

Permoserstraße 15 04303 Leipzig (Germany) Tel: ++49 (0) 341 235 2308 Fax: ++49 (0) 341 235 2313 e-mail: brausch@rz.uni-leipzig.de

Abschlußbericht

zum BMBF-Vorhaben:

Grundlagen zum Hochrate-Plasmaätzen zur Veredelung von optischen Oberflächen

Teilvorhaben:

Grundlagen und Technologien zum lokalen Hochrate-Plasmaätzen

Förderkennzeichen:	13 N 7016/0
Zuwendungsempfänger:	IOM Leipzig
Laufzeit des Vorhabens:	01.11.1996 - 30.04.2000
Berichtszeitraum:	01.11.1996 - 30.04.2000
Projektleiter:	Dr. Axel Schindler Tel.: 0341 235 2234 Fax: 0341 235 2595 E-Mail: schind@rz.uni-leipzig.de

Leipzig, den 14.12.2000

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
1. Allgemeines	4
1.1. Aufgabenstellung und Projektplanung	4
1.1.1. Allgemeine Zielstellung	4
1.1.2. Projektpartner	5
1.1.3. Balkenplan zum Gesamtvorhaben	6
1.1.4. IOM-spezifische Zielsteilung	8
1.2. Wissenschaftlich-technische Ausgangssituation	9
1.2.1. Aligemente Ausgangssituation Stand der Wissenschaft und Technik	9
1.2.2. Spezifische Ausgangssituation - Stand der Wissenschaft und Fedinik	12
1.3 Figene Vorarbeiten und sonstige Voraussetzungen	17
1.3.1 Allgemeine Voraussetzungen	17
1 3 2 Apparative Voraussetzungen	
1 3 3 Wissenschaftliche Arbeiten	19
1.4 Projektablauf	20
1.4.1. Ausführliche Beschreibung des Arbeitsplanes	20
1.4.2. Projektorganisation	23
1.4.3. Kriterien für den Meilenstein	. 23
2 Technische Entwicklungen	23
2.1 Aufhau der Versuchsanlage	23
2.1. Futieud der Versichsunge	27
2.3. Entwicklung und Bau einer MW-Plasmastrahlquelle	28
2.4. Aufbau der Laboranlage	31
3 Grundlagenuntersuchungen	35
3.1 Allgemeine Grundlagen	35
3.2 Fingesetzte diagnostische Verfahren	36
 3.3 Hochrateätzen von Si/SiO2 mittels reaktiver HF-Plasmen 	39
3.4. Hochrateätzen von Silizium mittels reaktiver MW-Plasmen	41
3.5. Hochrateätzen von Quarz mittels reaktiver MW-Plasmen	48
4. Technologische Entwicklungen	51
4 1 Simulation und Durchführung des Formgebungsprozesses	51
4.1.1. Beschreibung der Abtragfunktion	. 52
4.1.2. Modellierung des Verweilzeitverfahrens.	. 52
4.1.3. Berechnung der Verweilzeiten	. 53
4.1.4. Das Programm V2DITE	. 53
4.1.5. Schlussfolgerungen aus den Simulationsergebnissen	54
4.2. Abtragsgfunktion und Prozessparameter	55
4.2.1. Temperaturabhängigkeit der Abtragsfunktion	. 55
4.2.2. Randeffekte und Formgenauigkeit.	56
4.2.3. Rauhigkeitsproblematik	. 58
4.2.4. Winkelabhängigkeit	. 59
4.2.5. Miniaturisiertes PACE-Verfahre n	60
4.3. Ergebnisse großflächiger Formbearbeitungen von Quarzsubstraten	61
4.3.1. Zielparameter	61
4.3.2. Formbearbeitung von Planflächen	62
4.3.3. Iterative Formgebung	65
4.3.4. Verifikation mit seriennahen Teilen	68
5. RIBE-SiO ₂ Hochrateätzen für PACE	70
5.1. Anforderungen an einen RIBE Hochrateätzer für dicke SiO ₂ -Substrate	70
5.2. Entwicklung von PACE-tauglichen reaktiven Ionenguellen	70
5.2.1. Penning-Ionenquelle PE-40	70
5.2.2. RIBE mit der Penning-Ionenquelle PE-40	72
5.2.3. HF-Breitstrahlionenguelle isa-40HF	72
5.2.4. Oberflächenformgebung mit der isa-40HF	75
5.3. Zusammenfassung des erreichten Stands	76
5.4. Vorschläge zur weiteren Entwicklung eines prozeßtauglichen RIBE-Ätzers.	.76
6. Publikationen	77
Anhang Abschlußbericht INP	78

1. Allgemeines

1.1. Aufgabenstellung und Projektplanung

1.1.1. Allgemeine Zielstellung

Ziel Gesamtvorhabens des es, Grundlagen neuartiger plasmachemischer war Hochrateätzprozesse zu untersuchen sowie deren technologische Anwendbarkeit im Bereich der Präzisionsoptik und -mechanik zu erforschen. Aus wenigen bisher erschienenen Veröffentlichungen zu dieser Thematik ließ sich vermuten, daß derartige neuartige Plasmaprozesse mit lokal begrenzter Wirkfläche und computergesteuerter Bewegung über Oberflächen der gegenwärtigen konventionellen Technik (Schleifen und Polieren oder Einkorndiamantbearbeitung) für zahlreiche Materialien (die mit Plasmabestandteilen flüchtige Produkte bilden, z.B. div. Gläser, Keramiken, Metalle, Halbleiter, Polymere) bezüglich Bearbeitungseffektivität (bei gleicher oder besserer Bearbeitungsgenauigkeit) und/oder erzielbarer Oberflächengüte (Glattheit, Defektfreiheit) überlegen sind, insbesondere wenn auf relativ großen Flächen (cm² ... m²) asphärische Korrekturen oder Erstbearbeitungen für nichtsphärische und nichtplane Freiformflächen mit Bearbeitungstiefen von einigen 10 µm angestrebt werden.

Damit eröffnet sich für das Plasmaätzen ein hohes Anwendungspotential das primär im Hochtechnologiebereich (Höchstleistungslithografieobjektive, Röntgenspiegel, Astrospiegel, Waferaufnahmen für Stepper u.a.) liegen dürfte. Ob sich auch Auswirkungen bis in den "gehobenen Konsumgüterbereich" ergeben, hängt ausschließlich von der Wirtschaftlichkeit der möglichen späteren Bearbeitungsverfahren ab.

Vorrangiges Ziel des Gesamtvorhabens war die Erforschung technologischer Grundlagen für lokal und reaktiv wirkende sowie langzeitstabile Plasmaquellen, die sich mit hoher Dynamik im Vakuum bewegen lassen sowie der Aufbau einer entsprechenden Forschungsanlage und deren Nutzung für Prinzipversuche zur Präparation asphärischer Flächen auf ausgewählten optischen Substraten mit Toleranzen bezüglich der Rauhigkeit und der Formgenauigkeit, wie sie für die Technologie der Hochleistungs-Lithografieobjektive zutreffen. Voraussetzung für eine wirtschaftliche Verwertung der Grundlagenergebnisse sind 4 Hauptforderungen:

- hohe Abtragraten (>>1 μ m /min , angestrebt werden mind. 10 μ m/min bzw. 1 mm³/min)
- hohe Bearbeitungsgenauigkeit (wenige nm)
- geringe Mikrorauhigkeit nach der Bearbeitung (< 1 nm RMS) und
- minimale Störungen in oberflächennahen Schichten.

Tabelle 1 zeigt eine Gegenüberstellung der Leistungsparameter klassischerAsphärisierungsverfahren mit den Zielvorstellungen für lokale plasmachemische Verfahren.

Tab. 1: Gegenüberstellung klassische Asphärisierung zu plasmachemischen Verfahren (PACE /2/, CVM/3/). Folgende Annahmen gelten: 1. Asphärisierungstiefe 60μm, 2. Flächendurchmesser 200 mm, 3. Zielzustand: Abweichung von der Idealasphäre als <u>r</u>oot-<u>m</u>ean-<u>sq</u>uare (RMS) - Wert: < 5 nm.

		CVM/PACE-Verfahren					
Klassischer Prozeß			Ausgangspunkt ist eine auspolierte sphärische				
Ausgangspun	kt ist der Glasrohling		Fläche mäßiger Passe				
			(Aufwand gegenüber d	(Aufwand gegenüber der Weiterverarbeitung < 10%).			
	Ziele:			Ziele:			
	rms-Form	μR		rms-Form	μR		
Schleifen	< 1µm	≤ 5µm	Formgebung in zwei Schritten				
Messen							
Auspolieren/Glätten	25µm RMS	≤0.1µm	Messen	≤ 0.3µm RMS	≤ 0.3 nm		
Messen							
Feinkorrektur mit kleinem Polierwerkzeug	$< 0.1 \ \mu m \ RMS$		Ionenstrahlverfahren	$\leq 0.005 \ \mu m$ RMS	$\leq 0.3 \text{ nm}$		
			Messen				
Ionenstrahlverfahren	$< 0.005 \ \mu m \ RMS$		(2-3 Zyklen)				
Messen		≤ 0.3 nm					
5-10 Zyklen)							
Besonderheiten: Der Schleifprozeß mit dem anschließenden Auspolierprozeß erzeugt kurzwellige Fehlerstukturen im 10 mm Bereich. Diese sind in den nachfolgenden Prozeßschritten nur aufwendig und nicht vollständig beseitigbar (Gradientenfehler!). Dies ist eine Folge der Werkzeugstruktur.		Da kurzwellige Fehler a priori nicht erzeugt werden, sind bei der Endkorrektur nur relativ leicht zu beseitigende langwellige, weiche Fehler zu bearbeiten. Dies bringt neben der willkommenen Zeitersparnis durch die Reduktion der Zyklenzahl (geschätzt 50%) deutlich verbesserte Restfehlerstrukturen.		erden, sind bei beseitigende s bringt neben Reduktion der verbesserte			

¹⁾ rms-Form: µR:

interferometrisch ermittelte mittlere Abweichungen der Passe zur Idealform. Mikrorauhigkeit; ermittelt mittels mikroskopischer Interferometrie.

1.1.2. Projektpartner

Am Gesamtvorhaben waren folgende Partner beteiligt:

[A] Carl Zeiss, Oberkochen (CZ);

Projektverantwortlicher und Koordinator des Gesamtvorhabens : Dr.M.Weiser

[B] Roth&Rau Oberflächentechnik GmbH (R&R), Wüstenbrand;

Projektverantwortlicher: Dr.D.Roth

- [C] Ges.f. Automatisierungs- und Informationssysteme mbH (AIS), Dresden (Unterauftragnehmer von [B]); Projektverantwortlicher: G.Gerlach
- [D] Institut für Oberflächenmodifizierung e.V. (IOM), Leipzig; Projektverantwortlicher: Dr.A.Schindler
- [E] Institut f
 ür Niedertemperatur-Plasmaphysik e.V. (INP), (Unterauftragnehmer von [D])Projektverantwortlicher: Dr.A.Ohl

1.1.3. Balkenplan zum Gesamtvorhaben

Die inhaltliche und zeitliche Koordinierung der Teilprojekte geht aus dem nachfolgend aufgeführten Balkenplan hervor:



1.1.4. IOM-spezifische Zielstellung

Im Rahmen des im Abschnitt 1.1.1 formulierten Gesamtzieles des Vorhabens lagen die wesentlichen Aktivitäten und Ziele des IOM auf folgende Gebieten:

- Entwicklung, Aufbau und Erprobung eines Teststandes zur Charakterisierung der Abhängigkeit der Abtragfunktion von Prozeßparametern für unterschiedliche Plasmaquellen-Versuchsanordungen
- Entwicklung, Aufbau und Erprobung einer Plasmaquelle mit einem Durchmesser des Wirkbereiches ≤ 10 mm, mit der Quarzglas-Abtragraten 5 - 10 µm/min und wartungsfreie Betriebszeiten ≥ 20 Stunden erreicht werden
- Beiträge zur Charakterisierung lokaler Plasmen und zur Aufklärung wesentlicher Reaktionsmechanismen für relevante Ätzgas-Substrat-Kombinationen (Unterauftrag INP)
- Entwicklung, Aufbau und Erprobung einer Forschungsanlage zur Ermittlung von Anlagen- und Prozeßparametern zur technologischen Erforschung der Bearbeitung von Freiformflächen in Quarzglas mit einer Asphärizität ≥ 100 µm

In das vorliegende Teilprojekt wurden aus 3 Gründen auch Aktivitäten zum reaktiven Ionenstrahlätzen (RIBE) aufgenommen:

- die verwendeten Ätzgase und damit auch die Reaktionen chemisch aktiver Spezies mit Quellenmaterialien sind f
 ür RIBE und PACE weitgehend identisch. Obwohl wegen der unterschiedlichen Dichte der gasf
 örmigen Reaktanten die zu erwartenden "Ums
 ätze" bei RIBE nat
 ürlich viel geringer sind, ist der Nachweis von Produktspezies teilweise einfacher - z.B. mit massenspektrometrischen Methoden
- das Problem der Aufrauhung der Werkstückoberfläche bei selektivem Abtrag einer Materialkomponente kann ebenfalls bereits mit der (im IOM bereits verfügbaren) RIBEoder CAIBE-Technik studiert werden und

 die Substitution des gegenwärtigen Endbearbeitungsprozesses (IBE mit Argon als Betriebsgas) durch eine geeignete RIBE-Variante könnte die Bearbeitungszeit bereits um den Faktor 3...5 reduzieren und ist deshalb z.B. für die Polierfehlerkorrektur an Linsen von Lithografieobjetiven durchaus von wirtschaftlichem Interesse.

Ziel dieses Teilbereiches ist der Aufbau und die Erprobung einer Ionenquelle und eines Ätzregimes zur Erzielung von SiO₂-Ätzraten \geq 200 nm/min.

1.2. Wissenschaftlich-technische Ausgangssituation

1.2.1. Allgemeine Ausgangssituation

Die Präzisionsbearbeitung zur hochgenauen Formgebung und zur Politur von Oberflächen entwickelt sich seit Beginn der 80er Jahre aufgrund ständig steigender Qualitäts- und Bedarfsanforderungen außerordentlich dynamisch. Haupteinsatzgebiete und damit Triebkraft für die Erforschung geeigneter Bearbeitungstechnologien sind die Optik (besonders die Hochleistungsoptik für den gesamten Wellenlängenbereich vom IR- bis zu Röntgenwellenlängen) und die Mikrotechniken (Mikroelektronik, -optik, -mechanik und deren (System)-Integration).

Den verschiedenen Bearbeitungszielen entsprechend, existieren sehr unterschiedliche Oberflächenbearbeitungsverfahren, deren Erforschung noch nicht abgeschlossen ist. Im Bereich der Hochleistungsoptik stehenden folgende Verfahren zur Verfügung:

(1) Schleif- und Polierverfahren als klassische formgebende Prozesse.

Einen Überblick über die für die Bearbeitung optischer Materialien relevanten Verfahren und ihre Leitungsfähigkeit gibt **Abbildung 2**.

(2) Ionenstrahltechnik zur Feinkorrektur auf Endspezifikation von Hochleistungsoptiken.

Diese Technik wurde im Rahmen des JESSI-Projektes 'New Technologies for Half and Subhalf Micro Stepper Optics', Fördervorhaben 01M 2901 A7 vom BMBF gefördert. Dieses Verfahren wird seit 1994 in der Serienfertigung eingesetzt. Spezielle Verfahrensvarianten wurden auch als Teil des Verbundprojektes 'Nanotechnologie - Herstellung und Charakterisierung von Oberflächen mit Nanometer- und Subnanometer-RMS- Rauhigkeiten', Fördervorhaben 13N6011, entwickelt, sie werden gegenwärtig an industriellen Anwendungen erprobt. Aufgrund der geringen Abtragraten von bis zu einigen 10 Nanometer pro Minute sind sie aber nur für die Endbearbeitung mit maximalen Abtragtiefen im μ m-Bereich einsetzbar.

Die Verwendung reaktiver Ätzgase (meist F- oder Cl-haltige Kohlenwasserstoffe) im Rahmen aus Mikroelektroniktechnologien bekannter reaktiver Ionenstrahlätzprozesse (RIBE, CAIBE) kann die maximal erreichbaren Abtraggeschwindigkeiten für viele Materialien wahrscheinlich auf das 3- bis 5fache steigern und damit die Effektivität von Endbearbeitungsprozessen verbessern helfen. Die Abtragraten liegen aber auch dann noch um mindestens eine Größenordnung unter den geforderten Mindestwerten für eine kommerziell nutzbare Asphärenherstellung (s.u.).

(3) Plasmachemische Verfahren zur lokalen Bearbeitung.

Diese Verfahren befinden sich sowohl in den USA wie auch in Japan nach wie vor im Zustand technischer Entwicklung (PACE) bzw. der Erforschung technologischer Grundlagen (CVM).

Ionen- und plasmagestützte Bearbeitungsprozesse gewinnen für die Hochleistungsoptik zunehmend an Bedeutung. **Abbildung 1** zeigt wesentliche Materialien, Prozesse bzw. Prozeßanforderungen und Produkte, die von dieser Entwicklung tangiert werden.



Abb. 1: Materialien und Prozeßanforderungen für Hochleistungsoptiken

Für die Bearbeitung optischer Flächen stehen zahlreiche Polier- und Abtragverfahren zur Verfügung, die sich vor allem durch Abtraggeschwindigkeit, erreichbare Endrauhigkeit, laterale und vertikale Auflösung bzw. Bearbeitungsgenauigkeit und technischen Aufwand unterscheiden. **Abbildung 2** zeigt schematisch die Leistungsfähigkeit der wesentlichsten Verfahren bezüglich der beiden erstgenannten Parameter.

Für die Bearbeitung optischer Bauelemente mit nanometergenauer Formgebung, insbesondere für große Teleskope, Hochleistungsoptiken oder für Röntgenoptiken, sind konventionelle Großflächenpolitur - oder Finger(subapertur)-Polierprozesse (z.B. CNC) aufgrund physikalischer Zwänge wie Geometrie der Optik und Konstruktion, asphärische Konturen, Werkzeuggröße und Werkstückrandeinflüsse nur bedingt anwendbar. Eine komplizierte Vorausbestimmung und Kontrolle der Abtragsfunktion beim Polierprozeß, eine geringe Konvergenzrate zur gewünschten Endfläche, stellen weitere Einschränkungen dar und erhöhen sowohl die Bearbeitungskosten als auch die Bearbeitungszeiten.

Im Gegensatz zu den genannten Einschränkungen bei konventioneller Politur erweist sich die Bearbeitung optischer Flächen mittels Ionenstrahlabtrag (IBF) als nahezu unabhängig von der Geometrie der optischen Oberfläche. Effekte, induziert durch den Rand der Oberfläche, sind nicht zu verzeichnen.



Abb. 2 Leistungsfähigkeit optischer Polier- und Abtragverfahren (nach /1/)

Das Ionenstrahlätzen, ausgezeichnet durch ein hohes Konvergenzverhältnis, ist eine gut berechenbare und kontrollierbare Bearbeitungstechnologie und wird mehr und mehr bestimmend in den Technologien zur Bearbeitung von hochgenauen Oberflächen und bei der Erzeugung dünner Schichten.

Infolge geringer Abtragraten im Vergleich zu konventionellen Poliertechniken beschränkt sich die Ionenstrahlbearbeitung im Gesamtzyklus der Hochleistungsoptikproduktion allerdings ausschließlich auf eine Finalbearbeitung (Polierfehlerkorrektur, Herstellung von Nanometerasphären zur Wellenfrontfehlerkorrektur einzelner Linsen oder komplexer optischer Systeme).

1.2.2. Spezifische Ausgangssituation - Stand der Wissenschaft und Technik

Aus der Literatur waren zwei Ansätze bekannt, mit denen zwei US-amerikanische und eine japanische Gruppe versuchen, lokale dichte Plasmen für die Oberflächenbearbeitung zu nutzen:

PACE = Plasma Assisted Chemical Etching (*Research. Laboratories Hughes Danbury Optical Systems; L.D. Bollinger, G. Steinberg, C.B. Zarowin, G. Gallatin, J. Samuels /1/);* (*Eine weitere Gruppe arbeitet bei der Fa. OCA (Optical Corporation of America in Anaheim (LA) an PACE-Techniken*)

<u>**CVM**</u> = <u>Chemical Vapour Machining</u> (Universität von Osaka; Y. Mori, K. Yamamura, K.Yamauchi, K.Yoshii, T. Kataoka, K.Endo, K. Inagaki und H. Kakiuchi /2/).

Von den Gruppen wurden an ausgewählten Materialien (u.a. Si, SiO₂, GaAs) im Vergleich zu Ionenstrahlverfahren bis zu 10^3 -fach höhere Abtragraten erreicht und bei den genannten Materialien und größeren Abtragtiefen auch Glättungseffekte beobachtet.

Beiden Verfahrensvarianten gemeinsam ist die Nutzung eines lokalisierten Plasmas mit einer hohen Konzentration an chemisch reaktiven Ätzspezies, erzeugt durch geeignete HF-Anregung. Der überwiegend chemische Charakter bedingt auch die meist große Materialselektivität beider Varianten (Notwendigkeit der Bildung flüchtiger Reaktionsprodukte aus dem zu bearbeitenden Material und reaktiven Teilchen des Plasmas; bei der Anwendung auf Mehrkomponentensysteme [z.B. die meisten Gläser] muß durch geeignete Wahl der Ätzgaszusammensetzung das zu Aufrauhungen führende Zurückbleiben einer Komponente möglichst vermieden werden).

Beide Varianten unterscheiden sich durch den Arbeitsdruckbereich (PACE: 1 mbar bis 100 mbar; CVM: Atmosphärendruck und höher; beide Verfahren benötigen i.a. nur ein Grundvakuum im "Grob"-Bereich) und durch die Art der Plasmaanregung (PACE: reine Plasmavariante mit quelleninternen HF-Elektroden und RIE-ähnliche Variante mit einer

Elektrode unterhalb des Werkstückes; *CVM:* Coronaentladungen an Spitzen oder Drähten). Den Veröffentlichungen sind allerdings keine Details der technischen Anordnungen und der Prozeßführung zu entnehmen. Testbearbeitungen werden ebenfalls nicht näher beschrieben. Wie in 1.1.1. erwähnt, wird eine hohe Prozeßgeschwindigkeit von plasmachemischen Ätzprozessen erwartet. **Abbildung 3** zeigt das PACE-Verfahren schematisch. Das angegebene Bearbeitungskonzept beinhaltet eine reine PE-Variante mit quelleninternen HF-Elektroden und eine RIE-Variante, bei der sich eine Elektrode unterhalb des Werkstückes befindet. Es werden jedoch weder Einsatzmöglichkeiten noch Testbearbeitungen näher beschrieben. Die letztgenannte Variante ist mit Sicherheit für große Spiegel mit Rückseiten-Versteifungen nicht einsetzbar. Bis 1991 wurde eine Anordnung für die Bearbeitung von Komponenten bis 0,5 m Durchmesser realisiert; eine Erweiterung auf Objekte bis 1 m Durchmesser ist vorgesehen. Die lokale Abtragssteuerung erfolgt offenbar ausschließlich über eine Variation der Fahrgeschwindigkeit der Plasmaquelle.



Abb.3 PACE-Verfahren nach /2/ (schematisch).

Die veröffentlichten Arbeiten enthalten keine für eigene Forschungsarbeiten verwertbaren Detailangaben zur Gerätetechnik oder zur Prozeßführung.

Tabelle 2 enthält eine Zusammenstellung der Tiefen- bzw. Volumenätzraten und Angaben zur Rauhigkeit der Substrate nach der Plasmabehandlung aus /2/ und /3/. Die hohen Rauhigkeitswerte für Verbindungsmaterialien verdeutlichen den störenden Einfluß der hohen Selektivität des chemischen Angriffs auf die Teilkomponenten.

Material		Rauhigkeit nach Abtrag		
	[/2/; µm/min]]	[/2/; mm ³ /min f.3"-DM]	[/3/; µm/min]	[/3/; nm RMS]
Si	50	45	50	<1
Quarzglas	50	225	2 3	<1
BK7-Glas			23	<1
SiC	5	22	40	300 500
Al ₂ O ₃			0,5	1000
W			<15	300 500
GaAs			20	<20
Ge	50	225		

Tab. 2: Ätzraten und Rauhigkeiten nach dem Ätzen für PACE /2/ und CVM /3/

Als Ätzgase kommen für Quarz, Gläser und Si-Verbindungen in erster Linie fluorhaltige Gase (CF₄, CF₃H, C₂F₆, SF₆ u.a.) sowie ihre Gemische mit Edelgasen in Frage. Die grundlegenden chemischen Reaktionen sind dabei bekannt, da entsprechende Ätzprozesse im Rahmen von Halbleitertechnologien vielfach für die Strukturierung von SiO₂, Si₃N₄, Si u.a. genutzt werden.

Das Grundproblem liegt vielmehr in der lokalen Begrenzung der Wirkung des Plasmas und in der erforderlichen extremen Langzeitstabilität. Ersteres dürfte nicht nur eine Frage der Quellenkonstruktion, sondern auch der "Quellenchemie" und der Prozeßführung sein: Gasart, Zusammensetzung, Druck und Strömungsgeschwindigkeit müssen geeignet sein, reaktive Spezies mit hoher Konzentration an den gewünschten Wirkungsort zu bringen, ihre chemische Aktivität aber mit der Entfernung von diesem Ort sehr schnell abnehmen zu lassen. Die Langzeitstabilität erfordert neben verschleißfesten Quellenmaterialien vor allem eine sehr genaue Konstanthaltung der Entladungsparameter - unabhängig vom Ort der Quelle im Rezipienten und der Relativgeschwindigkeit zwischen Quelle und Werkstück.

Da die Arbeitsdrücke zwischen 1 mbar und über 1000 mbar liegen können, sind sowohl Mikrowellen und Hochfrequenzentladungen als auch (gepulste) Gleichstromentladungen für die Plasmaerzeugung denkbar. Da der lokale Wärmeeintrag bei empfindlichen optischen Werkstücken aber in engen Grenzen gehalten werden muß, dürften der Druckbereich zwischen 1 und 10 mbar und die erstgenannten Anregungsformen bessere Erfolgschancen bieten.

Hinsichtlich der Wahl einer für die PACE-Technik geeigneten Plasmaquelle gibt es eine interessante Ergebnisse einer Gruppe in Prag /4-6/. Dort wurden HF-angeregte Plasmastrahlanordnungen im Überschallbereich der Gasströmung unter Verwendung chemisch aktiver Gasen untersucht (**Abbildung 4**).



Abb. 4 Plasmastrahlverfahren nach /4/- /6/ (schematisch).

Der Arbeitsdruckbereich liegt im Bereich von ca. 0,1 bis 100 mbar. Je nach gewählter Gasart/Substrat - Kombination lassen sich die Plasmastrahlen zum lokalen Hochrateätzen als auch zum Hochratebeschichten verwenden. Die Wirkungsfläche der Strahlen läßt sich über die Betriebsparameter Druck, Gasfluß und HF-Leistung variieren. Nach Angaben der Autoren sind Wirkungsquerschnitte im mm-Bereich möglich. Technologierelevante Angaben zur Abtragfunktion und ihrer Stabilität wurden nicht gefunden.

1.2.3. Literatur

- /1/ I.F. Stowers, R. Komanduri, E.D. Baird
 "Review of precision surface generating processes and their potential application to the fabrication of large optical components", Proc. SPIE Vol 966, Advances in Fabrication and Metro logy for Optics and Large Optics (1988), pp. 62 -73
- /2/ L. Bollinger, G. Steinberg, C. Zarowin
 "Rapid optical figuring of aspheric surfaces with PACE", Proc. SPIE Vol. 1618,
 "Large Optics II", R.E. Parks ed.,. (1992) pp. 14 21
 C.B. Zarowin, "Comparison of the smoothing and shaping of optics by plasma-assisted chemical etching and ion milling using the surface evolution theory", Appl. Optics, 32, 16, 2984-2991 (1993)

- Y. Mori, K. Yamamura, k.Yamauchi, K. Yoshii, T. Kataoka, K.Endo, K. Inagaki and H. Kakiuchi; "Plasma CVM (Chemical Vapour Machining) - A Chemical Machining Method with Equal Perfortutions", in Proc. of the 7th Int. Precision Engineering Seminar, Kobe May 1993, p.78-87, Butterworth&Heinemann, Stoneham, MA USA, 1993
- /4/ L. Bardos, N.Q. Vu, Czech.J.Phys. **B 39** (1989) 731
- /5/ L. Bardos, S. Berg, H.O. Blom, Appl.Phys.Lett. 55 (1989) 161
- /6/ M. Sicha, L. Bardos et.al. Contrib. Plasma Phys. **34** (1994) 6, 749

Hinsichtlich des patentrechtlichen Schutzes der PACE- und CVM - Technologie ergab eine on-line Patentrecherche eine sehr rege Anmeldetätigkeit seiten der Firma Hughes in den USA mit 11 Anmeldungen zur PACE Technik:

(Pat-Nr.: US 5375064 941220, US 5372674 941213, US 5364496 941115, US 5336355 940809, US 5298103 940329, US 5292400 940308, US 5291415 940301, US 5290382 940301, US 5238532 930824, US 5419803 950530, US 5376224 941227).

Die Patente betreffen relativ allgemeine Verfahrensprinzipien sowohl zur lokalen Bearbeitung von Oberflächen mit der Verweilzeitmethode, als auch zur Erzeugung lokaler Plasmen mittels verschiedener Anregungsarten. Weiterhin sind die Auswahl von Konstruktionsmaterialien für Plasmaquellen und Methoden zur räumlichen Begrenzung von Plasmen enthalten. Nach unserer Einschätzung sind in diesen Schutzrechtsansprüchen zum großen Teil bekanntes Wissen enthalten das einer Prüfung z.T. nicht standhalten wird. Die meisten der 11 Patente beinhalten als Grundverfahren das lokale Plasmaätzen mit Gegenelektrode unter dem zu ätzenden Substrat und bewegter Plasmaelektrode im Abstand über der Substratfäche. Dieses Prinzip ist für eine technologische Verwertung im Bereiche der Präzisionsbearbeitung von Substraten mit nichtkonstanter Dicke, was außer bei Planscheiben und Halbleiterwafern der Fall ist, nicht anwendbar. Das ist auch nicht Zielstellung des vorliegenden Projektes. Das Patent US 5290382 940301 beinhaltet das sogenannte down-stream-Prinzip (ohne elektrisches Feld zwischen Substratoberfläche und lokaler Plasmaquelle) das bevorzugter Gegenstand der in dem Projekt vorzunehmenden technologischen Grundlagenuntersuchungen ist. In dem Patent werden verschiedene Anordnungen beschrieben die gegenüber unsrer Konzeption zahlreiche Nachteile beinhalten. U.a. wird gesagt, daß bei dem Verfahren bei für allgemeine optische Materialien (Quarz) und Halbleitermaterialien eine maximale Ätzrate von 3µm/min erreichbar ist. In den von uns beschriebenen orientierenden Vorversuchen wurden bereits erheblich höhere Werte für Quarz erreicht. In diesem Patente wird explizit darauf verwiesen, daß höhere Ätzraten nur mit dem technologisch nicht einfach zu handhabenden Gas NF₃ erreichbar sind was aber auch zu einer ungewollten Ausweitung des Ätzbereiches auf dem Substrat führt. Allein daran ist im Vergleich mit den Voruntersuchungen im Rahmen einer studentischen Praktikumsarbeit im IOM erkennbar, daß hier noch erheblicher Spielraum für technologische Grundlagen für substantielle Verbesserungen in den technischen Anwendungen lokaler hochintensiver reaktiver Plasmen besteht.

1.3. Eigene Vorarbeiten und sonstige Voraussetzungen

1.3.1. Allgemeine Voraussetzungen

Das Institut für Oberflächenmodifizierung (IOM) betreibt angewandte Grundlagenforschung mit dem Ziel, wissenschaftliche Erkenntnisse zu physikalischen und chemischen Mechanismen zu gewinnen, die bei der Herstellung oder Veränderung anorganischer und polymerer Oberflächenschichten unter Beteiligung von Elektronen, Ionen oder UV-Strahlung von Bedeutung sind. Es beschränkt sich dabei auf nichtthermische Prozesse, niedrige Teilchenenergien (< 300 keV bei Elektronen und < 2 keV bei Ionen) und ausgewählte Stoffbzw. Materialklassen (strahlenhärtbare Polymere, technologierelevante Werkstoffe der Optik, Mikroelektronik und Mikromechanik).

Das komplexe Forschungsziel des IOM - Gewinnung grundlegender Erkenntnisse zum Mechanismus strahlungsstimulierter physikalischer oder chemischer Prozesse bzw. Stoffmodifizierungen *und* Aussagen über die industrielle Anwendbarkeit dieser Erkenntnisse zu erbringen - erforderte sowohl die Nutzung interdisziplinärer Erkenntnisse und Methoden der Festkörperphysik, Strahlenphysik, Strahlenchemie und Polymerchemie als auch ausgewählter Ergebnisse und Verfahren der Ingenieurwissenschaften, speziell des Maschinenbaues. Zur Charakterisierung von Elementarprozessen und Oberflächen- bzw. Schichteigenschaften ist außerdem die Anwendung einer umfangreichen Auswahl analytischer Verfahren erforderlich.

Zahlreiche bilaterale Vereinbarungen und die Mitarbeit an nationalen und internationalen Verbundprojekten sichern die regionale überregionale Integration und der nationalen Forschungsarbeiten des IOM. Hauptpartner im Rahmen sind im Grundlagenbereich Universitäten (z.B. Leipzig, Jena, Dresden, Osnabrück, Münster, Bonn u.a.) und außeruniversitäre Einrichtungen (FZ Rossendorf, FZ Karlsruhe, MPI für Strahlenchemie Mülheim, FhE für Angewandte Optik und Feinmechanik Jena u.a.) und im Entwicklungsbereich vorwiegend kleine und mittelständische Unternehmen.

In der *Abteilung Ionenstrahltechnik* des IOM werden Grundlagenuntersuchungen und industrieorientierte applikative Forschungen zu folgenden Inhalten durchgeführt:

- Grundlagen der großflächigen Präzisions-Oberflächenformgebung, speziell für optische und röntgenoptische Anwendungen (Planarisierung und Höhenkorrekturen mit Tiefengenauigkeiten im Nanometerbereich; Entwicklung von Ionenquellen und Anlagenkomponenten für Ionenstrahlanlagen)
- Erzeugung und Übertragung von μm- (speziell 3D) und nm-Strukturen durch laser-, ionenstrahl- und raster(nahfeld)-mikroskopische Verfahren (Strukturierung von Materialien mittels Laserablation; Übertragung analoger 3D-Resiststrukturen in SiO₂ und Gläser mittels reaktivem Ionenstrahlätzen; großflächige Strukturübertragung mittels Helicon- und ECR-Plasmaätzen u.a.)
- Grundlagen der ionenstrahl- und laserstimulierten Abscheidung und Modifizierung ausgewählter anorganischer Funktionsschichten (z.B. Abscheidung von c-BN, speziellen magnet. Schichten; Niederenergie-Wasserstoffimplantation).

1.3.2. Apparative Voraussetzungen

Zu den Grundausrüstungen des IOM auf dem Gebiet der Ionenstrahltechnik gehören:

- 8 Ionenstrahlätzanlagen mit Breitstrahlionenquellen von 50 mm bis 150 mm Strahldurchmesser, z.T. mit Vakuumschleuse, mehrkanaligen Gashandlingsystemen und in-situ Massenspektrometrie-Prozeßkontrolle ausgestattet, reaktive Ätzprozesse, Winkeleinstellungen der Probenoberfläche zur Strahlachse, Probenkühlung sind weitere Anlagenmerkmale (die Anlagen sind teilweise Entwicklungen der Mitarbeiter des IOM),
- ein Planar-RIE-Ätzer,
- ein Großflächenätzer mit Helicon-Plasmaquellenanregung und RF-biasing,
- zwei Plasmamonitore, ein Langmuirsondenmeßplatz und eine Meßeinrichtung für die optische Emissionsspektroskopie,

- eine Excimerlaser-Workstation (Maskenprojektion) zur Direktbearbeitung von Oberflächen durch laserinduziertes Ätzen oder durch Ablation (laserstimulierte Abscheidung ist ebenfalls möglich),
- ca. 200m² Reinraumfläche der Klasse 100.000,
- Probenpräparation (Photolithographie (Resistcoater, Na
 ßchemie f
 ür Reinigung, Entwicklung, Na
 ßätzung, 3"-Kontaktbelichter, Hotplate, UV-Resistnachbehandlung, Temperofen), Plasmareinigung und DC-Magnetronbeschichter),

Für die Oberflächen- und Strukturcharakterisierung stehen folgende analytische Geräte und Verfahren zur Verfügung:

- optisches Schichtdickenmeßgerät,
- TALYSTEP-Schichtdicken- und Rauhigkeitsmeßgerät,
- AFM/STM NANOSCOPE III und UHV- AFM/STM (Fa. Omicron)
- Digitalinterferometer DIRECT 100,
- Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersivem Röntgenanalysator,
- TRFA Totalreflexionsröntgenfluoreszensanalyse.

Folgende projektspezifische Ausrüstungen standen im IOM zum erforderlichen Zeitpunkt der Nutzung im Projekt zur Verfügung:

- Versorgungssysteme für Plasmaquellen
- Steuer- und Regelsysteme
- Gasrecyclings- bzw. -entsorgungseinrichtungen
- Vakuumtechnik (Pumpen, Meßtechnik)
- *in situ* Abtrag-Kontrollsysteme (QMS, OES)
- Komponenten zum Plasmaquellen-Prüfstand sowie für die Quellenversuchsaufbauten

1.3.3. Wissenschaftliche Arbeiten

Arbeiten des Antragstellers zu Beginn der Projektlaufzeit (Auswahl):

- D. Flamm, D. Hirsch, F. Bigl: Ionengestützte Strukturierungen von InP-Oberflächen unter Verwendung von Chlor, Physik der Halbleiteroberfläche 20 (1989) 39-42

- A. Schindler: Oberflächenpräzisionsbearbeitung und Mikrostrukturübertragung mit Nanometergenauigkeit mit Hilfe des Ionenstrahlätzens, ZfI-Mitteilungen 161 (1990) 161-167
- H. Neumann, D. Flamm, F. Bigl: Chemical Modification of Reactive Gases in an Ion Source Plasma, 10th Int. Conf. Symp. on Plasma Chemistry, Bochum 4.-9.8.1991; Proc. Vol. II, p.2.2-20
- A. Schindler, T. Hänsel, A. Nickel, R.Fechner, H.Neumann und F. Bigl: Broad Ion Beam Processing of Large Surface Areas with Nanometer Precision; Proc. of the 7th Int. Precision Engineering Seminar, Kobe May 1993, p.88-99, Butterworth & Heinemann, Stoneham, MA USA, 1993
- A. Schindler, T. Hänsel, A. Nickel, H.-J. Thomas und F. Bigl: An Ion Beam Figuring System for Medium-Sized Optics in Optical Fabrication and Testing Workshop, Rochester, New York, Vol.13, 1994 OSA Technical Digest Series (Optical Society of America, Washington, DC, 1994), pp.240-243.
- W. Frank, H.-J. Thomas, A. Schindler: Depth profiling by means of the combination of glancing-incidence X-ray fluorescence spectrometry with low energy ion beam etching technique, Spectrochimia Acta B: Atomic Spectroscopy
- T. Hänsel, A. Nickel, A. Schindler, H. Thomas und F. Bigl: Broad Ion Beam Figuring of Medium Sized Optics with Nanometer Precision, *in Vorbereitung für "Applied Optics"*
- A. Nickel, T. Hänsel, , A. Schindler, H. Thomas, F. Bigl: Broad Ion Beam Figuring of Optical Surfaces - Equipment and Processing Algorithm, *in Vorbereitung für "Applied Optics"*
- R. Fechner, A. Schindler, D. Hirsch, B. Galonska, G. Ringel, B. Retschke, A. Nickel,
 T. Hänsel und F. Bigl: Surface Finishing of Polished and Diamond Turned Optical
 Surfaces by Ion Beam Planarization, *in Vorbereitung für "Applied Optics"*

1.4. Projektablauf

1.4.1. Ausführliche Beschreibung des Arbeitsplanes

Inhalt und zeitlicher Ablauf des Projektes orientieren sich an den Vorgaben des Gesamtvorhabens (**Abschnitt 1.1.**). Um Schnittstellen zu den anderen Partnern klar definieren zu können, wurden die Einzelaufgaben im Balkenplan (siehe unten) teilweise stark untergliedert, so daß zusätzliche Erklärungen nicht zu jeder Teilaufgabe erforderlich sind.





1.4.2. Projektorganisation

Der Projektablauf war wie folgt organisiert:

In regelmäßigen Abständen von ca. 3 Monaten wurden Projekttreffen bei jeweils einem anderen Projektpartner organisiert. Dabei wurden der aktuelle Stand der Untersuchungen erörtert sowie Probleme und das weitere Vorgehen diskutiert.

Meilenstein

1.4.3. Kriterien für den Meilenstein

Als Kriterien für die Erfüllung des Meilensteins wurden festgelegt:

- Aufbau und Erprobung der Forschungsanlage ist abgeschlossen,
- Testmuster von Quarzoptiken wurden bearbeitet und bewertet
- Abtraggeschwindigkeit für die Testmusterbearbeitung ca. 5µm/min

Eine detaillierte Abstimmung bezüglich der zu bearbeitenden Testmuster-Quarzoptiken sowie der zu erreichenden Oberflächenform (Asphärizität), und Oberflächengüte (Rauhigkeit) erfolgt in Abstimmung zwischen CZ und IOM in der Definititonsphase zu Beginn des Projektes.

2. Technische Entwicklungen

2.1. Aufbau der Versuchsanlage



Abb.5 B63 Vakuumkammer mit 3-Achsen-Bewegungssystem

Schwerpunkt der Arbeiten 1997 war neben den Grundlagenarbeiten zum PACE-Ätzprozeß (siehe Abschnitt 3) auf der **Basis** einer PACE-Plasmaquellenentwicklung (siehe 2.2. und 2.3.) und der Konstruktion des Positioniersystems und der Vakuumkammer der Laboranlage (siehe 2.4.) der Auf- und Ausbau einer Versuchsanlage in der die Grundlagen des plasmachemischen Ätzprozesses zunächst auf der Basis eines reaktiven HF-Plasmastrahles untersucht werden können.

Diese schematisch in **Abbildung 5** dargestellte Versuchsanlage wurde mit IOM-Mitteln zusätzlich aufgebaut (10% der Kosten der Laboranlage bei stark reduzierter Funktionalität des Positioniersystems), um bei den sich nach einem halben Jahr Laufzeit insbesondere bei der Plasmaquellenentwicklung abzeichnenden Schwierigkeiten, eine permanent über die Projektlaufzeit verfügbare Anlage neben der technologisch wichtigen Laboranlage für die Quellenproblematik und die begleitenden Grundlagenuntersuchungen zur Prozeßoptimierung zu haben. **Abbildung 6** zeigt die Gesamtansicht der Versuchsanlage mit den zugehörigen Bedienelementen.

Neben einem 3-Achsen-Bewegungssystem hat die Versuchsanlage eine technologische Ausrüstung wie die der Laboranlage bestehend aus folgenden Komponenten:

- B63 Vakuumkammer mit einem Volumen von ca. 0,35 m³
- HF-Versorgung (HF-Generator 13.56 MHz / 500W mit Anpaßnetzwerk)
- Gasflußregelung (4 Mass-Flow-Controller (2 × 1 sl/min, 1 × 5 sl/min, 1 × 10 sl/min;
 4-Kanal-Gasflußregler, Gasanschlüsse: He, Ar, O₂, N₂, SF₆, CF₄, CHF₃)
- Druckregelung (Baratron-Druckmeßkopf, Drosselventil, Regelgerät automatische Druckregelung im Bereich von 10⁻³ - 10 mbar
- Drehzahlregelung (Frequenzumrichter 0 -500 Hz, Drehzahlerhöhung der Rootspumpe bis 6000 min⁻¹, Saugleistungserhöhung der Rootspumpe um 20-30%, Verbesserung des Enddruckes bei hohen Gasflüssen)



Abb. 6 Gesamtansicht der Versuchsanlage.

Das 3-Achsen-Bewegungssystem auf der Basis eines UNIDEX 31 PC/AT Motion Controllers mit 8MB RAM, 33MHz der Firma AEROTECH besteht aus den in **Tabelle 3** zusammengefaßten Elementen. Diese AEROTECH-Anlage ist ein Übergangstyp vom U31-System zum U600-System. Das von AEROTECH mitgelieferte Programm MAINMENU ist für den Einsatzzweck ungeeignet und lief nie zuverlässig. Die zum Lieferumfang gehörigen Service-Programme waren nützlich und wurden genutzt. Für diese Anlage wurden unter dem Betriebssystem OS/2 Warp3 eigene Verfahrprogramme (PMMAIN3.EXE , PMDEMO3.EXE und POSIT5.EXE) unter Verwendung des Microsoft C-Compilers Vers.6.0, des Microsoft OS/2-Presentation Manager und der AEROTECH Bibliotheksfunktionen erstellt. Der Inhalt und Ablauf der Programme PMMAIN3.EXE und POSIT5.EXE ist ähnlich dem in 2.4. für die U600-Anlage beschriebenen. Das Programm PMDEMO3.EXE entspricht als Simulations-und Dateien-Testprogramm der PMMAIN3.EXE.

Achsen-Nr.	Bezeichnung	Тур	Fahrweg	Vmax.
1	Х	Spindel	250 mm	25 mm/s
2	Y	LinMotor	300 mm	500 mm/s
3	Z	Spindel	100 mm	25 mm/s

Tab. 3 Beschreibung der verfügbaren Bewegungseinheiten in der Versuchsanlage.

Eine wichtige Erweiterung der technischen Ausstattung der Versuchsanlage erfolgte im Zusammenhang mit der Untersuchung des technologisch relevanten Temperatureinflusses auf den Ätzprozeß. Dazu wurde mit dem Projektpartner Fa. ROTH & RAU ein heizbarer Substrathalter entworfen und gebaut (**Abbildungen 7 und 8**). Mit Hilfe dieses Probenheizers lassen sich Substrattemperaturen von max. 600°C einstellen und regeln.



Abb. 7 Schematische Darstellung des Aufbaus der Probenheizung.



Abb. 8 Einbau der Probenheizung in die Versuchsanlage.

2.2. Entwicklung und Bau einer HF-Plasmastrahlquelle

Gemäß der Abstimmung im Projektverbund wurde am IOM zunächst eine wassergekühlte HF-Plasmaquelle mit einer Anregungsfrequenz von 13.56 MHz entwickelt und gebaut sowie hinsichtlich der Quellengeometrie und der Prozeßparameter (Gasfluß und -zusammensetzung, Druck, HF-Leistung) optimiert. **Abbildung 9** zeigt verschiedene Betriebszustände.



Abb. 9 Optimierung des reaktiven Plasmastrahles durch Änderung der Quellengeometrie einschließlich HF-Abschirmung und der Prozeßparamete

Um den Anforderungen einer verbesserten Kühlung des Brennerkopfes, einer Variabilität bei der Gestaltung der Düsengeometrie mit integrierter zweiter Gaszuführung und der Verringerung der Gesamtkapazität gerecht zu werden, wurde im weiteren Verlauf der Entwicklung auf der Basis eines kommerziellen DC-Plasmabrenners eine neue HF-Plasmaquelle entwickelt und erfolgreich getestet. Diese zeichnet sich gegenüber dem Prototyp außerdem durch deutlich geringeres Gewicht und verringerte Abmaße aus. **Abbildung 10** zeigt den prinzipiellen Aufbau der neuen Quelle sowie den damit erzeugten reaktiven Plasmastrahl.

Trotz der erzielten Verbesserungen führte die Entwicklung der Hochfrequenz(HF)-Plasmajetquelle mit 13,56 MHz Anregung in eine Zwickmühle infolge des mit der HF-Entladung verbundenen Hohlkatodeneffekts. Einerseits stabilisiert dieser den Plasmajet bewirkt aber andererseits, daß es infolge der hohen Plasma- und Radikaldichte innerhalb der Austrittsdüse zu einem starken Abtrag von Düsenmaterial und damit zum Verbrauch der Ätzspezies am falschen Ort kommt. Trotz vielfältiger Versuche und zusätzlicher Maßnahmen, gelang es nicht, die damit verbundenen negativen Folgen

- starke Veränderung der Düsengeometrie und damit der Form des Plasmajets,
- hohe Kontamination der Quarzoberfläche mit dem Düsenmaterial und

• geringe Ätzrate für Quarzglas als Folge des Verbrauchs an Ätzspezies in der Hohlkathodenentladung

zu umgehen. Daraufhin wurden Anfang 1998 die Arbeiten an der Entwicklung einer HF-Plasmajetquelle eingestellt und mit der Entwicklung einer prozeßtauglichen Quelle basierend auf einer MW-induzierten Plasmajetentladung begonnen. Auslöser dafür waren erfolgreiche Tests, die zur gleichen Zeit am IOM mit einem durch den Projektpartner INP Greifswald umgebauten kommerziellen Normaldruck-Mikrowellen(MW)-Plasmabrenner bei 2,45 GHz Anregung durchgeführt wurden, wobei sich auf Anhieb hohe Ätzraten für Quarz ohne nachweisliche Oberflächenkontamination als Folge eines Abtrags von Düsenmaterial ergaben (vgl. 3.3.).



Abb. 10 Wassergekühlter HF-Plasmabrenner mit integrierter zweiter Gaszuführung (modifizierter kommerzieller DC-Plasmabrennerkopf) a)Schematische Darstellung, b) Fotografie einer He/CF_4 - Plasmafackel.

2.3. Entwicklung und Bau einer MW-Plasmastrahlquelle

Unter Ausnutzung einer vom IOM entwickelten Technologie zur direkten Einkopplung eines von einem Magnetron erzeugten MW-Feldes in ein koaxiales Hohlleitersystem in Verbindung mit einem koaxialen Gasführungssystem im Innenleiter wurde in kürzester Zeit eine MW-Plasmajetquelle für weiterführende Untersuchungen entworfen und gebaut. Zunächst handelte es sich dabei um eine stationäre Testversion (**Abbildung 11**), bei der nur das offene Ende des Koaxialrundhohlleiters mit der koaxialen Gasführung im Innenleiter und dem Düsenkopf in

den Rezipienten eintaucht. Die Mikrowellenerzeugung durch ein wassergekühltes Standardmagnetron sowie der von Hand verstellbare Kurzschlußschieber zur Leistungsanpassung befinden sich dagegen frei zugänglich außerhalb der Vakuumkammer.

In der zweiten Ausbaustufe (**Abbildung 12**) wird das gesamte System von einem vakuumdichten Gehäuse umschlossen, so daß die Plasmastrahlquelle frei beweglich im Vakuum eingesetzt werden kann. Die Leistungsanpassung erfolgt dabei automatisch durch einen Kurzschlußschieber, der durch einen Servomotor angetrieben und über einen an der Quelle befindlichen Sensor mit Regelelektronik gesteuert wird.

Die dritte Ausbaustufe (**Abbildung 13**) beinhaltet ein verbessertes Kühlsystem, einen größeren Abstimmbereich für die Leistungsanpassung sowie ein an die geometrischen Vorgaben des Aerotech-Bewegungssystems angepaßtes Aluminium-Gehäuse.



Abb. 11 Am IOM entwickelte und gebaute kompakte MW-Plasmastrahlquelle (stationäre Ausführung).



Abb. 12 *MW-Plasmajetquelle* (bewegliche Ausführung) links) Konstruktionsskizze, rechts oben) geöffnet und rechts unten) geschlossen mit Plasmaaustritt (rechts) und Versorgungsleitungen (links).



Abb. 13 Bewegliche MW-Plasmastrahlquelle mit verbessertem Kühlsystem, erweitertem Abstimmbereich und angepaßter Geometrie.

2.4. Aufbau der Laboranlage

Im 4. Quartal 1997 erfolgte fristgemäß die Lieferung der Vakuumkammer für die Laboranlage zur großflächigen Formbearbeitung konkaver bzw. konvexer optischer Flächen durch plasmachemisches Hochrateätzen durch die Firma NTG (Abbildungen 15 und 16). Desweiteren wurde ein Steuerungskonzept gemäß dem in Abbildung 14 dargestellten Schema erarbeitet und durch die Firma AIS in entsprechende Hardund Softwarekomponenten umgesetzt. Die Lieferung der zugehörigen Steuereinheit erfolgte ebenfalls Ende 1997. Mit erheblicher Verzögerung erfolgte der Einbau und die Inbetriebnahme des Positioniersystems der Firma AEROTECH (Abbildung 16). Dieses beinhaltet die in Tabelle 4 zusammengestellten Bewegungseinheiten.



Abb. 14 Konzept zur Steuerung der PACE-Laboranlage



Abb. 15 Außenansicht der Laboranlage.



Abb. 16 Innenansicht der Laboranlage mit 6-Achsen-Bewegungssystem und Plasmastrahlquelle.

Achsen-Nr.	Bezeichnung	Тур	Fahrweg	Vmax.
1	Х	LinMotor	613 mm	500 mm/s
2	Y	LinMotor	466 mm	500 mm/s
5	CA	Rotator (Direkt)	n*360 grd	100 grd/s
3	Z	Spindel	1022 mm	200 mm/s
6	CB	Rotator (Direkt)	127 grd	100 grd/s
7	А	Rotator (Direkt)	149 grd	100 grd/s

Tab. 4 Beschreibung der verfügbaren Bewegungseinheiten in der Laboranlage.

Wegen der bezüglich Regelung kritischen Rotatoren wurde das gesamte Bewegungssystem von AEROTECH im 1kHzServoLoop-Mode (1 ms control update time) statt im üblichen 4kHzServoLoop-Mode (250 ms control update time) ausgeliefert. Ein Tuning der Linearmotoren für 4kHzServoLoop-Mode ist möglich und wurde ausgetestet; bei Rotatoren jedoch ohne Erfolg.

Mit der jetzt vorhandenen maximalen RAM-Ausstattung des neuen UNIDEX 600 PC/AT Motion Controllers (ursprünglich 8MB RAM, 33MHz; jetzt 32MB RAM, 66MHz) können z. B. 5 Achsen synchronisiert im CamTable-Modus eine Matrix von 512*512 Pixel abarbeiten (bei nur 3 Achsen ca. 650*650 und bei 2 Achsen ca. 800*800). Dabei ist softareunabhängig (CNC oder C++) die maximale CamTable-Länge auf ca. 65200 begrenzt, was jedoch bei Bedarf (z.B. Spiralbahn-Methode) durch geeignete Aneinanderreihung keine Probleme bereiten dürfte.

Die auf dem Steuerrechner implementierte Bewegungssoftware basiert auf dem Betriebsystem Windows NT 4.0 mit Servicepack 6. Dabei ist die von AEROTECH mitgelieferte Software (MMI600-NT und Service-Tools) inzwischen voll funktionsfähig. Die MMI ist ein sehr leistungsfähiges (bis zu 16 koordinierteAchsen in bis zu 4 CNC-Tasks) und für unterschiedlichste Anwendungen angelegtes Programm. Es ist für den Anwender deshalb sehr komplex und außerdem ausgerichtet auf CNC-Nutzer. Im Rahmen von CNC-Programmen für MMI ist der CamTable-Modus möglich und ausgetestet (Arbeitsoberfläche siehe **Abbildung 17**). Die MMI ist über die von der Firma Brauner geschriebene, installierte und zusammen mit AIS ausgetestete Schnittstelle vom AIS-Steuerrechner aus mit ihren Funktionen ansprechbar.

🛄 Unidex 6	00 MMI (600.06.00.127)							_ 🗆 🗵
					Run	Page	(Task 1)	F7	_
	Machine	Veloc	itv		Machine	Ve	locitv	E	
X	0.0000 in	0.0	00 in/m	CA	0.000 deg		0.000 rpm	Wind	ow List
Y	0.0000 in	0.0	00 in/m	CB	0.000 deg		0.000 rpm	F8	
Z	0.0000 in	0.0	00 in/m	A	0.000 deg		0.000 rpm		
U	0.0000 in	0.0	00 in/m	D	0.0000 in		0.000 in/m		
								F9	^F9
								Optional Stop	Block Delete
MAST	TERPOS.X=POSCMD.H					ME	0 120%	Toggle	e Mode
HAST	TERPOS.Y=POSCMD.U						•	F10	
	(\$krad != 0) THEN					MS	0 100%		
MASTERPOS.2=POSCMD.U							Ret	race	
								F11	
STNC X 11 1 SYNC Y 21 1 MSO.3 100%									
voi U\$ml1 F\$VELO								<sten< td=""><td>Modes</td></sten<>	Modes
l e ≊ ⊡					Þ	MSC	.4 100%	F12	^F12
<u> </u>									
G00 G17	' G24 G27 G64 G	67 F 5000,000)	S2 300,0	00 00 00		Auto	Prev	Next
G70 G90	G94 G99 G100 G	108 E 8,000		S3 300,0				Man	Jano
G110 G30	D No Transforms	S 300,000		S4 300,	00	CB			
H:\U600\F	Programs\XYZ_T1.pgm A	ssociated							
F2	F3	F	4		F5	F6		Esc	
					•			<home< td=""><td>• Page></td></home<>	• Page>
Cvcle	Start Fee	dhold	Ab	ort	Fault Acknowledge		File	н	elo

Abb. 17 Screenshot der MMI-Oberfläche.

Daneben wurden am IOM PACE-spezifische Steuer-Programme sowohl für CNC-Nutzer als auch mit Hilfe von Microsoft Visual C++ Vers. 6.0 geschrieben, ausgetestet und z.T. erfolgreich angewendet.

Die für die Entwicklung von C++ Steuerprogrammen für den Labor-/Testbetrieb benötigten Funktionen wurden aus den von AEROTECH bereitgestellten Funktionen incl. ihrer Parameter ausgewählt. Steuerprogramme in C++ zur speziellen Formgebung benötigen *.V2D-Steuerdatenfiles (Verweilzeiten-Matrix) wie sie im Ergebnis der Prozeßsimulation erstellt werden (Arbeitsoberfläche siehe **Abbildung 18**). Die Abarbeitung dieser Verweilzeiten-Matrix erfolgt an dieser Anlage wie folgt:

Die X-Achse fährt im CamTable-Modus (lineare Interpolation zwischen den Stützstellen) als Slave-Achse einer virtuellen Master-Achse Zeile für Zeile ab, wobei sich die jeweilige Geschwindigkeit aus dem festen Pixelabstand und der dem Ort zugeordneten Verweilzeit bestimmt. Da die kürzeste Verweilzeit im Datenfile Null Millisekunden beträgt, muß allen durch die beabsichtigte Formgebung ermittelten Verweilzeiten zum Schutz des Bewegungssystems (keine Überschreitung der zulässigen Höchstgeschwindigkeit sowie der Beschleunigung während eines Geschwindigkeitssprunges einer beteiligten Achse) eine additive Zeit (bei Pixelabständen um ca. 1mm mind. ca. 5...10ms) hinzugefügt werden.Dies bewirkt einen zur Formgebung zusätzlichen Abtrag über die gesamte Probenfläche. Die durch das Verweilzeitdatenfile vorgegenene Zeilenlänge kann frei wählbar zum Auf- bzw. Abbau sehr hoher Geschwindigkeiten am Zeilen-Anfang bzw. Ende durch zusätzliche Pixel verlängert werden. Ein Simulationsprogramm kann vor einer Ätzung zum Begutachten der Verweilzeitdatenfiles als Hilfe benutzt werden.

Die **Y-Achse** wird im Normalmodus zur Zeilenzustellung benutzt. Während der Zeilenzustellung wird/werden die CamTable/s für die nächste Zeile berechnet und geladen.

Die **Z-Achse** hält, wenn die Probenoberfläche eine Krümmung aufweist, als Slave-Achse mittels des virtuellen Masters synchronisiert mit der X-Achse den Abstand Probenoberfläche Quelle für jeden Ort konstant.

Tools zum Ätzen von Testkörpern für die Bestimmung der PACE-Fackelparameter, zur definierten Probenpositionierung, zum Sammeln und Löschen von Fehlern, zur Änderung von verschiedenen Parametern, zur Prozeßbeobachtung (z.B. fliegende Temperaturmessung) usw. wurden ebenfalls entwickelt und z.T. bisher genutzt.

Etching (Scana	hse: AX1; Zeilenzustellung: AX2; Abstandsvariation: AX3)	×
<u>E</u> inlesen	*.v2d-Filename Ätzzeit-Faktor add. Zeit/ms Startzeile RS-Pixel (>2) 1 10 1 3 (vmax=0 mm/s; bmax=0 m/s²)	
Ätzen Start	Unter- brechung Anzahl Ätz-Zeilen: 0 geschätzte Ätzzeit / Min.: 0 abgarbeitete Zeilen-Nr.: 0 geschätzte Restzeit / Min.: 0	

Abb. 18 Screenshot des Fensters zum Start eines Verweilzeit-Files.

Bei Nutzung der MMI und damit der Steuerung eines Ätzvorganges mittels CNC-Programm gibt es zur obigen Beschreibung nur soweit einen Unterschied, daß die benötigten Camtables in voller Länge (nicht zeilenweise) erzeugt und geladen werden (Dauer bis max. 30 Min.), bevor ein Ätzvorgang starten kann.

3. Grundlagenuntersuchungen

3.1. Allgemeine Grundlagen

Das im Rahmen dieses Projekt untersuchte Verfahren basiert im wesentlichen auf der chemischen Reaktion reaktiver Spezies (Radikale) mit den zu ätzenden Si-haltigen Oberflächen unter Bildung stabiler und gasförmiger Reaktionsprodukte. Physikalisch induzierter Abtrag (Sputtern) sollte dagegen insbesondere bei der Verwendung mikrowellenangeregter Plasmen vernachlässigbar sein. Es wird davon ausgegangen, daß in erster Linie Fluor-Radikale für den Ätzprozeß verantwortlich sind. Diese entstehen im Plasma durch die Aufspaltung F-haltiger Gase wie CF₄, SF₆, NF₃ oder XeF₂ und reagieren mit Silizium zu SiF₄, das gasförmig ist und abgepumpt werden kann. In **Abbildung 19** sind Reaktionsmechanismen, die bei Verwendung von CF₄ ablaufen können, schematisch dargestellt. Charakteristisch ist dabei das simultane Auftreten von

- Oberflächenreaktionen mit dem Einbau F-haltiger funktioneller Gruppen (CF, CF₂ und CF₃) in die Oberfläche
- Chemisches Ätzen insbesondere durch Fluorradikale
- Polymerisation.

Welcher Prozeß letztlich überwiegt, darüber entscheiden die Prozeßbedingungen wie Druck, Temperatur, Gasfluß und -zusammensetzung.

Günstiger erscheint die Verwendung von SF₆. Zum einen ist die Zahl der F-Atome die zur Verfügung stehen größer und zum anderen kommt es unter Beteiligung von Schwefel kaum zur Polymerisation.



Abb. 19 Mögliche Reaktionsmechanismen in CF₄-Plasmen

3.2. Eingesetzte diagnostische Verfahren

Für die Grundlagenuntersuchungen konnten die vielfältigen diagnostischen Möglichkeiten des IOM genutzt werden. Dies betrifft insbesondere die chemische und strukturelle sowie geometrische *ex situ* Analyse der geätzten Flächen.

Für die chemische Analyse standen sowohl eine XPS-Anlage (X-ray Photoelectron Spectroscopy) zum Nachweis von Elementen mit Ordnungszahlen <14 als auch eine TRFA-Anlage (Totalreflexions Röntgenfluorenszenz Analyse) zum Nachweis von Elementen mit Ordnungszahlen >12 zur Verfügung. Die XPS diente in erster Linie zum Nachweis von in die Oberfläche eingebautem Fluor und mit Einschränkungen zum Nachweis von Veränderungen im Si zu O₂ Verhältnis. Mit der TRFA erfolgte insbesondere die Untersuchung der geätzten Flächen auf metallische Kontamination infolge eines Materialabtrags an der Gasaustrittsdüse. Die Strukturanalyse umfaßte neben der einfachen Lichtmikroskopie die Interferenzmikroskopie zur Beurteilung von Rauhigkeiten und mikroskopischen Strukturen der Oberflächen im lateralen Bereich von einigen 10 bis ca. 500 μ m bei einer vertikalen Genauigkeit von 5-10 nm. Für noch genauere Messungen stand ein AFM NanoScope[®] IIIa der Firma Digital Instruments zur Verfügung. Damit können über einen lateralen Bereich von bis zu 100 μ m kurzwellige Strukturen < 1nm nachgewiesen werden.

Für die Untersuchung von Abtragsprofilen bzw. der Oberflächengeometrie im Anschluß an Formgebungsprozesse wurde überwiegend ein mechanisches Profilometer SV 400 der Firma Mitutoyo mit einem lateralen Meßbereich von 50 mm und einem vertikalen Meßbereich von max. 600 μ m bei einer Genauigkeit \geq 100nm eingesetzt. Sofern es die Qualität und die Geometrie der geätzten Oberflächen zuließ, wurde zur Vermessung ein Direkt 100 Interferometer verwendet. In Einzelfällen erfolgte die Bestimmung von Abtragsraten auch durch Auswiegen der Proben.

Neben den *ex situ* Analyseverfahren sind für die Optimierung und das weitergehende Verständnis des plasmachemischen Ätzens *in situ* Messungen prozeßrelevanter Größen unerläßlich. Dazu wurden

- zur *in situ* Analyse der stabilen Ausgangs- und Endprodukte durch einfache Massenspektrometrie (MS) ein Hochdruckmassenspektrometer der Firma Ferran Scientific sowie das Zubehör für das erforderliche differentielle Pumpsystem beschafft und an der Versuchsanlage installiert.
- zur Plasmaanalyse mittels optischer Emissionspektroskopie (OES) das vorhandene optische Mehrkanalspekrometer (Abbildung 20) der Fa. Chromex mit 500mm Monochromator sowie 50-, 300- und 1200-Strichgittern bei entsprechend hoher Auflösung an die Versuchsanlage angepaßt. Um die z. T. geringen Lichtintensitäten auswerten zu können, mußte zusätzlich eine Peltier-gekühlte CCD-Kamera angeschafft werden.


Abb. 20 Prinzip der ortsaufgelösten Plasmaanalyse mittels eines optischen Mehrkanalspektrometers.

 Ein handelsübliches schmalbandiges (5.14 μm) Pyrometer an die Emissivität von Quarz angepaßt und so mit einer fokusierenden CaF₂-Optik sowie einem vakuumdichten Gehäuse versehen, daß eine *in situ* Messung der lokalen Temperatur im Wechselwirkungsgebiet zwischen Plasma und Oberfläche möglich ist. Die Abbildungen 21 und 22 zeigen schematisch die entsprechende Anordnung.



Abb. 21 Pyrometer Infratherm IN5/ in einemvakuumdichten Gehäuse mit vorgelagerter fokussierender CaF₂-Linse.



Abb. 22 Anordnung zur in situ Temperaturmessung während des Formgebungsprozesses.

3.3. Hochrateätzen von Si/SiO2 mittels reaktiver HF-Plasmen

In der ersten Hälfte des Jahres 1997 wurden im Rahmen einer Diplomarbeit eine Reihe von Versuchen zum plasmachemischen Ätzen von oxidiertem Silizium durchgeführt. Als Basis dafür diente ein reaktiver Plasmastrahl, der mit Hilfe eines HF-anregten Ar/CF₄-Gasstroms erzeugt wurde (siehe **Abschnitt 2.2.**).

Die dabei erzielten Ätzraten lagen im Bereich von $10 \,\mu$ m/min. Beim Übergang zum reinen Quarzglas mit Beginn des 3. Quartals 1997 mußte jedoch festgestellt werden, daß die dabei verwendeten Bedingungen zum Ätzen von Quarz ungeeignet sind. Insbesondere hat sich gezeigt, daß die bis dahin erforderlichen sehr geringen Abstände (1-2 mm) zwischen Quelle und Target zu einer sehr starken thermischen Beanspruchung führen und das Glas bei entsprechender Leistung zu glühen anfängt, was auf die schlechtere thermische Leitfähigkeit von Quarzglas im Vergleich zum Halbleitersilizium zurückzuführen ist. Grund für die geringen Abstände war die Tatsache, daß bis dahin ein Gasgemisch aus Träger- und Reaktivgas gezündet wurde, so daß sich das Plasma wegen der sehr kurzen Fallänge des Problem konnte mit Hilfe einer getrennten Zuführung von Träger- und Reaktivgas gelöst werden. Die damit erzielten Ätzraten im Quarzglas können mit 1-2 μ m/min abgeschätzt werden. Abbildung 23 zeigt eine interferometrisch vermessene Ätzmulde in Quarz mit einer Halbwertsbreite des Fußpunktabdruck-Ø von ca. 5 mm.



Abb. 23 Abtragsfunktion des HF-Plasmastrahls: links) interferometrisch, rechts) radial gemitteltes Profil.

Die dabei verwendeten Drücke liegen im Bereich von 4-8 mbar, der Trägergasfluß bei 1.5 sl/min und die Reaktivgasflüsse zwischen 20 und 100 sccm/min. Die eingekoppelte HF-Leistung beträgt 200 W. Der Abstand zwischen Quelle und Target beträgt 4 -10 mm. Systematische Untersuchungen zur Abstandsabhängigkeit lieferten eine schwache Abhängigkeit der Abtragsraten vom Abstand in dem genannten Bereich, während bei Unterschreiten eines kritischen Druckes von ca. 2 mbar vermehrt Polymerisation auftrat. Auch aus thermischen Gründen hat es sich als zweckmäßig erwiesen, Drücke unterhalb 2 mbar zu vermeiden, damit ein Mindestmaß an Wärmeabführung über das Gas gewährleistet ist. Anderenfalls kann es zur thermischen Zerstörung der Probe kommen.

Die genannten Ergebnisse können unter gleichen Bedingungen reproduziert werden. Die zeitliche und räumliche Stabilität der HF-Entladung im gewählten Druck- und Flußbereich ist innerhalb einer Schwankungsbreite von z.Zt. 5% gegeben.

Ein noch zu lösendes Problem des gegenwärtig genutzten Ätzregimes ist die bei der Bearbeitung erzeugte deutlich sichtbare Verunreinigung der Probe. Elementanalytische Untersuchungen mittels TRFA zeigten, daß diese Kontaminationen im wesentlichen von dem durch das Reaktivgas verursachten Materialabtrag der Düse (Ta, Fe) der Plasmaquelle und deren Kühlkörper (Cu) stammen (**Abbildung 24**).



Abb. 24 :TRFA-Spektren von Quarz vor und nach der PACE-bearbeitung mit der Plasmaquelle aus Abbildung..

Der beschriebene Materialabtrag ist um so mehr problematisch, da nach den bisherigen Ergebnissen eine Erhöhung der Ätzraten über eine Verringerung des Trägergasflusses bei gleichzeitiger Erhöhung des Reaktivgasflusses und der Leistung führt. Das erfordert jedoch eine extrem effektive externe Kühlung der "heißen Zonen" und die Verwendung chemisch resistenter Materialien für den Aufbau des Brennerkopfes.

3.4. Hochrateätzen von Silizium mittels reaktiver MW-Plasmen

Neben den Untersuchungen zum plasmachemischen Ätzen von Quarz die im Anschluß diskutiert werden, wurden im Rahmen einer Diplomarbeit grundlagenorientierte Untersuchungen zum plasmachemischen Ätzen von Silizium durchgeführt. Im Mittelpunkt dieser Arbeit stand der Auf- bzw. Ausbau sowie der Einsatz von in situ Diagnostik als Voraussetzung auf dem Weg zum besseren Verständnis des plasmachemischen Ätzprozesses. Dabei wurden Fortschritte bei der in situ Plasmaanalyse mittels optischer Emissionsspektroskopie (OES) erzielt. Insbesondere ist es gelungen, optisch sowohl atomares Fluor (Abbildung 25) als auch zum Reaktionsprodukt SiF₄ korrelierte SiF-Banden (Abbildung 26) nachzuweisen. Letzteres ist allerdings an einen unmittelbaren Kontakt zwischen der optisch sichtbaren Plasmazone und der Substratoberfläche gebunden, da nur unter diesen Bedingungen die optische Anregung des ansonsten stabilen SiF4 erfolgt.



Abb. 25: Emissionsspektrum des Plasmajets; neben Fluorlinien sind die Ar- und O-Linien zu sehen



Abb. 26 Oberes Spektrum: Probe wird geätzt, unteres Spektrum: Probe wird nicht geätzt.

Darüberhinauas hat sich gezeigt, daß daß sich die relative Intensität der Fluorlinien mit dem Sauerstoffgehalt im Ätzgas ändert. Durch Ätzversuche auf geläppten Siliziumwafern (76 mm Durchmesser und 0,5 mm Dicke) bei unterschiedlichem Sauerstoffgehalt

$$x_{O_2} = [O_2]/([SF_6] + [O_2])$$

festgestellt, daß sich die Abtragsraten, die F-Linienintensitäten und die SiF-Bandenintensitäten gleichartig verhalten (**Abbildung 27**).



Abb. 27 F-Linienintensität (a), SiF-Bandenintensität (b) und Abtragsrate (c) in Abhängigkeit von der Gasmischung x(O2).

Daraus wurde geschlossen, daß die Linienintensität von Fluor ein Maß für die Fluorradikaldichte ist. Außerdem konnte damit gezeigt werden, daß vor allem Fluorradikale die ätzaktiven Spezies sind. Der Verlauf der Kurven in **Abbildung 27** wird erklärt, indem angenommen wird, daß sich über das Reaktivgas SF6 bei Anwesenheit von Sauerstoff im Plasma Verbindungen wie SOF2, SOF4 und SO2F2 bilden. Dadurch wird vermehrt Fluor freigesetzt, da freie F-Radikale nicht mehr mit SFx (x=1-5) zu SF6 rekombinieren können. Nach einem Maximum an freien F-Radikalen und größter Abtragsrate gehen die Werte ab einem Sauerstoffanteilen von 0,45 aufgrund von Verdünnungseffekten wieder leicht zurück.



Abb. 28 Fluorlinien-Intensität (a) und Volumenabtragsrate (b) in Abhängigkeit von Arbeitsdruck in der PACE-Kammer.

Weiterhin wurden die Einflüsse der Prozeßparameter Arbeitsdruck und Oberflächentemperatur auf das Ätzergebnis untersucht. In **Abbildung 28** ist die Abtragsrate und die F-Linienintensität als Funktion vom Arbeitsdruck gezeigt. Wegen geringerer Strömungsgeschwindigkeiten der reaktiven Radikale und höherer Rekombinationsraten geht die Abtragsrate bei höheren Drücken zurück.



Abb. 29 Abtragsrate in Abhängigkeit von der Oberflächentemperatur.



Abb. 30 Typisches Querschnittsprofil eines Ätzkraters in Silizium.

Der Einfluß der Oberflächentemperatur der Si-Proben auf die Abtragsraten ist in Abbildung 29 dargestellt. Die Temperaturen wurden mit einem Strahlungspyrometer gemessen. Die Abtragsrate steigt zunächst mit einem arheniustypischen Verhalten an. Ab einer Temperatur von ca. 250 °C bleibt die Abtragsrate relativ konstant. Die Abtragsrate resultiert aus dem Zusammenspiel von Adsorption, Chemisorption und Desorption, die jeweils unterschiedliche und von der Temperatur abhängige Raten besitzen.

Abbildung 30 zeigt ein typisches Querschnittsprofil eines Ätzkraters in Silizium. Er besitzt ein rotationsparaboloides Zentrum und fast linear ansteigende Flanken. Diese kommen wahrscheinlich durch parallel zur Oberfläche abströmende reaktive Spezies zustande.

Die geätzten Oberflächen weisen Rauhigkeiten von Ra=0,06-0,24 µm bei einer Ausgangsrauhigkeit von Ra=0,14 µm auf. Die Rauhigkeit sinkt leicht mit zunehmendem Ätzabtrag. Allerdings bilden sich auf der Oberfläche flache muldenartige Strukturen aus, die ihrerseits zwar sehr glatt sind aber eine Tiefe von ca. 1,5 µm und Durchmesser zwischen 5 und 25 µm aufweisen. Außerdem finden sich auf den geätzten Oberflächen 50-200 µm große Defekte, die von Plasmadüsenpartikeln und sonstigem Staub aus der Prozeßkammer herrühren können. Ein echter Glättungseffekt tritt hingegen beim Ätzen mit hohen Temperaturen auf. In **Abbildung 32** sind Mikroskopaufnahmen von bei unterschiedlichen Temperaturen geätzten Oberflächen zu sehen. **Abbildung 31** zeigt die dazugehörigen gemessenen Rauhigkeitswerte. Ab einer Temperatur von 350 °C sinkt die Rauhigkeit deutlich unter die Wafer-Ausgangsrauhigkeit.



Abb. 31 Rauhigkeiten der Si-Oberflächen nach dem Ätzen bei unterschiedlichen Temperaturen.





f (400 °C)



3.5. Hochrateätzen von Quarz mittels reaktiver MW-Plasmen

Grundlagenuntersuchungen zum plasmachemischen Ätzen von Quarzglas waren in erster Linie Inhalt des im IOM-Unterauftrag stehenden INP in Greifswald. Der entsprechende Bericht ist als Anlage beigefügt. Es sei erwähnt, daß ein Teil der darin vorgestellten Ergebnisse an der IOM Plasmaätzanlage im Rahmen jeweils mehrtätiger Arbeitsaufenthalte der Projektbearbeiter aus Greifswald gewonnen wurde.

Unabhängig davon wurden am IOM systematische Untersuchungen zum Ätzen von Quarzglas durchgeführt mit dem Ziel, ein plasmachemisches Werkzeug (reaktiver Plasmajet) in Hinblick auf eine effektive und reproduzierbare Formbearbeitung großflächiger Quarzsubstrate zu qualifizieren und umfassend zu charakterisieren. Der erste Schritt in diese Richtung wurde durch den Wechsel vom HF(13.56 MHz)- zum MW(2.45 GHz)-angeregten Plasmajet vollzogen. Mit Letzterem ließen sich *ad hoc* unter Verwendung eines Ar/CF₄-Gemisches Volumenabtragsraten >1mm³/min für Quarzglas erzielen (Projektziel 1.5 mm³/min). TRFA-und XPS-Messungen an den geätzten Oberflächen zeigten zum einen, daß der Abtrag von Düsenmaterial vernachlässigbar ist und zum anderen, daß sich F-Atome an der Oberfläche befinden (**Abbildungen 33 und 34**). Ob Physisorption oder Chemisorption vorliegt, konnte jedoch nicht geklärt werden.



Abb. 33 TRFA-Spektrum der geätzten Oberfläche.



Abb. 34 XPS-Spektrum der geätzten Oberfläche.

Als nächstes galt es, aus Gründen der Strömungsdynamik die Geometrie des Gaseinlasses so zu gestalten, daß eine hohe räumliche und zeitliche Stabilität des Plasmajets gewährleistet ist. Als günstig hat sich ein System aus zwei koaxial angeordneten Rohren erwiesen, wobei stabile Entladungsverhältnisse nur erreicht werden konnten, wenn das Reaktivgas von außen in das Inertgasplasma eindiffundiert. Infolgedessen ist insbesondere in unmittelbarer Nähe des Gasaustritts von einer inhomogenen radialen Verteilung im Plasmajet auszugehen. Eine genaue Analyse der räumlichen Verteilung bestimmter Spezies im Plasmajet z.B. mit Hilfe des am IOM vorhanden optischen Mehrkanalspektrographen scheiterte jedoch bisher an der zu geringen Ortsauflösung, die sich infolge der ungünstigen geometrischen Verhältnisse in Verbindung mit den zugehörigen Optiken ergibt (leider ist es im Rahmen des Projekts auch nicht gelungen, das in Greifswald vorhandene System zur optischen Emissionstomographie diesbezüglich einzusetzen). Daran anschließend wurden die übrigen Prozeßparameter wie Gasart, Gasfluß und Gaszusammensetzung sowie Druck und Leistung bezüglich ihres Einflusses auf ätzrelevante Parameter wie Abtragsrate sowie Form (Halbwertsbreite, Rotationssymmetrie) und Stabilität (zeitlich und räumlich) der Abtragsfunktion optimiert. Tab. 5 Typische experimentelle Bedingungen.

Parameter	Einheit	Wert
Druck	mbar	100
Mikrowellenleistung	W	120
Gasfluß Ar	sl/min	0.2
Gasfluß SF ₆	sl/min	0.2
Gasfluß O ₂	sl/min	0.2
Abstand zum Werkstück	mm	20

Die Ätzversuche wurden sowohl mit ruhenden als auch bewegten Quarzglasproben durchgeführt (Punktoder Grabenätzung). Abbildung 35 zeigt den MW-Plasmajet mit und ohne Target. In Abbildung 36 ist das Interferometerbild der entsprechenden Werkzeugfunktion für eine Punktätzung dargestellt. Ein indirekter Hinweis auf Inhomogenitäten ergibt sich aus dem in Abbildung 37 gezeigten Abtragsprofil, daß sich in

guter Näherung durch zwei Gaussprofile mit stark unterschiedlichen Halbwertsbreiten anpassen läßt. Eine weitere Optimierung der Prozeßparameter (vgl. **Tabelle 5**) sowie Modifikationen an der Geometrie des MW-Koaxialsystems führten letztlich zu einer stabilen Abtragsfunktion bei erhöhtem Leistungseintrag auf der Basis eines Ar/SF₆/O₂-Gasgemisches mit Volumenabtragsraten zwischen 5 und 30 mm³/min für ungeheizte Quarzsubstrate bei Halbwertsbreiten von 10-20 mm.

Bezüglich der Plasmaanalyse gelten die in **Abschnitt 3.4.** dargelegten Ergebnisse. Dies betrifft insbesondere die Abhängigkeit der Fluorradikaldichte als Funktion des O₂-Anteils im Plasma, wobei ein analoger Zusammenhang zwischen Fluorradikaldichte und Abtragsrate verifiziert werden konnte. Ebenso ergaben sich vergleichbare Zusammenhänge hinsichtlich der Abstands- und Druckabhängigkeit der Abtragsrate.

Parallel zu den Grundlagenuntersuchungen erfolgte die flächenhafte Bearbeitung von Quarzglaswerkstücken, um die Langzeitstabilität des Prozesses zu testen und Aussagen über die Qualität der bearbeiteten Oberflächen zu erhalten. Dabei wurde festgestellt, daß die bearbeiteten Oberflächen in Abhängigkeit von der Ätztiefe erhebliche Rauhigkeiten aufweisen (bis 200 nm rms), die zum einen der hohen Abtragrate geschuldet sind aber zum anderen auch durch Präparation von Strukturen auf und unter der Oberfläche der Proben verursacht werden. Eine Nachbehandlung der geätzten Flächen durch mechanische Glättpolitur bei CZ zeigte, daß bereits nach dem Abtrag einer Schicht von < 1 μ m Dicke optisch glatte Oberflächen entstehen (< 1 nm rms) und damit der Ätzprozeß selbst keine Tiefenschädigung ("subsurface damage") verursacht.



Abb. 35 Plasmajet: links ohne und rechts mit Target.



Abb. 36 Bestimmung der Abtragsfunktion aus einer stationären Ätzung: links Interferometerbild und rechts mittleres radialsymmetrisches Profil.

4. Technologische Entwicklungen

4.1. Simulation und Durchführung des Formgebungsprozesses

Die Basis für das entwickelte Verfahren zur großflächigen Formgebung von Werkstücken mit einem der oben vorgestellten Plasmawerkzeuge, deren Wirkungsquerschnitte in der Regel kleiner sind als der Durchmesser der zu bearbeitenden Substrate ist die Verweilzeitmethode. Diese stellt eine eine universell einsetzbare Bearbeitungsstrategie dar, um einen lokal definierten Abtrag auf einer Oberfläche mittels einer Werkzeug-Abtragfunktion zu erreichen. Das Grundprinzip besteht dabei in der spiralförmigen oder spalten- bzw. zeilenweisen Bewegung der Oberfläche relativ zum Abtragswerkzeug (Plasmajet). Der lokal unterschiedliche Abtrag wird dabei durch die variierende Fahrgeschwindigkeit oder auf den Punktabstand bezogenen unterschiedlichen Verweilzeiten bestimmt.

Nachfolgend wird die Methode unter der Zielstellung einer Einebnung einer gegebenen Topologie beschrieben. Im Fall einer Formgebung ist die einzuebnende Topologie durch die auf der X-Y-Ebene gespiegelten Zieltopologie zu ersetzen.

4.1.1. Beschreibung der Abtragfunktion

Die Abtragfunktion,

$$r_{R}(x,y) = SUM_{i} r_{i} e^{-(x^{2}+y^{2})/s^{2}}$$

als Superposition von Gaußschen Glockenkurven, charakterisiert den ortsabhängigen Höhenabtrag einer Standätzung und wird als zeitlich und örtlich konstant vorausgesetzt. Da diese Voraussetzungen bei dem PACE-Verfahren im allgemeinem nicht vollständig erfüllt sind, ist diese Funktion als mittlere Abtragfunktion zu interpretieren. Durch den rotationssymmetrischen Ansatz kann mittels Grabenätzungen (linearer Bewegungspfad mit konstanter Geschwindigkeit) die mittlere Abtragfunktion ermittelt werden. Über eine entsprechende nichtlineare Parameteranpassung des Integrales über die Bewegungsrichtung an die Messwerte der Tiefenverteilung des Ätzgrabens sind die Parameter der Abtragfunktion schätzbar. Für eine ausreichend genaue Anpassung reicht in den meisten Fällen ein zweigliedriger Ansatz aus.

4.1.2. Modellierung des Verweilzeitverfahrens

Bei entsprechend der lokalen Fahrgeschwindigkeit gegebenen Verweilzeiten t und der Abtragfunktion r, kann das Verfahren allgemein mittels der Faltungsoperation * und den abgetragenen Höhen h beschrieben werden mit:

$$h = t * r + e$$

und in diskreter Form mit Matrixnotation:

$$h_{ij} = SUM_{k\ l} \ t_{i-k\ j-l} \ r_{kl} + e_{ij} \qquad \qquad e_{ij} - Fehler \ .$$

Die Summation erstreckt sich dabei über alle Werte der Abtragfunktion r_{kl} , die als ungleich Null angenommen werden. Der Fehler e_{ij} ist hier als summarischer Wert aufzufassen. Dieser setzt sich aus den Fehlern der Höhenmessung der Topologie, der Veränderung (zeitlich, örtlich) der Abtragfunktion und den Geschwindigkeits- bzw. Ortsfehler des Bewegungssystems zusammen.

4.1.3. Berechnung der Verweilzeiten

Die Simulationsrechnung zur Berechnung der Verweilzeiten und der entstehenden Endtopologie basiert auf einem modifizierten Iterationsverfahren nach P. H. van Cittert /1/ im Ortskoordinatenraum, welches bei Einhaltung von Konvergenzbedingungen /2/ die Verweilzeiten in ausreichender und wählbarer Genauigkeit liefert. Dabei werden die Ergebnisse einer Faltung zur Korrektur der geschätzten Verweilzeiten benutzt. Den Kern des Verfahrens beschreiben stark vereinfacht folgende Gleichungen für den n-ten Iterationsschritt:

$$t_n = t_{n-1} + d(h - t_{n-1})$$
 für $n = 1, 2, ...$ mit $t_0 = h, d - D$ ämpfungsfaktor

Durch die Halbwertsbreite der Abtragfunktion (6 mm bis 30 mm) ist für die Berechnung der obigen Iterationsgleichung eine Randwert-Extrapolation bzw. Interpolation von fehlenden Topologiewerten notwendig. Desweiteren wir in jedem Iterationsschritt die Relevanz der Verweilzeiten geprüft und gegebenenfalls mittels Zusatzberechnungen korrigiert, so das bei Ätzzeitminimierung die näherungsweise bestmögliche Endtopologie erhalten wird.

4.1.4. Das Programm V2DITE

Den Ausgangspunkt der Berechnung der Verweilzeiten für Formgebungsverfahren bildet das im IOM entwickelte MATLAB-Programm V2DITE. Es wird erfolgreich bei der Einebnung und Formgebung mittels Ionenstrahlbearbeitung von Oberflächen unter Benutzung von speziellen, ionenstrahltypischer Abtragfunktionen eingesetzt.

Für PACE wurde das Programm um die superpositionierten Gaußschen Glockenkurve als Abtragfunktion, gewonnen aus einer Stand- bzw. Grabenätzung, erweitert, sowie spezielle Möglichkeiten der Beeinflussung der Verweilzeiten geschaffen.

Da das Bewegungssystem hinsichtlich maximaler Geschwindigkeit und Beschleunigung limitiert ist, ermittelt das Programm einen additiven Verweilzeitwert, welcher zu jedem mittels Iterationsverfahren berechneten Verweilzeitwert zu addieren ist, um so das Bewegungssystem nicht zu überlasten. Dabei wird davon ausgegangen, das der Ätzpfad mäanderförmig ist und für die Fahrstrecke des jeweiligen Messwertabstandes die Verweilzeit t_{ii} benötigt wird, d.h. sequentiell mit konstanter Geschwindigkeit gefahren wird. Das Programm gestattet weiterhin die grafische Darstellung der Ausgangsund Endtopologietopologie sowie der Verweilzeiten, berechnet typische Topologieparameter und ermöglicht die Abspeicherung der Endtopologie sowie des Verweilzeitdatenfiles, welches die Grundlage der Steuerung des Bewegungssystems bildet.

/1/ C.B. Zarowin, Robust, noniterative, and computationally efficient modification of van Cittert deconvolution optical figuring, Vol.11, No.10, Oct. 1994, J. Opt.Soc. Am. A, 2571-2583 /2/ Convergence of the van Cittert iterative method of deconvolution, N. R. Hill, G. E. Ioup, J. Opt. Soc. Am. Vol. 66, No. 5 May 1976

4.1.5. Schlussfolgerungen aus den Simulationsergebnissen

Die bisher mit dem Verweilzeitverfahren erzielten Ergebnisse der PACE-Formbearbeitung (s. Abschnitt Formbearbeitung) mit einer im "1 µm-Schlauch" liegenden Differenz zwischen Soll- und Ist-Form wurden ausschließlich mit 2- bzw. 3-Stufen Bearbeitungsschritten erreicht. Um mit dem PACE-Verfahren in einem 1-Stufenprozeß ähnlich gute Konvergenz (5-20% max. relative Abweichung in one step) wie beim Ionenstrahlätzen zu erzielen, muß, bei vorausgesetzter ausreichend genauer Reproduzierbarkeit des Ätzabtrags, die Modellierung des Systems verbessert werden. Insbesondere ist dazu die Parametrierung der Abtragsfunktion notwendig, um adäquate Verweilzeiten berechnen zu können. Dies setzt entweder die Kenntnis des chemischen Wirkmechanismus voraus oder bedarf der weiteren experimentellen Klärung der funktionellen Abhängigkeit der Abtragfunktion von Verfahrensparametern wie z.B. Temperatur, Ätzabstand und Fahrgeschwindigkeit, die insbesondere in den Randbereichen des Werkstückes eine erhebliche Änderung des Abtragsverhaltens verursachen. Diese Parameterabhängigkeiten müssen bei der Verweilzeitberechnung berücksichtigt werden und erfordern dann ein neues Schätzverfahren für die Verweilzeiten sowie eine erhebliche Erweiterung des Algorithmus des Programms.

4.2. Abtragsgfunktion und Prozessparameter

In diesem Abschnitt wird das quarzbasierte Abtragsverhalten des MW-induzierten reaktiven Plasmajets unter technologischen Aspekten diskutiert.

4.2.1. Temperaturabhängigkeit der Abtragsfunktion

Zunächst wurde der Einfluß der Temperatur auf das Abtragsverhalten ausführlich untersucht, wobei zwischen der mit Hilfe des heizbaren Probenhalters erzeugten Grundtemperatur des Substrats und der durch den Plasmastrahl selbst hervorgerufenen pyrometrisch gemessenen lokalen Erwärmung unterschieden werden muß. Letztere ist abhängig von der mittleren Verweilzeit des Plasmastrahls an einem bestimmten Probenort bzw. der relativen Geschwindigkeit zwischen Werkstück und Werkzeug, so daß sich ein unmittelbarer Einfluß auf das Ergebnis der Formbearbeitung gemäß **Abschnitt 4.1.** ergibt.

Abbildung 37 zeigt die lokale Oberflächentemperatur des Targets bei Kontakt mit dem Plasma als Funktion der Relativbewegung zwischen Plasmastrahl und Substrat. Deutlich sichtbar ist die zunehmende Aufheizung der Bearbeitungsspur infolge der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Quarz.



Abb. 37 Temperaturverlauf während eines Ätzprozesses (Grabenätzung von Quarz).

Sofern die Abhängigkeit der Abtragsrate von der Verweilzeit bekannt ist, kann dies unmittelbar bei der Simulation des Formgebungsprozesses berücksichtigt werden. In erster Näherung konnte im interessierenden Geschwindigkeits- bzw. Verweilzeitbereich eine quadratische Abhängigkeit der Abtragsrate von der Verweilzeit verifiziert werden (vgl. Abbildung 38). Die andere Möglichkeit besteht in der Korrektur der auf Basis einer konstanten mittleren Abtragsrate R(τ_0) ermittelten Verweilzeiten durch Vergleich von Sollund Istform einer geätzten Fläche z.B. mit Hilfe einer Vorschrift der Art $\tau' = \sqrt{\tau \tau_0}$ (vgl.

Abbildung 39).

Kritisch für die Simulation ist die teilweise gefundene Verringerung der Halbwertsbreite der Abtragsfunktion mit steigender Oberflächentemperatur, was auf eine erhöhte Reaktionsgeschwindigkeit und die damit verbundene Abnahme der Lebensdauer reaktiver Spezies zurückzuführen ist.



Abb.38Typische Verweilzeitabhängigkeiten der Abb.39Wurzelförmige Korrektur der mittlerenlokalen Temperatur bzw. Abtragsrate für ein Verweilzeit als Folge einer quadratischen
ungeheiztes Quarztarget.Abtragsrate für ein Verweilzeit als Folge einer quadratischen

4.2.2. Randeffekte und Formgenauigkeit

Sofern ein unmittelbarer Kontakt zwischen Plasma und Substratoberfläche besteht (vgl. **Abbildung 40**), wird die Form der Abtragsfunktion vom Werkstück beeinflußt und hängt insbesondere kritisch vom Abstand des Werkzeugs ab. Dabei hat sich gezeigt, daß ein vergleichbarer Abtrag auch erzielt werden kann, wenn zwischen dem Ende des Plasmajets und der Substratoberfläche ein Abstand von einigen Millimetern gegeben ist. Dabei beruht die Ätzwirkung offensichtlich auf der Wechselwirkung des Substratmaterials mit einem Strom langlebiger Fluorradikale, die im Plasma erzeugt werden (vgl. **Abschnitt 3.4.**). Unter diesen Bedingungen ist die Abhängigkeit der Abtragsfunktion von der Lage des Werkzeugs zur

Substratoberfläche weitgehend vernachlässigbar, so daß sich z.B. Randeffekte kaum noch bemerkbar machen. Darüber hinaus wird der Wärmeeintrag in das Substrat durch das Plasma verringert, so daß thermische Einflüsse auf das Abtragsverhalten reduziert werden. Beide Ergebnisse sind von großer Bedeutung im Hinblick auf die Verbesserung der Genauigkeit im Formgebungsprozeß.



Abb. 40 Abtragsprofil und Anpassung mit Hilfe von zwei Gaussfunktionen: links bei Kontakt bzw. geringem Abstand und rechts bei großem Abstand zwischen Plasma und Substratoberfläche.

Zum Test der Formgenauigkeit hat es sich als hilfreich erwiesen, das Ergebnis eines großflächigen Abtrags bei konstanter Scangeschwindigkeit zu untersuchen. Dabei wurden in Abhängigkeit vom gewählten Abtragsmode (mit oder ohne Kontakt zwischen Plasma und Substrat) Abweichungen von 10-20% bezogen auf den mittleren Gesamtabtrag von der theoretisch zu erwartenden Planfläche gefunden (vgl. **Abbildung 41**). Diese Abweichungen können im Randbereich auf eine Diskontinuität des Abtragsverhaltens auf bzw. außerhalb der Probenoberfläche zurückgeführt werden. Darüberhinaus können im Kontaktmode Effekte nicht ausgeschlossen werden, die mit einer Ankopplung der Mikrowelle an das dielektrische Substrat über den Plasmastrahl zusammenhängen und damit beispielsweise als Folge einer räumlich veränderlichen Mikrowellenanpassung Einfluß auf die Entladungsgeometrie und die Effektivität des Ätzprozesses haben.



Abb.41 Oberflächenform nach gleichmäßigem Abtrag von ca. 50 µm.

4.2.3. Rauhigkeitsproblematik

Die Verbesserung der Formgenauigkeit war auch das Ziel weiterer Versuche, in denen der Einfluß des Substratmaterials (Quarzart, SiO₂-Schicht) und der Substratoberfläche (geläppt, poliert) auf das Abtragsverhalten untersucht wurden. Dabei stellte sich u. a. heraus, daß auf einer extrem glatten (polierte) Ausgangsoberfläche der chemische Ätzprozeß sehr ungleichmäßig und uneffektiv verläuft, während eine bereits minimal aufgerauhte Oberfläche (z.B. durch Abwischen mit einem weichen Tuch und Ethanol oder Azeton) einen effektiven und gleichmäßigen Ätzangriff begünstigt (**Abbildung 42**).



Abb. 42 Quarzoberfläche nach PACE: links polierte und rechts geläppte Ausgangsfläche (links $PV_{max}=350 \text{ nm}$, rechts $PV_{max}=150 \text{ nm}$).

Da bisher keine Anhaltspunkte für eine Glättung der Oberfläche durch den Ätzprozeß selbst gefunden wurden, empfiehlt sich daher, die Formgebung auf fein geläppten Substraten durchzuführen und in einem anschließenden formerhaltenden Polierschritt die gewünschte Oberflächengüte zu realisieren. Entsprechende Versuche wurden im Berichtszeitraum beim Projektpartner CZ-Oberkochen erfolgreich durchgeführt, wobei in kürzester Zeit Mikrorauhigkeiten <1nm rms erzielt werden konnten (siehe untenstehendes Protokoll).

Polierversuche an PACE – Oberflächen:

13.1. - 20.1. 2000

1. Ein Keil wurde in eine Planfläche eingearbeitet 10µm bis 100µm

2. Konstantabtrag 100µm

Ausgangsrauheiten Keil: 35 – 40 nm umgeachtet der Bearbeitungstiefe Plan: 84 – 170 nm

Politur mit Drevira und Moosgummi hinterlegt; ZOX

Konstantabtragsprobe

Rq in nm	Ausgangsfläche	Nach 2 Std	Nach 4 Std	Nach 6 Std
Mitte	170	<mark>0.62</mark>	0.37	0.32
Zone	84	<mark>0.53</mark>	0.27	0.32
Rand		0.22	0.28	0.29

Hier wirkt sich das unterschiedliche Ätzverhalten in der Mitte zum Rand aus (s.a. Quartalsbericht I/2000) Der Abstand Quelle zur Oberfläche war noch zu klein.

Keilabtragsprobe (Messungen in Gradientenrichtung)

Rq in nm	Ausgangsfläche	Nach 2 Std
Rand 1	35	<mark>0.42</mark>
Mitte		<mark>0.36</mark>
Rand 2	40	<mark>0.51</mark>

Nach 2 Std wurde abgebrochen, da die Fläche schon gleichförmige Strukturen zeigte.

4.2.4. Winkelabhängigkeit

Wichtig für die Bearbeitung gekrümmter Flächen war die Beantwortung der Frage nach dem Verhalten der Abtragsfunktion bei schrägem Auftreffen des Plasmastrahls bzw. Radikalstroms auf die Probenoberfläche. Dazu wurde die Winkelabhängigkeit der Abtragsparameter (Halbwertsbreite und Volumenabtragsrate) untersucht und festgestellt, daß bis ca. 40° zur Probennormalen keine Änderung der Abtragsrate auftritt. Allerdings findet man ab etwa 20° eine deutliche Deformation der Abtragsfunktion (**Abbildungen 43 und 44**). Auf Grund dieser Ergebnisse kann unter entsprechenden Bedingungen auf eine stets senkrechte Bearbeitung und damit auf ein kompliziertes 5-Achsen-Bewegungssystem verzichtet werden, was technologisch vorteilhaft ist.



Abb. 43 Abtragsprofil als Funktion des WinkelsAbb. 44 Volumenabtragsrate und Rauhigkeit alszwischen Werkzeug (Plasma- bzw. Radikalstahl)Funktion des Winkels zwischen Werkzeugund Oberflächennormale.(Plasma- bzw. Radikalstrahl)und Oberflächennormale.Oberflächennormale.

4.2.5. Miniaturisiertes PACE-Verfahren

Neben diesen beiden Hauptrichtungen der technologischen Entwicklung wurden mit Blick auf neuere Anwendungen Versuche zur Miniaturisierung des Plasmastrahls durchgeführt. Dabei konnten bei einem Innen-Ø der inneren Gasführung von 0.4 mm Abtragsfunktionen mit Halbwertsbreiten von ca. 1mm bei Volumenabtragsraten von ca. 1mm³/min erzielt werden.



Abb. 45 Abtragsfunktion eines miniaturisierten Abb. 46 Halbwertsbreite und Volumenabtragsrate Plasmastrahls mit einer Halbwertsbreite von ca. eines miniaturisierten Plasmastrahls als Funktion Imm und einer Volumenabtragsrate von ca. des Umgebungsdrucks. Imm³/min.

4.3. Ergebnisse großflächiger Formbearbeitungen von Quarzsubstraten

4.3.1. Zielparameter

Nach Abschluß der technologischen Voruntersuchungen wurden gezielte Formbearbeitungen von Quarzglaswerkstücken mit unterschiedlichen Durchmessern durchgeführt. Dazu wurden jeweils auf der Basis der in Abschnitt 4.2. diskutierten Werkzeugfunktionen durch numerische Modellierung (siehe Abschnitt 4.1.) Verweilzeitdaten für das Bewegungssystem errechnet, mit dem Ziel, die in Abbildung 47 dargestellten von CZ vorgegebenen rotationssysmmetrischen Modellasphären zu erzeugen.



Abb. 47 Durch CZ vorgegebene Asphärisierungsfunktion ("Sombrero-Funktion") bei unterschiedlichen Probendurchmessern: a) \emptyset 170 mm,b) \emptyset 140 mm,c) \emptyset 120 mm und d) \emptyset 100 mm.

Abbildung 48 zeigt die inverse Zielform (entspricht Abbildung 47 b), die berechnete Verweilzeitmatrix und die simulierte, theoretische Abweichung der geätzten Fläche von der Zielform. Letztere ist abhängig von der Halbwertsbreite des Abtragsprofils bezogen auf die in der Form auftretenden Gradienten und schwankt zwischen einigen 10 nm und 1 μ m, wobei

teilweise ein sogenanntes "Unterätzen" erforderlich ist, um diese Werte zu erreichen. Zielstellung für die reale Formgenauigkeit waren Abweichungen von max. 1 μ m, um in den Fangbereich der Ionenstrahlfeinbearbeitung zu gelangen.





Abb. 48 Ergebnisse der Prozesssimulation gemäß Abschnitt 4.1:

o.l.) inverse Zieltopologie

u.l.) Verweilzeitmatrix mit Randfortsetzung

o.r.) theoretische Formabweichung

4.3.2. Formbearbeitung von Planflächen

Entsprechend den Ergebnissen der Simulation wurden in einer Reihe von Versuchen Quarzglaskörper unterschiedlicher Durchmesser (\emptyset 80, 100, 120 und 140 mm) und unterschiedlicher Qualität (SQ1, Suprasil) mit Hilfe der Verweilzeitmethode im Zeilenverfahren bearbeitet. Die dabei erzeugten überwiegend rotationssymmetrischen Deformationen lagen im Bereich von 3 bis 60 µm. In Abhängigkeit vom Probendurchmesser und den durch die Prozessparameter bestimmten Volumenabtragsraten (1.5 mm³/min -50 mm³/min) lagen die zugehörigen Bearbeitungszeiten im Bereich von ca. 20 - 120 min.

Abbildung 49 zeigt zwei geätzte Profile (vermessen mit dem SV 400 von Mitutoyo, einem Tastschnittgerät mit einer Diamant-Abtastspitze) für eine 140 mm-Probe im Vergleich mit dem Zielprofil (Modellasphäre von CZ). Die effektive Bearbeitungszeit betrug jeweils ca. 2 h, wobei das Werkstück in einem Fall in 4 identischen Vollflächenscans bearbeitet wurde mit einer "Strahlzeit auf der Oberfläche" von 4×32 min = 128 min. In einem zweiten Versuch

wurde nur ein Vollflächenscan bei gleicher Gesamtstrahlzeit auf der Oberfläche von 1×128 min durchgeführt.

In beiden Fällen wurde an den tiefen Stellen zu viel und in der Nähe des Minimums des Ätzabtrages zu wenig geätzt, wobei im zweiten Versuch mit einer 4-mal geringeren Scangeschwindigkeit die Abweichungen im Minimum des Profiles bedeutend größer sind. Insgesamt wurden im ersten Fall ca. 350 mm³ und im zweiten Fall ca. 600 mm³ abgeätzt. Das entspricht mittleren Abtragraten von 2,5 bzw. 4,5 mm³ / min. Die Ätzparameter sind jeweils identisch mit denen aus **Tabelle 5** aus **Abschnitt 4.2.** Abbildung 50 zeigt die rotierte 3D-Darstellung des Istprofils bei 4 Zyklen á 32 min.



Abb. 49 Vergleich des geätzten Profils mit dem Modellprofil für eine Asphäre mit Ø 140 mm.



Abb. 50 Rotierte 3D-Darstellung des Istprofils bei 4 Zyklen á 32 min.

Diese frühen Ergebnisse wiesen auf eine durch unterschiedlich starke lokale Erwärmung hervorgerufene nichtlineare Abhängigkeit des Abtrags von der Scangeschwindigkeit hin und lieferten somit die Motivation zur Untersuchung der Temperaturabhängigekit der Abtragsrate (vgl. **Abschnitt 4.2.**). Zunächst wurde jedoch durch Vergleich der geätzten Profile untereinander und mit dem Zielprofil eine Abhängigkeit der Ätzrate von der Verweilzeit in der Form

$$A = R \sqrt{\tau \tau_o}$$

mit der Abtragtiefe A, der Abtragrate R und einer charakteristischen Verweilzeit τ_0 abgeleitet und daraus entsprechend **Abbildung 39** eine Korrektur der ursprünglichen Verweilzeitmatrix berechnet. Dabei ist deutlich sichtbar wie die korrigierte Verweilzeit dem beobachteten Überbzw. Unterätzen für $\tau > \tau_0$ bzw. $\tau < \tau_0$ entgegenwirkt, wobei τ_0 in etwa der Verweilzeit entspricht, bei der die Abtragsfunktion ermittelt wurde.

Später wurde mit Hilfe der ortsaufgelösten Pyrometrie während des Formgebungsprozesses das in **Abbildung 51** dargestellte Temperaturprofil aufgenommen, das eine deutliche Korrelation zum Verweilzeitprofil und zu den gefundenen Formabweichungen aufweist. Sofern die Verweilzeitabhängigkeit der Abtragsrate bekannt ist, stellt deren Berücksichtigung bei der Prozeßsimulation kein Problem dar (vgl. **Abschnitt 4.1.**).



Abb. 51 Lokales Temperaturprofil aufgenommen während eines Formgebungsprozesses.

4.3.3. Iterative Formgebung

Unabhängig von der Verbesserung der Formgenauigkeit durch Einbeziehung unterschiedlicher Effekte (lokale und globale Erwärmung, Randeffekte) besteht die Möglichkeit, die gewünschte Form in meheren Schritten zu erzeugen. Dieses Verfahren setzt allerdings eine genaue Vermessung der Oberflächentopologie nach jedem Ätzschritt voraus. Dies erfordert eine aufwendige und kostenintensive 3D-Messtechnik für rauhe Oberflächen, die uns im Rahmen des Projektes leider nicht zur Verfügung stand. Dennoch wurden in Kooperation mit der Firma Jurca Optics entsprechende Versuche mit gutem Erfolg durchgeführt.

Abbildung 54 zeigt die Formabweichung die sich nach einem Bearbeitungsschritt ergeben hat. Zielform war ein auf 80 mm gestauchter 140 mm - Ausschnitt aus der Modellasphäre. Deutlich zu erkennen ist, daß die Abweichungen insbesondere am Rand auftreten und nicht rotationssymmetrisch sind. Das ist vermutlich auf eine unterschiedliche Beeinflussung der Abtragsfunktion am Probenrand zurückzuführen, je nachdem, ob sich das Plasmawerkzeug parallel oder senkrecht zur Probenkante bewegt. Darüberhinaus sollte auch die zunehmende Erwärmung des Targets mit fortschreitender Bearbeitungszeit eine Rolle spielen.

Günstig für die Herstellung rotationssymmetrischer Formen wäre demnach die Kombination des Zeilenverfahrens (**Abbildung 52**) mit einer Rotation der Probe bzw. die Etablierung eines Spiralalgorithmus. Alternativ bietet sich zur Herstellung rotationsymmetrischer Oberflächenformen die Kombiantion aus einer schnellen Rotations- und einer langsamen Linearbewegung an (**Abbildung 53**). Für ein lokales Abtragsprofil der Form

$$f_{L}(r,r',\phi) = \frac{Rb^{2}}{(r^{2} + {r'}^{2} - 2rr'\cos(\phi)) + b^{2}}$$

(Lorentz-Typ) reduziert sich in diesem Fall die Berechnung des durch Superposition der winkelintegrierten Profile

$$f_L(r,r') = \int_0^{2\pi} f_L(r,r',\phi) d\phi = Rb^2 \sqrt{\frac{1}{(r-r')^2 + b^2}} \frac{1}{(r+r')^2 + b^2}$$

entstehenden rotationssymmetrischen Oberflächenprofils P(r) auf die Lösung des Integrals

$$P(r) = \int_{-r_e}^{r_e} \tau(r') f_L(r,r') dr'.$$





Abb. 52 Zeilenverfahren (schematisch).

Abb. 53 Rotationsverfahren (schematisch).



Abb. 54 Formabweichung nach einem Bearbeitungsschritt.

Anhand der radial gemittelten Profile (geglättet) verdeutlicht **Abbildung 55** die Verbesserung der Formgenauigkeit durch einen anschließenden Korrekturschritt, bei dem die Topologie gemäß Abbildung als Ausgangsfläche für die Simulation diente. **Abbildung 56** zeigt schließlich, daß man auf diese Weise bereits in den Bereich von $\pm 1\mu$ m Formabweichung gelangt.



Abb. 55 Verbesserung der Formgenauigkeit durch einen zweiten Bearbeitungsschritt.



Abb. 56 Formabweichung nach zwei Bearbeitungsschritten.

4.3.4. Verifikation mit seriennahen Teilen

Zum Ende der Projektlaufzeit wurde die Asphärisierung einer sphärischen Hohlfläche gemäß Abbildung 57 in der Laboranlage durchgeführt, um die prinzipielle Nutzbarkeit der entwickelten Technolgie zu demonstrieren (Abbildung 58).

Die Abbildungen 59 bzw. 60 zeigen die mittels Taly-Surf bei der Firma BNM GmbH bzw. mittels Meßmaschine bei CZ Oberkochen vermessenen Abweichungen von der Sphäre nach der PACE-Asphärisierung. Die entsprechende Zielform ist in Abbildung 47a dargestellt.



Abb.57 Sphärische Hohlfläche mittels PACE.

als Abb.58 Fotografische Aufnahme während der PACE-Ausgangsfläche für eine Asphärisierung Bearbeitung der Hohlfläche aus Abb. 57. Anhand der drei ausgewählten Positionen ist deutlich das Nachführen der Plasmaquelle entlang des Radius der Sphäre zu erkennen



Abb. 59 Formgebung auf Hohlfläche mit \emptyset 160 mm



Abb. 60 Bei CZ vermessene Asphäre mit best angepaßter Spähre.

5. RIBE-SiO₂ Hochrateätzen für PACE

5.1. Anforderungen an einen RIBE Hochrateätzer für dicke SiO₂-Substrate

An eine "PACE-taugliche" RIBE-Ionenquelle sind folgende Forderungen zu stellen:

- Ionenstrahldurchmesser 30 40 mm bei Ionenenergien um 1000 eV mit einer Ionenstromdichten von 2 - 5 mA/cm² entsprechend einem Gesamtionenstrom von 40 - 80 mA,
- Arbeitsdruck um 1x10⁻³ mbar, um eine möglichst hohe ätzunterstützende Radikaldichte zu erzielen,
- Ätzrate von 1 μm/min in einem gaussförmigen Ätzprofil vom Durchmesser des Ionenstrahls entsprechend einer Volumenabtragrate von 1 mm³/min.

Fluorfeste Ausführung beim Einsatz zum Ätzen von quarzhaltigen Materialien, bzw. allgemeiner die Verwendung inerter Konstruktionsmaterialien zur Vermeidung von Verlusten an Ätzspezies und der Gewährleistung einer minimalen Strahlverunreinigung zur Vermeidung von Oberflächenkontaminationen.

5.2. Entwicklung von PACE-tauglichen reaktiven lonenquellen

Zum Erreichen des obigen Ziels wurden zwei auf unterschiedlichen Wirkprinzipien beruhende Ionenquellen mit 40 mm Ionenstrahldurchmesser für den Betrieb mit reaktiven Gasen entwickelt:

- eine Hochfrequenz-Ionenquelle (max. 1000 eV, 80 mA) IOM Leipzig,
- eine Penning-Ionenquelle (max. 1000 eV, 80 mA) Fa. JENION, Jena,

Die Ionenquellen bestehen jeweils aus der eigentlichen Ionenstrahlquelle zur Montage auf Flansch oder innerhalb einer Vakuumanlage auf einem Positioniersystem und den elektrischen Versorgungsbaugruppen.

5.2.1. Penning-Ionenquelle PE-40

Die Penning-Ionenquelle PE-40 wurde anhand von zwei Labormustern (siehe **Tabelle 6**) soweit entwickelt, daß erste PACE-relevante Ätzprofile erzeugt werden konnten.

Abbildung 61 zeigt die Anordnung zur profilgesteuerten RIBE von Quarzglassubstraten mit einer Penning-Ionenquelle PE-40. Das Substrat (Quarzglasscheibe 20 mm dick, 120 mm Durchmesser) wurde mit 1 U/min unter der radial positionierbaren Ionenquelle zum Erzeugen rotations-symmetrischer Ätzprofile gedreht.

Tab.6: Charakteristische Daten der Penning-Ionenquellen PE-40

	Labormuster PE-40/2	Labormuster PE-40/3
Prozeßdruck, Gase	$0.5 - 1x10^{-3}$ mbar, CF ₄ +O ₂	0.5 - 1x10 ⁻³ mbar, CF ₄ +O ₂
Penning-Entladung	100-200 mA	200 - 400 mA
Ionenenergie, -strom	1000 eV, 50 mA	1000 eV, 50 - 80 mA
Ätzrate	$0.4 \ \mu m/min, bzw. 0,4 \ mm^3/min$	$0.4 \ \mu m/min, 0.4 \ mm^3/min$
Dauerbetriebszeit	0.5 h	> 5 h



Abb. 61 Anordnung zur profilgesteuerten RIBE von Quarzglassubstraten mit der Ionenquelle PE-40.

5.2.2. RIBE mit der Penning-Ionenquelle PE-40

Abbildung 62 zeigt das in einer Bearbeitungszeit von 2.5 Stunden mit der Ionenquelle PE-40/3 erreichte Ätzprofil von über 10 μ m Tiefe. Es wurde die in **Abbildung 61** dargestellte Anordnung verwendet. Die Ionenquelle war auf einer festen radialen Position von 30 mm positioniert. Es wurde ein Volumen von 59 mm³ abgetragen.

In ca. 10 Stunden Bearbeitungszeit sind damit Ätzprofile mit 30 - 40 µm Tiefe erzeugbar.



Abb. 62 Rotationssymmetrisches Ätzprofil zur Demonstration der Leistungsfähigkeit der RIBE Ionenquelle PE-40.

5.2.3. HF-Breitstrahlionenquelle isq-40HF

Im Rahmen von IOM-Haushaltthemen wurden, angeregt durch die Belange der Aufgabenstellung zum reaktiven Ionenstrahlätzen im vorliegenden Projekt "PACE" Entwicklungen zur RIBE-Gerätetechnik (bewegbare Ionenquelle, für reaktiven Einsatz (Fluor) geeignet, hohe Stromdichten und geringer Wartungsaufwand) durchgeführt. Eine solche Entwicklung liegt als Labormuster vor und wurde mit Inertgasen ausführlichen Tests unterzogen. Hinsichtlich der Ionenstralprofilbewertung und –beeinflussung werden im IOM Simulationsrechnungen durch geführt. Abbildung 63 zeigt Konstruktionsschnittzeichnungen dieser Ionenquelle isq-40HF, eine Hochfrequenzquelle mit 13,56 MHz- Anregung, Al-

Oxidkeramikauskleidung und Wasserkühlung. **Abbildung 64** zeigt gemessene Breitstrahlprofile (Abstand 13 cm) der isq-40HF mit einem 3-Gittersystem, und dazu die berechneten Profile unter der Annahme eines homogenen Plasmas und der ermittelten Plasmaverteilung (aus den gemessenen Strombelastungen des Gitters 2) unter verschiedenen Bedingungen. Die Beschreibung mit dem inhomogenen Plasma ist in den meisten Fällen recht gut, beim mittleren Fall (1300V) gab es bei der Messung Probleme, das wird wiederholt. Gegenwärtig finden weitere Tests statt insbesondere mit verschiedenen Gitterformen zur Stromdichteerhöhung, zur Langzeitstabilität sowie in Kürze zum Reaktivgasbetrieb.



Abb. 63 HF-Breitstrahlionenquelle isq-40HF für den Reaktivgaseinsatz aus Al-Oxidkeramik, geringes Gewicht von ca. 4 kp erlaubt hohe Beschleunigungen.


Abb. 64 *HF*-*Ionenquelle isq*-40*HF* (13.56 *MHz*, *Xe* 1.2 *sccm*, 4.5×10⁻⁵ *mbar*)

5.2.4. Oberflächenformgebung mit der isq-40HF

Mit Hilfe der isq-40HF wurde unter Verwendung des Verweilzeitalgorithmus (vgl. Abschnitt 4.1.) die in **Abbildung 65** dargestellte axialsymmetrische Rotationsasphäre erzeugt. Die zugehörigen Prozessparameter sind in **Tabelle 7** zusammengefaßt. Vermessen wurde die Oberfläche mit einem Interferometer DIRECT 100 nach dem Verfahren der Subapertur-Interferometrie. In **Abbildung 66** ist der Schnitt durch das Profil sowie die Abweichung von der Sollfläche dargestellt.



Abb. 65 Oberflächentopologie einer RIBE-geätzten Asphäre.



Abb. 66 Profil und Abweichung von Sollprofil der Oberflächentopologie aus Abb. 65.

Tab.7ProzessparameterbeiderFormbearbeitung mit der isq-40HF.

Parameter	Wert
RF-Leistung	120W
Ionenstrom	25mA
Spannung	1000V
Ätzgas	CF_4
Ätzzeit	6 h
Volumenabtragsrate	0.5 mm ³ /min
Abtragsvolumen	ca. 100mm ³

5.3. Zusammenfassung des erreichten Stands

Der erreichte Stand beim reaktiven Ionenstrahlätzen wird folgendermaßen zusammengefaßt:

- theoretische Abschätzungen zeigen, daß mit reaktivem Ionenstrahlätzen PACE-relevante Abtragraten von 0.4 - 0.8 µm/min erreicht werden können,
- mit Penning-Ionenquellen (1000 eV, 50 mA, CF₄+30%O₂) wird auf Quarzglas eine Ätzrate von max. 0.4µm/min in einem gaussförmigen Ionenstrahlprofil von 40 mm Durchmesser bereits erreicht, eine Steigerung der Werte um 50% bis max. 100% erscheint möglich,
- erste Untersuchungen an der 40 mm-Hochfrequenzionenquelle lassen gleiche Leistungsdaten erwarten,
- großflächige Quarzglasscheiben wurden zur Demonstration der Leistungsfähigkeit mit PACE-relevante Ätzprofilen bearbeitet (Profiltiefe 10 µm in 2.5 h).

5.4. Vorschläge zur weiteren Entwicklung eines prozeßtauglichen RIBE-Ätzers

Zur weiteren Entwicklung eines prozeßtauglichen RIBE-Ätzers werden folgende Vorschläge gemacht:

- Definition der erforderlichen Leistungsparameter eines industriell prozesstauglichen RIBE-Ätzers auf der Basis der industriellen Anforderungen und der im Rahmen des Projekts untersuchten und prognostizierten Leistungsmöglichkeiten.
- Sowohl die Penning- als auch die Hochfrequenz-Ionenquelle sollten einer weiteren technischen Entwicklung bzgl. obiger definierter Ziele unterzogen werden. Aufgrund der Komplexität der physikalischen und plasmachemischen Vorgänge in derartigen Hochrateätzern beim Betrieb nahe der Leistungsgrenze ist noch keine sichere Prognose über die Vor- und Nachteile der einzelnen Quellentypen unter industriellen Prozeßanforderungen zu machen.

Basierend auf der vorhandenen und weiter zu entwickelnden RIBE-Technik sind Fragen der Ionenstrahlätztechnologie (wie Gasartwahl. Oberflächenbeschaffenheiten, Erzeugung und Qualität von Ätzprofilen Anlagen- und Chargenbetrieb usw.) in Hinblick auf industrielle Anforderungen zu untersuchen.

6. Publikationen

Patentanmeldungen:

G. Böhm, W. Frank, A. Schindler, F. Bigl, *Verfahren und Vorrichtung zur Bearbeitung von optischen und anderen Oberflächen mittels Hochrate-Plasmaprozessen*, Deutsches Patentund Markenamt München, Offenlegungschrift DE 19925 79D A1 vom 7.12.2000

Veröffentlichungen:

G. Böhm, W. Frank, A. Schindler, A. Nickel, H.-J. Thomas, F. Bigl, M. Weiser, *Plasma Jet Chemical Etching - a Tool for the Figuring of Optical Precision Aspheres*, Proceedings of the 9th ICPE, Osaka 29.8.-1.9.1999

Konferenzbeiträge (Vorträge und Poster):

G. Böhm, W. Frank, A. Schindler, R. Foest, A. Ohl, M. Weiser, *PACE (Plasma Assisted Chemical Etching) - ein lokal wirksames Verfahren zur optischen Formgebung*, 9.BFPT, Stuttgart 3.-5.3.1999

D. Flamm, T. Hänsel, A. Schindler, A. Nickel, H.-J. Thomas, *Reactive ion beam etching - a fabrication process for the figuring of precision aspheric optical surfaces in fused silica*, EOS/SPIE Symp. on Optical Systems Design and Production, Technical Univ. Berlin 25.-28.05. 1999

Schindler, G. Böhm, W. Frank, A. Nickel, H.-J. Thomas, T. Hänsel, F. Bigl M. Weiser, *Local high rate etching technology development for precision asphere fabrication*, 100. Jahrestagung der DGaO, Berlin 25.-29.05. 1999

A. Schindler, T. Haensel, D. Flamm, A. Nickel, H.-J. Thomas, F. Bigl, *Nanometer Precision (reactive) ion beam figuring of (aspherical) optical surfaces*, 9th Int. Conf. on Production Engineering, Osaka (Japan) 30.08.-01.09. 1999

G. Böhm, W. Frank, A. Schindler, A. Nickel, H.-J. Thomas, F. Bigl, M. Weiser, *Plasma Jet Chemical Etching - a Tool for the Figuring of Optical Precision Aspheres*, 9th ICPE, Osaka 29.8.-1.9.1999

G. Böhm, W. Frank, A. Schindler, *Radical Jet Etching (RJE)- a new tool for high rate figuring of optical surfaces*, OSA Optical Fabrication and Testing Topical Meeting, Québec City, Canada, June 18-22, 2000

Diplomarbeiten:

A. Wiegand, *Untersuchungen zum lokalen plasma-gestützten chemischen Ätzen*, Westsächsische Hochschule Zwickau (FH), FG Physikalische Technik (1997)

Th. Arnold, In situ Untersuchungen zum plasmachemischen Hochrateätzen von Silizium, Universität Leipzig, Fakultät für Physik und Geowissenschaften (2000)

Anhang Abschlußbericht INP

Abschlußbericht zum Teilprojekt "**Charakterisierung und Modellierung lokaler Plasmen**" im Unterauftrag des INP.

Abschlußbericht

zum BMBF-Vorhaben:

Grundlagen zum lokalen Hochrate-Plasmaätzen zur Veredelung von optischen Oberflächen

Teilprojekt IIIa

Charakterisierung und Modellierung lokaler Plasmen

Förderkennzeichen: 13N7860

Zuwendungsempfänger: INP Greifswald

Laufzeit des Vorhabens: 1.11.1996 - 31.3.2000

Berichtszeitraum: 1.11.1996 - 31.3.2000

Bearbeiter: Dr. R. Foest Dr. D. Keller Dr. A. Ohl,

Greifswald, den 22.11.2000

Inhalt

1	Allgemeine Angaben zum Projekt	Seite:
י ר	Europimenteller Aufheu	5
Z	Experimentenel Autoau	3
2.1	Konstruktion eines Plasmajets mit axialer Gasinjektion	5
2.2	Beschreibung des Versuchsaufbaus	7
3	Diagnostik	9
4	Ergebnisse und Diskussion	10
4.1	$Ar / N_2 / CF_4$ - Reaktivgasgemisch	10
4.1.1	Spektroskopische Untersuchungen	10
4.1.2	Massenspektrometrische Untersuchungen	13
4.1.3	FTIR-Messungen	15
4.1.4	Analyse der geätzten Substratoberfläche	16
4.2	Ar / N ₂ / SF ₆ -Reaktivgasgemisch	17
4.2.1	Spektroskopische Untersuchungen	17
4.2.2	Bestimmung der Ätzraten	17
4.2.3	Korrelation der Ätzrate mit ätzempfindlichen Linienintensitäten und mit den	
	Plasmaparametern	22
4.2.4	Massenspektrometrische Untersuchungen	29
5	Zusammenfassung	31
6	Literatur	32

1 Allgemeine Angaben zum Projekt

Die wissenschaftlich-technischen Arbeitsziele des vom INP im Rahmen des Forschungsverbundes bearbeiteten Teilvorhabens waren auf die experimentelle Charakterisierung von lokalen Plasmen gerichtet, welche reaktive Spezies enthalten. Der applikative Hintergrund der Forschung ist der lokale, plasmachemische Ätzabtrag von optischen SiO₂-Oberflächen mit Hilfe reaktiver Plasmen. Für den Abtrag von Oberflächen wurden als Vorteil von Plasmaverfahren gegenüber den sonst gebräuchlichen Ionenstrahlverfahren höhere Volumenätzraten erwartet. Diese sollten aus einem Materialabtrag resultieren, der vorwiegend durch chemische, im Gegensatz zu physikalischen Prozessen auf der Substratoberfläche initiiert wird. Die hierzu notwendigen chemisch aktiven Spezies werden dabei zum Beispiel aus einem inerten Gas, wie CF_4 oder SF_6 im nichttermischen Plasma erzeugt.

Die Entwicklung einer prozeßtauglichen, mikrowellengespeisten Plasmaquelle auf der Basis einer Plasmafackel mit axialer Gasinjektion stand zunächst im Mittelpunkt der Arbeiten. Die Bauform solcherart Plasmaquellen ist seit längerem bekannt, eine fortgeschrittene Lösung wurde in jüngster Zeit von Moisan et al. [1] beschrieben. Anwendungen dieser unter Atmosphärendruck betriebenen Quelle finden sich u.a. bei der Anregung und Ionisierung von Spezies für die Elementaranalyse oder in der Plasmachemie [2-4].

Unter Ausweitung des Anwendungsbereiches einer solchen Quelle in den Druckbereich von Atmosphärendruck bis hin zu einigen mbar, wurde im Rahmen des Projektes vom INP die Konzipierung und Aufbau einer leistungsfähigen Plasmaquelle für die Verwendung innerhalb des Projektes betrieben.

Außerdem war die Konstruktion und Erprobung eines Testreaktors notwendiger Gegenstand der Arbeiten. Dabei stand die Charakterisierung der eigenen Plasmaquelle und der Plasmaquellen der Projektpartner (R&R, IOM) hinsichtlich ihrer jeweiligen Plasmakenngrößen als Zielsetzung im Vordergrund. Da die Quellenentwicklung am INP erfolgreich verlief, wurde im Einvernehmen mit dem Projektträger und -partnern der Qualifizierung der Quelle mehr Aufmerksamkeit gewidmet, als geplant. Dafür wurde auf die örtlich aufgelöste Diagnostik des Plasmas verzichtet, denn im Weiteren zeigte sich am Abtragsprofil der Quelle, daß eine detaillierte lokale Charakterisierung des Plasmas nicht notwendig ist. Deshalb wurde der Schwerpunkt der experimentellen Untersuchung der Prozeßplasmen auf die Ermittlung von Plasmakenngrößen gelegt, die in direktem Zusammenhang mit der Effektivität des Ätzprozesses stehen. Dazu dienten Verfahren der optischen Emissionsspektroskopie sowie der Neutralgas-Massenspektrometrie.

Das Vorhaben wurde in Unterauftrag zum Verbundpartner IOM Leipzig durchgeführt, welchem die Organisation der Zusammenarbeit mit den weiteren Projektpartnern und die Verwertung der Ergebnisse oblag.

2 Experimenteller Aufbau

2.1 Konstruktion eines Plasmajets mit axialer Gasinjektion

Als Ausgangspunkt für die Plasmaquelle diente eine Mikrowellen-Plasmafackel der Firma SAIREM. die von Herstellerseite ursprünglich für die als Ouelle Atomspektroskopie vorgesehen ist und daher normalerweise Atmosphärendruck unter betrieben wird. In Abb.1 ist der prinzipielle Aufbau dieser Quelle im Original dargestellt. Die Zufuhr der Mikrowellenenergie erfolgt über einen Rechteckhohlleiter, die Fackel selbst besitzt eine koaxiale Anordnung, Außen- und Innenleiter bestehen aus Messing, die Düse aus Kupfer. Die Zufuhr des Gase erfolgt innerhalb des Innenleiters über zwei unabhängige Kanäle aus Kupferrohr (d = 4mm), die in den Kern bzw. den äußeren Ring der Düse münden.



Abb. 1: Kommerzielle Mikrowellen-Plasmafackel, in Rechteckhohlleiter eingebaut.

Die Einbindung der Plasmafackel in einen technologischen Prozeß machte die Entwicklung einer prozeßtauglichen Version dieser Fackel erforderlich. Dies beinhaltete insbesondere die Anpassung der Fackel an das Vakuumsystem und damit die Vakuumtauglichkeit der Fackel selbst. Um die Änderung der Mikrowelleneigenschaften der Fackel minimal zu halten, wurde bei den mechanischen Umbauten auf konstante Wellenwiderstände der Anordnung geachtet. Die modifizierte Plasmaquelle ist in Abb.2 gezeigt. Zwischen Innen- und Außenleiter wurde eine Vakuumdichtung aus einem Teflonring eingefügt, die den erwünschten Wellenwiderstand liefert. Innen- und Außenleiter wurden entsprechend verlängert und sind, wie die Düse selbst, aus Stahl gefertigt. Die Vakuumdichtung zur Reaktorwand ist über eine O-Ring-Quetschdichtung realisiert. Durch die Verlängerung der Anordnung und die Quetschdichtung ergab sich gleichzeitig die Möglichkeit die Eintauchtiefe der Fackel in den Reaktor zu variieren. Im weiteren Projektverlauf machte sich die Einhausung der gesamten Fackel mit einem vakuumtauglichen Gehäuse erforderlich, um den Einbau der Quelle in die Forschungsapparatur des Projektpartners IOM zu ermöglichen. Dies wurde unter Zuhilfenahme von Norm-Vakuumbauteilen (DN 63) erreicht. Dabei erfolgt die Ankopplung des Magnetrons zum Plasmajet durch ein Mikrowellenkabel (radialer Wellenleiter). Das Mikrowellenkabel, sowie die Gaszufuhr und die Fernsteuerung für den elektromotorisch betriebenen Kurzschlußschieber befinden sich innerhalb eines Wellrohrschlauchs (DN 45), der den Quellenaufbau mit der Reaktoraußenwand verbindet und somit die Beweglichkeit der Quelle innerhalb der Prozeßkammer sicherstellt. Die so modifizierte Plasmaquelle ist in Abb.3 dargestellt. Die Ergebnisse der Messung der Mikrowelleneigenschaften der ursprünglichen, sowie der modifizierten Fackel sind in den Projektzwischenberichten [5,6] beschrieben.



Abb. 2: Vakuumtaugliche Version der Plasmaquelle nach Umbau.



Abb. 3: Plasmaquelle mit koaxialer Ankopplung für den Einbau in Vakuumkammer.

2.2 Beschreibung der Versuchsanordnung

Die Aufgabenstellung im Projekt erforderte für das Reaktordesign die Berücksichtigung der folgenden Parameter:

- Konstruktion mit einer INP-eigenen Mikrowellenplasmaquelle
- maximale radiale optische Sicht auf die Quelle und das Substrat
- hinreichende Berücksichtigung prozeßtechnischer Forderungen
- variabler Plasma-Substrat-Abstand
- variabler Plasma-Substrat-Winkel
- Verwendbarkeit für andere Plasmaquellen (R&R, IOM)

Das Schema der gesamten Versuchsanordnung ist in Abb. 4 dargestellt. Die Mikrowellenenergie (max. 1,2 kW) wird über Rechteckhohlleiter vom Magnetron (6/Abb. 4) via Zirkulator (5) und 3-Stab-Tuner (4) zur Plasmaquelle (3) geführt. Den Abschluß bildet ein Kurzschlußschieber (2). Die gesamte Mikrowellenstrecke befindet sich waagerecht über dem Vakuumbehälter (7), in den die Plasmafackel von oben eintaucht. Wie unter (2.1) beschrieben, wurde die dritte Variante der Plasmaquelle über ein axiales Mikrowellenkabel mit dem Magnetron verbunden.



Der Vakuumbehälter selbst besteht aus einem Glaszylinder (d = 250 mm), der oben und unten von je einem Blindflansch der Norm DN 250 ISO K für die Aufnahme der Bohrungen, durch die die Komponenten in den Reaktor geführt werden, abgeschlossen wird. In der Zylinderwand befindet sich ein weiterer Flansch (KF 25), der zur Installation eines Quarzglases für die optische Emissionsspektroskopie bestimmt ist.

Die gesamte Anordnung ist in ein Leichtmetallgestell eingehängt, wodurch in Verbindung mit dem Glaszylinder eine Rundumsicht von > 270 auf die Plasma-Substrat-Region erlaubt ist.

Die Gasversorgung ermöglicht die Zuspeisung von unterschiedlichen Träger- / Reaktivgasen (Ar, He, N₂, CF₄ oder SF₆) aus drei unabhängigen Kanälen (1) (MKS, maximaler Gasfluß 100 sccm - 10 slm je Kanal auf die Kern- und/oder Ringdüse der Plasmafackel. Das komplette Gashandlingsystem (Mass Flow Controller, Ventile, Filter) ist auf einem Paneel montiert. Die Experimentieranordnung wird komplettiert durch das Pumpund Druckmeßsystem (9), bestehend aus Drehschieberpumpe (Edwards E2M18, maximales Saugvermögen $18m^{3}/h$) Druckmeßeinrichtung und (Edwards Barocell und Dosenmanometer). Das Substrat kann mittels Probentisch (8) vertikal und in einer Richtung horizontal verschoben werden. Zur Abgasreinigung steht ein Trockenbettabsorber (CS-025-S) zur Verfügung. Die Zündung der Plasmaquelle erfolgt über einen hochfrequenten Spannungsimpuls, der über einen Molybdändraht (d = 2 mm) der Düse zugeleitet wird. Dieser kann zu diesem Zweck über eine Vakuumdrehdurchführung in die Nähe der Düse geschwenkt werden.

3 Diagnostik

Die Mikrowellen-Plasmafackel brennt stabil in einem Leistungsbereich von 200 bis 800 W und im Druckbereich von 60 bis 1000 mbar. Der optimale Gasfluß beträgt 2 bis 6 slm für das Trägergas Argon und 10 bis 60 sccm für die Reaktivgase CF_4 und SF_6 . Die Zugabe des Reaktivgases zum Trägergas bewirkt eine verringerte Stabilität des Plamajets, was auf den ungünstigen Einfluß der elektronegativen fluorhaltigen Radikale auf die Elektronenbilanz zurückzuführen sein dürfte. Daher muß das Reaktivgas vorzugsweise nur durch die Ringdüse zugeführt werden. Eine verbesserte Stabilität des Plasmajets wird durch Zugabe von N_2 (1 bis 2 slm) erreicht.

Um ein besseres Verständnis der Vorgänge im Plasma zu erreichen, wurden sowohl das Plasma als auch die geätzten Si-Substrate untersucht. Die Charakterisierung der Gasphase der Entladung erfolgte durch optische Emissionsspektroskopie (OES) im Spektralbereich von 250 bis 800 nm. Hierzu diente ein 0,5 m Gittermonochromator (600 Linien/mm, EG&G, OMA-Vision 4) mit 512 x 512 CCD-Detektor, der via Lichtleitkabel über das seitliche Quarzfenster an die Anlage gekoppelt war. Die optische Emissionsspektroskopie ebenso wie der massenspektrometrischer (MS) (Balzers QMG-200) Nachweis der stabilen Reaktionsprodukte im Abgas der Entladung erfolgte sowohl für das Ar / N_2 / CF₄- als auch für das Ar / N_2 / SF₆-Gasgemisch. Ersteres wurde ebenfalls durch Abfüllen von Gasproben des Reaktionsgemisches und nachfolgender Analyse im FTIR-Absorptionsspektrometer (BRUKER IFS66V) untersucht.

Mittels Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) konnten die im Ar / N_2 / CF₄-Reaktionsgasgemisch behandelten Substratoberflächen untersucht werden.

Für den Ätzprozeß im Ar / N_2 / SF₆-Gemisch erfolgte die Bestimmung der Ätzrate durch Wägung.

Die Untersuchungen zur Plasmaanalyse waren hauptsächlich auf den Nachweis möglicher Ätzindikatoren ausgerichtet, mit dem Ziel, deren Korrelation mit dem technologisch relevanten Parameter Ätzrate zu finden.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Ar / N₂ / CF₄ - Reaktivgasgemisch

4.1.1 Spektroskopische Untersuchungen

Mögliche Ätzindikatoren ergeben sich bei Nutzung von CF_4 als Ätzgas einerseits aus der Dissoziation des CF_4 im Plasma (u.a. F, F₂, CF_3) oder sie lassen sich andererseits aus den stabilen Reaktionsprodukten ableiten (CO, CO₂, SiF₄,), wobei letzteres allgemein bei der Nutzung fluorhaltiger Ätzgase anfällt und sich im optischen Emissionsspektrum durch SiF manifestiert.

Im Plasma der Fackel ließen sich keine Emissionslinien von atomarem Fluor oder CO-Banden nachweisen. Statt dessen ist das optische Spektrum der Fackel (außer durch die Linien und Banden der Trägergase Ar und N₂) durch das Auftreten von C₂-Banden geprägt. Im Speziellen wurden verschiedene Banden des SWAN-Systems ($A_3\Pi_g - X'_3\Pi_u$) im Spektrum identifiziert. Des weiteren fand sich eine schwache CF- und CF₂-Emission im Spektralbereich von 248 bis 252 nm, sowie SiF.

Die gefundenen Emissionslinien sind in den Abb. 5 -7 dokumentiert, in denen das Spektrum des reaktiven Gemisches (Ar / N_2 / CF₄) im Vergleich mit einem nichtreaktiven Gemisch (Ar / N_2) dargestellt ist.



Abb. 5: Optisches Emissionsspektrum der Mikrowellen-Plasmafackel, Wellenlängenbereich: 1800 bis 4200 Å; oberes Spektrum: Reaktives Gemisch mit CF₄, unteres Spektrum: Ar/N₂-Gemisch zum Vergleich.



Abb. 6: Optisches Emissionsspektrum der Mikrowellen-Plasmafackel, Wellenlängenbereich: 3800 bis 6200 Å; oberes Spektrum: Reaktives Gemisch mit CF₄, unteres Spektrum: Ar/N₂-Gemisch zum Vergleich



Abb. 7: Optisches Emissionsspektrum der Mikrowellen-Plasmafackel, Wellenlängenbereich: 5800 bis 8200 Å; oberes Spektrum: Reaktives Gemisch mit $CF_{4,}$, unteres Spektrum: Ar/N₂-Gemisch zum Vergleich.

4.1.2 Massenspektrometrische Untersuchungen

Das Massenspektrum der stabilen Produkte der Entladung (Abb. 8), aufgenommen bei einer Elektronenenergie von 70 eV, ist durch die Massenlinien der eingespeisten Gase charakterisiert. Das zugeführte Ätzgas CF_4 läßt sich im Massenspektrum durch die Peaks bei m/z 50 und 69 nachweisen, die den Ionen CF_2^+ und CF_3^+ zuzuordnen sind. Diese Ionen entstehen durch dissoziative Ionisierung durch Elektronenstoß in der Ionenquelle des Massenspektrometers durch die folgenden Reaktionen:

$$CF_4 + e^- \rightarrow CF_3^+ + 2e^- \tag{1}$$

$$CF_4 + e^- \rightarrow CF_2^+ + F^* + 2e^- bzw.$$
^(2a)

$$CF_4 + e^- \rightarrow CF_2^+ + F^- + e^-. \tag{2b}$$

Die Signale der Ionen CF_2^+ und CF_3^+ steigen nach Zünden des Plasmas trotz Abbau des zugeführten Ausgangsgases CF_4 an. Das deutet auf eine dissoziative Fragmentierung von CF_4 im Plasma, verbunden mit der Produktion von CF_2 - und CF_3 -Radikalen hin.

Weiterhin lassen sich Argonpeaks (Ar⁺ und Ar⁺⁺), Stickstoff (N⁺ / N₂⁺⁺, N₂⁺), Sauerstoff (O⁺ / O₂⁺⁺, O₂⁺⁺, O₂⁺), CO und CO₂ im Massenspektrum nachweisen. Ein wichtiges Ergebnis ist der Nachweis des stabilen Ätzproduktes SiF₄ , welches sich durch den Peak bei m/z 85 manifestiert. Es handelt sich hier um das Ion SiF₃⁺, das wie bei den Reaktionen (1,2) durch dissoziative Ionisierung erzeugt wird.





4.1.3 FTIR-Messungen

Die stabilen Neutralgasbestandteile des Prozeßgasgemisches wurden in eine Gaszelle abgefüllt, welche dann ex situ in einem FT-IR-Spektrometer untersucht wurden. In Abb. 9 sind zum Vergleich die Absorptionsspektren des Reaktivgasgemisches mit und ohne Quarzsubstrat und ebenfalls das Spektrum von Ar / N_2 ohne Reaktivgas, aber mit Substrat dargestellt, um klar herauszustreichen, daß die gemessenen Absorptionsbanden tatsächlich von den Ätzprodukten herrühren. Auf diese Weise konnten während der Ätzung ätzrelevante CO-Banden nachgewiesen werden (siehe Ausschnitt in Abb. 9). Außerdem ist der Anteil des SiF₄ während des Ätzprozesses erhöht.



Abb. 9: Vergleich der Absorptionsspektren des Reaktivgasgemisches mit und ohne Quarzsubstrat mit dem Spektrum von Ar/N₂ ohne Reaktivgas.

4.1.4 Analyse der geätzten Substratoberfläche

Die Resultate der XPS-Messungen, die auf oxydierten Si-Wafern durchgeführt worden, ergeben im Rahmen der Nachweisempfindlichkeit (ca. 1 %) keine Hinweise auf Kontaminationen metallischer Art, welche durch Abtrag des Düsenmaterials hervorgerufen worden sein könnten. Das ist neben den hohen möglichen Ätzraten ein wesentlicher Vorteil der Mikrowellen-Plasmafackel. Im Vergleich zur unbehandelten Substratoberfläche finden sich nur geringe Mengen (6 bis 9 %) von Fluor im XPS-Spektrum der Probe. Es ist aber bekannt, daß es sich hier um wieder abtragbare Rückstände handelt, die nicht nachteilig für den Prozeß sind. Ein XPS-Spektrum von unbehandeltem Probenmaterial wird in Abb. 10 mit dem Spektrum einer geätzten oxydierten Si-Scheibe verglichen.



Abb. 10: Vergleich der XPS-Spektren von unbehandeltem Probenmaterial mit einer geätzten oxydierten Si-Scheibe.

4.2 Ar / N₂ / SF₆-Reaktivgasgemisch 4.2.1 Spektroskopische Untersuchungen

Im Mittelpunkt der optischen Untersuchungen stand neben der Charakterisierung des Spektrums die Klassifizierung der Emissionslinien/-banden hinsichtlich ihrer Dynamik gegenüber dem Ätzprozeß. Für die SF₆-haltigen Gemische wurden zudem parallel zu optischen Emissionsmessungen an der Plasmafackel des INP mit dem gleichen Versuchsaufbau optische Spektren am Plasmajet des IOM aufgenommen. In Abb. 11 sind zur Identifikation möglicher ätzrelevanter Linien Spektren des Prozeßgases bei Nutzung des Reaktivgasgemisches Ar / N₂ / SF₆ sowohl während des Ätzprozesses, als auch ohne SiO₂-Substrat dargestellt. Beschriftet sind die intensiven Linien/Banden, die sich zweifelsfrei zuordnen lassen. Unterscheidet man die Emissionslinien hinsichtlich ihrer Dynamik gegenüber dem Ätzprozeß, lassen sich zunächst Linien und Molekülbanden von Argon, molekularem Stickstoff, Fluor und Schwefel identifizieren, deren Intensitäten nicht empfindlich auf den Ätzprozeß reagieren. Demgegenüber zeigen die Linien/Banden von Si, SiF und O eine starke Abhängigkeit ihrer Intensität von der Effektivität des Ätzabtrages.

Die an der Plasmafackel des INP gemessenen Spektren stimmen mit diesen Ergebnissen überein. Zum Vergleich sind in Abb. 12 ein am IOM und am INP während des Ätzprozesses aufgenommenes Spektrum des Ar / N_2 / SF₆-Gasgemisches gezeigt.

4.2.2 Bestimmung der Ätzraten

In Abhängigkeit von verschiedenen Plasmaparametern wurden die Ätzraten für den Ätzprozeß von Quarzscheiben im Ar / N₂ / SF₆-Reaktivgasgemisches durch Wägen bestimmt. Aus den in Tabelle 1 zusammengefaßten Ergebnissen geht hervor, daß je nach Plasmaparameter eine Ätzrate zwischen 8 mg / min (Volumenätzrate 17 mm³ / min) und maximal 73 mg / min bzw. (Volumenätzrate 159 mm³ / min) erreicht wird. Die höchste Ätzrate wird bei hoher Leistung erreicht. Eine Druckerhöhung ebenso wie eine höhere SF₆- Zumischung bewirken zunächst eine Abnahme der Ätzrate. Als Ursache dafür ist der hohe Elektroneneinfangquerschnitt des SF₆-Moleküls zu werten. Das führt schließlich dazu, daß durch die veränderte Elektronenbilanz bestimmte Anregungsprozesse und damit Reaktionspfade nicht mehr so effektiv ablaufen können. Die Folge sind andere Plasmadichten und eine geringere Radikalendichte. Jedoch scheint es, sowohl für einen bestimmten Druckbereich, als auch für eine bestimmte SF₆-Zumischung, ein Optimum in der Ätzrate zu geben. Dieses wird durch die in Kapitel 4.2.5 beschriebenen Ergebnisse deutlich.



Abb. 11: Vergleich der Emissionsspektren des Reaktivgasgemisches $Ar/N_2/Sf_6$ aufgenommen am Plasmatorch des IOM einerseits während des Ätzprozesses und andererseits ohne SiO₂-Substrat .



Abb. 12: Vergleich der Emissionsspektren aufgenommen am Plasmatorch des IOM einerseits und andererseits an der Plasmafackel des INP, beide während des Ätzprozesses eines SiO₂-Substrat .

Tab. 1: Ergebnisse der Ätzratenbestimmung für geätzte Quarzscheiben unter verschiedenen Plasmaparamete	rn.
Bei allen Messungen gleich sind 100 sccm N ₂ und 1000 sccm Ar (außer dort wo 560 sccm angegeben).	

SF ₆ [sccm]	Druck [mbar]	Leistung [W]	Ätzrate [mg / min.]	Ätzrate [mm ³ / min]
Leistungsvariation				
560	200	280	22	48
560	200	360	28	61
560	200	420	38	83

560	200	470	70	153	
560	200	500	73	159	
Gaszumisch-Variation (SF ₆) bei 200 und 800 mbar					
100	200	280	47	102	
150	200	280	49	107	
200	200	280	44	96	
300	200	280	29	63	
400	200	280	19	41	
560	200	280	22	48	
560	200	280	17	37	560 sccm Ar !
100	800	280	25	55	
300	800	280	21	46	
560	800	280	8	17	
Druckvariation bei 100 und 560 sccm SF ₆					
100	100	280	23	50	
100	200	280	41	89	
100	500	280	52	113	
100	800	280	25	55	
560	100	280	17	37	
560	200	280	22	48	
560	500	280	17	37	
560	800	280	8	17	

4.2.3 Korrelation der Ätzrate mit ätzempfindlichen Linienintensitäten und mit den Plasmaparametern

Ziel der Ätzratenbestimmung ist es, ätzrelevante Linien zu identifizieren, die als Indikator bzw. Parameter für die Ätzwirkung im Hinblick auf eine technologische Anwendung zur Prozeßkontrolle verwendet werden können. Dazu sind in Abb. 13 die Ergebnisse zweier Meßserien, bei denen Druck und SF₆-Gaszumischung variiert wurden, dargestellt. Zu sehen sind die relativen Linienintensitäten ätzrelevanter Si-, SiF-Linien und die der O-Linie. Untersucht werden sollte, inwiefern und ob die Linien mit der Ätzrate korrelieren.



Abb. 13: Korrelation der Intensitäten ätzrelevanter Linien bei verschiedenen Plasmaparametern. Zusätzlich sind die Linienintensitäten der Fluorlinien abhängig von den jeweiligen Plasmaparametern (Druck, Gaszumischung SF₆) dargestellt.

Werden die Intensitäten der ätzrelevanten Linien relativ zueinander in Abhängigkeit von der jeweiligen Ätzrate verglichen, so ist zu erkennen, daß die Intensitäten der Si-Linien nicht grundsätzlich mit den Ätzraten korrelieren. Die Intensitäten der SiF-Linien, geben jedoch die Variation der Ätzrate wieder. Es kann also davon ausgegangen werden, daß die SiF-Gruppe im Bereich von 4300 bis 4470 Å qualitativ die Ätzrate widerspiegelt und somit als Ätzsignal zur Verifizierung des Ätzprozesses verwendet werden kann. Ähnliches wie für die Si-Linien gilt auch für die O-Linie. Zusätzlicher Sauerstoff kann neben den im Plasmaätzprozeß gebildeten auch durch Reste im Reaktor und durch Leckströme vorhanden sein. Neben den ätzrelevanten Linien sind in Abb. 13 auch die Fluorlinien dargestellt. Fluorlinien wurden nachgewiesen, sie weisen jedoch nur geringe Intensitäten auf. Eine höhere SF₆-Zumischung und eine Erniedrigung des Druckes führen zu intensiveren Fluorlinien.

Um die Relevanz der SiF- Emission als Indikator für den Ätzprozeß genauer auch in Abhängigkeit der Plasmaparameter zu verifizieren, wurden die Intensitäten der SIF-Linien und ergänzend dazu die Linienintensität der Si-Linie bei 3905,5 Å in Abhängigkeit der verschiedenen Plasmaparameter bestimmt, ebenso wie die Variation der Ätzrate. Um den Vergleich verschiedener Meßserien möglich zu machen, wurden die Linienintensitäten jeweils auf Intensitäten von Stickstoff- und Argonemissionslinien normiert, die unabhängig vom jeweiligen Ätzprozeß sind. In Abb. 14 sind die Linien in einem Ätzspektrum gekennzeichnet, dessen Intensitäten ausgewertet und auch jene, die zur Normierung herangezogen worden.



Abb. 14: Darstellung der ausgewerteten ätzrelevanten Linien (Si, SiF) und der Argon- bzw. Stickstofflinien, dessen Intensitäten zur Normierung herangezogen wurden.

Die Ätzdauer betrug jeweils 2 Minuten. Während dieses Ätzprozesses stellte sich heraus, daß die Intensitäten der einzelnen Linien mit zunehmender Ätzdauer anstieg. Es wurde jeweils in der ersten und in der zweiten Minute während des Prozesses ein Spektrum aufgenommen. In Abb. 18 ist ein Beispiel von jeweils in der ersten und zweiten Minute ermittelten Intensitäten ätzrelevanter, normierter Linien dargestellt. Im folgenden wurden jeweils die Spektren ausgewertet, die in der zweiten Minute des Ätzprozesses aufgenommen wurden, da, wie aus Abb. 18 ersichtlich, der Ätzprozeß erst nach Ablauf von mind. 1 min effektiv einsetzt.



Abb. 15: Vergleich der normierten Intensitäten ätzrelevanter Linien aufgenommen jeweils in der ersten und zweiten Minute des Ätzprozesses von Quarzscheiben. Experimentelle Parameter: 1000 sccm Ar, 100 sccm N₂, 200 mbar, 280 W.

Abb. 16 gibt die Ergebnisse der Leistungsvariation wieder. Sowohl die Ätzrate als auch die Intensitäten der ätzrelevanten Linien nehmen mit zunehmender Leistung zu. Bei hohen Leistungen (ab 470 W) steigt die Ätzrate weniger stark an. Das bestätigt, daß durch den experimentellen Aufbau die Leistungseinspeisung begrenzt ist. Die Leistung wird über ein Koaxialkabel eingekoppelt wodurch die Leistungsverluste bei hohen Leistungen sehr hoch sind. Das Koaxialkabel erwärmt sich (vergleiche hierzu die Ausführungen in Kapitel 3.2).



Abb.16: Variation der Ätzrate und der ätzrelevanten Linienintensitäten mit der Mikrowellenleistung bei 1000 sccm Ar, 100 sccm N₂, 560 sccm SF₆, 200 mbar.

In Abb. 17 und Abb. 18 sind jeweils die Ergebnisse für die Variation des Gasmischungsverhältnisses Ar / SF₆ für zwei verschiedene Drücke (200 und 800 mbar) und des Druckes für zwei verschiedene SF₆-Flüsse (100 und 560 sccm) dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, daß bei abnehmender Zumischung die Ätzrate zunächst zunimmt. Jedoch scheint es, ein Optimum für die Ätzrate bei einer bestimmten Gaszumischung in Abhängigkeit vom Druck zu geben. Dies bestätigen ebenfalls die Ergebnisse in Abb. 18. Abhängig von der Gaszumischung bzw. dem Gasmischungsverhältnis ergibt sich bei einem bestimmten Druck ein Maximum in der Ätzrate.

Diese Ergebnisse lassen vermuten, daß die Ätzrate vom Partialdruck des SF₆ abhängig ist. Zur Überprüfung dieser Annahme wurde der jeweilige Partialdruck errechnet. In Abb. 19 ist das Ergebnis dargestellt.



Abb. 20: Verlauf der Ätzraten und der korrelierten Intensitäten ätzrelevanter Linien mit dem Gasmischungsverhältnis Ar/SF₆ bei zwei verschiedenen Drücken (200 und 800 mbar) 1000sccm Ar (außer bei 200 mbar und dem Verhältnis Ar/SF₆ gleich 1, hier betrug der Ar-Fluß 560 sccm) 100 sccm N₂, 280 W.



Abb. 21: Verlauf der Ätzrate und der korrelierten Intensitäten ätzrelevanter Linien in Abhängigkeit vom Druck bei zwei verschiedenen Gaszumischungen SF_6 (100 und 560 sccm), 1000 sccm Ar, 100 sccm N₂ und 280 W.



Abb. 19: Variation der Ätzrate mit dem Partialdruck SF₆. Berechnet auf Grund der Meßergebnisse in Abb. 17 und 18.

Als Fazit läßt sich aus diesen Meßergebnissen ableiten, daß es einen Bereich im Druck und in der Gaszumischung SF₆ gibt, der zu einer optimalen hohen Ätzrate führt. Bei zu hohem Partialdruck macht sich die verschlechterte Ladungsträgerbilanz bemerkbar, bei zu geringem Partialdruck ist die Dichte des reaktiven Ausgangsstoffes zu gering. Außerdem läßt sich die Ätzrate durch Variation der Leistung erhöhen.

4.2.4 Massenspektrometrische Untersuchungen

Die Untersuchungen der Ätzeffektivität wurden dirch aufgenommenen Massenspektren ergänzt. Im Rahmen dieses Berichtes sollen die Ergebnisse anhand zweier unterschiedlicher Ätzregimes dargestellt werden, die in Abb. 20 wie folgt charakterisiert sind:

weißes Spektrum:	geringere SF ₆ -Zumischung	Beispiel für höhere Ätzrate
graues Spektrum:	größere SF ₆ -Zumischung	Beispiel für geringere Ätzrate



Abb. 20: Massenspektren zweier verschiedener Prozeßgasgemische mit hoher (weiß) und geringer Ätzrate (grau). Das Feld unterhalb des Massenspektrums zeigt die Fragmentierung der neutralen Bestandteile im Spektrometer: Schwarzes Dreieck: Reaktiver Ausgangsstoff; verschiedene graue Dreiecke: neutrale Ätzprodukte.

Beide Spektren wurden bei 800 mbar aufgenommen.

Bei der Darstellung wurden die Peaks im Spektrum auf den Basispeak des SF₆ (SF₅⁺, m/z = 127) normiert. Zur besseren Übersicht befindet sich unterhalb des eigentlichen Massenspektrums ein Feld, in dem die Zuordnung der unterschiedlichen Peaks zu den Ausgangsstoffen verdeutlicht wird. So läßt sich z.B. ablesen, daß die dissoziative Ionisierung von SF₆ (Elektronenstoß bei 70 eV) zur Erzeugung von Massenlinien bei m/z 19 (F^+), m/z 51-53 (₂₈SF⁺, ₂₉SF⁺, ₃₀SF⁺), m/z 70-72 (₂₈SF₂⁺, ₂₉SF₂⁺, ₃₀SF₂⁺), m/z 89-91 (₂₈SF₃⁺, ₂₉SF₃⁺, ₃₀SF₃⁺), $m/z \ 108-110 \ (_{28}SF_4^+, \ _{29}SF_4^+, \ _{30}SF_4^+) \ und \ m/z \ 127-129 \ (_{28}SF_5^+, \ _{29}SF_5^+, \ _{30}SF_5^+) \ führt. \ Der$ Molekülpeak m/z 146 ist hier nicht dargestellt. Die Produkte des reaktiven Ausgangsstoffs sind schwarz eingezeichnet, die Ätzgasprodukte in Grautönen. Im Einzelnen lassen sich im Massenspektrum die Ätzprodukte SiF₄, SO₂F₂ und SOF₄ nachweisen. Auffällig ist, daß solche Linien, die nur durch das Vorhandensein von SF₆ auftauchen, in beiden Spektren, unabhängig von der Gaszumischung übereinstimmen. Die für den Ätzprozeß als charakteristisch angesehenen Linien (graue Dreiecke) zeigen systematisch einen größeren Anteil für die Gaszumischung, die eine höhere Ätzrate bewirkt. Die aufgenommenen Massenspektren bestätigen die Ergebnisse, die aus der Emissionsspektroskopie gezogen werden konnten.

5 Zusammenfassung

Im Rahmen des Projektes wurde die Brauchbarkeit von Mikrowellenplasmafackeln für den lokalen Abtrag optischer Quarzoberflächen nachgewiesen. Eine spezielle Mikrowellenplasmafackel mit axialer Gasinjektion wurde entwickelt und erfolgreich zum Einsatz gebracht. Neben sehr hohen Ätzraten sticht diese Lösung durch kontaminationsfreie geätzte Oberflächen hervor. Sie diente deshalb als Muster für weitere Plasmaquellen der Projektpartner.

Zur Analytik der verschiedenen CF4 bzw. SF6-haltigen Ätzgasplasmen dienten Verfahren der optischen Emissionsspektroskopie, Infrarot-Absorptionsspektroskopie und Neutralgasmassenspektrometrie. Die geätzten Oberflächen wurden durch XPS charakterisiert. Bei den Untersuchungen standen die Ermittlung von optimalen Betriebsparametern der Plasmaquelle und die Bestimmung von Plasmakenngrößen, die als Indikator für die Wirksamkeit des Ätzprozesses dienen, im Mittelpunkt.

Für unterschiedliche äußere Entladungsbedingungen wurden die Resultate der optischen und massenspektrometrischen Untersuchungen technologischen Zielparametern, wie z.B. der Ätzrate gegenübergestellt. Die Gasphase der Entladung wurde hinsichtlich ihrer neutralen und angeregten Bestandteile charakterisiert.

Die Ergebnisse zeigen, daß die Intensität der SiF-Emissionslinien empfindlich auf die Ätzrate reagiert. Diese können nicht nur als qualitative Entscheidungshilfe für den Ätzprozeß verwendet werden, sondern korrelieren auch quanitativ mit der Ätzrate in Abhängigkeit von den Plasmaparametern. Die SiF-Linien werden daher als Indikator für die Ätzwirkung zur Signalauswertung in einem technologischen Prozeß vorgeschlagen. Damit ist im Hinblick auf eine industrielle Anwendung ein Monitoring zur Prozeßkontrolle möglich.

In dem untersuchten Leistungsbereich (unterhalb 500 W) verhält sich die Ätzrate proportional zur applizierten Mikrowellenleistung. Bei weiterer Anhebung der Leistung wird die thermische Belastung des Substrates, insbesondere bei Standätzung jedoch zu stark.

Für den SF₆-Partialdruck ergibt sich eine maximale Ätzrate für den Bereich um 30 mbar.

Die hier erzielten Ergebnisse weisen eindeutig der SiF-Emission die beste Eignung als ätzempfindlichem Parameter zu. Dies steht in gewissem Gegensatz zu Ergebnissen, die beim Ätzen von SiO₂ in Niederdruckverfahren gewonnen wurden, welche der Fluoremission (z.B. bei 7037) diese Rolle zuweisen (vgl. z.B. 7-9]. Hieraus ergibt sich ein Hinweis, daß die Gasphasenchemie bzw. Oberflächenreaktionen hier in veränderter Form ablaufen. Weiterführende Untersuchungen sollten ansetzen bei dem systematischen Vergleich der SiF-Emission mit den zwar beobachteten, aber nicht sehr intensiven und wenig korrelierten Emissionen von atomarem Fluor.

6 Literatur

- [1] Moisan, M., Sauvé, G. Zakrzewski, Z. and Hubert, J., Plasma Sources Sci. Technol. 3 (1994) 584
- [2] Zander, A.T. and Hieftje, G.M., Appl. Spectrosc. 35 (1981) 357
- [3] Goode, S.R. and Baughmann, K.W. Appl. Spectrosc. 38 (1984) 755
- [4] Mitsuda, Y., Yoshida, T. and Akashi, K. Rev. Sci. Instrum. 60 (1989) 249
- [5] Foest, R. und Ohl, A. 1. Zwischenbericht BMBF Projekt "Lokales Ätzen" 13N7860, 1997
- [6] Foest, R. und Ohl, A. Jahresbericht BMBF Projekt "Lokales Ätzen" 13N7860, 1997
- [7] d'Agostino R. and Flamm D.L., J. Appl. Phys. 52 (1), (1981) 162
- [8] Premachandran, V., Appl. Phys. Lett. 58 (15), (1991) 1600
- [9] Suganomata, S., Ishikawa, I., Tanaka, J., and Ozaki, H., Jap. J. Appl. Phys. 30 (1), (1990) 180