

Schlussbericht
des Teilvorhabens
Energie- und Teilcheneinstrom - Basisparameter der
plasmagestützten Deposition optischer Schichten
PluTO_PlasmaBasis
im Verbundvorhaben
Plasma und Optische Technologien
PluTO

Förderkennzeichen: 13N10462
Berichtszeitraum: 01.05.2009 - 30.04.2014
Autoren: Rüdiger Foest, Jens Harhausen
Datum: 14. November 2014
Ansprechpartner: Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V.
Prof. Dr. Klaus-Dieter Weltmann
Felix-Hausdorff-Straße 2
17489 Greifswald
Tel.: +49 (0) 3834 554 300
Fax: +49 (0) 3834 554 301
E-Mail: weltmann@inp-greifswald.de



**Bundesministerium
für Bildung
und Forschung**

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 13N10462 gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	4
Tabellenverzeichnis	12
1 Aufgabenstellung	13
2 Voraussetzungen zur Durchführung des Vorhabens	15
3 Wissenschaftlicher und technischer Stand	19
4 Planung und Ablauf des Vorhabens	21
5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen	30
6 Ergebnisse	31
6.1 Anlagentechnik	31
6.1.1 Aufbau zur Untersuchung des PIAD-Verfahrens	31
6.1.2 Aufbau zur Untersuchung einer IBS-Ionenquelle	32
6.2 Methoden zur Analytik des Depositionsprozesses	35
6.2.1 Temperatursensoren und aktive Thermosonde	35
6.2.2 Langmuir Sonde	36
6.2.3 Gegenfeld-Energie-Analysator	37
6.2.4 Optische Emissionsspektroskopie und Thermographie	39
6.2.5 Massenspektrometrie und Plasmamonitoring	42
6.2.6 Spektralphotometrie	45
6.3 Erkenntnisse zum Entladungsmechanismus des PIAD-Prozesses	46
6.4 Detailergebnisse der Prozessanalytik	52
6.4.1 Elektronenparameter	52
6.4.2 Ionenparameter	60
6.4.3 Optische Emission	69
6.4.4 Substrat-Einströmungen	78
6.5 Steuerung und Regelung von PIAD-Prozessen	86
6.5.1 Bearbeitete Schichtsysteme	87
6.5.2 Anlagen-Konditionierung	88
6.5.3 Reproduzierbarkeit im konventionellen Betrieb	94
6.5.4 Implementierung einer innovativen Regelung der Ionenstrahl-Leistung	98
6.5.5 Monitor-Diagnostik	102
6.5.6 In-situ Diagnostik-basierte Regelung	109
6.6 Charakterisierung einer IBS-Ionenquelle	111
6.6.1 Grundlagen	112
6.6.2 Geometrie des Ionenstrahls	116
6.6.3 Zeitliche Stabilität der Strahlleistung	121
6.6.4 Schlussfolgerungen für den Betrieb der Ionenquelle im IBS-Verfahren	122

7 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	124
8 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	125
9 Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit entsprechend Verwertungsplan	126
10 Während der Durchführung bekannt gewordener Fortschritt bei anderen Stellen	128
11 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen	129
11.1 Publikationen in Journalen	129
11.2 Konferenzbeiträge	129
11.3 Berichte und Lehre	131
11.4 Geplante Veröffentlichungen	131
Literaturverzeichnis	132

Abbildungsverzeichnis

1	Strategie des PluTO-Verbunds.	21
2	Gantt-Plan des Teilvorhabens im PluTO-Verbund.	25
3	PIAD-Anlage SYRUS LC-3 der Leybold Optics GmbH während der Installation am INP.	33
4	Aufbereiteter Rezipient der SYRUS LC-3 mit Plasmaquelle APS, Elektronenstrahlverdampfer und Heizstrahlern; ohne Bodenabdeckung.	33
5	Schleifkontakte zur Anbindung von Messtechnik auf rotierender Kalotte.	33
6	Horizontaler Manipulator mit Kippvorrichtung – hier mit GFEA ausgerüstet.	33
7	Eingangsblende des Plasmamonitors oberhalb der Kalotte.	34
8	Rezipient der PIAD-Anlage mit wesentlichen Komponenten für den Experimentierbetrieb.	34
9	Vakuumkammer zur Untersuchung einer IBS-Ionenquelle.	35
10	Manipulator zur Positionierung der Messtechnik vor dem Extraktionsgitter der IBS-Quelle.	35
11	Technische Ausführung der aktiven Thermosonde(links). Der Sensor (rechts) ist unterteilt in <u>K</u> ompensationsteil und den eigentlichen <u>M</u> essbereich.	36
12	Typische Form einer Strom-Spannungs-Charakteristik einer einfachen Langmuir-Sonde.	37
13	Aufbau des GFEA: A - Frontplatte(Edelstahl), B - Gitterfolie(Nickel), C - Isolator(Glimmer), D - Kontaktplatte(Nickel), E - Distanzstück, F - Kollektor(Nickel).	38
14	Konfiguration der Potentiale der einzelnen Gitter. Typische Spannungswerte mit $U_j = \Phi_j - \Phi_f$: $U_2 = -100\text{ V}$, $U_3 \in [-10; 250]\text{ V}$, $U_4 = -120\text{ V}$, $U_C = -60\text{ V}$	38
15	Strom-Spannungs- Charakteristik.	39
16	Ionengeschwindigkeitsverteilung zu Kennlinie aus Abb. 15.	39
17	Technische Umsetzung des in Abb. 13 skizzierten Aufbaus.	39
18	Vertikale Sichtgeometrie zur Beobachtung der APS-Kathode.	40
19	Horizontale und vertikale Sichtgeometrie zur orts aufgelösten optischen Emissionsspektroskopie des Expansionsbereichs. Die Lage der horizontalen Sichtlinien kann mittels Manipulator variiert werden.	40
20	Links: Konstruktion des Optikkopfes zur simultanen Aufzeichnung optischer Emission aus fünf Sichtlinien. Rechts: Technische Realisation. Unterhalb der Mehrfachoptik befindet sich eine einfachere Kollimatoroptik, die mit einer Kanülenkassette gegen Beschichtung geschützt ist.	41
21	Strahldichte-Normal Labsphere USS-800S-035 [21] zur Kalibrierung der spektroskopischen Diagnostiken.	42
22	Spektrale Strahldichte des Kalibrations-Normals aus Abb. 21.	42
23	Rekonstruktion der lokalen Emission durch Algorithmen zur Anpassung der Strahldichtedaten.	43
24	Anpassung des Strahldichteprofiles mittels einer analytischen Funktion.	43
25	Massenspektrum aufgenommen während der Depositionsphase eines TiO_2 -Prozesses in logarithmischer Darstellung. Zur Zuordnung der Komponenten siehe Tabelle rechts.	44

26	Zeitlicher Verlauf von MS-Signalverhältnissen im PIAD-Prozess: $\text{Ar}^{2+}/\text{Ar}^+$ (links) und O^+/O_2^+ (rechts).	44
27	Aufbau des verwendeten Plasmamonitor <i>Hidden EQP</i> (nach [23]).	45
28	Schnittbild der APS (nicht maßstabsgetreu) und elektrische Verschaltung der Kathodenheizung und der Elektroden.	47
29	Maßstabsgerechte Darstellung der APS. Die Pfeile markieren die Positionen der Gaseinlässe. Zur Bezeichnung der Komponenten siehe Abb. 28.	47
30	Verlauf des Magnetfelds auf der Symmetrieachse der APS.	49
31	Verteilung des Magnetfelds innerhalb und ausserhalb der APS. Senkrecht zu den Feldlinien sind Konturlinien eingezeichnet.	49
32	Verlauf des Elektronendrucks p_e und des Plasmapotentials U_p im nahen Innen- und Aussenbereich der APS auf der Symmetrieachse.	49
33	Schema der Teilchenflüsse und Potentialverhältnisse in und vor der APS.	50
34	Verfärbungen der Oberflächen von Kathode (links) und Anode (rechts) zeigen die heterogene und variable Beschaffenheit der Elektroden. Zudem wird das Kathodenmaterial im Betrieb abgetragen, was in der Abweichung zur zylindrischen Form sichtbar wird.	51
35	Drift einiger APS-Parameter während des Betriebs mit unterschiedlichen Gasmischungen.	51
36	Schematischer Querschnitt der PIAD-Anlage mit Angabe des verwendeten Koordinatensystems.	53
37	Verläufe des Plasma- und des Floatingpotentials im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in halb-logarithmischer Darstellung.	54
38	Verlauf der Elektronendichte im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in doppelt-logarithmischer Darstellung.	54
39	Verlauf der effektiven Elektronentemperatur im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in halb-logarithmischer Darstellung.	54
40	Lokale Elektronenwahrscheinlichkeitsverteilung auf der z -Achse, skaliert mit der Elektronendichte.	55
41	Nichtlokale Elektronenwahrscheinlichkeitsverteilung auf der z -Achse, skaliert mit der Elektronendichte, neben Modellfunktion.	55
42	Potentialverläufe auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	56
43	Profile der Elektronendichte auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	56
44	Profile der effektiven Elektronentemperatur auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	56
45	Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	56
46	Potentialverhältnisse auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	57
47	Verlauf der Elektronendichte auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	57
48	Verlauf der effektiven Elektronentemperatur auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	58

49	Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.	58
50	Potentialverläufe auf der z -Achse bei unterschiedlichem Kammerdruck. . .	59
51	Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) bei unterschiedlichem Kammerdruck.	59
52	Potentialverläufe auf der z -Achse für Zumischung molekularer Gase und hohen Druck.	59
53	Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) für Zumischung molekularer Gase und hohen Druck.	59
54	Typische Form der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$, bestehend aus drei Komponenten.	62
55	Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ mit der Bias-Spannung U_B	62
56	Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ in Abhängigkeit vom Gasflussverhältnis in der Quelle.	63
57	Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ bei unterschiedlicher Kathoden-Heizleistung P_H	63
58	Einfluss des Kammerdrucks auf den niederenergetischen Teil der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$	64
59	Minimierung der niederenergetischen Komponente der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ durch Druckreduktion im Rezipienten.	64
60	Entwicklung der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ mit zunehmendem Abstand zur Quelle.	65
61	Verhältnis der Dichten der nieder- und hochenergetischen Ionenkomponenten in Abhängigkeit von der Entfernung zur Quelle.	65
62	Gegenüberstellung der Ionengeschwindigkeitsverteilungen $f(v_i)$ für nahe und ferne Positionen zur Quelle.	65
63	Das Verhältnis der Dichten der nieder- und hochenergetischen Ionenkomponenten zwischen Quelle und Substrat.	65
64	Vergleich der Ionengeschwindigkeitsverteilungen $f(v_i)$ aus dem Experiment und der Modellierung der Strahlausbreitung.	66
65	Gegenüberstellung der Geschwindigkeitsverteilungen der Ionen und der Neutralen aus der Modellrechnung.	66
66	Polarverteilungen der Flussdichte der kinetischen Energie der Ionen j_E für unterschiedliche Kathoden-Heizleistungen P_H und Spulenströme I_C : mittlere Bias-Spannung U_B	67
67	Polarverteilungen der Flussdichte der kinetischen Energie der Ionen j_E für unterschiedliche Kathoden-Heizleistungen P_H und Spulenströme I_C : hohe Bias-Spannung U_B	67
68	Vergleich der experimentell ermittelten Ionenstrahl-Leistung J_E aus unterschiedlichen Konfigurationen mit dem Ansatz eines Skalierungsgesetzes bezogen auf die APS-Betriebsparameter (U_B, U_D, I_D, I_C).	68
69	Emissionsspektren aus vertikaler Beobachtung der Kathode ohne und mit Plasmabeitrag.	70

70	Schätzwert und Unsicherheit des spektralen Emissionsgrades $\alpha(\lambda)$ des Kathodenmaterials.	70
71	Kathodentemperatur in Abhängigkeit der Heizleistung ohne Plasmabetrieb, jeweils abgeleitet aus der Emission im optischen und infraroten Spektralbereich.	70
72	Abhängigkeit der Kathodentemperatur von der Entladungsleistung.	71
73	Zunahme der Kathodentemperatur durch Plasmaeinwirkung in Abhängigkeit von der Entladungsleistung.	71
74	Radiale Verteilung der Emission ausgewählter Linien in der Horizontalebene $z = 10$ cm im Ar+He-Fall.	73
75	Axiale Verteilung der Emission ausgewählter Linien im Ar+He-Fall.	73
76	Ratenkoeffizienten zur Anregung aus dem Grundzustand in den Ausgangszustand der untersuchten Emission, basierend auf [40, 41]	73
77	Verhältnisse der Anregungsratenkoeffizienten aus Abb. 76.	73
78	Abschätzung der Elektronentemperatur aus den angegebenen Linienverhältnissen. Zu (*) siehe Text.	74
79	Abschätzung der Elektronendichte aus den angegebenen Linienverhältnissen. Zu (*) siehe Text.	74
80	Amplitude der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.	75
81	Halbwertsbreite des Gaussprofils der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.	75
82	Verschiebung zur Symmetrieachse der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.	76
83	Hintergrund-Strahldichte relativ zur Amplitude der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.	76
84	Amplitude der Emission basierend auf den Daten aus den Abbildungen 80 und 81.	77
85	Halbwertsbreite des Gaussprofils der Emission basierend auf den Daten aus den Abbildungen 80 und 81.	77
86	Auswahl spezifischer Linienverhältnisse.	77
87	Auswahl spezifischer Linienverhältnisse.	77
88	Dichten der ArI-2p-Zustände aus Experiment und Stoß-Strahlungs-Modell.	78
89	Neutraldichte und Ionisationsgrad als Ergebnis des Stoß-Strahlungs-Modells unter Berücksichtigung der experimentell bestimmten Elektronendichte.	78
90	Vergleich der Polarprofile der Energieflussdichte basierend auf ATS und GFEA für mittlere Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.	79
91	Vergleich der Polarprofile der Energieflussdichte basierend auf ATS und GFEA für hohe Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.	79
92	Energieflussdichte der ATS in Abhängigkeit der Entladungsleistung für unterschiedliche Gasmischungen bei hoher Bias-Spannung (Position: Dampfblende).	80

93	Energieflussdichte der ATS am Ende des Beschichtungsprozesses im Verlauf einer Serie (Position: Dampfblende).	82
94	Energieflussdichte der ATS gegenüber dem Brechungsindex der Serie aus Abb. 93 (Position: Dampfblende).	82
95	Energieflussdichte der ATS gegenüber der optischen Shift der Serie aus Abb. 93 (Position: Dampfblende).	82
96	Massenspektrum ionischer Spezies aufgezeichnet durch den Plasmamonitor im PIAD-Prozess bei mittlerer Bias-Spannung.	84
97	Energiespektren des PM für neutrales und einfach geladenes Argon bei mittlerer Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.	84
98	Energiespektren des PM aller detektierbaren positiven Argon-Ionen in Ar/O ₂ -Plasma bei niedriger Bias-Spannung.	84
99	Energiespektren des PM aller detektierbaren positiven Sauerstoff-Ionen in Ar/O ₂ -Plasma bei niedriger Bias-Spannung.	85
100	Vergleich der Daten des PM und des GFEA auf der Skala der Geschwindigkeitsverteilung in Ar-Plasma bei niedriger Bias-Spannung.	85
101	Energiespektren des PM für Ar ⁺ aus einer Serie von Einzelmessungen in Ar-Plasma bei niedriger Bias-Spannung.	86
102	B270 Substrate : TiO ₂ , Al ₂ O ₃ , SiO ₂ (v.l.n.r.).	88
103	Mit TiO ₂ beschichteter Silizium-Wafer zur Bestimmung der Schichtspannung.	88
104	Spektrale Transmission der niedrigbrechenden Materialien MgF ₂ und SiO ₂ (in einem Doppelschichtsystem).	88
105	Spektrale Transmission der mittel- und hochbrechenden Materialien Al ₂ O ₃ und TiO ₂	88
106	Zeitverläufe von Entladungs- und Heizleistung und der resultierenden Temperaturen nahe der Wand und am Substrat.	90
107	Zeitverläufe von elektrischen Leistungen und Temperaturen aus Experiment zur Angleichung der Werte vor der Wand und am Substrat.	90
108	Gegenüberstellung der Temperaturverläufe vor der Wand, am Substrat und an der Kalotte.	91
109	Zeitverläufe von elektrischen Leistungen und der wandnahen Temperatur im Beschichtungsprozess.	91
110	Relativer Wassergehalt des Restgases während der Depositionsphase für unterschiedliche Anlagenzustände.	92
111	Relativer Wasserstoff- und Fluor-Gehalt des Restgases während der MgF ₂ -Deposition im Verlauf einer Beschichtungsserie.	92
112	IVDF bei identischen APS-Parametern (U_B niedrig) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.	93
113	IVDF bei identischen APS-Parametern (U_B hoch) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.	93
114	Polarprofile der Energieflussdichte bei identischen APS-Parametern (U_B variiert) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.	94
115	Strahlformparameter zu $j_E(\vartheta)$ aus Abb. 114.	94
116	Mittelwerte des Entladestroms und des Spulenstroms in der Depositionsphase, sowie die erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 55.	96

117	Mittelwerte von Entlade-Spannung und -Strom und der Substrattemperatur in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 70.	96
118	Mittelwerte von Entlade-Spannung und -Strom und des Gasflussverhältnisses in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 78. Nach Charge 5 erfolgte ein Wechsel der Anode.	97
119	Mittelwerte der Kathoden-Heizleistung und des Gasflussverhältnisses in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 81.	97
120	Abweichung vom jeweiligen Mittelwert, sowie die Serienstreuung der Brechwerte aus den in Abb. 116 bis Abb. 119 dargestellten Serienexperimenten.	98
121	Über die Depositionsphase gemittelte APS-Parameter und resultierende Brechwerte des Serienexperiments 128 nach J_E -Regelung.	99
122	Erreichte Reproduzierbarkeit der Beschichtungsserien nach konventioneller Steuerung (siehe Abschnitt 6.5.3) und J_E -Regelung.	99
123	Brechwerte TiO_2 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung. Ergebnisse eines analogen Versuchs des IOF zeigen die Übertragbarkeit der J_E -Regelung.	101
124	Schichtspannung TiO_2 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung (siehe auch Abb. 123). Es fehlen Chargen aufgrund Beschädigung einiger Si-Wafer.	101
125	Zeitlicher Verlauf der Bias-Spannung in der Beschichtungsphase für niedrige und hohe Plasmastützung aus Serienexperiment zur J_E -Variation (siehe auch Abb. 123).	101
126	Anpassung der Bias-Spannung in Abhängigkeit der Plasmastützung aus Serienexperiment zur J_E -Variation (siehe auch Abb. 123).	101
127	Brechwerte Al_2O_3 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung.	102
128	Schichtspannung Al_2O_3 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung (siehe auch Abb. 127).	102
129	Reproduzierbarkeit des Brechwerts TiO_2 aus Serienexperiment zum Vergleich der U_B/I_D -Steuerung mit der J_E -Regelung (Daten: IOF).	102
130	Reproduzierbarkeit der Schichtdicke TiO_2 aus Serienexperiment zum Vergleich der U_B/I_D -Steuerung mit der J_E -Regelung (Daten: IOF).	102
131	Zeitverläufe des Detektor-Signals für atomare und molekulare Gase in der Depositionsphase eines repräsentativen PIAD-Prozesses.	104
132	Zeitverläufe des Detektor-Signals für Argon in der Depositionsphase aus PIAD-Prozessen mit nominell identischen Gasflüssen.	104
133	Zeitverläufe des Detektor-Signals für Wasser in der Depositionsphase aus PIAD-Prozessen mit identischer Plasmastützung (siehe auch Abschnitt 6.5.4).	105
134	Zeitverläufe des relativen Wassergehalts des Prozessgases aus PIAD-Prozessen mit identischer Plasmastützung (siehe auch Abschnitt 6.5.4).	105
135	Messreihen zur Elektronendichte in der Substratebene mittels Langmuir- und Multipolresonanz-Sonde während eines PIAD-Prozesses.	106
136	Daten der Multipolresonanz-Sonde zur Elektronendichte neben den APS-Parametern Entladungs-Spannung und -Strom.	106

137	Radialprofil der Elektronendichte in Kalottennähe bestimmt mit Langmuir-Sonde und Multipolresonanz-Sonde in einem Argon-Plasma.	107
138	Radialprofile der Elektronendichte in verschiedenen Horizontalebene bestimmt mit der Multipolresonanz-Sonde in einem Argon/Sauerstoff-Plasma.	107
139	Daten aus 138 in zweidimensionaler Darstellung.	107
140	Strahldichte am APS-Auslass für Argon- und Sauerstoff-Spezies in einem TiO ₂ -Prozess.	108
141	Vergleich zwischen den Ergebnissen der Massenspektrometrie und Emissionsspektroskopie zu Wasserstoff in einem TiO ₂ -Prozess.	108
142	Das spezifizierete Strahldichteverhältnis \mathcal{R}' in zwei nominell identischen TiO ₂ -Prozessen.	109
143	Das Strahldichteverhältnis \mathcal{R}' in Relation zu effektiver Elektronentemperatur und Dichte vor der Plasmaquelle bei Variation der Kathodenheizleistung.	109
144	Gegenüberstellung von Brechwert und OES-Monitorsignal \mathcal{R}' einer Depositionsserie von Al ₂ O ₃ mit Substratposition auf mittlerem Kalottenradius.	110
145	Gegenüberstellung von Brechwert und OES-Monitorsignal \mathcal{R}' einer Depositionsserie von Al ₂ O ₃ mit Substratposition auf äusserem Kalottenradius.	110
146	Typischer Zeitverlauf des OES-Monitorsignals \mathcal{R}' in der Depositionsphase bei konstanter Kathodenheizleistung.	111
147	Stabilisierung des OES-Monitorsignals \mathcal{R}' durch Anpassung der Kathodenheizleistung.	111
148	Schematische Darstellung der Anordnung zur Erzeugung eines Ionenstrahls, bestehend aus Plasmaquelle, Gittersystem und Rezipient mit Neutralisator.	113
149	Berechnete Ionen-Trajektorien für unterschiedliche Plasmadichten und Strahlströme. Links: Plasmadichte zu niedrig; Mitte: angepasste Parameter, sodass 80% des Strahlstroms innerhalb der Divergenz < 20 mrad; Rechts: Plasmadichte zu hoch (nach [45]).	114
150	Abhängigkeit der minimal erreichbaren Divergenz von der Iontemperatur (nach [45]) für eine bestimmte Extraktionsanordnung.	114
151	Schematische Darstellung verschiedener Gitter-Geometrien.	115
152	Radialprofil der Energieflussdichte in zwei Ortsauflösungen zum Vergleich.	116
153	Amplitude des Strahlprofils für unterschiedliche Ionenenergien bei sonst unveränderten Parametern.	116
154	Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei niedriger Ionenenergie.	117
155	Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei mittlerer Ionenenergie.	117
156	Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Distanzen zum Gittersystem.	118
157	Amplitude der Radialprofile für unterschiedliche Ionenenergien als Funktion des Abstands zum Gittersystem. Die Verschiebung der Kurven auf der Abzisse dient der Unterscheidbarkeit.	118
158	Halbwertsbreite der Radialprofile für unterschiedliche Ionenenergien als Funktion des Abstands zum Gittersystem. Die Verschiebung der Kurven auf der Abzisse dient der Unterscheidbarkeit.	119

159	Entwicklung der Strahlleistung mit dem Abstand zum Gittersystem aufgrund der Strahl-Divergenz und Strahl-Dämpfung, basierend auf Daten analog Abb. 156.	119
160	Vergleich der Radialprofile der Energieflussdichte (nur Fit-Funktion) für den Betrieb der Quelle mit Argon und Sauerstoff bei identischen Strahl-Spannungs- und Stromwerten.	120
161	Amplitude des Strahlprofils für unterschiedliche Ionenenergien bei sonst unveränderten Parametern für Argon und Sauerstoff.	120
162	Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei mittlerer Ionenenergie bei Verwendung des 3-Fokus Gitters.	120
163	Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Gittersysteme bei vergleichbarer Strahlleistung.	120
164	Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Distanzen zum Gittersystem (3-Fokus).	121
165	Entwicklung der Strahlleistung mit dem Abstand zum Gittersystem aufgrund der Strahl-Divergenz und Strahl-Dämpfung, basierend auf Daten analog Abb. 162.	121
166	Zeitliche Variation der Strahlleistung an der Messposition für zwei Regelungs-Modi: konstanter Strahlstrom gegenüber konstanter Anregungsleistung des Quellplasmas. Die Linie dient jeweils nur zur Verdeutlichung der Zugehörigkeit der Datenpunkte und zeigt den vermuteten zeitlichen Verlauf von $J_{E,ATS}$	122

Tabellenverzeichnis

1	Auflistung der für das Vorhaben wesentlichen Schutzrechte.	20
2	Übersicht zu Arbeitspaketen des Gesamtverbunds.	21
3	Bereiche der APS-Betriebsparameter.	47
4	Auswahl von Serienexperimenten zur Optimierung der Reproduzierbarkeit von TiO ₂ -Einfachschichten ($d = 200$ nm).	95
5	Bedeutung der Symbole/Betriebsparameter zur Untersuchung der IBS- Ionenquelle.	115
6	Finanzdaten des Teilvorhabens im Verbundprojekt PluTO, Zeitraum 5/2009-4/2014.	124

1 Aufgabenstellung

Die übergeordnete Motivation zur Umsetzung des Pilotvorhabens *Plasma und Optische Technologien* (PluTO) ist die Verknüpfung der Expertisen aus den Feldern der Optik- und Plasmaforschung. In einer Vielzahl von Sparten stellen optische Technologien die Schlüsselkomponenten der jeweiligen Anwendungen bereit. Beispielhaft seien die Bereiche Datenübertragung, Lasertechnik, Bildgebung, Messtechnik, Ophthalmik, sowie Gläser und Kunststoffe in Gebäuden und Fahrzeugen genannt. Die gewünschten Eigenschaften der optischen Komponenten werden neben der Qualität der eingesetzten Werkstoffe und Präzision der geometrischen Parameter maßgeblich von der Güte der Oberflächen bestimmt. Die angestrebten Abbildungseigenschaften und spektralen Charakteristika werden mittels nanostrukturierter Oberflächen oder der Aufbringung von komplexen Schichtsystemen (Interferenzoptik) auf die optischen Komponenten erreicht. Das letztgenannte Konzept nimmt mit Abstand den größten Teil des Marktvolumens der Optikvergütung ein. Hiermit können vielfältige spektrale Eigenschaften, vereinfachend den Kategorien dielektrische Spiegel, Entspiegelung und allgemein Filterfunktionen zuzuordnen, vom extremen Ultraviolett (EUV) bis in den Infrarotbereich (MIR), realisiert werden. Daneben dienen Beschichtungen ebenso der Versiegelung und als Schutz vor mechanischen Einflüssen. Neben klassischen Verfahren wie der thermischen Bedampfung oder nasschemischen Konzepten dominieren plasmatechnische Prozessvarianten.

Die Plasmatechnologie bietet eine Reihe von Verfahren, die sich für die Herstellung von optischen Schichten eignen. Von besonderer Bedeutung für die Präzisionsoptik sind die plasma-ionen gestützte Deposition (plasma ion assisted deposition - PIAD) und das Ionenstrahlzerstäuben (ion beam sputtering - IBS). Die spezifischen Eigenschaften der Plasmen als Stoffwandler und Energieträger eröffnen ein weites Feld zur Einrichtung von Beschichtungsprozessen. Der breiten Anwendung von Plasmaprozessen auch in anderen Anwendungsfeldern, steht ein bisher zurückhaltendes Interesse bezüglich der plasmaphysikalischen Vorgänge gegenüber. Der hohe Stand der Dünnschichtoptik – sowohl in Forschung, als auch in der Industrie - konnte mittels empirischer Herangehensweisen erreicht werden. Hierbei wurden Schichteigenschaften und Kontrollgrößen der Beschichtungsprozesse in Beziehung gesetzt. Eigenschaften der das Schichtwachstum wesentlich beeinflussenden Plasmen blieben weitgehend unbestimmt. Steigende Ansprüche bezüglich Qualität, Wiederholbarkeit und Ausbeute haben jedoch gezeigt, daß die etablierte Methodik zur Optimierung an ihre Grenzen stößt. Diese Diskrepanz zwischen hohen Ansprüchen bezüglich der optischen Anwendungen und der bisher ungenutzten Möglichkeiten der Optimierung von Erzeugung und Eigenschaften der Prozessplasmen ist als Defizit mit dringendem Handlungsbedarf erkannt worden.

Der Fokus des Projekts PluTO liegt auf der Förderung von Synergien zwischen den bereits praktisch verbundenen aber nicht das volle Potenzial der jeweiligen Detailkenntnisse und Methoden ausschöpfenden Technologiebereiche. In dem Verbund sind ausgewiesene Experten der Dünnschichtoptik – *Fraunhofer-Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik* (IOF) und *Laserzentrum Hannover* (LZH) – sowie Forschungseinrichtungen mit Spezialisierung auf Niedertemperaturplasmen – Lehrstühle der *Ruhr-Universität Bochum* (RUB) und das *Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e. V.* (INP) – vertreten. Die genannten Partner bearbeiten die Themen der Herstellung präziser Dünnschichtoptik und die Charakterisierung und Modellierung der eingesetzten Plasmen. Daneben ist das *Bremen Center for Computational Materials Science* (BCCMS) der *Universität*

Bremen mit der Modellierung der Schichtkondensation beteiligt. Die Hauptaufgabe des Verbunds ist die Herstellung einer gemeinsamen Basis durch Austausch der jeweiligen Fachkenntnisse und darüber die Untersuchung und Optimierung der Beschichtungsprozesse unter Einbeziehung der plasmaphysikalischen Charakterisierung durch experimentelle und modellbasierte Methoden. Die Arbeitsziele sind den folgenden Aspekten zugeordnet:

- Reproduzierbare und flexible Fertigung
- Verbesserte Schichtqualität
- Aufhebung technologischer Begrenzungen und neuartige Prozesse
- Verbesserte prozessbegleitende Plasmacharakterisierungsverfahren
- Detailliertes plasmatechnisches Verständnis

Das Teilvorhaben des INP widmet sich der differenzierten Analyse der auf die Oberfläche der wachsenden Schichten einwirkenden Ionen-, Neutralteilchen, und Energieeinströmungen. Die Charakterisierung des Plasmas wird begleitet von der Bestimmung der mechanischen und optischen Schichteigenschaften mit dem Ziel der Identifizierung von Korrelationen zwischen makroskopischen Prozessparametern, internen Plasmakenngrößen und der resultierenden Schichtqualität. Der Schwerpunkt der Arbeiten liegt auf der Analyse des PIAD-Prozesses, wobei Konzepte der Plasmacharakterisierung ebenfalls für weitere innerhalb des Verbunds zu untersuchende Plasmaverfahren eingesetzt werden sollen. Als wesentliche Aufgaben des Teilvorhabens stehen der Aufbau einer PIAD-Anlage nach industriellem Standard, die Ausrüstung dieser Anlage mit entsprechender Prozess- und Plasmaanalytik und der Erwerb der notwendigen Fachkenntnisse zur Herstellung und Charakterisierung der im Verbund definierten Dünnschichtsysteme. Die Ergebnisse der Plasma- und Schichtanalysen dienen der Identifizierung der Mechanismen der Generation und Wirkung des Plasmas, der Implementierung neuartiger Prozessführungsstrategien ebenso, wie der Unterstützung von Aktivitäten zur Modellierung des Plasmas und des Schichtwachstums. Weiterhin sieht das Teilvorhaben die Erprobung innovativer SONDENSYSTEME, die für den Einsatz in Produktionsprozessen geeignet sind, vor. Mit dieser Aufgabenverteilung soll das Teilvorhaben eine Brückenfunktion zwischen Optik- und Plasmatechnologie einnehmen.

2 Voraussetzungen zur Durchführung des Vorhabens

Das Verbundprojekt PluTO wurde initiiert als Pilotvorhaben zur Förderung von Vernetzung und Synergie zwischen Optik- und Plasmaforschung. Die im Verbund zusammengeschlossenen Partner sollten ein breites Spektrum von der Herstellung und Charakterisierung von Präzisionsoptik einerseits, sowie der Expertise bezüglich Niedertemperaturplasmen und Dünnschichten andererseits, abdecken. Daneben sollte für die erfolgreiche Verwertung ein enger Kontakt zur Industrie gewährleistet werden. Diese Ansprüche sollten durch die folgend kurz skizzierte Aufstellung des Verbunds erfüllt werden:

1. Fraunhofer Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik (IOF)

Das IOF betreibt die Entwicklung von optischer Systemtechnik von der Erzeugung über die Führung und Manipulation bis zur Anwendung des Lichts. Die am Verbundprojekt beteiligte Abteilung *Optische Schichten* ist spezialisiert auf die Herstellung und Charakterisierung von dünnen Schichten für die Optik. Für die Beschichtung unter industrienahen Bedingungen stehen mehrere hochentwickelte Verdampfungs- und Inline-Sputteranlagen für Anwendungen in den Spektralbereichen EUV, VUV, VIS und IR zur Verfügung. Im Rahmen des Verbundvorhabens gilt das Hauptinteresse der Untersuchung und Verbesserung des PIAD-Verfahrens. Hierzu trägt das IOF maßgeblich zur Vermittlung des Stands der Technik als Ausgangspunkt der Forschung im Verbund bei. Substantiell für die Projektziele sind umfangreiche Erfahrungen in der Realisierung von Schichtsystemen und der Bestimmung von spezifischen Materialgrößen unter Verwendung einer breiten Palette von Analytikverfahren (Spektralphotometrie, FTIR-Spektroskopie, Röntgendiffraktometrie, Kraftmikroskopie sowie über Unterauftragnehmer *Universität Ulm* Transmissions-Elektronenmikroskopie). Das IOF übernimmt zudem die Koordination des Forschungsverbunds.

2. Laserzentrum Hannover e.V. (LZH)

Das LZH ist mit der Abteilung *Laserkomponenten* im Verbund vertreten. Die Kernkompetenz bezieht sich auf den Bereich optischer Schichten für Präzisionsoptik und Lasertechnik unter Anwendung plasmabasierter Beschichtungsprozesse und angepasster Charakterisierungsverfahren. Einer der Schwerpunkte ist hierbei die Herstellung hochwertiger Laserbeschichtungen, d.h. insbesondere mit der Maßgabe hoher Zerstörschwellen, mittels Ionenstrahl-Zerstäuben (IBS). Das PIAD-Verfahren zählt ebenfalls zu den am LZH etablierten Beschichtungskonzepten. Zur Herstellung von optischen Schichten kann das LZH einen breiten Erfahrungshintergrund zur Prozesskontrolle vorweisen, der insbesondere auf der Entwicklung von Breitband-Monitorierungsverfahren der aufwachsenden Schicht basiert. Zur Erweiterung seiner Expertise sieht das LZH den Aufbau von Ressourcen für die Modellierung des Schichtwachstums vor, die gemeinsam mit dem Unterauftragnehmer BCCMS (s.u.) erfolgen soll.

3. Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V. (INP)

Das INP widmet sich der anwendungsorientierten Grundlagenforschung an Niedertemperaturplasmen und plasmabasierten technologischen Prozessen. Mit gegenwärtig etwa 200 Mitarbeitenden ist das Institut europaweit die größte außeruniversitäre Forschungseinrichtung, die ihre Aktivitäten auf dieses Gebiet konzentriert. Das

Institut betreibt Forschung und Entwicklung von der Idee bis zum Prototyp, die Themen orientieren sich an den Bedürfnissen des Marktes. Derzeit stehen Oberflächen und Materialien, Umwelt- und Energietechnik sowie interdisziplinäre Themen in Biologie und Medizin im Mittelpunkt des Interesses. Das Projekt PluTO bietet dem INP die Möglichkeit, seine Aktivitäten in den Bereich der Präzisionsoptik auszudehnen. Umfangreiche Erfahrungen liegen vor in den Disziplinen der plasmagestützten Oberflächenmodifizierung und Beschichtung, insbesondere Kenntnisse zur Deposition dünner Funktionsschichten mittels PE-CVD und PE-PVD. Das Institut verfügt über ein breites Spektrum von Analyseverfahren, die zudem von Modell- und Simulationsrechnungen für die Plasmaprozesse begleitet werden. Zur Plasmacharakterisierung stehen unter anderem Sondenkonzepte, passive und aktive spektroskopische Verfahren, sowie laser- und mikrowellenbasierte Konzepte zur Verfügung. Zur chemischen, morphologischen und optischen Charakterisierung von Oberflächen und dünnen Schichten sind Expertise und technische Ausstattung für eine Reihe der wichtigsten Oberflächenanalytikverfahren vorhanden. Hierzu zählen optische Methoden, wie FTIR, Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS), Elektronenmikroskopie (SEM) und Kraftmikroskopie (AFM).

4. Ruhr-Universität Bochum – Lehrstuhl für Theoretische Elektrotechnik (TET)

TET betreibt Forschung und Entwicklung auf dem Gebiet der Plasmatechnik mittels theoretischer Methoden. Themen sind u.a. die Untersuchung von Grundphänomenen wie nichtlineare Plasmadynamik und Transport sowie Heizung in hochfrequenzbetriebenen Niedertemperaturplasmen. Daneben wird die Entwicklung und Realisierung modellbasierter Plasmadiagnostik betrieben. Damit stellt TET entscheidende Kompetenzen bereit zur Aufklärung der Plasmaprozesse IBS und PIAD, sowie dem Aufbau einer prozesstauglichen Plasmadiagnostik. Im Rahmen des Projekts ist die Fortführung eines Sondenkonzepts auf Basis der Plasmaresonanz-Spektroskopie (Multipolresonanz-Sonde, multipole resonance probe - MRP) geplant. Im Zusammenhang mit Aufbau und Qualifizierung einer prozesstauglichen Diagnostik (MRP) bilden die unter 4-7 genannten Parteien eine Gruppe.

5. Ruhr-Universität Bochum – Lehrstuhl Allgemeine Elektrotechnik und Plasmatechnik (AEPT)

AEPT bearbeitet ein breites Spektrum an plasmatechnischen Fragestellungen. Hierzu zählen im Bereich der biomedizinischen Grundlagen und Anwendungen die Plasmasterilisation und Oberflächenmodifikation von biomedizinischen Werkstoffen, die Sterilisation und Beschichtung von thermolabilen Verpackungstoffen und die Plasmabehandlung von Hautzellen. Daneben werden die Grundlagen von Multifrequenzplasmen mit VHF-Anteil untersucht, insbesondere im Hinblick auf eine spätere Verwendung für das Abscheiden von magnetischen und keramischen Schichten. Ein weiteres Tätigkeitsfeld betrifft die Charakterisierung von Elektroden für Hochdruckgasentladungslampen durch elektrische und optische Messungen, um etwa den Emittereffekt der Elektroden und das Zündverhalten der Entladung zu untersuchen. Die Expertise in der Plasmacharakterisierung wird zunehmend ausgebaut. Schwerpunkte sind hier die (Langmuir-)Sondendiagnostik und quantitative optische Spektroskopie. AEPT wird im Verbund Beiträge zur Plasmacharakterisierung der Verfahren PIAD

und IBS zu leisten. Im Zusammenhang mit Aufbau und Qualifizierung einer prozesstauglichen Diagnostik (MRP) bilden die unter 4-7 genannten Parteien eine Gruppe.

6. Ruhr-Universität Bochum – Lehrstuhl für Elektronische Schaltungstechnik (EST)

Die Kompetenz des EST liegt auf dem Gebiet der hochfrequenten Präzisionsmesstechnik. Hierzu zählen die robuste und effiziente Erzeugung von Hochfrequenz-Signalen, die Radartechnik und die Hochfrequenz-Schaltungstechnik. Besonderes Augenmerk liegt auf der Realisierung wettbewerbsfähiger HF-Systeme, insbesondere im Rahmen von Industriekooperationen. Das EST ist befasst mit der gesamten Entwicklungskette von der Systemkonzeption über den Komponentenentwurf bis hin zur schaltungstechnischen Realisierung von Prototypen und deren Charakterisierung. Speziell für das Verbundprojekt PluTO trägt EST bei zu Entwurf und Umsetzung eines kostengünstigen und robusten Konzeptes für ein Monitorierungsverfahren der IBS-, PIAD- und weiterer Prozessplasmen. Im Zusammenhang mit Aufbau und Qualifizierung einer prozesstauglichen Diagnostik (MRP) bilden die unter 4-7 genannten Parteien eine Gruppe.

7. Leibniz Universität Hannover – Institut für Hochfrequenztechnik und Funksysteme, später Ruhr-Universität Bochum – Lehrstuhl für Hochfrequenzsysteme (HFS)

Das Arbeitsgebiet des HFS sind Forschungsaufgaben vom Entwurf funkbasierter Kommunikationslösungen bis zur messtechnischen Charakterisierung von Hochfrequenzsystemen. Themen sind u.a. die Untersuchung von Verfahren zur präzisen Rausch- und Netzwerkanalyse sowie zur Materialparametercharakterisierung und Sensorik mit dem Ziel der Entwicklung neuartiger Antennen- und Sensorkonzepte. Hierzu werden numerische Verfahren für feldtheoretische Untersuchungen eingesetzt. Speziell für das Verbundprojekt PluTO trägt HFS bei zu Entwurf und Umsetzung eines kostengünstigen und robusten Konzeptes für ein Monitorierungsverfahren der IBS-, PIAD- und weiterer industrierelevanter Prozessplasmen. Im Zusammenhang mit Aufbau und Qualifizierung einer prozesstauglichen Diagnostik (MRP) bilden die unter 4-7 genannten Parteien eine Gruppe.

8. Universität Bremen – Bremen Center for Computational Materials Science (BCCMS)

Das BCCMS ist als Unterauftragnehmer des LZH in das Gesamtvorhaben eingebunden. Die Kompetenz des BCCMS liegt in der Modellierung von Kondensationsprozessen und der Berechnung von Materialeigenschaften unter Verwendung von quantenmechanischen Methoden. Das BCCMS ist ausgewiesener Experte in der Anwendung des DFTB-Konzepts (density functional tight binding), welches die Präzision von ab-initio Ansätzen mit Vorzügen vereinfachender, jedoch wesentlich weniger rechenintensiven Methoden verbindet. Ebenso bietet das BCCMS Expertise in der Implementierung molekulardynamischer Berechnungen, die im Teilvorhaben des LZH vorgesehen sind.

9. Industriebeirat

Das Pilotvorhaben sollte an den Bedürfnissen der Optikhersteller ausgerichtet sein, um eine erfolgreiche Verwertung der Ergebnisse zu fördern. In der Organisation

eines Beirats sollten die Industrievertreter Empfehlungen abgeben, etwa bestimmte Prozessvarianten oder Schichtmaterialien zu untersuchen. Im Verlauf des Vorhabens waren folgende Unternehmen im Beirat vertreten (teilweise zeitlich begrenzt): Bte Bedampfungstechnik GmbH, Carl Zeiss AG, Carl Zeiss SMT AG, Cutting Edge Coatings GmbH, Jenoptik AG, Landshut Silicon Foundry GmbH, Laser Components GmbH, Laseroptik GmbH, Layertec GmbH, Leybold Optics GmbH, MLase AG, Nanolayers Optical Coatings GmbH, Plasmatrix GmbH, Qioptiq Photonics GmbH & Co KG, Robert Bosch GmbH, Rodenstock GmbH.

Das Teilvorhaben PluTO_PlasmaBasis ist dem Profil des INP entsprechend definiert worden. Die in der Aufgabenstellung skizzierten Arbeiten zur Plasmaanalyse können nach Aufbau der Anlagentechnik der Expertise nach umgehend begonnen werden. Zur Inbetriebnahme einer industriellen Beschichtungsapparatur und für die exakte Prozessführung und spätere Untersuchung der Schichteigenschaften ist jedoch eine Einweisung erforderlich. Für die Etablierung der Optikbeschichtung nach Stand der Technik am INP wurde daher die Unterstützung durch den Partner IOF vorgesehen.

3 Wissenschaftlicher und technischer Stand

Für die Dünnschichttechnologie steht eine Vielzahl von plasmabasierten Prozessen zur Verfügung. In der Optikbeschichtung kann das Plasma grundsätzlich in allen der mindestens drei spezifischen Phasen - Generation der Adatome, Flugphase und Schichtbildung - zum Einsatz kommen. Zu den klassischen Varianten zählen dabei die Ionen- und plasma-gestützten Verfahren (allgemein als Ion Assisted Deposition - IAD, bezeichnet [1]), bei denen die Kondensationsphase durch Plasmaeinwirkung auf die wachsenden Schichten beeinflusst wird. In der industriellen Fertigung haben sich hier Verfahrenskonzepte mit separaten Plasma- oder Ionen-Quellen durchgesetzt, die das Plasma in Kombination mit einer Neutralisatoreinrichtung generieren und direkt auf das Beschichtungsgut lenken. Bei den Zerstäubungsprozessen wird die hohe Energie der Ionen aus einem Plasma direkt genutzt, um Beschichtungsmaterial aus einem entsprechenden Target durch Zerstäubung freizusetzen. Bei der Ionenstrahl-Zerstäubung (Ion Beam Sputtering - IBS [2]) werden die Ionen in einer separaten Ionenquelle erzeugt und in einem neutralisierten Plasmastrahl auf das Target gelenkt. Bei diesem Prozesskonzept ist die Erzeugung des Plasmas durch die separate Quelle sehr gut kontrollierbar und räumlich getrennt von den weiteren Prozessphasen. Damit verbunden wird das IBS-Verfahren gegenwärtig als die Prozessvariante mit der besten heutzutage bekannten optischen Schichtqualität betrachtet.

Im Fokus der Arbeiten im Projektverbund stehen die plasmaionengestützte Deposition (plasma ion assisted deposition - PIAD) und das Ionenstrahlzerstäuben (IBS). Beide Verfahren sind in der Präzisionsoptik seit über zwei Jahrzehnten präsent und gut etabliert. Den Verfahren gemein ist ein hoher Optimierungsgrad der Prozessführung zum Erreichen bestmöglicher Beschichtungsergebnisse einerseits, jedoch ein bisher noch sehr geringer Kenntnisstand der mikroskopischen plasmaphysikalischen Vorgänge andererseits, welche als Schlüsselinformationen zu Verständnis und letztlich Verbesserung der Prozesse gelten.

Im folgenden wird auf das im Teilvorhaben primär untersuchte PIAD-Verfahren näher eingegangen. Wie im zugehörigen Patent (siehe Tab. 1) beschrieben, wird im PIAD Verfahren eine Verdampferquelle mit einer Plasmaquelle kombiniert. Die Quellen sind typischerweise am Boden des Rezipienten positioniert, während die zu beschichtenden Komponenten bzw. Substrate an einer an der Oberseite der Kammer montierten Kalotte befestigt sind (s.a. Abschnitt 6.1.1). Diese Anordnung entspricht der eines Batch-Prozesses. Die Verwendung von gitterlosen Plasmaquellen, hier speziell der Advanced Plasma Source (APS) [3,4], resultiert in einer inhomogenen Verteilung des Plasmas im gesamten Volumen des Rezipienten. Zwar sind in Patentschrift und die die APS vorstellenden Publikationen phänomenologische Anmerkungen zu Eigenschaften und Wirkung des Plasmas zu finden, jedoch sind bis zu Beginn des Verbundprojekts keine detaillierten und quantitativen Angaben zu Plasmakenngrößen in den entsprechenden Fachjournals publiziert worden. Damit wird verdeutlicht, daß bisherige Arbeiten zur Verbesserung des PIAD-Konzeptes an sich und die Entwicklung neuer Schichtsysteme auf der Untersuchung von Schichteigenschaften basierten, wobei der Betrieb der Plasmaquelle durch ein empirisches Vorgehen geprägt war. Das Anwendungsfeld der PIAD läßt sich anhand einer großen Anzahl von Veröffentlichungen nachvollziehen, von denen hier einige aufgeführt seien. Aufgrund des breiten Betriebsparameterraumes der APS können die Schichteigenschaften flexibel eingestellt werden, sodaß sowohl Merkmale der klassischen thermischen Bedampfung (säulenartiges Wachstum, hohe Porosität, niedriger Brechwert, Zugspannung) oder aber auch Eigen-

Halter	Schutzrecht	Gegenstand
RUB	Internat. Patentanmeldung PCT/DE2011/001802	Multipolresonanzsonde. Deutsches Patent erteilt. Internationalisierung (USA, Korea) im Vorgang.
Leybold AG bzw. rechtl. Nachfolger Leybold Optics GmbH	US 5.656.141	Anordnung zur Herstellung von dünnen Schichten. Grundlagen zu Aufbau und Anwendung der APS-Plasmaquelle.

Tabelle 1: Auflistung der für das Vorhaben wesentlichen Schutzrechte.

schaften, welche von langsameren Hochleistungsprozessen wie IBS erreicht werden (dichte Struktur, hoher Brechwert, Druckspannung). Untersuchungen zu diversen hoch-, mittel- und niedrigbrechenden Materialien wie Ta_2O_5 , HfO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , SiO_2 , MgF_2 oder ternären Mischungen finden sich in den Publikationen [5–9]. Effekte, die aus einer porösen Schichtstruktur resultieren, sind Gegenstand von Untersuchungen unter anderem durch Modellierungsansätze [10]. Eigenschaften des Gesamtkonzepts, die mitunter die Wiederholbarkeit und Ausbeute der PIAD-Prozesse einschränken, haben die Konzentration auf die Entwicklung von angepassten Prozessvarianten gelenkt, welche mittels Simulation eine Reoptimierung von Schichtsystemen während der Herstellung ermöglichen [11]. Ein Vergleich des PIAD-Konzepts mit anderen Methoden wird in [12] beschrieben.

Entsprechend des Angebots der Anlagenhersteller werden in den PIAD-Anlagen typisch Monitorsysteme zur in-situ Überwachung des Schichtwachstums (Schwingquarz, Monitoring der optischen Dicke) eingesetzt. Anlagenbetreiber greifen entweder auf Rezepte der Hersteller zurück oder passen die Anlagensteuerung nach eigenen Erfahrungen an ihre Bedürfnisse an. Trotz der langen Präsenz des PIAD-Konzepts in der Dünnschichtoptik und aufgrund von Geheimhaltung wegen Konkurrenzsituationen eher selten geäußerten Problemen betreffend Qualität und Reproduzierbarkeit in bestimmten Prozessen, ist die Berücksichtigung von Plasmakenngrößen in der Beschichtung bisher nicht Stand der Technik. Wie aus den in diesem Abschnitt zitierten Publikationen hervorgeht, sind auch während der Laufzeit des Projekts weitere Forschungen des PIAD-Prozesses mit Fokussierung auf die Schichteigenschaften durchgeführt worden.

In Tabelle 1 sind die wesentlichen zu Beginn des Vorhabens vorliegenden Schutzrechte bzw. Anmeldungen aufgeführt. Zu weiteren Informationen zum Stand der Plasmadiagnostik MRP wird auf den Bericht des Projektpartners RUB verwiesen. Die im PIAD-Prozess verwendete Anordnung ist inklusive der Hauptkomponenten im von der Leybold AG angemeldeten Patent beschrieben.

Im Verlauf des Vorhabens konnte der wissenschaftliche Stand mit den erzielten Ergebnissen entscheidend erweitert werden (s.a. Abschnitt 11). Hierzu zählen Publikationen zum Funktionsprinzip der Plasmaquelle, Entstehung und Propagation des Plasmaionenstrahls und die Anwendung der das Plasma betreffenden Detailkenntnisse auf angepasste Prozessführungsstrategien.

4 Planung und Ablauf des Vorhabens

Die Grundstruktur des PluTO-Verbunds ist in Abbildung 1 dargestellt. Dabei sind die fünf Projektpartner drei Hauptbereichen zugeordnet. Es werden zwei Säulen gebildet, die die Charakterisierung des Plasmazustands einerseits (PluTO_Plas, Partner INP und RUB), sowie die Optikbeschichtung (PluTO_Vis, Partner IOF und LZH) andererseits repräsentieren. Beide Säulen sind mit der Modellierung der Schichtkondensation (Partner BCCMS) verknüpft, welche Angaben aus dem Betrieb der Plasmaprozesse erhalten und ihrerseits Erkenntnisse zur Schichtbildung an die Gestaltung der Prozessführung vermitteln soll. Die zu bearbeitenden Aufgaben- und Themenbereiche wurden in einer Abfolge von Arbeitspaketen vereinbart. Über die Inhalte der Arbeitspakete gibt Tabelle 2 Auskunft. Wie hieraus zu entnehmen ist, liegen die Arbeitsschwerpunkte des INP auf der experimentellen Charakterisierung des PIAD-Prozesses und der Unterstützung der Partner in Fragen der Plasmaanalytik.

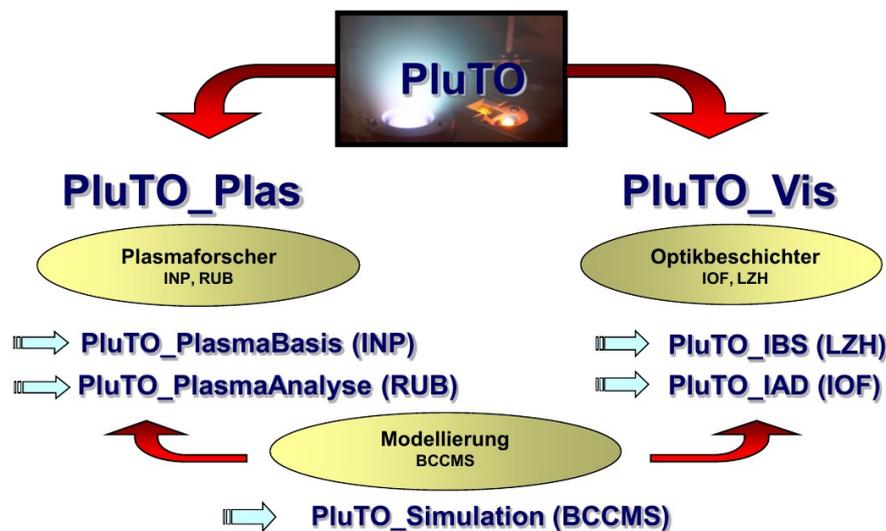


Abbildung 1: Strategie des PluTO-Verbunds.

Tabelle 2: Übersicht zu Arbeitspaketen des Gesamtverbunds.

AP	Beschreibung
PRB	Schaffung einer gemeinsamen Projektbasis
	Abgleich zu Stand von Wissenschaft und Technik der bisher weitgehend unabhängig voneinander fortentwickelten Bereiche Beschichtungs- und Plasmatechnologie. Aufbereitung der vorhandenen Erkenntnisse zu Plasmaquellen und Stützungswirkung. Darstellung der im Projektrahmen adäquaten Methoden zur Plasmacharakterisierung.
PRO	Prozesseinrichtung und -optimierung
	Einrichtung von Beschichtungsprozessen, Aufbereitung der Prozessabläufe für die Plasmaanalytik und Festlegung von Demonstratorprozessen, die über die gesamte Laufzeit des Vorhabens untersucht werden sollen.

Fortsetzung auf nächster Seite

AP	Beschreibung
PRO1	Einrichtung von repräsentativen plasmaunterstützten Prozessen
	<p>INP: Aufbau einer PIAD-Anlage und Integration von Plasmaanalytik in diese.</p> <p>IOF: Unterstützung der Partner bei der Einrichtung von PIAD-Prozessen. Auswahl von Quellenparametern aus etablierten Depositionsprozessen und gemeinsam mit Partnern Prüfung von Plasmametern auf Eignung zu Monitorierungszwecken. Unterstützung bei der Bestimmung von Schichteigenschaften für alle PIAD-Prozesse im Verbund.</p> <p>LZH: Einrichtung eines plasmaunterstützten Zerstäubungsprozesses. Vorbereitung einer großvolumigen Anlage, welche einen flexiblen geometrischen Zugriff auf den Prozess ermöglicht, u.a. auch für Messsysteme der Verbundpartner.</p>
PRO2	Einrichtung einer Target/Plasmaquellen-Anordnung
	<p>LZH: Installation einer gitterbasierten rf-Ionenquelle und eines metallischen Targets in angepassten Versuchsträger. Aufbau einer präzisen Translationseinheit zur Target-Positionierung und Vorbereitung zur Einrichtung von Plasmaanalytik.</p>
PRO3	Optimierung von plasmaunterstützten und Zerstäubungsprozessen
	<p>INP: Etablierung eines PIAD-Beispielprozesses, der bei den Partnern zu vergleichbaren Schichtergebnissen führt. Analyse des Prozessverhaltens, sowie Charakterisierung der Schichteigenschaften.</p> <p>IOF: Darstellung und Demonstration reproduzierbarer Beschichtungsprozesse auf Basis erstellter Monitorierungssysteme. Übertragung eines Beispielprozesses auf eine andere Beschichtungsanlage oder Plasmaquelle. Untersuchung zur Kompensation von Driften der Schichteigenschaften.</p> <p>LZH: Einrichtung von Demonstratoren für IBS und ionengestützte IBS-Prozesse und Darstellung von Schichtqualität und Reproduzierbarkeit nach standardisierten Prüfverfahren.</p> <p>RUB: Unterstützung der Partner bei Verifikation der Wiederholbarkeit und Stabilität von Plasmaumgebungen.</p>
PLA	Plasmaanalytik und Prozesskontrolle
PLA1	Einrichtung von angepassten Plasma-Analyseverfahren
	<p>INP: Aufbau von Volumenplasma-Diagnostikausrüstungen, insbesondere Langmuir-Sonde und optische Emissionsspektroskopie. Einrichtung kalibrierter Analytik für Energie- und Teilcheneinstrom auf die Substrate, bestehend aus Plasmamonitor, Gegenfeldanalysator und kalorimetrische Sonde.</p> <p>IOF: Einsatz der Analytiksysteme der Partner an eigenen Anlagen.</p> <p>LZH: Aufbau von Gegenfeldanalysator und Emissionsspektroskopie in IBS-Prozessumgebung.</p>
PLA2	Entwicklung einer Multipolresonanz-Sonde.
PLA2.1	RUB: Design und Charakterisierung von Sonde und Zuleitung.
PLA2.2	RUB: Entwicklung eines Mess- und Auswertesystems.

Fortsetzung auf nächster Seite

AP	Beschreibung
PLA2.3	RUB: Realisierung und Charakterisierung von Prototypen der MRP. INP: Unterstützung des Partners RUB zur Anwendung der MRP in PIAD-Prozessumgebungen.
PLA3	Erfassung und Auswertung wichtiger Plasmakenngrößen
	INP: Ermittlung der Abhängigkeit zwischen Betriebsparametern der Plasmaquelle und Plasmakenngrößen für unterschiedliche Prozesskonfigurationen. Unterstützung der Partner IOF und LZH. IOF: Einsatz von Analytiksystemen der Partner in eigenen Prozessumgebungen. LZH: Einsatz von Analytiksystemen in IBS-Prozessumgebung, sowohl in Substratbereich als auch im Bereich des Targets. Bereitstellung eines Quellsystems zur Charakterisierung durch den Partner INP. RUB: Betrieb der MRP in Edelgasplasmen und industriell relevanten Plasmaumgebungen. Abgleich der MRP-Diagnostik mit Analytik des Partners INP.
PLA4	Installation und Optimierung von in-situ Monitorsystemen zur Schichtqualität
	IOF: Ergänzung der Kontrolle der Schichtqualität im Beschichtungsprozess durch in-situ Plasmadiagnostik. LZH: Einsatz eines optischen Breitband-Monitors zur Überwachung des Schichtwachstum sowie Aufzeichnung des Emissionsspektrums des Plasmas in Targetumgebung. RUB: Einbindung der MRP in bestehende Monitorierungskonzepte der Partner.
PLM	Modellbildung und Simulation
	Erstellung von Grundlagenstudien zu Plasmaeigenschaften, deren Einfluß auf Targetabtrag und Schichtkondensation.
PLM1	Modellstellungen zu Randschichtplasmen in plasmaunterstützten Prozessen
	INP: Erfassung der Wirkung von Steuerungseingriffen durch äußere Prozessparameter auf die Plasmaeinströmungen in der Schichtbildung. Erzeugung von experimentellen Datensätzen aus Parametervariationen zur Modellverifikation. IOF: Charakterisierung der Schichteigenschaften aus Parameter-Studien als Referenzdaten zur Modellierung der Schichtkondensation. LZH: Unterstützung bei der Validierung von Modellen durch Herstellung von Schichten unter vorgegebenen Bedingungen und anschließender Schichtanalytik. RUB: Modellierung der Wechselwirkung des Ionenstrahls mit dem Hintergrundgas im Bereich zwischen Quelle und Randschicht an Substrat bzw. Target. Modellierung der Plasmarandschicht.
PLM2	Modellstellungen zu Schichtkondensation unter Plasmaeinwirkung

Fortsetzung auf nächster Seite

AP	Beschreibung
	INP: Anwendung von Analytik zur Untersuchung des Startpunkts und des Verlaufs der Wachstumsphase. Systematische variation der Einströmungen in der Phase der Keimbildung.
PLM3	Modellstellungen zu Vorgängen an der Targetoberfläche während des Zerstäubens
	LZH: Erweiterung verfügbarer Modelle zu Stoßprozessen am Target zur Berechnung einer detaillierten Statistik der Teilcheneinströmungen für die Schichtbildung am Substrat. Mitwirkung bei der Modellierung der Schichtkondensation durch den Partner BCCMS. BCCMS: Modellierung der Schichtkondensation.
UMS	Umsetzung und Verwertung
UMS1	Prüfung der Verwertbarkeit
	Kontinuierliche Beurteilung der Forschungsergebnisse bezüglich ihrer Verwertbarkeit, insbesondere hinsichtlich industrierelevanter Prozesskonzepte und Schutzrecht-Anmeldungen. Pflege eines intensiven Dialogs mit Unternehmen des Industriebeirats. Vorbereitung eines öffentlichen Statusseminars.
UMS2	Erfolgskontrolle, Berichtstätigkeit und Veröffentlichungen
	Bewertung der Zwischenstände einzelner Arbeitspakete zum Ende des ersten Projektjahres entsprechend eines Meilensteinkomplexes. PRO: Versuchsträger für die Beschichtungsprozesse PIAD und IBS sind aufgebaut und erste Ergebnisse der Plasmaanalytik liegen vor. PLA: Messtechniken der Plasmaanalytik in Versuchsträgern integriert und Parameter für die Modellierung identifiziert. PLM: Verfügbarkeit eines Rechenmodells für die Schichtkondensation und Vorbereitung von Schnittstellen zur Berücksichtigung von Plasmakenngrößen.

Der zeitliche Ablauf des Vorhabens richtete sich nach dem in Abbildung 2 gezeigten Gantt-Plan.

Im folgenden sind die wichtigsten wissenschaftlich-technischen Ereignisse chronologisch aufgeführt, um den Fortgang von Teilvorhaben und Verbund zu skizzieren.

- Struktur der Einträge: Datum, Veranstaltungstyp, involvierte Partner, Ort, Kurzbeschreibung der Veranstaltung

2009

- 24./25.6.2009, PluTO-Projekttreffen (Kickoff), Verbundpartner, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Jena
Bei diesem ersten Koordinationstreffen wurden u.a. die Organisationsstruktur des Verbunds behandelt und die Expertisen der Verbundpartner dargestellt.
- 22.7.2009, Seminar, RUB-Experimentalphysik II, Lehrstuhl A. v. Keudell, Bochum
Zum Aufbau einer GFEA-Diagnostik wurden die technischen Eigenschaften und die Konstruktion eines bestehenden und erfolgreich eingesetzten Systems vermittelt.

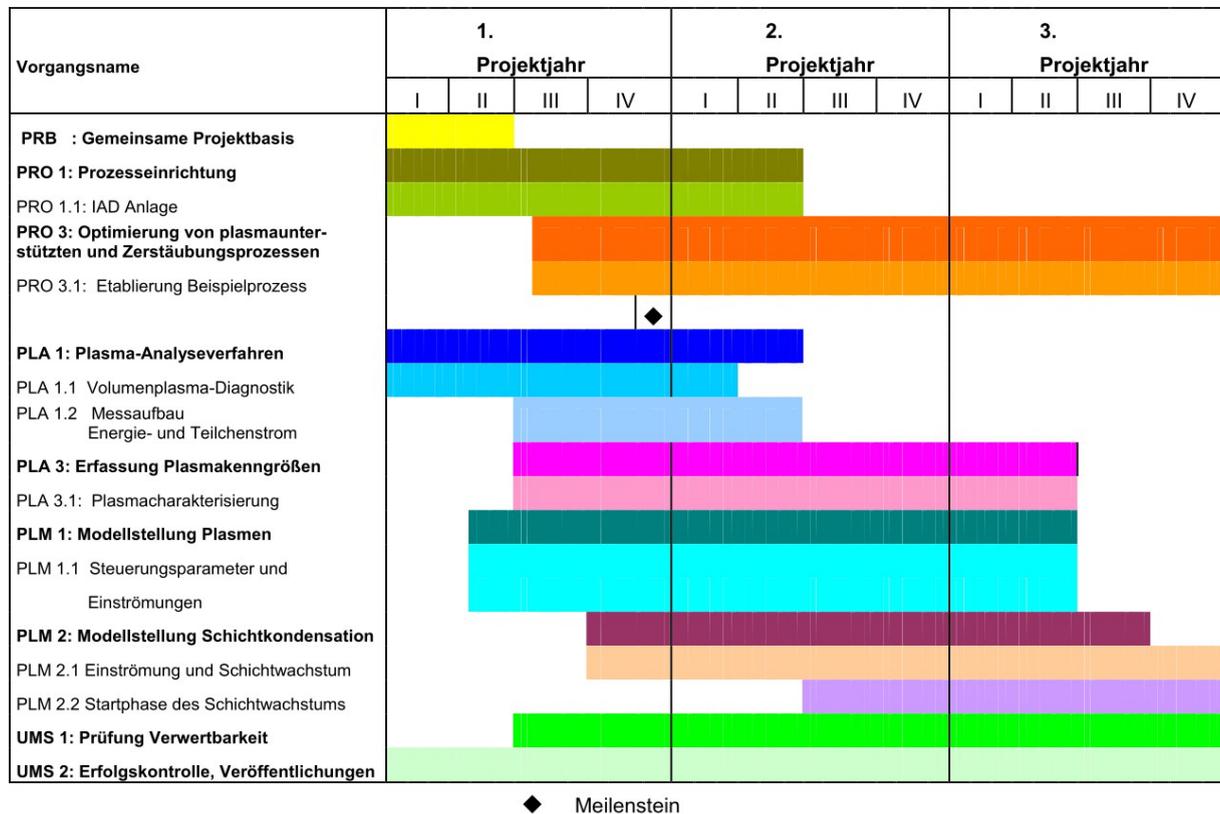


Abbildung 2: Gantt-Plan des Teilvorhabens im PluTO-Verbund.

- 30.9.2009, Workshop, Verbundpartner, Hannover
In Fachvorträgen wurden die Spezifika der im Projekt verknüpften Themengebiete erläutert. Zur Stärkung der Aussenwirkung wurde die Veröffentlichung einer Projektbroschüre vereinbart.
- 3./4.11.2009, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Bochum

2010

- 8.3.2010, Konferenz, Verbund-Partner und Fachpublikum, Hannover
J. Harhausen, R. Foest, I. Meyenburg, A. Ohl, H. Steffen, R. Wiese, *Niedertemperatur-Plasmen in der Feinoptik*, eingeladener Vortrag, Symposium Plasmatechnik für die Optikherstellung, DPG Frühjahrstagung 8.-12.3.2010
- 22.-24.3.2010, Arbeitstreffen, IOF, Greifswald
An der PIAD-Anlage des INP wurde ein Depositionsprozess zu TiO₂ eingerichtet.
- 20.-22.4.2010, Arbeitstreffen, LZH, Hannover
An Beschichtungsanlagen des LZH wurden Untersuchungen mittels aktiver Thermosonde im IBS-Verfahren durchgeführt.
- 4./5.5.2010 PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Bremen

Neben der Darstellung des Status bzgl. des Arbeitsplans wurden vom Projekträger die Kriterien des Meilensteins überprüft. Die Entwicklung des Projekts wurde positiv bewertet.

- 11.6.2010, Workshop, RUB-TET + RUB-AEPT + LZH + Vertreter des Industriebeirats, Berlin
Das Treffen diente dem Austausch von Ergebnissen und spezifischen Problemstellungen, sowie der Koordination der Zusammenarbeit in einzelnen Themen. Schwerpunkte sind die Diskussion der physikalischen Grundlagen der Ionenstrahlerzeugung in der PIAD und die Vorstellung der Ansätze eines analytischen Modells zur Strahldämpfung im Expansionsbereich der Plasmaquelle. Aus den Konzepten wurden Anforderungen an die Plasmacharakterisierung abgeleitet.
- 30.6.-2.7.2010, Arbeitstreffen, LZH, Hannover
An Beschichtungsanlagen des LZH wurden Untersuchungen mittels aktiver Thermosonde im IBS- und Gegenfeldenergieanalysator im PIAD-Verfahren durchgeführt.
- 12.-16.07.2010, Arbeitstreffen, IOF, Greifswald
An der PIAD-Anlage des INP wurde ein Depositionsprozess zu Al_2O_3 eingerichtet.
- 27.-30.9.2010, Arbeitstreffen, IOF, Jena
An einer PIAD-Anlage des IOF wurden Untersuchungen mit der aktiven Thermosonde durchgeführt.
- 28.10.2010, Workshop, RUB-TET, Berlin
Die Themen des Treffens umfassen die experimentellen Ergebnisse zur Charakterisierung des PIAD-Plasmas, sowie die Resultate der Modellierung der Ionenstrahldämpfung.
- 2.11.2010, Seminar, IOF, Greifswald
Die Veranstaltung vermittelte Grundlagen zur Bestimmung von optischen Schichtigenschaften mittels Spektralphotometrie.
- 2./3.11.2010, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Greifswald
Neben dem Austausch der fachlichen Ergebnisse wurden u.a. die Erweiterung des Industriebeirats um drei weitere Unternehmen, sowie die Betonung der praktischen Relevanz und Verwertbarkeit der Forschungsergebnisse und eine Prioritätensetzung bzgl. der Schichtmaterialien kommuniziert.
- 9.12.2010, Workshop, Leybold Optics GmbH, Alzenau
Die Ergebnisse des Projekts wurden bezüglich der Verwertbarkeit diskutiert und eine entsprechende Prioritätensetzung für den weiteren Verlauf vereinbart. Daneben wurde das Konzept einer ECWR-basierten Ionenquelle vorgestellt.

2011

- 2.3.2011, Workshop, Verbundpartner, Bremen
Das Treffen diente der Absprache zu Stand und weiterer Koordination der Arbeitsgruppen.

- 7.-11.03.2011, Arbeitstreffen, IOF, Greifswald
An der PIAD-Anlage des INP wurde ein Depositionsprozess zu SiO₂ eingerichtet.
- 29.3.2011, Konferenz, Verbund-Partner und Fachpublikum, Kiel
J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, H. Steffen, *Untersuchungen zur Advanced Plasma Source – Plasmaexpansion und Konsequenzen für die Prozessführung*, eingeladener Vortrag, Symposium Plasmadeposition von optischen und mechanischen Funktionsschichten, DPG Frühjahrstagung 28.-31.3.2011
- 29.3.2011, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Kiel
Das Treffen diente der Präsentation der aktuellen Ergebnisse und zur Diskussion des weiteren Vorgehens unter Berücksichtigung der Hinweise aus dem durch den Industriebeirat repräsentierten Anwenderkreis.
- 26.5.2011, Workshop, RUB-TET, Berlin
Im Mittelpunkt des Treffens stand die Interpretation der Ergebnisse der Charakterisierung des PIAD-Plasmas zur Entwicklung eines Modells der Ionenquelle. Ein neuer Ansatz im Rahmen einer driftkinetischen Theorie wurde vorgestellt.
- 29.6.2011, Industrieforum, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Alzenau
Das von der Leybold Optics GmbH ausgerichtete Forum fungierte als Plattform zur Diskussion der aktuellen Ergebnisse und der Ansprüche der Anwender bzgl. Verwertbarkeit und darüber hinaus der Gestaltung eines geplanten Folgeprojekts.
- 12.-15.7.2011, Arbeitstreffen, RUB-TET + RUB-AEPT, Greifswald
In der Experiment-Kampagne wurde eine MRP in der PIAD-Anlage des INP installiert und parallel zu einer Langmuir-Sonde (LS) als Referenz betrieben. Neben der erfolgreichen Bestimmung der Elektronendichte stand im Fokus, die über die LS gewonnenen Elektronenenergieverteilungen für die Fortentwicklung der MRP-Theorie zu nutzen.
- 22./23.9.2011, Workshop, Leybold Optics GmbH, Greifswald
Im Mittelpunkt der Veranstaltung stand die Optimierung des PIAD-Verfahrens basierend auf den im Projekt neu gewonnenen Erkenntnissen.
- 17.-21.10.2011, Arbeitstreffen, FhG-IOF, Jena
An einer PIAD-Anlage des IOF wurde eine Plasmacharakterisierung mittels elektrischer Sonden (LS, GFEA) durchgeführt und neben dem Standardbetrieb mit Argon das Verhalten bei Verwendung von Xenon untersucht.
- 24.10.2011, Arbeitstreffen, LZH, Greifswald
In einem eigens vorbereiteten Rezipienten wurde eine IBS-Ionenquelle installiert zur Umsetzung der vorgesehenen Strahlcharakterisierung.
- 26.10.2011, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Hannover
Das Treffen diente der Präsentation der aktuellen Ergebnisse und zur Diskussion

des weiteren Vorgehens unter Berücksichtigung der Hinweise aus dem durch den Industriebeirat repräsentierten Anwenderkreis.

- 15.11.2011, Konferenz, RUB-TET + Fachpublikum, Salt Lake City (UT, USA)
J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, A. Ohl, B. Schröder, *On Generation and Propagation of the Plasma Ion Beam for Plasma Ion Assisted Deposition (PIAD) of Optical Coatings*, Vortrag, 64th Gaseous Electronics Conference, 15.-18.11.2011

2012

- 16./17.2.2012, Workshop, LZH + Laseroptik GmbH, Greifswald
In dem Treffen wurden die Ergebnisse der Untersuchungen einer IBS-Ionenquelle vorgestellt und das weitere Vorgehen in diesem Aufgabengebiet beraten.
- 20.-24.2.2012, Arbeitstreffen, FhG-IOF, Jena
An einer PIAD-Anlage des IOF wurden Komponenten zur Umsetzung einer innovativen Regelung der Plasmaquelle installiert.
- 15.3.2012, Konferenz, Verbund-Partner und Fachpublikum, Stuttgart
J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, H. Steffen, R.-P. Brinkmann, B. Schröder, D. Gäbler, N. Kaiser, O. Stenzel, S. Wilbrandt, *Charakterisierung von Plasmaprozessen zur ionengestützten Abscheidung (PIAD) optischer Schichten*, eingeladener Vortrag, Symposium Plasma Deposition von funktionellen Schichten, DPG Frühjahrstagung 12.-16.3.2012
- 26.4.2012, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Jena
Das Treffen diente der Präsentation der aktuellen Ergebnisse und zur Diskussion des weiteren Vorgehens unter Berücksichtigung der Hinweise aus dem durch den Industriebeirat repräsentierten Anwenderkreis.
- 21.6.2012, Workshop, RUB-TET, Berlin In dem Treffen wurden die Ergebnisse der optischen Emissionsspektroskopie präsentiert und Ansätze zur Interpretation der Emissionsdaten, sowie der Status der driftkinetischen Beschreibung der APS behandelt.
- 23.-25.7.2012, Arbeitstreffen, RUB-AEPT + RUB-IST, Greifswald
In dieser Experiment-Kampagne wurde eine MRP für den prozesskompatiblen Monitorbetrieb in der PIAD-Anlage des INP installiert und die Zeitverläufe der Elektronendichte während mehrerer Beschichtungsprozesse aufgezeichnet.
- 12.9.2012, Konferenz, RUB-TET + Fachpublikum, Garmisch-Partenkirchen J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, S. Gorchakov, A. Ohl, B. Schröder, *Interpretation of optical emission in a strongly inhomogeneous PIAD environment*, 13th International Conference on Plasma Surface Engineering, 10.-14.9.2012
- 6.11.2012, Konferenz, Fachpublikum, Göttingen
J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, *Untersuchungen an Plasma-Strahlquellen: Diagnostik zur orts aufgelösten Bestimmung der Elektronen- und Ionenenergie-Verteilungsfunktionen*, 5. Dt. Workshop Electric Propulsion der DGLR AG E, 6./7.11.2012

- 3.-7.12.2012, Arbeitstreffen, IOF, Jena
In dem Treffen wurde eine Beschichtungsserie im PIAD-Verfahren zu Al_2O_3 zur Untersuchung der Reproduzierbarkeit der konventionellen und der innovativen Prozessregelung durchgeführt.
- 11.12.2012, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Bochum
Das Treffen diente der Präsentation der aktuellen Ergebnisse und zur Diskussion des weiteren Vorgehens unter Berücksichtigung der Hinweise aus dem durch den Industriebeirat repräsentierten Anwenderkreis.

2013

- 21.-31.1.2013, Arbeitstreffen, FhG-IOF, Greifswald
An der PIAD-Anlage des INP wurde eine Beschichtungsserie zu MgF_2 umgesetzt und ein neu entwickeltes Sondenkonzept zur Monitorierung des Prozesses diskutiert.
- 26.2.2013, Konferenz, Verbund-Partner und Fachpublikum, Jena
J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, D. Gäbler, N. Kaiser, O. Stenzel, S. Wilbrandt, R.-P. Brinkmann, B. Schröder, R. Storch, T. Styrnoll, *Diagnostik und Steuerung von PIAD-Prozessen*, eingeladener Vortrag, Symposium Plasma und Optische Schichten, DPG Frühjahrstagung 25.2.-1.3.2013
- 27.2.2013, PluTO-Projekttreffen, Verbundpartner + Vertreter des Industriebeirats, Jena
Das Treffen diente der Präsentation der aktuellen Ergebnisse und zur Diskussion des weiteren Vorgehens unter Berücksichtigung der Hinweise aus dem durch den Industriebeirat repräsentierten Anwenderkreis.
- 25.-28.3.2013, Arbeitstreffen, IOF, Jena
Ein neu entwickeltes Sondenkonzept zur Monitorierung des PIAD-Prozesses wurde zur Validierung in einer Anlage des IOF installiert.
- 4.10.2013, Konferenz, Fachpublikum, Princeton (NJ, USA)
J. Harhausen, R. Foest, D. Loffhagen, A. Ohl, J. Schäfer, *Diagnostics and Monitoring of a Plasma Beam Source based on Optical Emission Spectroscopy*, Vortrag, 66th Gaseous Electronics Conference, 30.9.-4.10.2013

2014

- 18.3.2014, Konferenz, Verbund-Partner und Fachpublikum, Berlin
J. Harhausen, D. Loffhagen, R. Foest, A. Ohl, *Charakterisierung von Prozessen zur plasma-ionengestützten Schichtabscheidung*, eingeladener Vortrag, Symposium Plasma und Optische Technologien, DPG Frühjahrstagung 17.-21.3.2014

5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Während der Projektlaufzeit haben die Aktivitäten des Vorhabens auch die Zusammenarbeit bzw. den Austausch mit weiteren Parteien befördert. Ziel dieser Veranstaltungen war die Erweiterung der eigenen Expertise zum Erreichen der Projektziele, die Anwendung und Verwertung der innerhalb des Vorhabens erzielten Ergebnisse und die Anbahnung von bilateralen Projekten oder weiterer Verbundvorhaben. Wesentliche Aktivitäten sind im folgenden aufgelistet.

- 22.7.2009: In einem Arbeitstreffen an der Ruhr-Universität Bochum, Experimentalphysik II, Lehrstuhl Prof. A. V. Keudell, wurden unter Leitung von Dr. T. Baloniak Grundlagen für den Aufbau einer GFEA-Diagnostik (s.a. Abschnitt 6.2.3) vermittelt.
- 9.12.2010, 22./23.9.2011, 25.4.2012: In mehreren Treffen mit Vertretern der Leybold Optics GmbH in Greifswald und Alzenau wurden der aktuelle Stand der Projektarbeiten und deren Verwertbarkeit für aktuelle Fragestellungen des Anlagenherstellers diskutiert.
- 29.6.2011: Die Ausrichtung eines Industrieforums durch die Leybold Optics GmbH in Alzenau wurde genutzt um den Stand der Projektergebnisse einem breiten Anwenderkreis zu vermitteln und derart bilaterale Projektanbahnungen zu fördern.
- 16./17.2.2012: Ein Seminar in Greifswald unter Beteiligung des Partners LZH und der Laseroptik GmbH diente zur Diskussion der Verwertbarkeit der Projektergebnisse für aktuelle Fragestellungen des IBS-Anwenders und sollte Aufgaben zur Plasmacharakterisierung in einem bilateralen Rahmen definieren.
- 6.11.2012: Mit der Teilnahme an einem Workshop der Deutschen Gesellschaft für Luft- und Raumfahrt in Göttingen zum Thema Elektrische Antriebe (DGLR AG E) wurden die Ergebnisse der Plasmacharakterisierung des Vorhabens einem Interessentenkreis ausserhalb der optischen Technologien vorgestellt. Aufgrund der Ähnlichkeiten der plasmaphysikalischen Konfigurationen, z.B. der Anwendung von Plasmastrahlquellen, erscheinen Kooperationen auf dem Gebiet der Raumantriebe realistisch.
- 4./5.4.2013: Ein Seminar mit der Laser Components GmbH in Olching wurde organisiert zur Diskussion der Verwertbarkeit der Projektergebnisse für aktuelle Fragestellungen des Optikbeschichters. Ebenso wurden Aspekte zur Umsetzung eines industriegeführten Folgeprojekts des Verbundvorhabens PluTO behandelt.

6 Ergebnisse

6.1 Anlagentechnik

Dieser Abschnitt beschreibt die wesentlichen technischen Rahmenbedingungen der experimentellen Arbeiten in den Themengebieten PIAD und IBS. Hierbei stehen Installation und Modifikation der Beschichtungsanlagen für den Experimentierbetrieb im Vordergrund, neben der Einordnung in den Projektverlauf und einer generellen Bewertung der einzelnen Maßnahmen und Erfahrungen. Die Aktivitäten sind zuzuordnen den Arbeitspaketen PRO1.1 (Aufbau einer PIAD-Anlage zu Analyse Zwecken) und PLA1.1 (Einrichtung der Diagnostikausrüstungen). Dies trifft sinngemäss auch auf die Arbeiten zum IBS-Verfahren zu, auch wenn diese laut Projektplan dem Paket PLM3 zugeordnet sind und die Durchführung zeitlich später erfolgte.

6.1.1 Aufbau zur Untersuchung des PIAD-Verfahrens

Für die Bearbeitung der wissenschaftlichen Fragestellungen mussten zunächst Bedingungen hergestellt werden, welche der Situation in der industriellen Anwendung des PIAD-Verfahrens gerecht werden. Hierzu wurde nach entsprechender Ausschreibung eine PIAD-Anlage der Leybold Optics GmbH erworben. Hierbei handelt es sich um eine aufbereitete Gebrauchtanlage mit der Bezeichnung SYRUS LC-3, welche laut Herstellerangaben und bestätigt durch die Verbundpartner, bezogen auf Grösse und Ausstattung, einer in der Optikbeschichtung weit verbreiteten Konfiguration entspricht. Trotz erheblicher technischer Aufwände, konnte die Vorbereitung, Installation und Inbetriebnahme innerhalb einer kurzen Zeit, in den Monaten 7/2009 – 1/2010, erfolgen.

Die SYRUS LC-3 (siehe Abbildungen 3 und 4) besitzt ein Kammervolumen von ca. 1m^3 und ist für einen Batch-Betrieb ausgelegt. Die Hauptkomponenten der Prozesskammer sind die Plasmaquelle APSpro, Elektronenstrahlverdampfer, Heizstrahler und Kalotte mit Drehantrieb. Das Gesamtsystem der SYRUS LC-3 besteht aus Prozesskammer, Pumpstand, Schaltschrank, Kryogenerator, Energieversorgungen und Transformatoren für die einzelnen Baugruppen. Daraus ergibt sich ein Flächenbedarf von ca. 10m^2 . Aufgrund der Grösse der Anlage und um Vorschriften zu Sicherheitsabständen und Rettungswegen einhalten zu können, erfolgte die Installation in einem eigens dazu freigestellten Labor nach entsprechenden Vorbereitungen wie der Auslagerung der bisherigen Laborausstattung. Die Anlieferung und Aufstellung der Anlagenteile erforderte einen hohen zeitlichen, technischen und personellen Einsatz, u.a. die Demontage von Türzargen und die Verwendung von schwerem Transportwerkzeug. Zum Betrieb der SYRUS LC-3 wurde das Labor mit den notwendigen Medien ausgestattet: elektrische Versorgung (3-Phasen-Anschluss, Netzanschlussleistung 35kVA), Prozess- und Hilfsgase, Druckluft, Wasserversorgung (Kalt- und Warmwasser). Weitere im Anschluss vorgenommene Arbeiten umfassten die Optimierung des Raum-Lüftungssystems, die Einhausung des Vorpumpenstands (Schall- und Staubschutz) und das Einziehen einer Zwischenwand, welche die Einhaltung der guten fachlichen Praxis zur Trennung von Grau- und Reinraum sicherstellt.

Die fachgerechte Einrichtung und Abnahme der PIAD-Anlage erfolgte durch einen Service-Ingenieur des Herstellers 11/2009. Darauf folgte eine Schulung des Technikers vor Ort 1/2010, welche die Bedienung des Systems auf Administrator-Ebene (Anlagenbeauftragter) vermittelte. In der Folgezeit wurden die hier erworbenen Grundkenntnisse durch

die Unterstützung der Verbundpartner, insbesondere des IOF, erweitert. Eine in diesem Zusammenhang zu bewältigende Problematik stellte und stellen die Unterschiede zwischen den Anlagen des Verbunds dar, sowohl die technische Ausstattung (z.B. Pumpstände und Druckaufnehmer), als auch die Versionen der Bedien-Oberfläche betreffend.

Während der Projektlaufzeit konnte eine hohe Einsatzbereitschaft sichergestellt werden, unter anderem auch dadurch, dass vorgeschriebene Betriebsabläufe und Wartungsarbeiten, wie die regelmässige Reinigung bzw. der Austausch von Komponenten, vorgenommen wurden. Zum Erreichen des spezifizierten Reinigungsgrads von Einzelteilen der Plasmaquelle und der Innenverkleidung des Rezipienten wurde eigens eine Glasperlen-Strahlanlage beschafft. Die Zahl an Vorfällen, welche zu einer Einschränkung des Experimentierbetriebs geführt haben, konnte gering gehalten werden. Zu diesen Vorgängen zählen der Austausch des Netzgeräts der APS-Spule 2/2010, das Beheben eines Software-Fehlers in der Drehtiegel-Steuerung 4/2010, ein Defekt des Netzgeräts zur Hochspannungsversorgung des Elektronenstrahlverdampfers 3/2011 und Reparaturmaßnahmen am Netzgerät für die APS-Kathodenheizung 4-6/2011. Die ersten drei der genannten Situationen konnten jeweils innerhalb weniger Tage geklärt werden, während letztgenannter Vorgang zu einem zweimonatigem Stillstand der Anlage führte.

Zur Bearbeitung der plasmaanalytischen und prozesstechnischen Aufgabenstellungen erfolgte, zeitlich mit Schwerpunkt 2010, die Erweiterung der Anlage mit Zusatzfunktionen. Für den Betrieb von Messtechnik (z.B. Thermoelemente) auf rotierender Kalotte wurde eine Schleifkontaktierung installiert (s. Abb. 5). Eine Positionierung diverser Messköpfe in einem möglichst grossen Raumbereich des Kammervolumens wurde durch die Montage von insgesamt drei Manipulatoren (vM1, vM2, hM in Abb. 8) gewährleistet. Diese sind aufgrund der magnetischen Kopplung UHV-tauglich, d.h. es ergibt sich keine Beeinträchtigung des Betriebsdrucks, und bieten jeweils die Freiheitsgrade Translation und Rotation. Der Manipulator vM1 wurde zusätzlich mit einer Motorisierung für eine beschleunigte Messaufnahme versehen. Zur Anbindung des Manipulators hM in der Anlagentür und zur Montage des Plasmamonitors an der Kammeroberseite in geneigter Lage (Abb. 7) erfolgten Konstruktion und Fertigung von Sonderflanschen. Da die ab Werk gelieferten Substratheizer nicht im Plasmabetrieb eingesetzt werden können, d.h. nur zum Vorheizen geeignet sind, wurden zusätzlich Keramikheizer bereitgestellt, welche optional betrieben werden können. Während der gesamten Projektlaufzeit wurden spezielle mechanische Komponenten gefertigt, etwa zur Verwirklichung einer bestimmten Messaufgabe (z.B. Kippvorrichtung, s. Abb. 6), für elektrische und optische Vakuumdurchführungen, zur Halterung von Substraten oder zur Modifikation der Prozessgeometrie (z.B. div. Blenden).

Insgesamt werden die Massnahmen und Erfahrungen im Bereich der Anlagentechnik und der Bereitstellung spezifischer Funktionen als positiv bewertet. Neben der erreichten hohen Verfügbarkeit ist die konstruktive Zusammenarbeit mit dem Anlagenhersteller und den Verbundpartnern hervorzuheben. Letztere waren oftmals essentiell für den zielgerichteten Fortschritt der Projektarbeit.

6.1.2 Aufbau zur Untersuchung einer IBS-Ionenquelle

Das IBS-Verfahren in seiner Gesamtheit ist nicht Gegenstand des Arbeitsplans des INP. In diesem Themenkreis sind jedoch unterstützende Tätigkeiten mit plasmaanalytischer Ausrichtung in Zusammenarbeit mit dem Partner LZH vereinbart worden (Arbeitspaket PLA3). Die angestrebte Untersuchung des Strahlprofils einer IBS-Ionenquelle erforderte



Abbildung 3: PIAD-Anlage SYRUS LC-3 der Leybold Optics GmbH während der Installation am INP.



Abbildung 4: Aufbereiteter Rezipient der SYRUS LC-3 mit Plasmaquelle APS, Elektronenstrahlverdampfer und Heizstrahlern; ohne Bodenabdeckung.

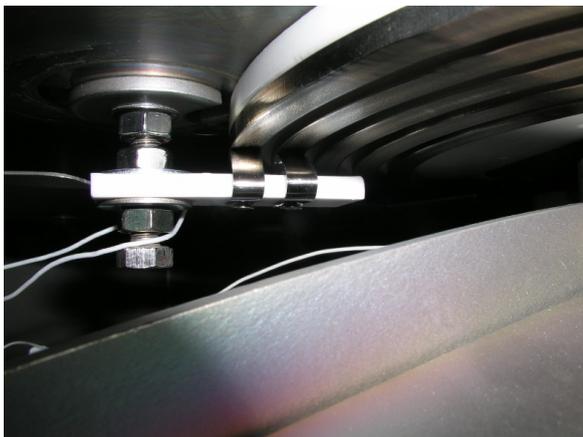


Abbildung 5: Schleifkontakte zur Anbindung von Messtechnik auf rotierender Kalotte.

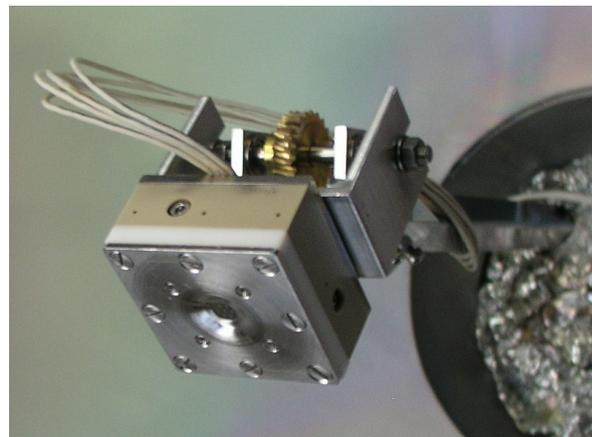


Abbildung 6: Horizontaler Manipulator mit Kippvorrichtung – hier mit GFEA ausgerüstet.

die Bereitstellung eines Vakuumgefäßes zur Realisierung der experimentellen Anordnung. Hierzu wurde eine Magnetron-Sputter-Anlage für die Dauer der Arbeiten ausser Betrieb gesetzt und deren Rezipient für die Installation von Ionenquelle und Diagnostik vorbereitet. Zwei gegenüberliegende Flansche in der Anlage mit einem Volumen von 640l wurden für diese Aufgabe genutzt (Abb. 9) und entsprechende Anschlusskomponenten gefertigt. Die Arbeiten konzentrierten sich auf die Verwendung der aktiven Thermosonde (ATS), welche mittels Translations-Rotations-Manipulator im Strahl der Ionenquelle positioniert wurde (Abb. 10). Die Anordnung hat sich bewährt, lediglich der Betriebsdruck lag aufgrund zu geringer Saugleistung oberhalb der Empfehlungen des Quellen-Herstellers (s.a. Abschnitt 6.6).

Das untersuchte Quellensystem besteht aus der Ionenquelle selbst mit zwei unterschiedlichen Gittertypen, einem Neutralisator sowie Steuer- und Netzgeräten. Diese Komponenten wurden 11/2010 vom LZH bereitgestellt. Nach Vorbereitung der Testkammer und einigen Vorversuchen nach der Inbetriebnahme 10/2011 wurden die wesentlichen experi-



Abbildung 7: Eingangsblende des Plasmamonitorers oberhalb der Kalotte.

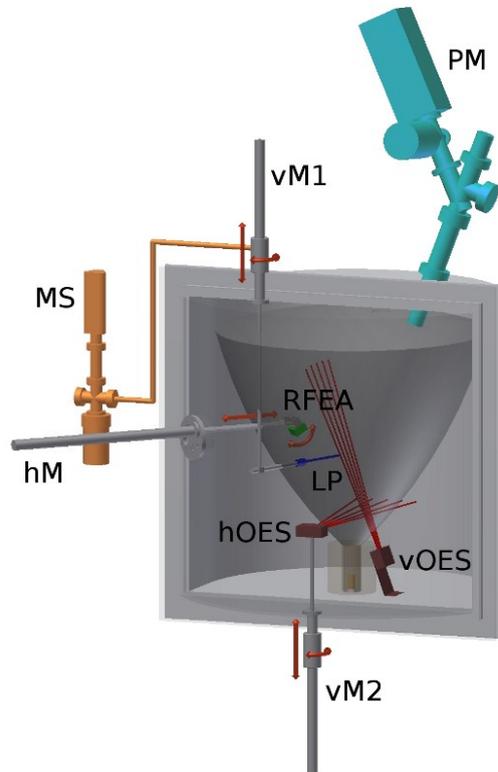


Abbildung 8: Rezipient der PIAD-Anlage mit wesentlichen Komponenten für den Experimentierbetrieb.

mentellen Arbeiten im Zeitraum 11/2011-5/2012 durchgeführt, parallel zu den Arbeiten zur PIAD. Der Betrieb der Versuchsanordnung verlief reibungslos. Mit den involvierten Verbundpartnern, darunter Vertreter des Industriebeirats (Laseroptik GmbH, Leybold Optics GmbH), wurden die Ergebnisse zeitnah diskutiert und ein Abschluss der Untersuchungen vereinbart. Die Anlagentechnik wurde wieder für die ursprüngliche Nutzung umgerüstet und die IBS-Quelle 9/2012 an das LZH übergeben. Der Mehraufwand durch die Anpassung des Rezipienten an die gestellte Aufgabe belief sich auf insgesamt zwei Personenmonate.

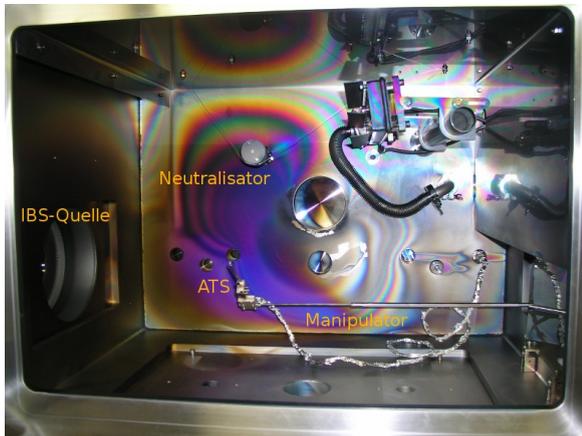


Abbildung 9: Vakuumkammer zur Untersuchung einer IBS-Ionenquelle.

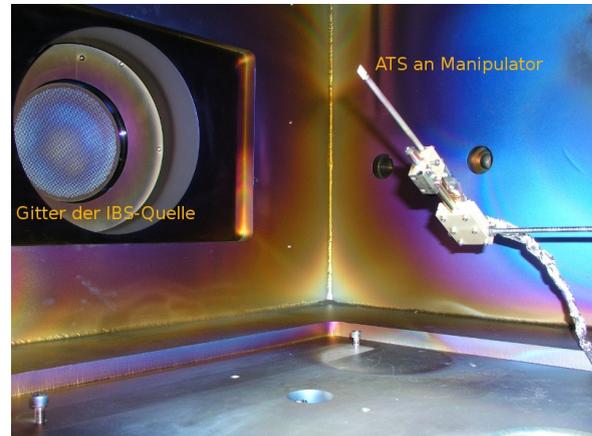


Abbildung 10: Manipulator zur Positionierung der Messtechnik vor dem Extraktionsgitter der IBS-Quelle.

6.2 Methoden zur Analytik des Depositionsprozesses

In den folgenden Unterabschnitten werden die im Projekt angewandten Methoden und Techniken zur Untersuchung der Plasma-Prozesse skizziert. Damit sollen Hintergrundinformationen zu den Ausführungen in den Abschnitten 6.4, 6.5 und 6.6, welche auf die Analytikdaten selbst konzentriert sind, gegeben werden. Eine Aufzählung wesentlicher Aspekte soll das Verständnis zur Einordnung der Ergebnisse stützen, kann jedoch keine umfassende Behandlung der jeweiligen Messtechnik bieten.

6.2.1 Temperatursensoren und aktive Thermosonde

Zur Untersuchung der Temperaturverteilung im Rezipienten (siehe Abschnitt 6.5.2) wurden Messwiderstände vom Typ PT1000 eingesetzt. Diese auf Platin basierenden Messwiderstände bieten eine definierte Abhängigkeit von Temperatur und elektrischem Widerstand und sind industrieller Standard. Zum Auslesen der Widerstände bzw. der Temperatur am Messort wurde eine entsprechende elektronische Schaltung aufgebaut. Die Anbindung der Sensoren auf Kalotte und Substrat wurde über einen Schleifkontakt (siehe Abb. 5) am Drehantrieb der Substrathalterung realisiert.

Ein Bestandteil der Plasmaeinströmung im Schichtbildungsprozess ist der Energieeinstrom auf die Oberfläche. Dieser besteht aus mehreren Komponenten, unter anderem der kinetischen Energie der Spezies, Strahlung und Reaktionsenthalpien. Zur Bestimmung des Energieeintrags werden vielfach kalorimetrische Sonden eingesetzt [13, 14]. Die im Rahmen des Vorhabens verwendete Diagnostik zählt zur Kategorie der aktiven Thermosonden (ATS). Während bei passiven Konzepten die Temperatur eines Probekörpers in Abhängigkeit der Prozessbedingungen aufgezeichnet und darüber auf den Energieeintrag geschlossen wird, kann mit einem aktiven Ansatz direkt ein Maß für den Energieeinstrom gewonnen werden. Hierbei wird der Sensor durch Zuführung einer Heizleistung auf eine bestimmte Temperatur gebracht. Dabei wird eine Temperatur gewählt, die höher liegt als diejenige, die sich ohne Heizung durch externe Einflüsse des Plasmaprozesses ergeben würde. Damit kann die intern zugeführte Heizleistung derart angepasst werden, daß bei Variation der externen Zuströme, der Sondenkörper auf konstanter Temperatur gehalten

wird. Demnach können Absolutwerte für Änderungen des Energieeinstroms oder mittels kurzzeitiger Abschattung des Sensors der gerichtete Anteil des Energieeinstroms bestimmt werden, da sich im Gleichgewicht Änderungen der internen und externen Heizleistungen entsprechen.

Abbildung 11 zeigt die zum Einsatz gebrachte ATS. In dem mit Heizelementen versehenen Sensorkörper sind zwei PT1000 Elemente integriert. Ein Regelkreis dient der Temperierung einer Kompensationszone, welche die Wärmeleitung zwischen vorderem Probekörper und Sondenschaft minimiert. Der vordere Bereich dient der eigentlichen Messung des Energieeinstroms durch einen zweiten Regelkreis. Die Maximaltemperatur des Sensors beträgt $T_{ATS,max} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, der maximale Energieeintrag liegt bei ca. $P_{ATS,max} \approx 800\text{ mW}$, bezogen auf die Sensorfläche entspricht dies einer Leistungsdichte von $j_{ATS,max} \approx 1700\text{ mWcm}^{-2}$. Es wird ein Auflösungsvermögen von $\Delta P_{ATS} = 2\text{ mW}$ bzw. $\Delta j_{ATS} = 4\text{ mWcm}^{-2}$ erreicht. Das Diagnostiksystem wurde von der Firma neoplas GmbH bezogen.

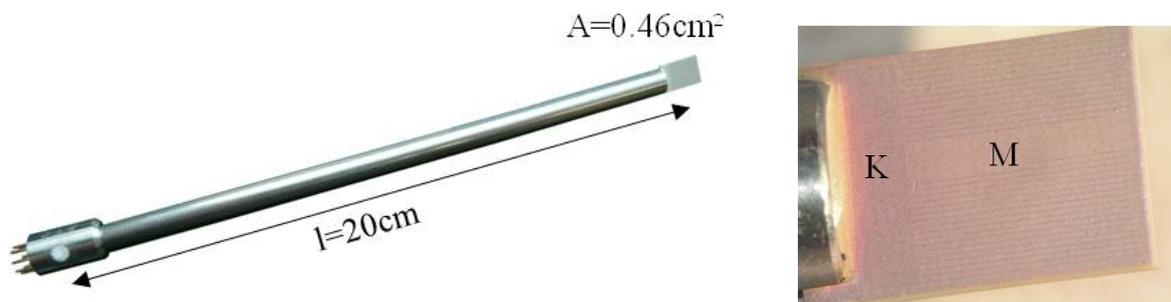


Abbildung 11: Technische Ausführung der aktiven Thermosonde(links). Der Sensor (rechts) ist unterteilt in Kompensationsteil und den eigentlichen Messbereich.

6.2.2 Langmuir Sonde

Die Langmuir-Sonde (LS) dient der Aufzeichnung einer Strom-Spannungs-Kennlinie. In einer Entladung eines elektropositiven Gases (z.B. Edelgases) wird eine Charakteristik erhalten (siehe Abb. 12), deren Merkmale die Bestimmung insbesondere der Potentiale und der Elektronenparameter (Dichte, mittlere Energie und der Energieverteilungsfunktion) ermöglicht. Eine Reihe von Aspekten muß für den Betrieb der LS und die Interpretation der Messdaten berücksichtigt werden. Hierzu zählen u.a. die Sondengeometrie, Material und Oberflächenbeschaffenheit der Sonde, Frequenz der Plasmaanregung und Plasmastabilität. Im Fall einer HF-Entladung muß die Variation des Plasmapotentials U_p bei der Aufnahme der Charakteristik kompensiert werden. Bei Verwendung einer passiven Kompensation mittels LC-Glied im Sondenkreis ist eine gute kapazitive Kopplung zum Plasma erforderlich. Eine unzureichende HF-Kompensation verursacht eine Verzerrung der Kennlinie. Während floating Potential U_f und Dichte zumeist noch bestimmt bzw. abgeschätzt werden können, sind mittlere Elektronenenergie und U_p wesentlich schwieriger aus den Messdaten zu extrahieren. Für die Elektronendichte ist von einem absoluten Fehler von 20% auszugehen. Der Aspekt einer unzureichenden HF-Kompensation wurde beim Versuch beobachtet, die Neutralisatorquelle der IBS-Ionenstrahl-Anordnung zu charakterisieren, so daß in Abschnitt 6.6 keine Angaben zu Elektronenparametern im Rezipienten

dargestellt werden können. Im PIAD-Prozess liegt bei Betrieb der DC-Quelle APS keine Einkopplung von HF-Signalen vor. Hier ist allerdings die inhomogene Verteilung des Plasmas und die Beschichtung der Sonde eine große Herausforderung.

Für die Untersuchungen wurde das kommerzielle Sondenmessgerät *SmartProbe* der Firma *Scientific Systems* verwendet. Das System arbeitet mit einer Abtastfrequenz von 100 kHz zur Durchführung schneller Spannungsrampen. Der Sondendraht kann zur Minimierung von Oberflächeneffekten ausgeheizt werden. Eine Referenzsonde dient der Kompensation niederfrequenter Verschiebungen des Plasmapotentials. Die Auswertung der Kennlinie wurde auf der Grundlage der Arbeiten von Druyvesteyn [15] vorgenommen. Hierbei wird aus den Sondendaten der Elektronenstrom extrahiert und dessen zweite Ableitung bezüglich der Energieskala bestimmt. Hierbei werden Filteralgorithmen [16, 17] eingesetzt, um physikalisch konsistente Ergebnisse zu erhalten. Als Resultat der Prozedur steht die Energieverteilungsfunktion der Elektronen, aus der Dichte n_e und effektive Temperatur der Elektronen $T_{e,eff}$ berechnet werden können.

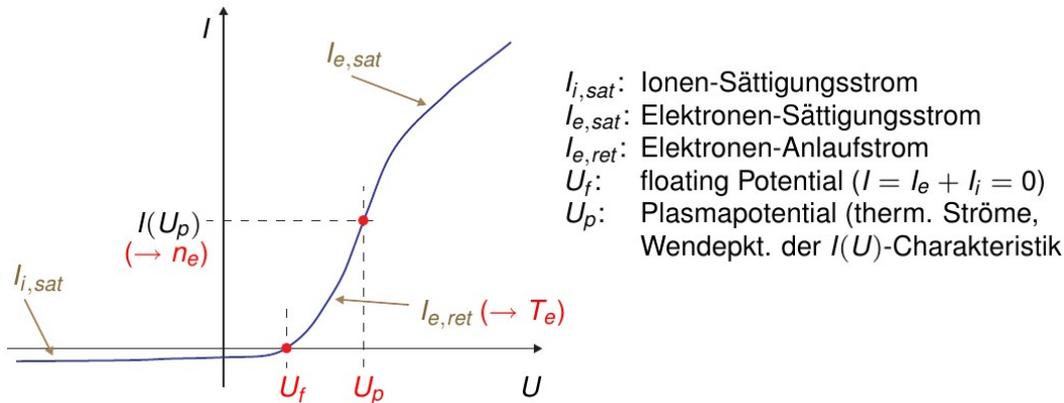


Abbildung 12: Typische Form einer Strom-Spannungs-Charakteristik einer einfachen Langmuir-Sonde.

6.2.3 Gegenfeld-Energie-Analysator

Die quantitative Vermessung der Ionenkomponente des Plasmas ist von zentraler Bedeutung für die Charakterisierung des PIAD-Prozesses. Für die Bestimmung der Energieverteilung der Ionen ist das Konzept des Energiefilters ein etabliertes Verfahren. Aufgrund der abhängig von der jeweiligen Anwendung unterschiedlichen Konfigurationen des Messaufbaus, konnte für den vorliegenden Fall nicht auf eine kommerziell erhältliche Lösung zurückgegriffen werden. Die Realisierung dieser Diagnostik wird im folgenden beschrieben.

Das Prinzip des Gegenfeld-Energie-Analysators (GFEA, engl.: retarding field energy analyser - RFA) beruht auf der Extraktion negativer oder positiver Ladungsträger aus dem Plasma und deren energetischen Diskriminierung mittels eines elektrischen Feldes. Im einfachsten Fall wird eine Anordnung von planaren Gittern verwendet, wobei Geometrie und Potentialverteilung über die Sensitivität der Diagnostik entscheiden. Ein einfaches, effektives und gegen Störeinflüsse robustes System wird aus vier Gitterelektroden aufgebaut, wie in [18] beschrieben. Konstruktion und Potentialverteilung sind in den Abbildungen 13 und 14Abb. 2 illustriert. Die Frontseite wird wie das gesamte Gehäuse des GFEA auf das durch den Kontakt mit dem Plasma erzeugte Potential Φ_f aufgeladen, welches das

Referenzpotential für die Elektroden darstellt. Um ein Eindringen des Plasmas in den Analysator zu verhindern und eine möglichst plane Potentialfläche zu erreichen, wird die Grösse der Gitteröffnung als unterhalb der Schichtdicke gewählt. Zur Analyse der positiven Ladungsträger liegt die Gitterelektrode G2 auf negativem Potential, um Elektronen, die die Randschichtspannung überwinden, zurückzuhalten. Die Elektrode G3 wird im positiven Spannungsbereich soweit variiert, wie es die Energieverteilung der positiven Ionen erfordert. Die auf dem Kollektor C, der mit der Anlagenmasse verbunden ist, auftreffenden Ionen verursachen einen Strom, der entsprechend registriert wird. Eine Verfälschung dieses Stromsignals durch am Kollektor ausgelöste Sekundärelektronen wird durch das negative Potential auf Elektrode G4 verhindert. Der Messaufbau ermöglicht die Aufnahme einer Strom-Spannungs-Kennlinie $I_C(U_3)$, wie beispielhaft in Abb. 15 gezeigt.

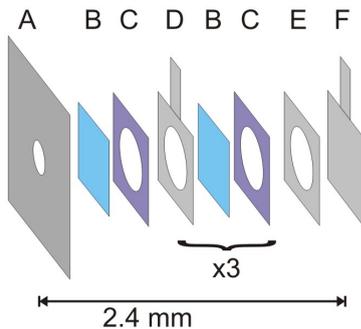


Abbildung 13: Aufbau des GFEA: A - Frontplatte(Edelstahl), B - Gitterfolie(Nickel), C - Isolator(Glimmer), D - Kontaktplatte(Nickel), E - Distanzstück, F - Kollektor(Nickel).

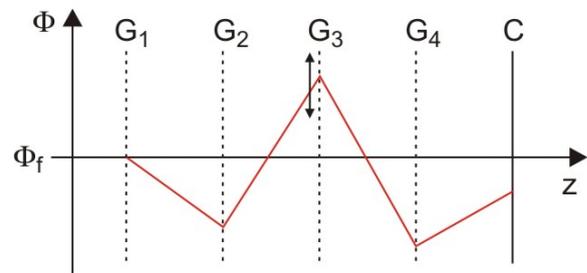


Abbildung 14: Konfiguration der Potentiale der einzelnen Gitter. Typische Spannungswerte mit $U_j = \Phi_j - \Phi_f$: $U_2 = -100 \text{ V}$, $U_3 = \in [-10; 250] \text{ V}$, $U_4 = -120 \text{ V}$, $U_C = -60 \text{ V}$.

Der in Abhängigkeit der Gegenspannung U_3 erhaltene Strom entspricht der Integration der Energieverteilung im Intervall $E > E_{\min} = q \cdot U_3$. Es lässt sich zeigen, dass für die planare Anordnung näherungsweise die eindimensionale Geschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ der Ionen aus der Ableitung der Kennlinie gewonnen werden kann [19]. Es gilt $f(v_i) = -1/(A \cdot T)M/q^2 dI_C/dU_3$, wobei A die freie Fläche des Gitters G1, T die effektive Transmission des Gittersystems G2-G4, M und q Masse und Ladung der Ionen bezeichnen. Liegen mehrere Ionensorten vor, entspricht I_C offensichtlich einer Summe der Integrale verschiedener Geschwindigkeitsverteilungen. Damit kann die Kennlinie dann eindeutig interpretiert werden, sofern nur eine Ionensorte vorliegt, oder diese zumindest den Ionenstrom wesentlich generiert. Die quantitative Rekonstruktion von $f(v_i)$ wird durch die Bestimmung des Transmissionsfaktors T mittels Kalibration über die Ionenstromdichte auf die auf Φ_f befindliche Frontseite des Gehäuses ermöglicht. Die Transmission des Gittersystems resultiert aus geometrischen Effekten, wie Gittergeometrie und Lage der Gitter zueinander, Ablenkung der Ionentrajektorien durch Feldverzerrungen an den Gitteröffnungen, sowie durch Stöße der Ionen mit dem Hintergrundgas [20]. Im vorliegenden Fall kann zumindest eine Druckabhängigkeit der effektiven Transmission aufgrund der gegenüber der mittleren freien Weglänge der Ionen geringen Gitterabstände ausgeschlossen werden. Das Ergebnis der beschriebenen Abläufe zu Messung und Auswertung ist in Abb. 16 dargestellt.

Den für die Untersuchungen verwendete Messkopf zeigt Abb. 17. Die mechanische

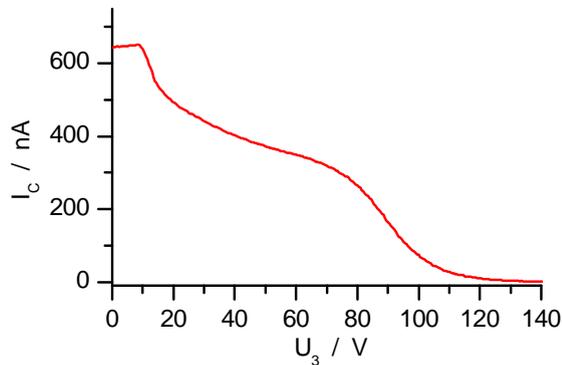


Abbildung 15: Strom-Spannungs- Charakteristik.

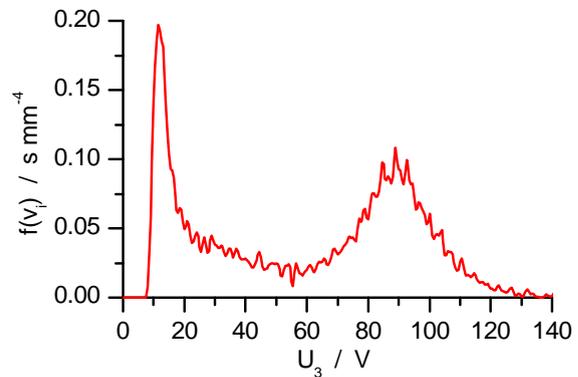


Abbildung 16: Ionengeschwindigkeitsverteilung zu Kennlinie aus Abb. 15.

Konstruktion erfolgte unter Maßgabe der Minimierung von Leckströmen, die aufgrund der hohen Feldstärken die Messung beeinträchtigen können. Durch die Isolierung der einzelnen Elektroden mit Scheiben aus Glimmer konnte dieser Fehlerquelle erfolgreich begegnet werden. Neben einer Eigenentwicklung zur Bereitstellung Festspannungen U_2 und U_4 , wurde die Kennlinie mittels der hochauflösenden Messgeräte der Typen Keithley Source Meter SMU 2410 und 6430 realisiert. Das System wurde regelmäßig gewartet um größtmögliche Qualität der Messergebnisse sicherzustellen. Die hohen Ionenenergien führen zu einem Abtrag der Gitterelektroden, welche entsprechend ersetzt werden müssen, bevor die Form der Kennlinie eine Verzerrung aufweist.

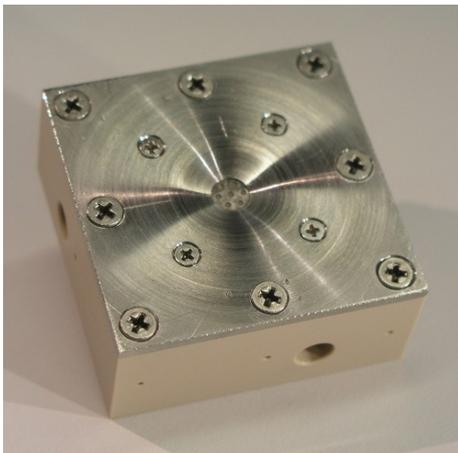


Abbildung 17: Technische Umsetzung des in Abb. 13 skizzierten Aufbaus.

6.2.4 Optische Emissionsspektroskopie und Thermographie

Die Aufzeichnung optischer Strahlung im PIAD-Prozess erforderte den Aufbau optischer Komponenten innerhalb des Vakuumgefäßes. Zur Beobachtung der Kathode zu Thermographiezwecken wurde eine vertikale Sichtgeometrie realisiert (Abb. 18), welche aus zwei Aluminiumspiegeln und einem Fenster, anwendungsabhängig aus Quarzglas (UV-VIS) oder Kaliumbromid (IR) in der Oberseite der Anlage besteht. Diese Konstruktion wurde jeweils kurzzeitig aufgebaut, um die Degradation der Komponenten durch die Einwirkung des Plasmas zu minimieren. Das thermische Kontinuum wurde im sichtbaren Spektrum

mit einem Breitbandspektrographen aufgenommen, während ergänzende Messungen im Infrarotbereich mit einer Thermographiekamera (Infratec Varioscans 3011 STPC) durchgeführt wurden. Die erhaltenen Daten werden in Abschnitt 6.4.3.1 vorgestellt.

Zur Rekonstruktion der lokalen Emission im Expansionsbereich vor der Plasmaquelle wurde eine Spezialoptik entwickelt, welche eine weite Raumbereiche abdeckende Sichtgeometrie für die Tomographie bereitstellt. Abbildung 19 zeigt die Sichtlinienfächer in vertikaler und horizontaler Orientierung. Letztere kann in Höhe und Azimutwinkel variiert werden. Kernstück dieser Anordnung ist der Optikkopf (Abb. 20), welcher mittels eines Hohlspiegels die Endflächen der fünf Lichtleiter in einem Abstand von ca. 40 cm abbildet, sodass konische Sichtkegel, über den Durchmesser der Vakuumkammer als Linien anzunähern, entstehen. Eine Blende vor dem abbildenden Spiegel erlaubt die Anpassung der Lichtstärke, welche maximal $f/2$ beträgt. Die Verwendung eines Planspiegels zur Ablenkung der Sichtlinien dient der praktikablen Anordnung der Lichtleiter relativ zur Beobachtungsrichtung und der Reduzierung der Abmessungen. Das Gehäuse mit integriertem Sichtfenster verhindert die Beeinträchtigung der Komponenten im Plasmabetrieb. Die während des Messbetriebs erfolgte Beschichtung des Sichtfensters wurde mittels Spektralphotometrie quantifiziert, wobei jeweils nur eine geringe Beeinträchtigung festgestellt wurde, welche keine Relevanz für die Interpretation der Strahldichtedaten einzelner Experimente besitzt. Für die Monitorierung von Serienexperimenten wurde zusätzlich eine Kollimatoroptik mit Beschichtungsschutz installiert (Abb. 20 rechts unten). Mit nur einer verfügbaren Sichtlinie wurde jedoch keine Rekonstruktion der Emission angestrebt, sondern die Strahldichte direkt am Quellauslass aufgezeichnet.

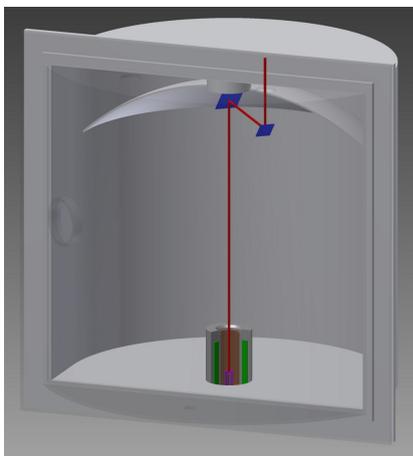


Abbildung 18: Vertikale Sichtgeometrie zur Beobachtung der APS-Kathode.

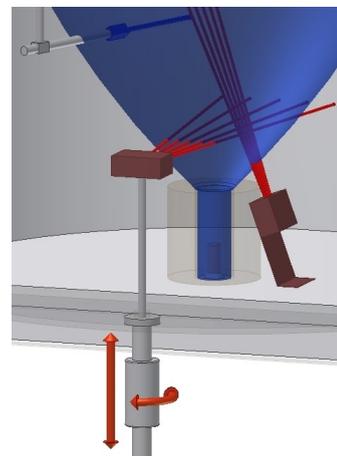


Abbildung 19: Horizontale und vertikale Sichtgeometrie zur ortsaufgelösten optischen Emissionsspektroskopie des Expansionsbereichs. Die Lage der horizontalen Sichtlinien kann mittels Manipulator variiert werden.

Das System zur Vermessung des Expansionsbereichs bietet insgesamt zehn Sichtlinien, welche mittels Faserkopplung ausserhalb der Kammer kontaktiert werden können, und kann somit flexibel mit unterschiedlichen Spektrographen und Detektoren betrieben werden. Aufnahmen zur tomographischen Rekonstruktion der lokalen Emission erfolgten mit einem Gitter-Spektrograph (Acton 2500i), welches eine Brennweite von $f = 50$ cm aufweist und wahlweise mit Beugungsgittern der Auflösung 1200 mm^{-1} und 2400 mm^{-1} betrie-

ben wurde. Die daraus resultierende spektrale Auflösung von $\mathcal{R} = \lambda/\Delta\lambda$ liegt im Bereich von $\mathcal{R} \approx 10000$ beziehungsweise $\mathcal{R} \approx 20000$ und damit ausreichend hoch zur Untersuchung der Linienstrahlung. Als Detektor wurde eine Kamera mit Bildverstärker (PI-Max 1024) im Spektralbereich $\lambda \in [300; 900]$ nm eingesetzt. Die vertikale Anordnung der Abbildung der Lichtleiter auf der Detektorfläche ermöglicht die gleichzeitige Aufzeichnung aller zehn Sichtlinien. Für den Betrieb als Monitor-Diagnostik wurde wiederum ein Breitbandspektrometer (Avantes USB2) mit integriertem Detektor verwendet. Bei wesentlich geringerem Auflösungsvermögen von $\mathcal{R} \approx 500$ ermöglicht der weite Spektralbereich von $\lambda \in [300; 1000]$ nm eine effiziente simultane Aufzeichnung markanter Emissionslinien (siehe Abschnitt 6.5.5.3).

Um quantitative Daten zu erhalten, wurden alle spektroskopischen Diagnostiken mittels eines Strahldichte-Normals kalibriert. Die homogene Lichtquelle (USS-800S-035) in Form einer Ulbrichtkugel (Abb. 21) emittiert diffus und kann daher für die unterschiedlichsten Sichtgeometrien eingesetzt werden, wie z.B. die oben beschriebene Apertur des Optikkopfes. Durch Berücksichtigung der bekannten spektralen Strahldichte L_λ (Abb. 22) wurden für alle Systeme und Konfigurationen die entsprechenden Kalibrationsfaktoren erstellt.

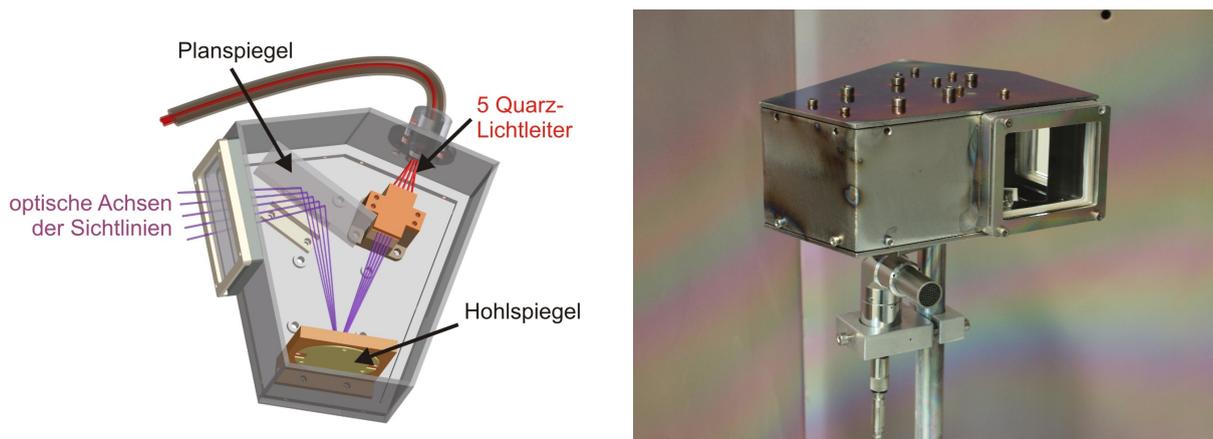


Abbildung 20: Links: Konstruktion des Optikkopfes zur simultanen Aufzeichnung optischer Emission aus fünf Sichtlinien. Rechts: Technische Realisation. Unterhalb der Mehrfachoptik befindet sich eine einfachere Kollimatoroptik, die mit einer Kanülenkassette gegen Beschichtung geschützt ist.

Die aufgezeichneten Daten entsprechen stets einer spektralen Strahldichte, im Fall der Beobachtung des Expansionsbereichs aus der Integration der Emission über das Volumen der Sichtgeometrie. Für die Rekonstruktion der lokalen Emission ist die Entwicklung angepasster Algorithmen von zentraler Bedeutung. Im Fortgang des Projekts wurden entscheidende Fortschritte erzielt. In einem ersten Ansatz wurde die Anpassung der Messdaten aus einem Emissionsprofil mit mehreren Freiheitsgraden verfolgt. Abbildung 23 zeigt exemplarisch die verwendeten Verfahren für das als azimuthalsymmetrisch angenommene Profil. Im Fall der algebraischen Rekonstruktion wird das Emissionsprofil abschnittsweise konstant gesetzt, wobei die Anzahl der Intervalle derjenigen der Messwerte für die Strahldichte entspricht. Dieses Konzept neigt bei fehlerbehafteten oder von der angenommenen Symmetrie abweichenden Eingabedaten zu einer starken Streuung der Emissionswerte. Die Entwicklung des Emissionsprofils in eine Cosinus-Reihe, mit den jeweiligen Amplitu-



Abbildung 21: Strahldichte-Normal Labsphere USS-800S-035 [21] zur Kalibrierung der spektroskopischen Diagnostiken.

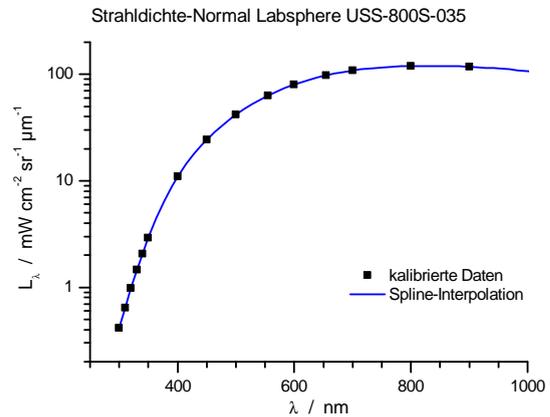


Abbildung 22: Spektrale Strahldichte des Kalibrations-Normals aus Abb. 21.

den als Freiheitsgrade, ermöglicht die Darstellung von glatten Profilen, jedoch abhängig von der Zahl der berücksichtigten Ortsfrequenzen, mit einer Tendenz zu unphysikalischen Schwingungen. Diese Verfahren konnten für Messdaten mit hohem Kontrast nahe der Quelle mit gutem Erfolg eingesetzt werden, wobei mit zunehmendem Abstand zur Quelle die Unsicherheiten ansteigen. Die in den ersten Experimenten gewählte Beschränkung des Messbereichs auf einen Halbraum hat sich, wie nachfolgende Messungen gezeigt haben, als ungünstig erwiesen, da das Symmetriezentrum der Emissionsverteilung nicht exakt bestimmt werden konnte.

Als Weiterentwicklung der Rekonstruktionsmethode wurde die Anpassung des Strahldichteprofiles, aufgezeichnet in der gesamten Horizontalebene, mit einer analytischen Funktion gewählt (Abb. 24). Der Vorteil der Erfassung aller Daten in einer wahrscheinlichen Verteilung steht dem geringeren Nachteil der Vernachlässigung von kleineren systematischen Abweichungen von der vorgegebenen Funktion gegenüber. Auf diese Weise kann die Lage des Strahldichteprofiles genauer bestimmt und das Emissionsprofil durch analytische Invertierung der Strahldichtefunktion berechnet werden. Für den Charakter der Strahldichtedaten im PIAD-Plasma hat sich dieses Konzept als zielführend erwiesen.

6.2.5 Massenspektrometrie und Plasmamonitoring

Der Begriff Massenspektrometrie wird hier für die Untersuchung der Zusammensetzung eines Neutralgases verwendet. Die Apparatur ist zur Restgasanalyse über eine Gasleitung an den Rezipienten angeschlossen (siehe Abb. 8). Hauptbestandteile eines Massenspektrometers (MS) sind Eingangsblende, Ionisator, Analysator und Detektor. Die Eingangsblende erlaubt den Zufluss des zu untersuchenden Gasgemisches in die evakuierte Anordnung. Das Prinzip der Analyse ist die Trennung der Spezies nach dem Verhältnis Masse/Ladung m/z , die mittels elektrischer und/oder magnetischer Felder erreicht wird. Hierzu müssen zunächst Ionen über einen Ionisationsvorgang erzeugt werden. Letzterer kann z.B. durch einen Elektronenstrahl oder ein lokal generiertes Plasma erfolgen. Abhängig von der Konfiguration können sowohl positive, als auch negative Ionen erzeugt werden. Durch statische oder dynamische elektrische oder magnetische Felder werden die Spezies nach m/z separiert (Ionenoptik). Zur Detektion der Ionen können einfache Faraday Becher (vergleiche

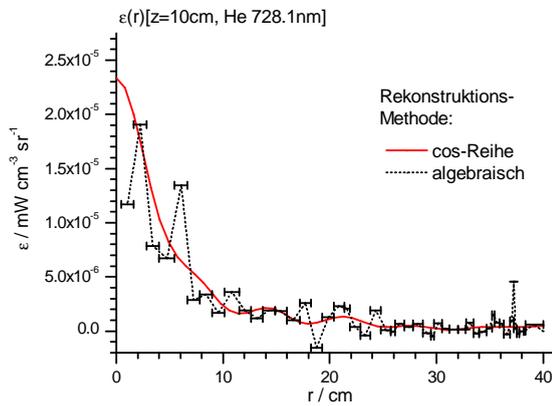


Abbildung 23: Rekonstruktion der lokalen Emission durch Algorithmen zur Anpassung der Strahldichtedaten.

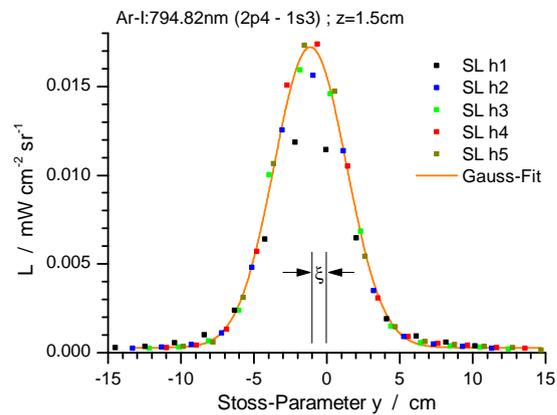


Abbildung 24: Anpassung des Strahldichteprofiles mittels einer analytischen Funktion.

Kollektor der GFEA-Anordnung, Abb. 13) oder empfindlichere Elektronen-Vervielfacher-Systeme zum Einsatz kommen. Es existiert eine Vielzahl von Varianten dieses Grundkonzepts. Für Details zu dieser Analysetechnik wird auf die Literatur verwiesen. [22].

Im folgenden werden einige praktische Aspekte erläutert. Bei dem zum Einsatz gebrachten Gerät handelt es sich um ein *QMS Quadrupol-Massenspektrometer* der Firma *balzers Instruments*. Zur Ionisation dient ein aus einem geheizten Filament extrahierter Elektronenstrahl. Für die Trennung der Spezies wird ein Quadrupol verwendet. In dieser Anordnung liegen 4 Stabelektroden parallel zur Blendenachse des MS. Unter der Wirkung von Wechselfeldern zwischen diesen Elektroden ergeben sich abhängig von m/z und Feldamplitude stabile oder instabile Trajektorien. Hiermit wird ein effektiver m/z -Filter realisiert. Ein Elektronen-Vervielfacher-System (Channeltron) wird zum Nachweis der Ionen eingesetzt.

Abbildung 25 zeigt ein typisches Massenspektrum aus den PIAD-Untersuchungen. Die Signale für $m/z < 45$ lassen sich eindeutig zuordnen, während höhere Massenzahlen keine Identifikation einzelner Spezies zulassen. Die als organische Verbindungen beschriebenen Daten resultieren aus Rückständen in der MS-Zuleitung oder an Wänden des Rezipienten, z.B. durch Belüftung der Anlage oder Emission der Öldiffusionspumpe im Vakuum hervorgerufen. Zu beachten für die Interpretation der Messdaten ist, daß die Ionen innerhalb des MS generiert werden. Damit werden nur inerte bzw. langlebige Gasarten erfasst, die die Flugstrecke zum MS zurücklegen. Zudem sind aufgrund unterschiedlicher Ionisationsquerschnitte die Zählraten der Spezies nicht absolut zu vergleichen. Vielmehr wird das MS zur Identifikation und Untersuchung des zeitlichen Verlaufs von Bestandteilen des Prozessgases verwendet.

Eine für das Vorhaben wichtige Funktionalität ist die Aufzeichnung von Zeitreihen zuvor definierter m/z -Werte, d.h. interessierender Spezies. Aufgrund der nicht gegebenen absoluten Vergleichbarkeit ist es üblich, relative Zählraten anzugeben. Dies ist insbesondere dann sinnvoll, wenn z.B. im PIAD-Prozess Verunreinigungen wie H_2O gegenüber aktiv geregelten Gasarten wie Ar betrachtet werden (siehe Abschnitt 6.5.5.1). Das Auflösungsvermögen des MS hinsichtlich der Spezieskonzentration ist jedoch begrenzt. Zur Illustration sollen die Daten der Abbildung 26 dienen. Der Ionisator des MS erzeugt aus einer

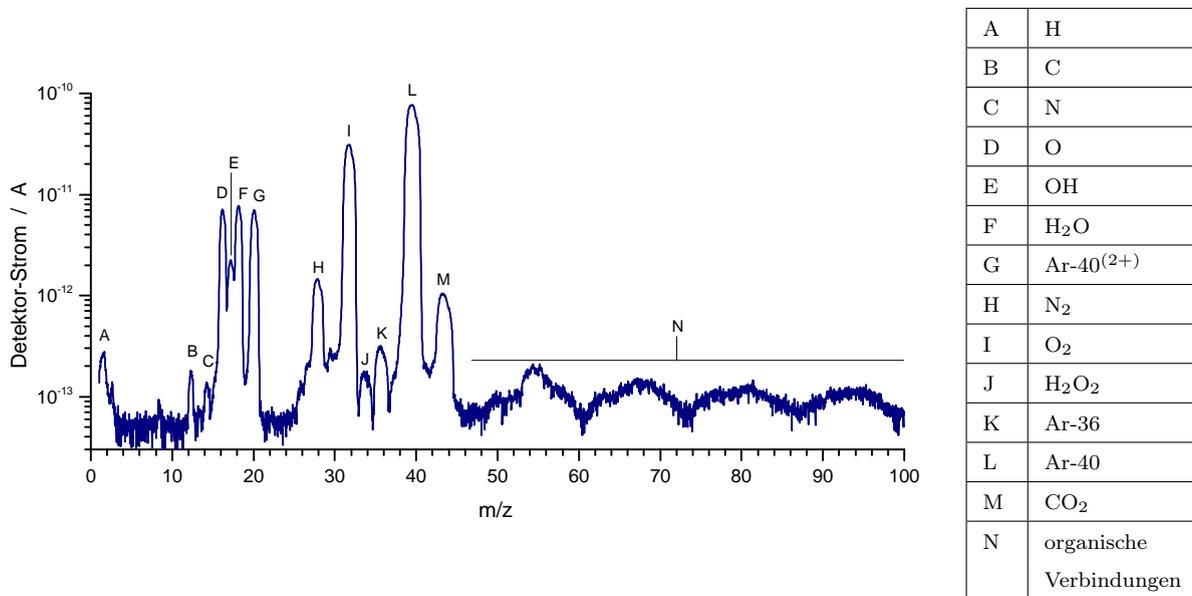


Abbildung 25: Massenspektrum aufgenommen während der Depositionsphase eines TiO₂-Prozesses in logarithmischer Darstellung. Zur Zuordnung der Komponenten siehe Tabelle rechts.

Gasart zumeist mehrere Ionensorten, etwa durch Mehrfachionisation und Fragmentierung von Molekülen. Entsprechend können Ionen wie Ar²⁺ oder O⁺ entstehen. Da diese wie die primär erzeugten Ionen Ar⁺ und O₂⁺ derselben Gasart entstammen, kann der Vergleich der jeweiligen Zählraten einen Hinweis auf die Wiederholbarkeit der MS-Messung geben. Beide Gasarten werden im betrachteten PIAD-Prozess auf identische Gasflüsse geregelt. Als Ursache für die Variation der Messdaten wird der Zustand des Ionisators vermutet. Trotz regelmäßig vorgenommener Konditionierungsprozeduren sind offensichtlich die Ionisationsraten einzelner Ionensorten nicht exakt reproduzierbar. Dieses Verhalten ist bei der Interpretation der MS-Daten zu berücksichtigen.

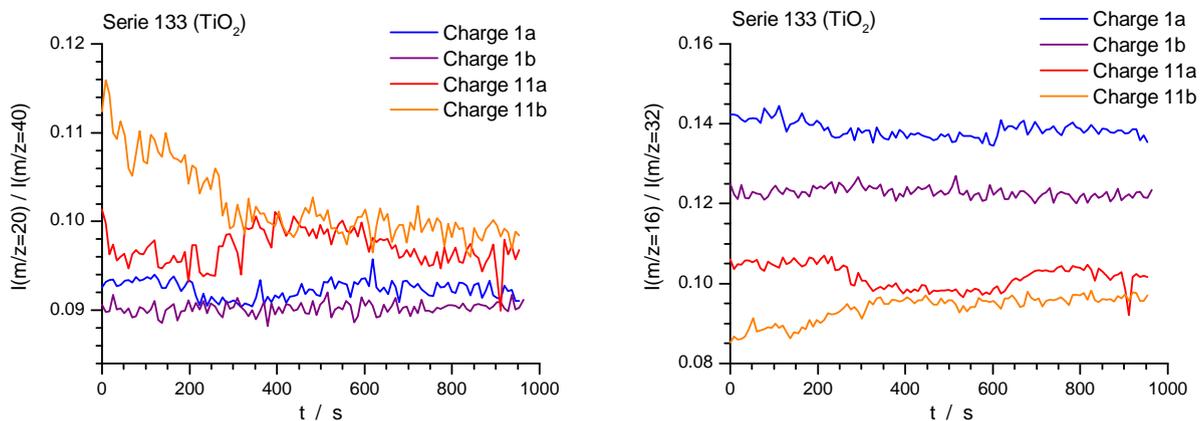


Abbildung 26: Zeitlicher Verlauf von MS-Signalverhältnissen im PIAD-Prozess: Ar²⁺/Ar⁺ (links) und O⁺/O₂⁺ (rechts).

Der Begriff *Plasmamonitor* (PM) wird für einen Aufbau zur energieaufgelösten Massenspektrometrie verwendet, welches zur Analyse von neutralen und geladenen Spezies in einem Plasma dient. Neben den im MS benötigten Komponenten ist ein variables Einlass-

system vorhanden, welches mittels Blenden und Ionenoptik die Extraktion von negativen oder positiven Ionen aus dem Plasma ermöglicht. Daneben steht ebenso ein Ionisator zur Untersuchung der neutralen Spezies zur Verfügung. Zusätzlich wird ein Energiefilter zur energetischen Diskriminierung der Spezies eingesetzt. Damit ermöglicht der PM sowohl die Aufnahme von Massenspektren bei definierter Teilchenenergie, als auch Energiespektren bei definierter Massenzahl (m/z).

Für das Vorhaben stand ein *EQP* der Firma *Hiden Analytics Ltd.* zur Verfügung. Der prinzipielle Aufbau der Apparatur ist in Abbildung 27 dargestellt. Das Konzept des PM lässt es ideal für die Untersuchung von Plasmen erscheinen. Für die PIAD-Untersuchungen wurde der PM oberhalb der Substrathalterung montiert (siehe Abb. 7). Der Betrieb des PM erfordert jedoch einen hohen Optimierungsaufwand. Im gegebenen Fall bieten die Komponenten zur Extraktion, Fokussierung, Energie- und Massenselektion und Detektion 20 Parameter, die für die jeweilige Messaufgabe angepasst werden müssen. Neben dieser Komplexität wurde eine eingeschränkte Reproduzierbarkeit der Messergebnisse festgestellt (Abschnitt 6.4.4.2).

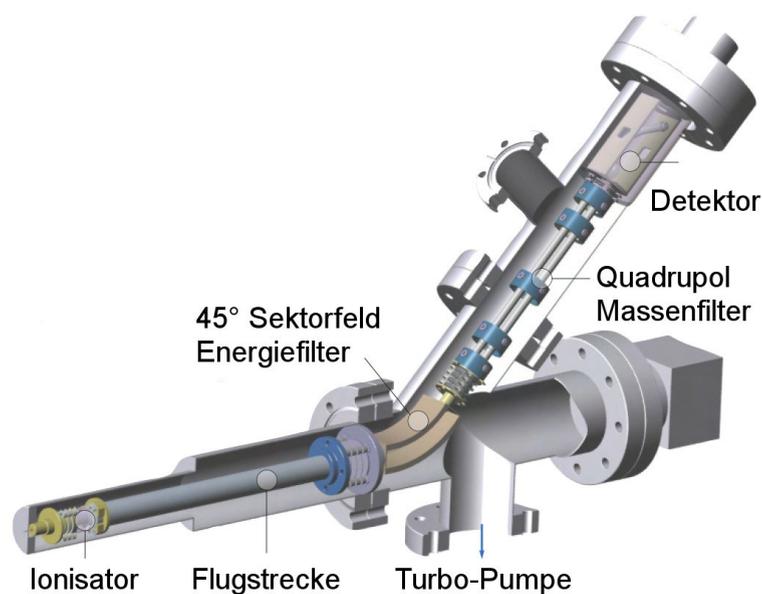


Abbildung 27: Aufbau des verwendeten Plasmamonitors *Hiden EQP* (nach [23]).

6.2.6 Spektralphotometrie

Die Spektralphotometrie (SP) bezeichnet die Untersuchung der Änderung der Intensität von elektromagnetischer Strahlung beim Durchgang durch ein Medium. Im Allgemeinen wird ein Lichtstrahl einer Wechselwirkung mit dem Medium unterliegen, die zu Transmission, Reflexion, Streuung und Absorption führt. Transmission und Reflexion sind verhältnismäßig einfach messtechnisch zugänglich. Diese Größen werden durch die optischen Konstanten des zu untersuchenden Mediums und die Lichtbrechung an Grenzflächen bestimmt. Um die Materialeigenschaften bestimmen zu können ist eine spektrale Rückrechnung aus den Messdaten erforderlich. Hierfür muß neben Angaben zur Geometrie der Probe ein Modell für die dielektrische Funktion ε , die die Dispersion im Rahmen der linearen Optik beschreibt, angenommen werden. Es gilt $\sqrt{\varepsilon} = \tilde{n}$, mit dem komplexen

Brechwert \tilde{n} , der nach $\tilde{n} = n + iK$, die reellen Größen Brechwert n und Extinktionskoeffizient K beinhaltet. Das Paar $(n(\lambda), K(\lambda))$, jeweils in Abhängigkeit der Lichtwellenlänge λ , liegt im Fokus der spektralphotometrischen Messung. Details zu den physikalischen Grundlagen der Dünnschichtoptik geben die Monographien [24] und [25].

Für das Vorhaben wurde ein Spektralphotometer des Typs *UV-2450* der Firma *Shimadzu* eingesetzt. Dabei handelt es sich um ein 2-Strahl-Transmissionsspektrometer, das den Spektralbereich $\lambda \in [190; 900]$ nm abdeckt. Damit eignet es sich für die Untersuchung von dünnen Schichten vom DUV- bis NIR-Bereich. Die Interpretation der Messdaten wurde mittels eines Rechenprogramms (*LCalc* [26]) vorgenommen. Dieses basiert auf der Annahme eines Oszillatormodells für die dielektrische Funktion. Zur erfolgreichen Anwendung der Spektralphotometrie während des Vorhabens organisierte der Partner IOF eine umfassende Einführung in Theorie und Praxis.

6.3 Erkenntnisse zum Entladungsmechanismus des PIAD-Prozesses

Im Themengebiet der PIAD steht die Plasmaquelle *Advanced Plasma Source* (APS) der Leybold Optics GmbH aus plasmaanalytischer Sicht im Zentrum des Interesses. In diesem Abschnitt werden die technischen Rahmendaten erläutert und zur Erleichterung der Einordnung der später vorgestellten Einzelergebnisse die Erkenntnisse zum Funktionsprinzip der APS skizziert. Es werden Resultate der Literaturstudie im Arbeitspaket AP0, sowie wesentliche Zusammenhänge, welche innerhalb PLA3 erkannt wurden, dargestellt. Weitergehende quantitative Angaben zu Anlagen- und Plasmaparametern erfolgen in Abschnitt 6.4.

Die Untersuchungen zur PIAD-Plasmaquelle wurden ausschliesslich an dem Modell APSpro, einer optimierten Variante der ursprünglichen Bauform, durchgeführt. Da davon ausgegangen werden kann, dass die Unterschiede in technischen Details das Funktionsprinzip nicht wesentlich beeinflussen - unter anderem ist die Anordnung und Grösse der Elektroden identisch - wird stets die Kurzform APS zur Bezeichnung verwendet. Die APS ist eine Glühkathoden-Gleichstrom-Entladung mit unterstützendem Magnetfeld. Die Abbildungen 28 und 29 zeigen den geometrischen Aufbau und die elektrische Verschaltung der Plasmaquelle. Eine Besonderheit ist die Erdfreiheit der Leistungsversorgung der Entladung, so dass sich die Quelle soweit aufladen kann, um den energetisch günstigsten Entladungszustand gegenüber der Umgebung zu erreichen. Die Elektroden sind koaxial angeordnet, wobei die zylindrische Kathode aus Lanthanhexaborid (LaB_6), einem effizienten Elektronenemitter, hohl ausgeführt ist und von dem darunter befindlichen Graphitelement über Wärmestrahlung aufgeheizt wird. Das Volumen der Entladung wird von der umgebenden Anode aus Kupfer (Cu) bestimmt, mit einem Durchmesser von 6.5cm und einer Länge von 25cm (jeweils Innenmaße). Das Material LaB_6 kann bei den vorliegenden Temperaturen von $T_K \approx 1800$ K theoretisch Emissionsstromdichten von $j_K \leq 3$ A/cm² erreichen. Bedeutsam ist, dass die tatsächlich erreichte Emissionsstromdichte sehr empfindlich von der Temperatur und der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche abhängt [27, 28]. Die freigesetzten Elektronen werden im Kathodenfall beschleunigt und durch das Magnetfeld auf Gyrationbahnen gezwungen, wodurch bei entsprechender Gasdichte eine effektive Ionisation erreicht wird. Da die Prozesskammer auf einem niedrigen Druck von typ. $p \approx 20$ mPa gehalten wird, kann sich das Neutralgas und Plasma aus der

Quellregion nahezu stossfrei in den Rezipienten ausdehnen. Die tatsächlichen Details der Plasmaerzeugung und des Plasmatransports sind für die Wirkung des Plasmas auf die Schichtbildung entscheidend. Dem Anwender sind jedoch lediglich makroskopische Größen bekannt, wie sie in Tabelle 3 zusammengefasst sind.

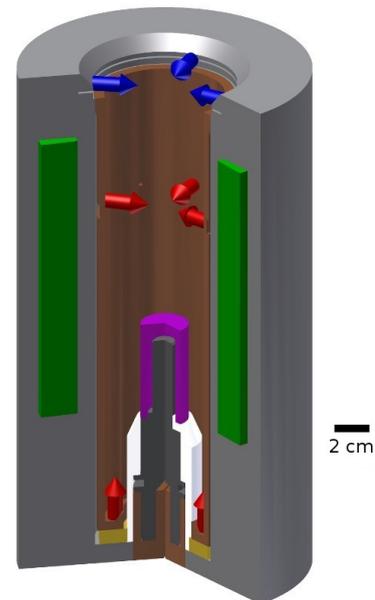
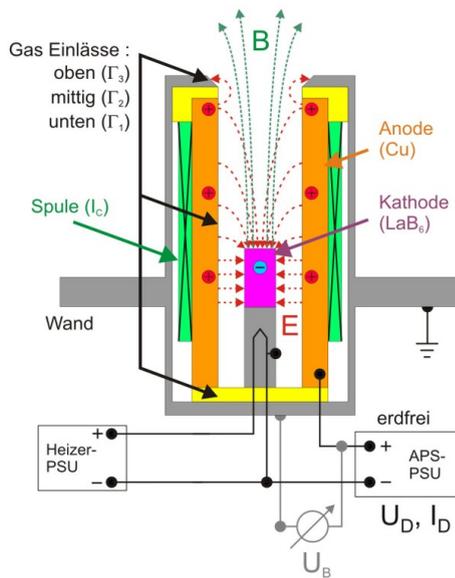


Abbildung 28: Schnittbild der APS (nicht maßstabgetreu) und elektrische Verschaltung der Kathodenheizung und der Elektroden.

Abbildung 29: Maßstabgerechte Darstellung der APS. Die Pfeile markieren die Positionen der Gaseinlässe. Zur Bezeichnung der Komponenten siehe Abb. 28.

Gasflüsse	$\Gamma_1(Ar)$	2 - 20	sccm
	$\Gamma_2(Ar)$	0 - 20	sccm
	$\Gamma_3(O_2)$	0 - 30	sccm
Kammerdruck	p	10 - 50	mPa
Heizleistung	P_H	1.4 - 2.2	kW
Magnetfeld	B_{max}	10 - 50	mT
Entlade-Spannung	U_D	30 - 150	V
	I_D	10 - 100	A
Strom	P_D	1 - 10	kW
Leistung	U_B	50 - 150	V
Bias (Anode-Masse)			

Tabelle 3: Bereiche der APS-Betriebsparameter.

Zur Einschätzung der vorliegenden Plasmaeigenschaften wurden zunächst vorliegende Veröffentlichungen geprüft. Die ersten Untersuchungen an dieser Quelle wurden in [3] und [29] veröffentlicht, wobei nur erstgenannte in einem internationalen Journal platziert wurde. Diese Arbeiten bieten Einblicke in die Interpretation der Quellenentwickler bezüglich der Funktionsweise und geben darüber hinaus Auskunft über Elektronen- und Ionenparameter in der Substratebene. Die Generation einer hochenergetischen Ionenkomponente wird der

Potentialdifferenz zwischen Quelle, d.h. insbesondere dem Anodenpotential U_B , und Kalotte zugeschrieben. Es werden Untersuchungen zur Variation der Ionenenergieverteilung, d.h. sowohl einer energetischen als auch räumlichen auf unterschiedlichen Kalottenpositionen, in Abhängigkeit der Konfiguration der Plasmaquelle (Geometrie, Magnetfeld, Leistung, etc.) dargestellt. Diese ersten Arbeiten geben noch kein vollständiges Bild der Plasmaparameter in der Substratebene und treffen aufgrund der Beschränkung der Messungen an der Kalotte keine Aussagen über die Eigenschaften des Plasmas in der Quelle oder im Rezipienten. Der von Anwendern beschriebene, teilweise sich ungünstig auswirkende Grad an Reproduzierbarkeit der Plasmastützung, wurde zu diesem Zeitpunkt mutmasslich noch nicht thematisiert.

In Vorbereitung des Aufbaus einer angepassten Plasmaanalytik und zur Konzeption der vorgesehenen Untersuchungen wurden insbesondere Publikationen beachtet, welche Anordnungen beschreiben, welche der vorliegenden ähnlich sind, d.h. einer räumlich begrenzten Zone der Plasmaerzeugung gegenüber einer evakuierten Kammer. Im Fall der SYRUS LC-3 beträgt das Volumenverhältnis APS:Kammer ca. 1:1500. Es wurden im wesentlichen zwei Kategorien von Mechanismen zur Erzeugung eines Plasmastrahls identifiziert. Einerseits das Vorliegen eines Druckgradienten, wobei hier vornehmlich jener des Neutralgases bestimmend ist, welche eine geometrische Expansion verursacht. In dieses Gebiet fällt auch der Einfluss eines inhomogenen Magnetfelds, das dem Plasmtransport eine anisotrope Komponente aufprägen kann. Beispiele sind in [30–34] beschrieben. Andererseits kann eine räumlich begrenzte Doppelschicht einen Potentialsprung verursachen und damit eine energetische Ionenkomponente erzeugen [35–38]. Dieses Phänomen basiert auf einer Abweichung von der Quasineutralität im Volumen und bedingt einen Stromfluss durch die Schicht in senkrechter Richtung. Daneben liegt die Ausdehnung nur in der Grössenordnung der Debyelänge (typ. $\lambda_D \ll 1$ mm) und ist aufgrund dessen und wegen der fragilen Struktur für experimentelle Methoden schwer zugänglich.

Für beide genannten Konzepte gilt für die meisten der Arbeiten, dass der Einfluss des Neutralgases aufgrund des eingestellten Drucks ($\mathcal{O}(\text{Pa})$) relativ gewichtig ist, d.h. der Ionisierungsgrad eher niedriger als im vorliegenden Fall und die Beschreibung des Plasmas in einem Flüssigkeitsbild als angemessen betrachtet wird. Für die Situation der APS ergibt sich aus den Untersuchungen, dass die skizzierten Mechanismen nicht oder nur teilweise zugrunde gelegt werden können. Die Bedeutung des Magnetfelds kann anhand der Abbildungen 30 und 31 nachvollzogen werden. Bei Feldstärken von einigen 10 mT im Quellbereich liegen die Gyroradien der Elektronen im Millimeterbereich, so dass die Elektronen magnetisiert sind und sich erst im Aussenbereich der APS von den Feldlinien lösen können. Der Transport der Elektronen von Kathode zu Anode, der den Entladungsstrom dominiert, geschieht also über den Umweg im Rezipienten effektiver als durch anomalen Transport (Mikroturbulenz) senkrecht zum Magnetfeld. Das Magnetfeld ist notwendig zur Begrenzung des Entladungsstroms, wirkt beim Einfluss auf den Plasmastrahl jedoch eher indirekt. Durch die Variation des Elektronentransports bei Veränderung der magnetischen Feldstärke wird insbesondere die räumliche Verteilung des Plasmopotentials beeinflusst. Hierüber und durch die Dichteverteilung in der Quelle wird die räumliche und energetische Verteilung der Ionen bestimmt. Die Ionenkomponente ist sowohl in der Quelle als auch im Expansionsbereich nicht magnetisiert und driftet primär in Richtung des elektrischen Feldes.

Die Darstellung Abb. 32 fasst die Ursache der Ausbildung eines Ionenstrahls zusam-

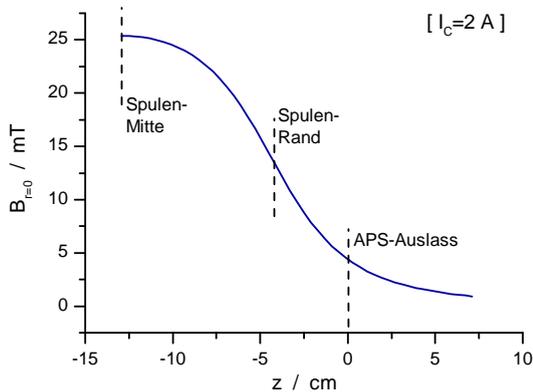


Abbildung 30: Verlauf des Magnetfelds auf der Symmetrieachse der APS.

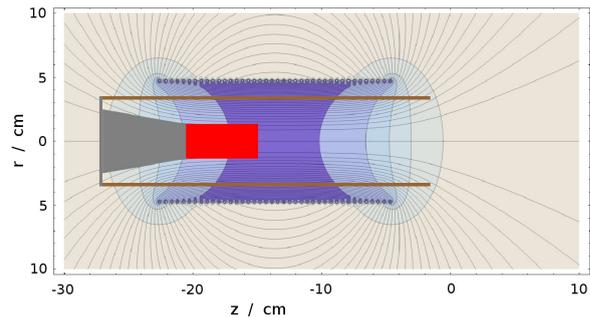


Abbildung 31: Verteilung des Magnetfelds innerhalb und ausserhalb der APS. Senkrecht zu den Feldlinien sind Konturlinien eingezeichnet.

men. Die Messung von Plasmaparametern innerhalb der Quelle ist nur bei geringer Entladeleistung im Randbereich möglich, so dass die diskutierten Parameter im Regelfall noch höher ausfallen. Der eingegebene Gasstrom wird nahezu vollständig ionisiert und eine Plasmadichte von über 10^{12} cm^{-3} erreicht. Bei gleichzeitig hohen effektiven Elektronentemperaturen von $T_{e,\text{eff}} > 10 \text{ eV}$, erreicht die Elektronenkomponente typischerweise einen Partialdruck p_e von einigen Pascal. Während p_e innerhalb der Quelle als räumlich wenig inhomogen angenommen wird, expandiert das Plasma in die Kammer nahezu stossfrei, aufgrund mittlerer freier Weglängen in der Grössenordnung von $\mathcal{O}(1 \text{ m})$, die durch den niedrigen Neutraldruck von $p_0 \approx 20 \text{ mPa}$ gegeben sind. Dabei nimmt p_e bis zur Substratebene um ca. 3 Grössenordnungen ab. Da das Plasmapotential an die Dichte und Energie der Elektronen gekoppelt ist, stellt sich ein Potentialprofil ein. Dessen Maximum ist bestimmt durch das maximale Plasmapotential in der Quelle, welches über dem Anodenpotential liegt, während der für die PIAD relevante Bezugspunkt das Potential der Substrate nahe der Anlagenmasse darstellt.

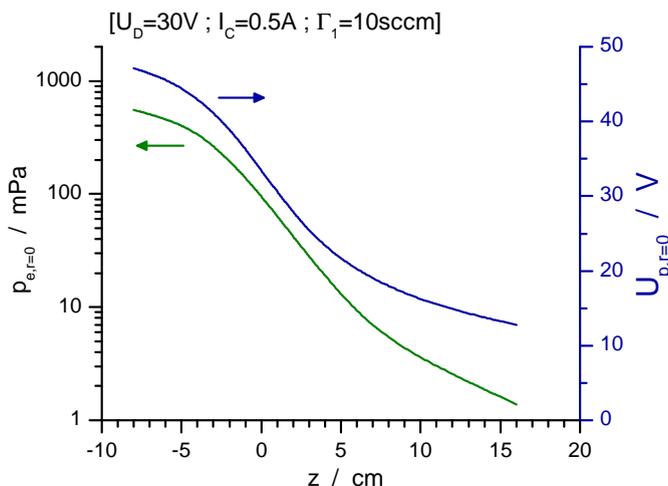


Abbildung 32: Verlauf des Elektronendrucks p_e und des Plasmapotentials U_p im nahen Innen- und Aussenbereich der APS auf der Symmetrieachse.

Das Funktionsschema der APS ist in Abb. 33 aufgezeigt. Als ein wesentlicher Aspekt

kann angesehen werden, dass der auf die Substrate einwirkende Ionenstrom nur einen geringen Teil des hauptsächlich zur Kathode gerichteten Gesamtionenstroms ausmacht. Die Ausprägung des Plasmatransports aus der Quellregion wird von der Potentialverteilung oberhalb der Kathode bestimmt. Sowohl die Elektronenemission der Kathode, die unter anderem von der Kathodentemperatur abhängt, als auch die Größe der einzelnen Gasflüsse, erzeugen eine spezifische Konfiguration im Auslassbereich, die zu unterschiedlichen Flussdichten und Energieverteilungen der Ionen am Substrat führen. Deutliche Unterschiede sind in der Ausprägung der mittlereenergetischen Komponente und der radialen Verteilung des Ionenstrahls nachweisbar. Während eine starke Anisotropie der Ionenkomponente vorliegt, erscheint die Elektronenkomponente den bisherigen Daten nach zu urteilen im Expansionsbereich isotrop. Die Potentialverteilung führt zu einer Pendelbewegung (bereits in [3] ausgeführt) zwischen Quelle und Aussenbereich. In der Quellregion erreichen die Elektronen ihre maximale Energie und können, soweit keine inelastische Wechselwirkung im Plasma stattfindet, einen Ausgleichsstrom zur Ionenkomponente bilden.

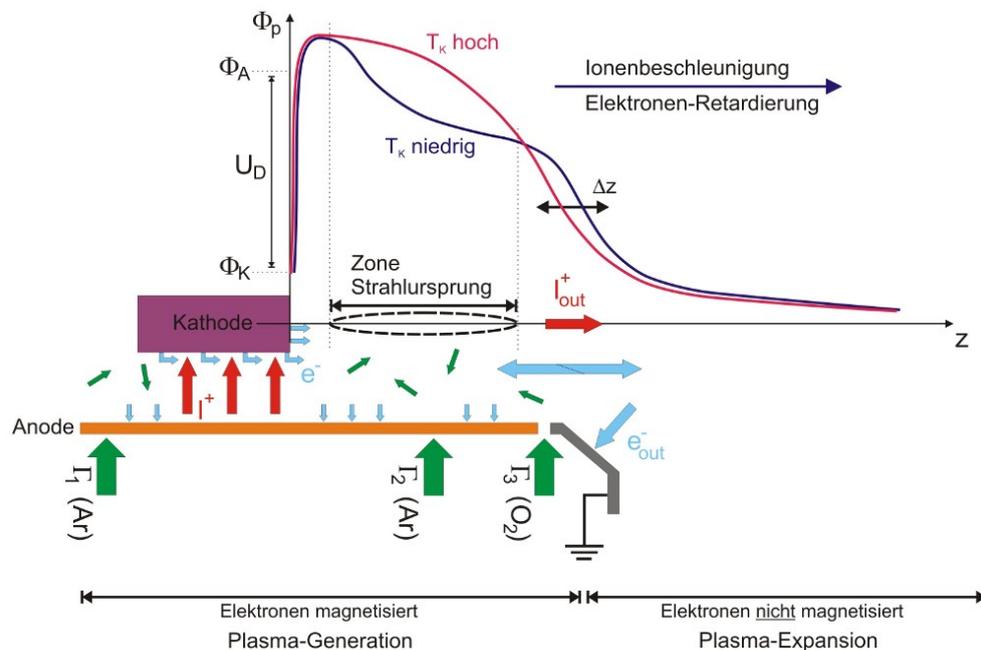


Abbildung 33: Schema der Teilchenflüsse und Potentialverhältnisse in und vor der APS.

Neben einem generellen Verständnis für die Mechanismen zur Erzeugung eines Plasmastrahls steht die Klärung der Ursachen für eine Variation der Stützwirkung der APS. Abbildung 34 macht deutlich, dass den Elektroden kein exakt definierter Betriebszustand zugeordnet werden kann. Nach nur kurzer Betriebsdauer gereinigter Komponenten zeigen sich Ablagerungen und Modifikationen der Oberflächen. Die Kathode reagiert empfindlich auf die Zugabe von Sauerstoff, was zu einer Erhöhung der Austrittsarbeit des nun chemisch modifizierten Materials führt. Bei ausreichender Heizleistung und durch Abtrag der Oberfläche mittels Ionenzerstäubung wird im Betrieb die sogenannte Vergiftung der Kathode vermieden. Zudem nimmt das Volumen der Kathode während des Betriebs stetig ab, entsprechend wird die Oberfläche verringert und bei unveränderter Heizleistung resultiert eine erhöhte Temperatur. Ein Grossteil des in der Quelle an Kathode oder Isolatoren abgetragenen Materials wird offensichtlich auf der Anode abgelagert. Neben einer

Beeinträchtigung der Leitfähigkeit wird dadurch der Strahlungshaushalt und darüber wiederum die Temperatur der Kathode beeinflusst. Mit den sich im Betrieb ändernden Oberflächeneigenschaften ist das Vorliegen eines eindeutigen und reproduzierbar einstellbaren Arbeitspunktes nicht gegeben. Es müssen daher Kriterien zur Regelung der Entladung formuliert werden. Werkseitig ist die Steuerung von U_B oder U_D über Anpassung von I_D oder I_C vorgesehen, d.h. es werden zwei der vier Parameter vorgegeben, eine zur Regelung verwendet, während die vierte Grösse sich frei einstellt. Ein einfaches Beispiel zeigt Abb. 35, wobei U_D und I_C als konstant gesetzt sind. Auch nach längerem Vorlauf liegt in der Argon-Phase eine Drift von I_D vor. Bei Zufluss von Sauerstoff stellt sich I_D schneller als U_B auf ein anderes Niveau ein, wobei im gezeigten Zeitabschnitt kein Gleichgewicht erreicht wird. Die auftretenden Zeitkonstanten können im Bereich einiger 100 s liegen und bedeuten letztlich, dass kaum eine Phase im PIAD-Prozess ohne Variation der APS-Parameter realisierbar ist.

Aufgrund des Aufbaus der Plasmaquelle wird die Variation der Elektroden Eigenschaften unvermeidlich bestehen bleiben. Die neuen Regelansätze (Abschnitt 6.5) zielen daher auf Regelung der Plasmaparameter vor dem Substrat, entweder indirekt über eine weitreichende Interpretation der APS-Parameter, oder direkt über eine in-situ Messung des Entladungszustands.

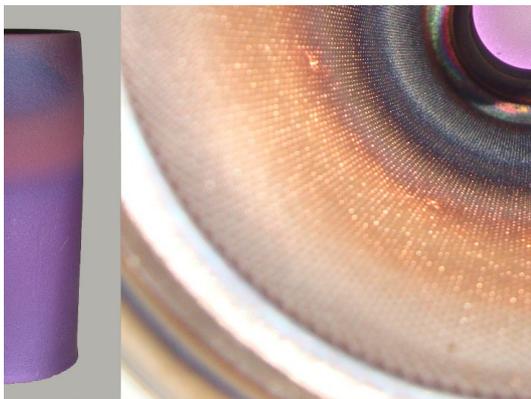


Abbildung 34: Verfärbungen der Oberflächen von Kathode (links) und Anode (rechts) zeigen die heterogene und variable Beschaffenheit der Elektroden. Zudem wird das Kathodenmaterial im Betrieb abgetragen, was in der Abweichung zur zylindrischen Form sichtbar wird.

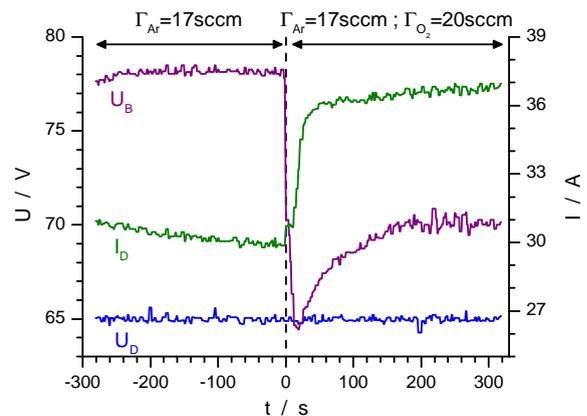


Abbildung 35: Drift einiger APS-Parameter während des Betriebs mit unterschiedlichen Gasmischungen.

6.4 Detailergebnisse der Prozessanalytik

In diesem Abschnitt werden die wesentlichen Ergebnisse aus dem Arbeitspaket PLA3 zur Erfassung und Auswertung wichtiger Plasmakenngrößen behandelt. Das komplexe Gesamtbild wird in mehreren Unterabschnitten entsprechend der behandelten Teilaspekte Elektronen, Ionen, optische Emission und Einströmungen am Substrat beschrieben. Abbildung 36 zeigt den Querschnitt der Anlage und die drei plasmaphysikalisch sinnvoll unterscheidbaren Raumbereiche. Die in Abschnitt 6.1.1 beschriebenen Manipulatoren erlauben die Positionierung von Sonden im Expansions- und Quellbereich. Zur Charakterisierung der Substratebene befindet sich die Messtechnik entweder direkt auf der Kalotte oder in unmittelbarer Nähe zu dieser. Die im folgenden vorgestellten Ergebnisse basieren auf Daten der Langmuir Sonde (LP), dem Gegenfeldenergieanalysator (GFEA), Systemen zur optischen Emissionsspektroskopie (OES) und dem Plasmamonitor (PM). Gemäß des jeweiligen Messprinzips (siehe auch Abschnitt 6.2) und der Grösse der Diagnostik, ergibt sich eine Zuordnung von Raumbereich und Methodik. Hierbei stellt der Quellbereich eine besondere Herausforderung dar. Aufgrund der hohen Energiedichte des Quellplasmas können Sondenbasierte Techniken (LP) nur im Randbereich bei gleichzeitig niedriger Entladespannung und Gasflüsse betrieben werden. Demgegenüber stehen optische Verfahren, die Signale aus dem Quellvolumen in vertikaler Richtung linienintegriert aufzeichnen können, dadurch aber keine präzise räumliche Zuordnung bezüglich des Quell- oder Expansionsbereichs gestatten. Zur Beschreibung der Geometrie werden Zylinder- (r, z) bzw. Polar- (d, ϑ)-Koordinaten verwendet, wobei stets von Azimutal-Symmetrie ausgegangen wird.

6.4.1 Elektronenparameter

Der Zugang zur Elektronenkomponente des PIAD-Prozesses erfolgte zunächst im Expansionsbereich zwischen Plasmaquelle und Substratebene für den Betrieb mit Argon. Das Ziel war die Charakterisierung des Plasmatransports für diese einfachste Konfiguration ohne die Komplikation molekularer und reaktiver Gase und dem damit verbundenen erhöhten Kammerdruck. Im Vergleich zu den Untersuchungen komplexerer Konfigurationen stellte sich heraus, dass sich aus der Situation des Argonplasmas bereits die wesentlichen Merkmale bezüglich der Elektronen darstellen lassen. Die Abbildungen 37 bis 41 fassen diese Erkenntnisse zusammen. Durch die hohe Belastung der Messtechnik in der Nähe des Quellplasmas wurden die Daten im minimalen Abstand $d = 6$ cm aufgezeichnet.

Die erhaltenen Profilformen zeigen die Plasmaexpansion aus dem Quellbereich. Wird U_B als grobes Maß für das Plasmapotential in der Quelle angenommen (siehe Abschnitt 6.4.2) wird deutlich, dass etwa die Hälfte der gesamten Potentialdifferenz im Rezipienten vorliegt. Die Beschleunigung der Ionen ergibt sich hierbei aus der Differenz der Plasmapotentiale von Quelle und nahe des Substrats zuzüglich der Randschichtspannung am Substrat. Mit zunehmendem Abstand zur Quelle nimmt U_p näherungsweise exponentiell ab, als Folge der lokalen Elektronenenergie. Daher liegt ebenfalls ein exponentielles Profil für die effektive Elektronentemperatur vor. Eine nahezu exponentielle Abnahme des Floatingpotentials ist durch die Reduktion der Ionenflussdichte mit zunehmendem Abstand zur Quelle begründet. Je höher der Einfluss der Ionenstrahlkomponente, desto höher U_f . In der Nähe des Substrats erreicht U_f typischerweise Werte nahe 0, wobei die spezifische Zusammensetzung des Plasmas eine Verschiebung um einige Volt ins positive

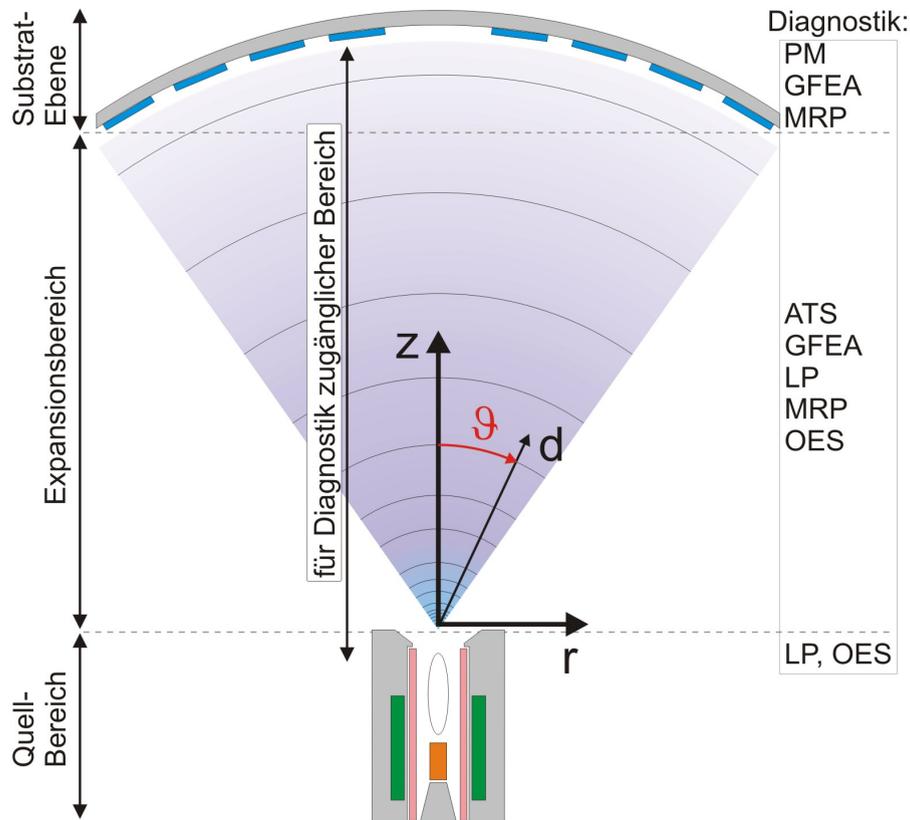


Abbildung 36: Schematischer Querschnitt der PIAD-Anlage mit Angabe des verwendeten Koordinatensystems.

oder negative bewirken kann. Die Elektronendichte zeigt ein Potenzverhalten, was in der doppelt-logarithmischen Darstellung deutlich wird. Angenäherte Potenzgesetze ergeben Exponenten in der Höhe von typ. ≤ 2 , was das Vorliegen der Expansion aus einem kleinen Raumbereich bestätigt. Abweichungen von einer idealen Punktquelle ergeben sich aufgrund der Ausdehnung der Quelle, einer mutmasslich radial inhomogenen Plasmaverteilung in der Quelle, der spezifischen Topologie des Plasmapotentials und der Wechselwirkung des Plasmastrahls mit dem Hintergrundgas. Daher liegen keine strikten Potenzverläufe über den gesamten Raumbereich zwischen Quelle und Substrat vor. Die Verteilung des Plasmas in einer zur Symmetrieachse hin verengten, strahlförmigen Gestalt zeigt sich in der Reduktion der Elektronenparameter für grössere Polarwinkel, z.B. $\vartheta = 45^\circ$ in den Abbildungen. Die Eigenschaften des expandierenden Plasmas werden deutlich in der Variation der Parameter mit zunehmender Entfernung zur Quelle. Neben dem bereits beschriebenen Abfall des Plasmapotentials, nimmt im untersuchten Raumbereich die Elektronendichte um 2 Grössenordnungen ab – die Abnahme zwischen Quelle und Substrat liegt bei ca. $1 : 10^{-3}$ und $T_{e,\text{eff}}$ wird um den Faktor von ca. 4 reduziert.

Die Langmuir Sonde bestimmt neben den Potentialen die Elektronenenergieverteilung EEDF, aus welcher die Parameter $T_{e,\text{eff}}$ und letztlich auch n_e abgeleitet werden. Zur Darstellung der EEDF wird üblicherweise die Elektronenwahrscheinlichkeitsverteilung EEPF, die mit der Elektronendichte skaliert wird, herangezogen: $E E P F \cdot n_e := f_e(E)$. Für die in Abb. 38 und Abb. 39 präsentierten Daten ($\vartheta = 0$) zeigt Abb. 40 die zugrundeliegenden Verteilungsfunktionen. Je geringer der Abstand zur Quelle, desto höher die Amplitude,

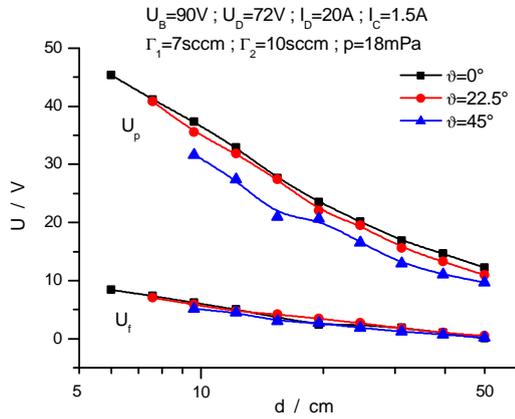


Abbildung 37: Verläufe des Plasma- und des Floatingpotentials im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in halblogarithmischer Darstellung.

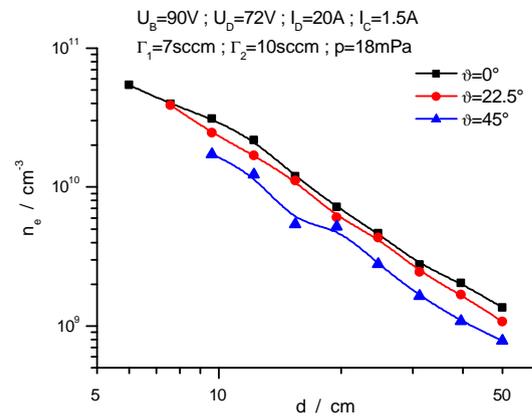


Abbildung 38: Verlauf der Elektronendichte im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in doppelt-logarithmischer Darstellung.

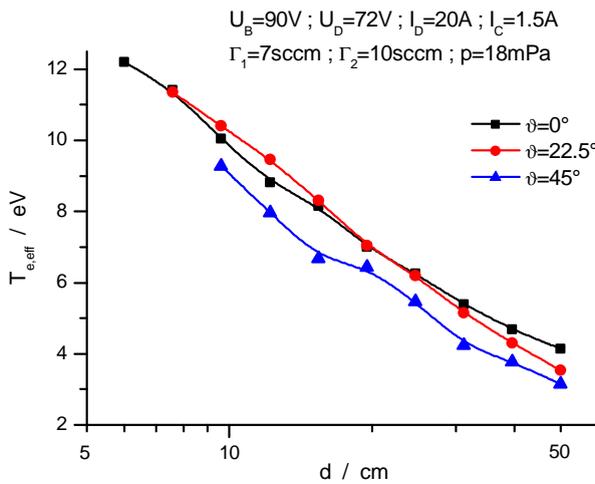


Abbildung 39: Verlauf der effektiven Elektronentemperatur im Expansionsbereich auf unterschiedlichen Polarstrahlen in halblogarithmischer Darstellung.

breiter der erfasste Energiebereich und umso flacher der Verlauf für $E \rightarrow 0$, entsprechend der weiter oben diskutierten Parameter. In der gewählten Darstellung erscheinen die $f_e(E)$ konkav, d.h. die höherenergetischen Anteile der Verteilung werden zunehmend reduziert. Eine weitreichende Vereinfachung zur Beschreibung der Elektronen ergibt die Prüfung der Gültigkeit der nichtlokalen Näherung für die Energieverteilung. Die nichtlokale Näherung bedeutet die Reduktion des Phasenraums (x, v) auf die Skala der Gesamtenergie, gleichbedeutend mit der Unabhängigkeit der Verteilung vom Ort (nichtlokal). In Anordnungen, in denen die Energierelaxationslänge der Elektronen grösser als die Ausdehnung des Plasmas ist, was durch einen niedrigen Druck und dadurch grosse mittlere freie Weglängen begünstigt wird, ist diese Näherung gültig [39]. Während die $f_e(E)$ der Abb. 40 die jeweilige lokale isotrope Verteilung beschreiben, werden dieselben Funktionen in Abb. 41 über der Gesamtenergie aufgetragen. Die Gesamtenergie E_{tot} ist die Summe aus der kinetischen und der potentiellen Energie, wobei letztere durch das lokale Plasmapotential gegeben ist. Die lokalen Messungen erweisen sich als Teilstücke einer globalen Funktion, welche der Ausdruck der Gültigkeit der nichtlokalen Näherung ist. In der Abbildung ist

ein Formelansatz für $f_e(E_{\text{tot}})$ angegeben, welcher die wesentlichen Merkmale der Verteilung beinhaltet. Der niedrig- bis mittlere energetische Teil wird durch eine Maxwell-ähnliche Verteilung ($T_e \propto 1/\beta$) beschrieben und die Abnahme der Verteilung bei höheren Energien wird durch den Schrankenparameter δ und die Steigung γ nachgezeichnet. Die konkave Form von $f_e(E_{\text{tot}})$ ist begründet durch eine Thermalisierung der Elektronen in der Plasmaquelle und des durch die Potentialverteilung im Rezipienten definierten Transports. Ausgehend von einer Region maximalen Plasmapotentials können Elektronen nur in Regionen vordringen, deren potentielle Energie der kinetischen Energie des Startortes entspricht. Ein Grossteil der Elektronen wird also im Potential des Expansionsbereichs gebremst und schliesslich zurück in die Quellregion transportiert. Daraus ergibt sich eine isotrope Verteilung. Der zum Ausgleich des Ionenstroms auf die Wand bzw. die Substrate notwendige Elektronenstrom wird durch den Hochenergieanteil der Energieverteilung in der Quellregion erzeugt. Dieser Anteil ist nicht in der isotropen Verteilung des Rezipienten sichtbar, da letzterer dominiert. Bei Kenntnis des Plasmapotentials und der nichtlokalen Energieverteilung können die lokalen Elektronenparameter abgeleitet werden. Der Vorteil der nichtlokalen Darstellung ist die experimentell verifizierte einfache Form, welche als Grundlage für die kinetische Modellierung des Quellen- und Rezipientenplasmas dient.

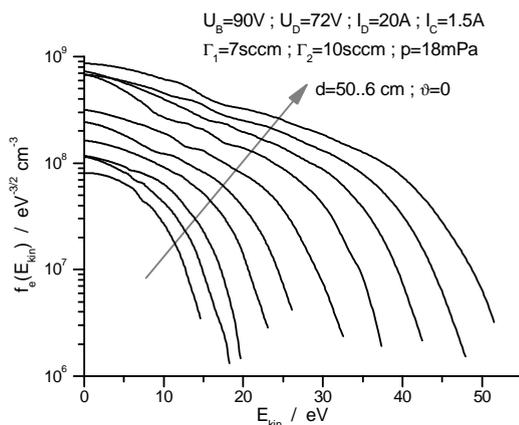


Abbildung 40: Lokale Elektronenwahrscheinlichkeitsverteilung auf der z -Achse, skaliert mit der Elektronendichte.

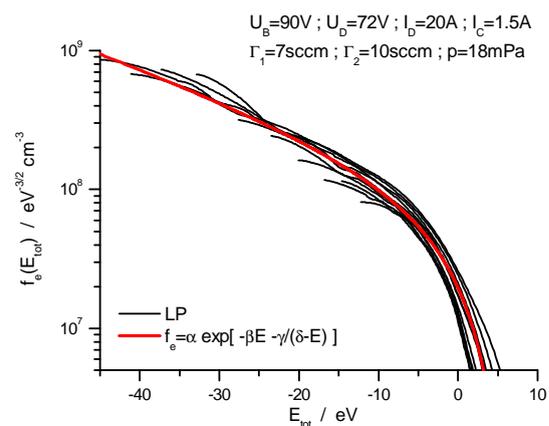


Abbildung 41: Nichtlokale Elektronenwahrscheinlichkeitsverteilung auf der z -Achse, skaliert mit der Elektronen-dichte, neben Modellfunktion.

Der Einfluss der APS-Konfiguration bei unverändertem Kammerdruck lässt sich anhand der Abbildungen 42 bis 45 erläutern. Zur besseren Übersicht werden lediglich Profile auf der Symmetrieachse der Anordnung gezeigt, wobei der Charakter der Polarverteilung mit den oben diskutierten Daten übereinstimmt. Den oben präsentierten Daten einer $U_B = 90$ V Einstellung werden die Ergebnisse einer $U_B = 60$ V Konfiguration gegenübergestellt. Die Profilform der Potentialverläufe sind nahezu identisch. Da die Entladespannung U_D die Beschleunigung der Elektronen im Kathodenfall bewirkt, fällt die Elektronenenergie und damit das Plasmapotential anhängig von U_D höher oder niedriger aus. Das im $U_B = 60$ V Fall ebenfalls niedriger erscheinende U_f wird durch die reduzierte Ionenflussdichte verursacht. Bei angenommen identischer Dichte ist die Stromdichte proportional zur Spannungsdifferenz zwischen Quell- und Messort. Tatsächlich fallen die Dichten sehr ähnlich aus. Nahezu identisch sind diese nahe der Quelle, wobei Unterschiede im Ex-

pansionsbereich eine abweichende Polarverteilung andeuten. Im $U_B = 60\text{ V}$ Fall ist die Polarverteilung näher an der Verteilung einer idealen Punktquelle. Die Profilverformen der effektiven Elektronentemperatur sind analog zu U_p ebenfalls sehr ähnlich. Abgesehen von den entsprechend U_D verschiedenen Minimal- und Maximalwerten zeigen die Verläufe eine nahezu identische Dynamik: $\text{max}/\text{min} \approx 3$. Die experimentell bestimmten $f_e(E)$ sind in der analytischen Anpassung der nichtlokalen Näherung dargestellt. Unter Berücksichtigung von $U_p(z)$ lassen sich die gezeigten Profile für n_e und $T_{e,\text{eff}}$ berechnen.

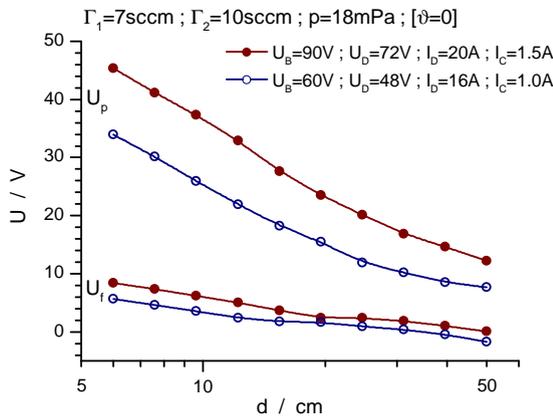


Abbildung 42: Potentialverläufe auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

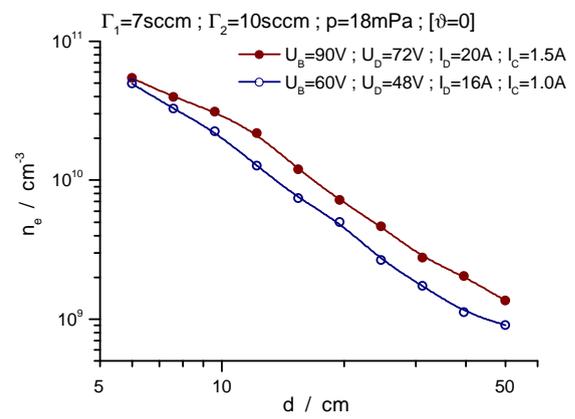


Abbildung 43: Profile der Elektronendichte auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

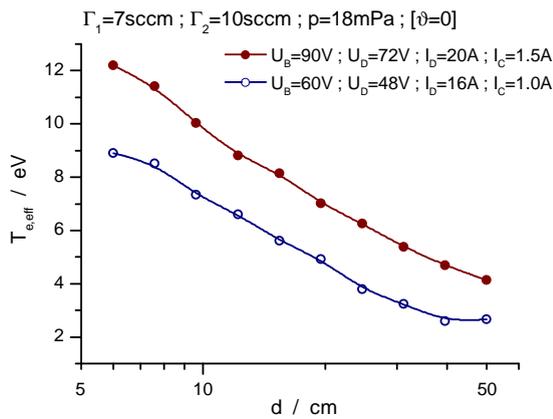


Abbildung 44: Profile der effektiven Elektronentemperatur auf der z -Achse für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

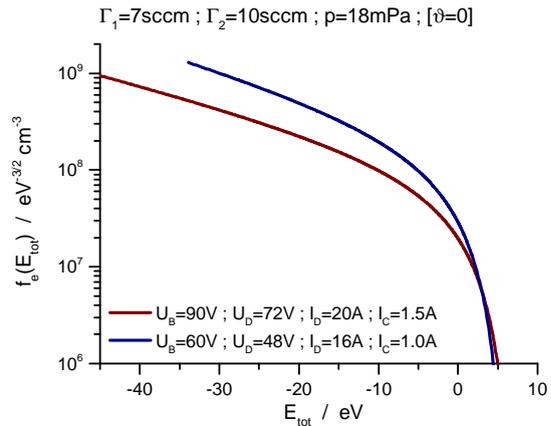


Abbildung 45: Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

Neben der Untersuchung des leichter zugänglichen Expansionsbereichs wurde eine Charakterisierung des Quellplasmas vorgenommen. Zum Verständnis und gegebenenfalls zur Kontrolle der Plasmaquelle sind entsprechende Informationen zweifellos notwendig, jedoch gestattet die hohe Energiedichte im Quellbereich nur eine sehr eingeschränkte Nutzung sondenbasierter Diagnostik. Der Einsatz der LP ist im Inneren der APS nahe des Auslasses

bei niedrigen Dichten und Entladespannungen möglich. Durch die LP werden aufgrund einer Verzerrung des elektrischen Potentials Störungen des Plasmatransports verursacht, sodass z.B. bei festem U_D ein Anstieg von I_D oder bei festem I_D eine Verminderung von U_D beobachtet wird. Für die gezeigten Einstellungen sind die beschriebenen Störungen tolerabel.

Für die in den Abbildungen 46 bis 49 zusammengefassten Messungen wurde eine konstante Entladespannung U_D und ein niedriger Gasfluss gewählt. In dem Bereich $z > 5$ cm gehen die Verläufe der Elektronenparameter in die Profilformen über, die in den vorherigen Absätzen diskutiert wurden. Mit Annäherung an die Quellregion, d.h. $z < 5$ cm und insbesondere $z < 0$ steigen die Potentiale weiter an, wobei die maximal gemessenen Werte nahe den jeweiligen Bias-Spannungen U_B liegen. Das Maximum des Plasmapotentials, welches aufgrund der Ausprägung der Ionenenergieverteilung höher liegen muss als U_B (siehe Abschnitt 6.4.2) wird von den Messreihen nicht erfasst. Für den $U_D = 30$ V Fall deutet sich jedoch eine Sättigung für $z < -5$ cm an – ein Verhalten, welches prinzipiell für das Quellplasma erwartet wird, da U_D und damit die maximale Elektronenenergie begrenzt ist. Bemerkenswert sind die hohen Elektronendichten von $n_e > 3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ nahe des Auslassbereichs. Beide Profile scheinen ein vergleichbares Niveau innerhalb der Quelle zu erreichen, was auf darauf hindeutet, dass der Ionisierungsgrad im Quellvolumen kaum von U_D abhängt. Die bei den niedrigen Drücken erzeugten Elektronenenergien sind bereits bei niedrigen U_D für eine hohe Ionisationsrate ausreichend. Letztere liegen im äusseren Quellbereich bei $T_{e,\text{eff}} \approx 8 \text{ eV}$ bzw. $T_{e,\text{eff}} \approx 15 \text{ eV}$, mit Profilformen analog der Potentiale. Die Energieverteilungsfunktionen zeigen ein dem im vorherigen Abschnitt zur U_D -Variation gezeichneten vergleichbares Bild. In diesem Fall wird ein verhältnismässig grösserer Energiebereich abgedeckt, da die Messungen innerhalb der APS und damit in einer Region hohen Plasmapotentials durchgeführt wurden.

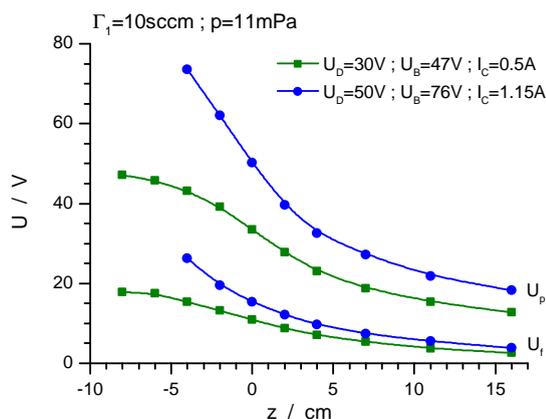


Abbildung 46: Potentialverhältnisse auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

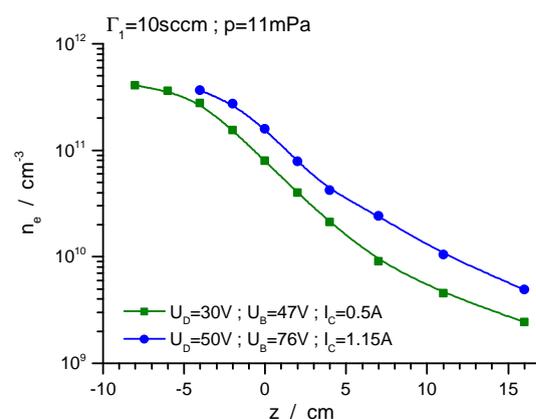


Abbildung 47: Verlauf der Elektronendichte auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

Ein PIAD-Prozess weist typischerweise mehrere Phasen mit unterschiedlichen APS-Konfigurationen, insbesondere Variationen der Gasflüsse und Gaszusammensetzung auf. Grundlegende Auswirkungen lassen sich unabhängig von der Gasmischung zunächst vereinfachend dem Kammerdruck zuordnen. Zur Untersuchung der Elektronenkomponente in Abhängigkeit vom Kammerdruck wurde eine konstante Entladespannung gewählt und

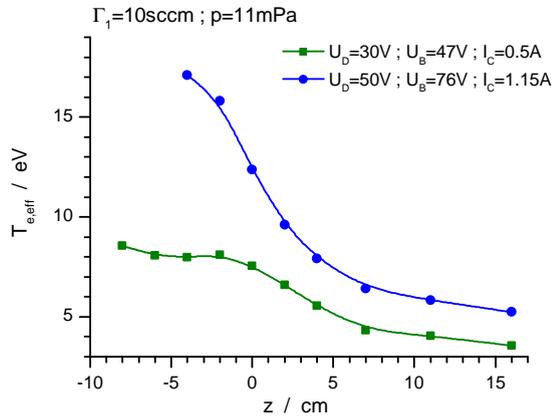


Abbildung 48: Verlauf der effektiven Elektronentemperatur auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

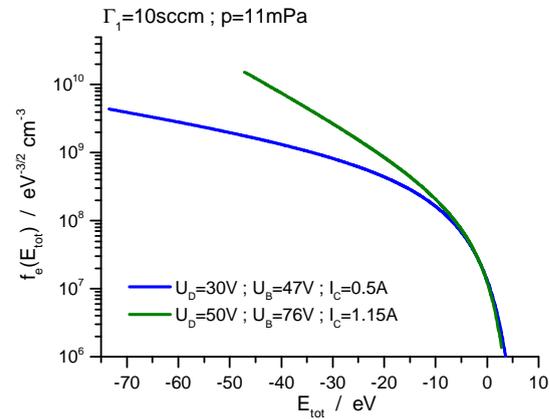


Abbildung 49: Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) auf der z -Achse nahe des APS-Auslasses für zwei unterschiedliche APS-Konfigurationen.

ein zusätzlicher Gaskanal zur Verdopplung der Gasmenge im Rezipienten verwendet. Die Abbildungen 50 und 51 zeigen die Potentialverläufe und Energieverteilungen mit Angabe der APS-Parameter. Die Unterschiede zeigen sich vor allem in der Reduktion von U_B bei erhöhtem Druck. Die erhöhte Gasdichte führt zur Verminderung der mittleren freien Weglänge der Elektronen und damit einem höheren Energieverlust, so dass sich niedrigere mittlere Elektronenenergien ergeben. Die Elektronendichte im Rezipienten ist nahezu verdoppelt im Fall des erhöhten Kammerdrucks. Neben der zunächst nützlich erscheinenden Erhöhung der Dichte ist dies jedoch verknüpft mit einer vermehrten Streuung energetischer Ionen und Neutralen (siehe Abschnitt 6.4.2). Die Absenkung des Plasmapotentials im Quellbereich mit erhöhter Belastung durch den Kammerdruck erscheint plausibel, jedoch ergeben sich auch Änderungen der Profilformen, insbesondere bei $z \approx 10$ cm, was zu höheren $T_{e,eff}$ in diesem Bereich für den höheren Druck führt. Die Vermutung, dass ein dichter Gashintergrund in einer Einschnürung der Plasmaexpansion resultiert, liegt nahe, kann aber mit den vorliegenden Datensätzen nicht weitergehend bestätigt werden. In einer abschliessenden Darstellung soll die Situation eines komplexen Plasmas behandelt werden. Die untersuchte Konfiguration zeichnet sich aus durch eine hohe Bias-Spannung ähnlich der eines PIAD-Prozesses mit hoher Plasmastützung und die Zumischung des Reaktivgases Sauerstoff. Daneben wurde zu Diagnostikzwecken eine Zumischung von Stickstoff vorgenommen. In der Summe ergibt sich ein Druck, der etwa einen Faktor 2-3 oberhalb typischer Prozessbedingungen liegt. Untypisch für die vorliegende Anlage, werden derartige Bedingungen in Anlagen mit geringerer Saugleistung erreicht und sind daher nicht unrealistisch. Eine wesentliche Konsequenz des hohen Drucks ist die Notwendigkeit einer hohen Entladespannung zum Erreichen der geforderten Bias-Spannung, hier $U_D > U_B$. Um eine Ionenstrahlkomponente mit der angestrebten Energie zu erzeugen, muss unter den vorliegenden Bedingungen eine hohe Entladeleistung aufgewandt werden, die zu grossen Teilen in die Dissoziation und Ionisation und über Wechselwirkung ebenso in die Aufheizung des Molekül-gases eingeht. Letzteres resultiert in einer starken Aufheizung der Anlagenkomponenten.

Der Verlauf der Potentiale erscheint für $z < 20$ cm mit Profilen einfacherer Konfigu-

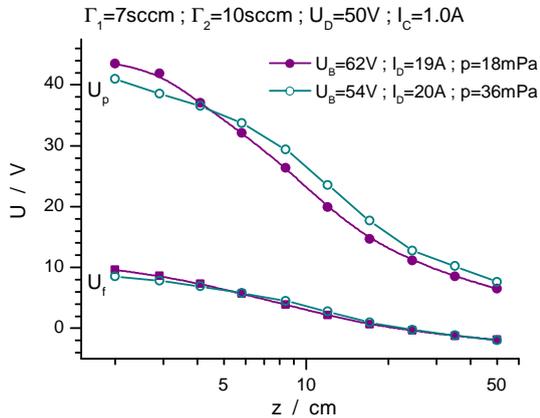


Abbildung 50: Potentialverläufe auf der z -Achse bei unterschiedlichem Kammerdruck.

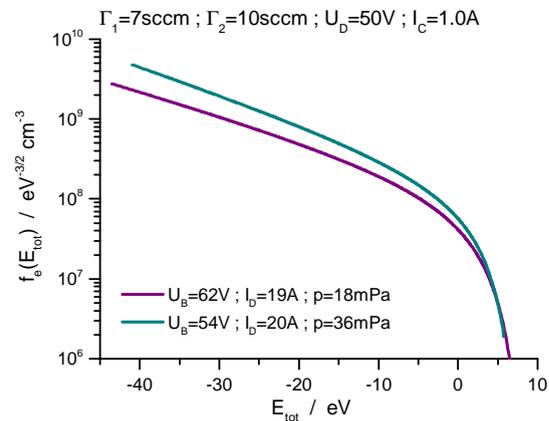


Abbildung 51: Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) bei unterschiedlichem Kammerdruck.

rationen vergleichbar. In grösseren Abständen zur Quelle zeigt sich ein Abflachen, wobei für U_f ein lokales Minimum auftritt. Die Elektronenenergieverteilung genügt auch bei den erhöhten Druckverhältnissen der nichtlokalen Näherung, wobei die Form weiterhin konkav ist, eine Beschreibung mit der in 41 vorgestellten Funktion jedoch nicht zufriedenstellend gelingt. Der Übergang von der mittel- zur hochenergetischen Komponente zeigt sich markanter als in den bisher vorgetellten Verteilungen. Die auftretenden Details in den Profilen der Elektronenparameter sind vermutlich durch eine Reduktion der mittleren freien Weglänge der Elektronen und die wesentlich höhere Anzahl an Reaktionspfaden begründet. Durch die Generation mehrerer Ionensorten und der entsprechend Entstehungsort und Profil des Plasmapotentials erzeugten Ionenenergieverteilungen bildet sich ein komplexer Plasmastrahl aus. Der Datensatz zeigt, dass Abweichungen vom reinen Argon-Betrieb auftreten können, wobei das globale Bild der Plasmaexpansion jedoch unverändert bleibt.

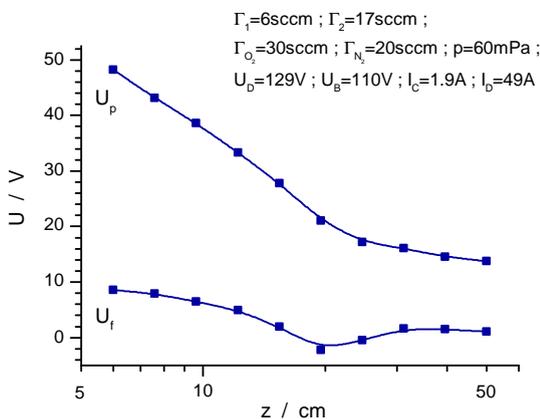


Abbildung 52: Potentialverläufe auf der z -Achse für Zumischung molekularer Gase und hohen Druck.

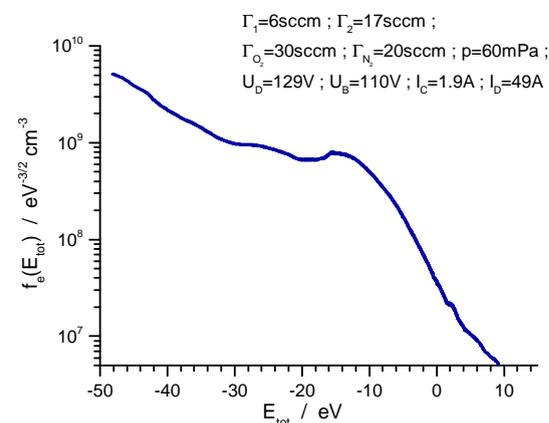


Abbildung 53: Nichtlokale Wahrscheinlichkeitsverteilung (normiert auf Elektronendichte) für Zumischung molekularer Gase und hohen Druck.

In der Zusammenfassung steht vor allem die Erkenntnis, dass die gitterlose Quelle APS

den Rezipienten mit einem expandierenden Plasma ausfüllt und die Ionenbeschleunigung im gesamten Raumbereich zwischen Quellregion und Substrat stattfindet. Während die Elektronenparameter in der Quellregion axial nur eine geringe Variation aufweisen, ergeben sich durch die Plasmaexpansion in guter Näherung exponentielle Profile für Potentiale und effektive Elektronentemperatur und Potenzgesetze für die Elektronendichte. Die räumliche Plasmaverteilung kommt dabei dem Bild der APS als einer Punktquelle nahe. Die vorliegenden Messergebnisse lassen die Polarverteilung weniger präzise nachzeichnen wie die Daten zur Ionengeschwindigkeitsverteilung (siehe Abschnitt 6.4.2), weshalb dieser Aspekt nur als Randnotiz in die Diskussion der Ergebnisse eingegangen ist. Insbesondere für die evtl. später vorzunehmende Modellierung des PIAD-Plasmas stellt der Nachweis der Nichtlokalität und die Angaben zur Gestalt der Elektronenenergieverteilung eine entscheidende Hilfestellung und Grundlage dar.

6.4.2 Ionenparameter

Die Untersuchung der Ionenkomponente stützt sich vor allem auf die Messergebnisse des Gegenfeldenergie-analysators (GFEA). Wie in Abschnitt 6.2.3 ausgeführt, setzt diese Methodik voraus, dass der erfasste Ionenstrom wesentlich von einer einzelnen Ionensorte bestimmt wird. Die im folgenden diskutierten Ergebnisse basieren daher ausschliesslich auf Experimenten im reinen Argon-Betrieb. Hier dominiert das einfach geladene Argon-Ion Ar^+ , da weitere Ionisationsstufen aufgrund der höheren Ionisierungsenergien nur in sehr geringer Konzentration vorliegen. Die Zumischung reaktiver Gase wie O_2 führt zwar zur einer Variation der APS-Betriebsparameter, beeinflusst jedoch nicht grundsätzlich den Mechanismus der Generation des Ionenstrahls und dessen Ausbreitung im Rezipienten. In Abschnitt 6.4.1 wurde bereits auf die Ähnlichkeit der Potentialverhältnisse und der Dichteverteilung der Elektronenkomponente, welche wiederum die Ionenkomponente beeinflusst, für unterschiedliche Gasmischungen eingegangen. Zudem wird das Volumen der Plasmaquelle mit dem Inertgas Argon gespeist, sodass der hochenergetische Anteil des Ionenstrahls aufgrund des Potentialverlaufs nahezu vollständig durch Ar^+ -Ionen konstituiert wird.

Als Ausgangspunkt der Darstellung soll eine Ionengeschwindigkeitsverteilung ($f(v_i)$ bzw. IVDF) für eine typische APS-Konfiguration, aufgenommen an einer zentralen Position des Rezipienten zwischen Quelle und Substratebene, dienen (Abb. 54). Es lassen sich drei Komponenten identifizieren. Der Ionenstrahl besteht aus einer hoch- und einer mittlere-energetischen Komponente, wobei der energetische Schwerpunkt der erstgenannten nahe der Bias-Spannung U_B der Anordnung liegt, was deren Stellenwert zur Charakterisierung des Plasmazustands verdeutlicht. Der Nachweis eines zur Wand hin gerichteten Ionenstrahls, d.h. die Anisotropie dieser Ionenkomponenten, geschieht durch die Verkipfung des GFEA gegenüber der Verbindungslinie Messposition-Quelle. Die anisotropen Anteile lassen sich bei abnehmender Amplitude bis zu einer Neigung von knapp 90° identifizieren und sind schliesslich ausserhalb der Messapertur nicht mehr nachweisbar. Der niederenergetische Anteil ist unabhängig von der Orientierung des GFEA in unveränderter Höhe erkennbar, die Isotropie dieser Komponente bestätigend. Diese niederenergetische Komponente wird durch Ladungsaustausch zwischen den Strahlionen und dem Hintergrundgas erzeugt – ein Aspekt, der weiter unten aufgegriffen wird.

Die Form der IVDF zeigt einen wesentlichen Unterschied zu gitterbasierten Ionenquellen. Während letztere durch aufgeprägte Extraktions- und Beschleunigungsspannungen

eine in engeren Grenzen definierte Energieverteilung aufweisen, zeigen sich im Falle der APS sehr breite Verteilungen. Im Beispiel der Abbildung 54 werden im hochenergetischen Teil der IVDF Energien des Intervalls $[60; 120]$ V abgedeckt, d.h. bezogen auf den Richtwert $U_B = 90 \text{ V} \pm 33\%$. Diese Strahlkomponente besteht aus Ionen, welche von nahe des Potentialmaximums in der Quelle ausgehend keiner weiteren Wechselwirkung bis zur Messposition ausgesetzt waren. Die Form der Verteilung weist auf die Inhomogenität der Potentialverteilung in der Quelle hin und zeigt darüber hinaus, dass das Maximum des Plasmapotentials weit über der Hilfsgrösse U_B liegt, hier $U_{p,\max} \approx 120 \text{ V}$. Im mittlereenergetischen Bereich, hier $E_i \in [20; 60]$ eV, erscheinen Ionen, deren Ausgangspunkt, bezogen auf einen wechselwirkungsfreien Transport, in einem Gebiet geringeren Plasmapotentials liegt. Die Ergebnisse zur Potentialverteilung (Abschnitt 6.4.1) legen nahe, dass die Startregion im Auslassbereich der Quelle liegt. Damit können die mittlereenergetischen Ionen sowohl direkt im Quellbereich (ca. oberes Drittel des Anodenrohrs), als auch indirekt durch Ionisation der von aussen zuströmenden Neutralen generiert werden. Da das elektrische Feld im oberen Teil des Anodenrohrs in den Rezipienten gerichtet ist, werden positive Ladungsträger, die sich nahe des Quellauslasses befinden, in die Kammer transportiert und dort, abgesehen von Ladungsaustauschverlusten, nachgewiesen. Trotz der räumlich entfernten Messposition lassen sich daher Erklärungsansätze, wie die eben genannten, auf Plausibilität prüfen, was unter anderem im folgenden behandelt wird.

In Abbildung 55 sind IVDF für unterschiedliche Strahlenergien aufgetragen. Während die Form der IVDF unverändert bleibt, ergibt sich eine Spreizung auf der Energieskala entsprechend der über die Entladespannung U_D angehobenen Potentialverhältnisse in der Quelle und im Expansionsbereich. Sowohl die Energie der Strahlionen wird erhöht, hier über den Parameter U_B gut nachvollziehbar, als auch die der isotropen Komponente. Da die Elektronenenergie bei unveränderten Druckverhältnissen mit U_D ansteigt (siehe Abschnitt 6.4.1), markiert die Position der Spitze des isotropen Teils der IVDF die erhöhte Randschichtspannung. Zur Begrenzung des Entladungsstroms I_D muss das Magnetfeld über den Spulenstroms I_C angepasst werden, wodurch die gezeigte Messreihe auch zur Beurteilung des Einflusses des Magnetfelds auf die IVDF dienen kann. Bezogen auf die ähnliche Form der IVDF erscheint dieser Einfluss eher gering, d.h. die Mechanismen der Strahlbildung werden nicht wesentlich beeinflusst. Eine Ursache hierfür ist, dass in der Quellregion nur die Elektronen, nicht aber die Ionen magnetisiert sind. Die Variation des Elektronentransports kann sich über die Potentialverteilung jedoch indirekt auf die IVDF, insbesondere deren räumliche Verteilung auswirken. Dieser Aspekt wird weiter unten aufgegriffen.

Untersuchungen zum Einfluss der APS-Konfiguration auf die Form der IVDF haben gezeigt, dass, abgesehen von der Grundform, markante Variationen auftreten können. In den Abbildungen 56 und 57 sind die Auswirkungen des Gasflussverhältnisses Γ_1/Γ_2 und der Kathoden-Heizleistung P_H dargestellt. Wie in Abbildung 29 verdeutlicht, wird Γ_1 unterhalb, und Γ_2 oberhalb der Kathode in das Quellvolumen eingelassen. Im Fall $\Gamma_2 = 0$ wird jedes Ion an der Kathode und dem darüber vermuteten Gebiet des höchsten Plasmapotentials vorbei geleitet, die Transportwege unterscheiden sich lediglich in der radialen Position. Daher ist der hochenergetische Teil der IVDF sehr deutlich ausgeprägt, während der mittlereenergetische Teil, hier vermutlich überwiegend durch Ionisation vor der Quelle gespeist, in den Hintergrund tritt. Ist hingegen $\Gamma_2 > 0$ bei konstantem Gesamtgasfluss wird dem bereits gebildeten Ionenstrahl im oberen Teil des Anodenrohrs ein Widerstand

entgegengesetzt bzw. die Plasmaverteilung in diesem Bereich verändert. Lokal wird die Elektronenenergie durch die Ionisation des Neutralgases vermindert und das Plasmapotential gesenkt. Es treten daher zunehmend mittlere-energetische Ionen an der Messposition auf. Die starke Variation der IVDF im Bereich $E_i \in [20; 60]$ eV weist auf die Inhomogenität der Plasmaparater im Ursprungsbereich dieser Ionen hin. Ein ähnliches Bild ergibt sich bei Variation von P_H und damit der Temperatur und Elektronenemission der Kathode. Trotz unverändertem Gassflussverhältnis kann insbesondere der mittlere-energetische Bereich der IVDF beeinflusst werden. In beiden Fällen ist die Fläche unter den IVDF-Kurven, d.h. die Ionendichte, in etwa gleich, d.h. die unterschiedliche Form der IVDF entspricht einer energetischen Umverteilung. Die Parameter Γ_1/Γ_2 und P_H wirken sich demnach äquivalent auf die Plasmaverteilung oberhalb der Kathode aus. Liegt ein hochenergetisches Plasma vor, welches sich bis oberhalb des zweiten Gasauslasses erstreckt, wird die Ausprägung der hochenergetischen Strahlkomponenten begünstigt und der mittlere-energetische Teil der IVDF reduziert.

Die in den Abbildungen 56 und 57 gezeigten IVDF verdeutlichen ebenfalls die Problematik der Beschreibung der Strahlenergie mittels U_B . Die Verschiebung des niederenergetischen Teils der IVDF wird verständlich über die eingestellten Werte für U_D , welche zum Erreichen eines konstanten Wertes für U_B notwendig sind. Je niedriger U_D , desto niedriger die Randschichtspannung und die Lage des ersten Maximums. Die Lage der hochenergetischen Strahlkomponente hängt dagegen offenbar nicht eindeutig mit den Spannungswerten U_D oder U_B zusammen. Bei hoher Kathodentemperatur steigt die Differenz $U_B - U_D$, so dass bei den gezeigten Beispielen Variationen von U_D im Bereich von ca. ± 12 V zu beobachten sind. Die Ausprägung des Ionenstrahls im Detail ist die Folge der Potentialverhältnisse und des Ionentransports generell. Indirekte Größen wie U_B können nur über eine selbstkonsistente Modellierung der Quelle und des Expansionsbereichs physikalisch fundiert interpretiert werden. Die IVDF im Aussenbereich repräsentiert den Transportverlust zur Wand eines dichten und komplexen Plasmas innerhalb der Quelle.

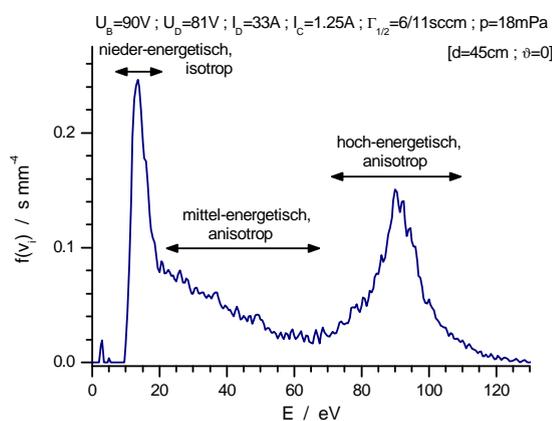


Abbildung 54: Typische Form der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$, bestehend aus drei Komponenten.

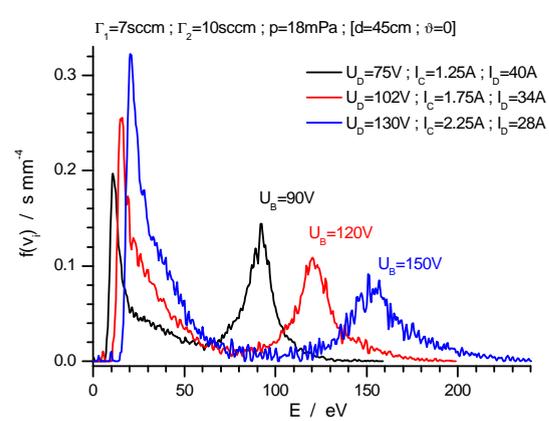


Abbildung 55: Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ mit der Bias-Spannung U_B .

Zum weiteren Verständnis der Form der IVDF wird im folgenden der Einfluss des Kammerdrucks diskutiert. Abbildung 58 zeigt die Auswirkungen eines erhöhten Gasflusses in der Quelle. Neben dem Anstieg des Entladestrom I_D zeigt sich eine Variation der niedri-

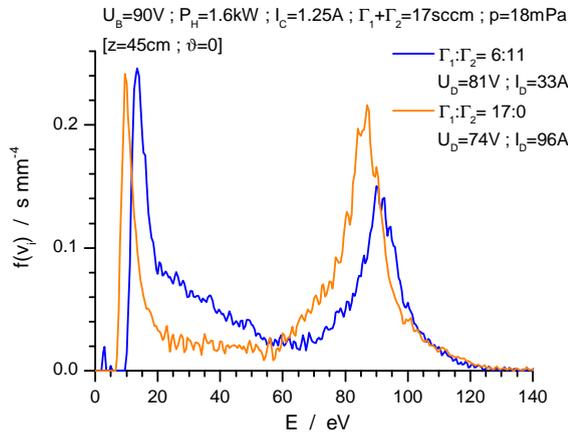


Abbildung 56: Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ in Abhängigkeit vom Gasflussverhältnis in der Quelle.

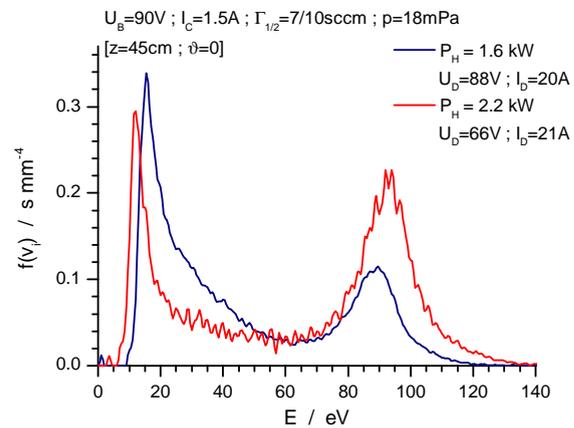


Abbildung 57: Variation der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ bei unterschiedlicher Kathoden-Heizleistung P_H .

generetischen Komponente der IVDF, welche hier nahe der Substratebene aufgenommen wurde. In dieser speziellen Konfiguration kann der hochenergetische Teil des Ionenstrahls nicht durch einen grösseren Gasfluss durch die Quelle erhöht werden, vielmehr bleibt dieser nahezu konstant. Diese Situation ist zunächst nicht intuitiv nachvollziehbar. Der höhere Ionenstrom aus der Quelle wird über Ladungsaustausch mit dem ebenfalls dichteren Hintergrundgas reduziert. Dass im vorliegenden Fall der Strahlstrom an der Messposition vergleichbar ist, ist der speziellen Konfiguration geschuldet, jedoch fällt der Strom der schnellen Neutralen entsprechend der Erhaltung des Gesamtteilchenflusses höher aus. Der Teilchenfluss der Neutralen kann über die weiter unten skizzierte Modellrechnung bestimmt werden.

Der Ladungsaustausch als Ursache der niederenergetischen Komponente der IVDF wird mit Abbildung 59 nochmals verdeutlicht. Zur wesentlichen Reduktion des Kammerdrucks wurden aufgrund der bereits ausgeschöpften Saugleistung unterschiedliche Blenden zur Abdeckung des APS-Auslasses verwendet, um den Betrieb der APS bei sehr kleinen Gasflüssen durch einen verminderten Gasleitwert der Öffnung zu ermöglichen. Der Mechanismus der Strahlentstehung durch Plasmaexpansion gilt unverändert, jedoch bilden sich unterschiedliche Potentialverteilungen vor der APS aus, welche die radiale Strahlausbreitung beeinflussen. Von diesen Details abgesehen, kann mit einem derartigen Experiment gezeigt werden, dass die mittlere freie Weglänge der Ionen grösser als die Ausdehnung der Kammer wird, sobald der Druck unterhalb der typischen Werte von $p \approx 20$ mPa liegt. Wie aus den IVDF der Abb. 59 ersichtlich, verschwindet die isotrope Ionenkomponente nahezu vollständig bzw. das Verhältnis der Dichten der anisotropen und der isotropen Anteile steigt mit sinkendem Druck.

Die Transformation der IVDF im Expansionsbereich ist in den Abbildungen 60 - 63 dargestellt. Wird die IVDF in zunehmenden Abständen zur Quelle betrachtet, fällt neben der Abnahme der Teilchenflussdichte aufgrund der räumlichen Ausbreitung des Ionenstrahls eine Umverteilung von der hochenergetischen zur niedrigerenergetischen Komponente auf (Abb. 60 + 62). Das Verhältnis der Dichten der Ionen aus unterschiedlichen Energieintervallen ermöglicht den einfachen Zugang zur Illustration des Ladungsaustausches mit dem Hintergrundgas (Abb. 61 + 63). Je grösser der Abstand der Messpositio-

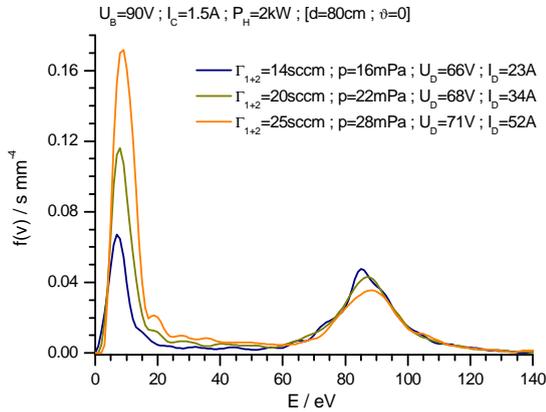


Abbildung 58: Einfluss des Kammerdrucks auf den niederenergetischen Teil der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$.

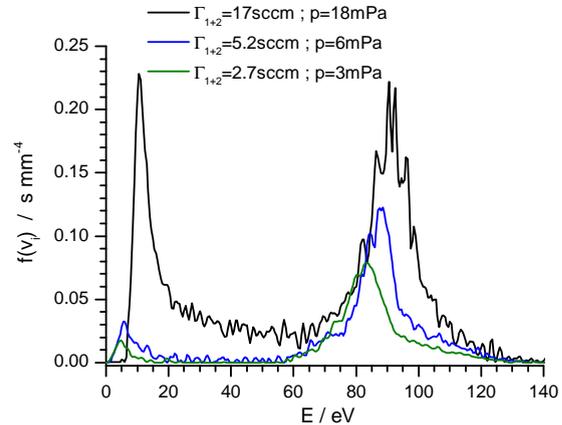


Abbildung 59: Minimierung der niederenergetischen Komponente der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ durch Druckreduktion im Rezipienten.

nen, desto deutlicher treten die Unterschiede hervor. In Abbildung 62 ist bei $z = 10 \text{ cm}$ der hochenergetische Ionenstrahl noch stärker ausgeprägt als der niederenergetische Teil, im Vergleich zur IVDF bei $z = 75 \text{ cm}$. Durch die im Rezipienten vorliegende Potentialverteilung erscheinen die Ionenpopulationen abhängig von der Messposition in unterschiedlichen Abschnitten der Energieskala. Je näher die Position der Quelle, desto höher die Randschichtspannung und damit die Verschiebung des niederenergetischen Teils hin zu grösseren Energien. Dagegen liegt das Minimum des Plasmapotentials nahe der Kammerwand, so dass höhere Ionenenergien (nach durchlaufen der Randschicht zur Wand oder des GFEA) in grösserer Entfernung zur Quelle auftreten, wodurch die Verschiebung der IVDF im Hochenergiebereich verständlich wird.

Dass die Ladungsaustauschreaktion wesentlich für die Ausprägung der IVDF bestimmend ist, lässt sich über eine einfache formelle Beschreibung zeigen (Abb. 61 + 63). Zur Abschätzung des Dichteverhältnisses wird der Abnahme der Dichte der Strahlionen die entsprechende Zunahme der isotropen Komponente gegenübergestellt. Wird das resultierende Exponentialgesetz mit den experimentellen Daten verglichen, ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit der mittleren freien Weglänge $\lambda_{CX} \approx 85 \text{ cm}$, d.h. einer Wegstrecke in der Grössenordnung des Abstands Quelle-Substrat, wie sie aufgrund der vorliegenden Querschnitte und Druckverhältnisse zu erwarten ist. Diese grobe Abschätzung kann nicht zur quantitativen Bestimmung der IVDF bzw. der Geschwindigkeitsverteilung der Neutralen (NVDF) herangezogen werden, da weitere Reaktionen (z.B. elastische Stösse) und die Inhomogenität des Plasmas vernachlässigt werden.

Eine quantitative Beschreibung der Dämpfung des Ionenstrahls im Rezipienten wurde vom Projektpartner RUB-TET vorgenommen, wobei die am INP gewonnenen Daten als Referenz dienen. Für eine präzise Beschreibung des Modells wird auf den entsprechenden Bericht bzw. auf die maßgebliche Veröffentlichung verwiesen [J1]. Um eine analytische Berechnung des Transportproblems zu ermöglichen, wurde eine eindimensionale Geometrie gewählt und einige Details, wie das Vorliegen einer räumlich inhomogenen Verteilung der Elektronenenergie, vernachlässigt. Trotz einiger Abweichungen zu den experimentellen Ergebnissen, ermöglicht das Modell, die IVDF ortsabhängig zu berechnen.

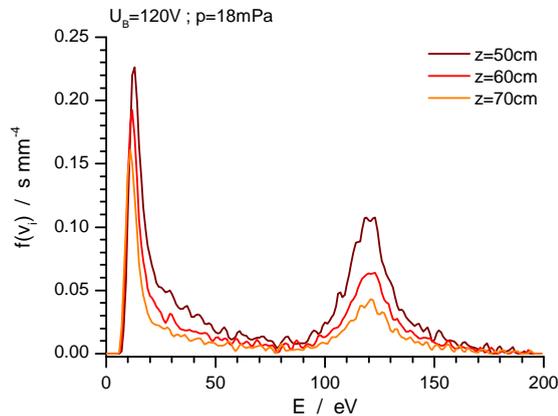


Abbildung 60: Entwicklung der Ionengeschwindigkeitsverteilung $f(v_i)$ mit zunehmendem Abstand zur Quelle.

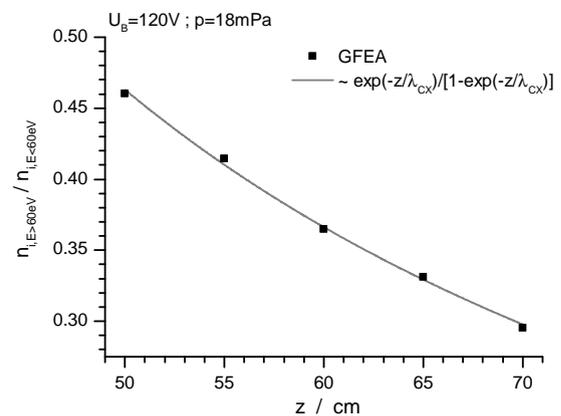


Abbildung 61: Verhältnis der Dichten der nieder- und hochenergetischen Ionenkomponenten in Abhängigkeit von der Entfernung zur Quelle.

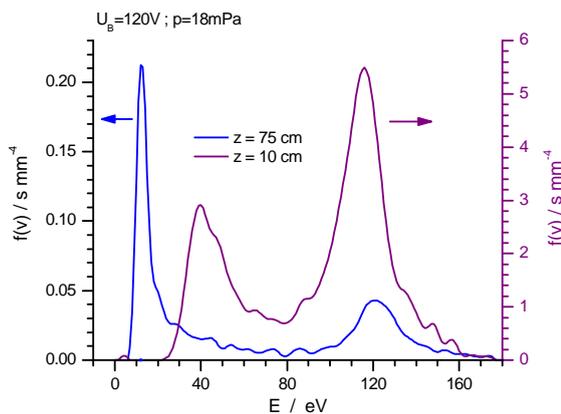


Abbildung 62: Gegenüberstellung der Ionengeschwindigkeitsverteilungen $f(v_i)$ für nahe und ferne Positionen zur Quelle.

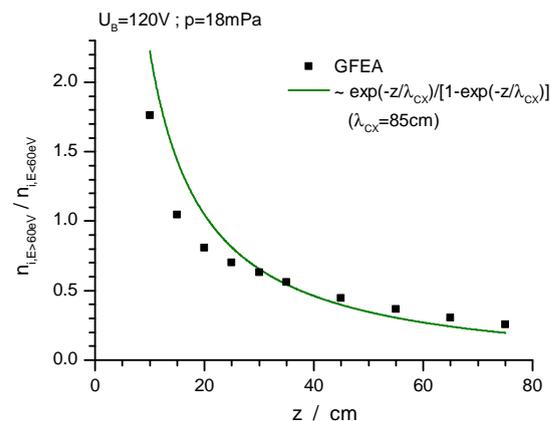


Abbildung 63: Das Verhältnis der Dichten der nieder- und hochenergetischen Ionenkomponenten zwischen Quelle und Substrat.

Abbildung 64 zeigt die gute Übereinstimmung mit dem Experiment, wobei die Verschiebung der niederenergetischen Komponente auf Abweichungen der Randschichtspannung, begründet durch die Annahme einer räumlich konstanten Elektronenenergie, basiert. Die Bedeutung des Modells liegt neben der Bestätigung des Ladungsaustauschs als hauptsächlicher Ursache der Dämpfung des Ionenstrahls insbesondere in der Quantifizierung der dadurch generierten Verteilung energetischer Neutraler, welche experimentell nur sehr schwer zugänglich ist. Der ebenfalls in Abbildung 64 gezeigten IVDF wird die in Abb. 65 dargestellten NVDF hinzugefügt. Die anisotrope Komponente der NVDF ist dabei zu niedrigeren Energien hin verschoben, da Neutrale nicht wie die Ionen von der Randschicht vor dem Substrat beeinflusst werden. Das Modell ermöglicht erstmals einen Zugang zur NVDF im PIAD-Prozess und weist darüber auf den bemerkenswerten Umstand hin, dass der Impuls- und Energieeintrag der Neutralen bei typischen Druckverhältnissen eine ähnliche Höhe erreichen kann wie die des Ionenstrahls selbst, welchem bisher massgeblich die Schichtstützung zugeordnet wurde.

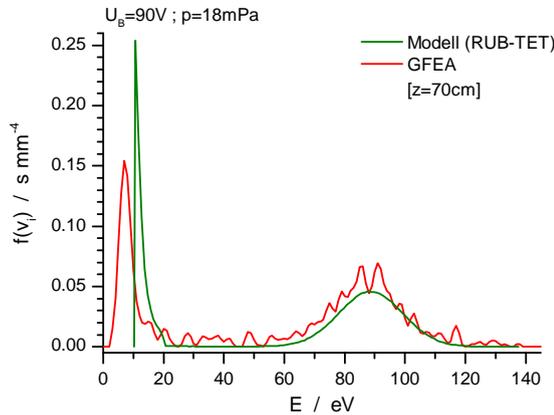


Abbildung 64: Vergleich der Ionengeschwindigkeitsverteilungen $f(v_i)$ aus dem Experiment und der Modellierung der Strahlausbreitung.

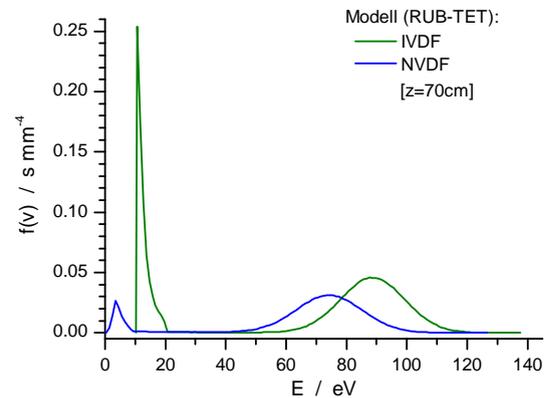


Abbildung 65: Gegenüberstellung der Geschwindigkeitsverteilungen der Ionen und der Neutralen aus der Modellrechnung.

Die bisher gezeigten Daten behandelten die generelle Form der IVDF und deren Ausprägung in Abhängigkeit diverser Parameter auf der Symmetrieachse der Plasmaquelle. Für den Depositionsprozess ist zusätzlich von Bedeutung, wie sich der Ionenstrahl auf der gesamten Fläche der Substrathalterung, hier der Kalotte, niederschlägt. Der besseren Übersichtlichkeit wegen wird auf die Darstellung spezifischer IVDF verzichtet und über die Momentenbildung der Verteilungsfunktion eine Reduktion der Datenmenge vorgenommen. In Anlehnung an die physikalische Grundlage der Stützwirkung wurde hierfür die Flussdichte der kinetischen Energie der Ionen j_E gewählt. Die Abbildungen 66 und 67 zeigen die wesentlichen Merkmale der Polarverteilung der Energieflussdichte $j_E(\vartheta)$. Zur einheitlichen Interpretation der Daten wurde die Profilmfunktion $j_E(\vartheta) \propto [\cos \vartheta]^\beta$ herangezogen, die in den Graphen als durchgezogene Linie eingezeichnet ist. Zur Untersuchung des Einflusses der APS-Parameter auf die Polarverteilung des Ionenstrahls wurden unterschiedliche Werte für U_B , P_H und I_C vorgegeben, woraus wiederum spezifische Werte für U_D und I_D resultieren. Für niedrige bis mittlere Spannungen, hier im Beispiel $U_B = 90$ V, ist eine Verengung und ebenso eine Verstärkung des Ionenstrahls mit Anhebung von P_H zu beobachten. Der Einfluss über $\{U_D, I_D, I_C\}$ für eine P_H -Einstellung fällt weniger deutlich aus. Als relevante Größen werden U_D und I_C vermutet, wobei I_D primär als Ausdruck des Elektronentransports interpretiert wird. Eine vermutete Einschnürung des Ionenstrahls mit der Magnetfeldstärke ist hier nicht nachweisbar, insbesondere für $P_H = 1.8$ kW liegen die Profile scheinbar unkorreliert nebeneinander.

In Abbildung 67 ist die Situation bei höheren Spannungen und der dazu angepassten Magnetfeldstärken illustriert. Die erhöhte Kathodenheizung führt zu einer Verengung bzw. Versteilung des Profils, ebenso ist eine klare und systematische Unterscheidung der jeweils drei $\{U_D, I_D, I_C\}$ -Konfigurationen zu erkennen. Da sich die Entladespannungen jeweils nur minimal oder sogar nicht unterscheiden, wird angenommen, dass das Magnetfeld zur Strahlformung beiträgt. Hier führt die Zunahme des Magnetfelds eindeutig zur Fokussierung des Ionenstrahls. Im Fall $P_H = 1.8$ kW beträgt die Variation der Amplitude ca. $\pm 10\%$. Angesichts dessen, dass häufig grössere Heizleistungen in den Depositionsprozessen eingestellt und das Magnetfeld zur Regelung von U_B variiert wird, erscheinen die bisweilen auftretenden Streuungen in den Schichteigenschaften nicht überraschend. Auf-

grund der offensichtlich vorliegenden Freiheitsgrade zur Ausbildung der IVDF und deren Polarverteilung entsteht die Forderung nach einer Fixierung der Plasmaparameter mit geeigneten Regelkonzepten.

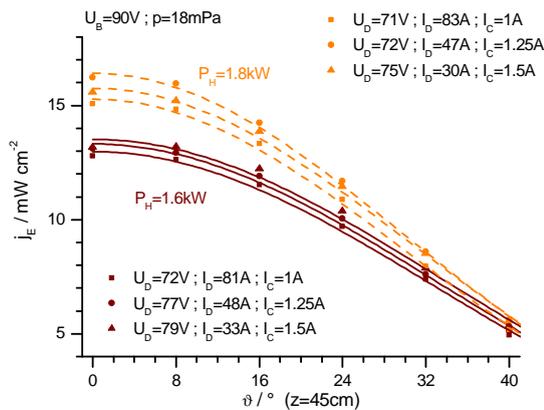


Abbildung 66: Polarverteilungen der Flussdichte der kinetischen Energie der Ionen j_E für unterschiedliche Kathoden-Heizleistungen P_H und Spulenströme I_C ; mittlere Bias-Spannung U_B .

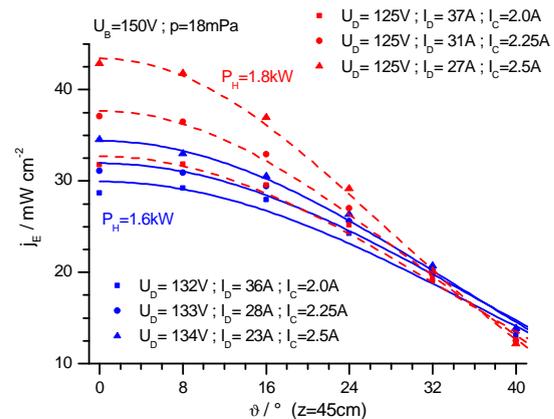


Abbildung 67: Polarverteilungen der Flussdichte der kinetischen Energie der Ionen j_E für unterschiedliche Kathoden-Heizleistungen P_H und Spulenströme I_C ; hohe Bias-Spannung U_B .

Durch die systematische Untersuchung der IVDF wurde deutlich, dass über nach bisheriger Einschätzung der Anwender als äquivalent eingestufte Konfigurationen, z.B. solche gleicher U_B -Werte, sehr unterschiedliche Resultate zu erzielen sind. Ebenso zeigte sich, dass einmal vorliegende Konfigurationen selten exakt reproduziert werden können, z.B. nach einem zwischenzeitlichen Verlassen des Arbeitspunktes oder einer Unterbrechung des APS-Betriebs. Als Ursache hierfür wird primär die Oberflächenbeschaffenheit der Elektroden angenommen (siehe Abschnitt 6.3), sekundär die Beschaffenheit der Reaktorwand. Tatsächlich lassen sich Arbeitspunkte selten zeitlich konstant halten, wenn auch diese Drift für die Dauer der Messungen zumeist sehr gering bis vernachlässigbar gehalten werden konnte. Das Vorliegen eines grossen Datensatzes der radial aufgelösten IVDF im Expansionsbereich wurde für eine globale Betrachtung bezüglich der Korrelation von APS-Parametern und der Leistung des Ionenstrahls ausgenutzt. Um ein charakteristisches Maß für die Wirkung des Ionenstrahls zu erhalten, wurde die Polarverteilung der Energieflussdichte j_E über die Fläche der Kalotte integriert, d.h. der Energiestrom bzw. die Strahlleistung J_E ermittelt. In Abbildung 68 sind alle experimentell ermittelten J_E -Werte auf der Abszisse aufgetragen. Jeder Punkt entspricht dabei einer bestimmten Konfiguration $\{P_H, U_B, U_D, I_D, I_C\}$, wobei entsprechend der Systematik der Experimente viele Untergruppen vorliegen, in denen einzelne Parameter konstant sind, zumeist P_H, U_B und I_C (siehe Abb. 66 und 67). Entscheidend ist hierbei, dass die Fluss- und Druckverhältnisse für alle Betriebszustände identisch sind, da sich die zur Verfügung gestellte Gasmenge fundamental auf die Plasma- und APS-Parameter auswirkt. Anhand der Farbgebung lässt sich bereits erkennen, dass für einzelne U_B -Werte weite Bereiche von J_E abgedeckt werden und sich diese Intervalle in den Randbereichen überschneiden können.

Einzelne APS-Parameter erweisen sich als ungeeignet, die Strahlleistung eindeutig zu beschreiben, wie bereits aus der Diskussion zu den Abbildungen 66 und 67 zu erwarten.

Zum Auffinden eines vermuteten systematischen Zusammenhangs wurde ein mehrdimensionaler Potenzansatz für J_E gewählt (siehe Abb. 68) und die freien Parameter $\{a_0, a_1, a_2, a_3, a_4\}$ mittels Optimierungsrechnung bestimmt. Im Ansatz erscheint die Kathodenheizleistung P_H nicht, da diese als indirekter Parameter anzusehen ist und deren Auswirkung in der Wechselbeziehung von U_D , I_D und U_B zu finden ist. Die Ergebnisse dieses Skalierungsgesetzes für die einzelnen Arbeitspunkte sind auf der Ordinate der Grafik in Abb. 68 aufgetragen. Bei Vorliegen exakter Messwerte und der eines physikalisch exakten Skalierungsgesetzes würden die Daten auf der Diagonale der Grafik erscheinen. Abweichungen sind begründet durch den einfachen Ansatz, welcher über die betrachteten makroskopischen Größen, keine mikroskopische Details, wie bestimmte Plasmaparameter oder deren räumliche Verteilung auflösen kann. Die gefundene Korrelation bedeutet, dass die Strahlleistung im Argon-Betrieb durch die Berücksichtigung der APS-Parameter mit guter Genauigkeit abgeschätzt werden kann. Die Anwendung dieses Konzepts im PIAD-Prozess ist in Abschnitt 6.5.4 erläutert.

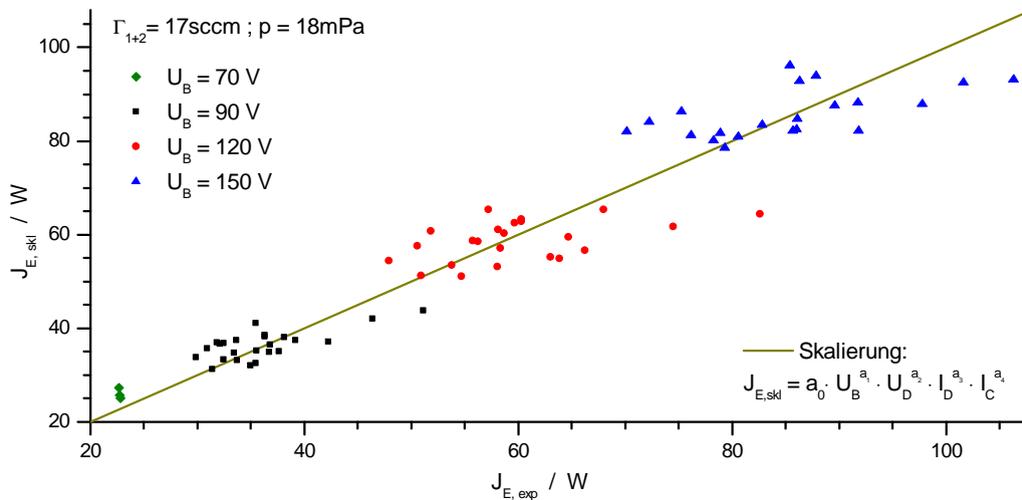


Abbildung 68: Vergleich der experimentell ermittelten Ionenstrahl-Leistung J_E aus unterschiedlichen Konfigurationen mit dem Ansatz eines Skalierungsgesetzes bezogen auf die APS-Betriebsparameter (U_B , U_D , I_D , I_C).

In diesem Abschnitt wurden die wesentlichen Ergebnisse zur IVDF, d.h. deren generelle Form und Beziehung zur Neutraldichte und den Einstellungen der Plasmaquelle, vorgestellt. Die gezeigten Daten stellen eine Momentaufnahme eines stabilisierten Arbeitspunktes der Quelle bzw. der gesamten Anlage dar. In einem PIAD-Prozess werden in bestimmten Zeitintervallen unterschiedliche APS-Parameter, Gasmischungen und Beschichtungsmaterialien gesetzt. Durch die Fokussierung bisheriger Verfahren auf einzelne APS-Parameter, wie U_B , welche über andere APS-Parameter eingeregelt werden sollen, ist nach dem Stand der Untersuchungen davon auszugehen, dass die IVDF, also eine Eigenschaft des eigentlichen Plasmas, derart nicht präzise und reproduzierbar eingestellt wird.

6.4.3 Optische Emission

Die Ausführungen dieses Abschnitts sind unterteilt in die beiden Teilbereiche zur Interpretation der Emission der Kathodenoberfläche und der Linienemission des Plasmas vor der Quelle. Der Fokus liegt auf der Diskussion der physikalischen Parameter, während die Aspekte zur apparativen Erfassung und Auswertung der Daten in Abschnitt 6.2.4 beschrieben werden.

6.4.3.1 Kontinuumstrahlung und Thermographie

Als Elektronenquelle bestimmt die Kathode maßgeblich die Entladungscharakteristik. Die Emissionstromdichte der Elektronen j_e wird dabei von der chemischen Zusammensetzung der oberflächennahen Schichten, welche die Austrittsarbeit W_e bestimmt, und der Temperatur der Kathode T_K beeinflusst. Nach dem Richardson-Gesetz gilt $j_e \propto T_K^2 \exp[-W_e/k_B T_K]$, d.h. die Elektronenemission hängt sehr sensibel von T_K ab und eine Untersuchung zu den Temperaturverhältnissen erscheint naheliegend. Aufgrund der kompakten Abmessungen des Kathodenaufbaus und der vorliegenden Höhe der Temperatur muss die Messung berührungslos und von ausserhalb des Plasmas erfolgen. Zur Bestimmung von T_K wurden die spektrale Strahldichte im optischen und die Strahldichte im mittleren infraroten Spektralbereich ausgewertet.

Über die in Abschnitt 6.2.4 beschriebene Spiegeloptik erfolgt die vertikale Beobachtung der Kathodenstirnseite. Abbildung 69 zeigt typische Spektren für die Fälle der ausschliesslichen Kathodenheizung und des zusätzlichen Plasmabetriebs. Die heisse Kathode emittiert ein thermisches Kontinuum, dessen exakte Form vom Emissionsgrad $\alpha(T_K, \lambda)$ und T_K abhängt. Die Emission des Plasmas besteht aufgrund des geringen Drucks ausschliesslich aus Linienstrahlung, hier überwiegend der Ar-I- und Ar-II-Spezies, und lässt sich gut von der thermischen Strahlung separieren. Die Interpretation des Kontinuums erfolgt über die Abschätzung von α unter Berücksichtigung des Planckschen Strahlungsgesetzes. Mit einer Variation der Kathodenheizleistung P_H wurde zunächst eine Bestimmung des spektralen Emissionsgrades vorgenommen, welcher sich im Rahmen der Messgenauigkeit als unabhängig von T_K darstellt (siehe Abb. 70). Die Grösse von $\alpha(\lambda)$ liegt in einem plausiblen Bereich und wird mangels exakterer Werte, welche mittels Literaturrecherche zu LaB₆ für die vorliegenden Bedingungen nicht ermittelt werden konnten, im weiteren verwendet. Dies und die Beeinträchtigung der optischen Komponenten im Rezipienten durch Plasmaeinwirkung, führen zu einer relativ grossen Unsicherheit ΔT_K , welche in den Diagrammen dargestellt ist.

Zunächst wurde die Temperatur bestimmt, die sich abhängig von der gewählten Heizleistung ohne Plasmaeinwirkung ergibt. In Abb. 71 ist der mit den unterschiedlichen Ansätzen erhaltene Temperaturbereich dargestellt. Es wird deutlich, dass die verwandten Methoden im Rahmen der Unsicherheit das gleiche Ergebnis liefern und daher das Konzept insgesamt robust erscheint. Der Verlauf $T_K(P_H)$ zeigt eine negative Krümmung, bedingt durch eine stärkere Abstrahlung und Wärmeleitung der Komponenten bei erhöhten Temperaturen und Temperaturgradienten. Bei typischen Werten für die Kathodenheizung von $P_H \in [1.8; 2.2]$ kW ist eine Temperaturentwicklung von $T_K \in [1750; 1830]$ K zu erwarten. Es sei an dieser Stelle betont, dass das erhaltene Ergebnis Resultat eines spezifischen Aufbaus aus Graphit-Heizer, Kathode und Anode darstellt. Der Verschleiss der Komponenten und graduelle Veränderungen der Materialeigenschaften (z.B. Oberflächen von Anode und Kathode) führen erfahrungsgemäss zu einer Variation der Temperaturverhältnisse, welche

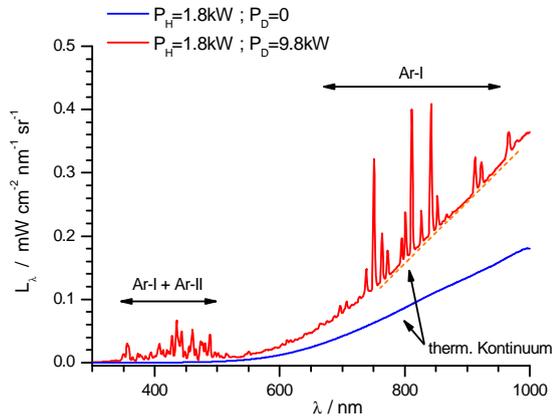


Abbildung 69: Emissionsspektren aus vertikaler Beobachtung der Kathode ohne und mit Plasmabeitrag.

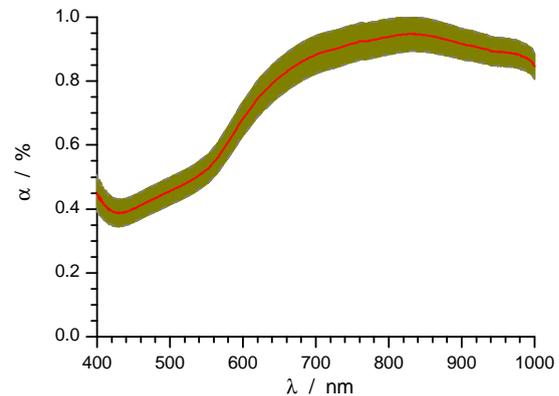


Abbildung 70: Schätzwert und Unsicherheit des spektralen Emissionsgrades $\alpha(\lambda)$ des Kathodenmaterials.

indirekt über das Entladungsverhalten beobachtet werden kann. Ziel der Untersuchung ist daher primär die Bestimmung der Grössenordnung von T_K und das Reaktionsverhalten auf aktiv zu beeinflussende Parameter wie die Heizleistung oder die Plasmaeinwirkung.

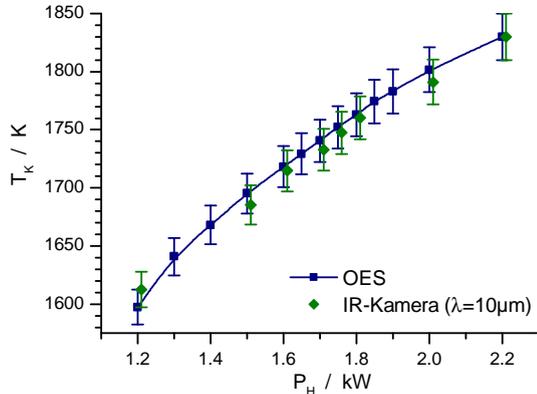


Abbildung 71: Kathodentemperatur in Abhängigkeit der Heizleistung ohne Plasmabetrieb, jeweils abgeleitet aus der Emission im optischen und infraroten Spektralbereich.

Wie in Abschnitt 6.3 beschrieben, kann die Plasmaquelle APS in einer Reihe von Betriebsparametern variabel eingestellt werden. Dies führt unter anderem dazu, dass etwa für eine bestimmte angestrebte Ionenenergie ($\propto U_B$) ein weiter Bereich der Entladungsleistung P_D abgedeckt werden kann. Daneben kann P_D aufgrund der gewählten Regelungsstrategie im PIAD-Prozess variieren. Ein Teil der elektrischen Leistung ist der Ionenkomponente zuzuordnen. Durch den Ionenstrom auf die Kathode wird die kinetische Energie und Rekombinationsenthalpie der Ionen dort deponiert, was zur Zerstäubung und Aufheizung der Oberfläche führt. Die Ergebnisse zur Untersuchung dieser Wechselwirkung des Plasmas mit der Kathode werden im folgenden erläutert.

Abhängig von der Höhe der primären Heizleistung P_H , sind Temperaturanstiege durch Plasmaeinwirkung in der Grössenordnung von $\Delta T_K \approx 100$ K zu beobachten, wie aus Abb. 72 hervorgeht. In grober Näherung kann für $P_D > 2$ kW ein linearer Verlauf $T_K(P_D)$ angenommen werden. Die Steigung fällt hierbei umso grösser aus, je niedriger die primäre Heizleistung P_H ist. Letztere legt also das Grundniveau fest, an dem der Temperaturan-

stieg durch die Plasmaeinwirkung ansetzt. Der Aufbau der APS und die Kühlung von Anode und der diese umgebenden Komponenten bedingen die Begrenzung der Maximaltemperatur auf ca. $T_{K,max} \approx 1900\text{ K}$, welche am oberen Grenzbereich der Betriebsparameter registriert wird. In Abb. 73 ist die beschriebene Temperaturzunahme relativ zum Zustand ohne Plasmawirkung aufgetragen. Diese Darstellung verdeutlicht nochmals den stärkeren Einfluss des Plasmas bei geringerer primärer Heizleistung. Bei einem Anstieg von T_K um 5% ergibt sich allein aus dem quadratischen Faktor des Richardson-Gesetzes eine Zunahme des Emissionsstroms um 10%. Die hier beschriebenen Zusammenhänge haben Konsequenzen für den PIAD-Betrieb. In praktisch allen Regelmodi ist eine zeitliche Variation der Entladungsleistung zu konstatieren. Es ist daher anzunehmen, dass damit die Ausprägung der IVDF (siehe Abschnitt 6.4.2) während des Prozesses einer Drift unterliegt. Daneben stellt die konkrete Wahl der Leistung der Kathodenheizung eine Herausforderung dar. Bei Verwendung eines konstanten Wertes für P_H ist davon auszugehen, dass bei Betrieb einer neuwertigen Kathode T_K sensibler auf die Plasmaeinwirkung reagiert. Bei einer bereits länger genutzten Kathode, deren Volumen aufgrund des Materialabtrags abgenommen hat, stellt sich eine höhere Temperatur ein, wobei diese dann etwas weniger stark durch Variation der Entladungsleistung beeinflusst wird. Neben der Temperatur ist für die Elektronen-Emissivität der Kathode zusätzlich die Einwirkung der Prozessgase, z.B. O_2 , relevant. Aufgrund dieser Aspekte ist die Wahl der Kathodenheizleistung P_H äusserst schwierig. Idealerweise sollte P_H entsprechend des Elektronenemissionsstroms der Kathode, welcher nicht unmittelbar zugänglich ist, geregelt werden. Ansätze zur Regelung des Plasmazustands mittels Anpassung von P_H werden in Abschnitt 6.5.6 beschrieben.

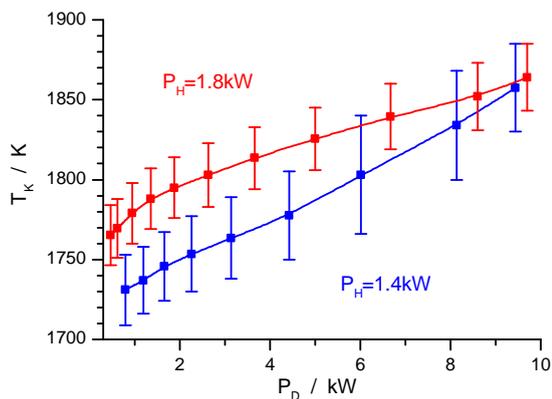


Abbildung 72: Abhängigkeit der Kathodentemperatur von der Entladungsleistung.

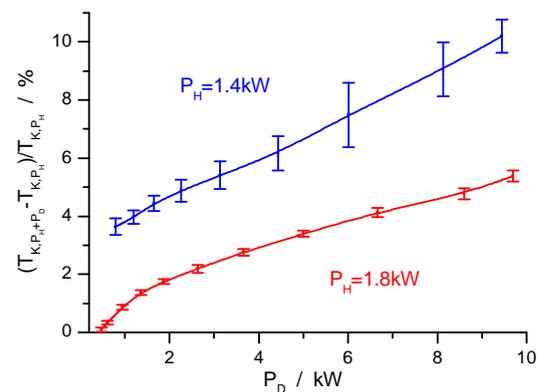


Abbildung 73: Zunahme der Kathodentemperatur durch Plasmaeinwirkung in Abhängigkeit von der Entladungsleistung.

6.4.3.2 Linienstrahlung und Tomographie

In diesem Unterabschnitt werden die wesentlichen Ergebnisse der Untersuchungen zur Linienemission im Expansionsbereich vor der Plasmaquelle beschrieben. Die Erfassung der spektralen Strahldichte in horizontaler Sichtgeometrie ermöglicht die Rekonstruktion der lokalen Emission (siehe Abschnitt 6.2.4). Aufgrund des hohen zeitlichen Aufwandes wurde eine geringe Zahl von APS-Konfigurationen mit dieser Methodik analysiert. Zwei Messkampagnen werden an dieser Stelle exemplarisch erläutert.

Mit der Zielstellung, mittels optischer Emissionsspektroskopie (OES) Zugang zur Elektronenkomponente zu erhalten, ohne das Plasma wie bei Verwendung elektrischer Sonden zu beeinträchtigen, wurde eine Gasmischung aus Argon und Helium gewählt. Die hohe Anregungs- und Ionisierungsenergie von Helium im Vergleich zu Argon ist die Voraussetzung zur Auswertung von Linienverhältnissen in Abhängigkeit der Elektronenenergie. Im einfachsten Fall eines dünnen Plasmas kann zur Besetzung angeregter Zustände ein Gleichgewicht von Elektronenstossanregung und spontaner Emission angenommen werden. Unter Berücksichtigung entsprechender Anregungsquerschnitte und einer Annahme zur Energieverteilung der Elektronen kann eine Interpretation der experimentell bestimmten Emission erfolgen. Dies dient als Grundlage für weitere Überlegungen zur Implementierung realistischerer Stoss-Strahlungs-Modelle. Das Verhalten der Entladung wurde durch die Zumischung von Helium nicht wesentlich beeinflusst und APS-Parameter ähnlich dem Argon-Fall konnten beobachtet werden.

In der ersten Kampagne wurde ein vertikaler Halbraum untersucht und Azimutalsymmetrie für jede z -Ebene angenommen. Aufgrund dieser Annahme und der Implementierung anspruchsvoller und Messungenauigkeiten gegenüber sensitiven Rekonstruktionsalgorithmen, treten in den Ergebnissen Abweichungen zu den vermuteten realen Verteilungen auf. Das Konzept bzw. die Ergebnisse der weiter unten beschriebenen Kampagne verdeutlichen den Grad dieser noch tolerablen Unstimmigkeiten. Die Abbildungen 74 und 75 zeigen radiale und axiale Profile der Emission spezifischer Linien. Den gesamten Raumbereich und alle Spezies in Betracht ziehend, wird deutlich, dass die optische Emission über 5 Größenordnungen variiert und damit hohe Ansprüche an die Diagnostik stellt. In den nicht dargestellten Gebieten ausserhalb des kegelförmigen Plasmastrahls (Öffnungswinkel ca. 90°) und in grösserer Entfernung zur Quelle ($z > 30$ cm) ist das Signal/Rausch-Verhältnis zu gering, massgeblich verursacht durch diffuse Reflektion des Lichts an Anlagenkomponenten. Im radialen Profil ist das Verhältnis von Argon- zu Helium-Emission weitgehend konstant, was auf eine homogene Verteilung der relevanten Parameter, d.h. Dichten und Energien der beteiligten Spezies, im untersuchten Gebiet hindeutet. Hingegen ist im axialen Profil eine Zunahme der Verhältnisses $\varepsilon_{Ar}/\varepsilon_{He}$ mit z festzustellen. Aufgrund der Plasmaexpansion ist von einer Abnahme der Elektronendichte mit grösserem Abstand zur Quelle auszugehen. Bei angenommen homogener Verteilung des Neutralgases deutet die stärkere Abnahme der Helium-Strahlung gegenüber der des Argons auf eine Abnahme der Elektronenenergie hin. Unabhängig von den Daten zur Elektronenkomponente (Abschnitt 6.4.1) können die Emissionsdaten damit qualitativ gedeutet werden.

Zur weiteren Interpretation der Emissionsdaten wurden die Stossquerschnitte zur Anregung der betrachteten Niveaus aus dem Grundzustand herangezogen. Die einfachste Annahme zur Form der EEDF ist die der Maxwellverteilung, unter deren Berücksichtigung die Anregungsrate X berechnet werden kann. In Abb. 76 sind die relevanten Raten als Funktion der Elektronentemperatur dargestellt. Durch den Unterschied in der Schwellenenergie ist eine Abhängigkeit des Linienverhältnisses von T_e gegeben, wie aus Abb. 77 ersichtlich ist. Dabei ist die Bestimmung von T_e aus den Emissionsdaten im Rahmen der Gültigkeit der Modellannahmen möglich, entsprechend der Sensitivität des Verhältnisses der Ratenkoeffizienten. Im Beschriebenen Fall scheint der Bereich $T_e > 3$ eV zugänglich. Die Berücksichtigung verschiedener Linienverhältnisse sollte dazu beitragen, die Unsicherheit des Konzeptes abschätzen zu können.

Die zur quantitativen Auswertung der experimentellen Daten herangezogene Bezie-

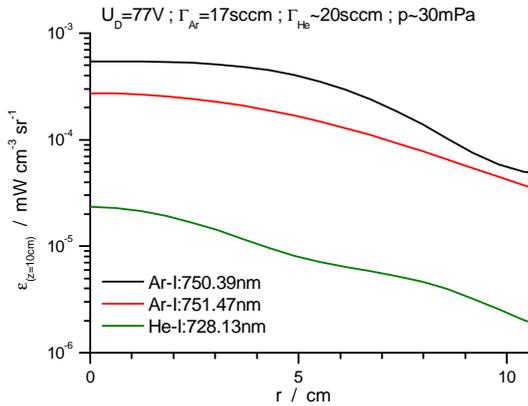


Abbildung 74: Radiale Verteilung der Emission ausgewählter Linien in der Horizontalebene $z = 10$ cm im Ar+He-Fall.

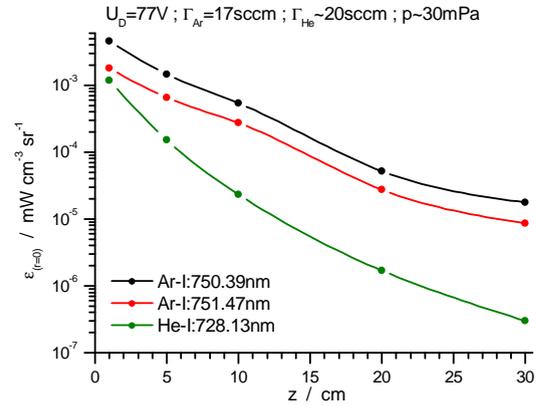


Abbildung 75: Axiale Verteilung der Emission ausgewählter Linien im Ar+He-Fall.

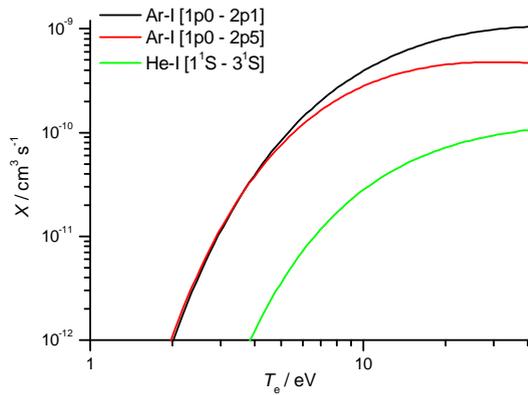


Abbildung 76: Ratenkoeffizienten zur Anregung aus dem Grundzustand in den Ausgangszustand der untersuchten Emission, basierend auf [40, 41]

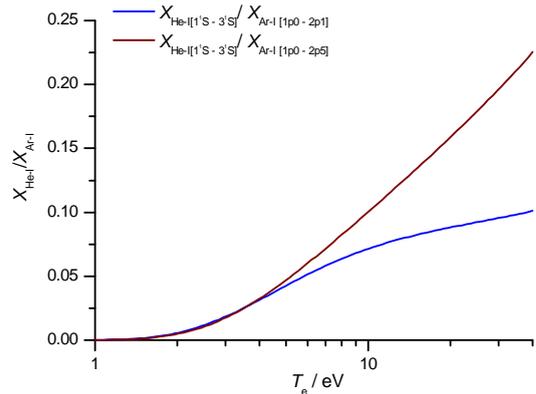


Abbildung 77: Verhältnisse der Anregungsratenkoeffizienten aus Abb. 76.

lung lautet: $\varepsilon_a[p, q] = 1/(4\pi) \cdot hc/\lambda \cdot n_a[0]n_e X_a[0, p]B_p$. Hierbei bezeichnet der Index a die beobachtete Spezies, p und q die beteiligten Energieniveaus, $n_a[0]$ die Grundzustandsdichte, $X_a[0, p]$ die Anregungsrate aus dem Grundzustand in den Zustand p und B_p das Verzweungsverhältnis des strahlenden Übergangs. Das Verhältnis zweier Emissionswerte ist somit eine Funktion der Grundzustandsdichten, Anregungsraten und Verzweungsverhältnisse. Entsprechend des Ansatzes des Corona-Gleichgewichts und angenommen niedriger Anregungsraten, werden die Grundzustandsdichten mit der gesamten Neutralgasdichte einer Spezies gleichgesetzt. Letztere wird unter Berücksichtigung des Kammerdrucks und einer Annahme zur Gastemperatur bestimmt. Mittels der Daten aus Abb. 77 wird nun die Elektronentemperatur abgeschätzt, welche wiederum ermöglicht, aus den Absolutwerten der Emission die Elektronendichte abzuleiten. Die Abbildungen 78 und 79 zeigen das Resultat dieser Vorgehensweise. Aufgrund der getroffenen Annahmen sind sehr grosse Unsicherheiten und Abweichungen der Teilergebnisse untereinander zu verzeichnen. Als positives Ergebnis wird die korrekte Bestimmung der jeweiligen Grössenordnungen von T_e und

n_e angesehen, welches das Konzept grundsätzlich bestätigt. Nahe der Quelle ($z \leq 5$ cm) ergeben sich mit den bisherigen Annahmen unphysikalische Ergebnisse, so dass das Dichteverhältnis n_{Ar}/n_{He} mit einem Faktor $f_n < 1$ korrigiert werden muss. In diesem Bereich wird der Elektronendruck so hoch, dass eine Ionisierung des zuströmenden Neutralgases einsetzt. Da Argon die niedrigere Ionisierungsenergie aufweist, nimmt n_{Ar} stärker ab als n_{He} . Der zunächst als Hilfsmittel angesetzte Faktor f_n trägt damit zur Einschätzung der Plasmaparameter bei, hier insbesondere des Umstands, dass offenbar kein Neutralgas von der Quelle emittiert wird.

Die hier erzielten Ergebnisse der OES geben den Trend der Elektronenparameter mit z korrekt wieder, jedoch liegen die Unsicherheiten wesentlich über jenen der Langmuir-Sonde (Abschnitt 6.4.1), trotz deren Wechselwirkung mit dem Plasma. Als Ursache ist hier weniger die Rekonstruktion der Emission zu nennen, sondern das unzureichende Modell zur Interpretation. Die Auswertung der Linienemission kann in höherer Präzision nur mit der Hilfestellung einer angepassten Stoss-Strahlungs-Modellierung erfolgen, zu deren Entwicklung im Projekt allerdings kein expliziter Raum vorgesehen war.

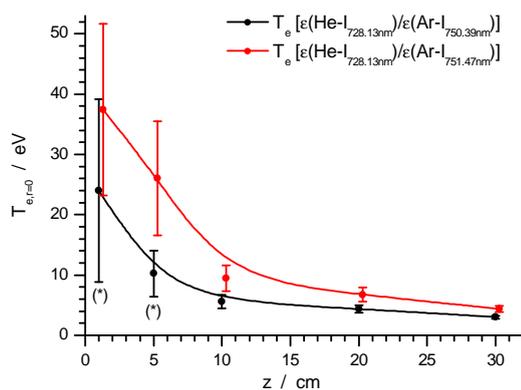


Abbildung 78: Abschätzung der Elektronentemperatur aus den angegebenen Linienverhältnissen. Zu (*) siehe Text.

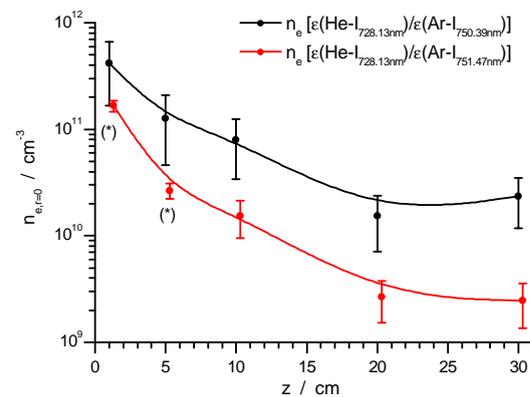


Abbildung 79: Abschätzung der Elektronendichte aus den angegebenen Linienverhältnissen. Zu (*) siehe Text.

Basierend auf den Erfahrungen der ersten Kampagne, wurde in einem weiteren Experiment zur Erfassung der optischen Emission die spektrale Strahldichte jeweils in der gesamten Horizontalebene aufgezeichnet. Wie in Abschnitt 6.2.4 beschrieben, liefert die Entfaltung eines analytischen Ausdrucks für das Strahldichteprofil einen genaueren Zugang zur Emission, als die Rekonstruktion aus den einzelnen Strahldichtewerten. Die APS-Konfiguration wurde in Anlehnung an den Konditionierungsschritt in Argon gewählt und die spektroskopischen Messungen mit der Langmuir-Sonde begleitet. Ziel war hierbei eine genauere Ortsauflösung zu erhalten und mittels der separat bestimmten EEDF die Entwicklung eines Stoss-Strahlungs-Modells zu unterstützen. Eine konsistente Beschreibung ermöglichte den Einsatz der OES als Monitordiagnostik, um den Plasmazustand, insbesondere der Elektronenkomponente, zu registrieren.

Die Ergebnisse der Auswertung der Strahldichtedaten über den Ansatz eines Gaussprofils, dessen Wahl sich im Rahmen der Messgenauigkeit als günstig erwiesen hat, sind in den Abbildungen 80 bis 83 zusammengefasst. Insgesamt wurden aus den Spektren 10 Ar-I und Ar-II Linien extrahiert, die über den gesamten erfassten Raumbereich, die radiale Rich-

tung eingeschlossen, etwa 6 Größenordnungen in der Strahldichte variieren. Im z -Profil ist eine Abweichung der Ar-II-Linie gegenüber dem von der Strahldichteverteilung der neutralen Spezies Ar-I gezeichneten Bild zu erkennen. Die radiale Breite der Strahldichte ist vergleichbar für die Ar-I-Strahlung und deutet eine kegelförmige Form der Emissionsverteilung an, ausgehend von der Ausdehnung des APS-Auslasses. Die Strahldichte von Ar-II ist bei niedrigem z zunächst schmaler, um dann eine grössere radiale Ausdehnung als die Ar-I-Linien aufzuweisen. Die unterschiedliche Ausprägung von Amplitude und Breite der Strahldichteprofile wird nachvollziehbar, wenn von einer Fokussierung des Ionenstrahls, sowie dem Vorliegen eines Radialprofils des Elektronendrucks im Bereich der APS-Öffnung ausgegangen und die höhere Anregungsenergie des ionischen Niveaus berücksichtigt wird. Überraschend ist die gegenüber Ar-I weniger starke Abflachung der Amplitude bei gleichzeitig ansteigender Breite für $z > 5$ cm, wofür noch kein Erklärungsmodell vorliegt. Möglicherweise wird diese Verteilung durch die aufgrund der kinetische Energie der Strahlionen vergrößerten Raumbereich, in welchen die energetischen Bedingungen zur Stossanregung vorliegen, erzeugt.

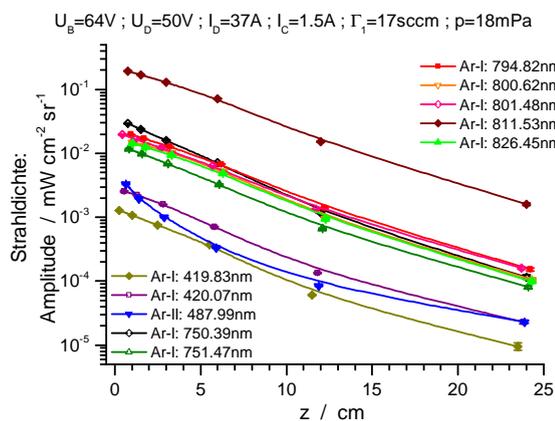


Abbildung 80: Amplitude der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.

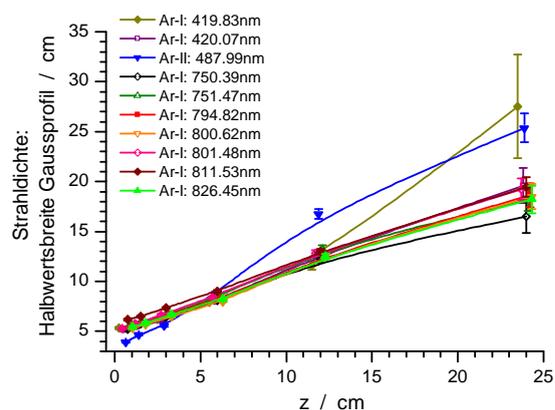


Abbildung 81: Halbwertsbreite des Gausprofil der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.

Die Lage der Radialprofile verdeutlicht weitere Details zur Verteilung des Plasmas vor der Quelle. Es scheint, dass die Emissionsverteilung nicht symmetrisch zur APS positioniert ist (siehe Abb. 82). Dabei kann die Verzerrung der Potentialverhältnisse durch den Elektronenstrahlverdampfer, dessen Magnetfeld den Elektronentransport beeinflusst, eine Rolle spielen. Als Hinweis hierfür dient die Beobachtung von Lichtkanten, d.h. Bereichen mit starker räumlichen Variation der Emission in einer Anlage des IOF, die mit zwei EBG ausgerüstet ist. Daneben besteht zusätzlich die Möglichkeit, dass die Achse des vertikalen Manipulators und die Symmetrieachse der APS gegeneinander verkippt sind. Der aus den Daten hervorgehende Neigungswinkel gegenüber der Vertikalen von ca. 5° ist damit allerdings nicht begründbar, so dass der Einfluss des EBG die wahrscheinlichere Ursache für die Verzerrung der Plasmaverteilung ist.

In von der Quelle weiter entfernten Gebieten ist aufgrund der dort vorliegenden Parameter keine mit der verfügbaren Messtechnik erfassbare Linienstrahlung zu erwarten. Erscheint in den Radialprofilen ein Untergrund, ist dieser durch diffus reflektierende Anla-

genkomponenten verursachte Lichtstreuung zuzuschreiben. Zur einfacheren Interpretation ist in Abb. 83 der Untergrund relativ zur jeweiligen Amplitude dargestellt. Daraus wird deutlich, dass ein guter Kontrast bis ca. $z \approx 20$ cm vorliegt, in grösseren Abständen der Untergrund jedoch eine ähnliche Höhe wie die Amplitude erreicht. Damit ist der beobachtete Raumbereich das grösstmögliche Gebiet, in dem eine räumliche Rekonstruktion der Emission möglich ist. Als Konsequenz ist der Einsatz der OES als Monitordiagnostik nur nahe der Quelle sinnvoll, sofern orts aufgelöste Informationen abgeleitet werden sollen.

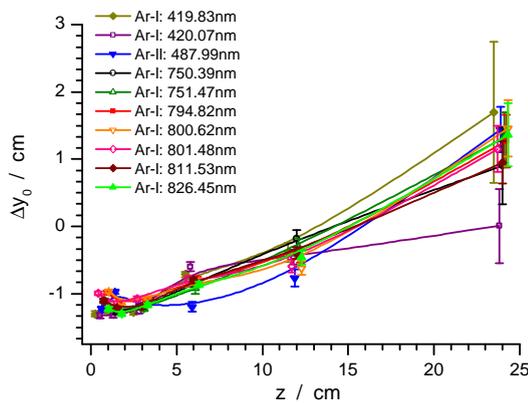


Abbildung 82: Verschiebung zur Symmetrieachse der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.

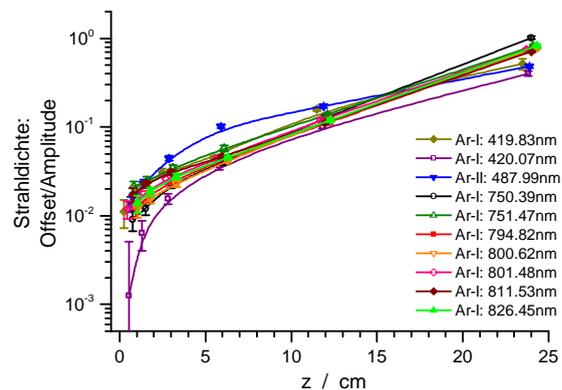


Abbildung 83: Hintergrund-Strahldichte relativ zur Amplitude der horizontal aufgenommenen Strahldichte der angegebenen Emissionslinien. Datensätze zur Sichtbarkeit auf Abszisse versetzt.

Mit der analytischen Beschreibung der Strahldichteverteilung in der Horizontalebene $L(y)$, kann die Emissionsverteilung über $\varepsilon(r) = -1/\pi \int_r^R dL(y)/dy (y^2 - r^2)^{-1/2} dy$ berechnet werden. Das Ergebnis zeigen die Abbildungen 84 und 85. Der Charakter der Abbildungen 80 und 81 bleibt nahezu vollständig erhalten, da das Gaussprofil forminvariant bezüglich der Entfaltung ist. Damit ist die obige Diskussion zur Verteilung uneingeschränkt auf die Volumendaten übertragbar. Die hier gezeigten Daten repräsentieren die präziseste bisher erfolgte Erfassung eines Argon-Plasmas vor der APS.

Vor dem Hintergrund der Suche nach bezüglich des Plasmazustands sensitiven spektralen Merkmalen wurden Linienverhältnisse gebildet. Exemplarisch werden einige dieser Verhältnisse in den Abbildungen 86 und 87 gezeigt. Bevorzugt werden solche Verhältnisse, deren Linien einen geringen spektralen Abstand aufweisen, um die Kalibrierung und Messung zu vereinfachen. Notwendig ist das Vorliegen unterschiedlicher Anregungsenergien, um eine Sensitivität gegenüber der Elektronenenergie zu begründen. Letzteres ist bei den betrachteten Ar-I-Zuständen allerdings kaum der Fall, so dass Variationen auf komplexeren Mechanismen zur Ausbildung der Besetzungsdichten, u.a. der Beitrag von metastabilen Spezies, beruhen und die beobachteten Änderungen nur im Bereich einiger 10% liegen. Die Betrachtung eines Linienverhältnisses aus Ar-I- und Ar-II-Emission (Abb. 87) bietet Vor- und Nachteile. Aufgrund der Inhomogenität des Plasmas zeigt sich ein starke Variation, da das Linienverhältnis neben den Dichten der Spezies sowohl von n_e als auch von $T_{e,eff}$ abhängt. Daraus ergibt sich der Nachteil, dass aus dem Messwert direkt kein spezifischer Plasmamaparameter abgeleitet werden kann. Die grosse Dynamik mit

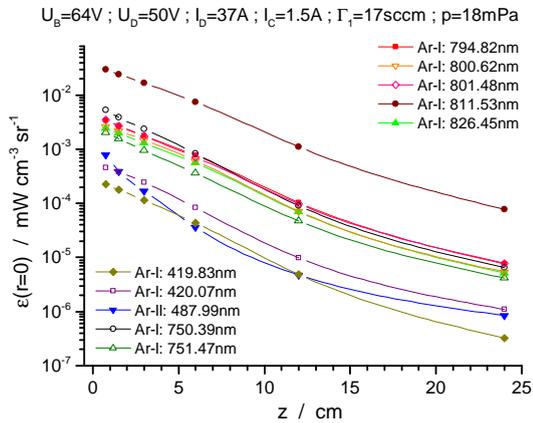


Abbildung 84: Amplitude der Emission basierend auf den Daten aus den Abbildungen 80 und 81.

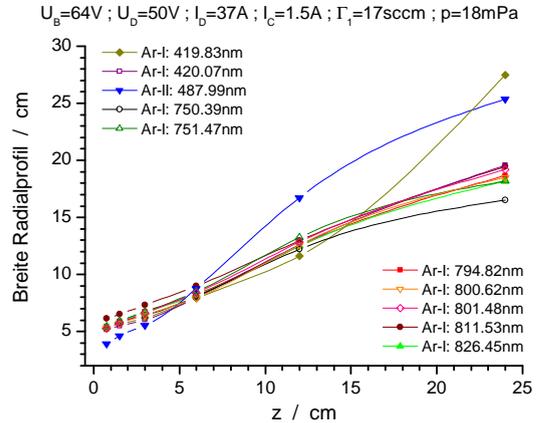


Abbildung 85: Halbwertsbreite des Gaussprofils der Emission basierend auf den Daten aus den Abbildungen 80 und 81.

z deutet an, dass die Ausdehnung des Plasmas vor der Quelle über ein solches Linienvverhältnis erfasst werden könnte. Wie in Abschnitt 6.4.2 diskutiert, bestimmt der Zustand der Kathode maßgeblich die Ausprägung des Plasmas im oberen Teil der Quelle, wodurch unterschiedliche IVDF erzeugt werden. Diese Variation während eines PIAD-Prozesses entspricht der Betrachtung eines z -Intervalls der Momentaufnahme. Die Ergebnisse zur Prüfung dieses Ansatzes werden in Abschnitt 6.5.6 vorgestellt.

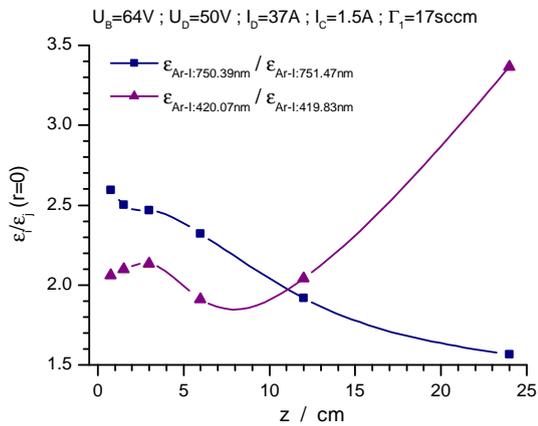


Abbildung 86: Auswahl spezifischer Linienvverhältnisse.

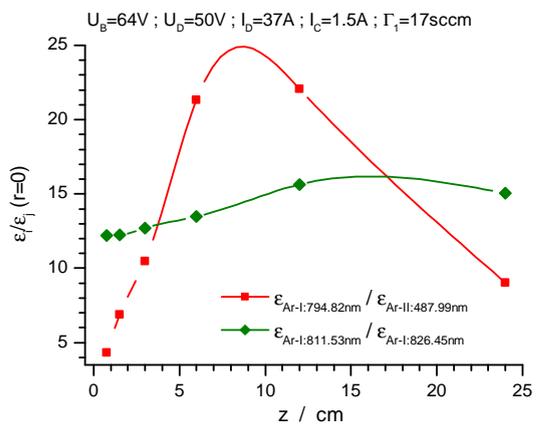


Abbildung 87: Auswahl spezifischer Linienvverhältnisse.

Mit Vorliegen des hier beschriebenen Datensatzes zur optischen Emission und der nicht-lokalen EEDF wurde die Anwendbarkeit eines bestehenden Stoss-Strahlungs-Modells (SSM), abgeleitet aus [42], geprüft. Dieses Modell berücksichtigt 14 angeregte Niveaus von Ar-I und erfasst daher einen Grossteil der aufgezeichneten Emissionslinien (2p-1s-Übergänge). Die EEDF sowie die Neutraldichte wird zur Berechnung der Besetzungsdichte vorgegeben. Mit diesen Randbedingungen konnte ein Vergleich zwischen experimentellen und modellierten Spektren erfolgen. Die Ergebnisse für die Besetzungsdichten der ArI-2p-Zustände zeigt Abbildung 88. Ausgehend von einer exakten Übereinstimmung von Experiment und Modell bei $z = 24$ cm durch Anpassung des Modells, kann über den

gesamten Raumbereich eine qualitative und teilweise auch quantitative Konsistenz der Daten erreicht werden. Dies basiert auf der Vorgabe der nichtlokalen Energieverteilung und der Dichte des Argon-Grundzustands. Die resultierende gesamte Neutraldichte liegt im Rahmen der Erwartung aufgrund des Kammerdrucks von $p \approx 20$ mPa, jedoch unter der Voraussetzung hoher Gastemperaturen von $T > 600$ K. Wegen des hohen Elektronendrucks nahe der Plasmaquelle ist es daher wahrscheinlich, dass der lokale Neutraldruck unterhalb der Messwerte des Druckaufnehmers liegt, welcher an der Anlagenwand montiert ist. Als Bestätigung dieser Annahme dient das Ergebnis der Berechnung des Ionisationsgrads anhand der Elektronen- und Neutraldichte im betrachteten Raumbereich (Abb. 89). Vor der Plasmaquelle beträgt der Ionisationsgrad $>50\%$ und unterstreicht damit das Vorliegen eines hochenergetischen und dichten Quellplasmas. Damit wird auch die Vergleichbarkeit von eingegebenem Neutralfluss und erzeugtem Ionenfluss verständlich (siehe auch Abschnitt 6.4.2).

Die Arbeiten zu Bestimmung der lokalen Emission und Modellierung der Reaktionskinetik stellen eine bedeutende Leistung zur Aufklärung der physikalischen Mechanismen der Plasmaexpansion und Strahlgeneration dar. Erstmals konnte die Neutraldichte vor einer PIAD-Quelle bestimmt werden. Eine Ausweitung der spektroskopischen Analysen, insbesondere während des PIAD-Prozesses, unter Erweiterung des Plasmamodells sollte angestrebt werden, um den Plasmazustand, z.B. bezüglich der EEDF, während der Beschichtung zu registrieren und daraus neuartige Regelstrategien abzuleiten.

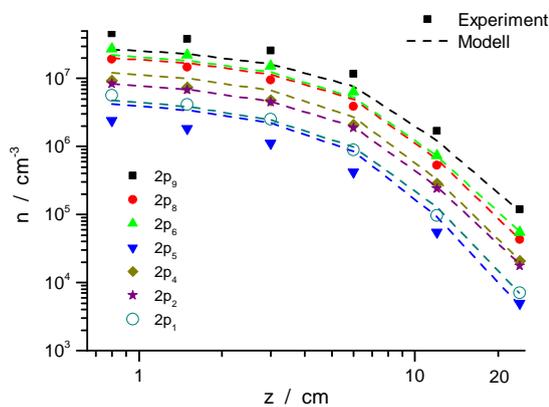


Abbildung 88: Dichten der ArI-2p-Zustände aus Experiment und Stoß-Strahlungs-Modell.

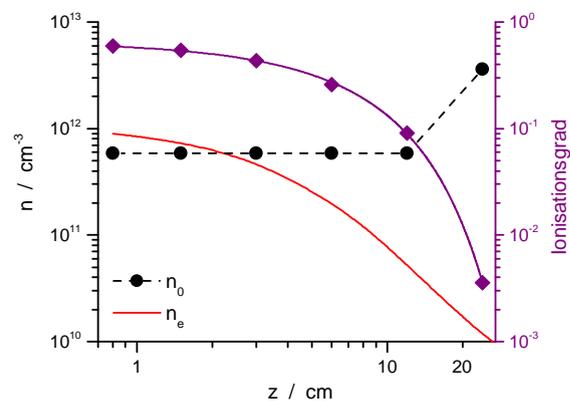


Abbildung 89: Neutraldichte und Ionisationsgrad als Ergebnis des Stoß-Strahlungs-Modells unter Berücksichtigung der experimentell bestimmten Elektronendichte.

6.4.4 Substrat-Einströmungen

Die aktive Thermosonde (Abschnitt 6.2.1) und der Plasmamonitor (Abschnitt 6.2.5) sind Diagnostikverfahren, welche sich prinzipiell für den Betrieb während des PIAD-Prozesses eignen. Das erstgenannte Konzept liefert ein Maß für den gesamten Energieeinstrom bzw. Energieumsatz auf der Sonde, wohingegen das zweitgenannte eine massen- und energiewahlcharakteristische Charakterisierung der Einströmungen auf die Wand bzw. das Substrat ermöglicht. In den folgenden zwei Unterabschnitten werden wesentliche Ergebnisse hierzu präsentiert und diskutiert.

6.4.4.1 Bestimmung des Energieeinstroms mittels aktiver Thermosonde

Wie in Abschnitt 6.2.1 beschrieben, wird die Sondenspitze mittels einer zugeführten elektrischen Heizleistung auf eine vorgegebene Temperatur eingestellt. Änderungen dieser Heizleistung entsprechen Variationen der aus der Umgebung der Sonde auf diese einwirkenden Einströmungen. Letztere setzen sich zusammen aus der kinetischen Energie der einströmenden Teilchen, elektromagnetischer, insbesondere thermischer Strahlung und Enthalpien der auf der Sondenoberfläche stattfindenden Reaktionen, wie Rekombination, Reduktion oder Oxidation. Daher ist die durch die ATS ermittelte Energieflussdichte eine globale Grösse, deren einzelne Bestandteile nur grob abgeschätzt werden können.

Zur Einschätzung der erhaltenen Werte kann der Vergleich mit dem Ergebnis des GFEA dienen. Mittels der IVDF des GFEA kann die Summe aus kinetischer Energieflussdichte und der Rekombination der Ar^+ -Ionen an der Oberfläche bestimmt werden. Aus dieser Rechnung ergibt sich der maximal mögliche Energieeintrag dieser Spezies. Hierbei ist zu bedenken, dass eine Reflektion von Teilchen an der ATS zwar Impuls, jedoch keine thermische Energie auf die Sonde übertragen würde. Die ATS sollte eine höhere Energieflussdichte als der GFEA anzeigen, da erstere bereits die thermische Strahlung der Kathode und Umgebung ohne Plasmabetrieb registriert und im Plasma weitere ionische und neutrale Spezies präsent sind. In den Abbildungen 90 und 91 sind die aus die einzelnen Verfahren abgeleiteten Energieflussdichten dargestellt. Für die ATS kann eine Abschätzung des nur durch das Plasma verursachten Energieeintrags vorgenommen werden, indem der separat gemessene Anteil der thermischen Strahlung der Kathode vom Gesamtwert abgezogen wird. Hierbei ist zu beachten, dass eine zusätzliche Aufheizung der Kathode durch Plasmaeinwirkung vorliegt (siehe Abschnitt 6.4.3.1) und daher keine präzise Trennung der einzelnen Beiträge möglich ist.

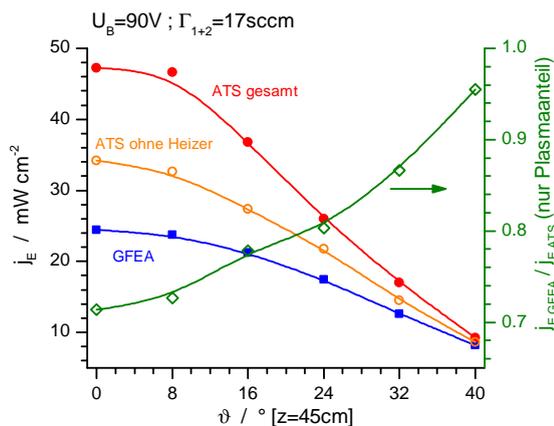


Abbildung 90: Vergleich der Polarprofile der Energieflussdichte basierend auf ATS und GFEA für mittlere Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.

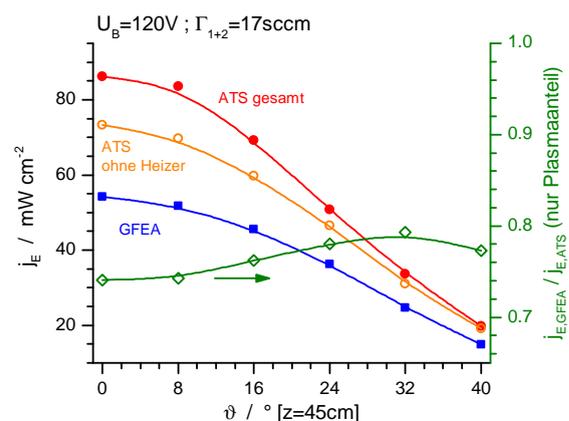


Abbildung 91: Vergleich der Polarprofile der Energieflussdichte basierend auf ATS und GFEA für hohe Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.

Im Fall des reinen Argon-Plasmas bei mittlerer Bias-Spannung liegt der Energieeintrag im Zentrum des Rezipienten bei ca. $j_{E,ATS} \approx 50 \text{ mWcm}^{-2}$ und damit in etwa doppelt so hoch wie der Beitrag der Ar^+ -Ionen. Der Anteil der thermischen Strahlung zu $j_{E,ATS}$ liegt bei ca 20%. Hin zu höheren Polarwinkeln nimmt der Anteil der Strahlung ab und die ATS zeigt Energieflussdichten an, welche sehr nahe am Ergebnis des GFEA liegen. Dieses Po-

larprofil wird plausibel durch die Abschattung der Kathode durch die Anode bei grösseren Winkeln. Im Fall der hohen Bias-Spannung werden wesentlich höhere Energieflussdichten angezeigt, wobei der Beitrag der Strahlung absolut betrachtet vergleichbar mit jenem der vorherigen Konfiguration ist. Im Randbereich gilt offenbar $j_{E,ATS} > j_{E,GFEA}$, d.h. weitere Beiträge zur gesamten Energieflussdichte liegen vor. Basierend auf den Ergebnissen der anderen Diagnostikverfahren (Abschnitte 6.4.1-6.4.35.1-5.3) erscheint es wenig wahrscheinlich, dass sich die Zusammensetzung des Plasmas in den gezeigten Fällen wesentlich unterscheidet, lediglich eine leicht veränderte radiale Verteilung kann angenommen werden. Unter Berücksichtigung der Unsicherheiten des ATS-Konzepts, insbesondere der integralen Messung mehrerer energetischer Beiträge, können die vorliegenden Daten nicht eingehender interpretiert werden.

Zur Vorbereitung des Einsatzes der ATS im PIAD-Prozess wurde die Sonde auf der Dampfblende montiert und in Plasmen eingesetzt, welche den Konditionierungsphasen vor der eigentlichen Beschichtung entsprechen. Hierbei wurde eine Variation der Entladungsleistung P_D bei fester Bias-Spannung U_B vorgenommen, prinzipiell ähnlich der Parameteranpassung in der Regelung im U_B/I_C -Modus, bei der das Magnetfeld bei gegebenem Entladestrom nachgeführt wird, um eine gewünschte Bias-Spannung zu erreichen. Die Ergebnisse sind in Abb. 92 dargestellt. Bei der Einschätzung der erhaltenen $j_{E,ATS}$ -Werte muss generell beachtet werden, dass die ortsfeste Messung keine Unterscheidung zwischen der Variation der Amplitude und der Polarverteilung der Energieemission der Plasmaquelle erlaubt. Im Argon-Betrieb werden Werte von $j_{E,ATS} \approx 60 \text{ mWcm}^{-2}$ registriert – zu beachten ist bei dieser Messung der grössere Abstand zur Quelle gegenüber der Positionierung in Abb. 91, so dass niedrigere Werte angezeigt werden. Bei höheren Magnetfeldern und damit kleineren Entladungsleistungen ($P_D < 3 \text{ kW}$) steigt $j_{E,ATS}$ deutlich an, was vermutlich einer Verengung des Plasmastrahls zuzuordnen ist. Die im Intervall $P_D \in [3; 6.5] \text{ kW}$ festgestellte Konstanz von $j_{E,ATS}$ wird nach gegenwärtigem Kenntnisstand mit dem unveränderten Plasmatransport in diesem Parameterbereich gedeutet. Eine grosse Variation der Entladungsleistung wird durch den Elektronentransport in der Quelle entsprechend der Höhe des Magnetfelds verursacht, bedingt aber keine Änderung der Plasmadichte oder der Polarverteilung im Expansionsbereich.

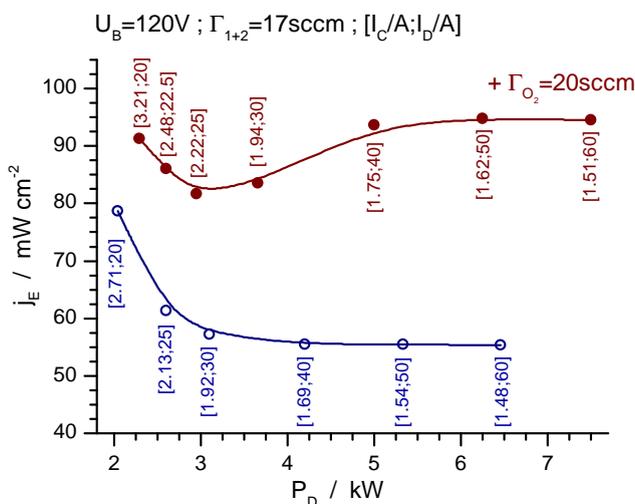


Abbildung 92: Energieflussdichte der ATS in Abhängigkeit der Entladungsleistung für unterschiedliche Gasmischungen bei hoher Bias-Spannung (Position: Dampfblende).

Mit der Zumischung von Sauerstoff steigt $j_{E,ATS}$ im Mittel um ca 50%, qualitativ zu erklären durch die erhöhte Teilchenflussdichte und die Rekombinationswärme, insbesondere der

Molekülbildung an der Sonde. Bei niedrigen Entladeleistungen zeigt sich ein ähnliches Bild wie im Argon-Fall, jedoch steigt $j_{E,ATS}$ im Bereich $P_D \in [3; 5]$ kW wieder an, um dann einen Sättigungswert zu erreichen. Der bisherige Erklärungsansatz über die Polarverteilung lässt sich hier nicht konsequent verfolgen, sofern eine Verengung des Plasmastrahls bei niedrigeren Magnetfeldern ausgeschlossen wird. Aufgrund der erhöhten Plasmadichte erscheint eine verstärkte Aufheizung der Kathode denkbar, was wiederum zu einer Variation der Polarverteilung führen könnte (siehe Abschnitt 6.4.2, Abb. 66+ 67). Die O₂-Zumischung führt zu einem vom Argon-Betrieb unterschiedlichen Quellenverhalten, sichtbar z.B. in einer erhöhten Entladespannung U_D und einer grösseren Variation derselben. Bei Abnahme des Magnetfelds sind zum Erreichen der geforderten Bias-Spannung grössere U_D -Werte notwendig. Über das hier untersuchte P_D -Intervall, beträgt die Zunahme $\Delta U_D \approx 10$ V und liegt damit ca. viermal höher als im Argon-Fall. Es kann vermutet werden, dass die grössere Entladespannung zu einem erhöhten Dissoziationsgrad des Sauerstoffs führt und daher $j_{E,ATS}$ bei höheren Entladungsleistungen wieder zunimmt. Mit Hilfe eines quantitativen Plasmamonitoring könnte der Ansatz überprüft werden, was im nächsten Unterabschnitt aufgegriffen wird.

Die ATS wurde in einer grossen Zahl von PIAD-Prozessen eingesetzt, um den Plasmazustand in der Substratebene zu charakterisieren. Neben der bereits diskutierten Problematik der Interpretation von $j_{E,ATS}$ aufgrund der Beiträge mehrerer Anteile des gesamten Energieeintrags, wird der Betrieb der Sonde in einem kontinuierlichen Prozess dadurch erschwert, dass keine Referenz der Sondenheizleistung ohne Prozesseinwirkung vorliegt. Aus dem Vergleich der Referenzwerte vor und nach dem Prozess wurde deutlich, dass eine Drift der Bezugsgrösse, vermutlich verursacht durch eine Aufheizung der Anlage, vorliegt. Im Verlauf des Projekts wurden Untersuchungen unter Einsatz von Blenden durchgeführt, jedoch konnte keine prozessstaugliche Lösung erzielt werden. Das ATS-Signal ist daher während des PIAD-Prozesses eine ungenaue Grösse. Als charakteristisches Merkmal für den Prozess wurde daraufhin der Endpunkt der Beschichtung gewählt, welcher mit Abschatten und Deaktivieren der Plasmaquelle eine genauere Bestimmung von $j_{E,ATS}$ ermöglicht.

Die Abbildungen 93, 94 und 95 zeigen diese Energieflussdichten am Ende der Beschichtungsphase aus Serien identischer Prozesse. Mit Abb. 93 wird deutlich, dass mit zunehmender Betriebsdauer der Anode niedrigere $j_{E,ATS}$ -Werte zu erwarten sind. Die Änderung um wenige mW lässt zunächst vermuten, dass mit der Veränderung der Oberflächenbeschaffenheit der Anode deren Reflektivität abnimmt und daher weniger Strahlung aus der Quelle die Sonde erreicht. Abb. 94 wiederum gibt den Hinweis, dass tatsächlich eine Variation der Plasmaparameter vorliegt, da systematisch geringere Brechungsindizes im Verlauf der Serie beobachtet werden. Die jeweils erste Schicht einer Serie weicht allerdings von diesem Trend ab, sodass davon ausgegangen werden muss, $j_{E,ATS}$ nicht als eindeutiges Merkmal für den PIAD-Prozess verwenden zu können.

In einem weiteren in ähnlicher Weise zum eben beschriebenen durchgeführten Serien-Experiment stand die Ausprägung der optischen Shift im Vordergrund. Bei niedriger Plasmastützung kann abhängig vom Schichtsystem ein gewisser Grad an Porosität resultieren. Sind diese Hohlräume nach aussen geöffnet, kann Wasser aus der umgebenden Atmosphäre eindringen und den effektiven Brechwert verändern. Die angegebene optische Shift bezeichnet die Änderung der optischen Schichtdicke zwischen Vakuum- und Atmosphären-Bedingungen und ist ein Maß für die Offenporigkeit der Schicht. Aus Abb.

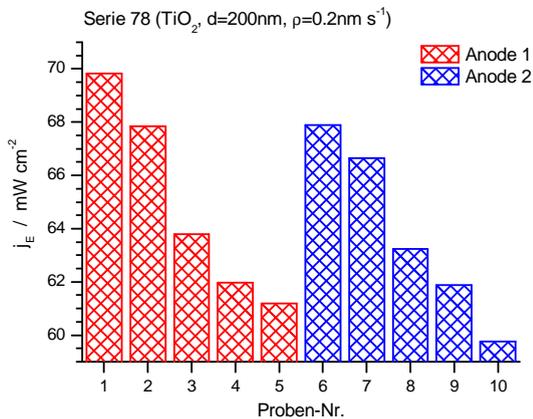


Abbildung 93: Energieflussdichte der ATS am Ende des Beschichtungsprozesses im Verlauf einer Serie (Position: Dampfblende).

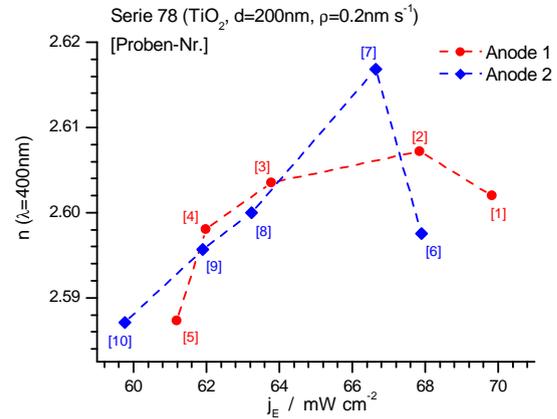


Abbildung 94: Energieflussdichte der ATS gegenüber dem Brechungsindex der Serie aus Abb. 93 (Position: Dampfblende).

95 lässt sich schlussfolgern, dass eine Korrelation zwischen $j_{E,ATS}$ und optischer Shift vorliegt. Wie bereits weiter oben bemerkt, ist dabei der Absolutwert von $j_{E,ATS}$ nicht eindeutig mit den Schichteigenschaften verknüpft. Abgesehen von eventuell vorliegenden systematischen Fehlern in der Auswertung der ATS-Signale, steht die Vermutung, dass die zur Ausbildung der Schichteigenschaften relevanten Größen durch das integrale Prinzip der ATS nicht präzise erfasst werden können.

Neben Einschränkungen bezüglich der Erfassung und Interpretation des Energieeinstroms hat sich die ATS als nützliche Diagnostik erwiesen, um räumliche und zeitliche Variationen der Plasmaeinwirkung aufzudecken. Hinweise der Anlagenbetreiber zur Bedeutung der Anode konnten bestätigt und in Ihrer Bedeutung konkretisiert werden.

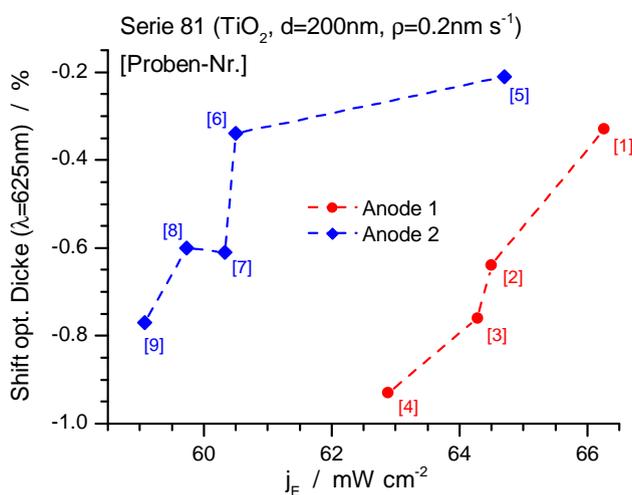


Abbildung 95: Energieflussdichte der ATS gegenüber der optischen Shift der Serie aus Abb. 93 (Position: Dampfblende).

6.4.4.2 Plasmamonitoring

Der Begriff *Plasma-Monitor* (PM) wird synonym für die Apparatur zur energiedispersiven Massenspektrometrie verwendet. Einige Erläuterungen zur Funktionsweise sind in Abschnitt 6.2.5 zu finden. In verschiedenen Konfigurationen lassen sich geladene und

neutrale Spezies detektieren und deren Energieverteilung untersuchen. Bezogen auf die Zielstellungen des Projekts (Abschnitt 1) ist der PM von zentraler Bedeutung, da hiermit die Komplexität der Plasmaeinströmung im PIAD-Prozess untersucht werden sollte. Die mittels der verfügbaren Ausstattung gewonnenen Erkenntnisse werden an dieser Stelle vorgestellt.

In Abb. 96 ist ein Massenspektrum der Einströmungen mit einer Energie nahe der Randschichtenergie dargestellt. Aus der logarithmischen Skalierung der Ordinate wird deutlich, dass die Zählraten für die Ionen des Prozessgases (Ar^+ , Ar^{2+} , O_2^+ , O^+) deutlich überwiegen. Zusätzlich werden Atom- und Molekül-Ionen (Ti^+ , Ti^{2+} , TiO^+ , TiO_2^+) detektiert, welche aus der Wechselwirkung zwischen Dampfstrahl (Ausgangsmaterial: Ti_3O_5) und Plasma resultieren. Zusätzliche Komponenten (C^+ , OH^+ , H_2O^+ , N_2^+ , CO_2^+) sind primär der Verunreinigung der Anlage während der Belüftungsphasen zuzuordnen; geringe Mengen könnten ebenso durch das Verdampfungsmaterial oder Abtrag von Anlagenkomponenten und deren Beschichtungen verursacht worden sein. Der Zugang zu dieser Vielfalt an Spezies prädestiniert den PM zur Durchführung von Parameterstudien, um Variationen der Einströmungen in unterschiedlichen PIAD-Prozessen zu registrieren. Aufgrund der weiter unten skizzierten mangelnden Reproduzierbarkeit der Messung, ist die Diskussion verschiedener Massenspektren nicht zielführend und auf das gezeigte Spektrum wird lediglich zur Erläuterung des Prinzips verwiesen.

Es wurden Untersuchungen zur Energieverteilung der neutralen und ionischen Komponenten des Prozessgases durchgeführt. Der PM bietet eine grosse Zahl von Parametern zur Optimierung für einzelne Spezies und Energiebereiche. Ein Vergleich verschiedener Spektren ist daher in dem Fall plausibel, dass identische Konfigurationen des Monitors vorliegen. Davon abgesehen sind Merkmale der Spektren überwiegend qualitativ zu betrachten, da die Apparatefunktion energieabhängig ist. In Abbildung 97 sind die Energieverteilungen der wesentlich für die Schichtstützung verantwortlichen Argon-Spezies aufgetragen. Trotz der für den mittleren und hohen Energiebereich niedrigen Sensitivität lassen sich unterschiedliche Komponenten identifizieren. Für Ar^+ liegen Ionen mit der Randschichtenergie ($E_i \in [5; 10]\text{eV}$) vor, sowie eine breite Verteilung im mittleren Energiebereich ($E_i \in [10; 50]\text{eV}$). Die Strahlionen sind erkennbar im Intervall $E_i \in [80; 100]\text{eV}$. Neutrales Argon des kalten Hintergrundgases wird registriert bei niedrigen Energien $E_0 \in [0; 5]\text{eV}$. Neutrale mit Energien vergleichbar der ionischen Komponente nahe der Randschichtenergie ($E_0 \in [5; 10]\text{eV}$) könnten durch Ladungsaustauschstöße in der Randschicht erzeugt worden sein. Im mittleren Energiebereich ($E_0 \in [15; 55]\text{eV}$) sind die schnellen Neutralen zu erkennen, die über Ladungsaustausch der Strahlionen mit dem Hintergrundgas generiert werden. Eine markante Lücke in der Verteilung ($E_0 \in [10; 15]\text{eV}$) ist zunächst nicht verständlich. Da über den Ladungsaustausch das gesamte Spektrum der Strahlionen, verschoben um die Randschichtenergie, abgebildet werden sollte, liegt hier die Vermutung nahe, dass es sich um ein Resultat der spezifischen Konfiguration des PM handelt, in diesem Intervall die Empfindlichkeit also sehr gering ist.

Weitere Messungen wurden mit einer Optimierung der Apparatefunktion zugunsten höherer Energien, d.h. zur Untersuchung der Strahlkomponente, durchgeführt. Wie aus Abbildung 98 hervorgeht, können die ersten drei Ionisationsstufen des Argons detektiert werden, wobei Ar^{3+} offenbar an der Nachweisgrenze liegt. Zunächst erscheinen die Spektren für Ar^+ und Ar^{2+} sehr ähnlich, allerdings liegen die Strahlkomponenten knapp 10 eV gegeneinander verschoben. Sofern dies nicht durch die Apparatefunktion des PM verur-

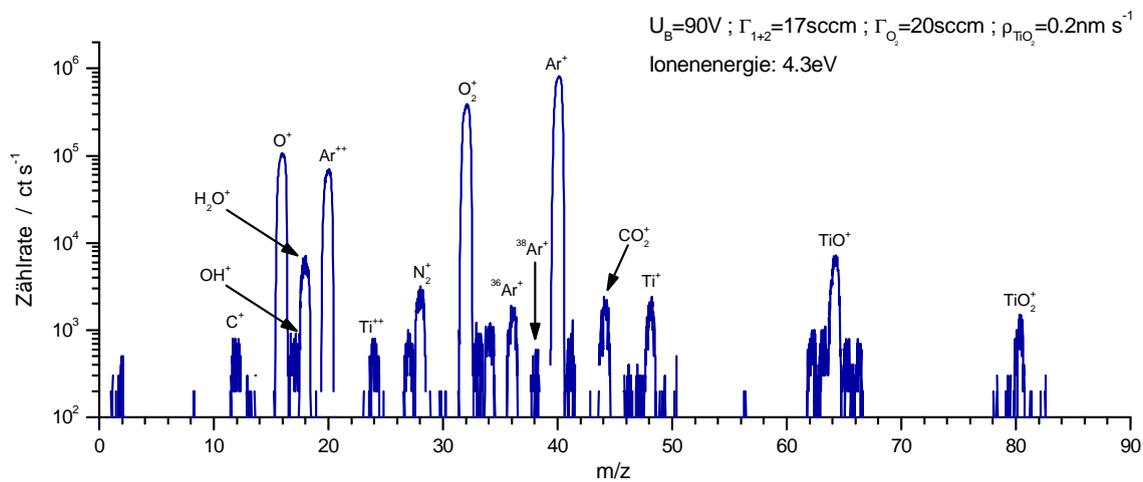


Abbildung 96: Massenspektrum ionischer Spezies aufgezeichnet durch den Plasmamonitor im PIAD-Prozess bei mittlerer Bias-Spannung.

sacht wird, würde dies bedeuten, dass Ar^{2+} primär in einem Bereich niedrigeren Plasmapotentials entsteht. Ein möglicher Erklärungsansatz ist die Wechselwirkungszone des dritten Gaseinlasses, in der zwar von einer Abkühlung der Elektronenkomponente auszugehen ist, jedoch über Reaktionen zwischen Ar^+ und O_2 die Bildung von Ar^{2+} begünstigt werden könnte. Diese These könnte mit unterschiedlichen O_2 -Zumischungen überprüft werden, erforderte aber eine reproduzierbar einsetzbare Messapparatur.

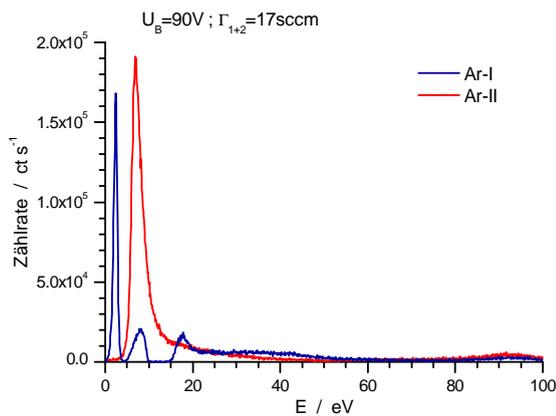


Abbildung 97: Energiespektren des PM für neutrales und einfach geladenes Argon bei mittlerer Bias-Spannung im reinen Argon-Plasma.

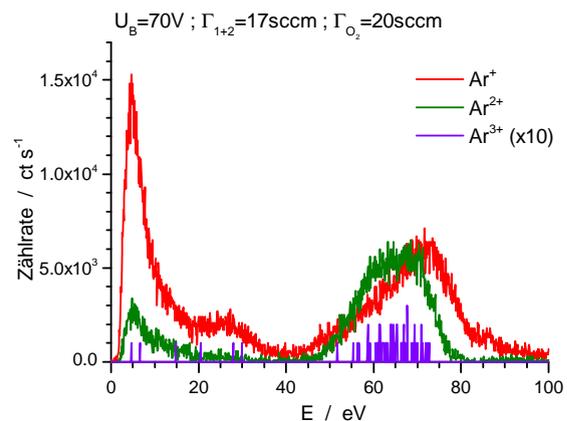


Abbildung 98: Energiespektren des PM aller detektierbaren positiven Argon-Ionen in Ar/O_2 -Plasma bei niedriger Bias-Spannung.

Die Spektren der positiven Ionen des Sauerstoffs sind in Abb. 99 aufgeführt. Die jeweilige Charakteristik der Verteilungen ist mit jener der Argon-Ionen nahezu identisch. Es liegen niedrig- bis mittlere energetische, sowie eine hochenergetische Strahlkomponente vor. Letzteres ist insofern erstaunlich, da sich positive Sauerstoff-Ionen in Bereichen maximalen Plasmapotentials bewegen müssen um eine breite Verteilung mit Anteilen $E_i > e \cdot U_B$ zu erzeugen. Sollte der Sauerstoff direkt am Gaseinlass ionisiert werden, wie es das Emissi-

onsmuster suggeriert, müssten die entstandenen positiven Ionen dem elektrischen Feld in den Expansionsbereich vor der Quelle folgen. Für den Transport des Sauerstoffs in das Innere der Quelle ist daher Voraussetzung, dass neutrale Sauerstoff-Radikale oder Moleküle eine ausreichend lange Wegstrecke überwinden können. Neben neutralen Spezies ist die Bildung von negativen Ionen wahrscheinlich, da nur diese bei der gegebenen Potentialverteilung einen Zufluss in die Quellenregion entwickeln können. Diese zunächst spekulative These wird dadurch gestützt, dass bei Sauerstoff-Zumischung typischerweise stärkere Driften der APS-Parameter einsetzen, und damit eine Wechselwirkung des Sauerstoffs mit den Elektroden, insbesondere der Kathode, belegt wird. Die tatsächlichen Partialdrücke der einzelnen Spezies in der Quelle können letztlich nur über eine umfassende Modellierung der Reaktionsmechanismen und des Plasmatransports abgeschätzt werden.

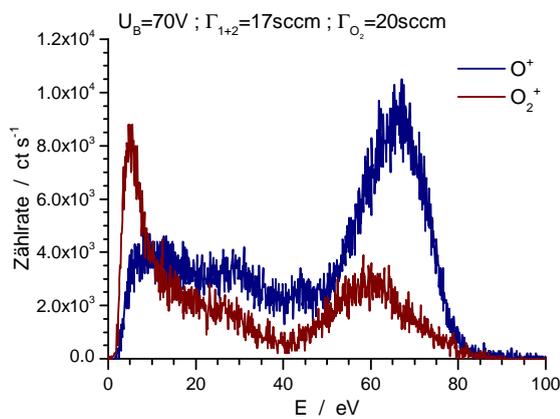


Abbildung 99: Energiespektren des PM aller detektierbaren positiven Sauerstoff-Ionen in Ar/O₂-Plasma bei niedriger Bias-Spannung.

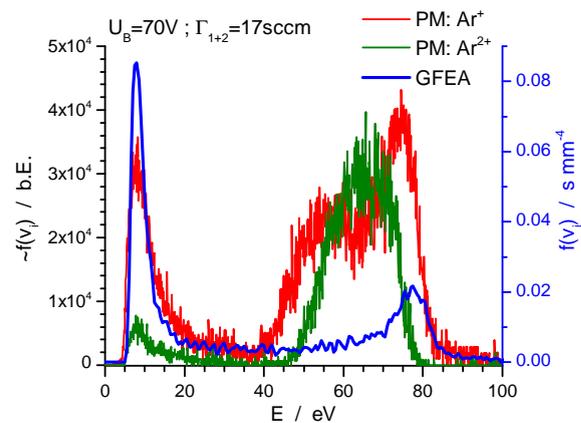


Abbildung 100: Vergleich der Daten des PM und des GFEA auf der Skala der Geschwindigkeitsverteilung in Ar-Plasma bei niedriger Bias-Spannung.

Mit dem Anspruch, quantitative Informationen mit dem PM zu ermitteln, wurden in einem Argon-Plasma PM und GFEA synchron betrieben. Beide Diagnostiken befanden sich dazu in der Substratebene an äquivalenten Positionen. Für den Vergleich wurden die Daten des PM, die einer Energieverteilung entsprechen, auf die Skala der Geschwindigkeitsverteilung umgerechnet. Die Gegenüberstellung der erhaltenen Verteilungen zeigt Abbildung 100. Für den GFEA wird dabei angenommen, dass die Sensitivität gegenüber positiven Ionen energieunabhängig ist, die bestimmte Verteilung also bis auf eine gewisse Verbreiterung nahe an der realen liegt. Als weitgehende Bestätigung dieser Annahme dient die gute Übereinstimmung mit der Modellierung der Strahldämpfung (siehe Abschnitt 6.4.2). Die Daten der unterschiedlichen Messverfahren zeichnen ein komplexes und schwer zu interpretierendes Bild. Die Form der Verteilungen im Bereich $E_i < 40$ eV sind sehr ähnlich, so dass eine lineare Skalierung der PM-Daten, um die GFEA-basierte Verteilung nachzuempfinden, sinnvoll erscheint. Problematisch ist die offenkundige Verschiebung und Verbreiterung der Strahl-Komponente, d.h. $E_i > 40$ eV. Hier zeigen die PM-Daten eine verhältnismässig grosse Population bei niedrigeren Energien an. Um die Spektren zu einer lediglich groben Übereinstimmung zu bringen, müsste eine starke Verzerrung, d.h. energieabhängige Korrektur formuliert werden. Eine aus derartigen Überlegungen abgeleitete Apparatfunktion für den PM würde eine sehr grosse Unsicherheit beinhalten, welche

die Qualität der Daten eher verringern würde. Aus diesem Grund wurden keine weiteren Anstrengungen dieser Art unternommen.

Ein für jede Analysemethode relevantes Kriterium, ist das der Reproduzierbarkeit der Messung. Neben den Schwierigkeiten zur Abschätzung der Apparatefunktion, musste für die vorliegende Konfiguration ein Driftverhalten festgestellt werden. Abbildung 101 zeigt diese Beobachtung exemplarisch für Ar^+ anhand einer Serie zeitlich versetzter Messungen. Hier ist eine Abnahme überwiegend der niederenergetischen Komponenten zu verzeichnen, welche jedoch aufgrund stationärer Bedingungen nicht einer Veränderung von Plasmaparametern zuzuordnen ist. Eine derartige Verringerung der isotropen Ionenkomponente würde durch eine Druckreduktion ausgelöst werden können, welche real allerdings nicht vorlag. Eine energieabhängige, zeitliche Variation der Apparatefunktion schränkte den Nutzen des verfügbaren PM stark ein. Ob es sich ursächlich um eine Fehlfunktion, fehlerhafte Konfiguration oder Bedienung des komplexen Aufbaus handelte, konnte im Rahmen des Projekts nicht geklärt werden. Nach einer Reihe von punktuellen Untersuchungen wurde die Ursachenforschung zugunsten der anderen Fragestellungen und Arbeitspakete aufgegeben. Mit Blick auf den potentiellen Erkenntnisgewinn durch die Anwendung des Plasma-Monitorings ist dies besonders bedauerlich.

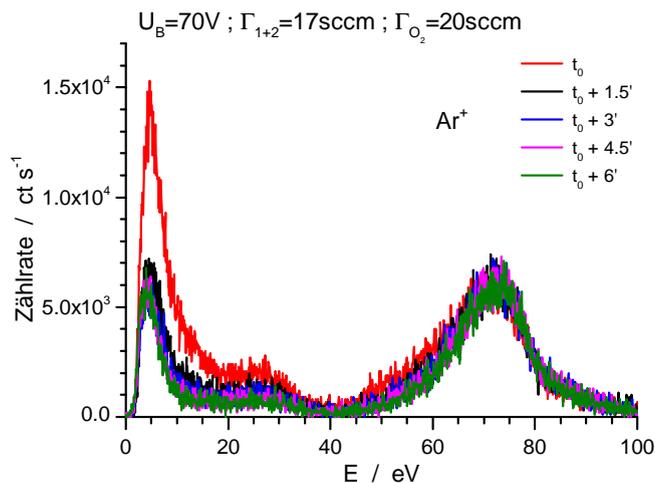


Abbildung 101: Energiespektren des PM für Ar^+ aus einer Serie von Einzelmessungen in Ar-Plasma bei niedriger Bias-Spannung.

6.5 Steuerung und Regelung von PIAD-Prozessen

Zwei der Hauptaufgaben des Verbundprojekts bestanden darin, mittels plasmaanalytischer Verfahren die Beschichtungsprozesse zu charakterisieren und darüber Konzepte zu deren Optimierung zu entwickeln. In diesem Abschnitt werden die Arbeiten zur Untersuchung und Anpassung der Beschichtungsprozesse beschrieben. Hierbei soll zwischen den Begriffen Steuerung und Regelung unterschieden werden. Zum Begriff *Steuerung* zählen alle Maßnahmen, die der Einrichtung des Prozessablaufs dienen, wie die Abfolge von Konditionierungs- und Beschichtungsintervallen, Vorgabe von APS-Parametern oder dem Vorheizen der Substrate. Es handelt sich um Vorgaben, die während des Prozesses nicht verändert werden, gewissermaßen passiven Maßnahmen entsprechend. Dieser Teil richtet sich weitgehend nach den Erfahrungen der Anwender, so dass hier auf Rezepte des Partners IOF zurückgegriffen wurde und diese gegebenenfalls geringfügig angepasst wurden. Eine *Regelung* bezieht sich dagegen auf aktive Maßnahmen, welche im laufenden Betrieb

Prozessparameter variieren, um bestimmten Vorgaben zu entsprechen. Die konventionellen Konzepte konzentrieren sich dabei auf APS-Parameter, während die Arbeiten des Teilvorhabens die Kontrolle von Plasmaparametern anstreben. Letztgenannte Zielsetzung basiert auf den Erkenntnissen der Plasmacharakterisierung und unterscheidet sich von dem Feld der etablierten Verfahren.

Das Kapitel gliedert sich wie folgt. Zunächst werden die behandelten Schichtsysteme in 6.5.1 vorgestellt. Im Anschluss daran wird in 6.5.2 der Aspekt der Anlagen-Konditionierung diskutiert. Abschnitt 6.5.3 gibt eine Übersicht zum erreichten Stand der Reproduzierbarkeit mit konventionellen Methoden, während 6.5.4 einen neuen Ansatz zur Regelung der Plasmaquelle APS vorstellt. In Abschnitt 6.5.5 werden Diagnostik-Systeme behandelt, die einen Monitor-Betrieb zur Überwachung des PIAD-Prozesses ermöglichen. Schliesslich wird in 6.5.6 der Aufbau einer in-situ Diagnostik-basierten Prozess-Regelung skizziert.

6.5.1 Bearbeitete Schichtsysteme

Der Projektverbund hatte gemeinsam mit den Mitgliedern des Industriebeirats eine Liste von Schichtmaterialien erstellt, welche sich für die Untersuchung und gegebenenfalls Optimierung der PIAD-Prozesse besonders eignen sollten. Zu beachtende Kriterien sind hier sowohl die Relevanz der Materialien für die optischen Anwendungen, als auch das Vorliegen von sensitiven Merkmalen in Bezug auf die Plasmastützung. Ausgewählt wurden das hochbrechende Titanoxid (TiO_2), das mittelbrechende und UV-transparente Aluminiumoxid (Al_2O_3), das niedrigbrechende Siliziumoxid (SiO_2) und das niedrigbrechende und UV-transparente Magnesiumfluorid (MgF_2). Insbesondere TiO_2 und Al_2O_3 zeigen im Bereich niedriger bis mittlerer Plasmastützung eine Variation der Brechzahl, so dass sich diese Materialien für Experimente zur Reproduzierbarkeit eignen. Der Schwerpunkt liegt auf oxidischen Schichten wegen der einfachen Handhabung des Reaktivgases. Aus Sicherheitsgründen und aufgrund weiterer technischer Aspekte ist die Verwendung von Fluor in Standard-Anlagen nicht möglich. Das MgF_2 kann jedoch direkt durch Verdampfung des Ausgangsmaterials ohne weitere Gaszufuhr auf die Substrate aufgebracht werden.

Die Beschichtungsprozesse und Verfahren zur Bestimmung der Schichteigenschaften wurden vom Partner IOF vermittelt. Wie in Abschnitt 4 ausgeführt, wurden zunächst TiO_2 und Al_2O_3 im Jahr 2010 am INP eingerichtet. In 2011 folgte SiO_2 , während MgF_2 im Rahmen der Aufgabenstellungen der zuwendungsneutralen Verlängerung 5/2012 – 4/2014 behandelt wurde. Es wurden überwiegend Einzelschichten (typische Dicke von $d \approx 200$ nm) auf B270-Substraten abgeschieden, sowie zur Untersuchung von UV-transparenten Materialien Suprasil-Substrate verwendet (siehe Abb. 102). In einzelnen Kampagnen erfolgte die Bestimmung der Schichtspannung, wozu vom IOF vermessene Silizium-Wafer (Abb. 103) bereitgestellt wurden. Zur Charakterisierung der optischen Schichten wurde der komplexe Brechungsindex (Brechzahl und Extinktionskoeffizient) und die geometrische Schichtdicke spektralphotometrisch vermessen. Die hierzu notwendige Theorie und Werkzeuge zur Auswertung der Daten (Oszillatormodell zur Beschreibung der dielektrischen Funktion) wurden ebenfalls vom Partner IOF vermittelt und zur Verfügung gestellt. Die erhaltenen Parameter stellen die primären Charakteristika dar, um die Qualität der Schichten und die Reproduzierbarkeit der Prozesse zu beurteilen. In den Abbildungen 104 und 105 werden exemplarisch Transmissionskurven der untersuchten Schichten bzw. Schichtsysteme gezeigt. Insbesondere niedrigbrechende Materiali-

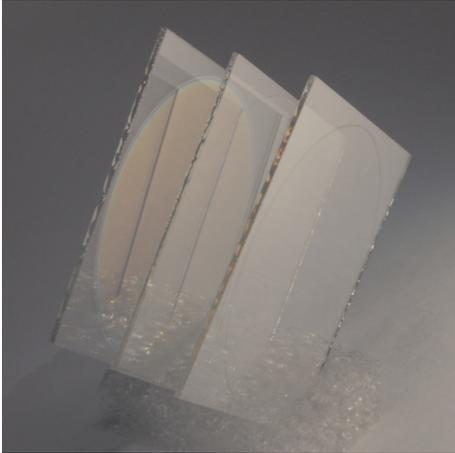


Abbildung 102: B270 Substrate : TiO_2 , Al_2O_3 , SiO_2 (v.l.n.r.).



Abbildung 103: Mit TiO_2 beschichteter Silizium-Wafer zur Bestimmung der Schichtspannung.

en stellen hohe Anforderung an die Präzision der spektralphotometrischen Instrumente. Wegen der geringen Variation der Transmission um wenige %-Punkte machen sich Ungenauigkeiten der Messtechnik deutlich bemerkbar. Eine weitere Problematik in der Bestimmung der optischen Schichtparameter ist die Messung der Reflektion, die neben der Transmission benötigt wird. Aus den genannten Aspekten und der Modellannahmen für die dielektrische Funktion ergibt sich eine Ungenauigkeit für den Brechwert, der sich für die behandelten Schichten in der Größenordnung von $\Delta n/n \in [0.5; 2]\%$. Dieser Fehlerbereich wird für die jeweiligen Beschichtungen stets berücksichtigt und angegeben.

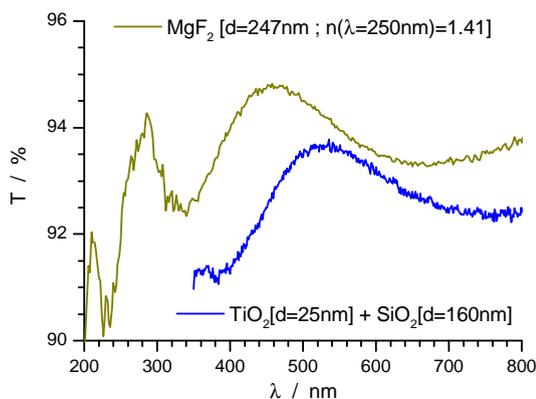


Abbildung 104: Spektrale Transmission der niedrigbrechenden Materialien MgF_2 und SiO_2 (in einem Doppelschichtsystem).

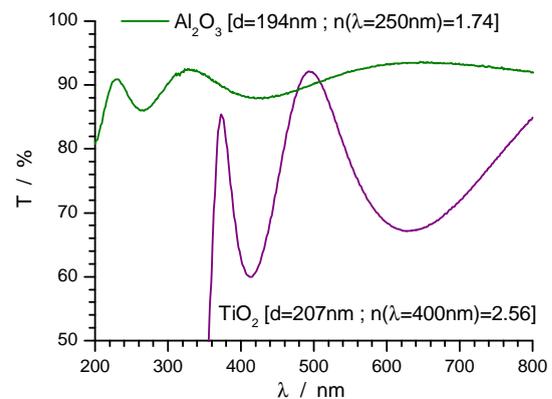


Abbildung 105: Spektrale Transmission der mittel- und hochbrechenden Materialien Al_2O_3 und TiO_2 .

6.5.2 Anlagen-Konditionierung

Eine Hauptmotivation zur Umsetzung des Verbundprojekts ist die Beobachtung der Anwender, dass der PIAD-Prozess trotz identischer Steuervorgaben bisweilen unterschiedliche Schichteigenschaften generiert. Das zu erreichende Maß an Reproduzierbarkeit be-

stimmter Materialien kann die Umsetzung einiger Spezifikationen die Schichtsysteme betreffend erschweren oder verhindern. Um die Reproduzierbarkeit zu verbessern, wurde eine Reihe von Maßnahmen entwickelt, um die Beschichtungsanlage und die Plasmaquelle vor jedem Prozess in eine bestimmte Ausgangslage zu bringen. Diese Konditionierung der Anlagenkomponenten basiert weitgehend auf empirischen Methoden und zählt zu den Betriebsgeheimnissen der Anwender. Für die vorgenommenen Untersuchungen konnten daher nur die Vorgaben und Hinweise des Partners FhG-IOF dienen. Betrachtet wurden die Aspekte der Temperaturverhältnisse und der Wandbelegung durch vormalige Beschichtungsprozesse.

Die am INP installierte SYRUS LC-3 verfügt über vier Heizstrahler, die auf die Kalotte gerichtet sind, und einen Temperatursensor, welcher oberhalb nahe dem Rand der Substrathalterung vor der Anlagenwand installiert ist (T_{SYRUS}). Der Sensor ist nicht mit der Wand verbunden, so dass dessen Signal der Aufheizung eines kleinen Probekörpers an dieser Position entspricht. Aufgrund offener Heizwendel ist ein simultaner Betrieb von Heizern und APS nicht möglich. Die vorgestellten Ergebnisse basieren auf dieser Anlagenausstattung, welche das Konzept der Vorheizung bedingt. Zur Vereinfachung der Diskussion werden die für die Aufheizung der Anlage relevanten Quellen über die entsprechende elektrische Leistung zu deren Betrieb repräsentiert. Unter diese Quellen fallen die Heizstrahler selbst (P_{Heizer}), die Plasmaquelle (P_{APS}) und der Elektronenstrahlverdampfer (P_{EBG}). Diese Darstellung impliziert nicht, dass die angegebenen Leistungen direkt in die Aufheizung der Anlagenkomponenten eingehen.

Der Einschränkung der Temperaturmessung auf einen einzigen Sensor wurde mittels der Ausstattung der Kalotte mit Messwiderständen (siehe Abschnitt 6.2.1) begegnet. Eines dieser Elemente ist mit einem Glassubstrat verbunden (T_{Substrat}), das zweite kontaktiert die Substrathalterung (T_{Kalotte}). Damit kann die Temperaturentwicklung der unterschiedlichen Anlagenkomponenten nachvollzogen werden. In Abbildung 106 ist ein Versuch zur Bestimmung der Reaktion der Anlage auf die verschiedenen Heizquellen dargestellt. Im ersten Abschnitt steigen die Werte, beginnend von der Ausgangslage, durch die Einwirkung des Plasmas kontinuierlich an. Da das Probesubstrat direkt vom Plasma beaufschlagt wird, der wandnahe Sensor aber hinter der Kalotte liegt, zeigt das Substrat höhere Temperaturen. Die Erwärmung geschieht relativ langsam: eine grobe Maßzahl liegt bei 10^{-2} K/s. Der Temperaturverlauf lässt sich, abhängig von der Prozessführung, selten mittels einfacher Funktionen beschreiben. Bei konstanter Heizleistung ist zumeist ein linearer Anstieg zu erkennen, während die Abkühlung bei deaktivierten Wärmequellen eher einem Exponentialgesetz folgt. Die Wirkung der Heizstrahler ist wesentlich signifikanter, wie die Phase bei $t \in [2600; 2800]$ s zeigt. Der Temperaturanstieg erfolgt mit ca. 0.1 K/s. In der dritten Phase ist zu beobachten, dass die Einwirkung des Plasmas bei der gegebenen Leistung eine im Vergleich zur Phase ohne Wärmequellen ($t > 5400$ s) verlangsamte Abkühlung der Komponenten zur Folge hat. Das Substrat kühlt schneller ab, einerseits durch bei erhöhter Temperatur grösserer Strahlungskühlung, andererseits durch den Kontakt zur Kalotte, die eine höhere Wärmekapazität besitzt und im vorliegenden Fall vermutlich noch nicht die Maximaltemperatur erreicht hat (siehe Abb. 108). Wesentliche Resultate sind für den betrachteten Temperaturbereich $T \in [30; 60]$ K eine markante Temperaturdifferenz zwischen dem wandnahen Sensor und dem Substrat von bis zu $\Delta T \approx 10$ K und eine unmittelbare Reaktion gegenüber der Variation von P_{APS} (siehe stufenweise Änderung in Abb. 106, z.B. bei $t \approx 3100$ s).

Abbildung 107 zeigt ein Experiment zur Optimierung der Temperaturverläufe in wandnaher Position und am Substrat. Zunächst wird die Zusatzheizung eingesetzt, um die Zielvorgabe von $T \geq 90^\circ\text{C}$ für den Zeitraum $\Delta t = 500\text{ s}$ zu erfüllen. Die Abkühlung in der folgenden Phase wird durch einen Anstieg der Entladungsleistung verlangsamt, so dass die Temperaturvariation im Bereich $\Delta T \approx 5\text{ K}$ gehalten werden kann und gegen Ende der Entladungsphase bei $T \approx 80^\circ\text{C}$ stabilisiert wird. Bei den hier vorliegenden hohen Temperaturen von $T \geq 80^\circ\text{C}$ ergeben sich während des Plasmabetriebs nur geringe Temperaturdifferenzen der betrachteten Positionen. Die Grösse der durch die Plasmaquelle erzeugten Wandeströmung ist in diesem Beispiel ein bedeutender Faktor zur Stabilisierung der Prozesstemperatur.

Einen weiteren wichtigen Aspekt behandelt Abbildung 108. Wurden bislang Temperaturen der thermisch weitgehend von der Umgebung isolierten Komponenten betrachtet, stellt ein auf der Kalotte befestigter Sensor Daten für eine grössere Anlagenkomponente bereit. Während die separaten Sensoren durch die Heizstrahler bereits bei $t \approx 400\text{ s}$ ein hohes Temperaturniveau erreicht haben, benötigt die Kalotte doppelt so lange, um eine vergleichbare Temperatur zu erreichen. Die vergleichsweise hohe Wärmekapazität der massiven Kalotte bedingt den exponentiellen Verlauf mit einer verhältnismässig grossen Zeitkonstante. Die Differenz der Signale von Kalotte und Substrat verdeutlicht die Inhomogenität der Temperaturverteilung. Der Substrat-Sensor liegt auf mittlerem Radius, während die Kalotte nahe der Drehachse kontaktiert ist. Aus dem Versuch wird weiterhin deutlich, dass für das Vorheizen eine relativ lange Zeitspanne gegeben sein muss, insbesondere wenn die Heizleistung bezogen auf den Sensor vor der Wand als Referenz geregelt und wie im gezeigten Beispiel mit der Zeit reduziert wird. Damit verhindert wird, dass die Substrate Wärmeenergie an eine kühlere Kalotte abgeben können, muss also eine ausreichend hohe Temperatur der Kalotte gewährleistet werden.

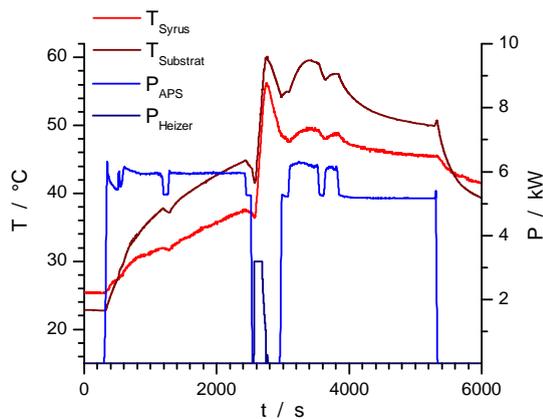


Abbildung 106: Zeitverläufe von Entladungs- und Heizleistung und der resultierenden Temperaturen nahe der Wand und am Substrat.

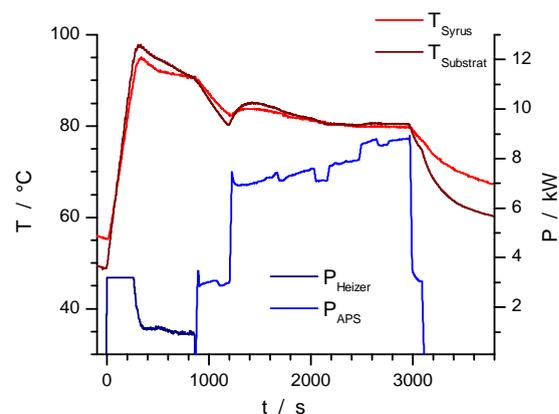


Abbildung 107: Zeitverläufe von elektrischen Leistungen und Temperaturen aus Experiment zur Angleichung der Werte vor der Wand und am Substrat.

In Abbildung 109 ist die Situation eines regulären PIAD-Prozesses zur Abscheidung einer Einfachschicht dargestellt. Da die auf der Kalotte montierten Sensoren nicht für den Dauereinsatz unter PIAD-Bedingungen geeignet sind, muss die wandnahe Temperaturmessung als Richtgrösse herangezogen werden. Die Vorheizphase (Phase 1) der Dauer

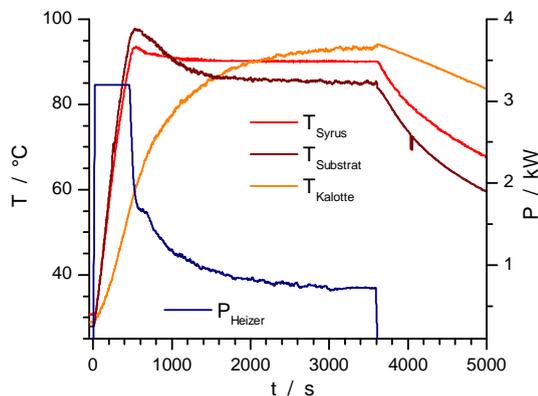


Abbildung 108: Gegenüberstellung der Temperaturverläufe vor der Wand, am Substrat und an der Kalotte.

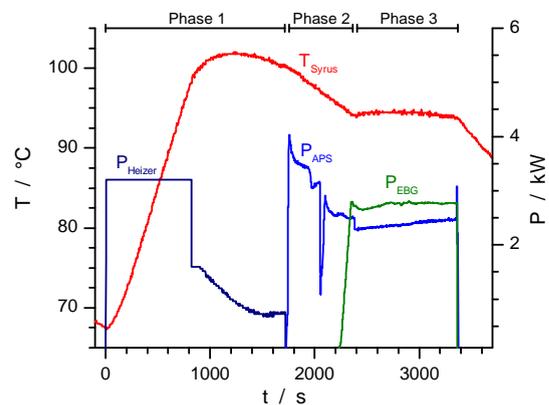


Abbildung 109: Zeitverläufe von elektrischen Leistungen und der wandnahen Temperatur im Beschichtungsprozess.

$\Delta t \approx 1500$ s sollte ausreichen, um die Kalotte auf ein den anderen bisher betrachteten Positionen vergleichbares Temperaturniveau zu führen. Phase 2 dient der Konditionierung der Plasmaquelle und der Vorbehandlung der Substrate (Ar- und Ar + O₂-Plasma). Die Wandeströmung des Plasmas reicht offenbar nicht aus, um die in Phase 1 erreichte Temperatur zu halten. Mit der Aktivierung des Elektronenstrahlverdampfers in Phase 3 tritt eine weitere Wärmequelle hinzu, welche die Prozessstemperatur (Temperatur der Referenzposition) wiederum stabilisiert. Die Variation dieser Temperatur liegt während der Beschichtungsphase typisch bei $\Delta T < 2$ K.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die zur Verfügung stehende Temperaturmessung nur unter bestimmten Bedingungen eine robuste Prozessgrösse darstellt. Um grössere Temperaturdifferenzen zwischen der Referenzgrösse und den Werten an Substrat und Kalotte und damit einhergehende längere Driftvorgänge zu vermeiden, sind ausreichende Vorheizzeiten von typ. $\Delta t > 1500$ s einzuhalten. Die vor und während der Beschichtung wirkenden Wärmequellen ermöglichen es bei Optimierung des Prozesses, eine nur sehr geringe Variation der Anlagentemperatur sicherzustellen. Schliesst an einen Prozess mit nur kurzer zeitlicher Unterbrechung ein weiterer an, liegen jeweils andere Ausgangsbedingungen vor. Um für Serienexperimente eine möglichst vergleichbare thermische Ausgangslage zu schaffen, wurden zusätzliche Vorheizphasen eingeführt, so dass aus thermischer Sicht keine Unterschiede zwischen den Prozessen zu erwarten sind.

Werden mehrere Depositionsprozesse hintereinander durchgeführt, steigt sukzessive die Dicke der Schicht, die sich ungleichmässig auf den Wänden und Komponenten des Rezipienten bildet. Abhängig von den lokalen Schichteigenschaften werden sich ab einer bestimmten Dicke die Schichten aufwerfen und sich schliesslich von der Wand lösen. In der Folge nimmt die Menge an Partikeln im Rezipienten zu. Die Oberflächenbeschaffenheit, d.h. insbesondere die Porosität, der Wände beeinflusst die Speicherfähigkeit und Adsorption von Gasen, wodurch sich das Pumpverhalten verändert. Mittels Massenspektrometrie wurden regelmässig die im Restgas des PIAD-Prozesses nachzuweisenden Spezies detektiert (siehe auch Abschnitt 6.5.5). Abbildung 110 zeigt das Verhältnis aus den Signalen für Wasser und Argon für zwei unterschiedliche Anlagenzustände. Da das Prozessgas Argon in identischen Flüssen eingesetzt wird, gibt das Signal den relativen Wassergehalt des

Restgases an. Ist die Wandbelegung minimal, wie nach Reinigung der Anlage und gegebenenfalls der Konditionierung derselben mit dem einzusetzenden Schichtmaterial, kann ein wesentlich geringerer Verunreinigungsgrad bezogen auf Wasser erreicht werden. Dem zeitlichen Verlauf nach zu urteilen wird dies durch eine niedrigere Quellrate der Wand verursacht, wodurch die Pumpzeit reduziert wird. Liegen keine massenspektrometrischen Daten vor, kann der Zeitverlauf der Evakuierung des Rezipienten der Bewertung des Anlagenzustands dienen. Diese Herangehensweise ist etabliert, bietet jedoch keine detaillierten Hinweise auf etwaige Verunreinigungen der Prozesskammer.

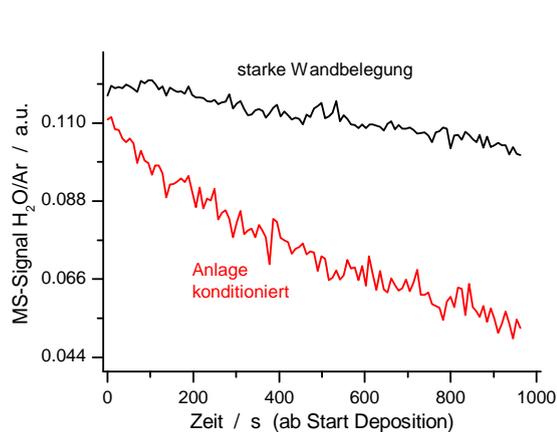


Abbildung 110: Relativer Wassergehalt des Restgases während der Depositionsphase für unterschiedliche Anlagenzustände.

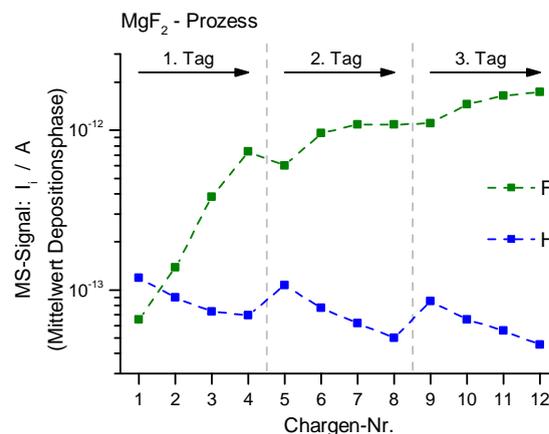


Abbildung 111: Relativer Wasserstoff- und Fluor-Gehalt des Restgases während der MgF_2 -Deposition im Verlauf einer Beschichtungsserie.

Abgesehen von der offensichtlichen Problematik der Staubbildung und Erhöhung des erreichbaren minimalen Vakuumdrucks, stehen die Fragen bezüglich einer gezielten Konditionierung für eine bestimmte Prozessführung zur Diskussion. Um eine durch das Plasma verursachte Zerstäubung von Wandkomponenten zu vermeiden, ist es üblich, das einzusetzende Material zuvor auf der Anlagenwand abzuschneiden. Bereits geringe Verunreinigungen, z.B. von Titan aus einer zuvor durchgeführten TiO_2 -Beschichtung in einem Al_2O_3 -Prozess, können zu einer unerwünschten Variation der Schichteigenschaften, im genannten Beispiel dem Anstieg des Extinktionskoeffizienten, führen. Für die im Rahmen des Projekts durchgeführten Serienexperimente wurde angenommen, dass ausgehend von einer konditionierten Anlage eine hohe Zahl identischer Prozesse umsetzbar sei. Eine genauere Betrachtung einer MgF_2 -Serie zeigt allerdings, dass der Reinheitsgrad der Anlage material- bzw. elementspezifisch ist. In Abbildung 111 sind die Mittelwerte der Restgasanalyse in der Depositionsphase für die Elemente Wasserstoff und Fluor dargestellt. Wasserstoff, zugeführt über die Luftfeuchtigkeit während der Belüftungsphasen, kann auf einem relativ stabilen Niveau gehalten werden und weist daneben einen ausgeprägten Tagesgang auf. Daneben steigt der Fluorgehalt des Restgases kontinuierlich an. Das hochreaktive Fluor reichert sich im Rezipienten an und ist noch lange Zeit nach einer solchen Prozessserie nachweisbar. Tatsächlich ist die Signifikanz einer reaktiven Spezies in der Restgasanalyse wenig überraschend, illustriert jedoch die Bedeutung der quantitativen Analytik zur Charakterisierung des Anlagenzustands.

Neben den Auswirkungen des Anlagenzustands auf Stäube, Vakuumdruck und Ver-

unreinigungen, lag das Hauptinteresse auf der Wechselwirkung zwischen Rezipient und Plasmaquelle. Aufgrund unterschiedlicher Wandbedeckung ist eine Variation des Plasma-Wand-Kontakts denkbar, wodurch etwa der Expansionsmechanismus und die Verteilung des Plasmas im Rezipienten beeinflusst werden könnte. Dieser Spekulation wurde eine Untersuchung zur Reproduzierbarkeit der IVDF im Argon-Plasma gegenübergestellt. Die Messungen wurden für vier unterschiedliche APS-Konfigurationen zu drei deutlich verschiedenen Anlagenzuständen durchgeführt. Ausgehend von einer stark verunreinigten Anlage erfolgte eine umfassende Reinigung, an welche wiederum eine Titanoxid-Beschichtung anschloss. Mittels der GFEA-Diagnostik wurden über den horizontalen Manipulator die IVDF für mehrere Polarwinkel aufgezeichnet, wodurch sowohl die Energieverteilung als auch die Polarverteilung des Ionenstrahls erfasst wurde. Die Abbildungen 112 und 113 zeigen die IVDF nahe der Symmetrieachse für zwei APS-Konfigurationen. Dabei wird deutlich, dass sich die erhaltenen IVDF, die Messgenauigkeit der Diagnostik berücksichtigend, nicht unterscheiden. Die Abweichung der IVDF bei starker Wandbelegung mit $U_B = 70\text{ V}$ ist in der Messreihe einzigartig. Eine Variation der Strahlkomponente in Energie und Amplitude schlägt sich in einer Veränderung der Einströmung auf das Substrat nieder. Abbildung 114 zeigt eine Übersicht zu den erhaltenen Energieflussdichten basierend auf den IVDF. Im Bild der Energieflussdichte ist keine Systematik unter den Anlagenzuständen erkennbar, vielmehr scheinen entsprechend der unterschiedlichen Reihung die Ergebnisse statistisch verteilt. Unterschiede werden deutlich bei Betrachtung des Strahlformparameters β (Definition siehe Abschnitt 6.4.2) in Abbildung 115. Diese Daten zeigen, dass tendenziell eine breitere Polarverteilung für die verunreinigte Anlage zu erwarten ist, wobei dies für niedrige Bias-Werte deutlicher erscheint. Hierbei sollte allerdings beachtet werden, dass die Unterschiede kaum die Unsicherheiten überwiegen, was der begrenzten Ortsauflösung und dem einfachen Modellansatz zur Interpretation der GFEA-Daten geschuldet ist.

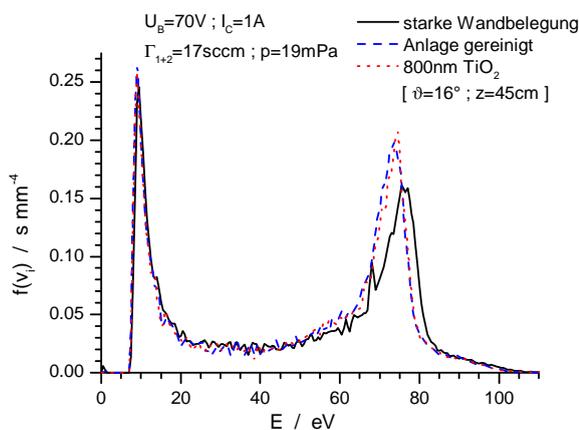


Abbildung 112: IVDF bei identischen APS-Parametern (U_B niedrig) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.

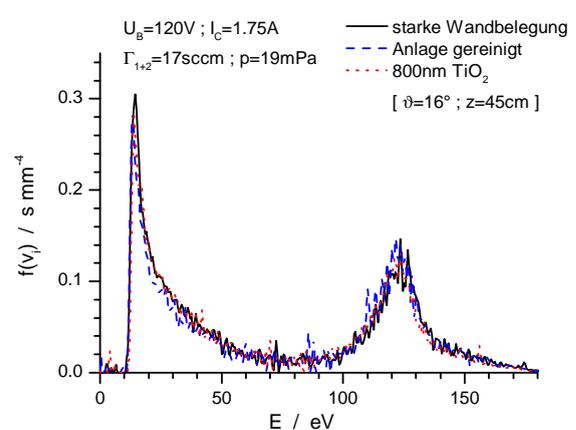


Abbildung 113: IVDF bei identischen APS-Parametern (U_B hoch) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.

Die erhaltenen Ergebnisse zur IVDF in unterschiedlichen Anlagenzuständen erscheinen vor dem Hintergrund der Erfahrungen zur Reproduzierbarkeit, z.B. in einer Prozess-Serie, als wenig signifikant. Ein unmittelbarer Einfluss der Wandbedeckung auf die IVDF kann aus den vorliegenden Daten nicht abgeleitet werden. Andererseits liegt am geerdeten Gehäuse

der Plasmaquelle stets ein guter Plasma-Wand Kontakt vor, da durch die hohe Energiedichte des lokalen Plasmas die Bildung von Schichten nahe dem Auslass der Quelle verhindert wird. Vielmehr stützen die Ergebnisse den Verdacht, das hier nicht die Wandbedeckung, sondern der Zustand der Plasmaquelle, insbesondere der Elektroden, für die beobachteten Variationen verantwortlich ist. Bereits eine kurze Öffnung des Rezipienten kann eine Verschiebung des Arbeitspunktes verursachen, die z.B. durch Anpassung der Kathodenheizung weitgehend ausgeglichen werden kann. Entsprechend ergibt sich die Notwendigkeit, den Anlagen- und Quellenzustand in-situ zu bestimmen, um korrigierend eingreifen zu können. Abgesehen von den weiter oben genannten Aspekten kann keine Massnahme zur Anlagenreinigung empfohlen werden, die einen markanten positiven Effekt auf die Plasmaquelle hätte.

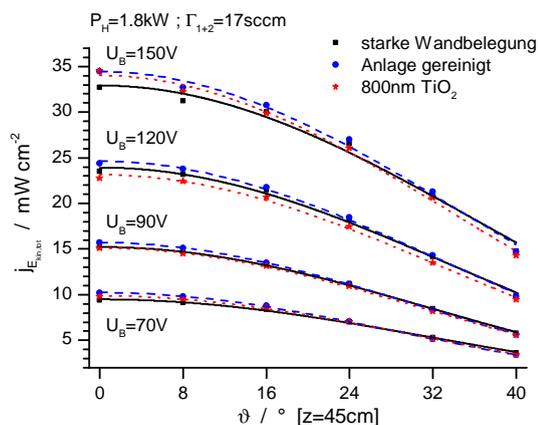


Abbildung 114: Polarprofile der Energieflussdichte bei identischen APS-Parametern (U_B variiert) und unterschiedlichen Anlagenzuständen.

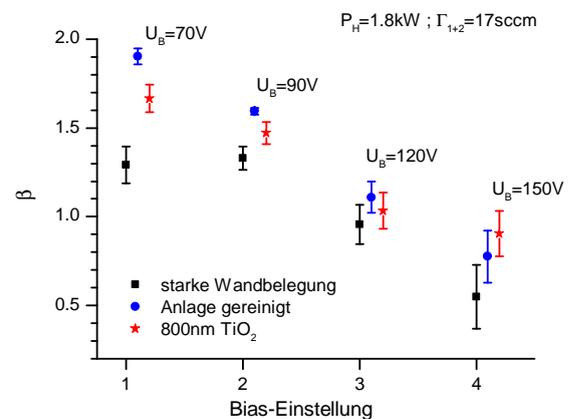


Abbildung 115: Strahlformparameter zu $j_E(\vartheta)$ aus Abb. 114.

6.5.3 Reproduzierbarkeit im konventionellen Betrieb

Um dem Anspruch des Projekts, die Prozessführung mittels Plasmacharakterisierung zu optimieren, gerecht werden zu können, wurde zunächst der Betrieb mit konventioneller Steuerung untersucht. Ziel war die Einschätzung unterschiedlicher bereits verfügbarer Methoden auf deren Eignung zur Stabilisierung der Abscheidebedingungen. Somit konnte ein Verständnis für das Quellenverhalten gewonnen werden, wie es mutmaßlich von den Anwendern beobachtet, aber bedauerlicherweise nicht ausführlich innerhalb des Projekts kommuniziert wurde.

Zur Bewertung eines Verfahrens zur Anlagensteuerung wurden Serienexperimente zur Deposition von TiO_2 -Einfachschichten der Dicke $d = 200 \text{ nm}$ durchgeführt. Als wesentliche Maßgabe wurde $U_B \approx 90 \text{ V}$ eingehalten, um den Prozess in einem sensitiven Bereich zu positionieren. Wie aus Abschnitt 6.5.4 ersichtlich, liegt die gewählte Einstellung jedoch nahe des Plateaubereichs der Beziehung $n(U_B)$, so dass für nachfolgende Experimente eine niedrigere Bias-Spannung gesetzt wurde. Die Streuung der Schichteigenschaften der hier beschriebenen Serienexperimente zeigt allerdings, dass für die gewählten Parameter bereits eine deutliche Variation der Abscheidebedingungen vorliegt. Tabelle 4 gibt eine Übersicht

Experiment	APS-Steuermodus	besondere Merkmale
55	U_B/I_C	einfache Prozessführung ohne Vorheizung
70	U_D/I_D	Stabilisierung der Substrattemperatur
78	U_B/I_D	Stabilisierung Entladestrom I_D über Gasflussverhältnis Γ_1/Γ_2
81	U_B/I_D	Stabilisierung Entladestrom I_D über Gasflussverhältnis Γ_1/Γ_2 und Kathoden-Heizleistung P_H

Tabelle 4: Auswahl von Serienexperimenten zur Optimierung der Reproduzierbarkeit von TiO_2 -Einfachschichten ($d = 200 \text{ nm}$).

zu vier charakteristischen Experimenten und deren wesentlichen Merkmalen. Jeder einzelne Prozess innerhalb einer Serie weist spezifische Driften einzelner Prozessparameter auf. Die sich daraus ergebende Menge an Daten verhindert eine leicht nachvollziehbare Darstellung der Zeitverläufe. Daher werden fundamentale über die Depositionsphase gemittelte Prozessgrößen zur Diskussion herangezogen. Die angegebene Schwankungsbreite entspricht dabei dem Grad der zeitlichen Variation. Zur Beschreibung der optischen Schicht wird der Brechwert aufgeführt, wobei die Unsicherheit jener des Modells der dielektrischen Funktion zur Interpretation der spektralphotometrischen Daten entspricht. Es werden also zeitlich gemittelte Prozessgrößen einer wesentlichen Schichteigenschaft gegenübergestellt. Die Abbildungen 116 bis 119 skizzieren die einzelnen Experimente, während Abb. 120 die erzielte Reproduzierbarkeit zusammenfasst.

Eine der am häufigsten eingesetzten Steuerungs-Modi der APS ist die Variante U_B/I_C , welche bei Vorgabe von I_D , P_H und der Gasflüsse das Magnetfeld variiert, um einen geforderten Wert für U_B zu erreichen. Die Entladespannung U_D wird durch die Randbedingungen zur abhängigen Größe. Das Magnetfeld beeinflusst primär den Transport der Elektronen, welche den Großteil des Entladestroms tragen. Ein Ausdruck dessen ist für $I_D = \text{konst.}$ der weitgehend gleichgerichtete Verlauf der Größen U_D und I_C (siehe Abb. 116). I_C und U_D sind derart aufeinander abgestimmt, dass sowohl eine zur Generation von U_B notwendige Elektronenenergie (\Rightarrow Plasmapotential) als auch der geforderte Wert für I_D erreicht werden. In der Beschichtungsserie 55 (Abb. 116) nimmt I_C Werte in einem Intervall der Breite $\pm 5\%$ des Mittelwertes ein. Der Steuerungsmodus agierte im vorliegenden Fall stabil, jedoch wurden im Projektverbund Fälle beschrieben, in denen die Grenzwerte des Magnetfelds erreicht wurden. Eine zunehmende Elektronenemission der Kathode aufgrund einer durch den Prozess veränderten Emissivität erfordert neben der Steigerung von I_C eine Absenkung von U_D , um I_D auf den geforderten Wert begrenzen zu können, wodurch aber die Elektronenenergie zu niedrig ausfällt, um die Vorgabe für U_B zu erfüllen. Die Festlegung auf einen bestimmten Entladestrom scheint hier also nicht zielführend zu sein. Prinzipiell ist davon auszugehen, dass die unterschiedliche Magnetisierung der Elektronen eine Variation der Potentialtopologie begründet und damit die Polarverteilung des Plasmastrahls beeinflusst (siehe auch Abschnitt 6.4.2). Die erhaltene Variation des Brechwertes könnte durch diesen Effekt teilweise begründet sein, wobei allerdings keine klare Korrelation der Form $n(I_C)$ zu erkennen ist, lediglich eine Tendenz abschnittsweise (Chargen 4-7, 8-10) vorliegt. Als ein weiterer Grund für die Streuung der Brechwerte wird die Substrattemperatur vermutet, da für dieses Experiment eine definier-

te thermische Prozessführung noch nicht erarbeitet worden war.

Das Serienexperiment 70 (Abb. 117) wurde auf die Stabilisierung der Substrattemperatur ausgerichtet. Gleichzeitig wurde das Verhalten des Steuerungs-Modus U_D/I_D untersucht. In diesem Konzept werden U_D , I_C , P_H und die Gasflüsse fixiert und U_B wird zur abhängigen Größe. Die Abnahme von I_D von einigen Ampere über den Verlauf der Serie dürfte auf eine Abnahme der Emissivität der Kathode zurückzuführen sein. Gleichzeitig steigt U_B tendenziell minimal an, entsprechend einer Zunahme der Elektronenenergie im Quellbereich. Generell wird eine Zunahme der Elektronentemperatur im Auslassbereich bei geringerer Kathodenheizung beobachtet, was mit der vorliegenden Situation konsistent ist: ein niedrigerer Entladestrom bei fixierter Entladespannung und Gasflüssen wird durch eine niedrigere Kathodentemperatur hervorgerufen. Die Substrattemperatur konnte in einem Intervall von ± 4 K bezogen auf den Mittelwert über die Serie gehalten werden. Die Variation der Brechwerte fällt geringer aus als jene des im U_B/I_C -Modus durchgeführten Experiments 55.

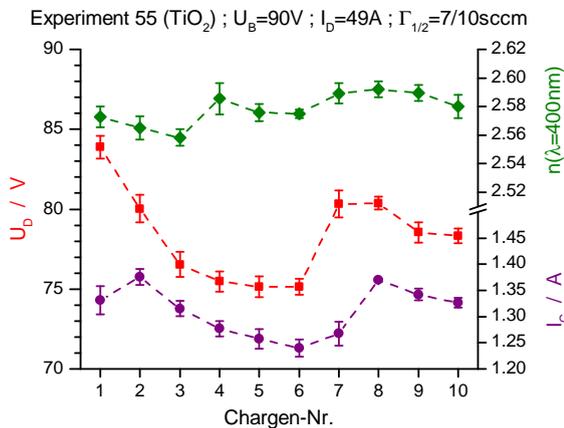


Abbildung 116: Mittelwerte des Entladestroms und des Spulenstroms in der Depositionsphase, sowie die erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 55.

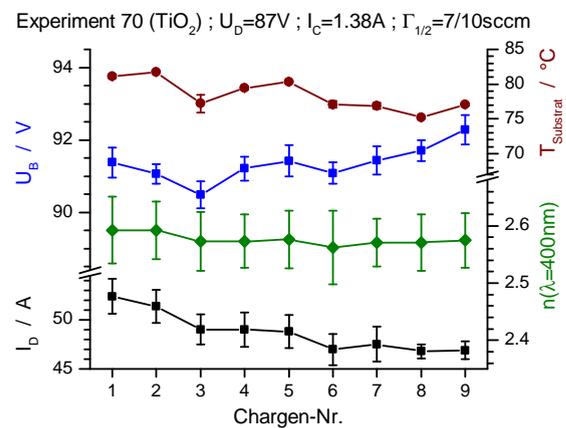


Abbildung 117: Mittelwerte von Entladespannung und -Strom und der Substrattemperatur in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 70.

Im Serienexperiment 78 (Abb. 118) wurde der Schwerpunkt auf die Stabilisierung des Entladestroms gelegt. Die Plasmaquelle wurde im U_B/I_D -Modus betrieben, sodass prinzipiell I_D und U_D angepasst würden, um die Vorgabe für U_B bei konstanten Werten für P_H und die Gasflüsse zu erreichen. In nach diesem Modus gesteuerten Prozessen kann der Entladestrom um typisch 10-20% variieren, vergleichbar im ähnlich geführten Experiment 70. Diese Schwankung des Entladestroms und damit der Entladungsleistung wirkt sich wiederum auf die Kathode aus, deren Temperatur und damit Emissivität beeinflusst wird (siehe Abschnitt 6.4.3.1). Um I_D einzustellen und die U_B -Vorgabe bei geringer Anpassung von U_D zu erreichen, wurde das Verhältnis der Gasflüsse Γ_1 und Γ_2 variiert. Unter Einhaltung der Vorgabe für den gesamten Gasfluss $\Gamma_1 + \Gamma_2$ kann die Entladungscharakteristik durch die Wirkung der Gasflüsse in den unterschiedlichen Zonen Mantel- und Stirn-Bereich der Kathode (Abschnitt 6.3) empfindlich beeinflusst werden, bei gleichzeitiger Erhaltung des gesamten Massenflusses aus der Quelle. Die Stabilisierung von I_D gelingt im Bereich ± 1 A bezogen auf den Mittelwert über die Serie ebenso wie eine weitere Reduzierung der Serienschwankung der Brechwerte. Der Serienverlauf von Γ_1/Γ_2 spiegelt dabei die Betriebsdauer

der Anode wieder (Anodenwechsel zwischen den Chargen 5 und 6). Die relative Zunahme von Γ_1 gegenüber Γ_2 entspricht dabei der Steuerung entgegen der Tendenz von I_D bei sonst unveränderten Betriebsparameter mit der Betriebsdauer der Anode zu sinken.

Das Serienexperiment 81 (Abb. 119) wurde mit dem Ziel durchgeführt, alle Spannungen und Ströme (U_D , U_B , I_D , I_C) konstant zu halten. Als Steuerparameter wurde neben dem Gasflussverhältnis Γ_1/Γ_2 (Fixierung ab Charge 2) primär die Kathodenheizleistung P_H herangezogen. Eine Veränderung der Austrittsarbeit entsprechend der sich im Prozess einstellenden Zusammensetzung der Kathodenoberfläche wird durch eine Anpassung der Temperatur mittels P_H ausgeglichen. Damit wird die Emissivität der Kathode stabilisiert und (U_D , U_B , I_D) lassen sich bei festem Magnetfeld im $\pm 2\%$ -Bereich kontrollieren. Ein Nachteil in der Verwendung von P_H als Steuerparameter ist die Trägheit des Systems. Aufgrund der indirekten Strahlungsheizung und die Wärmekapazität der Kathode liegen bisweilen Zeitintervalle > 1 min vor, bis die Zielvorgaben erfüllt sind. Die vergleichbaren Serienverläufe von $n(\lambda = 400 \text{ nm})$ und P_H lassen eine Korrelation vermuten, welche jedoch durch die gegebene Unsicherheit der Brechwerte als spekulativ bezeichnet werden muss. Plausibel wird die Annahme zur Variation der Schichtstützung mittels P_H bei Beachtung der in Abschnitt 6.4.2 beschriebenen Ergebnisse. Die Ionenenergieverteilung wird nachweislich durch die Kathodentemperatur und die damit verbundene Variation der Potentialverteilung innerhalb der Quelle verändert. Die resultierende Streuung der Brechwerte ist die niedrigste der mit konventionellen Methoden gesteuerten Beschichtungsserien.

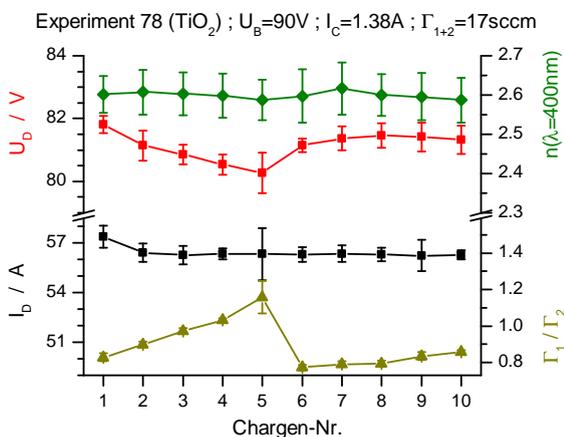


Abbildung 118: Mittelwerte von Entlade-Spannung und -Strom und des Gasflussverhältnisses in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 78. Nach Charge 5 erfolgte ein Wechsel der Anode.

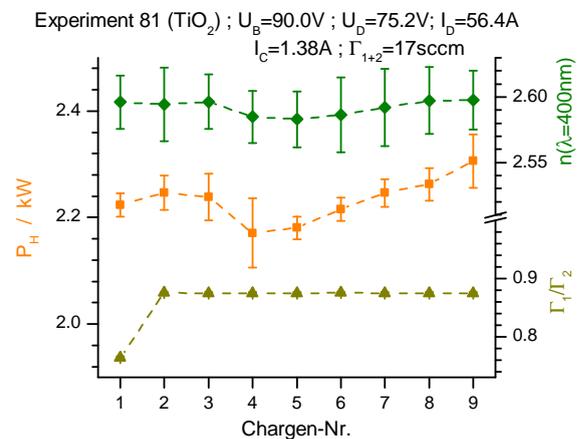


Abbildung 119: Mittelwerte der Kathoden-Heizleistung und des Gasflussverhältnisses in der Depositionsphase, sowie der erzeugten Brechwerte des Serienexperiments 81.

In Abbildung 120 sind die Ergebnisse zur Reproduzierbarkeit der vier vorgestellten Serienexperimente zusammengefasst. Die Unterschiede der Auswirkungen der Konzepte zur Prozessführung sind deutlich zu erkennen. Die Serienstreuung ist für Experiment 81 gegenüber der Serie 55 in etwa halbiert. Die Bewertung der Verfahren basiert auf der Betrachtung der Brechwerte und somit auf integralen Größen bezüglich der Depositionsbedingungen. Diese Größen lassen keine Bewertung der auftretenden Driftvorgänge während des Prozesses zu. Eine Gegenüberstellung von Schichteigenschaften und zeitlich gemittelten Prozessparametern kann daher unter Berücksichtigung der Ergebnisse der separat

durchgeführten Plasmaanalytik nur grobe Hinweise auf physikalische Zusammenhänge geben. Der Vergleich der Serienexperimente zeigt ausserdem, dass identische Brechwerte mit sehr unterschiedlichen Steuerparametern der Plasmaquelle erzeugt werden können. Dies wiederum betont die Notwendigkeit einer in-situ Bestimmung von Plasmaparametern, sofern die Interpretation der Quellenparameter nicht eindeutig ist. Diese Thematik wird in Abschnitt 6.5.6 behandelt.

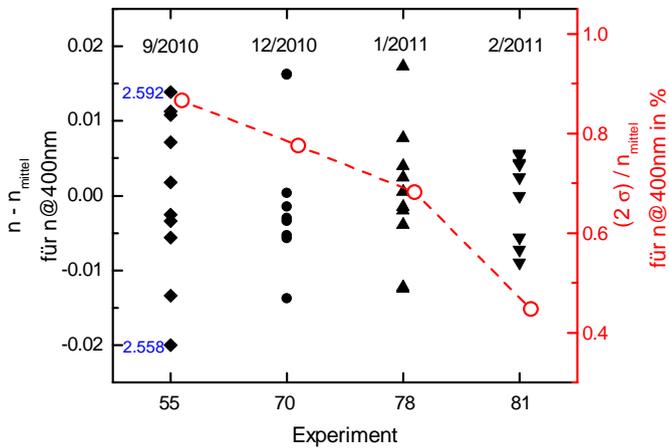


Abbildung 120: Abweichung vom jeweiligen Mittelwert, sowie die Serienstreuung der Brechwerte aus den in Abb. 116 bis Abb. 119 dargestellten Serienexperimenten.

6.5.4 Implementierung einer innovativen Regelung der Ionenstrahl-Leistung

Im Abschnitt 6.4.2 wurde auf die Uneindeutigkeit separater APS-Parameter bezüglich der sich ergebenden Ionengeschwindigkeitsverteilung (IVDF) vor den Substraten hingewiesen. Aus den erhobenen Daten wurde eine nichtlineare, mehrdimensionale Beziehung zur Abschätzung der auf die Kalotte einwirkenden Ionenstrahl-Leistung J_E abgeleitet (siehe Abb. 68). Als bestimmende Parameter werden die makroskopischen elektrischen Größen (U_B , U_D , I_D , I_C) herangezogen, wobei die beschriebene Korrelation streng genommen nur für den Argon-Fall mit den gesetzten Gasflüssen gültig ist. Zur Herstellung oxidischer Schichten ist jedoch zumeist die Zumischung von Sauerstoff erforderlich. Da die verfügbaren diagnostischen Methoden keine quantitative Bestimmung der IVDF während des Beschichtungsprozesses erlauben, dadurch eine ähnliche Untersuchung zur Skalierung von J_E nicht ermöglichend, wurde die Übertragbarkeit der für Argon gewonnen Ergebnisse geprüft. Unter Beibehaltung der Gasflüsse und des Partialdrucks des Argons resultiert die Sauerstoff-Zumischung primär in einem Anstieg der erforderlichen Entladungsspannung U_D bei festgelegten Werten für U_B und P_H . Ein ähnliches Verhalten wird beobachtet bei Reduktion der Kathodentemperatur über P_H im reinen Argon-Betrieb. Als Hauptursache wird die Emissivität der Kathode vermutet, die einerseits über die Temperatur, andererseits über die Stöchiometrie der Oberfläche (bei O_2 -Zumischung: Oxidation, Adsorption) [27,28] beeinflusst wird. Daneben wird angenommen, dass das Plasma innerhalb der APS überwiegend von den Argon-Zuflüssen gespeist wird, da positive Sauerstoffionen, die im O_2 -Zuflussbereich gebildet werden, aufgrund des elektrischen Feldes in den Rezipienten getrieben werden. Über Elektronenanlagerung entstandene negative Sauerstoffionen können hingegen die Quellregion erreichen und nach weiteren Reaktionen als positive Ionen oder Neutale zur Kathode transportiert werden. Aufgrund der hohen Ionisationsrate

wird dieser Reaktionsweg jedoch als deutlich untergeordnet vermutet. Es ist daher plausibel, anzunehmen, dass das für Argon formulierte Skalierungsgesetz zumindest tendenziell auch das Quellenverhalten bei O₂-Zumischung beschreibt.

Zur Anwendung des Skalierungsgesetzes in PIAD-Prozessen wurde der Anlagenteil zur Steuerung der APS erweitert. Neben der Berechnung der Ionenstrahl-Leistung des Argon-Äquivalents der APS-Parameter wurde der U_B/I_D -Modus verwendet, um mit automatisierter Vorgabe von U_B , den Sollwert für J_E einzuregeln. Die Fokussierung auf einen festen Wert für die Bias-Spannung U_B wird demnach mit der J_E -Regelung aufgegeben. Magnetfeld (I_C) und Heizung der Kathode (P_H) wurden jeweils konstant gesetzt. Im folgenden werden Experimente zu TiO₂ und Al₂O₃ vorgestellt.

Das Serienexperiment 128 diente zur Prüfung der technischen Umsetzbarkeit der J_E -Regelung und der resultierenden Reproduzierbarkeit für TiO₂. Es wurde ein J_E -Wert gewählt, der weitgehend den bisher untersuchten APS-Konfigurationen mit $U_B = 90\text{ V}$ entspricht. Das Verhalten der APS-Parameter zeigt sich aufgrund der Nichtlinearität der J_E -Regelung zunächst unterschiedlich zu den konventionellen Betriebsmodi. Die über die Depositionsphase gemittelten Werte für das Experiment 128 zeigt Abb. 121. Für die Chargen 1-6, die mit demselben Anodenrohr betrieben wurden, ist ein Anstieg von U_B , U_D und I_D zu beobachten. Nach dem Wechsel des Anodenrohrs liegen für Charge 7 zu den vorherigen deutlich verschiedene APS-Parameter vor, der Brechwert zeigt hingegen keine markante Abweichung innerhalb der Serie. Das Maß der erzielten Reproduzierbarkeit dieser Beschichtungsserie verdeutlicht Abbildung 122 im Vergleich zu den Resultaten der konventionellen Steuerungskonzepte (siehe Abschnitt 6.5.3). Die Streuung der Brechwerte konnte mit dem neuen Ansatz also nahezu halbiert werden. Die gute Wiederholbarkeit der Plasmastützung bei gleichzeitig ungewöhnlicher Driften der APS-Parameter aufgrund der Regeleinriffe ist ein starkes Indiz für die Gültigkeit einer nichtlinearen Korrelation der APS-Parameter, die mit dem Skalierungsgesetz aus den Untersuchungen im Argon-Betrieb nachempfunden wird.

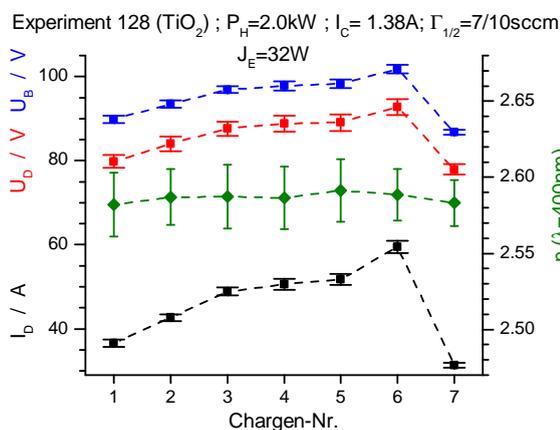


Abbildung 121: Über die Depositionsphase gemittelte APS-Parameter und resultierende Brechwerte des Serienexperiments 128 nach J_E -Regelung.

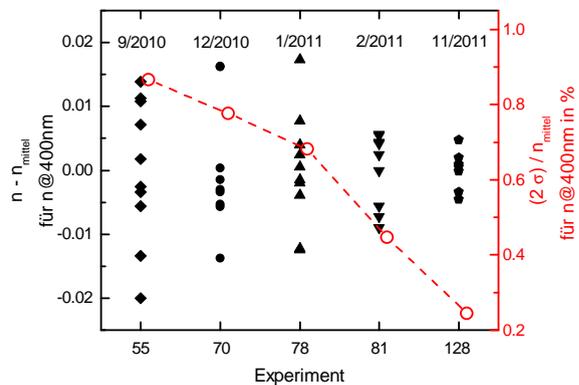


Abbildung 122: Erreichte Reproduzierbarkeit der Beschichtungsserien nach konventioneller Steuerung (siehe Abschnitt 6.5.3) und J_E -Regelung.

Die Wahl der Ionenstrahl-Leistung als Regelgröße basiert auf der Annahme, dass J_E ein Maß der Plasmastützung darstellt, da dieses Ionenenergie und Teilchenfluss kombiniert.

Die bisher verwendete Maßzahl U_B ist zwar ein grober Richtwert für die Energie der Strahlkomponente (siehe Abschnitt 6.4.2), gleichzeitig aber unabhängig von der Dichte und Flussdichte der Ionen. Das vergleichbare Resultat der Schichtstützung bei Variation von J_E und U_B ist begründet durch die Größenordnung der Gasflüsse und insbesondere durch den hohen Ionisierungsgrad. Um das über U_B vertraute Bild der Schichtstützung auf der Skala der Ionenstrahl-Leistung nachzuvollziehen, wurde eine Beschichtungsserie zur J_E -Variation durchgeführt. Die Ergebnisse zu Brechwert und Schichtspannung sind in den Abbildungen 123 und 124 dargestellt. Der Maximalwert des Brechwerts wird im Bereich einer Plasmastützung erreicht, welcher einen Übergang von Zug- zu Druckspannung der Schicht erreicht, wie es für TiO_2 erwartet wird. Dieses Verhalten reflektiert die Wirkung eines Teilchenstrahls, charakterisiert durch Teilchenenergie und -Flussdichte, der in geringer Ausprägung zu einem porösen Wachstum führt. Mit steigender Stützwirkung nimmt die Verdichtung durch Energie- und Impulseintrag zu, bis die Dichte der Schicht aufgrund der Erzeugung von Fehlstellen durch den Teilchenbeschuss wiederum abnimmt. Dieser Zusammenhang wird unter anderem in [10, 43] diskutiert. Um evtl. von der Regelung nicht korrigierte Driften der Anlage oder Verschiebungen des Arbeitspunktes zu untersuchen, wurden die J_E -Werte in der in den Abbildungen angegebenen Reihenfolge eingestellt, jeder Punkt in zwei Anodenzuständen, sowie für die Stützwirkung minimaler Schichtspannung ein Wechsel der Kathode vorgenommen. Die erhaltenen Daten ergeben für $n(J_E)$ einen glatten Verlauf und die mit unterschiedlichem Anodenzustand erzeugten Brechwerte stimmen im Rahmen der Unsicherheit überein. Ebenso konnten die Brechwerte nach Wechsel der Kathode reproduziert werden.

Als besonderes Kennzeichen des J_E -Konzepts kann die Übertragbarkeit festgestellt werden, welche durch die Anwendung der Regelung in einer Anlage des IOF nachgewiesen werden konnte. Die an unterschiedlichen PIAD-Anlagen realisierten Verläufe $n(J_E)$ stimmen offensichtlich überein (siehe Abb. 123). Der Verlauf der Schichtspannung $\sigma(J_E)$ zeichnet ebenfalls eine glatte Kurve. Der Versuch, eine spannungsfreie Schicht reproduzierbar herzustellen, unter anderem nach Kathodenwechsel, ist mit der J_E -Regelung annähernd gelungen. Zwar ist die Differenz der Werte grösser als die Unsicherheit der Messmethode, jedoch liegen die Spannungswerte deutlich zwischen den angedeuteten Plateaus für Zug- und Druckspannung. Hier werden die Grenzen des Regelungsansatzes aufgezeigt.

Die Funktionsweise der J_E -Regelung kann durch Betrachtung des Driftverhaltens der APS-Parameter während der Deposition gedeutet werden. Als Nebenbedingung für das Experiment muss erwähnt werden, dass das Magnetfeld für das gesamte J_E -Intervall derart für jeden Arbeitspunkt gewählt wurde, dass eine mit der Plasmastützung kontinuierlich steigende Entladungsleistung P_D einhergeht. Je niedriger das Niveau von P_D , desto stärker muss diese angepasst werden, wie die Abbildungen 125 und 126 zeigen. Hinter der Variation von U_B steht ursprünglich die Anpassung der Entladungsspannung U_D . Eine niedrigere P_D und damit ein geringerer Beitrag des Plasmas zur Heizung der Kathode (siehe Abschnitt 6.4.3.1) führt zu einer stärkeren Änderung der Emissivität der Kathode durch Sauerstoff-Einwirkung. Die Einregelung des gewünschten Wertes für J_E geschieht letztlich durch eine Anhebung der Kathodenheizung. Bis auf wenige Abweichungen wird dieses Erklärungsmodell von den Ergebnissen (Abb. 126) gestützt. Bei hohen Entladungsleistungen, hier entsprechend hoher Plasmastützung, verlaufen die APS-Parameter in der Beschichtungsphase nahezu driftfrei.

Als weiteres Material wurde Al_2O_3 mittels der J_E -Regelung abgeschieden. Analog zum

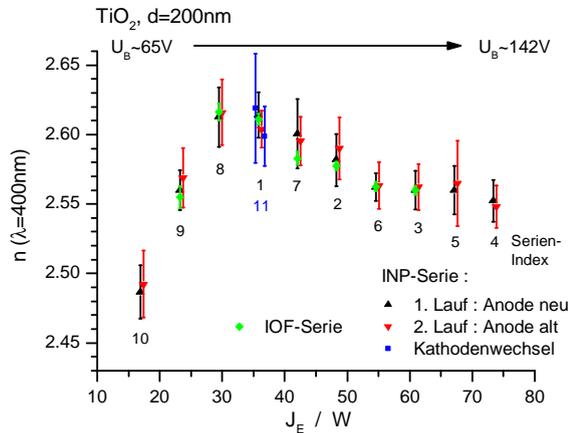


Abbildung 123: Brechwerte TiO_2 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung. Ergebnisse eines analogen Versuchs des IOF zeigen die Übertragbarkeit der J_E -Regelung.

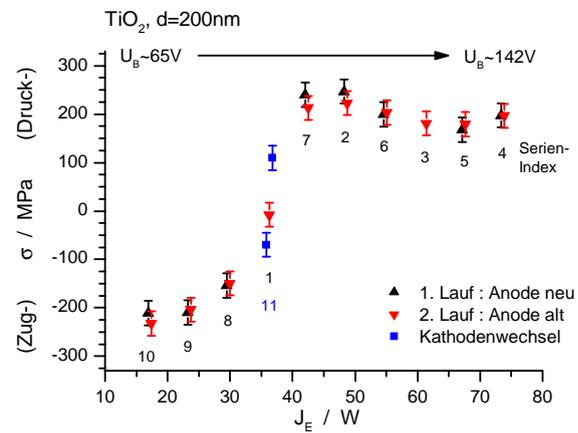


Abbildung 124: Schichtspannung TiO_2 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung (siehe auch Abb. 123). Es fehlen Chargen aufgrund Beschädigung einiger Si-Wafer.

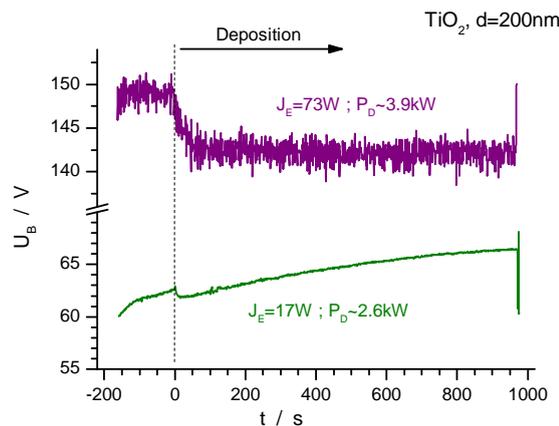


Abbildung 125: Zeitlicher Verlauf der Bias-Spannung in der Beschichtungsphase für niedrige und hohe Plasmastützung aus Serienexperiment zur J_E -Variation (siehe auch Abb. 123).

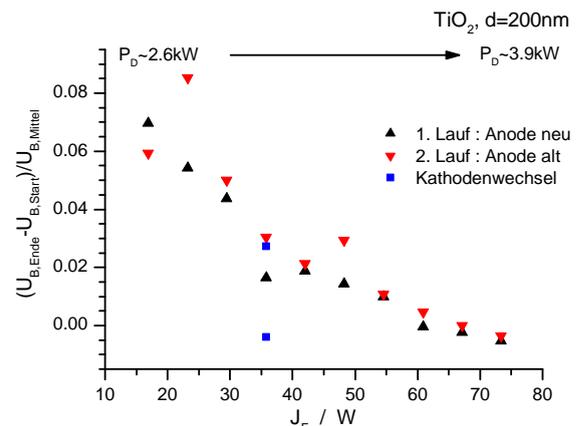


Abbildung 126: Anpassung der Bias-Spannung in Abhängigkeit der Plasmastützung aus Serienexperiment zur J_E -Variation (siehe auch Abb. 123).

zuvor beschriebenen Experiment zu TiO_2 sollte eine J_E -Variation Hinweise auf die Konsistenz der Regelung im Sinne der Plasmastützung geben. Die Abbildungen 127 und 128 zeigen Brechwert und Schichtspannung. In dem weniger umfangreich angelegten Experiment wurde die Reproduzierbarkeit nur für einen J_E -Wert durchgeführt. Hier wurde die Stützung jedoch zu hoch gewählt, sodass der Bereich geringer Schichtspannung verfehlt wurde. Davon abgesehen beträgt die Streuung der Brechwerte 0.5% und bestätigt damit auch für Al_2O_3 die prinzipielle Eignung der J_E -Regelung. Die Reproduzierbarkeit ist auf einem hohen Niveau, ähnlich der für TiO_2 beobachteten.

Neben zahlreichen Experimenten zur Untersuchung des J_E -Konzepts, u.a. der im vorherigen beschriebenen Beschichtungsserien, wurde vom Partner IOF eine Vergleichsstudie zur Reproduzierbarkeit der konventionellen gegenüber der Regelung der Ionenstrahlleistung durchgeführt. Für eine präzise Beschreibung der Studie wird auf den IOF-Bericht verwiesen. Eines der wesentlichen Ergebnisse für TiO_2 ist, dass sowohl bei der mittleren,

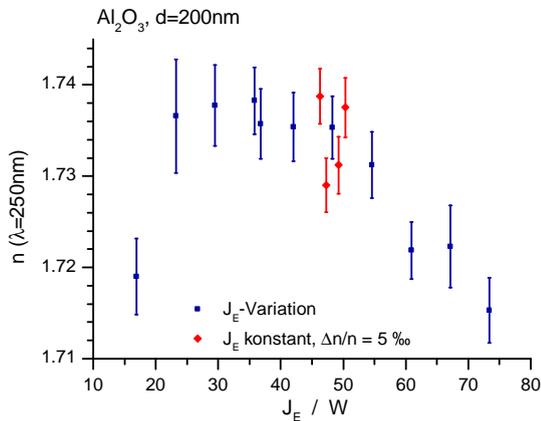


Abbildung 127: Brechwerte Al_2O_3 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung.

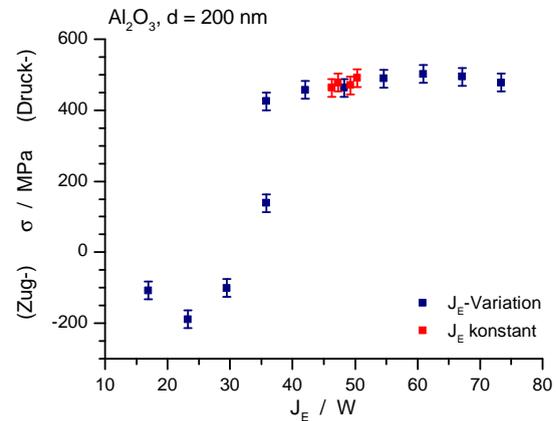


Abbildung 128: Schichtspannung Al_2O_3 aus Serienexperiment zur Variation der Plasmastützung (siehe auch Abb. 127).

wie der äusseren Kalottenposition, die J_E -Regelung eine erhöhte Reproduzierbarkeit bezogen auf Brechwert (Abb. 129) und Schichtdicke (Abb. 130) erzielt. Für den Brechungsindex liegt diese Optimierung bei einem Faktor 0.5 in der Reduktion der Serienstreuung im Vergleich zur U_B/I_D -Steuerung. Damit konnte gezeigt werden, dass die vorgeschlagene J_E -Regelung ein deutliches Potential zur Optimierung von PIAD-Prozessen bietet.

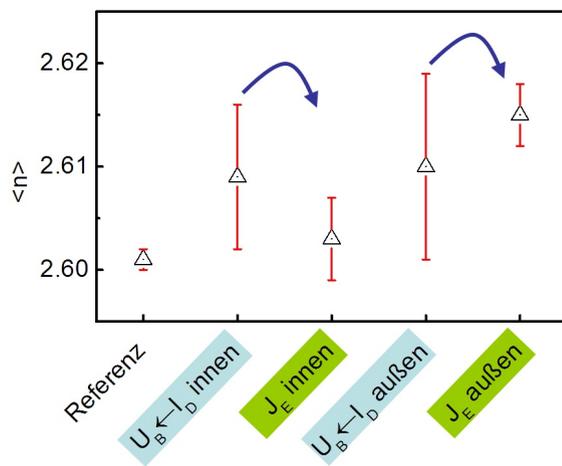


Abbildung 129: Reproduzierbarkeit des Brechwerts TiO_2 aus Serienexperiment zum Vergleich der U_B/I_D -Steuerung mit der J_E -Regelung (Daten: IOF).

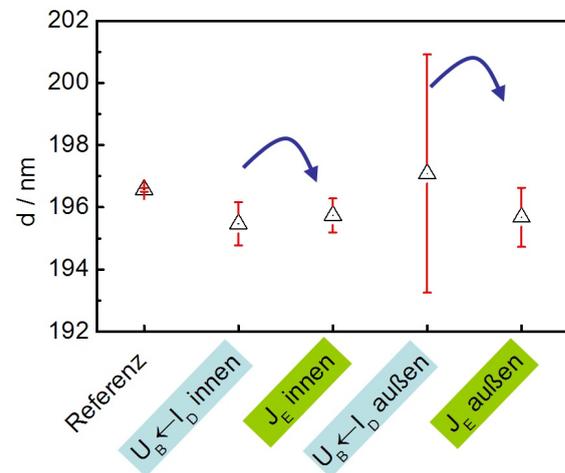


Abbildung 130: Reproduzierbarkeit der Schichtdicke TiO_2 aus Serienexperiment zum Vergleich der U_B/I_D -Steuerung mit der J_E -Regelung (Daten: IOF).

6.5.5 Monitor-Diagnostik

Dieser Abschnitt widmet sich der Darstellung der Ergebnisse aus dem Betrieb von Diagnostikverfahren während des eigentlichen PIAD-Prozesses. Im Mittelpunkt stehen Methoden, die sich für den regelmässigen Einsatz im Produktionsprozess eignen. Entsprechend sollen die Möglichkeiten zur Prozessmonitorierung und -Optimierung geprüft werden.

Die betrachteten Verfahren sind die Massenspektrometrie, die aktive Plasmaresonanz-Spektroskopie, sowie die optische Emissionsspektroskopie.

6.5.5.1 Massenspektrometrie

Funktionsweise und Aufbau des Massenspektrometers sind in Abschnitt 6.2.5 erläutert. Nach Optimierung der Auflösung und Zuordnung der Signalkomponenten (siehe Abbildung 25) wurde die Massenspektrometrie routinemäßig in den Beschichtungsexperimenten eingesetzt. Durch die periphere Anbindung des Spektrometers an den Rezipienten, können nur stabile Gasmoleküle aus dem Prozess nachgewiesen werden, da Radikale oder kurzlebige Moleküle nicht bis zur Diagnostik gelangen können. Die im Spektrum erkennbaren Radikale sind Resultat von Ionisation und Dissoziation durch den Elektronenstrahl innerhalb der Apparatur. Abbildung 131 zeigt typische Zeitverläufe der Detektor-Signale der Bestandteile des Prozessgases während der Depositionsphase. Um alle Komponenten in einer Darstellung zu erfassen, wird die logarithmische Skalierung verwendet, welche wiederum Details weniger deutlich erkennen lässt. Die Gase Argon und Sauerstoff werden dem System in definierten Teilchenflüssen zugeführt und erscheinen daher konstant im Massenspektrum. Spurengase, wie Wasser, Stickstoff oder Kohlendioxid, zeigen einen zeitlich abnehmenden Trend. Komponenten der Anlage oder das zu verdampfende Beschichtungsgut enthalten diese Gase und geben diese unter den Prozessbedingungen (Vakuum, Temperatur, Plasmaeinwirkung) an die Umgebung ab. Anhand der Daten ist ersichtlich, dass die Verunreinigung der Prozessatmosphäre zeitlich abnimmt, der Anlagenzustand also zunehmend verbessert wird.

Um PIAD-Prozesse untereinander vergleichen und den Einfluss einzelner Gase auf die Schichteigenschaften einschätzen zu können, ist offensichtlich eine reproduzierbare Messung erforderlich. In Abbildung 132 sind die Messergebnisse zu Argon für die bereits in Abschnitt 6.5.4 vorgestellten PIAD-Prozesse mit identischer Plasmastützung aufgeführt. Die Werte decken ein Bereich von ca. $\pm 25\%$ bezogen auf den Mittelwert ab. Aufgrund der vorgegebenen Gasflüsse und des vorliegenden Drucks wird von einem identischen Argongehalt im Rezipienten ausgegangen. Die Messwerte spiegeln die Konditionierung des Massenspektrometers wieder, etwa der erreichte Druck der Messkammer oder der Zustand der Elektronenquelle. Eine reproduzierbare Absolutmessung einer Gaskomponente ist mit dem vorliegenden System innerhalb der genannten Unsicherheit nicht möglich. Daraus folgt, dass eine Interpretation der Messdaten von Spurengasen, wie z.B. Wasser, kaum möglich ist: die Daten sind ein Resultat der Zustände der Anlage bzw. des Prozesses und des Massenspektrometers. Eine Bewertung der Daten aus Abbildung 133 würde, die genannte Problematik vernachlässigend, ergeben, dass etwa der Wassergehalt der Charge 1b zwischen jener der Chargen 1a einerseits und 11a und 11b andererseits liege. Das Argon-Signal als Referenz für eine relative Auswertung der Massenspektren zu verwenden, erscheint wegen der Prozessführung konstanten Argon Partialdrucks angebracht. Die Signale aus den Abbildungen 132 und 133 werden in Abb. 134 zusammengeführt und somit ein auf Argon bezogener Wassergehalt angezeigt. Alle derart erstellten Zeitverläufe zeigen eine Abnahme, welche sich im Verlauf der Deposition zumindest in zwei Phasen einteilen lässt – ein stärkerer Abfall zu Beginn, gefolgt von einer langsameren Abnahme. Der Wassergehalt erscheint für die Chargen 1b, 11a und 11b vergleichbar, wohingegen Charge 1a darunter liegt. Eine entsprechende Gruppierung etwa des Brechwertes lässt sich hingegen nicht feststellen. Unter Berücksichtigung der Unsicherheit der Einzelmessung bestehen

Zweifel, ob Abweichungen im Bereich von $\pm 50\%$ zwischen verschiedenen durch Verhältnissbildung entstandenen Signalen als signifikant zu betrachten sind. In den zahlreichen Beschichtungsserien konnte keine Relation zwischen den Daten der Massenspektrometrie und den Schichteigenschaften beobachtet beziehungsweise hergestellt werden.

Der Nutzen der Massenspektrometrie stellt sich insbesondere in der Registrierung von Effekten, die beim Betrieb über längere Zeiträume oder unter Verwendung reaktiver Spezies auftreten, dar. Der durch verschiedene Oberflächenstrukturen bedingte zeitliche Verlauf des auf Argon bezogenen Wassergehalts und die Anreicherung von Fluor in der Anlage wurden in Abschnitt 6.5.2 (siehe Abb. 110 und 111) diskutiert. Hier liegen Messwerte zugrunde, die sich, entsprechende Zeiträume betrachtend, um einen Faktor 2-10 voneinander unterscheiden. Der Schwerpunkt der Anwendung liegt damit einerseits in der eigentlichen Detektion von Spurengasen und der Beschreibung von großskaligen Effekten. Eine kleinskalige Charakterisierung des PIAD-Prozesses, ähnlich der Zeitverläufe der APS-Parameter, ist jedoch nicht möglich. Als positiver Aspekt ist hingegen der technisch einwandfreie Betrieb an der Beschichtungsanlage zu nennen, die die prinzipielle Eignung der Massenspektrometrie für den Produktionsprozess aufzeigt.

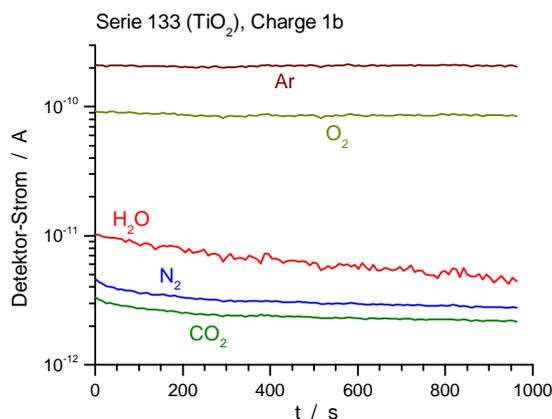


Abbildung 131: Zeitverläufe des Detektor-Signals für atomare und molekulare Gase in der Depositionsphase eines repräsentativen PIAD-Prozesses.

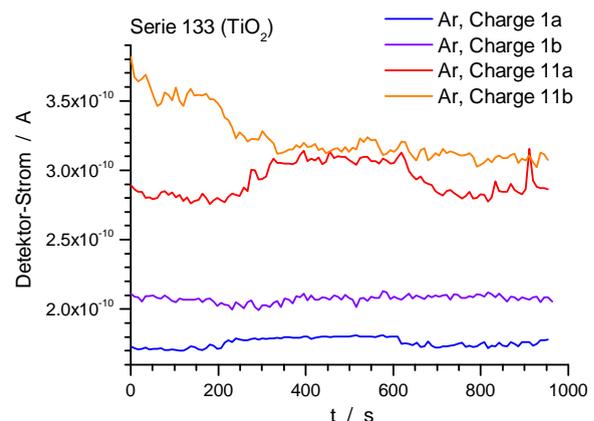


Abbildung 132: Zeitverläufe des Detektor-Signals für Argon in der Depositionsphase aus PIAD-Prozessen mit nominell identischen Gasflüssen.

6.5.5.2 Elektronendichtebestimmung mittels Langmuir-Sonde und Multipolresonanz-Sonde

Das vom Partner RUB verfolgte Projektziel der Realisierung und Charakterisierung von Prototypen der MRP wurde seitens des INP im Rahmen des Arbeitspakets PLA2.3 unterstützt. Es wurden Experiment-Kampagnen durchgeführt (siehe Abschnitt 4), um die Eignung der MRP für die Untersuchung von Plasmen der PIAD zu prüfen. Als Referenz für die Bestimmung der Elektronendichte diente die etablierte Methode der Langmuir-Sonde (LS). Im Vordergrund dieses Abschnitts soll der Betrieb dieser Diagnostikverfahren als Monitor der Elektronendichte stehen. Eine als technische Voraussetzung für den Dauerbetrieb der MRP erkannte Massnahme stellt die Wasserkühlung der stationären MRP dar. Der Einsatz der MRP neben der Langmuir-Sonde zur räumlichen Abtastung des Plasmas ist aufgrund der thermischen Belastung im PIAD-Prozess zeitlich nur einge-

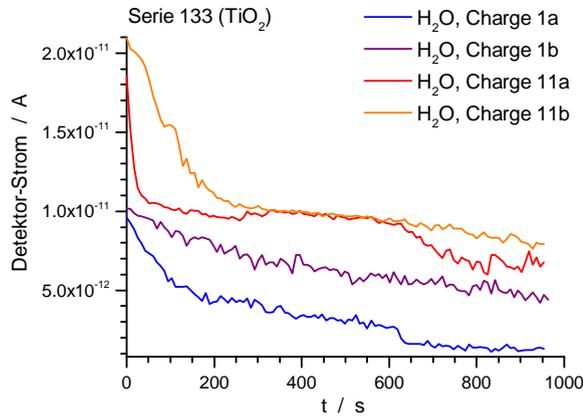


Abbildung 133: Zeitverläufe des Detektor-Signals für Wasser in der Depositionsphase aus PIAD-Prozessen mit identischer Plasmastützung (siehe auch Abschnitt 6.5.4).

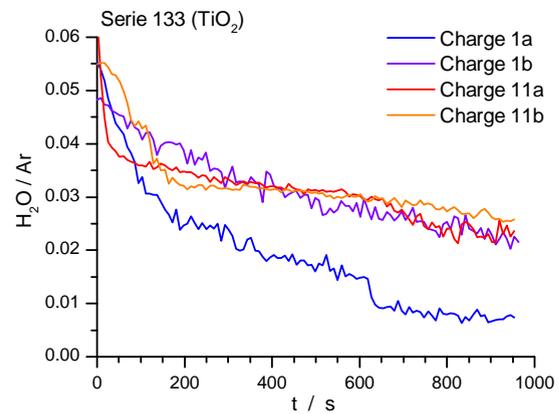


Abbildung 134: Zeitverläufe des relativen Wassergehalts des Prozessgases aus PIAD-Prozessen mit identischer Plasmastützung (siehe auch Abschnitt 6.5.4).

schränkt möglich. Zu Aspekten des Aufbaus der MRP und der physikalischen Grundlagen des Konzepts wird auf den Bericht des Partners RUB verwiesen. Entsprechende Hinweise bieten daneben u.a. die Publikationen [44, J5].

Mit der Installation der MRP auf der Dampfblende mit rückseitig angeschlossener Wasserkühlung konnte erstmalig eine prozesskompatible Konfiguration erstellt werden. In dieser Anordnung wurden vollständige PIAD-Prozesse in-situ diagnostiziert. Abbildung 135 zeigt die mittels MRP und LS erhaltenen Werte der Elektronendichte in der Nähe der Substrate in einem repräsentativen TiO_2 -Prozess. Die MRP liefert tendenziell höhere Werte als die LS, wobei der zwischen den Methoden registrierte Faktor von der Zusammensetzung des Plasmas abhängt. Letztgenannter Umstand wird der Wechselwirkung der LS-Sondenspitze mit Sauerstoff beinhaltenden Plasmen zugeschrieben. Ebenso wird die Strom-Spannungs-Kennlinie der LS von Elektronen und Ionen gebildet, wohingegen die Funktionsweise der MRP ausschliesslich auf der Wechselwirkung mit Elektronen basiert. Die Streuung der Werte der LS (ca. $\pm 10\%$) sind eine Folge der Freiheitsgrade in der Bestimmung und Interpretation der Elektronen-Energieverteilung (siehe z.B. Abschnitt 6.4.1). Unterbrechungen der Zeitreihe sind den verfügbaren Betriebsmodi der LS geschuldet und entsprechen keiner Einschränkung des Konzepts an sich. Beide Diagnostikverfahren zeigen global einen vergleichbaren Zeitverlauf. Die LS kann keine Details innerhalb der genannten Messgenauigkeit auflösen. Ein markantes Beispiel ist der Dichtesprung bei $t = 0$, welcher durch die Öffnung der Verdampferblende und die damit verbundene Anpassung des Drucks und der APS-Parameter verursacht wird. Insgesamt liefert die MRP ein filigranes Bild des Zeitverlaufs $n_e(t)$, welches mit der LS nicht erkennbar ist. Beide Verfahren beruhen auf vereinfachenden Modellen zur Interpretation der eigentlichen Messdaten, um die Elektronendichte zu bestimmen, sodass eine Bewertung der Korrektheit des Absolutwertes nicht ohne Weiteres vorzunehmen ist. Für den Einsatz als Monitor ist hingegen die Relative Genauigkeit und die Geschwindigkeit bedeutsam.

In Abbildung 136 werden die Daten der MPR APS-Parametern gegenübergestellt. Bisweilen treten während des PIAD-Prozesses Fluktuationen auf, die im zeitlichen Verlauf der Entladungparameter, hier für U_D und I_D , $t > 500$ s, dargestellt, erkennbar sind. Aus

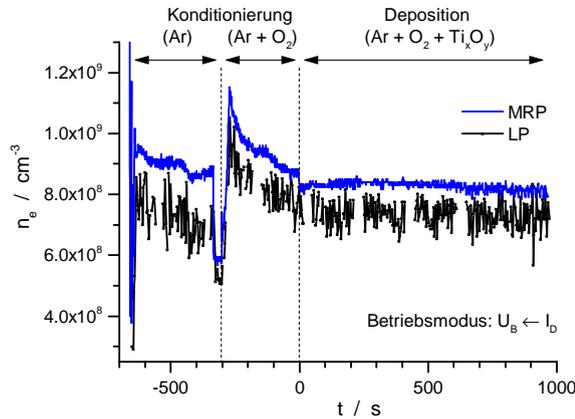


Abbildung 135: Messreihen zur Elektronendichte in der Substratebene mittels Langmuir- und Multipolresonanz-Sonde während eines PIAD-Prozesses.

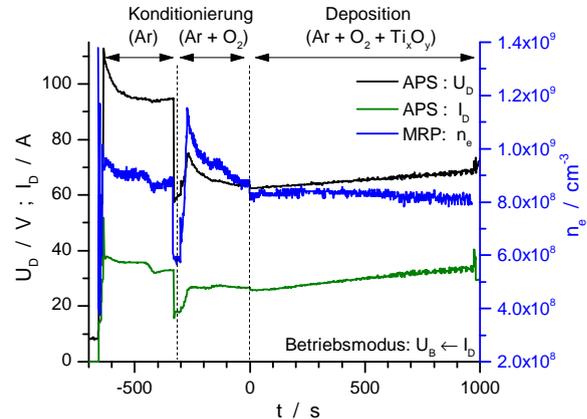


Abbildung 136: Daten der Multipolresonanz-Sonde zur Elektronendichte neben den APS-Parametern Entladungsspannung und -Strom.

der in diesem Zeitintervall zunehmenden Streuung der MRP-Daten wird ersichtlich, dass diese Fluktuationen von der Diagnostik aufgelöst werden können, die relative Messgenauigkeit also im Bereich $\pm 1\%$ oder darunter liegt. Damit ist die MRP der klassischen LS deutlich überlegen. Basierend auf Auflösungsvermögen und einer Wiederholrate von $f_{MRP} > 1 \text{ Hz}$ (techn. Stand zur Projektlaufzeit) ist die MRP für den Monitor-Betrieb von Depositionsprozessen dielektrischer Schichten uneingeschränkt geeignet.

Die Präzision der MRP bietet weiterhin die Option, mittels mehrerer Sonden eine räumliche Dichteverteilung aufzuzeichnen. Abbildung 137 zeigt wiederum den Vergleich zwischen MRP und LS für ein Radialprofil in der Nähe der Substrate, aufgenommen mit jeweils einer mittels Manipulator positionierten Sonde. Die Unsicherheit der LS erlaubt lediglich die Darstellung eines groben Trends, bietet jedoch nicht die glatte Profilform der MRP-Daten. Die Monitorierung eines derartigen Profils mit lediglich zwei oder drei Stützstellen setzte diese hohe Messgenauigkeit voraus. Untersuchungen zur Plasmaverteilung ergaben stets monotone, physikalisch konsistente Profile für die MRP. Aus einer Reihe von Radialprofilen (Abb. 138) lässt sich problemlos eine zweidimensionale Verteilung der Elektronendichte rekonstruieren (Abb. 139). Damit bietet sich die MRP an, mittels eines Sonden-Arrays eine Analyse und daraus abgeleitete Regelung der Polarverteilung des Plasmas durchzuführen.

6.5.5.3 Optische Emissionsspektroskopie

Die technische Ausstattung zur Aufzeichnung der Strahldichte ist in Abschnitt 6.2.4 beschrieben. Mittels Variation der Sichtgeometrie und Rekonstruktionsalgorithmen lässt sich die lokale Emission im Expansionsbereich vor der Plasmaquelle bestimmen. Diese Ergebnisse werden in Abschnitt 6.4.3.2 vorgestellt. Zur Monitorierung des Plasmazustands wird ein vereinfachtes Konzept mit fixierter Sichtgeometrie und gegen Beschichtung geschützter Optik angewandt. Die Inhomogenität der Emissionsverteilung lässt die Wahl der Sichtgeometrie auf die der Quelle nächste Position ($z = 1 \text{ cm}$, Stossparameter $y = 0$) fallen. Der Nachteil der linienintegrierten Messung wird dadurch relativiert, dass hier die räumliche Ausdehnung der Emission auf den Durchmesser des Anodenrohrs beschränkt ist.

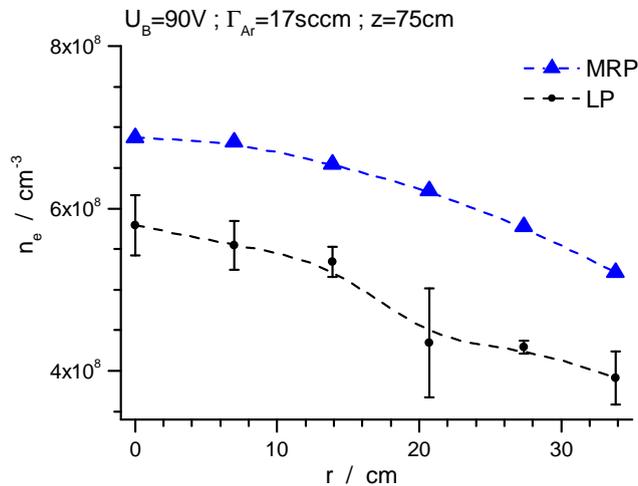


Abbildung 137: Radialprofil der Elektronendichte in Kalottennähe bestimmt mit Langmuir-Sonde und Multipolresonanz-Sonde in einem Argon-Plasma.

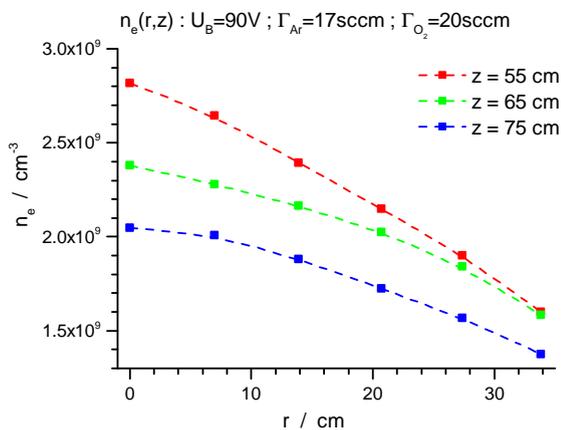


Abbildung 138: Radialprofile der Elektronendichte in verschiedenen Horizontalebene bestimmt mit der Multipolresonanz-Sonde in einem Argon/Sauerstoff-Plasma.

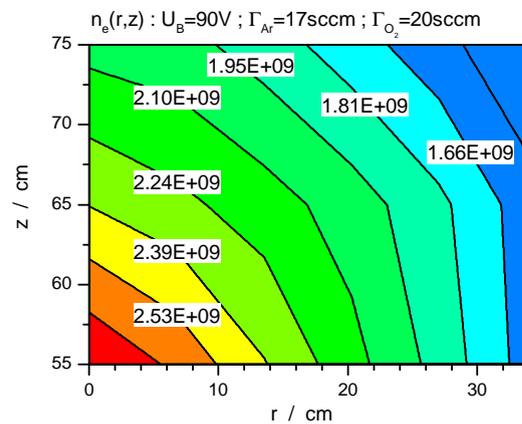


Abbildung 139: Daten aus 138 in zweidimensionaler Darstellung.

Die ermittelten Strahldichtedaten liefern somit eine Zustandsbeschreibung des Plasmas unmittelbar am Auslass der Quelle, dem der Quellregion nächsten während des Betriebs mit diagnostischen Methoden zugänglichen Punkt.

Mit der Aufzeichnung des optischen Spektrums kann eine Vielzahl von Spektrallinien separat in der zeitlichen Entwicklung betrachtet werden. Exemplarisch sind in Abbildung 140 Emissionslinien des Argons, des Argon-Ions und des Sauerstoffradikals gezeigt. Die Emission des neutralen und einfach geladenen Argons erscheint in der verwendeten Skalierung weitgehend konstant in der jeweiligen Prozessphase. Unterschiede zwischen diesen Phasen basieren weniger auf einer Variation der Grundzustandsdichte des Argons, sondern eher auf einer Veränderung der Elektronendichte und-Energie. Bei den vorliegenden Teilchendichten dominiert die Elektronenstossanregung, an welche sich spontane Emission der angeregten Zustände anschließt. Bemerkenswert ist die Detektion der Sauerstoff-Emission in der ersten Konditionierungsphase ohne Sauerstoff-Zugabe. Rückstände an Sauerstoff oder Wasser in der Anlage werden in dieser Phase von den Wänden desorbiert, u.a. durch die steigende Wandtemperatur oder durch Plasma-Wand-Wechselwirkung. Nach der ver-

einfachenden Annahme, dass die Plasmaparameter zwischen den Prozess-Phasen nicht deutlich verschieden sind, kann abgeschätzt werden, dass die Dichte des Sauerstoffradikals im Plasma in der ersten Phase etwa einen Faktor 10^2 - 10^3 unterhalb derjenigen in Phase zwei und drei liegt. Offenbar ist ein sauerstofffreier Betrieb nach den gegebenen Umständen der aufeinander folgenden PIAD-Prozesse nicht möglich.

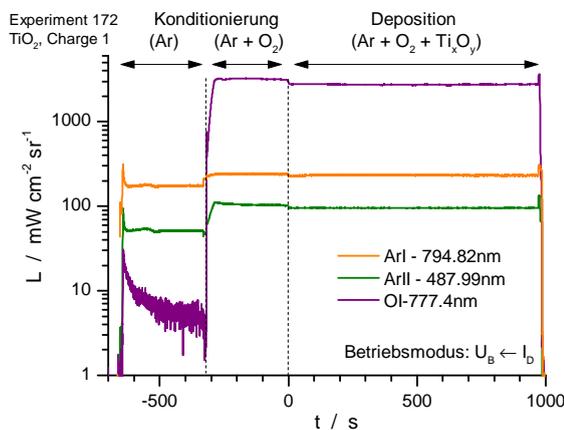


Abbildung 140: Strahldichte am APS-Auslass für Argon- und Sauerstoff-Spezies in einem TiO_2 -Prozess.

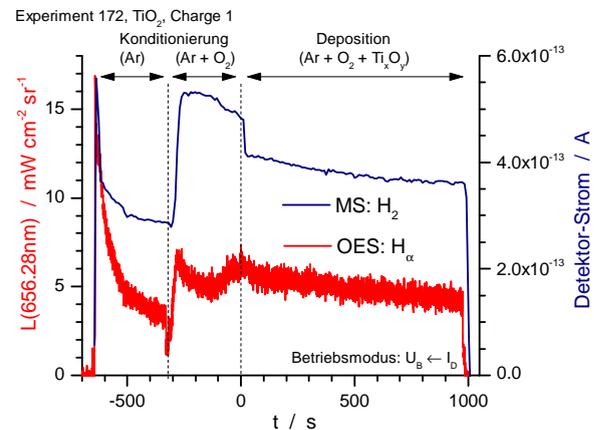


Abbildung 141: Vergleich zwischen den Ergebnissen der Massenspektrometrie und Emissionsspektroskopie zu Wasserstoff in einem TiO_2 -Prozess.

Die Emissionsspektroskopie stellt eine einfache Methode zum Nachweis von Verunreinigungen dar. Abbildung 141 zeigt die Wasserstoff-Linienemission im Vergleich zur Massenspektrometrie. Die explizite Form der Zeitverläufe basiert auf den unterschiedlichen Nachweismethoden. Während die Massenspektrometrie ein Maß für die Wasserstoffdichte im Restgas liefert, ist die optische Emission eine Größe, die sich abhängig von Wasserstoffdichte und Elektronenparametern am Ort der Messung ergibt. Liegen nahezu konstante Plasmaparameter vor, sollten sich ähnliche Zeitverläufe ergeben. Dies ist im gegebenen Beispiel in der Depositionsphase, welche durch eine leichte Abnahme des Wasserstoffgehalts des Prozessgases gekennzeichnet ist, der Fall. Das Beispiel zeigt ebenfalls, dass mittels Strahldichte-Monitorierung eine Überwachung betreffend Verunreinigungen durchgeführt werden kann. Hierzu würde der Prozess in einer bestimmten Konfiguration, insbesondere der Plasmaquelle, betrieben und das spektroskopische Signal mit den Werten vorheriger Prozesse verglichen. Ebenso kann für die Strahldichte-Monitorierung durch die aktive Zugabe von Gasen eine Kalibrierung vorgenommen werden, wobei deren Genauigkeit wiederum durch die Präzision der Regelung der Plasmaparameter begrenzt ist.

Die eben bemerkte präzise Regelung von Plasmaparametern ist das Hauptinteresse der Strahldichte-Monitorierung am Auslass der Quelle. Liegen für die strahlenden angeregten Zustände Anregungsquerschnitte vor, die eine starke Abhängigkeit bezüglich der Elektronenparameter aufweisen, können letztere über die gemessene Strahldichte abgeschätzt werden. Idealerweise werden Zustände im Verhältnis betrachtet, deren Anregungsenergie stark unterschiedlich und deren Grundzustandsdichten identisch sind, d.h. zwei Zustände derselben Spezies. Durch die Betrachtung eines Linienverhältnisses ist dann der Messwert nur eine Funktion der Elektronenenergie. Als weiteres Kriterium zur Auswahl der betrach-

teten Emissionslinien ist das Vorliegen eines ausreichenden Signal/Rausch-Verhältnisses, um auch geringe Variationen der Plasmaparameter nachweisen zu können. Soll auf Zuzumischung weiterer Gase verzichtet werden, müssen signifikante Linienverhältnisse im vorliegenden Spektrum identifiziert werden. Eine plausible Variante ist das Verhältnis aus dem neutralen und ionischen Spektrum: $\mathcal{R}' = L(\text{ArI}-794.82 \text{ nm})/L(\text{ArII}-487.99 \text{ nm})$, wie sich aus den Untersuchungen ergeben hat. Abbildung 142 zeigt den zeitlichen Verlauf dieses Strahldichte-Verhältnisses für zwei Depositionsprozesse, die nach dem gegenwärtigen Kenntnisstand dieselbe Plasmastützung aufweisen. Aus den spektroskopischen Daten wird ersichtlich, dass der Plasmazustand nicht identisch ist, da das Referenzsignal einer systematischen Abweichung von $\Delta\mathcal{R}'/\mathcal{R}' \approx 5\%$ unterliegt.

Eine exakte Beziehung zwischen Emissionsspektrum und Plasmazustand kann letztlich nur mittels eines komplexen Stoss-Strahlungs-Modells bestimmt werden. Das in Abschnitt 6.4.3.2 beschriebene Modell ist auf angeregte Zustände des neutralen Argons beschränkt und bietet keinen Zugang zum ionischen Spektrum. Daher wurde zur Interpretation des Spektrums eine Sondenmessung der Elektronenparameter durchgeführt, um Trends in der Variation des Linienverhältnisses \mathcal{R}' bezüglich der Elektronendichte und der Elektronenenergie aufzudecken. Hier wurden die Erfahrungen zur Veränderung des Quellplasmas durch Anpassung der Kathodentemperatur genutzt (siehe auch Abschnitte 6.4.2 und 6.4.3). Die Abbildung 143 illustriert, dass die Änderung der Kathodentemperatur (Einstellung mittels P_H) primär die Elektronenenergie beeinflusst, während die Elektronendichte im Rahmen der Messgenauigkeit nicht variiert. Mit der Einstellung unterschiedlicher Kathodenheizleistungen wird die Konditionierung der Plasmaquelle, insb. die Beschaffenheit der Elektroden, nachempfunden. Die ermittelten Daten zeigen, dass über \mathcal{R}' eine erste näherungsweise Überwachung der Elektronenenergie möglich wird.

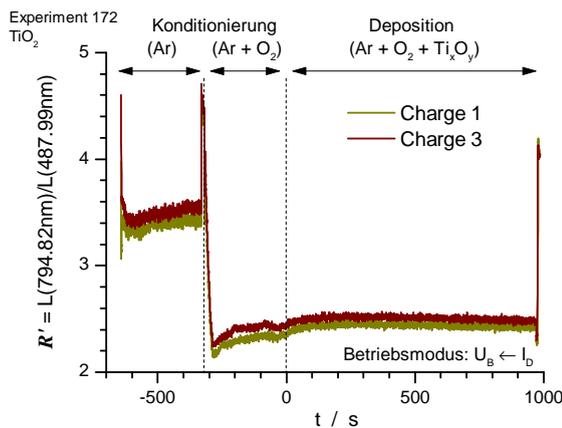


Abbildung 142: Das spezifizierte Strahldichte-Verhältnis \mathcal{R}' in zwei nominell identischen TiO_2 -Prozessen.

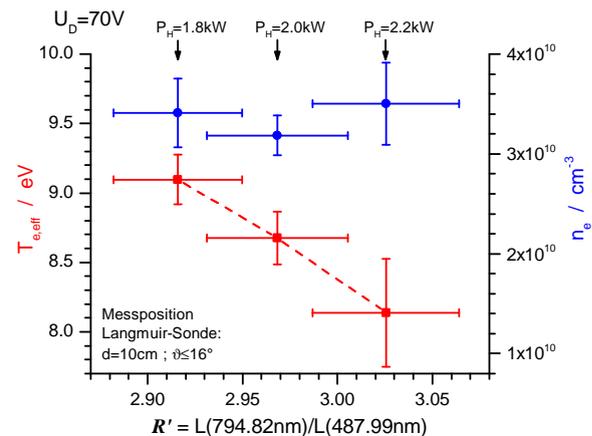


Abbildung 143: Das Strahldichte-Verhältnis \mathcal{R}' in Relation zu effektiver Elektronentemperatur und Dichte vor der Plasmaquelle bei Variation der Kathodenheizleistung.

6.5.6 In-situ Diagnostik-basierte Regelung

Im voranstehenden Abschnitt werden die Ergebnisse dreier Diagnostikverfahren aufgeführt, die während des PIAD-Prozesses einsetzbar sind. Von diesen hat die Strahldichte-Monitorierung innerhalb des Projekts einen vielversprechenden Stand erreicht, weil diese

sowohl einen Hinweis zur Elektronenenergie generell liefert, als auch durch die Position der Messung den Zustand der Plasmaquelle im speziellen erfasst. Das Konzept wurde nach den Voruntersuchungen in einer Reihe von Serienexperimenten eingesetzt, um eine Gegenüberstellung der Plasmadaten und der Schichteigenschaften zu ermöglichen. Die Abbildungen 144 und 145 zeigen das Resultat für einen Al_2O_3 -Prozess. Aufgetragen sind jeweils die resultierende Schichteigenschaft Brechwert n und der über die Depositionsphase gemittelte Wert des spektroskopischen Signals \mathcal{R}' . Die Relevanz des Signals \mathcal{R}' erscheint zunächst dadurch gegeben, dass für die zwei verwendeten Anoden, deutlich unterschiedliche Wertegruppen vorliegen. Die Bedeutung des Anodenzustands wurde bereits durch andere Beobachtungen, z.B. die Variation der Energieflussdichte des Plasmas mit der Betriebsdauer der Anode (Abschnitt 6.4.4), hervorgehoben. Zusätzlich lässt sich unabhängig von der Position der Substrate auf der Kalotte ein Trend in der Beziehung zwischen den Kenngrößen des Plasmas und der Schicht ausmachen. Dieser lässt sich nach den Vorarbeiten (Abschnitt 6.5.5.3) wie folgt interpretieren. Ein Anstieg des Signals \mathcal{R}' entspricht tendenziell einer Abnahme der Elektronenenergie. Die damit verbundene Reduktion des Plasmapotentials resultiert in einer geringeren kinetischen Energie der Ionen am Substrat. Bei angenommen unveränderter Plasmadichte liegt also eine verminderte Stützwirkung des Ionenstrahls vor. Für den gewählten Energiebereich ist bekannt, dass die Verdichtung der Al_2O_3 -Schicht mit der Energieflussdichte der Ionen zunimmt, sodass sich insgesamt ein konsistenter Zusammenhang der Daten ergibt. Damit rückt die Verwendung des Signals \mathcal{R}' als Regelgröße für die Plasmaquelle in den Fokus.

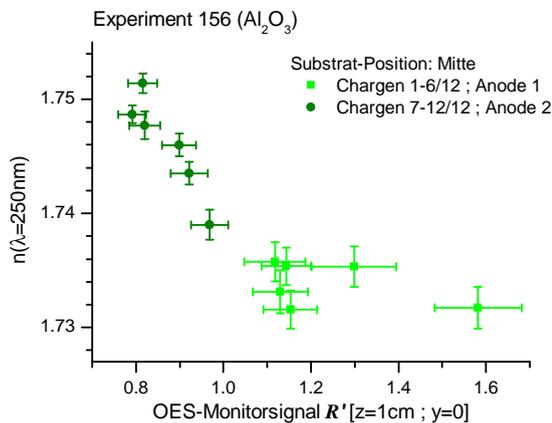


Abbildung 144: Gegenüberstellung von Brechwert und OES-Monitor signal \mathcal{R}' einer Depositionsserie von Al_2O_3 mit Substratposition auf mittlerem Kalottenradius.

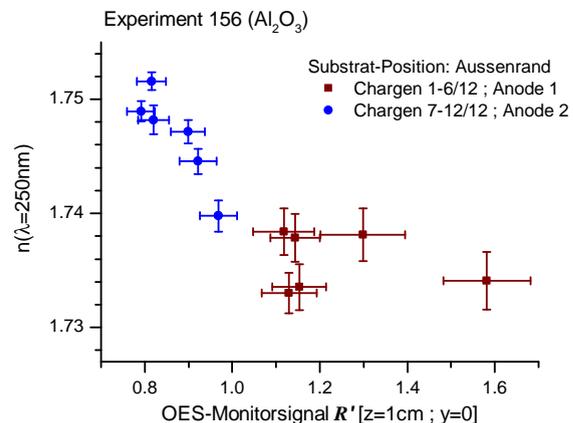


Abbildung 145: Gegenüberstellung von Brechwert und OES-Monitor signal \mathcal{R}' einer Depositionsserie von Al_2O_3 mit Substratposition auf äusserem Kalottenradius.

Die Vielzahl an Stellgrößen der Plasmaquelle lässt nicht unmittelbar erkennen, nach welcher Methodik ein bestimmter Plasmazustand erreicht werden kann. Zur Variation der Elektronenenergie an der Position der Strahldichte-Monitorierung ist primär die Entladungsspannung U_D und die Kathodenheizleistung P_H geeignet. In Abschnitt 6.5.5.3 wird gezeigt, dass mit Erhöhung von P_H die effektive Elektronentemperatur am Messort sinkt, sofern U_D konstant ist. Inwiefern eine Anpassung von P_H in häufig verwendeten Betriebsmodi, in welchen U_D variieren kann, geeignet ist, stabile Plasmakenngrößen herzustellen, muss noch untersucht werden. Eine Voraussetzung hierfür ist zunächst die technische Um-

setzung einer in-situ basierten Regelung. Abbildung 146 zeigt den typischen Zeitverlauf von \mathcal{R}' in der Depositionsphase mit konventioneller Steuerung und konstanter Heizleistung P_H . Im Bild der Strahldichte-Monitorierung wird kein stabiler Plasmazustand hergestellt. Mittels einer automatischen Regelung konnte der in Abbildung 147 dargestellte Verlauf realisiert werden. In über 80% der Depositionsphase kann die Vorgabe für P_H im Bereich $\pm 1\%$ erfüllt werden, wobei Abweichungen zu Beginn durch die Trägheit der Kathodentemperatur begründet sind. Eine in-situ basierte Regelung erscheint anhand dieses Beispiels realistisch.

Dieses im Projekt erreichte Ergebnis ist die Grundlage zur Optimierung des Konzepts in folgenden Arbeiten. Aufgaben, die sich unmittelbar anschliessen sollten, sind die Durchführung von Serienexperimenten zur Prüfung der sich ergebenden Schichteigenschaften in Abhängigkeit der verwendeten Betriebs-Modi. Daneben bietet die Erweiterung des Satzes an Referenzgrößen als Ergänzung zu \mathcal{R}' die Aussicht auf eine Eingrenzung der Menge an Stellgrößen und deren Werte.

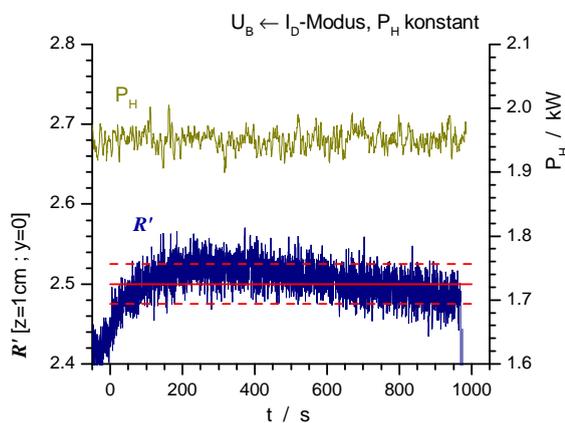


Abbildung 146: Typischer Zeitverlauf des OES-Monitorsignals \mathcal{R}' in der Depositionsphase bei konstanter Kathodenheizleistung.

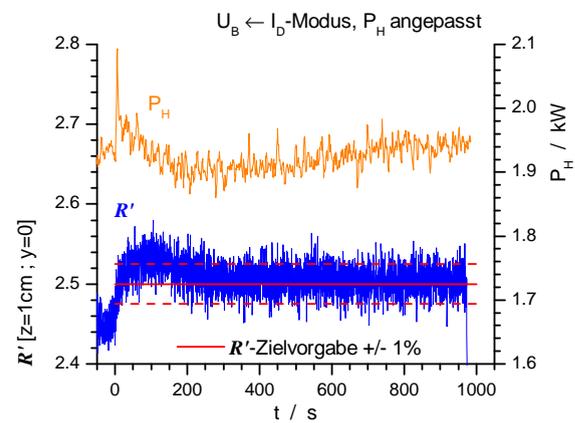


Abbildung 147: Stabilisierung des OES-Monitorsignals \mathcal{R}' durch Anpassung der Kathodenheizleistung.

6.6 Charakterisierung einer IBS-Ionenquelle

In diesem Abschnitt des Berichts werden die Ergebnisse zur Charakterisierung der Plasmen in Verbindung mit der Ionenstrahl-Zerstäubung (Ion Beam Sputtering - IBS) vorgestellt. Gemäß des Projektplans (siehe Abschnitt 4) sollte das INP den auf IBS spezialisierten Verbundpartnern Unterstützung bieten. Die wesentlichen Arbeiten konzentrierten sich auf die Untersuchung des Ionenstrahls einer IBS-Quelle, welche vom Partner LZH inklusive aller technischer Komponenten, Inbetriebnahme und Einweisung bereitgestellt wurde. Aufgrund der Fokussierung des INP auf den Themenkreis PIAD wurden die Arbeiten auf die Verwendung der aktiven Thermosonde (ATS) beschränkt. Die Implementierung weiterer Analysemethoden zum IBS-Verfahren wäre wegen des erforderlichen Mehraufwands zu Installation und Betrieb mit den verfügbaren Projektmitteln nicht umsetzbar gewesen. Informationen zur technischen Realisation des Messstandes sind in Abschnitt 6.1.2 zu finden.

Die folgenden vier Unterabschnitte fassen die wesentlichen Arbeiten und Erkenntnisse zur IBS-Quelle zusammen. Im ersten Teil wird eine kurze Erläuterung zu Aspekten zur Erzeugung eines Ionenstrahls mittels Gittersystem gegeben. Der zweite Teil fasst die Mehrzahl an Ergebnissen zusammen, welche eine Beschreibung der Geometrie des Ionenstrahls ermöglichen. Das Verhalten der IBS-Quelle im Langzeitbetrieb wird im darauf folgenden Abschnitt erläutert. Das Kapitel schließt mit einer Diskussion zu den Implikationen der gewonnenen Erkenntnisse zur IBS-Quelle für das IBS-Verfahren.

6.6.1 Grundlagen

Das Konzept der IBS bei Verwendung von gitterbasierten Ionenquellen unterscheidet sich grundlegend vom PIAD-Verfahren (siehe Abschnitt 6.3). In der gitterlosen Plasmaquelle wird ein hochenergetisches Plasma generiert, welches in den unter Feinvakuum befindlichen Rezipienten expandiert. Das dabei entstehende Potentialgefälle beschleunigt die positiven Ladungsträger zu Wand und Substraten, wobei das Plasma in allen Raumbereichen ausserhalb der Randschichten quasi-neutral ist. Über die Regelung der Quellenparameter ist die Energieverteilung der Ionen nur indirekt zugänglich (siehe Abschnitt 6.4.2), so dass der Parameter der Bias-Spannung eine nur geringe Präzision aufweisen kann. Bei gitterbasierten Quellen wird hingegen mittels eines Extraktionssystems über aufgeprägte Spannungen eine direkte Konfiguration der Ionenenergieverteilung vorgenommen. Das Gittersystem trennt dabei das Quellplasma als Ionenreservoir vom Rezipienten als eigentlichem Bereich der Oberflächenbearbeitung an Target und Substrat. Innerhalb der Gitteranordnung befindet sich als Folge der Potentialverteilung eine Raumladungszone. Zum Ausgleich der elektrischen Ladung im Rezipienten ist eine zusätzliche Plasmaquelle erforderlich, welche als Elektronenreservoir dient und den Ionenstrom auf das Target und die Wände ausgleicht. Im Gegensatz zur PIAD ist die Elektronenkomponente im IBS-Verfahren niederenergetisch. Das Schema der Anordnung Quelle-Gittersystem-Rezipient ist in Abbildung 148 dargestellt.

Ein häufig eingesetztes Extraktionssystem, welches auch in der untersuchten Quelle Verwendung findet, ist das der Triode, d.h. eines Systems aus drei Einzelgittern. Die Energieverteilung und Geometrie des Ionenstrahls wird bestimmt von der geometrischen Konfiguration der einzelnen Gitteröffnung und den angelegten Spannungen, sowie der vorliegenden Potentialverhältnisse im Volumen. Die Elektronenenergie im Quellplasma verursacht prinzipiell eine Beschleunigung der positiven Ionen auf die Wand über die Randschichtspannung U_S . Für die Extraktion der Ionen aus dem Quellvolumen ist neben der geometrischen Öffnung (erstes Gitter) ein nach aussen gerichtetes elektrisches Feld erforderlich, welches über das zweite Gitter, das Abschirm-Gitter generiert wird. Die Bezeichnung Abschirmung ergibt sich aus der Funktion der Trennung der positiven von den negativen Ladungsträgern, die im Quellbereich zurückgehalten werden. Die Potentialdifferenz von Rezipient und dem zweiten Gitter wird im folgenden mit U_A bezeichnet. Das dritte Gitter liegt auf dem Potential des Rezipienten. Die Einstellung der Ionenenergie erfolgt durch die Vorspannung des ersten Gitters mittels einer Bias-Spannung, die zusammen mit der Randschichtspannung die Strahl-(Beam-) Spannung U_B ergibt. Das Plasmapotential der Quelle wird dabei entsprechend angehoben, da die unveränderte Elektronenenergie die Ausbildung der Potentialdifferenz gegenüber dem ersten Gitter bedingt. Aus den vorliegenden Unterlagen zur untersuchten IBS-Quelle geht nicht hervor, ob die von der Quellensteuerung ausgegebene Ionenenergie die Randschichtspannung U_S ,

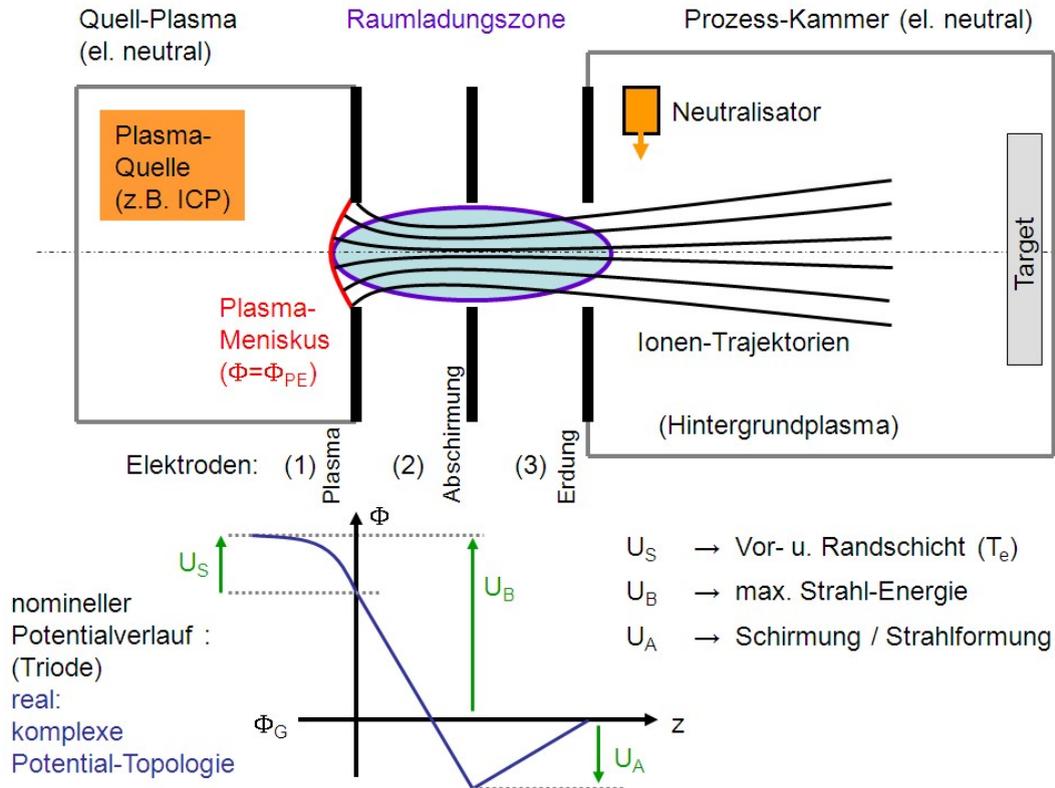


Abbildung 148: Schematische Darstellung der Anordnung zur Erzeugung eines Ionenstrahls, bestehend aus Plasmaquelle, Gittersystem und Rezipient mit Neutralisator.

welche nicht unmittelbar bekannt ist, berücksichtigt. Diese Unklarheit entspricht jedoch lediglich einer Unsicherheit für die Ionenenergie von $< 3\%$, da die Vorspannung des ersten Gitters sehr hoch liegt ($U_B \in [500; 1500]V$). Für die beschriebenen Untersuchungen ist diese Ungenauigkeit nicht relevant.

Der Ionenstrom durch eine Gitteröffnung ist begrenzt durch die Dichte des Quellplasmas, sowie die Raumladung des Extraktionsbereichs (Child-Langmuir-Gesetz), neben Verlusten durch Streuung im Volumen und Neutralisation der Ionen an einem der Gitter. Ziel der Quellenentwicklung ist die Maximierung des Strahlstroms und/oder Optimierung der Strahlgeometrie im Rahmen der physikalischen Randbedingungen. Für gegebene Geometrie der Blenden und angelegte Spannungen können die Ionentrajektorien abhängig von der Plasmadichte des Quellbereichs sehr unterschiedlich ausfallen, wie Berechnungen ergeben (Abb. 149). Wesentliche Ursache hierfür ist die Verformung der Grenzfläche zwischen quasi-neutralem Plasma und der Raumladungszone durch das aufgeprägte elektrische Feld. Diese Grenzfläche wird als Plasmameniskus bezeichnet. Offensichtlich ist die Divergenz des Ionenstrahls im Aussenraum für die entsprechende Anwendung relevant, ebenso jedoch auch der Kontakt des Strahls mit den Gitterelementen, welche abgetragen, erhitzt und dadurch verformt werden können. Die Variation der Gittergeometrie führt dann wiederum zu einer Veränderung der Strahlgeometrie.

Für die durch das Gittersystem generierte Energieverteilung und Geometrie ist neben der Potentialverteilung die Energieverteilung der Ionen im Quellplasma von Bedeutung. Je höher die Iontemperatur des Quellplasmas, desto grösser die minimal erreichbare Divergenz des Strahls, wie Abbildung Abb. 150 illustriert.

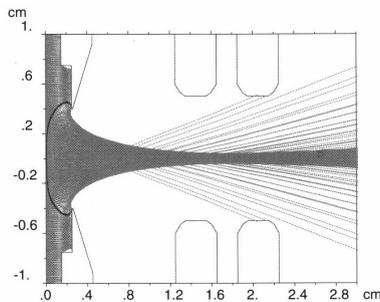


Figure 5.13 AXCEL-INP trajectory plot for an underdense plasma density (N_1). Case A in Figure 5.12, $I = 73$ mA.

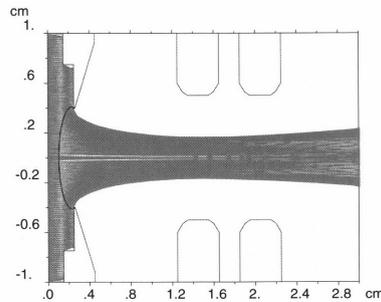


Figure 5.14 AXCEL-INP trajectory plot for extraction in the matched case (N_2). Case B in Figure 5.12, $I = 170$ mA.

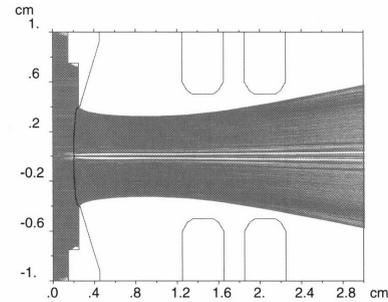


Figure 5.15 AXCEL-INP trajectory plot for an overdense plasma density (N_3). Case C in Figure 5.12, $I = 360$ mA.

Abbildung 149: Berechnete Ionen-Trajektorien für unterschiedliche Plasmadichten und Strahlströme. Links: Plasmadichte zu niedrig; Mitte: angepasste Parameter, sodass 80% des Strahlstroms innerhalb der Divergenz < 20 mrad; Rechts: Plasmadichte zu hoch (nach [45]).

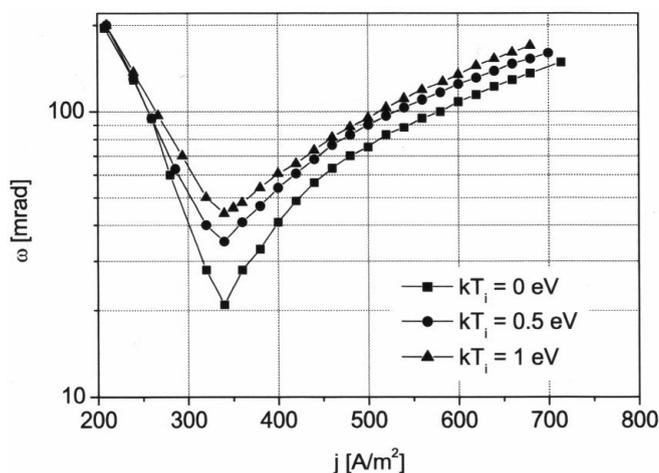


Figure 5.16 Divergence angle as a function of emission current density for different ion temperatures.

Abbildung 150: Abhängigkeit der minimal erreichbaren Divergenz von der Iontemperatur (nach [45]) für eine bestimmte Extraktionsanordnung.

Um einen gewünschten Strahlstrom mit möglichst niedriger Extraktionsfeldstärke zu erreichen, werden mehrere Einzelstrahlen (Beamlets) in einer Matrix angeordnet, typischerweise durch die Verwendung von exakt zueinander positionierten Gittern beziehungsweise Blendenanordnungen. Die Geometrie des gesamten Ionenstrahls resultiert aus der Überlagerung der einzelnen Beamlets und kann zum Beispiel über die Wölbung des Gittersystems angepasst werden. In Abbildung 151 ist skizziert, wie durch den Einsatz verschiedener Krümmungsradien Strahlkomponenten mit unterschiedlichen Fokus-Punkten generiert werden. Wie im folgenden Abschnitt gezeigt, kann das Radialprofil des Ionenstrahls nach diesem Konzept deutlich variiert werden.

In der Zusammenfassung lässt sich feststellen, dass eine große Anzahl von Parametern für die Ausprägung des Ionenstrahls von Bedeutung ist. Neben der durch das Gittersystem definierten Geometrie der Blenden, beeinflussen die Plasmaparameter des Quellbereichs, sowie die Potentiale der Einzelgitter den Strahlstrom und die Strahldivergenz. Eine für den produktiven Einsatz bestimmte Ionenquelle sollte daher mit einer genauen Beschreibung der Betriebsparameter passend zur jeweiligen Anwendung versehen sein.

Die untersuchte Ionenquelle trägt die Bezeichnung *Veeco 16RF-2000-500* und wurde sowohl mit einem 1-Fokus als auch einem 3-Fokus Gitter betrieben. Das Quellplasma

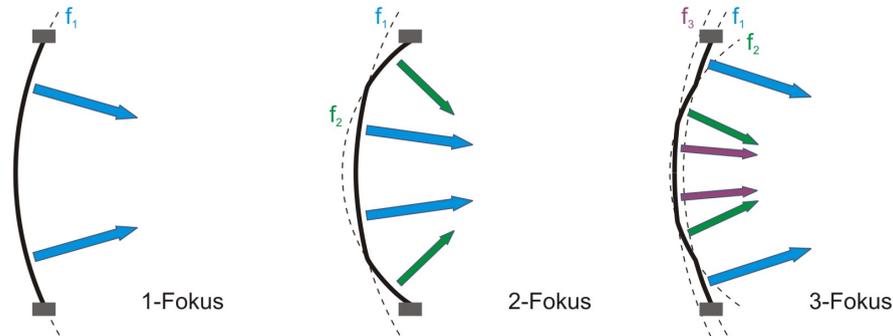


Abbildung 151: Schematische Darstellung verschiedener Gitter-Geometrien.

Parameter	Bedeutung
$X_{IQ,N,K}$	Gasfluss der Spezies X durch Ionenquelle, Neutralisator, <u>K</u> ammer
U_B, U_A	Beam- und Accelerator-/Abschirm-Spannung
I_B, I_A	Strahlstrom und (Fehl-)Strom über das zweite Gitter
E/B	Verhältnis aus Emissionsstrom des Neutralisators und Strahlstrom
P_{ICP}	Anregungsleistung des Quellplasmas
r, d	radiale und axiale Koordinate

Tabelle 5: Bedeutung der Symbole/Betriebsparameter zur Untersuchung der IBS-Ionenquelle.

wird induktiv mittels Radiowellen angeregt (ICP). Die Betriebsparameter zur Quellensteuerung, wie Anregungsleistung oder Extraktionsspannung, lassen sich frei einstellen, wobei nur eine grobe Richtlinie zur Konfiguration vorgegeben ist und dadurch eine Optimierung der Strahlgeometrie entsprechende Untersuchungen erforderlich macht. Die in den folgenden Abschnitten verwendeten Bezeichnungen der Parameter werden an dieser Stelle erläutert (5).

Neben den Angaben des Herstellers zu empfohlenen Betriebsparametern wurden Vorgaben der Betreiber berücksichtigt, um die Konfiguration von IBS-Prozessen nachzustellen. Daraus ergibt sich unter anderem die Zufuhr von Sauerstoff in den Rezipienten, die für den Betrieb der Ionenquelle nicht erforderlich ist. Bei einem gesamten Gasfluss durch das System von $\Gamma_{ges} \approx 30 \text{ sccm}$ konnte bei der gegebenen Saugleistung vom 1000 ls^{-1} ein Betriebsdruck von $p < 100 \text{ mPa}$ erreicht werden. Der Druck liegt damit etwa um den Faktor 3 höher als die Empfehlung. Durch eine erhöhte Gasdichte vor dem Gittersystem nehmen die Leckströme, Ladungsaustauschverluste und damit die Erosion der Gitter zu, während das Neutralgas im Volumen des Rezipienten zu einer verstärkten Dämpfung des Ionenstrahls führt. Für das Quellplasma wird keine Auswirkung erwartet, da der Leitwert des Gittersystems ohnehin einen höheren Druck im Quellbereich verursacht. Im Zeitraum der Untersuchungen konnte kein Verschleiss des Gittersystems festgestellt werden. Trotz der erhöhten Druckverhältnisse kann angenommen werden, dass die erhaltenen Ergebnisse im wesentlichen auf die Bedingungen eines IBS-Prozesses zu übertragen sind.

Die Untersuchung des Ionenstrahls erfolgt mit der aktiven Thermosonde (ATS). Im

vorliegenden physikalischen System ist die Ionenkomponente die dominierende Energieträgerin, wobei für die Anwendung der ATS angenommen wird, dass die Ionen auf der Sonde den Großteil ihrer Energie abgeben. Die genauen Details der Wechselwirkung von Strahlionen mit der ATS sind nicht explizit behandelt worden (z.B. mittels Modellierung des Sputter-Prozesses an der Sonden-Deckschicht). Im folgenden wird davon ausgegangen, dass die Reaktionen an der Oberfläche der ATS für alle Versuchsbedingungen vergleichbar ist. Diese Vermutung wird durch die deutlichen Trends bezüglich der Parametervariationen der Ionenquelle bestätigt. Dennoch sollte ein eventuell vorliegender systematischer Fehler in der Bestimmung der Energieflussdichte $j_{E,ATS}$, interpretiert als kinetische Energieflussdichte des Ionenstrahls, berücksichtigt werden.

6.6.2 Geometrie des Ionenstrahls

Zunächst werden die Ergebnisse der Untersuchungen am 1-Fokus Gitter vorgestellt. Die Eignung des Konzepts zur Messung der Energieflussdichte und dessen systematische Auswertung wurde in vergleichenden Experimenten überprüft, deren Resultate in Abbildung 152 dargestellt sind. Die hochauflösende Messung zeigt, dass die ATS eine Empfindlichkeit von ca. 1 mWcm^{-2} aufweist und ein sehr präzises Bild des räumlichen Profils zeichnet. Der hohe zeitliche Aufwand lässt diese Vorgehensweise allerdings wenig praktikabel erscheinen. Hingegen kann eine Charakterisierung des Strahlprofils ebenso mit stark reduzierter Auflösung erfolgen. Die gute Übereinstimmung der Messdaten zeigt einerseits die Stabilität der Ionenquelle für die Dauer der Messung, andererseits die Reproduzierbarkeit sowohl der Quelle als auch der ATS. Das Radialprofil der Energieflussdichte erscheint in den Aufnahmen stets leicht asymmetrisch, was durch das Gittersystem selbst oder die Lage der ATS in der Kammer, d.h. durch unterschiedliche Abstände zu weiteren Wärmequellen oder eines ortsabhängigen Emissionsgrads der Wand, verursacht sein kann. Zur Vereinfachung der Auswertung und zur Förderung einer systematischen Vergleichbarkeit wurde auf symmetrische Profilkurven zurückgegriffen. Das Radialprofil des 1-Fokus Gitters kann sehr gut mit einer Lorentz-Kurve beschrieben werden.

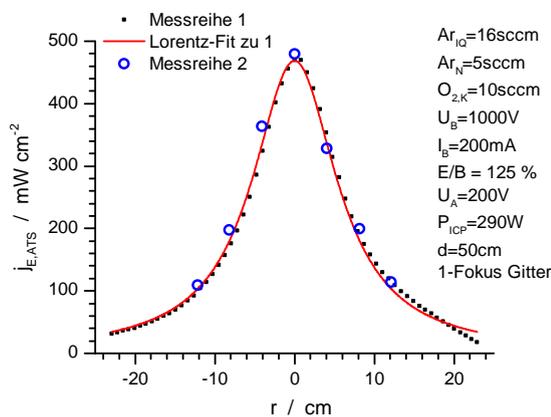


Abbildung 152: Radialprofil der Energieflussdichte in zwei Ortsauflösungen zum Vergleich.

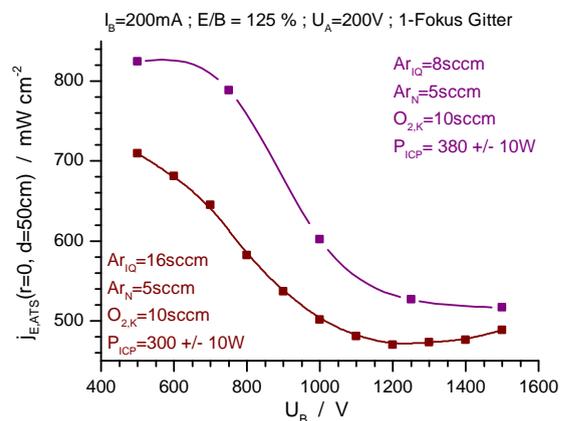


Abbildung 153: Amplitude des Strahlprofils für unterschiedliche Ionenenergien bei sonst unveränderten Parametern.

Unter der Annahme eines fixierten Strahlprofils sollte die Energieflussdichte auf der Symmetrieachse proportional zur Beam-Spannung U_B sein. Ähnlich dem PIAD-Konzept wird

auch im IBS-Verfahren die Ionenenergie als relevanter Parameter betrachtet, ohne jedoch die räumliche Verteilung der Ionenflussdichte zu berücksichtigen. Die sich aufgrund der komplexen Zusammenhänge (siehe Abschnitt 6.6.1) einstellende Strahlgeometrie begründet das zunächst überraschende Ergebnis aus Abbildung 153, nämlich der Abnahme von $j_{E,ATS}$ trotz Zunahme von U_B . Da auf einen konstanten Wert des Strahlstroms I_B geregelt wird, muss die Breite des Radialprofils mit zunehmender Extraktionsfeldstärke ansteigen. Bei Betrieb der Quelle mit geringerem Gasfluss und damit niedrigerem Druck, liegen schmalere Radialverteilungen vor, so dass höhere Werte $j_{E,ATS}(r = 0)$ registriert werden. Der Trend mit U_B ist vergleichbar. Im Fall des reduzierten Drucks wird eine höhere Anregungsleistung benötigt, um die für den Strahlstrom erforderliche Plasmadichte in der Quelle zu erzeugen. Aufgrund der höheren freien Weglängen steigt die mittlere Elektronenenergie im ICP, die wiederum die Randschicht des Quellplasmas verändert. Damit wird die Grenzfläche zwischen Quellplasma und Raumladungszone des Gittersystems anders ausgeformt und die Strahldivergenz variiert.

Aus der Beobachtung von Abb. 153 ergibt sich, dass abhängig von den Vorgaben, z.B. Quelldruck, Strahlstrom und Strahlenergie, eine Optimierung der Strahldivergenz über die Anpassung der Extraktionsfeldstärke erfolgen muss. Beispiele zur Variation der Abschirm-Spannung U_A , die bei festgelegter Beam-Spannung U_B die Feldstärke zwischen Gitter 1 und 2 bestimmt, zeigen die Abbildungen Abb. 154 und Abb. 155. In den gezeigten Fällen wird durch einen niedrigen Wert für U_A der Fehlstrom I_A über das zweite Gitter und der Strahl in der Breite reduziert, d.h. die Belastung des Gittersystems durch Materialabtrag verringert. Neben der Verbreiterung des Radialprofils über U_A bei festem U_B , steigt die Strahlbreite generell mit U_B . Dies führt zu der im vorherigen Absatz erwähnten Situation, dass trotz reduzierter Ionenenergie, die lokale Energieflussdichte gerade bei niedrigen Beam-Spannungen sehr hoch ausfällt.

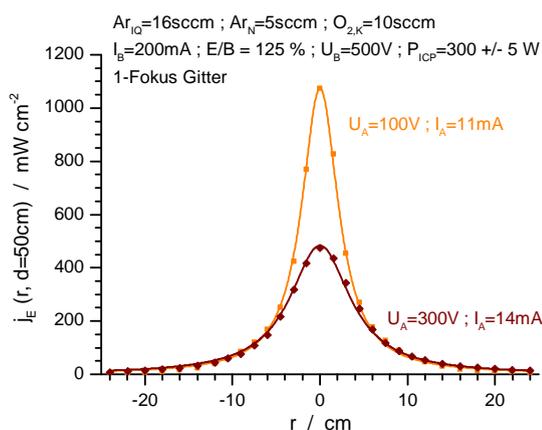


Abbildung 154: Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei niedriger Ionenenergie.

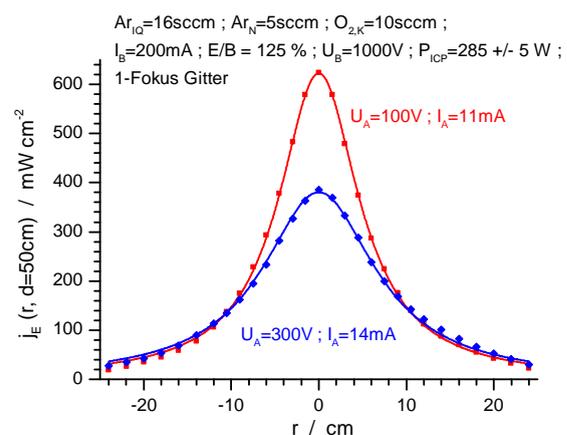


Abbildung 155: Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei mittlerer Ionenenergie.

Die bisher diskutierten Daten wurden bei einem bestimmten Abstand zum Gittersystem aufgezeichnet. Wegen unterschiedlicher Druckverhältnisse oder Quelle-Target Anordnungen in der eigentlichen Anwendung, sollte insbesondere die Strahlausbreitung im Rezipienten entlang der Strahlrichtung untersucht werden. In der zur Verfügung stehenden Anlage konnte dies für $\Delta d = 40$ cm bewerkstelligt werden. Die Variation des Radialrofls

für einen ausgewählten Fall zeigt Abb. 156. Amplitude und Halbwertsbreite der analytischen Beschreibungen der experimentellen Daten sind in den Abbildungen 157 und 158 dargestellt. Der Ionenstrahl wird über die Wechselwirkung zwischen Ionen und Neutralgas, z.B. Ladungsaustausch und elastische Stöße, gestreut. Diese Dämpfung zeigt sich unabhängig von der Ionenenergie, d.h. es ergeben sich nahezu identische exponentielle Verläufe für die Amplitude, die vermutlich durch den vergleichbaren Druck begründet sind. Dass die Kurven aus Abb. 157 trotz einer grossen Variation von U_B auch absolut betrachtet beinahe übereinstimmen, ist der bereits weiter oben erwähnten Anpassung der Strahlbreite geschuldet, wie in Abbildung 158 zu erkennen ist. Der lineare Verlauf deutet auf gerade Ionentrajektorien hin und darüber hinaus wird ersichtlich, dass in dem untersuchten Parameterbereich kein paralleles Strahlenbündel zu erzielen ist, sondern stets eine deutliche Strahlaufweitung vorliegt.

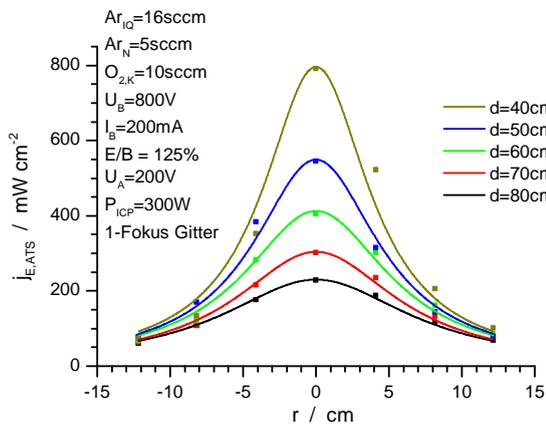


Abbildung 156: Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Distanzen zum Gittersystem.

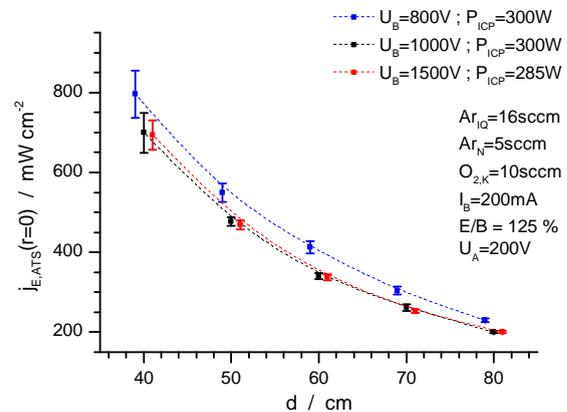


Abbildung 157: Amplitude der Radialprofile für unterschiedliche Ionenenergien als Funktion des Abstands zum Gittersystem. Die Verschiebung der Kurven auf der Abzisse dient der Unterscheidbarkeit.

Zur Überprüfung der Konsistenz von Betriebsparametern und Diagnostik zeigt die Abbildung 159 die Strahlleistung, die dem jeweiligen Radialprofil von $j_{E,ATS}$ entspricht. Die erhaltenen Werte weichen deutlich von der nominellen Strahlleistung $P_B = U_B \cdot I_B$ ab, können aber mittels Extrapolation für $d \rightarrow 0$ in eine plausible Übereinstimmung mit dem Erwartungswert gebracht werden. Die Extrapolation kann dabei nur ein grobes Hilfsmittel sein, da keine exakte Beschreibung der Strahldämpfung vorliegt. Mit der vorliegenden Konfiguration stünde also ein Großteil der nominellen Strahlleistung nicht für die Zerstäubung des Targets zur Verfügung. Offensichtlich wird hier die Notwendigkeit der Druckminimierung und der Vermeidung großer Abstände zwischen Quelle und Target bzw. Quelle und Substrat, bei Betrieb als Stützquelle.

Der Betrieb der Ionenquelle ist nicht auf die Verwendung von inerten Gasen beschränkt. Die Speisung der Quelle mit Sauerstoff im Fall von oxidischen Schichten ermöglicht die Erzeugung von energetischen reaktiven Spezies, wie Radikal- oder Molekülionen, welche neben dem physikalischen auch ein chemisches Zerstäuben des Targets verursachen. Die Strahlgeometrie für Sauerstoff ist sehr ähnlich derjenigen des Argons, wie aus den Abbildungen 160 und 161 ersichtlich ist. Sowohl die radiale Verteilung der Energieflussdichte,

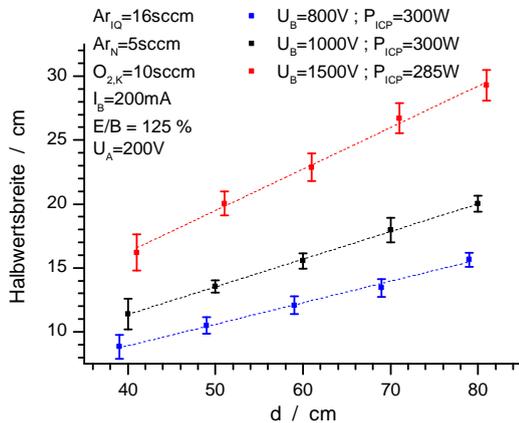


Abbildung 158: Halbwidthsweite der Radialprofile für unterschiedliche Ionenenergien als Funktion des Abstands zum Gittersystem. Die Verschiebung der Kurven auf der Abzisse dient der Unterscheidbarkeit.

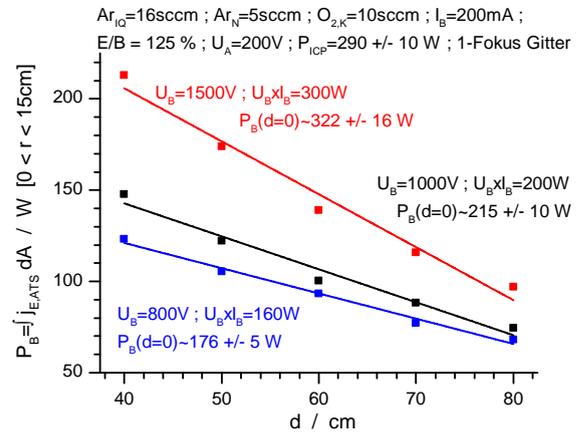


Abbildung 159: Entwicklung der Strahlleistung mit dem Abstand zum Gittersystem aufgrund der Strahl-Divergenz und Strahl-Dämpfung, basierend auf Daten analog Abb. 156.

als auch die Variation der Strahldivergenz mit der Strahlenergie bzw. der Extraktionsfeldstärke ist vergleichbar unter den Gasen, wobei die Argon-Profile bei identischen Potentialverhältnissen etwas schmaler erscheinen. Zur Erzeugung des geforderten Strahlstroms muss die entsprechende Dichte in der Quelle bereitgestellt werden. Für molekulare Spezies wird hierfür mehr Anregungsleistung benötigt, da die molekularen Freiheitsgrade und die Dissoziation weitere Energiesenken aufweisen, die in atomaren Gasen nicht vorhanden sind. In der vorliegenden Konfiguration steigt die erforderliche Anregungsleistung des Quellplasmas P_{ICP} um ca. 45 %. Da das Gittersystem die Energieverteilung der Ionen definiert, ist die Ursache der geringeren Werte für $j_{E,ATS}$ in der Masse der Spezies zu suchen. Das Molekölion O^{2+} ($m \approx 32\text{ u}$) und damit auch das Radikalion O^+ ($m \approx 16\text{ u}$) sind deutlich leichter als das Argonion Ar^+ ($m \approx 40\text{ u}$). Die Messung der Energieflussdichte kann offensichtlich keine Details zur Zusammensetzung des Ionenstrahls liefern, sodass keine exakte Interpretation der unterschiedlichen Energieflussdichten möglich ist. Ebenso muss bedacht werden, dass sich die Art der Wechselwirkung mit der Sondenoberfläche zwischen O_2 und Ar unterscheidet, da im ersteren Fall zumindest die molekulare Rekombination und chemische Zerstäubung der Sondendeckschicht hinzukommen.

Die für das 1-Fokus Gitter vorgenommenen Untersuchungen wurden mit einem 3-Fokus Gitter wiederholt. Das mit dem komplex geformten Gittersystem erzeugte Strahlprofil unterscheidet sich deutlich von der einfacheren Variante. Durch die Überlagerung der einzelnen Strahlkomponente (vgl. Abb. 151 in Abschnitt 6.6.1) wird erreicht, dass im Zentrum des Strahls die Amplitude reduziert wird und steilere Flanken des Profils erzeugt werden. Die Variation der Strahldivergenz mit den Potentialverhältnissen ist vergleichbar mit dem 1-Fokus Gitter, wie in Abbildung 162 exemplarisch dargestellt wird. Für die Beschreibung des Radialprofils zeigt sich die Gauss-Funktion als geeignet.

Ein Vergleich der Gittersysteme erfordert die Definition entsprechender Kriterien. Es erscheint sinnvoll, möglichst identische Werte für Strahl-Strom und -Spannung, sowie eine Extraktionsfeldstärke, welche einen minimalen Fehlstrom I_A verursacht, zu wählen. Derartige Konfigurationen sind in Abbildung 163 gezeigt. Das 1-Fokus Gitter liefert also

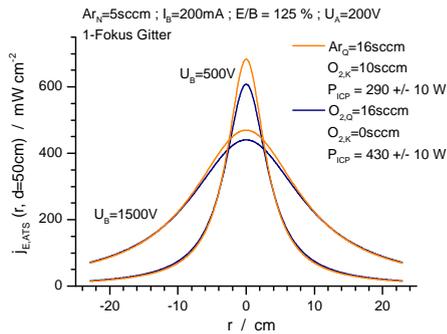


Abbildung 160: Vergleich der Radialprofile der Energieflussdichte (nur Fit-Funktion) für den Betrieb der Quelle mit Argon und Sauerstoff bei identischen Strahl-Spannungs- und Stromwerten.

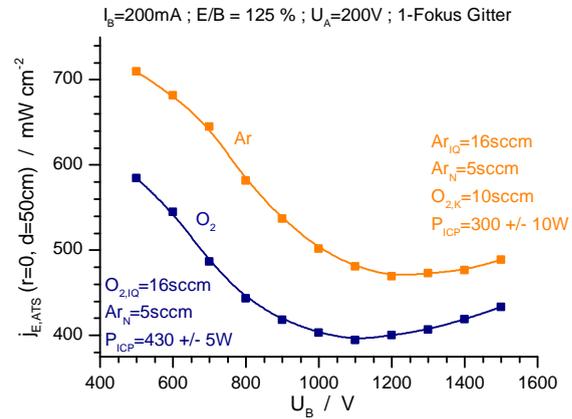


Abbildung 161: Amplitude des Strahlprofils für unterschiedliche Ionenenergien bei sonst unveränderten Parametern für Argon und Sauerstoff.

zentral sehr hohe Energieflussdichten, emittiert aber ebenso unter grösseren Winkeln, so dass ein Anteil der Strahlleistung ausserhalb der Zielfläche des Targets deponiert wird. Im Gegensatz ermöglicht das 3-Fokus Gitter eine gleichmässigerere Verteilung bei kleinen bis mittleren Radien und die Reduktion des peripheren Strahlanteils.

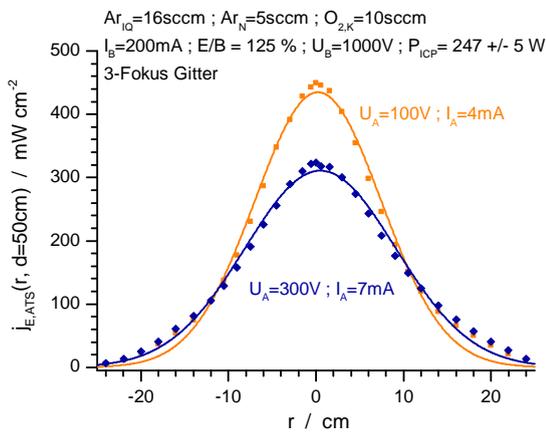


Abbildung 162: Radialprofil der Energieflussdichte für zwei Abschirmungs-Spannungen bei mittlerer Ionenenergie bei Verwendung des 3-Fokus Gitters.

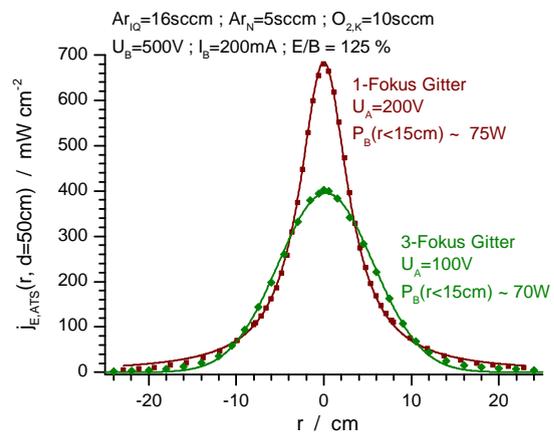


Abbildung 163: Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Gittersysteme bei vergleichbarer Strahlleistung.

Die Untersuchung der Strahldämpfung liefert das Ergebnis der Abbildungen 164 und 165. Im betrachteten z -Intervall sinkt die registrierte Strahlleistung ca. um den Faktor 2, analog zum Fall des 1-Fokus Gitters. Wie zu erwarten, ist die beobachtete Abnahme der Strahlleistung eine Folge der Wechselwirkung des Ionenstrahls mit dem Hintergrundgas und unabhängig von der Form des Strahls oder des Gittersystems. Sofern systematische Abweichungen erkennbar sind, lassen sich diese im Rahmen der Unsicherheiten der analytischen Profildfunktionen und der Begrenzung des Integrationsgebiet zur Bestimmung der

Strahlleistung nachvollziehen.

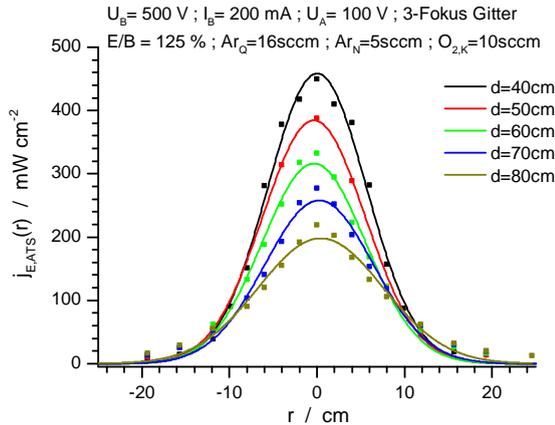


Abbildung 164: Radialprofile der Energieflussdichte für unterschiedliche Distanzen zum Gittersystem (3-Fokus).

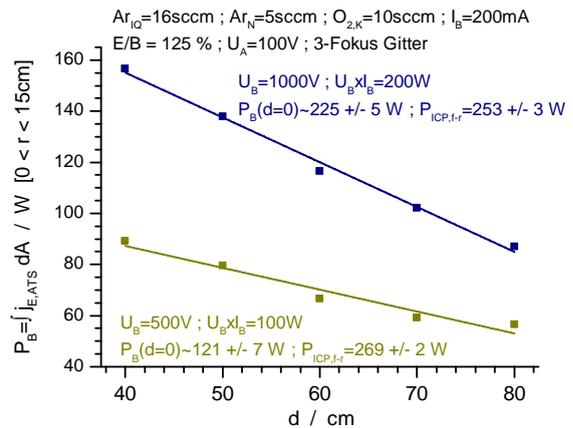


Abbildung 165: Entwicklung der Strahlleistung mit dem Abstand zum Gittersystem aufgrund der Strahl-Divergenz und Strahl-Dämpfung, basierend auf Daten analog Abb. 162.

6.6.3 Zeitliche Stabilität der Strahlleistung

Die in Abschnitt 6.6.2 vorgestellten Untersuchungen erfolgten unter der Annahme, dass die Ionenquelle reproduzierbar und zeitlich stabil arbeitet. Bei wiederholten Messungen konnten keine Abweichungen registriert werden, wobei die Quelle im Modus $I_B=\text{konstant}$ gefahren wurde. Die Dauer einer ATS-Messung von – abhängig von der Ortsauflösung – einigen Minuten liegt allerdings weit unterhalb der Betriebsdauer eines IBS-Prozesses von mehreren Stunden. Diese Tatsache und der Umstand, dass das verwendete Quellensystem alternativ den Betrieb $P_{ICP}=\text{konstant}$, also die Regelung der Anregungsleistung des Quellplasmas, vorsieht, motivierten die Durchführung einer Langzeitmessung. Hierzu wurden in unregelmässigen Abständen Radialprofile der Energieflussdichte über einen möglichst langen Zeitraum aufgezeichnet. Die genannte Unregelmässigkeit ist begründet durch die Notwendigkeit, mehrere Arbeiten, z.B. zur PIAD, parallel durchzuführen.

In Abbildung 166 ist die resultierende Strahlleistung für die unterschiedlichen Regelungs-Modi gezeigt. Im I_B -Modus wird der Strahlstrom über die Nachführung der Anregungsleistung des Quellplasmas P_{ICP} konstant gehalten. Die Variation der Strahlleistung, hier definiert als Quotient aus der Differenz der Extremwerte und dem Mittelwert, liegt nahe 1% und damit im Bereich der Unsicherheit durch die analytische Profelfunktion und die Begrenzung des Integrationsbereichs zur Berechnung von $J_{E,ATS}$. Jedoch wurde über die Dauer des Betriebs P_{ICP} um einige Watt variiert, sodass eine Veränderung des Strahlprofils nicht kategorisch auszuschliessen ist, da sich die Quelledichte verändern sollte. Ein deutlich anderes Bild ergibt sich für den P_{ICP} -Modus. Hier wird eine Variation der Strahlleistung von über 10% festgestellt. Dies ist konsistent mit der Änderung des Strahlstroms von $\pm 5\%$. Erwähnenswert ist ebenfalls der erhöhte Fehlstrom und dessen Variation.

Offensichtlich ist der I_B -Modus für den Betrieb der Quelle besser geeignet. In beiden Fällen liegen mutmaßlich Bedingungen vor, welche die Strahl-Extraktion und -

Fokussierung variieren und dadurch auf Raum für eine weitere Optimierung der Ionenquelle hinweisen. Über die Ursachen lässt sich mit den vorliegenden Daten nur spekulieren. Wahrscheinlich ist eine Verformung des Gittersystems aufgrund der Aufheizung durch Strahlung aus dem Quellplasma und Plasma-Wand-Wechselwirkung am ersten und dritten, sowie durch den Fehlstrom über das zweite Gitter. Bei konstanter Anregungsleistung mag eine weitgehend kontante Plasmadichte vorliegen, durch Veränderung der Gittergeometrie wird jedoch von der ursprünglichen Strahlgeometrie abgewichen. Durch Anpassung der Quelldichte kann diesem Effekt möglicherweise effektiv begegnet werden, evtl. durch Verformung des Plasma-Meniskus. Für beide Regelmodi dürfte gelten, dass mittels Anpassung der Extraktionsfeldstärke über U_A eine Steigerung der Stabilität erreichbar ist. Eine Fein-Regelung mittels U_A ist im vorliegenden System allerdings nicht implementiert.

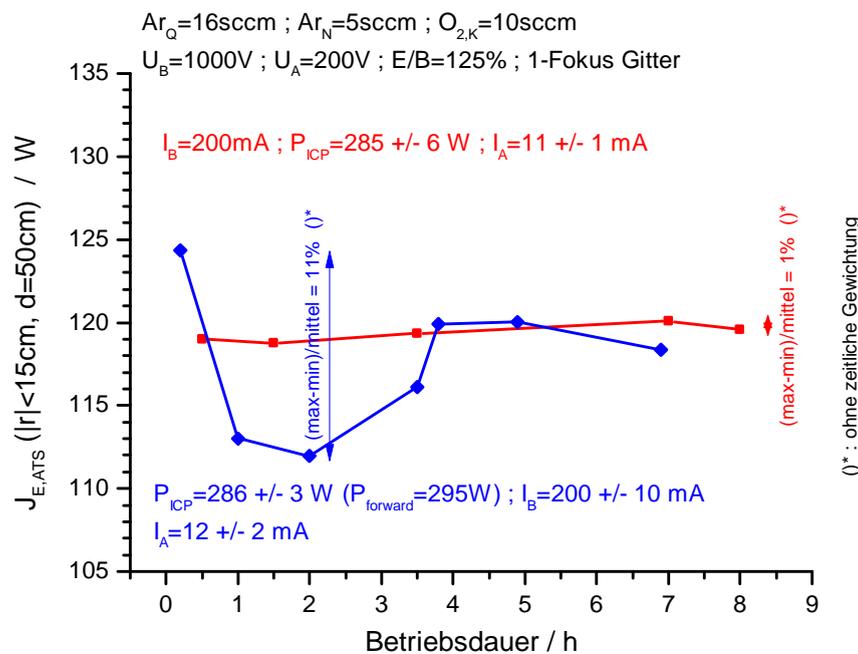


Abbildung 166: Zeitliche Variation der Strahlleistung an der Messposition für zwei Regelungs-Modi: konstanter Strahlstrom gegenüber konstanter Anregungsleistung des Quellplasmas. Die Linie dient jeweils nur zur Verdeutlichung der Zugehörigkeit der Datenpunkte und zeigt den vermuteten zeitlichen Verlauf von $J_{E,ATS}$.

6.6.4 Schlussfolgerungen für den Betrieb der Ionenquelle im IBS-Verfahren

Die in den vorherigen Abschnitten beschriebenen Erkenntnisse werden hier zusammengefasst und deren Bedeutung für den IBS-Prozess diskutiert. Nach Berücksichtigung der Grundlagen entsteht der Eindruck, dass für die Entwicklung von Gittersystemen primär Simulationswerkzeuge eingesetzt werden. Durch Effekte des Betriebs, wie minimale Verformung der Gitter durch Erwärmung oder Abtrag des Gittermaterials und Details der Plasmen im Quellbereich und in der Beschichtungskammer, sind Abweichungen der realen von der berechneten Strahlgeometrie zu erwarten. Vor diesem Hintergrund wird verständlich, dass für die untersuchte Ionenquelle herstellerseitig keine präzisen Angaben zum Strahlprofil vorliegen. Die Empfehlungen für einige Betriebsparameter, wie Strahlstrom

und Abschirmspannung, sind unzureichend zur Konfiguration eines bestimmten Targetabtrags.

Mittels der aktiven Thermosonde ist eine prozesskompatible Untersuchung der Ionenstrahlgeometrie gelungen. Das Radialprofil der Energieflussdichte kann in sehr guter Näherung mit einer Lorentz- (1-Fokus Gitter) oder einer Gauss-Funktion (3-Fokus Gitter) beschrieben werden. Es ergeben sich vergleichbare Strahlcharakteristika für inerte Gase (Ar, Xe – letzteres nicht in Abschnitt 6.6.2 aufgeführt, da vergleichbar mit Argon) und molekulare Gase (hier O₂). Die Strahldivergenz steigt bei konstantem Strahlstrom mit zunehmender Abschirmspannung, Strahlenergie und dem Druck im Quellbereich. Insbesondere der Druck in der Quelle bedingt bei gefordertem Strahlstrom eine spezifische Anregungsleistung, die wiederum die Elektronen und Ionenparameter beeinflusst. In der vorliegenden Anordnung liegt eine starke Strahldämpfung aufgrund eines relativ hohen Kammerdrucks von $p \approx 100$ mPa vor. Diese Dämpfung ist das Resultat der Wechselwirkung zwischen Ionenstrahl und Hintergrundgas und ist unabhängig vom verwendeten Gittersystem. Eine hohe Stabilität der Strahlleistung mit einer Variation $< 1\%$ über mehrere Stunden Betriebsdauer kann erreicht werden, indem der Strahlstrom über Anpassung der Anregungsleistung des Quellplasmas konstant gehalten wird.

Die gewonnenen Erkenntnisse ermöglichen eine Optimierung bestehender IBS-Prozesse. Sofern in der entsprechenden Produktionsanlage die geometrischen Verhältnisse betreffend Quelle, Target und Substrat feststehen, kann über die Konfiguration der Ionenquelle eine Anpassung des Sputterprofils vorgenommen werden. Während die vorliegenden Daten bereits eine tendenzielle Optimierung ermöglichen, wird der Einsatz der ATS in einem produktiven System empfohlen. Da die Profilform bekannt ist, würden bereits punktuelle Messungen Aufschluss über die Strahlgeometrie geben. Um eine Belastung und Zerstäubung von Komponenten ausserhalb des Targets zu vermeiden, erscheint es sinnvoll, eine eher geringe Ionenenergie und niedrige Abschirmspannungen zu nutzen, um die Strahldivergenz einzuschränken. Anstelle eines hohen Quellendrucks, sollte dieser reduziert und die Anregungsleistung erhöht werden, um den geforderten Strahlstrom zu erhalten. Der resultierende geringere Kammerdruck führt zu einer Reduktion der Strahldämpfung und steigert somit die Effizienz des Prozesses.

Die Messung der Energieflussdichte kann keinen Aufschluss über die Zusammensetzung des Ionenstrahls geben. Mit der plausiblen Annahme, dass die Verteilung der Spezies unabhängig von der Strahlrichtung und gleichmässig bezogen auf das Energiespektrum ist, sollte $j_{E,ATS}$ unter Berücksichtigung des Einfallswinkels proportional zur Sputterrate an der Targetoberfläche sein. Aufgrund der Prozess-Kompatibilität der ATS ließe sich diese These in der konkreten Anwendung prüfen. Weitere Fragestellungen, wie die der Gittererosion oder der Bestimmung von Plasmaparametern in der Quelle und im Rezipienten, verlangen separate diagnostische Aufbauten, die im Rahmen der unterstützenden Tätigkeit des INP nicht mit den im Projekt vorgesehenen technischen und personellen Mitteln umzusetzen waren.

7 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Der Finanzierungsplan wurde ursprünglich für den Zeitraum 5/2009 - 4/2012 entworfen. Die konkrete Entwicklung des Verbundprojekts führte zu einer zweimaligen zuwendungsneutralen Verlängerung von jeweils einem Jahr bis 4/2014. In Tabelle 6 sind die Finanzdaten des Teilvorhabens für den gesamten Zeitraum in den wesentlichen Positionen zusammengefasst. Ausgaben für wissenschaftliches und technisches Personal bilden mit 64% der Zuwendung die größte Position. Bis zum Ende der regulären Projektlaufzeit waren durchgehend zwei Wissenschaftler und ein Techniker beschäftigt. Zwischenzeitlich wurden bis zu zwei Wissenschaftler für spezielle Aufgaben zu den Projektarbeiten hinzugezogen. In der zuwendungsneutralen Verlängerung konnten weiterhin ein Wissenschaftler und ein Techniker bis Mitte 2013 finanziert werden. Demnach wurde die zweite zuwendungsneutrale Verlängerung des Projekts weitgehend ohne Personalmittel bestritten und weitere Arbeiten entsprechend nur mit geringem Personaleinsatz verfolgt.

Wesentliche Investitionen, die als gesamter Posten 27% der Zuwendung ausmachen, wurden in den Jahren 2009 und 2010 getätigt. Als grundlegende technische Voraussetzung zur Umsetzung der Projektziele wurde eine aufbereitete PIAD-Anlage (Syrus 1105, LC-III, Leybold Optics GmbH) mit einem Investitionsvolumen von ca. € 207.000,- beschafft. Weiterhin wurde zur Charakterisierung der optischen Schichten ein Spektralphotometer (Shimadzu UV-2450, Kosten ca. € 11.600,-), sowie ein Sourcemeter (Keithley 2410, Kosten ca. € 7600,-) für den Aufbau der GFEA-Diagnostik angeschafft. Kleingeräte und weitere Gerätschaften und Messtechnik dienten zum Aufbau der Diagnostikaustattung der Bedampfungsanlage. Zum Betrieb und Wartung der PIAD-Anlage wiederum wurden entsprechende Verbrauchsmaterialien benötigt. Des Weiteren wurden Aufträge für technische Installationen, wie Vorbereitung der Laborräume und Aufbau und Inbetriebnahme der Anlagentechnik vergeben.

Personal		
0812	Beschäftigte E12-E15	€ 463.152,54
0817	Beschäftigte E1-E11	€ 137.738,32
Sachausgaben		
0831	Gegenstände bis € 410,-	€ 2.489,49
0835	Vergabe von Aufträgen	€ 38.658,05
0843	Verbrauchsmittel	€ 26.680,90
0846	Dienstreisen	€ 16.949,98
Investitionen		
0850	Gegenst. u. and. Investitionen	€ 252.896,37
Summe		€ 938.565,65
Zuwendung		
0864	Bundesmittel	€ 938.565,00

Tabelle 6: Finanzdaten des Teilvorhabens im Verbundprojekt PluTO, Zeitraum 5/2009-4/2014.

8 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Sowohl die technologisch-wissenschaftlichen, als auch die wirtschaftlichen Risiken, welche dieses Projekt beinhaltete, ließen sich aus eigenen Mitteln, d.h. ohne öffentliche Förderung, nicht völlig abdecken.

Bereits vor dem Projektstart war deutlich, dass die über die Grundausrüstung sichergestellte Kernkompetenz des INP, die Plasmaanalyse und Plasmatechnik, für eine erfolgreiche Bewältigung der Projektaufgaben umfassend für das Anwendungsfeld *Optische Technologien* erweitert werden muss. Dies bedurfte zwingend der Zusammenarbeit in einem Forschungsverbund und der Inanspruchnahme zusätzlicher Fördermittel.

Für den Erfolg des Vorhabens war es entscheidend, dass die experimentellen Untersuchungen zur Plasmadiagnostik und zur Schichtherstellung nicht nur in industrietauglichen Anlagen geführt werden, sondern in Anlagen, wie sie tatsächlich in der Produktion genutzt werden. Nur auf diese Weise konnten auch realistische Schichtabscheidungsprozesse studiert und gute Voraussetzungen für eine Übertragbarkeit der Ergebnisse zu anderen Anlagen / Partnern geschaffen werden.

Selbst dann war der Umfang der Aktivitäten, die erforderlich waren, um hier mit Unterstützung der Projektpartner tatsächliche Vergleichbarkeit herzustellen, erheblich. Immerhin handelte es sich bei den hier zu erzielenden Schichtqualitäten nicht um andernorts oft akzeptable Qualitäten, sondern um optische Hochleistungsschichten mit einzigartig hohen Anforderungen an die Schichtparameter und deren Reproduzierbarkeit. Somit hat sich der Erwerb der Beschichtungsanlage *Syrus 1105* zu Beginn des Projektes selbst in Anbetracht dessen, dass sie, wie eben reale Optik-Technologie-Anlagen, eine relativ große Investition darstellt, als notwendiger, sinnvoller und angemessener Schritt erwiesen.

Es soll an dieser Stelle auch nicht unerwähnt bleiben, dass die Forschungsaufgabe durch eine komplexe Verknüpfung der plasmatechnischen mit den Schichtparametern charakterisiert ist, wodurch ein hoher Aufwand betrieben werden musste zur Erfassung dieses Zusammenhangs. Die hohe Anzahl relevanter Parameter wird deutlich, wenn man betrachtet, dass allein 8 makroskopische Plasmaquellen-Parameter zu berücksichtigen sind, dazu die 3 Ionenstrahl-Parameter, Verdampfer-Parameter, Substrat-Parameter etc., welche sich zudem als stark vom allgemeinen Anlagen- und Quellenzustand abhängig gezeigt haben.

9 Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit entsprechend Verwertungsplan

Die Ergebnisse des Projektes haben einen direkten Einfluss auf weite Bereiche der modernen Technologien. Präzisions-Dünnschichtoptiken sind in solchen Gebieten unabdingbar wie: Information, Kommunikation, Messtechnik, Automotive, Luft- und Raumfahrt, Energie/Umwelt, Medizintechnik, Biotechnik, Grundlagenforschung und Astronomie. Hinzu kommt die direkte Verwertbarkeit der Ergebnisse im Bereich der Plasmaanlagentechnik.

Ganz explizit besitzen die im Verlauf des Projektes erreichten Resultate bezüglich ihrer Verwertbarkeit Relevanz für die folgenden Komplexe:

- *Verbesserte Prozesskontrolle:* Die praktische Umsetzbarkeit und Tauglichkeit der Konzepte zur Prozesskontrolle ist bereits beim Projektpartner IOF demonstriert worden. Die Konzepte lassen sich somit übertragen und bei weiteren Nutzern sowie Anlagenherstellern praktisch verwerten. Hier lassen sich die während des Projektverlaufs angemeldeten Schutzrechte vorteilhaft verwerten. Das Firmeninteresse an einer Übernahme solcher Steuerkonzepte konnte geweckt werden. Lizenzverträge oder weitere Verträge konnten noch nicht abgeschlossen werden.
- *Neuartige Beschichtungsprozesse:* Ausgehend von den verbesserten Regelungskonzepten werden nun auch vollkommen neuartige optische Funktionsschichten möglich. Dies findet allerdings zu großen Teilen direkt bei den Produzenten der optischen Schichten seinen Ausdruck.
- *Verbesserte Plasmaquellen:* In diesem Teilvorhaben wurden die Plasmaeigenschaften der in der Optischen Technologie am weitesten verbreitete PIAD-Plasmaquelle, der APSpro von Leybold Optics, erstmalig eingehend untersucht. Damit wurden den Quellenherstellern Wege für neue, noch leistungsfähigere IAD-Plasmaquellen aufgezeigt sowie auch Überlegungen zu völlig anderen Quellenkonzepten angestoßen. Das Interesse von Firmen an der Entwicklung verbesserter Quellenkonzepte konnte geweckt werden.
- *Neue, produktorientierte F&E-Vorhaben:* Ein wichtiges Projektziel, die Initiierung von industriegeführten Verbänden sowie weiteren produktorientierten Projekten ist mit dem Start des Projektes *PluTO+ 10/2014* bereits umgesetzt worden.
- *Ausstrahlung auf weitere Technologiefelder:* Erfahrungsgemäß werden anspruchsvolle Beschichtungstechnologien bzw. deren Know-How mit zunehmender Reife auch in benachbarten Technologien mit zunächst etwas geringeren oder anderen Qualitätsansprüchen angewendet und führen dort zu Innovationen. Dies sind im speziellen Fall solche Branchen wie die Architekturglas-Beschichtung, technische (Spezial-)Gläser oder die Solartechnik. Dort sind verwandte Plasmatechniken, wie das Sputtern, in großem Umfang in Gebrauch.
- *Schärfung des Forschungsprofils des INP:* Die im Projekt erreichten Resultate trugen wesentlich dazu bei, das INP Greifswald hinsichtlich seiner plasmaanalytischen und beschichtungstechnischen Kompetenz stärker in den einschlägigen Technologiesegmenen positionieren zu können. Dies zeigt sich neben den vertieften Beziehungen zu

den Partnern des Konsortiums auch in den zahlreichen neuen fachlichen Kontakten zu Spezialisten in der Beschichtungs- und Anlagenbranche mit Impulsen für Folgeaktivitäten, welche sich thematisch in naher Verwandtschaft zum PluTO-Teilprojekt befinden und somit die Erforschung von Plasmaprozessen für die Herstellung von Dünnschichtoptiken zu einem wesentlichen Schwerpunkt der Forschung innerhalb des INP Greifswald werden ließen und damit die Position des INP für eine erfolgreiche Einwerbung von Drittmitteln auf diesem Sektor stärken.

Als Indikator der aufgrund des Projektes verbesserten Sichtbarkeit des INP Greifswald im Sektor der optischen Beschichtungen können die Einladungen zu Vorträgen auf nationalen und internationalen Konferenzen dienen. Darüber hinaus fand und findet die wissenschaftliche Verwertung der Projektergebnisse in Form von wissenschaftlichen Veröffentlichungen sowie Fachvorträgen statt. Angaben zu den Publikationen des Teilvorhabens sind in Abschnitt 11 aufgeführt.

Die Arbeiten des Teilvorhabens haben insgesamt zu drei Anträgen zu Schutzrechten, deren Lizenzierung angestrebt wird, geführt:

- **Patent DE 102011103464.5**

Dieses Patent beschreibt die Ausrüstung einer Plasmaquelle, welche einen thermionischen Elektronenemitter verwendet, mit einer Komponente zur Erhöhung der Stabilität der Entladung.

- **Gebrauchsmuster DE 202012102880.8**

Dieses Gebrauchsmuster beschreibt ein Verfahren zur nichtlinearen Kombination von Kontrollgrößen einer plasmatechnologischen Apparatur zu Zwecken der Prozessregelung.

- **DE-Patentanmeldung 102013110722.2**

Die Anmeldung hat zum Gegenstand ein elektrisches Sondenmesssystem, welches in Plasmen zur Schichtabscheidung eingesetzt werden kann. Das Verfahren befand sich zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Berichts noch in Verhandlung.

10 Während der Durchführung bekannt gewordener Fortschritt bei anderen Stellen

Die im Teilvorhaben verfolgten Themen umfassen die Bereiche Plasmaanalytik, Prozessregelung und im weiteren plasmagestützte PVD-Beschichtungstechnologien. Mit den erzielten Ergebnissen konnte der Kenntnisstand zum PIAD-Plasma erheblich erweitert werden. Das Vorhaben hat maßgeblich zur wissenschaftlichen Bearbeitung der aktuellen Fragestellungen zum PIAD-Verfahren beigetragen.

Trotz der Verbreitung der im Teilvorhaben untersuchten Plasmaquelle APS und ähnlicher Quellentypen, sind an anderer Stelle bisher keine detaillierten Untersuchungen zu Plasmakenngrößen durchgeführt worden, den Stand der Publikationen in diesem Themengebiet betrachtend. Im Verlauf des Teilvorhabens wurde seitens der Anlagenausrüster und Quellenentwickler auf neue Konzepte für IAD-Plasmaquellen hingewiesen. Hierbei handelt es sich um induktiv angeregte Quellen, die mittels zusätzlicher kapazitiver Kopplung und Verwendung eines einfachen Gitters einen Plasma-Ionenstrahl erzeugen. Das Konzept ist damit angesiedelt zwischen offenen Systemen wie der APS und geschlossenen Systemen wie etablierten IBS-Ionenquellen mit Mehrfachgittern. Nach ersten Informationen der Anwender bietet der neue Ansatz Vorteile gegenüber der APS, z.B. bezüglich Gasarten und Ionenenergiebereich, ohne jedoch Anwendungsbereiche der APS in jedem Fall übernehmen zu können. Bisher liegen keine Publikationen zu diesem Quellentyp vor, was vermutlich der Konkurrenzsituation unter verschiedenen Quellenherstellern zuzuschreiben ist.

Im Bereich der in-situ Plasmacharakterisierung und damit verbundener Regelungskonzepte sind Aktivitäten bekannt, die jedoch bisher keine direkte Anwendung für die im Teilvorhaben angestrebten Zielstellungen aufgezeigt haben. Hierzu zählt die zunehmende Verbreitung des Plasma-Emission-Monitoring in Beschichtungsprozessen. Die eingesetzten Verfahren basieren jedoch auf empirischen Ansätzen und bieten keine Detailinformationen zum Plasmazustand, d.h. die verfügbaren Signale sind nicht kalibriert und werden nicht mit Plasmakenngrößen in Beziehung gebracht, wie dies im Rahmen des Teilvorhabens angestrebt wurde.

Der Stand der Technik in der plasmagestützten Oberflächentechnologie ist generell dadurch gekennzeichnet, dass nur wenige Anwendungen auf diagnostische Verfahren zur aktiven Prozesskontrolle verweisen können. In der weit entwickelten Halbleiterfertigung werden zur Kontrolle plasmabasierter Prozessschritte, wie Abtrag oder Deposition von Schichten, Interferometrie und Emissionsspektroskopie, typischerweise zur Endpunktdetektion, eingesetzt. Ein für Produktionsanlagen verfügbares Verfahren zur Bestimmung von Plasmaparametern, primär der Elektronendichte, ist jenes der Self Excited Electron Plasma Resonance Spectroscopy (SEERS) [46], welches prinzipbedingt räumlich gemittelte Daten liefert. Konzepte zur Optimierung der Prozesse auf der plasmaphysikalischen Ebene werden aktuell erforscht [47].

Im Bereich der Präzisionsoptik ist die Entwicklung des *ion beam figuring* [48] zu nennen. Hier werden Ionenquellen zur Bearbeitung von Oberflächen der optischen Komponenten eingesetzt. Diese Anwendung dient der Vorbereitung der Optikelemente und ist nicht unmittelbarer Bestandteil der Prozesse zur Herstellung der Dünnschichtoptik. Denkbar ist, dass in zukünftigen Anwendungen diese Prozesse kombiniert zum Einsatz kommen werden. Die verwendeten Ionenquellen basieren auf etablierten Konzepten.

11 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen

11.1 Publikationen in Journalen

- [J1] B. Schröder, R. P. Brinkmann, J. Harhausen, A. Ohl, *Modeling and Simulation of the Advanced Plasma Source*, *Journal of Applied Physics* **10** (2011), 043305.
- [J2] O. Stenzel, D. Gäbler, S. Wilbrandt, N. Kaiser, H. Steffen, A. Ohl, *Plasma ion assisted deposition of aluminium oxide and aluminium oxifluoride layers for applications in the ultraviolet spectral range*, *Optical Materials* **33** (2011), 1681-7.
- [J3] J. Harhausen, I. Meyenburg, A. Ohl, R. Foest, *Characterization of the plasma plume of a PIAD plasma source by means of optical emission spectroscopy*, *Surface and Coatings Technology* **205(2)** (2011), S407-10.
- [J4] J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, A. Ohl, B. Schröder, *On plasma ion beam formation in the Advanced Plasma Source*, *Plasma Sources Science and Technology* **21**(2012), 035012.
- [J5] T. Styrnoll, J. Harhausen, M. Lapke, R. Storch, R.-P. Brinkmann, R. Foest, A. Ohl, P. Awakowicz, *Process diagnostics and monitoring using the multipole resonance probe in an inhomogeneous plasma for ion assisted deposition of optical coatings*, *Plasma Sources Science and Technology* **22**(2013), 045008.

11.2 Konferenzbeiträge

- [K1] A. Ohl, J. Harhausen, H. Steffen, M. Hannemann, K.-D. Weltmann, R. Foest, *Investigation of electrical parameters of an industrial plasma ion beam assisted environment*, 12th International Conference on Plasma Surface Engineering, 13.-17. September 2010, Garmisch-Partenkirchen, Posterbeitrag.
- [K2] J. Harhausen, R. Foest, I. Meyenburg, A. Ohl, H. Steffen, R. Wiese, *Niedertemperatur-Plasmen in der Feinoptik*, Symposium Plasmatechnik für die Optikherstellung, DPG Frühjahrstagung, 8.-12.3.2010, Hannover, eingeladener Vortrag, 8.3.2010.
- [K3] J. Harhausen, I. Meyenburg, A. Ohl, R. Foest, *Characterization of the plasma plume of a PIAD plasma source by means of optical emission spectroscopy*, 12th International Conference on Plasma Surface Engineering, 13.-17. September 2010, Garmisch-Partenkirchen, Posterbeitrag.
- [K4] J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, H. Steffen, *Untersuchungen zur Advanced Plasma Source – Plasmaexpansion und Konsequenzen für die Prozessführung*, Symposium Plasmadeposition von optischen und mechanischen Funktionsschichten, DPG Frühjahrstagung, 28.-31.3.2011, Kiel, eingeladener Vortrag, 29.3.2011.
- [K5] O. Stenzel, S. Wilbrandt, N. Kaiser, C. Schmitz, M. Turowski, D. Ristau, P. Awakowicz, R.-P. Brinkmann, T. Musch, I. Rolfes, H. Steffen, R. Foest, A. Ohl, T. Köhler, G. Dolgonos, T. Frauenheim, *Plasma and optical thin film technologies*, Advances in

- Optical Thin Films IV, M. Lequime, H. A. Macleod, D. Ristau (Eds.), Proceedings of SPIE Vol. **8168**, 8168 0L, 2011.
- [K6] M. Jupé, S. Malobabic, C. Schmitz, C. Gouldieff, H. Steffen, R. Wiese, D. Ristau, *Investigation of ion beam properties and coating material during IBS*, Advances in Optical Thin Films IV, M. Lequime, H. A. Macleod, D. Ristau (Eds.), Proceedings of SPIE Vol. **8168**, 8168 25, 2011.
- [K7] J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, A. Ohl, B. Schröder, *On Generation and Propagation of the Plasma Ion Beam for Plasma Ion Assisted Deposition (PIAD) of Optical Coatings*, 64th Gaseous Electronics Conference, 15.-18.11.2011, Salt-Lake-City, Vortrag, 15.11.2011.
- [K8] J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, *Determination of electron and ion energy distribution functions in a plasma ion assisted deposition (PIAD) process*, 64th Gaseous Electronics Conference, 15.-18. November 2011, Salt-Lake-City, Posterbeitrag.
- [K9] J. Harhausen, P. Awakowicz, R.-P. Brinkmann, R. Foest, K. Lapke, T. Musch, T. Mussenbrock, J. Oberrath, A. Ohl, I. Rolfes, Ch. Schulz, R. Storch, T. Styrnoll, *Process diagnostics and monitoring using the multipole resonance probe*, 64th Gaseous Electronics Conference, 15.-18. November 2011, Salt-Lake-City, Posterbeitrag.
- [K10] J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, H. Steffen, R.-P. Brinkmann, B. Schröder, D. Gäbler, N. Kaiser, O. Stenzel, S. Wilbrandt, *Charakterisierung von Plasmaprozessen zur ionengestützten Abscheidung (PIAD) optischer Schichten*, Symposium Plasma Deposition von funktionellen Schichten, DPG Frühjahrstagung, 12.-16.3.2012, Stuttgart, eingeladener Vortrag, 15.3.2012.
- [K11] J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, S. Gorchakov, A. Ohl, B. Schröder, *Interpretation of optical emission in a strongly inhomogeneous PIAD environment*, 13th International Conference on Plasma Surface Engineering, 10.-14.9.2012, Garmisch-Partenkirchen, Vortrag, 12.9.2012.
- [K12] J. Harhausen, R.-P. Brinkmann, R. Foest, S. Gorchakov, A. Ohl, B. Schröder, *Interpretation of optical emission in a strongly inhomogeneous PIAD environment*, 13th International Conference on Plasma Surface Engineering, 10.-14. September 2012, Garmisch-Partenkirchen, extended abstract.
- [K13] J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, *Untersuchungen an Plasma-Strahlquellen: Diagnostik zur orts aufgelösten Bestimmung der Elektronen- und Ionenenergie-Verteilungsfunktionen*, 5. Dt. Workshop Electric Propulsion der DGLR AG E, 6./7.11.2012, Göttingen, Vortrag, 6.11.2012.
- [K14] J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, D. Gäbler, N. Kaiser, O. Stenzel, S. Wilbrandt, R.-P. Brinkmann, B. Schröder, R. Storch, T. Styrnoll, *Diagnostik und Steuerung von PIAD-Prozessen*, Symposium Plasma und Optische Schichten, DPG Frühjahrstagung 25.2.-1.3.2013, Jena, eingeladener Vortrag, 26.2.2013.

- [K15] J. Harhausen, R. Foest, D. Loffhagen, A. Ohl, J. Schäfer, *Diagnostics and Monitoring of a Plasma Beam Source based on Optical Emission Spectroscopy*, 66th Gaseous Electronics Conference, Princeton, 30.9.-4.10.2013, Vortrag, 4.10.2013.
- [K16] J. Harhausen, D. Loffhagen, R. Foest, A. Ohl, Charakterisierung von Prozessen zur plasma-ionengestützten Schichtabscheidung, Symposium Plasma und Optische Technologien, DPG Frühjahrstagung 17.-21.3.2014, Berlin, eingeladener Vortrag, 18.3.2014.

11.3 Berichte und Lehre

- [B1] J. Harhausen, *Grundzüge der Plasmaspektroskopie*, Beitrag zur Projektbroschüre *Plasma und Optische Technologien*, 2010.
- [B2] I. Meyenburg, *Charakterisierung des Plasmas einer Niederdruck-Glühkathoden-Glimmentladung durch optische Emissionsspektroskopie*, Diplomarbeit, Ernst-Moritz-Arndt-Universität Greifswald 2011.

11.4 Geplante Veröffentlichungen

- [G1] B. Schröder, R.-P. Brinkmann, J. Harhausen, R. Foest, A. Ohl, *Influence of supersonic Ions and nonlocal Electron Kinetics on the Sheath Voltage in an expanding Plasma*, eingereicht zur Veröffentlichung in *Plasma Sources Science and Technology*, 28.7.2014.
- [G2] J. Harhausen, D. Loffhagen, R. Foest, *Interpretation of the optical emission of argon in the plume of the Advanced Plasma Source*, eingereicht zur Veröffentlichung in *Journal of Physics D: Applied Physics*, 20.8.2014.

Literaturverzeichnis

- [1] J. R. McNeil, G. A. Al-Jumaily, K. C. Jungling, A. C. Barron, *Appl. Opt.* **24**(4) (1985), 486-9.
- [2] D. Ristau, *Proceedings of Advances in Optical Thin Films*, SPIE [5963 pp13-1 to 13-12], 2005.
- [3] K. Matl, W. Klug, A. Zöller, *Mater. Sci. Eng. A* **140** (1991), 523-7.
- [4] A. Zöller, R. Götzelmann, K. Matl, and D. Cushing, *Appl. Opt.* **35**(28) (1996), 5609-12.
- [5] G. Atanassov, J. Turlo, J. K. Fu, and Y. S. Dai, *Thin Solid Films* **342**(1-2) (1999), 83-92.
- [6] W.-J. Liu, X.-J. Guo, and C.-H. Chien, *Surf. Coat. Technol.* **196**(1-3) (2005), 69-75.
- [7] S.-H. Woo and C. K. Hwangbo, *Surf. Coat. Technol.* **201**(19-20) (2007), 8250-7.
- [8] O. Stenzel, D. Gäbler, S. Wilbrandt, N. Kaiser, H. Steffen, and A. Ohl. *Opt. Mater.* **33**(11) (2011), 1681-7.
- [9] M. Zhu, K. Yi, D. Arhilger, H. Qi, and J. Shao, *Thin Solid Films* **540**(0) (2013), 17-22.
- [10] O. Stenzel, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42** (2009), 055312 (8pp).
- [11] S. Wilbrandt, O. Stenzel, and N. Kaiser, *Opt. Express* **18**(19) (2010), 19732-42.
- [12] O. Stenzel, et al., *Appl. Opt.* **50**(9) (2011), C69-C74.
- [13] R. Wiese, H. Kersten, M. Hannemann, V. Sittinger, F. Ruske, R. Menner, *Plasma Process. Polym.* **4** (2007), S527-30.
- [14] S. Bornholdt, T. Peter, T. Strunskus, V. Zaporojtchenko, F. Faupel, H. Kersten, *Surf. Coat. Technol.* **205** (2011), S388-92.
- [15] M. J. Druyvesteyn, *Z. Phys.* **64** (1930), 781.
- [16] M. Hannemann, P. Hardt, D. Loffhagen, M. Schmidt, and R. Winkler, *Plasma Sources Sci. Technol.* **9** (2000), 387-99.
- [17] M. Hannemann, *Contrib. Plasma Phys.* **48** (2008), 446-52.
- [18] G. D. Conway, A. J. Perry, and R. W. Boswell, *Plasma Sources Sci. Technol.* **7** (1998), 337-47.
- [19] Ch. Böhm and J. Perrin, *Rev. Sci. Instrum.* **64** (1) (1993), 31-44.
- [20] T. Baloniak, R. Reuter, Ch. Flötgen, and A. von Keudell *J. Phys. D: Appl. Phys.* **43** (2010), 055203.

- [21] Operating Manual Single Illuminator Integrating Spheres AQ-02465-000, Rev. 2, www.labsphere.com
- [22] E. de Hoffmann and V. Stroobant, *Mass Spectrometry - Principles and Applications* (Chichester: John Wiley & Sons Ltd.), 2007.
- [23] <http://www.hidenanalytical.com/en/docman/brochures/17-eqp-mass-and-energy-plasma-analyser-33mb>
- [24] O. Stenzel, *Das Dünnschichtspektrum: ein Zugang von den Grundlagen zur Spezialliteratur* (Berlin: Akademie Verlag), 1996.
- [25] O. Stenzel, *The Physics of Thin Film Optical Spectra - An Introduction* (Heidelberg: Springer), 2005.
- [26] O. Stenzel, S. Wilbrandt, K. F. Friedrich, N. Kaiser, *Vakuum in Forschung und Praxis* **21**(5) (2009), 15-23.
- [27] H. E. Gallagher, *J. Appl. Phys.* **40** (1969), 44-51.
- [28] D. M. Goebel and R. M. Watkins, *41st AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conf. and Exhibit (Tucson, AZ, 10-13 July 2005)*, AIAA 2005-4239.
- [29] S. Noll, *Diploma Thesis*, Fachhochschule Wiesbaden (1992).
- [30] W. M. Manheimer and R. F. Fernsler, *IEEE Transactions on Plasma Science* **29**(1) (2001), 75-84.
- [31] K. T. A. L. Burm, W. J. Goedheer, and D. C. Schram, *J. Appl. Phys.* **90**(5) (2001), 2162-8.
- [32] A. V. Arefiev and B. N. Breizman, *Phys. Plasmas* **15** (2008), 042109.
- [33] T. Schröder, *Diplomarbeit*, Ernst-Moritz-Arndt-Universität Greifswald (2009).
- [34] A. Meige, R. W. Boswell, Ch. Charles, *Phys. Plasmas* **12** (2005), 052317.
- [35] C. Charles, *Plasma Sources Sci. Technol.* **16** (2007), R1-R25.
- [36] M. A. Raadu and J. J. Rasmussen, *Astrophysics and Space Science* **144** (1988), 43-71.
- [37] N. Plihon, P. Chabert, and C. S. Corr, *Phys. Plasmas* **14** (2007), 013506.
- [38] C. Hayden, D. Gahan, and M. B. Hopkins, *Plasma Sources Sci. Technol.* **18** (2009), 025018.
- [39] U. Kortshagen, C. Busch, L. D. Tsendin, *Plasma Sources Sci. Technol.* **5** (1996), 1-17.
- [40] M. Hayashi, NIFS-DATA-72, National Institute for Fusion Science, Toki (2003).
- [41] Y. V. Ralchenko, R. K. Janev, T. Kato, D. V. Fursa, I. Bray, and F. J. de Heer, NIFS-DATA-59, National Institute for Fusion Science, Toki (2000).

- [42] S. Gorchakov, D. Uhrlandt, and D. Loffhagen 2006, *Phys. Rev. E* **74** (2006), 066401.
- [43] C. A. Davis, *Thin Solid Films* **226** (1993), 30-4.
- [44] M. Lapke, et al., *Plasma Sources Sci. Technol.* **20** (2011), 042001.
- [45] I. G. Brown (Ed.) 2004, *The Physics and Technology of Ion Sources* (Weinheim: WILEY-VCH)
- [46] M. Klick, M. Kammeyer, W. Rehak, W. Kasper, P. Awakowicz, G. Franz, *Surf. Coat. Technol.* **98** (1998), 1395-9.
- [47] T. Gans, D. O'Connell, V. Schulz-von der Gathen, J. Waskoenig, *Plasma Sources Sci. Technol.* **19** (2010), 034010.
- [48] M. Zeuner, S. Kiontke, *Optik & Photonik* **7(2)** (2012), 56-8.

Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN keine	Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) Schlussbericht
3. Titel Schlussbericht des Teilvorhabens Energie- und Teilcheneinstrom - Basisparameter der plasmagestützten Deposition optischer Schichten PluTO_PlasmaBasis im Verbundvorhaben Plasma und Optische Technologien PluTO	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)] Foest, Rüdiger Harhausen, Jens	5. Abschlussdatum des Vorhabens 30.4.2014
	6. Veröffentlichungsdatum 14.11.2014
	7. Form der Publikation -
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse) Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V. Felix-Hausdorff-Str. 2 17489 Greifswald	9. Ber. Nr. Durchführende Institution entfällt
	10. Förderkennzeichen 13N10462
	11. Seitenzahl 134
12. Fördernde Institution (Name, Adresse) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. Literaturangaben 53 (5+48)
	14. Tabellen 6
	15. Abbildungen 166
16. Zusätzliche Angaben keine	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum) Projektträger VDI Technologiezentrum GmbH, VDI-Platz 1, D-40468 Düsseldorf, 14.11.2014	

18. Kurzfassung

Im Rahmen des Förderprogramms *Optische Technologien* des Bundesministeriums für Bildung und Forschung wurde im Zeitraum 5/2009 bis 4/2014 das Verbundprojekt *Plasma und Optische Technologien PluTO* durchgeführt. Verbundpartner waren das Fraunhofer Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik (IOF), das als Koordinator fungierte, das Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V. (INP Greifswald), das Laserzentrum Hannover, Lehrstühle der Ruhr-Universität Bochum und das Bremen Center for Computational Materials Science. Ziel des Verbunds war die Verknüpfung der Expertisen aus Plasma- und Optikforschung. Die Hochleistungsverfahren zur Herstellung von Dünnschichtoptik *plasma ion assisted deposition* (PIAD) und *ion beam sputtering* (IBS) standen im Mittelpunkt der Arbeiten zur Charakterisierung der Prozessplasmen und der Schichtbildung mittels Diagnostik und Modellierung, sowie die Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Prozesse und Steigerung der Schichtqualität. Das am INP durchgeführte Teilvorhaben *Basisparameter der plasmagestützten Deposition optischer Schichten (PluTO_PlasmaBasis)* widmete sich überwiegend der Analyse der Prozessplasmen.

Der Projektplan beinhaltete Arbeitspakete zur Schaffung einer gemeinsamen Projektbasis, der Einrichtung der Prozessumgebung, der Etablierung von Beschichtungsprozessen, zu Aufbau und Nutzung angepasster Analyseverfahren, der Identifikation spezifischer Plasmakenngrößen und Aufbau von Monitorsystemen, zur Verwertung und Veröffentlichung der Forschungsergebnisse. Zur Umsetzung wurde am INP ein in der Industrie weit verbreiteter Typ einer PIAD-Anlage installiert und mit einem breiten Satz an Plasmaanalyseverfahren ausgestattet. Erstmals konnten für dieses Prozessplasma u.a. umfangreiche quantitative und orts aufgelöste Daten zu Elektronen- und Ionenkinetik, optischer Emission und Teilchen und Energieeinströmungen bestimmt werden. Insbesondere die Aufklärung des Funktionsprinzips der Plasmaquelle APS, zu der bisher keine detaillierten Angaben veröffentlicht worden waren, brachte wesentliche Erkenntnisse für das Beschichtungskonzept. Der konventionelle Anlagenbetrieb wurde schrittweise untersucht und über Schichtanalytik von Referenzsystemen die Reproduzierbarkeit systematisch gesteigert. Als besonderer Erfolg des Vorhabens ist die Einführung einer innovativen Quellenregelung zu nennen. Diese ermöglicht die Regelung der Ionenstrahlleistung mit nur geringen Änderungen an der Anlagensteuerung und bietet eine gesteigerte Reproduzierbarkeit sowie Übertragbarkeit auf andere PIAD-Anlagen. Die Überlegenheit des innovativen Ansatzes wurde vom Partner IOF bestätigt. Das Regelungsverfahren wurde als Gebrauchsmuster angemeldet und erteilt.

Die Arbeiten des Vorhabens wurden im Forschungsverbund unter Beteiligung eines Industriebeirats regelmäßig kommuniziert und deren Verwertbarkeit für aktuelle Rahmenbedingungen der Unternehmen diskutiert. Neben bilateralen Treffen wurde im Verbund ein Industrieforum abgehalten, das einem breiten Anwenderkreis Einblick in die Forschungen gewährte. Die Fortschritte des Verbunds, aus dem die Konzepte des Teilvorhabens bzgl. Regelung des PIAD-Prozesses positiv herausragten, konnten eine Reihe von Unternehmen zur Teilnahme an einem industriegeführten Verbundvorhaben bewegen. Ziel dieses Folgeprojekts ist die Implementierung der PluTO-Ergebnisse in die Produktion.

Die Publikationstätigkeit wurde kontinuierlich verfolgt. Auf renommierten nationalen und internationalen Fachtagungen wurden die Ergebnisse präsentiert, sowie in internationalen Journalen publiziert.

19. Schlagwörter

Dünnschichtoptik, funktionale Schichten, Plasmaquellen, Ionenquellen, plasmaionengestützte Deposition, Ionenstrahlzerstäuben, Plasmadiagnostik, Plasmacharakterisierung, Plasmamodellierung

20. Verlag
keiner

21. Preis
kostenfrei

Document Control Sheet

1. ISBN or ISSN None	type of document (e.g. report, publication) Final report	
3. title Schlussbericht des Teilvorhabens Energie- und Teilcheneinstrom - Basisparameter der plasmagestützten Deposition optischer Schichten PluTO_PlasmaBasis im Verbundvorhaben Plasma und Optische Technologien PluTO		
4. autor(s) [family name, first name(s)] Foest, Rüdiger Harhausen, Jens	5. end of project 4-30-2014	
	6. publication date 11-14-2014	
	7. form of publication -	
8. performing organization(s) (name, address) Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V. Felix-Hausdorff-Str. 2 17489 Greifswald	9. organizer's report no. none	
	10. reference no. 13N10462	
	11. no. of pages 134	
12. sponsoring agency (name, address) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. no. of references 53 (5+48)	
	14. no. of tables 6	
	15. no. of figures 166	
16. supplementary notes none		
17. presented at (title, place, date) Projekträger VDI Technologiezentrum GmbH, VDI-Platz 1, D-40468 Düsseldorf, 11-14-2014		

18. abstract

In the framework of the support programme *Optische Technologien* granted by the German Federal Ministry of Education and Research (BMBF) the collaborative research project *Plasma und Optische Technologien PluTO* has been conducted from 5/2009 to 4/2014. The group of collaborating partners was established by the Fraunhofer Insitute for Applied Optics and Precision Engineering (IOF), which acted as coordinator, the Leibniz Institute for Plasma Science and Technology (INP Greifswald), the Laserzentrum Hannover, several chairs of the Ruhr-University of Bochum and the Bremen Center for Computational Materials Science. To build an alliance of experts in plasma and optics research was the main motivation for this collaboration. The focus of research efforts was directed onto high performance techniques used for the production of thin film optics, namely *plasma ion assisted deposition* (PIAD) and *ion beam sputtering* (IBS). The works covered aspects of characterisation of process plasmas and thin film condensation by means of diagnostics and modelling, the improvement of repeatability of coating processes, as well as the advancement of thin film quality. At INP the subproject *Basisparameter der plasmagestützten Deposition optischer Schichten (PluTO_PlasmaBasis)* was dedicated mainly to the analysis of process plasmas.

Several working packages have been defined as part of the project schedule. Those covered the creation of a common foundation for the project, the constitution of a process environment, the establishment of coating processes, the assembly and application of adapted diagnostic techniques, the identification of specific plasma parameters and the installation of systems for process monitoring, and further the utilisation and publication of research results. In order to achieve the goals mentioned, a PIAD batch coater of a common industrial type has been installed at INP. This coating device has been augmented with a large set of plasma analysis techniques. Concerning this particular plasma process, a comprehensive set of quantitative and space resolved data was determined for the first time. The data includes electron and ion kinetics, optical emission, as well as particle and energy fluxes. Notably the elucidation of the functional principle of the plasma source *APS*, to which no detailed information had been published to date, gave substantial insights into the coating concept. By studying successively the conventional modes of coating operation and considering thin film properties generated in reference experiments, repeatability of the PIAD process could be improved considerably. The implementation of an innovative concept for plasma source control is understood as an outstanding achievement of the subproject. This concept allows the control of ion beam power and can be implemented by only minor modifications of the original control system. It provides improved repeatability and offers portability to other PIAD devices. The advantage of the new concept has been confirmed by cooperation partner IOF. A utility patent for this novel control concept has been registered for and granted.

Within the group of collaborating partners and under enlistment of an industrial advisory board, results have been discussed regularly with the focus put on utilisation regarding current problems and tasks encountered by the enterprises. Besides bilateral meetings the collaboration also organised a forum for the discussion of industrial demands, that gave insights to research results for a wide circle of interested users. Based on the advances achieved by the collaboration, one of which is the novel control concept developed by INP, a group of companies started the preparation of a collaborative research project under industrial leadership. This follow-up project is ment to transfer results of PluTO into the production environment.

Activities for publication have been undertaken continuously. Results have been presented on renowned national and international expert conferences, as well as published in international expert journals.

19. keywords

thin film optics, functional coatings, plasma sources, ion sources, plasma ion assisted deposition, ion beam sputtering, plasma diagnostics, plasma characterisation, plasma modelling

20. publisher
None

21. price
Free of charge