Analyse der Emissionscharakteristiken von Ionenquellen für hochwertige optische Beschichtungsprozesse

Von der Fakultät für Mathematik und Physik

der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften

Dr. rer. nat.

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Phys. Nils Beermann, MEngTM

geboren am 23.10.1974 in Neustadt am Rübenberge

2009

Referent: PD Dr. Detlev Ristau
Korreferent: Prof. Dr. Boris Chichkov
Tag der Promotion: 27.05.2009

Kurzzusammenfassung

Die Herstellung von komplexen und hochqualitativen Schichtsystemen für die Optik erfordert detaillierte Kenntnisse aller Teilvorgänge, aus denen sich der Gesamtbeschichtungsprozess zusammensetzt. Der Kondensation der Beschichtungsmaterialien auf dem Substrat kommt dabei eine besondere Bedeutung zu. Insbesondere sind die optischen und mechanischen Schichteigenschaften maßgeblich durch die Beaufschlagung mit energetischen Ionen während der Deposition einstellbar. Daher wurden in der Vergangenheit eine Vielzahl unterschiedlicher Ionenquellenkonzepte entwickelt, deren Emissionseigenschaften im Hinblick auf die aktuellen und zukünftigen Herausforderungen bei der Herstellung höchstpräziser und leistungsfähiger Funktionsschichten jedoch häufig nicht hinreichend bekannt sind. Diese Fragestellung wird von der vorliegenden Arbeit aufgenommen, die sich thematisch in die Prozessentwicklung und –Kontrolle ionenunterstützter Beschichtungen eingliedert.

In einem ersten Schritt wurde zunächst ein Faradaycup-Messsystem entwickelt, das es ermöglicht, die Quelleneigenschaften Ionenenergieverteilung und Ionenstromdichte räumlich aufgelöst zu vermessen. Im Anschluss erfolgte die eingehende Untersuchung der Ionenemission von sechs Stützquellen in Abhängigkeit der Betriebsparameter, so dass eine umfangreiche Datenbasis für die Prozessplanung und nachträgliche Analyse zur Verfügung steht. Die Auswertung der Ergebnisse stellt zum Einen die grundlegenden Zusammehänge zwischen den Betriebsparametern und den Emissionseigenschaften dar. Zum Anderen werden die Spezifika der einzelnen Quellen und deren Regelstrategien herausgestellt, und der Einfluss auf die Schichteigenschaften und die Produktionsausbeute diskutiert. Abschließend erfolgen eine Synthese der Ergebnisse und ein Ausblick auf Möglichkeiten für weiterführende Arbeiten.

Schlagworte: Dünnschichttechnologie, optische Schichten, Ionenquellen, Ionenenergieverteilung, Ionenstromdichteverteilung, Faradaycup, Ionunterstützte Beschichtung, IAD

Abstract

The production of complex high-quality thin film systems requires a detailed understanding of all partial processes. One of the most relevant partial processes is the condensation of the coating material on the substrate surface. The optical and mechanical material properties can be adjusted by the well-defined impingement of energetic ions during deposition. Thus, in the past, a variety of different ion sources were developed. With respect to the present and future challenges in the production of precisely fabricated high performance optical coatings, the ion emission of the sources has commonly not been characterized suffentiently so far. This question is addressed in the frame of this work which itself is thematically integrated in the field of process-development and -control of ion assited deposition processes.

In a first step, a Faraday cup measurement system was developed which allows the spatially resolved determination of the ion energy distribution as well as the ion current distribution. Subsequently, the ion emission profiles of six ion sources were determined depending on the relevant operating parameters. Consequently, a data pool for process planning and supplementary process analysis is made available. On the basis of the acquired results, the basic correlations between the operating parameters and the ion emission are demonstrated. The specific properties of the individual sources as well as the respective control strategies are pointed out with regard to the thin film properties and production yield. Finally, a synthesis of the results and perspectives for future activities are given.

Keywords: thin film technology, optical coatings, ion sources, ion energy distribution, ion current distribution, Faraday cup, ion assisted deposition, IAD

Inhalt

1. Einleitung 1
2. Ionenunterstützte Verfahren 4
3. Anforderungen an Ionenquellen in Beschichtungsprozessen 8
4. Schichteigenschaften und Prozesskontrolle 11
5. Ionenerzeugung in Stützquellen 14
   5.1. DC-Entladung 18
   5.2. RF-Entladung und Biasspannung 20
6. Faradaycup Messungen 25
   6.1. Dreidimensionale Messungen der Ionenemissionscharakteristik 26
      6.1.1. Auswertung der Messdaten 28
   6.2. Qualifikation des Faradaycup Messsystems 30
      6.2.1. Vergleich der gemessenen Stromdichten 30
      6.2.2. Ermittlung der Winkelabhängigkeit der Ionenenergieverteilung 31
      6.2.3. Transmission des Gittersystems 34
7. Charakterisierungsverfahren optischer Schichten 40
8. Gleichspannungsbetriebene Ionenquellen 43
   8.1. Arbeitsprinzip gleichspannungsbetriebener Ionenquellen am Beispiel einer offenen Quelle (Denton CC-105) 46
      8.1.1. Strom-Spannungs-Kennfeld, Gasfluss 46
      8.1.2. Variation des Entladungsstroms 48
      8.1.3. Einfluss des Filaments („Neutralisatordraht“) 49
9. Ionenstromdichteverteilung der offenen Ionenquelle Denton CC-105 50
   9.1. Mittlere Ionenstromdichte in Abhängigkeit der Betriebsparameter 51
   9.2. Homogenität der Ionenstützung über die Kalottenfläche 52
   9.3. Einfluss des Netzteils 53
10. Quellenprototyp einer offenen Quelle (Denton CC-206) 57
   10.1. Untersuchung der Oberflächen- und Schichtkontamination 59
11. Offene Ionenquelle Saintech ST2000 63
   11.1. Variation des Entladungsstroms 64

11.2. Variation der Entladungsspannung 66
12. DC-Ionenquelle/Plasmaquelle halboffener Bauart Leybold APSpro 68
12.1. Variation des Entladungsstroms 69
12.2. Variation der Biasspannung 70
12.3. Variation der Betriebsgasflüsse 71
12.4. Langzeitstabilität 74
12.5. Variation der Kathodenheizleistung 74
12.6. Ionenstromdichteverteilung 78
12.7. Stromdichteverteilung in Abhängigkeit der Betriebsparameter 82
12.7.1. Parametersätze 1-3 83
12.7.2. Parametersätze 3-5 84
12.7.3. Parametersätze 6-9 85
12.8. Einsatz der Quelle APSpro im Beschichtungsprozess 86
13. Induktiv-kapazitive RF-Quelle Leybold LION 89
13.1. RF-Leistung 91
13.2. Kapazitive Einkopplung 92
13.3. Gasfluss 94
13.3.1. Kapazitiver Mittenabgriff 95
13.4. Spulenstrom 96
13.5. Parameterstudien LION im Beschichtungsprozess 97
14. Kapazitiv gekoppelte Quelle IPT PBS-180 102
14.1. Nachweis der Stabilität 103
14.2. Variation der RF-Leistung 104
14.3. Variation der Ströme durch die Magnetspulen 105
14.4. Limitierungen des Ionenstroms in Abhängigkeit der Ionenergie 107
14.5. Parameterstudien mit planer RF-Elektrode 109
14.6. Ionenenergieverteilung im Niedrigenergiebereich 112
14.7. Fluoridische Schichtmaterialien: IPT-PBS180 115
15. Zusammenfassung und Ausblick 119
Anhang 1 Faradaycup Messungen 125
Anhang 1.1. Aufbau und Arbeitsweise des Messsystems 125
Anhang 1.2. Gewinnung und Aufbereitung der Messwerte 127
Anhang 2 Charakterisierungsverfahren Temperaturshiftmessung 130

Anhang 3	Messung der optischen Verluste nach ISO11551	134
Anhang 4	Messung der Leistungsverträglichkeit nach ISO 11254	135
Anhang 5	Literaturverzeichnis	136
Anhang 6	Lebenslauf	141
Anhang 7	Danksagung	142

1. Einleitung

Die Leistungsfähigkeit der optischen Bauelemente in weiten Bereichen der Forschung, Technologie und industriellen Anwendungen ist eng mit der optischen Dünnschichttechnologie verknüpft. Zum Einen werden technisch in höchstem Maße anspruchsvolle Optiken erst durch hochqualitative Beschichtungsprozesse ermöglicht. Hier sind insbesondere die auf der Verfügbarkeit komplexer optischer Filtersysteme beruhenden Fortschritte der Telekommunikation, der Lasertechnologie oder der Messtechnik zu nennen. Zum Anderen zeigt eine gezielte Nachfrage der Anwender mögliche Felder für eine systematische Verbesserung der Beschichtungstechnologie auf.

Auch wenn sich die Anwendungsfelder grob in die Bereiche Spitzenforschung, Hochtechnologie, anspruchsvolle Anwendungen mit mittlerer Stückzahl, sowie dem Massenmarkt unterscheiden lassen, so haben die jeweiligen zugrundeliegenden Herstellungs- und Beschichtungsprozesse eine Gemeinsamkeit. Obwohl das jeweilige Qualitätsniveau absolut gesehen unterschiedlich ist, ist es das Ziel sämtlicher Prozesse, die jeweils maximal mögliche Qualität zu erzielen. Diese maximal mögliche Qualität kann im Spitzenforschungsbereich die Forderung nach minimalen optischen Verlusten und höchster Laserzerstörfestigkeit bedeuten, während der Schwerpunkt eines Produktionsunternehmens etwa auf einer Maximierung der Ausbeute bei minimalen Qualitätseinbußen liegt. In beiden Fällen ist der Schlüssel eine optimierte Prozessführung und –Kontrolle, die jedoch spezielle Kenntnisse der einzelnen Prozessschritte und –Komponenten erfordert. Insbesondere wächst die Notwendigkeit einer umfassenden Datenbasis mit einer sinkenden Toleranz gegenüber Abweichungen stark an, besonders wenn das Resultat von Interdependenzen mehrerer Prozessparameter bestimmt wird.

Auf die in der optischen Beschichtungstechnologie angewandten Abstäubungs -und Verdampfungsverfahren, technisch unter dem Begriff „physical vapor deposition“ (PVD) zusammengefasst, trifft dies ausgeprägt zu. In der Vergangenheit konnte gezeigt werden, dass im PVD-Prozess durch eine zusätzliche Ionenbeaufschlagung der Schichten während des Aufwachsens entscheidende Verbesserungen erzielt werden konnten. Speziell Materialien für den sichtbaren bis mittleren Infrarotbereich weisen eine kompakte Schichtmikrostruktur auf und sind im Allgemeinen härter und stabiler gegenüber Umwelteinflüssen als konventionell hergestellte Schichten.

Diese Beständigkeit, insbesondere gegenüber Schwankungen der Temperatur oder der Luftfeuchte, ermöglicht nicht nur die Realisierung von aktuellen Filtersystemen mit extremer

spektraler Stabilität. Darüber hinaus werden ganze Produktklassen erst durch die Möglichkeit der reproduzierbaren Abscheidung von Materialien konstanter, festkörperähnlicher Dichte ermöglicht. Hier ist zu beachten, dass sowohl Abweichungen von der physikalischen Sollschichtdicke als auch des Brechwertes des Schichtmaterials zu Änderungen des spektralen Übertragungsverhaltens gegenüber den berechneten Sollwerten führen. Gegenwärtig ist es das Ziel, ein Prozent Fehler [14] mit Blick auf die optische Schichtdicke deutlich zu unterschreiten. Das Erreichen einer derartigen Genauigkeit ist derzeit sowohl durch die verfügbaren Messverfahren als auch durch die Auswertealgorithmen und Prozesskontrollstrategien limitiert, besonders da bereits kleinste Abweichungen vom verwendeten Schichtmodell zu schwer rückverfolgbaren Fehlern führen. Ionenquellen sind daher in thermischen Verdampfungsprozessen eine unverzichtbare Schlüsselkomponente, um die geforderten Eigenschaften der einzelnen Schichtmaterialien und des Gesamtsystems zu realisieren. Dies zeigt nicht nur die wachsende Anzahl sondern auch die steigende Diversifizierung der verfügbaren Quellentypen. Durch deren Integration in den Beschichtungsprozess vervielfacht sich jedoch die Anzahl der zu beherrschenden Prozessparameter. Auch wenn die ionengestützte Beschichtung in vielen Bereichen bereits Stand der Technik ist, so besteht weiterhin ein enormer Bedarf an einer verfeinerten Qualifizierung von Ionenquellen, um den stetig wachsenden Anforderungen auch zukünftig zu genügen.

Hier gliedert sich diese Arbeit ein. Die übergeordnete Zielstellung besteht in der detaillierten Analyse der Quellenemission in einem breiten Feld von Betriebsparametern. Ausgehend von diesen Ergebnissen sollen sowohl die Spezifika einzelner Quellen herausgestellt, als auch die verbindenden Elemente der Quellengattungen aufgezeigt werden. Im Besonderen sollen für die einzelnen Quellenkonzepte relevante Aspekte bezüglich der zeitlichen und räumlichen Ionenemission identifiziert werden, die vor dem Hintergrund von Toleranzabschätzungen und der Identifikation möglicher Abweichungen in fertig gestellten Schichtsystemen notwendig sind. Nicht zuletzt können diese Kenntnisse in verbesserte Regelstrategien umgesetzt werden. Experimentell wurden daher sechs Ionenquellen mit Blick auf die Anwendung in der Präzisionsoptik und Lasertechnik charakterisiert.

Eine Aufgabe der Prozessentwicklung ist es, Beschichtungsverfahren bereitzustellen, die es ermöglichen, sowohl die Schichteigenschaften als auch die Schichtdicken eines Schichtsystems definiert einzustellen. In Kapitel 2 sollen zunächst die Grundlagen des ionenunterstützten Beschichtungsverfahrens aufgezeigt werden, um die Möglichkeiten der Beeinflussung der Gefügestruktur im Hinblick auf mögliche Einsatzbereiche darzustellen. Die Anforderungen an die Schichteigenschaften ergeben sich häufig direkt aus der angestrebten Anwendung und bestimmen sowohl die Ansprüche an die notwendige Stabilität des Beschichtungsprozesses als auch an die eingesetzten Ionenquellen. In Abschnitt 3 wird

daher der Zusammenhang zwischen den Qualitätsansprüchen und den daraus erwachsenden Anforderungen an Ionenquellensysteme diskutiert.

Erst die gezielte Einstellung der Schichteigenschaften ermöglicht die erfolgreiche Umsetzung eines im Vorfeld berechneten Schichtdesigns. Vor diesem Hintergrund werden im Rahmen des 4. Kapitels Zusammenhänge zwischen dem Einsatz der Ionenstützung und der verbesserten Kontrolle der Schichteigenschaften aufgezeigt. Als weiteres Bindeglied zwischen der Sicht auf den Beschichtungsprozess und den folgenden experimentellen Untersuchungen wird die Erzeugung der Ladungsträger in DC- und RF-Entladungen im Kapitel 5 beschrieben, wobei der Aspekt der Deutung der experimentellen Ergebnisse im Vordergrund steht.

Das Werkzeug, um den folgenden experimentellen Schwerpunkt, den Einfluss der Betriebsparameter auf das Emissionsverhalten von Ionenquellen, darzustellen, ist ein zu Beginn dieser Arbeit entwickeltes Faradaycup-Messsystem. Dieses wurde im Besonderen im Hinblick auf die räumlich aufgelöste Messung der Ionenenergie- und –Stromdichtemessung konstruiert und qualifiziert, wie in Abschnitt 6 dargelegt wird.

Im Anschluss werden die detaillierten Untersuchungen zu den einzelnen Ionenquellen aufgezeigt. Um einen Überblick zu schaffen, werden jeweils die grundlegenden Abhängigkeiten der Ionenemission von den Betriebsparametern herausgearbeitet. Zudem werden Parallelen und Unterschiede zwischen den einzelnen Quellentypen herausgestellt. Wenn die Grundlagen der Ionenemission bekannt sind, können aufgrund des fortschrittlichen Entwicklungsstands der Ionenquellentechnologie häufig auch vergleichsweise komplexe Schichtsysteme erfolgreich realisiert werden. Eine weitere Erhöhung der Qualität, der Reproduzierbarkeit oder der Ausbeute erfordert jedoch eine verfeinerte Analyse der Parameterabhängigkeiten, wie sie hier dargestellt wird. Ein weiterer Aspekt, der letztendlich beachtet werden sollte, ist die Analyse der Schichteigenschaften im Nachgang des Beschichtungsprozesses. Auch hier kann ein möglichst umfangreiches Verständnis zu Verfahrens- und Qualitätsverbesserungen beitragen.

Den Abschluss bildet eine Zusammenfassung und Gegenüberstellung der Quellen sowie ein Ausblick auf mögliche zukünftige Entwicklungen und notwendige weiterführende Qualifizierungen im Rahmen der Prozessentwicklung.

2. Ionenunterstützte Verfahren

Eine Vielzahl aktueller Technologien, die sich vom Endanwender- bis hin zum Hochtechnologiebereich erstrecken, wird durch die moderne Optik erst ermöglicht. Häufig wird deren Fortschritt erheblich durch die Verfügbarkeit verbesserter Beschichtungsverfahren geprägt.

Zum Einen beruhen diese Verbesserungen auf der reproduzierbaren Realisierbarkeit von Schichten mit geringsten Übertragungsverlusten, hoher Leistungsfestigkeit sowie extremer Umweltstabilität. Zum Anderen wird die Herstellung von Schichtsystemen mit komplexem optischen Übertragungsverhalten erst durch die Stabilisierung und Optimierung von Prozessabläufen ermöglicht.

Auf beiden Ebenen kann ein weiterer Fortschritt nur auf der Basis einer optimierten Stöchiometrie und Gefügestruktur der optischen Schichten erfolgen.

Im Rahmen konventioneller Verfahren wird das Beschichtungsmaterial thermisch verdampft und kondensiert auf den zu beschichtenden Substraten. Die resultierenden Schichten weisen im Allgemeinen eine poröse Mikrostruktur auf. Zunächst bilden sich auf der Substratoberfläche Kristallisationskeime, an denen sich weitere schichtbildende Teilchen (auch als Adteilchen oder Admoleküle bezeichnet) anlagern können. Die Mobilität der Admoleküle ist jedoch aufgrund deren Energie von etwa 0,1 eV gering, so dass eine Migration auf der Oberfläche sowie eine Desorption von lose gebunden Teilchen unwahrscheinlich ist. Sowohl experimentelle Untersuchungen als auch numerische Simulationen zeigen, dass sich vornehmlich Schichten mit säulenförmiger (dendritischer) Struktur ausbilden [20].

Diese konventionellen Strukturen können die Anforderungen, die an aktuelle Hochleistungsschichten gestellt werden, nicht erfüllen:

- geringste Absorption
- geringste Streuung
- kompakte, homogene Schichtstruktur
- Eignung für hochpräzise optisch basierte Messverfahren der Schichtdicke
- keine Änderung des Brechungsindex von Charge zu Charge
- dickenunabhängiger Brechungsindex
- hohe mechanische Belastbarkeit
- geringe (oder zumindest kontrollierbare) mechanische Spannungen
- hohe Leistungsverträglichkeit

- hohe Resistenz gegenüber Temperaturschwankungen
- hohe chemische Resistenz
- hohe Resistenz gegenüber Umwelteinflüssen

Bereits früh [3] konnte gezeigt werden, dass sich eine verbesserte, kristallartige Struktur durch eine Erhöhung der Substrattemperatur erreichen lässt. Die notwendigen Temperaturen liegen jedoch, mit Blick auf mögliche Herstellungsverfahren, unpraktikabel nah an der jeweiligen Schmelztemperatur des Schichtmaterials. Im weiteren Verlauf wurde für Sputterprozesse [4] erkannt, dass eine Verbesserung der Gefügestruktur auch bei geringeren Temperaturen möglich ist, wenn die Energie der Adteilchen gesteigert wird.

Für die Herstellung hochqualitativer Schichtsysteme ist ein geringer Prozessdruck erforderlich, um Kontaminationen zu vermeiden. Daher haben sich im Wesentlichen zwei energiereiche Hochvakuumverfahren, das Ionenstrahlabstäuben (Ion Beam Sputtering, IBS) sowie das ionenunterstützte Beschichten (Ion Assisted Deposition, IAD), etabliert. Aktuelle Ergebnisse [6] von mithilfe des Magnetronsputterverfahrens hergestellten Schichten zeigen das mittlerweile erreichte hohe Qualitätsniveau auf, so dass sich für Substrate mit geeigneter Geometrie ein weiteres Alternativverfahren ergibt.

Während die beiden Sputterverfahren Adteilchen mit einer vergleichsweise hohen Energie (im Mittel 10 eV bis maximal ca. 40 eV) [7], [8] erzeugen, beruht die ionenunterstützte Beschichtung darauf, die aufwachsende Schicht niederenergetischen Beschichtungsguts mit energetischen Ionen zu beaufschlagen. Dieses Verfahren bietet aufgrund der geometrischen Gegebenheiten gegenüber der Sputtertechnologie sowohl Vorzüge mit Blick auf die weniger eingeschränkte Wahl der Substratgeometrie als auch der maximalen Substratgröße und -Anzahl und ist daher die derzeit am weitesten verbreitete Technologie für die Herstellung hochqualitativer Beschichtungen.

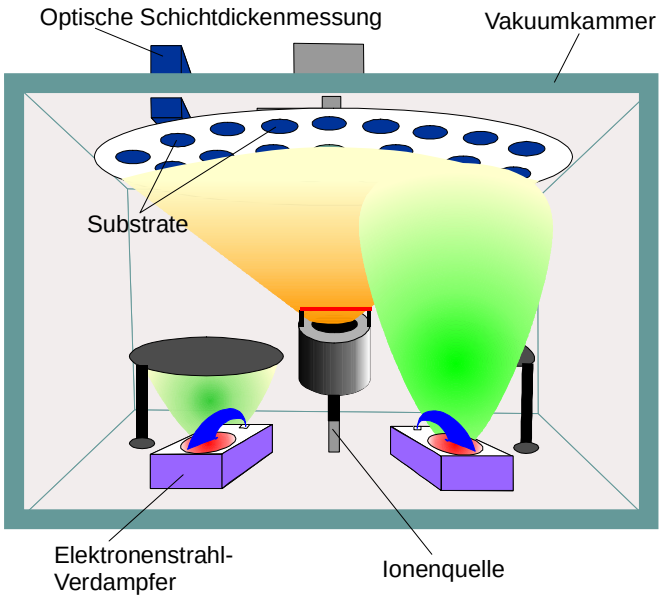


Abbildung 2.1: Schema eines IAD-Prozesses. Das Beschichtungsmaterial wird thermisch (hier durch Elektronenstrahlverdampfer) evaporiert und kondensiert auf den Substraten. Die aufwachsende Schicht wird durch die von der Ionenquelle emittierten Ionen beaufschlagt.

Abbildung 2.1 verdeutlicht IAD-Prozessführung schematisch. Das Beschichtungsmaterial wird durch ein thermisches Verfahren, mittels Elektronenstrahlverdampfer oder widerstandsbeheizt (sog. „Schiffchen“, nicht dargestellt), in die Gasphase überführt. Die Stützquelle emittiert Ionen, die die aufwachsende Schicht beaufschlagen.

Die energetischen Ionen bewirken ein verbessertes Schichtwachstum durch mehrere Prozesse. Die schichtbildenden Teilchen werden zunächst adsorbiert, diffundieren an der Oberfläche auf eine Anlagerungsposition oder werden wieder desorbiert [2]. Durch zusätzlichen Energieeintrag wird die Mobilität der Admoleküle erhöht, so dass diese auf der Schichtoberfläche eine im Vergleich zum konventionellen Prozess energetisch günstigere Position zur Anlagerung erreichen können. Durch den zusätzlichen Energie- und Impulseintrag wird die Desorption von lose gebundenen Teilchen verstärkt, wodurch Abschattungseffekte vermieden werden.

Nicht zuletzt dringen die in der Quelle erzeugten Ionen einige Nanometer in die aufwachsende Schicht ein [35]. Der Impuls wird auf die schichtbildenden Teilchen in einer Stoßkaskade übertragen, die zu Umordnungen innerhalb des obersten Schichtbereiches führt, während die kinetische Energie dissipiert wird [46].

Insgesamt wird somit eine kompakte Mikrostruktur erzielt, wobei die Festkörperdichte erreicht oder überschritten werden kann [22]. Daraus resultiert ein hoher Brechungsindex, der aufgrund der Homogenität der Struktur in Aufwachsrichtung und über den Ablauf vieler Chargen konstant ist.

Erst eine derartige kompakte Materialstruktur bildet die Grundlage für die Erreichung aktueller und künftiger Zielstellungen sowohl im Hinblick auf die maximale Qualität des jeweiligen Schichtmaterials als auch im Hinblick auf die Herstellung komplexer Schichtsysteme.

3. Anforderungen an Ionenquellen in Beschichtungsprozessen

Die ersten, später in Beschichtungsprozessen eingesetzten, Ionenquellen wurden in den 1960er Jahren als Triebwerke für die Weltraumfahrt entwickelt. Im Lauf der 1970er Jahre wurde Ionenquellen verstärkt in anderen Technologiefeldern, wie der Materialbearbeitung, genutzt, einige Jahre später wurden bereits erste ionengestützte Beschichtungen demonstriert [1].

Auch wenn die Möglichkeiten der Ionenstützung früh erkannt wurden, war die Einsetzbarkeit der Quellen hauptsächlich aufgrund des begrenzten Gesamtionenstroms limitiert. Noch in den 1980er Jahren war es im Allgemeinen nicht möglich, ionengestützte, thermisch verdampfte, Beschichtungen mit festkörperähnlicher Dichte großflächig (ca. 1,5 m² Kalottenfläche) herzustellen.

Da oxidische Materialien wie beispielsweise Titandioxid, Tantalpentoxid, oder Siliziumdioxid häufig verwendet wurden, wurden neben den Stützquellen auch Reaktivgasquellen entwickelt [1]. Diese sollten aktivierten oder dissoziierten Sauerstoff erzeugen, um die Stöchiometrie der Schichten zu verbessern und optische Verluste zu minimieren.

Aktuelle Quellen verbinden beide Entwicklungen. Einerseits ermöglichen sie die Verdichtung der Schichtstruktur durch den Eintrag von Energie und Impuls, andererseits kann häufig Gas zur Aktivierung eingelassen werden.

Für den Einsatz in hochqualitativen Beschichtungsprozessen ergeben sich folgende Anforderungen und Problemstellungen an eine Ionenquelle:

- Kontaminationsfreier Betrieb

  Der Betrieb der Quelle kann zu Abtrag von Quellenmaterial und Kontaminationen der aufwachsenden Schichten führen. Hier ist beispielsweise die bei DC-Quellen auftretende Elektrodendegeneration zu nennen: Energetische Ionen des Betriebsgas zerstäuben (sputtern) die Elektrode.

  Bei HF-angeregten Quellen mit nur einem Extraktionsgitter treten die beschleunigten Ionen durch die Gitteröffnungen aus, ein Teil des Ionenstroms beaufschlagt die Stege, die dadurch abgetragen werden.

  Bei Mehrgitterextraktionssystemen wird häufig das zweite Gitter von einem geringen Anteil des extrahierten Stroms beaufschlagt, wodurch dieses abgetragen wird.

Neben einer optimierten Konstruktion der betreffenden Bauteile sowie einer angepassten Materialwahl, kann die Wahl der Betriebsparameter entscheidend für die Lebensdauer dieser Komponenten sein.

- Hoher Gesamtionenstrom, hohe Ionenstromdichte:

  Die Aufwachsende Schicht wird durch Ionen beaufschlagt. Bei höheren Beschichtungsraten wird pro Zeiteinheit mehr Schichtmaterial deponiert. Entsprechend wird für dieselbe Stützungswirkung bei den angestrebten höheren Raten ein größerer Gesamtionenstrom benötigt.

- Angepasste, regelbare Ionenenergie:

  Der Verdichtungsmechanismus beruht hauptsächlich auf dem Impulsübertrag in die aufwachsende Schicht. Dabei dringen die Ionen abhängig von ihrer Masse und Energie in den obersten Bereich der Schicht ein und lösen eine Stoßkaskade aus [47].

  Bei mehrkomponentigen Materialien haben die Verbindungspartner im Allgemeinen eine unterschiedliche Sputtereffizienz [11], so dass eine Komponente, häufig der Sauerstoffverbindungsbestandteil, bevorzugt herausgeschlagen [12] wird. Eine absorbierende unterstöchiometrische Schicht verbleibt.

  Häufig können Ionenstromdichte und Ionenenergie nicht unabhängig voneinander geregelt werden. Eine höhere Ionenstromdichte ist dann nur bei gleichzeitiger Erhöhung der Ionenenergie erreichbar.

- Wahl der Gasart:

  Wie bereits dargestellt wurde, ist die Bereitstellung von aktiviertem Sauerstoff, oder allgemein Reaktivgas, vorteilhaft für die Ausbildung einer stöchiometrischen Schicht.

  Empfindliche Quellenkomponenten sind jedoch vor Reaktivgas zu schützen. Beispielsweise wird die heiße Kathode bei der Leybold APS/APSpro-Quelle mit dem Inertgas Argon betrieben, während Sauerstoff am rezipientenseitigen Ende des Anodenrohrs zugeführt wird.

- Gasfluss:

  Das Pumpsystem einer Beschichtungsanlage ermöglicht den erforderlichen Arbeitsdruck bis zu einem maximalen Gasfluss. Darüber hinaus ist durch den Druckanstieg mit einer Verschlechterung der Schichtqualität zu rechnen, da die mittlere freie Weglänge sinkt und somit Stoßprozesse von schichtbildendem Material sowie stützenden Ionen mit dem Hintergrundgas zunehmen.

- Positionierbarkeit der Quelle:

  Aufgrund des Extraktionssystems und der Betriebsparameter stellt sich, wie von Elektronenstrahlverdampfern bekannt ist [10], [61], eine näherungsweise keulenförmige Ionenstromdichteverteilung der Quelle ein. Abhängig von dieser Ionenstromdichteverteilung und der geometrischen Anordnung der Quelle zu den zu beschichtenden Substraten existiert eine bestmögliche Quellenausrichtung, die zu einer im Mittel (nahezu) gleichen Beaufschlagung aller Substrate führt.

  Insbesondere kompakte DC-Nachrüstquellen bieten die Möglichkeit der freien Positionswahl innerhalb der Beschichtungsanlage. Im Gegensatz dazu bietet beispielsweise die Leybold LION-Quelle durch gezielte Drehung des in einer Richtung gekrümmten Extraktionsgitters die Möglichkeit, die Stromdichteverteilung anzupassen.

- Stabiler Betrieb:

  Nicht zuletzt ist ein stabiler Betrieb zu fordern. Dies bezieht sich nicht nur auf die Funktion über einen möglichst weiten Parameterbereich, sondern auch auf die zeitliche Konstanz. Mit zunehmender Komplexität nimmt auch die Gesamtschichtdicke und somit die für die Beschichtung eines Systems benötigte Dauer zu. Darüber hinaus sollte keine Langzeitdrift der charakteristischen Größen Ionenenergieverteilung und Ionenstromdichteverteilung nachweisbar sein. Diese könnte beispielsweise durch fortschreitenden Elektrodenabbrand oder auch Kontaminationseffekte verursacht werden.

4. Schichteigenschaften und Prozesskontrolle

Einerseits ermöglichen verbesserte Schichteigenschaften Fortschritte im Rahmen der Prozesskontrolle. Andererseits kann eine präzisere Kontrolle des Beschichtungsprozesses eine Verbesserung der Schichteigenschaften bewirken. Zusammen mit der Diskussion der Vorteile hochqualitativer Schichten soll daher ergänzend die Verbindung beider Aspekte anhand von praktischen Überlegungen erörtert werden.

Ionenquellen können häufig mit Reaktivgas oder einer Mischung aus Inertgas und Reaktivgas betrieben werden. Insbesondere bei der Herstellung von oxidischen Schichtmaterialien kann durch die Verwendung von Sauerstoff als Reaktivgas eine gute chemische Schichtkomposition (Stöchiometrie) durch eine effiziente Absättigung offener Bindungen erreicht werden [9], so dass Schichten mit extrem geringer Extinktion hergestellt werden können. Die Zusammensetzung der Schicht wird durch den Einsatz von Reaktivgas nahezu unabhängig von der Stöchiometrie des Ausgangsmaterials, die sich im Laufe eines Beschichtungsprozesses durch Anreicherung einer bestimmten Phase (im Tiegel oder Schiffchen) verändern kann. Beispielsweise kann Siliziummonoxid als Ausgangsmaterial für die Herstellung von Siliziumdioxid verwendet werden [15].Durch die Verbreiterung des stabilen Bereiches wird die Prozesskontrolle verbessert.

Besonders hohe Ionenenergien führen bei den weitverbreiteten Oxiden zu einem bevorzugten Abtrag („preferential Sputtering“, [11]) des Sauerstoffverbindungsbestandteils und infolgedessen zu einer erhöhten Extinktion. In der Frühphase des ionenunterstützten Beschichtens konnte dieser Effekt aufgrund der mit Inertgas betriebenen Quellen deutlich beobachtet werden [35]. Aktuelle Ergebnisse [36] zusammen mit den Ergebnissen dieser Arbeit (Kapitel 13) deuten darauf hin, dass bei einem Betrieb der Ionenquellen mit reinem Sauerstoff die durch das preferential Sputtering bedingten Defizite durch eine sofortige Absättigung wieder ausgeglichen werden. Somit können auch höhere Ionenenergien als bisher üblich eingesetzt werden, wodurch die Auswahl an möglichen Stützquellen erhöht wird.

Die spektralen Eigenschaften von konventionell hergestellten Schichten ändern sich beim Belüften der Beschichtungsanlage durch das Eindringen von Wasser in die poröse Struktur. Da sich infolge der Wassereinlagerung in die Schichten der jeweilige mittlere Materialbrechwert im Allgemeinen erhöht, verändern sich die optischen Übertragungseigenschaften. Eine Erhöhung der Brechungsindices bei konstanter physikalischer Dicke erzeugt eine größere optische Weglänge, so dass die spektrale Charakteristik in Richtung größerer

Wellenlängen verschoben erscheint. Des Weiteren verändert sich das Übertragungsverhalten bei hohen Temperaturen oder Temperaturveränderungen durch Schwankungen des physisorbierten Wasseranteils, so dass derartige Schichtsysteme nicht eingesetzt werden können, wenn eine extreme Stabilität gefordert ist. Als Anwendungsbeispiele sind hier steile Kantenfilter für Messanwendungen und schmalbandige Filter für die Datenübertragung per Lichtleiter zu nennen.

Die Ionenstützung ermöglicht die Herstellung kompakter Schichten, so dass eine Änderung der optischen Eigenschaften aufgrund von Wassereinlagerung beim Übergang zwischen Vakuum und Atmosphäre nicht messbar ist. Mithin sind die optischen Eigenschaften innerhalb des Rezipienten und innerhalb der Anwendung nahezu identisch. Mit Blick auf die Prozesskontrollstrategie ergibt sich somit ein entscheidender Vorteil. Bereits während der Herstellung kann die spätere Leistungsfähigkeit des Systems beurteilt werden. Daraus folgt unmittelbar, dass etwaige Schichtdickenfehler, wie sie bei komplexen Schichtdesigns entstehen können, nötigenfalls noch im Verlauf des Beschichtungsprozesses ausgewertet und das Zieldesign durch Änderung der verbleibenden Schichtdicken angepasst werden kann. Die Zielvorgabe kann somit erreicht und Ausschuss vermindert werden.

Schichten mit poröser Mikrostruktur bilden durch die Einlagerung von Wasser OH-Banden aus, die eine intensive Absorption, insbesondere im Mittleren Infrarotbereich (MIR) bei Wellenlängen von etwa 2,7 µm bis 3,5 µm, zur Folge haben. Anhand von ionengestützt hergestellten Schichten kann gezeigt werden, dass sich die Ausbildung dieser OH-Banden unterdrücken lässt [16], so dass diese Schichten auch intensiver Laserbeaufschlagung in diesem für z.B. medizinische Anwendungen relevanten Wellenlängenbereich standhalten.

Schichten mit poröser Mikrostruktur bestehen häufig aus nebeneinander angeordneten Säulen. Die Ausprägung von Van-der-Waals Kräften zwischen diesen Säulen resultiert im Aufbau von (Zug-) Spannungen. Hohe Spannungen können bei dicken Schichtsystemen oder mechanischer Beanspruchung zur Bildung von Rissen oder gar zu Schichtablösungen führen. Durch Ionenstützung kann die Spannung durch die Modifikation der Schichtmikrostruktur gezielt beeinflusst werden. Während viele Materialien ohne oder bei nur geringer Stützung Zugspannungen zeigen, ermöglicht eine steigende Stützung die Herstellung von spannungsfreien, eine abermals stärkere Stützung die Erzeugung von kompressiven Spannungen. Insgesamt können durch gezielte Anpassung der Stützung an die Materialien und das Schichtdesign Beschichtungen mit hoher Haftfestigkeit, mechanischer und thermischer Beständigkeit realisiert werden.

Nicht zuletzt kann die Dauer eines Beschichtungsprozesses durch den Einsatz von Ionenstützung minimiert werden, da häufig auf eine zusätzliche Substratheizung verzichtet werden kann.

5. Ionenerzeugung in Stützquellen

Die in der Dünnschichttechnologie für die Ionenstützung oder für das Ionenstrahlzerstäuben gebräuchlichen Quellen beruhen auf der Erzeugung eines Plasmas. Insgesamt erfolgt die Ionenextraktion aus einem Volumenbereich (Quelle) mit, im Vergleich zum restlichen Rezipienten, hoher Plasmadichte. Die Beschleunigung und somit auch die Energie dieser Ionen wird durch die Bauart der verwendeten Ionen- oder Plasmaquelle bestimmt. Insbesondere bedeutet dies, dass die Energie der auf das Schichtmaterial oder Target auftreffenden Ionen (der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Quellen) nicht maßgeblich durch eine Randschicht zwischen Plasma im Rezipienten und Werkstück bestimmt wird.

Aktuelle ionenunterstützten Prozesse erlauben eine Verdichtung der Schichten auf ein Maß oberhalb der Festkörperdichte. Im Gegensatz zu nicht vollständig verdichteten Schichten ist daher die Schwankung der optischen Eigenschaften, insbesondere des Brechwerts, gering. Der Einfluss von Parametervariationen auf die Schichteigenschaften ist vor dem Hintergrund unbekannter statistischer und auch systematischer Fehler schwer nachweisbar. Mit Blick auf die Wechselwirkung eines sich im Rezipienten ausbildenden Hintergrundplasmas mit den aufwachsenden Schichten existieren daher für aktuelle Prozesse kaum gesicherte Kenntnisse. Aufgrund der Dominanz der Wechselwirkung der energetischen Ionen mit den aufwachsenden Schichten gegenüber anderen Einflüssen im Beschichtungsprozess, konzentriert sich diese Arbeit auf die Charakterisierung der Ionenquellen anhand der Bestimmung der Ionenenergieverteilung in Abhängigkeit der Betriebsparameter. Auf die Ermittlung von Kenngrößen eines eventuelle vorliegenden Hintergrundplasmas, insbesondere des Plasmapotenzials, der Elekronentemperatur oder der Plasmadichte, wird im Rahmen dieser Arbeit verzichtet. Die Bedeutung der plasmaphysikalischen Grundlagen für den Beschichtungsprozess erschließt sich jedoch im Bereich der Ionenerzeugung durch die Ionen- oder Plasmaquellen. Hier ist ein grundlegendes Verständnis notwendig, um die Zusammenhänge zwischen der Wahl der Betriebsparameter und der Emissionscharakteristik zu interpretieren.

Ein Plasma kann durch die partielle oder vollständige Ionisation eines Gases erzeugt werden, so dass es sich anteilig aus den drei Spezies Ionen, Elektronen und ggf. Neutralteilchen zusammensetzt. Für die in der Dünnschichttechnologie eingesetzten Ionenquellen offener Bauart finden sich in der Literatur Ionisierungsraten von etwa 20%. Von großer Bedeutung für die Klassifizierung eines Plasmas gelten die Plasmadichte und die Elektronentemperatur. Als Plasmadichte wird im Allgemeinen die Anzahl der Ladungsträger einer Polarität pro Volumeneinheit bezeichnet. Die Elektronentemperatur wird als mittlere

kinetische Energie der Elektronen E, häufig gemäß $E=3/2k_BT$ (Boltzmannkonstante k_B) dargestellt, definiert.

Plasmen können sich bezüglich der Dichte als auch der Elektronentemperatur um mehrere Zehnerpotenzen unterscheiden. Abbildung 5.1 zeigt natürliche Plasmen wie interstellare Gase oder den Sonnenwind, die sich durch eine geringe Dichte und Elektronentemperatur auszeichnen, bis hin zu hochdichten, heißen Plasmen, wie sie in Fusionsexperimenten entstehen. Gasentladungen zeichnen sich durch eine mittlere bis hohe Plasmadichte im Bereich von 10^{12}-10^{19} 1/m³ und eine Elektronentemperatur von unter 10 eV aus.

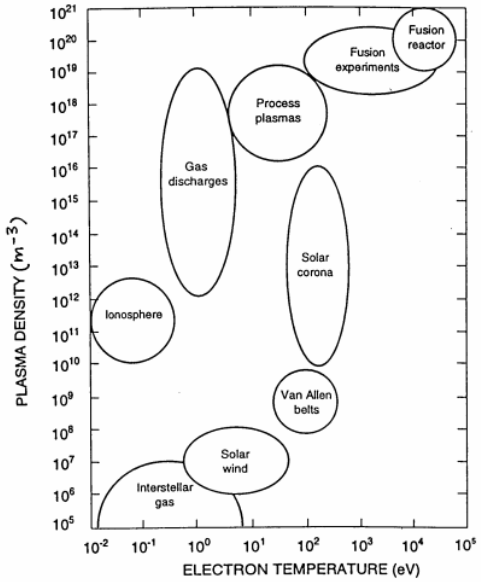


Abbildung 5.1: Einordnung von Plasmen nach Elektronentemperatur und Plasmadichte [17]

Für die hinreichende Definition des Plasmas sind folgende Eigenschaften entscheidend.

Quasineutralität: In einem Plasma ist die mittlere Anzahl von positiven und negativen Ladungsträgern im Volumen identisch. Diese Eigenschaft wird mit Quasineutralität bezeichnet. Nur im Bereich angrenzender Elektroden oder Gehäusewandungen entstehen unterschiedliche Ladungsdichten.

Debyelänge: Da die Anzahl positiver und negativer Ladungsträger im Volumen identisch ist, ist ein Plasma (mit Ausnahme der Randschicht) insgesamt elektrisch neutral. Wird eine Testladung auf beliebigem Potential in das Plasma eingebracht, so wird deren elektrisches Feld durch eine Verschiebung der angrenzenden Ladungsträger innerhalb der Debyelänge auf den Faktor 1/e abgeschirmt. Die Debeylänge λ_D wird in Plasmen bestimmt durch:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\varepsilon_0 k_B T}{n_e e^2}},$$

ε_0 elektrische Feldkonstante, k_B Boltzmannkonstante,
T Elektronentemperatur, n_e Elektronendichte, e Elementarladung

Gleichung 5.1: Formeldarstellung der Debyelänge [60]

Des Weiteren muss vorausgesetzt werden, dass die Ausdehnung des Plasmas erheblich größer als die Debye-Länge ist. Diese Bedingung stellt sicher, dass die Anzahl der Elektronen in einer Kugel mit dem Radius einer Debyelänge hinreichend groß ist, um die Abschirmung einer eingebrachten Testladung zu gewährleisten. Für die hier betrachteten Prozessplasmen, die eine Debylänge in der Größenordung von 1 mm aufweisen, ist dies immer erfüllt.

Der während der Darstellung der Debyelänge diskutierte Aspekt der Abschirmung gegenüber beliebigen Elektroden betrifft alle an das Plasma angrenzenden Flächen, im Speziellen auch die Elektroden der DC-Ionenquellen und die Wandungen des Rezipienten. Während sich das Bulkplasma durch gleiche Ladungsträgerdichten von Elektronen und Ionen auszeichnet, bildet sich im Grenzbereich zwischen Plasma und angrenzenden Elektroden oder Wänden ein sogenannter Plasmaschild, oder eine Plasmarandschicht, aus. Da die Geschwindigkeit der Elektronen deutlich höher ist als die Geschwindigkeit der Ionen, fließt solange ein höherer Elektronenstrom als Ionenstrom aus dem Plasma auf die Elektrode, bis sich das Plasma positiv gegenüber den Begrenzungen auflädt und sich infolgedessen ein Gleichgewicht zwischen Ionenstrom und Elektronenstrom einstellt. Unter der vereinfachenden Annahme eines kollisionslosen Plasmaschilds kann der Potentialverlauf Φ(x) unter der Voraussetzung, dass die Elektronenenergie einer Boltzmannverteilung unterliegt, berechnet werden (Gleichung 5.2, Abbildung 5.2).

$$\frac{\partial^2\phi}{\partial x^2} = -\frac{1}{\varepsilon_0}\rho = -\frac{1}{\varepsilon_0}e(n_e - n_i)$$

$$\varepsilon_0 \frac{\partial^2\phi}{\partial x^2} = en_0\left[\exp\left(\frac{e\phi}{k_B T}\right) - \left(1 - \frac{2e\phi}{m_i u_0^2}\right)^{\frac{1}{2}}\right]$$

ρ Ladungsträgerdichte, n_e Elektronendichte,
n_i Ionendichte,
u_0 Ionengeschwindigkeit im Bulkplasma,
e Elementarladung,
k_B Boltzmannkonstante, T Elektronentemperatur,
m_i Ionenmasse, x Ortskoordinate

Gleichung 5.2: Poissongleichung des Schildpotenzials Φ für einen kollisionslosen Plasmaschild. [55]

Im Randbereich ist die Ionendichte n_i höher als die Elektronendichte n_e. Aus der Forderung, dass das Potenzial negativ sei (Φ<0), folgt (für kleine Φ) unmittelbar eine Bedingung für die minimale Ionenstromgeschwindigkeit aus dem Bulkplasma auf die begrenzende Elektrode. Diese Geschwindigkeit u_B wird als „Bohm-Geschwindigkeit“ bezeichnet und ergibt sich zu:

$$u_B = \sqrt{\frac{k_B T}{m_i}}$$, k_B Boltzmannkonstante; T Elektronentemperatur, m_i Ionenmasse

Gleichung 5.3: Formeldarstellung der Bohm-Geschwindigkeit

Das bedeutet, dass der Plasmaschild nur dann entstehen kann, wenn die Ionen mindestens mit der Bohm-Geschwindigkeit in die positive Randschicht eintreten. In einer weiteren

Region, dem Vorschild (engl.: „presheath“), werden die Ionen auf die Bohm-Geschwindigkeit beschleunigt. Das beschleunigende Potential Φ_p ergibt sich mithilfe der

Bohmgeschwindigkeit gemäß $\frac{1}{2}m_i u_B^2 = e\phi \Rightarrow \phi = \frac{kT}{2e}$.

Im Besonderen ergibt sich aus der Ionendichte n_i, Ladung e, im Plasma und der Bohmgeschwindigkeit u_B die maximal aus dem Plasma extrahierbare Ionenstomdichte j_0:

$j_0 = e n_i u_B$

Gleichung 5.4: Maximale aus einer Plasmarandschicht extrahierbare Ionenstromdichte [55]

Aus einem Plasma können demnach keine beliebig hohen Ströme extrahiert werden. Diese Beziehung gilt auch, wenn der Elektrode eine Spannung V aufgeprägt wird. Einzig die Schilddicke s stellt sich ein. Dieser Zusammenhang wird als „Raumladungsbegrenzung“ bezeichnet und durch das sogenannte „Child-Langmuir-Gesetz“ beschrieben:

$j_0 = \frac{4}{9}\left(\frac{2e}{m_i}\right)^{1/2}\frac{V^{3/2}}{s^2}$, e Elementarladung, m_i Ionenmasse, V Spannung, s Schilddicke

Gleichung 5.5: Formeldarstellung der Raumladungsbegrenzung durch das Child-Langmuir-Gesetz

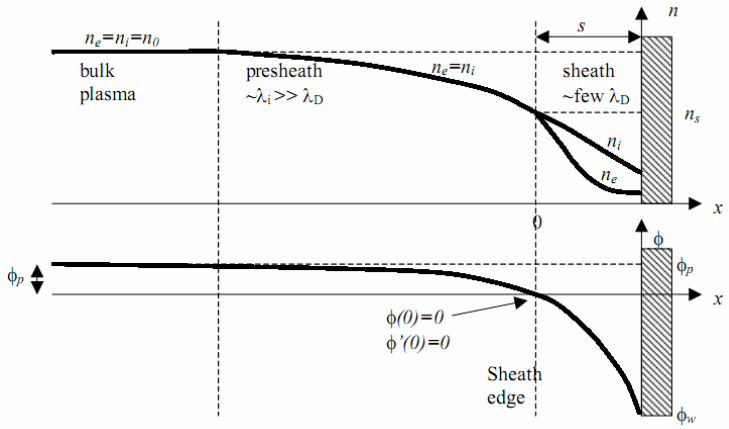


Abbildung 5.2: Verlauf der Ionen- und Elektronendichte im Bulkplasma, dem Vorschild und der Plasmarandschicht (oben). Verlauf des Potenzials (unten) [57].

Die Raumladungsbegrenzung der Ionenstromdichte tritt auch dann auf, wenn Ionen durch ein einzelnes Gitter oder durch Gittersysteme aus dem Innern von Ionenquellen extrahiert werden.

5.1. DC-Entladung

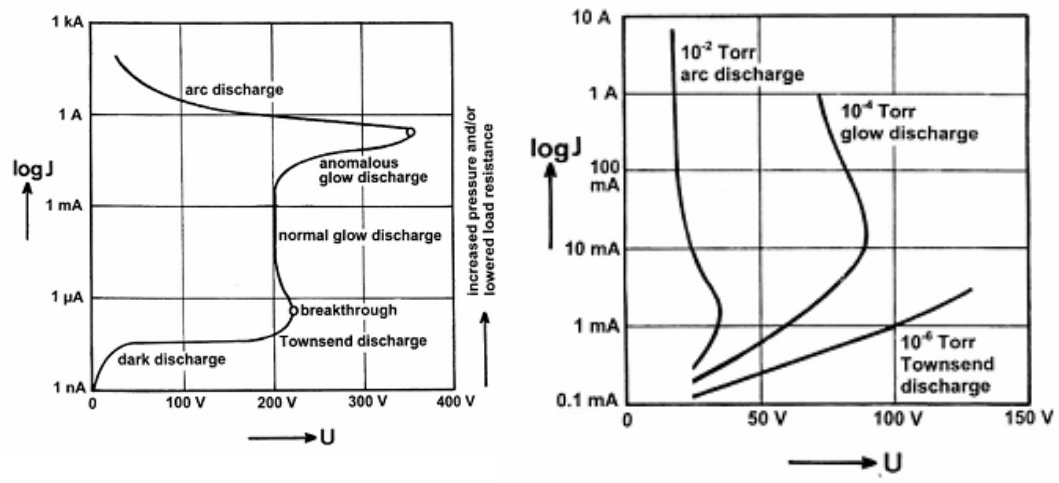


Abbildung 5.3: Strom-Spannungs-Kennlinie einer selbständigen (links) und unselbständigen (rechts) Gasentladung [13]

Eine DC-Entladung kann sich zwischen zwei Elektroden, der Kathode und der Anode, ausprägen. Abhängig von der Gasart, der geometrischen Ausbildung und des Materials der Elektroden ist die Klassifizierung anhand von charakteristischen Strom-Spannungskennlinien möglich. Im Wesentlichen wird eine Gasentladung durch die Elektronenbilanz bestimmt. Einerseits entstehen Elektronen durch Ionisationsprozesse entweder durch Stoßvorgänge im Gas oder an den Elektroden. Andererseits gehen Elektronen durch Rekombination an Wänden verloren oder entweichen im Fall von Ionen- und Plasmaquellensystemen in den Rezipienten. Wenn in einem Zeitintervall genauso viele oder mehr Elektronen erzeugt werden, als über Verlustkanäle entkommen, dann wird eine Gasentladung als „selbständig“ bezeichnet. Insgesamt entsteht ein Gleichgewichtszustand zwischen der Erzeugung und Vernichtung von Ladungsträgern, der auch durch eine charakteristische Entladungskennlinie wiedergegeben wird.

Die selbständige Gasentladung (Abbildung 5.3, links) lässt sich wie folgt beschreiben:

Dunkle Entladung: Einige Gasteilchen zwischen den Elektroden werden durch Hintergrundstrahlung ionisiert. Bei steigender Spannung zwischen den Elektroden wächst die Anzahl der zu den Elektroden (pro Zeiteinheit) gelangenden Ladungsträger und geht in die Sättigung, wenn alle erzeugten Ladungsträger die Elektroden erreichen.

Townsend-Entladung: Mit steigender Spannung steigt der Strom exponentiell an. Im Gasvolumen erzeugte Elektronen erlangen durch das elektrische Feld genügend Energie, um Ihrerseits das Gas durch Stöße weiter zu Ionisieren. Auch die durch Stoßionisation erzeugten „Sekundärelektronen“ können bei hinreichender Spannung auf Ihrem Weg zur Anode weitere Stoßionisationsprozesse bewirken.

Normale und Anormale Glimmentladung: Im Übergang zwischen Townsend- und Glimmentladung steigt der Strom um einige Größenordnungen an. Bei der Durchbruchspannung werden aus den Elektroden zusätzliche Elektronen durch Ionbeaufschlagung oder Photoionisation erzeugt. Der Effekt des Durchbruchs in Abhängigkeit des Elektrodenabstands und des Gasdrucks wurde bereits durch das Paschengesetz aus dem Jahr 1889 beschrieben [18].

Im Bereich der Glimmentladung ist die Stromdichte auf den Elektrodenoberflächen konstant. Bei steigendem Gasdruck kann sich die Entladung ausdehnen bis die gesamte Elektrodenoberfläche am Prozess beteiligt ist. Bei weiter ansteigendem Gasdruck und Entladungsspannung kann eine Steigerung des Stroms nur durch eine Erhöhung der Stromdichte an den heißer werdenden Elektroden erreicht werden (Übergang zur anormalen Glimmentladung).

Bogenentladung: Wenn die Elektroden aufgrund der hohen Stromdichten soweit aufgeheizt sind, dass die Glühemission von Elektronen einsetzt, dann sinkt die Impedanz der Entladung deutlich ab. Die Bogenentladung brennt mit hohen Strömen bei vergleichsweise geringen Spannungen.

Die im Rahmen von ionenunterstützten Beschichtungen verwendeten DC-Quellen benötigen zur Aufrechterhaltung der Entladung in der Regel eine zusätzliche Elektronenquelle. Bei den offenen DC-Quellen (Denton CC-105, CC-206, SainTech ST2000) ist dies ein Glühdraht, die halboffene Plasmaquelle (Leybold APSpro) nutzt eine geheizte Kathode aus Lanthanhexaborid. Alternativ kann ein sogenannter Plasmabrückenneutralisator eingesetzt werden. Unter Berücksichtigung des Gasdrucks können diese Entladungen als unselbständige Glimmentladung klassifiziert werden, die aufgrund der zusätzlichen Elektronenzufuhr mithilfe unterschiedlicher Strom-Spannungs-Kennlinien beschrieben werden können. Die in Abbildung 5.3, rechts, abgebildete Prinzipdarstellung der Kennlinie einer unselbständigen Glimmentladung zeigt den Einfluss einer zusätzlichen Elektroneneinspeisung auf. Durch die Elektronenquelle ist somit ein weiterer Regelparameter vorhanden, um die Gasentladung zu beeinflussen. Wie sich experimentell zeigt, sind die unselbständigen Entladungen der Quellen, die bei typischen Prozessdrücken von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar bis hin zu einigen 10^{-4} mbar und bei typischen Entladungsspannungen von etwa 100 V-250 V betrieben werden, sehr gut kontrollierbar, da sich über weite Spannungsbereiche ein funktionaler Zusammenhang ohne abrupte Übergänge zwischen Strom und Spannung einstellt.

5.2. RF-Entladung und Biasspannung

Alternativ zu der Ionisation eines Gases durch eine elektrische Gleichspannung kann die Erzeugung eines Plasmas auch über hochfrequente Wechselfelder erfolgen. Die Energieeinkopplung in das Plasma, speziell die Elektronen innerhalb des Plasmas, erfolgt entweder kapazitiv über eine flächige Elektrode oder induktiv mittels einer Induktorspule. Die Wechselwirkung kann dabei nur über die elektrische Feldkompontente erfolgen, wobei ein Energieübertrag an das Plasma nur möglich ist, wenn die von Feld beschleunigten Elektronen mit den Atomen oder Molekülen des Arbeitsgases zusammenstoßen [19]. Diese Stöße können das Arbeitsgas bei hinreichendem Energieübertrag ionisieren.

Während die Extraktion höherenergetischer Ionen aus rein induktiv erzeugten Plasmen nur durch ein zusätzliches elektrisches Feld möglich ist, gestattet eine geeignete Konstruktion im Fall der kapazitiven Einkopplung die Ausnutzung des sogenannten „Selbstbias"- Effektes, um Ionen aus der Plasmarandschicht zu extrahieren. Dieser beschreibt die Ausprägung eines DC-Potenzials auf einer Elektrode, die über einen sogenannten „Koppelkondensator" mit dem Hochfrequenzgenerator verbunden ist. Die Voraussetzung für diesen Effekt ist eine sogenannte „asymmetrische" Entladung. D.h. dass die Größe, speziell jedoch die Kapazität der Plasmarandschicht, der Elektroden unterschiedlich ist [32], [60]. Für beide im Folgenden (Kapitel 13, 14) vorgestellten RF-Quellen erfolgt die Beschleunigung der Ionen im Wesentlichen durch den Mechanismus des DC-Bias.

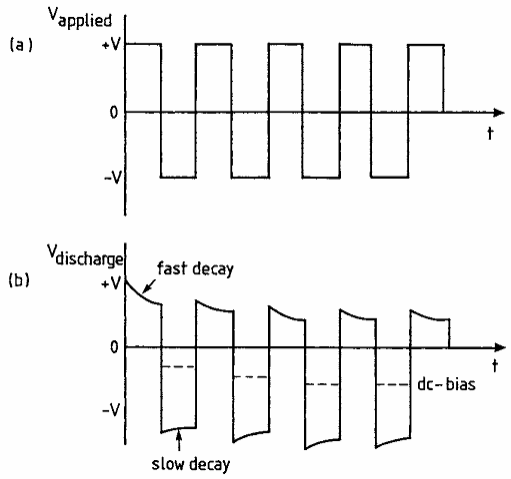


Abbildung 5.4: Aufbau einer DC-Biasspannung an einer kapazitiv gekoppelten Elektrode, deren Kapazität kleiner ist als die der korrespondierenden Masseelektrode, am Beispiel einer rechteckförmigen Anregungsspannung [32]

Abbildung 5.4 verdeutlicht den Aufbau einer DC-Biasspannung für den Fall, dass die angetriebene Elektrode kleiner ist als die Gegenelektrode auf Massenpotenzial. Vereinfachend wird angenommen, dass die Anregungsspannung nicht sinus- sondern rechteck-

förmig verläuft. In der ersten, positiven, Halbwelle werden Elektronen aus dem Plasma angezogen. Da die Ankopplung des RF-Generators an die angetriebene Elektrode über einen Kondensator erfolgt, können diese Elektronen in der folgenden, negativen Halbwelle, nicht abfließen und führen zu einer Verringerung des Potentials der Elektrode. In der negativen Halbwelle werden Ionen aus dem angrenzenden Plasma auf die Elektrode beschleunigt. Das Potenzial der Elektrode wird daher positiver gegenüber Masse. Da der erreichbare Ionenstrom aufgrund der geringeren Mobilität der Ionen kleiner ist als der Elektronenstrom, überwiegt nach dem ersten RF-Zyklus die Zahl der Elektronen die Zahl der Ionen. Die Elektrode zeigt eine negative Aufladung gegenüber dem Plasma, ein DC-Bias beginnt sich aufzubauen. Im weiteren Verlauf bildet sich ein Gleichgewicht aus, so dass letztendlich der Elektronenstrom und der Ionenstrom betragsmäßig gleich sind. Die Oszillation erfolgt im Gleichgewichtszustand nicht mehr um 0 V, sondern verschoben um einen konstanten Betrag, die Biasspannung ($-U_{Bias}$).

Das Spannungsverhältnis zwischen den Elektroden und dem Plasma bei kapazitiver Einkopplung ergibt sich durch eine kapazitive Spannungsteilung, in die die Kapazitäten C_1 und C_2 der beiden Plasmarandschichten an den Elektroden eingehen. Ein stark vereinfachtes Schema zeigt Abbildung 5.5. Der Widerstand R repräsentiert die vom Plasma dissipierte Leistung [53]. In realen Entladungen sind zudem die Widerstände der Schilde und besonders Stoßprozesse in den Schilden zu berücksichtigen, so dass auch die Stromflüsse nicht mehr phasengleich mit dem Wechselfeld erfolgen. Auch wird in diesem Bild der extrahierte Ionenstrom nicht berücksichtigt. Dennoch erlaubt die Darstellung die Erklärung der grundlegenden Wirkprinzipien.

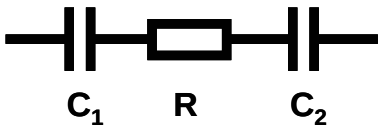


Abbildung 5.5: Stark vereinfachtes Schema einer kapazitiv gekoppelten Quelle. Mit C_1 und C_2 Schildkapazitäten der Plasmarandschichten an der angetriebenen und der Masseelektrode, R Widerstand des Plasmas.

Im einfachsten Fall, fließt durch die Anregung an der getriebenen Elektrode durch die Schildkapazität C_1 ein Verschiebungsstrom. Wenn R klein ist, dann fließt derselbe Verschiebungsstrom auch durch die durch C_2 repräsentierte Randschicht. Pro Zeitintervall ist die verschobene Ladungsmenge Q identisch. Für die Spannungen U_1 und U_2 an den Randschichten folgt dann gemäß Gleichung 5.6, dass sich das Spannungsverhältnis der Elektroden invers zum Verhältnis der Schildkapazitäten verhält.

$$Q = C_1 U_1 \wedge Q = C_2 U_2$$
$$C_1 U_1 = C_2 U_2$$
$$\frac{U_1}{U_2} = \frac{C_2}{C_1}$$

Q verschobene Ladung,
C_1 Kapazität Schild 1,
C_2 Kapazität Schild 2,
U_1 Spannungsabfall über Grenzschicht 1,
U_2 Spannungsabfall über Grenzschicht 2

Gleichung 5.6: Spannungsverhältnisse bei kapazitiver Spannungsteilung

Dieser Zusammenhang wird durch eine rechnerisch simulierte Darstellung [33] der an der getriebenen Elektrode abfallenden Biasspannung für unterschiedliche Elektrodengrößen anhand von Abbildung 5.6 verdeutlicht. Sinkt die Größe der angetriebenen Elektrode gegenüber der Größe der geerdeten Gegenelektrode, so wird die DC-Biasspannung betragsmäßig größer. Des Weiteren zeigt sich, dass sich die Elektronendichteverteilung und somit die Ionisationswahrscheinlichkeit des Betriebsgases im Entladungsraum deutlich von der Elektrodengeometrie beeinflusst wird.

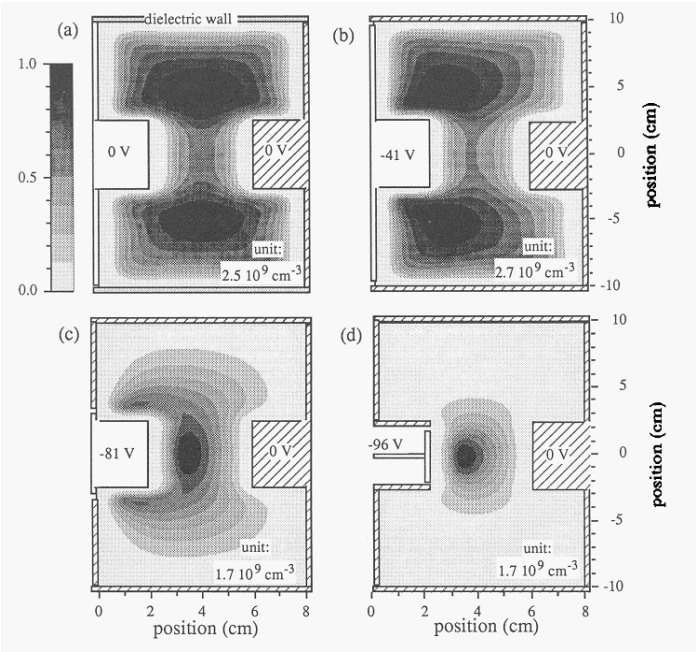


Abbildung 5.6: Darstellung der berechneten Elektronendichte und des DC-Bias an der angetriebenen Elektrode für (a) geerdete Gegenelektrode und dielektrische Wand, (b) geerdete Wand, (c) kleinere angetriebene Elektrode, (d) weiter verkleinerte Anregungselektrode [33]

Die sich einstellenden Potenziale sind Mittelwerte, die über eine RF-Periode gebildet werden. Abbildung 5.7 zeigt den Verlauf der Anregungsspannung U_{RF}, des Schildpotenzials der anregende Elektrode $U_{s,a}$, der Masseelektrode $U_{s,m}$ und des Plasmapotenzials U_{Plasma}. Die Beschleunigung der Ionen erfolgt aufgrund des Potenzialunterschieds gegenüber dem Extraktionsgitter auf Massepotenzial, das neben der inneren Wandung der Quelle einen Teil der Masseelektrode bildet. Das Schildpotenzial der Masseelektrode verhält sich bezüglich des Vorzeichens invers zum Plasmapotenzial. Die bereits diskutierte kapazitive Spannungsteilung setzt an dieser Stelle an. Die Spannungen U_1 und U_2 können mit dem

Schildpotenzial an der anregenden respektive dem Schildpotenzial an der Masseelektrode identifiziert werden.

In mathematischer Darstellung ergibt sich:

$$U_S = U_{Bias} + U_{RF}\sin(\omega t)$$

$$U_{Plasma} = \overline{U}_{Plasma} + aU_{RF}\sin(\omega t)$$

$$a = \frac{C_1}{C_1 + C_2}$$

mit einem Faktor a, der von den Schildkapazitäten abhängig ist

Gleichung 5.7: Darstellung der Spannungs- und Potenzialverläufe [19]

Einerseits sind die Kapazitäten C_1 und C_2 abhängig von der Spannung U_{RF}, andererseits auch von der Plasmadichte innerhalb der Quelle. Des Weiteren wurden vereinfachende Annahmen getroffen. Darüber hinaus zeigt sich eine direkte Abhängigkeit der Spannungsverhältnisse von der anregenden Spannung. Eine exakte Rekonstruktion der Eigenschaften im Quelleninnern ist daher aufgrund der Messwerte nicht möglich. Das Verhalten wird jedoch im Wesentlichen gut dargestellt.

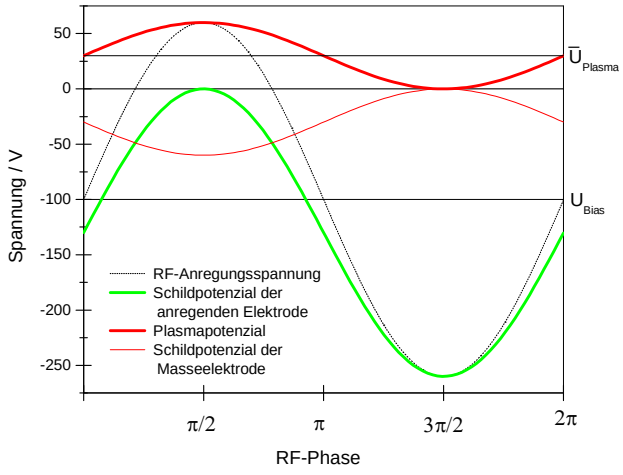


Abbildung 5.7: Idealisierter Verlauf der Anregungsspannung, der Schildspannung der angetriebenen Elektrode und des Plasmapotenzials während einer RF-Periode in einer asymmetrischen Entladung. Die Kapazität der angeregten Elektrode ist kleiner als die Kapazität der Masseelektrode.

Bei einer sinusförmigen Anregung wird die Elektrode als Folge des negativen Bias nahezu während der gesamten RFPeriode von Ionen beaufschlagt. Nur während eines kurzen Zeitraumes fließt ein Elektronenstrom, wie durch Abbildung 5.8 verdeutlicht wird. Da sich die Spannungen an den Elektroden, d.h. auch am Extraktionsgitter, derart einstellen, dass die Elektronen- und Ionenströme identisch sind, wird durch die Quelle ein im Mittel ladungsneutralisierter Strahl emittiert, der keine zusätzliche externe Neutralisation benötigt.

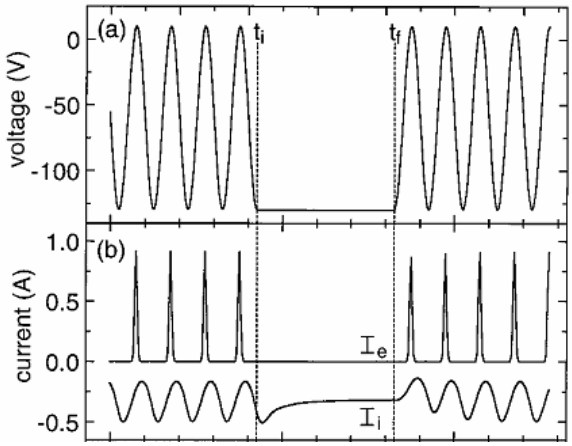


Abbildung 5.8: Simulation des Verlaufs der RF-Spannung (a), des Elektronenstromes I_e (b, oben) und des Ionenstroms I_I (b, unten) in einer asymmetrischen, kapazitiv gekoppelten Entladung über mehrere RF-Perioden. Zum Zeitpunkt t_i wird die Erregung aus und bei t_f wieder eingeschaltet [50]

Da die Anregungsfrequenz größer als die Plasmafrequenz der Ionen, aber kleiner als die der Elektronen ist, können nur die Elektronen dem Wechselfeld folgen. Es bildet sich eine zwischen Plasmarand und Elektrode oszillierende Elektronenfront aus. Es lässt sich zeigen, dass das elektrische Feld nur zwischen Elektrode und Elektronenfront von Null verschieden ist. Werden Ionen durch Elektronenstoß oder Ladungsaustauschprozesse im Bereich des Elektronenschildes, aber zu einem Zeitpunkt, in dem das elektrische Feld verschwindet erzeugt, werden diese im nachfolgenden RF-Zyklus gemeinsam beschleunigt. Diese gemeinsam beschleunigten Ionen können bei niedrigen Arbeitsdrücken als Maxima in der Ionenenergieverteilung nachgewiesen werden [20], [54]. Bei ansteigenden Drücken wächst die Stoßfrequenz in der Plasmarandschicht so dass die Ausbildung dieser diskreten Energien durch Thermalisierung der Ionen verschwindet. Die Ausprägung dieser Extrema zeigt sich deutlich in der charakteristischen Ionenenergieverteilung der induktiv gekoppelten RF-Quelle mit zusätzlichem kapazitivem Beschleunigungsmechanismus (Leyold LION).

6. Faradaycup Messungen

In der Literatur finden sich unter der Bezeichnung „Faradaycup“ sowohl Anordnungen, die ausschließlich die Bestimmung einer Ionenstromdichte ermöglichen, als auch Konstruktionen, anhand derer Ionenströme energiedispersiv analysiert werden können. Letztere werden häufig auch als Gegenfeld-Analysator oder „Retarding Field Analyzer“ bezeichnet. Im Rahmen dieser Arbeit werden Faradaycups als Gegenfeldanalysatoren verstanden.

Faradaycup Messungen sind für eine umfangreiche Qualifizierung von Ionenquellen unerlässlich. Anhand der Messdaten lassen sich die relevanten Prozessgrößen Ionenstrom-dichteverteilung und Ionenenergieverteilung direkt bestimmen. Daher können die Einflüsse der Betriebsparameter im Rahmen von Parameterstudien effizient und isoliert ermittelt werden, während die Auswertung von Eigenschaften beschichteter Produkte immer nur das Ergebnis von während des Prozesses kumulierten Effekten, die auch Schwankungen der Beschichtungsrate, Drifts der Prozesstemperatur oder aber Fluktuationen der Ionenemission beinhalten können, darstellen. Faradaycups sind daher auch vorteilhaft, um die Langzeitstabilität von Ionenquellen zu untersuchen.

Aufgrund der mangelhaften Verfügbarkeit von geeigneten, in der Praxis erfolgreich erprobten Systemen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Faradaycupsystem im Hinblick auf die Charakterisierung von in der Beschichtungstechnologie verwendeten Ionenquellen entwickelt, dessen schematischen Aufbau Abbildung 6.1 (linke Seite) zeigt. Plasmaseitig begrenzen ein engmaschiges Gitter und eine Aperturblende, beide auf Massepotential, das Eindringen von Plasma in den Cup. Das folgende Gitter (-70 V) verhindert, dass Elektronen aus dem Plasma in den Cup eintreten und somit auf den Kollektor gelangen können [23], [62]. Am Kollektor wird über das Sourcemeter (Keithley 2410) eine Spannungsrampe im Bereich von Null bis auf einige hundert Volt angelegt und der jeweilige Strom gemessen. Steigende (positive) Spannungen hindern einen zunehmenden Anteil niederenergetischer Ionen am Erreichen des Kollektors und resultieren somit in betragsmäßig kleineren Ionenströmen. Über eine Ableitung der Stromkurve (Abbildung 6.1, rechts, schwarz) kann die Ionenenergieverteilung (rechts, rote Kurve) gewonnen werden.

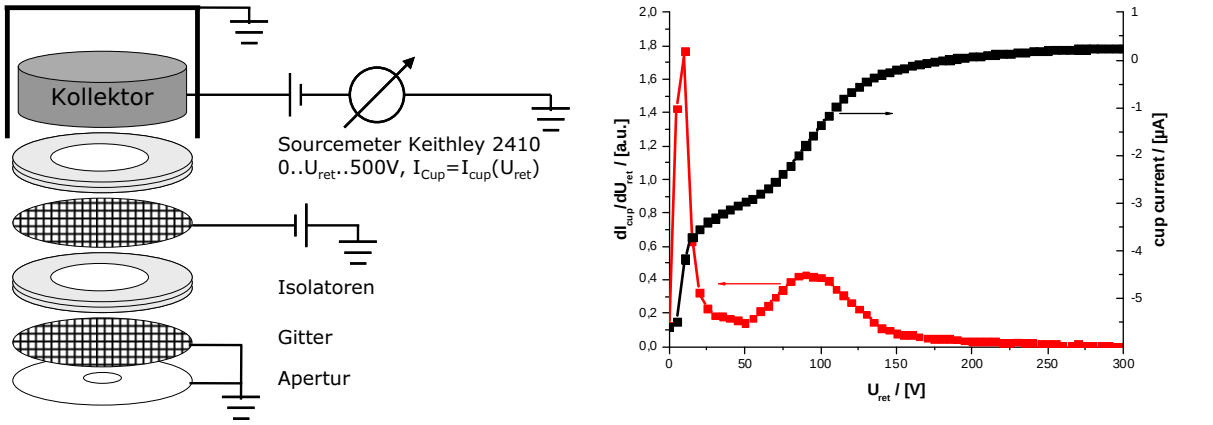


Abbildung 6.1: Aufbau des Faradaycups (links), Messkurve, gemessen an Ionenquelle, Typ Leybold APSpro (rechts)

Darüber hinaus lässt sich aus der Integration der Ionenenergieverteilung der den Kollektor erreichende Gesamtstrom ermitteln.

$$I_{gesamt} = \int_{U_{start}}^{U_{end}} \frac{dI_{cup}}{dU_{ret}} dU_{ret}$$

Gleichung 6.1: Berechnung des Cup-Gesamtstromes

Zur Berechnung des Gesamtstromes wird die Ionenenergieverteilung dI_{cup}/dU_{ret} im Intervall von U_{start} (0V) bis zur oberen Integrationsgrenze U_{end} integriert (Gleichung 6.1). Offsets im Rahmen der Strommessung, die etwa durch an den Gittern ausgelöste Sekundärelektronen erzeugt werden, werden somit nicht berücksichtigt. Die obere Integrationsgrenze ergibt sich dabei als der Wert, bei dem die Steigung der Spannungsmesskurve schlussendlich auf den Wert Null absinkt.

Diese Methode der Integration der Ionenenergieverteilung zur Berechnung eines Stromes weist einen Vorteil der energiedispersiven Faradaycups gegenüber anderen Verfahren auf. So lässt sich z.B. der Ionenstrom aus Abbildung 6.1 in einen niederenergetischen und einen höherenergetischen Teil aufteilen (siehe auch Abschnitt 12.7), der den Großteil der Stützungswirkung beiträgt.

6.1. Dreidimensionale Messungen der Ionenemissions-charakteristik

Die Positionierung von Verdampfungsquellen, z.B. Elektronenstrahlverdampfern, in einer Beschichtungsanlage erfolgt im Allgemeinen im Hinblick auf die Erzielung einer möglichst gleichmäßigen Schichtdicke über den radialen Verlauf der Kalotte. Entscheidend sind zum Einen die geometrischen Rahmenbedingungen, und zum Anderen die Emissions-charakteristik des Verdampfers [49].

Ähnlich den Verdampfungsquellen weisen in ionengestützten Beschichtungsprozessen eingesetzte Ionenquellen ein Emissionsprofil, d.h. eine richtungsabhängige Ionenstromdichteverteilung auf. Diese wird durch die Vakuumbedingungen, die Bauart und die Betriebsparameter der Quelle bestimmt. Mit Kenntnis der Ionenstromdichteverteilung ist eine Optimierung der Quellenposition im Hinblick auf die Schichteigenschaften möglich. Darüber hinaus bietet eine derartige Messung eine Datenbasis sowohl für die Qualitätssicherung als auch den Vergleich verschiedener Quellenkonzepte untereinander.

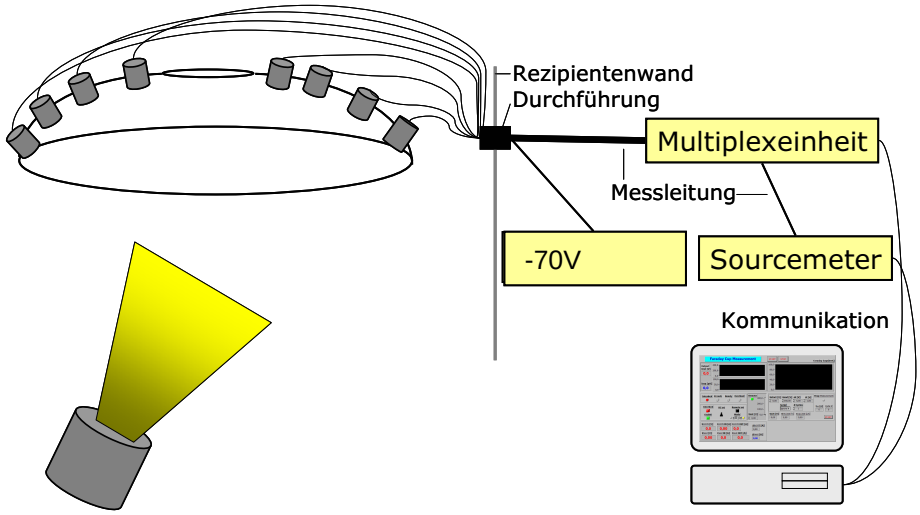


Abbildung 6.2: Schematischer Aufbau des Messsystems

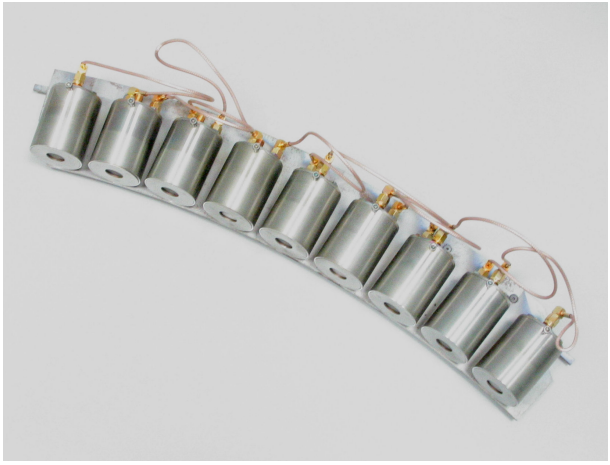


Abbildung 6.3: Foto von 9 Cups auf einem Träger zur Montage in einem Kalottensegment einer Beschichtungsanlage (Typ Leybold Optics SYRUSpro 1100). Maße der Cups: etwa 4cm Durchmesser, 6cm Länge

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Faradaycup-Messsystem wurde daher im Besonderen mit dem Ziel der Messung der Ionenstromdichteverteilung über die Fläche der gesamten Kalotte entwickelt. Während in der Literatur angegebene Systeme die

Ionenströme häufig mit einem einzigen Cup durch Abrastern des Bereiches oberhalb der Quelle mithilfe vergleichsweise aufwändiger mechanischer Aufbauten ermitteln [38] , verwendet das hier diskutierte System bis zu 16 Messeinheiten. Während der Messung werden alle linear angeordneten Cups sukzessive abgefragt (Abbildung 6.2). Im Anschluss wird die Kalotte um einen Winkel (hier: um 15°) rotiert und die Messprozedur erneut durchgeführt. Durch entsprechende Wiederholung werden somit die Ionenstromdichte und die Ionenenergieverteilung in Anlehnung an die Anwendung auf der gesamten Kalottenfläche, d.h. auf den Substratpositionen bestimmt. Abbildung 6.4, links, zeigt die Messpositionen auf der Kalotte und deren Projektion auf den Anlagenboden sowie die Position der Ionenquelle. Auf der rechten Seite wird beispielhaft eine Messung der lokalen Ionenstromdichte in Fehlfarbdarstellung gezeigt. Es wird deutlich, dass die gemessene Ionenstromdichte von der Emissionscharakteristik der Quelle und vom Abstand zwischen Quelle und Messpunkt abhängt.

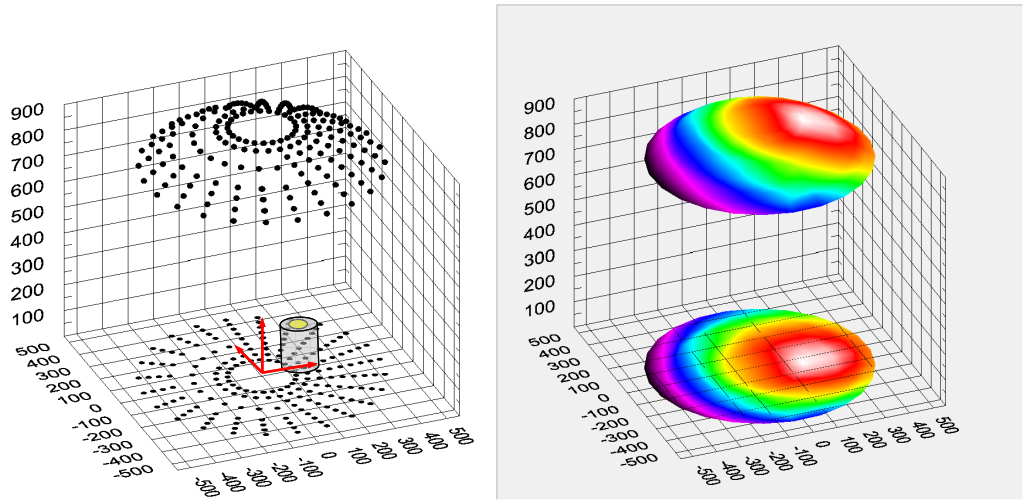


Abbildung 6.4: Messpunkte in einer Beschichtungsanlage (Typ Leybold Optics SYRUSpro 1100), links. Position der Ionenquelle und Messwerte der Ionenstromdichteverteilung einer Ionenquelle (Leybold Optics APSpro) auf der Kalotte im Anlagensystem in Fehlfarbdarstellung, (rechts). Achsenskalierung: mm x mm x mm

Eine detaillierte Darstellung des Messverfahrens findet sich im Anhang. Das Anwendungspotenzial von Faradaycupmessungen im Rahmen der Prozessentwicklung und der Qualitätskontrolle wird im Folgenden erörtert.

6.1.1. Auswertung der Messdaten

Die in Abbildung 6.4, rechts, dargestellten Messwerte liefern in einem ersten Schritt eine direkte Bewertung des Ist-Zustands der Konfiguration von Anlage und Ionenquelle. Während einer Umdrehung der Kalotte erfährt ein Substrat eine von der Winkelposition bzw. Zeit

abhängige Ionenstromdichte. Für jede radiale Substratposition kann anhand der Messwerte die mittlere Stromdichte bestimmt werden, die ein Maß für die Stützwirkung darstellt.

Abbildung 6.5 zeigt eine exemplarische Messung an einer Ionenquelle (Denton CC-105). Der Abfall der Stützwirkung auf den äußeren Radien beruht darauf, dass die Quelle im Rahmen der Messungen zentral mit senkrechter Ausrichtung positioniert wurde.

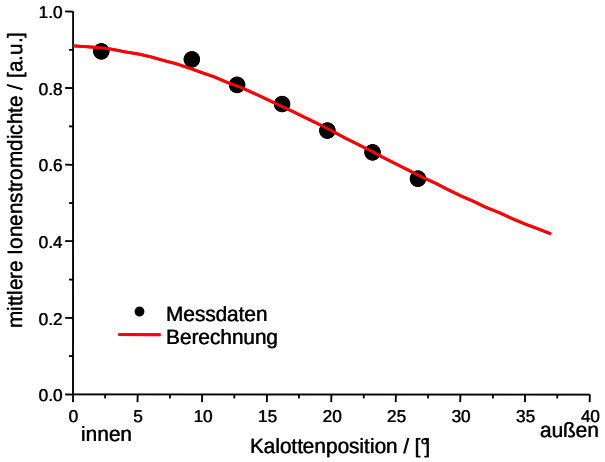


Abbildung 6.5: Mittlere Ionenstromdichte in Abhängigkeit der radialen Kalottenposition (Winkel gegenüber Rotationsachse) am Beispiel der Ionenquelle Denton CC-105 (in einer Beschichtungsanlage vom Typ Balzers BAK 760; Quelle für Messung zentral positioniert).

Durch die numerische Aufbereitung der Messdaten kann der Schritt von der aktuellen Anlagenkonfiguration über die mathematische Modellierung der Quellenemission hin zu einer optimierten Quellenposition vollzogen werden. Basierend auf den Maßen des Rezipienten und der Position der Quelle erfolgt zunächst eine Koordinatentransformation, um die Stromdichteverteilung vom Koordinatensystem der Anlage in das Koordinatensystem der Ionenquelle abzubilden. Im Anschluss wird anhand der aus dem Bereich der Verdampfer-charakteristik bekannten Gleichung 6.2 eine Datenreduktion unter der Annahme, dass der in eine Raumrichtung emittierte Ionenstrom I_{ion} rotationssymmetrisch um die Quellenachse, also ausschließlich eine Funktion des Emissionswinkels θ (siehe auch Abbildung 15.3) sei, durchgeführt.

$$I_{ion} = I_{ion}(\theta) = I_0 A \cos^n(\theta) + I_0 B$$
$$A + B = 1$$

Gleichung 6.2: Verteilungsfunktion

Die rechnerische Näherung (Fit) gemäß Gleichung 6.2 dient ihrerseits als Grundlage, die Position und Ausrichtung der Ionenquelle bezüglich einer homogenen Stützungswirkung zu optimieren. Das Ziel bei dieser Optimierung ist es, dass jedes Substrat unabhängig von dessen radialer Kalottenposition dieselbe mittlere Ionenstützung während einer Kalotten-

umdrehung erfährt. Diese mittlere Ionenstützung kann auf Basis des Fits sowohl für die gegebene als auch für potentielle Ionenquellenpositionen approximiert werden. Die optimale Quellenposition kann daher mit einer minimalen Zahl von Iterationszyklen ermittelt werden.

6.2. Qualifikation des Faradaycup Messsystems

Vor dem messtechnischen Einsatz war das Messsystem zu qualifizieren. Die zwei Hauptkriterien waren die Vergleichbarkeit der einzelnen Cups untereinander und die Messung einer Ionenenergieverteilung unter anderen als senkrechten Einfallswinkeln.

6.2.1. Vergleich der gemessenen Stromdichten

Um eine verlässliche Datenbasis zu gewährleisten, wurden die Ionenenergieverteilung und der integrierte Ionenstrom der Cups bei vergleichbarer Ionenbeaufschlagung bewertet.

Die Cups A-F wurden innerhalb einer Beschichtungsanlage (Leybold Optics SYRUSpro 1100) auf der Kalotte platziert und in einer ersten Messung ihren in Abbildung 6.6, links, gezeigten Positionen entsprechend angesprochen. In jedem weiteren Messdurchgang wurde die Kalotte um eine Position weitergedreht. Für Durchgang zwei bedeutet dies, dass sich Cup A auf Position 2, Cup B auf Position 3 befand, usw. Auf diese Weise konnten mehrere Cups zu unterschiedlichen Zeitpunkten in dieselbe Messposition gebracht werden. Insbesondere wurde jeder Cup genau einmal auf Position 6 abgefragt. Abbildung 6.6, rechts, verdeutlicht die gute Übereinstimmung der Cups. Die Abweichung zwischen den einzelnen Cups bei der Stromdichtemessung beträgt maximal 10%, im Mittel weniger als 5%. Die Energieverteilungen der Cups zeigten dabei eine sehr gute Übereinstimmung, so dass insgesamt eine hinreichende Vergleichbarkeit der Cups nachgewiesen werden konnte.

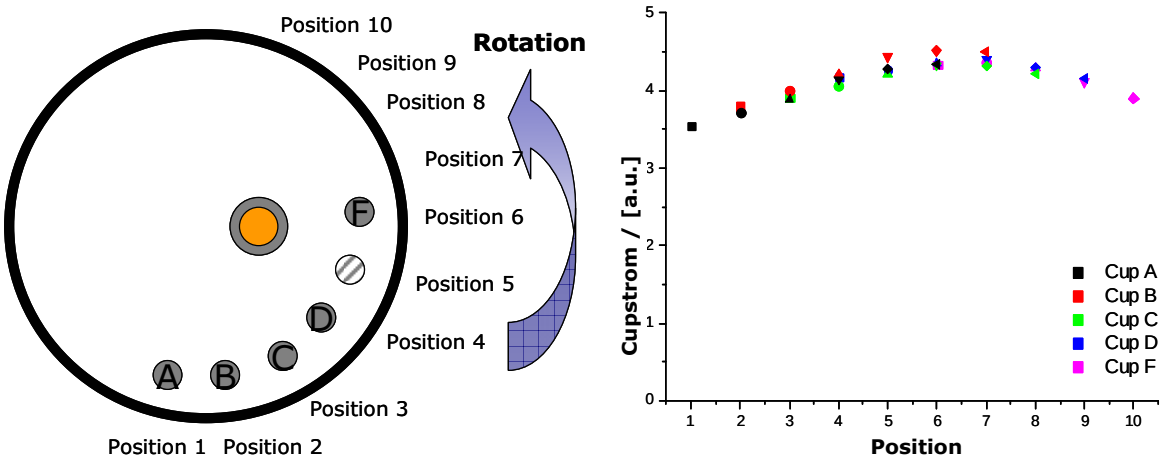


Abbildung 6.6: Positionierung der Cups im Verlauf des Experiments (links), Integrierter Gesamtstrom in Abhängigkeit der Position (rechts)

6.2.2. Ermittlung der Winkelabhängigkeit der Ionenenergieverteilung

Die Bestimmung der Ionenenergieverteilung mithilfe eines konventionellen, mit einem planen energiediskriminierenden Element ausgerüsteten, Faradaycups ist im Allgemeinen nicht ohne eine Verfälschung des Ergebnisses möglich. Abbildung 6.7 zeigt die mit einem konventionellen Cup bestimmte Ionenenergieverteilung für Einfallswinkel der Ionen gegenüber der Cupachse von 0° (senkrechter Einfall) bis 45°. Es ergibt sich ein Messartefakt, das sich als ein Wandern der Ionenenergieverteilung hin zu kleineren Energien bei steigender Verkippung darstellt. Der geringere Gesamtstrom resultiert aus dem nicht-senkrechten Einfall der Ionen auf die Aperturblende.

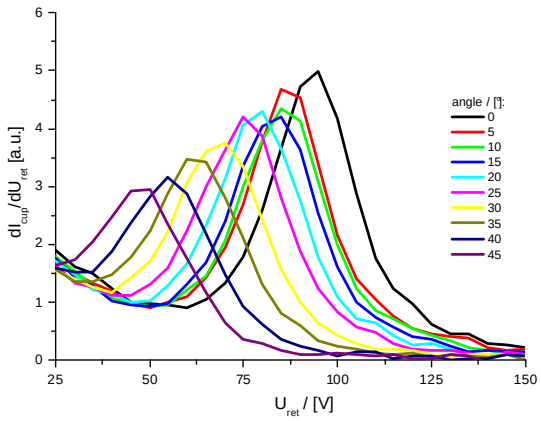


Abbildung 6.7: Qualifizierung der Faradaycups, planer Kollektor bei Einfallswinkeln zwischen 0°und 45°. Messung an Quelle APSpro

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein mit einem zylindrischen Kollektor ausgerüsteter Cup verwendet. Die mit einem derartigen Analysator bestimmten Ionenenergieverteilungen zeigen im Gegensatz zum vorigen Fall keine ausgeprägten Messartefakte innerhalb der typischen Winkelbereiche bei 3D-Ionenstromdichtemessungen (Abbildung 6.8).

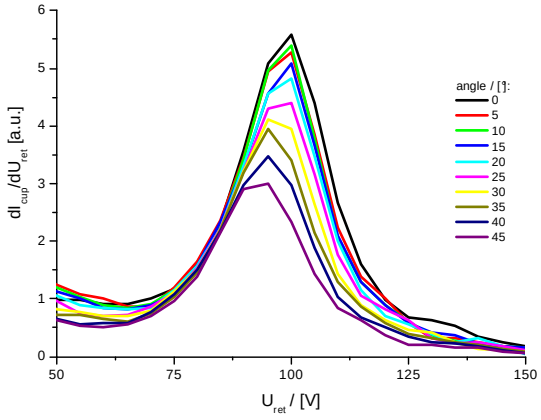


Abbildung 6.8: Qualifizierung der Faradaycups, zylindrischer Kollektor bei Einfallswinkeln zwischen 0°und 45°. Messung an Quelle APSpro

Für Einfallswinkel von 0° bis 25°, die während der Bestimmung der räumlich aufgelösten Ionenstromdichteverteilung im Rahmen dieser Arbeit nicht überschritten wurden, zeigt sich, dass die Lage der Ionenenergieverteilung konstant bleibt.

Dieses Verhalten konnte im Vorfeld durch die Berechnung von Ionentrajektorien im elektrischen Feld der Elektrodenkonfiguration innerhalb des Faradaycups (Abbildung 6.9) verifiziert werden. Die Simulation ist übertragbar, wenn angenommen wird, dass die Ladungsdichte innerhalb des Cups klein ist und somit aus dem Plasma eintretende Ladungsträger die Feldverteilung nicht deutlich beeinflussen und Stöße im Innern des Cups zu vernachlässigen sind. Die im Folgenden dargestellten Geometrien sind vereinfacht und basieren auf der Nutzung von Blenden als Eintrittsapertur und Elektronensuppressor.

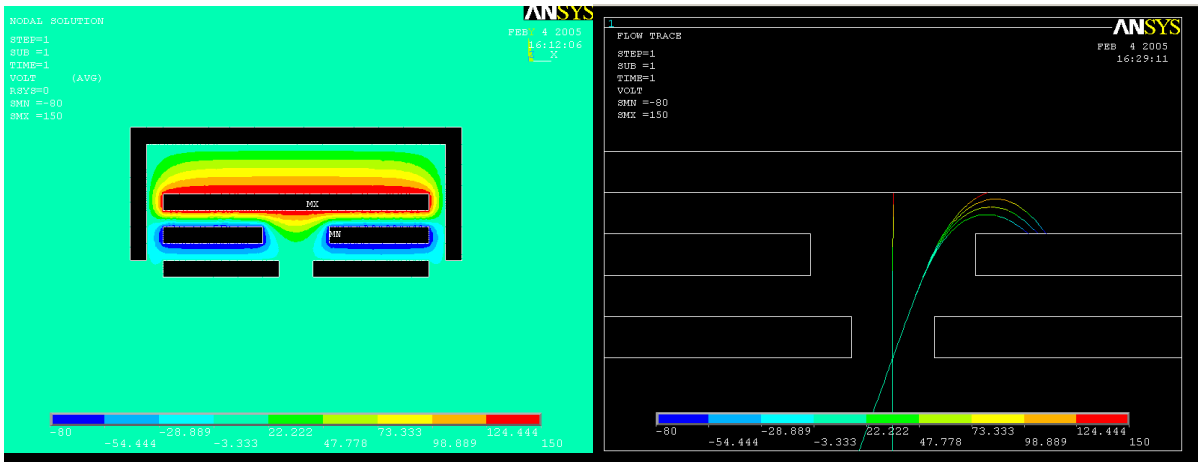


Abbildung 6.9: Simulationen mittels Finite Elemente Software ANSYS. Links: Simulation des elektrischen Feldes in einer einfachen Blendenanordnung. Kollektor: -150V, Suppressor: -80V Rechts: Ionentrajektorie für die Einfallswinkel 0° (Geschwindigkeit entspricht 100%) und 20°. Unter 20° sind Flugbahnen für 100%, 110%, 120% und 130% der Ionengeschwindigkeit gegenüber 0° Einfallswinkel dargestellt. Bei 130% wird der Kollektor erreicht.

Abbildung 6.9 (rechts) zeigt die simulierten Ionentrajektorien für die in Abbildung 6.9 (links) abgebildete Feldkonfiguration mithilfe des Finite Elemente Programms ANSYS [42]. Aufgrund des Programms wird im Folgenden nicht die Ionenenergie, sondern die Ionengeschwindigkeit verwendet.

Die Geschwindigkeit des unter einem Einfallswinkel von 0° eingeschossenen Teilchens, das den Kollektor soeben erreichen und daher zum gemessenen Strom beitragen kann, werde als 100% definiert. Unter 20° eingeschossen erreicht ein Teilchen mit derselben Geschwindigkeit den Kollektor nicht. Erst bei einer Steigerung der Geschwindigkeit auf 130% kann der Kollektor erreicht werden. Dies entspricht einer Vergrößerung der kinetischen Energie um den Faktor 1,14 ($1/\cos^2(20°)$ bei einem Einfallswinkel von 20°). Demnach ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen der Simulation, dem Experiment und Angaben aus der Literatur [23].

Abbildung 6.10, links, zeigt die elektrische Feldverteilung im Fall eines Faradaycups mit zylindrischem Kollektor und Suppressor auf einem Potenzial von +150V bzw -80V. Im Gegensatz zu einer Konstruktion mit einem planen Kollektor weist der zylindrische Kollektor auch in der Simulation eine hohe Winkeltoleranz auf.

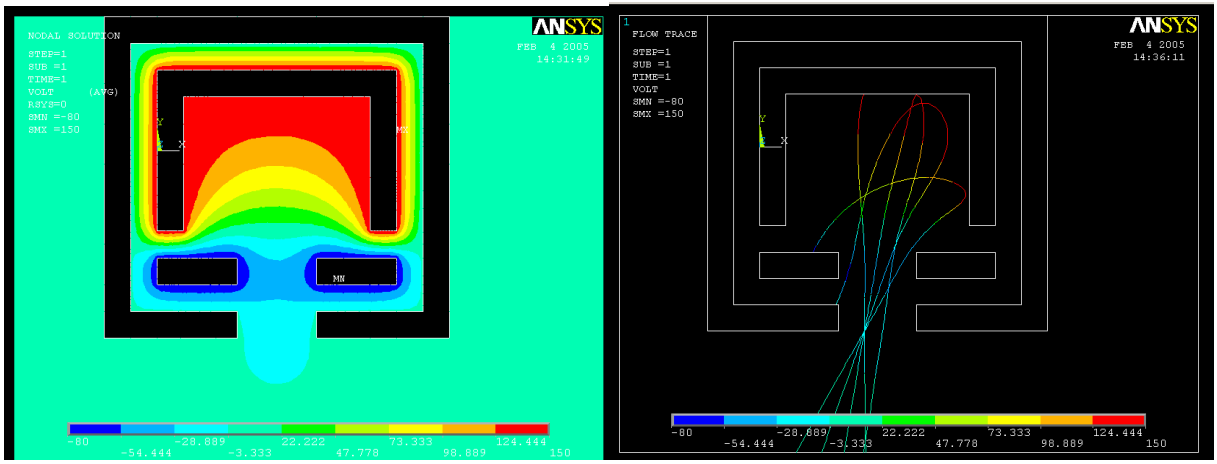


Abbildung 6.10: Links: Elektrisches Feld bei zylindrischem Kollektor. Rechts: Simulation der Ionentrajektorien eines leicht dezentraler Einschusses von Ionen gleicher Geschwindigkeit in einen Faradaycup mit zylindrischem Kollektor unter unterschiedlichen Winkeln.

Abbildung 6.10, rechts, zeigt die Simulation eines leicht dezentralen Einschusses von Ionen derselben Geschwindigkeit in einen mit einem zylindrischen Kollektor ausgestatteten Faradaycup unter Winkeln zwischen 0° und 30°. Ionen , deren Energie gerade zu gering ist, um die Potentialdifferenz des Kollektors zu überwinden, werden teilweise auf die Aperturblenden, zum Teil aus der Eintrittsöffnung hinaus, abgelenkt. Experimentell konnte dieses Verhalten bestätigt werden. Die Abgelenkten Ionen erzeugten einen (geringen) sichtbaren Abtrag (Säuberung) der Oberfläche in einem mit Gittern ausgestatteten Cup auf der inneren Seite der Eingangsaperturblende und der abgelenkte Strahl weist nur eine geringe Aufweitung auf.

Die geringe systematische Abweichung während der Bestimmung der Ionenenergie wird anhand von Abbildung 6.11 verdeutlicht. Wird die Geschwindigkeit zum Erreichen des Kollektors unter 0° Einfallswinkel mit 100% definie rt, so ist unter einem Einfallswinkel von 20° eine um 3% höhere Geschwindigkeit erforderlich, um den Kollektor zu erreichen. Unter 30° ist die Geschwindigkeit um 5%, mithin die Energie um ca. 2,2%, zu erhöhen. Aufgrund des bei der Simulation verwendeten schematischen Modells eines Faradaycups können diese Werte als Anhaltswerte dienen. Die Übereinstimmung mit den experimentellen Daten ist jedoch trotz der Unterschiede gut.

Ein zylindrischer Kollektor erweist sich somit als theoretisch und experimentell geeignet für die Vermessung von Ionenstromdichteverteilungen von Stützquellen in von

Beschichtungsanlagen. Im Gegensatz zu den Simulationen wurde anstelle der Aperturblenden jeweils ein engmaschiges Gitter eingesetzt. Um das Eindringen eines Plasmas in den Cup zu verhindern, ist die Größe der Eintrittsblende kleiner als die Debye-Länge des Hintergrundplasmas (<1mm) zu wählen. Der Einsatz eines Gitters liefert hier den Vorteil, dass die Eintrittsfläche deutlich vergrößert und gleichzeitig ein Eindringen des Plasmas verhindert werden kann. Der gemessene Kollektorstrom steigt infolgedessen an und ist daher mit höherer statistischer Sicherheit bestimmbar. Konstruktiv bedingt würde die hohe Winkeltoleranz des Cups eine Öffnung der Elektronensuppressorblende von mehreren Millimetern erfordern. Der Durchgriff des Kollektorfeldes führt jedoch bei hohen Spannungen in der Praxis zu Fehlmessungen, so dass auch an dieser Stelle ein Gitter eingesetzt wird. Da die Energieselektion durch den Kollektor anstelle eines im konventionellen Aufbau eingesetzten Gitters erfolgt, wird die Ionentransparenz des Cups erhöht und gleichzeitig die potentielle Messungenauigkeit durch Ablenkung und Sekundärelektronenerzeugung an Gitterstegen verringert.

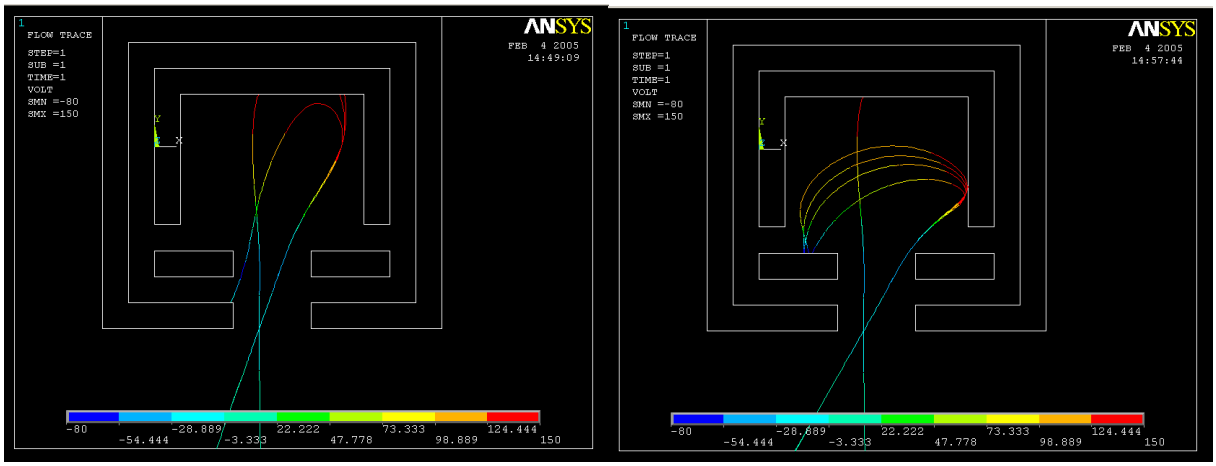


Abbildung 6.11: Links: Simulation der Ionentrajektorie unter (-5° und) 20° Einfallswinkel und Variation der Geschwindigkeit um 3%. Rechts: Simulation der Ionentrajektorie unter (-5° und) 30° Einfallswinkel und Variation der Geschwindigkeit um 5% (re chts)

6.2.3. Transmission des Gittersystems

Die am Kollektor detektierten Ionen passieren zwei Gitter. An den Gitterstegen können die Ionen aufgrund der elektrischen Feldverteilung abgelenkt oder aber abgefangen werden (Abbildung 6.12). Die Transmission von nacheinander angeordneten Gittern ergibt sich aus geometrischer Sicht nicht, bzw. nur im Mittel, durch das Produkt der Transmission beider Gitter, sondern ist vielmehr abhängig von der Position beider Gitter zueinander [48].

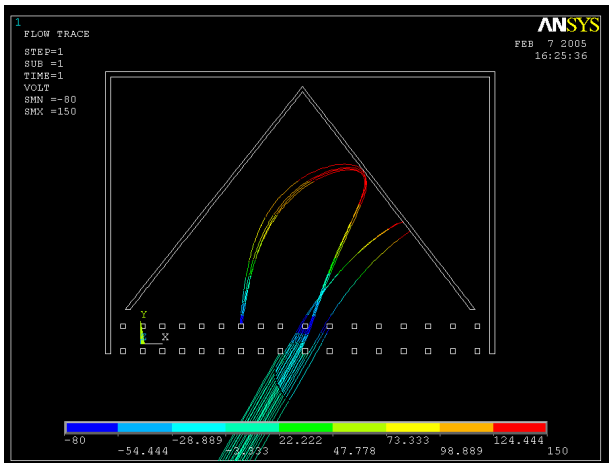


Abbildung 6.12: Änderung der Ausbreitungsrichtung der Ionen durch Ablenkung und Transmissionsverluste am Gittersystem (Einfallswinkel 30°), schematisch

Im Experiment wurde daher der Ionenstrom für einen Einfallswinkelbereich von 0° bis 45° für zwei unterscheidliche Gitteranordnungen experimentell bestimmt und mit theoretischen Werten verglichen. Zum Einen wurden die Gitter mit parallelen Gitterstegen, zum Anderen um einen Winkel von 30° um das Lot auf die Gitterebene gegeneinander gedreht angeordnet.

Abbildung 6.13, links, zeigt den aus Messwerten ermittelten, auf senkrechten Einfall normierten Ionenstrom für Einfallswinkel zwischen 0° und 45° für parallele und zueinander gedrehte Gitter. Diese Messdaten werden mit berechneten Werten, zum Einen einer Kosinusfunktion und zum Anderen einer Kosinusfunktion, die zusätzlich die Dicke der Aperturblende berücksichtigt, vergleichen. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Messwerte für die Konfiguration mit zueinander gedreht angeordneten Gittern, wenn eine geometrisch bestimmte „effektive“ Apertur zugrunde gelegt wird (Abbildung 6.13, rechts). Für die parallele Gitteranordnung ergibt sich eine große winkelabhängig Abweichung, die, wie im Folgenden gezeigt wird, auf die Abschattung durch Gitterstege zurückzuführen ist.

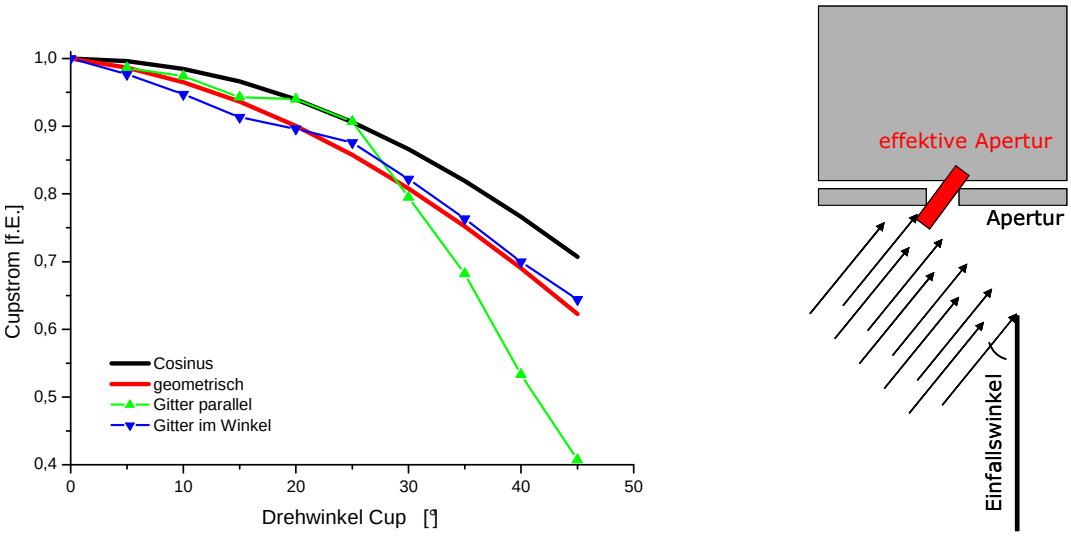


Abbildung 6.13: Links: Normierter einfallswinkelabhängiger Kollektorstrom. Kosinus- und geometrische Abhängigkeit berechnet. Gitter parallel und Gitter im Winkel: Messwerte. Rechts: Darstellung der effektiven Apertur.

Die aus der Drehung des Cups resultierende Abschattung der Stege der beiden Gitterebenen wurde numerisch simuliert. Vereinfachend wurde ein diskretisiertes Modell verwendet, wobei die Änderung des Ioneneinfalsswinkels α auf das Gittersystem durch eine Verschiebung Δl zweier Gitter im Abstand d zueinander ausgedrückt werden kann durch $\alpha=\arctan(\Delta l/d)$.

Es wurde beispielhaft ein 5x5-periodisches Testgitter mit einer Gitterperiode von 20 Punkten und einem Transmissionsgrad von 9/16 (entsprechend 0,8 mm Maschenperiode und 0,2 mm Stegbreite im Experiment) auf einem identischen, aber ausgedehnten, Probegitter mit 10 Perioden zu je 20 (insgesamt 200) Punkten verschoben (Abbildung 6.14). Die Translation des Testgitters erfolgte dabei über ein 50x50 Punkte umfassendes Raster, wobei die Transparenz der überlagerten Gitter für jede Position berechnet wurde. Wenn der experimentell verwendete Gitterabstand von ca. 2,3 mm zugrundegelegt wird, entspricht die Simulation einer Änderung des Ioneneinfallswinkels von mindestens 28° in jede beliebige Richtung.

Abbildung 6.14 zeigt die Simulation für die gedrehte Gitteranordnung. Die Gitterstege sind hell, die Öffnungen dunkler dargestellt. Die Transparenz ergibt sich anhand des Verhältnisses der dunklen Bereiche in der Überlagerung von Probe- und Testgitter zu der Fläche des Probegitters.

Abhängig von der Gitterkonfiguration ergeben sich zwei Fälle, die in Abbildung 6.15 und Abbildung 6.16 dargestellt sind. Beide Abbildungen zeigen auf der linken Seite die Transmission in Abhängigkeit der relativen Gitterposition und auf der rechten Seite die Häufigkeitsverteilung (Histogramm) der Transmissionswerte. In der Transmissions-

darstellung entspricht einer Verkippung des Cups eine lineare Bewegung von einem Ausgangspunkt in eine Richtung. Da die tatsächliche initiale Gitteranordnung im Cup nicht genau bekannt ist, sind sowohl der Ausgangspunkt als auch die Richtung nicht eindeutig bestimmt.

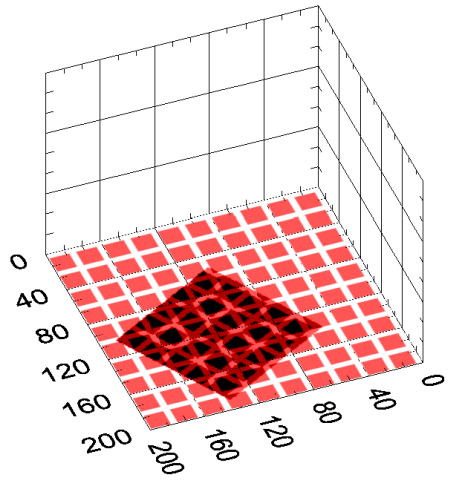


Abbildung 6.14: Simulation der geometrischen Gittertransmission. Ein 5x5 periodisches Testgitter (1 Periode entspricht 20 Punkten) wird im Winkel von 60° über das Probegitter (10 Periode zu je 20 Punkte, entsprechend 200 Punkte) bewegt. Die dunklen Bereich zeigen die Stellen auf, an denen sich die Öffnungen von Test- und Probegitter überlagern.

Insgesamt wird jedoch deutlich, dass die mittlere Transmission und die Messwertstreuung bei der gedrehten Gitteranordnung für alle Ausgangssituationen und Drehwinkel nur minimal vom geometrischen Mittelwert 0,32 abweicht (Abbildung 6.16).

Im Gegensatz dazu sind bei paralleler Gitteranordnung sowohl sehr hohe (0,56) als auch sehr niedrige (0,27) Transmissionen möglich. Der Einsatz eines derartig konfigurierten Cups ist nicht nur im Hinblick auf die Vermessung des dreidimensionalen Emissionsverhaltens, sondern auch im Hinblick auf die Charakterisierung und Kontrolle einer Quelle in einer festen Einbauposition als kritisch zu bewerten. Ein Einfluss auf die relative Genauigkeit bei der Bestimmung der Ionenenergieverteilung wird nicht erwartet.

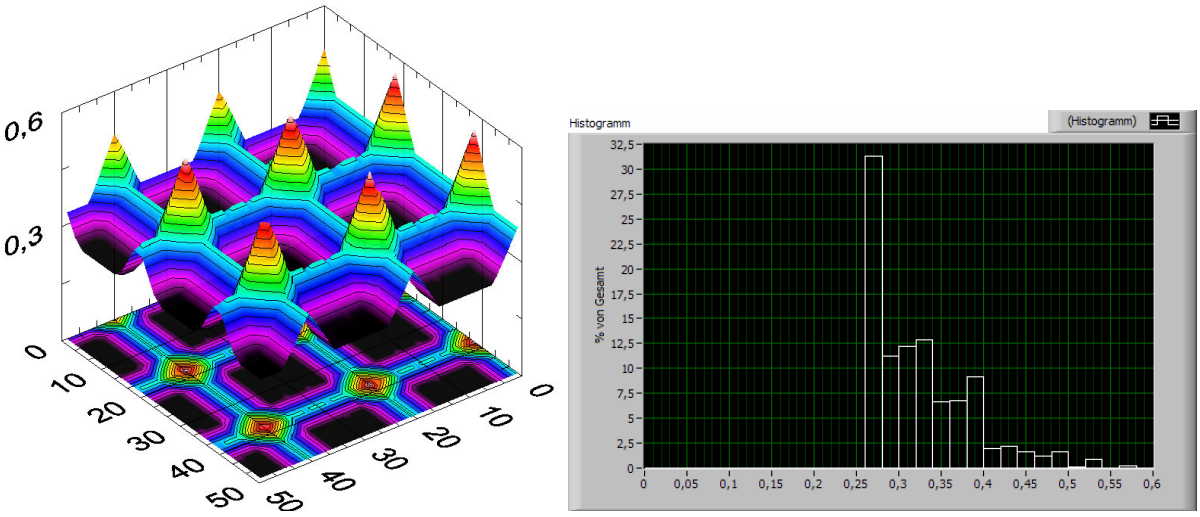


Abbildung 6.15: Winkelabhängige geometrische Transmission (links). Aufgetragen ist die Transmission beider Gitter als Funktion der Position des Probegitters, das in einer 50x50-Punktematrix über das ausgedehnte Testgitter verschoben wurde. Transmissionshistogramm (Transmission und Häufigkeit, rechts) für Gitter in paralleler Anordnung

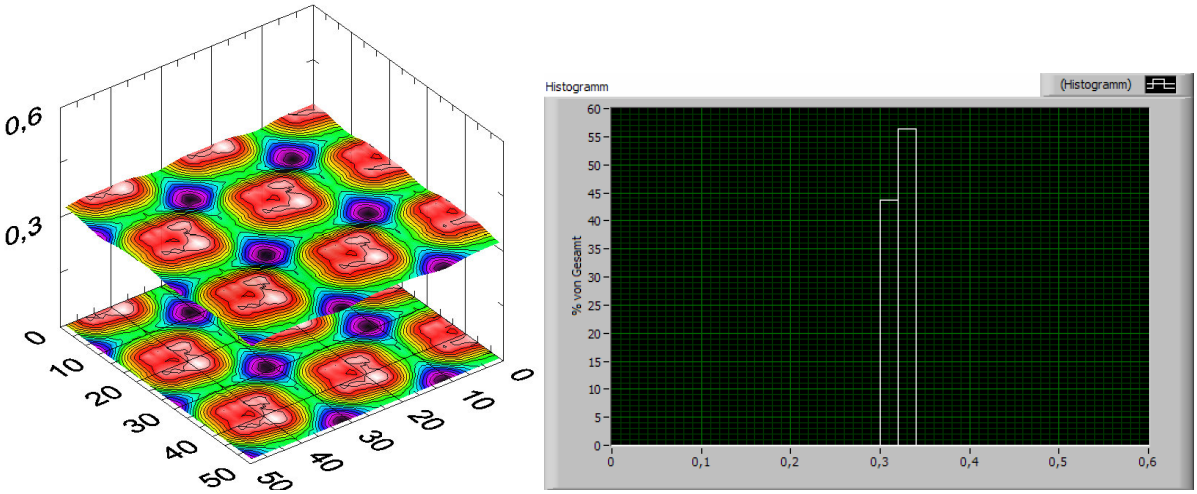


Abbildung 6.16: Winkelabhängige geometrische Transmission (links). Aufgetragen ist die Transmission beider Gitter als Funktion der Position des Probegitters, das in einer 50x50-Punktematrix über das ausgedehnte Testgitter verschoben wurde. Transmissionshistogramm (rechts) für Gitter in gedrehter (60°) Anordnung

Abbildung 6.17 zeigt einen planen Kollektor aus Kupfer, der unter verschiedenen Winkeln eingesetzt wurde. Die Projektion der Apertur auf die Kollektorfläche ist jeweils durch einen Kreis markiert. Der zentrale Auftreffbereich ist auf der rechten Bildseite vergrößert dargestellt. Während die Oberfläche durch die auftreffenden Ionen gereinigt wurde, ist die Abschirmung durch die beiden Gitter zu erkennen. Zur Verdeutlichung sind die Gitterabschattungen des ersten Gitters z.T. durch Hilfslinien hervorgehoben. Im Allgemeinen ist die Transmission von Gittern vom Potenzial und von der Masse der zu charakterisierenden Spezies abhängig. Für den Anwendungsbereich konnte experimentell

gezeigt werden, dass die ermittelte Ionenenergieverteilung und der daraus extrahierte Ionenstrom gering und gegebenenfalls nur im niederenergetischen Anteil von der Spannung am zweiten Gitter abhängig ist. In Verbindung mit den in Abbildung 6.16 und Abbildung 6.17 gezeigten Ergebnissen wird daher angenommen, dass die Transmission der Gittersystems (als Produkt der Transmission der einzelnen Gitter $T_{Gitter1}$*$T_{Gitter2}$) auf der Basis der geometrischen Daten abgeschätzt werden kann, so dass sich in Abhängigkeit der Größe der Aperturblende $A_{Apertur}$ ein Umrechnungsfaktor zwischen am Kollektor gemessenen Strom $Ionenstrom_{gemessen}$ und von der Ionenquelle emittiertem Ionenstromdichte am Ort des Faradaycups ergibt zu:

$$
\begin{aligned}
Ionenstromdichte &\approx \frac{Ionenstrom_{gemessen}}{A_{Apertur} * T_{Gitter1} * T_{Gitter2}} \\
&\approx \frac{Ionenstrom_{gemessen}}{0{,}0804 cm^2 * 0.316} \\
&\approx Ionenstrom_{gemessen} * 39.3 \frac{1}{cm^2}
\end{aligned}
$$

Gleichung 6.3: Abschätzung der Ionenstromdichte anhand des gemessenen Cupstroms

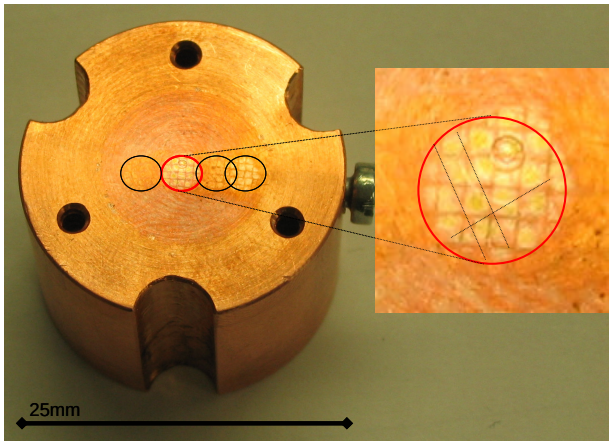


Abbildung 6.17: Mit Ionen beaufschlagter planer Kollektor aus Kupfer. Die Auftreffbereiche des Strahls sind für unterschiedliche Eintrittswinkel hervorgehoben. Die durch die Gitterstege verursachten Abschattungen sind durch Linien verdeutlicht (rechts).

7. Charakterisierungsverfahren optischer Schichten

Die Herstellung hochqualitativer Schichten ist ohne die Charakterisierung mit speziellen Messverfahren undenkbar. Als Standard wurden die hergestellten Beschichtungen spektralphotometrisch (Perkin Elmer, Lambda 19 oder Lambda 900) vermessen. Mit einem Dünnschichtprogramm (beispielsweise SPEKTRUM [24] oder OptiLayer [25]) konnten in einem weiteren Schritt die optische und physikalische Dicke sowie die Materialbrechwerte durch numerische Anpassung ermittelt werden. Fehler können zum Einen durch die Messung selbst eingetragen werden, zum Anderen führen inhomogenes Schichtwachstum und beispielsweise ein Wandern der Quellenparameter oder Temperatur während der Herstellung zu Schichteigenschaften, die nicht hinreichend durch das zur Berechnung verwendete Modell abgedeckt werden bzw. abgedeckt werden können. Eine Verfeinerung der Modellstellung ist im Allgemeinen nur bedingt möglich, da die Anzahl der zur Verfügung stehenden Parameter geringer ist als die Zahl der unbestimmten Größen. Auswertungen der optischen Eigenschaften und deren Interpretation erfordern daher Erfahrung, sind stets zu hinterfragen.

Für die anwendungsrelevanten Wellenlängen liegen die optischen Verluste im Allgemeinen unterhalb der Nachweisgrenze spektralphotometrischer Messungen, so dass hier das im Folgenden (Abschnitt Anhang 3) beschriebene Messverfahren der Laserkalorimetrie angewendet wurde. Dieses ermöglicht den Nachweis von Absorption vom ppm- bis in den Prozentbereich mit hoher Absolutgenauigkeit [26].

Im Hinblick auf die optische Schichtdickenkontrolle wird die Herstellung von stabilen Schichten mit einer kompakten Mikrostruktur angestrebt. Der Nachweis der Mikrostruktur könnte vergleichsweise aufwändig über Transmissionselektronenmikroskopie an einem Querbruch erfolgen. Eine relativ einfache, indirekte Messmethode, die zudem direkt die Stabilität einer Optik gegenüber Umwelteinflüssen wie Temperatur oder Luftfeuchtigkeit angibt, steht mit der sogenannten Temperaturshiftmessung zur Verfügung (Anhang 2). Hier wird das Transmissionsspektrum einer Probe in Abhängigkeit der Temperatur ausgewertet.

Darüber hinaus existiert eine Vielzahl von optischen und mechanischen Messverfahren, die in Abhängigkeit vom angestrebten Einsatzbereich in der optischen Dünnschichttechnologie genutzt werden, und daher hier nicht vollständig aufgeführt werden können.

Weitere Beispiele für Messverfahren sind:

- Sandrieseltest: Der Sandrieseltest dient der Bestimmung der mechanischen Resistenz der Oberfläche einer Testoptik. Die Oberfläche wird aus einer definierten

Höhe schrittweise mit einer Menge Sand beaufschlagt. Der Aufbau, sowie die Menge und Korngröße des Sandes werden beispielsweise durch die Norm DIN 52348 bestimmt. Anschließend kann die Zerstörung anhand photometrischer Methoden nachgewiesen werden.

- Käsetuch-/Radiergummitest: Der Käsetuch-/Radiergummitest dient der Bestimmung der mechanischen Resistenz der Oberfläche einer Testoptik. Nach Norm [27] führt ein mit einem Käsetuch oder einem Radiergummibesetzter Stempel lineare Bewegungen auf einer Testoberfläche aus. Die Degradation der Optik kann photometrisch bestimmt werden.
- Klimakammer- und Kochtests: Klimakammer- und Kochtest weisen die Resistenz von Optiken gegenüber Schwankungen der Temperatur oder der Luftfeuchtigkeit nach.
- Abkühlung auf extrem niedrige Temperaturen: Wie auch bei extremer Wärme können Optiken durch extreme Kälte beschädigt werden. Entscheiden für die Beständigkeit von Beschichtungen auf optischen Substraten sind deren Haftfestigkeit auf der Substratoberfläche sowie mechanische Spannungen im Schichtsystem, die auf den unterschiedlichen Wärmeausehnungskoeffizienten der Schichtmaterialien und Substrate beruhen.
- Kratztests: Hier kann die mechanische Stabilität beispielsweise durch eine über die Oberfläche gezogene Klinge, die mit steigender Weglänge eine höhere Anpresskraft erfährt, ermittelt werden. Die Messwerte sind im Allgemeinen vom Substratmaterial abhängig.
- hochpräzise R+T-Messung: Messung der Transmission und Reflexion einer Oberfläche gemäß Aufbau nach ISO/FDIS 13697. Die Messung erfolgt bei der relevanten Laserwellenlänge bei gegenüber der Spektralphotometrie höherer Genauigkeit. Eine gerasterte Messung der Probenoberfläche ist möglich.
- Schichtspannungsmessung (interferometrisch oder durch Triangulation): Gemessen wird die geometrische Verkrümmung eines Substrates. Beispielsweise kann überprüft werde, ob die sogenannte „Passe“, d.h. die Oberflächenspezifikation einer Optik, auch in beschichtetem Zustand den Spezifikationen entspricht. Des Weiteren kann auf die Spannungseigenschaften der Schichtmaterialien zurückgeschlossen werden, wenn die physikalische Dicke des Schichtmaterial bzw. das Schichtdesign bekannt ist. Es ist zu beachten, dass die die Spannungen von Schichtmaterialien abhängig von den Umgebungsbedingungen sein können [39].

- Laserinduzierte Fluoreszenzmessung: Neben der Absorption ist die Fluoreszenz ein weiterer Verlustkanal. Die Emission erfolgt dabei in einem von möglichen Verunreinigungen abhängigen Frequenzspektrum, das für den Nachweis von Kontaminationen genutzt werden kann. [40]
- Röntgenverfahren: Die Röntgenbeugung (XRD, X-Ray Diffraction) liefert Informationen über die Kristallinität und die entsprechenden Phase einer Oberfläche. Die eingestrahlte Röntgenwellenlänge ist in der Größenordnung der Abstände der schichtbildenden Atome. Sind diese periodisch angeordnet, entstehen als Messgröße Interferenzen der Röntgenstrahlung. XPS ist eine Abkürzung für x-ray PES. Bei der Photoelektronenspektroskopie (PES) werden in der Probe Photoelektronen durch die einfallende Röntgenstrahlung ausgelöst. Aus der Analyse der emittierten Elektronen kann auf deren Bindungsenergie zurückgeschlossen werden, so dass Bindungszustände in einer Probe analysiert werden können.
- Rasterkraftmikroskopie (AFM): Die Rasterkraftmikroskopie ermöglicht eine hochgenaue Analyse der Topographie. Aus der Messung kann die Oberflächenrauhigkeit, auch in Abhängigkeit verschiedener Herstellungsparameter, ermittelt werden. Beispielsweise kann durch die Berechnung der spektralen Leistungsdichte (PSD, Power Spectral Density) der Beitrag der Ortsfrequenzen an der Rauhigkeit ermittelt werden. In einem zweiten Schritt liefern diese Anteile den (wellenlängenabhängigen) Beitrag zum Streuverhalten [41].
- Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS): Bei der Sekundärionenmassen-spektroskopie wird die zu untersuchende Oberfläche mit energetischen Primärionen gesputtert. Die abgetragenen Sekundärteilchen werden mit einem Massen-spektrometer detektiert. Mit SIMS kann sowohl eine Kartierung der Oberfläche durchgeführt werden als auch ein Tiefenprofil erstellt werden, aus dem die einzelnen Schichtdicken eines Schichtsystemes hervorgehen.

Für weitere Informationen sei auf die angegeben Quellen und Normen sowie auf weiterführende Literatur verwiesen.

8. Gleichspannungsbetriebene Ionenquellen

Die im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Quellenkonzepte lassen sich gemäß der Methoden der Ionenerzeugung und Ionenextraktion in unterschiedliche Klassen einteilen. Bei der Ionenerzeugung kann zwischen Gleichspannungsentladung und HF-Anregung unterschieden werden, wobei im Bereich der Hochfrequenzanregung sowohl die induktive als auch die kapazitive Energieeinkopplung möglich ist. Die Ionenextraktion erfolgt in den hier untersuchten HF-Quellen über ein einzelnes Extraktionsgitter, bei den DC-Quellen gitterlos.

Im Folgenden werden die Eigenschaften und Betriebsparameter der unterschiedlichen Quellentypen dargestellt. Zunächst sollen die funktionellen Baugruppen typischer DC-Entladungsquellen, die sich durch eine offene Bauart auszeichnen, beschrieben werden. Die Bezeichnung „offen“ wird hier gewählt, weil sich sowohl die Anode als auch die Kathode (im Verhältnis zu ihrer Größe) räumlich nah an der Quellenapertur befinden. Beispiele für Quellen offener Bauart sind die Typen CC-105, CC-206 (Prototyp) und ST2000 der Hersteller Denton Vacuum bzw. Saintech Ion Beam Sytems. Des weiteren wird ein DC-Quellentyp vorgestellt, in dem sich die Kathode in etwa 10 cm Entfernung von der Quellenapertur befindet (Leybold Optics APS/APSpro). Im Folgenden soll diese Bauart als „halboffen“ bezeichnet werden. Auf die Gemeinsamkeiten und Unterscheidungsmerkmale der Systeme und Regelverfahren wird im Folgenden eingegangen.

Abbildung 8.1 zeigt den schematischen Aufbau der offenen Quellen am Besipiel der Denton CC-105. Die funktionellen Baugruppen sind der Anodenring, die Bodenplatte, das Filament („Neutralisator“), sowie der durch den Spalt zwischen Anode und Bodenplatte ausgebildete Gaseinlass. Durch ringförmig oberhalb der Anode und unterhalb der Bodenplatte angeordnete Permanentmagneten wird ein zur Hochachse der Quelle paralleles Magnetfeld erzeugt.

Durch den Gaseinlass wird ein geregelter Gasfluss in die Quelle geleitet. An der Anode wird durch ein Netzteil ein positives Potential von ca. 100V-300V gegenüber dem geerdeten Quellenkörper aufrechterhalten. Ein zweites Netzteil bewirkt einen Stromfluss durch das Filament, so dass aus diesem durch Glühemission Elektronen emittiert werden. Aufgrund der Potentialdifferenz zwischen Filament und Anode werden die Elektronen in Richtung der Anode beschleunigt. Trifft ein energetisches Elektron auf ein Atom oder Molekül des Betriebsgases, so wird dieses mit einer vom Wirkungsquerschnitt für Ionisation abhängigen Wahrscheinlichkeit ionisiert.

Durch das Magnetfeldes bewegen sich die Elektronen nicht geradlinig, sondern aufgrund der Lorentzkraft in Spiralbahnen auf die Anode zu. Die Bahn der Elektronen wird verlängert, so dass sich die Stoßwahrscheinlichkeit mit dem Betriebsgas und damit die Ionisationswahrscheinlichkeit erhöht. Die längere Bahn der Elektronen führt zudem im Allgemeinen zu einer höheren Impedanz des Plasmas. Letztlich werden die in der Entladung erzeugten Ionen durch das von der Anode geprägte Potentialgefälle aus der Quelle hinaus beschleunigt.

Eine elektrostatische Aufladung von isolierenden Rezipiententeilen und somit die Ausbildung hoher elektrischer Feldstärken und lokaler Durchbrüchen, sogenanntes „Arcing“ tritt bei entsprechender Wahl der Betriebsparameter nicht auf, da die aus dem Filament emittierten Elektronen für eine Stromneutralisierung des Strahls ausreicht. Die Elektronenemission des Drahtes ist durch das umgebende Plasma der Entladung deutlich höher als im Fall der reinen Glühemission. Während die bei der Glühemission austretenden Elektronen eine Raumladungszone um den Draht bilden, deren elektrisches Feld weitere Elektronen am Austritt hindert, kann sich eine derartig hohe Elektronendichte im Plasma nicht ausprägen, so dass der Ladungsaustritt durch die Granzschicht zwischen Plasma und Draht bestimmt wird.

Das Emissionsverhalten und die Langzeitstabilität der DC-Quellen hängen in großem Maße von der Kontrollstrategie ab. Bei den untersuchten Quellen der Firma Denton (CC-105 und CC-206) wird auf einen automatisierten Betrieb verzichtet. Das Netzteil, durch das die Entladung aufrechterhalten wird, kann sowohl im spannungs- als auch im stromgeregelten Modus betrieben werden. Im Hinblick auf die Prozesskontrolle sollte hier der stromgeregelte Modus bevorzugt werden. Das Neutralisatornetzteil ermöglicht ebenfalls den strom- oder spannungsgeregelten Betrieb. Der Gasfluss wird durch einen Gasflussmengenregler auf einen konstanten Wert eingestellt.

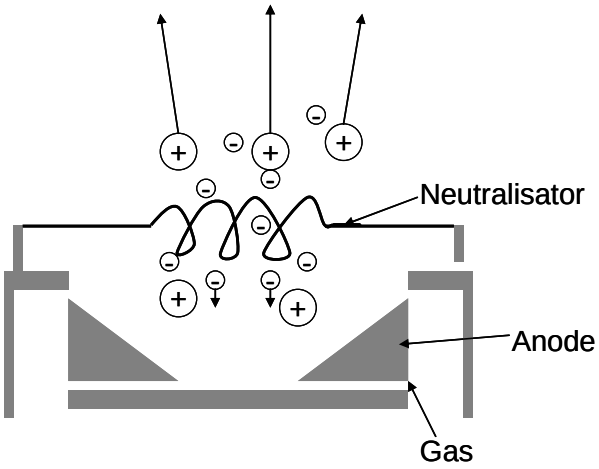


Abbildung 8.1: Schematischer Aufbau der Ionenquellen CC-105 und CC-206

Wird am Anodennetzteil ein konstanter Entladungsstrom gewählt, so ist die sich einstellende Entladungsspannung abhängig von der Plasmaimpedanz. Diese wird im Speziellen durch den Gasfluss, die Elektronenemission des Neutralisators sowie das Magnetfeld bestimmt. Ein höherer Gasfluss erhöht die Ionisationswahrscheinlichkeit, so dass die Entladungsspannung infolge einer verringerten Plasmaimpedanz absinkt. Ebenso bewirkt eine erhöhte Einspeisung von Elektronen aus dem Filament eine erhöhte Ionisationswahrscheinlichkeit und somit eine geringere Plasmaimpedanz. Entgegengesetzt bewirkt eine höhere Magnetfeldstärke eine höhere Ionisationswahrscheinlichkeit durch eine Verlängerung der mittleren Elektronenbahn. Die zur Aufrechterhaltung eines konstanten Entladungsstromes notwendige Entladungsspannung steigt.

Diese Wirkungszusammenhänge lassen sich bei allen hier aufgeführten Gleichspannungsquellen beobachten. Insgesamt existiert immer eine nichtselbständige DC-Entladung, die eine zusätzliche Elektronenzufuhr benötigt. Häufig übernimmt der Elektronenemitter mindestens partiell die Funktion einer Kathode. Im Fall der Ionenquellen der Firma Denton, (sowie der im Rahmen der Arbeit nicht qualifizierten, jedoch im industriellen Umfeld verbreiteten Ionenquelle Mark II des Herstellers Commonwealth Scientific) existiert mit der Bodenplatte noch eine zweite Kathode. Die Ausprägung des Elektronenemitters ist mit Blick auf das Arbeitsprinzip nicht relevant. Hier kann, wie bei den untersuchten offenen Quellen (CC-105, CC-206 und ST2000) ein Filament, d.h. ein sogenannter. „Neutralisatordraht“, oder auch alternativ ein Plasmabrückenneutralisator eingesetzt werden. Die DC-Quellentypen APS/APSpro (Leybold Optics) setzen hier eine Kathode aus Lanthanhexaborid ein, die durch einen innenliegenden Graphitheizer temperiert wird. Lanthanhexaborid zeichnet sich durch eine geringe Elektronenaustritssarbeit aus [34], wodurch eine hohe Elektronenemission bei

vergleichsweise niedrigen Temperaturen ermöglicht wird, so dass der Wärmeeintrag in die Quelle und den Rezipienten minimiert werden kann.

Im Hinblick auf die Stützungswirkung sind die Ionenstromdichteverteilung bzw. im Integral der Gesamtionenstrom, und die Ionenenergieverteilung die relevanten Quelleneigenschaften. Besonders in der Abhängigkeit der Ionenenergieverteilung von den Betriebsparametern werden die Parallelen im Arbeitsprinzip trotz der teilsweise stark unterschiedlichen konstruktiven Ausführung deutlich, wie im Folgen aufgezeigt wird.

8.1. Arbeitsprinzip gleichspannungsbetriebener Ionenquellen am Beispiel einer offenen Quelle (Denton CC-105)

Die zugänglichen Messgrößen der offenen Ionenquelle (Denton CC-105) sind:

- Stromstärke und Spannung der Entladung
- Strom und Spannung des Filaments
- Arbeitsgasfluss (im Folgenden: Sauerstofffluss)

Die Ionenenergieverteilung ist jedoch anhand dieser Werte nicht ersichtlich. Daher wird der Einfluss der grundlegenden Einstellungen auf die Ionenemission im Folgenden auf der Basis bereits vorliegender Arbeiten [28], jedoch im Besonderen mit Blick auf die generelle Funktionsweise von gitterlosen DC-Quellen, diskutiert.

Im Anschluss (Kapitel 9) folgen die Ergebnisse dieser Arbeit zur räumlichen Emissionscharakteristik der Quelle für ausgewählte Entladungsbedingungen. Darüber hinaus werden neue Ergebnisse bezüglich der Auswirkungen von Netzteilen auf die Ionenemission vorgestellt.

8.1.1. Strom-Spannungs-Kennfeld, Gasfluss

Die Regelung von DC-Ionenquellen auf einen konstanten Betrieb kann durch mehrere Mechanismen erfolgen. Es kann sowohl die Entladungsspannung als auch der Entladungsstrom geregelt werden. Messungen zeigen, dass die Entladungsspannung, ob als feste Größe oder als Stellgröße, die Ionenenergie grob festlegt.

Der aus der Quelle extrahierbare Ionenstrom wird einerseits durch die geometrische Konstruktion der Entladungszone, andererseits durch die sich einstellenden Entladungsbedingungen bestimmt. Da sich z.B. durch die Erhöhung des Entladungsstroms bei sonst gleichen Verhältnissen nicht nur die Entladungsspannung, sonder auch die Ionisationsbedingungen ändern, können die Einflüsse einzelner Betriebsparameter auf das Verhalten des Gesamtsystems der Quelle nicht isoliert betrachtet werden.

Unabhängig von der speziellen DC-Quelle liefert die Plasmaimpedanz in erster Näherung einen verknüpfenden Erklärungsansatz. Die Plasmaimpedanz folgt primär aus der Quellengeometrie, äußeren Magnetfeldern, der Größe des Gasflusses und der Anzahl der der Entladung zugeführten Elektronen. Die Entladungsspannung oder der Entladungsstrom können als Zielgröße vorgegeben und durch die gezielte Veränderung der Plasmaimpedanz durch die vorgenannten Stellgrößen geregelt werden. Bei festem Entladungsstrom folgt die Entladungsspannung und umgekehrt. Mithilfe eines Strom-Spannungs-Kennfelds erschließen sich daher wesentliche, für die Regelung relevante Zusammenhänge.

Das vorliegende Kennfeld (Abbildung 8.2) wurde für die Ionenquelle Denton CC-105 aufgenommen [28]. Der nahezu lineare Zusammenhang zwischen Entladungsstrom und Entladungsspannung (Abbildung 8.2) deutet auf eine konstante Plasmaimpedanz bei konstantem Gasfluss hin, die für größere Gasflüsse tendenziell abnimmt. Bei festem Entladungsstrom und vorgewähltem Gasfluss ergeben sich bei hinreichender, konstanter Zufuhr von Elektronen (durch Glühemission aus dem Filament) die dargestellten Entladungsspannungen. Bei konstantem Entladungsstrom ermöglicht die Verringerung des Betriebsgasflusses die Erhöhung der Entladungsspannung. Bei konstanter Entladungsspannung führt eine Erhöhung des Gasflusses zu einer Erhöhung des Entladungsstroms. Mithin könnte der Gasfluss (, wie bei der Quelle ST2000 von Sain-Tech umgesetzt,) als Regelparameter genutzt werden. Es ist jedoch zu beachten, dass sich die Entladungsbedingungen im Allgemeinen während des Betriebs ändern können. Im Rahmen vorheriger Untersuchungen [28] zeigte sich für die Quelle Denton CC-105, dass durch eine Regelung der Entladungsspannung durch den Gasfluss zum Einen die Entladungsspannung konstant gehalten werden konnte, zum Anderen aber der überlagerte Effekt der Degradation des Neutralisatordrahtes, eine zeitliche Veränderung der Ionenenergieverteilung zur Folge hatte.

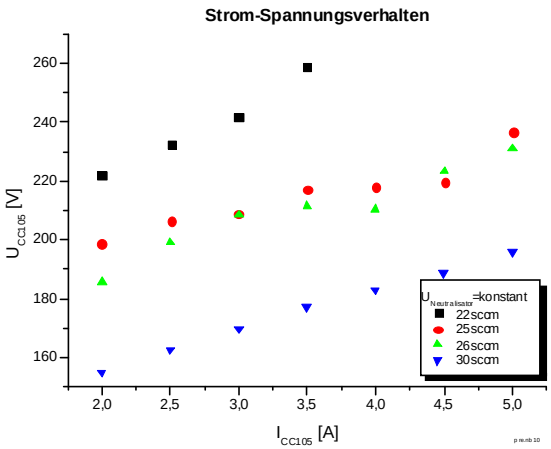


Abbildung 8.2: Messwert der Entladungsspannung einer offenen DC-Quelle (Denton CC-105) als Funktion des Entladungsstroms; Parameter: Gasfluss [28]

Im Hinblick auf die Stützwirkung ist zu beachten, dass bei Ionenquellen offener Bauart ein höherer Gasfluss zum einen eine stabilere Funktion der Ionenquelle bewirkt, zum anderen jedoch trotz einer Erhöhung des extrahierten Ionenstroms eine Reduktion der Stützungswirkung aufgrund der niedrigeren mittleren Ionenenergie zu beobachten ist. Diese geringere Stützungswirkung ist direkt durch eine unzureichende Kompaktifizierung und infolgedessen einen geringeren Brechungsindex der hergestellten Schichten zu beobachten. Ein niedrigerer Gasfluss bewirkt hingegen eine höhere Entladungsspannung (Abbildung 8.2), höhere Ionenenergie und eine bessere Stützungswirkung, jedoch wird die Quelle instabiler und reagiert stärker auf Variationen der Betriebsparameter oder der äußeren Einflüsse.

Abweichend wurde bei der Charakterisierung der halboffenen Quelle (APSpro, Leybold Optics) festgestellt, dass eine Erhöhung des Gasflusses zu einer höheren Ionenemission führt. Zum Einen wird hier jedoch die Plasmaimpedanz automatisiert durch ein regelbares externes Magnetfeld angepasst, zum Anderen ist der Emissionsstrom gegenüber dem Entladungsstrom deutlich geringer.

8.1.2. Variation des Entladungsstroms

Da mit der Größe des Entladungsstromes bei sonst gleichen Bedingungen im Allgemeinen sowohl die Entladungsspannung (Abbildung 8.2) als auch die Ionenemission ansteigt, bestimmt dieser Parameter prinzipiell die Größenordnung der Stützungswirkung.

Während der Entladungsstrom bei stabilem Betrieb der Quelle von 2,0 A auf 5,0 A gesteigert wird, stellt sich die Entladungsspannung gemäß der Entladungskennlinie ein. Durch eine insgesamt höhere Ionisation des Arbeitsgases steigt auch der emittierte Ionenstrom deutlich an, wie aus dem Integral der Ionenenergieverteilung ersichtlich ist (Abbildung 8.3).

In der Folge ergibt sich das Anwendungsfeld des im Abschnitt 10 beschriebenen und qualifizierten Quellenprototyps CC-206 als potentiell leistungsstärkere Variante der CC-105: Durch die Vergrößerung des Entladungsvolumens sollte ein gesteigerter Ionenstrom bei einer qualitativ ähnlichen Ionenenergieverteilung erreicht werden.

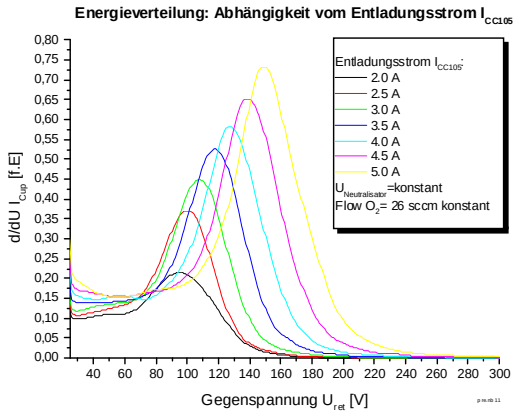


Abbildung 8.3: Ionenenergieverteilung als Funktion der Entladungsspannung, Parameter: Entladungsstrom [28]

8.1.3. Einfluss des Filaments („Neutralisatordraht“)

Das Filament stellt Elektronen durch Glühemission zur Verfügung. Wie bereits in Abschnitt 5.1 dargestellt wurde, sind diese zum Betrieb der unselbständigen Gasentladung innerhalb der Quelle unerlässlich. Zudem stellt eine hinreichende Strahlneutralisation die Quasi-neutralität des Plasmas sicher, so dass schädliche Funkenbildung im Rezipienten, sogenanntes „Arcing“, vermieden wird. Die Elektronenemission des Drahtes ist jedoch nicht direkt zugänglich, so dass die über den Drahtwiderstand gekoppelten Parameter Neutralisatordrahtstrom- bzw. Spannung als Anhaltspunkt dienen. Wird die Neutralisator-spannung erhöht, steigt der Neutralisatorstrom und somit die eingetragene Heizleistung. Infolge der Temperaturerhöhung steigt die Elektronenemission des Drahtes an. Eine höhere Elektronenemission bewirkt im Allgemeinen eine niedriger Entladungsspannung und im Mittel niedrigere Ionenenergie durch eine Reduzierung der Plasmaimpedanz.

9. Ionenstromdichteverteilung der offenen Ionenquelle Denton CC-105

Die Ionenstromdichteverteilung der CC-105 wurde in einer Beschichtungsanlage vom Typ BAK 760 ermittelt. Dazu wurde die Ionenquelle nahezu zentrisch in Bodennähe positioniert und die Messung mit 14 Faradaycups gemäß dem im Abschnitt Anhang 1.2 erläuterten Prozedere durchgeführt. Abbildung 9.1 zeigt die dreidimensionale graphische Darstellung der Messwerte. Abbildung 9.2.(links) veranschaulicht die Messwerte in Abhängigkeit des Emissionswinkels aus der Quelle und deren rechnerische Näherung (Fit).

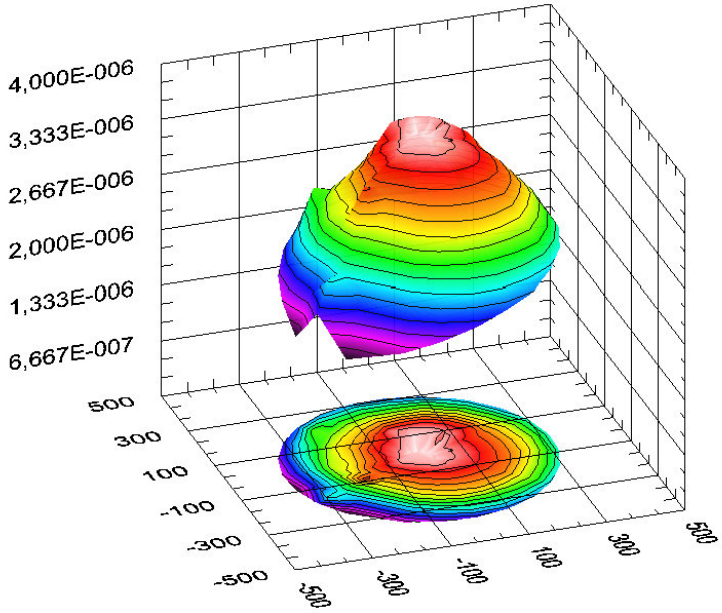


Abbildung 9.1: Ionenstromdichteverteilung der Denton CC-105 (Entladungsstrom 3.5 A, 18 sccm Sauerstoffffluss), Dimensionen (x, y, z) in (mm, mm, a.u.)

In Abbildung 9.2 (rechts) wird mittlere Ionenstromdichte in Abhängigkeit der radialen Kalottenposition gezeigt, wobei die numerische Näherung (rote Linie) auf Basis der tatsächlichen Quellenposition mit den mittleren Messwerten verglichen (schwarze Punkte) wird. Unter der mittleren Ionenstromdichte ist hierbei die Ionenstromdichte zu verstehen, die ein Substrat auf einer festen Position während einer vollständigen Umdrehung der Kalotte im Mittel erfährt. Der mit ca. 50% starke Abfall der mittleren Ionenstromdichte in Richtung der äußeren Probenposition auf der Kalotte beruht auf der zentralen Platzierung der Quelle für diese Untersuchung, die nicht mit der Position und Ausrichtung während der Beschichtung übereinstimmt. Im nachfolgenden Abschnitt 9.2 wurde die Quelle optimiert ausgerichtet.

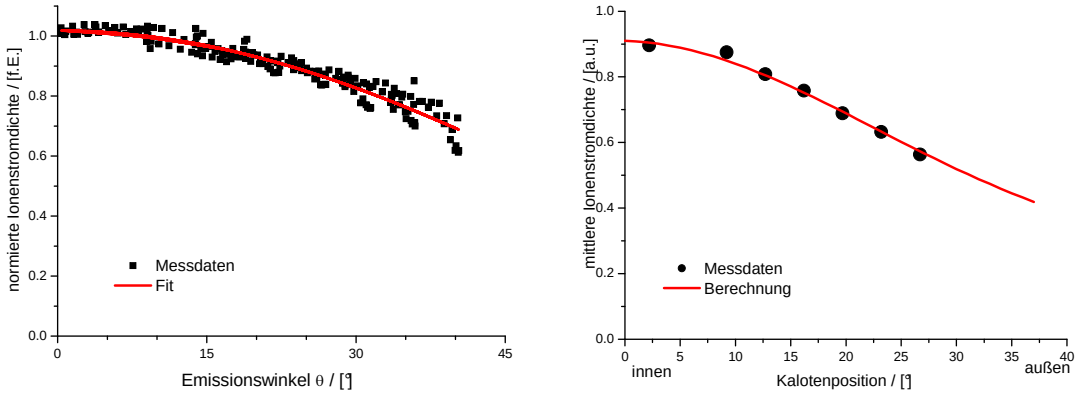


Abbildung 9.2: Links: Ionenstromdichteverteilung als Funktion des Emissionswinkels von Ionen gegenüber der Quellenausrichtung (Messwerte schwarze Quadrate, Modell rote Linie: gemäß Gleichung 6.2 folgt n=1,55 und B=0) Rechts: Ionenstromdichteverteilung als Funktion der Kalottenposition (Winkel gegenüber der Rotationsachse) (rechts, Messung schwarz, berechnete Werte rot))

9.1. Mittlere Ionenstromdichte in Abhängigkeit der Betriebsparameter

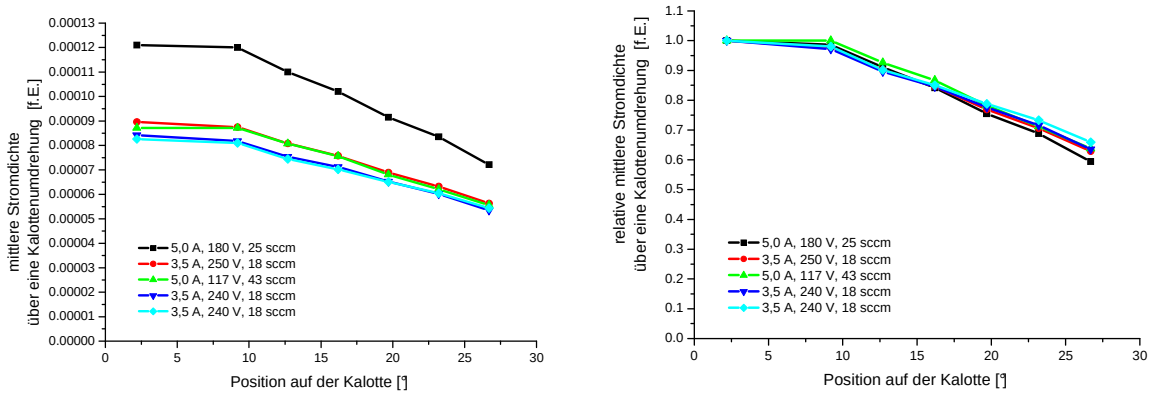


Abbildung 9.3: Mittlere Ionenstromdichte auf einem Kalottenradius (Mittelung über eine Umdrehung der Kalotte). Rechts: Vergleich der Stromdichten. Links: Vergleich der relativen Stromdichten.

Abbildung 9.3, links, zeigt die mittlere Ionenstromdichte in Abhängigkeit der Kalottenposition für unterschiedliche Betriebsparameter, während rechts die auf die mittlere Position normierte Ionenstromdichte dargestellt ist. Die zentrale Position der Quelle entspricht dem vorigen Abschnitt 9.1. Es wird deutlich, dass die mittlere Ionenstromdichte bei 5.0 A Entladungsspannung und 25 sccm Sauerstoffffluss ca. 40% höher ist als bei den weiteren aufgeführten Parametersätzen. Die normierte Verteilung ist jedoch nahezu identisch, obwohl insbesondere der Gasfluss von 18 sccm über 25 sccm bis hin zu 43 sccm geändert wurde. Stoßprozesse im Entladungsbereich verbreitern die Ionenstromdichteverteilung nicht.

Mit Blick auf die Prozesskontrolle ergibt sich somit, dass eine einmalige Optimierung der Quellenposition hinreichend ist, auch wenn für die verschiedenen Beschichtungsmaterialien angepasste Betriebsparameter verwendet werden.

9.2. Homogenität der Ionenstützung über die Kalottenfläche

Im Hinblick auf eine optimale Produktionsausbeute lautet eine der Zielstellungen bezüglich der Optimierung von Ionenquellen, ein möglichst großes Maß an Schichtdicken- und Brechwerthomogenität über den Kalottenradius zu erzielen. Hierzu ist die Position der Quelle bezüglich einer möglichst homogenen Stützwirkung auf allen Substratpositionen einzurichten.

Basierend auf den Ergebnissen des vorherigen Abschnitt 9.1 und den Maßen des Rezipienten wurde eine optimierte Position der Ionenquelle berechnet. In der Folge konnte für eine Titandioxid-Einzelschicht von etwa 450 nm physikalischer Dicke (optische Dicke: 4λ/4@1064nm) experimentell sowohl ein homogener Brechwertverlauf als auch eine gleichbleibende optische Dicke über den radialen Verlauf der Kalotte einer BAK 760 demonstriert werden (Abbildung 9.4). Position 1 bezeichnet die zentrale Substratposition, Position 8 jene auf dem äußeren Kalottenrand. Um eine übersichtlichere Darstellung zu gewährleisten, wurden der Brechungsindex und die Schichtdicke auf den Wert der innersten Probe (Position 1) normiert. Es wurde keine Verteilungsblende eingesetzt, die „Welligkeit“ der Dickenverteilung beruht auf der Halterung der Proben. Jeweils vier Substrate befanden sich auf einem ebenen, ungekrümmten Halter im inneren Kalottenbereich und vier auf dem äußeren Bereich.

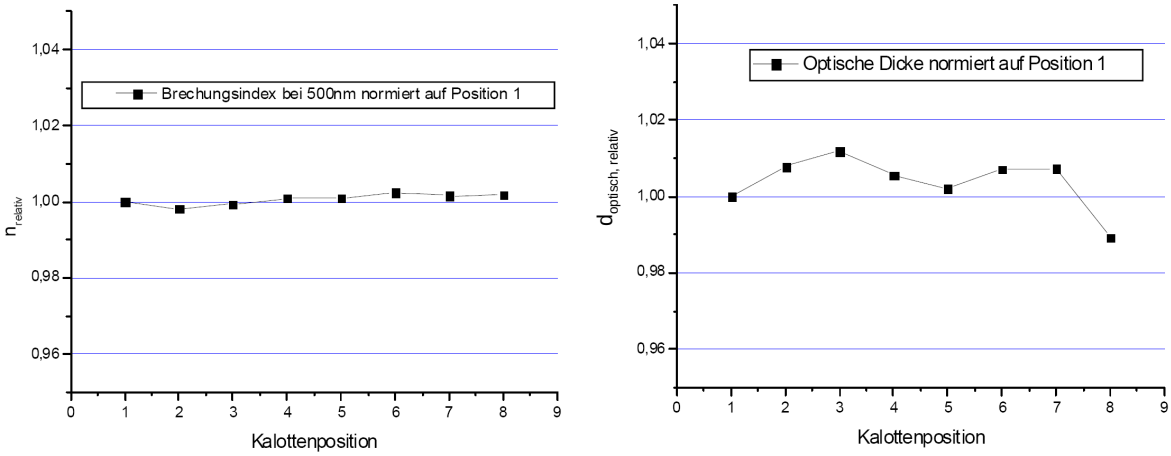


Abbildung 9.4: Optimierter radialer Verlauf des auf Kalottenposition 1 normierten Brechwerts (links) und der normierten optischer Dicke (rechts) einer Titandioxid-Einzelschicht von ca. 450nm physikalischer Dicke.

9.3. Einfluss des Netzteils

Während der Vermessung der Quellenemission mit einem Faradaycupsystem ist bereits früher eine deutliche Verbreiterung der Ionenenergieverteilung der Quelle CC-105 in bestimmten Betriebszuständen nachgewiesen worden [28]. Während sich das Maximum gegenüber dem Ausgangszustand zunehmend zu niedrigeren Energien verschiebt, ist ein steigender Anteil an höherenergetischen Ionen mit Energien oberhalb q·U (q Ladung, U Entladungs-/Beschleunigungsspannung) messbar. Gleichzeitig verrändert sich die am Netzteil ablesbare Entladungsspannung nicht oder steigt nur geringfügig. Da anhand der Faradaycupmessung nicht nachweisbar ist, welchen Ladungszustand ein detektiertes Ion aufweist, wäre eine Mehrfachionisierung des Arbeitsgases wahrscheinlich.

Bei vergleichenden Untersuchungen zwischen den beiden Dentonquellen ließ sich das Verhalten der CC-105 bei Betrieb mit dem Netzteil der CC-206 jedoch nicht reproduzieren. Daher wurde der Verlauf der Anodenspannung der CC-105 für beide Netzteile mit einem Oszilloskop vermessen.

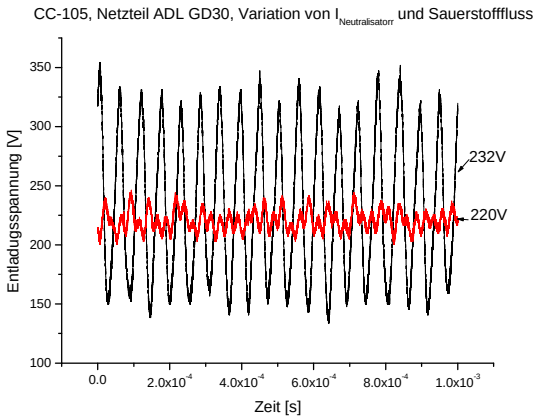


Abbildung 9.5: Zeitlicher Verlauf der Anodenspannung für zwei unterschiedliche Betriebszustände der Ionenquelle Denton CC-105 an Netzteil ADL GD30. Anzeige am Netzteil: konstant 220 V, rote Kurve, konstant 232 V, schwarze Kurve

Abbildung 9.5 zeigt den zeitlichen Verlauf der Anodenspannung der Quelle bei Betrieb mit dem Netzteil ADL GD30 im stromgeregelten Modus bei einem Entladungsstrom von 3,5 A. Durch eine Verringerung des Gasflusses kann vom spannungsstabileren (rote Messkurve) auf den spannungsinstabileren (schwarze Messkurve) Modus umgeschaltet werden. Anhand des Verhaltens des Netzteils sind beide Zustände jedoch ununterscheidbar. Während das Netzteil den Mittelwert der Spannungen anzeigt, kann beispielsweise die tatsächliche Spannung bei angezeigten 232 V zwischen 150 V und 350 V schwanken. Da eine Regelung der Quelle durch den Regelkreis des Netzteils auf einen vorgewählten konstanten

Entladungsstrom erfolgen soll, wird angenommen, dass das beobachtete Verhalten auf das Regelverhalten des Netzteils zurückzuführen ist.

In Abbildung 9.6 wird die Häufigkeitsverteilung der in Abbildung 9.5 abgebildeten Spannungswerte dargestellt. Diese Häufigkeitsverteilung korrespondiert mit den anhand von Faradaycupmessungen ermittelten Ionenenergieverteilungen für beide Bertiebszustände. Abbildung 9.7 zeigt die Ionenenergieverteilung der Quelle (Denton CC-105) bei Betrieb mit dem Netzteil Xantrex XDC 600-10 bei einer konstanten Entladungsspannung von 200 V und konstantem Gasfluss.

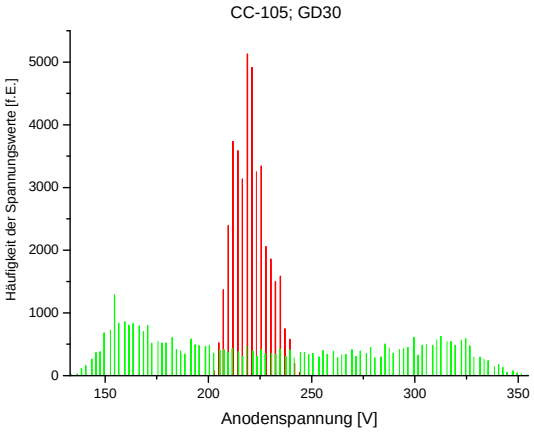


Abbildung 9.6: Histogramm, abgeleitet aus dem in Abbildung 9.6 gezeigten Spannungsverlauf

Die Neutralisatorspannung wurde von 10.0 V über 11.0 V auf 11.7 V erhöht. Im Gegensatz zu den bisherigen Messungen ist eine scharfe Ionenenergieverteilung, deren Maximum in etwa der Entladungsspannung entspricht, zu beobachten. Eine Spannung am Filament von 10.0 V bildet hier den Minimalwert für die Funktion der Quelle, der bereits zu Fluktuationen führt. Die direkt nacheinander bestimmten Ionenenergieverteilungen unterscheiden sich, ebenso wie die korrespondierenden Entladungsspannungen, voneinander, was auf eine Instabilität aufgrund von mangelnder Neutralisation hindeutet. Würde die Elektronenzufuhr durch das Filament weiter reduziert, könnte die Entladung nicht stabil aufrechterhalten warden. Eine Funkenbildung (sogenanntes “Arcing”) im Rezipienten, wäre die Folge. Tritt ein Funke am Rand der metallischen Substrathalterung auf, so kann die aufwachsende Schicht durch abgestäubtes Haltermaterial sichtbar verschmutzt werden. Die betreffende optische Komponente wäre im Allgemeinen Ausschuß.

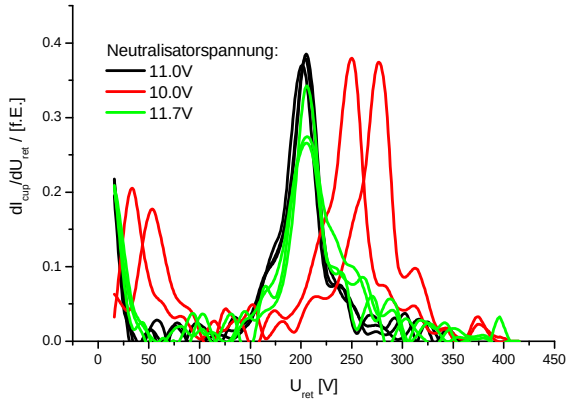


Abbildung 9.7: Ionenenergieverteilung der Quelle CC-105, betrieben in einer Beschichtungsanlage vom Typ Leybold Optics SYRUSpro 1100, Netzteil Xantrex XDC 600-10 (Konstante Entladungsspannung, konstanter Gasfluss), Neutralisatorspannung (11.0 V, 10.0 V, 11.7 V)

Abbildung 9.8 stellt die Anodenspanung der Quelle (CC-105) während des Betriebs mit dem Netzteil Xantrex XDC 600-10 dar. Der Entladestrom und der Neutralisatorstrom wurden konstant gehalten. Der Sauerstoffluss wurde durch ein Nadelventil auf drei Flüsse, 49.5 Skalenteile, 50.0 Skt. und 55.0 Skt. eingestellt. Die Entadungsspannung stellt sich infolge des Gasflusses ein. Die Schwankung der Spannung ist gegenüber dem Betrieb mit dem ADL-Netzteil deutlich reduziert. Die relative geringe Flussänderung von 49.5 Skt. auf 50.0 Skt. bewirkt (im Rahmen der gegebenen Voraussetzungen) den Übergang von einem sehr stabilen Zustand in einen Betiebszustand mit stark fluktuierender Entladungsspannung. Im Hinblick auf die Prozesskontrolle können die Spannungsschwankungen dadurch erkannt werden, dass die sonst stabile Spannungsanzeige um einige Volt zu Schwanken beginnt.

Abbildung 9.9 verdeutlicht die Häufigkeitsverteilung der Spannungswerte aus Abbildung 9.8. Die spannungsstabilen Zustände korrspondieren mit der beobachteten schmalen Ionenenergieverteilung, wie sie prinzipiell in Abbildung 9.7 dargestellt wurde.

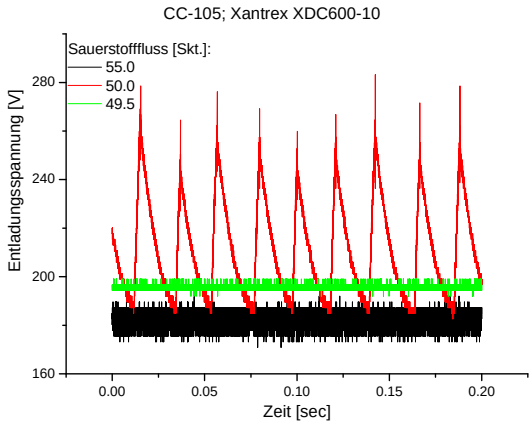


Abbildung 9.8: Zeitlicher Verlauf der Entladungsspannung der Quelle (Denton CC-105) an Netzteil Xantrex XDC 600-10 für die Gasflüsse 49.5 sccm, 50.0 sccm und 55.0 sccm.

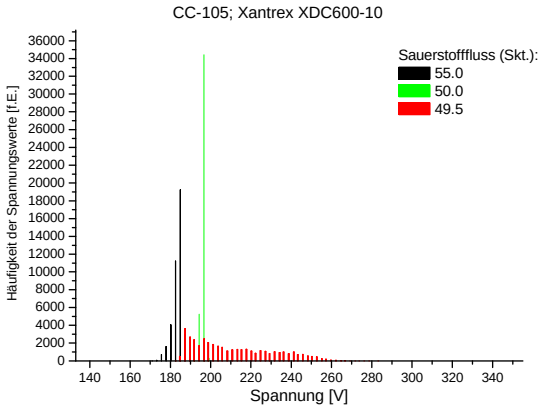


Abbildung 9.9: Histogramm zum zeitlichen Verlauf der Anodenspannung der Quelle Denton CC-105 an Netzteil Xantrex XDC 600-10 für die Gasflüsse 49.5 Skt., 50.0 Skt. und 55.0 Skt.

Von einem Zusammenhang zwischen der Anregungsspannung und der Ionenenergie-verteilung wurde auch in [29] berichtet. Hier wird die Entladungsspannung über die Gleichrichtung nur einer Halbwelle gepulst betrieben und die gemessene Ionenenergieverteilung folgt aus der Anodenspannung.

Der in diesem Abschnitt beschriebene Sachverhalt stellt eine der Herausforderungen im Rahmen der Prozesskontrolle dar. Es konnte in der Vergangenheit demonstriert werden, dass die Quelle während eines mehrstündigen Betriebs durch die sukzessive Degradation des Neutralisatordrahtes von einem spannungsstabilen in einen spannungsinstabilen Modus wechselt. Der Terminus Spannungsstabilität bzw. –Instabilität wird hier bewusst verwendet, da die Quelle in beiden Zuständen dauerhaft betrieben werden kann. Der Übergang zwischen den Zuständen führt („lediglich“) zu einer geänderten Stützungswirkung und infolgedessen zu einer Drift im Brechwert der Schichten. Es wurden keine vergleichenden Untersuchungen der unterschiedlichen Betriebszustände im Hinblick auf die Schichtqualität (Extinktionskoeffizient, Streulicht, Laserzerstörschwelle) durchgeführt. D.h. ein positiver oder negativer Einfluss auf die Schichteigenschaften durch den gezielten Betrieb der Quelle im spannungsinstabilen Modus mit breiter Ionenenergieverteilung wurde nicht untersucht oder beobachtet.

10. Quellenprototyp einer offenen Quelle (Denton CC-206)

In vielen Bereichen der Dünnschichttechnologie werden heute größere Beschichtungsanlagen (Kalottenradius >1 m) verwendet, um die Produktivität zu erhöhen. Die Einsatzmöglichkeiten des bereits beschriebenen Modells CC-105 sind aufgrund dessen Ionenemission (maximaler Entladungsstromstärke von 3.5 A) auf Anlagen von kleiner bis mittlerer Größe (Kalottenradius 600 mm-900 mm) begrenzt.

Anhand des experimentellen Prototyps CC-206 wurde untersucht, ob der Einsatzbereich dieses Quellenkonzeptes durch eine Vergrößerung der Quelle und die Verwendung eines stärkeren Netzteils erweitert werden könnte.

Daher wurden am Prototypen zunächst Faradaycupmessungen durchgeführt, um die Ionenenergieverteilung und die Ionenstromdichte zu bewerten. Abbildung 10.1 verdeutlicht die Ioneenergieverteilung (links) von sukzessive durchgeführten Messungen für Entladungsströme von 5 A bis 8 A. Bis einschließlich 7 A zeigt sich eine schmale Verteilung, deren Breite bei 8 A zunimmt. Die Ionenstromdichte (rechts) steigt dabei in etwa linear mit der Entladungsstromstärke an, während das Maximum der Ionenenergien etwa 5-10 V unterhalb der Entladungsspannung liegt (Abbildung 10.2).

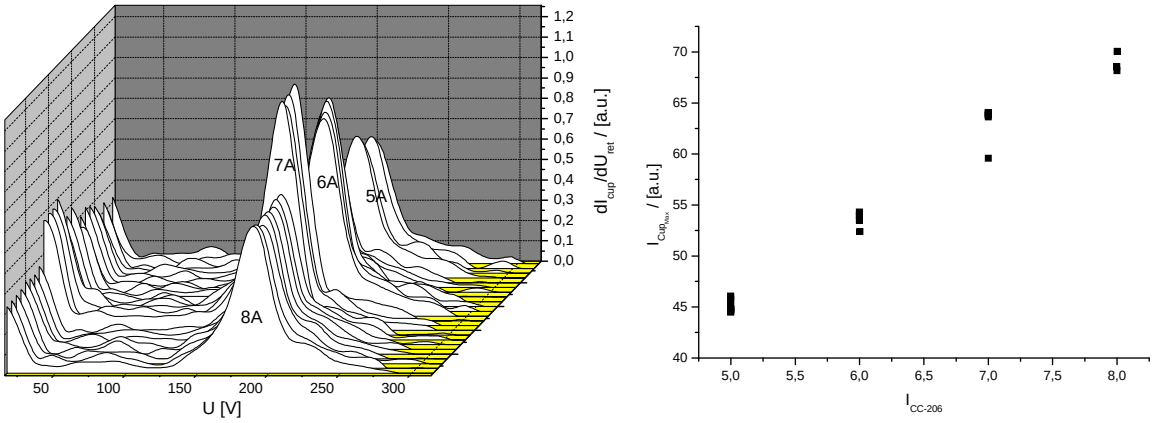


Abbildung 10.1: Ionenenergieverteilung (links) und Ionenstromdichte (rechts) des Ionenquellenprototyps (Denton CC-206) in Abhängigkeit des Entladungsstroms bei konstantem Gasfluss und konstantem Neutralisationsstrom

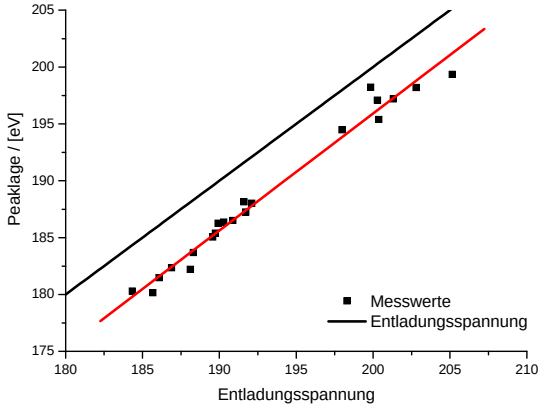


Abbildung 10.2: Verhältnis zwischen der Entladungsspannung und dem Maximum der Ionenenergieverteilung

Als Zwischenergebnis zeigte sich daher für den betrachteten Parameterbereich:

- die Quelle arbeitet stabil
- das Verhalten der Quelle ist über die Parameterwahl determiniert

Im Hinblick auf optische Hochleistungsschichten, die sowohl im Vakuum als auch unter atmosphärischen und variierenden Umgebungsbedingungen (insbesondere Luftfeuchtigkeit, Temperatur) dieselbe spektrale Charakteristik aufweisen, konnte die Herstellung von stabilen Systemen demonstriert werden. Abbildung 10.3 zeigt eine temperaturstabile Titandioxid-Einzelschicht von etwa 450 nm physikalischer Dicke. Diese gestützte Beschichtung wurde im Laufe eines ersten Testzyklus in einer Beschichtungsanlage mit ca. 1 m Kalottendurchmesser (SYRUSpro 1100) bei einem Entladungsstrom von 5.0 A (Entladungs-spannung 180 V) realisiert.

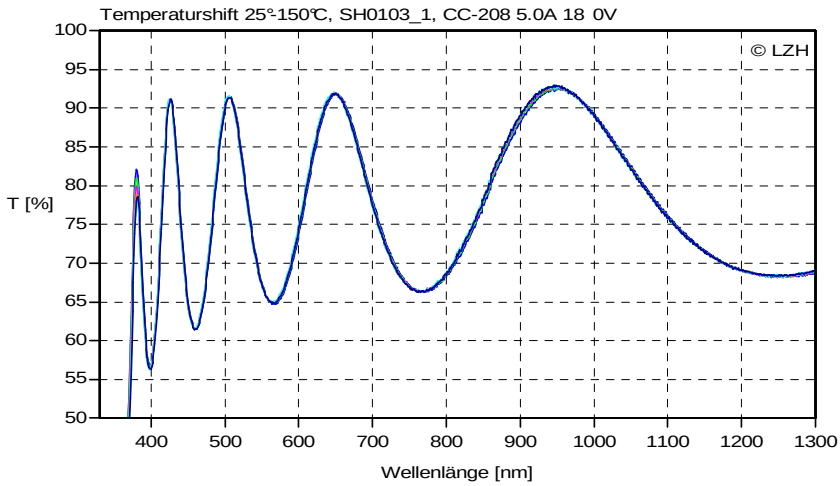


Abbildung 10.3: Temperaturstabilität einer TiO_2 Einzelschicht im Bereich 25°C-150°C. 5.0 A Entladungsstrom, 180 V Entladungsspannung.

Im weiteren Verlauf zeigte sich jedoch, dass einige Komponenten der Quelle bei hohen Leistungen den resultierenden hohen Temperaturen nicht standhielten. Während der wassergekühlte Grundaufbau keine Schäden nahm, zeigten die montierte Aperturblende und besonders die als Ring ausgeführte Anode starke Degradationserscheinungen.

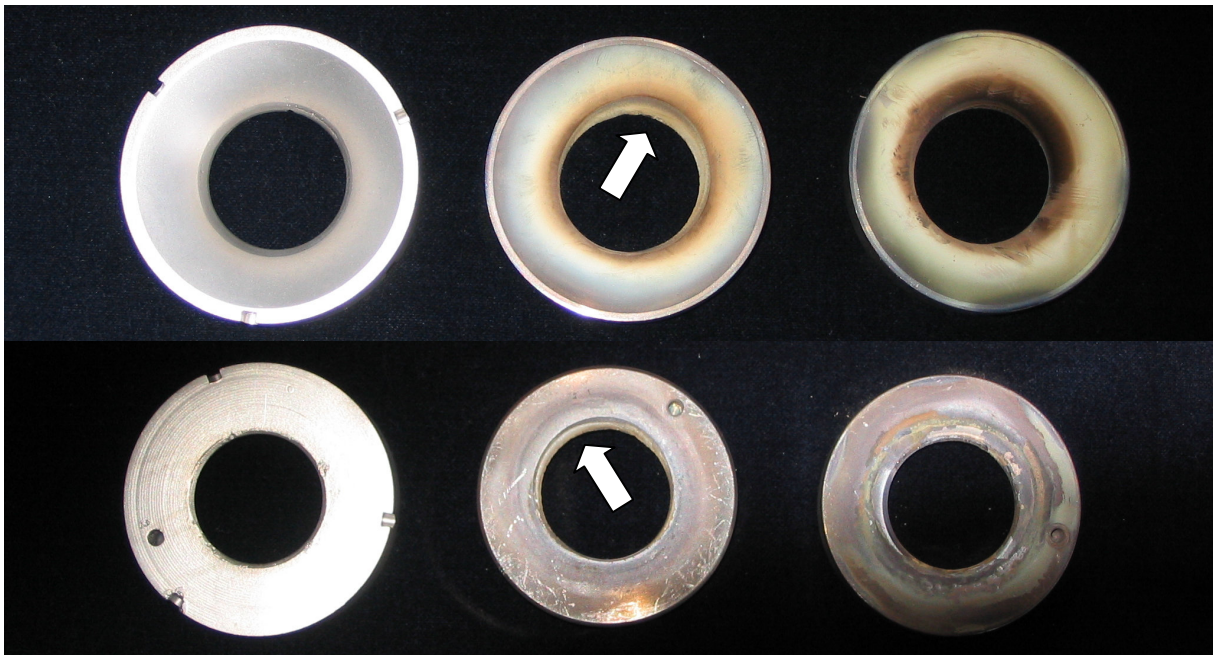


Abbildung 10.4: Drei geschädigte Anodenringe der CC-206. Oberseite (obere Reihe), Unterseite (untere Reihe); links: nach Sandstrahlen, Mitte und rechts: nach Beschichtungsprozess

Diese Degradation zeigt sich im Wesentlichen durch Deformationen an der Anode, wie sie in Abbildung 10.4 anhand mehrerer Anodenringe dargestellt sind. Durch die Hitzeeinwirkung beginnt das Metall in unteren, dünneren Bereich zu fließen. Neben der durch den Hersteller gelieferten Geometrie wurden Versuche mit weiteren Anodenformen durchgeführt, wodurch jedoch keine Verbesserung erzielt werden konnte.

10.1. Untersuchung der Oberflächen- und Schichtkontamination

Ideale Stützquellen verursachen keine Kontamination durch den Abtrag von Quellenmaterial während des Betriebs. Die untersuchte Quelle weist, mit dem Neutralisatordraht und der Bodenplatte, jedoch zwei Komponenten auf, die von energetischen Ionen beaufschlagt werden und infolgedessen abgestäubt werden.

Daher wurde die Kontamination eines Testglases aus synthetischem Quarz bei einstündigem Quellenbetrieb vermessen (Abbildung 10.5). Zunächst wurde ausschließlich der Einfluss des Neutralisatordrahts ohne Entladung, im Folgenden im Normalbetrieb bei den Entladungsströmen 4.0 A, 5.0 A und 6.0 A und einer konstanten Entladungsspannung von

210 V und einem Prozessdruck von $3 \cdot 10^{-4}$ mbar untersucht. Da Gas nur durch die Quelle in den Rezipienten geleitet wurde, und dieser vor den Versuchen auf einen Basisdruck von weniger als $2 \cdot 10^{-5}$ mbar evakuiert wurde, entspricht der Prozessdruck in etwa dem Sauerstoffpartialdruck.

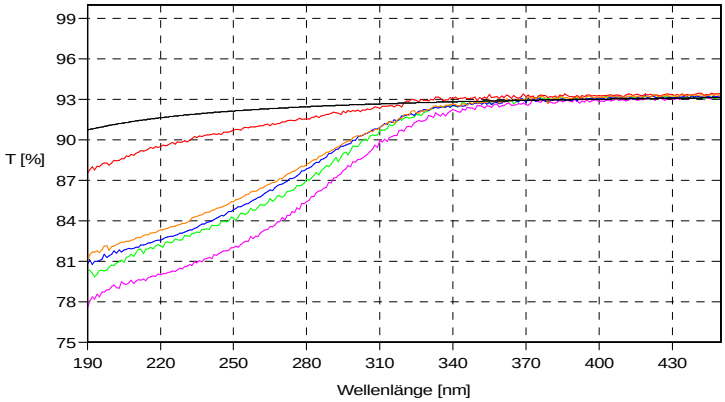


Abbildung 10.5: Transmission/Transmissionverlust von Testoptiken durch den Quellenbetrieb: Theoretische Transmission eines unbeschichteten Quarzsubstrates (schwarz), ausschließlich Neutralisatordraht ohne Entladung (rot), Entladungsstromstärke 4.0 A, 5.0 A und 6.0 A (blau, grün, magenta), Neutralisator „außen“ bei 4.0 A (orange)

Unterhalb von 400 nm ist in allen Fällen eine deutliche Abnahme der Transmission aufgrund einer absorbierenden Ablagerung gegenüber dem unbeschichteten Substrat zu verzeichnen. Der alleinige Betrieb des Neutralisatordrahtes (keine Entladung) verursacht eine Absorption von etwa 3% (Abbildung 10.5, rote Kurve) bei der Wellenlänge 220 nm. Im regulären Quellenbetrieb erhöht sich die Absorption auf etwa 9%-12%, wobei die Absorption für steigende Entladungsströme, 4.0 A (blau), 5.0 A (grün) und 6.0 A (magenta) zunimmt.

Des Weiteren wurde überprüft, inwieweit sich die Anordnung des Neutralisatordrahtes direkt oberhalb der Entladungszone auf die Absorption auswirkt. Als Alternative wurde der Neutralisatordraht um die Quellenapertur herum geführt (Abbildung 10.5, orange Kurve). Bei 4.0 A Entladungsstrom konnte im Verhältnis zur Vergleichsmessung in konventioneller Geometrie keine signifikante Verbesserung nachgewiesen werden.

In einem weiteren Schritt wurde eine ca. 3 µm Dicke SiO_2 Einzelschicht hergestellt. Im Vergleich zum unbeschichteten Substrat steigt auch hier die Absorption für Wellenlängen unterhalb von 400 nm an. Abbildung 10.6 zeigt sowohl die Messkurve (blau) als auch die numerische Anpassung der physikalischen Dicke, des Brechwerts und des Extinktionskoeffizienten an die Messkurve (Fit, magenta). Die im Rahmen des Fits ermittelten Extinktionskoeffizienten im 10^{-4}-Bereich sind in Abbildung 10.7 für Wellenlängen von 240 nm bis 450 nm abgebildet.

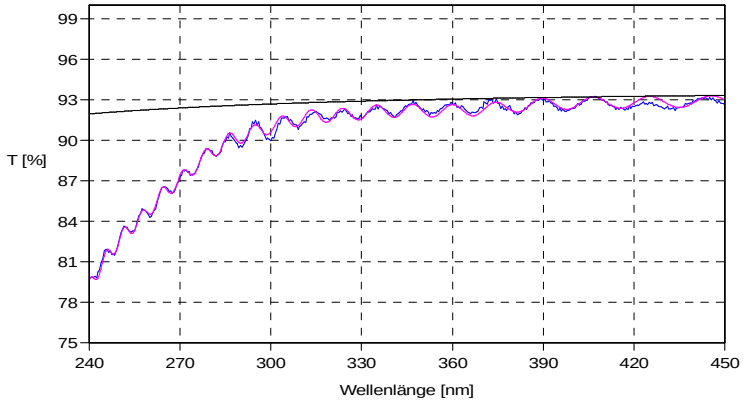


Abbildung 10.6: Transmissionskurve einer gestützten, 3µm dicken, SiO_2 Schicht. Unbeschichtetes Substrat (schwarz, Theorie), experimentelle Messung (blau) und Fit an die experimentelle Kurve (magenta)

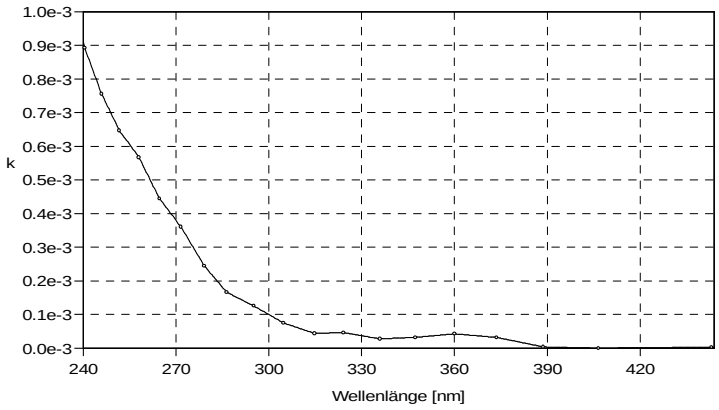


Abbildung 10.7: Darstellung des Extinktionskoeffizienten (aus Fit, Abbildung 10.6)

Am LZH durchgeführte XRD-Analysen von Rückständen auf dem Quellenkörper weisen einen hohen Gehalt des Neutralisatormaterials Wolfram und des Kathodenmaterials Titan bzw. deren Oxide nach. Die beobachteten Verluste, speziell im kurzwelligen Bereich, werden daher wahrscheinlich durch eine Kombination der Substrate bzw. des Schichtmaterials durch Wolfram (-Oxid) und Titandioxid verursacht. Insbesondere, da Titandioxid im kurzwelligen Bereich unterhalb von 330 nm absorptiv ist.

Die dargestellten Ergebnisse für den Wellenlängenbereich unterhalb von 400 nm lassen sich jedoch nicht auf den sichtbaren Spektralbereich oder den NIR/IR-Spektralbereich verallgemeinern. Speziell weist die bei einem Entladungsstrom von 6.0 A hergestellte Testprobe (Abbildung 10.5, magenta) bei der Wellenlänge 1064 nm lediglich eine laser-kalorimetrisch bestimmt Absorption von 17 ppm auf.

Zusammenfassend konnte die Quelle ihr Potential für den angestrebten Einsatzbereich aufzeigen. Die mit hohen Leistungen einhergehenden Temperaturen können durch

Strahlungskühlung jedoch nicht abgeführt werden. Eine Wasserkühlung des Anodenrings würde einerseits einen höheren konstruktiven Aufwand erfordern, andererseits wäre aber ein verschleißärmerer Dauerbetrieb wahrscheinlich.

11. Offene Ionenquelle Saintech ST2000

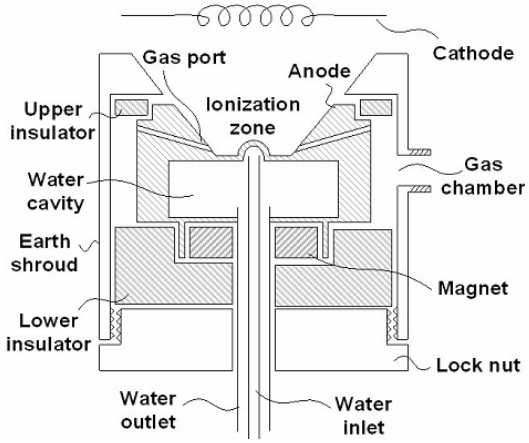


Abbildung 11.1: Schematischer Aufbau der Saintech-Quellen [29]

Abbildung 11.1 verdeutlicht den Aufbau der offenen Quelle ST2000. Im Gegensatz zu den bereits diskutierten Quellentypen CC-105 und CC-206 (und Mark II) verzichtet der Quellentyp ST2000 auf eine Bodenplatte, so dass kein Teil der Entladung entgegen der Strahlrichtung aufrechterhalten wird. Während bei den anderen offenen Quellen der den Entladungsbereich umgebende Kupferkörper wassergekühlt ist, wird hier die Anode direkt gekühlt, um die Leistungsverträglichkeit zu erhöhen. Des Weiteren dient nur ein zentral unterhalb der Anode platzierter Permanentmagnet zur Erzeugung des Magnetfeldes. Das Gas wird im Bereich hoher magnetischer Feldstärke eingelassen, um die Ionisationswahrscheinlichkeit durch die aus der Filament („Cathode“) heraustretenden und in Richtung der Anode beschleunigten Elektronen zu erhöhen.

Der wesentliche Unterschied zu den Quellen CC-105 und CC-206 beruht auf der Kontrollstrategie. Neben dem manuellen Modus, in dem die Quelle bei der voreingestellten Entladungsspannung ohne externe Regelung betrieben wird, erlaubt ein Automatikmodus einen geregelten Betrieb. Im Rahmen des geregelten Betriebs wird das die Entladung speisende Netzteil spannungsgeregelt betrieben, während ein Sollwert für den Entladungsstrom mithilfe einer geschlossenen Regelschleife über die Anpassung des Gasflusses gewährleistet wird [30]. Bei einer festen Entladungsspannung und sonst konstanten Betriebsbedingungen kann beispielsweise ein höherer Entladungsstrom nur durch die Verringerung der Plasmaimpedanz, mithin der Erhöhung des Betriebsgasflusses gewährleistet werden. Diese Regelmöglichkeit ergibt sich direkt aus den Strom-Spannungskennlinien der Quelle.

Insgesamt beruht der Kontrollansatz der Saintech-Quelle demnach darauf, die Entladungsspannung vorzuwählen und den Entladungsstrom nachzuführen. Da die Energie der

emittierten Ionen eng mit der Entladungsspannung verknüpft ist, soll somit eine stabile Ionenenergie gewährleistet werden.

Für die Auswahl der Betriebsparameter sowie für die Bewertung experimenteller Ergebnisse ist die Kenntnis der Ionenenergieverteilung unerlässlich. Anhand der Bedien- und Kontrollinstrumente der Quelle sind jedoch lediglich die Entladungsspannung und der Entladungsstrom, sowie die am Filament angelegte Spannung und der korrespondierende Strom zugänglich. Die Ionenenergieverteilung und die Ionenstromdichte sind nicht ersichtlich. Daher wurde die ST2000 mithilfe von Faradaycupmessungen hinsichtlich des Einflusses der Betriebsparameter charakterisiert.

11.1. Variation des Entladungsstroms

Der Entladungsstrom steht bei den DC-Quellen in offener Bauweise (CC-105, ST2000) in direktem Zusammenhang zum emittierten Ionenstrom, jedoch wird die Stabilität der Quelle im Prozess bestimmt durch die jeweilige Regelstrategie. Während bei den Dentonquellen im Allgemeinen der Entladungsstrom vorgewählt wird und die Entladungsspannung über den Gasfluss verändert werden kann, ermöglicht die Saintech-Quelle eine Festlegung der Entladungsspannung, wobei der Entladungsstrom über den Arbeitsgasfluss bestimmt wird.

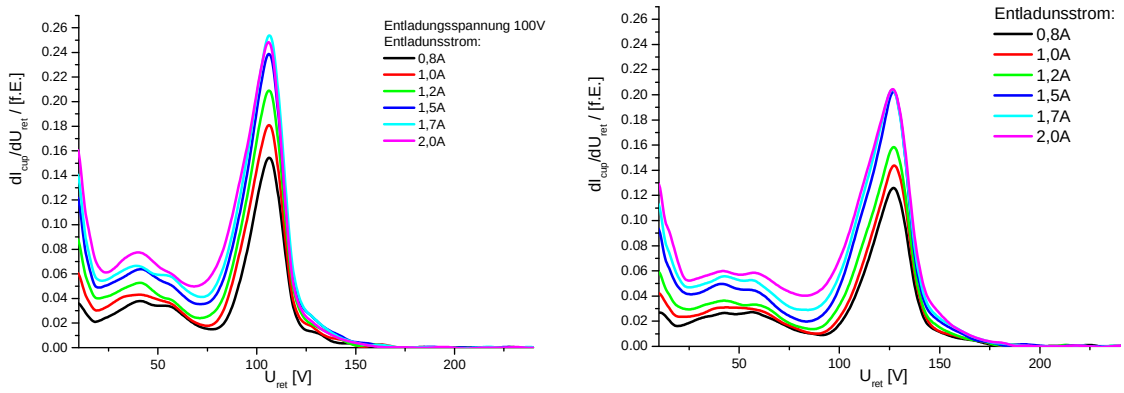


Abbildung 11.2: Variation des Entladungsstromes bei konstanter Entladungsspannung durch automatisierte Anpassung des Arbeitsgasflusses. Links 100 V Entladungsspannung, rechts 120 V Entladunsspannung.

Abbildung 11.2 zeigt die Ionenenergieverteilung für eine Entladungsspannung von 100 V bzw. 120 V. Der Entladungsstrom variiert von 0,8 A bis 2,0 A. Die Lage des Maximums stimmt jeweils mit der Entladungsspannung überein. Sowohl die Lage als auch die Form des Hochenergiepeaks sind für beide Entladungsspannungen jeweils nahezu unabhängig von der Höhe des Entladungsstromes, der wie bereits erläutert über die Gaszufuhr eingestellt

wird. Im Hinblick auf die in Abschnitt 9.3 aufgezeigten Ergebnisse ist die beobachtete Stabilität vermutlich auf der Verwendung eines konventionellen Netzteils zurückzuführen.

Der Hochenergieanteil ist für die Entladungsstromstärken 1,5 A, 1,7 A und 2,0 A jeweils nahezu identisch (Abbildung 11.2), während der Anteil von Ionen mit niedrigerer Energie ansteigt. Dies ist auf den gesteigerten Gasfluss und damit Druck innerhalb der Entladungszone zurückzuführen. Eine Verringerung der mittleren freien Weglänge führt hier zu einer Vermehrung der Stoßereignisse, so dass ein höherer Beitrag zum Emissionsstrom von niederenergetischen Ionen geliefert wird.

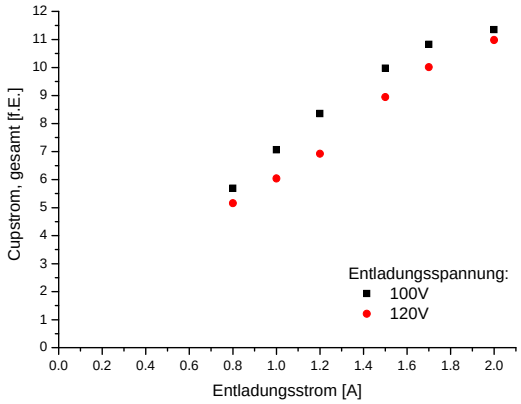


Abbildung 11.3: Auswertung der mittels Faradaycup ermittelten Stromdichten in Abhängigkeit des Entladungssstroms für 100 V und 120 V Entladungsspannung. Messwerte korrespondieren mit Abbildung 11.2

Abbildung 11.3 verdeutlicht den Zusammenhang zwischen dem integralen Cupstrom, und dem Entladungsstrom für die oben dargestellte Parametervariation. Insgesamt steigt die Ionenemission der Quelle mit zunehmendem Entladungsstrom nahezu linear an, wobei der Emissionsstrom bei der geringeren Entladungsspannung (100 V) oberhalb derer bei der höheren Entladungsspannung (120 V) liegt. Wenn die Elektronenemission des Filaments konstant ist, führt gemäß der Entladungskennlinien eine Verringerung des Gasflusses bei konstantem Entladungsstrom zu einer gesteigerten Entladungsspannung. Demnach kann im vorliegenden Fall bei jedem Wert des Entladungsstromes die geringere Entladungsspannung (100 V) nur erreicht werden, wenn der Gasfluss erhöht wird. Der Ionenstrom ergibt sich aus den beiden Faktoren Ionenerzeugung und Extraktion, wobei die Extraktion maßgeblich durch die Entladungsspannung und die Erzeugung sowohl durch die Gasmenge als auch die Entladungsspannung bestimmt wird. Das Gleichgewicht beider Prozesse wird anhand der folgenden Abbildung 11.5, rechts, verdeutlicht.

11.2. Variation der Entladungsspannung

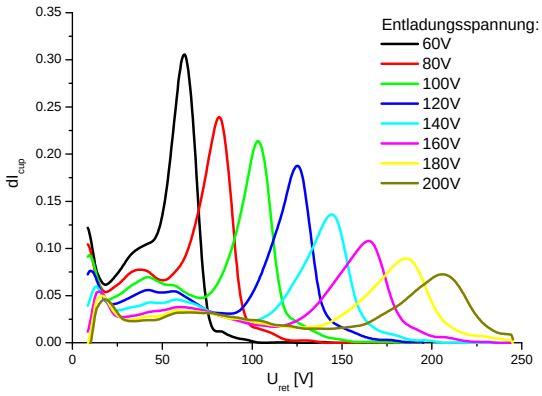


Abbildung 11.4: Ionenenergieverteilung der offenen Quelle ST2000 bei Variation der Entladungsspannung und konstantem Entladungsstrom von 1,5 A

Abbildung 11.4 zeigt die ermittelten Ionenenergieverteilungen bei Variation der Entladungsspannung und konstantem Entladungsstrom. Um einen konstanten Entladungsstrom zu gewährleisten, wurde der Arbeitsgasfluss durch den integrierten Regelkreis (automatischer Modus) zur Erreichung der höheren Entladungsspannungen verringert. Qualitativ steht der Zusammenhang zwischen Entladungsspannung, Entladungsstrom und Arbeitsgasfluss somit in guter Übereinstimmung mit den bereits zu einem früheren Zeitpunkt für die Ionenquelle Denton CC-105 ermittelten Kennfeldern (Abbildung 8.2).

Das Maximum der Ionenenergieverteilung entspricht genau der Entladungsspannung (Abbildung 11.5, links), die Verteilung wird jedoch mit zunehmender Spannung unschärfer. Neben dem durch resonanten Ladungsaustausch bedingten Niedrigenergiepeak zwischen etwa 0V-25V ist die Ausbildung eines weiteren lokalen Maximums bei etwa einem Drittel der Entladungsspannung zu beobachten.

Während der Gesamtionenstrom von 60 V bis 100 V Entladungsspannung um etwa 10% ansteigt, fällt die Emission zwischen 100 V und 200 V Entladungsspannung um insgesamt 30% ab (Abbildung 11.5, rechts). Dieses Verhalten entsteht durch die Überlagerung zweier Effekte. Zum Einen erhöht sich der Ionisationsgrad und somit die Ionisationseffizienz durch eine Erhöhung der Entladungsspannung, was zu dem initialen Emissionsanstieg führt. Zum Anderen vermindert sich durch die Abnahme des Betriebsgasflusses die absolute Anzahl ionisierbarer Teilchen, so dass die Gesamtionenemission speziell für die hohen Entladungsspannungen absinkt.

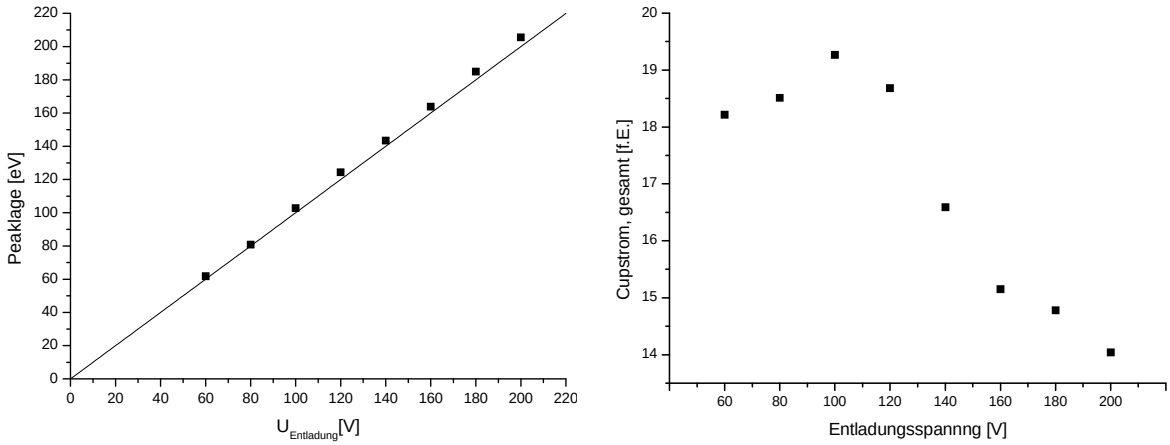


Abbildung 11.5: Links: Lage des Maximums der Ionenenergieverteilung in Abhängigkeit der Entladungsspannung (Gerade f(x)=x); Rechts: Gesamtemissionsstrom in Abhängigkeit der Entladungsspannung

12. DC-Ionenquelle/Plasmaquelle halboffener Bauart Leybold APSpro

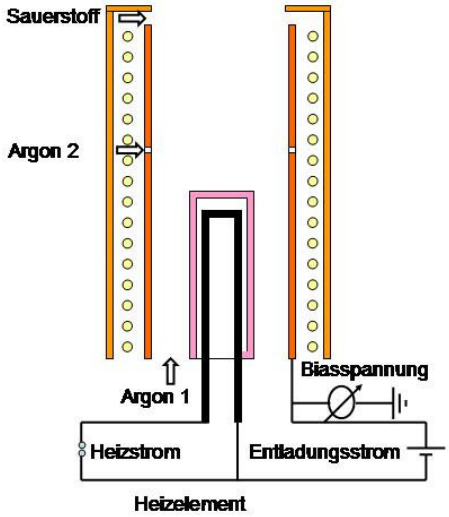


Abbildung 12.1: Schematischer Aufbau der Leybold APS/APSpro-Quellen, analog [31]

Das Betriebskonzept der Ionenquelle halboffener Bauart (Leybold APS_{pro}) beruht auf der Extraktion von Ladungsträgern aus einer DC-Entladung. Die Stellgrößen und das Steuerkonzept für deren Betrieb sind jedoch aufgrund des Aufbaus unterschiedlich zu den bereits beschriebenen Quellen.

Die Bereitstellung der zur Aufrechterhaltung der Gasentladung notwendigen Elektronen wird bei der Quelle nicht durch Glühemission eines Drahtes, sondern durch Glühemission eines Zylinders aus Lanthanhexaborid erzeugt. Diese zylindrische Kathode wird durch ein stromdurchflossenes Heizelement aus Graphit in ihrem Inneren aufgeheizt (Abbildung 12.1). Aufgrund der geringen Elektronenaustrittsarbeit von Lanthanhexaborid erfolgt bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen (ca.1600℃, [31]) eine Glühemission von Elektronen, die aufgrund des Potenzialgefälles zwischen Kathode und Anode auf die als Rohr ausgeführte Anode beschleunigt werden.

Im Gegensatz zu den bisher diskutierten offenen Quellen, erzeugt hier ein Elektromagnet ein einstellbares Magnetfeld in Längsrichtung der Quelle, durch das die Elektronenbahnen und infolgedessen die Impedanz des Plasmas regelbar sind.

Der Entladung wird Argon über zwei unabhängig voneinander regelbare Einlässe, jeweils einem im unteren Bereich der Kathode (in der Quellensteuerung als „Argon 1“ bezeichnet) und einem oberhalb der Kathode („Argon 2“), zugeführt. Eine weitere Zuführung oberhalb

des Anodenrohres ist für die Einspeisung von Sauerstoff als Reaktivgas vorgesehen („Gas 3“).

Im Gegensatz zu den bereits vorgestellten DC-Quellen sind die Kathode und Anode nicht galvanisch mit der Anlagenmasse verbunden. Da die Quelle mit Ausnahme des Gehäuses potentialfrei aufgebaut ist, kann sich im Betrieb eine Biasspannung U_{Bias} zwischen Kathode und Anlage einstellen. Die Größe dieser Biasspannung kann über zwei Modi aktiv geregelt werden. Die Regelung geschieht entweder über die Variation der Magnetfeldstärke bei konstantem Entladungsstrom oder über die Variation des Entladungsstromes bei konstanter Magnetfeldstärke. Wie demonstriert wird, stellt sich die Biasspannung auf einen Wert nahe der Entladungsspannung ein.

Während die Entladungsstromstärke im Fall der bereits vorgestellten Quellen der Parameter ist, der den stärksten Einfluss auf die Ionenstromdichte aufzeigt, so ist die Entladungsstromstärke aufgrund der halboffenen Bauweise mit typischerweise zwischen 50A und 60A nicht der bestimmende Faktor. Vielmehr wird die erzielbare Ionenstromdichte durch die Wahl der Gasflüsse und die Quellenbiasspannung vorgegeben, wie im Folgenden aufgezeigt wird. Die Ionenemission selbst ist als Leckstrom der Entladung zu verstehen.

12.1. Variation des Entladungsstroms

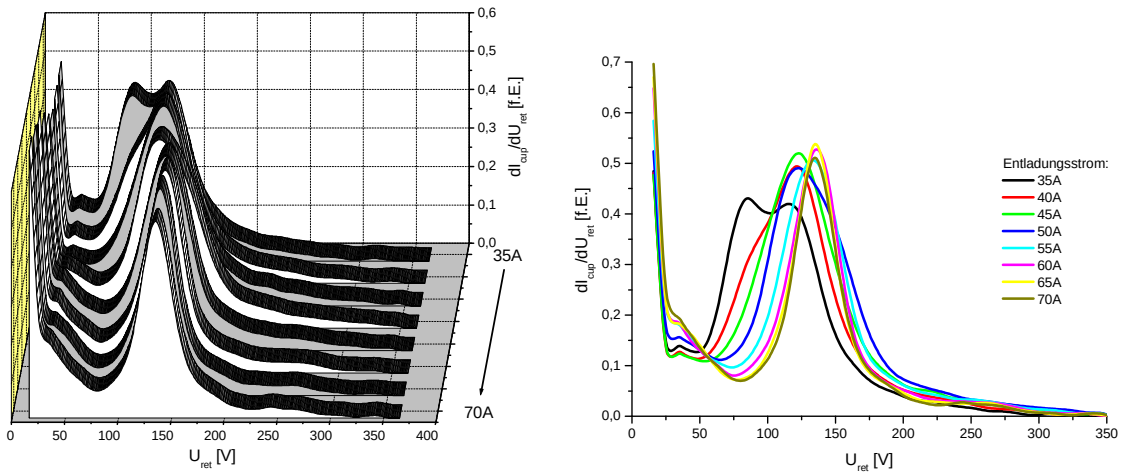


Abbildung 12.2: Ionenenergieverteilung in Abhängigkeit des Entladungsstroms von 35 A bis 70 A. Links: Darstellung als Wasserfallgraph, Entladungsstrom von hinten nach vorne ansteigend. Rechts: Darstellung überlagert

Abbildung 12.2 zeigt die Ionenenergieverteilung bei Erhöhung des Entladungsstroms von 35 A auf 70 A in 5 A-Schritten bei konstanter Biasspannung und konstantem Betriebsgasfluss. Bei einem Entladungsstrom von 35 A sind zwei Maxima in der Ionenenergieverteilung erkennbar. Mit Zunahme des Entladungsstromes steigt die mittlere

Ionenenergie in etwa auf den Wert der Biasspannung an und die Verteilung wird schmaler. Ab 60 A bleibt die Ionenemission im Rahmen der Messtoleranz stabil.

Um eine Erhöhung des Entladungsstromes nur minimal kleinerer Entladungsspannung zu erreichen, muss die Plasmaimpedanz sinken. Ein Absinken der Plasmaimpedanz kann im vorliegenden Fall durch eine Verringerung des Magnetfeldes erreicht werden. Die Energie der detektierten Ionen hängt im Wesentlichen vom durchlaufenen Potenzialgefälle ab. Im Speziellen sind hier der Ort der Entstehung des Ions und die Höhe der Entladungsspannung zu nennen.

12.2. Variation der Biasspannung

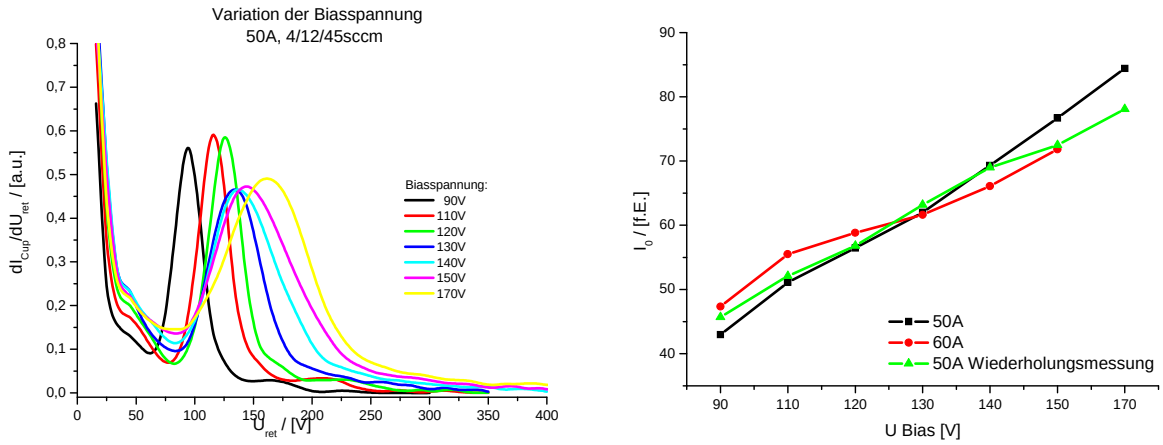


Abbildung 12.3: Ionenenergieverteilung (links) und Ionenstromdichte (rechts) bei Variation der Biasspannung von 90 V bis 170 V

Abbildung 12.3 (links) verdeutlicht den Einfluss des Regelparameters Biasspannung auf die Ionenenergieverteilung. Der Gasfluss wurde konstant gehalten. Eine steigende Biasspannung bewirkt eine Zunahme der mittleren Ionenenergie, wobei höhere Biaswerte (bei Konstanz der weiteren Parameter) zu einer breiteren Verteilung der Energien, insbesondere zu einem steigenden Anteil im höherenergetischen Bereich um 200 eV, führen. Eine höhere Biasspannung erfordert im Allgemeinen eine höhere Entladungsspannung. Bei höheren Entladungsspannungen durchlaufen die von der Kathode emittierten Elektronen eine größere Potenzialdifferenz. Vor einem Stoßereignis erreichen die Elektronen somit eine höhere Energie, so dass die Wahrscheinlichkeit für Mehrfachionisationen ansteigt. Gleichzeitig steigt der gemessene Cupstrom mit der Biasspannung annähernd linear an (Abbildung 12.3 (rechts)), wobei nur sehr geringe Unterschiede der Ionenenergieverteilung zwischen 50 A und 60 A Entladungsstrom zu beobachten sind.

Für die Regelung der Biasspannung bietet die Quelle zwei Modi. Zum Einen kann die Biasspannung durch die Entladungsspannung, zum Anderen durch das Magnetfeld

eingestellt werden. Bei Regelung über die Entladungsspannung wird die Magnetfeldstärke konstant gehalten während der Entladungsstrom der Entladungsspannung folgen muss. Wird, wie im vorliegenden Fall, die Regelung über die Magnetfeldstärke gewählt, kann beispielsweise eine höhere Biasspannung durch ein Ansteigen des Spulenstroms erreicht werden. Bei dann festem Entladungsstrom bewirkt die Regelung des Magnetfeldes eine Änderung der Plasmaimpedanz, so dass die Entladungsspannung folgt.

Im Hinblick auf die Stützungswirkung ist zu beachten, dass hohe Energien Schädigungen des Schichtmaterials bewirken können. Im Vorgriff auf den folgenden Abschnitt 12.3 bietet sich durch die Anpassung des Gasflusses eine weitere Möglichkeit, um die Ionenemission der Quelle einzustellen, während der Anteil an höherenergetischen Ionen unverändert bleibt.

12.3. Variation der Betriebsgasflüsse

Der Argonfluss im Bereich der Kathode (Gas 1) beeinflusst die DC-Entladung gegenüber den weiteren Gaszuflüssen weitaus am stärksten. Die Gaszufuhr erfolgt hier direkt in die Region zwischen Anode und Kathode. Bei konstanter Biasspannung bewirkt eine Erhöhung der Gaszufuhr zwar einen vergrößerten Emissionsstrom, jedoch verringert sich die mittlere Ionenenergie (Abbildung 12.5). Der höherenergetische Bereich bleibt nahezu konstant.

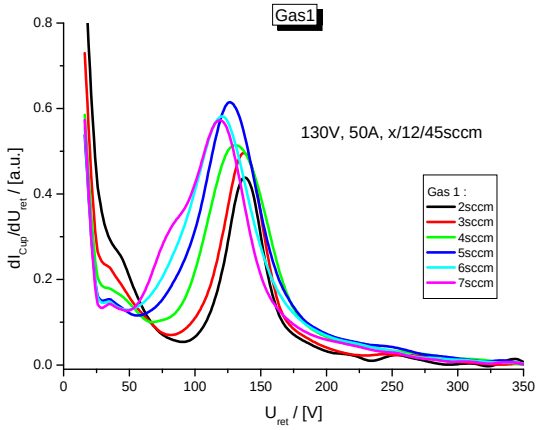


Abbildung 12.4: Variation des Flusses von Gas 1 (Argon), U_{Bias}=130V

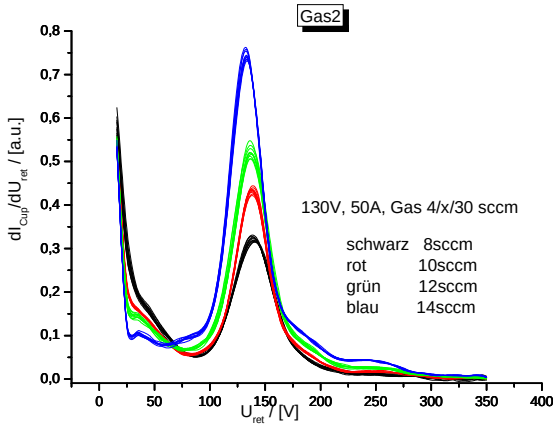


Abbildung 12.5: Variation des Flusses von Gas 2 (Argon), U_{Bias}=130V

Im Vergleich dazu bewirkt ein hoher Gasfluss oberhalb der Kathode (Gas 2) eine Zunahme der Ionenemission bei einer nahezu gleich bleibenden Lage und Breite des Hochenergiepeaks (Abbildung 12.5). In beiden Fällen ist jedoch eine Fraktion von Ionen mit einer Energie von bis zu 300 eV nachweisbar.

Das Energiespektrum der von einer Ionenquelle emittierten Ionen hängt vom Potenzialverlauf innerhalb der Quelle und vom Ort der Entstehung der Ionen ab [63]. Die Energie des einzelnen Ions wird bestimmt durch das durchlaufene Potenzialgefälle. Dieses ließe sich in einem gedachten Fall unter Vernachlässigung der Plasmaumgebung beispielsweise durch eine Finite-Elemente Software berechnen. Aufgrund des Entladungsplasmas wird die elektrostatisch berechnete Potenzialverteilung jedoch deutlich geändert. Prinzipielle Potenzialverläufe über eine Gasentladung zwischen zwei plattenförmigen Elektroden sind bekannt [19]. Ein deutlicher Potenzialnterschied wird in unmittelbarer Nähe der Elektroden beobachtet, während das Potenzial im Zwischenraum nahezu gleichbleibend ist. Numerische Berechnungen könnten dann durchgeführt werden, wenn die Ladungsträgerdichte in der Entladungszone bekannt wäre. Zum Einen ist diese schwer zugänglich, zum Anderen wäre eine eingehende Untersuchung der Entladung selbst von der Zielstellung dieser Arbeit, eine Quellencharakterisierung im Hinblick auf den Einsatz in der optischen Dünnschichttechnologie durchzuführen, abweichend. Während derartige Untersuchungen nur einen geringen Einfluss auf den unmittelbaren Einsatz der Quelle im Beschichtungsprozess hätten, so könnten Sie aber im Hinblick auf eine Verbesserung der Effizienz und Stabilität von Ionenquellen zukünftiger Generationen hilfreich sein.

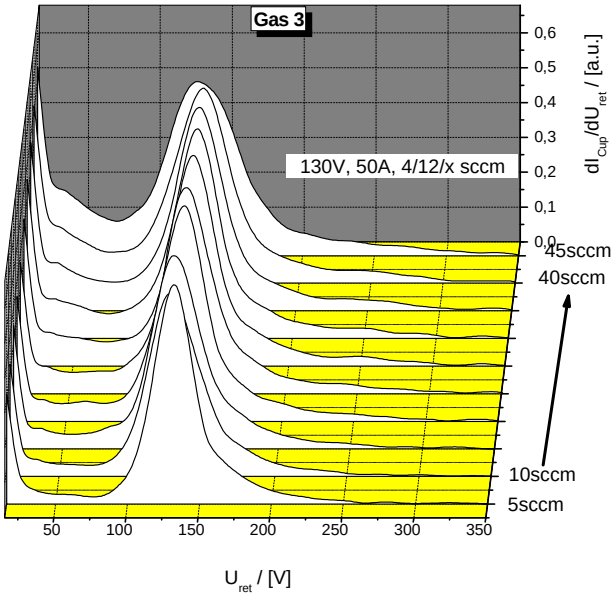


Abbildung 12.6: Variation von Gas 3 (Sauerstoff)

Bei der Herstellung oxidischer Schichten wird im Allgemeinen oberhalb der Anode Sauerstoff eingelassen. Anhand von Abbildung 12.6 ist ersichtlich, dass sich bei einer Erhöhung des Sauerstoffflusses von 5sccm auf 45sccm die Ionenenergieverteilung dahingehend ändert, dass eine Zunahme von hauptsächlich niederenergetischen Ionen zu verzeichnen ist. Die Position des Maximums höherenergetischer Ionen (Energie>50 eV) bleibt annähernd konstant, jedoch verbreitert sich die Ionenenergieverteilung auch im Bereich dieses Maximums. Aus der Faradaycupmessung kann nicht separiert auf die Energieverteilung der Ionen der Elemente Argon und Sauerstoff geschlossen werden. Aufgrund der Position des Sauerstoffeinlasses kann jedoch vermutet werden, dass Sauerstoff hauptsächlich mit im Mittel niedrigeren Energien vorliegt als Argon. Im Vorgriff auf die Untersuchung der dreidimensionalen Emissionscharakteristik sei hier erwähnt, dass die Verteilung niederenergetischer Ionen weniger gerichtet ist als die des höherenergetischen Anteils.

12.4. Langzeitstabilität

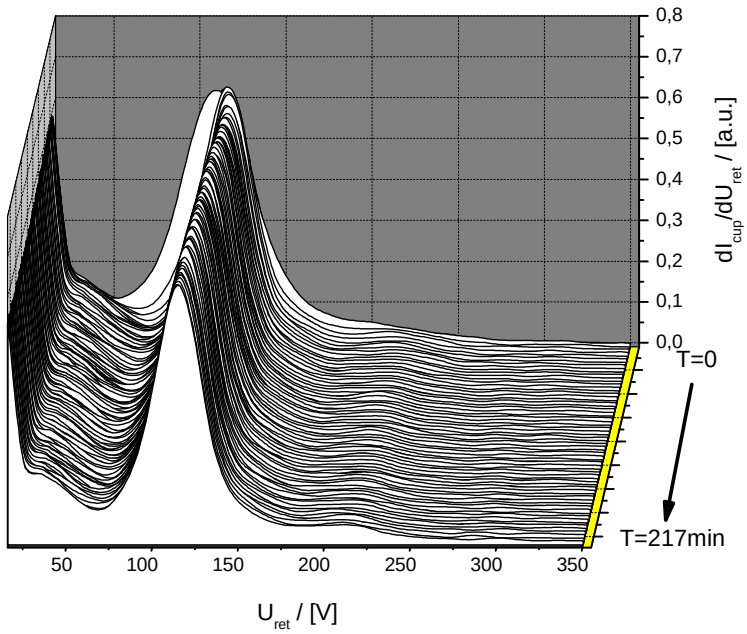


Abbildung 12.7: Langzeitstabilität der APSpro über einen Zeitraum von ca. 3,5 Stunden

Die Langzeitstabilität im Betriebsverhalten einer Ionenquelle ist eine Grundvoraussetzung für deren Einsatz bei der Herstellung hochqualitativer optischer Beschichtungen. Darüber hinaus würde eine mangelnde Langzeitstabilität eine erfolgreiche Untersuchung der Ionenstromdichteverteilung verhindern.

Abbildung 12.7 zeigt die Langzeitstabilität der APSpro über einen Zeitraum von ca. 3,5 Stunden. Nach 217 Minuten wurde der Versuch aufgrund der beobachteten Stabilität beendet: Nach einer kurzen Einlaufzeit bleibt die Ionenemission konstant.

Weitere Faktoren für die Stabilität über eine Vielzahl von Chargen sind der Belegungszustand der Anlage und die Änderung bei Verschleiß oder Verschmutzung. Der Zusammenhang zwischen dem Verschleiß der Kathode und der Quellenemission wurde eingehend untersucht (Kapitel 12.5). Des Weiteren wurde exemplarisch verglichen, inwieweit sich eine Verschmutzung des Anodenrohrs auf die Quellenemission auswirkt. Hier wurde nach einer kurzen Einlaufzeit eine gute Übereinstimmung zwischen mehrfach eingesetztem und gereinigtem Anodenrohr beobachtet: Abbildung 12.3 zeigt den Vergleich der Ionenstromdichten (schwarze Datenpunkte belegt, grüne Datenpunkte gereinigt).

12.5. Variation der Kathodenheizleistung

Im Rahmen einer Beschichtungscharge können Veränderungen der Depositionsbedingungen wie etwa Temperatur- oder Stützungsschwankungen zu Abweichungen zwischen der experimentell realisierten Beschichtung und dem theoretischen Modell

beitragen. Durch fortwährende Optimierung kann der reproduzierbare Anteil dieser Störungen erkannt und minimiert werden. Des Weiteren können diese Kurzzeiteinflüsse von Langzeiteffekten überlagert werden. Beispielhaft sind hier die dielektrische Belegung der Anlage oder aber auch die Verschmutzung oder Abnutzung von Quellenbauteilen zu nennen. Während das Anodenrohr von Charge zu Charge gereinigt werden kann, nutzt sich die Kathode bei intensivem Einsatz im Laufe ihrer Lebensdauer von ungefähr 70 Stunden kontinuierlich ab. Sie erfährt im Betrieb durch Abstäuben einen Masseverlust von ungefähr 0,3 g/h.

Wird die Quelle durchweg mit derselben Heizleistung betrieben, so erhöht sich die Elektronenemission der Kathode fortwährend, da sich ihre wärmeabstrahlende Oberfläche verkleinert. In gleicher Weise wurde dieser Effekt in der Vergangenheit bereits für die Filamente der offenen DC-Quellen beobachtet und eingehend untersucht [51]. Hier zeigen sich wiederum trotz unterschiedlichen konstruktiven Aufbaus, ca. 10-fach höherer Entladungsleistung und geänderter Regelstrategie die grundlegenden Eigenschaften der unselbständigen DC-Entladung. Die Prozessführung könnte durch eine Kompensation in der Regelung deutlich verbessert werden. Hierzu ist die Heizleistung der Kathode während ihrer Lebensdauer stetig zu verringen. In einem ersten Schritt könnte eine lineare Verringerung durchgeführt werden. Optimal wäre eine genaue Einstellung und Überprüfung mit einem Faradaycup-System nach jeweils einigen Betriebsstunden. Mit Blick auf eine verbesserte Kontrollstrategie sollte in zukünftigen Arbeiten die Möglichkeit geprüft werden, ob durch eine Überwachung der Entladungsspannung oder des Spulenstroms bei gegebenem Bias und Gasflüssen ein stabiler Quellenbetrieb erreichbar ist. Eine verbesserte Kontrolle wäre dann unabhängig von der Nutzungsintensität der Kathode und zudem ohne zeitintensive Messungen möglich. Weitere Effekte wie beispielsweise die Belegung der Anlage wären zu berücksichtigen.

Die Eignung des Messsystems sowie die Auswirkungen der Degradation wird anhand der nachfolgenden experimentellen Ergebnisse demonstriert. Abbildung 12.8, links, zeigt die Ionenenergieverteilung in Abhängigkeit des Kathodenzustands. Bei Einsatz einer neuen Kathode (rot) ergibt sich ein vergleichsweise schmaler Hochenergiepeak sowie ein ausgeprägtes Maximum bei kleinen Energien (<50 eV). Wird die Messung bei sonst identischen Quellenparametern mit einer Kathode am Ende ihrer Lebensdauer wiederholt, zeigt sich eine Verbreiterung des Hochenergiepeaks und eine Abnahme des Niedrigenergieanteils.

Bei Einsatz einer neuen Kathode kann dieses Verhalten durch die Erhöhung der Heizleistung simuliert werden (Abbildung 12.8, rechts). Besteht bei Heizleistungen von 1,70 kW und 1,80 kW noch eine weitgehende Übereinstimmung zwischen den Verteilungen, stimmt die

bei 2,20 kW ermittelt Ionenenergieverteilung mit der bei Nutzung der alten Kathode bei geringerer Heizleistung bestimmten Verteilung überein.

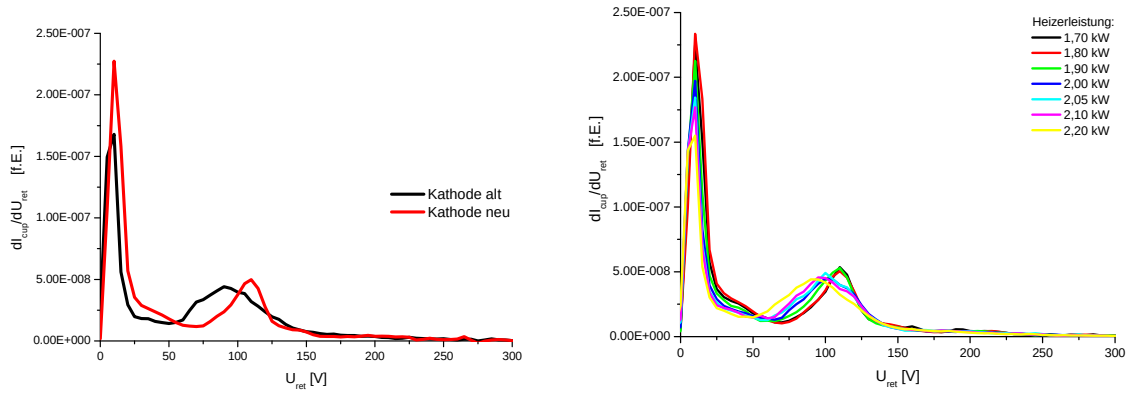


Abbildung 12.8: Ionenenergieverteilung bei Einsatz einer Kathode kurz vor dem Ende ihrer Lebensdauer und einer neuen Kathode (links); Ionenenergieverteilung bei Einsatz einer neuen Kathode und Variation der Heizerleistung von 1,7 kW bis 2,2 kW (rechts).

Der Übergang zwischen den Zuständen ist durch die kontinuierliche Erhöhung der Heizleistung zu realisieren. Mit steigender Heizleistung steigt der Spulenstrom stetig an, während die Entladungsspannung nahezu linear abnimmt (Abbildung 12.10).

Wie bereits aus der Ionenenergieverteilung ersichtlich ist, sinkt der von der Quelle emittierte Gesamtstrom ab, während die Hochenergiefraktion (>50 eV) zunimmt.

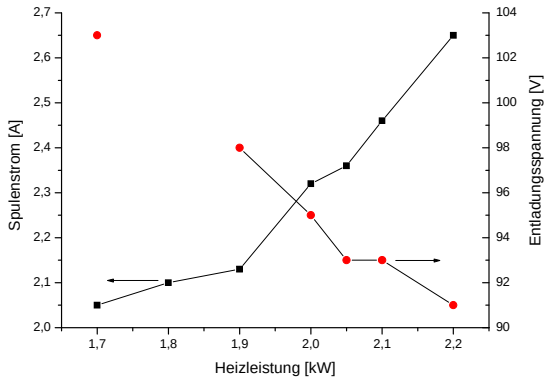


Abbildung 12.9: Spulenstrom und Entladungsspannung in Abhängigkeit der Heizleistung

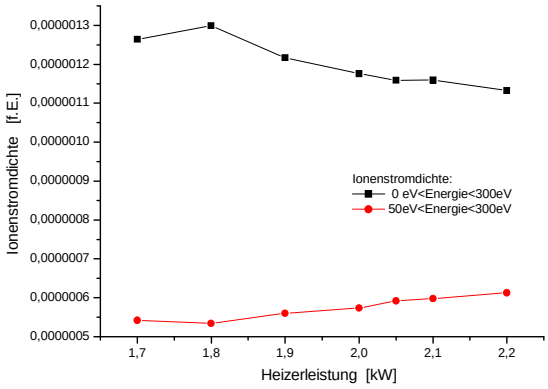


Abbildung 12.10: Ionenstromdichte in Richtung der Quellenachse in Abhängigkeit der Heizleistung: Alle Energien (schwarz), Hochenergieanteil (rot).

Ob und inwieweit der steigende Spulenstrom eine Auswirkung auf die Emissionscharakteristik hat, wird im Folgenden geklärt. Mit dem im Rahmen dieser Arbeit realisierten Faradaycup-Array sowie der vorgestellten Auswerteprogramme stehen hier die notwendigen Werkzeuge zur Verfügung.

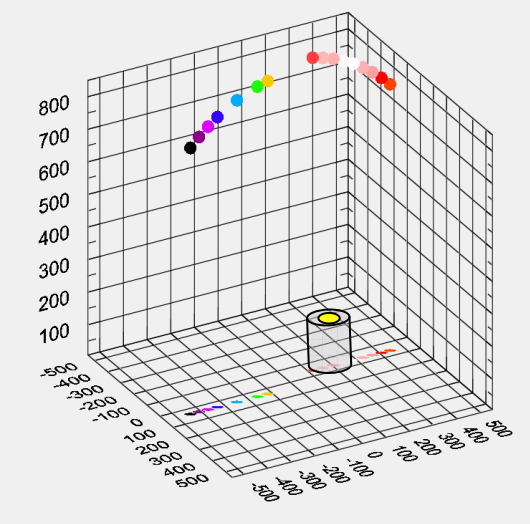


Abbildung 12.11: Position der Faradaycups und der Quelle APSpro während der Messung in einer Beschichtungsanlage vom Typ SYRUSpro 1100.

Zur Vereinfachung wurde hier keine vollständige dreidimensionale Stromdichteverteilung aufgenommen. Die Cups wurden in der in Abbildung 12.11 gezeigten Weise positioniert. Da für jeden Cup die Position und Ausrichtung bekannt ist, konnte eine Kompensation der Geometrie (Anhang) durchgeführt werden, so dass die normierten Cupströme als Funktion des Emissionswinkels aufgetragen werden können (Abbildung 12.12).

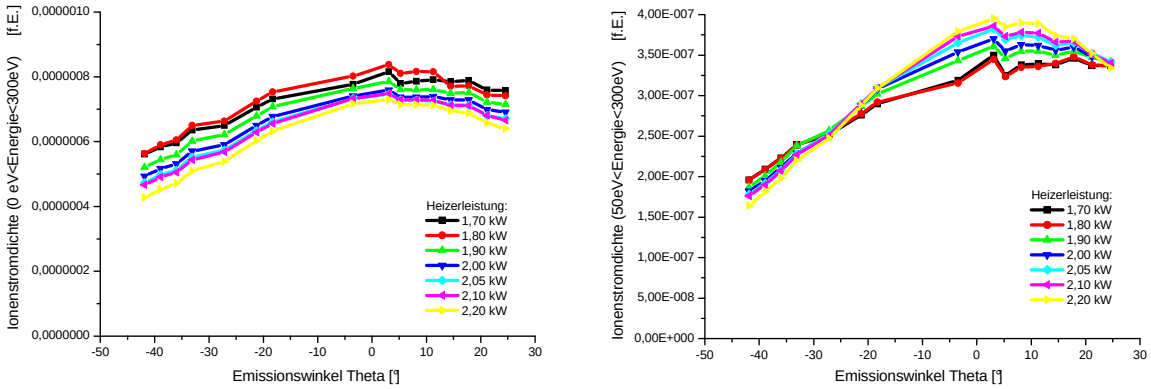


Abbildung 12.12: Ionenstomdichteverteilung in Abhängigkeit des Emissionswinkels. Rechts für alle Energien, links, für Energien >50 eV, rechts. Messpositionen gemäß Abbildung 12.11.

Eine insgesamt geringere Ionenstromdichte mit (aufgrund der steigenden Heizleistung) steigendem Spulenstrom kann für alle Cuppositionen bzw. Emissionswinkel bestätigt werden. Es zeigt sich jedoch eine deutliche Verschärfung der Verteilung für den höherenergetischen Anteil. Während im Bereich kleiner Emissionswinkel der Strom von Ionen mit einer Energie oberhalb von 50 eV ansteigt, fällt er für Emissionswinkel oberhalb etwa 25° ab.

Mit Fokus auf den Beschichtungsprozess wird daher erwartet, dass die Stützungswirkung auf den äußeren Radien der Kalotte geringer wird und auf den inneren Radien ansteigt. Während der Herstellung von Schichten mit kompakter Mikrostruktur macht sich die verringerte Stützung nur in geringem Maße bemerkbar, da bei starker Stützung ein Brechwertplateau erreicht wird. Speziell bei niedrigeren Stützungen, wie sie beispielsweise bei der Herstellung von stressreduzierten Beschichtungen [37] angewendet werden, könnte der Effekt deutlicher hervortreten. Insgesamt könnte eine Anpassung der Regelstrategie sowohl die Langzeitstabilität als auch die Produktionsausbeute erhöhen.

12.6. Ionenstromdichteverteilung

Die Ionenstromdichteverteilung der APS_{pro} wurde mit dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Faradaycup-Messsystem bestimmt. Abbildung 12.13 zeigt exemplarisch die Ionenstromdichte auf der gesamten Kalottenoberfläche. Als Bezugssystem wurde das Koordinatensystem der Ionenquelle gewählt (siehe Anhang). Die maximale Ionenstromdichte wird nicht direkt über der Quelle, sondern am äußersten Kalottenrand (rechts) gemessen. Diese Verteilung beruht insbesondere darauf, dass die Einfallswinkel der Ionen und deren Abstand zur Quelle in die Messwerte einfließen. Werden die geometrischen Einflüsse kompensiert, d.h. dass die Verteilung auf eine imaginäre Kugeloberfläche mit 1 m Radius

bezogen wird, so resultiert die in Abbildung 12.14 gezeigte Verteilungsfunktion, welche gemäß der Darstellung im Anhang die Grundlage für weiterführende Charakterisierungs- und Optimierungsmaßnahmen bildet. Deutlich ist die zur Quellenhochachse symmetrische Verteilung zu beobachten, so dass die Bedingung für den Übergang auf Kugelkoordinaten erfüllt ist.

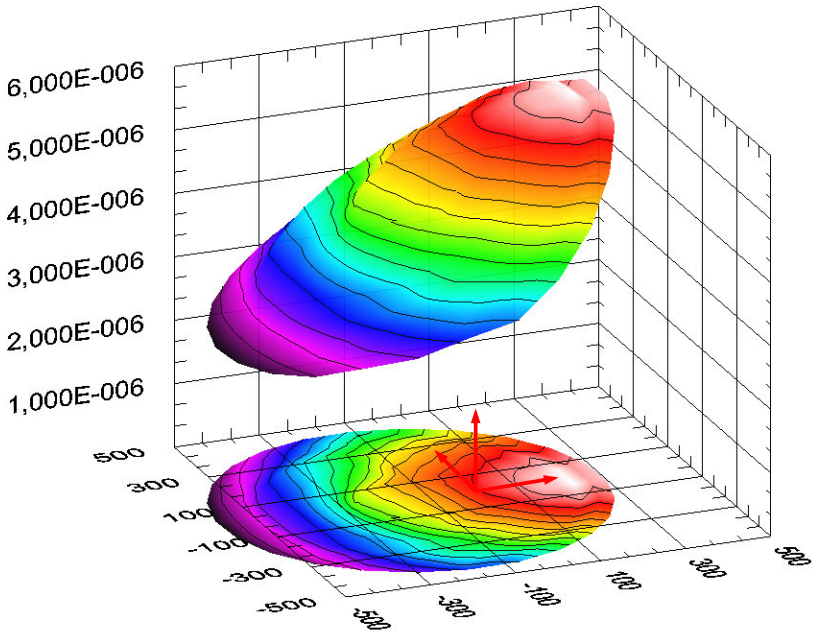


Abbildung 12.13: Ionenstromdichteverteilung der Quelle APSpro über die Kalotte im Koordinatensystem der Beschichtungsanlage SYRUSpro1100. Der Ursprung des Koordinatensystems bezeichnet den gedachten Durchstoßpunkt der Kalottendrehachse durch den Rezipientenboden. Dimensionen (x, y, z) in (mm, mm, Stromdichte f.E.)

Der Vorteil der Ionenstromdichtemessung mit Faradaycups gegenüber anderen Sonden ergibt sich aus der Möglichkeit, verschiedene Energiebereiche aufzulösen und somit auch zu analysieren. Die untersuchte Quelle APSpro zeigt in der Anlagenkonfiguration und bei den speziellen Betriebsparametern, wie sie bei der Herstellung dichter TiO_2-Schichten eingesetzt werden könnten, eine stärkere Richtwirkung der höherenergetischen (>50eV) Ionen gegenüber dem niederenergetischen Anteil (Abbildung 12.16). Gegensätzlich konnte im Rahmen der Charakterisierung der Quelle CC-105 gezeigt werden, dass diese in etwa dieselbe Emissionscharakteristik für beide Energiebereiche aufweist.

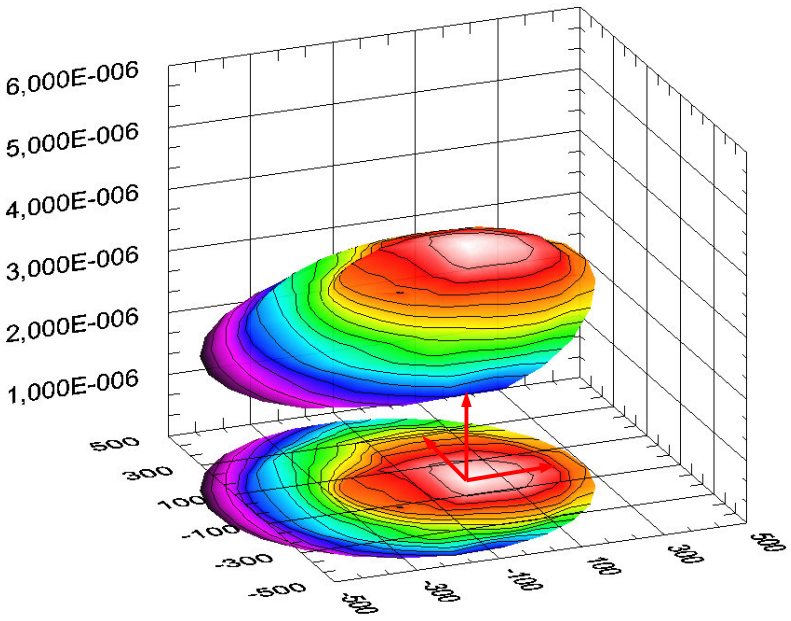


Abbildung 12.14: Auf 1 m Abstand normierte Ionenstromdichteverteilung der Quelle APSpro über die Kalotte im Koordinatensystem der Ionenquelle. Der Ursprung des Koordinatensystems bezeichnet die Apertur der Ionenquelle. Dimensionen (x, y, z) in (mm, mm, normierte Stromdichte f.E.)

Der Unterschied ist auf den deutlich verschiedenen geometrischen Aufbau der APS-Quelle zurückzuführen. Eine DC-Entladung mit einem gegenüber der Emission hohen Strom wird innerhalb des Anodenrohres aufrechterhalten. Nur eine geringe Fraktion der gesamten hochenergetischen Ionen verlässt die Apertur der Quelle, wobei die möglichen Trajektorien im Wesentlichen durch die Quellengeometrie eingeschränkt werden. Direkt außerhalb des Anodenrohrs stoßen hochenergetische Ionen auf Neutralteilchen (Gas 3), so dass durch Ionisation und Ladungsaustauschreaktionen weitere, vornehmlich niederenergetische, Ionen erzeugt werden, deren Ausbreitungsrichtung weniger restringiert ist.

Das Verhältnis zwischen niedrig- und hochenergetischem Anteil einerseits und der Richtwirkung der Quelle andererseits hängen von einer Kombination der Betriebsparameter ab. Es kann nicht nachgewiesen werden, dass generell ein stärkeres Spulenmagnetfeld zu einer bestimmten Verteilung führt. Vielmehr ist hier die Kombination aller Betriebsparameter zu beachten. Tendenzen lassen sich dennoch aufzeigen.

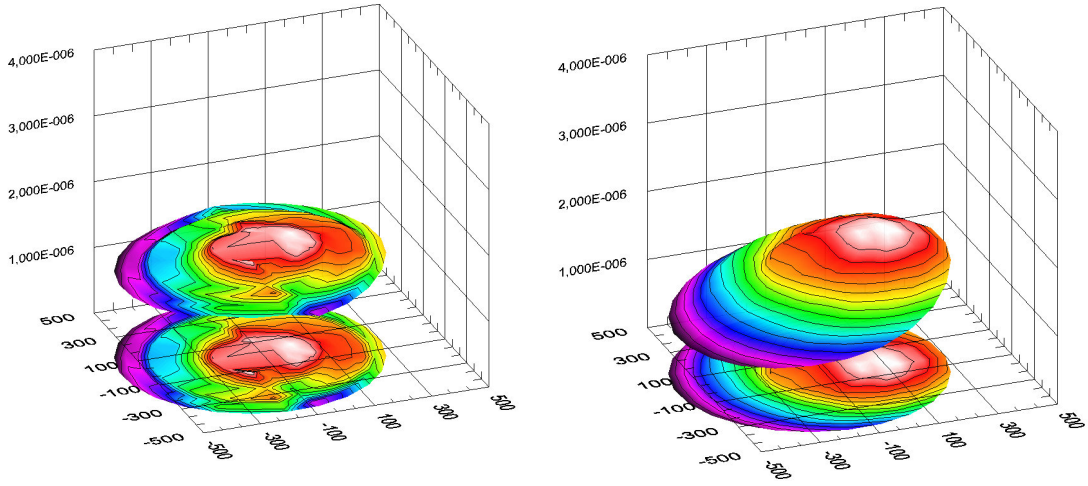


Abbildung 12.15: Zerlegung der Ionenstromdichteverteilung in einen niederenergetischen Bereich mit Ionennergie <50eV (links) und einen höherenergetischen Bereich >50eV (rechts)

Mit Blick auf die Ausrichtung der Quelle und den Vergleich mit anderen Quellentypen wurde die normierte Stromdichtedarstellung im Periodensystem der Quelle mithilfe der Gleichung 6.2 numerisch angepasst. Es zeigt sich, dass eine gute Übereinstimmung durch den Ansatz einer reinen $\cos^n$-Funktion (A=1, B=0) erreichbar ist. Für die in Abbildung 6.15 dargestellten Daten folgt somit für Ionenenergien oberhalb von 50eV n=3 und für Ionenenergien unterhalb von 50eV n=0,9. Abbildung 6.16 verdeutlicht die Ergebnisse in polarer Darstellung.

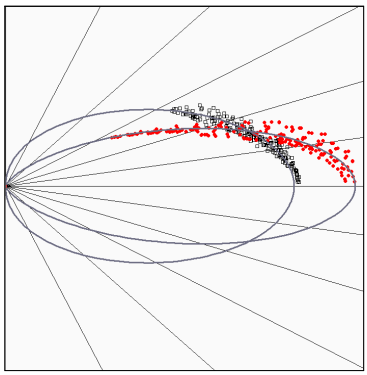


Abbildung 12.16: Polare Darstellung der Zerlegung der Ionenstromdichteverteilung in einen niederenergetischen Bereich mit Ionennergie <50eV (schwarz) und einen höherenergetischen Bereich >50eV (rot)

12.7. Stromdichteverteilung in Abhängigkeit der Betriebsparameter

Die während eines Beschichtungsprozesses verwendeten Schichtmaterialien benötigen im Allgemeinen speziell angepasste Ionenenergien und Ionenstromdichten. Bereits für ein Material kann aufgrund der Ionenstromdichteverteilung eine Abhängigkeit der Stützung von der Position auf der Kalotte vorliegen. Wenn sich die Ionenstromdichteverteilung für die in einem Schichtsystem eingesetzten Materialien unterscheidet, dann erfahren beide Materialien eine individuelle, positionsabhängige Stützung. Im Rahmen der Schicht-optimierung und der Prozesskontrolle im Nachgang sollte dies berücksichtigt werden.

Die dreidimensionale Stromdichteverteilung wurde experimentell für eine Anzahl unterschiedlicher Betriebsparameter ermittelt (Tabelle 12.1). Die Parametersätze 1-3 können beispielsweise während der Verdampfung des hochbrechenden Materials Titandioxid eingesetzt werden, während Nr. 6-9 für das niedrigbrechende Material Siliziumdioxid geeignet erscheinen. Die Einstellungen 4 und 5 verdeutlichen die Leistungsfähigkeit der Quelle im oberen Grenzbereich.

Die grau hinterlegten und jeweils beachbarten Felder in Tabelle 12.1 verdeutlichen die Parameteränderungen, die im Folgenden verglichen werden. Nr. 1 und 2 unterscheiden sich im Sauerstoffluss, Nr. 2 und 3 im Alter der Kathode, Nr. 3 und 4 in der Biasspannung, usw.

Nr.	Bias-spannung [V]	Entladungs-strom [A]	Spulen-strom [A]	Heiz-leistung [kW]	Kathode	Ar 1 [sccm]	Ar 2	O_2
1	110	50	3,60		alt	4	12	45
2	110	50	2,55		alt	4	12	30
3	110	50	2,00		neu	4	12	30
4	190	50	4,40	1,8	neu	4	12	30
5	190	50	3,55	1,5	neu	4	12	30
6	135	55	2,7		alt	2	18	10
7	135	55	2,9		alt	2	18	10
8	160	55	2,55		alt	2	16	5
9	160	55	2,15		neu	2	16	6

Tabelle 12.1: Parametersätze, für die Stromdichteverteilungen ausgewertet wurden

Im Verlauf dieses Abschnittes soll aufgrund der besseren Übersichtlichkeit ausschließlich die an die Messwerte numerisch angepasste Formeldarstellung verwendet werden. Darüber hinaus wird aufgrund der bisherigen Resultate zwischen dem Gesamtionenstrom und dem Hochenergieanteil >50 eV unterschieden.

Die normierten Messwerte der Ionenstromdichten wurde, gemäß Abschnitt 12.6, jeweils für den Gesamtionenstrom und den Hochenergieanteil winkelabhängig dargestellt und im Folgenden eine Datenreduktion gemäß Gleichung 6.2 durchgeführt.

Die Normierung der Verteilungsfunktionen auf deren Maximalwert ermöglicht einen qualitativen Vergleich der Ionenstromdichteverteilung für unterschiedliche Betriebsparameter. Im Folgenden werden daher einerseits die Ionenstromdichteverteilungen und andererseits deren normierte Werte, diskutiert.

12.7.1. Parametersätze 1-3

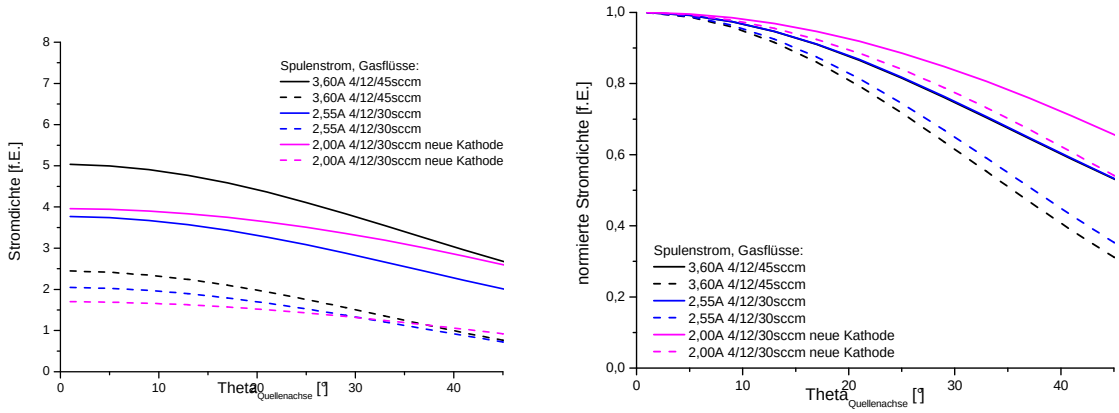


Abbildung 12.17: Ionenstromdichte (links) und normierte Ionenstromdichte (rechts) für die Parametersätze 1-3. Gesamtstrom: durchgezogene Linie, Energie >50 eV: gestrichelt

Die Parametersätze 1-3 zeichnen sich durch eine vergleichsweise niedrige Biasspannung von 110V, sowie einen relativ hohen Sauerstofffluss von 30 bzw. 45 sccm aus.

Insgesamt setzt sich der Ionenstrom zu etwa 50% aus hochenergetischen Ionen und zu 50% aus einem niederenergetischen Anteil zusammen

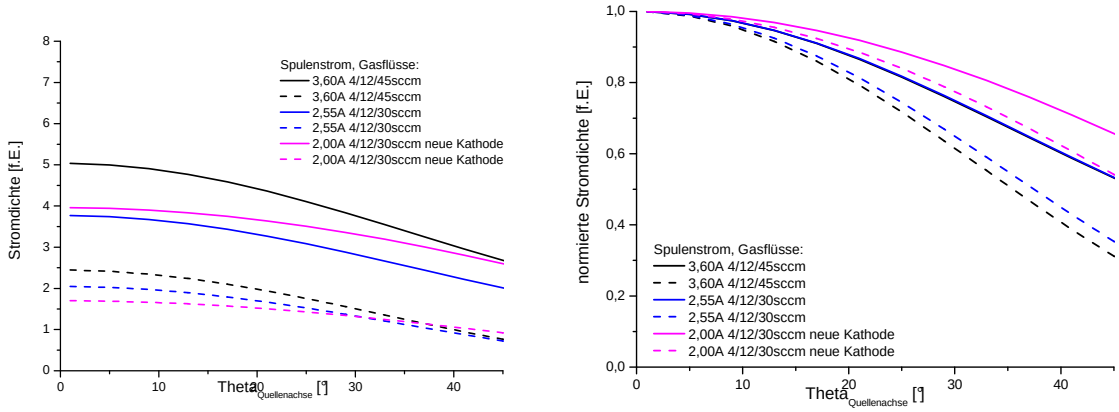


Abbildung 12.17). Mit Blick auf die normierte Stromdichteverteilung wird deutlich, dass die Richtwirkung für den hochenergetischen Anteil stärker ist.

Folgende Rückschlüsse lassen ziehen:

- Ein höherer Sauerstofffluss führt zu höheren Stromdichten. Die Richtwirkung bei 45 sccm und 30 sccm Sauerstofffluss sind trotz unterschiedlichen Spulenstroms vergleichbar.
- Bei einem erhöhten Sauerstofffluss ist eine Erhöhung des Spulenstromes notwendig, um die notwendige Biasspannung bzw. Entladungsspannung zu gewährleisten. Die Stromdichteverteilung wird wahrscheinlich aufgrund des höheren Gasflusses durch vermehrte Stöße verbreitert.
- Bei sonst gleichen Parametern bewirkt eine neue Kathode einen leichten Anstieg in der Ionenemission. Die Richtwirkung ist weniger stark ausgeprägt.
- Eine neue Kathode ist aufgrund ihrer größeren Außenfläche bei gleicher Heizleistung kälter und emittiert weniger Elektronen. Die vorgewählte Biasspannung kann nur erreicht werden, wenn die Plasmaimpedanz höher ist als bei einer älteren Kathode, die vergleichsweise mehr Elektronen emittiert.

12.7.2. Parametersätze 3-5

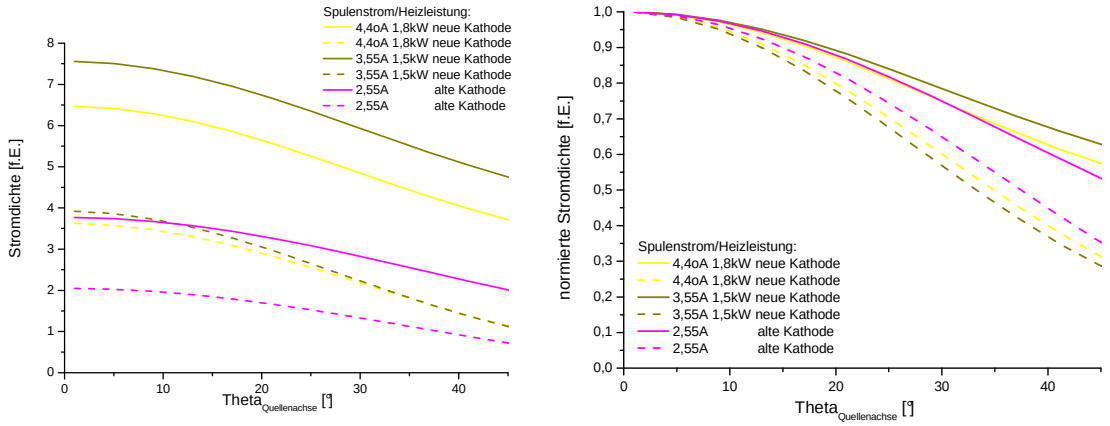


Abbildung 12.18: Ionenstromdichte (links) und normierte Ionenstromdichte (rechts) für die Parametersätze 3-5. Gesamtstrom: durchgezogene Linie, Energie >50 eV: gestrichelt

Die Parametersätze 4 und 5 zeigen das Leistungspotential der Quelle auf. Bei sonst gleichen Einstellungen ermöglicht eine höhere Biasspannung, 190 V gegenüber 110 V (Parametersatz 2), einen deutlichen Anstieg des Emissionsstroms um den Faktor 1,6 bis 2,0.

Die Verteilung des Gesamtionenstromes (Abbildung 12.18, rechts) ist bei alle Alternativen ähnlich, obwohl die Spulenströme von 2,55 A bis 4,40 A variieren. Die Emissionscharakteristika unterscheiden sich für den hochenergetischen Anteil. Hier fällt die Ionenstromdichte bei großen Spulenströmen zu großen Emissionswinkeln stärker ab. Die Richtwirkung ist etwas stärker.

Die Messungen 4 und 5 unterscheiden sich in der Wahl des Heizstromes. Mit einer neuen Kathode wurde in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen des Kapitels 12.5 das Verhalten alternder Kathoden durch Heraufsetzen der Heizleistung von 1,5 kW auf 1,8 kW simuliert. Die Richtwirkung blieb jedoch nahezu erhalten.

12.7.3. Parametersätze 6-9

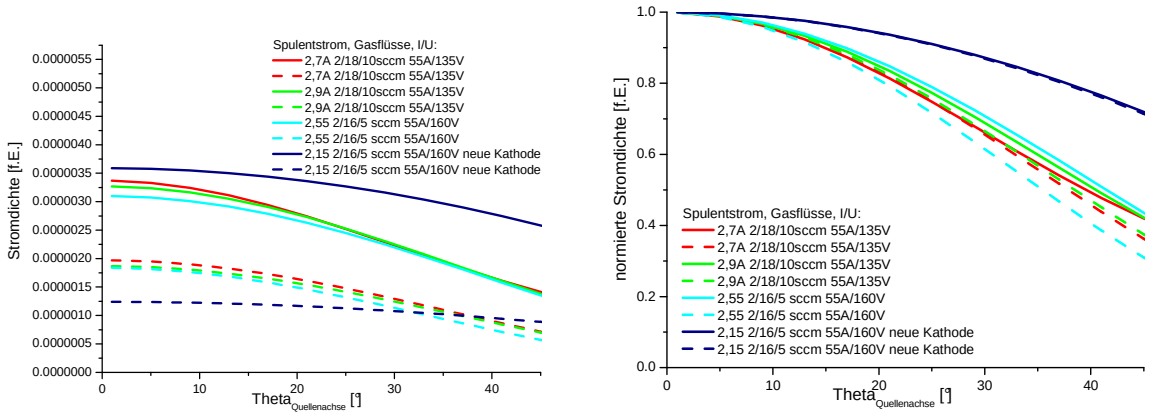


Abbildung 12.19: Ionenstromdichte (links) und normierte Ionenstromdichte (rechts) für die Parametersätze 6-9. Gesamtstrom: durchgezogene Linie, Energie >50 eV: gestrichelt

Die Parametersätze 6-9 unterscheiden sich von den Parametersätzen 1-3 durch die höheren Biasspannungen von 135 V bzw. 160 V und von insgesamt durch den geringeren Sauerstoffffluss von 10 sccm bzw. 5 sccm. Im Vergleich ist die Ionenemission um ca. 15%-30% geringer.

Die Parametersätze 6 und 7 (2,7 A und 2,9 A Spulenstrom) sind Wiederholungsmessungen, die die gute Reproduzierbarkeit der Messungen aufzeigen.

Eine Erhöhung der Biasspannung und Senkung des Sauerstoffflusses von 10 sccm auf 5 sccm resultiert in der Reduktion des Spulenstroms von 2,7 A/2,9 A auf 2,55 A. Die Ionenenergieverteilung wird bei minimal geringerem Gesamtstrom (>90%) etwas breiter, der hochenergetische Bereich wahrscheinlich durch verminderte Stoßwahrscheinlichkeit mit dem eingelassenen Sauerstoff etwas gerichteter.

Gegenüber den Parametersätzen 1-5 verringert sich der Unterschied der Emissionscharakteristik zwischen niedrig- und hochenergetischem Anteil. Eine denkbare Begründung ist die sinkende Stoßwahrscheinlichkeit zwischen den in der Entladung erzeugten hochenergetischen Ionen und dem hier mit nur geringerem Fluss zugeführten Sauerstoff.

Der Ersatz der Kathode am Lebensdauerende gegen eine ungenutzte führt, wie bereits für die Parametersätze 1-3 und demonstriert, zu einer breiteren Stromdichteverteilung bei steigendem Gesamtstrom und absinkendem hochenergetischen Anteil. Das Erklärungsmuster ist identisch und beruht auch hier auf der verringerten Elektronenemission der neuen Kathode.

Insgesamt zeigt sich, dass die Richtwirkung der Quelle für den Niedrig- und Hochenergieanteil getrennt zu bewerten ist. Dies ist nicht durch einfache Sonden, sondern nur durch energiediskriminierende Verfahren wie der räumlichen Faradaycup Messung möglich ist.

Die Richtwirkung ist nicht allein eine Funktion des Magnetfeldes der Quelle, sondern darüber hinaus auch vom Betriebsgasfluss abhängig. Insbesondere kann bei gleicher Biasspannung mehr Sauerstoff eingelassen werden, ohne dass sich die Emissionscharakteristik stark ändert, da sich die Einflüsse von Magnetfeld und gasbedingten Stoßereignissen nahezu kompensieren. Der Ionenstrom steigt jedoch bei steigendem Sauerstoffffluss an.

Im Rahmen der Prozessentwicklung und –Überwachung sollte speziell der Einfluss des Kathodenzustands oder der Kathodenheizung beachtet werden, da bei sonst gleichen Quelleneinstellungen vergleichsweise starke Schwankungen der Ionenstromdichteverteilung erwartet werden.

12.8. Einsatz der Quelle APSpro im Beschichtungsprozess

Im Rahmen der Faradaycupmessungen konnte der stabile Betrieb der Quelle nachgewiesen werden. In einem folgenden Schritt wurden Beschichtungen aus den Standardmaterialien TiO_2 und SiO_2 zur Qualifizierung der Quelle im Prozessverlauf hergestellt. Aufgrund der Ergebnisse aus Abschnitt 12.7 wurde die Biasspannung variiert und zusätzlich die Entladungsspannung, sowie der Spulenstrom aufgenommen.

Mit der Biasspannung steigt die Entladungsspannung bei konstantem Entladungsstrom und Gasfluss durch die Erhöhung des Spulenstroms (Abbildung 12.21) linear an (Abbildung 12.20). Wie aus Abbildung 12.3 ersichtlich ist, bestimmt die Höhe der Biasspannung im Wesentlichen die Ionenenergie. Daher wurde die Biasspannung im Bereich von 90 V bis 170 V in Schritten von 20 V variiert und der Einfluss auf den Brechwert von Einzelschichten aus dem hochbrechenden Schichtmaterial Titandioxid untersucht (Abbildung 12.22). In einem weiteren Schritt wurde durch die Herstellung eines Spiegels für die Wellenlänge 1064 nm ein (Abbildung 12.23) gut für Vergleichsmessungen geeignetes Schichtsystem, ebenfalls bei unterschiedlichen Biasspannungen, realisiert.

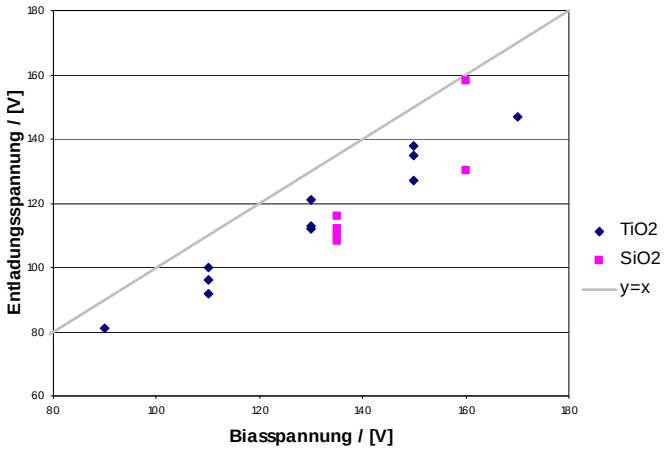


Abbildung 12.20: Verhältnis zwischen Biasspannung und Entladungsspannung während der Beschichtung von TiO_2 und SiO_2

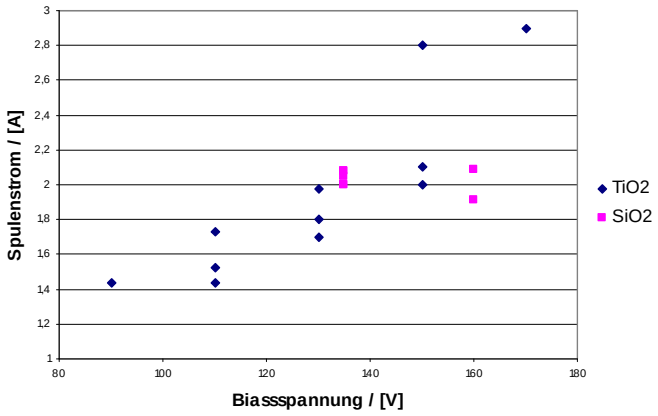


Abbildung 12.21: Verhältnis zwischen Biasspannung und Spulenstrom während der Beschichtung von TiO_2 und SiO_2

Aus den Ergebnissen der Einzelschichten ergibt sich, dass der Brechwert von Titandioxid mit n=2.4 bei der Wellenlänge 500 nm nur gering (2%-3%) mit der Biasspannung variiert. Bei 170 V wird jedoch das Schichtmaterial deutlich geschädigt, so dass bereits im sichtbaren Spektralbereich eine Absorption von mehreren Prozent zu beobachten ist. Auch im Rahmen der Herstellung von Schichtsystemen werden die Ergebnisse aus den Einzelschicht-untersuchungen bestätigt. Der Brechwert ist im Mittel etwa 0.02 bis 0.05 höher als der der Einzelschichten (Abbildung 12.24). Diese Differenz könnte durch die aufgrund der Prozessdauer höhere Temperatur bei der Herstellung des Spiegels verursacht sein. Andererseits könnte eine systematische Höherbewertung des Brechwertes des hochbrechenden Titandioxids und eine gleichzeitige Niederbewertung des Brechwertes des niedrigbrechenden Siliziumdioxids vorliegen, da im Rahmen der Optimierung eines Schichtsystems die numerisch günstigste Anpassung an die Messwerte erfolgt.

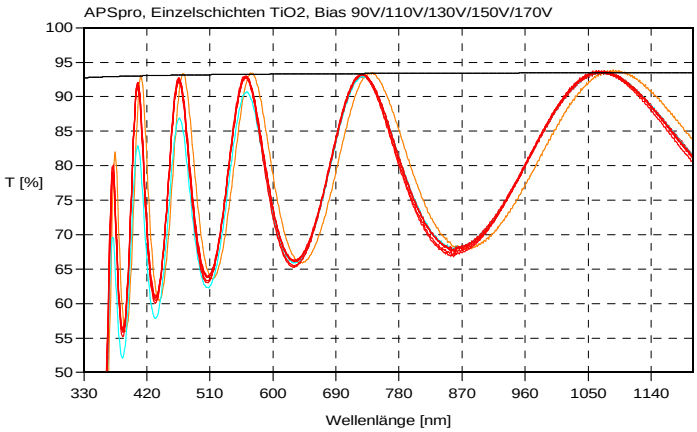


Abbildung 12.22: Transmissionsspektren von TiO_2 Einzelschichten (optische Dicke 4λ/4 @ 1064 nm) für Biasspannungen zwischen 90 V (orange) und 170 V (hellblau)

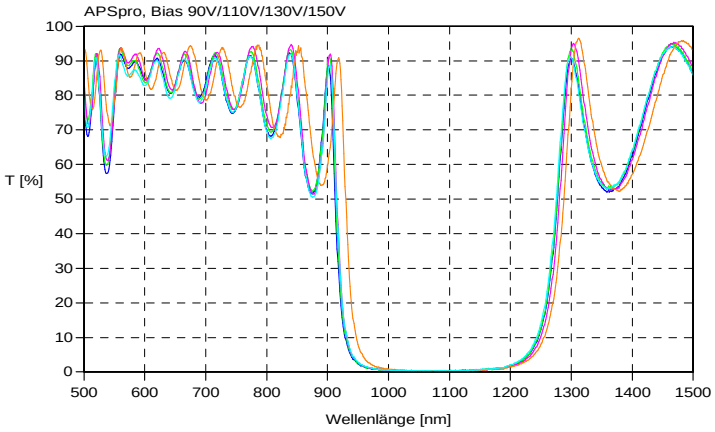


Abbildung 12.23: Transmissionsspektrum von Spiegeln für die Wellenlänge 1064 nm. Die Biasspannung wurde zwischen 90 V und 150 V variiert

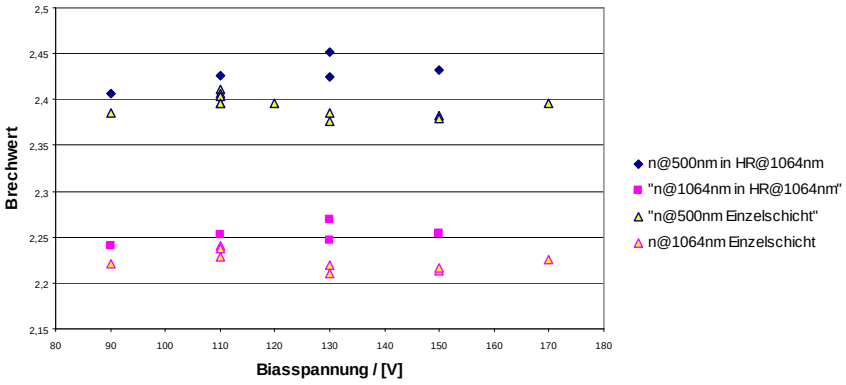


Abbildung 12.24: Brechwert (bei 500 nm und 1064 nm) von TiO_2 in Abhängigkeit der Biasspannung, ermittelt aus Einzelschichten und Schichtsystemen

13. Induktiv-kapazitive RF-Quelle Leybold LION

Die induktiv-kapazitiv gekoppelten RF-Quelle Leybold LION wurde im Hinblick auf Verschleißarmut konzipiert. Einzig die Erneuerung des Einfach-Extraktionsgitters ist aufgrund dessen Erosion nach längerer Nutzung vorgesehen. Die Erzeugung der Ionen erfolgt durch die induktive Einkopplung der HF-Leistung (13.56MHz) über die Antenne in das Betriebsgas (Abbildung 13.1). Ein Spulenpaar erzeugt ein schwaches, zur Austrittsrichtung der Ionen transversales Magnetfeld, welches die Einkopplung der elektromagnetischen Welle in das Bulkplasma ermöglicht (ECWR: Elektron-Zyklotron-Wellenresonanz, [56]). Das auf Massepotential liegende Extraktionsgitter schirmt zum einen den Rezipienten gegen das hochfrequente Wechselfeld ab, zum anderen dient es als Extraktionselektrode für die Ionen. Diese werden aufgrund der sich einstellenden Potentialdifferenz auf das Gitter beschleunigt, wobei der überwiegende Teil die Quelle über die Gitteraperturen verlässt und der geringere Teil die Stege beaufschlagt. Als Folge dieser Beaufschlagung wird das Gitter abgestäubt (gesputtert), weshalb prozesskompatible Material wie Titan oder alternativ Aluminium gewählt werden können. Die Vermeidung von Kontaminationen (bei Einsatz in oxidischen Systemen) setzt sich durch den konstruktiven Aufbau im Quelleninnern fort. Bodenplatte und Antenne werden vollständig von Quarzglas, einer gelochten Platte und einem Zylinder, abgedeckt.

Über den RF-Generator ist die eingekoppelte Leistung und damit der Ionisationsgrad des Betriebsgases zu beeinflussen. Mittels eines einstellbaren Kondensators kann ein variabler Teil der RF-Leistung kapazitiv in die Bodenplatte eingekoppelt werden, um die Ionenenergie einzustellen. (Der Parameter ist hierbei die Stellung des „Energiekondensators“ „C3“ in Grad, welche die Überdeckung von stationären und rotierenden Kondensatorplatten angibt. 15° entspräche einer nur minimalen, 180° der vollen Überdeckung.) Speziell steigt die über den Kondensator C3 eingekoppelte Spannung an, wenn die RF-Leistung, und somit die RF-Spannungsamplitude, erhöht wird. Wie aus dem Bereich kapazitiv gekoppelter Plasmen bekannt ist, bildet sich zwischen dem Plasma und dem Extraktionsgitter eine Potentialdifferenz aus, die als Maß für die mittlere Ionenenergie gilt.

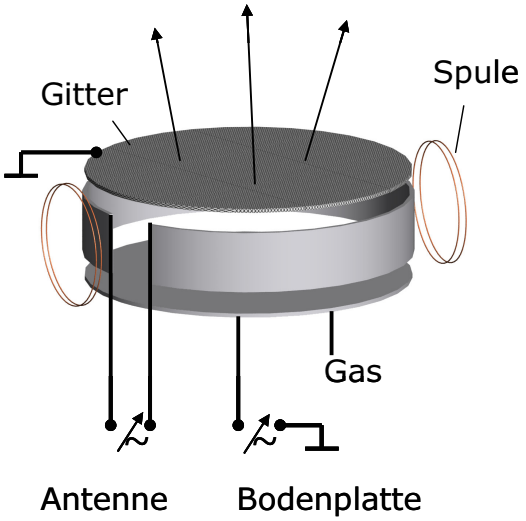


Abbildung 13.1: Prinzipskizze der LION-Quelle

Gemäß den angestrebten Schichteigenschaften sollten primär die RF-Leistung und der Anteil der kapazitiv auf die Bodenplatte eingekoppelten Energie festgelegt werden. Die Wahl der Gasflusses und des Magnetspulenstroms hat, wie im Folgenden nachgewiesen wird, einen weitaus geringeren Einfluss auf die Ionenenergieverteilung und die erreichbare Ionenstromdichte. Angepasste Werte ermöglichen einen stabilen Betrieb. Einmal gewählt, können diese Parameter für einen weiten Bereich von Leistung und Energiekondensatorstellung konstant bleiben.

Im Folgenden werden die mittels Faradaycupmessungen durchgeführten Parameterstudien vorgestellt. Abschließend werden die optischen Eigenschaften von Titandioxid und Silizium-dioxid Einzelschichten diskutiert, die bei einer RF-Leistung von 2500 W und Energiekondensatoreinstellungen von 80° bis 180° he rgestellt wurden.

13.1. RF-Leistung

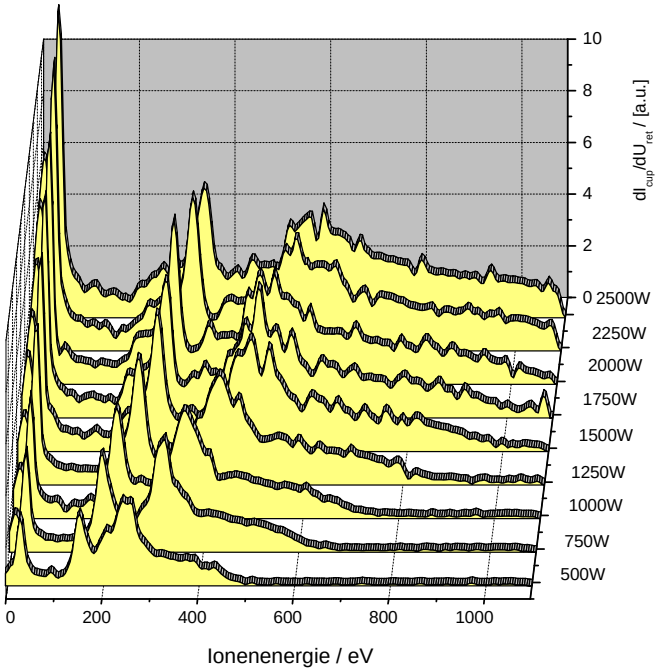


Abbildung 13.2: Einfluss der RF-Leistung auf die Ionenenergieverteilung (Energiekondensator C3=100℅)

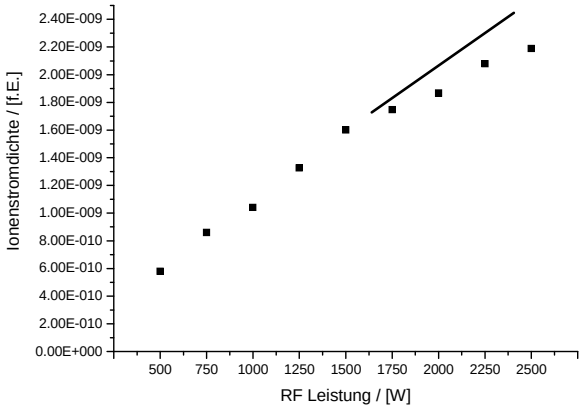


Abbildung 13.3: Einfluss der RF-Leistung auf die Ionenstromdichte (Energiekondensator C3=100℅)

Der Einfluss der Variation der RF-Leistung bei konstantem Gasfluss (25sccm O_2) und konstanter Einstellung des Energiekondensators (von 100℅) von 500W bis 2500W wird in Abbildung 13.2 und Abbildung 13.3 aufgezeigt. Die Ionenstromdichte steigt in diesem Fall annähernd linear mit der eingekoppelten Leistung. Die angedeutete Unsicherheit bei der Bestimmung der Ionenstromdichten bei höheren Leistungen beruht darauf, dass die zugrundeliegenden Ionenenergieverteilungen (Abbildung 13.2) aufgrund des Messgerätes nur bis 1100 eV bestimmt werden konnten.

Die Ionenenergieverteilung (Abbildung 13.2) selbst zeigt eine breite Verteilung mit mehreren Maxima, wobei sowohl die mittlere als auch die maximale Ionenenergie mit steigender Leistung zunimmt. Weil mit steigender RF-Leistung die Amplitude der RF-Spannung zunimmt, bildet sich ein höheres DC-Selbstbias und damit eine höhere mittlere Beschleunigungsspannung aus. Die mit der RF-Leistung steigende Breite der Ionenenergieverteilung wird durch die ansteigende RF-Amplitude verursacht. Während das DC-Bias (bei nicht zu hohen Gasdrücken) die mittlere Ionenenergie bestimmt, ergibt sich die maximale Ionenenergie in etwa als Summe aus Biasspannung und RF-Amplitude [45]. Da die Struktur der Energieverteilung durch Stöße hervorgerufen wird, kann davon ausgegangen werden, dass die tatsächliche Maximalenergie geringer als der theoretische Wert ist.

Im ionenunterstützten Beschichtungsprozess wurden hohe Ionenenergien, speziell >600 eV, in Zusammenhang mit hohen Extinktionskoeffizienten gebracht [15], da angenommen wurde, dass im Bereich von oxidischen Beschichtungsmaterialien so genanntes präferentielles Abstäuben des Sauerstoffbestandteils erfolge. Mittels Laserkalorimetrie konnte für den Betrieb mit reinem Sauerstoff als Betriebsgas nachgewiesen werden, dass keine erhöhte Absorption auftrat, vielmehr sind die gemessenen Werte ($k_{1064\,nm}<2\cdot10^{-6}$) als sehr niedrig einzustufen. Wahrscheinlich können eventuell vorhandene oder erzeugte offene Bindungen auch unterhalb der obersten Atomlagen durch den eindringenden energetischen aktivierten Sauerstoff wieder abgesättigt werden. Hier ergibt sich zukünftig die Notwendigkeit, den Schichtbildungsprozess eingehend unter Berücksichtigung tief eindringender Stoßkaskaden und deren Einfluss auf die Bindungszustände zu untersuchen. In einem weiteren Schritt sollte die Stabilität und der Aufbau der Schichtstrukturen etwa nach thermischem Ausheizen (sogenanntes tempern oder engl. annealing) analysiert werden.

13.2. Kapazitive Einkopplung

Bei konstanter Leistung (2000W), konstantem Gasfluss (25sccm O_2) und Spulenstrom (1,25A) wurde der Anteil der kapazitiven Einkopplung variiert. Es zeigt sich ein nahezu linearer Anstieg der Ionenstromdichte mit der Einstellung des Energiekondensators (Abbildung 13.5).

Wie auch im vorigen Abschnitt mit Blick auf die RF-Leistung, bzw. RFAmplitude beschrieben wurde, verbreitert sich die Ionenenergieverteilung (Abbildung 13.4) bei großer kapazitiver Kopplung, wobei wiederum die mittlere Ionenenergie als auch die maximale Ionenenergie steigt.

Da die Ionenextraktion, wie im vorherigen Kapitel (13.1) beschrieben wurde, maßgeblich durch die Extraktionsspannung beeinflusst wird, ist in der vorliegenden Quellenkonfiguration die Extraktion hoher Ströme nur bei hohen Ionenenergien möglich.

Würde das Extraktionsgitter galvanisch isoliert und durch ein zusätzliches DC-Netzteil eine negative Spannung angelegt, so könnte der Extraktionsstrom voraussichtlich auch für Einstellungen mit verschwindender kapazitiver Einkopplung weiter erhöht werden. Eine unabhängige Einstellung von Extraktionsstromstärke und Ionenenergie könnte jedoch beispielsweise beim Einsatz eines sogenannten Vier-Gitter-Extraktionssystems erreicht werden, durch das die Ionen mithilfe hoher Spannungen extrahiert werden und innerhalb des Systems durch eine Gegenspannung auf prozesskompatible Energien abgebremst werden können.

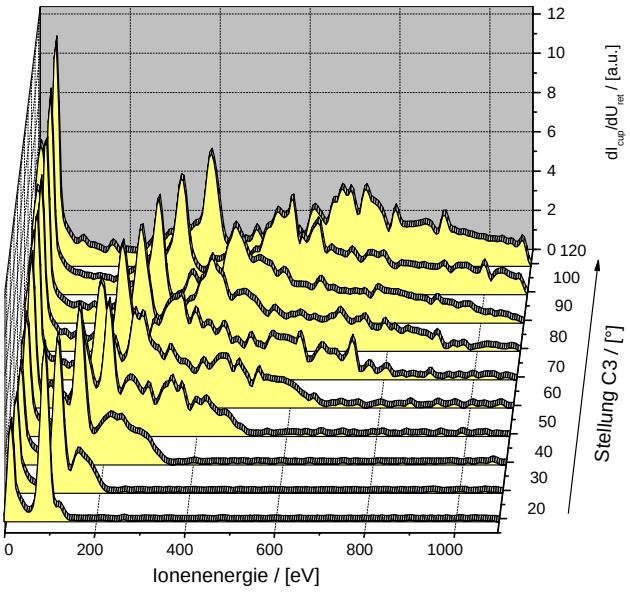


Abbildung 13.4: Einfluss der kapazitiven Einkopplung (durch Koppelkondensator „C3“) auf die Ionenenergieverteilung

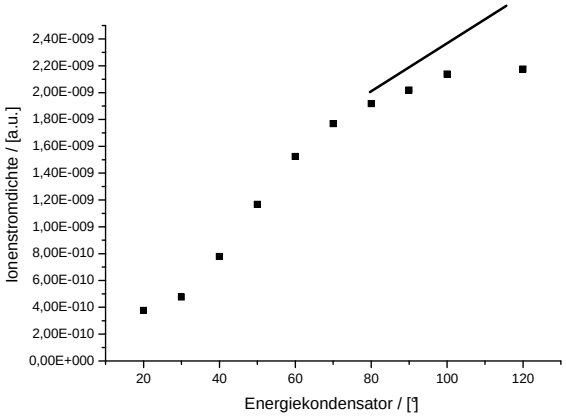


Abbildung 13.5: Einfluss der kapazitiven Einkopplung auf die Ionenstromdichte

13.3. Gasfluss

Der Fluss von Betriebsgas in die Quelle hat nur einen geringen Einfluss auf die Ionenenergieverteilung und die Ionenstromdichte (Abbildung 13.6, Abbildung 13.7). Insgesamt nimmt die Ionenenergie mit steigendem Gasfluss ab. Bei einem mittleren Wert von 25 sccm O_2 kann bei konstanter RF-Leistung von 2000 W und einer kapazitiven Einkopplung, die durch die Energiekondensatoreinstellung von 120° bestimmt wird, von einem stabilen Quellenbetrieb ausgegangen werden. Eine weitere Reduktion des Gasflusses führt in der untersuchten Kombination von Quelle und Anlage bzw. Pumpsystem zu einem instabilen Betrieb. Dieser wird anhand von scharfen lokalen Maxima in der Ionenenergie (Abbildung 13.6) für Gasflüsse unterhalb von 25 sccm deutlich, die als Artefakte durch die Differenziation von verrauschten Messdaten entstehen. Während die prinzipielle Ausprägung der Messkurve theoretischen Überlegungen entspricht [44], kann anhand des Messwerte nicht hinreichend zwischen Messartefakten und tatsächlichen Energiemaxima unterschieden werden. In Übereinstimmung mit Literaturdaten [59] sinkt die die Ionenenergie für höhere Gasflüsse (steigender Druck) ab.

Mit Blick auf den Einsatz im Beschichtungsprozess ist nicht zu erwarten, dass die Wahl der Beschichtungsparameter, speziell im Hinblick auf eventuelle weitere Prozessgasflüsse oder Druckschwankungen, etwa aufgrund des „Getterns“ der Beschichtungsmaterialien, die Quellenemission deutlich beeinflussen. Daher ist ein stabiler Betrieb der Quelle zu erwarten.

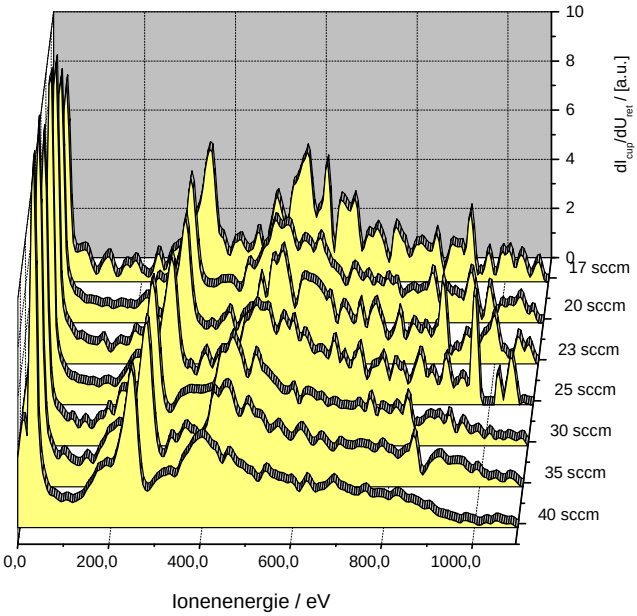


Abbildung 13.6: Einfluss des Gasflusses auf die Ionenenergieverteilung

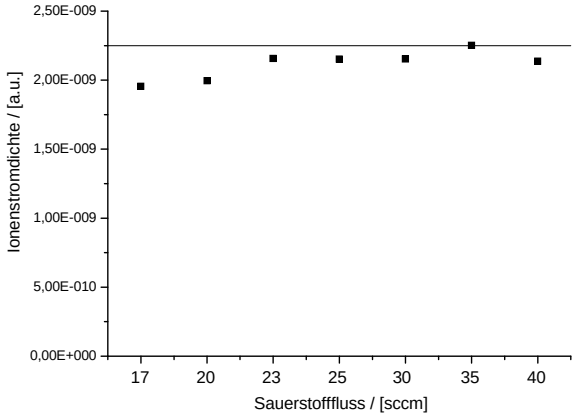


Abbildung 13.7: Einfluss des Gasflusses auf die Ionenstromdichte

13.3.1. Kapazitiver Mittenabgriff

In der Standardkonfiguration der Quelle sind die Bodenplatte und die Antenne an einer Stelle gegenüber den Antennenanschlüssen verbunden. Das über den Energiekondensator bestimmte DC-Bias ist abhängig vom Verhältnis der Kapazitäten der Einkoppelelektrode und der Gegenelektrode auf Massepotenzial. Wird die Verbindung zwischen der Bodenplatte und der Antenne gelöst, so wird die Kapazität der Einkoppelelektrode verringert. Infolgedessen steigt die Biasspannung an der angetriebenen Bodenplatte an und der Potentialabfall am Extraktionsgitter, d.h. die eigentliche Extraktionsspannung, sinkt. Bei konstanter

Plasmadichte im Entladungsbereich ist daher eine Verringerung des Emissionsstroms und der Ionenenergie zu erwarten.

Abbildung 13.8 zeigt einen Vergleich der Ionenemission mit/ohne Mittenabgriff bei einer RF-Leistung von 2000 W und einem Gasfluss von 25 sccm. Sowohl die Ionenenergie als auch der Ionenstrom sind für beide Situationen ähnlich, ohne Mittenabgriff ist der Ionenstrom geringfügig kleiner. Ohne Mittenabgriff ist für das Erreichen derselben Energie eine Energie-kondensatoreinstellung von 100° gegenüber 60° bei d er Standardkonfiguration notwendig. Hier wird die geringere Elektrodenfläche durch einen größere kapazitive Einkopplung kompensiert. Diese Beobachtet entspricht den Erwartungen vollständig.

Mit Blick auf die Anwendung bei niedrigen Energien können daher zwei unterschiedliche Strategien gewählt werden. Einerseits kann die Fläche der Elektrode, über die die kapazitive Einkopplung durchgeführt wird, verringert werden. Andererseits kann der Grad der kapazitiven Einkopplung über den Energiekondensator reduziert werden. Auf der Grundlage der vorliegenden Messungen ergibt sich kein Vorteil durch die erstgenannte Methode.

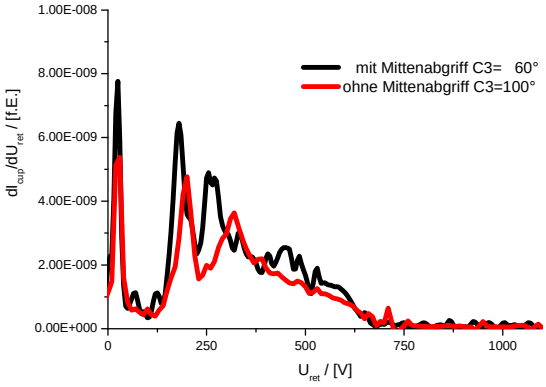


Abbildung 13.8: Vergleich zwischen der Standardkonfiguration (C3=60°) und „ohne Mittenabgriff“ (C3=100°) bei 2000 W RF-Leistung und 25 sccm G asfluss

13.4. Spulenstrom

Wie der Gasfluss zeigt auch der Spulenstrom nur einen geringen Einfluss auf die Ionenenergieverteilung auf die Ionenstromdichte. Ein geringerer Spulenstrom führt auf leicht erhöhte Ionenenergien, jedoch wird die Quelle instabiler, so dass für die Folgeuntersuchungen und Schichtexperimente ein Wert mittlerer Größe von etwa 1,25A gewählt wurde.

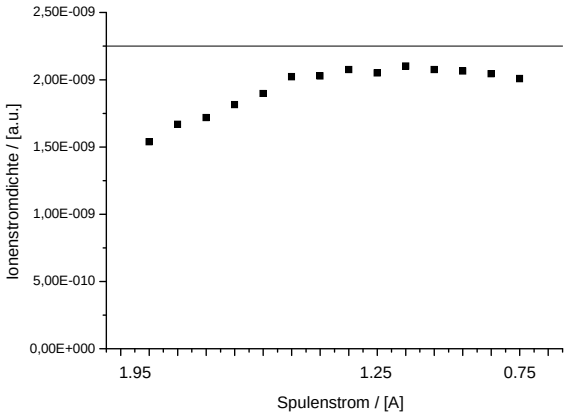


Abbildung 13.9: Einfluss des Spulenstroms auf die Ionenenergieverteilung (links) und die Ionenstromdichte (rechts)

13.5. Parameterstudien LION im Beschichtungsprozess

Nach einer Vorphase, in der die Einflüsse der Betriebsparameter mittels Faradaycup Messung bestimmt wurden, sollten diese durch Einzelschichtexperimente ergänzt werden. Um dichte, stabile Beschichtungen auf mittlerem Kalottenradius bei Beschichtungsraten von 0,3nm/s für TiO_2 und 0.6nm/s für SiO_2 herzustellen zeigte sich, dass die Ionenquelle bei der maximalen Leistung von 2500W und einer Energiekondensatoreinstellung vom 140° betrieben werden musste. Für die Optimierung der Schichtspannungen etwa bei der Herstellung von Kunststoffoptiken könnten sich auch geringere Leistungen als ausreichend erweisen.

Im Rahmen der Faradaycup Messungen wurde für die LION-Quelle die Bedeutung der Parameter Leistung und Energiekondensatoreinstellung (C3) herausgestellt. Bereits erste Einzelschichtexperimente zeigten auf, dass die in die Quelle eingekoppelte Leistung zu maximieren ist, um die gewünschten Schichteigenschaften bei produktionsüblichen Beschichtungsraten zu erreichen. Es zeigte sich, dass die maximale Betriebsleistung 2500 W nicht signifikant übersteigen sollte, um Schäden an der Quelle zu vermeiden.

Die Schichteigenschaften Brechungsindex, Temperaturshift und Absorption wurden daher in den Folgeversuchen in Abhängigkeit der Energiekondensatoreinstellung bei einer RF-Leistung von 2500 W bei einem Sauerstoffffluss von 25 sccm und konstanter Beschichtungsrate von 0.3 nm/s ermittelt.

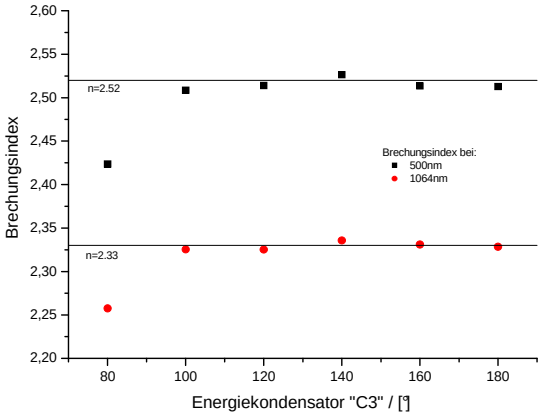


Abbildung 13.10: Brechungsindex für TiO_2 bei 500nm und 1064nm, Rate 0,3nm/s, P_{LION}=2500W, Sauerstoffffluss 25sccm

Der Brechungsindex n von TiO_2 (Schichtdicke ca. 450nm) erreicht ab dem Energiekondensatorwert von etwa 100° ein Plateau, mit n etwa 2,52 bei 500nm und etwa 2,33 bei 1064nm (Abbildung 13.10).

Wie auch der Brechungsindex weist die Temperaturshift eine Schwelle auf. Während der Brechungsindex jedoch schon bei C3=100° ein Plateau erreicht, zeigt sich erst ab C3=120° nahezu Shiftfreiheit (Abbildung 13.11). So ist die Temperaturstabilität ab C3=120° vergleichbar mit mittels Ionenstrahlzerstäubungsprozessen hergestellten Schichten. Die Temperaturstabilität ist mit einer relativen Änderung der spektralen Eigenschaften von weniger als 0,1% bei einer Temperaturerhöhung von Raumtemperatur (ca. 25℃) auf 150℃ etwa 4-mal höher als bei einer Einstellung von C3=100° und 10-mal höher als bei C3=80°. Im Allgemeinen deuten positive Shiftwerte auf eine dichte Schichtmikrostruktur hin.

Die laserkalorimetrisch bestimmte Absorption bei 1064nm (Abbildung 13.12) zeigt indes keine systematische Abhängigkeit von der C3-Wahl. Die Mehrzahl der vermessenen Prüflinge weist eine Absorption von ungefähr 10 ppm auf, woraus bei einer physikalischen Schichtdicke von 450 nm und einem Brechwert von 2,33 bei 1064 nm ein als gering einzustufender k-Wert von $1{,}66 \cdot 10^{-6}$ folgt.

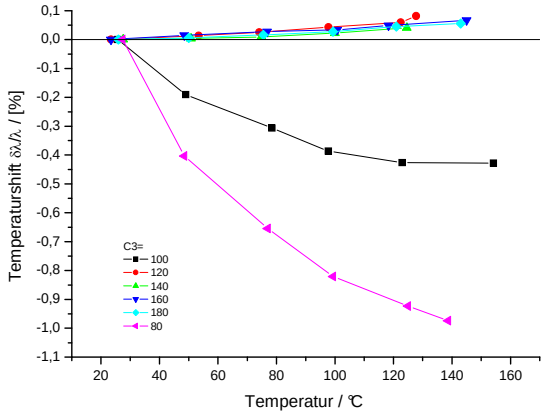


Abbildung 13.11: **Temperaturshift für TiO_2, Rate 0,3nm/s, P_{LION}=2500W, Sauerstoffffluss 25sccm**

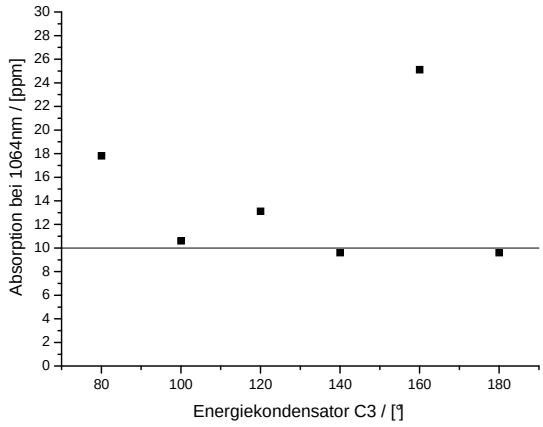


Abbildung 13.12: **Laserkalorimetrisch bestimmte Absorption von TiO_2 bei 1064nm**

Für das niedrigbrechende Beschichtungsmaterial Siliziumdioxid wurde der Brechwert in Abhängigkeit der kapazitiven Einkopplung bei einer RF-Leistung von 2500 W und einem Sauerstoffffluss von 25 sccm bei den Energiekondensatoreinstellungen von 100°, 120° und 140° bestimmt. Zum Einen wurde ein Saphirsubstrat, zum Anderen ein mit einer Titandioxidschicht vorbedampftes Quarzsubstrat mit SiO_2 von einer optischen Dicke von 4 λ/4 bei der Wellenlänge 1064 nm beschichtet, weil die Bestimmung des Brechungsindexes aufgrund der doppelbrechenden Eigenschaften von Saphir und des geringen Brechwert-kontrastes zwischen Substrat- und Schichtmaterial fehlerbehaftet sein kann.

In Abbildung 13.13 ist der chronologische Verlauf dargestellt. Zunächst wurden zwei aufeinander folgende Beschichtungen bei 100° Kondensatorüberdeckung und gleichen Beschichtungsbedingungen hergestellt, danach jeweils eine Charge bei 120° und 140°. Es wird ein mittlerer Brechwert von ungefähr 1,47 bei der Wellenlänge 500 nm und 1.45 bei der Wellenlänge 1064 nm ermittelt. Die Ursache für die Brechwertdifferenz zwischen den ersten beiden Beschichtungen konnte bislang nicht ermittelt werden. Anhand der vorliegenden

Messungen kann keine eindeutige Aussage über eine Abhängigkeit des Brechwertes von der Wahl der kapazitiven Einkopplung getroffen werden.

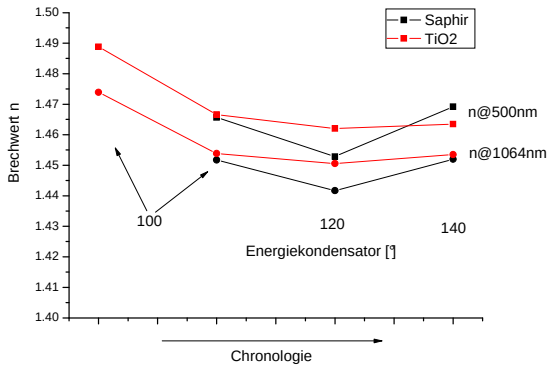


Abbildung 13.13: Chronologische Darstellung des Brechwert von SiO_2 in Abhängigkeit der Energiekondensatoreinstellung und des Substratmaterials bei den Wellenlängen 500 nm und 1064 nm

Darüber hinaus wurde für SiO_2 die Ausprägung der OH-Absorptionsbande im Wellenlängenbereich zwischen 2700 nm und 3500 nm, ebenfalls in Abhängigkeit der kapazitiven Einkopplung, untersucht. Es zeigt sich kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Stärke der Absorptionsbande und der Einstellung des Energiekondensators. Vielmehr war auch die Ausbildung der Absorptionsbande für zwei aufeinander folgende Durchläufe des Parameterbereiches nicht wiederholbar. Jedoch ließ sich eine Beschichtung (2500 W, 25 sccm Sauerstoffffluss) bei der Energiekondensatoreinstellung von 140° ohne ausgeprägte OH-Absorption herstellen (Abbildung 13.14, blaue Kurve). Bei IBS-Schichten, deren kompakte Schichtmikrostruktur im Allgemeinen bekannt ist, wird bisher (am LZH) eine Absorption gemessen (Abbildung 13.14, rote Kurve). Die vollständige Unterdrückung dieser OH-Absorption konnte (am LZH) bisher nur bei stark gestützten IAD-Schichten (Denton CC-105) demonstriert werden. Sowohl die CC-105, als auch die LION wurden mit reinem Sauerstoff als Reaktivgas betrieben. Im Gegensatz dazu ist in IBS-Schichten das Sputtergas Argon nachweisbar, das nach Rückstreuung am Target in die aufwachsende Schicht implantiert wird.

Inwieweit sich die Ergebnisse mit der LION-Quelle reproduzieren lassen und welcher Art die strukturellen und Bindungsunterschiede zwischen den Beschichtungsverfahren sind, sollte in zukünftigen Arbeiten untersucht werden. Da sich die in aktuellen und zukünftigen Beschichtungsverfahren durch die optischen Charakterisierungsverfahren zugänglichen Unterschiede weiter verringern werden, ist eine detaillierte Aufklärung derartiger Beobachtungen für eine weitere Erhöhung der Schichtqualität und Prozesskontrolle unumgänglich.

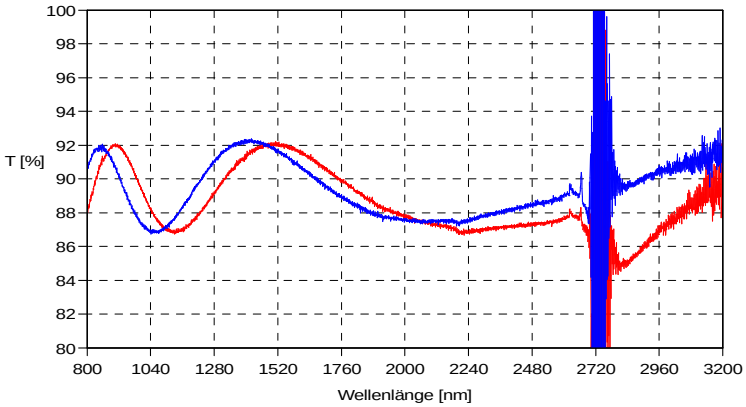


Abbildung 13.14: OH-Bande einer SiO_2 Einzelschicht auf Saphirsubstrat im infraroten Spektralbereich: IBS (rot) zeigt Absorption, LION (blau) absorptionsfrei. Das Rauschen um 2720 nm wird durch die Messung an atmosphärischen Bedingungen verursacht.

14. Kapazitiv gekoppelte Quelle IPT PBS-180

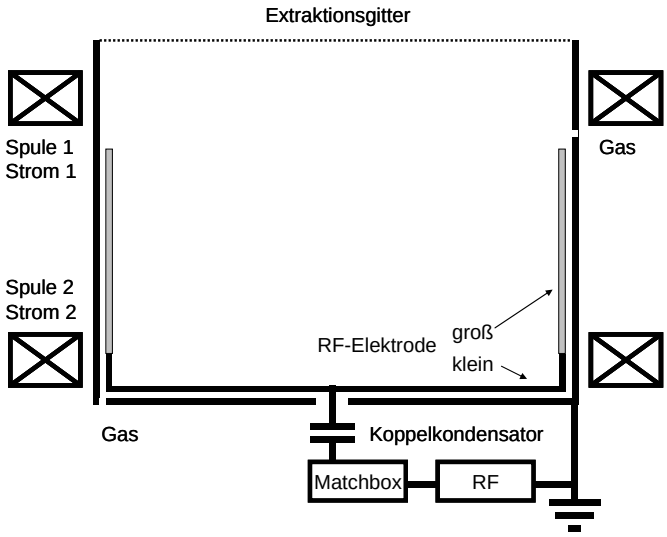


Abbildung 14.1: Prinzipskizze der kapzitiv gekoppelten Quelle PBS-180. Zu sehen sind die funktionalen Bauelemente Gaseinlass, RF-Generator, Matchbox, Koppelkondensator, RF-Elektrode, die Magnetfeldspulen 1/2 und das Extraktionsgitter

Die Ionisation des Betriebsgases der IPT PBS-180 erfolgt rein kapazitiv: Das Betriebsgas kann sowohl unterhalb der RF-Elektrode als auch im oberen Bereich der Quelle eingelassen werden. Der RF-Generator erzeugt ein hochfrequentes elektrisches Wechselfeld, wobei die RF-Elektrode über einen sogenannten Koppelkondensator an den Generator angschlossen wird. Dies ist die notwendige Voraussetzung dafür, dass sich eine Biasspannung an der RF-Elektrode ausbilden kann. Das elektrische Wechselfeld beschleunigt Elektronen, die mit den Gasatomen oder –Molekülen zusammenstoßen und diese ionisieren. Die Impedanzanpassung zwischen der Quelle und dem Generator erfolgt über eine automatisierte, mit dem Generator kommunizierende, Matchbox. Die beiden Elektromagnete sind unabhängig voneinander regulierbar. Wie im Folgenden gezeigt wird, wird die Plasmadichte im Quelleninnern wesentlich durch die Magnetfeldstärke beeinflusst.

Die Beschleunigung der Ionen aus der Quelle heraus beruht auf dem bereits dargestellten Selbstbiaseffekt der RF-und Gegenelektrode, der bei kapazitiver Leistungseinkopplung in ein Plasma aufgrund der unterschiedlichen Mobilität der Elektronen und Ionen auftritt. Obwohl die Biasspannung der RF-Elektrode gemessen wird, sind die mittlere Energie und der Strom der aus der Quelle austretenden Ionen jedoch nicht direkt zugänglich. Die Ionenenergie wird nicht unmittelbar durch die sich einstellende Biasspannung (gegenüber Massepotenzial) bestimmt. Gemäß der bekannten kapazitiven Spannungsteilung teilt sich Biasspannung entsprechend der Kapazitäten der Plasmaschilde an der RF- und der Gegenelektrode auf

Massepotential, deren Teil auch das Extraktionsgitter ist, auf. Im Fall eines homogenen Plasmas kann davon ausgegangen werden, dass die Schildkapazität und somit das Spannungsverhältnis zwischen beiden Elektroden nur noch von der Elektrodenfläche bestimmt wird. Da bei der untersuchten Quelle die Möglichkeit besteht, RF-Elektroden unterschiedlicher Größe einzusetzen, wird der Einfluss der Elektrodengröße im Folgenden anhand von experimentellen Messungen diskutiert.

Die in Abbildung 14.1 gezeigten Magnetspulen beeinflussen die Verteilung und Verluste der Elektronen innerhalb der Quelle. Durch eine Reduktion des Elektronenstroms auf die Quellenwand wird die Effizienz der Plasmaerzeugung gesteigert, da die Ionisationswahrscheinlichkeit im Allgemeinen nahezu proportional zur Elektronendichte ist. Die lokale Plasmadichte ist somit abhängig von der Ausprägung des Magnetfelds im Quelleninnern. Insbesondere wirkt sich das Magnetfeld somit auf die Kapazitäten der Plasmarandschichten an den Elektroden aus. Hieraus folgt direkt, dass die Ionenenergie in ähnlicher Weise von der Magnetfeldkonfiguration wie von der Größe der Elektroden abhängig ist.

Im Hinblick auf ionenunterstützte Prozesse wird häufig ein hoher Ionenstrom bei niedriger Ionenenergie gewünscht. Im Folgenden wird gezeigt, dass eine große Schild- oder Extraktionsspannung an der Gegenelektrode die Voraussetzung für die Extraktion eines hohen Ionenstromes ist. Der Wunsch nach niedrigen Ionenenergien und hohen Strömen ist aufgrund der Kopplung beider Größen nicht realisierbar.

14.1. Nachweis der Stabilität

Eine Grundvoraussetzung für die Aussagekraft von Faradaycupmessungen ist die Stabilität einer Ionenquelle. Eine sehr gute zeitliche Stabilität wird anhand von Abbildung 14.2 demonstriert. Über einen Zeitraum von 90 Minuten konnte keine Änderung im Emissionsverhalten beobachtet werden.

Im Rahmen des Experimentes wurde die Quelle im Lieferzustand, ausgerüstet mit einer 76 mm hohen RF-Elektrode, bei einer RF-Leistung von 300 W betrieben. Wie bereits für die Quelle Leybold LION nachgewiesen wurde (13.2) zeigt sich auch an der IPT PBS180 eine für kapazitive Energieeinkopplung charakteristische Aufweitung der Ionenenergieverteilung durch die Oszillationen des RF-Schildes und Stoßprozesse an der Extraktionselektrode [43]. Im Gegensatz zur LION weist die Verteilung jedoch weniger Extrema auf, was darauf hindeutet, dass die Anzahl von Stoßereignissen in der Extraktionszone geringer ist und dass die Plasmarandschicht während weniger RF-Zyklen passiert wird [44], [45].

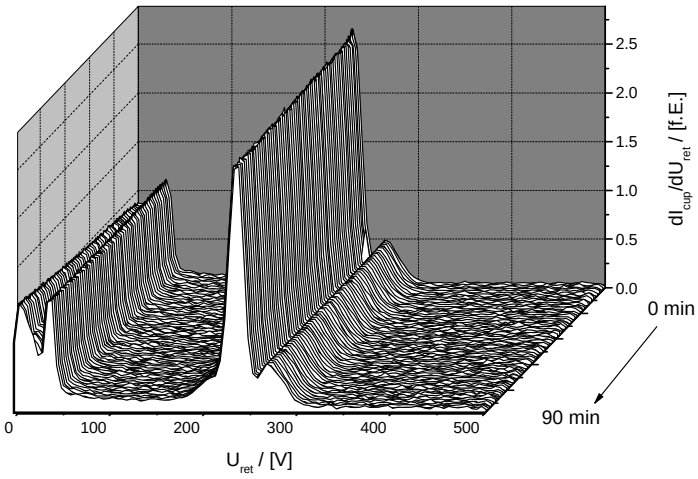


Abbildung 14.2: Faradaycupmessung zur Beurteilung der Quellenstabilität über 90 Minuten (76 mm Elektrode, I_{Gitter} 14A, I_{Box} 11A, 9 sccm Ar)

Mit der planen Elektrode konnte die Stabilität der Quelle durch Wiederholungsmessungen des im Folgenden vorgestellten Parameterfeldes aufgezeigt werden. Die Messungen ließen sich bei unterschiedlichen Messkampagnen sehr gut reproduzieren.

14.2. Variation der RF-Leistung

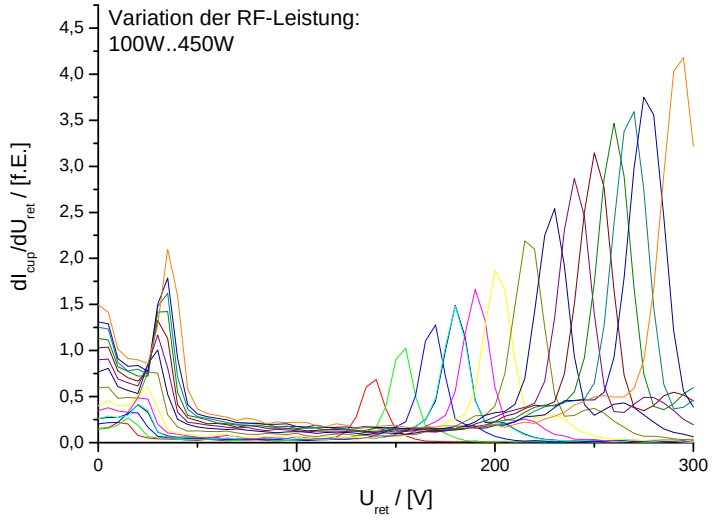


Abbildung 14.3: Abhängigkeit der Ionenenergieverteilung von der RF-Leistung (76 mm Elektrode, I_{Gitter} 14A, I_{Box} 11A, 9 sccm Ar)

Abbildung 14.3 zeigt die Ionenenergieverteilung in Abhängigkeit der eingekoppelten RF-Leistung (100 W-450 W). Mit steigender Leistung steigt zum Einen der emittierte Ionenstrom (Intgral der Ionenenergieverteilung) an. Zum Anderen verschiebt oder „streckt“ sich die Lage

der Ionenenergieverteilungskurven in Richtung höherer Energien. Für die hier verwendeten Parameter lässt dich zeigen, dass die Lage der Maxima proportional zur RF-Spannungsamplitude ansteigt. Die Beschreibung des Quellenbetriebs anhand des vereinfachten Modells gemäß Abschnitt 5.2 ist demnach für diese Wahl der Betriebsparameter und Geometrie zulässig. Für die im Folgenden diskutierten Parametersätze bleibt das Modell im Grundsatz weiterhin gültig. Aufgrund weiterer Effekte, wie beispielsweise vermehrter Stöße innerhalb des Quellenvolumens, wären im Detail jedoch Modifikationen notwendig.

14.3. Variation der Ströme durch die Magnetspulen

Wie bereits dargestellt wurde, kann anhand der Biasspannung noch keine Aussage über die Emissionseigenschaften der Quelle gewonnen werden. Im Folgenden wurde der Einfluss der Magnetspulen auf den Quellenbetrieb untersucht. Dabei wurde die Quelle bei einer RF-Leistung 300 W und einem Gasfluss von 9 sccm (Argon) betrieben. Die Konfiguration des Magnetfeldes wurde durch eine Variation der Spulenströme geändert. Im der ersten Versuchsreihe wurde der Strom der Gitterseitigen „Spule 1“ auf 14.0 A eingestellt und der Strom der matchboxseitigen „Spule 2“ von 5.5 A schrittweise auf 15.0 A erhöht.

In einem zweiten Schritt wurde der „Spulenstrom 2“ auf 10.9 A eingestellt und der Strom der matchboxseitigen „Spule 2“ von 1.6 A schrittweise auf 17.0 A erhöht. In einem letzten Schritt wurden die Ströme in beliebigen Verhältnissen zueinender eingeregelt.

Zuammenfassend für alle drei Versuchsreihen zeigt Abbildung 14.4 das Verhältnis zwischen Biasspannung an der RF-Elektrode und der maximalen Ionenenergie. Die maximale Ionenenergie wurde anhand der mit dem Faradaycup bestimmten Ionenenergieverteilung abgeschätzt. Da die Ionenenergieverteilung bei hohen Energien nicht schlagartig, sondern kontinuierlich abfällt, unterliegt die Ermittlung der maximalen Ionenenergie schwer abschätzbaren Fehlern, die jedoch auf die hier vorgestellten prinzipiellen Ergebnisse nur geringen Einfluss haben.

Bis auf wenige Ausnahmen bei hohen Biasspannungen ist die maximale Ionenenergie linear von der Biasspannung abhängig. Die maximale Ionenenergie ist ein Maß für die Spannung, die sich an der Gegenelektrode ausbildet. Unter dieser Voraussetzung geht aus Abbildung 14.4 hervor, dass sich das Verhältnis der Schildkapazitäten durch die Konfiguration des Magnetfeldes einstellen lässt.

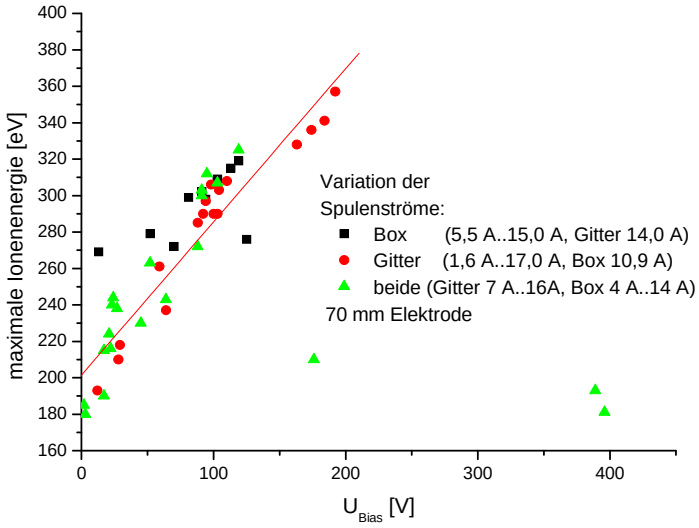


Abbildung 14.4: Verhältnis zwischen Biasspannung und maximaler Ionenenergie für unterschiedliche Konfigurationen des Magnetfeldes, gleiche Leistung und konstanten Gasfluss (70 mm Elektrode, 300 W, 20 sccm Argon)

Abbildung 14.5 zeigt den Zusammenhang zwischen Biasspannung und extrahierbarem Ionenstrom für die in Abbildung 14.4 beschriebenen Parametersätze und zusätzlich für ein Parameterfeld, das mit einer kleineren, planen RF-Elektrode im Hinblick auf die Erzeugung eines niederenergetischen Ionenstromes (blaue Datenpunkte) charakterisiert wurde. Es ist zu beobachten, dass bei Einsatz der kleineren Elektrode bei derselben Biasspannung die Ionenemission geringer ist. Die Ergebnisse mit planer Elektrode werden im Folgenden detailliert diskutiert.

Wenngleich die die maximale Ionenenergie bei konstanter RF-Leistung linear von der Biasspannung abhängt, besteht kein einfacher linearer Zusammenhang zwischen der Biasspannung und dem extrahierbarem Ionenstrom. Eine mögliche Erklärung ist, dass die beobachteten Unterschiede auf einer unterschiedlichen Ionisisierungseffizienz und der Ausprägung unterschiedlicher Verlustflächen für Elektronen beruhen, die durch die verschiedenen Konfigurationen des Magnetfeldes erzeugt werden.

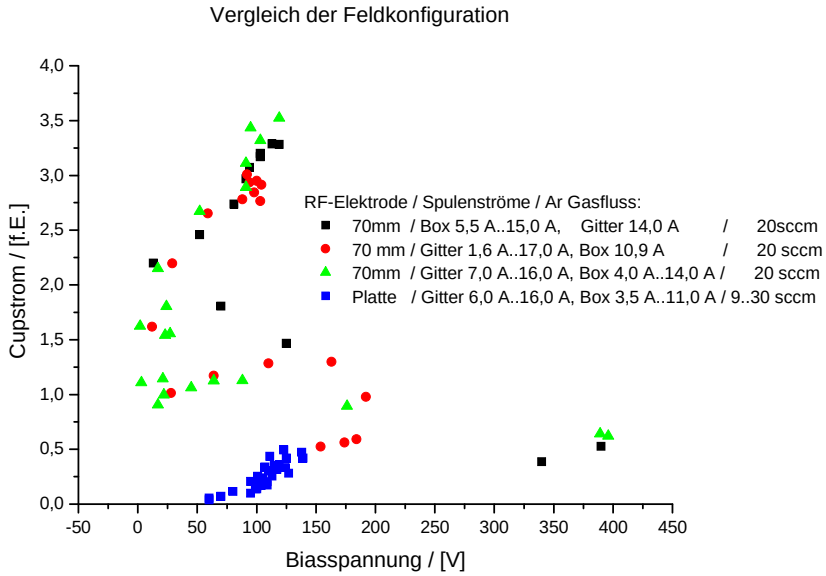


Abbildung 14.5: Verhältnis zwischen Biasspannung und Cupstrom für unterschiedliche Konfigurationen des Magnetfeldes und Elektrodengrößen

14.4. Limitierungen des Ionenstroms in Abhängigkeit der Ionenergie

Obgleich die Betriebsparameter der Quelle gut zugänglich sind, ergibt sich der maximal extrahierbare Ionenstrom aufgrund einer Überlagerung verschiedener Einflüsse. Mithilfe der Faradaycupmessung kann ein Verhältnis zwischen der maximalen Ionenenergie und dem maximalen Emissionsstrom hergestellt werden (Abbildung 14.6). Für den untersuchten Bereich der Maximalenergie zeigt sich, dass der extrahierbare Ionenstrom beschränkt ist. Eine hohe Maximalenergie bedingt nicht in jedem Fall einen hohen Emissionsstrom, insbesondere ist jedoch ein hoher Ionenstrom bei geringen Ionenenergien nicht zu erreichen!

Der Betrieb der Quelle mit reinem Sauerstoff ist möglich und wurde getestet, jedoch wurden keine oxidischen Beschichtungen hergestellt. Mit Blick auf den in Abbildung 14.6 dargestellten Energiebereich und im Zusammenhang mit den Beschichtungsergebnissen der LION-Quelle wird vermutet, dass die Herstellung verlustarmer gestützter Oxide möglich ist, wenn Einstellungen gewählt werden, die einen hohen Ionenstrom ermöglichen. Um einen derartigen Beschichtungsprozess zu etablieren, wären in der Initialphase jedoch Faradaycupmessungen während der Beschichtung für jedes Beschichtungsmaterial separat durchzuführen, da die Quelle empfindlich, d.h. mit Schwankungen der Ionenenergie und –Stromdichte, auf Schwankungen des Gasflusses oder des Rezipientendruckes reagiert.

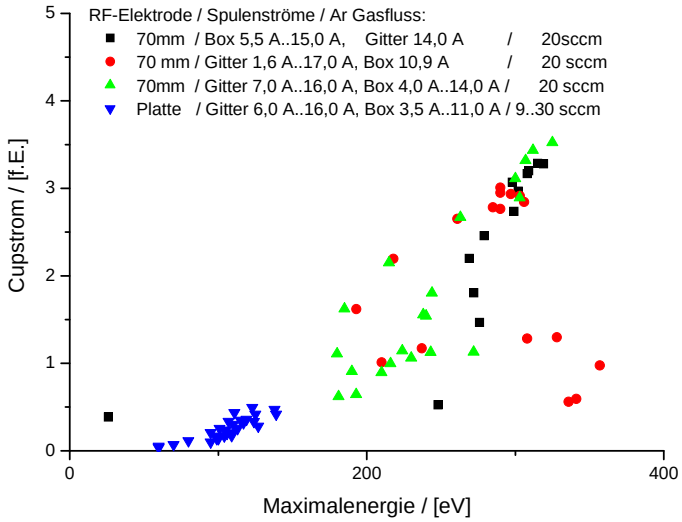


Abbildung 14.6: Verhältnis zwischen der maximalen Ionenenergie und dem integrierten Ionenstrom für unterschiedliche Konfigurationen des Magnetfeldes und Elektrodengrößen

Da der niederenergetische Bereich (Abbildung 14.6, blaue Datenpunkte, Untersuchungen mit planer RF-Elektrode) im Vordergrund der Untersuchungen stand, wird dieser in den nachfolgenden Abschnitten näher betrachtet. Die Ergebnisse für beide Energiebereiche stehen jedoch in guter Übereinstimmung miteinander.

14.5. Parameterstudien mit planer RF-Elektrode

Das Verhältnis der Kapazitäten der Elektroden bestimmt die DC-Biasspannung an den beiden Elektroden. Bei gegebener Biasspannung an der angetriebenen Elektrode stellt sich eine korrespondierende Spannung an der geerdeten Elektrode, speziell im Bereich des Extraktionsgitters, ein.

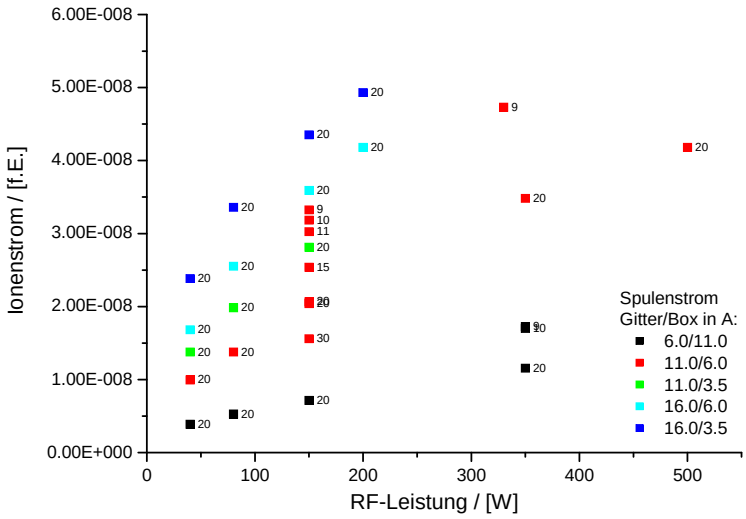


Abbildung 14.7: Ionenstrom in Abhängigkeit der RF-Leistung: Parameter Magnetfeld-konfiguration und Gasfluss

Abbildung 14.7 zeigt den Ionenstrom als Funktion der RF-Leistung für unterschiedliche Magnetfeldkonfigurationen auf. Jede Magnetfeldkonfiguration wird durch eine spezifische Farbwahl der Datenpunkte illustriert. Die dargestellten Messwerte beziehen sich zumeist auf einen Gasfluss (Argon) von 20 sccm. Um die Ausnahmen hervorzuheben, ist der Gasfluss (in sccm) neben jedem Messpunkt aufgeführt.

Bei konstantem Gasfluss und konstanter Magnetfeldkonfiguration steigt der Ionenstrom nahezu linear mit der RF-Leistung an. Der Anstieg kann sowohl durch eine bessere Ionisation als auch durch die höhere Extraktionsspannung bewirkt werden. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus dem Abschnitt 14.3 wird eine deutliche Erhöhung des Ionenstroms durch die Wahl der Magnetfeldkonfigurationen ermöglicht. Eine hohe Emission kann erreicht werden, wenn das Magnetfeld am Extraktionsgitter deutlich stärker ist als das an der RF-Elektrode: Die Schildkapazität am Extraktionsgitter steigt deutlich stärker an als an der angetrieben Elektrode, so dass die Extraktionsspannung ansteigt und infolgedessen mehr Ionen extrahiert werden können.

Bei konstanter Leistung steigt der Extraktionsstrom deutlich mit abnehmendem Gasfluss. Dies ist anhand der Datenpunkte für die Magnetfeldkonfiguration 11 A/6 A an Gitter/Matchbox für 150 W RF-Leistung zu erkennen. Wird der Gasfluss von 30 sccm auf 9 sccm abgesenkt, verdoppelt sich der Extraktionsstrom.

Sowohl die Leistungsabhängigkeit des Ionenstroms als auch die Abhängigkeit vom Gasfluss kann anhand der folgenden Abbildung 14.8 und Abbildung 14.9 erklärt werden:

- Abbildung 14.8 zeigt die Biasspannung der Abbildung 14.7 zugrundeliegenden Parameter in Abhängigkeit der RFLeistung auf. Wiederum steigt die Biasspannung mit steigender RFLeistung nahezu linear an, wie auch in der Literatur beschrieben wird [58]. Es wird deutlich, dass sich die (an der angetriebenen Elektrode gemessene) Biasspannung in Abhängigkeit der Magnetfeldkonfiguration und des Gasflusses genau umgekehrt zum Ionenstrom verhält. Konfigurationen, die einen hohen Ionenstrom ermöglichen, zeichnen sich durch eine geringe Biasspannung aus.

  Einerseits kann die mit der Leistung ansteigende Biasspannung ursächlich durch die Änderung der Schildkapazität durch geänderte Ionisationsbedingungen hervorgerufen werden. Andererseits wird in der Literatur [58] von einem Einfluss der Elektronentemperatur auf die Biasspannung berichtet: Höhere Biasspannungen sind demnach bei kleinen, niedrigere Biasspannungen bei höheren Elektronentemperaturen zu erwarten.

  Für eine abschließende Klärung der Zusammenhänge wäre eine eingehende, auch räumlich und zeitlich aufgelöste Charakterisierung des Plasmas innerhalb der Quelle in Abhängigkeit der hier dargestellten Betriebsparameter erforderlich. Die somit erzielten Ergebnisse könnten in eine zielgerichtete Weiterentwicklung der Quelle einfließen. Diese speziellen Arbeiten im Bereich der Plasmadiagnostik und –Modellierung entsprechen jedoch nicht der Zielstellung dieser Arbeit. Im Hinblick auf die prinzipiellen Zusammenhänge und auf die grundsätzliche Anwendbarkeit dieses Quellentyps im Beschichtungsprozess würden sich daraus voraussichtlich keine neuen Erkenntnisse ergeben. Hinsichtlich der Prozesskontrolle bleibt festzustellen, dass bei konstanter RF-Leistung tendenziell die Ionenenergie und Ionenemission mit kleineren Biasspannungen ansteigen.

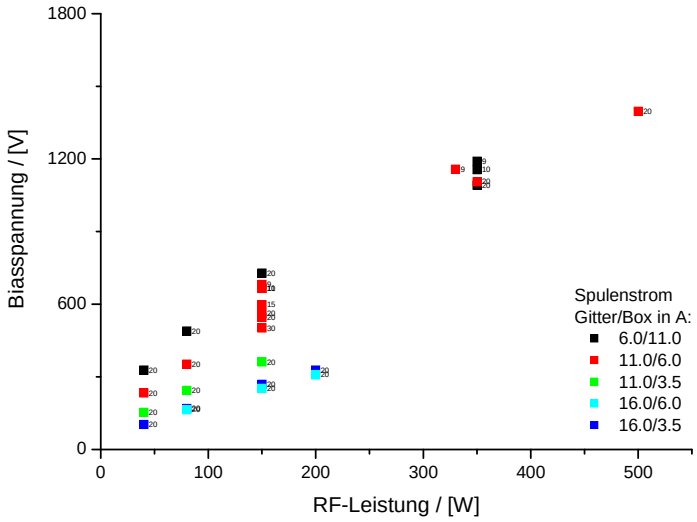


Abbildung 14.8: Biasspannung in Abhängigkeit der RF-Leistung: Parameter Magnetfeldkonfiguration und Gasfluss

- Die Maximalenergie der Ionen steigt für jede Magnetfeldkonfiguration nahezu linear mit der Biasspannung an (Abbildung 14.9). Konfigurationen, in denen das Magnetfeld in der Nähe des Extraktionsgitters deutlich größer ist als an der angeregten Elektrode bewirken eine größere Maximalenergie der Ionen bei gleicher Biasspannung.

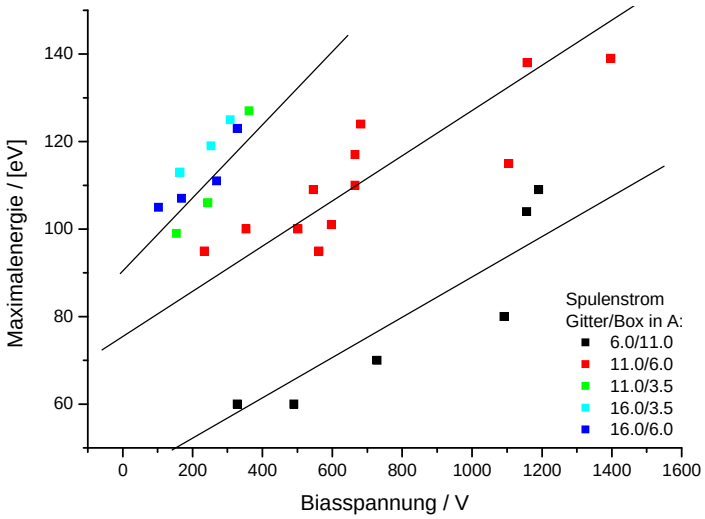


Abbildung 14.9: Maximale Ionenenergie in Abhängigkeit der Biasspannung: Parameter Magnetfeldkonfiguration und Gasfluss

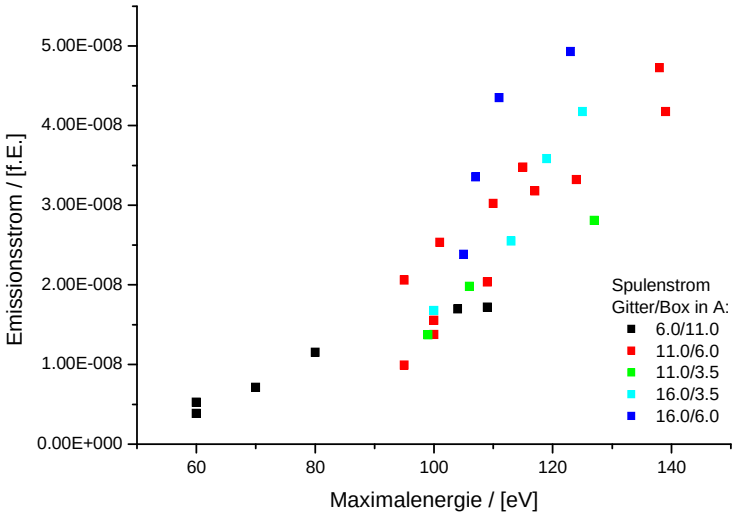


Abbildung 14.10: Emissionsstrom in Abhängigkeit der maximalen Ionenenergie: Parameter Magnetfeldkonfiguration und Gasfluss

- Abbildung 14.10 zeigt den Ionenstrom als Funktion der Maximalenergie für die soeben diskutierten Parameter auf. Die dargestellten Datenpunkte sind mit dem in Abbildung 14.6 abgebildeten Niedrigenergiebereich identisch. Im Gegensatz zu den Ergebnissen im höherenergetischen Bereich wurde im niederenergetischen Bereich zusätzlich die RF-Leistung variiert. Insgesamt bleibt die Aussage bestehen, dass ein hoher Ionenstrom nicht erreicht werden kann, wenn Ionen mit einer hohen Maximalenergie vermieden werden müssen.
-

14.6. Ionenenergieverteilung im Niedrigenergiebereich

Im vorherigen Abschnitt wurde das Arbeitsprinzip der kapazitiv gekoppelten Quelle PBS180 verdeutlicht. Der Einfluss der wesentlichen Betriebsparameter Leistung, Magnetfeldkonfiguration und Gasfluss auf die Ionenenergieverteilung wird im Folgenden dargestellt. Um eine bestmögliche Vergleichbarkeit der Messungen untereinander zu gewährleisten, weisen alle folgenden Graphen dieselben Achsenskalierungen auf.

Abbildung 14.11 zeigt die Ionenenergieverteilung für RF-Leistungen von 40 W-350 W bei einer Magnetfeldkonfiguration mit 6 A beziehungsweise 11 A Stromfluss durch die Spulen 1 und 2. Wie bereits gezeigt wurde, ist die Biasspannung an der angetriebenen Elektrode vergleichsweise hoch, die Ionenenergie und insbesondere der Ionenstrom sind jedoch gering. Sowohl die Ionenemission als auch die Ionenenergie steigt deutlich mit der RF-Leistung an.

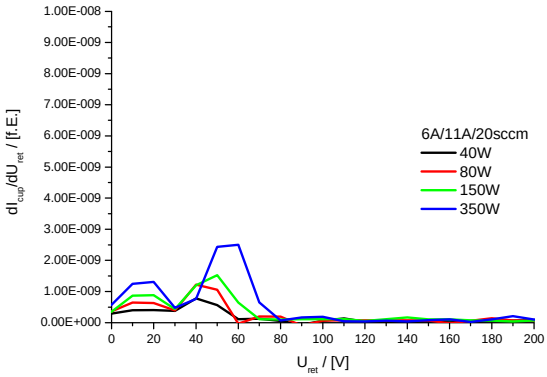


Abbildung 14.11: Ionenenergieverteilung für unterschiedliche RF-Leistungen. Spulenströme: Gitterseitig 6.0 A, Elektrodenseitig 11.0 A; Gasfluss: 20 sccm Argon

Abbildung 14.12 zeigt die Ionenenergieverteilung für die Magnetfeldkonfiguration bei 6 A beziehungsweise 11 A Stromfluss durch die Spulen 1 und 2. Variiert wurde der Gasfluss bei einer konstanten RF-Leistung von 350 W. Aufgrund der Messkurve bei einem Gasflusses von 20 sccm bietet sich eine direkte Vergleichbarkeit zwischen den Magnetfeldkonfigurationen: Es wird die gegenüber Abbildung 14.11 höhere Ionenenergie und der gestiegene Ionenstrom deutlich.

Insbesondere zeigt sich die Abhängigkeit zwischen Gasfluss und Ionenenergie bzw. Ionenstrom. Bei 9 sccm Gasfluss ist die höchste Ionenenergie nachzuweisen. Mit steigendem Gasfluss sinken die Ionenenergie und der Ionenstrom ab, wobei sich zudem die Schärfe der Verteilung durch Stöße [59] verringert.

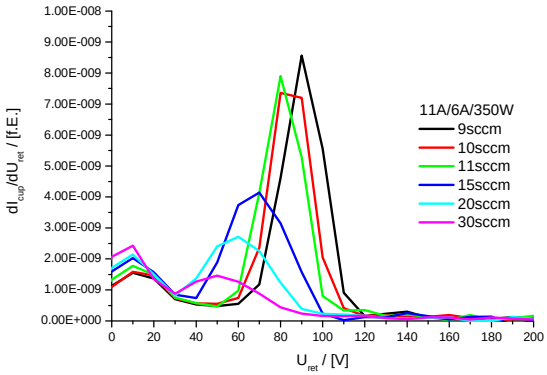


Abbildung 14.12: Ionenenergieverteilung für unterschiedliche Gasflüsse. Spulenströme: Gitterseitig 11.0 A, Elektrodenseitig 6.0 A; RF-Leistung 350 W

Für ionenunterstützte Prozesse ist daher ein möglichst geringer Gasfluss anzustreben. Aufgrund der starken Abhängigkeit zwischen Gasfluss und Ionenemission sollte der Prozessdruck durch eine Regeleinheit konstant gehalten werden, da Druckschwankungen im Prozess durch die unterschiedlichen Verdampfungs- und Reaktionseigenschaften des

Beschichtungsmaterials sowie Drifteffekte durch Ausgasen oder Temperaturänderungen zu erwarten sind.

Abbildung 14.13, Abbildung 14.14 und Abbildung 14.15 verdeutlichen die Ionenenergie in Abhängigkeit der Leistung wenn die Magnetfeldkonfiguration geändert (16 A/ 6 A; 11 A/ 3,5 A; 16 A/ 3,5 A) wird. Es sollte untersucht werden, ob die Differenz zwischen den Spulenströmen entscheidend ist, oder ob ein individuelles Optimum existiert. Im Vergleich wird deutlich, dass die Wahl eines hohen Stroms für die Gitternahe Spule 1 vorteilhaft ist, das Magnetfeld an der anregenden Spule jedoch nicht weiter gesenkt werden sollte, um das Betriebsgas effizient zu ionisieren. Im Verlauf der Beschichtungen wurde jedoch abweichend die Abbildung 14.12 zugrunde liegende Spulenkonfiguration (11 A/ 6 A) gewählt, um eine Schädigung der Spule durch Überhitzung im Dauerbetrieb zu vermeiden.

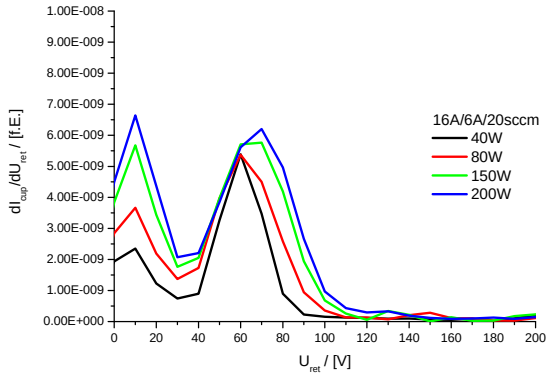


Abbildung 14.13: Ionenenergieverteilung für unterschiedliche RF-Leistungen. Spulenströme: Gitterseitig 16.0 A, Elektrodenseitig 6.0 A; Gasfluss: 20 sccm Argon

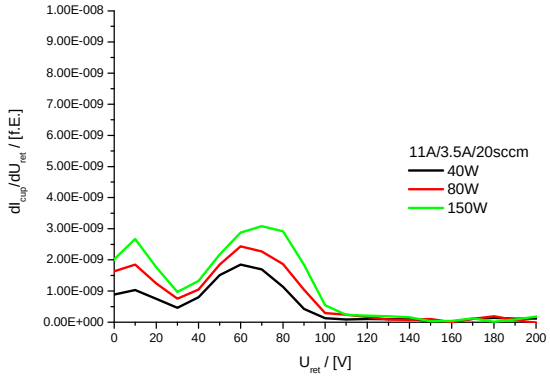


Abbildung 14.14: Ionenenergieverteilung für unterschiedliche RF-Leistungen. Spulenströme: Gitterseitig 16.0 A, Elektrodenseitig 6.0 A; Gasfluss: 20 sccm Argon

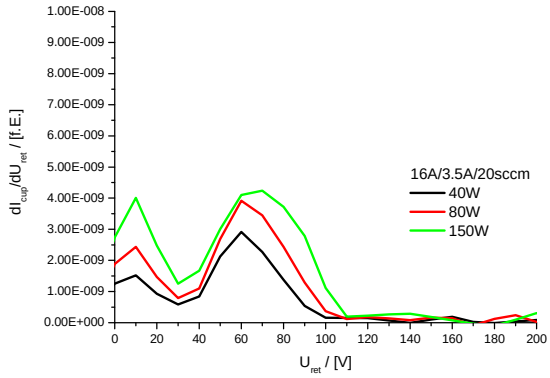


Abbildung 14.15: Ionenenergieverteilung für unterschiedliche RF-Leistungen. Spulenströme: Gitterseitig 16.0 A, Elektrodenseitig 3.5 A; Gasfluss: 20 sccm Argon

14.7. Fluoridische Schichtmaterialien: IPT-PBS180

Die Gesamtverluste optischer Schichten setzen sich aus Absorption, Streuung und Fluoreszenz zusammen. Während beispielsweise die Absorption von Spiegeln für die Wellenlänge 193 nm aus konventionellen Prozessen 0,5% (teilweise deutlich) unterschreitet, betragen die Streuverluste nach dem derzeitigen Stand der Technik ca. 1%-4%. Diese werden hervorgerufen durch die poröse Materialstruktur. Ionenstützung soll künftig eine Kompaktifizierung der Mikrostruktur ermöglichen, ohne die Verluste durch strukturelle Schädigung des Schichtmaterials, die zur Absorption aufgrund von Unterstöchiometrie oder Farbzentrenbildung führen, hervorzurufen.

Im Rahmen dieses Abschnitts werden erste Ergebnisse von ionenunterstützten fluoridischen Schichtmaterialien auf einem Kalziumfluoridsubstrat vorgestellt. Abbildung 14.16 zeigt das Transmissionsspektrum von vier Lanthanfluoridschichten der optischen Dicke 6λ/4 bei der Wellenlänge 193 nm gegenüber einem unbeschichteten Substrat (schwarze Kurve). Während der Beschichtung betrug die Substrattemperatur 275℃, als Variationsparameter wurde die RF-Leistung der IPT-Quelle bei sonst gleichen Parametern von 40 W über 80 W und 150 W bis auf 350 W gesteigert. Es ist kein signifikanter Unterschied zwischen den einzelnen Chargen zu beobachten. Insgesamt beruht die Transmissionsabnahme von ca. 2-3% in den Maxima gegenüber dem Substrat auf Absorption.

Derselbe Versuch wurde bei einer geringeren Substrattemperatur wiederholt (Abbildung 14.17). Wiederum zeigen sich nur geringe Unterschiede zwischen den Chargen. Gegenüber den Beschichtungen bei höheren Temperaturen ist jedoch eine deutliche Verringerung der Absorption zu erkennen, die jedoch im Hinblick auf Laseranwendungen deutlich zu hoch ist. Die Lage der Maxima der Transmissionskurven oberhalb der des unbeschichteten

Substrates deutet auf eine inhomogene Schichtbildung mit sinkendem Brechungsindex über die Dicke der Schicht hin.

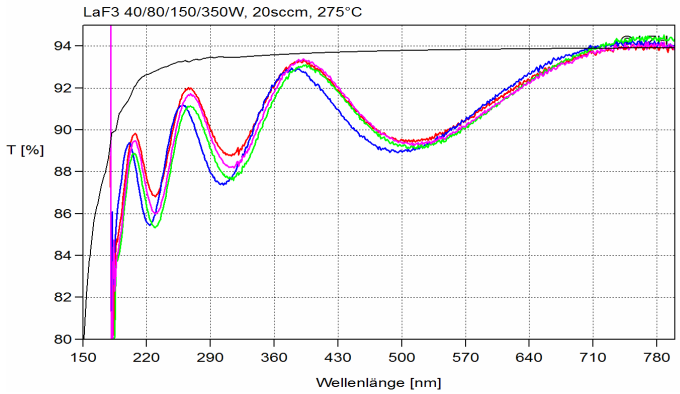


Abbildung 14.16: Ionenunterstützte Einzelschichten aus Lanthanfluorid, Substrattemperatur 275℃, Parameter RF-Leistung (rot: 40 W , blau: 80 W, grün: 150 W, magenta: 350 W)

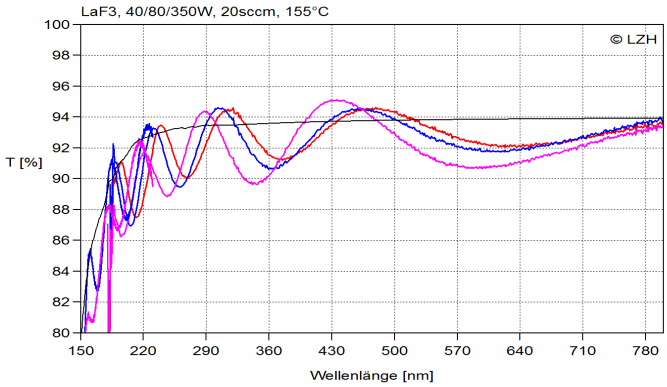


Abbildung 14.17: Ionenunterstützte Einzelschichten aus Lanthanfluorid, Substrat-temperatur155℃, Parameter RF-Leistung (rot: 40 W , blau: 80 W, grün: 150 W, magenta: 350 W)

Im konventionellen Prozess bei Temperaturen von ca. 380℃ hergestellte Lanthan-fluoridschichten zeigen keine OH-Absorptionsbande im infraroten Spektralbereich zwischen 2,7 µm und 3,5 µm Wellenlänge. Um einen Indikator für die Stützwirkung zu erhalten, wurde Lanthanfluorid daher konventionell bei Temperaturen von 170℃ bis 230℃ hergestellt. Bei 230℃ sowie bei einer ionenunterstützten Schicht, d ie bei lediglich 155℃ hergestellt wurde, zeigt sich eine geringere Ausprägung der charakteristischen Absorptionsbande. Daraus könnte gefolgert werden könnte, dass bei der IAD-Schicht eine Schichtmikrostruktur vorliegt, die ähnlich kompakt ist wie die Struktur der konventionellen Schicht, die bei höherer Substrattemperatur hergestellten Schicht wurde. Ein erster Nachweis für eine erfolgreiche Stützung wäre somit erbracht.

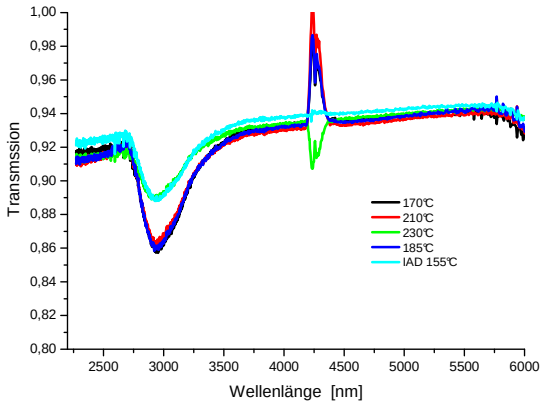


Abbildung 14.18: Ionenunterstützte Lanthanfluorid-Einzelschicht im Vergleich zu konventionellen Schichten bei unterschiedlichen Substrattemperaturen

Alle drei Versuchsreihen wurden in identischer Weise für das Schichtmaterial Magnesiumfluorid wiederholt. Analog lässt sich hier zeigen, dass die Absorption der ionenunterstützten Beschichtungen bei geringerer Substrattemperatur niedriger ist (Abbildung 14.20). Insbesondere bei den Beschichtungen bei 275℃ zeigt sich jedoch eine deutliche und für Magnesiumfluorid charakteristische Farbzentrenbildung, die sich mit steigender RF-Leistung verstärkt (Abbildung 14.19).

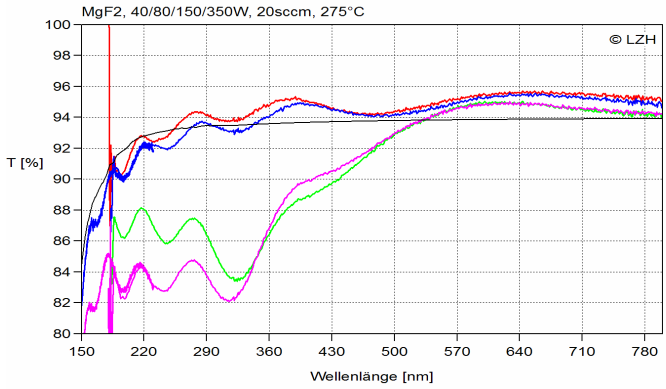


Abbildung 14.19: Ionenunterstützte Einzelschichten aus Magnesiumfluorid, Substrattemperatur 275℃, Parameter RF-Leistung (rot: 40 W , blau: 80 W, grün: 150 W, magenta: 350 W)

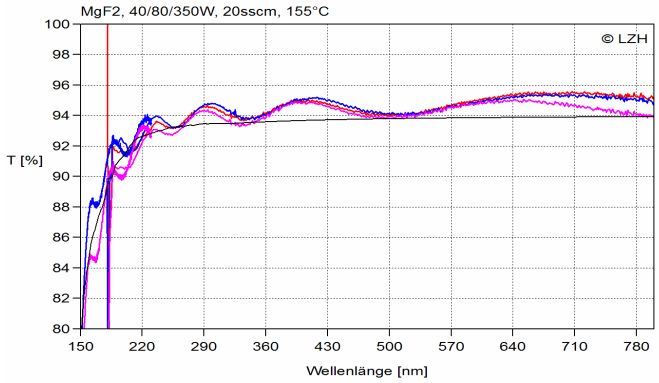


Abbildung 14.20: Ionenunterstützte Einzelschichten aus Magnesiumfluorid, Substrattemperatur155℃, Parameter RF-Leistung (rot: 40 W , blau: 80 W, magenta: 350 W)

Entgegen dem analogen Versuch mit Lanthanfluorid konnte für Magnesiumfluorid keine Kompaktifizierung der Schichtmikrostruktur anhand der Auswertung von IR-Spektren nachgewiesen werden (Abbildung 14.21).

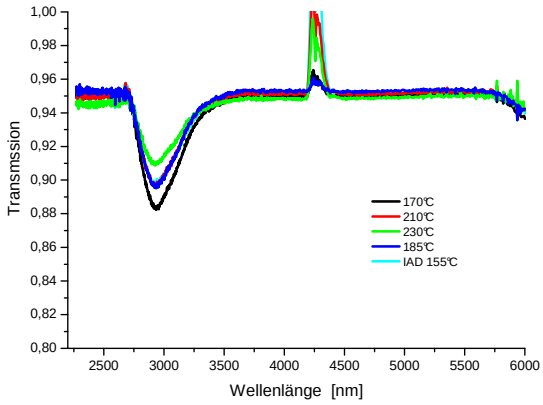


Abbildung 14.21: Ionenunterstützte Magnesiumfluorid-Einzelschicht im Vergleich zu konventionellen Schichten bei unterschiedlichen Substrattemperaturen

Neben den dargestellten Versuchen, wurden weitere Experimente auf Substraten aus synthetischem Quarz und auf Saphir durchgeführt. Es zeigt sich, dass das Substratmaterial auch bei den hier untersuchten ionenunterstützten Schichten einen zusätzlichen Einfluss auf das Aufwachsverhalten der Schichten ausübt. Derartige Effekte sind für konventionelle Schichten bereits berichtet .Im Zusammenhang den geringen Stromdichten, die im Rahmen der Faradaycupmessungen bestimmt wurden, ist zu vermuten, dass die Stützwirkung bisher vergleichsweise gering ist. Vor diesem Hintergrund soll in weiteren Versuchen Aluminiumfluorid als niedrigbrechendes Alternativmaterial zu Magnesiumfluorid untersucht werden. Darüber hinaus soll untersucht werden, inwieweit der Schichtbildungsprozess durch die Zugabe von Fluor als Reaktivgas unterstützt werden kann.

15. Zusammenfassung und Ausblick

	Denton CC-105	**Denton CC-206**	**SaintTech ST2000**	**Leybold APSpro**	**Leybold LION**	**IPT PBS-180**
Anregung	DC	DC	DC	DC	RF	RF
Beschleunigung	DC	DC	DC	DC	DC-Bias	DC-Bias
Extraktion	offen	offen	offen	offen	1 Gitter	1 Gitter
Strom raumladungsbegrenzt	nein	nein	nein	nein	ja	ja
mittlere Ionenenergie,typisch / eV	100-250	100-250	<200	80-160	<600	>50
Extrahierbarer Ionenstrom	mittel	mittel-hoch	gering-mittel	hoch	gering	gering
Strahlneutralisation	Neutralisatordraht	Neutralisatordraht	Neutralisatordraht	geheizte Kathode	systeminhärent	systeminhärent
Gas, evtl. weitere	Ar oder O2	Ar oder O2	Ar oder O2	Ar und O2	Ar oder O2	Ar o. O2 o. F2
Gasfluss, gesamt /sccm	20-50, **25**	25-50	nicht direkt zugänglich	30-60	20-40, **25**	>9
Mess/Kontrollgröße	Entladungsstrom	Entladungsstrom	Entladungsspannung	Bias (Entl.Spannung)	keine	keine
Regelparameter	Neutralisatorstrom		Gasfluss	externes Magnetfeld		
Ionenenergie bestimmt durch	Entladungsspannung	Entladungsspannung	Entladungsspannung	Bias (Entl.Spannung)	DC-Bias	DC-Bias
Ionenstrom primär bestimmt durch Extraktionsspannung und	Entladungsstrom	Entladungsstrom	Entladungsstrom	Gasfluss		Gasfluss/Magnetfeld
Betriebsdauer begrenzt durch	Neutralisatordraht	Neutralisatordraht	Neutralisatordraht	LaB6-Kathode	Gitter	Gitter
Betriebszeit / h	ca. 4-6	ca. 4-6		ca. 70	>100	
Brechwert TiO2@500nm k<1,7e-5@1064nm	2,57	2,55		2,45	2,52	
Shiftfreiheit demonstriert bei TiO2 und SiO2	ja	ja		ja	ja	

Tabelle 15.1: Tabellarische Übersicht der wesentlichen Quelleneigenschaften

Das Ziel dieser Arbeit war die Charakterisierung und Qualifizierung von sechs unterschiedlichen Ionenquellen im Hinblick auf den Einsatz in hochqualitativen ionenunterstützten Beschichtungsprozessen. Im Besonderen sollten die Einflüsse der Betriebsparameter systematisch dargestellt werden, um eine belastbare Datenbasis für die Bewertung bestehender und die optimierte Planung zukünftiger Prozesse zu ermöglichen. Des Weiteren sollten die wesentlichen Aspekte herausgearbeitet werden, die zu einer stabileren und reproduzierbaren Prozessführung beitragen.

Um eine zuverlässige Bestimmung der Betriebsparameter und deren Einfluss auf die Emissionscharakteristik der Quellen zu gewährleisten, wurde zunächst ein automatisiertes Messsystem mit 16 Faradaycups entwickelt und qualifiziert, das die Ermittlung der dreidimensionalen Ionenenergie- und Ionenstromdichteverteilung ermöglicht. Um einen größtmöglichen Nutzen für die Prozessanalytik zu erreichen, wurden die Cups auf der Kalotte, d.h. auf den Substratpositionen, platziert. In der Folge ist der der Einfallswinkel der Ionen im Verlauf der Messung im Allgemeinen nicht senkrecht, woraus bei Cups mit planem energiediskriminierendem Element, beispielsweise einem planen Gitter, Fehl-messungen der Ionenenergie resultieren. Hier wurde daher ein zylindrisches Element, das gleichzeitig die Funktion der Energiediskriminierung als auch des Kollektors ausfüllt, verwendet, so dass Messungen unter Einfallswinkeln von 0°-25° ohne Messartefakte möglich sind. Des Weiteren wurde gezeigt, dass die gegenseitige Verdrehung von Eintrittsgitter und Elektronensuppressionsgitter um die Cupachse systematische Fahler durch Abschattungseffekte der Gitterstege minimiert und eine derartige Anordnung die räumliche Bewertung der Ionenstromdichte erst ermöglicht.

Die charakterisierten Quellenkonzepte unterscheiden sich in der Ionenerzeugung und in der Ionenextraktion. Die Quellen von Denton, SainTech, und Leybold nutzen eine unselbständige DC-Gasentladung zur Ionenerzeugung. Unabhängig vom jeweiligen Konstruktionsprinzip zeigen alle DC-Quellen eine grundlegende Übereinstimmung in ihrer Funktionsweise. Die Energie der aus diesen Quellen extrahierten Ionen ergibt sich in etwa aus der Entladungsspannung. Der Emissionsstrom kann als „Leckstrom“ interpretiert werden, der den Entladungsbereich in Richtung Rezipient verlässt. Während für die offen ausgelegten Quellentypen (CC-105, CC-206, ST2000) die Höhe des Entladungsstroms den extrahierten Ionenstrom maßgeblich beeinflusst, ist der Einfluss des Entladungsstroms bei der halboffenen APSpro auf die Ionenemission deutlich geringer, da die Entladungszone durch das Anodenrohr geometrisch stark abgeschirmt ist.

Alle DC-Quellen zeigen, dass die Entladungsspannung und der Entladungsstrom der unselbständigen Gasentladung durch die Plasmaimpedanz gekoppelt sind, die abhängig von der Quelle und vom Kontrollkonzept durch den Gasfluss oder der Stärke des externen

Magnetfeldes gesteuert werden kann. Da im Rahmen von Gasentladungen die Elektronenbilanz einen entscheidenden Einfluss auf die Strom-Spannungs-Kennlinie hat, beeinflusst die Zufuhr von Elektronen aus Neutralisatordraht bzw. Glühkathode die Quellenemission deutlich. Dieser Aspekt sollte im Hinblick auf das Kontrollkonzept der Quellen stärker beachtet werden.

- Die offenen Quellen CC-105 und CC-206 (Denton) können bei einem konstantem Entladungsstrom, konstantem Gasfluss und konstanter Neutralisatorspannung auch ohne automatisierte Regelung bei weitgehend konstantem Emissionsverhalten betrieben werden. Eine Regelung auf den Emissionsstrom des Filaments ermöglicht jedoch eine weitere Erhöhung der Stabilität. Um die Qualität von Standardprozessen sicherzustellen, sollte die Entladungsspannung im Rahmen der Prozessentwicklung mittels eines Oszilloskops überwacht werden. Im Hinblick auf die Herstellung oxidischer Schichten ist der Betrieb mit reinem Sauerstoff möglich. Bei geheizten Prozessen (300℃) kann bei Systemen aus Titandioxid und Siliziumdioxid die Ausprägung der charkteristischen OH-Bande bei 2,7 µm-3,5 µm vollständig verhindert werden. Bei starker Stützung wurde für TiO_2 ein Brechwert von etwa 2,55 im ungeheizten und 2,65 im heißen Prozess bei der Wellenlänge 500 nm demonstriert, während der durch Laserkalorimetrie bestimmte Extinktionskoeffizient $2 \cdot 10^{-5}$ bei der Wellenlänge 1064 nm unterschreitet. Die Degradation des Neutralisatordrahtes und der Bodenplatte führt jedoch zu Absorption im ultravioletten Spektralbereich. Für Anwendungen mit Ultrakurzpulslasersystemen und Filtersysteme kann die große spektrale Breite von Spiegeln, die sich aus dem Brechungsindexkontrast des hoch- und niedrigbrechenden Materials ergibt, vorteilhaft sein.
- Die offene Quelle ST2000 (Saint Tech) wird standardmäßig bei konstanter Entladungsspannung und konstantem Neutralisatorstrom betrieben. Eine Regelschleife passt den Gasfluss an, um den Sollwert des Entladungsstroms aufrechtzuerhalten. Wie für die Dentonquellen gezeigt wurde, steigt die Elektronenemission des Neutralisators bei konstantem Neutralisatorstrom mit steigender Betriebsdauer an, so dass die Plasmaimpedanz durch einen zusätzlichen Elektroneneintrag sinkt. Zur Kompensation wird durch die Regelung infolgedessen der Gasfluss verringert. Hier sollte die Regelung geändert werden. Bei konstanter Neutralisatorspannung würde der systematische Einfluss des Neutralisators und somit die notwendige Kompensation durch den Gasfluss deutlich verringert.
- Die APSpro wird bei konstanten Gasflüssen auf eine konstante Biasspannung geregelt. Es wurde gezeigt, dass eine enge Verknüpfung zwischen Entladungsspannung und Biasspannung besteht. Während die Biasspannung als Regelgröße

genannt wird, ist es vielmehr die Entladungsspannung, die über die Regelparameter beeinflusst wird. Wie im Abschnitt 12.5 über die Alterung der Kathode aufgezeigt wurde, können sich die Ionenenergie und die Stromdichte trotz gleicher Biasspannung auch bei identischen Gasflüssen unterscheiden. Da die Lebensdauer der Kathode deutlich höher ist als die des Neutralisatordrahtes bei den vorgenannten Quellen, äußert sich dieser Effekt nicht unmittelbar während einer Charge sondern kann in Form einer längerfristigen Drift auftreten. Die APSpro weist im Vergleich die höchste Ionenstromdichte auf. Die Stützwirkung beruht vermutlich hauptsächlich auf höherenergetischen Argonionen, während die am Ende des Anodenrohrs eingelassenen und ionisierten Sauerstoffteilchen vornehmlich niederenergetisch sind. Es wurden verlustarme, kompakte Einzelschichten und Schichtsysteme mit den Standardmaterialien Titandioxid und Siliziumdioxid demonstriert, wobei der Brechungsindex von TiO_2 nicht über 2,45 (bei der Wellenlänge 500 nm) gesteigert werden konnte.

Die RF-Quellen Leybold LION und IPT PBS-180 ionisieren das Betriebsgas induktiv, respektive kapazitiv. Die Ionen werden über ein einzelnes Gitter extrahiert. Die Beschleunigung der Ionen ergibt sich in beiden Fällen über den sogenannten DC-Selbstbiaseffekt, wobei eine steigender kapazitive Einkopplung sowohl eine Erhöhung der Ionenenergie als auch des Ionenstroms zur Folge hat. Innerhalb einer Hochfrequenzperiode werden sowohl Ionen als auch Elektronen emittiert, so dass keine zusätzliche Strahlneutralisation erforderlich ist. Speziell ist bei beiden Quellen jedoch die Extraktion von hohen Strömen bei niedriger Energie nicht möglich.

- Die Ionenemission der PBS-180 kann anhand des Modells für asymmetrische RF-Entladungen erklärt werden. Neben der Elektrodengeometrie beeinflusst jedoch die Ausprägung des regelbaren externen Magnetfeldes die Schildkapazitäten entscheidend. Des Weiteren können vergleichsweise hohe Emissionsströme nur bei geringen Gasflüssen erreicht werden. Um einen stabilen Betrieb im Verlauf der Beschichtung zu gewährleisten, sollte der Druck über eine externe Regelung konstant gehalten werden, sofern dies im Prozess möglich ist. Erste Ergebnisse für die fluoridischen Schichtmaterialien zeigen das Anwendungspotenzial für Lanthanfluorid auf. Magnesiumfluorid zeigt auch bei vergleichsweise geringer Ionenstützung eine deutliche Farbzentrenbildung.
- Mit der RF-Quelle Leybold LION wurden im Besonderen Schichten mit geringer Absorption demonstriert, obgleich Anteile der stützenden Ionen oberhalb von 1100 eV anhand von Faradaycupmessungen nachgewiesen wurden. Es wird vermutet, dass bei der Stützung mit (hier reinem) Sauerstoff etwaige Schädigungen

innerhalb der obersten Nanometer der aufwachsenden Schicht wieder abgesättigt werden. Die LION weist im Beschichtungsprozess einen breiten Arbeitsbereich auf, Druckschwankungen haben nur einen geringen Einfluss auf die Quellenemission. Hohe Ionenströme können nur bei hohen Energien extrahiert werden. Im Rahmen von Beschichtungsversuchen wurden unabhängig von der Wahl des Energiereglers Schichten mit sehr geringen optischen Verlusten realisiert. Für die Herstellung von Schichten mit dichtem Gefüge ist es jedoch unumgänglich, die Quelle bei hohen Leistungen zu betreiben und Ionen mit hoher Energie zu extrahieren. Zudem sollte die Beschichtungsrate gegenüber der APSpro um etwa den Faktor 2 vermindert werden.

Die vorliegenden Ergebnisse liefern eine breite Datenbasis für die aktuelle und zukünftige Optimierung von ionenunterstützten Beschichtungsprozessen unter den Kernaspekten Schichtqualität und Prozesskontrolle bzw. Prozessstabilität. Obwohl das Verhalten der untersuchten DC-Quellen aufgrund unterschiedlicher Kontrollsysteme unterschiedlich erscheint, wurde gezeigt, dass die Plasmaimpedanz einen übergreifenden Erklärungsansatz liefert.

Der aus den RF-Quellen extrahierbare Ionenstrom ist begrenzt durch die Fläche des Extraktionsgitters. Für den Einsatz in großen Produktionsanlagen wäre bei gleicher Stützung entweder eine Reduzierung der Rate oder eine Vergrößerung der Quelle notwendig. Der Vorteil der Nutzung des DC-Biaseffektes beruht in konstruktiver Hinsicht darauf, dass kein zusätzliches DC-Netzteil notwendig ist. Des Weiteren erfolgt die Strahlneutralisation durch die systembedingte Emission von Elektronen während jeder Hochfrequenzperiode. Als Alternative wäre die Ionenerzeugung durch induktive Einkopplung und die Extraktion durch eine Ionenoptik, d.h. ein Drei- oder Viergitterextraktionssystem denkbar. Derartige Quellen sind in Ionenstrahlsputteranlagen als Sputter- und Stützquellen bereits im Einsatz. Bei diesem Quellentyp ist, wie auch bei den im Rahmen erster IAD-Beschichtungen eingesetzten Kaufman-Quellen, die Ionenerzeugung und –Extraktion stärker voneinander getrennt. Da im Gegensatz zu Kaufman-Quellen keine Filamente oder Hohlkathoden eingesetzt werden, sind sie jedoch reaktivgastauglich. Nachteilig ist die aufwändigere Konstruktion des Extraktionssystems.

Seit Ionenquellen verfügbar sind, die eine Materialdichte auf oder oberhalb der des Festkörpers ermöglichen, ist die Herstellung von stabilen Schichten- und Schichtsystemen möglich. Zusätzlich tragen fortschrittliche Strategien zur optischen Schichtdickenbestimmung und die Verfügbarkeit leistungsfähiger Computer und Software im Rahmen der Designentwicklung zu einem sehr hohen Qualitätsniveau und einer stetig steigenden Komplexität des spektralen Übertragungsverhaltens bei. Während der

Herstellung derartiger Systeme ist derzeit jedoch die Genauigkeit der Schichtdickenbestimmung sowohl durch die exakte Reproduzierbarkeit der Materialeigenschaften als auch durch die Messtechnik beschränkt. Wenn zukünftig eine Genauigkeit der Schichtdickenbestimmung (ohne die bekannten Selbstkompensationseffekte zu berücksichtigen) von einem Prozent, mithin bei einer typischen Schichtdicke von 100 nm ein Nanometer, deutlich unterschritten werden soll, dann sind weiterführende, vornehmlich strukturaufklärende Messmethoden erforderlich.

Schichtdefekte sind bei hohen Laserleistungen häufig der Ausgangspunkt von katastrophalen Zerstörungen. Neben der Realisierung komplexer Transmissions- und Reflexionseigenschaften wird im Rahmen der Prozessentwicklung die Herstellung defektfreier Schichten mit hoher Leistungsverträglichkeit auch zukünftig einen wichtigen Schwerpunkt darstellen.

Obgleich in der Vergangenheit bereits eine Vielzahl dieser Fragestellungen verfolgt wurde, so sind die Ergebnisse auf die heute verfügbaren Technologien im Detail häufig nicht übertragbar oder nicht hinreichend. Fortschritte können nicht ohne ein weiterführendes und deutlich verbessertes Verständnis des Schichtbildungsvorgangs erreicht werden. Hier sind besonders die Oberflächenchemie und die Einflüsse von Plasmarandschichten in der unmittelbaren Umgebung der Substrate, besonders in reaktiven Prozessumgebungen, zu nennen. Darüber hinaus ist auch der Einfluss der Prozesstemperatur bei starker Ionenstützung eingehender zu untersuchen. Es ist daher zu erwarten, dass künftige Erfolge verstärkt auf einer interdisziplinären Zusammenarbeit im Schnittstellenbereich Dünnschichttechnologie basieren werden.

Anhang 1 Faradaycup Messungen

Anhang 1.1. Aufbau und Arbeitsweise des Messsystems

Im Folgenden werden das System und die Methode der Datenaufnahme und –Auswertung bei der Faradaycupmessung vorgestellt. Die Cups selbst sowie die Software zur Datenaufnahme sind Eigenentwicklungen. Die Multiplexeinheit besteht aus zwei kommerziell erhältlichen, über die RS232-Schnittstelle ansprechbaren, Relaiskarten, wobei die installierten Relais durch solche vom Reed-Typ ersetzt wurden, da diese aufgrund der Schutzgasatmosphäre der elektrischen Kontakte für die Messung kleiner Ströme geeigneter sind.

Abbildung 6.2 verdeutlicht den Aufbau des Messsystems schematisch. Die einzelnen Cups werden über individuelle Messleitungen mit einer Anschlussdose (nicht dargestellt) verbunden. Von dort führt eine mehrpolige Messleitung auf eine als Stecksystem ausgeführte elektrische Durchführung, die ihrerseits mit dem Multiplexsystem verbunden wird. Während des Quellenbetriebs erstreckt sich ein Hintergrundplasma über den gesamten Rezipienten. Dieses würde bei ungeschirmten Leitungen und Anschlüssen zu Wechselwirkungen führen, die die Messergebnisse verfälschen würden. Daher sind beim vorliegenden System alle Leistungen und Anschlüsse geschirmt ausgeführt.

Bei einem Scan über alle Cups schaltet die Software über den Multiplexer den ersten Cup auf das Sourcemeter. Dieses erhält im Anschluss den Befehl, eine zuvor gewählte Spannungsrampe durchzufahren und nimmt während dieser die zugehörigen Stromwerte selbständig auf. Nach der Messung werden die Daten vom Computersystem eingelesen und das Sourcemeter mittels des Multiplexers mit dem nachfolgenden Cup verbunden, usw. Die Messung aller 16 Cups bedarf etwa ein bis drei Minuten. Dies begründet sich zum einen aus der Anzahl von Messpunkten, zum anderen aus der Integrationszeit für jede Einzelmessung.

Die Verwendung eines Sourcemeters bietet zum Einen den Vorteil, dass das Durchfahren der Spannungsrampe und die gleichzeitige Datenaufnahme vom Instrument selbständig durchgeführt wird und die Datenaufnahme demnach reproduzierbar verläuft. Kalibrierungen, wie sie bei der Verwendung von Operationsverstärkerschaltungen und AD-Karten notwendig sind, entfallen. Der Hauptgrund für die Verwendung eines Sourcemeters ergibt sich jedoch daraus, dass der Kollektor der Cups konzeptbedingt selbst auf das retardierende Potential gelegt wird und zusätzlich der Ionenstrom bestimmt wird. Ein einfallender Ionenstrom erzeugt auf dem Kollektor einen Elektronenmangel. Um beispielsweise ein Potential von +50 V aufrechtzuerhalten, müssten dem Kollektor (, ein Anteil von Ionen mit Energien

>50 eV vorausgesetzt,) stetig Elektronen zufließen, um die durch die auftreffenden Ionen eingebrachte positive Ladung zu kompensieren. Ein einfaches Netzteil kann hingegen eine positive Anodenspannung nur durch den „Abzug“ von Elektronen erzeugen, d.h. nur als Elektronensenke operieren. Es wird demnach ein Netzteil benötigt, das auch bei angelegter positiver Spannung an der Anode als Elektronenquelle arbeitet. Das Sourcemeter ermöglicht einen sogenannten 4-Quadranten-Betrieb; es kann bei jeder Polarität als Stromquelle oder –Senke betrieben werden.

Abbildung 15.1 zeigt die Bedienoberfläche des entwickelten Steuerprogramms, das sowohl die Ansteuerung der Faradaycups als auch die Datenspeicherung ermöglicht:

- Aus allen zur Verfügung stehenden Cups können für die Datenaufnahme auch einzelne gezielt ausgewählt werden (Z.B. Cups 1-7 von insgesamt 16).
- Die Anzahl von Messzyklen kann gewählt werden. Ein Messzyklus besteht aus der sukzessiven Abfrage aller ausgewählten Cups. Zusätzlich kann zwischen den Messzyklen eine Pause eingeführt werden, um die Datenmenge bei Dauermessungen ggf. zu reduzieren.
- Die vom Sourcemeter anzuwendende Spannungsrampe kann durch Auswahl der Start- und Endspannung sowie der Schrittweite bestimmt werden. (linke Bedienelemente)
- Zur Kontrolle werden sowohl die letzte Messkurve als auch die sich daraus ergebende Ionenenergieverteilung grafisch im unteren Teil dargestellt.
- Der Speicherpfad und der Dateiname für die Datenablage werden abgefragt, falls die Datenspeicherung ausgewählt wurde.
- Die unbearbeiteten Messdaten werden tabellarisch im ASCII-Format gespeichert. Jede Messreihe wird automatisiert mit einem Kopf versehen, der die Nummer der Messzyklusses, die jeweilige Cupnummer und zu Kontrollzwecken eine Zeitmarkierung enthält. Die Ionenenergieverteilung wird aus den Messwerten berechnet und in einer zusätzlichen Datei gespeichert.

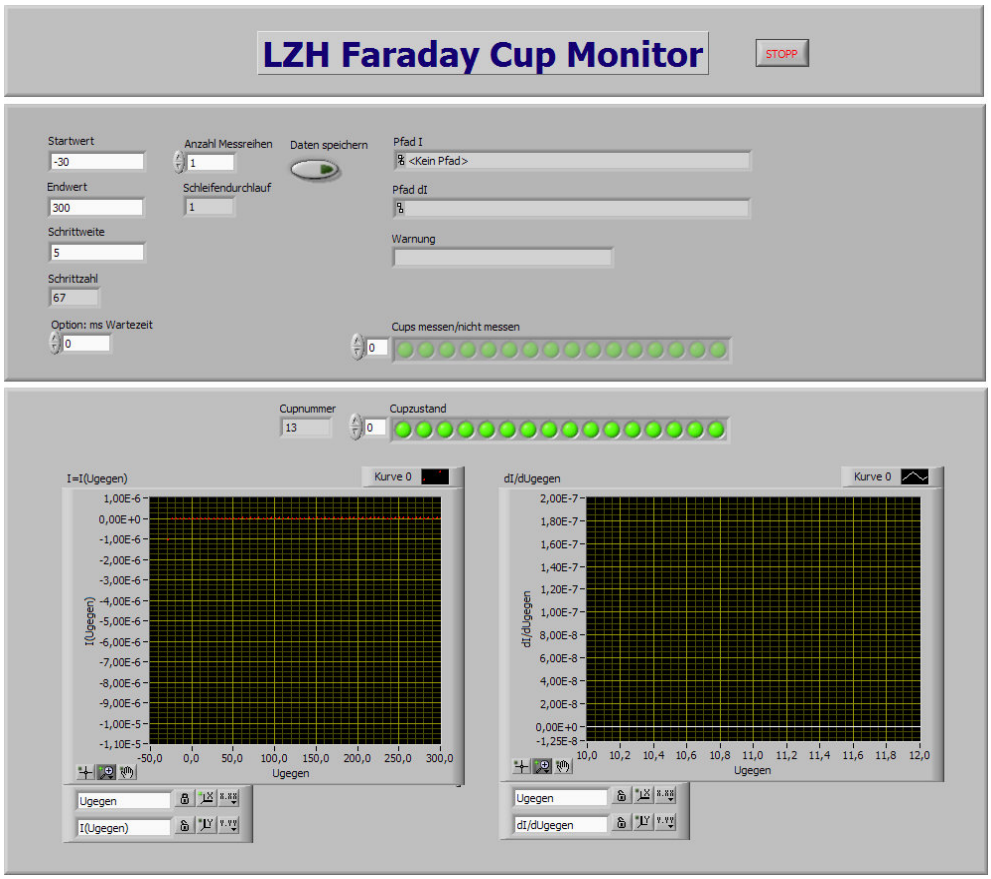


Abbildung 15.1: Bedienoberfläche der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Software zur Steuerung der Datenaufnahme und Datensicherung des Faradaycup-Messystems

Anhang 1.2. Gewinnung und Aufbereitung der Messwerte

Die Ermittlung der räumlichen Verteilung der Ionenstromdichte erfordert zunächst die Auswahl eines geeigneten Koordinatensystems für die Aufnahme der Daten. Die Positionierung der Cups auf einer Linie entlang des Kalottendurchmessers ermöglicht die Abdeckung der gesamten Kalottenoberfläche durch eine sukzessive Drehung der auf der Kalotte montierten Cups beispielsweise in 15°-Schritten von Messung zu Messung. Basierend auf dem Aufmaß des Rezipienten und der Konstruktion des Haltesystems (Abbildung 6.3) ergeben sich für die Startkonfiguration sowohl die Position als auch die Ausrichtung der Cups. Alle weiteren Positionen und Ausrichtungen folgen durch eine Matrixmultiplikation mit der entsprechenden Drehmatrix.

Wenn ein Koordinatensystem zugrunde gelegt wird, dessen Zentrum sich in der Mitte des Rezipientenbodens, d.h. an der Stelle am Anlagenboden befindet, durch die die Drehachse der Kalotte verläuft, ergeben sich die in Abbildung 15.2 (links) aufgeführten 208 diskreten Messpositionen. Des Weiteren sind zur Verdeutlichung die Projektion der Messpunkte auf

den Anlagenboden als auch die Position der Ionenquelle angegeben. Da dieses Koordinatensystem auf den geometrischen Voraussetzungen der Anlage beruht, wird dieses im Folgenden mit „Anlagensystem“ bezeichnet.

Der vorliegende Fall zeigt beispielhaft die Charakterisierung der Quelle APSpro, montiert in einer Beschichtungsanlage vom Typ $Syrus_{pro}$ 1100.

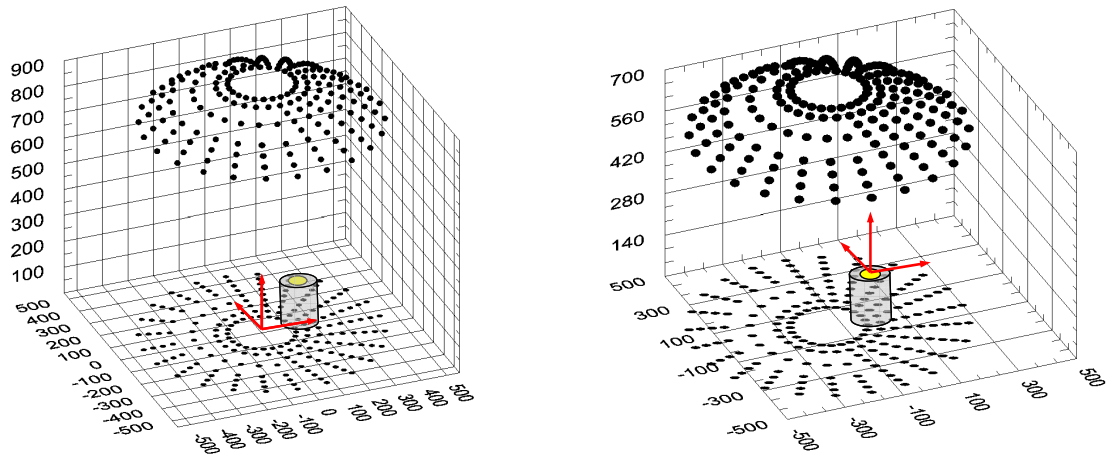


Abbildung 15.2: **Messpunkte im Anlagensystem (links), im Quellensystem (rechts), Koordinatenachsen (in rot) geben den Ursprung an. Maßstab (x,y,z) in (mm,mm,mm)**

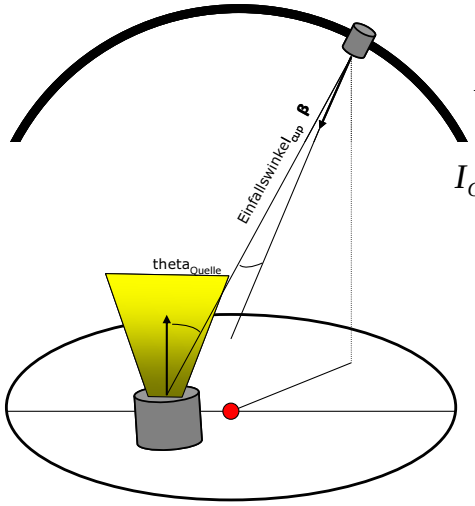
Mit Blick auf die Messung des Emissionsverhaltens einer Ionenquelle ist jedoch vom Anlagensystem auf ein anderes Bezugssystem zu wechseln. Um den Bezug der Messwerte zu der entsprechenden Quelle herzustellen und eine Vergleichbarkeit verschiedener Quellen in unterschiedlichen Konfigurationen zu gewährleisten, sollte in ein, im Folgenden „Quellensystem“ genanntes, Koordinatensystem gewechselt werden. Es bietet sich an, dessen Ursprung in den gedachten Ursprung der Ionen, also einen Punkt innerhalb der Ionenquelle zu legen. Wenn im Fall des Anlagensystems die Koordinatenachsen x, y und z derart definiert waren, dass die x-Achse beim Blick in die Anlage aus Richtung Tür nach rechts, die y-Achse nach hinten und die z-Achse nach oben zeigt (Rechtssystem), so zeige die z-Achse des Quellensystems in die Richtung, in die auch die Quelle selbst geneigt ist. Der Übergang zwischen den Koordinatensystemen findet mithin über die folgende Gleichung 15.1 statt. Durch die Drehmatrix $M_{Drehung}$ wird die Verkippung der Ionenquelle gegenüber der z-Achse des Anlagensystems berücksichtigt.

$$\vec{r}_{Cup,Quellensystem} = M_{Drehung}(\vec{r}_{Cup,Anlagensystem} - \vec{r}_{Ionenursprung,Anlagensystem})$$

Gleichung 15.1: **Transformation vom Anlagensystem in das Quellensystem**

Vor der Koordinatentransformation konnten die Faradaycup-Gesamtströme als Funktion der Koordinaten (x,y,z) des Anlagensystems dargestellt werden. Nach erfolgter Koordinatentransformation ist die Darstellung sowohl in Kartesischen als auch in Kugelkoordinaten des Quellensystems möglich, mithilfe derer eine normierte Verteilung ermittelt werden kann.

Diese normierte Verteilung bildet die Basis für eine Repräsentation der Daten, die insbesondere unabhängig von geometrischen Einflussfaktoren wie etwa dem Abstand des Cups zu der Quelle oder des Einfallswinkels der Ionen auf den Cup ist. Wenn die mittlere freie Weglänge der Ionen groß ist, dann können die Messwerte rechnerisch dahingehend korrigiert werden, als seien alle Cups auf einem Kugelsegment in einem Meter Abstand und mit senkrechter Ausrichtung auf die Ionenquelle positioniert gewesen ($I_{Cup,kompensiert}$, Abbildung 15.3).



$$I_{Cup,Messwert}(\vec{r}_{cup},\vec{n}_{cup},\vec{r}_{Quelle},\vec{n}_{Quelle}) \sim I_{emittiert} * \frac{\cos(\beta)}{d^2}$$

$$I_{Cup,kompensiert}(\vec{r}_{cup},\vec{n}_{cup},\vec{r}_{Quelle},\vec{n}_{Quelle}) \sim I_{Cup,Messwert} * \frac{d^2}{\cos(\beta)}$$

$$d = \left\| \vec{r}_{Cup} - \vec{r}_{Quelle} \right\|$$

$$\cos(\beta) = \vec{n}_{Cup} \cdot \frac{(\vec{r}_{Cup} - \vec{r}_{Quelle})}{d}$$

Abbildung 15.3: Im Rahmen der Arbeit verwendete Definitionen für die räumliche Anordnung von Quelle und Faradaycup (links). Übergang von den Messwerten auf eine Normierte Darstellung der Messwerte (rechts)

Besonders zu berücksichtigen ist, dass im Rahmen der rechnerischen Kompensation neben der Kenntnis der Position und der Ausrichtung der Quelle für jede betrachtete Messposition nicht nur die Ortskoordinaten, sondern auch die Ausrichtung der Cups bekannt sein bzw. berechnet werden müssen.

Anhang 2 Charakterisierungsverfahren Temperaturshift-messung

Im konventionellen Beschichtungsprozess hergestellte Schichten weisen im Allgemeinen eine poröse Mikrostruktur auf. Wenn eine solche Optik nach dem Beschichtungsvorgang während des Belüftens des Rezipienten der Atmosphäre ausgesetzt wird, so schlägt sich Wasser aus der Umgebungsluft in den entstandenen Mikrokavitäten nieder. Dieses sättigt entweder offene Bindungen ab oder lagert sich ein. Während es gelingt, die eingelagerte Partition durch Zufuhr von thermischer Energie auszudampfen, verbleibt ein chemisch gebundener oder chemisorbierter Teil und verändert die optischen Eigenschaften der hergestellten Schicht dauerhaft und irreversibel bezüglich moderatem thermischem Einfluss, d.h. Temperaturen bis 150℃. Jedwede Form eingelage rten Wassers verschlechtert die Transmissions- und Reflexionseigenschaften im mittleren infraroten Spektralbereich (hier speziell: 2,1µm bis 3,5µm) durch seine charakteristischen Absorptionsbanden in diesem Wellenlängenbereich, die durch spektrometrische Messungen nachweisbar sind.

Im Allgemeinen wird der größte Anteil der spektralen Stabilität einer Optik bei wechselnden Temperaturen durch das eingelagerte Wasser bestimmt. Dieses weist einen im Verhältnis zu Luft unterschiedlichen Brechungsindex auf und bewirkt somit einen vom momentanen Wasseranteil abhängigen Brechungsindex. Die optische Dicke einer Schicht ist demnach zu verstehen als die optische Dicke eines gedachten Mischmaterials, das sich aus dem Schichtmaterial selbst, eingelagertem Wasser- und dem verbleibenden Luftanteil zusammensetzt. Der Umkehrschluss, dass Komponenten mit messbaren OH-Absoprtions-banden eine geringe Temperaturbeständigkeit der spektralen Eigenschaften aufwiesen, ist jedoch nicht möglich, da sich der Wasseranteil im Allgemeinen in einen ausheizbaren und einen residenten Anteil aufspaltet. Hier zeigen z.B. Optiken aus dem IBS-Prozess häufig noch OH-Absorptionsbanden, sind jedoch spektral stabil unter wechselnden Umwelt-bedingungen.

Durch die Temperaturshiftmessung hingegen wird die im Anwendungsfall relevante spektrale Charakteristik einer Optik direkt bestimmt. Abbildung 15.4 (links) verdeutlich sowohl die sogenannte Vakuum-Luft-Shift und die Größenordnung des thermischen Einflusses auf konventionelle, ungestützte Schichten. Abbildung 15.4 (rechts) zeigt vergleichend die Vorteile des ionenunterstützten Aufdampfverfahrens IAD auf. (Zu beachten sei, dass in beiden Fällen dieselben Achsenausschnitte gewählt wurden).

Abbildung 15.4 (links): Die Transmission ändert sich zwischen der Messung im Vakuum und bei Raumtemperatur (25℃) nach dem Belüften durch a ufgenommenes Wasser aus der Umgebungsluft. Dieses entweicht sukzessive beim Erhitzen auf 50℃ und auf 150℃. Die Vakuumkurve kann jedoch durch Heizen aufgrund des verbleibenden chemisorbierten Wassers nicht erreicht werden.

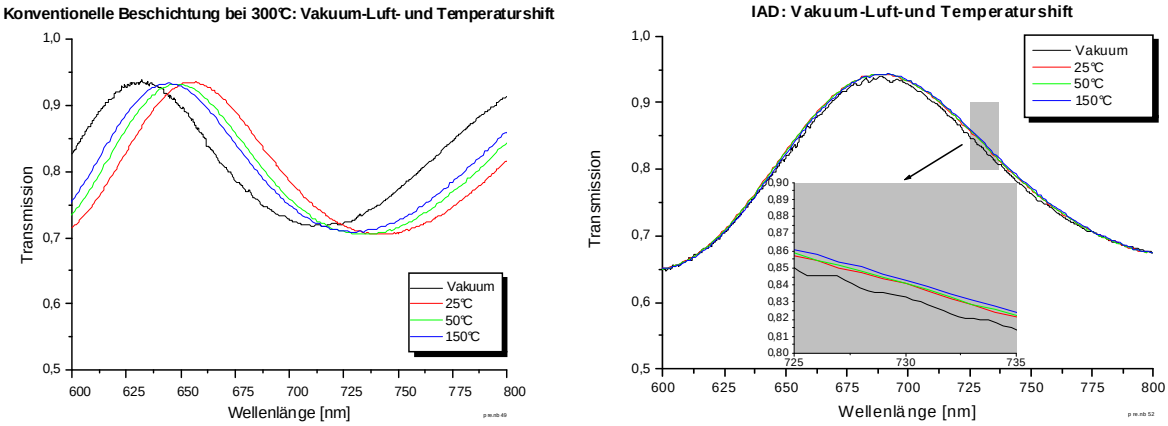


Abbildung 15.4: Temperaturshiftmessung einer konventionellen und einer IAD-Probe [6]

Die Wahl des Begriffes „Shift“ wird anhand der sich zu verschieben scheinenden Kurve deutlich. Lässt sich die Referenzkurve bei 25℃ dur ch Temperaturerhöhung weit in Richtung kleinerer Wellenlängen verschieben, so entspricht dies einer Shift großen Betrags und negativen Vorzeichens. Die Verschiebung wird breitbandig und automatisiert anhand der Wertepaare Temperatur und zugehörige Transmissionsmessung ermittelt.

Abbildung 15.4 (rechts) zeigt die nahezu vollständige Shiftfreiheit einer IAD-Beschichtung auf. Die Messung im Vakuum und die weiteren dargestellten Messungen wurden hierbei durch unterschiedliche Spektrometer ermittelt (breitband-online-Spektrometer bzw. Perkin Elmer λ19), so dass der Unterschied zwischen Vakuum- und 25℃-Messung nicht nachgewiesen werden kann. Unter Wärmezufuhr verschieben sich die gemessenen Kurven jedoch nicht wie im vorigen Fall zu kleineren Wellenlängen, d.h. geringeren optischen Dicken, sondern zu größeren Wellenlängen, was einer größeren optischen Dicke entspräche. Anhand eines veränderlichen Wassergehaltes lässt sich ein derartiges Verhalten nicht deuten, vielmehr wird hierdurch dokumentiert, dass das Shiftverhalten einer Probe von weiteren Effekten unterschiedlichen Betrags und Vorzeichens abhängig ist. Diese sind die Temperaturausdehnung der Schicht, deren Beitrag zur optischen Schichtdicke aufgrund ihrer Komponenten mit entgegengesetzten Vorzeichen (größere physikalische Dicke im Verbund mit einem geringeren Brechungsindex aufgrund geringerer Dichte des Materials) schwer abzuschätzen ist und die temperaturbedingte Brechungsindexerhöhung, welche einen meist geringen positiven Anteil beiträgt. Darüber hinaus führt die im Allgemeinen unterschiedliche

Temperaturausdehnung von Substrat und Schichtmaterial zu zusätzlichen überlagernden Einflüssen. In konventionellen Beschichtungen (Abbildung 15.4, links) werden diese Effekte durch den dominanten Wassereinfluss überdeckt.

Insbesondere im vorliegenden Fall kann aufgrund eines Fehlens von Vakuum-Luft-Shift und der beobachteten positiven Temperaturshift von Wasserfreiheit ausgegangen werden. Ein weiteres Beispiel für Proben, die in Richtung größerer Wellenlängen shiften, sind solche aus IBS- oder Magnetronzerstäubungsprozessen.

Da die Größe der Temperaturverschiebung $\delta\lambda$ (gegenüber der bei Raumtemperatur gemessenen Referenzkurve) z.B. eines Transmissionsmaximums i.a. proportional zur Wellenlänge ist, wird die Shift wellenlängenunabhängig als $\delta\lambda/\lambda$ definiert und in Abhängigkeit von der korrespondierenden Ausheiztemperatur graphisch aufgetragen (Abbildung 15.5).

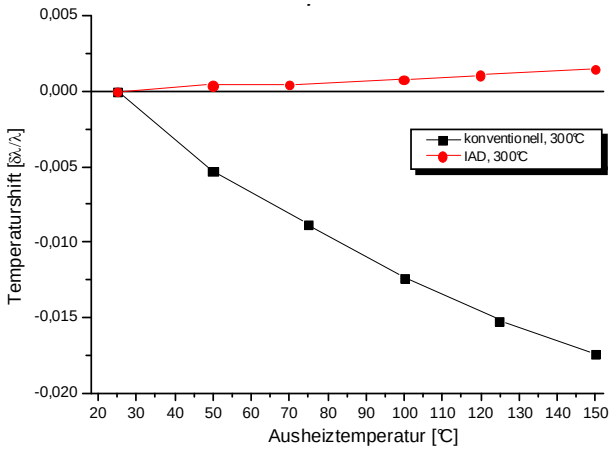


Abbildung 15.5: Temperaturshift, konventionell vs. IAD

Um die für die verschiedenen Ausheiztemperaturen erhaltenen Shiftwerte auf einen Zahlenwert zu reduzieren, wird auf deren Grundlage eine Gerade extrapoliert, deren Steigung $(\delta\lambda/\lambda)/℃$ die im Folgenden (z.B. in Abb. 11) dargestellte Shift pro ℃ liefert. Im Allgemeinen tritt nach Austritt des ausheizbaren Wasseranteils ein Sättigungseffekt, so dass im Temperaturbereich über 150℃ andere, betragsmäßig kleinere, Effekte dominieren.

Den Grad der Übereinstimmung von spektralphotometrisch bestimmtem Wasseranteil bzw. der Absorption von OH-Banden und Shiftverhalten zeigt Abbildung 15.6 Eine prinzipielle Ähnlichkeit des Kurvenverlaufs von Shift- und Absorptionsmessungen ist gegeben, jedoch bestätigen sich die bereits dargestellten Diskrepanzen.

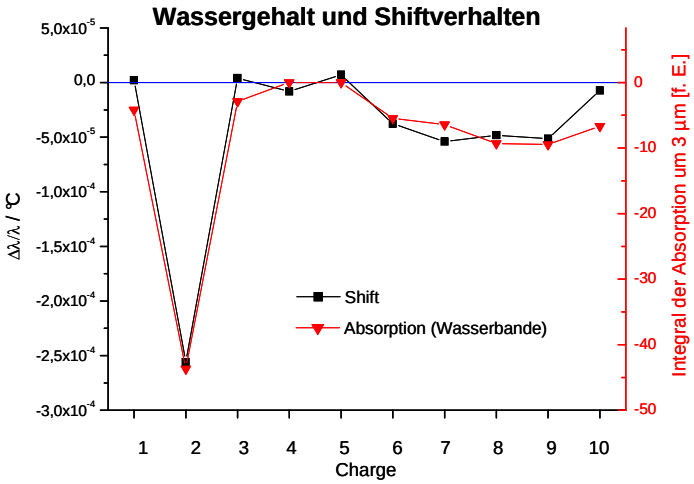


Abbildung 15.6: Überprüfung der Korrelation der Analyseverfahren Temperaturshiftmessung und Absorptionsmessung im MIR für unterschiedliche Beschichtungschargen [0]

Anhang 3 Messung der optischen Verluste nach ISO11551

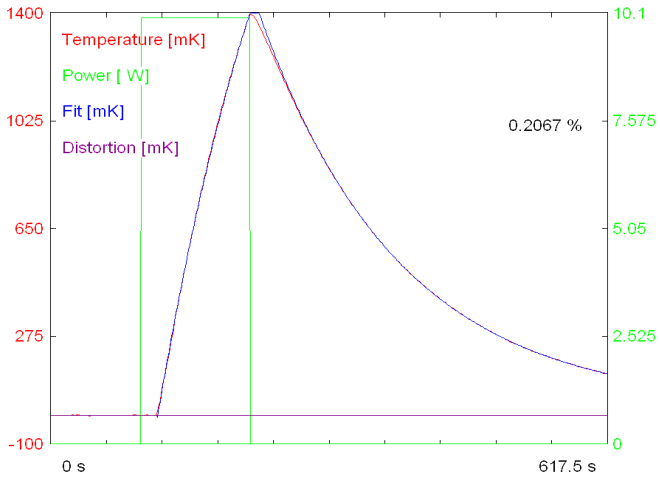


Abbildung 15.7: Exemplarischer Temperaturverlauf einer Probe während der Laserkalorimetrie bei der Wellenlänge 2,1 µm

Abbildung 15.7 verdeutlicht das Prinzip der laserkalorimetrischen Messung beispielhaft: Eine Pobe wird für eine bestimmte Dauer mit Laserlicht bekannter Leistung beaufschlagt. Während der Beaufschlagung steigt, nach der Beaufschlagung fällt die Probentemperatur (rote Messkurve). Die Aufheiz- bzw. Abkühlphase kann durch ein mathematisches Modell (blau) angenähert werden. Aus diesem Fit der Temperaturmesskurve folgt auf Basis der Probenparameter Masse und Wärmekapazität die Gesamtabsorption des Systems aus Schicht und Substrat, wobei die Absorption des Substrates häufig gegenüber der Absorption der Schicht zu vernachlässigen ist. Im vorliegenden Fall wird eine Absorption von etwa 0.21% bei der Wellenlänge von 2,1 µm ermittelt.

Im Rahmen der Arbeit wurde überwiegend die Wellenlänge 1064 nm genutzt. Sehr gute Schichten zeigen hier eine Absorption von unter 10 ppm. Messtechnisch ergibt sich dann ein Temperaturhub von einigen Millikelvin.

Diese Messmethode erlaubt Messungen hoher absoluter Genauigkeit von Absorptionswerten über einen großen Dynamikbereich vom Prozentbereich bis hin zu einigen ppm. (Die relative Genauigkeit ist Verfahrensbedingt mit etwa 10%-15% abzuschätzen.) Da Größenordnungen von einigen ppm insbesondere durch spektralphotometrische Messungen nicht zugänglich sind, ist die Laserkalorimetrie im Bereich der Hochleistunsoptiken als Mittel zur Prozessoptimierung unerlässlich.

Anhang 4 Messung der Leistungsverträglichkeit nach ISO 11254

Die Bestimmung der Leistungsverträglichkeit ist ein statistisches Verfahren, bei dem eine bestimmte Anzahl von Positionen auf der Probenoberfläche durch einen Laser beaufschlagt wird. Dabei hält die Probe an der Messposition entweder der Bestrahlung stand oder wird zerstört. Wird die Leistungsdichte der die Probenoberfläche erreichenden Laserstrahlung variiert, kann die Zerstörwahrscheinlichkeit als Funktion der Leistungsdichte ermittelt werden.

Zwei charakteristische Werte sind der so genannte Onset-Wert und die 50%-Zerstörschwelle. Bei der zugrundeliegenden Leistungsdichte beträgt die Zerstörwahrscheinlichkeit abhängig von der Berechnungsmethode demnach 0% oder 50%. Die genaue Verfahrensbeschreibung für die Ermittlung der Einzelpuls- und Mehrpulszerstörschwelle findet sich in der ISO 11254.

Speziell ist die Vergleichbarkeit von Messungen mit unterschiedlichem Strahldurchmesser und Pulsdauer anhand von Skalierungsgesetzen im Allgemeinen nur eingeschränkt möglich. Beispielsweise zeigte bei ionenunterstützt hergestellten Schichten bei der LIDT-Messung mit einem Laserfokus von 6 µm tendenziell materialabhängige (materialintrinsische) Zerstörschwellen, während der Einfluss von Partikeln und Defektstellen im Schichtmaterial bei größeren Fokusdurchmessern deutlich hervortritt.

Anhang 5 Literaturverzeichnis

[1] W. Ensinger, Ion sources for ion beam assisted thin-film deposition, Rev. Sci. Instrum. 63 (11), 1992

[2] K. Reichelt, Keimbildung und Wachstum von Schichten, Vakuum-Technik, 36. Jahrgang Heft 1, 1986

[3] B.A. Movchan, A.V. Demchishin, Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium dioxide, Fiz. Metal. Metaloved 28(4), p. 653-660, 1969

[4] J. A. Thornton, Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings, J. Vac. Sci. Technol., Vol. 11, No. 4, (1974)

[5] R. Messier et al., Revised stucture zone model fort hin film physical structure, J. Vac. Sci. Technol. A2(2), p. 500-503, 1984

[6] N. Beermann, H. Ehlers, D. Ristau, Verbundprojekt: Integrative Ionenverfahren für die moderne Optik (IntIon) - Teilvorhaben des LZH: Moderne ionengestützte Beschichtungsverfahren, Förderkennzeichen BMBF 16IN0088, Schlussbericht, (2004)

[7] Computerprogramm SRIM 2003, The Stopping and Range of Ions in Matter, www.srim.org

[8] J.P. Biersack, LG. Haggmark, A monte carlo program for the transport of energetic ions in amorphous targets, Nucl. Instr. Meth. Vol 174, p. 277-269, 1980

[9] T.R. Culver et al., Developments in Ion Assisted Multilayer Coatings, SPIE Vol. 1848, 1992

[10] O. Piot, A. Melaurie, J. Machet, Experimental and theoretical studies of coating thickness distributions obtained from high rate electron beam evaporation sources, Thin Solid Films 293, p. 124-132, 1997

[11] S. Berg, Preferential sputtering effects in thin film processing, J. Vac. Sci. Technol A 17(4), 1999

[12] T.H. Allen, Ion assisted deposition of titania and silica films, Proc. Int´l Ion Engineering Congress, Kyoto, 1983

[13] H.W. Loeb, Plasma-based ion beam sources, Plasma Phys. Control. Fusion 47, 2005

[14] S. Dligatch, R. Netterfiled, Real time process control and monitoring in multi-layer filter deposition, Optical Interference Coatings, Proceedings, 2004

[15] R.R. Wiley, Achieving Improved Optical Thin Film Control of Silicon Dioxide by Using Ion Assisted Deposition, Society of Vacuum Coaters, 36th Annual Technical Conference Proceedings, 1993

[16] T.R. Culver et al., Developments in Ion Assisted Multilayer Coatings, SPIE Vol. 1848 Laser-Induced Damage in Optical Materials, 1992

[17] R. J Goldston, P. H. Rutherford, Plasmaphysik, ISBN 3-528-06884-1, Vieweg 1998

[18] F. Paschen, Über die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff, und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz, Weid. Ann. 1889, 37, 69, 1889

[19] G. Franz, Oberflächentechnologie mit Niederdruckplasmen, ISBN 3-540-57360, Springer-Verlag 1994

[20] M. Fievaz et al, Reconstruction of the time-averaged sheath potential profile in an argon radiofrequency plasma using the ion energy distribution, Plasma Sources Sci. Technol. 4, pp. 373-378, 1995

[21] K. Müller, Stress and microstructure of sputter-deposited thin films: Molecular dynamics investigations, Appl. Phys., 1987, 62, 1796-1799

[22] T. Bashun et al., Some features of the structural properties of optical coatings obtained with ion assistance, Sov. J. Opt. Technol., 1993, 60, 108-110

[23] R.L. Stenzel et al., Novel directional ion energy analyzer, Rev. Sci. Instrum. 53(7), 1982

[24] Software SPEKTRUM, Laser Zentrum Hannover e.V., Abteilung Laserkomponenten, Hannover

[25] Software OptiLayer Thin Film Software, OptiLayer Ltd., www.optilayer.com

[26] Norm ISO 11551, Test method for absorptance of optical laser components, International Organization for Standardization

[27] Norm MIL-M-13508, Cheeseclothtest

[28] N. Beermann, Effizientes IAD-Verfahren zur Herstellung von Niobpentoxid-Schichten höchster optischer Güte, Diplomarbeit, Universität Hannover, 2002

[29] D. Gardner, W. Sainty, Characterization of a high output gridless ion source, 48th Annual Technical Conference Proceedings, ISSN 0737-5921, 2005

[30] ST2000 Sain Tech Ion System Manual, Betriebsanleitung, SainTech Pty Ltd, PO Box 3042 Monsh Park, NSW 2119 Australia, 1999

[31] S. Pongratz, A. Zöller, Plasma ion-assisted evaporative deposition of surface layers, Annu. Rev. Mater. Sci. 1992, 22:279-95, 1992

[32] A. Bogaerts et al., Gas discharge plasmas and their application, Spectrochimica Acta Part B 57 (2002), p. 609-658, 2002

[33] Ph. Belenguer, J. P. Boeuf, Self consistent low pressure RF discharge modelling: comparisons with experiments in clean and dusty plasmas, Pure & Appl. Chem., Vol. 66, No. 6, pp. 1363-1372, 1994

[34] J. Pelletier, C. Pomot, Work function of sintered lanthanum hexaboride, Applied Physics Letters, Volume 34, Issue 4, id. 249, 1979

[35] R. R. Wiley, Achieving Stable Results with Titanium Dioxide, Society of Vacuum Coaters, 39th Annual Technical Conference Proceedings, 1996

[36] B. Fan, M. Suzuki, K. Tang, Ion assisted deposition of TiO_2/SiO_2 multilayer for mass production, Technical Digest Optical Interferernce Coatings Topical Meeting, June 27-July 2, 2004

[37] T. R. Culver et al., Developments in Ion Assisted Multilayer Coatings, SPIE Vol. 1848 Laser-Induced Demage in Optical Materials, 1992

[38] H. Fabricius, Improving the ion current density distribution from a gridless ion source by optimising the orientation, Proc. SPIE Vol. 3738, p. 85-96, Advances in Optical Interference Coatings, 1999

[39] J. Y. Robic et al, Residual stress in silicon dioxide thin films produced by ion-assisted deposition, Thin Solid Films 290-291, 1996

[40] J. Heber et al., Deep UV laser induced fluorscence in fluoride thin films, Appl. Phys. A 76, 123-128, 2003

[41] S. Schröder, A. Duparré, A. Tünnermann, Roughness evolution and scatter losses of multilayers for 193 nm optics, Applied Optics, Vol. 47, Issue 13, pp. C88-C97, 2007

[42] Finite Elemente Software ANSYS, ANSYS, Inc., www.ansys.com

[43] C. Wild, Niederdruckabscheidung und Charakterisierung polykristalliner Diamantschichten und Untersuchung zur Dynamik von Ladungsträgern in Hochfrequenz-Entladungen, Dissertation, Albert-Ludwig-Universität Freiburg i. Brsg., 1990

[44] N. Yu. Babaeva, J.K. Lee, Role of ionization, resonant, and nonresonant charge-exchange collisions, J. Vac. Sci. Technol. A 23(4), 2005

[45] M. Zeuner, Ion Energy distributions in a dc biased rf discharge, J. Appl. Phys. 81 (7), 1997

[46] K.-H. Müller, Model for ion-assisted thin-film densification, J. Appl. Phys. 59 (8), 1986

[47] J. D. Targrove, H. A. Macleod, Verification of momentum transfer as the dominant densifying mechanism in ion-assisted deposition, Applied Optics, Vol. 27, No. 18, 1988

[48] C. K. Chao, S.-Y. Su, Charged particle motion inside the retarding potential analyzer, Physics of Plasmas, Vol. 7 No. 1, 2000

[49] O. Piot et al., Experimental and theoretical studies of coating thickness distributions obtained from high rate electron beam evaporation sources, Thin Solid Films 293, pp. 124-132, 1996

[50] M. A. Sobolewski, Measuring the ion current in high-density plasmas using radio-frequencycurrent and voltage measurements, J. Appl. Phys., Vol. 90, No. 6, 2001

[51] H. Ehlers, Reaktive ionengestützte Prozess für optische Hochleistungsschichten, Hannover, Univ., Diss., 2008

[52] H. Frey, Vakuumbeschichtung 1, ISBN 3-18-401311-1, 1995

[53] N. St. J. Braithwaite, Internal and external electrical diagnistics of RF plasmas, Plasma Sources Sci. Technol. 6, pp. 133–139, 1997

[54] M. Fivaz et al., Reconstruction of the time-averaged sheath potential profile in an argon radiofrequency plasma using the ion energy distribution, Plasma Sources Sci. Technol. 4, pp 373-378, 1995

[55] R. Fitzpatrick, The Physics of Plasmas, Lectues, The University of Texas in Austin, http://farside.ph.utexas.edu/teaching/plasma/lectures1/, 2009

[56] H. Oechsner, Electron cyclotron wave resonances and power absorption effects in electrodeless low pressure h.f. plasmas with superimposed static magnetic field, Plasma Physics, Vol. 17, pp.835-844, 1974

[57] M.A. Lieberman, A.J. Lichtenberg, Principles of Plasma Discharges and Materials Processing, J. Wiley&Sons, New York, 1994

[58] R. H. J. Westerman, RF-biasing of highly idealized plasmas, Proceedings, 28th ICPIG, July 15-20, Prague, 2007

[59] J. K. Olthoff, Kinetic-energy distributions of ions sampled form argon plasmas in a parallel-plate, radio-frequency reference cell, J. Appl. Phys. 75 (1), 1994

[60] F. Brand, Plasma Physics, Lecture Notes, The University of Sidney, http://www.physics.usyd.edu.au/~brand/, 2009

[61] J. A. Dobrowolski, M. Ranger, R. L. Wilkinson, Measurements of angular evaporation characteristics of sources, J. Vac. Sci. Technol. A 1 (3), pp. 1403-1408, 1983

[62] C. Böhm, J. Perrin, Retarding-field analyzer for measurements of ion energy distributions and secondary electron emission coefficients in low-pressure radiao frequency discharges, Rev. Sci. Instrum. 64 (1), 1993

[63] V. Garkusha et al., Ione energy measurement of a D-55 hall thruster, Proc. 3rd International Conference on Spacecraft Propulsion, Cannes, 10-13 October 2000, ESA SP-465, 2000

Anhang 6 Lebenslauf

Geburtsdatum und -Ort:

23.10.1974 in Neustadt am Rübenberge

Bildungsgang, berufliche Tätigkeiten:

1980-1981	Grundschule Glarum
1982-1984	Stadtschule Wunstorf, Grundschule
1984-1986	Orientierungsstufe Nord, Wunstorf
1986-1990	Hölty Gymnasium Wunstorf
1990-1991	Vancleave High School, Vancleave, USA
1991-1994	Hölty Gymnasium Wunstorf, Wunstorf
1994	**Abitur**
Oktober 1994- Oktober 1995	Grundwehrdienst
Oktober 1995- Januar 2003	Studium Physik, Universität Hannover
Januar 2003	**Diplom-Physiker**
Januar 2003- Dezember 2008	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Laser Zentrum Hannover e.V.
Oktober 2004- Oktober 2007	Studium Technische Unternehmensführung, Fachhochschule Braunschweig/Wolfenbüttel
Oktober 2007	**Master of Engineering in Technical Management**
seit Januar 2009	Consultant bei Altran Technologies
Mai 2009	**Promotion zum Dr. rer. nat.**

Anhang 7 Danksagung

Nicht zuletzt möchte ich allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, meinen Dank aussprechen.

Herr Prof. Dr. Herbert Welling sowie Herrn Prof. Dr. Uwe Morgner danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit am Laser Zentrum Hannover durchführen zu können.

Herrn PD Dr. Detlev Ristau danke ich für die Betreuung und kritische Durchsicht dieser Arbeit.

Herrn Prof. Dr. Boris Chichkov danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferats.

Herrn Dr. Henrik Ehlers danke ich für die zahlreichen Diskussionen.

Herrn Tobias Groß und Andreas Tewes danke ich für die nicht nur fachlich bereichernde Zusammenarbeit im Labor.

Der Abteilung Laserkomponenten als Ganzes gilt mein Dank sowohl für die fachliche Unterstützung als auch für die freundschaftliche Atmosphäre, die sich auf den Beitrag jedes Einzelnen stützt.

Meiner Frau Katharina danke ich für ihre fortwährende Unterstützung.