

Experimentelle Methoden

5 Das SMSC-Gerät

Als Teil dieser Arbeit wurde am HMI Berlin ein neues SMSC (Scanning Microscope for Semiconductor Characterization) aufgebaut und für hier beschriebene Messungen und andere Projekte [43–45] eingesetzt. Dieses neuentwickelte SMSC orientiert sich im optischen Aufbau an einem ersten von Dr. A. M. Chaparro in der Arbeitsgruppe von Prof. P. Salvador¹ entwickelten Prototypen [9, 46–50].

5.1 Aufbau

Den zentralen Teil des SMSC-Gerätes bilden ein Inversmikroskop² zur Beleuchtung und Beobachtung der Proben von unten und ein darauf montierter Scantisch³. Abb.5.1 gibt einen stark vereinfachten Überblick über den SMSC-Aufbau bei einer orts aufgelösten photoelektrochemischen Messung.

Die Halbleiterprobe ist als Arbeitselektrode zusammen mit einer Referenzelektrode, meist einer gesättigten Kalomelektrode (SCE), und einer Platingegenode in der für elektrochemische Messungen typischen Dreielektrodenanordnung mit einem Potentiostaten⁴ verbunden.

Alle Elektroden tauchen in eine geeignete Elektrolytlösung ein. Das Elektrolytgefäß mit den Elektroden ist auf dem Scantisch des Mikroskops befestigt und kann in der xy-Ebene mit einer Auflösung von weniger als $0,1\ \mu\text{m}$ über dem Mikroskopobjektiv bewegt werden. Die Schrittweite wird dabei in der Regel etwas kleiner als der gewählte Laserspotdurchmesser eingestellt. Die Probe wird während der orts aufgelösten Messungen von unten durch den Quarzglasboden des Elektrolytgefäßes mit einem kleinen Laserspot ($\geq 2\ \mu\text{m}$) beleuchtet. Um ein Abbild des örtlich an der Probe generierten Photostroms zu erhalten, wird die Probe mit dem Gefäß in kleinen Schritten zeilenweise über dem Laserspot bewegt.

Um das verhältnismäßig kleine Photostromsignal, in der Regel im nA-Bereich, von dem größeren durch Streulicht und Dunkelstrom hervorgerufenen Grundsignal abtrennen zu können, wird das Laserlicht mit einem mechanischen Chopper⁵ mit einem Tastverhältnis 1:1 rechteckförmig moduliert. Mit einem lock-in-Verstärker⁶ kann das

¹Dpto. de Matemáticas, Universitat de les Illes Balears, Palma, Spanien.

²Axiovert 100A; Carl Zeiss AG, Göttingen.

³Scan IM 100 × 100; Märzhäuser Wetzlar GmbH & Co KG, Wetzlar.

⁴Galvanostat Modell 283; EG&G Berthold GmbH & Co KG, Bad Wildbad.

⁵Optical Chopper; Scitec Instruments LTD, England.

⁶lock-in-Verstärker Modell 5210; EG&G Berthold GmbH & Co KG, Bad Wildbad.

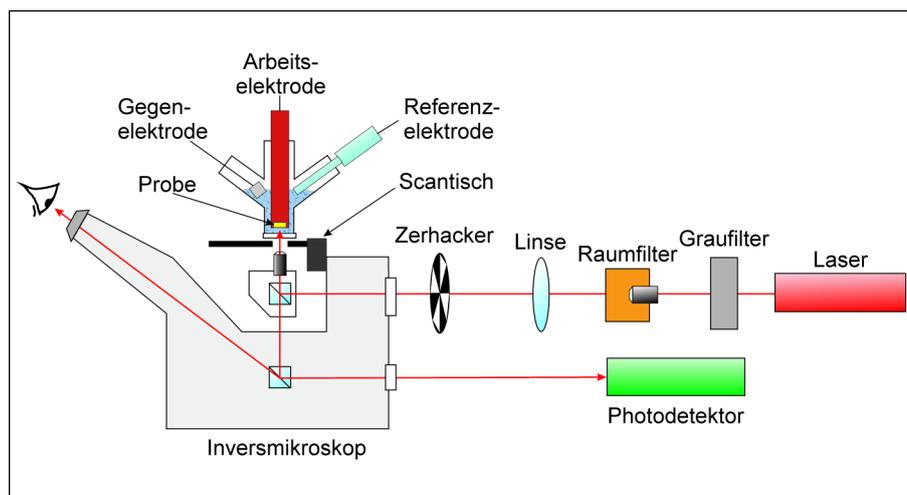


Abb. 5.1: Aufbau des optischen Teils des SMSC

nun oszillierende Photostromsignal, das nur vom Laserlicht hervorgerufen wird, sehr selektiv durch Filterung mit der Oszillatorfrequenz und anschließender Verstärkung abgetrennt werden.

Die Lichtintensität kann mit Neutralfiltern⁷ eingestellt werden. Mit einer entlang der optischen Achse verschiebbaren Linse wird der Spotdurchmesser gewählt.

Für den He/Ne-Laser⁸ mit einer Ausgangsleistung von 10 mW steht ein Raumfilter⁹ zur Verfügung, mit dem durch Beugung an einer Lochblende ein Airy-Intensitätsprofil [42] des Laserspots erhalten werden kann. Dabei wird der in fünf Freiheitsgraden einstellbare Raumfilter so justiert, daß das Objektiv (10 ×) des Raumfilters das Laserlicht genau auf die Lochblende¹⁰ fokussiert. Der Durchmesser der Lochblende (\varnothing 5 μm) ist genau an den Strahldurchmesser (\varnothing 3 mm) des in den Raumfilter eintretenden Laserlichts angepaßt.

Ein seitlich am Videoansatz angebrachter Photodetektor¹¹ kann für Intensitätsmessungen im VIS und UV und zur Messung des an der Probe reflektierten Lichtes verwendet werden.

Der tatsächliche Aufbau der SMSC-Apparatur wird besser in Abb.5.2 wiedergegeben, in deren Mitte man die Komponenten aus Abb.5.1 erkennt. Beim Aufbau wurde Wert darauf gelegt, möglichst alle für die Messungen nötigen Lichtquellen fest in die Apparatur zu integrieren, um sie optimal justieren und ohne größeren Aufwand zwischen ihnen wechseln zu können. Wie in Abb.5.2 zu erkennen ist, sind die Lichtquellen senkrecht zur optischen Hauptachse orientiert und können bei Bedarf eingespiegelt werden.

⁷Schott Farbgeläser; ITOS Gesellschaft für Technische Optik mbH, Mainz.

⁸Typ 31-2090; Coherent Deutschland GmbH, Dieburg.

⁹Raumfilter M-910B; Newport GmbH, Darmstadt.

¹⁰Lochblende 910PH-5; Newport GmbH, Darmstadt.

¹¹Eigenentw., Photodiode S1337-1010BQ; Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH, Herrsching.

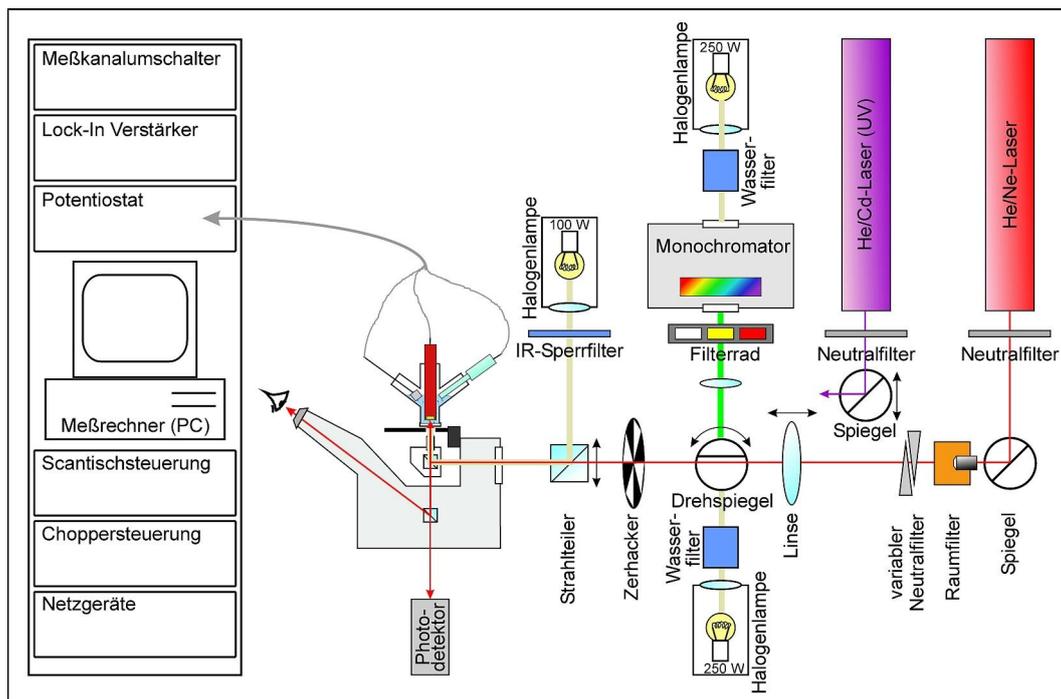


Abb. 5.2: Detaillierte schematische Darstellung des Aufbaus des neu entwickelten SMSC-Gerätes

Unmittelbar hinter dem Lichteintritt (Kollimator) des Mikroskops befindet sich ein verschiebbarer Strahlteiler, der zur Beleuchtung der Probe bei der Justierung und bei der Auswahl der Meßbereichsgrenzen benötigt wird. Im Okular oder Videobild ist dann die weiß beleuchtete Probenoberfläche mit dem Laserspot zu erkennen. Während der Messung wird der Strahlteiler aus dem Strahlengang entfernt.

Über einen Drehspiegel können ein Monochromator¹² für die Aufnahme von Photostrom- bzw. Aktionsspektren oder eine leistungsstärkere Halogenlampe als Lichtquelle für die Messung von Photostromkennlinien der gesamten Probenoberfläche ausgewählt werden. Bei parallel zur Hauptachse eingestelltem Spiegel kann das Licht eines He/Ne-Lasers (632,8 nm, 10 mW) oder, bei eingesetztem Spiegel eines He/Cd-Lasers¹³ (325 nm, 3 - 35 mW; 442 nm 12 - 100 mW) für orts aufgelöste Messungen verwendet werden. Die Intensität des He/Ne-Lasers kann mit einem variablen Neutralfilter¹⁴ und Filtergläsern stufenlos eingestellt werden, für den UV-Laser stehen dünne Aluminiumschichten verschiedener optischer Dichte auf Quarzsubstrat zur Verfügung.

Alle zur Beleuchtung genutzten Halogenlampen haben einen hohen Infrarotanteil in ihrem Spektrum, der zur Erwärmung und Zerstörung des Strahlteilers, des Mikroskops oder des Monochromators führen kann. Um dies auszuschließen, genügen bei der geringeren Leistung der Justierlampe (100 W) am Stahlteiler drei hinterein-

¹²Cornerstone™ Monochromator; L.O.T.-Oriol GmbH & Co KG, Darmstadt.

¹³Omnichrome 74 Series; Laser 2000 GmbH, Berlin.

¹⁴Eigenentwicklung mit Graukeilen von LINOS Photonics GmbH, Göttingen.

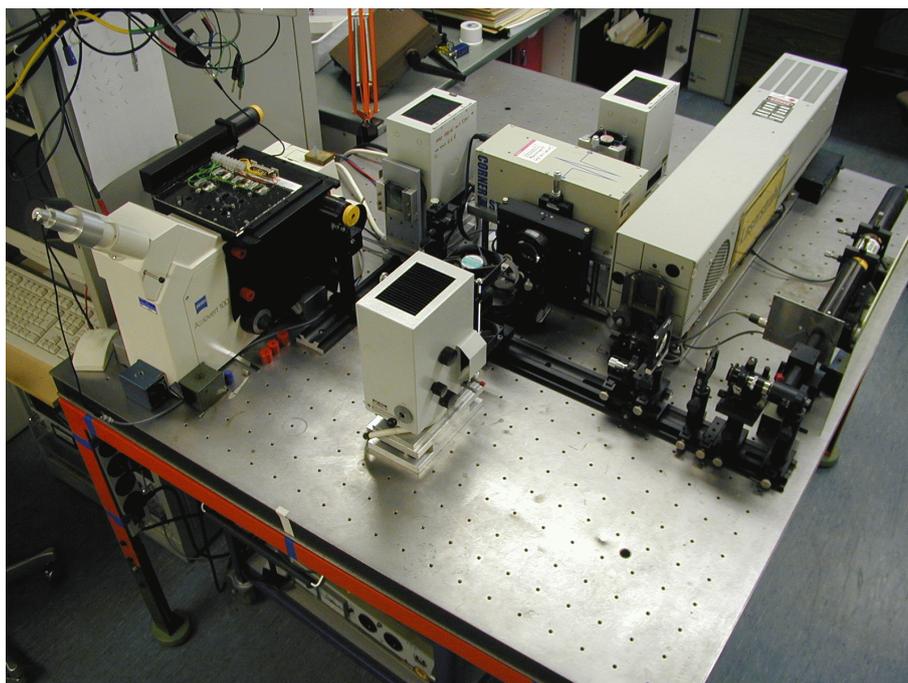


Abb. 5.3: Der optische Teil des SMSC-Gerätes. Von links nach rechts: das Inversmikroskop mit dem aufgesetzten Scantisch und der Okularkamera, die Justierlampe, der Monochromator, im Vordergrund die Meßlampe, der He/Cd-Laser und ganz rechts der He/Ne-Laser.

ander offen befestigte, durch Luftzirkulation gekühlte Infrarotsperfilter¹⁵, während die beiden anderen Lampen (250 W) nachgesetzte Wasserfilter nötig machen, welche ihrerseits von jeweils zwei Ventilatoren gekühlt werden.

Der optische Teil des SMSC-Gerätes ist in der Videoaufnahme Abb.5.3 gezeigt. Links im Bild erkennt man das Inversmikroskop mit dem aufmontierten Scantisch. Auf dem rechten Okular ist eine Videokamera¹⁶ zur Probenbeobachtung und zur Laserdurchmesserbestimmung nach der Videospot-Methode aufgesetzt. Die Objektive des Mikroskops sind durch einen Steulichtschutz aus schwarzem Filz verdeckt. Auf dem Scantisch befindet sich ein Meßrahmen zur aufeinanderfolgenden automatischen Messung von bis zu acht Injektionsolarzellen. Weiter rechts sind die Justierlampe, der Monochromator mit Filterrad und weiter vorne die Lampe für die Kennlinienaufnahme zu erkennen. Rechts daneben findet man den großen He/Cd-Laser und den kleineren He/Ne-Laser.

Bei verschiedenen Arten von Messungen, wie etwa bei elektrochemischen Messungen unter Benutzung des Potentiostaten, Photostrommessungen direkt über den Stromeingang des lock-in-Verstärkers oder unter Verwendung der Photodetektoren zur Messung von Lichtintensität oder Laserspotdurchmesser, müssen verschiedene

¹⁵KG 9, Schott Farbgläser; ITOS Gesellschaft für Technische Optik mbH, Mainz.

¹⁶Eigenentwicklung mit CCD-Kamera 118141-22; Conrad Electronic GmbH, Hirschau.

Signalquellen mit dem Strom- oder dem Spannungseingang des lock-in-Verstärkers verbunden werden.

Ein für diese Arbeiten entwickelter mikroprozessorgesteuerter Meßkanalumschalter, der außerdem auch Lichtquellen, Shutter, den Monochromator und den He/Ne-Laser schaltet, erspart das häufige Wechseln der Meßkabel und erlaubt den automatisierten Ablauf verschiedener Aktionen, etwa bei der Laserspotdurchmesserbestimmung. Er ist im technischen Anhang ab Seite 271 genauer beschrieben.

5.2 Steuer- und Auswerteprogramme

Alle für die Messungen mit dem SMSC und die anschließenden Auswertungen entwickelten Programme sind in der Igor Pro¹⁷ Programmumgebung geschrieben und benötigen wenigstens die Version 3.16b05. Igor Pro stellt eine umfangreiche Skript-Programmiersprache zur Verfügung, die viele spezielle mathematische Befehle und Möglichkeiten zur graphischen Auswertung bietet.

Für die Messungen wurde das Programm „i-Scan“ geschrieben, zur Auswertung der Meßdateien dient das Programm „i-Tiffer“, das während laufender Messungen auf einem zweiten Rechner eingesetzt werden kann.

Die Kommunikation des Steuer- und Meßprogramms „i-Scan“ mit den einzelnen Geräten des SMSC-Aufbaus wird über eine GPIB-Karte¹⁸ (RS-488) und die serielle Schnittstelle (RS-232) abgewickelt, wofür Treiber des Kartenherstellers, bzw. Igor-interne Befehle verwendet werden.

Neben den eigentlichen Meßprozeduren zur orts aufgelösten Photostrommessung, Kennlinienmessungen etc. wurde besonderer Wert auf eine möglichst genaue automatisierte Bestimmung der wichtigsten Meßparameter gelegt.

Zusammen mit den Meßparametern wie der Lichtintensität, dem Laserspotdurchmesser, dem Meßpotential, der Schrittweite in μm , der Anfangskoordinaten und den Abmessungen des Meßbereichs, Datum, Meßzeit und geräteinterner Parameter, wie Filter- oder Meßbereichseinstellungen, werden nach Abschluß der Messung insgesamt 55 Parameter mit den Meßwerten in einer Datei abgespeichert.

Diese ermöglichen dem Auswerteprogramm „i-Tiffer“ eine weitgehend automatische Berechnung der graphischen Darstellungen der Meßergebnisse.

Da die Meßergebnisse aber auch wesentlich von gerätespezifischen Einstellungen gerade des lock-in-Verstärkers, wie der Vielzahl seiner Filterfunktionen abhängt, ermöglicht die automatische Parameterabspeicherung in Zweifelsfällen eine gute Rekonstruierbarkeit der Meßbedingungen.

Da die Arbeitweise des Programms „i-Scan“ eng mit der Funktion des SMSC-Aufbaus zusammenhängt, werden im folgenden die wichtigsten Meßmethoden kurz beschrieben, während das Programm zur Auswertung der Meßdateien „i-Tiffer“ ab S.280 beschrieben wird.

¹⁷Igor Pro 3.16; Wavemetrics Inc., Lake Oswego, OR, USA.

¹⁸PCI-GPIB; National Instruments Germany GmbH, München.

5.3 Bestimmung der Laserspot-Lichtintensität

Die Lichtintensität wird aus der mit einer Photodiode gemessenen Lichtleistung bestimmt, indem diese auf die Laserspotfläche bezogen wird, die intern aus einem vorher gemessenen oder manuell eingegebenen Laserspotdurchmesser berechnet wird. Die verwendeten Photodioden wurden mit einem Lichtleistungsmeßgerät¹⁹ für eine Wellenlänge von 632,8 nm (He/Ne-Laser) kalibriert.

Der Photodetektor besteht aus einer in einem Messinggehäuse befestigten Photodiode²⁰ mit einer Grundfläche von $4,5 \times 4,5 \text{ mm}^2$, die zu einem Drittel von einer Rasierklinge abgedeckt wird. Die Klinge befindet sich etwa 4 mm oberhalb der Diodenoberfläche. Der Abstand soll sicherstellen, daß der Spot defokussiert auf die Diode trifft, da sie bei hohen Intensitäten lokal beschädigt würde, und bei sehr kleiner beleuchteter Fläche Inhomogenitäten der Diodenfläche als Fehlerquellen wirken könnten. Die Klinge dient auch als Marke für die Laserspotposition auf der Zelle und bei der Klingenscan-Methode zur Laserspotbestimmung als Blendenkante.

Je ein Detektor ist in einer Halterung höhenjustierbar und drehbar fest auf der Grundplatte der Halter für Elektrolytgefäße (Halter 1 und 2) montiert.

Nach der Auswahl des Menüepunktes „Lichtintensität messen“ wird die Photodiode über den Laserstrahl gefahren, über den Kanalumschalter mit dem Strommeßeingang des lock-in-Verstärkers verbunden und die Justierlampe eingeschaltet. Der Benutzer wird aufgefordert, bei eingeschwenktem Strahlteiler die beleuchtete Klingenkante zu fokussieren, den oszillierenden Laserspot auf die Klingenkante zu positionieren und den Strahlteiler zu entfernen. Die Justierlampe wird ausgeschaltet, die Photodiode so über den Laserstrahl bewegt, daß dieser 0,7 mm neben der Klingenkante auf die Photodiode trifft, und ein geeigneter Meßbereich für den lock-in-Verstärker eingestellt.

Um ein gutes Signal zu erhalten und ein Messen im Sättigungsbereich der Photodiode zu vermeiden, sollte der Meßbereich des lock-in-Verstärkers zwischen 1 mV und 30 mV liegen, wofür gegebenenfalls die Lichtleistung mit Neutralfiltern angepaßt werden kann.

Danach wird die Lichtleistung als Mittelwert von zehn entlang einer Linie im Abstand von $50 \mu\text{m}$ aufgenommenen Einzelmessungen bestimmt. Die Lichtleistung wird ausgegeben und im Meßprogramm abgespeichert. Um eine fehlerhafte Messung, etwa durch eine verunreinigte Diodenoberfläche, erkennen zu können, wird zusätzlich der statistische Fehler der Lichtleistung ausgegeben. Aus einem eingegebenen oder vorher gemessenen Laserspotdurchmesser und der gemessenen Lichtleistung wird im Programm die effektive Lichtintensität des Laserspots berechnet.

¹⁹350 Linear/Log Optometer; United Detector Technology, Hawthorne, CA, USA.

²⁰Photodiode S2386-45K; Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH, Herrsching.

5.4 Bestimmung des Laserspotdurchmessers

In der Literatur wurden verschiedene Methoden zur Bestimmung eines ungebeugten Gaußschen Laserstrahldurchmessers [51] beschrieben, wie etwa die Messung mit mikrometergroßen Thermopaaren [52], einem oszillierenden Draht [53], einem bewegten CCD-Sensor [54], oder über das Intensitätsprofil einer gebeugten ringförmigen Randwelle (boundary diffraction wave) [55]. Diese Methoden waren entweder zu kompliziert in der Anwendung oder zu ungenau in ihrer Auflösung.

Außerdem liegt, wie im theoretischen Teil auf Seite 37 dargestellt wurde, im verwendeten Versuchsaufbau ein Laserspot mit einem durch Beugung an einer Raumfilterblende erzeugten Airy-Profil vor, bei dem das Intensitätsmaximum von konzentrischen Nebenmaxima umgeben ist [42].

Dagegen schien die Bestimmung des Laserspotdurchmessers durch Messung der Intensität bei progressiver Abdeckung mit einer Klingenkante [56, 57] für die SMSC-Apparatur geeignet, und wurde mit einer vor einer Siliziumphotozelle befestigten Rasierklinge umgesetzt (Klingenscanmethode). Auch in neuester Zeit wurde die Anwendung in LBIC-Experimenten (Light Beam Induced Current) mit Klingen oder Stäben [58] oder der Kante einer Photodiode [59] wieder aufgegriffen.

Die ebenfalls umgesetzte Bestimmung des Spotdurchmessers und der Intensitätsverteilung mittels Okularprojektion auf den CCD-Sensor einer Videokamera (Videospotmethode) ist kommerziell erhältlich, wäre aber in dieser Form nur für größere Durchmesser und nicht für kleine, auf Proben fokussierte Spots einsetzbar. Vermutlich wegen des umfangreicheren optischen Aufbaus, der wegen der immer noch relativ großen Pixel der CCD-Sensoren (ca. $20\ \mu\text{m}$) nötig ist, wurde diese Methode kaum beschrieben.

Eigenschaften des Laserspots am SMSC

Der Laserspotdurchmesser kann in einem Bereich von $\leq 2\ \mu\text{m}$ bis $500\ \mu\text{m}$ durch Auswahl des geeigneten Objektivs und Verschieben der Fokussierlinse eingestellt werden. Um eine genaue und reproduzierbare Einstellbarkeit zu ermöglichen, ist die Fokussierlinse auf einem Schlitten montiert, der mit einer Meßschraube bewegt werden kann. Für die drei meistverwendeten Objektive ($50\times$, $10\times$, $5\times$) wurde der Laserspotdurchmesser in Abhängigkeit von den Skalenwerten der Meßschraube kalibriert.

Der eingestellte Laserspotdurchmesser wird auf der fokussierten Probenfläche erhalten. Bei Defokussierung kann er besonders bei den stärker vergrößernden Objektiven erheblich vom gewünschten Wert abweichen.

Genaue Messungen zeigen, daß die Höhe der Probenfläche auf dem Scantisch für den Laserspotdurchmesser, selbst unter Verwendung eines zwischen Mikroskop und Objektiv geschraubten Distanzringes für besonders große Abstände, kaum eine Rolle spielt, solange die Probenfläche nur jeweils exakt fokussiert wird. Der durch die Benutzung des Distanzringes eingeführt wird, liegt im Bereich von 1 %.

Zur Kontrolle wurde mit dem zehnfach vergrößernden Objektiv der Bereich von der tiefstmöglichen Position, der Höhe des Frontflächenspiegels an Halter 1, bis zu

einem Abstand 10 mm darüber, vermessen. Mit dem fünfzigfach vergrößernden Objektiv wurde der Bereich bis 3 mm über dem Frontflächenspiegel vermessen.

In Tab. 5.1 sind die Kennwerte der Objektive und die Einstellmöglichkeiten zusammengefaßt. Die maximalen Auflösungen wurden mit $Res. = \lambda / (2 NA)$ [60] bei $\lambda = 632,8$ nm bzw. 325 nm (Ultrafluor Objektiv) mit der jeweiligen numerischen Apertur NA berechnet.

Wegen seines geringen Arbeitsabstandes wurde das zwanzigfach vergrößernde Objektiv kaum verwendet.

Mikroskopobjektiv	f / mm	NA	Res. / μm	Objektivblende	Laserspotdurchmesser	Arbeitsabstand
Epiplan 50 \times (blau)	3,2	0,50	0,63	keine	< 2 - 30 μm	6,9 mm
Epiplan 20 \times (grün)	8	0,40	0,79	keine	(6 - 80 μm)	2,8 mm
Epiplan 10 \times (gelb)	16	0,20	1,58	3 mm	10 - 150 μm	17,1 mm
Epiplan 5 \times (rot)	32	0,13	2,43	2 mm	30 - 300 μm	17,1 mm
Ultrafluor 10 \times	16	0,20	0,81	keine	5 - 150 μm	7,4 mm

Tab. 5.1: Daten der am SMSC-Aufbau genutzten Objektive (Farbmarkierung in Klammern). Brennweite f ; Numerische Apertur NA ; max. Auflösung $Res.$ (Ultrafluor bei 325 nm, übrige bei 632,8 nm); zu verwendende Vorsatz-Objektivblende; Laserspotstellbereich; maximaler Arbeitsabstand vom Objektiv zur Probe.

Während der Kalibrierung der Spotdurchmessereinstellung wurde bei den fünf- und zehnfach vergrößernden Objektiven ein erheblicher Streulichtanteil niedriger Intensität (bis ca. 15 %) und einer Ausdehnung, die ein Vielfaches des eigentlichen Laserspotdurchmessers erreichen kann, festgestellt. Dieses Problem kann weitgehend ausgeschaltet werden, indem runde Lochblenden mit einem Durchmesser von 2 mm bzw. 3 mm direkt auf der Oberseite der Objektive angebracht werden.

Bei dem fünfzigfach vergrößernden Objektiv tritt dieses Problem nicht in Erscheinung. Eine mögliche Erklärung ist der von den anderen Objektiven verschiedene Aufbau der beiden vorher genannten Objektive. Mit beiden sind Beobachtungen unter Verwendung des Dunkelfeldkontrastes möglich, wozu sie jeweils aus zwei getrennten axial ineinander angeordneten Objektiven konstruiert sind. Dabei wird nur das unter einem großen Winkel am Objekt gestreute Licht beobachtet, das durch den äußeren Teil des Objektivs abgebildet wird, während der innere Teil nur zur Beleuchtung dient. Während der Messungen werden die Objektive zwar im normalen Hellfeldmodus betrieben, aber es ist möglich, daß das Streulicht bei diesen Objektiven durch den äußeren Linsenring, der bei den anderen nicht vorhanden ist, auf die Probe gelangt.

Neben der einfachen Vermessung des Spotdurchmessers im Skalenokular wurden zwei genaue Verfahren entwickelt, die im Folgenden Klingenscan- und Videospot-Methode genannt werden, und die zur Messung des Laserspotdurchmessers und zur Kalibrierung der Fokussierlinsenposition verwendet wurden. In weiten Durchmesserbereichen liefern beide Methoden übereinstimmende Meßwerte mit einer maximalen Abweichung von 10 %.

Die Skalenokular-Methode

Bei den ersten Messungen und insbesondere in früheren Arbeiten [48] wurde der Laserspotdurchmesser visuell im Skalenokular ausgemessen, wobei beidseitig am ersten ringförmigen Beugungsminimum gemessen wurde. In dem durch die Spotfläche dieses Durchmessers definierten Bereich werden 84 % der Gesamtlichtintensität eingeschlossen, wobei die flächengewichtete Durchschnittslichtintensität in diesem Bereich dann rund 20 % der maximalen Lichtintensität am Laserspotmaximum beträgt. Gerade bei kleineren Durchmessern erwies sich diese Methode als ungenau und wenig reproduzierbar, außerdem gelangt dabei der Laserstrahl direkt in das Auge des Beobachters, was vermieden werden sollte.

Die Videospot-Methode

Mit der Okularkamera am Mikroskop wird ein Videobild des Laserspots aufgenommen, das im Meßprogramm ausgewertet wird.

Die wesentlichen Vorteile dieser Methode sind die direkte Abbildung der Intensitätsverteilung des Laserspots, die zur Justierung der Apparatur sehr wertvoll ist, die schnelle, genaue und reproduzierbare Auswertung und der relativ geringe experimentelle Aufwand.

Einige wichtige Einschränkungen sind jedoch zu beachten. Bei sehr kleinen Laserspotdurchmessern bzw. ungünstig gewählten Objektiven, bedeckt der Laserspot nur noch wenige Punkte im Videobild. Die auf der Konturdiagrammberechnung der Intensitätsverteilung beruhende Auswertung liefert dann konstante, zu große Werte. Bei der gegenwärtigen Kalibrierung tritt dieser Fall unterhalb eines Skalenwertes von 10 - 15 an der Fokussierlinsenschraube ein, was mit dem fünfzigfach vergrößernden Objektiv einem Spotdurchmesser von $5\ \mu\text{m}$ entspricht. Bei nicht optimaler optischer Justierung und besonders bei großen Skalenwerten über 60 an der Fokussierlinsenschraube sind der idealen theoretischen Intensitätsverteilung im Laserspot zunehmend kleine lokale Maxima und Minima überlagert. Oftmals sind dabei symmetrische Anordnungen der lokalen Maxima beobachtbar. Dieses Phänomen könnte auf das Vorhandensein mehrerer Schwingungsmoden bei dem verwendeten He/Ne-Laser zurückzuführen sein. Gegenüber der Klingenscanmethode werden dann um bis zu 20 % größere Laserspotdurchmesser erhalten.

In den Scantisch wird der „Halter 1“ eingelegt und im Meßprogramm im Hauptpanel auf den Knopf „Spiegel“ gedrückt, worauf automatisch ein kleiner Frontflächenspiegel über den Laserspot bewegt und die Justierlampe eingeschaltet wird. Nach dem Einschwenken des Strahlteilers wird die Oberfläche des Spiegels im Videomonitor scharf eingestellt. Nach dem Ausschwenken des Strahlteilers wird über ein Videoprogramm mit der Okularkamera ein digitales Bild des Laserspots aufgenommen und im Tif-Format mit 256 Farben (8-Bit) und einer Auflösung von 640×480 Punkten abgespeichert. Die tatsächliche Auflösung beträgt aber nur 6-Bit, was 64 Intensitätsabstufungen entspricht.

Diese Datei kann in das Meßprogramm (i-Scan) eingelesen werden, nachdem der

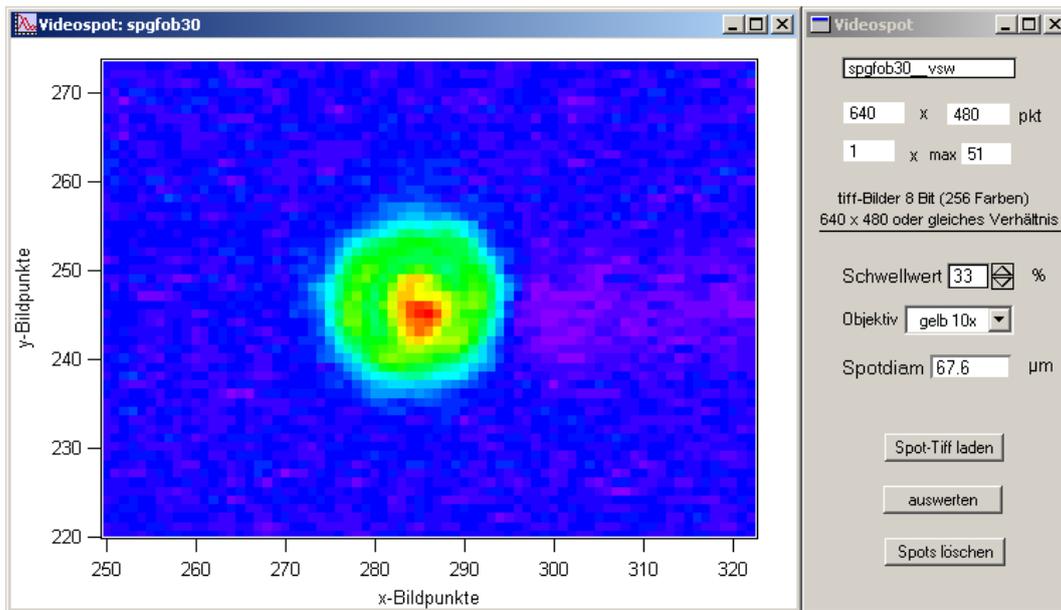


Abb. 5.4: Bestimmung des Laserspotdurchmessers aus einem digitalisierten Videobild im tif-Format. Der am Intensitätsschwellwert von 33 % gemessene Laserspotdurchmesser beträgt $67,6 \mu\text{m}$. Zur automatischen Auswertung wird das Videobild in ein Konturdiagramm (siehe Abb.5.5) umgerechnet.

Menuepunkt „Videospot“ angewählt wurde. Die Ansicht einer Aufnahme in Falschfarbendarstellung ist mit dem zugehörigen Panel des Meßprogramms in Abb.5.4 gezeigt. Diese Laserspotabbildungen können gut verwendet werden, um die Justierung des Lasers zu überprüfen, dabei wird eine radialsymmetrische Intensitätsverteilung mit eng begrenztem Intensitätsmaximum angestrebt.

Die Okularkamera erlaubt keine manuelle Fixierung der Lichtempfindlichkeit. Mit einer Automatik wird die Verstärkung so nachgeregelt, daß eine ausgewogene Hell-/Dunkelverteilung im Bild vorliegt. Für die Laserspotaufnahme bedeutet dies, daß meist die Empfindlichkeit so hoch geregelt wird, daß der kleine helle Bildbereich des Laserspots die obere Grenze des Empfindlichkeitsbereiches überschreitet. Man erhält einen runden Bereich einer scheinbar konstanten hohen Lichtintensität. Dieses Problem kann umgangen werden, indem die Laserintensität mit Neutralfiltern so lange vermindert wird, bis die Verstärkungsautomatik der Kamera an ihre Grenzen stößt, und im Bild ein kleines, möglichst punktförmiges Laserspotmaximum wie in Abb.5.4 zu erkennen ist.

Nach dem Einlesen der Videoaufnahme werden im Videospotfenster der Dateiname, die Bildabmessungen in Punkten und der gemessene Maximalwert (Werte bis 64) sowie die Häufigkeit seines Vorkommens angezeigt. Für eine genaue Spotdurchmesserbestimmung sollte der gemessene Maximalwert nahe bei dem Wert 64 liegen, und möglichst nur einmal vorkommen. In der Regel sind dazu mehrere Videoaufnahmen nötig, wobei die Lichtintensität mit Neutralfiltern angepaßt wird.

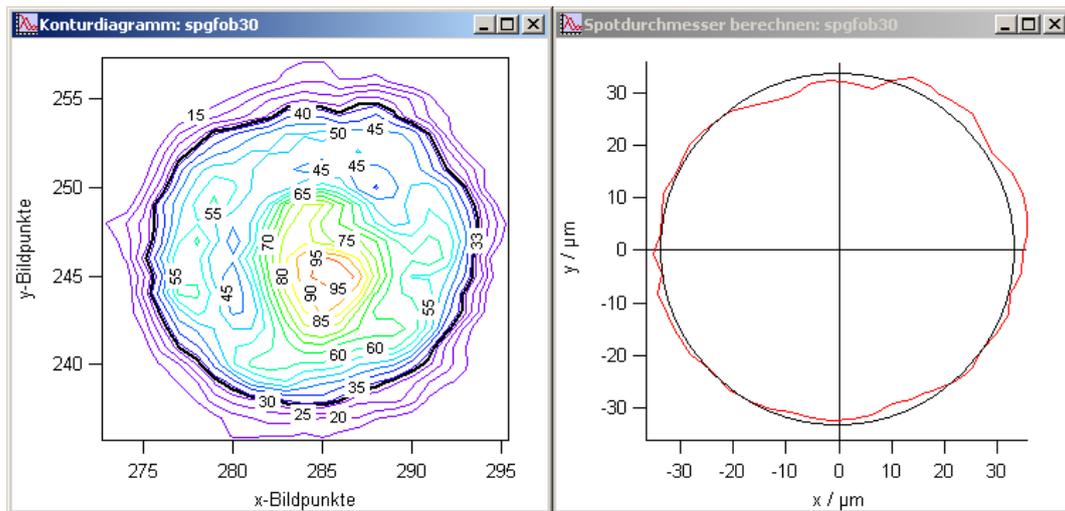


Abb. 5.5: Errechnetes Konturdiagramm des Laserspots (links) und idealisierter, kreisförmiger Laserspot mit dem Flächeninhalt des Profilschnittes am Schwellwert (rechts)

Für jedes der vier verwendbaren Objektive wurde die einem Bildpunkt entsprechende Länge im Bildbereich durch Aufnahmen einer Mikrometerskala bestimmt.

Um den definierten effektiven Laserspotdurchmesser zu erhalten, werden im Panel als Schwellwert 33% und das bei der Aufnahme verwendete Mikroskopobjektiv eingestellt und auf „Auswerten“ gedrückt. Das Bitmap-Bild wird in ein Konturdiagramm umgerechnet, und aus der Kontur des Schwellwertes der Laserspotdurchmesser berechnet. Der Laserspotdurchmesser wird hierbei als der Durchmesser eines flächengleichen Kreises angesehen, der im Schwerpunkt der Konturfläche eingezeichnet wird. Beides ist in Abb.5.5 dargestellt. Der bestimmte effektive Laserspotdurchmesser wird als Zahlwert ausgegeben und für die Berechnung von Lichtintensität und Photostromdichten im Meßprogramm gespeichert.

Die Klingenscan-Methode

Es wird hierbei eine senkrecht zur Bewegungsrichtung orientierte Klingenkante über den Laserspot bewegt, und die nicht abgeblendete, auf eine dahinter liegende Photodiode fallende, Lichtleistung gemessen. Ein wesentlicher Vorteil dieser Methode ist die Möglichkeit, mit kleinen Scanschritten bis $0,1\ \mu\text{m}$ auch Laserspots mit sehr kleinen Durchmessern im unteren Mikrometerbereich genau zu vermessen. Außerdem fallen inhomogene Intensitätsverteilungen bei stärkerer Defokussierung der Spots, besonders bei großen Spotdurchmessern, weniger ins Gewicht als bei der Videoscan-Methode. Gerade bei stärkerer Fokussierung, im unteren Skalenbereich der Fokussierlinsenschraube etwa bis 40 Skt, stimmen die gemessenen Intensitätsprofile gut mit den theoretisch erwarteten überein. Trotz der geringeren Empfindlichkeit des Photosensors für die Wellenlänge des He/Cd-Lasers ist diese Methode auch bei diesem

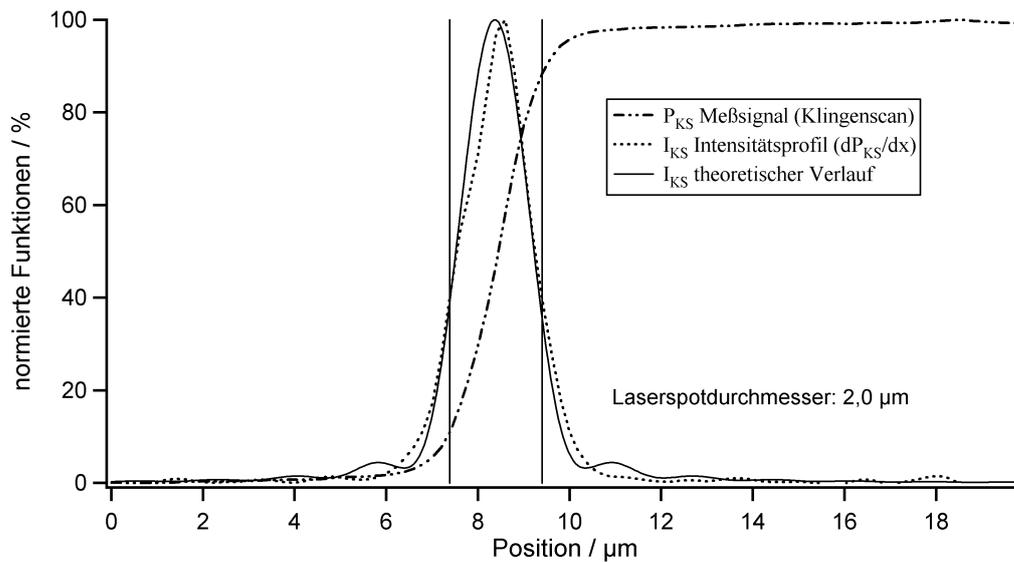


Abb. 5.6: Messung eines Laserspotdurchmessers mit der Klingenscan-Methode. Meßsignal P_{KS} , Ableitung des Meßsignals I_{KS} und theoretischer Verlauf von I_{KS} .

Laser zur Laserspotdurchmesserbestimmung geeignet.

Im Zweifel sollte die Klingenscanmethode als Referenz angesehen werden, da sie weniger Störungen in der Intensitätsverteilung des Laserspots unterworfen ist und kleine Spotdurchmesser genauer mißt. Als Fehler für den gemessenen Laserspotdurchmesser können 10 % angenommen werden.

Nachteilig sind der etwas größere experimentelle und zeitliche Aufwand und die Tatsache, daß fehlerhafte Justierungen, gerade in der Richtung senkrecht zur Klingenscanbewegung, schlechter erkannt werden können.

Für die Messungen werden dieselben Photodetektoren wie bei der Bestimmung der Lichtintensität verwendet, die im vorhergehenden Abschnitt genauer beschrieben wurden.

Für die Messung muß der lock-in-Verstärker im Strommeßmodus betrieben werden. Nach dem Starten der automatischen Meßprozedur wird der Detektor vom Scantisch über das Objektiv bewegt, der Lasershutter geöffnet, die Justierlampe eingeschaltet und der Photodetektor über den Kanalschalter mit dem Stromeingang des lock-in-Verstärkers verbunden. Bei eingeschwenktem Strahlteiler erkennt man auf dem Videobild der Okularkamera die Klingenkante mit dem oszillierenden Laserspot. Der Benutzer wird aufgefordert die Klingenkante scharf zu stellen und die Laserspotmitte Joystick-gesteuert auf die Klingenkante zu bewegen. Nach dem Entfernen des Strahlteilers stellt das Meßprogramm eine Chopperfrequenz von 180 Hz und eine Zeitkonstante von $\tau = 30$ ms ein, was eine relativ zügige Messung ermöglicht. Aus dem auf die Photozelle fallenden Laserlichtsignal wird ein günstiger Meßbereich für den lock-in-Verstärker ermittelt. Erfahrungsgemäß sollte er zwischen den Bereichen 1 mV und 30 mV liegen, um einerseits gestörte Signale und andererseits Messungen

im Sättigungsbereich der Photodiode zu vermeiden. Gegebenenfalls muß dafür die Laserlichtintensität mit Neutralfiltern entsprechend eingestellt werden.

Da der Laserspotdurchmesser über fast drei Größenordnungen variiert werden kann, wird in einem ersten Scan über die Klinge nur der ungefähre Durchmesser und die genaue Position des Laserspots bestimmt. In einem zweiten Durchlauf wird in hundert Schritten mit einer angepaßten Weite von $0,1\ \mu\text{m}$ bis $100\ \mu\text{m}$ der Photostrom beim Vorbeifahren der Klinge gemessen. Das Meßsignal wird über der Scanlänge aufgetragen und der effektive Laserspotdurchmesser aus der s-förmigen Kurve automatisch bestimmt.

Eine Beispielmessung ist in Abb.5.6 gezeigt. Die zusätzlich aufgetragene Ableitung der Intensitätskurve entspricht dem Intensitätsbeitrag der streifenförmigen Flächen-segmente mit der Breite der Schrittlänge. Sie stimmt bei optimaler Justierung gut mit der entsprechenden theoretisch ermittelten Kurve überein. Als effektiver Laserspotdurchmesser wird der Bereich angenommen, in dem das Meßsignal zwischen 11 % und 89 % des Maximalwertes beträgt, diese Grenzen sind ebenfalls in Abb.5.6 eingezeichnet. Die dieser Annahme zugrunde liegende theoretische Ableitung ist im theoretischen Teil ab Seite 40 beschrieben.

5.5 Filtereinstellungen des LIA (EG&G 5210)

Besonders wichtig für die Meßergebnisse sind die Filtereinstellungen des lock-in-Verstärkers (LIA), die bei gleichem Eingangssignal wesentliche Unterschiede des gemessenen Signals bewirken können.

Es handelt sich im Einzelnen um die Einstellmöglichkeiten des Eingangsfilters „Flat“ (keine Filterung), „BP“ (Bandpaß), „LP“ (Tiefpaß) und „Notch“ (Durchlaß-Notch-Filter). Außerdem können die Netzfrequenzfilter „F“ (50 Hz), „2F“ (100 Hz) und „F2F“ (50 Hz und 100 Hz) zugeschaltet werden.

Um die Auswirkungen der Filtereinstellungen genauer zu untersuchen, wurde der Frequenzgang der Filter und Filterkombinationen im Bereich von 10 Hz bis 20 kHz gemessen. Dazu wurde ein Frequenzgenerator²¹ an den Spannungseingang des lock-in-Verstärkers und an den Referenzeingang angeschlossen. Das Eingangssignal bestand aus einer Rechteckspannung mit einer Amplitude von 1 V und einem Tastverhältnis von eins. Das Ausgangssignal konnte direkt an der Anzeige des lock-in-Verstärkers abgelesen werden.

Frequenz, Amplitude und Tastverhältnis wurden mit einem zugeschalteten Oszilloskop²² kontrolliert.

Die Meßdiagramme sind im Anhang ab S.277 abgelegt.

Als besonders kritisch erwies sich die Benutzung der Netzfrequenzfilter „F“ und „2F“, die als breite Sperr-Notch-Filter bei 50 Hz bzw. 100 Hz sehr stark, aber auch in einem weiten Bereich oberhalb und besonders unterhalb der Nennfrequenzen noch

²¹EG&G Brookdeal 9575 Swept-Frequency Quadrature Oscillator; EG&G GmbH, München.

²²HP 1740A; Hewlett-Packard Company, Palo Alto, CA, USA.

stark dämpfen. So werden die Eingangssignale bei der Einstellung „F“ erst oberhalb 500 Hz und bei „2F“ und „F2F“ erst oberhalb 1000 Hz nicht mehr wesentlich gedämpft.

Die Verwendung dieser Filter („F“, „2F“ und „F2F“) empfiehlt sich nicht. Sollte die Netzfilterung unabdinglich erscheinen, müssen die entsprechenden Dämpfungsfaktoren bei den Meßfrequenzen durch spätere manuelle Multiplikation der Meßdaten berücksichtigt werden. Die dafür nötigen Ausgleichsfaktoren können aus den Diagrammen auf S.277 bestimmt werden.

Für die Standardmeßfrequenz (Chopperfrequenz) von 20 Hz wird die Korrektur im Programm „i-Tiffer“ automatisch vorgenommen.

Auch die Benutzung des Notch-Eingangsfilters (Durchlaß-Notch) ist problematisch. Bei den Frequenzgangmessungen war er auf 2 Hz, also außerhalb des eigentlichen Meßbereichs eingestellt. Wenn er benutzt wird, muß in jedem Fall als Durchlaßfrequenz die Referenzfrequenz gewählt werden. Die Stärke der Dämpfung des Signals muß im Einzelfall bestimmt und gegebenenfalls bei den Meßdaten berücksichtigt werden. Die das Meßsignal verfälschende Dämpfung ist bei fehlender Anpassung in jedem Fall sehr stark (ca. 10 - 20 ×).

Dagegen sind die Filtereinstellungen „Flat“, „BP“ und „LP“ wegen des konstanten Ausgangssignals über den vermessenen Frequenzbereich weitgehend problemlos benutzbar. Die Filtereinstellung „Flat“ liefert um etwa 6 % zu große Ausgangssignale, der Tiefpaß („LP“) und der Bandpaß („BP“) dagegen um 12 % zu kleine Signale.

Diese Abweichungen bei „Flat“, „BP“ und „LP“ werden vom Programm „i-Tiffer“ automatisch korrigiert.

5.6 Weitere wichtige Meßparameter

Alle Meßparameter können im Programm „i-Tiffer“ aus jeder Meßdatei ausgelesen und kommentiert, bzw. mit einer Kurzbezeichnung, die sich an die Bezeichnungen in den Gerätehandbüchern anlehnt, angezeigt werden.

Es folgt eine kurze Übersicht über die wichtigsten abgespeicherten Meßparameter (lock-in-Verstärker = LIA; Potentiostat = PS; Knl = bei Kennlinien):

Meßtyp	Datum	Meßzeit	Seriennummer
x-Startposition	y-Startposition	x-Schritte	y-Schritte
x-Schrittweite	y-Schrittweite	max. Meßwert	min. Meßwert
Wartezeit/Meßpkt.	Lichtintensität	Spotdurchmesser	Objektiv
Wellenlänge	Probenfläche	Meßbereich (LIA)	Zeitkonstante τ
Chopperfrequenz	Netzfilter (LIA)	Filterfreq. (LIA)	Statusbytes (LIA)
I-/U-Eing. (LIA)	Signalfilter	Oszillator (LIA)	Rauschen (LIA)
Referenzphase	Signalphase	Triggerlevel (LIA)	x-Offset (LIA)
y-Offset (LIA)	Meßbereich. (PS)	Startpot. (Knl)	Endpot. (Knl)
Pot.schritt (Knl)	Zeit/Schritt (Knl)		

5.7 Ortsaufgelöste Photostromaufnahmen

Ortsaufgelöste Photostromaufnahmen, meist unter Kurzschlußbedingungen, sind der meistverwendete Meßtyp an der SMSC-Apparatur. Während der Messungen kann das Photostromsignal direkt an den Stromeingang des lock-in-Verstärkers angelegt werden, oder zur Messung bei definierten Potentialen mit einem vorgeschalteten Potentiostaten an den Spannungseingang des lock-in-Verstärkers.

Die Einstellung der verwendeten Meßkanäle und der Verbindungen zwischen Potentiostat und lock-in-Verstärker erfolgt weitgehend automatisch über den Mikrocontroller-gesteuerten Meßkanalumschalter.

Für diese Messungen stehen eine Reihe automatisierter Meßprozeduren zur Verfügung, die im Meßprogramm „i-Scan“ ausgewählt werden können: Einzelmessung („freie Koordinaten“), Serienmessung unter Variation des Potentials („Potentialserie“), Serienmessung von bis zu acht kleinen Solarzellen (Meßbereich jeweils $1 \times 1 \text{ cm}^2$) („8 Zellen, Schiebeschalter“), Serienmessung von bis zu sechs streifenförmigen Solarzellen („6 Zellen, Kippschalter“) und Serienmessung von bis zu sechs Zellen mit dem Kippschalter-Halterahmen mit freier Eingabe aller Koordinaten („freie Koordinatenserie“).

Abgesehen von ggf. zusätzlich einzugebenden Meßparametern ist der Meßablauf in den oben genannten Meßmodi im wesentlichen gleich.

Nach der Einstellung und Messung von Laserspotdurchmesser und Lichtintensität und ggf. dem Aufsetzen der Objektivblenden wird die Probe in der geeigneten Halterung auf dem Scantisch fixiert.

Wie schon bei der Messung von Laserspot und Lichtintensität muß der Strahlengang innerhalb des Mikroskops frei von einschiebbaren Filtern des Mikroskops sein. Insbesondere muß darauf geachtet werden, daß der Mikroskopschieber in der Position für normale Beobachtung (Hellfeld), nicht etwa in der für differentiellen Interferenzkontrast (DIC) oder Dunkelfeldkontrast (DC), eingestellt ist. Die unterhalb der Mikroskopobjektive eingeschobenen Wollaston-Prismen für DIC stören die Messung dagegen nicht, sie sind standardmäßig im Strahlengang.

Mit dem Steuerfeld „Joy ein“ wird der Joystick aktiviert und die Probe kann oberhalb des Objektivs positioniert werden.

Unter Beobachtung durch das Okular oder am Videobildschirm wird die Probenoberfläche scharf gestellt, wozu sie bei eingeschwenktem Strahlteiler mit der Justierlampe beleuchtet wird. Wenn der Probenabstand den Arbeitsabstand des Mikroskopobjektivs übersteigt, und die Probe daher nicht fokussiert werden kann, kann beim gelben und roten Objektiv ($10 \times$ und $5 \times$) ein Messing-Distanzring zwischen Objektiv und Objektivrevolver geschraubt werden. Die dadurch entstehenden Abweichungen im Laserspotdurchmesser liegen unter 1% und sind vernachlässigbar.

Im Feld „Meßtyp“ wird einer der oben genannten Meßmodi ausgewählt, worauf ein Fenster geöffnet wird in dem die Meßkoordinaten, die Schrittweite und weitere Parameter wie die zugeordneten Meßpotentiale eingegeben werden können.

Zur Eingabe der Meßkoordinaten wird der Lasershutter geöffnet und durch Joystick-gesteuerte Bewegung der Probe der Laserspot auf die linke obere Ecke, dann auf

die rechte untere Ecke des Meßbereichs bewegt. Bei Druck der Tasten „1.Ecke“ und „2.Ecke“ werden diese den rechteckigen Meßbereich definierenden Koordinaten eingelesen. Die Schrittweite wird ebenfalls in diesem Fenster eingegeben.

Es empfiehlt sich an dieser Stelle die vorraussichtliche Meßzeit abzuschätzen, die sich aus der jetzt erkennbaren Anzahl der Meßpunkte und der ungefähren Meßzeit pro Punkt, die sich aus der geplanten Chopperfrequenz, der passenden Zeitkonstanten und folgenden minimalen Wartezeit ergibt. Andernfalls könnten tagelange Messungen die Folge sein. Ein grober Schätzwert der meßzeit wird auch nach Abschluß der Eingabe im Hauptfenster angezeigt.

Zur Anpassung der Meßzeit kann die Schrittweite entsprechend angepaßt werden, wobei aber auch der Laserspotdurchmesser nicht vergessen werden darf, wenn eine Messung isolierter Positionen mit größeren nicht erfaßten Zwischenräumen vermieden werden soll.

Die Chopperfrequenz, die Zeitkonstante des lock-in-Verstärkers, die Wartezeit pro Meßpunkt und der Name, unter dem die Meßdatei nach Ende der Messung abgespeichert wird, werden manuell eingegeben. Außerdem können eine Probenbezeichnung, der Materialtyp, die Art des Elektrolyten, eine kurze Bemerkung, sowie die Wellenlänge der Lichtquelle und das verwendete Objektiv zur späteren Abspeicherung mit den Meßdaten eingegeben werden.

Dann werden, nachdem der Strahlteiler ausgeschwenkt und die Justierlampe ausgeschaltet wurden, am lock-in-Verstärker und ggf. am Potentiostaten die zu verwendenden Meßbereiche eingestellt. Dabei wird der Laserspot Joystick-gesteuert über die Probe bewegt, um zu kontrollieren, ob weder der Meßbereich des lock-in-Verstärkers noch der des Potentiostaten in einem Probenbereich überschritten wird. Bei Serien von Messungen empfiehlt es sich, dies bei allen zu vermessenden Proben oder im ganzen zu untersuchenden Potentialbereich durchzuführen, da zur Zeit eine Anpassung der Meßbereiche innerhalb einer Serienmessung noch nicht vorgesehen ist.

Nachdem alle Justierungen abgeschlossen sind, wird das Streulicht mit dafür vorgesehenen schwarzen Filztüchern um den Objektivbereich abgeschirmt. Durch das offene Okular kann ebenfalls Licht auf die Probe fallen, was mit einer schwarzen Plastikkappe verhindert wird.

Mit Anklicken des Tasters „update“ werden alle, auch die direkt an den Geräten vorgenommenen Einstellungen, ausgelesen und in die Meßdatei übertragen. Ein kurzer Vergleich der jetzt am Bildschirm angezeigten Meßparameter mit denen an den Geräten kann selten vorkommende Datenübertragungsfehler enthüllen, u.U. sollte erneut auf „update“ gedrückt werden.

Schließlich kann mit „Start Scan“ die automatische orts aufgelöste Messung begonnen werden.

Der Verlauf der Messung wird in einem ständig aktualisierten Vorschauenfenster angezeigt. Qualität und voraussichtliche Restdauer einer länger laufenden Messung lassen sich so schon vor Abschluß der Messung abschätzen.

5.8 Photostrom/Spannungskennlinien

Photostrom/Spannungskennlinien können nach Anwählen von „Kennlinie“ unter Meßtyp in „i-Scan“ gemessen werden.

Die Probe muß dazu über den Potentiostaten an den lock-in-Verstärker angeschlossen sein, die entsprechenden Kabelverbindungen werden programmgesteuert eingestellt. Es müssen lediglich der Spannungseingang des lock-in-Verstärkers eingeschaltet und die zu verwendende Lichtquelle, He/Ne-Laser, UV-Laser oder die Meßlampe²³ mit dem Wasserfilter ausgewählt werden. Bei Benutzung des UV-Lasers ist der dafür vorgesehene Spiegel einzusetzen, bei der Meßlampe muß der Drehspegel in die entsprechende Position gedreht werden.

Nach dem Anwählen der Kennlinienoption unter „Meßtyp“ erscheint ein Fenster, in dem Start- und Endpotential, Potentialschritt, die Wartezeit pro Potentialschritt und der vorgesehene Dateiname eingetragen werden können.

Es empfiehlt sich, das Potential manuell zu verändern und die Meßbereiche von Potentiostat und lock-in-Verstärker an die Meßwerte anzupassen, so daß Meßbereichsüberschreitungen vermieden werden.

Nach Drücken des Schalters „update“ werden die an den Geräten vorgenommenen Einstellungen übernommen. Mit dem Schalter „Photostrom“ wird die Messung gestartet und ein Vorschauenfenster geöffnet, in dem der Meßvorgang in einem Diagramm fortlaufend zu verfolgen ist.

Die Messung beginnt in der Mitte der beiden Potentialgrenzen und bewegt sich in Richtung positiven Potentials. An der oberen Grenze wechselt die Potentialrichtung und die Meßwerte werden mit sinkendem Potential bis zur unteren Grenze aufgenommen, wo wieder mit steigendem Potential bis zum Startpunkt in der Mitte gemessen wird.

Durch diese Messung in der Art eines Cyclovoltamogramms können chemische Veränderungen der Probe während der Messung besser detektiert werden.

Nach Beendigung der Kennlinienmessung wird die Meßdatei automatisch abgespeichert. Sie kann mit dem Programm „i-Tiffer“ wieder in Form des Strom/Spannungsdiagramms angezeigt werden. Dabei muß dann die Bezugsfläche für die Stromdichte, bei Laserbelichtung die Spotfläche, bei Belichtung mit der Halogenlampe die Probenfläche, manuell angegeben werden. Ansonsten wird die Kurve direkt als Meßstrom über dem Potential dargestellt.

5.9 Messung von Dunkelstromkennlinien

Der Ablauf der Dunkelstromkennlinienmessungen verläuft sehr ähnlich wie der der Photostromkennlinien. Ein wesentlicher Unterschied dabei ist, daß für die Messung nur der Potentiostat verwendet wird, der lock-in-Verstärker bleibt unbenutzt, seine Einstellungen sind damit ohne Belang. In dem gleichen Fenster wie bei den Photo-

²³Halogenlampe Osram 250 W bei 24,0 V

stromkennlinienmessungen werden der zu durchmessende Potentialbereich, die Potentialschrittweite, die Wartezeit pro Schritt und der Dateiname eingegeben.

Zusätzlich kann zum Schutz der Probe ein maximaler Meßstrom eingegeben werden, bei dessen Überschreiten die Messung abgebrochen wird.

Als Bezugsfläche für die Darstellung in Stromdichteeinheiten im Programm „iTiffer“ dient in jedem Fall die dem Elektrolyten ausgesetzte Probenfläche.

5.10 Messung von Photostromspektren

Photostromspektren, Messungen des Photostroms unter Variation der Wellenlänge des eingestrahlt Lichtes, bei Solarzellen auch Aktionsspektren genannt, wurden zuletzt in die Methoden des SMSC-Versuchsaufbaus aufgenommen.

Die Programmierung des Monochromators gestaltete sich anfangs schwieriger als bei den anderen Geräten, da wegen Befehlsinkompatibilitäten zu Igor Pro die Programmierung auf einer niedrigeren Befehlsebene über direkte Befehle an die GPIB-Karte durchgeführt werden mußte.

Zunächst mußte der Monochromator kalibriert werden, wozu eine Prozedur geschrieben wurde, die eine Kalibrierung gegen eine Serie von Interferenzfiltern ermöglicht, worauf hier wegen des komplizierten Ablaufs und der seltenen Anwendung nicht näher eingegangen werden soll.

Die Messung des Photostromspektrums kann aus der Menüzeile „Messungen“ heraus durch Anwählen von „Photostromspektren“ gestartet werden. Nachdem Startwellenlänge, Endwellenlänge und Schrittweite eingegeben wurden, startet die Messung. Die Photostromwerte werden am lock-in-Verstärker gemessen, so daß zur Kalibrierung der Lichtintensität eine Photodiode mit bekanntem Spektrum angeschlossen werden und anschließend die eigentliche Probe vermessen werden kann. Die Programmierung des automatischen Meßablaufs ist leider noch nicht vollständig abgeschlossen.

Während der Meßprozedur wird ein Vorschaufenster geöffnet, in dem der Meßverlauf als gemessenenr Photostrom über der Wellenlänge verfolgt werden kann. Außerdem werden die Farbfilter, die das Einstrahlen unerwünschter Wellenlängen aus höheren Beugungsordnungen verhindern, automatisch bei den entsprechenden Wellenlängen mit dem Filterrad eingelegt.

Das Abspeichern und die eventuelle Weiterbearbeitung der Photostromspektren müssen bislang noch manuell über die dafür vorgesehenen Igor-Befehle durchgeführt werden.