen ablatiert.

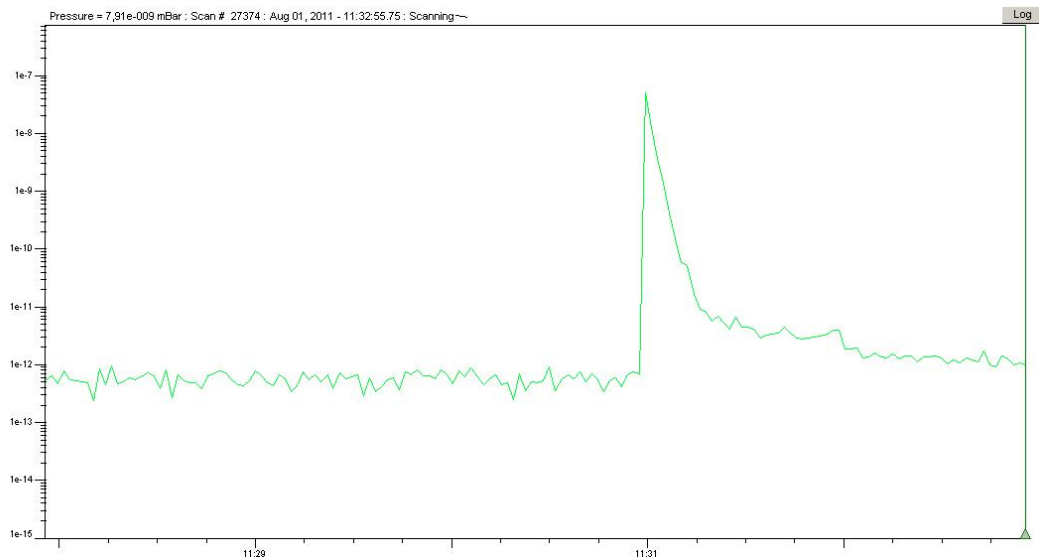


Abbildung 5.16: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde mit einer Leistung von 101 mW/cm^2 Ablation betrieben.

5.4.5 Ablation bei 300° mit 139 mW/cm^2

Tabelle 5.10: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 139 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer in s
72,50	0,18	64,40	0,08	aufgefroren	
72,50	0,18	63,72	0,90	ablatiert	60
73,30	0,26	63,72	0,90	aufgefroren	

Es wurde 60 s ablatiert. Mit einem Wert von $(63,72 \pm 0,90)^\circ$ das beste Ergebnis für die Ablation. Allerdings ist der Wert mit einem sehr großen Fehler behaftet, sodass zur Sicherheit Ablation bei noch höheren Leistungen durchgeführt worden ist, um zu überprüfen, ob der Wert reprodu-

zierbar ist. Aus Tabelle 5.11 lassen sich die Schichtdicken ablesen, die ebenfalls einen großen Fehler aufweisen.

Kurz nach dem Messen dieses Wertes ist die Ellipsometrie ungewöhnlich häufig abgestürzt und hat nicht funktioniert. Erst nach dem homogenen Ausheizen des Substrats mit der eingebauten Heizwendel, konnte die Ellipsometrie wieder ordnungsgemäß genutzt werden. Deshalb fällt dieses Ergebnis bei der Auswertung leider etwas aus dem Rahmen.

Tabelle 5.11: Schichtdicken bei Ablation mit 139 mW/cm^2

relativer Winkel in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Schichtdicke in \AA	Fehler in \AA	Art
-8,10	0,19	171,15	4,55	aufgefroren
-8,78	0,91	187,16	22,00	ablatiert
-9,58	0,93	206,64	23,17	aufgefroren

Im Massenspektrum sind diesmal auch noch andere Gase gezeigt, wie z.B. Wasserstoff, Wasser, Stickstoff, Kohlenstoffmonoxid, Kohlenstoffdioxid und Argon. Damit soll zusätzlich gezeigt werden, dass nicht nur Krypton, sondern auch andere Gase, die verunreinigend wirken, entfernt werden können. Auf dem Spektrum ist zu erkennen, dass dies prinzipiell möglich ist. Auch hier sind die beschriebenen Plateaus zu erkennen, wenn auch nicht ganz so extrem ausgefreift wie beim Krypton. Das liegt daran, dass sich viel weniger von den Restgasen auf dem Substrat befindet als es bei Krypton der Fall ist. Vermutlich rekondensieren auch die Restgase wieder auf das Substrat.

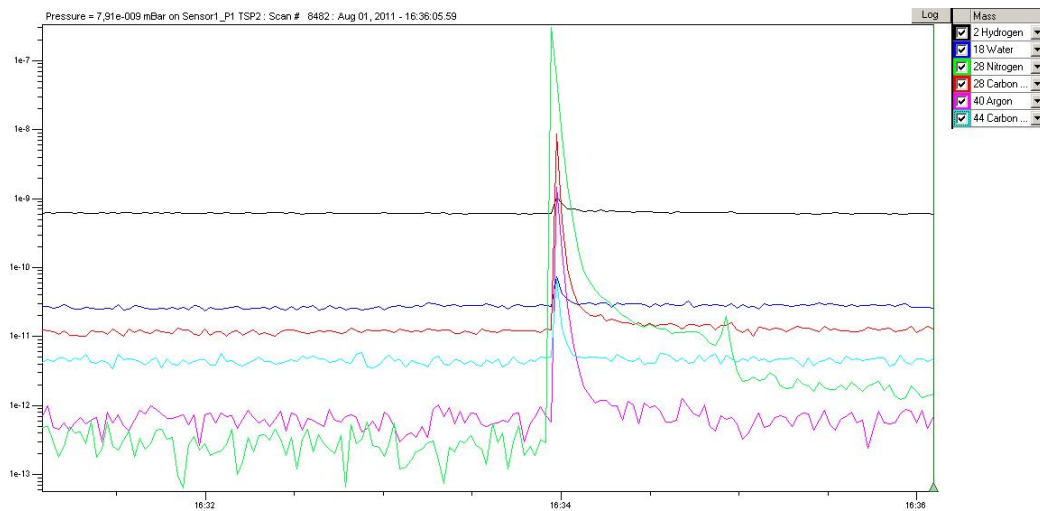


Abbildung 5.17: Massenspektrum während 60 s Ablation für viele verschiedene Gase:

Zu Beginn der Ablation ist bei jedem Gas ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es sind die einzelnen Plateaus zu erkennen, welches beim Krypton am deutlichsten ist (grün). Die grüne Stickstofflinie wird von der roten Kohlenstofflinie überdeckt, da beide die gleiche Massenzahl besitzen und darf nicht mit der grünen Linie des Krypton verwechselt werden. Weitere Gase sind Wasserstoff (schwarz), Wasser (dunkelblau), Argon (lila) und Kohlenstoffdioxid (hellblau). Es wurde bei einer Leistung mit 139 mW/cm^2 Ablation betrieben.

5.4.6 Ablation bei 295° mit 260 mW/cm^2

Tabelle 5.12: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 260 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer in s
73,46	0,17	64,36	0,17	aufgefroren	
73,46	0,17	64,80	0,19	ablatiert	60
64,80	0,19	64,71	0,15	ablatiert	weitere 60

Tabelle 5.13: Schichtdicken bei Ablation mit 260 mW/cm^2

relativer Winkel in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Schichtdicke in \AA	Fehler in \AA	Art
-9,10	0,24	194,95	5,90	aufgefroren
-8,69	0,26	184,30	6,16	ablatiert
-0,09	0,24	1,48	4,74	ablatiert

Die Ergebnisse bei einer Ablationsdauer von 60 s sind in Tabelle 5.12 dargestellt. Der Wert liegt bei $(64,71 \pm 0,15)^\circ$. Die dazugehörige Schichtdicke mit $(184,30 \pm 6,16)^\circ$ ist in Tabelle 5.13 gezeigt.

Zu dieser Einstellung existiert kein Massenspektrum.

5.4.7 Ablation bei 286° mit $556,13 \text{ mW/cm}^2$

Tabelle 5.14: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 556 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer in s
73,76	0,19	64,71	0,15	aufgefroren	
73,76	0,19	64,58	0,20	ablatiert	60
73,57	0,13	64,58	0,20	aufgefroren	
73,57	0,13	64,60	0,11	ablatiert	60

Mit dieser Einstellung wurde zwei mal bei einer Dauer von 60 s Ablation betrieben. Hier lag der Tiefstwert bei $(64,58 \pm 0,20)^\circ$, was einer Schichtdicke von $(196,78 \pm 6,67) \text{ \AA}$ (5.15) entspricht. Auch dieser letzte Test konnte das Ergebnis aus dem Abschnitt 5.4.5 nicht bestätigen. Es besteht daher Grund zu der Annahme, dass bei der Messung bei 300° mit 139 mW/cm^2 ein Fehler in der Ellipsometrie aufgetreten ist.

Tabelle 5.15: Schichtdicken bei Ablation mit 556 mW/cm^2

relativer Winkel in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Schichtdicke in \AA	Fehler in \AA	Art
-9,05	0,24	193,74	5,86	aufgefroren
-9,17	0,27	196,78	6,67	ablatiert
-8,99	0,24	192,25	5,81	aufgefroren
-8,97	0,17	191,73	4,17	ablatiert

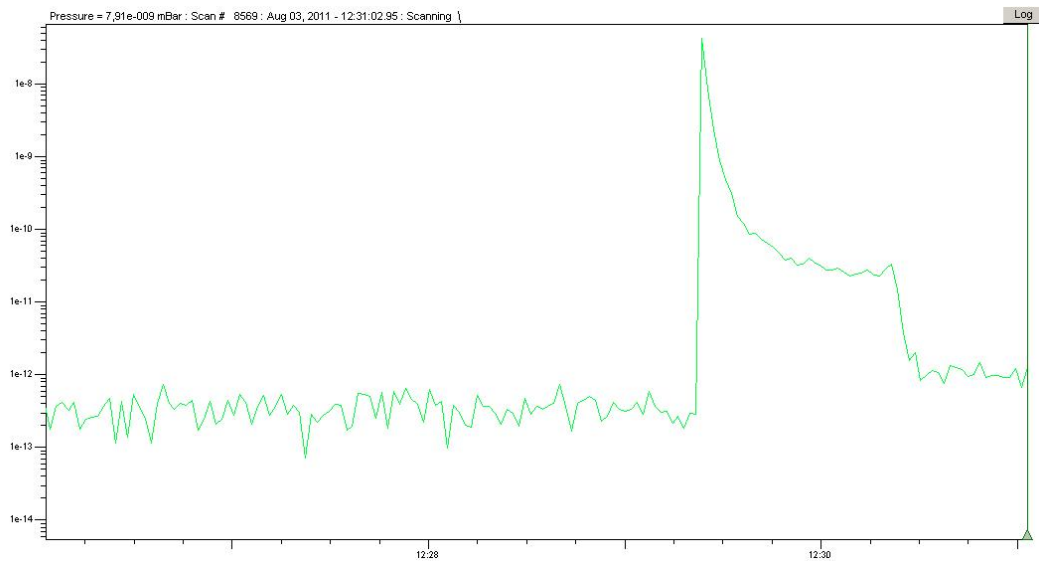


Abbildung 5.18: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit 556 mW/cm^2 Ablation betrieben.

Am Ende dieses Abschnitts sind noch einmal die Ergebnisse der Ablation bei verschiedenen Leistungen bei einer Dauer von 60 s, sofern durchgeführt, zum Vergleich in Tabelle 5.16 dargestellt. Gezeigt werden Leistung, entfernte Filmdicke und der Wert ohne Film nach der Ablation.

Tabelle 5.16: Ablation bei verschiedenen Leistungen (60 s)

Leistung pro cm^2 (mW/cm^2)	Schichtdicke in \AA	Winkel ohne Film in $^\circ$
69 ± 4	$105,19 \pm 3,87$	$65,02 \pm 0,14$
84 ± 5	$104,99 \pm 7,13$	$65,44 \pm 0,30$
101 ± 6	$168,91 \pm 6,18$	$64,40 \pm 0,08$
139 ± 8	$187,16 \pm 22,00$	$63,72 \pm 0,90$
260 ± 15	$184,30 \pm 6,16$	$64,80 \pm 0,19$
556 ± 32	$196,78 \pm 6,67$	$64,58 \pm 0,20$

5.5 Heizen vs. Ablation

Bevor der Ablationsaufbau realisiert wurde, wurde das Substrat mit Hilfe einer Heizwendel geheizt und damit gereinigt. Teil der Arbeit soll es sein, das Heizen des Substrats mit der Ablation zu vergleichen und der Frage nachzugehen, ob die Ablation eine Verbesserung gegenüber dem Heizen darstellt.

Dazu wurde per Ellipsometrie wieder ein Startwert ermittelt, ein Film auf das Substrat gefroren und wiederum durch Ellipsometrie gemessen. Anschließend wurde bei einer Heizleistung von 85%, was etwa einer Temperatur von ~ 300 K entspricht, 30 Minuten lang das Substrat geheizt und gereinigt. Nachdem mit der Ellipsometrie eine weitere Messung gemacht wurde, ist eine Ablation mit 139 mW/cm^2 bei einer Dauer von 60 s durchgeführt worden. Zum Schluss wurde nochmal eine Ellipsometriemessung aufgenommen und die Ergebnisse verglichen.

Die aufgenommenen Werte werden in Tabelle 5.17 gezeigt.

Tabelle 5.17: Messungen der Ellipsometrie bei Ablation mit 139 mW/cm^2

mit Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	ohne Film in $^\circ$	Fehler in $^\circ$	Art	Dauer
73,11	0,17	64,36	0,17	aufgefroren	
73,11	0,17	64,32	0,16	Heizen	30 min
64,32	0,16	64,25	0,16	Ablation	60 s
73,40	0,17	64,25	0,16	aufgefroren	
73,40	0,17	64,39	0,16	Heizen	30 min
64,39	0,16	64,32	0,19	Ablation	60 s

Die beiden Versuche haben gezeigt, dass die Ablation im Bereich der Fehler keine Verbesserung der Sauberkeit des Substrats mit sich bringt.

Aber die Ablation liefert vermutlich die gleiche Sauberkeit wie das Heizen in nur 60 s anstatt in 30 min. Also in dem Sinne schon eine gewisse Verbesserung.

Allerdings ist bei diesem Vergleich zu beachten, dass das Substrat, wie schon beschrieben, nicht abgerastert werden konnte, um so eine Reinigung über die gesamte Fläche des Substrats durchzuführen, was beim Heizen der Fall ist. Dadurch vergleicht man immer nur einen kleinen Punkt auf dem Substrat mit dem homogenen Ausheizen des Substrats. Dazu müssen noch weitere Tests durchgeführt werden, damit man die Qualität der Sauberkeit der verschiedenen Möglichkeiten besser vergleichen kann.

5.6 Künstliche Verunreinigung

Um zu zeigen, dass nicht nur Krypton, sondern auch andere verunreinigende Gase vom Substrat entfernt werden können, ist versucht worden das Substrat künstlich zu verunreinigen, indem das Wellbalg, das das Kryptongas zur Kammer leitet, zu erwärmen. Dadurch sollten sich andere Restgase vom Balg lösen und ebenfalls auf das Substrat auffrieren.

Leider hat dies nicht sehr gut funktioniert. Trotzdem wurde anschließend Ablation betrieben und das Ergebnis ist in Abbildung 5.19 zu sehen. Es befand sich nur sehr wenig Restgas auf dem Substrat. Allerdings ist eindeutig zu sehen, dass auch kleinste Teile der verunreinigenden Gase

vom Substrat gelöst werden können.

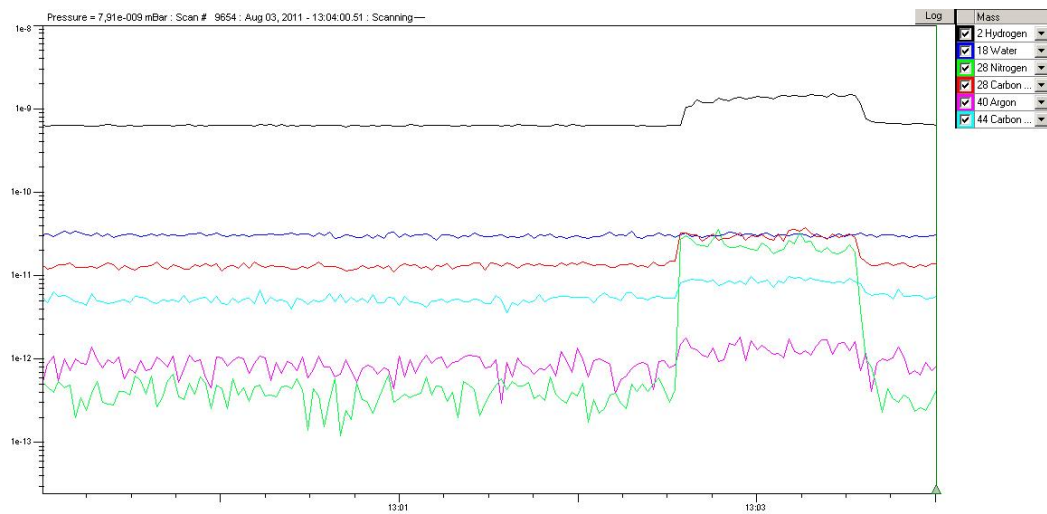


Abbildung 5.19: **Massenspektrum während 60s Ablation zur Beseitigung von Verunreinigungen:** Es ist zu sehen, dass trotz wenig Verschmutzung die störenden Gase vom Substrat gelöst werden können. Hier wurde 60 s ablatiert bei einer Leistung von (556 ± 32) mW pro cm^2

6 Zusammenfassung und Ausblick

6.1 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Aufbau zur Laserablation an der CKrS unter Auflagen der Lasersicherheit realisiert und getestet. Dabei wurde zunächst nach anfänglichen Schwierigkeiten die halbe Leistung des Lasers mit Hilfe eines Pyrosensors zu etwa $(0,5124 \pm 0,0030)$ W bestimmt. Der vom Hersteller angegebene maximale Wert liegt bei 2 W. Der Laser liefert also insgesamt nur noch etwa die halbe Leistung. Dieser Unterschied könnte daran liegen, dass der Laser sehr lange gelagert und nicht genutzt worden ist, sodass sich die Qualität des Yttrium-Aluminium-Granat-Kristalls verschlechtert haben könnte.

Die Leistung ist dennoch mehr als ausreichend, um vernünftig Ablation betreiben zu können.

Es wurde gezeigt, dass Ablation mit dem konstruierten Aufbau möglich ist. Eine Reinigung erzielt man ab einer Leistung von ~ 100 mW pro cm^2 bei einer Dauer von 60 s.

Die Rasterung des Substrats konnte aufgrund des aktuellen Aufbaus der CKrS nicht am Substrat selbst durchgeführt werden. Es konnte allerdings mit Hilfe eines geschwärzten Stück Papiers veranschaulicht werden, dass dies prinzipiell möglich ist.

Im Vergleich zum Heizvorgang, dem aktuellen Reinigungsverfahren, konnte keine Verbesserung der Sauberkeit des HOPG durch Ablation festgestellt werden. Allerdings erhält man bei Ablation ein gereinigtes Substrat nach einer Dauer von 60 s und damit geht der Reinigungsvorgang 30 mal schneller von statten als beim Heizen. Also ein enormer Zeitvorteil.

Zuletzt wurde noch getestet, ob sich auch verunreinigende Gase vom Substrat entfernen lassen. Dies konnte bestätigt werden.

6.2 Ausblick

Für den endgültigen Aufbau der CKrS sollte das Ablationssystem in eine von innen schwarz eloxierte Kiste integriert werden. Die Öffnungsklappe, die für Justier und Wartungszwecke in der Kiste integriert sein sollte, muss mit einem Interlockschalter versehen werden, sodass die Laseraktivität beim Öffnen direkt ausgeschaltet wird. Dadurch wird der Ablationsaufbau zu einem System der Laserklasse 1, sodass sich Personen in unmittelbarer Nähe des Aufbaus ohne Schutzbrille frei bewegen können. Ansonsten müsste das gesamte Labor und später am Aufbau in Karlsruhe das gesamte Tritiumlabor geräumt werden, bevor die Ablation beginnen kann.

Zum Vorgang der Ablation selbst ergeben sich zwei Möglichkeiten das Substrat zu reinigen. Zum einen, wie auch in der Arbeit schon beschrieben, mit einer Rasterung des Substrats. Beim Testen der Rasterung ist aufgefallen, dass die motorisierten Spiegel sich nur sehr langsam forbewegen ($0,7\text{mm/s}$). Deshalb sollte die Rasterung nicht kontinuierlich durchlaufen bei kontinuierlicher

Ablation, sondern immer ein Stück fahren und stoppen. Dann würde für eine gewisse Zeit Ablation betrieben. Anschließend würden dann die Spiegel ein Stück weiter fahren und wiederum stoppen, sodass der Vorgang von Neuem beginnt. Dazu könnte man ein Programm in LabView verfassen, dass diesen Vorgang automatisiert. Dazu muss der Laser mit dem Computer angesteuert werden, was über eine RS232 Schnittstelle möglich ist.

Bei der zweiten Variante würde man den Homogenisierer so in den Aufbau einbringen, dass er den Laserstrahl genau auf die Größe des Substrats aufweitet. Um dies zu ermöglichen, müsste er variabel in dem Strahlengang integriert werden oder man benutzt verschiedene Arten von Homogenisierern, die dann an einer festen Stelle integriert werden und nach Bedarf ausgetauscht werden. Hierbei hat man den Vorteil, dass sich das Licht homogen auf dem Substrat verteilt, sodass man sicher sein kann, dass jede Stelle des Substrats getroffen und ordnungsgemäß gereinigt wird. Man müsste dann die Ablation nur mit etwas mehr Leistung als beschrieben betreiben, die der Laser ohne Probleme liefern kann. Wie viel genau, müsste dann in Versuchen noch bestimmt werden.

Die zweite Variante bringt der ersten noch einen zeitlichen Vorteil. Während bei der Rasterung mehrere Minuten vergehen, da ja nur Stück für Stück ablatiert wird, wird das Substrat mit Hilfe des Homogenisierers an jeder Stelle gleichzeitig gereinigt, was bei entsprechender Leistung nur 60 s dauern würde.

Der wohl interessanteste Aspekt bleibt jedoch die Auswertung der Massenspektren. Man könnte so lange kontinuierlich Ablation betreiben bis sich das Plateau wieder auf den Eingangswert eingependelt hat. Oder man ablatiert in bestimmten Zeitabständen und lässt dem Kryptongas, welches sich in der Kammer durch Ablation gelöst hat, Zeit genug wieder auf das Substrat zu frieren, um dann wiederum Ablation zu betreiben. Das macht man solange bis sich bei der Ablation kein Gas mehr löst, was einem sauberen Substrat entsprechen würde.

7 Anhang

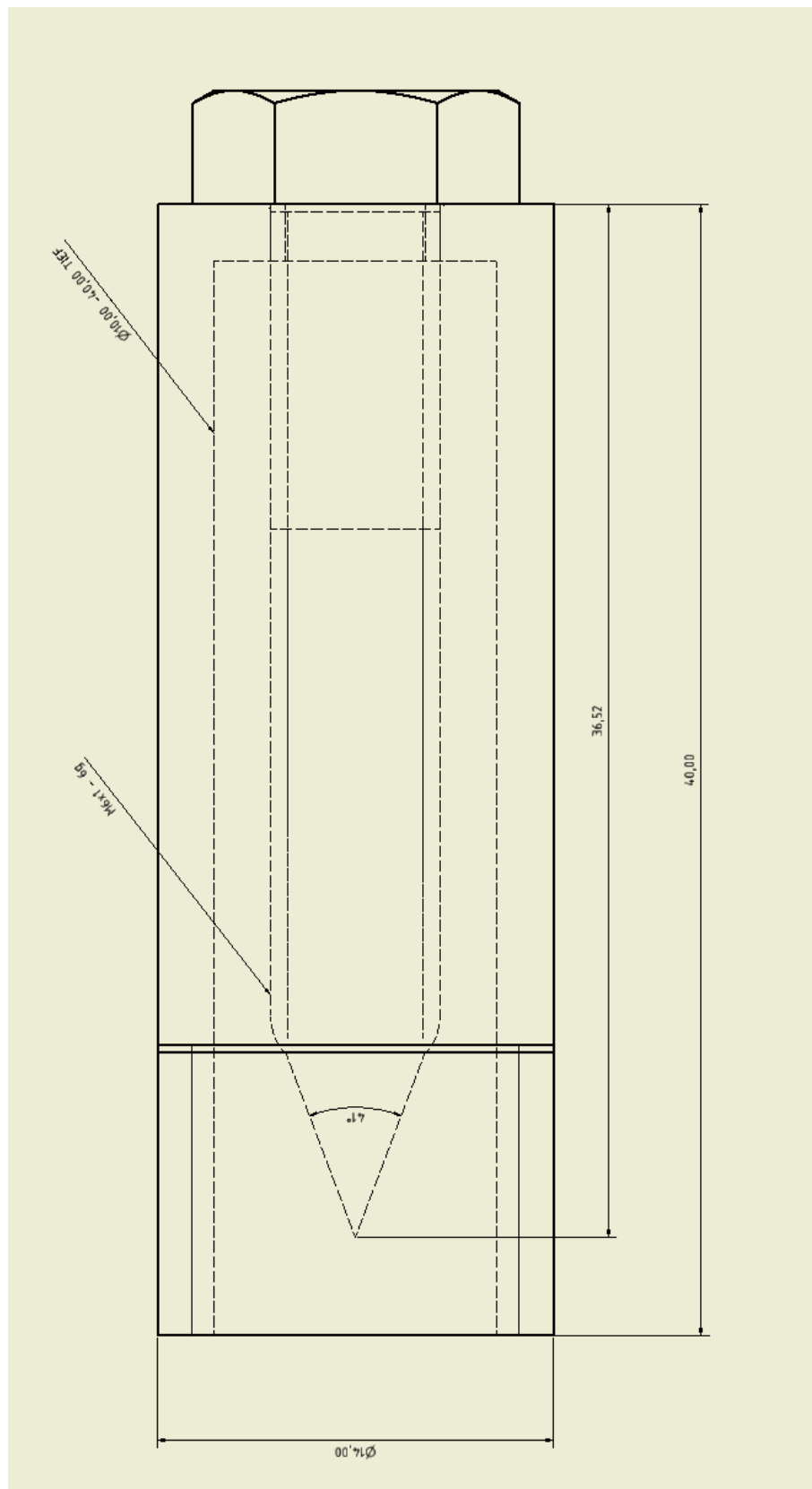


Abbildung 7.1: **Technische Zeichnung des Beamdumps:** Wird verwendet, um einen Teil des Laserstrahls zu neutralisieren.

Schutz-s stufe	Maximaler spektraler Transmis-sions grad bei den Laserwellen-lä ngen $\tau(\lambda)$	Maximale Energie- bzw. Leistungsdichte im Wellenlängenbereich											
		180 nm bis 315 nm		Über 315 nm bis 1400 nm								Über 1400 nm bis 1000 µm	
		Für die Laserbetriebsart / Betriebsdauer in s											
		D	I, R	M	D	I, R	M	D	I, R	M			
		$>3 \times 10^4$	10^{-9} bis 3×10^4	$<10^{-9}$	$>5 \times 10^4$	10^{-9} bis 5×10^{-4}	$<10^{-9}$	$>0,1$	10^{-9} bis 0,1	$<10^{-9}$	$<10^{-9}$		
		$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{H}{J/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{H}{J/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{H}{J/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$	$\frac{E}{W/m^2}$		
L 1	10^{-1}	0,01	3×10^2	3×10^{11}	10^2	0,05	5×10^7	10^4	10^3	10^4	10^{12}		
L 2	10^{-2}	0,1	3×10^3	3×10^{12}	10^3	0,5	5×10^8	10^5	10^4	10^5	10^{13}		
L 3	10^{-3}	1	3×10^4	3×10^{13}	10^4	5	5×10^9	10^6	10^5	10^6	10^{14}		
L 4	10^{-4}	10	3×10^5	3×10^{14}	10^5	50	5×10^{10}	10^7	10^6	10^7	10^{15}		
L 5	10^{-5}	10^2	3×10^6	3×10^{15}	10^6	5×10^2	5×10^{11}	10^8	10^7	10^8	10^{16}		
L 6	10^{-6}	10^3	3×10^7	3×10^{16}	10^7	5×10^3	5×10^{12}	10^9	10^8	10^9	10^{17}		
L 7	10^{-7}	10^4	3×10^8	3×10^{17}	10^8	5×10^4	5×10^{13}	10^{10}	10^9	10^{10}	10^{18}		
L 8	10^{-8}	10^5	3×10^9	3×10^{18}	10^9	5×10^5	5×10^{14}	10^{11}	10^{10}	10^{11}	10^{19}		
L 9	10^{-9}	10^6	3×10^{10}	3×10^{19}	10^{10}	5×10^6	5×10^{15}	10^{12}	10^{11}	10^{12}	10^{20}		
L 10	10^{-10}	10^7	3×10^{11}	3×10^{20}	10^{11}	5×10^7	5×10^{16}	10^{13}	10^{12}	10^{13}	10^{21}		

Abbildung 7.2: Schutzstufen und Verwendung der Laserschutzbrillen (Abbildung aus [Fot])

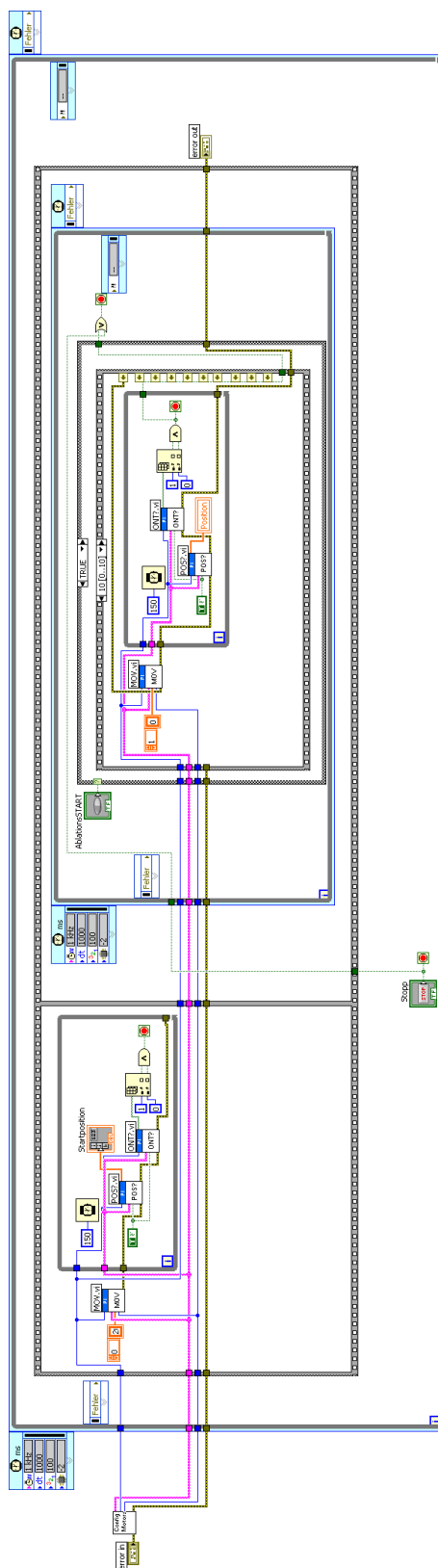


Abbildung 7.3: Programm „TESTAblation.vi“ zur Rasterung des Substrats

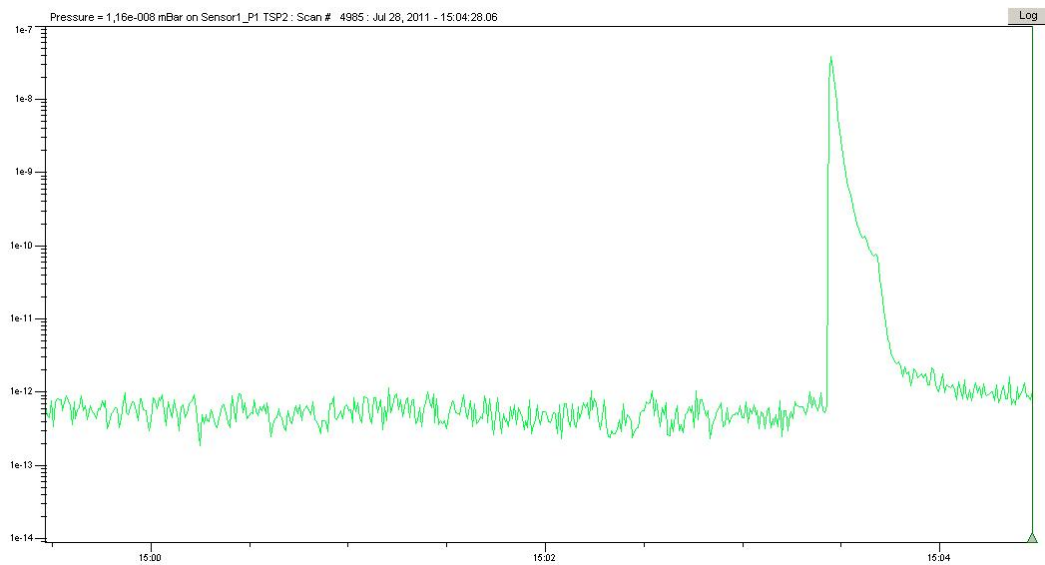


Abbildung 7.5: **Massenspektrum während 15s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $41,20 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 306°) Ablation betrieben.

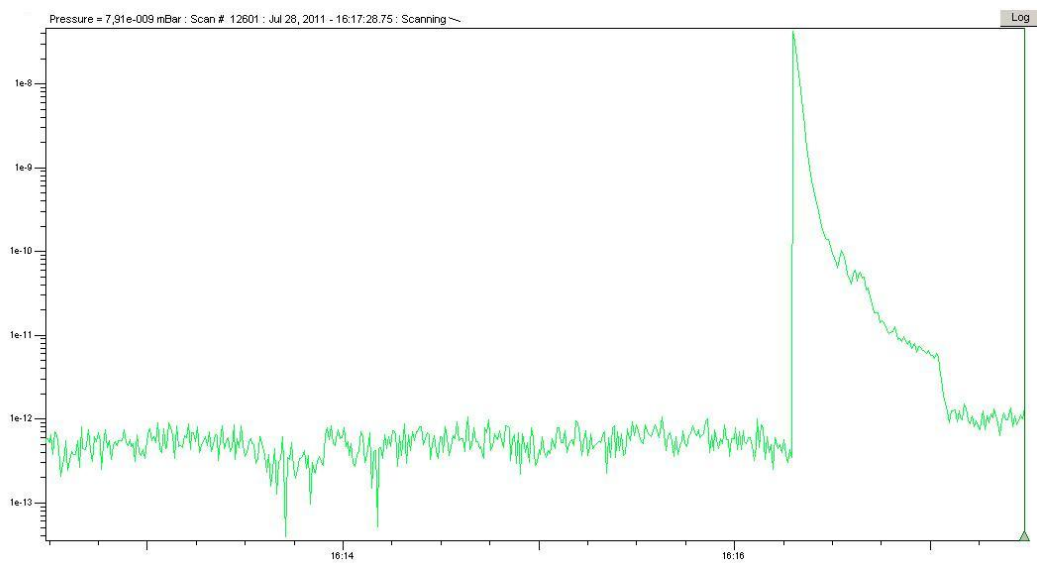


Abbildung 7.6: **Massenspektrum während 45s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $41,20 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 306°) Ablation betrieben.

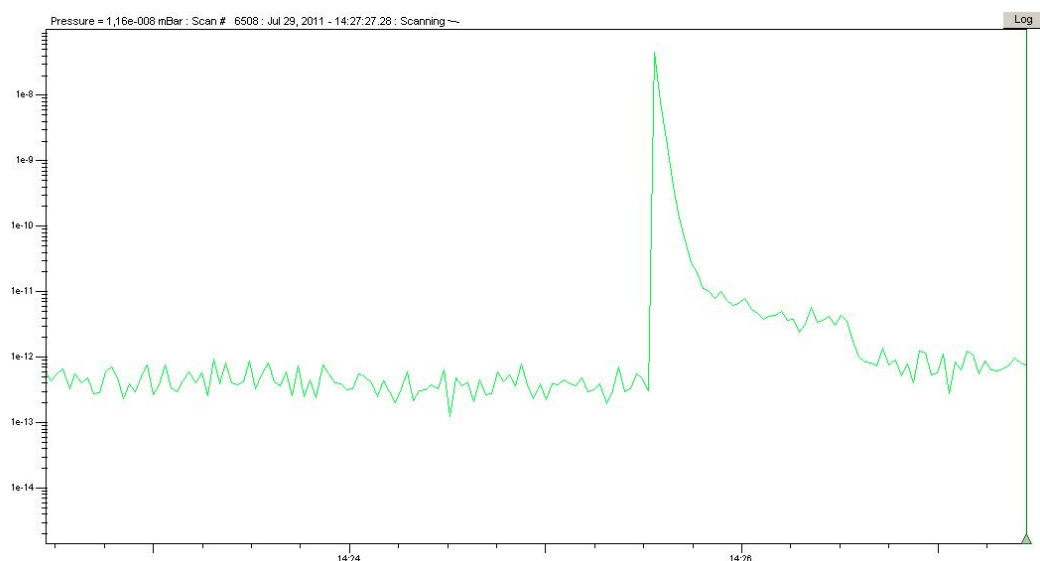


Abbildung 7.7: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $68,58 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 304°) Ablation betrieben.

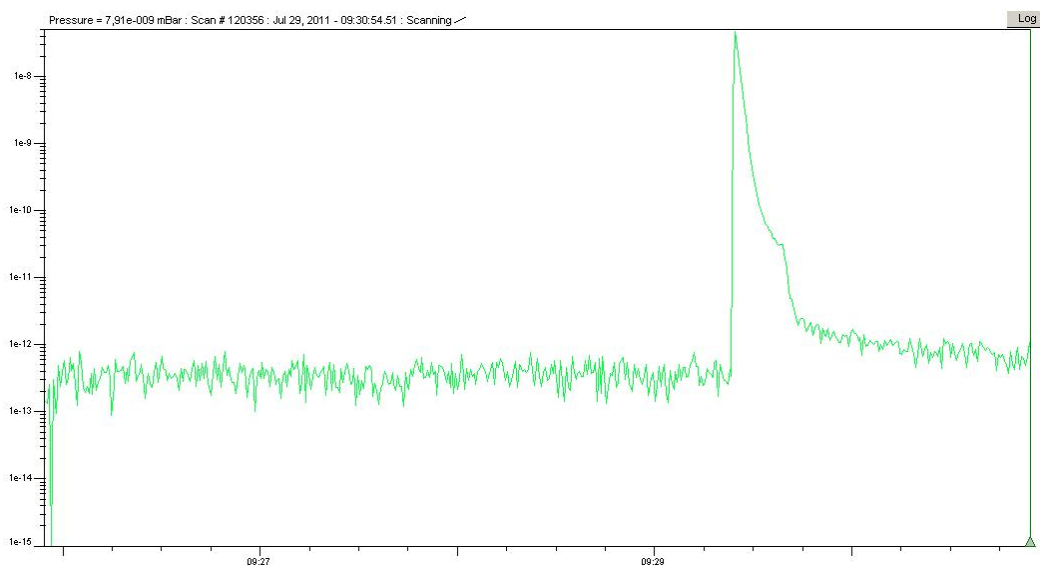


Abbildung 7.8: **Massenspektrum während 15s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $84,03 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 303°) Ablation betrieben.

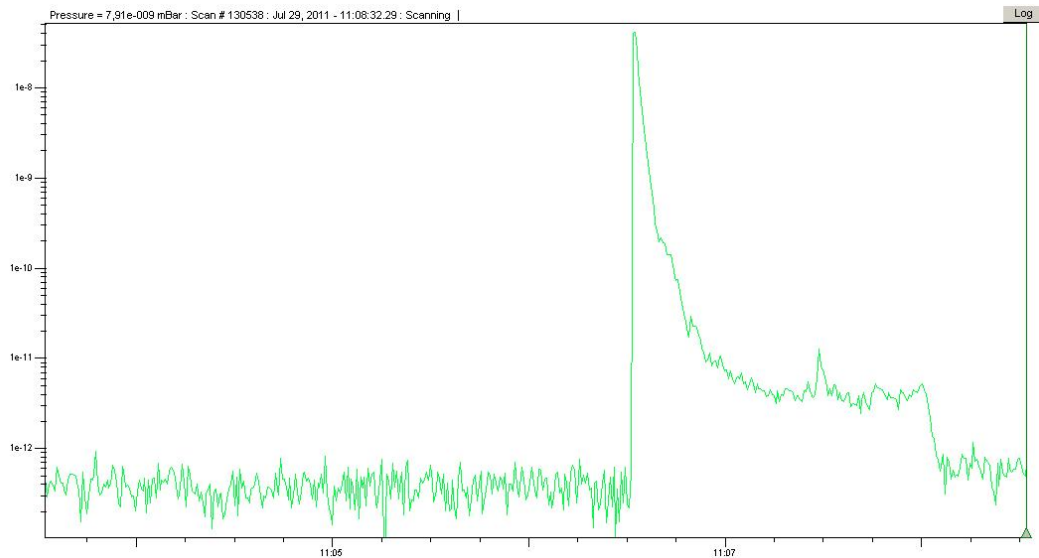


Abbildung 7.9: **Massenspektrum während 90s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $84,03 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 303°) Ablation betrieben.

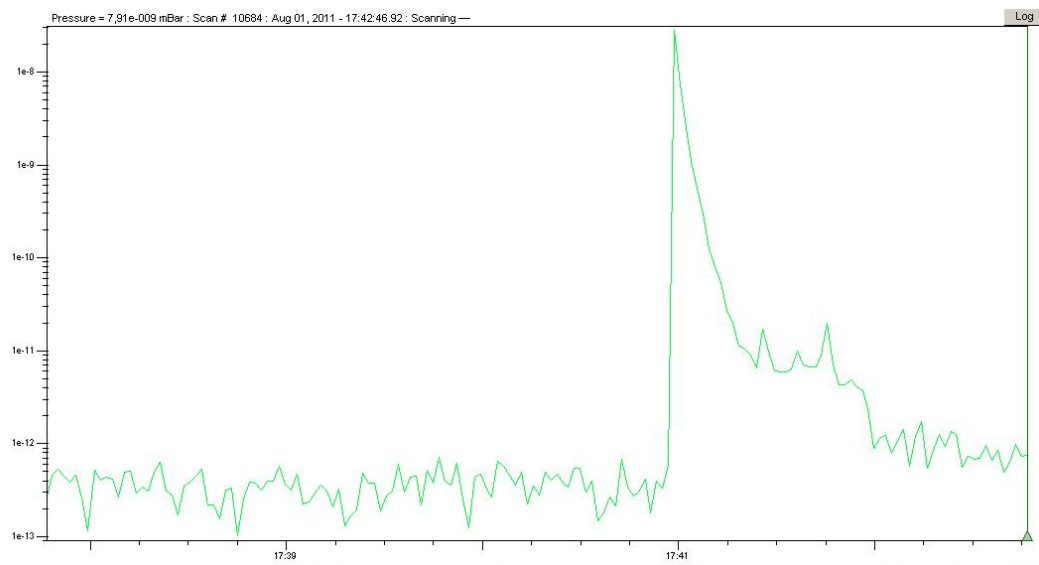


Abbildung 7.10: **Massenspektrum während 60s Ablation:** Zu Beginn der Ablation ist ein steiler Anstieg zu erkennen, welcher langsam ausläuft. Je länger Ablation betrieben wird, desto mehr Gas wurde entfernt. Es wurde bei einer Leistung mit $556,13 \text{ mW/cm}^2$ (GLP 286°) Ablation betrieben.

Eigenständigkeitserklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Die Stellen der Arbeit, die anderen Werken dem Wortlaut oder Sinn nach entnommen wurden, wurden unter Angabe der Quelle kenntlich gemacht.

Ort, Datum

Unterschrift

Literaturverzeichnis

- [Den10] Prof. Dr. Cornelia Denz: Vorlesung Angewandte Physik, WWU Münster, 2010
- [Fot] :Dr. H. J. Foth, Laserschutz, Fachbereich Physik, TU Kaiserslautern
- [Jel07] G. E. Jellison, Jr., J. D. Hunn, H. N. Lee, Phys. Rev. B 76, 085125 (2007)
- [KAT04] The KATRIN-Collaboration: KATRIN-Design-Report 2004, FZK Scientific Report 7090
- [Kur99] O. Kurtz, Dissertation, Frei Universität Berlin, 1999
- [Ost09] B. Ostrick, Dissertation, Institut für Kernphysik, WWU Münster, 2009
- [Qua] Quantel Laser: Brilliant user's manual ver5.3
- [Spi11] D. Spitzer: Alternative Ellipsometrie-Varianten bei kryogenen Temperaturen für das KATRIN-Experiment, Diplomarbeit, WWU Münster, 2011
- [SPI11] SPI Supplies, Structure Probe, inc: <http://www.2spi.com/catalog/new/hopgsub.php>
- [Vol89] U.G. Volkmann und K. Knorr : Ellipsometric study of krypton physisorbed on graphite, Surface Science 221 (1989) 379-393
- [Weg11] A. Wegmann: Laserellipsometrie für die kondensierte ^{83m}Kr -KONversionselektronenquelle des KATRIN-Experiments, Diplomarbeit, WWU Münster, 2011
- [Wik07] Fabian 82: Schematischer zeitlicher Verlauf beim Güteschalten eines Lasers, Wikipedia, 2007, <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/de/0/09/Qswitch.png>

Danksagung

Ich möchte ganz herzlich allen Personen danken, die mich bei meiner Arbeit unterstützt und mir zur Seite gestanden haben. Zunächst möchte ich mich bei Prof. Dr. Christian Weinheimer für das Bereitstellen der Arbeit und der freundlichen Aufnahme in die Arbeitsgruppe bedanken. Zusätzlich hat er es mir ermöglicht, nach Karlsruhe ans KIT zu reisen, um dort das KATRIN-Experiment besichtigen zu können. Dafür Vielen Dank!

Ein ganz besonderer Dank gilt Stephan Bauer, der mich während der gesamten Arbeit unterstützt hat und mir bei Fragen und Problemen stets helfend zur Seite stand. Ich habe sehr viel von ihm gelernt und auch in schwierigen Situationen hatte er immer ermutigende und motivierende Worte. Vielen Dank!

Weiterhin möchte ich Daniel Spitzer danken, der mir vor allem beim Konstruieren und Aufbauen des Ablationssystems geholfen hat und stets bei Fragen und Problemen zur Verfügung stand. Vielen Dank!

Allgemein möchte ich bei dem „Team Krypton“ (Daniel, Benjamin, Richard und Oliver) im Büro 110 für die Hilfe und den Spaß bei der Arbeit bedanken.

Außerdem möchte ich mich bei meiner Freundin Jessica Schomaker bedanken, die mich stets aufgemuntert und motiviert hat, als es mal nicht so gut lief.

Ich danke meinen Eltern, die mir das Studium möglich machen und mich immer unterstützen. Vielen Dank!