

# Physikalische Vorgänge in gepulsten Magnetronentladungen

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium  
(Dr. rer. nat.)

genehmigt durch die Fakultät für Naturwissenschaften

der Otto– von– Guericke– Universität Magdeburg

von: Dipl.- Phys. Matthias Schulze  
geb. am: 9. Januar 1971 in Magdeburg

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. i. R. Christian Edelmann  
Prof. Dr. rer. nat. habil. Günther Hecht  
Prof. Dr. rer. nat. habil. Achim Lunk

Eingereicht am: 4. September 2000  
Verteidigt am: 6. März 2001

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Aufgabenstellung</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Grundlegende physikalische Zusammenhänge</b>	<b>7</b>
3.1	Beschreibung einer Niederdruck- Glimmentladung . . . . .	7
3.1.1	Kenngößen eines Plasmas . . . . .	7
3.1.2	Stoßprozesse im Niederdruck- Plasma . . . . .	8
3.1.2.1	Wirkungsquerschnitt und mittlere freie Weglänge . . . . .	8
3.1.2.2	Ionisierungs- und Rekombinationsprozesse . . . . .	9
3.1.2.3	Anregungs- und Relaxationsprozesse . . . . .	11
3.1.3	Strom- Spannungskennlinie . . . . .	12
3.1.4	Der räumliche Aufbau der Entladung . . . . .	14
3.2	Ausbilden und Verlöschen einer Niederdruck- Entladung . . . . .	17
3.2.1	Ausbilden einer Entladung . . . . .	17
3.2.2	Ambipolare Diffusion . . . . .	19
3.2.3	Betrachtung des Zerfalls einer Plasmakugel . . . . .	20
3.3	Reaktive Magnetronentladung . . . . .	22
3.3.1	Sputterprozess . . . . .	22
3.3.2	Aufbau eines Magnetrons . . . . .	24
3.3.3	Reaktives Sputtern . . . . .	26
3.3.3.1	Hysterese . . . . .	26
3.3.3.2	Prozessführung . . . . .	28

---

3.3.4	Regelung des reaktiven Prozesses zur Abscheidung von Titanoxid . . .	30
3.3.5	Probleme bei der Abscheidung dielektrischer Schichten . . . . .	32
3.4	Gepulstes Magnetronspultern . . . . .	35
3.4.1	Pulsfrequenz zur Unterdrückung der Bogenentladungen . . . . .	35
3.4.2	Abnahme der Ladungsträger in der Auszeit . . . . .	37
3.4.3	Unipolar gepulste Magnetronentladung . . . . .	38
3.4.4	Bipolar gepulste Magnetronentladung . . . . .	39
3.5	Thermische Substratbelastung . . . . .	40
<b>4</b>	<b>Charakterisierung der Arten von gepulsten Energieeinspeisungen</b>	<b>42</b>
4.1	Anforderungen an Energieeinspeisungen zur Erzeugung gepulster Magnetronentladungen . . . . .	42
4.2	Erzeugung rechteckförmiger Pulsformen . . . . .	43
4.2.1	Allgemeines . . . . .	43
4.2.2	Stromversorgung mit eingprägter Spannung . . . . .	44
4.2.3	Stromversorgung mit eingprägtem Strom . . . . .	45
4.3	Erzeugung sinusförmiger Pulsformen . . . . .	46
<b>5</b>	<b>Versuchsaufbau</b>	<b>48</b>
5.1	Sputteranlage HZS 05 . . . . .	48
5.2	Zeitaufgelöste Messung der elektrischen Größen und der optischen Plasmaemission . . . . .	50
5.3	Berechnung der normierten dynamischen Beschichtungsrate . . . . .	53
5.4	Charakterisierung der abgeschiedenen Schichten . . . . .	55
5.5	Messung der thermischen Substratbelastung . . . . .	58
<b>6</b>	<b>Charakterisierung einer MF– Magnetronentladung</b>	<b>60</b>
6.1	Verhalten der elektrischen Größen bei Variation von Frequenz und Auszeit .	60
6.1.1	Zündung von gepulsten Entladungen . . . . .	60
6.1.2	Einfluss der Pulsfrequenz auf die elektrischen Größen bipolarer Entladungen . . . . .	62

6.1.3	Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die elektrischen Größen unipolarer Entladungen . . . . .	66
6.1.4	Einordnung der MF– Magnetronentladung . . . . .	68
6.1.5	Verhalten der komplexen Plasmaimpedanz . . . . .	70
6.1.6	Bogenentladungen . . . . .	71
6.2	Spektren der optischen Plasmaemission . . . . .	73
6.2.1	Vergleich der Spektren bei unterschiedlichen Entladungsarten . . . . .	73
6.2.2	Einfluss der Pulsfrequenz auf die Spektren einer bipolaren Entladung	74
6.2.3	Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die Spektren einer unipolaren Entladung . . . . .	75
6.3	Charakterisierung des zeitlichen Verhaltens der gepulsten Entladung mit Hilfe der optischen Plasmaemission . . . . .	76
6.4	Analyse des anodischen Glimmlichts . . . . .	80
<b>7</b>	<b>Verhalten der dynamischen Beschichtungsraten metallischer Entladungen</b>	<b>82</b>
7.1	Vergleich der Beschichtungsraten von DC– und gepulsten Magnetronentladungen . . . . .	82
7.2	Einfluss der Pulsfrequenz bei einer bipolaren Entladung . . . . .	85
7.3	Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit bei einer unipolaren Entladung . . . . .	86
7.4	Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die Beschichtungsrate . . . . .	87
7.5	Verhalten der Dichte der abgeschiedenen Schichten . . . . .	88
<b>8</b>	<b>Charakterisierung der reaktiven Schichtabscheidung</b>	<b>90</b>
8.1	Einfluss der Pulsfrequenz auf den Bedeckungsgrad einer reaktiven Magnetronentladung . . . . .	90
8.2	Vergleich von reaktiven DC– und gepulsten MF– Magnetronentladungen . . . . .	92
8.3	Einfluss der Pulsfrequenz auf den Transparenzpunkt . . . . .	95
8.4	Beeinflussung der Intensität der Plasmaemission beim Durchlaufen eines Substrates durch den Plasmaraum . . . . .	98
8.5	Beeinflussung der Morphologie und der mechanischen Schichtspannung abgeschiedener TiO <sub>2</sub> – Schichten . . . . .	100

---

<b>9 Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die Magnetronentladung</b>	<b>102</b>
9.1 Thermische Substratbelastung . . . . .	102
9.2 Modifizierung des Schichtwachstums . . . . .	106
9.3 Zusammenhang zwischen Anodenkonfiguration und Plasmaemission bei der dynamischen Beschichtung . . . . .	109
9.4 Durch die magnetfeldgeführte Anode hervorgerufene Effekte . . . . .	110
<b>10 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>113</b>
10.1 Zusammenfassung . . . . .	113
10.2 Ausblick . . . . .	116
<b>A Streuquerschnitte</b>	<b>A</b>
<b>B Abhängigkeit der kinetischen Energie der gesputterten Ionen</b>	<b>D</b>
<b>C Zerstäubungsausbeute für Titan</b>	<b>E</b>
<b>D Thermische Substratbelastung</b>	<b>G</b>
<b>E Aufbau der Verstärkerschaltung</b>	<b>I</b>
<b>F Bestimmung der eingespeisten, elektrischen Leistung</b>	<b>J</b>
<b>G Bestimmung der Dichte metallischer Titanschichten</b>	<b>M</b>

# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

## Abkürzungen

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
AFM	Atomic Force Microscopy
ARAS	Antireflex- und Antistatik- Schichtsysteme
CD	Critical Dimension
CRT	Cathodic Ray Tube
DC	Direct Current
DMS	Dual- Magnetron- Sputter
DSO	Digitales Speicher Oszilloskop
IGBT	Insulated Gate Bipolar Transistor
LED	Light Emitter Diode
MA	Magnetfeldgeführte Anode
MF	Mittel- Frequenz (auch Medium- Frequency)
MOSFET	Metal- Oxide Surface Field- Effect Transistor
NDR	Normierte Dynamische Beschichtungsrate
OPV	Operationsverstärker
PEM	Plasma- Emissions- Monitor
PMT	Photomultiplier Tube
PVD	Physical Vapor Deposition
RF	Radio- Frequency (Hochfrequenz im Radiowellenbereich)
SB	Substratbelastung
SMD	Surface Mounted Devices
SWR	Schwingkreiswechselrichter
TFT	Thin Film Transistor
TSD	Target- Substrate- Distance

## Lateinische Symbole

Symbol	Name
$a_{metall}$	metallische Zerstäubungsrate
$A$	Atom, Fläche, Konstante
$A^*$	angeregtes Atom
$A^\pm$	Ion
$B$	Durchbiegung eines Substrates, Konstante
$\vec{B}$	magnetische Induktion
$c$	Konzentration
$c_p$	molare Wärmekapazität
$C$	Ladung, Kapazität
$C_p$	Wärmekapazität
$d$	Elektrodenabstand, Schichtdicke
$d_f$	Schichtdicke
$d_s$	Substratdicke
$D$	Ausdehnung des Katodenfalls
$e^-$	Elektron
$E$	Energie, Elastizitätsmodul
$E_{kin}$	kinetische Energie
$E_{Atom}$	pro kondensierenden Atom eingebrachte Energie
$\vec{E}$	elektrische Feldstärke
$f$	Frequenz
$f_e$	Energie- Transfer- Faktor, Verteilungsfunktion
$f_r$	Reaktivgasfluss
$f_{r,Entl}$	durch die Entladung verbrauchter Reaktivgasfluss
$\Delta H_{Sublimation}$	Sublimationsenthalpie
$I$	Stromstärke
$I_{photo}$	Ausgangsstrom des Photomultiplier
$j(x, y, z)$	Stromdichte
$j_{ion}$	Ionenstromdichte
$j_{O_2}$	Wandstromdichte der Sauerstoffmoleküle
$j_{schicht}$	Stromdichte durch eine Schicht
$k$	Extinktionskoeffizient
$K_1, K_2$	Konstanten
$l$	Länge
$L$	Induktivität

<b>Symbol</b>	<b>Name</b>
$m$	Masse
$M$	Lawinenmultiplikator
$n$	Teilchendichte, Brechungsindex
$n_{ion}$	Teilchendichte der Ionen
$n_0$	Neutralteilchendichte
$n_{O_2}$	Dichte der Sauerstoffmoleküle
$n_e$	Elektronendichte
$n_s$	Dichte von Metallatomen
$N$	Teilchenzahl
$p$	Totaldruck
$p_r$	Reaktivgaspartialdruck
$P$	Leistung
$Q$	Ladung
$Q_{sb}$	Oberflächenbindungsenergie
$r$	Ortsvariable
$\vec{r}$	Ortsvektor
$r_{dynam}$	normierte dynamische Beschichtungsrate
$R$	Radius, elektrischer Widerstand
$R_E$	Reflexionskoeffizient für auftreffende Sputtergasionen
$R_k$	Krümmungsradius
$R(\lambda)$	Reflexionsspektrum
$R_{dynam}$	dynamische Beschichtungsrate
$R_{stat}$	statische Beschichtungsrate
$s$	Wegstrecke
$S_p$	Saugvermögen
$t$	Zeit
$t_{ein}$	Einzeit einer unipolar gepulsten Entladung
$t_{int}$	Zeit
$t_{off}$	Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung
$T$	absolute Temperatur
$T_{max}$	maximale Transmission
$T_{90}$	technisch definierte Anstiegszeit
$T_{ion}$	Ionentemperatur
$T_e$	Elektronentemperatur
$T(\lambda)$	Transmissionspektrum
$U$	Spannung



<b>Symbol</b>	<b>Name</b>
$U_{bias}$	Selbst- Bias- Spannung
$U_{fl}$	Floatingpotential
$U_{OF}$	Oberflächenpotential
$U_p$	Plasmapotential
$U_{photo}$	Photo- Spannung
$U_T$	Katodenpotential
$U_z$	Zündspannung
$v$	Geschwindigkeit
$v_e$	Geschwindigkeit der Elektronen
$v_{ion}$	Geschwindigkeit der positiven Ionen
$v_{O_2}$	Geschwindigkeit der Sauerstoffmoleküle
$V$	Volumen
$x_{tast}$	Tastverhältnis bei unipolar gepulsten Entladungen
$X$	Ionisierungsgrad
$Y$	Sputterausbeute (engl. yield)
$Y_{metall}$	Sputterausbeute einer metallischen Oberfläche
$Y_{verbind}$	Sputterausbeute einer Verbindungsschicht (Oxid, Nitrid)
$z$	Variable

## Griechische Symbole

<b>Symbol</b>	<b>Name</b>
$\alpha$	Ionisierungsvermögen (Zahl der Ionisierungsstöße pro Länge)
$\epsilon_r$	Suszeptibilität
$\varphi$	Intensität der Plasmaemission, Winkel
$\gamma$	Sekundärelektronenausbeute, zweiter Townsendscher Koeffizient
$\gamma_{ion}$	Sekundärelektronenausbeute durch Ionenbeschuss
$\gamma_{photo}$	Sekundärelektronenausbeute durch den Photoeffekt
$\nu$	Stoffmenge, Querkontraktionszahl
$\nu_a$	Diffusionskoeffizient der ambipolaren Diffusion
$\nu_{ion}$	Diffusionskoeffizient der positiven Ionen
$\nu_e$	Diffusionskoeffizient der Elektronen
$\nu_{Titan}$	Stoffmenge von Titan
$\nu_{Glas}$	Stoffmenge von Glas

Symbol	Name
$\lambda$	mittlere freie Weglänge, Wellenlänge
$\Delta$	Laplace- Operator
$\frac{\mu_{ion}}{e}, \mu_{ion}$	Mobilität der positiven Ionen
$\mu_e$	Mobilität der Elektronen
$\rho$	spezifischer Widerstand
$\sigma$	Wirkungsquerschnitt, Leitfähigkeit
$\sigma_s$	mechanische Schichtspannung
$\Theta(x, y)$	Bedeckungsgrad
$\theta$	Winkel
$\tau_z$	Zündzeit
$\tau_d$	Diffusionszeit
$\omega$	Kreisfrequenz

## Physikalische Konstanten

Symbol	Name	Wert	Einheit
$c$	Vakuumlichtgeschwindigkeit	$3 \cdot 10^8$	$\left[\frac{\text{m}}{\text{s}}\right]$
$c_{Glas}$	Lichtgeschwindigkeit in Glas	$1.8 \cdot 10^8$	$\left[\frac{\text{m}}{\text{s}}\right]$
$c_{spez, H_2O}$	spezifische Wärmekapazität von Wasser	4.19	$\left[\frac{\text{J}}{\text{kg} \cdot \text{K}}\right]$
$e$	Elementarladung	$1.602 \cdot 10^{-19}$	[C]
$\epsilon_0$	elektrische Feldkonstante	$8.85 \cdot 10^{-12}$	$\left[\frac{\text{C}}{\text{Vm}}\right]$
$h$	Plancksches Wirkungsquantum	$6.63 \cdot 10^{-34}$	[Js]
$k$	Boltzmann- Konstante	$1.38 \cdot 10^{-23}$	$\left[\frac{\text{J}}{\text{K}}\right]$
$m_{Ar}$	Masse eines Argonatoms	$6.6 \cdot 10^{-26}$	[kg]
$m_e$	Masse eines Elektrons	$9.1 \cdot 10^{-31}$	[kg]
$m_{Ti}$	Masse eines Titanatoms	$7.94 \cdot 10^{-26}$	[kg]
$M_{Titan}$	molare Masse von Titan	47.9	$\left[\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right]$
$M_{Glas}$	molare Masse von Glas	60.08	$\left[\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right]$
$N_A$	Avogadro- Konstante	$6.022 \cdot 10^{23}$	$[\text{mol}^{-1}]$
$R$	Gaskonstante	8.31	$\left[\frac{\text{J}}{\text{Kmol}}\right]$
$\rho_{Glas}$	Dichte von Glas	2.65	$\left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right]$
$\rho_{Titan}$	Dichte von Titan	4.5	$\left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right]$

## Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand in den Jahren 1996– 2000 unter der wissenschaftlichen Betreuung von Herrn Prof. Edelmann, Herrn Prof. Hegenbarth, Herrn Dr. Kopte und Herrn Dr. Kirchhoff.

Die experimentellen Arbeiten wurden am Fraunhofer– Institut für Elektronenstrahl– und Plasmatechnik in Dresden durchgeführt. Den beiden Leitern, Herrn Prof. Schiller und Herrn Prof. Bräuer, danke ich für die Unterstützung bei der Realisierung der Arbeit. Mein Dank gilt auch den Mitarbeitern des Instituts, die mich bei meinen Arbeiten unterstützt haben.

Für das Interesse und die Unterstützung danke ich insbesondere den Herren Dr. Ullrich Hartung, Dipl.– Ing. Uwe Krause, Dipl.– Phys. Oliver Treichel und Johannes Gockel. Auch vielen Dank an Frau Brisch, die noch die letzten Rechtschreibfehler aus der Arbeit entfernen konnte.

Vor allem möchte ich mich ganz lieb bei meiner Frau Kerstin bedanken, die mich immer tatkräftig unterstützte.

# Kapitel 1

## Einleitung

Das DC<sup>1</sup>- Magnetronspputtern konnte sich seit Anfang der 80er Jahre als ein wichtiges Vakuumbeschichtungsverfahren zum Aufbringen dünner Schichten wie z.B. bei der Großflächenbeschichtung von Architekturglas, Bildschirmen oder auch Werkzeugen industriell durchsetzen. Das Verfahren zeichnet sich durch folgende Merkmale aus [1]:

- Gleichmäßigkeit der Schichtdicke (< 2%) bis zu einigen Metern Beschichtungsbreite
- Stabilität der Beschichtungsrate über lange Prozesszeiten (> 100 h)
- große Vielfalt an abscheidbaren Materialien (Metalle [auch hochschmelzend], Metalllegierungen, -gemische, sowie -oxide, -nitride und -carbide)
- Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften

Um eine Abscheidung von Metalloxiden und -nitriden zu erreichen, wird beim reaktiven DC- Sputterprozess dem Sputtergas (meist Argon) ein Reaktivgas, wie Sauerstoff oder Stickstoff, beigefügt. Auf dem Substrat findet dann eine Reaktion zwischen den vom metallischen Target gesputterten Atomen und dem Reaktivgas statt.

Das Verfahren wird zur Herstellung von optischen Schichtsystemen, wie z.B. Wärmedämm<sup>2</sup>-, Sonnenschutz- und Antireflex- Schichtsystemen eingesetzt. Bei den verwendeten Schichtsystemen kommen vor allem Oxide mit einem hohen Brechungsindex, wie ZnO, SnO<sub>2</sub> und TiO<sub>2</sub> zum Einsatz. Bei der Herstellung von Antireflex- und Antistatik (ARAS)-Systemen sind neben transparenten und leitfähigen Oxiden<sup>3</sup>, wie z.B. In<sub>2</sub>Sn<sub>5</sub>O<sub>3</sub> (ITO) oder ZnO: Al auch Oxide mit niedrigem Brechungsindex, wie SiO<sub>2</sub>, nötig.

Die Abscheidung von schlecht leitfähigen Oxiden und Nitriden, wie z.B. SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> oder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ist bei der Verwendung des reaktiven DC- Magnetronspputterns nicht langzeitstabil.

---

<sup>1</sup>engl.: Direct Current (Gleichstrom)

<sup>2</sup>in Literatur auch als *low emissivity* oder *low-e* bezeichnet

<sup>3</sup>engl.: Transparent Conductive Oxides (TCO)

Einige Prozesse können von Beginn an nicht realisiert werden. So können Potentialverschiebungen und Bogenentladungen auftreten, die zu nicht lösbaren Problemen führen. Zwar ist eine Minimierung der Potentialverschiebungen durch eine versteckte Anode möglich, doch führen unipolare und bipolare Bogenentladungen zu lokalen Aufschmelzungen von Targetmaterial und damit zu nicht tolerierbaren Schichtdefekten auf dem Substrat.

Als eine alternative Methode zum DC– Magnetronsputtern wurde das RF– Magnetronsputtern<sup>4</sup> im Frequenzbereich einiger MHz (häufig 13.56 MHz) entwickelt [2]. Bei diesem Verfahren wird zwischen dem Target, welches bereits aus dem gewünschten Schichtmaterial (Oxid, Nitrid) besteht, und dem Substrat eine Wechselspannung angelegt. Das RF– Sputtern ermöglicht eine stabile Langzeitabscheidung von isolierenden Materialien, die durch eine Anwendung des DC– Sputterns nicht möglich ist. Durch das Arbeiten in diesem Frequenzbereich ist das Verfahren im Hinblick auf den Wirkungsgrad bei der Leistungseinspeisung beschränkt. Ein Einsatz bei der Großflächenbeschichtung ist aus diesem Grund nur mit einem sehr hohen Aufwand möglich. Darüber hinaus ist die zu erzielende Beschichtungsrate infolge des bereits stöchiometrischen Targets und der geringen Ionenenergien im Vergleich zum DC– Sputtern deutlich niedriger [3].

Mit dem Ende der 80er Jahre entwickelten gepulsten Magnetronsputtern im Mittelfrequenzbereich<sup>5</sup> versuchte man die Nachteile des DC– Magnetronsputterns bei ähnlich hohen Beschichtungsraten zu überwinden [4], [5]. Eine periodische Unterbrechung der DC– Magnetronentladung reduziert die Wahrscheinlichkeit der Ausbildung von Bogenentladungen deutlich. Varianten dieses Verfahrens stellen das unipolar und bipolar gepulste Magnetronsputtern dar [6]. Durch die Anwendung des gepulsten Magnetronsputterns können Bogenentladungen und damit Defekte in den abgeschiedenen Schichten deutlich verringert werden [7].

Der Aufwand zur Realisierung des unipolar gepulsten Magnetronsputterns ist relativ gering, da hierzu nur die Installation eines elektronischen Schalters zwischen der DC– Stromversorgung und der Katode (Magnetron) nötig ist. Durch den Schalter kann der Sputterprozess für die Dauer einiger Mikrosekunden unterbrochen werden, um so die Entstehung von Bogenentladungen zu verhindern.

Beim bipolar gepulsten Magnetronsputtern wird durch die Verwendung von zwei Magnetrons und das alternierende Betreiben dieser Magnetrons als Katode bzw. Anode eine Unterbrechung des Sputterprozesses vermieden. Im Gegensatz zum unipolar gepulsten Magnetronsputtern werden durch die alternierende Zerstäubung beider Targets Potentialverschiebungen verhindert.

---

<sup>4</sup>engl.: Radio– Frequency– Sputtering – auch als Hochfrequenz– Magnetron– Sputtern bezeichnet

<sup>5</sup>im weiteren als MF bezeichnet

# Kapitel 2

## Aufgabenstellung

Neben dem DC- Magnetronspultern findet das unipolar und bipolar gepulste MF- Magnetronspultern eine ständig größer werdende Anwendung. So sind seit ca. 3 Jahren Magnetronsysteme (Dual- Magnetron- Sputter (DMS)- System [8] bzw. TwinMag [9]), mit denen bipolar gepulste Sputterprozesse durchgeführt werden, bis zu einer Länge von 3.75 m in der Industrie im Einsatz. Trotz dieser breiten Anwendung des gepulsten Magnetronspulterns in der Industrie sind noch einige Fragen ungeklärt:

- Welchen Einfluss besitzen die Parameter Pulsfrequenz und Auszeit auf den Sputterprozess ?
- Ist die dynamische Beschichtungsrate von gepulsten Prozessen geringer als die von DC- Magnetronentladungen ?
- Wird die dynamische Beschichtungsrate durch die Parameter Pulsfrequenz oder Auszeit beeinflusst ?
- In welchem Umfang vergrößert sich die Substratbelastung durch die Anwendung des gepulsten Magnetronspulterns ?

Bis heute sind noch nicht alle physikalischen Aspekte beim gepulsten Magnetron-Sputtern detailliert untersucht wurden. Deshalb soll im Rahmen dieser Arbeit der gepulste Beschichtungsprozess physikalisch sowohl bei der metallischen als auch bei der reaktiven Abscheidung charakterisiert werden. Im Einzelnen handelt es sich in der vorliegenden Arbeit um folgende Probleme:

1. Das gepulste Magnetronspultern im Mittelfrequenzbereich führt zu einer drastischen Reduzierung des Auftretens von Bogenentladungen bei der Abscheidung von schlecht leitfähigen Schichten. Wie bereits verschiedene Autoren ([6], [10]) zeigten, hängt die zur effektiven Vermeidung von Bogenentladungen notwendige Pulsfrequenz bzw. die

Dauer der Auszeit vom abzuschneidenden Material und auch vom gewählten reaktiven Arbeitspunkt des Prozesses ab. Die Parameter Pulsfrequenz und Auszeit stellen neue Freiheitsgrade dar, deren Einfluss auf den gepulsten Sputterprozess trotz ihrer Bedeutung bisher noch nicht ausreichend untersucht wurde.

Ein Hauptanliegen ist hierbei die Untersuchung der beim Umpolen einer bipolar gepulsten Entladung bzw. der während der Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung ablaufenden physikalischen Vorgänge. Es muss die Frage geklärt werden, ob das zeitliche Verhalten der Dichten der Ladungsträger und der gesputterten Neutralteilchen beschrieben werden kann. I.Allg. ist hierfür die Untersuchung des zeitlichen Verlaufes von Strom und Spannung nicht ausreichend. In der vorliegenden Arbeit sollen unter Ausnutzung des Zusammenhangs zwischen der Dichte der Elektronen und der durch die Elektronen hervorgerufenen optischen Plasmaemission die physikalischen Vorgänge durch eine zeitaufgelöste Spektroskopie der Plasmaemission beschrieben werden. Um charakteristische Zeitkonstanten für die Zündung und die Verlöschung einer gepulsten Magnetronentladung zu ermitteln, ist eine Messung der Plasmaemission mit einer Zeitauflösung von  $\Delta t < 500$  ns nötig. Durch die Beobachtung des zeitlichen Verlaufes der Intensität unterschiedlicher Linien der optischen Plasmaemission kann auf das zeitliche Verhalten angeregter Neutralteilchen und Ionen geschlossen werden.

2. Bereits KIRCHHOFF [11] zeigte, dass die bisher übliche Art der Stabilisierung bzw. Regelung des reaktiven DC- Sputterprozesses auch auf den gepulsten Sputterprozess angewendet werden kann. Detailliertere, vergleichende Untersuchungen zum Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die Stabilisierung fehlen bisher völlig. Deshalb sollen in der vorliegenden Arbeit durch die Analyse der Spektren der optischen Plasmaemission und der Hysteresekurven der reaktiven Entladung unipolar und bipolar gepulsten Entladungen mit der DC- Entladung verglichen werden, wobei eine Untersuchung des Einflusses von Pulsfrequenz und Auszeit gepulster Entladungen auf das Spektrum der Plasmaemission erforderlich ist.
3. Weiterhin stellte KIRCHHOFF in seiner Arbeit einen Unterschied zwischen den Beschichtungsraten von DC- Magnetronentladungen und denen von bipolar gepulsten Entladungen fest. Als Ursache dafür wurden von ihm elektrische Verluste bei der gepulsten Einspeisung der elektrischen Leistung vermutet. Wenn diese Erklärung richtig ist, können die dynamischen Beschichtungsraten nicht direkt miteinander verglichen werden. Eine Bestimmung der in der Entladung umgesetzten elektrischen Leistung ist erforderlich. Um einen Vergleich der Beschichtungsraten aller Entladungsarten durchzuführen, wird in dieser Arbeit die normierte dynamische Beschichtungsrate eingeführt. Darunter wird eine auf die eingespeiste elektrische Leistung bezogene Be-

schichtungsrate verstanden. Zu deren Bestimmung ist die exakte Ermittlung der in den Sputterprozess eingespeisten elektrischen Leistung erforderlich.

Das Verhalten der normierten dynamischen Beschichtungsrate wird sowohl im metallischen als auch im reaktiven Betrieb der gepulsten Magnetronentladung untersucht. Im Mittelpunkt der durchzuführenden Experimente steht der Einfluss von Pulsfrequenz, Auszeit und Pulsform auf die normierte dynamische Beschichtungsrate. Folgende Pulsformen sollen hierbei untersucht werden:

- Sinusförmiger Spannungs- Puls (bipolar)
- Rechteck- Strom- Puls (unipolar, bipolar)

Um die Beschichtungsraten unterschiedlicher Entladungsarten bei der reaktiven Abscheidung miteinander vergleichen zu können, ist die Bestimmung eines eindeutigen und vergleichbaren reaktiven Arbeitspunktes bei allen Entladungsarten notwendig. Der so genannte Transparenzpunkt eignet sich für die Charakterisierung der reaktiven Schichtabscheidung [12]. An diesem reaktiven Arbeitspunkt findet bei einer Erhöhung der Targetbedeckung der Übergang der Abscheidung von absorbierenden zu nahezu absorptionsfreien Schichten statt.

4. Nach JÄGER [13] ist bei einer bipolar gepulsten Entladung der Beschuss des Substrates mit Ionen deutlich höher als bei der DC- Magnetronentladung, wodurch sich die thermische Substratbelastung vergrößert. BARTZSCH [12] konnte bei der stationären Beschichtung mit einem Doppelring- Magnetron nachweisen, dass das Magnetfeld der Anode bei der bipolar gepulsten Entladung für die Erhöhung der Substratbelastung verantwortlich ist. Auch bei einer stationären Beschichtung mit einem DMS- System konnte eine Erhöhung der Substratbelastung beobachtet werden [14]. Alle diese bisher durchgeführten Untersuchungen beziehen sich jedoch auf eine stationäre Beschichtung, also eine Beschichtung, bei der das Substrat bezüglich der Magnetrons während der Beschichtung eine feste Lage hat. Bei der Großflächenbeschichtung wird das Substrat relativ zur Quelle (Magnetrons) bewegt. Da für einen derartigen, dynamischen Beschichtungsprozess äquivalente Untersuchungen zur Substratbelastung trotz ihrer enormen Bedeutung noch unbekannt sind, soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit die thermische Substratbelastung für den dynamischen Beschichtungsprozess ermittelt werden. Hierbei soll auch der Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die thermische Substratbelastung untersucht werden. Durch den Vergleich der Werte des DC- Sputterprozesses mit denen der unipolar und bipolar gepulsten Magnetronentladungen kann die quantitative Veränderung der Substratbelastung und deren Ursachen ermittelt werden. Da herkömmliche Temperaturmessverfahren bei der experimentellen Bestimmung der thermischen Substratbelastung im Falle des dynamischen



Beschichtungsprozesses versagen, wird zur Kennzeichnung der thermischen Substratbelastung in der vorliegenden Arbeit der Wert der maximalen Substrattemperatur während des Beschichtungsprozesses verwendet und auf die Dicke der abgeschiedenen Schicht normiert.

Als Modellsystem wird bei der Untersuchung aller aufgeführten Probleme die metallische Abscheidung von Titan und die reaktive Abscheidung von Titandioxid gewählt. Dieses System hat den Vorteil, dass sich Titan und Titandioxid durch Sputtern sowohl mit einer DC- Magnetron- als auch mit einer MF- Magnetronentladung abscheiden lassen. Die Zahl der auftretenden Prozessinstabilitäten durch Bogenentladungen ist bei beiden Prozessen gering. Der reaktive Sputterprozess wird unter Ausnutzung einer charakteristischen Linie der Plasmaemission mit Hilfe eines Plasma- Emissions- Monitors stabilisiert.

Mit dem verwendeten Modellsystem ist ein direkter Vergleich der metallischen und reaktiven Abscheidung der unterschiedlichen Entladungsarten in Hinblick auf die Art der Stabilisierung der Schichtabscheidung, der erzielbaren Beschichtungsrate und der thermischen Substratbelastung bei der dynamischen Beschichtung möglich.

# Kapitel 3

## Grundlegende physikalische Zusammenhänge

### 3.1 Beschreibung einer Niederdruck– Glimmentladung

#### 3.1.1 Kenngrößen eines Plasmas

Bei den folgenden Betrachtungen handelt es sich um Niederdruck– Glimmentladungen und darauf aufbauend um Magnetronentladungen im Druckbereich von 0.1– 1 Pa. Das Plasma einer Glimmentladung besteht aus Ionen, Elektronen, Neutralteilchen und der von angeregten und ionisierten Teilchen ausgesendeten Strahlung. Durch die gleich großen Teilchendichten der negativen und positiven Ladungen ist das Plasma nach außen elektrisch neutral und infolge der hohen Zahl vorhandener freier Ladungsträger elektrisch leitfähig [2].

Mit Hilfe des Ionisierungsgrades  $X$  können Plasmen miteinander verglichen werden. Als Ionisierungsgrad wird das Verhältnis zwischen der Zahl der ionisierten Teilchen in Bezug auf die Zahl aller im Plasma enthaltenen Teilchen bezeichnet und über die Teilchendichten  $n$  ausgedrückt:

$$X = \frac{n_{ion}}{n_0 + n_{ion}} \quad . \quad (3.1)$$

Der Ionisierungsgrad einer Niederdruck– Glimmentladung beträgt etwa 0.1%. Bei Magnetronentladungen wird dem elektrischen Feld an der Katode ein Permanentmagnetfeld überlagert. Dadurch erhöht sich die Aufenthaltsdauer der Elektronen im katodennahen Bereich und daraus folgend die Ionisierungswahrscheinlichkeit der Argonatome. Damit sind die Ionisierungsgrade im katodennahen Bereich mit ca. 1– 10% deutlich größer. Im Bereich des Substrates entsprechen sie mit 0.1% denen einer Glimmentladung [15]. In einem für eine Entladungstrecke typischen Volumen von  $1000 \text{ cm}^3$ , einem Druck  $p$  von 0.3 Pa und

bei Raumtemperatur ( $T = 293 \text{ K}$ ) kann unter Voraussetzung fehlender Wechselwirkungen mit Hilfe der Zustandsgleichung des idealen Gases die Stoffmenge  $\nu$  abgeschätzt werden:

$$\nu = \frac{p V}{R T} = 1 \cdot 10^{-7} \text{ mol} \quad . \quad (3.2)$$

Mit der Avogadro– Konstante  $N_A$  und der Gaskonstante  $R$  lässt sich die Teilchenzahl  $N$  im Volumen  $V$  zu:

$$N = N_A \nu = 7 \cdot 10^{16} \text{ Teilchen} \quad (3.3)$$

bestimmen. Damit beträgt die Teilchendichte  $n = 7 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  und bei einem Ionisierungsgrad von ca. 1% die Ladungsträgerdichte  $7 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ .

Oft werden die kinetischen Energien der im Plasma vorhandenen Teilchen durch die absolute Temperatur ausgedrückt. Der Zusammenhang zwischen der absoluten Temperatur  $T$  und der mittleren kinetischen Energie  $\overline{E_{kin}}$  der Ladungsträger im thermodynamischen Gleichgewicht ergibt sich aus der kinetischen Gastheorie zu:

$$\overline{E_{kin}} = \frac{m}{2} \overline{v^2} = \frac{3}{2} k T \quad . \quad (3.4)$$

Durch die Annahme der Maxwell'schen Energieverteilung in einem abgeschlossenen, feldfreien Volumen kann aus dem mittleren Geschwindigkeitsquadrat  $\overline{v^2}$  die mittlere Geschwindigkeit  $\bar{v}$  errechnet werden. Sie ergibt sich aus der Masse  $m$ , der Temperatur  $T$  und der Boltzmann– Konstante  $k$  zu [16]:

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{8 k T}{\pi m}} \quad . \quad (3.5)$$

In Tabelle 3.1 sind die Werte der charakteristischen Größen für die in einem Argonplasma einer Magnetronentladung vorhandenen Teilchen zusammengefasst [17].

	$\overline{E_{kin}}$	$T$	$\bar{v}$
<b>Argonatome</b>	25 meV	300 K	400 $\frac{\text{m}}{\text{s}}$
<b>Argonionen</b>	40 meV	500 K	520 $\frac{\text{m}}{\text{s}}$
<b>Elektronen</b>	2 eV	23 000 K	9.5 $\cdot 10^5 \frac{\text{m}}{\text{s}}$

**Tabelle 3.1:** Charakteristische Teilchenparameter eines Argonplasmas

### 3.1.2 Stoßprozesse im Niederdruck– Plasma

#### 3.1.2.1 Wirkungsquerschnitt und mittlere freie Weglänge

Als mittlere freie Weglänge  $\lambda$  von Teilchen wird die über mehrere Stoßprozesse gemittelte Wegstrecke zwischen zwei Stößen bezeichnet. So beträgt diese bei Stößen zwischen Argonatomen in einer Niederdruck– Glimmentladung bei einem Druck von 0.3 Pa ca. 2 cm.

Die Wahrscheinlichkeit, mit der ein Stoßprozess auftritt, wird durch den Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  beschrieben. Die mittlere freie Weglänge  $\lambda$  und der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  sind über die Teilchendichte  $n$  durch folgende Beziehung miteinander verbunden [18]:

$$\frac{1}{\lambda} = n\sigma \quad . \quad (3.6)$$

Man unterscheidet elastische und inelastische Stoßprozesse. Bei einem elastischen Stoßprozess zwischen zwei Teilchen erfolgt ein Austausch von kinetischer Energie und Impuls. Betrachtet man einen elastischen Stoß zwischen einem Elektron und einem Gasatom bzw. -ion, so ist die bei diesem Stoßprozess ausgetauschte kinetische Energie infolge der hohen Massedifferenz vernachlässigbar klein. Dadurch ist die mittlere kinetische Energie der Ionen deutlich niedriger als die der Elektronen (siehe Tabelle 3.1).

Im Gegensatz zum elastischen Stoß kommt es bei inelastischen Stoßprozessen zwischen Elektronen und Gasatomen teilweise zur Umwandlung kinetischer Energie in Anregungs- und Ionisierungsenergie der Stoßpartner. Damit führt ein inelastischer Stoß zu elektronischen Übergängen wie Anregung, Ionisierung von Atomen oder auch Rotationen und Schwingungen von Molekülen.

### 3.1.2.2 Ionisierungs- und Rekombinationsprozesse

Um eine Niederdruck-Glimmentladung aufrecht zu erhalten, ist eine dauerhafte Ladungsträgererzeugung durch Ionisierungsprozesse notwendig. Der wichtigste Prozess ist hierbei die Ionisierung durch den Elektronenstoß:



Liegt die kinetische Energie der Elektronen unter einer Mindestenergie, so ist der Ionisierungsquerschnitt Null, und eine Ionisierung kann nicht erfolgen. Oberhalb der Ionisierungsschwelle steigt der Ionisierungsquerschnitt mit der kinetischen Energie stark an. Für Argon erreicht dieser bei etwa 90 eV das Maximum von ca.  $2.6 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2$  (siehe Abbildung A.1 im Anhang A). Bei einem Druck von 0.3 Pa beträgt nach Gleichung (3.6) die mittlere freie Weglänge somit ca. 5 cm. Zu noch größeren Energien fällt der Ionisierungsquerschnitt wieder ab, und die mittlere freie Weglänge nimmt zu.

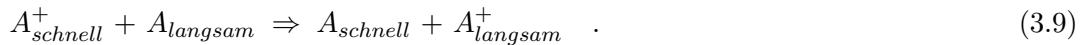
Weiterhin kann eine Ionisierung durch schnelle Ionen oder Atome erfolgen, es gilt:



Der Ionisierungsquerschnitt dieses Prozesses für Argonionen in Argon steigt monoton mit der kinetischen Energie der Ionen (siehe Anhang A.2) und spielt erst bei Energien oberhalb von 1000 eV eine größere Rolle. Bei den als kalte Plasmen bezeichneten Glimm- und

Magnetronentladungen ist der Einfluss zu vernachlässigen [2].

Die im Katodenfall einer Glimmentladung (siehe Kapitel 3.1.3) beschleunigten Ionen können durch Wechselwirkung mit den Gasatomen neutralisiert werden. Für diesen so genannten resonanten Ladungstransfer gilt:



Der Wirkungsquerschnitt beträgt für Argonionen mit einer kinetischen Energie von 50 eV ca.  $2 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2$  (siehe Anhang A.3). Damit hat dieser Prozess bei einer Niederdruck-Glimmentladung einen großen Einfluss auf die Gesamtzahl der Teilchen, die mit einer hohen kinetischen Energie die Katodenoberfläche zerstäuben.

Weiterhin können Atome durch Photonen ionisiert werden. Es gilt:



Unterhalb der Ionisierungsschwelle von 15.8 eV ist der Ionierungsquerschnitt für die Photoionisation von Argonatomen Null. Bei der Schwell-Energie ist der Wirkungsquerschnitt mit einem Wert von  $3.5 \cdot 10^{-17} \text{ cm}^2$  maximal (siehe Anhang A.4) und fällt zu größeren Energien wieder ab. Drückt man die Ionisierungsschwelle durch eine Wellenlänge aus:

$$\lambda = \frac{h c}{E} \quad , \quad (3.11)$$

so besitzen Photonen mit einer Energie von 15.8 eV eine Wellenlänge von ca. 80 nm. Somit können nur Photonen des ultravioletten Spektrums Atome ionisieren. Für eine Ionisierung angeregter Atome ist zwar die notwendige Energie niedriger, jedoch muss sich das angeregte Atom in einem metastabilen Zustand befinden, um den Prozess zu ermöglichen.

Die Bildung von negativen Ionen kann durch Elektroneneinfang<sup>1</sup> erfolgen. In Entladungen mit elektronegativen Gasen, wie z.B. bei einer reaktiven Glimmentladung mit Sauerstoff oder bei dem im weiteren zu betrachtenden reaktiven Magnetronspattern von Oxiden, spielt der Prozess durch dissoziierenden Elektroneneinfang eine große Rolle [2]:



Neben der Ladungsträgererzeugung findet in einem Plasma gleichzeitig die Vernichtung von Ladungsträgern durch Rekombinationsprozesse statt. Bei der Rekombination zwischen einem freien Elektron und einem freien Ion muss die freiwerdende Bindungsenergie und die kinetische Energie des Elektrons abgeführt werden.

Im Plasma spielt hierbei die Strahlungsrekombination eine bedeutende Rolle:




---

<sup>1</sup>engl.: Electronattachment

Die durch Strahlungsrekombination erzeugte Bremsstrahlung bildet das kontinuierliche Spektrum der Glimmentladung [16]. Hierbei setzt sich die Energie des Photons aus der freiwerdenden Ionisierungsenergie und der kinetischen Energie des eingefangenen Elektrons zusammen. Die Kante dieses Spektrums bildet die Ionisierungsenergie.

Eine weitere Art der Rekombination ist die 3- Körper- Rekombination:



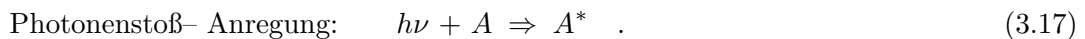
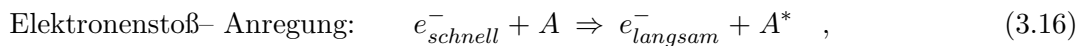
Durch die geringe Masse besitzt das Elektron nur einen kleinen Impuls. Damit ändert sich bei der Rekombination der Impuls des Ions nicht und die kinetische Energie des gebildeten Atoms ist gleich der des Ions vor der Rekombination. Die freiwerdende Energie muss also an einen dritten Stoßpartner abgegeben werden. Am wahrscheinlichsten ist diese Art der Rekombination auf den das Plasma begrenzenden Flächen. Rekombinationspartner im Volumen können Gasatome, -ionen, -moleküle oder Elektronen sein.

Eine weitere Volumenrekombination, die Ion- Ion- Rekombination, kann zwischen positiven und negativen Ionen stattfinden und spielt nur bei der Verwendung elektronegativer Gase eine Rolle:



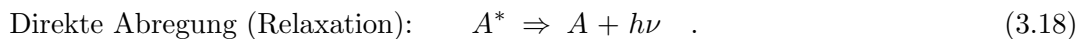
### 3.1.2.3 Anregungs- und Relaxationsprozesse

Ist der zu übertragende Energiebetrag geringer als der zur Ionisierung notwendige, kann eine Anregung der Atome entsprechend den Prozessen (3.7) und (3.10) stattfinden:



Wie auch bei der Ionisierung ist zur Anregung eines Atoms eine Mindestenergie notwendig. Bei Argon liegt diese für die Elektronenstoß- Anregung bei einem Wert von 12.9 eV. Im Maximum (21 eV) beträgt der Anregungsquerschnitt etwa  $4 \cdot 10^{-17} \text{ cm}^2$ .

Angeregte Zustände von Atomen sind meist nicht stabil. Das sich auf den höheren Energieniveaus befindliche Elektron kehrt in einem oder mehreren Relaxationsprozessen wieder in den Grundzustand zurück:



Die Lebenszeiten angeregter Zustände liegen i.Allg. im Bereich einiger Nanosekunden [19]. Die durch die Relaxation angeregter Atome entstehende Linienstrahlung (auch als diskretes Spektrum bezeichnet) gibt der Glimmentladung ihren Namen. Die Wellenlängen der

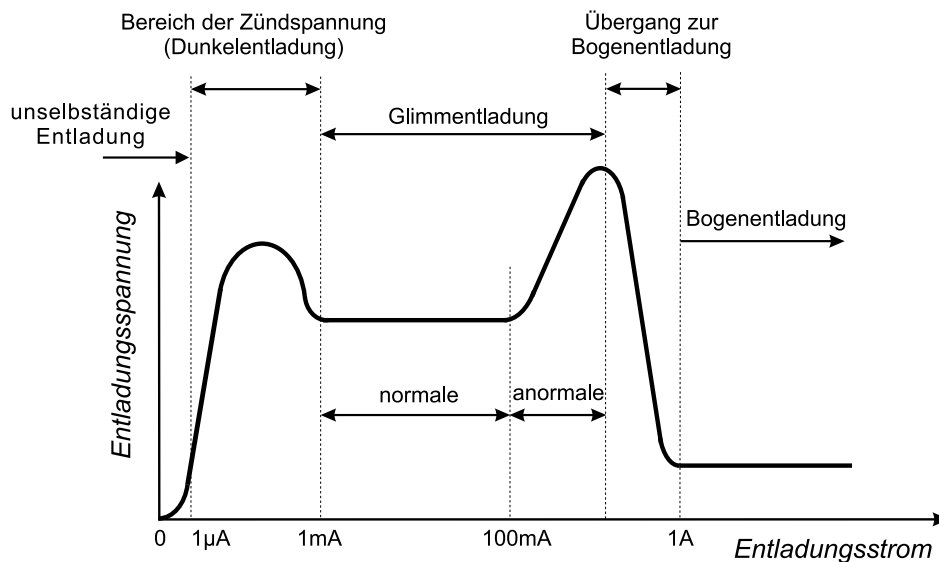
Linienstrahlung der Atome liegen im Bereich von einigen 10 nm bis zu 1  $\mu\text{m}$ . I. Allg. wird als Spektrum der optischen Plasmaemission der Wellenlängenbereich von 300 nm bis 700 nm bezeichnet [20].

### 3.1.3 Strom– Spannungskennlinie

Wird zwischen zwei parallelen plattenförmigen Elektroden, die sich in einem Abstand von einigen Zentimetern in einem evakuierten Rezipienten ( $p < 1000 \text{ Pa}$ ) befinden, eine Spannung angelegt, so werden die natürlich vorhandenen freien Ladungsträger im elektrischen Feld beschleunigt. In Abhängigkeit vom Wert des fließenden Stromes werden bei Niederdruck– Entladungen im Gleichstrombetrieb (DC) drei typische Arten der selbständigen Entladung unterschieden:

- Dunkelentladung (Bereich der Zündspannung, auch Townsend– Entladung)
- Glimmentladung
- Bogenentladung

Der Strom– Spannungs– Verlauf einer Niederdruck– Entladung ist in Abbildung 3.1 dargestellt.



**Abbildung 3.1:** Strom– Spannungs– Charakteristik einer Niederdruck– Entladung

Bei sehr kleinen Spannungen werden die im Rezipienten vorhandenen Ladungsträger zwar beschleunigt, doch reicht die Zahl der Ionisierungsstöße nicht für einen selbständigen Stromfluss aus. Wird die Spannung erhöht, so werden durch Elektronenstoß– Ionisierungen Elektronen und Ionen gebildet, die ihrerseits wiederum Ladungsträger erzeugen können. Die

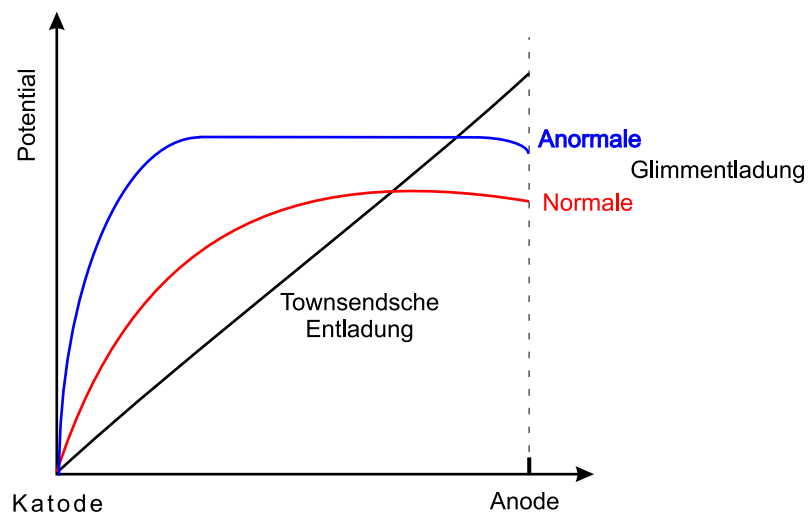
Entladung wird selbständig, wenn die Zahl der durch Stöße erzeugten Ladungsträger mindestens genauso groß ist wie die der durch Rekombinationsprozesse verlorengegangenen. Bei einer selbständigen Entladung mit einem sehr geringen Strom ( $10^{-6}\text{A}$ ) ist die Entladung noch raumladungsfrei und zeigt keine Leuchterscheinungen (Dunkelentladung).

Wird die Spannung weiter erhöht, so erfolgt nach dem Erreichen der Zündspannung der Übergang in eine Glimmentladung. Der Wert der Zündspannung  $U_z$  einer Elektrodenanordnung hängt nach dem Paschen-Gesetz für ein Elektrodenmaterial nur vom Produkt aus dem Gasdruck  $p$  und dem Elektrodenabstand  $d$  ab [21]:

$$U_z = f(p, d) = \frac{K_1 pd}{\ln pd + \ln K_2 - \ln \left[ \ln \left( 1 + \frac{1}{\gamma} \right) \right]} \quad (3.19)$$

Hierbei ist  $\gamma$  die Sekundärelektronenausbeute des Elektrodenmaterials.  $K_1$  und  $K_2$  sind Konstanten, die von der Gasart und von der Temperatur abhängen.

Der Übergang zur Glimmentladung ist durch die Entstehung von Raumladungen gekennzeichnet, die durch die unterschiedlichen Beweglichkeiten von Elektronen und Ionen hervorgerufen werden. Die positive Raumladung, welche vor der Katode entsteht, verzerrt das homogene elektrische Feld, so dass der Großteil der Spannung im katodennahen Bereich abfällt. Dieser Bereich wird als Katodenfall bezeichnet. Die Raumladung begünstigt die Ionisierung im katodennahen Bereich, wodurch eine geringere Spannung (Brennspannung) als die Zündspannung zur Aufrechterhaltung der Entladung ausreichend ist. In Abbildung 3.2 ist der Potentialverlauf von Townsend- und Glimmentladungen dargestellt.



**Abbildung 3.2:** Veränderung des Potentialverlaufes durch die entstehende Raumladung [2]

Entsprechend der Abbildung ist die elektrische Feldstärke in einer Townsend-Entladung über die gesamte Entladungsstrecke konstant (schwarze Kurve). Im Gegensatz dazu ver-



zerren bei einer Glimmentladung positive und negative Raumladung das elektrische Feld. Es stellt sich ein für die Glimmentladung typischer Potentialverlauf ein (rote bzw. blaue Kurve).

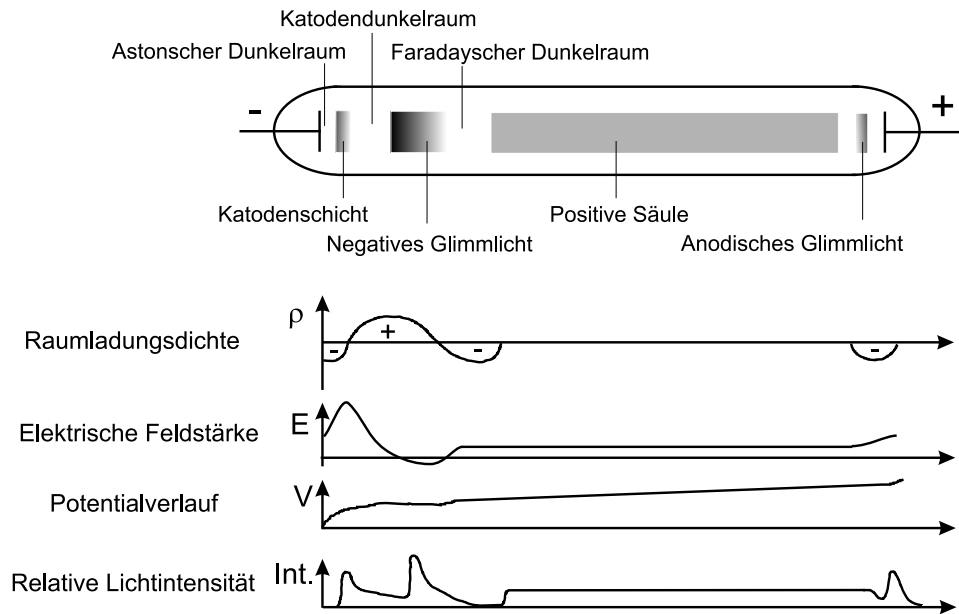
Die Glimmentladung kann in zwei Bereiche untergliedert werden. Im Bereich der normalen Glimmentladung ist die Spannung unabhängig vom sich einstellenden Stromfluss. Das bedeutet, dass die Stromdichte auf der genutzten Oberfläche der Katode konstant ist. Die Entladung konzentriert sich nur auf einen Teil der Elektrodenoberfläche und stellt sich dabei so ein, dass sie dem Spannungsminimum entspricht. Erhöht man die Stromstärke, so bleibt die Stromdichte konstant, es vergrößert sich nur die Elektrodenfläche, die den Stromfluss trägt. Wird die Elektrodenfläche vollständig von der Entladung bedeckt, kann der fließende Strom nur durch eine Erhöhung der Stromdichte vergrößert werden. Die Entladung geht in den Bereich der anormalen Glimmentladung über.

Die anormale Glimmentladung ist durch eine steigende Spannung bei steigendem Stromfluss charakterisiert. Bei einer weiteren Erhöhung des Stromflusses durchläuft die Spannung ein Maximum und fällt danach steil ab. Durch den in der anormalen Glimmentladung stark ansteigenden Ionenbeschuss der Katode wird diese bei hohen Stromdichten so stark erhitzt, dass eine Glühemission von Elektronen einsetzt. Dieser zusätzliche Prozess der Elektronenerzeugung bewirkt, dass bei einer deutlich kleineren Spannung ein größerer Strom fließen kann. Die Glimmentladung geht in die Bogenentladung über. Diese ist durch eine Spannung im Bereich von 10–100 V und sehr große Stromstärken gekennzeichnet und konzentriert sich auf kleine Bereiche der Katode.

Neben dem Prozess der Glühemission von Elektronen können auch andere Prozesse den Übergang der Glimmentladung in eine Bogenentladung auslösen. Z.B. erhöht sich durch lokales Verdampfen von Katodenmaterial die Gasdichte, und dies führt zu einer Erhöhung der Stromdichte in dem Verdampfungsgebiet [22]. Die Stromdichteerhöhung bewirkt ein weiteres Ansteigen der Temperatur in diesem Bereich der Katodenoberfläche und damit eine Erhöhung der Verdampfungsrate. Wird dieser sich aufschaukelnde Prozess nicht unterbrochen, konzentriert sich die Entladung auf diesen Bereich der Katode und bewirkt somit die Ausbildung einer Bogenentladung.

### 3.1.4 Der räumliche Aufbau der Entladung

Nach dem Zünden einer Glimmentladung stellt sich eine stabile Struktur aus leuchtenden und dunklen Bereichen ein. In Abbildung 3.3 sind die typischen Bereiche einer Niederdruck-Glimmentladung dargestellt. Um die Strukturen zu verstehen, sind in der Abbildung 3.3 auch die die Entladung charakterisierenden Größen wie die Raumladungsdichte, die daraus resultierende örtliche Feldstärke und der Potentialverlauf dargestellt.



**Abbildung 3.3:** Glimm- und Dunkelbereiche einer Niederdruck-Glimmentladung und charakteristische Größen [2]

Die durch den Aufprall der Ionen auf die Kathode ausgelösten Sekundärelektronen haben nur eine geringe kinetische Energie, die unterhalb der Schwelle für eine Elektronenstoß-Anregung liegt. Somit ist der katodennahe Bereich dunkel und durch eine negative Raumladung gekennzeichnet (Astonscher Dunkelraum).

Durch die Beschleunigung der Elektronen im Katodenfall nimmt die kinetische Energie zu. Reicht die Energie zur Anregung der Gasatome aus, so setzt eine Leuchterscheinung ein, die als Katodenschicht bezeichnet wird. Aufgrund der weiteren Beschleunigung der Elektronen nimmt zuerst die Intensität der Leuchterscheinung in Richtung Kathode zu. Wird das Maximum des Anregungsquerschnittes überschritten, nimmt die Intensität der Leuchterscheinung wieder ab.

Im sich anschließenden Katodendunkelraum liegt die kinetische Energie der Elektronen zwar über dem Maximum des Anregungsquerschnittes, jedoch noch vor bzw. im Maximum des Ionisierungsquerschnittes. Damit ist der Katodendunkelraum dunkler als die Katodenschicht. Es findet eine starke Ionisierung der Gasatome statt, wodurch die bereits beschriebene positive Raumladung entsteht. Die so erzeugten Ionen werden zur Kathode hin beschleunigt und lösen beim Auftreffen wiederum Elektronen aus. Im katodennahen Bereich des Katodendunkelraums können die bei der Ionisierung erzeugten Elektronen beschleunigt werden und damit selbst ionisieren. In den katodenfernen Gebieten reicht jedoch die Energie der Elektronen nicht mehr zum Überschreiten der Ionisierungsschwelle aus. Die mittlere kinetische Energie der Elektronen nähert sich damit wieder dem Maximum des

Anregungsquerschnittes.

Die als negatives Glimmlicht bezeichnete Leuchterscheinung ist raumladungsfrei und die elektrische Feldstärke durchläuft ein Minimum. Dadurch strömen in dieses feldschwache Gebiet sowohl langsame Elektronen wie auch Ionen. Die Leuchterscheinung entsteht aus der Relaxation angeregter Atome (3.18) und dem Rekombinationsleuchten (3.13), da die Wahrscheinlichkeit für die Strahlungsrekombination hoch ist. In Richtung Anode nimmt die Intensität des Glimmlichtes kontinuierlich ab, da die mittlere kinetische Energie der Elektronen unter das Maximum des Anregungsquerschnittes sinkt. Es erfolgt der stetige Übergang zum Faradayschen Dunkelraum.

Im Raum zwischen dem Faradayschen Dunkelraum und dem Anodenbereich befindet sich die positive Säule. In axialer Richtung ist die positive Säule ein homogenes Gebilde, was sich in der Konstanz der Feldstärke und der Intensität der Leuchterscheinung zeigt. Aus der Homogenität dieser Größen kann geschlossen werden, dass die Elektronen- und Ionenstromdichten an jeder Stelle der Säule gleich sind. Da jedoch viele Ladungsträger an den Gefäßwänden rekombinieren, ist eine ständige Neubildung von Ladungsträgern in der positiven Säule notwendig. Dadurch bildet sich zur Aufrechterhaltung des Stromes eine geringe Potentialdifferenz aus.

Im Bereich der Anode wird der Strom der Ladungsträger von der Glimmentladung zum äußeren Stromkreis geführt. Existiert eine positive Säule, so baut sich eine geringe negative Raumladung vor der Anode auf. Durch die Potentialdifferenz zwischen der positiven Säule und der Anode entsteht ein Anodenfall, in dem die Elektronen beschleunigt und Ionen erzeugt werden können. Die Ionen treten in die positive Säule ein. I. Allg. entspricht die Potentialdifferenz etwa dem Ionisierungspotential des Gases [2].

Befindet sich die Anode im Bereich des negativen Glimmlichts, wie es bei den im weiteren betrachteten Magnetronentladungen der Fall ist, so ist der durch die thermische Bewegung der Elektronen hervorgerufene Strom auf die Anode größer als der Entladungstrom, der durch den äußeren Stromkreis fließt. Dadurch nimmt die Anode in Bezug auf das Potential des Glimmlichts einen negativeren Wert an [2], [12]. BELKIND berichtet, dass durch eine Verkleinerung der Anodenfläche die Differenz zwischen Plasmapotential (Potential des Glimmlichts) und Anodenpotential reduziert wird. Bei sehr kleinen Anodenflächen kann das Plasmapotential einer Magnetronentladung negativer als das Anodenpotential sein. Die Potentialdifferenz kann Werte im Bereich von 100 V annehmen [23].

## 3.2 Ausbilden und Verlöschen einer Niederdruck– Entladung

### 3.2.1 Ausbilden einer Entladung

Liegt zwischen zwei Elektroden in einem Rezipienten ( $10^{-4} \text{ Pa} < p < 10^3 \text{ Pa}$ ) ein homogenes elektrisches Feld an und ist die angelegte Spannung größer als die Zündspannung, so kann sich eine selbständige Entladung ausbilden.

Die Zahl bereits natürlich vorhandener Ladungsträger beeinflusst die Zeit bis zur Zündung der Entladung. Darüberhinaus wird dieser so genannte Zündverzug auch von der Höhe der angelegten Spannung beeinflusst. Je größer die angelegte Spannung an der Entladungsstrecke ist, umso schneller kann sich die Entladung ausbilden [24].

Im weiteren soll die Zeit zur Ausbildung einer Townsend– Entladung ermittelt und damit die Zeit zur Zündung einer Glimmentladung näherungsweise abgeschätzt werden. Bei der Townsend– Entladung ist der Einfluss der Feldverzerrung durch die Bildung von Raumladungen noch gering, wodurch die Ionisierung noch nicht durch Raumladungen beeinflusst wird. Startet eine Elektronenlawine an der Katode, so werden durch Stoß– Ionisierungen Ionen und Elektronen erzeugt. Die Ionen und auch die durch Rekombinations– und Relaxationsprozesse entstehende Strahlung lösen wiederum Elektronen an der Katode aus, so dass eine neue Elektronenlawine entsteht. Der Lawinenmultiplikator  $M$  gibt an, ob diese Lawine durch die Prozesse erhalten, verstärkt oder vermindert wird.

Eine Glimmentladung wird selbständig, wenn gilt:

$$\gamma(e^{\alpha d} - 1) = M \geq 1 \quad . \quad (3.20)$$

Die so genannte Gasverstärkung  $e^{\alpha d}$ , welche aus dem Ionisierungsvermögen<sup>2</sup>  $\alpha$  und dem Elektrodenabstand  $d$  gebildet wird, charakterisiert die Ionisierungsprozesse im Volumen. Die Auslösungsprozesse der Elektronen aus der Katode werden durch den zweiten Townsendsche Koeffizient  $\gamma$  beschrieben, der sich i.Allg. aus Sekundärelektronenausbeuten zusammensetzt.

Bei einem Druck von ca. 1 Pa und einem Elektrodenabstand  $d$  von 15 cm beträgt bei einer angelegten Spannung von  $U = 500 \text{ V}$  das Ionisierungsvermögen ca.  $\alpha = 0.03 \text{ cm}^{-1}$  [25]. Die Sekundärelektronenausbeute beim Ionenbeschuss einer Titanoberfläche mit Argonionen liegt bei einem Wert von  $\gamma_{ion} = 0.9$  [26]. Setzt man diese Werte in Gleichung (3.20) ein, so erhält man für den Lawinenmultiplikator einen Wert von  $M = 0.5$ . Damit sind die angenommenen Prozesse für eine Aufrechterhaltung einer Entladung nicht ausreichend.

In die Betrachtung müssen weitere Effekte einbezogen werden, die zur Auslösung von Elektronen aus der Katode führen. Eine große Rolle spielt die Auslösung von Elektronen durch

---

<sup>2</sup>Zahl der Ionisierungstöße pro Längeneinheit

den Photoeffekt [18]. Nach FRANZ [2] kann man davon ausgehen, dass der Effekt in der gleichen Größenordnung wie der Herauslösungsprozess durch die Ionen liegt. Setzt man also für  $\gamma_{photo}=0.9$  an, so ergibt sich für den Lawinenmultiplikator  $M=1.02$ . Eine selbständige Entladung ist somit möglich.

Mit Hilfe der Theorie von ENGEL [22] kann nun die Zündzeit einer Townsend-Entladung berechnet werden. Dabei ist die zeitliche Zunahme des Ionisierungsgrades  $\frac{dX}{dt}$  proportional zum bereits bestehenden Ionisierungsgrad:

$$\frac{dX}{dt} = \frac{1}{\tau_z} X \quad . \quad (3.21)$$

Da der fließende Strom  $I$  in der Entladung proportional zum Ionisierungsgrad  $X$  ist, ergibt sich aus obiger Gleichung ein exponentieller Stromanstieg:

$$I(t) = I(t_0) e^{\frac{t}{\tau_z}} \quad . \quad (3.22)$$

$\tau_z$  ist hierbei die charakteristische Zündzeit und ergibt sich nach ENGEL [22] für eine Elektrodenanordnung, welche aus zwei parallelen Platten besteht, zu:

$$1 = \gamma \frac{\alpha v \tau_z}{\alpha v \tau_z - 1} \left( e^{\frac{\alpha v \tau_z - 1}{\alpha v \tau_z} \alpha d} - 1 \right) \quad , \quad (3.23)$$

wobei sich die Geschwindigkeit  $v$  aus den Driftgeschwindigkeiten der Ionen  $v_{ion}$  und der Elektronen  $v_e$  aus der Gleichung:

$$\frac{1}{v} = \frac{1}{v_{ion}} + \frac{1}{v_e} \quad \text{wenn } v_e \gg v_{ion} \text{ gilt} \quad \frac{1}{v} = \frac{1}{v_{ion}} \quad (3.24)$$

ergibt. Benutzt man die Substitution:

$$z = \frac{\alpha v \tau_z - 1}{\alpha v \tau_z} \quad , \quad (3.25)$$

so ergibt sich für Gleichung (3.23):

$$1 = \frac{\gamma}{z} (e^{z \alpha d} - 1) \quad . \quad (3.26)$$

Wird Gleichung (3.26) mit Hilfe des Banachschen Fixpunktsatzes mit den obigen Parametern gelöst, so ergibt sich ein Wert von  $z=0.905$ . Die Driftgeschwindigkeit der Ionen  $v_{ion}$  lässt sich nach [27] zu:

$$v_{ion} = \frac{\mu_{ion}}{e} |\vec{E}| \quad (3.27)$$

berechnen, wobei  $\frac{\mu_{ion}}{e}$  die Mobilität der Argonionen in Argon ist. Bei einem Druck von 1 Pa kann die Mobilität zu  $\frac{\mu_{ion}}{e} = 50.5 \frac{m^2}{Vs}$  bestimmt werden. Aus Gleichung (3.27) ergibt sich für die gewählte Anordnung eine Driftgeschwindigkeit von  $v_{ion} = 1.7 \cdot 10^5 \frac{m}{s}$ . Die charakteristische Zeitkonstante  $\tau_z$  erhält man durch Umstellung von Gleichung (3.25):

$$\tau_z = \frac{1}{(1 - z) \alpha v} = 20 \mu s \quad . \quad (3.28)$$

Betrachtet man die Zündung einer Entladung, also die Erhöhung des Entladungsstromes von  $10^{-9}$  A (natürlich vorhandene Ladungsträger) auf  $10^{-3}$  A (normale Glimmentladung), so beträgt nach Gleichung (3.22) die Zeit zur Ausbildung der Entladung:

$$t = \tau_z \ln \left( \frac{I(t)}{I(t_0)} \right) = \ln(10^6) \cdot \tau_z \approx 280 \mu\text{s} \quad . \quad (3.29)$$

Die beiden betrachteten Effekte zur Auslösung der Elektronen an der Katode und die damit verbundene Vergrößerung der Elektronenlawine besitzen unterschiedliche Zeitkonstanten. Der Prozess der Elektronenauslösung durch Ionenbeschuss ist durch die Driftgeschwindigkeit der Ionen zur Katode hin geprägt. Im Gegensatz dazu wird der mit dem Photoeffekt verbundene Prozess durch die Geschwindigkeit der Elektronen zur Anode hin bestimmt. Durch die deutlich größere Geschwindigkeit der Elektronen ist die Zeitkonstante des Photoeffekt-Prozesses geringer [2]. Da jedoch in der Ableitung nur die Geschwindigkeit der Ionen eingeht, kann davon ausgegangen werden, dass reale Zündzeiten geringer ausfallen. Gleichzeitig muss jedoch festgestellt werden, dass nur die Kombination beider Prozesse zur Ausbildung einer Entladung führt.

Außerdem wurde bei der Berechnung der Zündzeit die Bildung von Raumladungen und die dadurch begünstigte Ionisierung vernachlässigt. Dieser Effekt führt zu einer Verkürzung der Zündzeit von Glimm- und Magnetronentladungen.

### 3.2.2 Ambipolare Diffusion

Existiert in einem Volumen  $V$  ein Überschuss an Ladungsträgern, so bezeichnet man diesen Überschuss als Raumladung. Diese wirkt wie ein äußeres Feld und übt damit eine Kraft auf andere Ladungen aus. Durch die von den Raumladungen hervorgerufene Coulombkraft werden die Bewegungen der Ionen und Elektronen miteinander gekoppelt und so die örtliche Trennung der verschiedenen Ladungen behindert. Die so verkoppelten Drift- und Diffusionsvorgänge kann man formal als einen Diffusionsvorgang beschreiben, welcher als ambipolare Diffusion bezeichnet wird.

Die ambipolare Diffusion kann durch die Verknüpfung der Kontinuitätsgleichungen für die Ladungsträgerkonzentration der positiven  $n_{ion}(\vec{r}, t)$  und negativen Ladungsträger  $n_e(\vec{r}, t)$  durch folgende Gleichung beschrieben werden [18]:

$$\frac{\partial n(\vec{r}, t)}{\partial t} - \nu_a \Delta n(\vec{r}, t) = 0 \quad \text{mit der Annahme: } n_e = n_{ion} = n \quad . \quad (3.30)$$

Gleichung (3.30) hat die Form einer Diffusionsgleichung und  $\nu_a$  ist der Diffusionskoeffizient der ambipolaren Diffusion:

$$\nu_a = \frac{\mu_{ion}\nu_e + \mu_e\nu_{ion}}{\mu_{ion} + \mu_e} \quad . \quad (3.31)$$

In Gleichung (3.31) stellen  $\mu_{ion}$  die Beweglichkeit der Ionen und  $\mu_e$  die der Elektronen dar.  $\nu_{ion/e}$  ist der jeweilige Diffusionskoeffizient der Trägerart. Unter Annahme der Maxwell'schen Energieverteilung ergibt sich der Diffusionskoeffizient aus der Beweglichkeit  $\mu$ , der Boltzmann–Konstante  $k$  und der Temperatur  $T$  zu [18]:

$$\nu = \mu k T \quad . \quad (3.32)$$

Werden die negativen Teilchen durch Elektronen und die positiven Teilchen durch Ionen repräsentiert, können folgende Vereinfachungen für eine Glimmentladung getroffen werden:

$$T_e \gg T_{ion} \quad \text{und} \quad \mu_e \gg \mu_{ion} \quad . \quad (3.33)$$

Mit den Gleichungen (3.32) und (3.33) ergibt sich aus Gleichung (3.31) der Koeffizient der ambipolaren Diffusion zu:

$$\nu_a = \mu_{ion} k T_e \quad . \quad (3.34)$$

In einer Glimmentladung wird die ambipolare Diffusion durch die Elektronentemperatur und die Beweglichkeit der Ionen bestimmt. Nimmt man eine exponentielle zeitliche Abnahme der Ladungsträgerkonzentration nach dem Abschalten eines elektrischen Feldes an:

$$n(\vec{r}, t) = n(\vec{r}) e^{-\frac{t}{\tau_d}} \quad , \quad (3.35)$$

so ergibt sich die zeitunabhängige Differentialgleichung (3.30) zu:

$$\frac{n(\vec{r})}{\nu_a \tau_d} + \Delta n(\vec{r}) = 0 \quad . \quad (3.36)$$

Dabei ist  $\tau_d$  die Zerfallszeit<sup>3</sup> für eine gewählte Geometrie bei einem bestimmten Druck. Die Differentialgleichung kann für spezielle Geometrien, wie z.B. Parallelplatten-, Zylinder- oder Kugelanordnungen, analytisch gelöst werden.

### 3.2.3 Betrachtung des Zerfalls einer Plasmakugel

Eine überschaubare Lösung bietet der Zerfall des Plasmas in einer Hohlkugel mit dem Radius  $R$  nach der Abschaltung eines äußeren elektrischen Feldes. Eine Rekombination der Ladungsträger erfolgt nur an den Wänden der Hohlkugel ( $r = R$ ). Auf diese Weise soll die Größenordnung der Zerfallszeit eines Plasmas bestimmt werden. Die Differentialgleichung (3.36) für die Ladungsträgerdichte  $n(\vec{r})$  kann durch die Kugelkoordinaten  $r, \varphi, \theta$  ausgedrückt werden:

$$\frac{n}{\nu_a \tau_d} + \frac{d^2 n}{dr^2} + \frac{2}{r} \frac{dn}{dr} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left( \sin \theta \frac{\partial n}{\partial \theta} \right) + \frac{1}{r^2 \sin^2 \theta} \frac{\partial^2 n}{\partial \varphi^2} = 0 \quad . \quad (3.37)$$

---

<sup>3</sup>oft auch als Diffusionszeit bezeichnet

Da keine Abhängigkeit von den Winkeln  $\theta$  und  $\varphi$  existiert, vereinfacht sich Gleichung (3.37) zu:

$$\frac{n}{\nu_a \tau_d} + \frac{d^2 n}{dr^2} + \frac{2}{r} \frac{dn}{dr} = 0 \quad . \quad (3.38)$$

Mit der Substitution:

$$n(r) = \frac{z(r)}{r} \quad (3.39)$$

wird aus Gleichung (3.38) eine gewöhnliche Differentialgleichung zweiter Ordnung:

$$\frac{d^2 z}{dr^2} + \frac{z}{\nu_a \tau_d} = 0 \quad (3.40)$$

mit folgendem Lösungsansatz:

$$z(r) = A \cos\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) + B \sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) \quad . \quad (3.41)$$

Durch Einsetzen der Substitution (3.39) ergibt sich der Lösungsansatz für die Gleichung (3.38) zu:

$$n(r) = \frac{A}{r} \cos\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) + \frac{B}{r} \sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) \quad . \quad (3.42)$$

Infolge eines endlichen Wertes der Ladungsträgerdichte  $n$  am Ort  $r=0$  kann der Koeffizient  $A$  nur den Wert Null annehmen. Aus der Anfangsbedingung  $n(R)=0$  kann die Diffusionszeit  $\tau_d$  bestimmt werden:

$$n(R) = 0 = \frac{B}{R} \sin\left(\frac{R}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) \quad \Leftrightarrow \quad \tau_{d_k} = \frac{R^2}{\nu_a} (k\pi)^2 \quad \text{mit } k \in N \quad . \quad (3.43)$$

Betrachtet man nur die Mode mit  $k=1$ , so ergibt sich die ortsabhängige Lösung zu:

$$n(r) = \frac{B}{r} \sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) \quad \text{mit} \quad \tau_d = \frac{R^2}{\nu_a} \pi^2 \quad . \quad (3.44)$$

Mit dem Lösungsansatz für die zeitabhängige Lösung (3.35) ergibt sich:

$$n(r, t) = n(r) e^{-\frac{t}{\tau_d}} = \frac{B}{r} \sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) e^{-\frac{t}{\tau_d}} \quad . \quad (3.45)$$

Mit der Anfangsbedingung  $n(r, t=0) = n_0(r)$  kann aus der Gleichung der Koeffizient  $B$  bestimmt werden:

$$n(r, 0) = \frac{B}{r} \sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right) = n_0(r) \quad \Rightarrow \quad B = \frac{n_0(r) r}{\sin\left(\frac{r}{\sqrt{\nu_a \tau_d}}\right)} \quad . \quad (3.46)$$

Setzt man  $B$  in Gleichung (3.45) ein, so ergibt sich die zeitabhängige Lösung:

$$n(r, t) = n_0(r) e^{-\frac{t}{\tau_d}} \quad \text{mit} \quad \tau_d = \frac{R^2}{\nu_a} \pi^2 \quad . \quad (3.47)$$



Bei einer Elektronentemperatur von 23000 K (siehe Tabelle 3.1) beträgt der Koeffizient der ambipolaren Diffusion nach Gleichung (3.34) ca.  $\nu_a = 100 \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ .

Mit einem Kugelradius von ca. 0.1 m ergibt sich eine Diffusionszeit  $\tau_d$  von 10  $\mu\text{s}$ . Beträgt die anfängliche Ladungsträgerdichte in der Plasmakugel  $n = 1 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ , was einem Ionisierungsgrad von ca. 1% bei einem Druck von 0.3 Pa entspricht, so ergibt sich nach Gleichung (3.47) der in Abbildung 3.4 dargestellte zeitliche Verlauf der Ladungsträgerdichte.

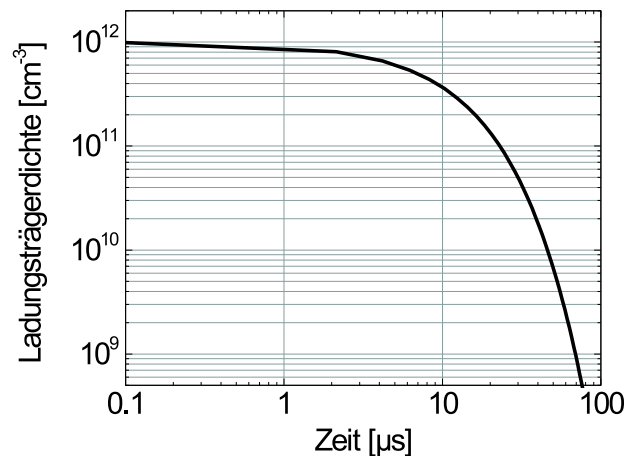


Abbildung 3.4: Zeitlicher Verlauf der Ladungsträgerdichte

Aus der Abbildung 3.4 ist ersichtlich, dass nach 1  $\mu\text{s}$  noch etwa 90% der Ladungsträger, nach 10  $\mu\text{s}$  noch 35% und nach 100  $\mu\text{s}$  weniger als 0.01% der Ladungsträger im Plasma vorhanden sind.

Da sich die Mobilität der Ionen in Magnetfeldern, wie sie bei Magnetronentladungen üblich sind, nur leicht verringert, kann davon ausgegangen werden, dass die hier ermittelte Diffusionszeit  $\tau_d$  in erster Näherung auch für Magnetronentladungen gilt.

### 3.3 Reaktive Magnetronentladung

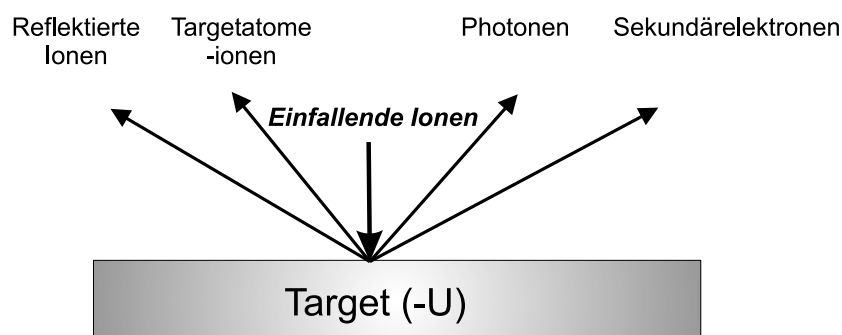
#### 3.3.1 Sputterprozess

Unter der Zerstäubung<sup>4</sup> wird das Abtragen einer Festkörperoberfläche durch eine energiereiche Partikelstrahlung, z.B. durch Inertgasionen ( $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ - Ionen), verstanden. In einem elektrischen Feld werden die im Katodendunkelraum und negativen Glimmlicht erzeugten Ionen auf die negativ geladene Katode, im weiteren als Target bezeichnet, beschleunigt.

<sup>4</sup>engl. Sputtering, eingedeutscht: Sputtern

Die Energieübertragung der Ionen an die Gitteratome erfolgt in einzelnen elastischen Zweierstößen. Die infolge des Stoßes von ihrem Gitterplatz losgelösten Atome können wiederum durch weitere Stöße andere Gitteratome von ihren Gitterplätzen lösen.

Aufgrund der regelmäßigen Anordnung der Gitteratome bei polykristallinen Targetmaterialien bzw. der Nahordnung bei amorphen Materialien bildet sich die Stoßfolge nicht in beliebige Richtungen aus, sondern es kommt i.Allg. zu einer Fokussierung der Stöße in bestimmte Richtungen. Die Zerstäubung erfolgt, indem eine fokussierende Stoßfolge die Oberfläche erreicht und dem Oberflächenatom eine Energie übertragen wird, die größer als die Oberflächenbindungsenergie ist. Die bei einem Sputterprozess emittierten Teilchen und die ausgesendete Strahlung sind in Abbildung 3.5 dargestellt.



**Abbildung 3.5:** Durch einfallende Inertgasionen hervorgerufene Partikelstrahlung

Zum überwiegenden Teil besteht das gesputterte Targetmaterial aus Neutralteilchen, nur maximal 5% der Teilchen sind ionisiert [28].

Die Energie der gesputterten Teilchen ist abhängig von der Masse und der Oberflächenbindungsenergie  $Q_{sb}$  der Targetatome und von der Masse und Energie der einfallenden Ionen. Wie man aus Abbildung B.1 des Anhangs B schließen kann, sinkt die kinetische Energie der gesputterten Atome mit einer zunehmenden Masse der einfallenden Ionen. Damit beeinflusst die Wahl des Sputtergases die Energie der gesputterten Atome. Dagegen ist die Abhängigkeit von der Energie der einfallenden Ionen nur schwach ausgeprägt. In einem Sputtermodell von MAHAN wird die Beziehung zwischen der mittleren kinetischen Energie  $\bar{E}_{kin}$  und der Targetspannung  $U$  wie folgt angegeben [29]:

$$\bar{E}_{kin} = Q_{sb} \ln \left( \frac{f_e eU}{Q_{sb}} \right) \quad . \quad (3.48)$$

Hierbei ist  $f_e$  der Energie– Transfer– Faktor beim elastischen Stoß, der sich aus den Massen von Targetmaterial und Sputtergasion ergibt. Die Oberflächenbindungsenergie  $Q_{sb}$  von Titan kann aus dem Quotienten von Sublimationsenthalpie  $\Delta H_{Sublimation}$  und Avogadro–Konstante  $N_A$  zu einem Wert von  $Q_{sb} = 4.92 \text{ eV}$  bestimmt werden. Beim Sputtern von Titan mit Argonionen bei einer Entladungsspannung von  $U = 400 \text{ V}$  beträgt die mittlere

kinetische Energie der gesputterten Atome ca. 21.5 eV und erhöht sich bei einer Spannung von 1000 V auf einen Wert von 26.0 eV .

Die Sputterausbeute  $Y$  gibt die durchschnittliche Zahl der gesputterten Atome pro einfallendem Ion an. Im Anhang C ist in der Abbildung C.1 die Abhängigkeit der metallischen Sputterausbeute von Titan als Funktion der Energie der einfallenden Ionen dargestellt.

Beträgt die Sputterausbeute  $Y$  für Titan bei einer Energie der auftreffenden Ionen von 100 eV ca. 0.08, so steigt sie durch eine Erhöhung der Energie auf 500 eV auf einen Wert von 0.45. Bei einer Ionenenergie von 1000 eV vergrößert sich die Sputterausbeute auf einen Wert von 1.3. Damit besteht im Bereich von 100 bis 1000 eV zwischen der Sputterausbeute und der Ionenenergie  $E_{ion}$  annähernd der lineare Zusammenhang:

$$Y = 0.0012 \cdot \frac{E_{ion}}{eV} - 0.01 \quad . \quad (3.49)$$

Betrachtet man die Abhängigkeit der Sputterausbeute vom Sputtergas, so ist sie für Neon, Argon und Krypton annähernd gleich. Nur für Wasserstoff und Helium liegen die Werte deutlich niedriger.

Durch die unterschiedliche Sekundärelektronenausbeute  $\gamma$  der Oberfläche von Metallen und Verbindungsschichten (Oxide) ergibt sich eine starke Beeinflussung der Strom– Spannungs– Charakteristik bei den im weiteren betrachteten reaktiven Sputterprozessen. In Tabelle 3.2 sind die maximalen Werte der Sekundärelektronenausbeuten  $\gamma_{max}$  für Metalle und ihre Oxide zusammengefasst.

	Mg	MgO	Sn	SnO <sub>2</sub>	Si	SiO <sub>2</sub>	Ti	TiO <sub>2</sub>
$\gamma_{max}$	0.95	3-15	1.35	3.2	1.1	2.1-4	0.9	2

**Tabelle 3.2:** Maximale Sekundärelektronenausbeuten für Metalle und ihre Oxide [26]

### 3.3.2 Aufbau eines Magnetrons

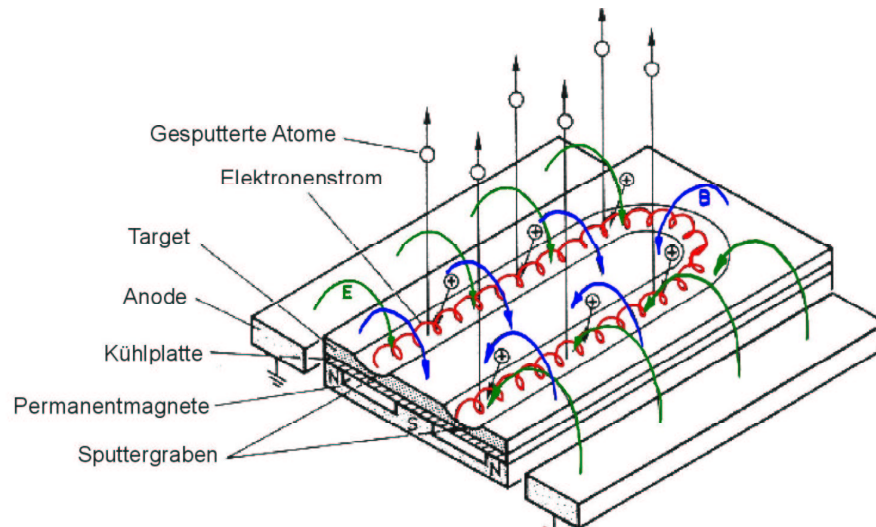
Bei einer Niederdruck– Glimmentladung ohne zusätzliches Magnetfeld beträgt der Ionisierungsgrad vor der Katode nur etwa 0.1% [15]. Die damit verbundene Ionenstromdichte in Richtung Target und die daraus resultierende Zerstäubungsrate ist entsprechend niedrig.

Wird dem elektrischen Feld  $\vec{E}$  eine durch Permanentmagnete erzeugte magnetische Induktion  $\vec{B}$  senkrecht überlagert, so wirkt neben der Coulombkraft auch die Lorentzkraft auf die Bahnen der aus der Katode ausgelösten Elektronen. Die Überlagerung der beiden Kräfte ist gegeben durch:

$$\vec{F} = Q (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad . \quad (3.50)$$

Die Überlagerung verursacht eine Driftbewegung der emittierten und im Katodenfall beschleunigten Elektronen parallel zur Targetoberfläche und senkrecht zur magnetischen Induktion. Die Elektronen werden auf Zykloidenbahnen im Magnetfeld geführt, bis sie ihre kinetische Energie durch Stoßprozesse an die Gasatome abgegeben haben und dann als thermische Elektronen (ca. 10 eV) zur Anode driften können [30].

In Abbildung 3.6 ist der Aufbau eines planaren Magnetrons dargestellt.



**Abbildung 3.6:** Schematischer Aufbau eines planaren Magnetrons mit Anode

**rot:** Elektronenbahnen

**blau:** magnetische Induktion  $\vec{B}$

**grün:** elektrische Feldstärke  $\vec{E}$

Der magnetische Einschluss der Elektronen im katodennahen Bereich führt zu einer deutlichen Erhöhung der Ionisierung. Aufgrund der Zykloidenbahnen der Elektronen wird die Aufenthaltsdauer dieser im Katodenfall und damit die Ionisierungswahrscheinlichkeit vergrößert. Dadurch schrumpft die Ausdehnung des Katodenfalls auf 1–10 mm. Außerdem wird durch das Magnetfeld die Drift der Elektronen zu den Wänden und die damit verbundene Rekombination schneller Elektronen vermindert. Die Vergrößerung der Ionisierung im katodennahen Bereich bewirkt eine deutliche Zunahme der Zerstäubungsrate. Auf die Bahnen der schweren positiven Inertgasionen hat die magnetische Induktion ( $B_{\parallel} = 20-30$  mT) nahezu keinen Einfluss.

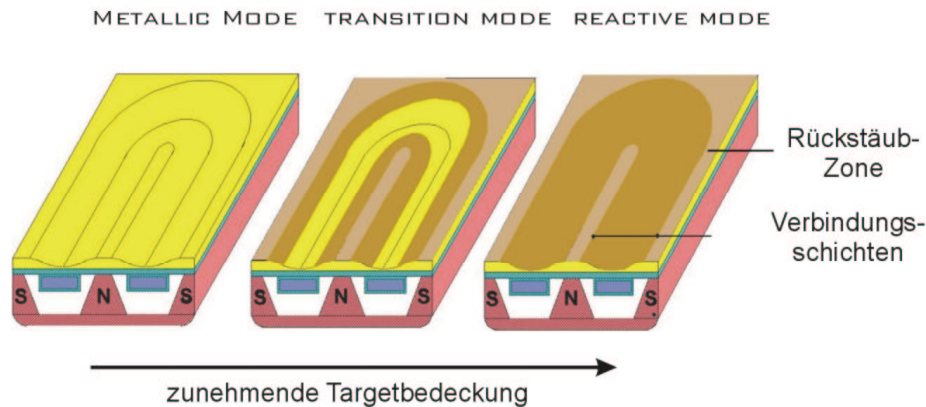
Die Elektronenstromdichte ist an den Orten der verschwindenden Vertikalkomponente der magnetischen Induktion maximal. Durch die Proportionalität zwischen der Ionenstromdichte und der Elektronenstromdichte findet an diesen Orten die stärkste Erosion entlang einer Linie statt. Es entsteht der typische Sputtergraben. Entsprechend ist die Ionenstromdichte an den Orten mit einer großen Vertikalkomponente der magnetischen Induktion sehr

klein. Dadurch ist die Zerstäubungsrate in diesen Bereichen sehr niedrig und wird häufig durch die Rückstreuung von gesputtertem Targetmaterial überlagert, so dass sich eine so genannte Rückstäubzone ausbildet.

### 3.3.3 Reaktives Sputtern

#### 3.3.3.1 Hysterese

Durch das Einbringen eines reaktiven Arbeitsgases in einen Sputterprozess mit einem metallischen Target können Verbindungsschichten wie z.B. Metalloxide und -nitride auf einem Substrat abgeschieden werden. Dieser Prozess wird als reaktives Sputtern bezeichnet. Neben der gewünschten Reaktion der gesputterten Teilchen mit dem Reaktivgas auf dem Substrat findet diese Reaktion auch auf der Targetoberfläche statt. Durch Chemisorption von Reaktivgasatomen und -molekülen sowie der Ionenimplantation von energiereichen Reaktivgasionen können sich auf der Targetoberfläche Oxide bzw. Nitride bilden [12]. Eine Ablagerung der Verbindungsschichten setzt dann ein, wenn die Bildungsrate von Verbindungsschichten die Zerstäubungsrate übersteigt. In Abbildung 3.7 ist eine Zunahme der Bedeckung der Targetoberfläche mit Verbindungsschichten dargestellt.



**Abbildung 3.7:** Zunehmende Bedeckung der Targetoberfläche

Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, bilden sich die Verbindungsschichten symmetrisch zum Sputtergraben aus, beginnend im Bereich der Rückstäubzonen. Dies wird durch die inhomogene Stromdichteverteilung der Arbeitsgasionen verursacht.

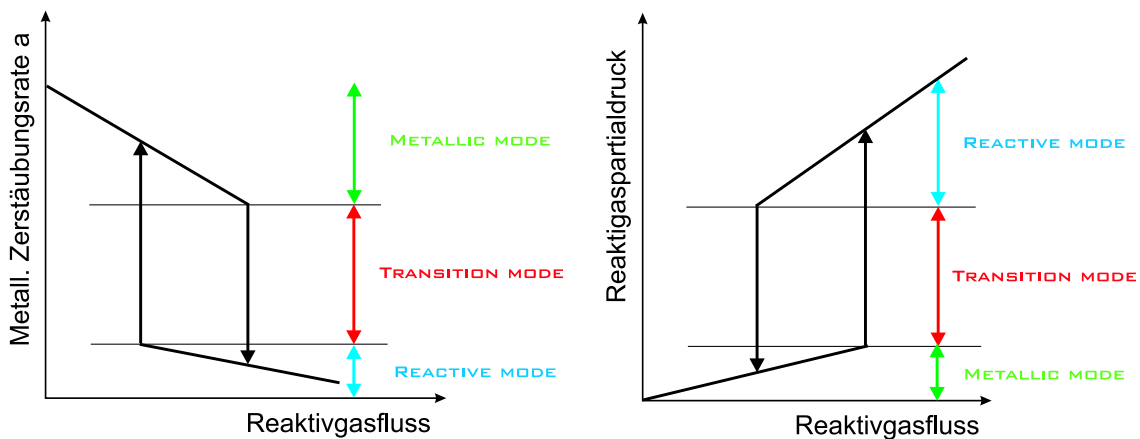
Im Allg. ist die Sputterausbeute der Verbindungsschichten  $Y_{verbind}$  deutlich niedriger als die der Metalle  $Y_{metall}$ . Bei einer Energie der einfallenden Argonionen von 500 eV beträgt die Sputterausbeute für Titan 0.45 Atome pro Ion und für  $TiO_2$  0.13 [26]. Die Metallzerstäubungsrate  $a_{metall}$  kann durch das Flächenintegral über die Targetoberfläche aus dem

Bedeckungsgrad  $\Theta(x, y)$  und der Ionenstromdichte  $j(x, y)$  abgeleitet werden [20]:

$$a_{\text{metall}} = \int_A j(x, y) [Y_{\text{metall}} (1 - \Theta(x, y)) + Y_{\text{verbind}} \Theta(x, y)] dx dy \quad . \quad (3.51)$$

Der Bedeckungsgrad gibt das Verhältnis zwischen der mit Verbindungsschichten bedeckten und der metallischen Oberfläche an. Bei der Abscheidung von dielektrischen Schichten ändert sich neben dem Bedeckungsgrad auch die Verteilung der Ionenstromdichte, da sich der bedeckte Targetbereich positiv auflädt.

Von besonderem Interesse bei der Bedeckung der Targetoberfläche ist der Zusammenhang zwischen dem Reaktivgasfluss und der metallischen Zerstäubungsrate, welcher in der linken Grafik der Abbildung 3.8 abgebildet ist. In der rechten Grafik ist der sich daraus ergebende Zusammenhang zwischen Reaktivgasfluss und Reaktivgaspartialdruck dargestellt.



**Abbildung 3.8:** Hysterese einer reaktiven Magnetronentladung [12]

**links:** Abhängigkeit der metallischen Zerstäubungsrate vom Reaktivgasfluss

**rechts:** Reaktivgaspartialdruck in Abhängigkeit vom Reaktivgasfluss

Bei geringen Reaktivgasflüssen ist der Bedeckungsgrad des Targets klein und entsprechend Gleichung (3.51) ist die metallische Zerstäubungsrate groß. In diesem Bereich der reaktiven Entladung, welcher als METALLIC MODE bezeichnet wird, wird das zugeführte Reaktivgas fast vollständig vom Prozess gebunden. Die auf dem Substrat abgeschiedenen Verbindungsschichten haben in Hinblick auf ihre Schichtzusammensetzung einen geringen Reaktivgasanteil und zeigen noch metallische Eigenschaften. Infolge der hohen Metallzerstäubungsrate ist der Reaktivgasverbrauch des Prozesses hoch und damit der Reaktivgaspartialdruck niedrig.

Wird der Reaktivgasfluss erhöht, so nimmt der Bedeckungsgrad des Targets mit den Verbindungsschichten kontinuierlich von außen her in Richtung des Sputtergrabens zu. Bei einem definierten Reaktivgasfluss kommt es zu einem abrupten Übergang vom METALLIC MODE zum REACTIVE MODE innerhalb von ca. 100 ms [30]. Das bedeutet, dass die

Targetbedeckung an diesem Punkt der reaktiven Entladung nicht kontinuierlich, sondern sprunghaft mit einer Erhöhung des Reaktivgasflusses zunimmt. Durch die stark sinkende Metallzerstäubungsrate verringert sich der Reaktivgasverbrauch des Prozesses extrem und der Reaktivgaspartialdruck steigt stark an. Nach diesem abrupten Übergang ist der stabile REACTIVE MODE erreicht. Der Wert des Reaktivgasflusses am Übergang vom METALLIC MODE zum REACTIVE MODE wird durch die elektrische Leistungsdichte und das Saugvermögen bestimmt. Im REACTIVE MODE ist das Target vollständig bedeckt.

Durch die geringe Metallzerstäubungsrate und dem hohen Reaktivgaspartialdruck werden auf dem Substrat Verbindungsschichten im stöchiometrischen Verhältnis mit geringer Beschichtungsrate abgeschieden. Wird der Reaktivgasfluss ausgehend vom REACTIVE MODE wieder verringert, so tritt i.Allg. eine Hysterese auf. Der Wert der Hysterese ist vom Saugvermögen, von der elektrischen Leistungsdichte und weiteren Parametern abhängig.

Um die Beschichtungsrate bei gleichbleibenden Schichteigenschaften zu erhöhen, ist eine Erhöhung der Metallzerstäubungsrate notwendig, d.h. die Entladung muss im Bereich zwischen dem REACTIVE MODE und dem METALLIC MODE stabilisiert werden. Beim Arbeiten im instabilen TRANSITION MODE ist der Bedeckungsgrad  $\Theta$  deutlich kleiner 1, d.h. der Teil des Sputtergrabens mit der höchsten Ionenstromdichte ist unbedeckt (siehe auch Abbildung 3.7). Eine Stabilisierung des Prozesses im TRANSITION MODE ist nicht ohne weitere Maßnahmen möglich.

### 3.3.3.2 Prozessführung

Betrachtet man die Änderung des durch die Entladung verbrauchten Reaktivgasflusses  $df_{r,Entl}$  in Bezug auf die entsprechende Änderung des Reaktivgaspartialdruckes  $dp_r$ , so kann nach SPENCER eine Stabilitätsbedingung für reaktive Sputterprozesse aus dem Saugvermögen  $S_p$  der installierten Pumpen abgeleitet werden [31]:

$$S_p > - \left( \frac{df_{r,Entl}}{dp_r} \right) . \quad (3.52)$$

Ist der Ausdruck in der Klammer größer als Null, so tritt eine Selbststabilisierung des Systems bei einem beliebigen Saugvermögen ein. Dies bedeutet, dass der Reaktivgasverbrauch der Entladung mit einem steigendem Reaktivgaspartialdruck (also steigender Bedeckung) zunimmt. Ein solches Verhalten konnte bei der reaktiven Abscheidung von  $AlN_x$  oder  $SiO_x$  beobachtet werden [30].

I.Allg. sinkt der Reaktivgasverbrauch der Entladung mit steigender Bedeckung, der Klammerausdruck ist negativ. Eine Stabilisierung kann nur durch ein sehr hohes Saugvermögen ermöglicht werden, was aus technischer Sicht nur bei kleinen Targetflächen sinnvoll ist [32]. Eine weitere Möglichkeit der Stabilisierung ist die Entkoppelung des Bedeckungsprozesses

auf dem Target vom Beschichtungsprozess am Substrat. Dies kann durch die Vergrößerung des Target– Substrat– Abstandes oder durch die Trennung des Substratraumes vom Targetraum mit Hilfe von Blenden erfolgen [33].

Eine andere Lösung wird durch PERRY vorgeschlagen [34]. Durch eine Oszillation der elektrischen Leistung erfolgt ein Pendeln der reaktiven Entladung zwischen dem METALLIC MODE und dem REACTIVE MODE. Dadurch kann die Beschichtungsrate signifikant erhöht werden. Jedoch besteht dabei die Gefahr der Abscheidung von Gradientenschichten.

Alle hier beschriebenen Methoden sind oft nur unter hohem Aufwand zu realisieren und eignen sich nur bedingt für eine Anwendung bei der Großflächenbeschichtung. Für eine aktive Stabilisierung des Prozesses im TRANSITION MODE ist eine eindeutige und schnelle Charakterisierung des Bedeckungsgrades notwendig. Zur Bestimmung des Bedeckungsgrades kann die Abhängigkeit der Metallzerstäubungsrate und Sekundärelektronenausbeute vom Bedeckungsgrad genutzt werden. Folgende Parameter der Entladung eignen sich dadurch als Regelgröße für eine aktive Regelung des Prozesses:

- Parameter der Stromversorgung (Strom, Spannung, Plasmaimpedanz)
- Reaktivgaspartialdruck (bei konstantem Sputtergasdruck auch der Totaldruck)
- Plasmaemission (Linienstrahlung)

Eine monotone und ausreichende Änderung der elektrischen Größen (Spannung, Strom) im TRANSITION MODE ist nicht bei allen reaktiven Prozessen vorhanden. Z.B. beträgt ihre Änderung bei der Abscheidung von  $\text{TiO}_x$  ca. 20% (siehe Abbildung 3.11).

Die Messung des Reaktivgaspartialdruckes mit Hilfe eines Massenspektrometers ist nicht sinnvoll, da die Messdauer für eine Änderung des Partialdruckes die Reaktionszeit des Prozesses (100 ms) überschreitet. In letzter Zeit werden Sonden zur Messung des Sauerstoffpartialdruckes (Lambda– Sonden [35]) eingesetzt, bei denen die Messzeit im Bereich von 100 ms liegt und somit die Sonde zur aktiven Regelung benutzt werden kann.

Auch die auftretende Plasmaemission kann zur Partialdruckmessung eingesetzt werden, indem die Intensität einer Emissionslinie des Reaktivgases genutzt wird [36].

Die Messung der Plasmaemission (Linienstrahlung) erfolgt durch eine Sonde direkt vor dem Target und wird nahezu verzögerungsfrei durch Lichtwellenleiter aus dem Plasma übertragen. Oft besteht ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Intensität einer Emissionslinie und der Metallzerstäubungsrate des Targetmaterials. Bei einer direkten Anregung aus dem Grundzustand gilt für die Intensität der Linienstrahlung  $\varphi$  [37]:

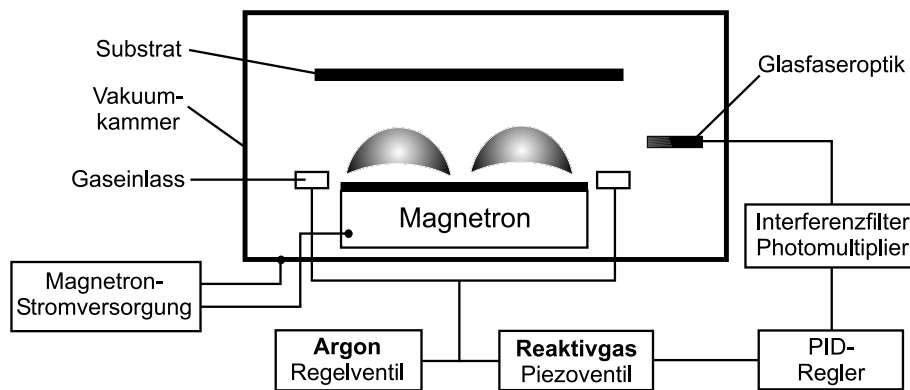
$$\varphi = h \nu n_s n_e \int_{v_{e_{min}}}^{\infty} \sigma_e(v_e) f_e(v_e) v_e dv_e \quad . \quad (3.53)$$

$n_s$  ist die Teilchendichte der Metallatome im Grundzustand und  $n_e$  die Elektronendichte. Die Geschwindigkeitsverteilung  $f_e$  der Elektronen wird i.Allg. als Maxwellverteilung ange-



nommen.  $\sigma_e$  ist Anregungsquerschnitt des betrachteten Übergangs. Beide Größen sind von der Geschwindigkeit der Elektronen  $v_e$  abhängig.

Durch die steigende Bedeckung verringert sich die Metallzerstäubungsrate und damit die Teilchendichte  $n_s$  der Targetatome im Plasma. Nach Gleichung (3.53) kommt es zu einer Verringerung der Intensität der Emissionslinie des Targetmaterials. Das in Abbildung 3.9 dargestellte Prinzip des Plasma- Emissions- Monitors nutzt diese Eigenschaft, um einen geschlossenen Regelkreis aufzubauen.



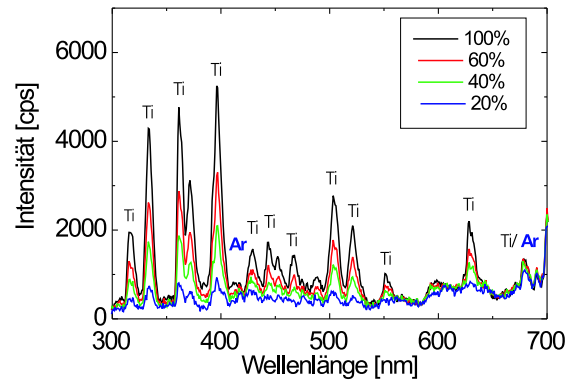
**Abbildung 3.9:** Prinzip des Plasma- Emissions- Monitors (PEM) nach [11]

Durch die Messung der Intensität der Plasmaemission mit Hilfe von Photomultipliern kann nur eine relative Aussage zum Zustand der reaktiven Magnetronentladung geliefert werden. Deshalb muss zu Beginn eines Prozesses eine Kalibrierung durchgeführt werden. I. Allg. wird die Intensität der Emissionslinie beim metallischen Prozess kalibriert [11].

### 3.3.4 Regelung des reaktiven Prozesses zur Abscheidung von Titanoxid

Zur Charakterisierung reaktiven DC- Sputterns von Titan in einem Argon- Sauerstoff- Gemisch wurden eigene Voruntersuchungen durchgeführt. Als Regelgröße zur Stabilisierung des Sputterprozesses diente eine Titan- Emissionslinie (500 nm). Die Intensität der Emissionslinie sinkt mit steigender Targetbedeckung. Mit einem PID- Regler wurde der Sauerstofffluss mittels Piezoventil gestellt. In Abbildung 3.10 ist die Veränderung des Spektrums der Plasmaemission in Abhängigkeit der Intensität der Titan- Emissionslinie und damit als Funktion der Targetbedeckung dargestellt.

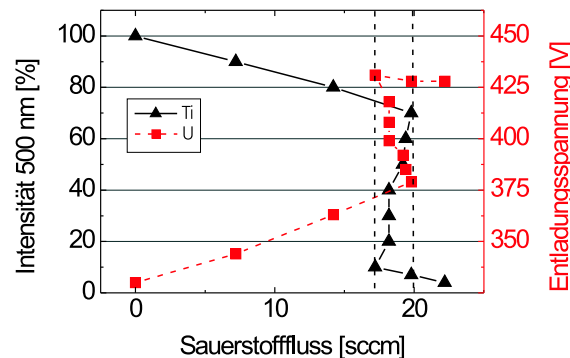
Nahezu alle signifikanten Linien sind im dargestellten Bereich des Spektrums bis ca. 650 nm Titan- Emissionslinien. Die Intensitäten der sichtbaren Argon- Emissionslinien (420 nm, 680 nm) sind unabhängig von der Targetbedeckung. Intensitätsstarke Emissionslinien des Reaktivgases können nicht detektiert werden.



**Abbildung 3.10:** Spektren der reaktiven Entladung von  $\text{TiO}_x$

Regelgröße: Titanlinie 500 nm, LB 250, MDX,  $P = 2 \text{ kW}$ ,  $p_{Ar} = 0.5 \text{ Pa}$

In der nächsten Abbildung 3.11 ist der Zusammenhang zwischen der Intensität der Titan-Emissionslinie, der Entladungsspannung und dem Reaktivgasfluss dargestellt.



**Abbildung 3.11:** Zusammenhang zwischen Intensität der Titan-Emissionslinie, dem Sauerstofffluss und der Entladungsspannung

LB 250, DC (MDX),  $P = 2 \text{ kW}$ ,  $p_{Ar} = 0.5 \text{ Pa}$

Wie bereits dargelegt, sinkt die Intensität der Titan-Emissionslinie mit steigender Targetbedeckung. Gleichzeitig steigt die Entladungsspannung. Betrachtet man den Zusammenhang zwischen der Intensität und dem Reaktivgasfluss, so kann der Bereich zwischen 17–20 sccm als TRANSITION MODE identifiziert werden. Dieser ist durch zwei senkrechte, gestrichelte Linien markiert. Im TRANSITION MODE sinkt mit steigender Bedeckung der Reaktivgasfluss, um dann bei Intensitätswerten kleiner 10% wieder zu steigen. Im REACTIVE MODE bleibt die Spannung unverändert.

Mit einer PEM-Regelung können reaktive Arbeitspunkte im TRANSITION MODE eindeutig stabilisiert und damit die Beschichtungsrate um den Faktor 2–3 erhöht werden [38].

### 3.3.5 Probleme bei der Abscheidung dielektrischer Schichten

Bei der Abscheidung dielektrischer Schichten führt die Bedeckung der Targetoberfläche mit nicht bzw. schlecht leitfähigen Schichten zur Entstehung von Oberflächenladungen. Diese entstehen, wenn der Ionenstrom zum bedeckten Targetsegment größer als der durch die entstandene Schicht abfließende Strom ist. Erreichen die durch die Aufladung der Oberfläche entstehenden Potentialdifferenzen Werte im Bereich der Durchschlagsfeldstärke, können Spannungsdurchbrüche auftreten. Diese spielen als Zündmechanismus für Bogenentladungen infolge einer starken Elektronenemission eine bedeutende Rolle. In Abbildung 3.12 wird der Prozess der Bildung von Oberflächenladungen schematisch dargestellt.

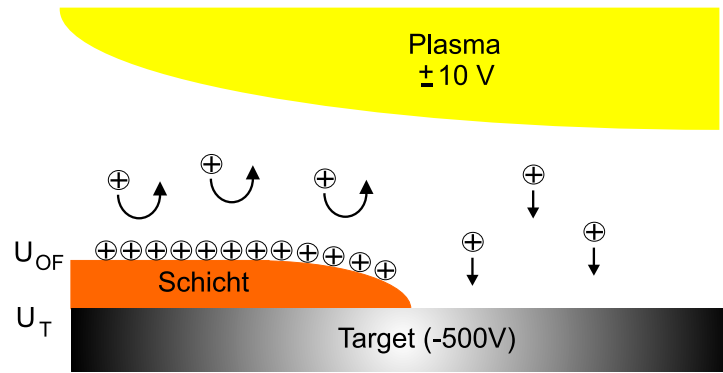


Abbildung 3.12: Bildung von Oberflächenladungen auf der Targetoberfläche

Um die Auswirkungen der Oberflächenladungen auf die Entstehung von Bogenentladungen zu untersuchen, muss der Zusammenhang zwischen Spannungsdurchbruch und Leitfähigkeit der dielektrischen Schicht hergestellt werden. Dazu soll das von SZCZYRBOWSKI entwickelte Modell mit einigen Fehlerkorrekturen dargestellt werden [39].

Betrachtet man eine Schicht auf der Targetoberfläche mit der Leitfähigkeit  $\sigma$  und der Dicke  $d$ , so kann die durch diese Schicht fließende Stromdichte  $j_{Schicht}$  aus der Potentialdifferenz zwischen dem Katodenpotential  $U_T$  und dem Oberflächenpotential  $U_{OF}$  zu:

$$j_{Schicht} = \frac{(U_T - U_{OF}) \sigma}{d} \quad (3.54)$$

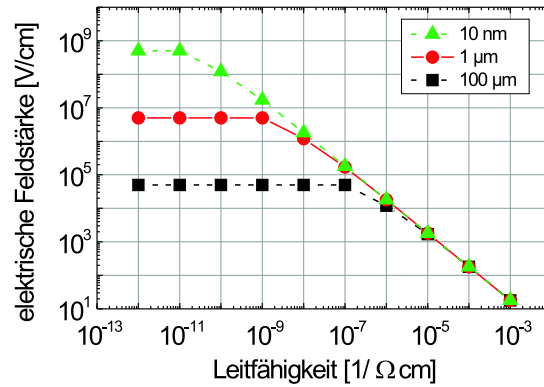
berechnet werden. Der Maximalwert des Oberflächenpotentials ist erreicht, wenn die Stromdichte durch die Verbindungsschicht gleich der Stromdichte positiver Ionen auf die Oberfläche der Schicht ist. Mit dem Langmuir–Schottky–Child’schen Gesetz [17] kann der Ionenstrom  $j_{ion}$  auf die Oberfläche als Funktion des Oberflächenpotentials zu:

$$j_{ion} = \frac{4 \varepsilon_0}{9 D^2} \sqrt{\frac{2 e}{m_{ion}}} \sqrt{U_{OF}^3} \quad (3.55)$$

bestimmt werden.  $D$  ist hierbei die Ausdehnung des Katodenfalls. Setzt man die Gleichungen (3.54) und (3.55) gleich und löst die Gleichung nach der Potentialdifferenz auf, so lässt

sich die elektrische Feldstärke bei Kenntnis der Schichtdicke  $d$  berechnen.

In Abbildung 3.13 ist die Abhängigkeit der elektrischen Feldstärke als Funktion der Leitfähigkeit der Schicht bei unterschiedlichen Schichtdicken dargestellt.



**Abbildung 3.13:** Elektrische Feldstärke als Funktion der Leitfähigkeit bei verschiedenen Dicken der dielektrischen Schicht [39]

Die Werte der Durchschlagsfeldstärken für die hier betrachteten dielektrischen Schichten liegen im Bereich von  $10^6 \frac{\text{V}}{\text{cm}}$ . Betrachtet man die obige Abbildung, so kann festgestellt werden, dass bei Materialien, bei denen die Leitfähigkeit kleiner als  $10^{-7} \frac{1}{\Omega\text{cm}}$  ist ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ), die Oberflächenladungen zu Spannungsdurchbrüchen führen (Tabelle 3.3).

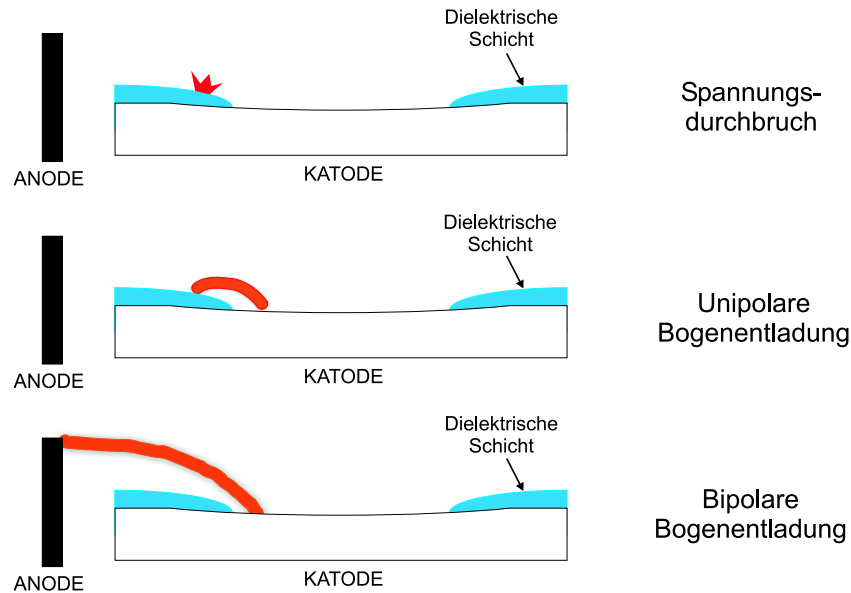
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{ZnO}$	$\text{SiO}_2$	$\text{SnO}_2$	$\text{TiO}_2$
$\sigma \left[ \frac{1}{\Omega\text{cm}} \right]$	$10^{-14}$	$10^{-4}$	$10^{-12}$	$10^{-6}$	$10^{-5}$

**Tabelle 3.3:** Leitfähigkeiten von Oxiden [40], [41], [42]

Laut SIEMROTH [43] sind Spannungsdurchbrüche eine Ursache für das Auftreten von unipolaren Bogenentladungen. Damit führt der beschriebene Aufladungsprozess nur bei dielektrischen Schichten mit sehr geringen Leitfähigkeiten zu Bogenentladungen ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Poren, Risse oder ähnliche Defekte in den aufwachsenden Schichten verringern die für einen Spannungsdurchbruch notwendigen Werte der Durchschlagsfeldstärke und erhöhen damit die Neigung zu dielektrischen Durchbrüchen [44].

Bei Materialien, die eine Leitfähigkeit größer als  $10^{-7} \frac{1}{\Omega\text{cm}}$  besitzen ( $\text{ZnO}$ ,  $\text{SnO}_2$ ), führt der Aufladungsprozess nicht in dem Maße zu elektrischen Durchbrüchen. Das Auftreten unipolarer und bipolarer Bogenentladungen hat meist andere Ursachen, wie z.B. die Entstehung von „Pickeln“, die durch Feldemission von Elektronen Bogenentladungen hervorrufen können [45].

Abbildung 3.14 stellt die durch die Bildung von Oberflächenladungen auftretenden Effekte schematisch dar.



**Abbildung 3.14:** Auftretende Effekte durch Oberflächenladungen

Infolge eines Spannungsdurchbruches können unipolare Bogenentladungen zwischen den unbedeckten und bedeckten Teilen des Targets bzw. zwischen der Targetoberfläche und dem Plasma entstehen. Diese Art der Bogenentladung bleibt auf eine Elektrodenfläche (Target) begrenzt. Da unipolare Bogenentladungen nur mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit auftreten, führt nicht jeder Spannungsdurchbruch automatisch zu einer unipolaren Bogenentladung. Obwohl diese Bogenentladungen nur eine kurze Brenndauer besitzen, kann die hervorgerufene Erosion der Oberfläche sehr stark sein. Der Bogen bildet einen mikroskopisch kleinen katodischen Brennfleck, der sich schnell bewegt und ein hochionisiertes Plasma erzeugt. Dabei können mikrometergroße Tröpfchen emittiert werden [43], [46].

Aufgrund einer unipolaren Bogenentladung wird einerseits die lokale Dampfdichte des Targetmaterials und gleichzeitig die Elektronenemission erhöht. Durch diese Effekte kann es zur Ausbildung einer bipolaren Bogenentladung kommen, indem der gesamte Entladungsstrom über diesen Targetbereich fließt [22]. Auf diese Weise geht die Glimmentladung in eine Bogenentladung über.

Um die entstehenden Schichtdefekte zu minimieren, kann beim DC-Sputtern beim Auftreten unipolarer bzw. bipolarer Bogenentladungen nur die Leistungszufuhr durch ein Abschalten der Stromversorgung unterbrochen werden.

## 3.4 Gepulstes Magnetronspütern

### 3.4.1 Pulsfrequenz zur Unterdrückung der Bogenentladungen

Um eine Begrenzung der Aufladung bei der Abscheidung dielektrischer Schichten mit geringen Restleitfähigkeiten zu erreichen, muss der Sputterprozess vor dem Erreichen der Durchschlagsfeldstärke unterbrochen werden. Hierfür wurde das Pulsen des Prozesses im Frequenzbereich von 10– 100 kHz, welcher auch als Mittelfrequenzbereich bezeichnet wird, vorgeschlagen [4], [5].

Die auf der Targetoberfläche aufwachsenden Schichten wirken wie ein Dielektrikum in einem Kondensator. Somit kann der zeitliche Aufbau des Oberflächenpotentials durch die Aufladung eines Kondensators mit der Kapazität  $C$  und der Fläche  $A$  beschrieben werden. Der Ladestrom  $I$  ergibt sich aus der Differenz von zum Target fließendem Ionenstrom und dem durch die Schicht abfließenden Strom [12]:

$$\frac{dU_{OF}}{dt} = \frac{I}{C} \quad \text{mit} \quad I = A (j_{ion} - j_{schicht}) \quad \text{und} \quad C = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r A}{d} \quad . \quad (3.56)$$

Setzt man die Gleichungen (3.54) und (3.55) in die Gleichung (3.56) ein, so erhält man eine gewöhnliche Differentialgleichung erster Ordnung:

$$\frac{dU_{OF}}{dt} = \frac{4 d}{9 D^2 \varepsilon_r} \sqrt{\frac{2 e}{m_i}} \sqrt{U_{OF}^3} - \frac{(U_T - U_{OF}) \sigma}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \quad . \quad (3.57)$$

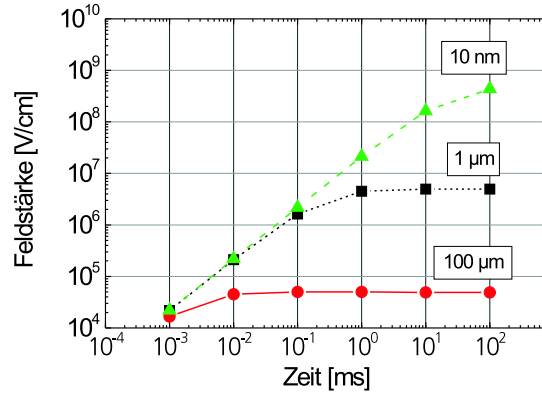
Die Differentialgleichung wurde numerisch durch die Anwendung des Runge– Kutta– Verfahrens nach folgender Gleichung:

$$U_{OF}(t + dt) = U_{OF}(t) + \frac{dU_{OF}}{dt} dt \quad \text{mit} \quad U_{OF}(t = 0) = U_T \quad (3.58)$$

für ausgewählte Werte iterativ gelöst [47]. Die Iteration erfolgte mit der Anfangsbedingung  $U_{OF}(t=0) = U_T$  und einem Zeitintervall von  $dt = 1 \cdot 10^{-8}$  s.

Betrachtet man die reaktive Abscheidung von  $\text{SiO}_2$ , so beträgt die Dielektrizitätskonstante  $\varepsilon_r = 5$  und die Leitfähigkeit  $\sigma = 10^{-12} \frac{1}{\Omega \text{cm}}$ . Mit diesen Parametern wurde die Iteration für unterschiedliche Dicken der dielektrischen Schicht nach Gleichung (3.58) durchgeführt und die entstehende Feldstärke bestimmt. In Abbildung 3.15 ist der zeitliche Verlauf der entstehenden Feldstärke für eine Targetspannung von 500 V dargestellt.

Die typische Durchschlagsfeldstärke von Siliziumdioxid liegt bei etwa  $|\vec{E}| = 2 \cdot 10^6 \frac{\text{V}}{\text{cm}}$  [48]. Entsprechend der Abbildung wird diese ab einer Dauer des Sputterprozesses von etwa 50  $\mu\text{s}$  erreicht. Da, wie im vorigen Kapitel beschrieben, die Morphologie der aufwachsenden Schichten (Schichtdefekte, Risse) zu deutlich niedrigeren Durchschlagsfeldstärken führen kann, sollte die Frequenz für das gepulste Magnetronspütern größer als 10 kHz sein.



**Abbildung 3.15:** Zeitlicher Verlauf der Feldstärke für unterschiedlich dicke SiO<sub>2</sub>- Schichten auf einer Targetoberfläche bei einer Targetspannung von 500 V

Eine obere Begrenzung der Pulsfrequenz ergibt sich aus der Energie, die die Ionen im pulserenden elektrischen Feld aufnehmen können. Die Mindestenergie für den Zerstäubungsprozess von Festkörpern liegt im Bereich von 15– 35 eV. Oberhalb dieser Schwelle nimmt die Zerstäubungsausbeute monoton mit wachsender Ionenenergie zu. Erst bei hohen Ionenenergien (> 10 keV) führt die Ionenimplantation zur Abnahme der Zerstäubungsausbeute (siehe Abbildung C.1). Für eine effektive Zerstäubung sind Ionenenergien im Bereich einiger hundert eV erforderlich.

Im stoßfreien Fall entspricht die von Ladungsträgern im elektrischen Feld aufgenommene Energie dem Produkt aus Ladung und durchlaufender Potentialdifferenz. Betrachtet man die Oszillation von einfach ionisierten Ionen in einem Wechselfeld der Form  $E = E_0 \cos(\omega t)$ , so ist die eindimensionale Bewegungsgleichung mit der Kreisfrequenz  $\omega$  gegeben durch:

$$m_{ion} \frac{d^2 s}{dt^2} = m_{ion} \frac{dv}{dt} = eE = eE_0 \cos(\omega t) \quad \text{mit} \quad \omega = 2\pi f \quad . \quad (3.59)$$

Durch Integration der Bewegungsgleichung kann die Geschwindigkeit und die dazu notwendige Beschleunigungsstrecke bestimmt werden. Mit den Anfangsbedingungen  $v(t_0) = 0$  und  $s(t_0) = 0$  ergibt sich:

$$v(t) = \frac{e E_0}{m_{ion} \omega} \sin(\omega t) \quad \text{und} \quad s(t) = \frac{e E_0}{m_{ion} \omega^2} (1 - \cos(\omega t)) \quad . \quad (3.60)$$

Unter der Annahme eines homogenen Katodenfalls mit einer Feldstärke von  $400 \frac{\text{V}}{\text{cm}}$  und einer Ausdehnung  $D$  von 1 cm kann die maximale Geschwindigkeit bestimmt werden. Aus dieser ergibt sich die maximal aufgenommene kinetische Energie zu:

$$E_{kin}^{max} = \frac{m_{ion} v_{max}^2}{2} \quad . \quad (3.61)$$

Entsprechend den in Tabelle 3.4 zusammengefassten Werten führt eine Erhöhung der Pulsfrequenz bei gleichbleibender elektrischer Feldstärke zu einer Verringerung der Energieauf-

nahme von Argonionen im Katodenfall.

<b>Frequenz</b>	300 kHz	500 kHz	1 MHz
<b>kinet. Energie</b>	400 eV	200 eV	50 eV

**Tabelle 3.4:** Abnahme der maximalen kinetischen Energie von Argonionen in einem elektrischen Wechselfeld mit der Feldstärke von  $E = 400 \frac{\text{V}}{\text{cm}}$

Um die Zahl auftretender Spannungsdurchbrüche und damit Bogenentladungen bei einer reaktiven Abscheidung hochisolierender Schichten zu minimieren, sollte die Pulsfrequenz größer als 10 kHz sein. Da die im Katodenfall aufgenommene Energie bei Frequenzen oberhalb von 500 kHz spürbar abnimmt, ist dadurch eine Grenze für das gepulste Magnetronsputtern gesetzt. Aus diesen Betrachtungen ergibt sich ein Frequenzbereich von 10–500 kHz für das gepulste Magnetronsputtern.

### 3.4.2 Abnahme der Ladungsträger in der Auszeit

Wird die Magnetronentladung gepulst, so ist für den Abbau der Oberflächenladungen eine definierte Auszeit notwendig. Während dieser sogenannten Auszeit ist die Energiezufuhr in die Entladung unterbrochen, wodurch sich die Ladungsträgerdichte in der Entladungsstrecke verringert. In Kapitel 3.2 wurden die Zeiten für die Zündung und Verlöschung einer Entladung abgeschätzt.

Bei einer Auszeit von  $10 \mu\text{s}$  verringert sich die Ladungsträgerdichte auf einen Wert von ca. 30% der Ladungsträgerdichte in der Einzeit. Durch die unvollständige Vernichtung der in der Entladungsstrecke vorhandenen Ladungsträger sollte eine Wiederezündung der Entladung möglich sein und sich damit von der Zündung einer Entladung unterscheiden. Die Wiederezündung und der damit verbundene zeitliche Verlauf der elektrischen Größen (Strom, Spannung) stehen im direkten Zusammenhang zur Dauer der Auszeit.

Die Zeit zur Wiederezündung einer gepulsten Magnetronentladung kann aus der Zeitdifferenz, welche sich aus dem Wiedereinschalten der Stromversorgung an die Entladungsstrecke und dem Einstellen eines stationären Zustandes ergibt, definiert werden. Zur Charakterisierung des stationären Zustandes können die elektrischen Größen benutzt werden.

Geht man von einer Ladungsträgerkonzentration am Ende der Auszeit von 30% aus und bestimmt die Zeit zur Wiederezündung nach Gleichung (3.29), so ergibt sich eine Zeit von:

$$t = \tau_z \ln \left( \frac{I(t)}{I(t_0)} \right) = \tau_z \ln(3) = 22 \mu\text{s} \quad . \quad (3.62)$$

Da im Kapitel 3.2 der Einfluss von Raumladungen auf die Zündzeit vernachlässigt wurde, kann davon ausgegangen werden, dass die Zündzeit bei Glimmentladungen kleinere Werte



annimmt. Außerdem fällt bei einer Magnetronentladung die Abnahme der Ladungsträger in der Auszeit geringer aus, da das Magnetfeld die Elektronen länger in der katodennahen Region hält und damit einer Verarmung der Elektronen vor dem Target entgegenwirkt. Das Wiederzünden bipolarer Magnetronentladungen nach der Umpolung wird nur durch die Neubildung des Katodenfalls an der durch die Spannung definierten Katode bestimmt. Es ergibt sich die Frage, inwieweit die noch vorhandenen Ladungsträger genutzt werden können.

### 3.4.3 Unipolar gepulste Magnetronentladung

Entsprechend der Abbildung 3.16 wird bei einer unipolar gepulsten Magnetronentladung eine pulsierende negative Spannung an ein Magnetron angelegt. Die Anode wird als positiver Pol mit der Stromversorgung verbunden. Bei der Installation der Anode sind zusätzliche Maßnahmen nötig, um ihre Beschichtung beim reaktiven Sputtern mit dielektrischen Schichten zu vermeiden und so ein Driften der elektrischen Größen zu verhindern [7].

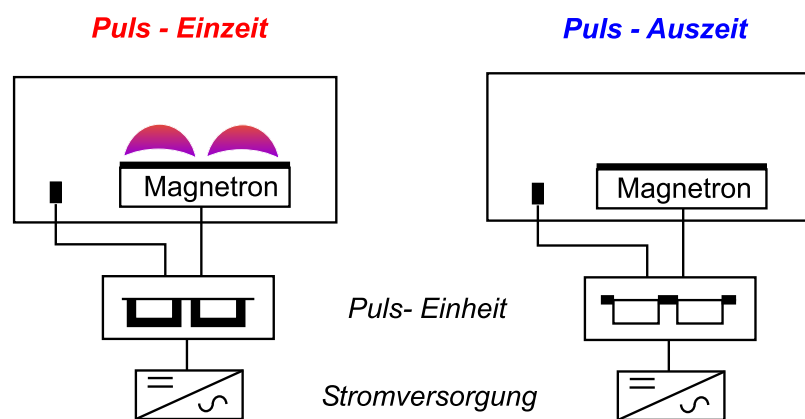


Abbildung 3.16: Funktionsweise des unipolar gepulsten Magnetronsputterns

Zur Erzeugung einer unipolar gepulsten Entladung wird zwischen der DC– Stromversorgung und der Entladungsstrecke ein Halbleiterschalter eingebaut. Während der Puls– Einzeit öffnet der Halbleiterschalter und zwischen den Elektroden liegt die Entladungsspannung an. In der darauf folgenden Puls– Auszeit schließt der Halbleiterschalter und die von der DC– Stromversorgung gelieferte Energie wird in Induktivitäten zwischengespeichert. Durch die Parameter Frequenz und Tastverhältnis kann eine unipolar gepulste Magnetronentladung charakterisiert werden. Hierbei wird das Tastverhältnis als Verhältnis zwischen der Puls– Einzeit zur Periodendauer definiert:

$$x_{tast} = \frac{t_{Ein}}{T} \quad . \quad (3.63)$$

Neben der Ausführung, die Anode mit der Katode in der Auszeit elektrisch kurz zuschließen, gibt es noch die Möglichkeit, an das Magnetron in der Auszeit eine positive Spannung von ca. 10% der Entladungsspannung zu legen [49]. Damit ist die Katode in der Auszeit einem Elektronenstrom ausgesetzt, welcher zum vermehrten Abbau der Oberflächenladungen der rückgestäubten Schichten führt.

### 3.4.4 Bipolar gepulste Magnetronentladung

Im Gegensatz zur unipolar gepulsten Entladung werden bei der bipolar gepulsten Magnetronentladung zwei Magnetrons benutzt, die abwechselnd als Katode bzw. Anode betrieben werden. In Abbildung 3.17 ist die Funktionsweise dargestellt.

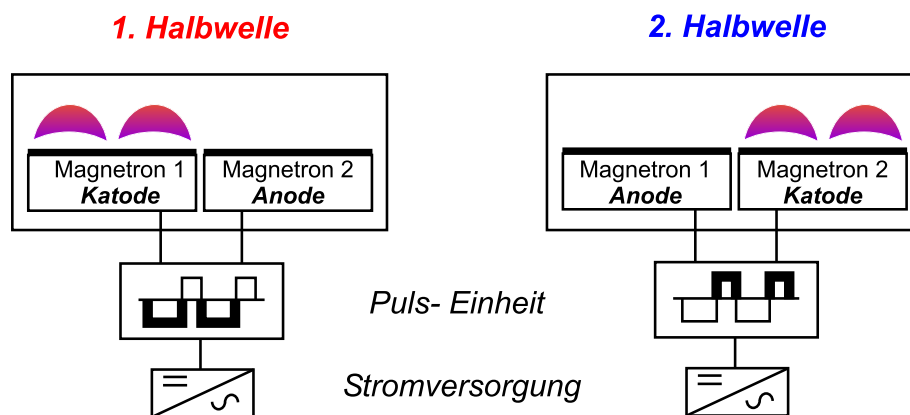


Abbildung 3.17: Funktionsweise des bipolar gepulsten Magnetronsputterns

In der Halbwelle, in der das eine Magnetron auf negativem Potential liegt, wird von diesem Target gesputtert. Das zweite Magnetron liegt auf Anodenpotential und ist dem Elektronenstrom ausgesetzt. In der nächsten Halbwelle erfolgt die Umkehrung der Polaritäten. Durch das wechselseitige Betreiben beider Magnetrons als Katode und Anode kommt es zum Abbau der Oberflächenladungen in den dielektrischen Schichten und gleichzeitig ist durch das Sputtern beider Targets immer eine leitfähige Anode vorhanden.

In Bezug auf das entstehende Plasma und dessen Wirkung auf den Beschichtungsprozess sind folgende Unterschiede des bipolaren im Vergleich zum unipolaren Prozess hervorzuheben:

- eine mit einem Magnetfeld versehene Anode (im weiteren als magnetfeldgeführte Anode (MA) bezeichnet)
- periodischer Polaritätswechsel
- effektive Entladung der dielektrischen Schichten auf der Targetoberfläche

### 3.5 Thermische Substratbelastung

Beim reaktiven Sputtern von Verbindungsschichten spielt die thermische Substratbelastung bei der Bildung der abgeschiedenen Schichten eine große Rolle und hat damit einen entscheidenden Einfluss auf die Morphologie der Schichten. Im weiteren soll der Energieeintrag und damit die thermische Substratbelastung beim Magnetronsputtern von Titan abgeschätzt werden. Diese Abschätzung beruht auf Betrachtungen und Messungen von DRÜSEDAU [50]. Der integrale Energiestrom auf das Substrat setzt sich danach aus folgenden Komponenten zusammen:

- kinetische Energie der gesputterten Atome  $E_{gesputtert}$
- kinetische Energie der an der Katode reflektierten Gasatome  $E_{reflektiert}$
- Plasmastrahlung  $E_{Strahlung}$
- Kondensationswärme der schichtbildenden Atome  $E_{kondensiert}$
- kinetische Energie der Elektronen  $E_{Elektron}$

Die in eine Schicht eingetragene Gesamtenergie ergibt sich aus der Summe der einzelnen Energien:

$$E_{substrat} = E_{kondensiert} + E_{gesputtert} + E_{reflektiert} + E_{Elektron} + E_{Strahlung} \quad . \quad (3.64)$$

Betrachtet man den Sputterprozess von Titan mit Argon als Sputtergas bei einer Entladungsspannung von 400 V, so kann die kinetische Energie der gesputterten Teilchen aus Gleichung (3.48) bestimmt werden. Es ergibt sich eine mittlere kinetische Energie der Atome von ca. 20 eV und liefert damit Werte wie auch von DRÜSEDAU gemessen wurden [51]. Die kinetische Energie der reflektierten Sputtergasatome hängt von der Masse der Targetatome ab. Beim Sputtern von Titan ergibt sich ein Reflexionskoeffizient für die Energie der reflektierten Sputtergasatome  $R_E$  von ca. 0.005 [51]. Mit der Beziehung:

$$E_{reflektiert} = \frac{e U R_E}{Y} \quad (3.65)$$

kann aus der Zerstäubungsausbeute  $Y$  und der Spannung  $U$  der Beitrag der reflektierten Sputtergasatome zu  $E_{reflektiert} = 2 \frac{eV}{\text{Atom}}$  bestimmt werden. Erst bei hohen Spannungen und Targetmaterialien mit einer großen Atommasse spielt die Reflexion der Sputtergasatome eine entscheidende Rolle beim Energieeintrag in das Substrat.

Auf dem Weg zum Substrat verlieren die gesputterten Targetatome und die reflektierten Gasatome durch elastische Stöße mit Gasatomen bei einem Druck von 0.3 Pa und einem Target-Substrat-Abstand von 100 mm ca. 30% ihrer ursprünglichen Energie [52]. Somit reduziert sich die Energie der gesputterten Targetatome auf ca. 14 eV und die Energie der

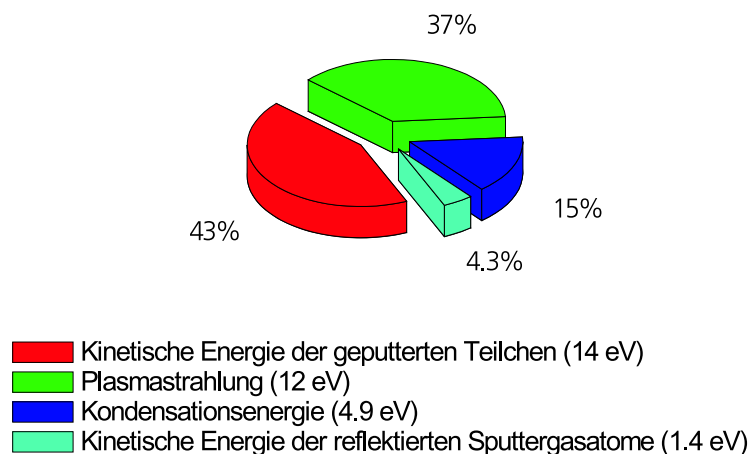
reflektierten Sputtergasatome auf ca. 1.4 eV.

Die Plasmastrahlung wird durch die Relaxation angeregter Atome und die Rekombination ionisierter Atome hervorgerufen. Der Zusammenhang zwischen der Zahl der gesputterten Atome und der hierfür notwendigen Anzahl von Ionen kann über die Zerstäubungsausbeute  $Y$  hergestellt werden, da zum Sputtern eines Atoms  $\frac{1}{Y}$  Ionen benötigt werden. Nach THORNTON [53] kann der Beitrag der Plasmastrahlung pro gesputtertem Atom, welcher auf ein Substrat einwirkt, nach folgender Gleichung abgeschätzt werden:

$$\frac{E_{Strahlung}}{eV} = \frac{5.33}{Y} \quad (3.66)$$

Mit einer Zerstäubungsausbeute von 0.45 Atomen pro einfallenden Ion ergibt sich der Wert der Plasmastrahlung zu  $E_{Strahlung} = 12 \frac{eV}{Atom}$ .

Summiert man diese Energien, so ergibt sich ein Wert von ca.  $32 \frac{eV}{Atom}$ . In Abbildung 3.18 ist der prozentuale Anteil der verschiedenen Arten des Energieeintrags dargestellt.



**Abbildung 3.18:** Prozentuale Aufteilung der Substratbelastung ( $U = 400 \text{ V}$ )

Entsprechend der Grafik spielen die kinetische Energie der gesputterten Atome und die Plasmastrahlung mit einem Anteil von 80% die größte Rolle an der thermischen Substraterwärmung bei der metallischen Abscheidung von Titan.

Ausgehend von diesem Ergebnis kann die Erwärmung eines 4 mm dicken Glassubstrates bei der metallischen Abscheidung von Titan (Grundfläche des Substrates:  $50 \cdot 50 \text{ mm}^2$ ) berechnet werden. Wie aus Anhang D zu entnehmen ist, erwärmt sich das Glassubstrat bei einer Abscheidung einer 100 nm dicken Titanschicht um 4 K.

Bei den obigen Betrachtungen wird der Einfluss der Elektronen auf die thermische Substratbelastung vernachlässigt. Beim Sputtern von Elementen, welche eine sehr hohe Elektronenkonzentration im Plasma verursachen, kann dieser Wärmeeintrag eine bedeutende Rolle spielen. Bisher wurde dieser Beitrag noch nicht abgeschätzt [51].

# Kapitel 4

## Charakterisierung der Arten von gepulsten Energieeinspeisungen

### 4.1 Anforderungen an Energieeinspeisungen zur Erzeugung gepulster Magnetronentladungen

In den letzten Jahren hat die Vielfalt der kommerziell verfügbaren Stromversorgungen zur Erzeugung von gepulsten Plasmen im Mittelfrequenzbereich stark zugenommen. Deshalb ist es notwendig, die Eigenschaften der Stromversorgungen und der durch diese erzeugten Plasmen zu untersuchen. In diesem Kapitel wird eine Auswahl an Stromversorgungen anhand des zeitlichen Verlaufes der elektrischen Größen Spannung und Strom charakterisiert. Die Stromversorgungen wurden mit einem DMS-System verbunden und anhand der metallischen Abscheidung von Titan untersucht.

Nach ihren Grundprinzipien lassen sich die Stromversorgungen in zwei Kategorien einteilen. Die bei der Erzeugung von Rechteck-Pulsen verwendeten Stromversorgungen erzeugen durch Verwendung von Halbleiterschaltern (IGBT<sup>1</sup>, MOSFET<sup>2</sup>) rechteckförmige Pulse. Im Unterschied dazu wird die Energie bei der Verwendung von Schwingkreiswechselrichtern (SWR) aus einem Parallel- oder Reihenschwingkreis direkt in die Entladung eingespeist. Im folgenden sollen die Anforderungen an eine Stromversorgung im MF-Bereich kurz umrissen werden. Neben den selbstverständlich möglichst niedrigen Kosten sollte die Pulsfrequenz der Stromversorgung im Bereich von 10 bis 100 kHz (ggf. bis 500 kHz) frei einstellbar sein. Auf diese Weise kann durch eine Anpassung der Frequenz an das abzuschiedende Material (Leitfähigkeit, Durchschlagsfeldstärke) die Defektdichte in den abgeschiedenen

---

<sup>1</sup>Insulated Gate Bipolar Transistor

<sup>2</sup>Metal-Oxide Surface Field-Effect Transistor

Schichten minimiert werden.

Da auch beim gepulsten Magnetronspultern Bogenentladungen auftreten, ist eine Erkennung der Bogenentladungen (ARC-ERKENNUNG) erforderlich. Die Bogenentladung sollte innerhalb kürzester Zeit ( $t < 10 \mu\text{s}$ ) erkannt und durch eine entsprechende Reaktion der Stromversorgung gelöscht werden. Die Reaktionszeit muss so kurz wie möglich sein, um die in die Bogenentladung gelieferte Energie zu minimieren und dadurch Schäden am Target und Defekte in den Schichten zu vermeiden.

Um z.B. eine dynamische Beschichtungsrate<sup>3</sup> von ca.  $45 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  bei der reaktiven Abscheidung von  $\text{TiO}_2$  zu erreichen, muss bei der Verwendung eines DMS-Systems mit einer Targetfläche von  $3750 \cdot 183 \text{ mm}^2$  in der Großflächenbeschichtung von Architekturglas eine Leistungsdichte von mindestens  $10 \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$  erreicht werden. Dies entspricht einer Ausgangsleistung von 120 kW. Bei der Beschichtung von Displays (CRT<sup>4</sup>, TFT<sup>5</sup>) reicht häufig eine Ausgangsleistung der Stromversorgung im Bereich von 30–60 kW aus, da hier die Beschichtungsbreite max. 1500 mm beträgt.

Unterschiede in der Magnetronumgebung (geerdete Flächen), Asymmetrien im Gaseinlass oder bei den Magnetfeldern eines DMS-Systems können zu einer asymmetrischen Leistungseinspeisung führen. Eine separate Einstellung der Leistung pro Magnetron wäre damit für bipolar gepulste Entladungen wünschenswert.

## 4.2 Erzeugung rechteckförmiger Pulsformen

### 4.2.1 Allgemeines

Der wesentliche Vorteil bei der Verwendung von Stromversorgungen zur Erzeugung rechteckförmiger Pulse ist die gleichzeitige Nutzung sowohl für unipolare als auch für bipolare Entladungen. Durch die Verwendung von abschaltbaren Ventilbauelementen wird die Energiezufuhr beim Auftreten von Bogenentladungen innerhalb kürzester Zeit unterbrochen. Eine Unterbrechung des Prozesses kann eine Wiedertzündung der Bogenentladung vermeiden, wobei die Relaxationszeit der Bogenentladung vom Typ der Bogenentladung und vom verwendeten Targetmaterial abhängt (Schmelzpunkt, Dampfdruck).

Die maximale Ausgangsleistung dieser Stromversorgungen liegt im Bereich von 10–200 kW. Der technische Aufwand, um hohe Ströme bei hohen Spannungen mit Halbleiterbauelementen zu erzeugen, erweist sich als signifikanter Nachteil. Infolge der Parameter der verwendeten Halbleiterbauelemente (Sperrspannung) liegt die maximal erreichbare Spannung bei

---

<sup>3</sup>Definition siehe Kapitel 5.3

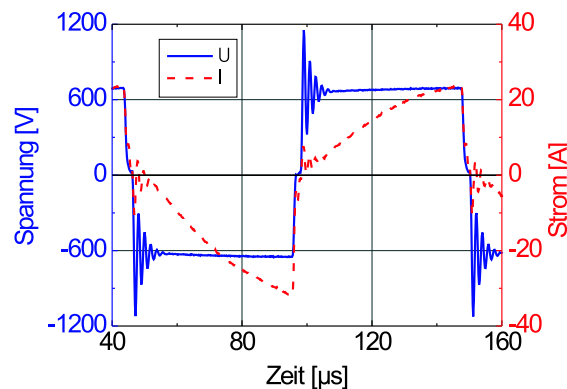
<sup>4</sup>Cathodic Ray Tube

<sup>5</sup>Thin Film Transistor

den bisher verwendeten Stromversorgungen zur Erzeugung von Plasmen bei etwa 1700 V. Die Anpassung auf reaktive Sputterprozesse, bei denen hohe Brennspannungen auftreten, ist dadurch nur bedingt möglich. Stromversorgungen mit höheren Ausgangsspannungen (bis 4000 V) sind derzeit in Entwicklung. Dies ermöglicht dann auch den Einsatz bei der Großflächenbeschichtung, bei denen eine hohe mittlere Leistung erforderlich ist.

#### 4.2.2 Stromversorgung mit eingepprägter Spannung

In der Abbildung 4.1 ist der zeitliche Verlauf von Spannung und Strom bei der Verwendung einer Stromversorgung QP 800/200/50 BP der Firma MELEC mit eingepprägter Spannung bei der metallischen Abscheidung von Titan dargestellt.



**Abbildung 4.1:** Zeitlicher Verlauf von Spannung und Strom bei der Verwendung der Stromversorgung QP 800/200/50 BP  
Titan, metallisch,  $f = 10 \text{ kHz}$ ,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.2 \text{ Pa}$

Mit dieser Stromversorgung kann eine mittlere Leistung von 20–30 kW und eine Pulsleistung<sup>6</sup> von maximal 160 kW erzeugt werden. Wie aus der Abbildung zu ersehen ist, bleibt die Spannung über den gesamten Zeitraum nahezu konstant. Typisch für diese Art der Leistungseinspeisung ist ein bis zum Pulsende stetig steigender Strom. Der Zündvorgang des Plasmas nach der Umpolung äußert sich in einer sichtbaren Oszillation der Spannung innerhalb der ersten 10  $\mu\text{s}$ .

Durch die relativ geringe Spannung, die über den gesamten Puls konstant ist, neigt die Entladung nur wenig zu Spannungsdurchbrüchen. Zur Erzeugung einer hohen mittleren Leistung muss der mittlere Strom entsprechend groß sein. Dies kann bei einem konstantem Stromanstieg nur durch eine lange Pulsdauer bzw. eine Erhöhung der Spannung erreicht werden. Der in jedem Puls stetig steigende Entladungsstrom legt die Vermutung nahe,

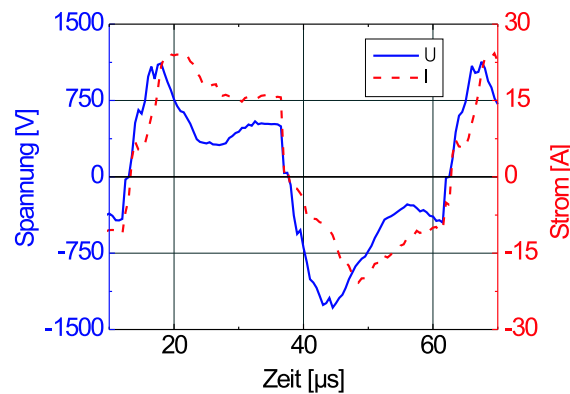
<sup>6</sup>mittlere Leistung pro Puls

dass die Entladung nach der Umpolung wieder neu gezündet wird und die Zustände einer Glimmentladung (siehe Abbildung 3.1) durchläuft.

Eine Regelung der eingespeisten Leistung ist durch Variation der Puls- Einzeiten für jedes einzelne Magnetron möglich.

### 4.2.3 Stromversorgung mit eingprägtem Strom

Das Ziel der Erzeugung eines Rechteck- Strompulses ist das Erreichen einer hohen mittleren Leistung und damit einer maximalen Beschichtungsrate. Es wird angestrebt, dass die Plasmagrößen während des gesamten Pulses konstant sind. Das Plasma sollte damit einem gepulsten DC- Plasma entsprechen. Abbildung 4.2 zeigt den zeitlichen Verlauf von Spannung und Strom bei der metallischen Abscheidung von Titan bei der Verwendung der Stromversorgung ASTRAL der Firma ADVANCED ENERGY.



**Abbildung 4.2:** Zeitlicher Strom- Spannungsverlauf bei der Verwendung der Stromversorgung ASTRAL  
Titan, metallisch,  $f = 20 \text{ kHz}$ ,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

Um eine möglichst hohe Stromanstiegsgeschwindigkeit nach der Umpolung zu erzielen, ist ein steiler Anstieg der Spannung zu Beginn des Pulses notwendig. Ca.  $2 \mu\text{s}$  nach der Umpolung scheint die Entladung wieder zu zünden (Spannungseinbruch). Während der darauf folgenden  $2 - 3 \mu\text{s}$  steigt die Entladungsspannung auf Werte von über  $1000 \text{ V}$  an, um danach auf das Niveau der Brennspannung von ca.  $500 \text{ V}$  abzusinken. Betrachtet man die Strom- Spannungs- Charakteristik einer Glimmentladung (Abbildung 3.1), so kann aus der Ähnlichkeit darauf geschlossen werden, dass die Entladung wieder zündet und dann innerhalb von  $2 - 3 \mu\text{s}$  in den Zustand der normalen Glimmentladung übergeht (Bereich der Brennspannung). Nach dem Erreichen der Brennspannung brennt die Entladung stabil, was sich in einem nahezu konstanten Entladungsstrom äußert.



Zur Erzeugung einer hohen mittleren Leistung ( $> 20 \text{ kW}$ ) muss die Spannung während des Zündvorganges deutlich über  $1000 \text{ V}$  liegen. Infolge dieser sehr hohen Spannungen zum Beginn des Pulses steigt die Wahrscheinlichkeit von Spannungsdurchbrüchen in dielektrischen Schichten auf der Targetoberfläche und damit auch die Wahrscheinlichkeit der Zündung von Bogenentladungen. Außerdem ist in Abhängigkeit der Oberflächenstruktur der Targetoberfläche (Korngrenzen, „Pickel“) eine starke lokale Feldemission von Elektronen möglich, welche die Entladung sofort in den Bereich der Bogenentladung führen kann.

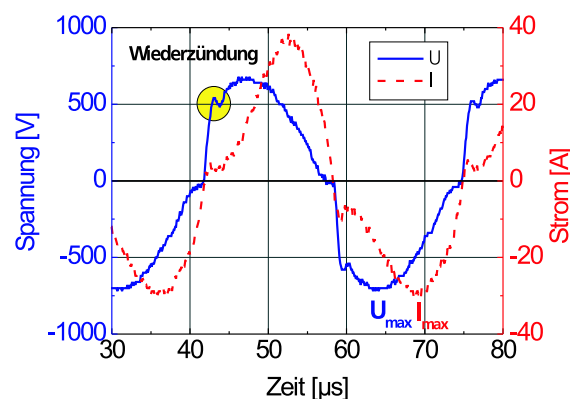
In Abhängigkeit von den Parametern der Stromversorgung kommt es zu einem Einschwingvorgang von Spannung und Strom, welcher etwa  $10 \mu\text{s}$  andauert. Durch den gerätebedingt limitierten Spannungsanstieg nach der Umpolung dauert der gesamte Vorgang bis zur Stabilisierung der Entladung ca.  $15 - 20 \mu\text{s}$ . Damit ist bei höheren Pulsfrequenzen kein konstantes Verhalten der elektrischen Größen zu erwarten.

Das Verhalten des Plasmas bei der Verwendung dieser Stromversorgung legt die Vermutung nahe, dass durch den Umpolungsprozess die Struktur der Entladung zerstört und durch einen Zündprozess wieder neu erzeugt wird.

Die Regelung der Leistungseinspeisung je Magnetron ist bei der Verwendung dieser Art von Puls-Stromversorgungen durch Wahl unterschiedlich langer Pulszeiten möglich.

### 4.3 Erzeugung sinusförmiger Pulsformen

In Abbildung 4.3 ist der zeitliche Verlauf von Spannung und Strom bei der Erzeugung einer bipolar gepulsten Entladung mit einem Schwingkreiswechselrichter TIG 30/100P der Firma HÜTTINGER bei der metallischen Abscheidung von Titan dargestellt.



**Abbildung 4.3:** Zeitlicher Verlauf von Spannung und Strom bei der Verwendung eines Schwingkreiswechselrichters TIG 30/100P

Titan, metallisch,  $f = 30 \text{ kHz}$ ,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

Durch die Schaltungsanordnung ist der zeitliche Verlauf von Spannung und Strom sinusförmig. Damit sind die elektrischen Größen während der gesamten Pulszeit nicht konstant. Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, besteht eine zeitliche Differenz zwischen dem Maximum der Spannung und dem Maximum des Stromes (ca.  $5 \mu\text{s}$ ). Das Wiederspülen der Entladung nach der Umpolung ist durch das Einbrechen der Spannung deutlich zu erkennen. Vor der Zündung fließt bereits ein geringer Entladungsstrom.

Beim SWR ist durch eine Veränderung der Anzapfung an der Sekundärwicklung des Ausgangstransformators eine Anpassung an die Plasmaimpedanz von unterschiedlichen, reaktiven Prozessen einfach zu realisieren. Die maximale Ausgangsspannung beträgt bei den lastgeführten Wechselrichtern der Baureihen TIG und BIG der Firma Hüttinger ca.  $4500 \text{ V}$  und ist damit deutlich höher als bei den vorher betrachteten Stromversorgungen.

SWR werden i.Allg. nur bei Doppelmagnetronanordnungen (DMS- System, TwinMag) eingesetzt, bei denen in beiden Magnetrons die gleiche Leistung eingebracht werden soll. Wie bereits in Abbildung 4.3 sichtbar wird, treten Unterschiede beim zeitlichen Verlauf von Spannung und Strom beider Halbwellen auf. Ein Ausgleich der Asymmetrien in der Leistungseinspeisung ist bei der Verwendung eines SWR nicht möglich.

Ein signifikanter Nachteil von SWR mit einem Parallelschwingkreis ist die relativ hohe Energie, die im Schwingkreis gespeichert wird. Bei einer auftretenden Bogenentladung ist dadurch trotz einer schnellen Erkennung keine rasche Unterbrechung der Energiezufuhr in den Sputterprozess innerhalb weniger Mikrosekunden ( $< 10 \mu\text{s}$ ) möglich. Oft vergehen mehrere Perioden ( $> 100 \mu\text{s}$ ), bis die Energieabgabe aus dem Schwingkreis und den Zwischenkreisinduktivitäten in den Sputterprozess abgeklungen ist.

In der Entwicklung befinden sich Reihenschwingkreiswechselrichter. Die Kombination aus einem Reihenschwingkreiswechselrichter und abschaltbaren Ventilbauelementen (IGBT) ermöglicht eine Unterbrechung der Energiezufuhr in den Sputterprozess innerhalb weniger Mikrosekunden [54].

Bei den diskutierten Stromversorgungen zur Erzeugung rechteckförmiger Pulsformen liegen die Preise deutlich über  $3000 \frac{\text{DM}}{\text{kW}}$ . Der Schwingkreiswechselrichter ist eine ökonomische Alternative zur Erzeugung hoher Ausgangsleistungen bis  $300 \text{ kW}$ . Die Preise liegen im Bereich von  $1000 - 1500 \frac{\text{DM}}{\text{kW}}$ .

# Kapitel 5

## Versuchsaufbau

### 5.1 Sputteranlage HZS 05

Die Untersuchungen zur Schichtabscheidung wurden auf der horizontalen Durchlauf-Sputteranlage *HZS 05*<sup>1</sup> durchgeführt, in der Substrate bis zu einer Größe von  $800 \cdot 580 \text{ mm}^2$  beschichtet werden können. Eine programmierbare Steuerung ermöglicht die Ansteuerung des Pumpsystems, des Palettentransports, der Stromversorgungen und einzelner Messgeräte. Durch ein Messwerverfassungssystem können Werte für die interessierenden Prozessgrößen wie z.B. Totaldruck, Partialdrücke, elektrische Größen, Intensitäten der Plasmaemission und auch Gasflüsse zeitlich aufgezeichnet werden.

Das auf einer Palette transportierte Substrat kann nach dem Einschleusen in der Glimmkammer vorbehandelt werden. Durch eine Glimmentladung können die auf dem Glassubstrat adsorbierten Wasserschichten entfernt und die Haftung zwischen dem dielektrischen Substrat und den kondensierenden Schichten erhöht werden. Verchromtes Kupfer wird als Katodenmaterial verwendet.

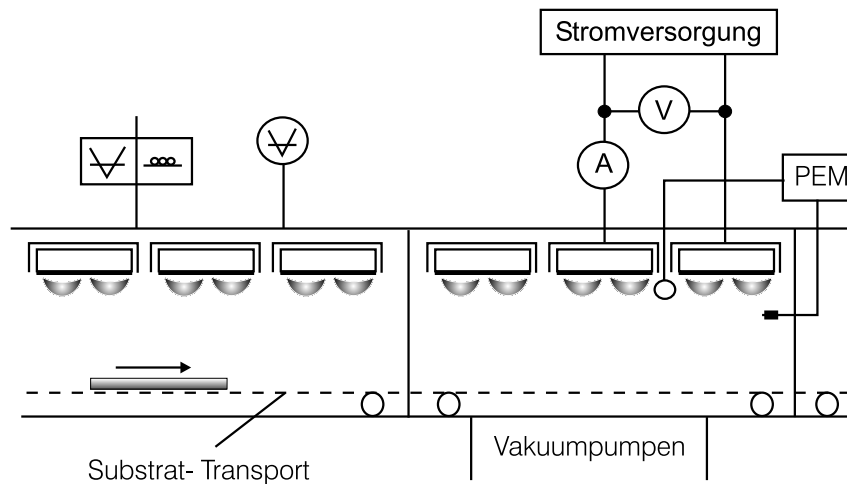
An die Glimmkammer schließen sich die in der Abbildung 5.1 dargestellten Beschichtungskammern an. Mit dem Vakuumsystem, bestehend aus Drehschieber-, Roots- und Öldiffusionspumpen kann ein Restgasdruck im Bereich von  $10^{-3} \text{ Pa}$  erreicht werden. Eine Variation des Saugvermögens ist über Drosseln, die zwischen dem Pumpsystem und den Vakuumkammern angeordnet sind, möglich. Durch mit flüssigem Stickstoff gefüllte Kühlfallen werden die Partialdrücke von Wasser und Kohlenwasserstoffen herabgesetzt. Ein detaillierter Aufbau des Vakuumsystems ist in [55] beschrieben.

Wie aus der Abbildung 5.1 hervorgeht, können sechs planare Magnetrons mit einer Targetfläche von  $160 \cdot 610 \text{ mm}^2$  zur Beschichtung eingesetzt werden. Dabei sind jeweils ein

---

<sup>1</sup>Hochrate-Zerstäubungs-System der Firma ZFT Mikroelektronik (heute Elektromat), Dresden

Pärchen für den bipolar gepulsten Betrieb und ein Magnetron für den DC- bzw. unipolar gepulsten Betrieb pro Beschichtungskammer vorgesehen. Der Target-Substrat-Abstand beträgt 100 mm und kann durch Einfügen eines Zwischenflansches auf 180 mm vergrößert werden.



**Abbildung 5.1:** Schematischer Aufbau der Beschichtungskammern

Zur Erzeugung von DC- und MF- Magnetronentladungen stehen folgende Stromversorgungen standardmäßig zur Verfügung:

- zwei DC- Stromversorgungen des Typs *MDX II* der Firma *ADVANCED ENERGY* mit einer maximalen Ausgangsleistung von 15 kW und 30 kW
- ein Schwingkreiswechselrichter *TIG 30/100P* der Firma *HÜTTINGER* mit einer maximalen Ausgangsleistung von 30 kW und einem Frequenzbereich von 20– 100 kHz

Zusätzlich wurden im Rahmen der Arbeit folgende Stromversorgungen zur Erzeugung gepulster Entladungen mit eingepprägtem Strom (rechteckförmig) verwendet, welche nur zeitweise als Leihgeräte zur Verfügung standen:

- Bipolare Stromversorgung *Astral* der Firma *ADVANCED ENERGY* mit einer max. Ausgangsleistung von 20 kW und zwei zum Betrieb benötigten DC- Stromversorgungen vom Typ *Pinnacle*, Frequenzbereich: 20– 70 kHz
- Unipolare Stromversorgung *RPG-100E* der Firma *ENI* mit einer max. Ausgangsleistung von 10 kW, Frequenzbereich: 50– 250 kHz

Als Anode einer unipolar gepulsten Entladung wurde bei den durchgeführten Experimenten i.Allg. ein das Magnetron umschließender Anodenkasten benutzt, welcher auf Erdpotential lag. Bei den Untersuchungen zum Einfluss einer magnetfeldgeführten Anode wurde ein benachbartes Magnetron als Anode geschaltet.

Durch die Zahl der vorhandenen Magnetrons (sechs) und Stromversorgungen ist die Abscheidung von optischen Schichtsystemen möglich. Hierbei erfolgt die Abscheidung metallischer Schichten (Silber, Blocker) mit dem DC-Sputtern und die Abscheidung von Oxiden bzw. Nitriden i. Allg. durch das bipolare MF-Sputtern.

Die reaktiven Prozesse werden i. Allg. nach dem in Kapitel 3.3.3.2 beschriebenen Prinzip des Plasma-Emissions-Monitors geregelt. Als PID-Regler wird das *PEM 04* der Firma VON ARDENNE ANLAGENTECHNIK genutzt [56]. Die Auswahl von Emissionslinien erfolgt durch dielektrische Interferenzfilter.

## 5.2 Zeitaufgelöste Messung der elektrischen Größen und der optischen Plasmaemission

Zur Analyse des zeitlichen Verhaltens der elektrischen Größen Spannung, Strom, Leistung und Plasmaimpedanz gepulster Entladungen wurden die vierkanaligen Digital-Speicher-Oszilloskope (DSO) der Firmen YOKOGAWA *DL 4080* und TEKTRONIX *TDS 754D* verwendet, deren Parameter in Tabelle 5.1 zusammengefasst sind.

	Bandbreite [MHz]	Auflösung [bit]	Abtastrate [ $\frac{10^6}{s}$ ]
<b>DL 4080</b>	150	8	100
<b>TDS 754D</b>	500	8	2000

**Tabelle 5.1:** Daten der verwendeten Digital-Speicher-Oszilloskope

Das Oszilloskop TDS 754D beinhaltet eine Festplatte mit 2 GB Speicher, wodurch das Speichern von Kurvenverläufen der elektrischen Größen mit einer sehr hohen Datendichte möglich ist. Zur Messung der Spannung wurden potentialfreie Hochspannungs-Differential-Tastköpfe benutzt, deren maximal messbare Spannung bei 1300 V (*P 5200*) bzw. 5600 V (*P 5210*) liegt. Die Messung des Stromes erfolgte mit der potentialfreien Strommesszange *A 6304 XL* und dem dazugehörigen Verstärker *TM 502A* der Firma TEKTRONIX. Hierbei kann der Strom mit einer maximalen Stromstärke von 700 A zeitaufgelöst gemessen werden. Die Anstiegszeit  $T_{90}$  (von 10% auf 90%) liegt unter 175 ns. Der Messfehler beträgt etwa 3%.

Für die zeitaufgelöste Messung der optischen Plasmaemission wurden die Photomultiplier<sup>2</sup> *H957-01* und *H957-08* der Firma HAMAMATSU verwendet. Mit dem *H957-01* kann Licht im Spektralbereich von 185– 650 nm detektiert werden. Der *H957-08* besitzt einen erweiterten

<sup>2</sup>abgekürzt: PMT, auch als Sekundärelektronenvervielfacher bezeichnet

Bereich bis 900 nm.

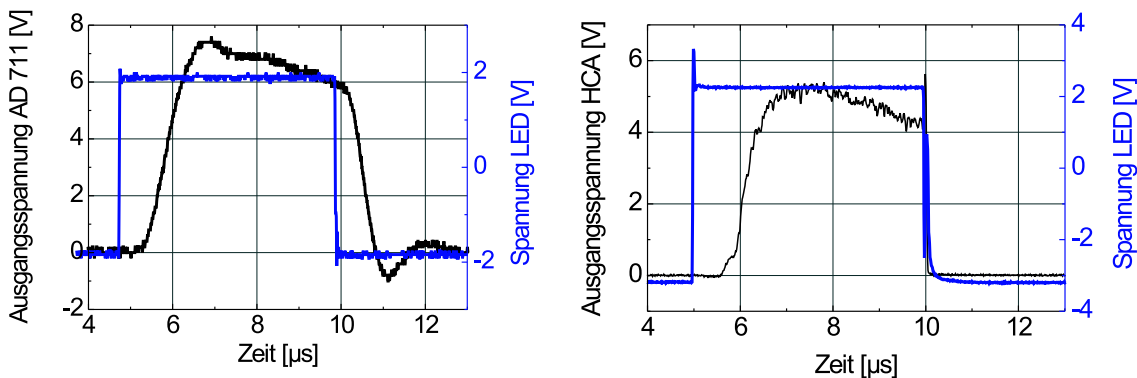
Die typische Reaktionszeit eines PMT auf einfallendes Licht beträgt bei den verwendeten Typen 23 ns [57]. Um das Licht aus dem Plasma zum PMT zu übertragen, werden i.Allg. Lichtleitfasern mit einer Übertragungslänge  $l$  von ca. 2 m eingesetzt. Die Zeit, die das Licht zum Zurücklegen dieser Strecke benötigt, kann mit der Lichtgeschwindigkeit von  $c_{\text{Glas}}$  berechnet werden. Man erhält:

$$t = \frac{l}{c_{\text{Glas}}} = \frac{2\text{m}}{1,8 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}} = 11 \text{ ns} \quad . \quad (5.1)$$

Daraus ergibt sich eine Gesamtverzögerung der Messanordnung von etwa 34 ns.

Der Ausgangsstrom der PMT beträgt nur 20  $\mu\text{A}$  und wird mittels einer Verstärkerschaltung (OPV) in ein messbares Spannungssignal umgewandelt [58]. In Anhang E ist der prinzipielle Aufbau und die gewählte Schaltungsanordnung dargestellt.

Das zeitliche Verhalten der optimierten OPV-Schaltung wurde mit dem eines Hochgeschwindigkeits-Stromverstärkers *HCA-10M-100K-C* der Firma FEMTO verglichen. Dieser besitzt eine Bandbreite bis 10 MHz und einen Übertragungsfaktor von  $1 \cdot 10^5 \frac{\text{V}}{\text{A}}$  [59]. In Abbildung 5.2 ist der zeitliche Verlauf der Ausgangssignale beider Verstärkungskonzepte verglichen. Als Referenz-Lichtsignal wurde eine LED<sup>3</sup> mit einem rechteckförmigen Spannungspuls durch einen Funktionsgenerator *HM 8030* gepulst. Die gepulste LED sendet ca. 1  $\mu\text{s}$  nach Anlegen der Spannung ein Lichtsignal aus.



**Abbildung 5.2:** Vergleich beider Verstärkungskonzepte, LED mit 100 kHz gepulst

**links:** OPV- Verstärkerschaltung mit AD711

**rechts:** Hochgeschwindigkeits- Stromverstärker HCA-10M-100K-C

Zwar erreichen die Ausgangssignale beider Schaltungen nach etwa 2  $\mu\text{s}$  ihren Maximalwert, doch treten deutliche Unterschiede im Abklingverhalten nach der Verlöschung des Lichtsignals der LED auf. Während das Ausgangssignal der HCA- Verstärkerschaltung innerhalb

<sup>3</sup>Light Emitter Diode

von 100 ns abklingt, benötigt die OPV– Schaltung fast  $2\mu\text{s}$  zum Abklingen. Dies ist eine Folge der noch vorhandenen parasitären Kapazitäten (u.a. Leitungskapazitäten). Der HCA– Stromverstärker hat infolge der Vermeidung parasitärer Kapazitäten (SMD<sup>4</sup>– Technik) ein deutlich verbessertes Abklingverhalten.

Da bei einer zeitaufgelösten Messung mit der optimierten OPV– Schaltung eine deutliche Zeitverzögerung auftritt, wurde für die weiteren Untersuchungen der Stromverstärker der Firma FEMTO genutzt. Der gewählte Messaufbau besitzt damit eine Zeitauflösung von mindestens  $0.5\mu\text{s}$ .

Da die Messung der optischen Plasmaemission in der HZS senkrecht zur Targetlängsachse erfolgt und damit beim bipolaren Betrieb ein integriertes Signal beider Magnetrons entsteht, wurden die Versuche zur zeitaufgelösten Messung der Plasmaemission an der Laboranlage *LB 250* durchgeführt, deren Aufbau in Abbildung 5.3 dargestellt ist.

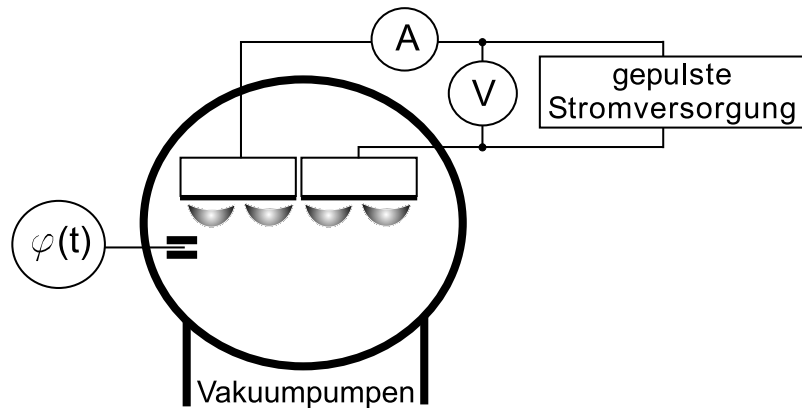


Abbildung 5.3: Messaufbau an der LB 250

Die Laboranlage mit einem Volumen von  $250\text{l}$  besitzt ein Pumpsystem bestehend aus Drehschieber– und Rootspumpe als Vorvakuumsystem und einer Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von  $1000\frac{1}{\text{s}}$ . Als DMS– System werden zwei Magnetrons vom Typ *PPS 8 R* mit einer Targetfläche von  $300 \cdot 120\text{mm}^2$  benutzt.

Ein flexibler Messkopf, dessen Sichtwinkel und Höhe variiert werden kann, ermöglicht eine Messung der optischen Plasmaemission der einzelnen Magnetrons. Die Plasmaemission wird durch Lichtleitfasern aus dem Plasmaraum nach außen geführt. Die Enden der Lichtleitfasern, die in den Plasmaraum zeigen, sind durch einen Kollimator vor der Beschichtung geschützt. Außerhalb der Vakuumkammer erfolgt eine direkte Verbindung der Lichtleitfasern mit dem Photomultiplier. Mit diesem Messaufbau wurde die zeitaufgelöste Intensität der Plasmaemission  $\varphi(t)$  gemessen.

<sup>4</sup>Surface Mounted Devices

### 5.3 Berechnung der normierten dynamischen Beschichtungsrate

Zur Charakterisierung eines Beschichtungsprozesses in Durchlaufanlagen wird die dynamische Beschichtungsrate<sup>5</sup>  $R_{dynam}$  aus dem Produkt von Schichtdicke  $d$  und Substratgeschwindigkeit  $v_{Substrat}$  :

$$R_{dynam} = v_{Substrat} d \quad (5.2)$$

gebildet. Ein Wert von  $1 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  bedeutet, dass bei einer Geschwindigkeit des Substrates von  $1 \frac{\text{m}}{\text{min}}$  eine Schichtdicke von 1 nm abgeschieden wird.

Um Beschichtungsprozesse, welche durch die Verwendung unterschiedlicher Stromversorgungen erzeugt werden, miteinander zu vergleichen, ist eine Normierung der Beschichtungsrate auf die Leistung und auf einen charakteristischen Längenparameter des Targets sinnvoll. Oft wird als Längenparameter die Gesamtlänge des Sputtergrabens benutzt.

Da bei den durchgeführten Versuchen immer baugleiche Magnetrons mit einer Länge des Sputtergrabens von ca. 1200 mm verwendet wurden, erfolgte die Normierung nur auf die Leistung. Die hier definierte normierte dynamische Beschichtungsrate  $r_{dynam}$  mit der Einheit  $[\frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}]$  ergibt sich dann zu:

$$r_{dynam} = \frac{R_{dynam}}{P} = \frac{v_{Substrat} d}{P} \quad (5.3)$$

Erfolgt die Normierung der Beschichtungsrate zusätzlich auf die Sputtergrabenlänge von 1200 mm, so wird als Einheit häufig  $[\frac{\text{nm} \cdot \text{mm}^2}{\text{J}}]$  verwendet [60]. Die hier benutzte normierte dynamische Beschichtungsrate von  $1 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  entspricht damit  $20 \frac{\text{nm} \cdot \text{mm}^2}{\text{J}}$ .

#### BESTIMMUNG DER SCHICHTDICKE

Die Bestimmung der Schichtdicke erfolgte durch das Ausmessen einer Stufe mit dem Profilometer *Dektak3* der Firma VEECO. Um eine messbare Stufe zu erhalten, wurde ein Teil des Substrates mit einem KAPTON<sup>TM</sup>-Band abgedeckt und dieses nach der Beschichtung wieder entfernt. Nach dem Aufsetzen einer Diamantspitze auf der Probenoberfläche wird die Probe horizontal unter dieser hinweg bewegt. Ein elektrisches Signal gibt die vertikale Auslenkung der Diamantnadel wieder. Der absolute Fehler bei der Messung kann mit  $\pm 5 \text{ nm}$  abgeschätzt werden. Durch die Herstellung von Proben mit großen Schichtdicken ( $d \geq 300 \text{ nm}$ ) wurde der relative Fehler auf  $\leq 2\%$  minimiert. Um zufällige Fehler durch Schichtdefekte oder unsaubere Substratoberflächen zu vermeiden, erfolgte eine Mehrfachmessung.

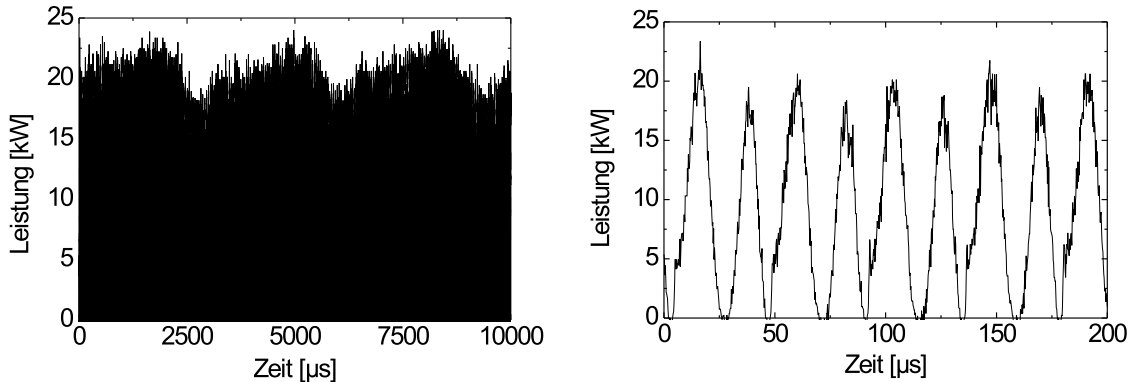
---

<sup>5</sup>engl.: dynamic deposition rate



## BESTIMMUNG DER IN DIE ENTLADUNG ELEKTRISCH EINGESPEISTEN LEISTUNG

Infolge der Welligkeit der verwendeten Gleichrichter beim Schwingkreiswechselrichter TIG 30/100P kommt es zu einer Oszillation der elektrischen Leistung von etwa 10% mit einer Frequenz von ca. 300 Hz. Diese ist in der linken Grafik der Abbildung 5.4 dargestellt.



**Abbildung 5.4:** Zeitliches Verhalten der Entladungsleistung

Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $f = 43 \text{ kHz}$

**links:** Oszillation mit ca. 300 Hz

**rechts:** Hohe Auflösung zur Berechnung der Leistung

In der rechten Grafik ist der zeitliche Verlauf der Leistung über mehrere Perioden der Pulsfrequenz abgebildet. Um eine mittlere Leistung aus dem periodischen Verlauf zu berechnen, ist eine Auflösung von  $0.1 \mu\text{s}$  notwendig. Wegen der gleichzeitig auftretenden Oszillation (300 Hz) müssen Spannung und Strom über einen Zeitraum von mindestens 10 ms aufgezeichnet werden. Die Berechnung der eingespeisten Energie erfolgt durch die Integration über zwei Perioden der Oszillation (ca. 6 ms). Aus der Division der ermittelten Energie durch das gewählte Zeitintervall kann die mittlere elektrische Leistung bestimmt werden. Bei der Bestimmung der eingespeisten elektrischen Leistung konnte eine Abhängigkeit dieser von der Pulsfrequenz festgestellt werden, welche durch die gewählte Schaltungsanordnung hervorgerufen wird. Mit steigender Pulsfrequenz nimmt beim Schwingkreiswechselrichter die abgegebene Leistung und damit die ins Plasma eingespeiste Leistung zu. Der Zusammenhang ist im Anhang F dargestellt.

Im Gegensatz zum Schwingkreiswechselrichter ist die Leistungsabgabe bei Stromversorgungen mit eingprägtem Rechteckstrom nur in einem geringen Maße von der Pulsfrequenz abhängig. Hierbei kann eine Abnahme der elektrischen Leistung mit einer steigenden Pulsfrequenz festgestellt werden. Bei einer unipolaren Stromversorgung beeinflusst der Parameter Auszeit die Leistungsabgabe nur geringfügig (siehe auch Anhang F).

Um das angewendete Verfahren zur Bestimmung der elektrischen Leistung zu bestätigen,

wurde die Leistungsaufnahme des Katodenkühlwassers bestimmt. Wie aus Abbildung F.2 des Anhangs F ersichtlich ist, liegt die in das Wasser abgegebene Leistung bei  $(86 \pm 1)\%$  der errechneten elektrischen Leistung. Da dieser Wert frequenzunabhängig ist, kann daraus geschlussfolgert werden, dass die Leistungsbestimmung korrekt erfolgte.

Bei den im Rahmen der Arbeit dargestellten Messreihen wird aus Gründen der Einfachheit die Leistung  $P_{DC}$  benutzt, die der aus dem Netz aufgenommenen Leistung entspricht. Entsprechend den in Anhang F dargestellten Grafiken kann die in das Plasma elektrisch eingespeiste Leistung bestimmt werden.

## 5.4 Charakterisierung der abgeschiedenen Schichten

### MESSUNG DER DICHTEN

Um Auswirkungen der verschiedenen Beschichtungsprozesse, der Pulsfrequenz bzw. der Auszeit auf die Schichtabscheidung und damit auf das Schichtwachstum zu ermitteln, wurde die Dichte von ausgewählten metallischen Schichten bestimmt.

Als Substrate dienten Glasscheiben mit einer Dicke von  $(0.10 \pm 0.02)$  mm und einer Grundfläche von  $50 \cdot 50 \text{ mm}^2$ . Im Anhang G ist das Verfahren zur Berechnung der Dichte beschrieben. Der Fehler der Dichtebestimmung beträgt ca. 2%.

### MESSUNG VON TRANSMISSION, REFLEXION, BRECHUNGSINDEX, ABSORPTION

Weiterhin sollte der Einfluss der Parameter Pulsform, Pulsfrequenz und Auszeit gepulster Magnetronentladungen auf die reaktive Schichtabscheidung untersucht werden. Dabei stand bei den durchgeführten Experimenten der Vergleich der normierten dynamischen Beschichtungsraten im Vordergrund. Da die Beschichtungsraten i.Allg. mit einer höheren Targetbedeckung sinken und gleichzeitig die Absorption der abgeschiedenen Schichten abnimmt, ist für einen Vergleich ein charakteristischer Arbeitspunkt notwendig. Am so genannten Transparenzpunkt findet bei einer Erhöhung der Targetbedeckung im TRANSITION MODE der Übergang von der Abscheidung absorbierender Schichten zur Abscheidung absorptionsfreier Schichten statt.

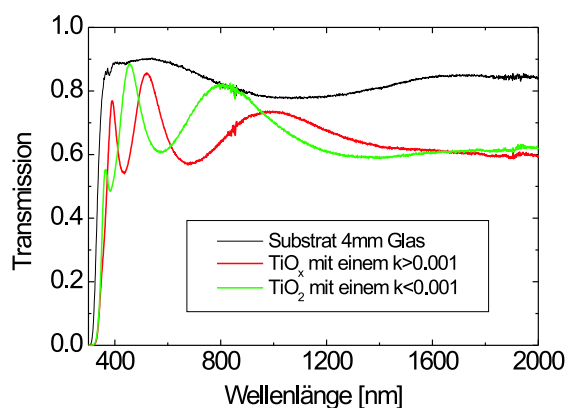
Als absorptionsfreie Schichten werden i.Allg. Schichten mit einem Extinktionskoeffizienten von  $k < 0.001$ <sup>6</sup> bezeichnet. Um jedoch nicht bei jeder abgeschiedenen Schicht die Absorption bestimmen zu müssen, wurde der Zusammenhang zwischen der abnehmenden Absorption und der gleichzeitig zunehmenden Transmission bei steigender Targetbedeckung ausgenutzt. Infolge der Interferenz von  $\text{TiO}_x$ -Schichten ergibt sich eine wellenlängenabhängige Transmission  $T(\lambda)$ . Daraus kann die maximale Transmission  $T_{max}$  im Wellenlängenbereich von 450– 650 nm bestimmt werden. Existiert in diesem Bereich ein Maximum der

---

<sup>6</sup>bei 550 nm

Transmission, das im Wert der Transmission des Glassubstrates entspricht, so kann davon ausgegangen werden, dass die abgeschiedenen Schichten im Wellenlängenbereich nahezu absorptionsfrei sind.

In Abbildung 5.5 ist die Transmission  $T(\lambda)$  als Funktion der Wellenlänge von zwei Proben aufgetragen, welche in der Nähe des Transparenzpunktes abgeschieden wurden. Hierbei ist die eine Probe noch absorbierend (rote Kurve), so dass die Maxima der Transmission noch nicht den Werten der Transmission des Substrates entsprechen. Die zweite Probe (grüne Kurve) ist dagegen absorptionsfrei, da die Maxima der Transmission mit den Werten der Transmission des Substrates übereinstimmen.



**Abbildung 5.5:** Transmissionsspektren unbeschichteter und mit  $\text{TiO}_x$  beschichteter Glasproben

Die Messung der Transmissions-  $T(\lambda)$  und Reflexionsspektren  $R(\lambda)$  als Funktion der Wellenlänge erfolgte mit dem Gerät *Lambda 19* der Firma PERKIN ELMER. Aus den gemessenen Spektren können mit Hilfe eines Programms der Firma KÜHN der Brechungsindex  $n$  und der Extinktionskoeffizient  $k$  bestimmt werden. Bei einer optimalen Anpassung ist eine Berechnung der Brechungsindizes bis auf eine Abweichung von  $10^{-2}$  möglich.

#### MESSUNG DER MECHANISCHEN SCHICHTSPANNUNGEN

Mechanische Schichtspannungen spielen bei der Abscheidung von Schichten in Mehrschichtsystemen eine bedeutende Rolle. Durch die bei der Abscheidung entstehende Spannung kann es zu Schichtdefekten kommen, welche den völligen Funktionsverlust des Schichtsystems nach sich ziehen.

Man unterscheidet thermische und intrinsische Schichtspannungen. Thermische Spannungen entstehen durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und abgeschiedener Schicht. Im Gegensatz dazu werden instrinsische Spannungen z.B. durch Änderung des Volumens, Gitterdefekte, Phasenumwandlungen hervorgerufen [61].

Aus der Verbiegung der Oberfläche einer dünnen Eichprobe infolge einer Beschichtung kann aus der Länge der Messstrecke  $l$  und der Durchbiegung des Substrates  $B$  der Krümmungsradius  $R_k$  bestimmt werden:

$$R_k = \left( \frac{l^2}{4} + B^2 \right) \frac{1}{2B} = \frac{l^2}{8B} \quad \text{mit} \quad l \gg B \quad . \quad (5.4)$$

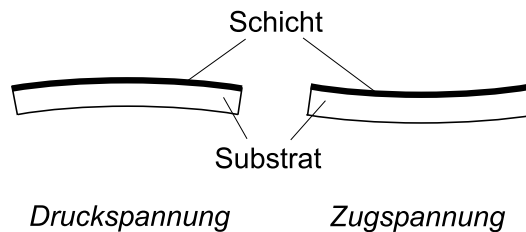
Unter folgenden Voraussetzungen:

- gleichmäßige Durchbiegung (parabolischer Querschnitt)
- Schichtdicke  $\ll$  Substratdicke und Substratausdehnung
- lineares Elastizitätsmodul

kann die Schichtspannung  $\sigma_s$  aus dem Elastizitätsmodul  $E$ , der Querkontraktionszahl  $\nu$ , der Dicke des Substrates  $d_s$  und der Dicke der abgeschiedenen Schicht  $d_f$  aus:

$$\sigma_s = \frac{1}{6R_k} \frac{E}{1 - \nu} \frac{d_s}{d_f} \quad (5.5)$$

berechnet werden. Die durch die Spannungen hervorgerufenen Verformungen sind in Abbildung 5.6 abgebildet, wobei man die Arten Zugspannung und Druckspannung unterscheidet. Die Druckspannung bekommt ein negatives Vorzeichen.



**Abbildung 5.6:** Arten der mechanischen Schichtspannungen

Als Eichproben werden Glassubstrate mit einer durchschnittlichen Dicke von  $146.5 \mu\text{m}$  und einem reduzierten Elastizitätsmodul  $\frac{E}{1-\nu}$  von  $72.65 \text{ GPa}$  verwendet. Um eine möglichst geringe Vorspannung zu erhalten, werden die unbeschichteten Substrate bei  $550^\circ\text{C}$  ca. 30 min lang getempert. Mit dem Scan Profiler *P2* der Firma TENCOR erfolgten zentrische Scans mit einer Messstrecke von 40 mm Länge vor und nach der Beschichtung. Aus der Differenz dieser beiden Messungen wird die Durchbiegung  $B$  und daraus ein mittlerer Wert der Schichtspannung  $\sigma_s$  ermittelt.

#### AFM<sup>7</sup> - TOPOGRAFIE DER OBERFLÄCHE

Zur Analyse der Oberfläche ausgewählter Proben wurde die Raster- Kraft- Mikroskopie

<sup>7</sup>Atomic Force Microscopy – deutsch: Raster- Kraft- Mikroskopie

eingesetzt. Hierbei wird mit einer scharfen Spitze ( $\varnothing < 10 \text{ nm}$ ) die zu untersuchende Oberfläche abgerastert. Die Spitze befindet sich am Ende eines  $100 - 200 \mu\text{m}$  langen Hebels, dessen Auslenkung infolge der auftretenden Kräfte zwischen Spitze und Probenoberfläche gemessen wird. Der Hauptteil der auftretenden Kräfte wird durch van-der-Waals-Kräfte verursacht.

Der CONTACT-MODE, bei dem die Nadel sehr nah an der Oberfläche entlang geführt wird, eignet sich vor allem zur Messung leitender Oberflächen. Hierbei werden die im Bereich von ca.  $0.1 \text{ nm}$  herrschenden abstoßenden interatomaren Kräfte ausgenutzt ( $10^{-6} \text{ N}$ ). Infolge von Aufladungseffekten kann diese Methode bei nichtleitenden Oberflächen nicht angewendet werden, da es zu Störungen der Spitzenführung kommt. Zur Analyse von schlecht leitfähigen Oberflächen wird der NON-CONTACT-MODE verwendet, bei dem das System Spitze-Hebelarm zu Schwingungen im Bereich von  $100 \text{ kHz}$  angeregt wird. Infolge der im Abstand von  $10 \text{ nm}$  herrschenden Anziehungskräfte ( $10^{-12} \text{ N}$ ) verschiebt sich die Resonanzfrequenz, was zu einer Änderung der Schwingungsamplitude führt.

Die gemessenen Topografie-Felder haben eine Fläche von  $2.5 \cdot 2.5 \mu\text{m}^2$  und besitzen eine maximale Auflösungen von wenigen Nanometern in lateraler und  $1 \text{ nm}$  senkrecht zur Oberfläche [62].

## 5.5 Messung der thermischen Substratbelastung

Durch das notwendige Nachführen der elektrischen Anschlüsse eignet sich ein Thermoelement nicht zur Bestimmung der thermischen Substratbelastung bei dynamischen Beschichtungsprozessen. Deshalb erfolgte die Messung der maximalen Substrattemperatur mit Hilfe von Thermomessstreifen während des Beschichtungsprozesses. Zur Kennzeichnung der thermischen Substratbelastung wurde die gemessene Temperatur auf eine Schichtdicke von  $100 \text{ nm}$  bezogen. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 5.7 dargestellt.

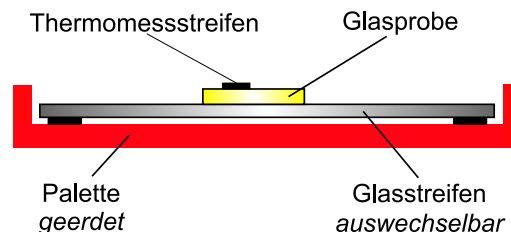


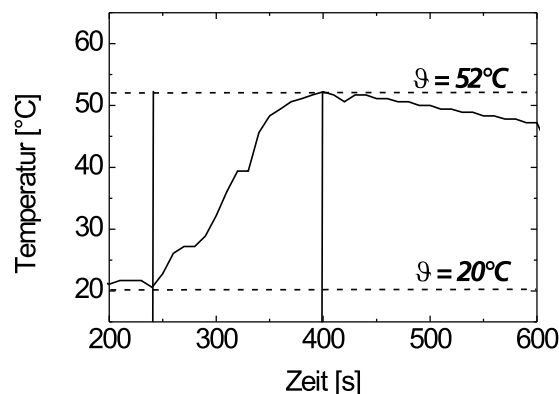
Abbildung 5.7: Aufbau zur Messung der Substrattemperatur

Auf die geerdete Palette wurde ein auswechselbarer Glasstreifen aufgelegt, auf dem die eigentliche Glasprobe aufgebracht wurde. Der Glasstreifen dient dazu, dass die Temperatur

der Auflagefläche für die Glasprobe zu Prozessbeginn immer auf dem Niveau der Raumtemperatur ( $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) ist. Einflüsse des vorher stattgefundenen Beschichtungsvorganges werden so minimiert. Der auf der Glasprobe aufgeklebte Messstreifen der Firma VANBELLE, der mit temperaturempfindlichen Lacken versehen ist, wurde mit KAPTON<sup>TM</sup>-Band als Aufdampfschutz versehen.

Das Messverfahren ist unempfindlich gegenüber elektromagnetischen Störungen. Außerdem wird die Messung nicht durch die Schichteigenschaften wie z.B. Reflektivität beeinflusst. Aus diesem Grund wurde auf die Nutzung optischer Verfahren verzichtet.

Um die angewandte Messmethode zu charakterisieren und gleichzeitig den zeitlichen Verlauf der Erwärmung des Substrates zu monitorieren, wurde bei einigen Experimenten ein Mikrocomputer der Firma IBM mit angeschlossenen Thermoelementen benutzt, die komplett auf die Palette aufgebracht wurden. Dieser aufwendige Messaufbau erlaubt eine zeitliche Aufnahme von Messwerten während des Durchlaufes des Substrates durch die Beschichtungseinrichtung, wie in Abbildung 5.8 dargestellt ist.



**Abbildung 5.8:** Messung des zeitlichen Temperaturverlaufes bei der Abscheidung von Titan durch Benutzung eines Thermoelements

RPG 100-E,  $P_{DC} = 5\text{ kW}$ ,  $p = 0.3\text{ Pa}$ ,  $f = 100\text{ kHz}$ ,  $t_{\text{off}} = 4\text{ }\mu\text{s}$

Nach dem Einschleusen in die HZS ( $t = 0\text{ s}$ ) beginnt die Beschichtung des Substrates am Zeitpunkt  $t = 240\text{ s}$ . Innerhalb der darauf folgenden  $160\text{ s}$  findet der Beschichtungsprozess und die daraus resultierende Erwärmung des Substrates statt. Nach dem Verlassen der Beschichtungsstation sinkt die Substrattemperatur kontinuierlich. Der Vergleich mit den Thermomessstreifen zeigt, dass die Thermomessstreifen mit einem Wert von  $49\text{ }^{\circ}\text{C}$  die maximal erreichte Substrattemperatur wiedergeben.

Die Auflösung der Thermomessstreifen beträgt nur ca.  $4\text{ K}$ . Da die ermittelten Temperaturänderungen im Bereich von  $30\text{--}50\text{ K}$  liegen, beträgt der Fehler ca.  $\pm 10\%$ .

# Kapitel 6

## Charakterisierung einer MF– Magnetronentladung

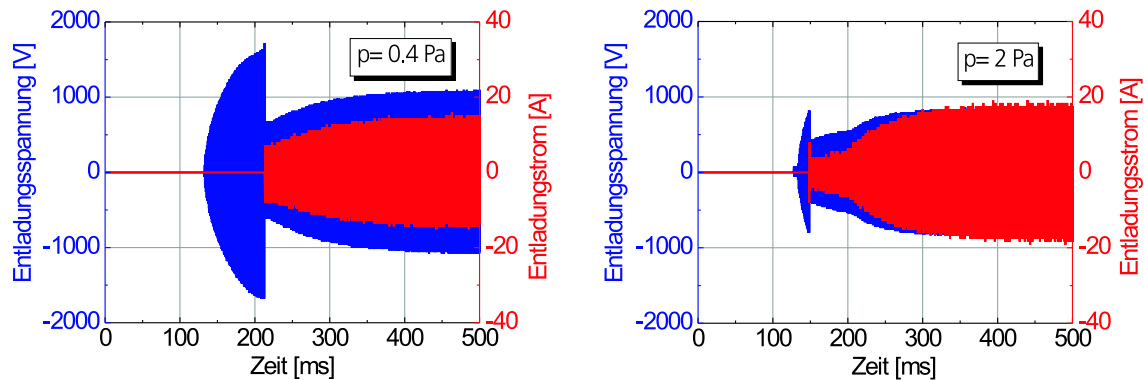
### 6.1 Verhalten der elektrischen Größen bei Variation von Frequenz und Auszeit

#### 6.1.1 Zündung von gepulsten Entladungen

Zur Untersuchung des Zündprozesses gepulster Entladungen wurde ein DMS– System der HZS 05 benutzt und der zeitliche Verlauf der Zündung und der Wert der Zündspannung gemessen. Bei konstantem Elektrodenabstand liefert die Paschenkurve eine Aussage über die druckabhängige Zündspannung für eine gewählte Geometrie (siehe Kapitel 3.1.3). Durch die Messung der Paschenkurven  $U_z = f(p, d = \textit{konstant})$  konnten die Zündprozesse von DC– Magnetronentladungen und bipolar gepulsten MF– Entladungen miteinander verglichen werden.

Ein Einfluss der magnetfeldgeführte Anode auf den Wert der Zündspannung einer DC– Entladung kann ausgeschlossen werden, da die Paschenkurven identisch sind. Bei den folgenden Untersuchungen wurde zur Erzeugung einer DC– Entladung ein Magnetron als Katode und ein zweites Magnetron als Anode benutzt. Im bipolaren Betrieb waren diese beiden Magnetrons wechselseitig Katode und Anode. Durch die Wahl dieser Anordnung ist ein direkter Vergleich zwischen bipolaren und unipolaren Entladungen möglich, da die bipolare Anordnung während der Dauer einer Halbwelle einer unipolaren Anordnung mit magnetfeldgeführter Anode entspricht.

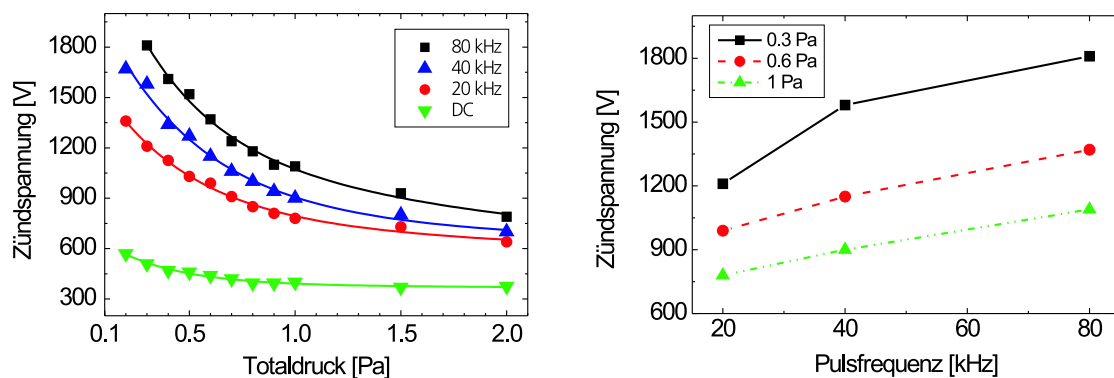
In Abbildung 6.1 ist der zeitliche Verlauf der Zündung einer bipolaren MF– Entladung bei unterschiedlichen Totaldrücken dargestellt.



**Abbildung 6.1:** Zeitlicher Verlauf der Zündung einer bipolaren Entladung bei zwei unterschiedlichen Drücken (links:  $p = 0.4 \text{ Pa}$ , rechts:  $p = 2 \text{ Pa}$ )  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $f = 30 \text{ kHz}$

Wie aus der linken Grafik zu entnehmen ist, zündet bei  $0.4 \text{ Pa}$  die bipolare Entladung beim Erreichen einer Spannung von  $1600 \text{ V}$  nach etwa  $100 \text{ ms}$ . Wird der Totaldruck auf  $2 \text{ Pa}$  erhöht (rechte Grafik), so zündet die Entladung bereits nach ca.  $15 \text{ ms}$ . Die Zündspannung sinkt auf einen Wert von etwa  $800 \text{ V}$ .

Die Zeit bis zur Zündung wird durch den vom Schwingkreiswechselrichter vorgegebenen zeitlichen Anstieg der Spannung bestimmt und ist nicht mit der Zündzeit einer Entladung zu vergleichen. In beiden Fällen ist der zeitliche Spannungsanstieg identisch. Bei  $2 \text{ Pa}$  wird die für den Totaldruck typische Zündspannung bereits nach  $15 \text{ ms}$  erreicht, bei  $0.4 \text{ Pa}$  erst nach  $100 \text{ ms}$ . Auch bei DC-Entladungen ist zu beobachten, dass die Zeit bis zur Zündung i.Allg. durch den von der Stromversorgung vorgegebenen Spannungsanstieg bestimmt wird. In Abbildung 6.2 sind die Zündspannungen von DC- und bipolaren MF-Entladungen in Abhängigkeit vom Druck (Paschenkurve, links) und von der Pulsfrequenz aufgetragen.



**Abbildung 6.2:** Zündspannung als Fkt. des Druckes (links) und der Pulsfrequenz (rechts)  
Titan, metallisch, MDX-15 (DC), TIG 30/100P (MF)



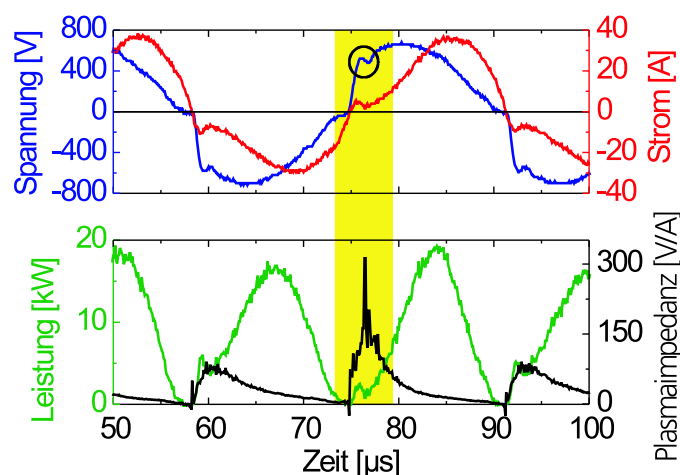
Die linke Grafik entspricht in ihrem Verlauf einer typischen Paschenkurve. Die Zündspannungen sinken bei Druckerhöhung infolge der zunehmenden Zahl der Stöße zwischen den Elektronen und den Gasatomen. Auffallend sind die deutlich höheren Zündspannungen bipolar gepulster Entladungen und deren Abhängigkeit von der Pulsfrequenz.

In der rechten Grafik ist die Abhängigkeit der Zündspannung von der Pulsfrequenz bipolar gepulster Entladungen dargestellt. Bei einem Druck von 0.3 Pa liegt die Zündspannung einer DC– Entladung bei ca. 470 V. Die Zündspannung einer bipolaren MF– Entladung beträgt bei gleichem Druck und einer Pulsfrequenz von 20 kHz etwa 1210 V und steigt bei einer Erhöhung der Frequenz auf 80 kHz bis auf einen Wert von 1810 V an. Aus dem Anstieg der Zündspannungen mit der Pulsfrequenz kann geschlossen werden, dass infolge der periodischen Umpolung des elektrischen Feldes die Pulsdauer von einigen Mikrosekunden nicht mehr für die Ausbildung einer Entladung ausreicht. Es sind deutlich höhere elektrische Feldstärken zur Zündung und damit zur Ausbildung der bipolar gepulsten Entladung notwendig. Daraus ergibt sich eine frequenzabhängige Zündspannung bipolar gepulster Entladungen.

Wie aus Abbildung 6.1 zu erkennen ist, geht die Entladung innerhalb von 200 ms nach der Zündung in einen quasi– stationären Zustand über.

### 6.1.2 Einfluss der Pulsfrequenz auf die elektrischen Größen bipolarer Entladungen

In Abbildung 6.3 ist der zeitliche Verlauf von Spannung, Strom, Leistung und Plasmainpedanz bei der Verwendung eines Schwingkreiswechselrichters dargestellt.



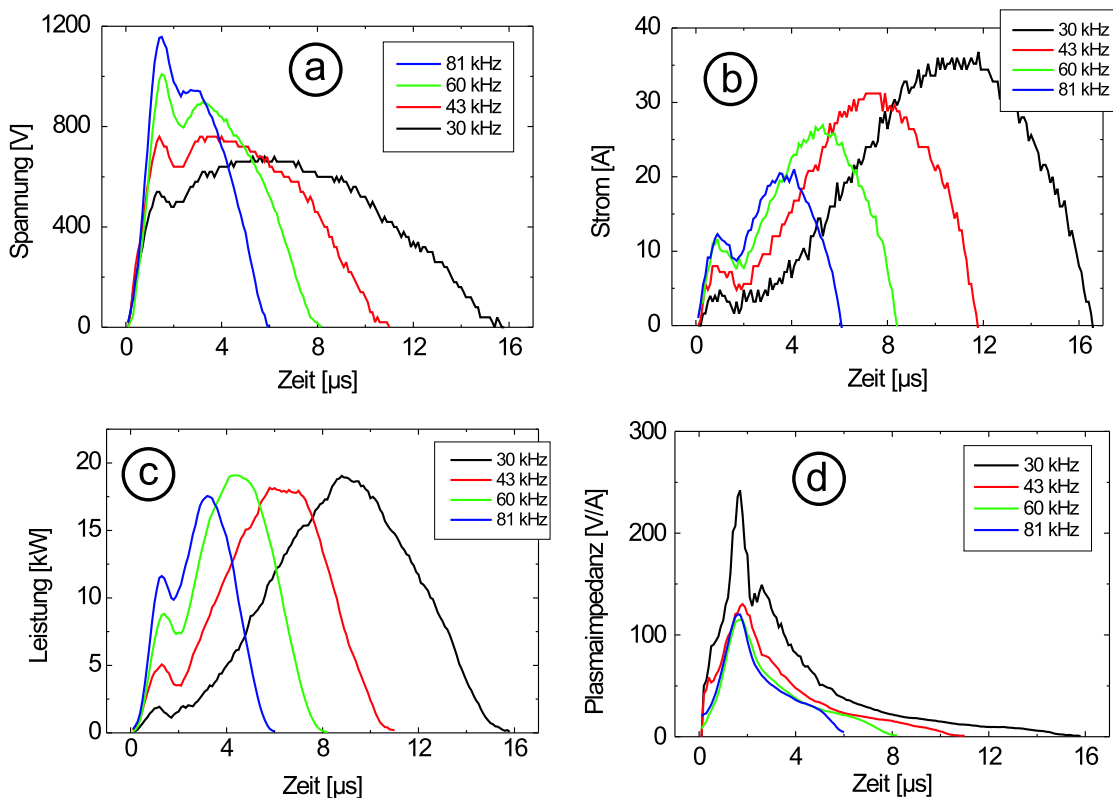
**Abbildung 6.3:** Zeitlicher Verlauf von Spannung, Strom, Leistung und Impedanz

Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $f = 30 \text{ kHz}$

Nach dem Umpolen steigt die Spannung bis auf den Wert der Wiederzündspannung innerhalb von  $2\ \mu\text{s}$  an. Der Begriff der Wiederzündspannung kann aus dem zeitlichen Verlauf der Plasmainpedanz abgeleitet werden, die bis zum Erreichen der Wiederzündspannung auf einen Maximalwert ansteigt (gelber Bereich). Der deutlich erkennbare Stromfluss vor der Wiederzündung legt die Vermutung nahe, dass ein Teil der noch vorhandenen Ladungsträger, vor allem Elektronen, während dieser Zeit im elektrischen Feld abfließen kann. Offensichtlich wird in der Zeit bis zur erneuten Zündung der Katodenfall an der Katode gebildet und damit die Entladung mit umgekehrter Polarität aufgebaut.

Nach der Wiederzündung sinkt die Plasmainpedanz kontinuierlich bis zum Ende der Halbwelle. Entsprechend der gewählten Schaltungsanordnung des Schwingkreiswechselrichters und der gewählten Leistung steigen Spannung und Strom i.Allg. nach der Wiederzündung an und besitzen einen sinusförmigen Verlauf. Die Maxima von Spannung, Leistung und Strom sind in dieser Reihenfolge zeitlich versetzt.

In Abbildung 6.4 ist der Einfluss der Pulsfrequenz auf den zeitlichen Verlauf der elektrischen Größen Spannung, Strom, Leistung und Plasmainpedanz in einer Halbwelle dargestellt.



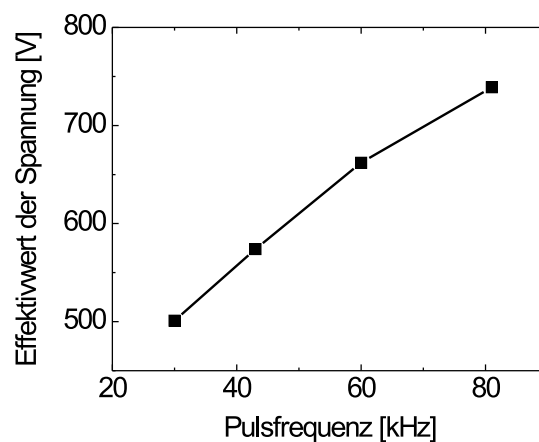
**Abbildung 6.4:** Zeitlicher Verlauf von Spannung (a), Strom (b), Leistung (c) und Impedanz (d) bei Variation der Frequenz

Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10\ \text{kW}$ ,  $p = 0.3\ \text{Pa}$

Wie aus den Grafiken zu entnehmen ist, steigt die Wiederzündspannung und der vor der Wiederzündung fließende Strom bei Erhöhung der Pulsfrequenz an. Dadurch vergrößert sich die Energie, die vor der Wiederzündung in die Entladung eingebracht wird. Bestimmt man die Energie vor der Wiederzündung durch die Integration der Leistung, so beträgt bei 30 kHz der Anteil der Energie vor der Wiederzündung in Bezug auf die gesamte eingespeiste Energie ca. 1.5% und steigt auf ca. 20% bei einer Frequenz von 81 kHz an.

Die Werte der Wiederzündspannung betragen im betrachteten Frequenzbereich nur etwa 50– 60% der ermittelten Zündspannung. Nach dem Absinken der Spannung auf Null am Ende der Halbwelle fließt der Strom in Abhängigkeit der Pulsfrequenz noch ca. 0.5 – 1  $\mu$ s weiter.

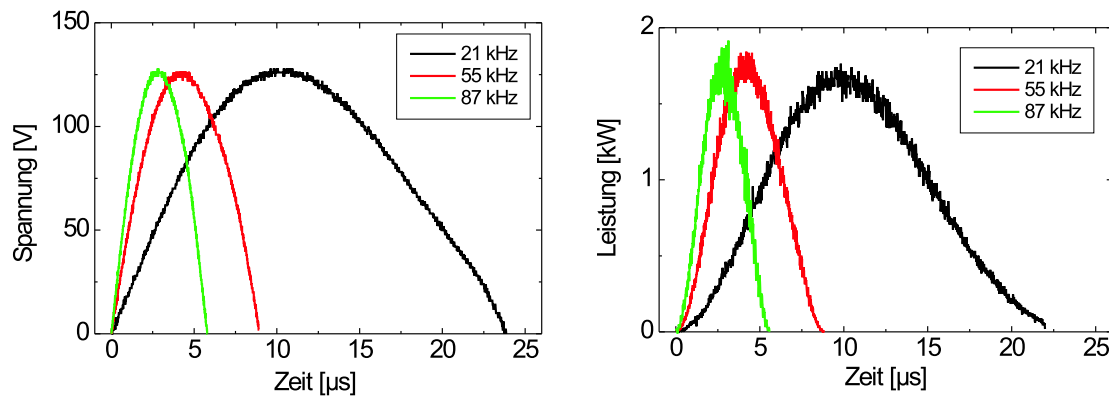
Die Dauer des Wiederzündprozesses, die als Differenz aus Nulldurchgang des Stromes und dem kurzzeitigen Einbruch der Spannung definiert werden kann, ist in erster Näherung nicht frequenzabhängig. Dagegen steigt der Wert der Wiederzündspannung und auch der Effektivwert der Spannung bei einer Frequenzerhöhung an. Dies ist nicht allein durch den frequenzabhängigen Anstieg der eingespeisten Leistung zu erklären, der um maximal 10% im betrachteten Frequenzbereich variiert (siehe Anhang F.2). In Abbildung 6.5 ist das Verhalten der Effektivwerte der Spannung in Abhängigkeit der Pulsfrequenz dargestellt.



**Abbildung 6.5:** Einfluss der Pulsfrequenz auf die Effektivwerte der Spannung  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10$  kW,  $p = 0.3$  Pa

Wie bereits beschrieben, steigt der Effektivwert der Spannung mit einer Erhöhung der Frequenz stark an. Bei einer nahezu konstanten Leistung verringert sich im Gegensatz dazu der Effektivwert des Stromes. Die Änderung von Spannung und Strom kann für den Sputterprozess entscheidend sein. Die Spannung ist ein Maß für die Energie der Argonionen im Katodenfall und der Strom korreliert mit der Zahl der auf dem Target auftreffenden Argonionen.

Da nicht ersichtlich war, ob die Stromversorgung oder das Verhalten des Plasmas diese Frequenzabhängigkeit der elektrischen Größen hervorruft, wurde das zeitliche Verhalten der elektrischen Größen bei Benutzung einer ohmschen Last mit einem Wert von  $R_L = 10 \Omega$  ermittelt. Der Widerstandswert liegt im Bereich der Plasmaimpedanz einer Entladung (siehe Abbildung 6.3). In Abbildung 6.6 ist der gemessene, zeitliche Verlauf von Spannung (links) und Leistung (rechts) dargestellt. Die mittlere Leistung wurde auf 1 kW begrenzt, um eine zu starke Erwärmung des wassergekühlten Widerstandes zu vermeiden.



**Abbildung 6.6:** Einfluss der Pulsfrequenz auf den zeitlichen Verlauf von Spannung (links) und Leistung (rechts) bei der Verwendung einer ohmschen Last  
TIG 30/100P,  $P_{DC} = 1 \text{ kW}$ ,  $R_L = 10 \Omega$

Deutlich erkennbar sind die konstanten Werte von Scheitelspannung bzw. -leistung bei der Frequenzvariation. Auch die ermittelten Effektivwerte haben eine maximale Abweichung von  $\pm 5\%$ . Durch diese Messung kann ein frequenzabhängiger Einfluss der Schaltungsanordnung des SWR auf die Werte von Spannung und Strom ausgeschlossen werden.

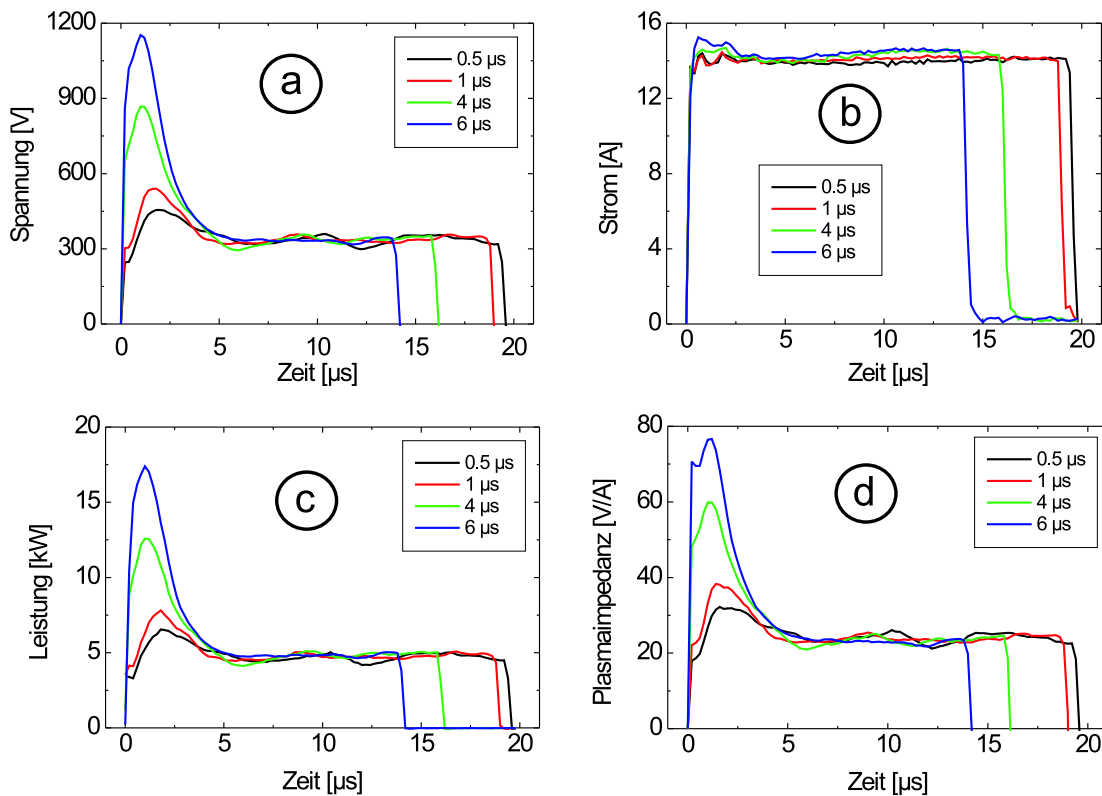
Die Ursache der Frequenzabhängigkeit muss vielmehr in der Ladungsträgererzeugung und in der Trägheit der Ladungsträger im Plasma gesucht werden. Das bereits diskutierte Ansteigen der Zündspannung bei Erhöhung der Frequenz legt die Vermutung nahe, dass zur Aufrechterhaltung von Entladungen mit einer kurzen Pulsdauer größere elektrische Feldstärken und damit höhere Spannungen notwendig sind. Da die Leistung vom Schwingkreiswechselrichter konstant gehalten wird, sinkt dementsprechend der Strom.

Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Zündspannung (Abbildung 6.2) und der Wiederzündspannung (Abbildung 6.4) konnte nicht gefunden werden. Zwar steigen beide Spannungen mit der Frequenz, jedoch nimmt die Zündspannung bei einem Druck von 0.3 Pa durch eine Frequenzerhöhung von 20 kHz auf 80 kHz um 50% und die Wiederzündspannung um mehr als 100% zu.

### 6.1.3 Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die elektrischen Größen unipolarer Entladungen

Eine unipolar gepulste Entladung kann durch Pulsfrequenz und Auszeit beeinflusst werden. Der Aufbau von Stromversorgungen zur Erzeugung unipolarer Entladungen und deren Wechselwirkungen mit dem Plasma einer Doppelring– Magnetronanordnung sind durch BARTZSCH in [12] beschrieben worden.

Mit der verwendeten Stromversorgung RPG 100–E der Firma ENI können unipolare, rechteckförmige Strompulse erzeugt werden. Der zeitliche Verlauf der elektrischen Größen lässt sich anhand der Schaltungsanordnung der Stromversorgung und des zeitlichen Verhaltens der Ladungsträgerdichte beschreiben. In Abbildung 6.7 ist der Einfluss der Auszeit auf die elektrischen Größen Spannung, Strom, Leistung und Plasmaimpedanz dargestellt.



**Abbildung 6.7:** Zeitlicher Verlauf von Spannung (a), Strom (b), Leistung (c) und Impedanz (d) während eines Pulses bei einer Variation der Auszeit  
Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P_{DC} = 5 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $f = 50 \text{ kHz}$

Es kann ein starker Einfluss der Auszeit auf den zeitlichen Verlauf von Spannung, Leistung und Plasmaimpedanz festgestellt werden. Dagegen ist der Einfluss auf das zeitliche Verhalten des Stromes zu vernachlässigen.

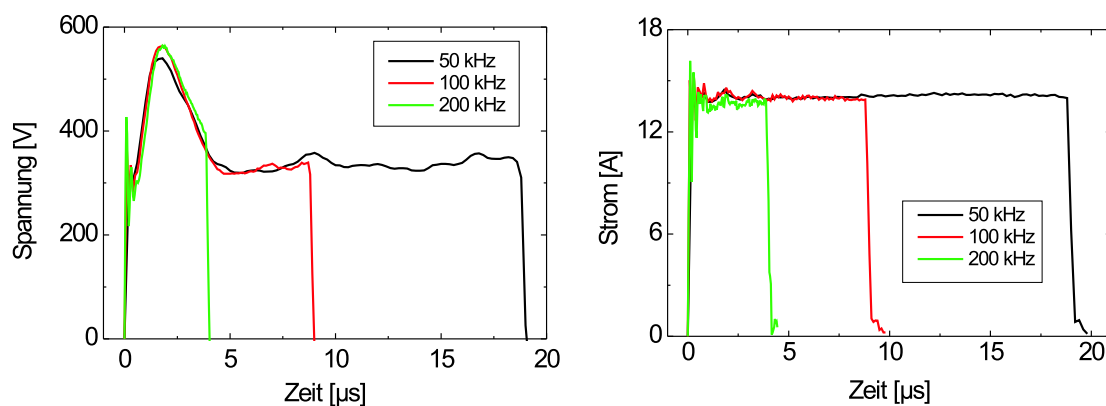
Um einen konstanten Strom während der Einzeit der Entladung zu gewährleisten, befindet sich vor dem Halbleiterschalter eine Induktivität, die die Energie für mehrere Halbwellen zwischenspeichert. Bei einer Auszeit von kleiner als  $1 \mu\text{s}$  nimmt die Ladungsträgerdichte in der Entladungsstrecke nur gering ab. Damit kann der Strom in der Entladung ohne eine deutliche Erhöhung der Spannung zu Beginn des Pulses fließen.

Durch eine Vergrößerung der Auszeit auf Werte von  $t_{off} > 1 \mu\text{s}$  kommt es zu einer spürbaren Verarmung der Ladungsträger während der Auszeit in der Entladungsstrecke. Auf diese Weise erhöht sich die Plasmaimpedanz (d) zu Pulsbeginn und der Strom kann nur durch eine deutlich höhere Spannung eingetragener werden. Der Wert der Spannung zu Pulsbeginn erhöht sich monoton mit einer Vergrößerung der Auszeit. Die Spannungsüberhöhung bei konstantem Stromfluss führt zur einer Überhöhung der Leistung (c) zu Pulsbeginn. Die Pulsleistung steigt bei gleicher mittlerer Leistung mit einer Vergrößerung der Auszeit und wird damit deutlich größer als die mittlere Leistung.

Durch die Variation der Auszeit konnte eine deutliche Abnahme der Ladungsträgerdichte bei einer Auszeit größer als  $1 \mu\text{s}$  beobachtet werden. Vergleicht man diesen Wert mit dem aus der Abbildung 3.4 ermittelten, so stimmen die Werte in erster Näherung überein. Entsprechend den Berechnungen sollte eine deutliche Abnahme der Ladungsträgerdichte im Bereich von  $2 - 20 \mu\text{s}$  einsetzen, die experimentell bestimmte Grenze liegt bei ca.  $1 \mu\text{s}$ .

Das Plasma benötigt etwa  $3 - 4 \mu\text{s}$  zur Ausbildung einer stationären Entladung. Die sich danach einstellenden Werte der elektrischen Größen sind bis zum Pulsende konstant und entsprechen der Werten einer DC- Entladung.

In Abbildung 6.8 ist der Einfluss der Pulsfrequenz auf den zeitlichen Verlauf von Spannung und Strom bei einer konstanten Auszeit von  $1 \mu\text{s}$  dargestellt.



**Abbildung 6.8:** Zeitlicher Verlauf von Spannung (links) und Strom (rechts) während eines Pulses bei Variation der Frequenz

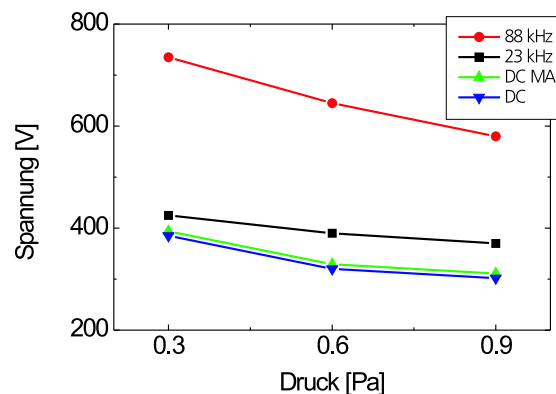
Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P_{DC} = 5 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $t_{off} = 1 \mu\text{s}$

Bis zu einem Wert von 200 kHz hat die Pulsfrequenz keinen signifikanten Einfluss auf die Höhe der Spannung und den zeitlichen Verlauf bei Pulsbeginn (linke Grafik). Die Höhe der Spannung wird nur durch die Dauer der Auszeit bestimmt. Aus der linken Grafik ist deutlich zu erkennen, dass bei einer Frequenz von etwa 200 kHz der Bereich konstanter Spannung und damit der Zustand einer stationären Entladung nicht mehr erreicht wird. Es kann davon ausgegangen werden, dass bei Frequenzen größer als 200 kHz und einer Auszeit von 1  $\mu$ s sich die Entladung nicht mehr vollständig ausbildet und sich damit deutlich von einer DC– Entladung unterscheidet.

Zwar verändern sich die Scheitelwerte der Spannung in Abhängigkeit von der Auszeit, jedoch bleiben die Effektivwerte im Gegensatz zur vorher betrachteten bipolaren Entladung in einem Bereich von  $\pm 5\%$  konstant. Auch eine Variation der Pulsfrequenz lässt die Effektivwerte der Spannung nahezu unverändert. Die Brennspannungen (ca. 5  $\mu$ s nach Pulsbeginn) und auch die Effektivwerte liegen nahe den Werten der DC– Entladungen.

#### 6.1.4 Einordnung der MF– Magnetronentladung

Wie bereits im vorigen Kapitel festgestellt wurde, unterscheiden sich die Brennspannungen von DC– Entladungen und die Effektivwerte unipolarer Entladungen nur geringfügig. Im Gegensatz dazu tritt bei bipolaren Entladungen eine Frequenzabhängigkeit der Effektivwerte der Spannung auf. In der Abbildung 6.9 sind die Brennspannungen von DC– Entladungen mit den Effektivwerten bipolarer Entladungen bei einer Variation des Druckes verglichen.

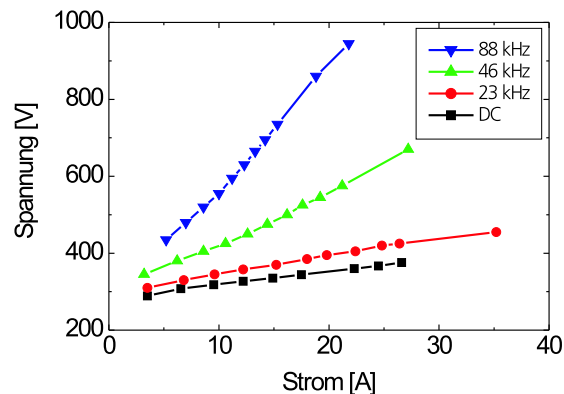


**Abbildung 6.9:** Vergleich der Spannungen von DC– Entladungen (MDX, MA  $\equiv$  mit magnetfeldgeführter Anode) mit den Effektivwerten bipolarer MF– Entladungen (TIG 30/100P) bei unterschiedlichen Frequenzen Titan, metallisch,  $P_{DC} = 10$  kW

Durch die Verwendung einer magnetfeldgeführten Anode (zweites Magnetron) erhöhen sich die Brennspannungen einer DC- Entladung nur um ca. 10 V.

Werden bei bipolaren MF- Entladungen Pulsfrequenzen kleiner 30 kHz gewählt, so sind die Effektivwerte der Spannung etwa 100 V höher als die der DC- Entladung. Bei Frequenzen größer als 30 kHz erhöhen sich die Effektivwerte der Spannung mit steigender Pulsfrequenz stark. Alle dargestellten Kurven zeigen die gleiche monotone Abhängigkeit vom Totaldruck, wie es der Glimmentladung eigen ist.

Durch den in der Abbildung 6.10 erfolgten Vergleich der Strom- Spannungs- Charakteristik einer DC-Entladung mit der von bipolaren MF- Entladungen unterschiedlicher Frequenzen ist eine Zuordnung der Entladungsarten in die Bereiche einer Glimmentladung möglich.



**Abbildung 6.10:** Vergleich von U- I- Kennlinien (Effektivwerte) einer DC- Entladung (MDX) und bipolarer MF- Entladungen (TIG 30/100P) mit unterschiedlichen Frequenzen  
Titan, metallisch,  $p= 0.3$  Pa

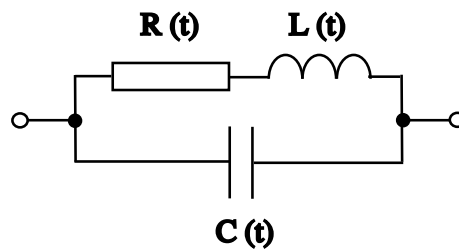
Wird der Stromfluss bei DC- Entladungen und bipolaren MF- Entladungen mit Pulsfrequenzen kleiner als 30 kHz erhöht, so steigt die Spannung nur um ca. 100- 150 V. Im Gegensatz dazu ist der Spannungsanstieg bei MF- Entladungen mit höheren Pulsfrequenzen deutlich größer und beträgt im dargestellten Bereich mehrere hundert Volt.

Vergleicht man die Strom- Spannungs- Charakteristik mit der einer Glimmentladung (Abbildung 3.1), so können in erster Näherung die DC- Entladung, die unipolar gepulste Entladung und auch bipolar gepulste Entladungen mit kleinen Frequenzen ( $< 30$  kHz) in den Bereich der normalen Glimmentladung eingeordnet werden. Bipolare MF- Entladungen bei höheren Frequenzen zeigen charakteristische Eigenschaften einer anormalen Glimmentladung.



### 6.1.5 Verhalten der komplexen Plasmaimpedanz

Eine makroskopische Modellierung der gepulsten MF– Entladung kann mit Hilfe eines einfachen Modells aus den zeitlich– veränderlichen elektrischen Bauelementen Widerstand  $R(t)$ , Induktivität  $L(t)$  und Kapazität  $C(t)$  erfolgen. Aus Gründen der Vereinfachung wird auf eine örtliche Separation in die Komponenten Katodenfall, positive Säule und Anodenfall verzichtet, wie sie durch KLAUS vorgeschlagen wurde [63]. An einem einfachen Schaltungsmodell, welches in Abbildung 6.11 dargestellt ist, soll das zeitliche Verhalten der Entladung diskutiert werden.



**Abbildung 6.11:** Vereinfachtes Ersatzschaltbild für ein Plasma

Im ungezündeten Zustand kann die Entladung infolge der extrem geringen Ladungsträgerdichte durch einen großen Widerstandswert beschrieben werden. Das zeitliche Verhalten entspricht dem Aufladungsvorgang einer Kapazität, dem je nach vorhandener Ladungsträgerdichte im Plasma ein Widerstand und eine Induktivität parallel geschaltet ist. Nach dem Zünden der Entladung sinkt der Widerstandswert ab und das zeitliche Verhalten des Plasmas kann durch den Widerstand und die Induktivität beschrieben werden.

Betrachtet man den zeitlichen Verlauf der Plasmaimpedanz einer bipolar gepulsten Entladung (Abbildung 6.4), so kann nach der Umpolung ein starkes Ansteigen der Impedanz festgestellt werden. Infolge der geringen Ladungsträgerdichte und des fehlenden Katodenfalls ist während der Wiedierzündung der Wert des Widerstandes sehr groß. Bestimmend für den Wert der Impedanz ist der kapazitive Anteil. Ist die Wiederezündspannung erreicht, so sinkt durch den erfolgten Aufbau des Katodenfalls der Wert des Widerstandes und damit wird dieser Zweig impedanzbestimmend. Gegen Pulsende strebt der Widerstand einem Minimalwert zu. Durch die noch vorhandenen Ladungsträger, die kinetische Energie aus dem elektrischen Feld aufgenommen haben, bestimmt die Induktivität gegen Ende des Pulses das zeitliche Verhalten.

Bei einer unipolar gepulsten Entladung wird das Verhalten der Plasmaimpedanz (siehe Abbildung 6.7) durch die Verringerung der Ladungsträgerdichte während der Auszeit in der Entladungsstrecke bestimmt. Die Abnahme der Ladungsträgerdichte wird vor allem durch

die Dauer der Auszeit beeinflusst. Ist die Auszeit klein ( $t < 1 \mu\text{s}$ ), so verändern sich die Werte von Widerstand und Induktivität kaum. Das Plasma zeigt zu Beginn des nächsten Pulses ein ohmsches Verhalten. Bei größeren Auszeiten steigt der Wert des Widerstandes stark an, wodurch sich die Plasmaimpedanz zu Pulsbeginn stark erhöht. Auf diese Weise nimmt der kapazitive Anteil mit einer Vergrößerung der Auszeit zu.

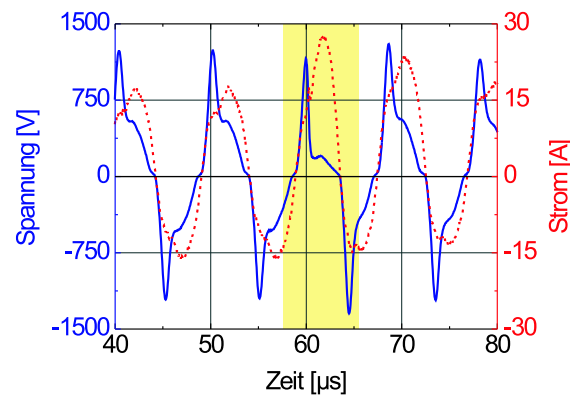
### 6.1.6 Bogenentladungen

Durch die Wahl von Frequenz und Auszeit bei einer unipolar gepulsten Entladung kann die Entstehung von Bogenentladungen, die infolge der Aufladung dielektrischer Schichten auf der Targetoberfläche entstehen, minimiert werden. Dabei begrenzt die gewählte Pulsfrequenz die Dauer des Aufladungsprozesses. Die Auszeit der Entladung bestimmt dagegen die Zeit, die zum Abbau der Oberflächenladungen zur Verfügung steht.

Da bei der Abscheidung von Titan bzw. Titandioxid nur sehr wenig Bogenentladungen auftreten, wurde im Rahmen dieser Arbeit auf die Untersuchung des Einflusses von Pulsfrequenz und Auszeit auf die Zahl der auftretenden Bogenentladungen verzichtet. Diese Untersuchungen sollten bei anderen Sputterprozessen durchgeführt werden. Besonders eignen sich reaktive Magnetronentladungen zur Abscheidung von  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder auch  $\text{ZnO}$ . Bei den Prozessen zur Abscheidung der ersten beiden Materialien treten vor allem Bogenentladungen infolge der Bildung dielektrischer Schichten auf der Targetoberfläche auf. Im Gegensatz dazu werden unipolare Bogenentladungen bei der reaktiven Abscheidung von  $\text{ZnO}$  durch die Bildung von „Pickeln“ auf der Targetoberfläche hervorgerufen.

BELKIND [10] untersuchte den Einfluss der Auszeit auf die kritische Frequenz, ab der das Auftreten von Bogenentladungen drastisch reduziert wird für den Fall einer unipolaren Magnetronentladung zur Abscheidung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . So beträgt die kritische Frequenz bei einer Auszeit von  $1 \mu\text{s}$  etwa  $50 \text{ kHz}$ . Durch eine Vergrößerung der Auszeit auf  $5 \mu\text{s}$  sinkt der Wert bis auf  $5 \text{ kHz}$  ab. Eine große Auszeit bewirkt somit eine effektive Entladung der dielektrischen Schichten. Weiterhin hat BELKIND deutlich gemacht, dass die Werte der kritischen Frequenz und der Auszeit von der gewählten elektrischen Leistung und damit von Spannung und Strom abhängig sind. Das bedeutet, dass infolge einer Erhöhung der Leistung der Wert der kritischen Frequenz zunimmt.

Bei bipolaren Magnetronentladungen wird häufig auf die Nutzung der Auszeit verzichtet, da infolge der Umpolung die dielektrischen Schichten entladen werden können. In Abbildung 6.12 ist der zeitliche Verlauf von Spannung und Strom bei einer bipolaren Entladung zur Abscheidung von Zink dargestellt.



**Abbildung 6.12:** Verlöschung einer unipolaren Bogenentladung [54]

Zink, metallisch,  $P_{DC} = 6 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $f = 100 \text{ kHz}$

Im Fall der hier dargestellten selbstverlöschenden unipolaren Bogenentladung steigt der Strom während der gelb markierten Halbwelle stark an. Gleichzeitig sinkt die Spannung auf einen Wert von 100–200 V ab. Die Entladung geht in den Bereich der Bogenentladung über.

Durch die Umkehrung der Polarität brennt die Entladung als Glimmentladung in der nächsten Halbwelle. Bei diesen unipolaren Bogenentladungen, bei denen die Bogenentladung nur in einer Polarität auftritt, kann die Dauer der nächsten Halbwelle für eine Relaxation der gerade auftretenden Bogenentladung ausreichend sein. In der darauf folgenden Halbwelle brennt die Entladung wieder im Bereich der Glimmentladung und nicht als Bogenentladung. Die Bogenentladung ist dadurch selbst verloschen. Auf diese Weise kann das Auftreten von „schweren“ Bogenentladungen, die zur Zerstörung des Targets führen, durch das Verlöschen der Bogenentladung infolge der Umkehrung der Polarität vermieden werden.

Bei bipolaren Entladungen spielt weiterhin der frequenzabhängige Anstieg der Spannung am Target eine große Rolle. Durch eine höhere Targetspannung wird die Durchschlagsfeldstärke bei der Aufladung dielektrischer Schichten auf der Targetoberfläche früher erreicht. Betrachtet man die reaktive Abscheidung von  $\text{SiO}_2$ , so wird entsprechend den Betrachtungen in Kapitel 3.4.1 die Durchschlagsfeldstärke bei einer Targetspannung von 500 V nach ca.  $50 \mu\text{s}$  erreicht. Bei einer Erhöhung der Frequenz nehmen die Targetspannungen bis auf Werte zwischen 1000–1500 V zu. Infolge dessen wird die Durchschlagsfeldstärke bereits nach einer Zeit von  $10 \mu\text{s}$  erreicht. Dadurch kann die gewünschte Verminderung der Bogenentladungen durch eine Frequenzerhöhung wieder zunichte gemacht werden.

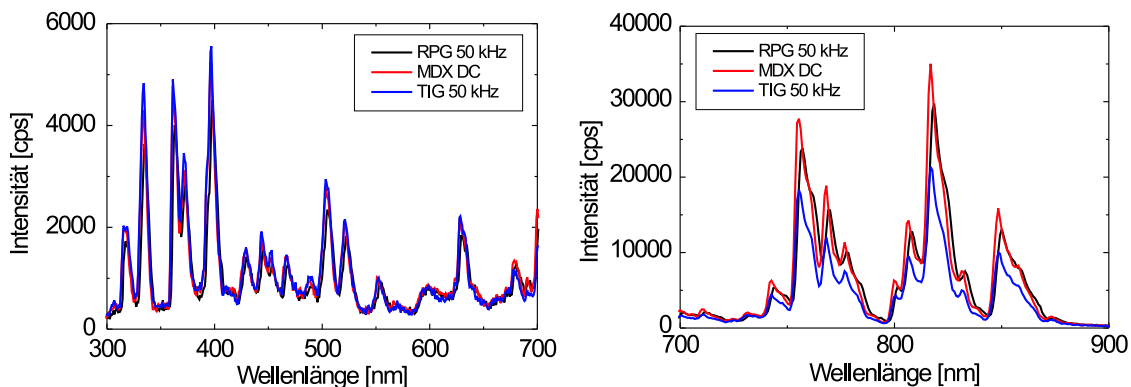
Aus diesem Grund sind weitere Untersuchungen zum Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf das Auftreten von Bogenentladungen notwendig.

## 6.2 Spektren der optischen Plasmaemission

### 6.2.1 Vergleich der Spektren bei unterschiedlichen Entladungsarten

Wie aus anderen Veröffentlichungen [11], [55] bekannt ist, lässt sich die optische Plasmaemission für eine Regelung des reaktiven Magnetronsputterns sowohl bei einer DC–Entladung als auch bei einer gepulsten Entladung benutzen.

Um ggf. Unterschiede in den Spektren infolge der verschiedenen Arten der Magnetronentladungen zu erkennen, wurden die Emissionsspektren bei der metallischen Abscheidung von Titan bei einer DC–Entladung, einer unipolar und einer bipolar gepulsten MF–Entladung im Wellenlängenbereich von 300–900 nm untersucht. Um die Spektren der Entladungsarten vergleichen zu können, erfolgte die Messung nur bei einem Magnetron des DMS–Systems bei konstantem Druck und gleicher mittlerer Leistungsdichte. In Abbildung 6.13 sind die Spektren einer DC–Entladung (MDX–10), einer unipolar gepulsten (RPG 100–E) und einer bipolar gepulsten Entladung (TIG 10/100P) dargestellt.



**Abbildung 6.13:** Vergleich der Plasmaemissionsspektren von DC– (MDX–10), unipolar (RPG 100–E) und bipolar (TIG 10/100P) gepulsten Entladungen Titan, metallisch,  $Leistungsdichte= 3 \frac{W}{cm^2}$ ,  $p= 0.5 Pa$

Die Emissionslinien der gesputterten Titanatome liegen im Wellenlängenbereich von 300 bis 650 nm (siehe auch Abbildung 3.10). Vergleicht man die Intensitäten der Emissionslinien, so können nur geringe Differenzen festgestellt werden.

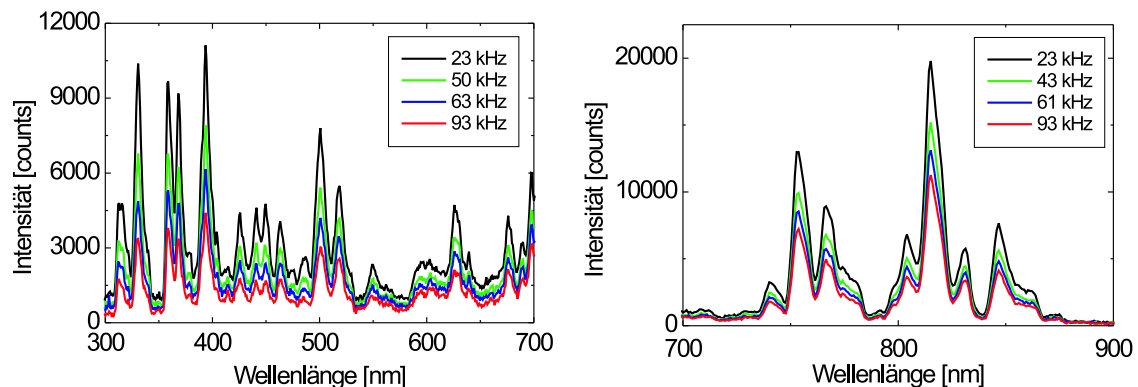
Im Gegensatz dazu sind Unterschiede in den Werten der Intensität der Emissionslinien oberhalb von 700 nm zu beobachten. Die in diesem Wellenlängenbereich liegenden Emissionslinien werden durch angeregte Argonatome hervorgerufen [26]. Dabei sind die Intensitäten der DC–Entladung am höchsten, der bipolar gepulsten am niedrigsten.

Da es sich nur um eine örtlich begrenzte Messung handelte, könnten die auftretenden Un-

terschiede in der Veränderung der Ausdehnung des Plasmas der verschiedenen Entladungsarten begründet sein. Weiterhin können der zeitlich– veränderliche Verlauf von Spannung und Strom bzw. die unterschiedlichen Effektivwerte der elektrischen Größen einen Einfluss auf die Dichte bzw. auf die Energieverteilung der Elektronen haben. Um die möglichen Ursachen näher zu untersuchen, ist eine orts aufgelöste Spektroskopie des Plasmas bzw. eine zeit– und orts aufgelöste Langmuir– Sondenmessung notwendig [64], [65]. Dies erwies sich im Rahmen des zur Verfügung stehenden apparativen Aufbaus als nicht durchführbar.

### 6.2.2 Einfluss der Pulsfrequenz auf die Spektren einer bipolaren Entladung

Da sich, wie in Kapitel 6.1.4 beschrieben, die Scheitel– bzw. Effektivwerte der Spannung von bipolaren MF– Entladungen durch eine Variation der Frequenz stark ändern, wurde der Einfluss der Pulsfrequenz auf das Spektrum der optischen Emission untersucht. In Abbildung 6.14 sind die Spektren für vier unterschiedliche Frequenzen dargestellt. Die Messung der Spektren erfolgte entlang der Längsachse eines Magnetrons des DMS– Systems bei nahezu gleicher Leistungsdichte.



**Abbildung 6.14:** Spektren der Plasmaemission einer bipolar gepulsten Entladung bei Variation der Frequenz, Abstand Target– Messkopf= 10 cm  
Titan, metallisch, TIG 100/10P,  $P_{DC}$ = 10 kW,  $p$ = 0.3 Pa

Obwohl sich die elektrisch eingespeiste Leistung in die Entladung mit steigender Frequenz leicht erhöht (siehe Abbildung F.2), sinken die Intensitäten der Titan– und auch der Argon– Emissionslinien mit der Frequenzerhöhung. Die Messung der Spektren erfolgte in zwei Abständen von ca. 10 mm und 20 mm von der Targetoberfläche. Beide Messreihen ergaben den in der Abbildung dargestellten frequenzabhängigen Verlauf. Damit kann eine frequenzabhängige Ausdehnung des Plasmas vom Magnetron in Richtung Substratweg im targetnahen

Bereich ausgeschlossen werden.

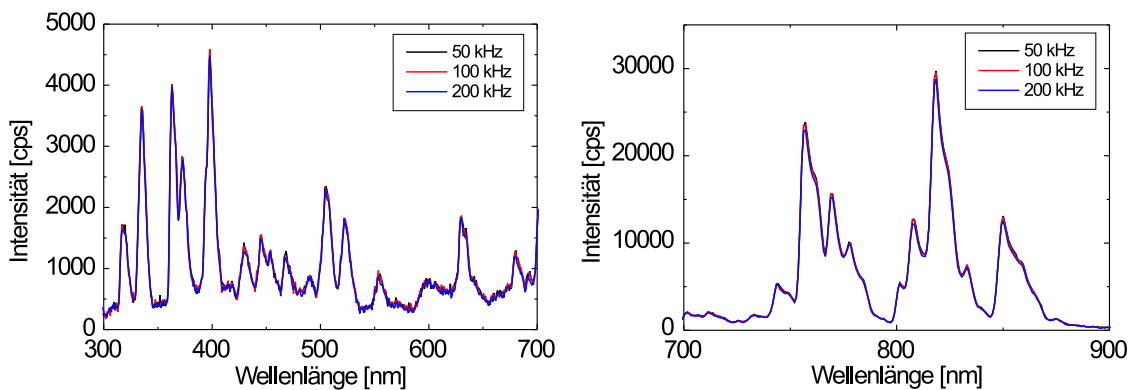
Da alle Emissionslinien im gemessenen Spektralbereich im Rahmen des Messfehlers eine ähnliche quantitative Abnahme aufweisen, muss die Elektronendichte im targetnahen Bereich sinken. Mit Hilfe der Aktinometrie kann man nach MILDE [66] auf die Änderung der Konzentration der gesputterten Titanatome  $c_{Titan}$  schließen:

$$c_{Titan} = \frac{\varphi_{Titan}}{\varphi_{Argon}} \cdot c_{Argon} \quad . \quad (6.1)$$

Da die Änderung der Intensitäten  $\varphi_i$  der Titan– und Argonatome nahezu gleichmäßig erfolgt und die Konzentration der Argonatome  $c_{Argon}$  als konstant angenommen werden kann, ergibt sich aus obiger Gleichung eine konstante Zerstäubungsrate der Titanatome. Die Beschichtungsrate sollte damit nahezu frequenzunabhängig sein.

### 6.2.3 Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf die Spektren einer unipolaren Entladung

Im Gegensatz zur bipolar gepulsten Entladung ändern sich bei einer unipolar gepulsten Entladung infolge der Variation von Pulsfrequenz und Auszeit die Effektivwerte der Spannung nicht. In Abbildung 6.15 sind die Spektren der optischen Plasmaemission bei einer Variation der Pulsfrequenz mit einer konstanten Auszeit von  $0.5 \mu\text{s}$  dargestellt.

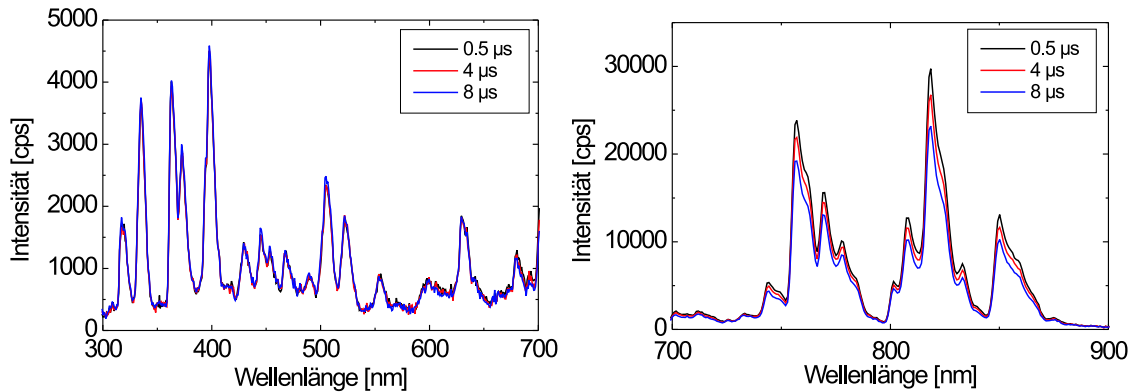


**Abbildung 6.15:** Spektren der Plasmaemission einer unipolar gepulsten Entladung bei Variation der Pulsfrequenz

Titan, metallisch, RPG 100–E,  $P_{DC} = 2 \text{ kW}$ ,  $p = 0.5 \text{ Pa}$ ,  $t_{off} = 0.5 \mu\text{s}$

Wie aus der Abbildung ersichtlich wird, verändern sich die Intensitäten sowohl der Titan– als auch der Argon– Emissionslinien im ausgewählten Spektralbereich nicht. Damit korreliert das Verhalten der Emissionslinien mit dem im Kapitel 6.1.3 beobachteten Verhalten der Effektivwerte der elektrischen Größen.

Im Gegensatz zur oben betrachteten Frequenzvariation steigen bei einer Vergrößerung der Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung die Werte der Spannung zum Pulsbeginn an. In Abbildung 6.16 ist das Verhalten des Spektrums bei einer Variation der Auszeit für eine konstante Frequenz von 50 kHz dargestellt.



**Abbildung 6.16:** Spektren der Plasmaemission einer unipolar gepulsten Entladung bei Variation der Auszeit

Titan, metallisch, RPG 100–E,  $P_{DC} = 2 \text{ kW}$ ,  $p = 0.5 \text{ Pa}$ ,  $f = 50 \text{ kHz}$

Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, beeinflusst die Auszeit nur geringfügig die Intensitäten der Argon– Emissionslinien (rechte Grafik). Deren Intensitäten sinken mit einer Vergrößerung der Auszeit. Auch bei diesen Spektren ist keine signifikante Änderung der Intensitäten der Titan– Emissionslinien zu beobachten (linke Grafik).

Die nahezu unveränderlichen Intensitäten der Spektren lassen auf eine konstante Beschichtungsrate bei Variation von Frequenz und Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung im betrachteten Bereich schließen.

### 6.3 Charakterisierung des zeitlichen Verhaltens der gepulsten Entladung mit Hilfe der optischen Plasmaemission

Das zeitliche Verhalten angeregter Atome und Ionen soll mit Hilfe der zeitaufgelösten Messung der optischen Plasmaemission an einem Magnetron untersucht werden.

Aus Gleichung (3.53) folgt für die Intensität der Plasmaemission, dass sie eine Funktion der Teilchendichte der angeregten Atome, der Dichte und auch der Geschwindigkeitsverteilung der Elektronen ist. Aus diesem Grund kann aus der Messung des zeitlichen Verhaltens der Plasmaemission keine quantitative Aussage über die Dichte der angeregten Atome bzw. Elektronen gewonnen werden. Jedoch kann aus dem zeitlichen Verhalten der Plasmaemis-

sion eine qualitative Aussage über das zeitliche Verhalten des Sputterprozesses gemacht werden, da nur Intensitäten von gesputterten Targetatomen bzw. Sputtergasionen gemessen werden, wenn diese auch im Plasma gebildet worden sind.

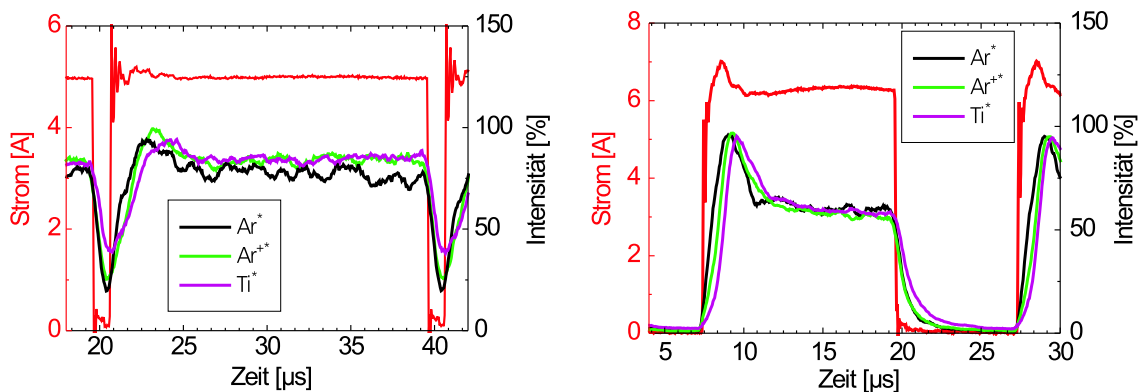
Die zur Beschreibung des Verhaltens der angeregten Titanatome, Argonatome und Argonionen verwendeten Emissionslinien sind in Tabelle 6.1 angegeben.

	Wellenlänge $\lambda$	verwendetes Symbol
<b>Titanatome</b>	500 nm	Ti*
<b>Argonatome</b>	420 nm	Ar*
<b>Argonionen</b>	480 nm	Ar <sup>+*</sup>

**Tabelle 6.1:** Für die zeitaufgelöste Messung benutzte Emissionslinien

Zunächst soll der unipolar gepulste Sputterprozess betrachtet werden. Da die Messung des zeitlichen Verlaufes der drei Emissionslinien nacheinander erfolgte, wurde der zeitliche Verlauf des Entladungsstromes als Bezugspunkt für die Messung der Intensität benutzt.

In Abbildung 6.17 ist der zeitliche Verlauf der Intensitäten der angeregten Atome und Ionen und des Entladungsstromes bei einer unipolaren Magnetronentladung dargestellt. Die Pulsfrequenz beträgt 50 kHz, zwei unterschiedliche Auszeiten wurden gewählt.



**Abbildung 6.17:** Zeitliches Verhalten der angeregten Atome und Ionen und des Entladungsstromes (rot) bei einer unipolar gepulsten Entladung

Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P = 5$  kW,  $p = 0.5$  Pa,  $f = 50$  kHz

**links:**  $t_{off} = 1$   $\mu$ s, **rechts:**  $t_{off} = 8$   $\mu$ s

Wie aus der rechten Grafik ersichtlich ist, verlischt die Intensität aller drei Emissionslinien nach ca. 3 – 4  $\mu$ s. Da die Zeit zur Relaxation der angeregten Atome bzw. Ionen im Bereich einiger Nanosekunden liegt, kann aus dem Verhalten der angeregten Argonatome und –ionen darauf geschlossen werden, dass die Elektronendichte und die –temperatur innerhalb



von 4  $\mu\text{s}$  stark absinkt.

Beim Wiedereinschalten der Entladungsspannung ist eine zeitliche Verzögerung des Anstiegs der Intensitäten aller Emissionslinien zu beobachten. Nahezu unmittelbar mit dem Stromanstieg emittieren die angeregten Argonatome Licht. Die zeitliche Verzögerung zwischen dem Anstieg der Intensität der Emissionslinien der Argonatome und  $-$ ionen lässt den Schluss zu, dass angeregte Argonionen und damit die Argonionen selbst mit einer Verzögerung von ca. 0.5  $\mu\text{s}$  im Katodenfall entstehen. Die im Katodenfall beschleunigten Ionen lösen danach den Sputterprozess aus. Bei der Annahme eines konstanten elektrischen Feldes im Katodenfall mit einem Betrag  $|\vec{E}| = 400 \frac{\text{V}}{\text{cm}}$  kann die Flugzeit  $t$ , die die am Rande des Katodenfalls gebildeten Ionen bis zum Erreichen der Targetoberfläche benötigen, abgeschätzt werden. Aus der Bewegungsgleichung einer geradlinig gleichmäßig beschleunigten Bewegung (3.59) ergibt sich die Flugzeit  $t$  zu:

$$s = \frac{eE}{2m}t^2 \quad \Leftrightarrow \quad t = \sqrt{\frac{2m}{eE}}s \quad . \quad (6.2)$$

Mit der Masse der Argonatome  $m_{Ar} = 6.6 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$  und einer Ausdehnung des Katodenfalls von 10 mm ergibt sich eine Zeit von 0.5  $\mu\text{s}$ . Damit setzt der Sputterprozess mit einer Verzögerung von etwa 0.5  $\mu\text{s}$  ein. Dieser Wert kann aus der Abbildung 6.17 abgelesen werden, da die Intensitäten der Titan- Emissionslinien mit dieser Zeitverzögerung ansteigen. Infolge der geringen kinetischen Energie verweilen die gesputterten Titanatome im Katodenfall deutlich länger. Ohne Berücksichtigung der Energieverteilung kann die mittlere Geschwindigkeit der Titanatome aus der mittleren kinetischen Energie abgeschätzt werden:

$$\overline{E} = \frac{m}{2}\overline{v}^2 \quad . \quad (6.3)$$

Mit einer mittleren kinetischen Energie von ca. 14 eV (siehe Kapitel 3.5) und einer Masse von  $m_{Ti} = 7.94 \cdot 10^{-26} \text{ kg}$  kann aus der Gleichung (6.3) die mittlere Geschwindigkeit der Titanatome zu ca. 6350  $\frac{\text{m}}{\text{s}}$  bestimmt werden. Unter der Annahme einer geradlinig gleichförmigen Bewegung errechnet sich der zurückgelegte Weg eines gesputtertes Titanatom aus:

$$s = vt \quad . \quad (6.4)$$

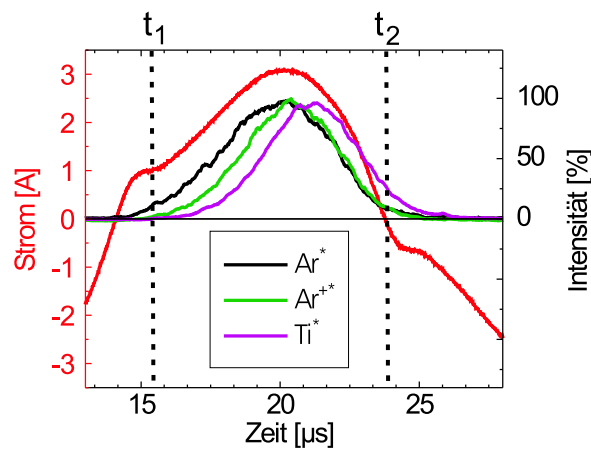
Mit der angenommenen Geschwindigkeit von 6350  $\frac{\text{m}}{\text{s}}$  legt ein Titanatom innerhalb einer Auszeit von 1  $\mu\text{s}$  eine Strecke von ca. 6 mm fort und befindet sich am Ende der Auszeit immer noch im Katodenfall (10 mm). Deshalb steigt die Intensität der Titan- Emissionslinie bei kurzen Auszeiten sofort mit den anderen Emissionslinien an (Abbildung 6.17, linke Grafik). Erst bei Auszeiten deutlich größer als 2  $\mu\text{s}$  ist die Verzögerung beim Anstieg der Intensität zu beobachten (rechte Grafik). Die Ergebnisse von JONSSON, welche die Energieverteilung der gesputterten Titanatome mit in die Betrachtungen der Flugzeit  $t$  einbezieht,

liegen in der gleichen Größenordnung [67].

Infolge des im Kapitel 6.1.3 beschriebenen zeitlichen Verhaltens der elektrischen Größen kann bei großen Auszeiten ein Überschwingen der Intensitäten beobachtet werden.

Liegen die Auszeiten deutlich unter  $4\ \mu\text{s}$ , so sinkt die Plasmaemission in der Auszeit zwar ab, jedoch verlischt die Entladung nicht (linke Abbildung). In diesem Bereich wird die Entladung nicht wieder gezündet. Bei Auszeiten, die deutlich größer als  $4\ \mu\text{s}$  sind, muss jedoch von einer Wiederzündung ausgegangen werden.

In Abbildung 6.18 ist das zeitliche Verhalten der angeregten Atome und Ionen bei einer bipolar gepulsten MF– Magnetronentladung einer Halbwelle dargestellt.



**Abbildung 6.18:** Zeitliches Verhalten angeregter Atome und Ionen und des Entladungsstromes bei einer bipolar gepulsten Entladung in einer Halbwelle  
Titan, metallisch, TIG 10/100P,  $P=4\ \text{kW}$ ,  $p=0.5\ \text{Pa}$ ,  $f=50\ \text{kHz}$

Im Gegensatz zu einer unipolar gepulsten Entladung muss bei einer bipolar gepulsten Entladung nach jeder Umpolung die Entladung (Katodenfall) aufgebaut werden.

Vor dem Erreichen der Wiederzündspannung wird keine signifikante Intensität von angeregten Argonionen und Titanatomen beobachtet. Es kann also davon ausgegangen werden, dass erst mit der Wiederzündung (Zeitpunkt  $t_1$ ) der Katodenfall aufgebaut ist und ein drastischer Anstieg der Erzeugung von Argonionen in diesem Bereich erfolgt. Die Verzögerung zwischen dem Anstieg der Emission von angeregten Argonatomen und -ionen beträgt ca.  $1\ \mu\text{s}$ . Wie bereits oben beschrieben, setzt hiernach der Sputterprozess mit einer Verzögerung von ebenfalls ca.  $1\ \mu\text{s}$  ein.

Nach der Umpolung (Zeitpunkt  $t_2$ ) sinken die Intensitäten in der Anodenhalbwelle des Magnetrons innerhalb von  $3\ \mu\text{s}$  auf Null. Eine Plasmaemission, deren Intensität mit der der Katodenhalbwelle vergleichbar ist, kann in der Anodenhalbwelle nicht beobachtet werden. Da der Entladungsstrom mit der Elektronendichte verknüpft ist und die Intensität der

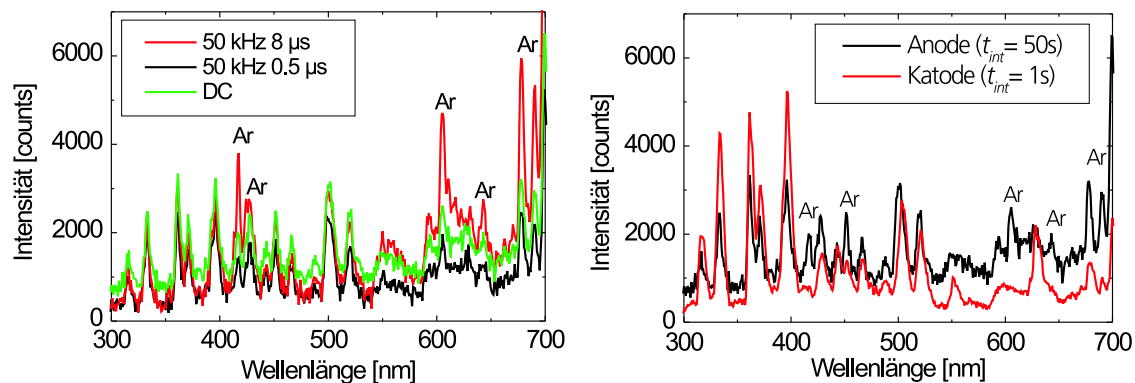
Plasmaemission durch diese bestimmt wird, muss ein Zusammenhang zwischen dem Entladungsstrom und der Intensität der Plasmaemission bestehen. Sowohl bei der unipolar wie auch bei der bipolar gepulsten MF– Entladung kann eine eindeutige Korrelation zwischen dem zeitlichen Verhalten des Entladungsstromes und der Intensität der Plasmaemission festgestellt werden.

## 6.4 Analyse des anodischen Glimmlichts

Bei den durchgeführten Untersuchungen wurde ein charakteristisches Glimmlicht an der Anode beobachtet, das durch die Einführung der magnetfeldgeführten Anode hervorgerufen wird. Die Intensität des Glimmlichts liegt bei deutlich niedrigeren Werten als die des Katodenlichts und kann deshalb bei der zeitaufgelösten Spektroskopie von bipolar gepulsten Entladungen nicht gemessen werden.

Das anodische Glimmlicht ist an dem als Anode geschalteten Magnetron bei unipolaren Entladungen (DC oder gepulst) durch ein Fenster im Rezipienten mit dem Auge wahrnehmbar und kann spektroskopisch gemessen werden.

In der linken Grafik der Abbildung 6.19 sind die Spektren des anodischen Glimmlichts einer DC– Entladung mit denen einer unipolar gepulsten Entladung mit unterschiedlichen Auszeiten verglichen. In der rechten Grafik erfolgt ein Vergleich eines Katoden– und Anodenspektrums einer DC– Entladung, wobei die Integrationszeit  $t_{int}$  bei der Messung des Anodenspektrums um den Faktor 50 höher ist.



**Abbildung 6.19:** Spektren des anodischen Glimmlichtes mit magnetfeldgeführter Anode Titan, metallisch, DC (MDX), unipolar (RPG 100–E),  $P = 2 \text{ kW}$ ,  $p = 0.5 \text{ Pa}$   
**links:** Vergleich mehrerer Anodenspektren ( $t_{int} = 50 \text{ s}$ )  
**rechts:** Vergleich des Spektrums der Anode ( $t_{int} = 50 \text{ s}$ ) mit dem der Katode ( $t_{int} = 1 \text{ s}$ ) einer DC– Entladung

Beim Vergleich der Anodenspektren der DC- Entladung mit denen der unipolar gepulsten Magnetronentladung sind deutlich die Emissionslinien angeregter Argonatome zu beobachten (linke Grafik). Weiterhin können auch Emissionslinien der gesputterten Titanatome gemessen werden. Infolge der räumlichen Verteilung der gesputterten Atome (Kosinusverteilung [28]) und des geringen Abstandes zwischen der Anode und der Katode ( $< 50$  mm) können auch gesputterte Titanatome in den Bereich der Anode driften.

Aus dem Vergleich des anodischen Glimmlichts mit dem Katodenspektrum ergibt sich, dass an der Anode vor allem Argonatome angeregt werden. Durch die 50mal größere zur Messung notwendige Integrationszeit  $t_{int}$  wird klar, dass bei der zeitaufgelösten Messung der Plasmaemission einer bipolar gepulsten Entladung keine Emission während der Anodenhalbwelle zu beobachten war.

Aus dem auftretenden anodischen Glimmlicht kann auf die Existenz eines Anodenfalls geschlossen werden. Da die Anode ein Magnetron ist, können die Elektronen infolge der magnetischen Feldlinien nur an den Stellen in die Anode eintreten, an denen das Magnetfeld senkrecht zur Anode gerichtet ist, also im Bereich der Rückstäubzonen (siehe Kapitel 3.3.2). Dadurch wird die nutzbare Anodenfläche deutlich verkleinert. Wie bereits im Kapitel 3.1.4 erwähnt, konnte BELKIND [23] bei sehr kleinen Anodenflächen deutliche Potentialdifferenzen bis zu 100 V zwischen dem Anodenpotential und dem Plasmapotential messen. In dem elektrischen Feld, welches sich aus der Potentialdifferenz ergibt, werden die Elektronen aus dem Plasma in Richtung Anode beschleunigt und können durch die aufgenommene kinetische Energie Atome anregen und auch ionisieren. Die im Anodenfall gebildeten Ionen werden von der Anode weg beschleunigt.

Wie aus der linken Grafik zu entnehmen ist, steigen die Intensitäten der Argon- Emissionslinien durch die Vergrößerung der Auszeit der unipolar gepulsten Entladung. Dies deutet auf eine Zunahme der kinetischen Energie der Elektronen und damit eine Veränderung der Höhe des Anodenfalls hin.

# Kapitel 7

## Verhalten der dynamischen Beschichtungsraten metallischer Entladungen

### 7.1 Vergleich der Beschichtungsraten von DC- und gepulsten Magnetronentladungen

Wie im Kapitel 6 beschrieben wurde, ändern sich die Effektivwerte von Spannung und Strom einer bipolar gepulsten Entladung mit einer Variation der Pulsfrequenz. Im Gegensatz dazu ist bei der unipolar gepulsten Entladung nur eine geringe Änderung der Effektivwerte der elektrischen Größen zu beobachten.

Untersucht man den Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit auf das Verhalten der Beschichtungsraten bei der reaktiven Schichtabscheidung von  $\text{TiO}_2$ , so ist es notwendig, den Transparenzpunkt exakt zu bestimmen (siehe Kapitel 5.4). Da bei der metallischen Abscheidung die Einstellung des Transparenzpunktes entfällt, eignet sich diese besonders gut zur Untersuchung des Verhaltens der Beschichtungsraten.

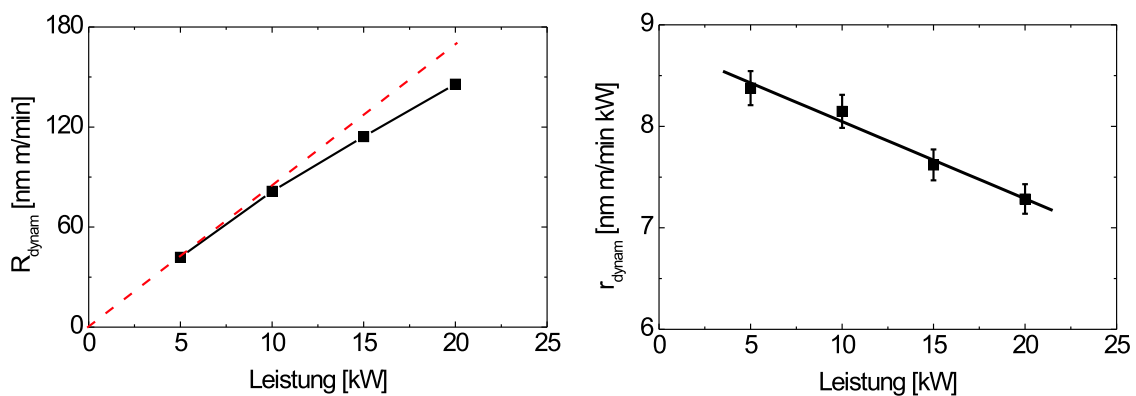
Zunächst sollen die dynamischen Beschichtungsraten von gepulsten Entladungen mit denen von DC-Entladungen verglichen werden. Um gleiche Leistungsdichten und auch ähnliche Magnetronanordnungen zu realisieren, wurden für die Untersuchungen folgende Anordnungen gewählt:

- **Vergleich von: Single- DC- Entladung  $\Leftrightarrow$  unipolar gepulste Entladung**  
Hierbei werden ein Magnetron als Katode und die Anodenkästen, die sich auf Erdpotential befinden, als Anode genutzt.

➤ **Vergleich von: Dual– DC– Entladung  $\Leftrightarrow$  bipolar gepulste Entladung**

Bei der Dual– DC– Entladung werden zwei Magnetrons als Katoden und die Anodenkisten als Anode verwendet. Zur Erzeugung der bipolar gepulsten Entladung werden die beiden Magnetrons wechselseitig als Katode und Anode betrieben.

In der Abbildung 7.1 ist das Verhalten der dynamischen Beschichtungsrate  $R_{\text{dynam}}$  (linke Grafik) und der normierten dynamischen Beschichtungsrate<sup>1</sup>  $r_{\text{dynam}}$  (rechte Grafik) in Abhängigkeit von der Leistung und damit von der Leistungsdichte einer Dual– DC– Entladung dargestellt.



**Abbildung 7.1:** Abhängigkeit der dynamischen Beschichtungsrate (links) und der auf die Leistung bezogenen normierten dynamischen Beschichtungsrate (rechts) von der eingespeisten Leistung bei einer Dual– DC– Entladung  
Titan, metallisch, MDX,  $p=0.3$  Pa

Wie aus der linken Grafik zu ersehen ist, steigt die dynamische Beschichtungsrate  $R_{\text{dynam}}$  nicht proportional zur eingespeisten elektrischen Leistung. Dadurch sinkt die normierte dynamische Beschichtungsrate  $r_{\text{dynam}}$  im Leistungsbereich zwischen 5– 20 kW von  $8.3 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  um ca. 10% auf einen Wert von  $7.3 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  und ist damit bei einer Erhöhung der Leistung nicht konstant (rechte Grafik).

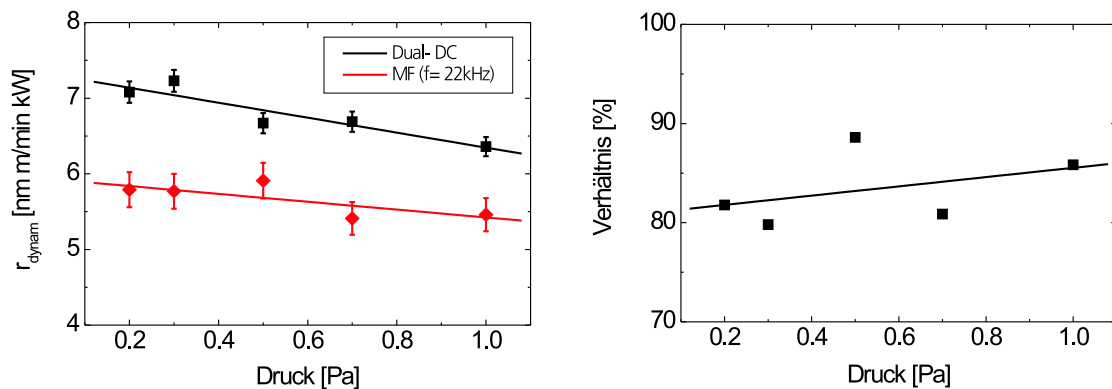
Das Absinken der NDR kann zwei Ursachen haben. Einerseits kommt es infolge des inhomogenen Magnetfeldes bei einer Verbreiterung des Sputtergrabens (Leistungserhöhung) zu einem deutlichen Verlust von schnellen Elektronen. Weiterhin kann mit zunehmender Zerstäubungsrate eine Gasverdrängung des Sputtergases Argon im katodennahen Bereich auftreten [68], die eine Abnahme der NDR verursacht.

Vergleicht man eine Single– DC– Entladung mit einer Dual– DC– Entladung bei gleichem Druck und gleicher Leistung, so ist der Wert der NDR der Single– DC– Entladung durch

<sup>1</sup>im weiteren als NDR abgekürzt

die doppelt so große Leistungsdichte deutlich kleiner. Bei einem Druck von 0.3 Pa und einer Leistung von 10 kW beträgt die NDR einer Single- DC- Entladung ca.  $6.5 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$ . Die NDR einer Dual- DC- Entladung ist bei gleicher Leistung mit einem Wert von  $7.2 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  etwa 10% höher. Aus diesem Grund wurde die Dual- DC- Entladung ausgewählt, um den bipolar gepulsten Sputterprozess mit einem DC- Sputterprozess zu vergleichen. Bei beiden Anordnungen werden im zeitlichen Mittel bei gleichen Leistungen dieselben Leistungsdichten erzeugt.

In der linken Grafik der Abbildung 7.2 sind die NDR einer bipolar gepulsten Entladung (Schwingkreiswechselrichter) mit denen einer Dual- DC- Magnetronentladung verglichen. Die aus Abbildung 7.2 ersichtliche Druckabhängigkeit der NDR ist nur schwach ausgeprägt, d.h. dass in diesem Druckbereich die Streuung der gesputterten Teilchen durch das Sputtergas bei einer Druckerhöhung nur langsam zunimmt. In der rechten Grafik ist das Verhältnis der NDR der bipolar gepulsten Entladung zur der von Dual- DC- Entladung dargestellt.



**Abbildung 7.2:** Vergleich der NDR von Dual- DC- (MDX) und bipolar gepulster Entladungen (TIG 30/100P)(links) und deren Verhältnis (rechts)  
Titan, metallisch,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

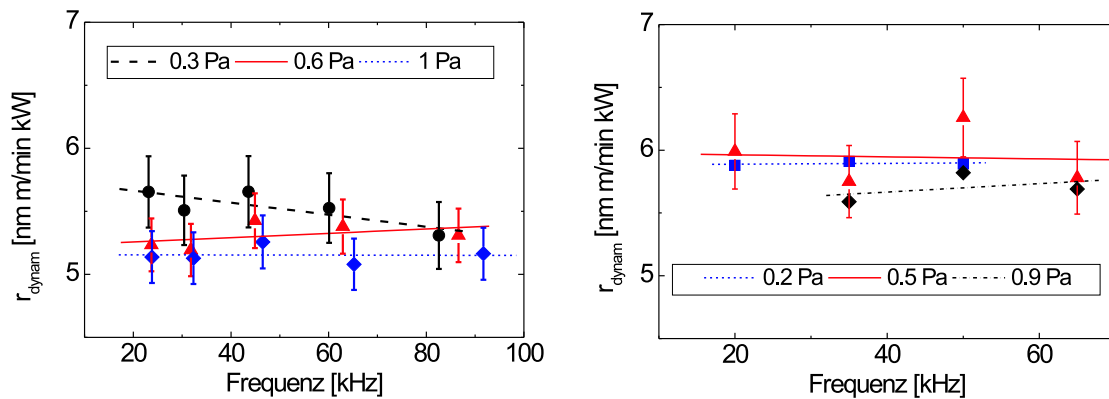
Es kann ein signifikanter Unterschied in den NDR festgestellt werden. Bei einem Druck von 0.3 Pa beträgt die NDR der Dual- DC- Entladung  $7.0 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$ . Im Gegensatz dazu liegt diese bei der bipolar gepulsten Entladung mit einem Wert von  $5.8 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  bei nur etwa 82% der NDR der Dual- DC- Entladung.

Die NDR der bipolar gepulsten MF- Magnetronentladung beträgt im für das Magnetron-sputtern interessanten Druckbereich von 0.2– 1.0 Pa etwa  $(83 \pm 2)\%$  der NDR einer Dual- DC- Entladung. Die Ursache für diesen Unterschied wird im Kapitel 7.4 diskutiert.

## 7.2 Einfluss der Pulsfrequenz bei einer bipolaren Entladung

Bisher können in der Literatur nur wenig Hinweise zum Verhalten der dynamischen Beschichtungsrate einer bipolar gepulsten Entladung in Abhängigkeit der Frequenz gefunden werden. KIRCHHOFF [69] beschreibt das frequenzabhängige Verhalten der Beschichtungsrate im Bereich von 40–60 kHz. Dabei wird festgestellt, dass die Beschichtungsrate bis zu einer Frequenz von ca. 50 kHz frequenzunabhängig ist. Bei Frequenzen größer 50 kHz wurde eine deutliche Abnahme der Beschichtungsrate beobachtet. So sinkt die Beschichtungsrate bei der metallischen Abscheidung von Titan mit einem Schwingkreiswechselrichter bei einer Veränderung der Frequenz von 50 kHz auf 55 kHz von  $115 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  um fast 25% auf  $90 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$ . Bei der reaktiven Abscheidung von  $\text{TiO}_2$  sinkt die Beschichtungsrate um fast 50% von  $35 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  (50 kHz) auf  $20 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  (65 kHz). Im Gegensatz zu den Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurde bei den Messungen von KIRCHHOFF auf eine Normierung der Beschichtungsrate auf die eingespeiste Leistung verzichtet. Dies erscheint jedoch durch das in Kapitel 5 beschriebene frequenzabhängige Verhalten der eingespeisten Leistung bei der Verwendung von Schwingkreiswechselrichtern durchaus erforderlich zu sein.

In Abbildung 7.3 ist das Verhalten der NDR bei Variation der Pulsfrequenz bipolarer Magnetronentladungen dargestellt. Die metallische Magnetronentladung wurde einerseits mit dem Schwingkreiswechselrichter TIG 30/100P (linke Grafik) und mit der Stromversorgung zur Erzeugung rechteckförmiger Strompulse Astral (rechte Grafik) erzeugt.



**Abbildung 7.3:** Verhalten der Beschichtungsrate bipolar gepulster Entladungen bei Frequenzvariation, Titan, metallisch

**links:** Sinusförmiger Puls, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

**rechts:** Rechteckförmiger Strompuls, Astral,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

Infolge der Schichtdicken im Bereich von ca. 400–500 nm liegt der Messfehler bei ca.  $\leq 5\%$  (Schichtdicke, Leistung). Wie aus beiden Grafiken der Abbildung ersichtlich wird, beträgt



die Veränderung der NDR im betrachteten Frequenzbereich bei konstantem Druck maximal 5% und damit ist keine signifikante Abhängigkeit der NDR von der Frequenz festzustellen. Benutzt man den Schwingkreiswechselrichter als Stromversorgung, so beträgt bei einem Druck von 0.3 Pa die NDR ca.  $(5.6 \pm 0.2) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$ . Bei der Verwendung der Stromversorgung Astral liegt die NDR bei gleichem Druck mit einem mittleren Wert von  $(6.0 \pm 0.2) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  etwas höher. Die auftretenden Differenzen in den NDR sind nicht in der Anwendung unterschiedlicher Pulsformen begründet. Die Ursache liegt vielmehr in der Benutzung unterschiedlicher DMS-Systeme der Anlage HZS (unterschiedliches Magnetfeld) und unterschiedlicher Targetdicken (Sputtergrabengeometrie).

Bei den Untersuchungen zur Dichte der abgeschiedenen metallischen Schichten wurden diese mit einer Dicke  $>1000$  nm abgeschieden (siehe Kapitel 7.5). Auf diese Weise konnte der Messfehler der Dickenmessung deutlich reduziert werden. Auch bei diesen Messungen lag die maximale Variation der NDR im untersuchten Frequenzbereich bei  $\pm 5\%$ .

Die Frequenzabhängigkeit der Effektivwerte von Spannung und Strom sollte bei Titan nur einen geringen Einfluss auf das Verhalten der NDR haben. Mit steigender Spannung erhöht sich infolge der höheren Energie der Argonionen die Sputterausbeute nach Gleichung (3.49). Das gleichzeitige Absinken des Stromes bewirkt eine Verringerung der Stromdichte der Argonionen zur Targetoberfläche. Da die Zerstäubungsrate durch das Produkt aus Sputterausbeute und Strom der Ionen auf die Targetoberfläche bestimmt wird, beeinflusst die Frequenzabhängigkeit der Effektivwerte von Spannung und Strom im Fall von Titan die Zerstäubungsrate und damit die Beschichtungsrate in erster Näherung nicht.

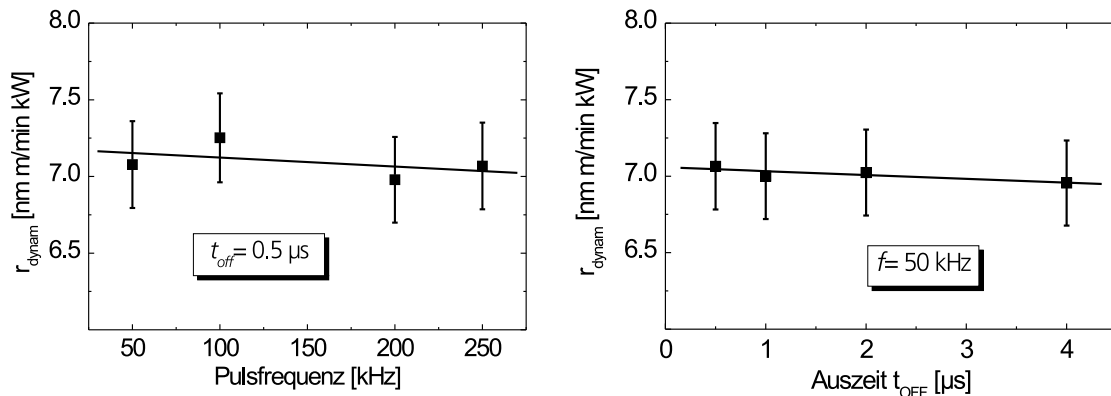
Ausgehend von der Frequenzabhängigkeit des Anteils der Energie, der vor der Wiedierzündung in die Entladung eingespeist wird, ist die Stabilität der Beschichtungsrate durchaus überraschend. Man muss also davon ausgehen, dass dieser Anteil der Energie auch für den Sputterprozess genutzt wird.

Das in Abbildung 6.14 dargestellte Verhalten der Intensitäten der Titan- und Argon-Emissionslinien bei Variation der Pulsfrequenz führte nach Gleichung (6.1) zu dem Schluss, dass die Zerstäubungsrate nahezu unabhängig von der Pulsfrequenz ist. Diese Voraussage konnte durch die Messung der NDR bestätigt werden.

### 7.3 Einfluss von Pulsfrequenz und Auszeit bei einer unipolaren Entladung

Nach BELKIND ist die NDR bei der Abscheidung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einer unipolar gepulsten Magnetronentladung im Frequenzbereich von 10– 400 kHz bei einer Auszeit von ca. 1  $\mu\text{s}$  unabhängig von der gewählten Frequenz [70].

Aus dem Verhalten der Emissionsspektren und der elektrischen Größen bei einer Variation von Pulsfrequenz und Auszeit kann auf eine Invarianz der NDR gegenüber diesen Parametern geschlossen werden (siehe Kapitel 6.2.3). In Abbildung 7.4 ist das Verhalten der NDR bei der Variation der Pulsfrequenz (linke Grafik) und der Auszeit (rechte Grafik) einer unipolar gepulsten Magnetronentladung dargestellt.



**Abbildung 7.4:** Verhalten der NDR bei Variation von Frequenz (links) und Auszeit (rechts)  
Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P_{DC} = 5 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

Sowohl bei der Variation der Pulsfrequenz wie auch der Auszeit ist keine signifikante Veränderung der NDR von  $(7.0 \pm 0.2) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  zu beobachten.

Weiterhin ist kein Unterschied in der NDR zwischen einer unipolar gepulsten Entladung und einer DC-Entladung festzustellen. Bei den während dieser Versuchsreihe durchgeführten Messungen konnte die NDR der DC-Entladung bei einem Druck von 0.3 Pa zu  $7.1 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  bestimmt werden.

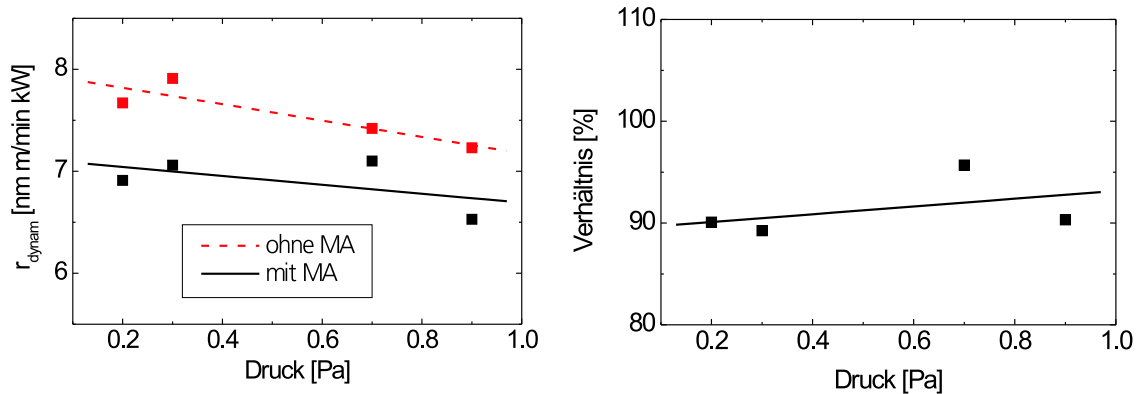
## 7.4 Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die Beschichtungsrate

Wie aus der Abbildung 7.2 ersichtlich ist, beträgt die NDR bei der bipolar gepulsten Entladung nur etwa 83% der NDR einer Dual-DC-Entladung. Die beiden Entladungen sind durch folgende Unterschiede gekennzeichnet:

- magnetfeldgeführte Anode
- periodischer Umpolungsprozess

Da infolge der nahezu frequenzunabhängigen NDR der bipolar gepulsten Entladung die Zahl der Umpolungen keinen signifikanten Einfluss auf die NDR hat, muss vor allem die

magnetfeldgeführte Anode für die geringere NDR verantwortlich sein. In Abbildung 7.5 sind die NDR von Single- DC- Entladungen für die Anordnungen mit und ohne magnetfeldgeführter Anode (MA) in Abhängigkeit vom Druck (links) und das Verhältnis dieser NDR dargestellt.



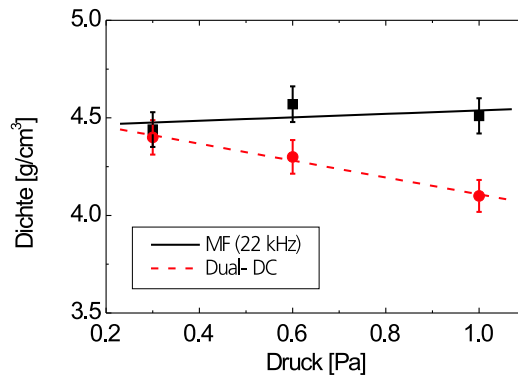
**Abbildung 7.5:** Verhalten der NDR einer DC- Entladung mit und ohne magnetfeldgeführter Anode (MA) und deren Verhältnis (rechts)  
Titan, metallisch, MDX-15,  $P = 5 \text{ kW}$

Entsprechend der Abbildung verringert sich die NDR durch die Verwendung der magnetfeldgeführten Anode bei gleicher eingespeister Leistung auf einen Wert von ca. 90%.

Das aus Abbildung 7.2 ermittelte Verhältnis der NDR zwischen der bipolaren MF- Entladung und der Dual- DC- Entladung liegt mit einem Wert von 83% noch darunter. Zwar ist die zeitlich gemittelte Leistungsdichte einer bipolar gepulsten MF- Entladung mit der einer Dual- DC- Entladung vergleichbar. Betrachtet man jedoch eine Halbwelle der bipolar gepulsten MF- Entladung, so ist die Leistungsdichte während der Halbwelle doppelt so groß. Dies führt infolge der leistungabhängigen NDR (siehe Abbildung 7.1) zu einem weiteren Verlust um etwa 5– 8%. Damit ist das wechselseitige Betreiben der Magnetrons für eine weitere Verringerung der NDR verantwortlich. Die durch die magnetfeldgeführte Anode hervorgerufenen Effekte werden im Kapitel 9 ausführlicher diskutiert.

## 7.5 Verhalten der Dichte der abgeschiedenen Schichten

Ein interessantes Verhalten ergab sich bei der Untersuchung der Abhängigkeit der Dichte der abgeschiedenen Titanschichten vom Druck, welche in Abbildung 7.6 für eine bipolar gepulste MF- und eine Dual- DC- Entladung dargestellt ist.

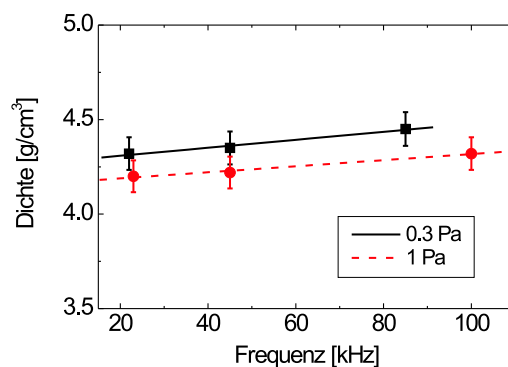


**Abbildung 7.6:** Verhalten der Dichte bei Variation des Druckes für bipolare Entladungen  
Titan, metallisch, DC (MDX), MF (TIG 30/100P),  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

Betrachtet man das in Abbildung 7.6 dargestellte Verhalten der Dichte bei einer Druckvariation, so ist bei der bipolar gepulsten MF-Entladung ein nahezu konstanter Wert der Dichte von ca.  $4.5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  festzustellen. Dieser Wert entspricht auch dem in der Literatur angegebenen Wert [26]. Im Gegensatz dazu nimmt die Dichte metallischer Titanschichten, die durch eine Dual-DC-Entladung abgeschieden wurden, im Druckbereich von 0.2–1.0 Pa von  $4.4 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  auf  $4.1 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  ab.

I.Allg. wird eine Abnahme der Dichte mit steigendem Druck beobachtet, da sich die kinetische Energie der kondensierenden Atome durch Streuprozesse verringert und auch die Wahrscheinlichkeit des Einbaus von Argonatomen zunimmt. Für die konstante Dichte bei bipolar gepulsten Entladungen scheint in erster Linie die höhere Leistungsdichte verantwortlich zu sein, die eine Erhöhung der kinetischen Energie der Titanatome bewirkt.

Variiert man die Pulsfrequenz bei einer bipolar gepulsten Entladung, so bleibt die Dichte der abgeschiedenen Titanschichten entsprechend der Abbildung 7.7 nahezu konstant.



**Abbildung 7.7:** Verhalten der Dichte bei Frequenzvariation  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

# Kapitel 8

## Charakterisierung der reaktiven Schichtabscheidung

### 8.1 Einfluss der Pulsfrequenz auf den Bedeckungsgrad einer reaktiven Magnetronentladung

In diesem Abschnitt soll die Frage untersucht werden, in welchem Umfang sich der Bedeckungsgrad der Targetoberfläche während einer Katodenhalbwelle (Zerstäubung) bzw. einer Anodenhalbwelle (keine Zerstäubung) ändert. Dadurch kann eine Grenzfrequenz bestimmt werden, ab der die Pulsfrequenz keinen Einfluss auf die Targetbedeckung hat. Dazu werden die Betrachtungen und Simulationsergebnisse einer unipolar gepulsten Magnetronentladung von JONSSON auf eine bipolar gepulste Entladung übertragen [67], [71]. Mit einer Leistung von 10 kW wird die Entladung bei einer Pulsfrequenz von 20 kHz erzeugt. Der Bedeckungsgrad eines Titantargets soll durch eine aktive Regelung bei einem Wert von  $\Theta=0.5$  stabilisiert werden.

#### KATODENHALBWELLE

Um den Einfluss der Dauer der Katodenhalbwelle auf die Targetbedeckung zu untersuchen, ist die Bestimmung der metallischen Zerstäubungsrate  $a_{metall}$  nötig. Um diese zu erhalten, wird zuerst die statische Beschichtungsrate  $R_{stat}$  für eine unbedeckte Targetoberfläche aus der dynamischen Rate  $R_{dynam}$  berechnet:

$$R_{stat} = \frac{R_{dynam}}{v \cdot t} \quad \text{mit} \quad t = \frac{b}{v} \quad . \quad (8.1)$$

Die Beschichtungszeit  $t$  ergibt sich aus der Substratgeschwindigkeit  $v$  und der Breite  $b$  der Beschichtungseinrichtung. Aus den Messungen in Abbildung 7.2 kann eine dynamische Beschichtungsrate von  $58 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min}}$  bestimmt werden ( $P=10 \text{ kW}$ ,  $p=0.3 \text{ Pa}$ ). Mit der Breite der

Beschichtungseinrichtung von ca. 350 mm (DMS- System in Fahrtrichtung) folgt daraus eine statische Beschichtungsrate von ca.  $165 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$ . Um diese Beschichtungsrate in der Substratebene zu erreichen, muss aufgrund von Erfahrungswerten die Zerstäubungsrate mit einem Wert von ca.  $1650 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$  etwa zehnmal höher sein.

Bei einer Pulsfrequenz von 20 kHz beträgt die Dauer der Katodenhalbwelle und damit die Zerstäubungszeit 25  $\mu\text{s}$ . Die oben abgeschätzte Zerstäubungsrate stellt den zeitlich gemittelten Wert über eine Periode dar. Da in der Anodenhalbwelle kein Zerstäubungsprozess stattfindet, ist folglich die Zerstäubungsrate in der Katodenhalbwelle mit einem Wert von  $3300 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$  doppelt so groß.

Unter der Annahme einer homogenen und vom Bedeckungsgrad unabhängigen Stromdichteverteilung der Argonionen auf die Targetoberfläche kann mit der Gleichung (3.51) aus der ermittelten Zerstäubungsrate eines metallischen Targets der Wert der Zerstäubungsrate bei dem Bedeckungsgrad  $\Theta = 0.5$  bestimmt werden. Benutzt man die Zerstäubungsausbeuten von Titan und Titandioxid (siehe Kapitel 3.3.3.1), so beträgt die metallische Zerstäubungsrate ca. 65% der des unbedeckten Targets und liegt bei einem Wert von  $2145 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$ .

Bestimmt man aus diesem Wert den Abtrag der Targetoberfläche innerhalb der Katodenhalbwelle von 25  $\mu\text{s}$ , so entspricht dieser bei einem mittleren Atomabstand von ca. 3.5 Å im hexagonalen Gitter des Titans weniger als 0.3% der Atome einer Monolage. Daraus folgt, dass der Zerstäubungsprozess in der Katodenhalbwelle bei einer Pulsfrequenz von 20 kHz nicht zu einer signifikanten Veränderung der Targetbedeckung führt.

#### ANODENHALBWELLE

Betrachtet man die Dauer der Anodenhalbwelle, so kann der auf das Target auftreffende Sauerstoff durch eine Reaktion mit den Titanatomen zu einer Veränderung der Targetbedeckung führen. Bei einem typischen Sauerstoffpartialdruck von 0.1 Pa beträgt die Dichte der  $\text{O}_2^-$  Moleküle  $n_{\text{O}_2}$  nach den Gleichungen (3.2) und (3.3) etwa  $2 \cdot 10^{19} \text{ m}^{-3}$ . Nimmt man für die  $\text{O}_2^-$  Moleküle eine den Argonatomen ähnliche mittlere Geschwindigkeit  $v_{\text{O}_2}$  von ca.  $400 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  an (siehe Tabelle 3.1), so kann die Wandstromdichte der  $\text{O}_2^-$  Moleküle zur Targetoberfläche  $j_{\text{O}_2}$  aus der kinetischen Gastheorie nach Gleichung:

$$j_{\text{O}_2} = \frac{n_{\text{O}_2} \cdot v_{\text{O}_2}}{4} \quad (8.2)$$

zu einem Wert von ca.  $2 \cdot 10^{21} \frac{1}{\text{m}^2\text{s}}$  bestimmt werden. Die Zahl der  $\text{O}_2^-$  Moleküle, die innerhalb der Anodenhalbwelle von 25  $\mu\text{s}$  die Targetoberfläche erreichen, beträgt  $5 \cdot 10^{16} \frac{1}{\text{m}^2}$ . Bei dem angenommenen mittleren Atomabstand ergibt sich eine Flächenbelegung der Titanatome von ca.  $1 \cdot 10^{19} \frac{1}{\text{m}^2}$ . Wird bei einem Bedeckungsgrad von  $\Theta = 0.5$  eine 50%ige Reaktion der noch freien Titan- Oberflächenatome mit den auftreffenden Sauerstoffmolekülen angenommen, so würden ca. 0.2% der Titanatome zu  $\text{TiO}_2$  reagieren. Damit ist auch die Änderung der Bedeckung während der Anodenhalbwelle nur gering und entspricht etwa

dem Wert der Änderung während der Katodenhalbwelle.

Aus diesen Überlegungen wird klar, dass die Änderung der Bedeckung durch den periodischen Wechsel zwischen Katode und Anode bei Pulsfrequenzen oberhalb von 20 kHz vernachlässigbar klein ist. Erst bei Frequenzen unterhalb von 1 kHz kann die Veränderung der Targetbedeckung entsprechend den obigen Berechnungen nicht mehr vernachlässigt werden. So würde während der Katodenhalbwelle der Bedeckungsgrad sinken und dann in der darauf folgenden Anodenhalbwelle wieder ansteigen. Ein Einfluss auf die Stabilität der angewendeten Prozessgasregelung ist dann zu erwarten.

Nach den Ergebnissen von JONSSON kann bei einer unipolar gepulsten Entladung ab einer Pulsfrequenz von 100 Hz die Variation der Targetbedeckung vernachlässigt werden [71].

Ein ähnliches Verhalten zeigt sich auch bei der Betrachtung der Kondensation der gesputterten Teilchen auf dem Substrat. Bei einer unipolar gepulsten Entladung ist in der Zerstäubungszeit die Kondensationsrate sehr groß. Dadurch werden die kondensierten Atome nicht vollständig oxidiert. Im Gegensatz dazu oxidieren die kondensierten Oberflächenatome auf dem Substrat in der Auszeit der Entladung vermehrt. Dadurch können bei kleinen Pulsfrequenzen Gradientenschichten abgeschieden werden. Durch Simulationen bestimmte JONSSON eine Grenzfrequenz von 1 kHz, ab der diese Oszillationen in der Schichtzusammensetzung nicht mehr erkennbar sind.

Infolge der räumlichen Verteilung der gesputterten Atome und der wechselseitigen Zerstäubung der beiden Targets kommt es bei der bipolar gepulsten Entladung zu einer Überlagerung der Teilchenströme von beiden Targets. Dadurch wird die Grenzfrequenz kleinere Werte als 1 kHz annehmen.

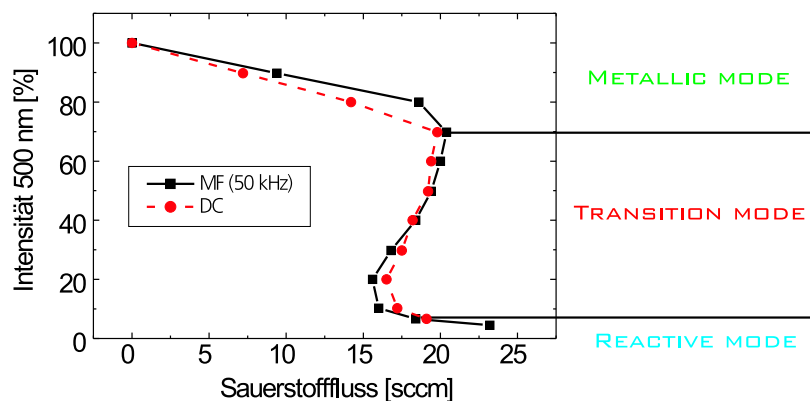
## 8.2 Vergleich von reaktiven DC- und gepulsten MF- Magnetronentladungen

Bei der Regelung der reaktiven Magnetronentladung wurde zur Messung der Intensität der Titan- Emissionslinie ein dielektrischer Interferenzfilter mit einem Transmissionsmaximum bei 500 nm und einer Halbwertsbreite von ca. 10 nm benutzt (siehe PEM, Kapitel 3.3.3.2). In diesem Wellenlängenbereich liegen eine Vielzahl von Emissionslinien des Titans, deren Intensitäten mit einer Vergrößerung der Targetbedeckung abnehmen.

Bei der reaktiven Magnetronentladung von Titan in einem Argon- Sauerstoff- Gemisch ändern sich die Werte von Spannung und Strom mit einer Veränderung des Bedeckungsgrades nur geringfügig. Jedoch besteht entsprechend Gleichung (3.53) ein Zusammenhang zwischen der Intensität der Emissionslinien des Targetmaterials und der Dichte der gesputterten Atome  $n_s$  und damit der metallischen Zerstäubungsrate  $a_{metall}$ . Sinkt die metallische

Zerstäubungsrate durch eine Zunahme der Targetbedeckung, so nimmt auch der Wert der Intensität ab. Aus diesem Grund kann der Zusammenhang zwischen dem Sauerstofffluss und der Intensität der Titan– Emissionslinie zur Charakterisierung reaktiver Entladungen und auch zum Vergleich unterschiedlicher Entladungsarten benutzt werden.

In Abbildung 8.1 ist dieser Zusammenhang für eine reaktive DC– Entladung und eine reaktive, bipolar gepulste Entladung (Schwingkreiswechselrichter) dargestellt.



**Abbildung 8.1:** Zusammenhang zwischen der Intensität der Titan– Emissionslinie (500 nm) und dem Sauerstofffluss (LB250)  
 $\text{TiO}_x$  reaktiv, DC (MDX–10), MF (TIG 10/100P,  $f = 50 \text{ kHz}$ ),  $P_{DC} = 2 \text{ kW}$ ,  
 $p_{Ar} = 0.3 \text{ Pa}$

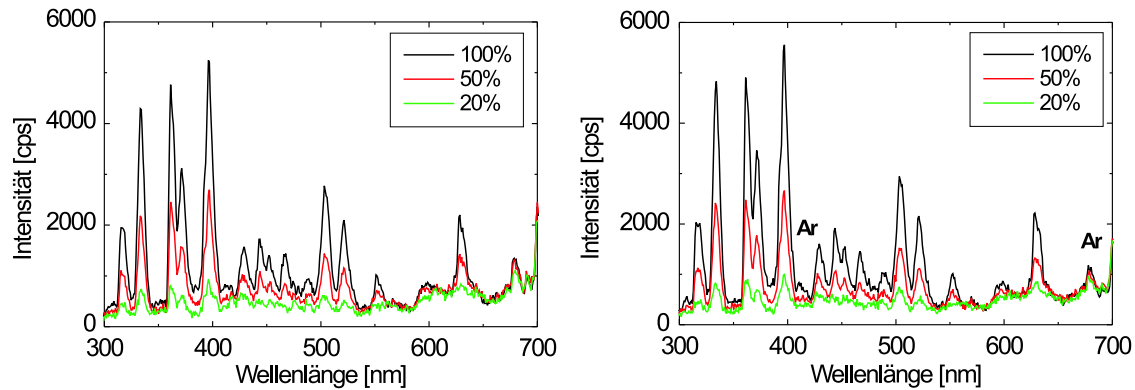
Entsprechend der Abbildung sind die Verläufe für beide Entladungen nahezu identisch. Bei einer Intensität der Emissionslinie von 70% des metallischen Wertes findet der Übergang vom METALLIC MODE zum TRANSITION MODE statt. Dieser reaktive Arbeitspunkt ist durch den sinkenden Reaktivgasfluss bei steigender Targetbedeckung gekennzeichnet. Bei einem Wert der Intensität von 5% erreicht die Entladung den REACTIVE MODE. Das Target ist fast vollständig bedeckt. Eine weitere Verringerung der Intensität führt nur zu einer starken Erhöhung des Reaktivgasflusses ohne eine signifikante Veränderung der Targetbedeckung hervorzurufen. Intensitäten kleiner als 2% sind nicht stabilisierbar, da das Target vollständig bedeckt ist und die Targetbedeckung sich nicht mehr ändert.

Aus diesem experimentell bestimmten Verhalten kann darauf geschlossen werden, dass sich bei beiden Entladungsarten die Targetbedeckung und damit die metallische Zerstäubungsrate bei gleichem Argondruck und nahezu gleicher elektrisch eingespeister Leistung in einer ähnlichen Weise ändert.

Auch der Vergleich der Änderung der Intensitäten der optischen Emissionsspektren bei gleicher Leistungsdichte bestätigt die Ähnlichkeit beider Prozesse. Abbildung 8.2 zeigt in der linken Grafik die Veränderung der Intensitäten bei der reaktiven DC– Entladung und



in der rechten Grafik das Verhalten der Emissionslinien bei der bipolar gepulsten MF-Entladung. Die Veränderung der Targetbedeckung wurde durch eine Regelung mit Hilfe der Titan- Emissionslinie (500 nm) realisiert. Ein Wert der Intensität von 100% entspricht einem unbedeckten Target und damit der metallischen Abscheidung von Titan.



**Abbildung 8.2:** Spektren der optischen Emission reaktiver Entladungen zur Abscheidung von  $\text{TiO}_x$  bei verschiedenen Intensitäten der Titan- Emissionslinie (500 nm)

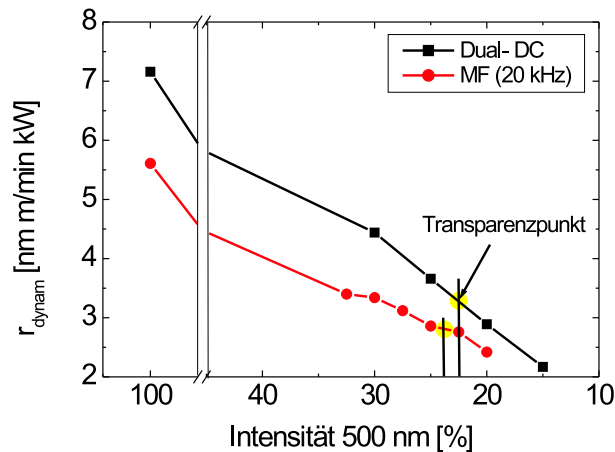
**links:** DC (MDX-10),  $P = 2 \text{ kW}$ ,  $p_{\text{Ar}} = 0.5 \text{ Pa}$

**rechts:** bipolar MF (TIG 10/100P),  $P_{\text{DC}} = 4 \text{ kW}$ ,  $p_{\text{Ar}} = 0.5 \text{ Pa}$

Beim Vergleich der Emissionsspektren beider reaktiver Entladungen ergeben sich keine signifikanten Unterschiede. Die Intensitäten der Emissionslinien der Argonatome bleiben bei einer Veränderung der Targetbedeckung nahezu gleich. Dies folgt aus den nahezu unveränderlichen elektrischen Größen.

Da entsprechend Gleichung (3.51) die metallische Zerstäubungsrate mit zunehmender Targetbedeckung sinkt, nehmen die Intensitäten aller Emissionslinien der Titanatome gleichmäßig ab. Die Abnahme der Zerstäubungsrate infolge steigender Targetbedeckung erfolgt bei beiden Entladungen in gleicher Weise. Deshalb sollte sich die  $\text{NDR}^1$  in Abhängigkeit der Intensität der Titan- Emissionslinie bei beiden Entladungen in gleicher Weise ändern. Wie in Kapitel 7 festgestellt wurde, beträgt die metallische NDR einer bipolar gepulsten MF- Entladung ca. 83% der NDR einer Dual- DC- Entladung. Berücksichtigt man diese Differenz der Beschichtungsraten bei der metallischen Abscheidung, so sollte das Verhältnis nach dem obigen Vergleich auch bei der reaktiven Abscheidung zu beobachten sein. In Abbildung 8.3 ist der Verlauf der NDR in Abhängigkeit der Intensität der Titan- Emissionslinie (500 nm) für eine Dual- DC- Entladung und eine bipolar gepulste MF- Entladung bei gleicher Leistung und gleichem Argondruck dargestellt.

<sup>1</sup>normierte dynamische Beschichtungsrate  $r_{\text{dynam}}$



**Abbildung 8.3:** Zusammenhang zwischen NDR und Intensität der Titan-Emissionslinie (500 nm) bei der reaktiven Abscheidung von  $\text{TiO}_x$   
 DC (MDX-15), bipolar MF (TIG 30/100P),  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p_{Ar} = 0.3 \text{ Pa}$

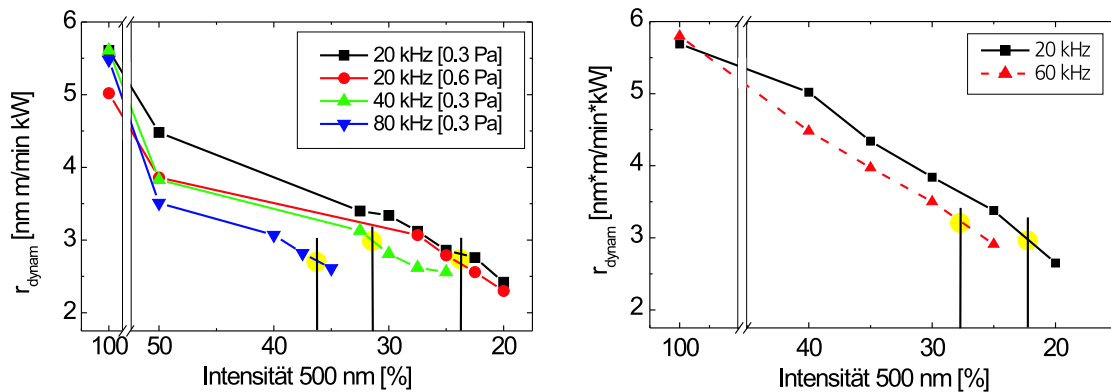
Als markanter Punkt der reaktiven Magnetronentladung wird der Transparenzpunkt genutzt, der den Übergang von der Abscheidung gerade noch absorbierender Schichten ( $k > 0.01$ ) zu nahezu absorptionsfreien Schichten ( $k < 0.001$ ) darstellt (siehe auch Kapitel 5.4). Ist die Intensität der Titan-Emissionslinie etwas kleiner als die des Transparenzpunktes, werden absorptionsfreie Schichten mit der höchsten Beschichtungsrate abgeschieden. Aus diesem Grund wird der Transparenzpunkt zum Vergleich und zur Charakterisierung der Entladungsarten benutzt. In der Darstellung ist der Transparenzpunkt durch eine schwarze Linie mit einem gelben Kreis markiert.

Die maximal erreichbare NDR absorptionsfreier  $\text{TiO}_2$ -Schichten einer Dual-DC-Entladung beträgt  $3.3 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$ . Die NDR einer bipolar gepulsten Entladung liegt mit  $2.8 \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  bei nur 85% dieses Wertes. Im Rahmen des Messfehlers spiegelt sich das bereits ermittelte Verhältnis auch bei der reaktiven Abscheidung wider. Neben den bisher betrachteten Fehlern kommt bei der reaktiven Schichtabscheidung noch die Auflösung der gewählten reaktiven Arbeitspunkte als Fehler hinzu. Da bei den Versuchsreihen das gleiche DMS-System mit einer ähnlichen Targetdicke verwendet wurde, kann der Einfluss von Stärke und Form des Magnetfeldes und von der Targetdicke auf den Wert der NDR ausgeschlossen werden.

### 8.3 Einfluss der Pulsfrequenz auf den Transparenzpunkt

Aus der Unabhängigkeit der metallischen Beschichtungsrate von der Pulsfrequenz einer bipolar gepulsten Entladung kann nach den obigen Betrachtungen zur reaktiven Schicht-

abscheidung der Schluss gezogen werden, dass auch die Pulsfrequenz keinen Einfluss auf die NDR am Transparenzpunkt hat. In Abbildung 8.4 ist der Verlauf der NDR von zwei bipolar gepulsten Magnetronentladungen als Funktion der Intensität der Titan– Emissionslinie bei unterschiedlichen Pulsfrequenzen dargestellt. In der linken Grafik ist der Zusammenhang bei Verwendung des Schwingkreiswechselrichters und in der rechten Grafik bei der Verwendung der Stromversorgung Astral mit eingepprägtem Strom aufgetragen.



**Abbildung 8.4:** Zusammenhang zwischen der Intensität der Titan– Emissionslinie und der NDR bei unterschiedlichen Pulsfrequenzen bei der reaktiven Abscheidung von  $\text{TiO}_x$  mittels bipolar gepulster Entladungen

**links:** sinusförmige Entladung, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

**rechts:** rechteckförmige Entladung, Astral,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p_{Ar} = 0.3 \text{ Pa}$

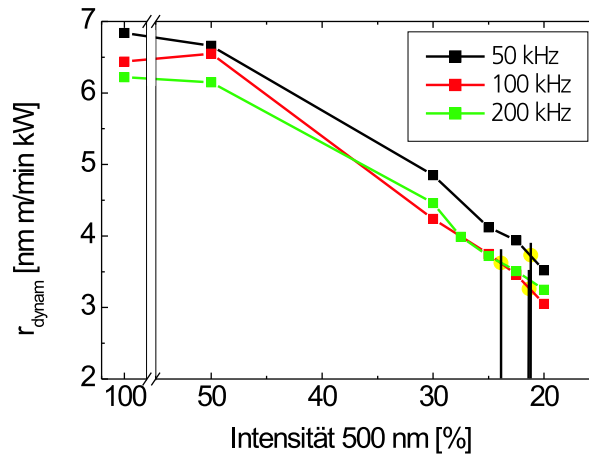
Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, bleibt die NDR am Transparenzpunkt bei einer Variation der Pulsfrequenz nahezu konstant. Jedoch kommt es in Bezug auf den Wert der Intensität, bei der der Transparenzpunkt erreicht wird, zu einer Verschiebung. Der Argondruck hat im betrachteten Bereich keinen starken Einfluss auf die NDR und die Lage des Transparenzpunktes (linke Grafik).

Betrachtet man die linke Grafik (Entladung mit dem Schwingkreiswechselrichter), so liegt der Transparenzpunkt bei einer Pulsfrequenz von 20 kHz bei ca. 22.5% und steigt zu 80 kHz auf einen Wert von ca. 36% an. Die maximal erreichbare NDR der absorptionsfreien Schichten bleibt mit einem Wert von  $(2.9 \pm 0.1) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  im Rahmen des Fehlers konstant und ist damit nicht von der Pulsfrequenz abhängig.

Auch bei dem in der rechten Grafik dargestellten Zusammenhang zwischen der NDR und der Intensität bei einer Entladung mit eingepprägtem Strom bleibt die NDR mit einem Wert von  $(3.1 \pm 0.1) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  konstant. Eine Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes ist auch bei dieser bipolar gepulsten Entladung erkennbar. Da die maximal einstellbare Pulsfrequenz 60 kHz betrug, fällt die Verschiebung geringer aus. Ein signifikanter Einfluss der

Pulsform auf die maximal erreichbare NDR ist nicht festzustellen, da die geringen Differenzen der NDR auf die Nutzung unterschiedlicher DMS- Systeme und unterschiedlicher Targetdicken zurückzuführen sind.

In Abbildung 8.5 ist der Zusammenhang zwischen der NDR und der Intensität der Titan-Emissionslinie einer unipolar gepulsten Entladung ohne magnetfeldgeführte Anode dargestellt.



**Abbildung 8.5:** Verhalten des Transparenzpunktes von  $\text{TiO}_x$  bei einer unipolar gepulsten Entladung ohne magnetfeldgeführte Anode  
RPG 100-E,  $P_{DC} = 5 \text{ kW}$ ,  $p_{Ar} = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $t_{off} = 1 \mu\text{s}$

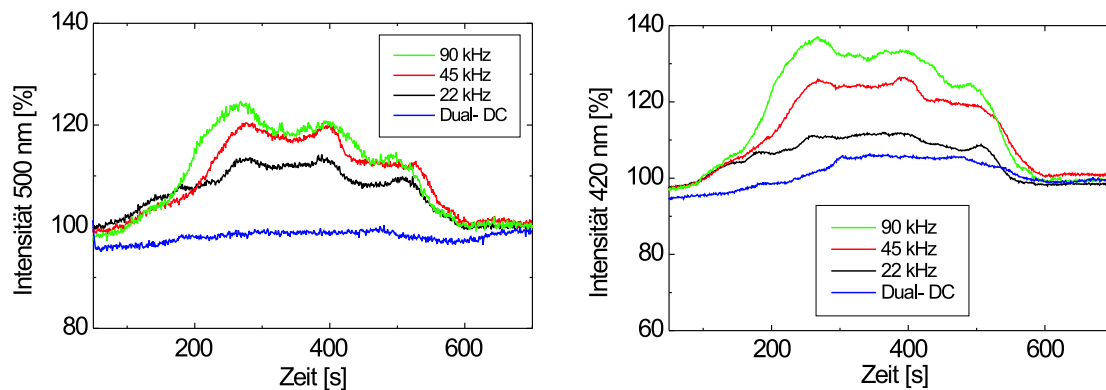
Wie aus dieser Abbildung ersichtlich ist, verändert sich die Lage des Transparenzpunktes bei einer Variation der Pulsfrequenz kaum. Im betrachteten Frequenzbereich zwischen 50–200 kHz liegt der Transparenzpunkt bei einem Wert der Intensität von ca.  $(22 \pm 2)\%$ . Die maximal erreichbare NDR am Transparenzpunkt beträgt  $(3.6 \pm 0.1) \frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$  und entspricht damit der maximal erreichbaren NDR von absorptionsfreien Schichten, die mit einer Single-DC- Entladung abgeschieden wurden.

Die Ursache der Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes bei bipolar gepulsten Entladungen ist damit nicht im Umpolungsprozess, sondern in der speziellen Anordnung der magnetfeldgeführten Anode zu suchen. Bei den Entladungsarten Single-DC, Dual-DC und unipolar gepulst ohne magnetfeldgeführte Anode liegt der Transparenzpunkt bei einer Intensität von ca. 22.5%. Erst durch die Verwendung der magnetfeldgeführten Anode wird die Lage des Transparenzpunktes frequenzabhängig und steigt mit einer Erhöhung der Pulsfrequenz an. Im nächsten Kapitel soll die Verschiebung des Transparenzpunktes näher untersucht werden.

## 8.4 Beeinflussung der Intensität der Plasmaemission beim Durchlaufen eines Substrates durch den Plasmaraum

Verwendet man bei der reaktiven, bipolar gepulsten Magnetronentladung ein feststehendes Substrat (stationäre Beschichtung), so kann kein Einfluss der Pulsfrequenz auf die Zusammenhänge zwischen der Intensität der Titan- Emissionslinie und dem Sauerstofffluss beobachtet werden. Im Unterschied dazu findet man bei der Bewegung des Substrates (auf einer Palette) einen Einfluss der Pulsfrequenz auf die genannten Zusammenhänge. Deshalb wurde vermutet, dass das Durchlaufen der Palette (mit einem Substrat) den Wert der Intensität der Plasmaemission bei der metallischen Abscheidung beeinflusst und sich dadurch die Lage des Transparenzpunktes verändert.

Um diesen Einfluss zu untersuchen, wurde bei der metallischen Entladung der zeitliche Verlauf der Intensität verschiedener Emissionslinien beim Durchlaufen der Palette unter einem DMS- System aufgezeichnet. Abbildung 8.6 zeigt den zeitlichen Verlauf der Intensitäten der zur Regelung genutzten Titan- Emissionslinie (500 nm) und einer Argon- Emissionslinie (420 nm). Der zeitliche Verlauf entspricht einer Veränderung der Position der Palette im Plasmaraum. Der Target- Substrat- Abstand beträgt 100 mm.



**Abbildung 8.6:** Zeitlicher Verlauf der Plasmaemission beim Durchlaufen einer Palette

Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $TSD = 100 \text{ mm}$

**links:** Titan- Emissionslinie 500 nm, **rechts:** Argon- Emissionslinie 420 nm

Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, steigt die Intensität beider Emissionslinien mit dem Eintauchen der Palette in den Plasmaraum des DMS- Systems an und bleibt während der Beschichtung des Substrates auf einem deutlich höheren Wert. Beim Verlassen des Plasmaraums sinkt die Intensität wieder auf den Ausgangswert ab.

Die Größe der Veränderung der Intensität ist abhängig von der Pulsfrequenz und steigt mit dieser an. Bei einer Dual- DC- Entladung ist nahezu keine Veränderung der Intensität

während der Durchfahrt zu beobachten. Dies bestätigt die Vermutung, dass die magnetfeldgeführte Anode die frequenzabhängige Lage des Transparenzpunktes hervorruft. Der Einfluss der magnetfeldgeführten Anode wird in Kapitel 9 näher untersucht.

Bei allen Versuchen erfolgte die Kalibrierung der Intensität der Titan– Emissionslinie bei der metallischen Abscheidung zu Beginn des Durchlaufens der Palette. Die Palette steht dabei außerhalb des Plasmariums des DMS– Systems. Wie aus der Abbildung 8.6 hervorgeht, steigt der Wert der Intensität bei der metallischen Abscheidung durch das Eintauchen der Palette in den Plasmarium an. Geht man von einer konstanten Lage des Transparenzpunktes bei ca. 22.5% in Bezug auf einen Wert von 100% bei der metallischen Abscheidung aus, so verschiebt sich durch das Eintauchen der Palette in den Plasmarium die Lage des Transparenzpunktes aufgrund des Anstiegs des Wertes bei der metallischen Abscheidung. Um die Veränderung der Lage des Transparenzpunktes zu bestimmen, wurde der Mittelwert der Intensität der Titan– Emissionslinie  $\bar{\varphi}_{metall}$  während des Durchlaufens der Palette durch den Plasmarium bestimmt. Die ermittelten Werte der Intensität wurden auf den Mittelwert der Intensität einer Dual– DC– Entladung bezogen. Unter der Annahme, dass der Transparenzpunkt bei einer Intensität von 22.5% in Bezug auf einen Wert von 100% bei der metallischen Abscheidung erreicht wird, ergibt sich daraus die in Tabelle 8.1 dargestellte Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes  $\bar{\varphi}_{Transparenz}$ .

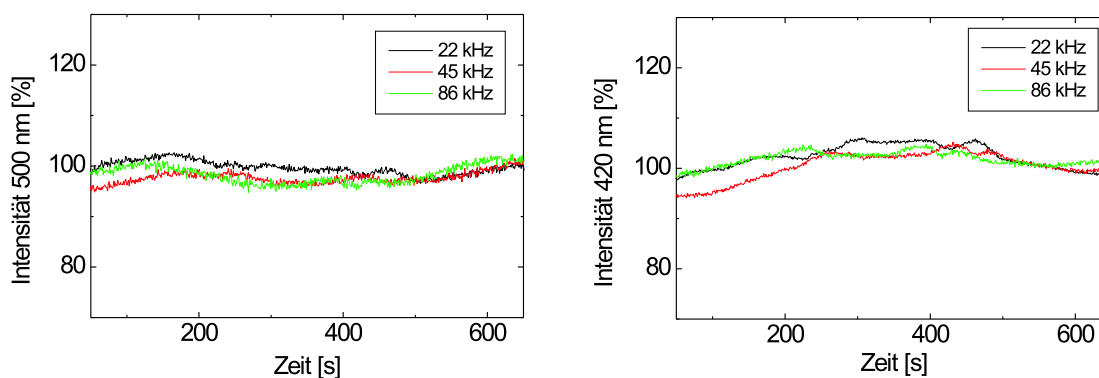
	$\bar{\varphi}_{metall}$ (500 nm)	$\bar{\varphi}_{metall}$ (420 nm)	$\bar{\varphi}_{Transparenz}$ (500 nm)
<b>Dual– DC</b>	100%	100%	22.5%
<b>MF – 22 kHz</b>	110%	106%	24%
<b>MF – 45 kHz</b>	113%	113%	25%
<b>MF – 90 kHz</b>	117%	118%	26%

**Tabelle 8.1:** Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes

Die Erhöhung der Intensität  $\bar{\varphi}_{metall}$  bei der metallischen Abscheidung infolge des Eintauchens der Palette in den Plasmarium verursacht die Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes. Liegt der Transparenzpunkt einer Dual– DC– Entladung bei 22.5%, so müsste sich bei einer bipolar gepulsten MF– Entladung die Lage des Transparenzpunktes entsprechend den in der Tabelle 8.1 aufgelisteten Werte der Intensität  $\bar{\varphi}_{Transparenz}$  mit einer Veränderung der Pulsfrequenz verschieben. Vergleicht man diese Werte mit den gemessenen (Abbildung 8.4), so fallen die in der Tabelle 8.1 bestimmten Werte niedriger aus. Dies wird dadurch verursacht, dass die Messung der Intensität senkrecht zur Magnetron– Mittelachse erfolgte. Der Messwert ist damit ein integraler Wert über beide Magnetrons. Dies führt vor allem beim Eintauchen und Verlassen des Plasmariums zu verfälschten Werten. Der Messaufbau ließ keine Einzelmessung der Intensitäten während der Durch-

fahrt zu.

Wie aus nächster Abbildung 8.7 ersichtlich ist, kann durch eine Vergrößerung des Target-Substrat-Abstandes (TSD) um ca. 80 mm die Veränderung der Intensität der Emissionslinien bei der Durchfahrt der Palette deutlich verringert werden.



**Abbildung 8.7:** Zeitlicher Verlauf der Plasmaemission beim Durchlaufen der Palette  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$ ,  $TSD = 180 \text{ mm}$   
**links:** Titan- Emissionslinie  $500 \text{ nm}$ , **rechts:** Argon- Emissionslinie  $420 \text{ nm}$

Aus der Abbildung ist zu entnehmen, dass durch die Vergrößerung des TSD die Veränderung der Intensität beim Durchlaufen der Palette auf 5% minimiert werden kann. Dieses Verhalten der Intensitäten lässt den Schluss zu, dass sich das Plasma bei einer bipolar gepulsten Entladung bis in die Substratebene ausbreitet. Die Palette taucht in das Plasma ein und verändert dessen räumliche Ausdehnung. Die Ursache für das Verhalten des Plasmas wird in Kapitel 9 näher beschrieben.

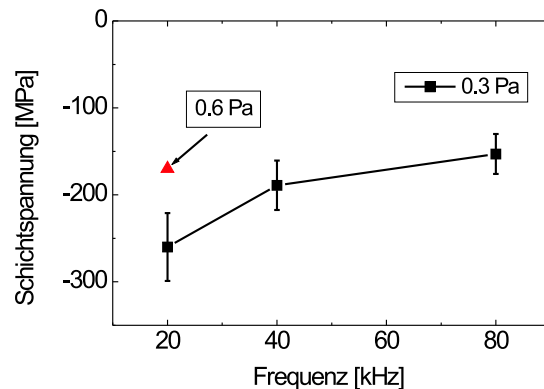
Um die Verschiebung der Lage des Transparenzpunktes zu minimieren, muss die Kalibrierung des Wertes bei der metallischen Abscheidung während der Durchfahrt erfolgen. Bei der Großflächenbeschichtung ist jedoch darauf zu achten, dass dadurch kein Ausschuss entsteht. Eine Vergrößerung des TSD ist wegen der damit verbundenen Verringerung der Beschichtungsrate oft nicht sinnvoll.

## 8.5 Beeinflussung der Morphologie und der mechanischen Schichtspannung abgeschiedener $\text{TiO}_2$ - Schichten

SZCZYRBOWSKI [72] stellte eine Erhöhung des Brechungsindex von  $\text{TiO}_2$ - Schichten durch die Anwendung der bipolar gepulsten Magnetronentladung fest. TREICHEL [73] untersuchte die Morphologie von  $\text{TiO}_2$ - Schichten, die mit dem DC- Sputtern und mit dem bi-

polaren MF– Sputtern abgeschieden wurden. Dabei wird festgestellt, dass Schichten mit einer Schichtdicke von ca. 100 nm keine Unterschiede in der Morphologie aufweisen. Alle Schichten in diesem Schichtdickenbereich sind amorph. Erst bei einer Schichtdicke von etwa 500 nm kann eine Zunahme des kristallinen Anteils durch die Anwendung der bipolar gepulsten Entladung beobachtet werden, was zu einer Erhöhung des Brechungsindex führt. Bei der bipolar gepulsten Entladung steigt die thermische Substratbelastung durch die magnetfeldgeführte Anode um ca. 100% (siehe Kapitel 9). Damit erhöht sich die Substrattemperatur bei der Abscheidung von Schichten mit einer Dicke  $\gg 500$  nm auf Werte von deutlich größer 200 °C. Bei diesen Temperaturen kann die Bildung von Mikrokristalliten erfolgen [74]. Da die Mikrokristalle eine rutile Struktur besitzen, erhöht sich der Brechungsindex der  $\text{TiO}_2$ – Schichten von 2.4 auf ca. 2.6 ( $\lambda = 550$  nm) [72]. Jedoch ist die Zunahme nur bei der Abscheidung dicker Schichten zu beobachten und spielt bei der Herstellung von Wärmedämm– oder Antireflex– Schichtsystemen, bei denen die Schichtdicke der  $\text{TiO}_2$ – Einzelschicht nur ca. 30– 50 nm beträgt, keine Rolle.

Bei den hier durchgeführten Untersuchungen konnte bei der reaktiven, bipolar gepulsten Entladung auch eine Beeinflussung der mechanischen Schichtspannung durch die Pulsfrequenz festgestellt werden. In Abbildung 8.8 ist der Zusammenhang zwischen der Schichtspannung und der Pulsfrequenz dargestellt. Die Schichten wurden am Transparenzpunkt abgeschieden.



**Abbildung 8.8:** Abhängigkeit der Schichtspannung von der Pulsfrequenz

$\text{TiO}_2$  am Transparenzpunkt, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10$  kW,  $p = 0.3$  Pa

Gesputterte Oxidschichten zeichnen sich i.Allg. durch eine Druckspannung aus. Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, kann der Wert der Druckspannung durch eine steigende Pulsfrequenz verringert werden. Auch eine Erhöhung des Druckes führt zu einer Verminderung der Druckspannung. Bei der reaktiven Abscheidung mit einer unipolar gepulsten Entladung beträgt die Schichtspannung ca. -30 MPa und ist damit deutlich kleiner.



# Kapitel 9

## Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die Magnetronentladung

### 9.1 Thermische Substratbelastung

Neben den bereits betrachteten Auswirkungen einer magnetfeldgeführten Anode auf die NDR und auf das Verhalten der Intensität der Emissionslinien beim dynamischen Beschichtungsprozess erhöht sich auch die thermische Substratbelastung.

BARTZSCH [75] stellte eine Erhöhung der thermischen Substratbelastung durch die Einführung der magnetfeldgeführten Anode bei der stationären Abscheidung von  $\text{TiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einem Doppelring-Magnetron fest. Bei seinen Experimenten konnte er nachweisen, dass die Selbst-Bias-Spannung eines floatenden Substrates deutlich ansteigt. Unter der Voraussetzung, dass die Elektronenstromdichte gleich der Ionenstromdichte auf das floatende Substrat ist, ergibt sich die Selbst-Bias-Spannung  $U_{bias}$  aus der Differenz von Plasmapotential  $U_p$  und Floatingpotential  $U_{fl}$  zu:

$$U_{bias} = U_p - U_{fl} = \frac{k T_e}{2 e} \ln \left( \frac{m_{ion}}{2.3 m_e} \right) \quad (9.1)$$

und wird damit nur durch die Elektronentemperatur  $T_e$  beeinflusst. Neben der Erhöhung der Selbst-Bias-Spannung konnte auch eine deutliche Vergrößerung des Ionenstromes auf das Substrat nachgewiesen werden [13], [75]. Wird das äußere Magnetron eines Doppelring-Magnetrons mit einer Leistung von 1 kW betrieben, so steigt die Ionenstromdichte auf das Substrat durch die Einführung der magnetfeldgeführten Anode von  $0.1 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2}$  bis auf Werte von  $1.7 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2}$ . Gleichzeitig erhöht sich die Selbst-Bias-Spannung von 16 V auf 54 V und die thermische Substratbelastung verfünffacht sich.

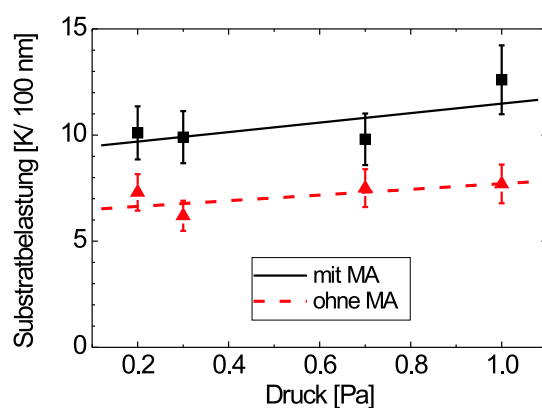
Da durch eine Erhöhung der Feldstärke des Magnetfeldes der Anode sowohl die Selbst-Bias-Spannung als auch die Ionenstromdichte auf das Substrat signifikant steigen, konnte

BARTZSCH die magnetfeldgeführte Anode eindeutig als Ursache identifizieren.

Betrachtet man die Wirkung des Magnetfeldes an der Katode, so wird die Aufenthaltsdauer der Elektronen durch die auftretende Lorentzkraft vergrößert. Auf ähnliche Weise kann auch die abschirmende Wirkung des Magnetfeldes an der Anode beschrieben werden. Das vorhandene Magnetfeld erschwert den Elektronen das Erreichen der Anode und verkleinert die zur Verfügung stehende Anodenfläche. Wie bereits im Kapitel 6.4 beschrieben und durch die Messung der Plasmaemission an der Anode bestätigt, entsteht ein Anodenfall, der die Elektronentemperatur und damit die Selbst-Bias-Spannung eines Substrates erhöhen kann. Durch die Zunahme der kinetischen Energie der Elektronen steigt die Ionisierungswahrscheinlichkeit und damit die Zahl der im Anodenfall erzeugten Ionen. Die Ionen werden von der Anode weg beschleunigt und können auch das Substrat erreichen.

In diesem Abschnitt soll der Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die thermische Substratbelastung von dynamischen Beschichtungsprozessen, also beim Durchlaufen eines Substrates durch den Plasmaraum, untersucht werden. Im Gegensatz zu den Experimenten von BARTZSCH, die bei einer stationären Beschichtung durchgeführt wurden, erfolgt hier die Bestimmung der thermischen Substratbelastung durch eine Messung der maximalen Substrattemperatur während der dynamischen Beschichtung (siehe Kapitel 5.5).

In Abbildung 9.1 ist die thermische Substratbelastung einer Single-DC-Magnetronentladung mit und ohne magnetfeldgeführter Anode bei Variation des Druckes dargestellt.



**Abbildung 9.1:** Thermische Substratbelastung einer Single-DC-Magnetronentladung mit und ohne magnetfeldgeführter Anode bei Variation des Druckes  
Titan, metallisch, MDX-15,  $P = 10 \text{ kW}$

Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, vergrößert sich die thermische Substratbelastung eines dynamischen Beschichtungsprozesses durch die Verwendung einer magnetfeldgeführten Anode. Bei einem Druck von  $0.3 \text{ Pa}$  beträgt die thermische Substratbelastung einer üblichen DC-Anordnung ca.  $6.5 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$ . Durch die magnetfeldgeführte Anode steigt die

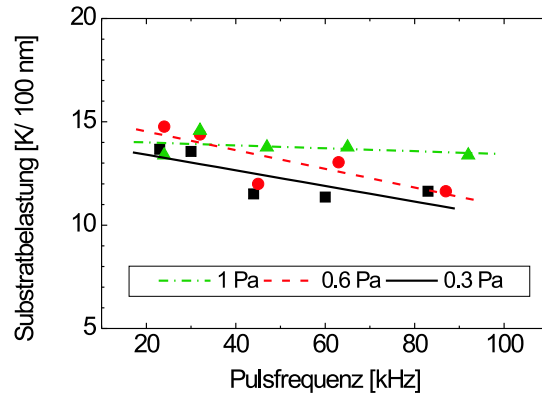
Substratbelastung um 50% auf einen Wert von  $10.0 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$ . Damit kann der von BARTZSCH nachgewiesene Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die thermische Substratbelastung auch bei einem dynamischen Beschichtungsprozess festgestellt werden.

Entsprechend den Betrachtungen in Anhang D kann die in das Substrat eingebrachte Energie pro kondensierenden Atom  $\Delta E_{Atom}$  nach:

$$\Delta E_{Atom} = N C_p \frac{\Delta T}{100 \text{ nm}} \quad (9.2)$$

berechnet werden. Jedoch ist zu beachten, dass die hier ermittelte Energie pro kondensierenden Atom zu gering ausfällt, da bei der dynamische Beschichtung die Wärmeabgabe eine große Rolle spielt und noch während des Beschichtungsprozesses größer als die Energiezufuhr werden kann. Entsprechend der Abbildung 9.1 beträgt der Energieeintrag pro Teilchen ohne magnetfeldgeführte Anode ca.  $55 \frac{\text{eV}}{\text{Atom}}$  und mit magnetfeldgeführte Anode  $80 \frac{\text{eV}}{\text{Atom}}$  und liegt damit im Bereich der von BARTZSCH gemessenen Werte [12]. Vergleicht man die Werte mit dem in Kapitel 3.5 berechneten, so kann eine gute Übereinstimmung des Wertes ohne magnetfeldgeführter Anode festgestellt werden.

In Abbildung 9.2 ist der Zusammenhang zwischen Pulsfrequenz und thermischer Substratbelastung einer bipolar gepulsten Entladung bei verschiedenen Drücken dargestellt.



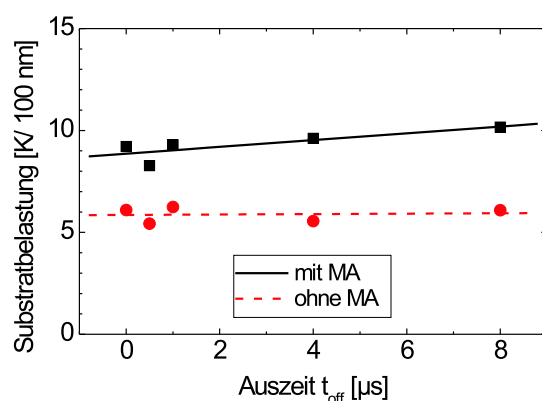
**Abbildung 9.2:** Thermische Substratbelastung einer bipolar gepulsten Entladung bei Variation der Pulsfrequenz  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$

In erster Näherung kann kein Einfluss der Pulsfrequenz auf die thermische Substratbelastung festgestellt werden. Zwar zeigen alle drei dargestellten Verläufe eine Abnahme mit steigender Pulsfrequenz, jedoch ist dieses Verhalten durch den Versuchsaufbau begründet. Infolge der steigenden elektrischen Leistung bei einer Erhöhung der Pulsfrequenz (Schwingkreiswechselrichter, Anhang F) nimmt die Schichtdicke geringfügig zu. Das bedeutet, dass die Schichtdicken im Bereich von ca. 400 nm um etwa 10–30 nm zunehmen. Die gemessene

Substrattemperatur bleibt jedoch infolge der Auflösung von ca. 3 K konstant und dadurch sinkt die Substratbelastung bei einer Erhöhung der Pulsfrequenz.

Bei einem Druck von 0.3 Pa beträgt die thermische Substratbelastung ca.  $13.5 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$  und ist damit größer als die bei der Single- DC- Entladung mit magnetfeldgeführter Anode. Die thermische Substratbelastung einer vergleichbaren Dual- DC- Entladung ( $P= 10 \text{ kW}$ ,  $p= 0.3 \text{ Pa}$ ) beträgt ca.  $5.9 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$ . Vergleicht man diese Werte, so kann festgestellt werden, dass die thermische Substratbelastung einer bipolar gepulsten Entladung ca. 130% größer als die einer Dual- DC- Entladung ist.

In Abbildung 9.3 ist der Zusammenhang zwischen der thermischen Substratbelastung und der Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung bei einer Pulsfrequenz von 50 kHz dargestellt. Die Entladung wurde mit und ohne magnetfeldgeführter Anode erzeugt.



**Abbildung 9.3:** Zusammenhang zwischen der thermischen Substratbelastung und der Auszeit einer unipolar gepulsten Entladung mit und ohne magnetfeldgeführter Anode (MA)

Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P_{DC}= 5 \text{ kW}$ ,  $p= 0.3 \text{ Pa}$ ,  $f= 50 \text{ kHz}$

Die thermische Substratbelastung einer unipolar gepulsten Entladung ist im Rahmen des Messfehlers nicht von der Auszeit abhängig. Das gleiche Verhalten kann auch bei einer Variation der Pulsfrequenz beobachtet werden. Die Werte der ermittelten Substratbelastung liegen im Bereich der Werte einer Single- DC- Entladung (Abbildung 9.1). Bei einem Totaldruck von 0.3 Pa beträgt die thermische Substratbelastung einer unipolar gepulsten Entladung ohne magnetfeldgeführte Anode ca.  $6.0 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$ . Durch die Verwendung einer magnetfeldgeführten Anode steigt die thermische Substratbelastung auf einen Wert von  $9.0 \frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$  an und ist damit um etwa 50% höher.

Betrachtet man die Erhöhung der thermischen Substratbelastung durch die Einführung der magnetfeldgeführten Anode und die gleichzeitige Verringerung der NDR (siehe Kapitel 7), so kann eine eindeutige Korrelation gefunden werden. Die magnetfeldgeführte Anode

führt zu einer Abnahme der NDR und einer gleichzeitigen Zunahme der thermischen Substratbelastung. In Tabelle 9.1 sind die NDR und die thermische Substratbelastung von dynamischen Beschichtungsprozessen der hier betrachteten Entladungsarten bei der metallischen Abscheidung zusammengefasst. Beim Vergleich der dargestellten Ergebnisse ist darauf zu achten, dass die Untersuchungen zu einer Entladungsart (z.B. Single- DC mit und ohne magnetfeldgeführter Anode) im Rahmen einer Versuchsreihe durchgeführt worden sind. Untereinander (Single- DC mit unipolar gepulst) können die Messwerte nicht exakt miteinander verglichen werden, da unterschiedliche DMS- Systeme und unterschiedliche Targetdicken zu geringen Abweichungen führen.

Entladungsart	NDR [ $\frac{\text{nm} \cdot \text{m}}{\text{min} \cdot \text{kW}}$ ]	Thermische SB [ $\frac{\text{K}}{100 \text{ nm}}$ ]
Single- DC <b>ohne</b> MA [10 kW]	8.0	6.5
Single- DC <b>mit</b> MA [10 kW]	7.1	10.0
Unipolar gepulst <b>ohne</b> MA [5 kW]	7.7	6.0
Unipolar gepulst <b>mit</b> MA [5 kW]	7.3	9.0
Dual- DC [10 kW]	7.1	5.9
Bipolar gepulst [10 kW]	5.9	13.5

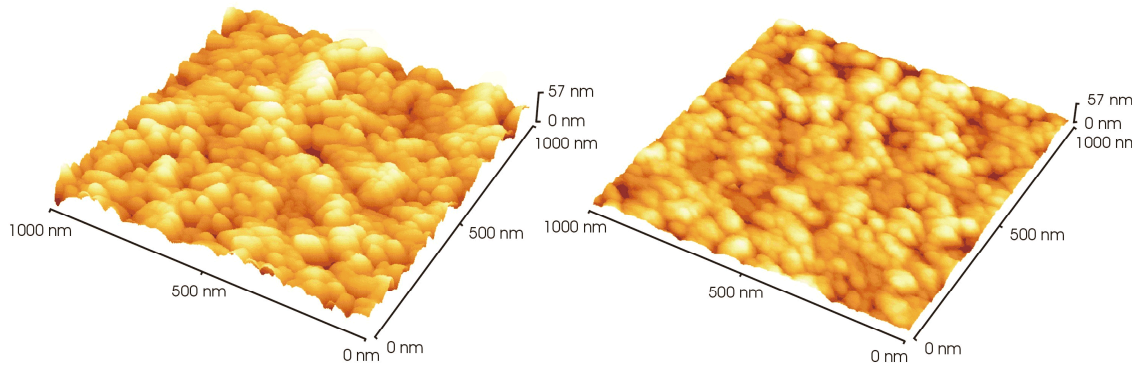
**Tabelle 9.1:** Zusammenhang zwischen NDR und thermischer Substratbelastung (SB) mit und ohne magnetfeldgeführter Anode  
Titan, metallisch,  $p= 0.3 \text{ Pa}$

Der bereits beschriebene Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die NDR und die thermische Substratbelastung ist deutlich erkennbar. Die Erhöhung der Substratbelastung bei unipolaren Prozessen (DC, gepulst) liegt in der gleichen Größenordnung. Dagegen fällt die Erhöhung der Substratbelastung bei der bipolaren Entladung höher aus. Diese höhere Substraterwärmung korreliert mit der deutlich stärkeren Abnahme der NDR. Dieses Verhalten ist in der bereits beschriebenen deutlich höheren Pulsleistung gegenüber des zeitlich gemittelten Wertes der Leistung begründet.

## 9.2 Modifizierung des Schichtwachstums

Bei der Betrachtung der abgeschiedenen metallischen Titanschichten mit dem Auge konnten Unterschiede in der Reflexion festgestellt werden, die auf eine Modifizierung der Oberfläche durch die magnetfeldgeführte Anode hindeuten. Aus diesem Grund wurde mit Hilfe eines AFM der Einfluss der magnetfeldgeführten Anode und der Pulsfrequenz auf das Schichtwachstum durch eine Messung der Oberflächentopografie untersucht.

In Abbildung 9.4 sind AFM- Bilder von zwei DC- gesputterten Titanoberflächen dargestellt. Die in der linken Grafik abgebildete Schicht wurde ohne und die in der rechten Grafik mit magnetfeldgeführter Anode abgeschieden.



**Abbildung 9.4:** Oberflächenrauigkeit von gesputterten Titanschichten auf Glas

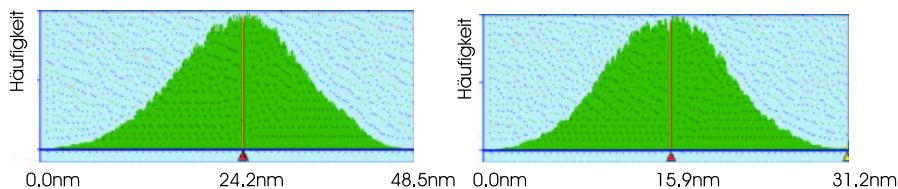
Single- DC (MDX-15),  $P= 5 \text{ kW}$ ,  $p= 0.3 \text{ Pa}$

**links:** ohne magnetfeldgeführte Anode,  $d= 598 \text{ nm}$

**rechts:** mit magnetfeldgeführter Anode,  $d= 575 \text{ nm}$

Um den Unterschied in der Rauigkeit der Oberfläche deutlich zu machen, wurde die Skalierung der z- Achse mit 57 nm für beide Aufnahmen gleich gewählt. Die maximale Höhe der ohne magnetfeldgeführte Anode abgeschiedenen Schicht beträgt 57 nm. Scheidet man die Schicht mit einer magnetfeldgeführten Anode ab, so ist die maximale Höhe mit einem Wert von 33 nm deutlich kleiner. Die Verwendung einer magnetfeldgeführten Anode führt zu einer Abnahme der Rauigkeit und damit zu glatteren Schichten.

Aus den Topografiebildern kann die Rauigkeit der Oberfläche bestimmt werden. Hierbei wird die Höhendifferenz zwischen einem „Berg“ und einem „Tal“ ermittelt. Dieser Wert wird als Rauigkeit definiert und die Häufigkeit der über die gesamte Fläche erhaltenen Werte kann in einem Histogramm aufgetragen werden, was in Abbildung 9.5 erfolgte.

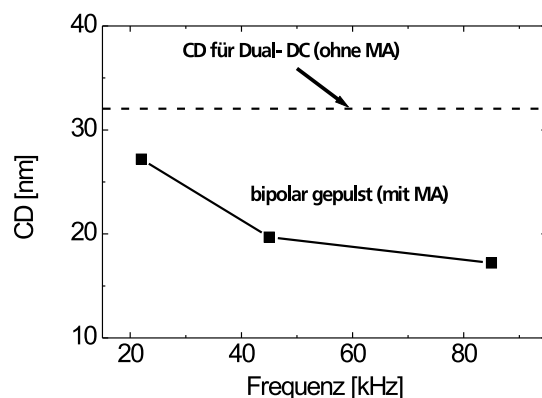


**Abbildung 9.5:** Histogramme der in Abbildung 9.4 dargestellten Titanoberflächen

ohne (links) und mit (rechts) magnetfeldgeführter Anode

Der Maximalwert des Histogramms wird als CRITICAL DIMENSION<sup>1</sup> bezeichnet. So beträgt die CD der Titanschicht, die ohne magnetfeldgeführte Anode abgeschieden wurde, ca. 24 nm. Wird eine magnetfeldgeführte Anode eingesetzt, so verringert sich die CD auf einen Wert von ca. 16 nm. Da die CD stark von der Dicke der abgeschiedenen Schichten abhängig ist, muss darauf geachtet werden, dass alle miteinander verglichenen Proben etwa die gleiche Schichtdicke aufweisen.

Weiterhin kann die CD durch Variation der Pulsfrequenz bei bipolar gepulsten Entladungen beeinflusst werden. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 9.6 dargestellt.



**Abbildung 9.6:** Verhalten des Oberflächenparameters CRITICAL DIMENSION bei Variation der Pulsfrequenz  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

Die Dicken der hier untersuchten Schichten lagen im Bereich von 900–1000 nm. Wie aus dieser Abbildung zu ersehen ist, wird die CD von Titanoberflächen durch die magnetfeldgeführte Anode (MA) und auch die Pulsfrequenz beeinflusst. Die CD einer Titanschicht, die mit der Dual-DC-Entladung abgeschieden wurde, beträgt ca. 32 nm. Werden die Schichten mit der bipolar gepulsten Entladung abgeschieden, so verringert sich die CD auf 28 nm (20 kHz), und die Schichten sind deutlich glatter. Eine Erhöhung der Pulsfrequenz auf 80 kHz bewirkt eine weitere Verringerung der CD auf einen Wert von etwa 18 nm.

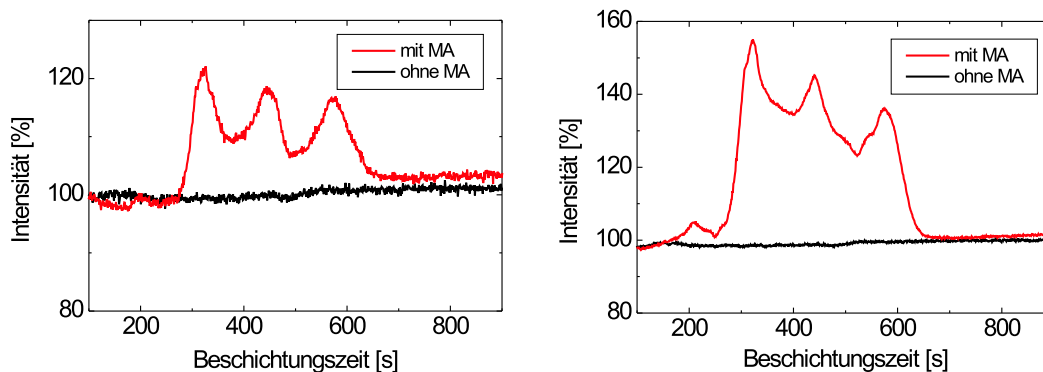
Das frequenzabhängige Verhalten der CD korreliert mit dem frequenzabhängigen Verhalten der Plasmaemission während der Beschichtung eines Substrates (siehe Abbildung 8.6). Ein Zusammenhang zwischen der CD und der thermischen Substratbelastung konnte nicht gefunden werden, da die thermische Substratbelastung in erster Näherung frequenzunabhängig ist.

<sup>1</sup>im weiteren als CD bezeichnet

### 9.3 Zusammenhang zwischen Anodenkonfiguration und Plasmaemission bei der dynamischen Beschichtung

In Kapitel 8.4 konnte gezeigt werden, dass die Beeinflussung der Intensität der Plasmaemission während eines dynamischen Beschichtungsprozesses durch eine Vergrößerung des TSD von 100 mm auf 180 mm verkleinert werden kann. Aus den bisherigen Betrachtungen ergibt sich die Frage, ob die magnetfeldgeführte Anode für das Verhalten der Intensität der Plasmaemission verantwortlich ist.

In Abbildung 9.7 ist der Verlauf der Intensitäten der Emissionslinien des Targetmaterials Titan (links, 500 nm) und des Sputtergases Argon (rechts, 420 nm) beim Durchlaufen eines Substrates während eines DC-Beschichtungsprozesses dargestellt. Die Messung des zeitlichen Verlaufes der Intensitäten der Plasmaemission erfolgte mit und ohne magnetfeldgeführter Anode.



**Abbildung 9.7:** Verhalten der Intensitäten der Emissionslinien während einer Substratbeschichtung mit und ohne magnetfeldgeführter Anode (MA)

Titan, metallisch, MDX-25,  $P = 5 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

**links:** Titan-Emissionslinie (500 nm)

**rechts:** Argon-Emissionslinie (420 nm)

Aus dem beobachteten Verhalten folgt, dass die magnetfeldgeführte Anode für die Erhöhung der Intensität der Plasmaemission während des Beschichtungsprozesses verantwortlich ist. Benutzt man eine Konfiguration ohne eine magnetfeldgeführte Anode, so bleiben die Intensitäten der beiden charakteristischen Emissionslinien während des Durchlaufes des Substrates konstant. Im Gegensatz dazu steigt die Intensität der Emissionslinien bei der Verwendung einer magnetfeldgeführten Anode während des Durchlaufes der Palette signifikant an. Dabei ist die Änderung der Intensität der Argon-Emissionslinie deutlich größer als die der Titan-Emissionslinie. Ein ähnliches Verhalten konnte bereits bei einer



bipolar gepulsten Entladung festgestellt werden (siehe Abbildung 8.6).

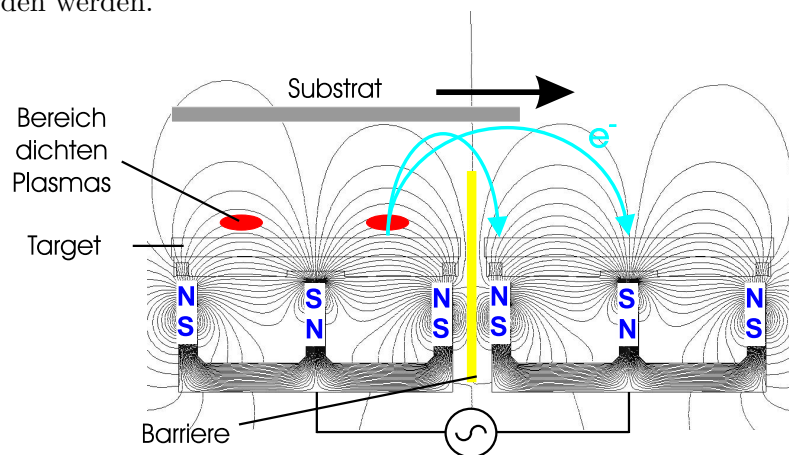
Aus dem Verhalten der Intensitäten der Plasmaemission ist zu ersehen, dass das Substrat in das Plasma eintaucht und dadurch die Form bzw. die Ausdehnung des Plasmas verändert. Ein Eintauchen des Substrates in das Plasma führt gleichzeitig zu einem erhöhten Beschuss von Ladungsträgern und damit zu einer höheren thermischen Substratbelastung.

## 9.4 Durch die magnetfeldgeführte Anode hervorgerufene Effekte

Folgende Effekte werden durch die magnetfeldgeführte Anode hervorgerufen:

- Verringerung der normierten dynamischen Beschichtungsrate
- Erhöhung der thermischen Substratbelastung
- Entstehung eines Anodenfalls
- Beeinflussung der Intensität der Plasmaemission während des Durchlaufens eines Substrates in der Beschichtungseinrichtung
- Beeinflussung der Schichtabscheidung (Oberflächenrauigkeit und Dichte metallischer Schichten, Morphologie von  $\text{TiO}_2$ )

Mit Hilfe des in Abbildung 9.8 dargestellten Verlaufes der Magnetfeldlinien eines Systems aus zwei Magnetrons soll der Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf die Entladung diskutiert werden.

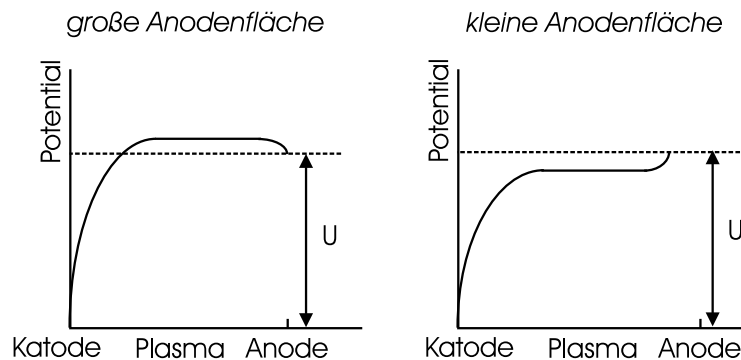


**Abbildung 9.8:** Schema eines DMS- Systems mit Magnetfeldlinien und einem Substrat während einer Halbwelle

Wie bereits in den vorigen Kapiteln beschrieben, wird durch das Magnetfeld an der Anode die für die Entladung zur Verfügung stehende effektive Anodenfläche verkleinert. Die Elek-

tronen können nur an den Stellen in die Anode eintreten (Pfeilspitzen), an denen die Parallelkomponente des Magnetfeldes sehr klein ist (Rückstäubzonen).

Bei Magnetronentladungen nimmt die Anode i.Allg. ein leicht negatives Potential in Bezug auf das Plasmapotential an. Durch die Verkleinerung der effektiven Anodenfläche infolge des Magnetfeldeinflusses sinkt der Strom der Elektronen in Richtung Anode, der durch die thermische Bewegung der Elektronen hervorgerufen wird. Um den gleichen Strom im äußeren Stromkreis (Stromversorgung) aufrecht zu erhalten, ist ein elektrisches Feld notwendig, das den Elektronenstrom zur Anode vergrößert. Auf diese Weise nimmt die Anode ein positives Potential gegenüber dem Plasmapotential an. Diese Veränderung im Potentialverlauf ist in der Abbildung 9.9 für unterschiedlich große Anoden dargestellt [23].



**Abbildung 9.9:** Potentialverlauf bei Anoden mit unterschiedlich großen Flächen

Bei niedrigen Drücken kann der entstehende Anodenfall durch die meist nicht ausgebildete positive Säule auch das Ionisierungspotential überschreiten und damit Werte von ca. 20–30 V annehmen. Dies führt zu einer deutlichen Erhöhung der kinetischen Energie der Elektronen vor der Anode, wodurch Atome angeregt und Ionen erzeugt werden. Die Ionen werden aus dem Anodenfall in Richtung Substrat und Katode beschleunigt.

Infolge des gleichen Magnetfeldes der beiden Magnetrons eines DMS-Systems entsteht in dem durch die Magnetrons eingeschlossenen Zwischenraum eine Barriere für die Elektronen (in Abbildung 9.8 mit einem gelben Streifen markiert). Die aus der Katode ausgelösten Elektronen bewegen sich nach dem Verlassen des Katodenfalls in Richtung geringerer magnetischer Feldstärken und können erst dann den Bereich der Katode verlassen und in das Magnetfeld an der Anode eintreten. Diese Barriere hindert die Elektronen daran, auf kürzestem Weg zur Anode zu gelangen. Auf diese Weise nimmt die Elektronendichte und auch die Elektronentemperatur im Substratbereich zu.

Nach Gleichung (9.1) erhöht sich durch die Zunahme der Elektronentemperatur die Selbst-Bias-Spannung des Substrates und damit verbunden nimmt der Ionenbeschuss des Substrates zu, was von BARTZSCH untersucht wurde [75]. Die Folge ist eine deutlich größere

Rekombination von Ionen und Elektronen. Die Abgabe der kinetischen Energie der Ionen und Elektronen an das Substrat und die entstehende Rekombinationswärme führen zu einer signifikanten Vergrößerung der thermischen Substratbelastung, die in Kapitel 9.1 auch bei dynamischen Beschichtungsprozessen nachgewiesen werden konnte.

Durch die magnetfeldgeführte Anode breitet sich das Plasma in Richtung Substrat aus. Diese Vermutung kann durch die Beeinflussung der Plasmaemission beim Durchlaufen eines Substrates unter der Beschichtungseinrichtung bestätigt werden. Reicht das Plasma in die Substratebene hinein, so wird durch das Eintauchen des Substrates das für die Entladung zur Verfügung stehende Volumen verkleinert. Betrachtet man den Elektronenstrom von der Katode zur Anode, so ruft das Eintauchen des Substrates durch Verengung der Querschnittsfläche einen Anstieg der Elektronenstromdichte hervor. Da die Plasmaemission in diesem Bereich (zwischen Target und Substrat) gemessen wird, vergrößert sich durch die Zunahme der Elektronenstromdichte auch die Intensität der Plasmaemission, wie sie im Kapitel 9.3 diskutiert wurde.

Durch die Einführung der magnetfeldgeführten Anode bei einer DC-Entladung verändert sich die Entladungsspannung  $U$  nur geringfügig und steigt um maximal 10 V (siehe Abbildung 6.9). Geht man von einem Anodenfall von ca. 30 V aus, so folgt daraus, dass sich entsprechend der Abbildung 9.9 der Katodenfall um 30 V verringert. Eine Abnahme des Katodenfalls führt zu einer Verringerung der kinetischen Energie der Ionen. Da die Zerstäubungsausbeute mit einer Abnahme der Ionenenergie sinkt (siehe Abbildung C.1), verringert sich auch die Zerstäubungsrate und damit die Beschichtungsrate.

Eine weitere Abnahme des Katodenfalls wird durch die vermehrte Rekombination der Ladungsträger auf dem Substrat und der damit verbundenen Erhöhung der thermischen Substratbelastung hervorgerufen. Durch die Rekombination gehen dem Plasma Ladungsträger verloren, die neu gebildet werden müssen, um den Entladungsstrom aufrecht zu erhalten. Um dies zu gewährleisten, muss sich zwischen dem Bereich des Katodenfalls und der Anode eine Potentialdifferenz ausbilden, die den Katodenfall weiter verringert (Betrachtung vergleichbar mit positiver Säule einer Glimmentladung). Die Energie, die durch die Rekombination der Ladungsträger auf dem Substrat eingebracht wird, geht gleichzeitig der Entladung und damit dem Sputterprozess verloren.

Nimmt der Katodenfall um etwa 30–50 V ab, so verringert sich die Zerstäubungsausbeute um ca. 10%, was eine ähnliche Abnahme der Beschichtungsrate hervorruft. Weiterhin kommt es durch die Erhöhung des Ionenbeschusses des Substrates zu einem Rück-Sputtereffekt, der zusätzlich zu einer Verringerung der Beschichtungsrate führen kann. Damit kann die in den Kapiteln 7 und 8 gemessene Abnahme der normierten dynamischen Beschichtungsrate durch die magnetfeldgeführte Anode erklärt werden.

# Kapitel 10

## Zusammenfassung und Ausblick

### 10.1 Zusammenfassung

Das Ziel der Arbeit bestand darin, die physikalischen Vorgänge von gepulsten Magnetronentladungen bei der metallischen Abscheidung von Titan und reaktiven Abscheidung von Titandioxid zu charakterisieren.

Mit Hilfe der zeitaufgelösten Messung der Plasmaemission konnte das zeitliche Verhalten des Plasmas untersucht werden. Dabei wurde festgestellt, dass die gepulste Magnetronentladung im Bereich von 20– 200 kHz als gepulste DC– Entladung angesehen werden kann. Durch die Variation der Auszeit bei einer unipolar gepulsten Entladung konnte die Zeit bis zum Verlöschen der Plasmaemission bestimmt werden. Sie beträgt etwa 3  $\mu\text{s}$ . Sind die Auszeiten größer als 3  $\mu\text{s}$ , so tritt eine zeitliche Verzögerung zwischen der Emission der angeregten Argonatome, Argonionen und Titanatome beim Zünden der Entladung ein. Die Elektronendichte nimmt damit so weit ab, dass man von einem Wiedorzünden der Entladung nach der Auszeit sprechen kann.

Bei der bipolar gepulsten Entladung wird durch den Umpolungsprozess die Entladung in jeder Halbwelle neu gezündet. Dies äußert sich durch eine deutlich erkennbare Wiedertzündspannung und durch die zeitliche Verzögerung zwischen der Plasmaemission der Argonatome und -ionen. In jeder Halbwelle muss der Katodenfall an dem jeweils als Kathode betriebenen Magnetron neu gebildet werden.

Das Verhalten von Spannung, Strom und Plasmainpedanz korreliert mit dem Verhalten der Ladungsträger, das durch Messungen der zeitaufgelösten Plasmaemission nachgewiesen wurde. Besonders wichtig ist der Einfluss der Auszeit auf die Spannung bei der Wiedertzündung einer unipolar gepulsten Entladung. Bei Auszeiten größer als 1  $\mu\text{s}$  nehmen die Spannungen beim Wiedereinschalten der Stromquelle kontinuierlich mit der Auszeit zu. Dagegen beeinflusst die Pulsfrequenz das zeitliche Verhalten der elektrischen Größen bei

einer unipolaren Entladung bis zu einer Frequenz von etwa 200 kHz nicht. Aus dem Verhalten der Spannung, der Plasmainpedanz und der Plasmaemission kann geschlossen werden, dass sich erst bei Pulsfrequenzen größer als 200 kHz die Entladung nicht mehr im vollen Umfang ausbilden kann.

Bei bipolaren Entladungen wurde mit zunehmender Pulsfrequenz ein Anstieg der Wiederzündspannung und auch des Effektivwertes der Spannung beobachtet. Die Wiederzündzeit in jeder Halbwelle liegt im Bereich von  $2\ \mu\text{s}$ , daraus ergibt sich eine sinnvolle Obergrenze für die Pulsfrequenz von ca. 250 kHz. Es kann davon ausgegangen werden, dass sich bipolar gepulste Entladungen mit Pulsfrequenzen von deutlich größer als 100 kHz nicht mehr vollständig ausbilden. Nur mit extrem hohen Spannungen und damit mit hohen elektrischen Feldstärken wäre eine solche Entladung zu erzeugen.

Betrachtet man die Zündung von gepulsten Entladungen, so wird bei der bipolar gepulsten Entladung der Wert der Zündspannung signifikant durch die Pulsfrequenz beeinflusst. Wird die Pulsfrequenz erhöht, so ist eine höhere Spannung nötig, um eine Magnetronentladung zu zünden. Die Dauer des Zündprozesses wird vor allem durch den zeitlichen Spannungsanstieg der Stromversorgung bestimmt. Bei den im Rahmen der Arbeit verwendeten Stromversorgungen liegt der Spannungsanstieg im Bereich von  $100\ \frac{\text{V}}{\text{ms}}$ .

Eine Abhängigkeit der Zündspannung unipolar gepulster Entladungen von der Pulsfrequenz und ein Einfluss der magnetfeldgeführten Anode auf den Wert der Zündspannung konnte nicht festgestellt werden. Der Anstieg der Zündspannung bei bipolaren Entladungen wird nur durch den permanenten Wechsel der Polarität verursacht.

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit lag in der Untersuchung des Verhaltens der normierten dynamischen Beschichtungsrate bei der metallischen und reaktiven Abscheidung. Dabei konnte kein signifikanter Einfluss der Pulsfrequenz im betrachteten Frequenzbereich (bipolar: 20– 90 kHz, unipolar: 50– 250 kHz) festgestellt werden. Auch besitzt die Auszeit bei unipolaren Entladungen keinen messbaren Einfluss auf den Wert der normierten dynamischen Beschichtungsrate. Jedoch wird durch die magnetfeldgeführte Anode die Beschichtungsrate deutlich verringert. Die Verwendung der magnetfeldgeführten Anode führt zu einem Absinken der normierten dynamischen Beschichtungsrate um ca. 10%. Dieser Einfluss kann bei allen Entladungsarten beobachtet werden.

Durch die Messung des Spektrums der Plasmaemission im Bereich der Anode konnte die Existenz eines Anodenfalls nachgewiesen werden. Da sich die Brennspannung durch die magnetfeldgeführte Anode kaum erhöht, wird durch den Anodenfall die Höhe des Katodenfalls und dadurch die Zerstäubungsausbeute vermindert. Dies äußert sich in der Abnahme der normierten dynamischen Beschichtungsrate.

Bei der bipolar gepulsten Entladung sinkt die Beschichtungsrate zusätzlich noch durch das wechselseitige Betreiben der Magnetrons als Katode. So ist in der Katodenhalbwelle die

Pulsleistung doppelt so groß wie die zeitlich gemittelte Leistung. Wird ein DMS-System mit einer Leistung von 10 kW betrieben, so beträgt die mittlere Leistung pro Magnetron 5 kW. In der Katodenhalbwelle eines jeden Magnetrons beträgt die Pulsleistung 10 kW und damit ist auch die Leistungsdichte doppelt so groß. Infolge des Absinkens der normierten dynamischen Beschichtungsrate mit einer Erhöhung der Leistungsdichte kann eine weitere Abnahme der normierten dynamischen Beschichtungsrate um 5% festgestellt werden.

Insgesamt ist damit die normierte dynamische Beschichtungsrate einer bipolar gepulsten Entladung um ca. 15% niedriger als die Beschichtungsrate einer vergleichbaren Dual-DC-Entladung. Das unipolare Pulsen einer Entladung beeinflusst im betrachteten Frequenzbereich zwischen 50–250 kHz und einem minimalen Tastverhältnis  $x_{tast}$  von 0.6 ( $t_{off} = 0.5 - 8 \mu s$ ) die normierte dynamische Beschichtungsrate nicht merklich. Es ist jedoch zu erwarten, dass mit sehr kleinen Tastverhältnissen die Beschichtungsrate geringfügig abnimmt, da bei gleicher mittlerer Leistung die Pulsleistung stark zunimmt. Entsprechend den obigen Betrachtungen wird die zunehmende Pulsleistung zu einer Verringerung der normierten dynamischen Beschichtungsrate führen.

Die beim Vergleich der Entladungsarten gewonnenen Ergebnisse des Verhaltens der Beschichtungsrate bei der metallischen Abscheidung konnten auf die reaktive Abscheidung im vollen Umfang übertragen werden. Der Vergleich der normierten dynamischen Beschichtungsrate unterschiedlicher Entladungsarten erfolgte durch die Bestimmung des Transparenzpunktes und damit eines eindeutigen reaktiven Arbeitspunktes. Auch bei der reaktiven, bipolar gepulsten Magnetronentladung beträgt die maximal erreichbare normierte dynamische Beschichtungsrate der Abscheidung absorptionsfreier Schichten nur ca. 85% der Beschichtungsrate einer vergleichbaren Dual-DC-Entladung.

Die Lage des Transparenzpunktes wurde durch das Signal der Plasmaemission einer Titan-Emissionslinie bestimmt. Es konnte nachgewiesen werden, dass die Lage des Transparenzpunktes in Bezug auf die Intensität nicht durch die magnetfeldgeführte Anode bzw. durch die Pulsfrequenz einer bipolaren Entladung beeinflusst wird. Vielmehr wird beim Durchlaufen eines Substrates in der Beschichtungseinrichtung die Ausdehnung des Plasmas und damit die Intensität der Plasmaemission bei der metallischen Abscheidung verändert.

Neben der normierten dynamischen Beschichtungsrate beeinflusst die magnetfeldgeführte Anode auch die thermische Substratbelastung dynamischer Beschichtungsprozesse. Dabei nimmt die thermische Substratbelastung durch die magnetfeldgeführte Anode bei unipolaren Entladungen um ca. 50% und bei bipolaren Entladungen um 100% zu. Durch die Erhöhung der thermischen Substratbelastung können die Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten beeinflusst werden. Am Beispiel der metallischen Abscheidung von Titan konnte eine Abnahme der Oberflächenrauigkeit durch die magnetfeldgeführte Anode ermittelt werden.

## 10.2 Ausblick

Da die magnetfeldgeführte Anode zu einer spürbaren Vergrößerung der thermischen Substratbelastung und gleichzeitig zu einer Abnahme der dynamischen Beschichtungsrate führt, ist die Kenntnis des Wärmeeintrags für die Beschichtung temperaturempfindlicher Substrate (z.B. Kunststoffe) erforderlich, da sonst das Substrat durch den Einsatz der bipolaren Technik zerstört werden kann.

Durch eine zeitaufgelöste Langmuir-Sondenmessung könnte das zeitliche Verhalten des Plasmapotentials ermittelt werden. Damit wäre eine exakte Bestimmung der Höhe des Anoden- und Katodenfalls möglich. Kombiniert man diese Messung mit einer zeitaufgelösten Messung der Energien der auf das Substrat auftreffenden Teilchen, so könnten die hier vermuteten Zusammenhänge zwischen abnehmender Beschichtungsrate und größer werdender thermischer Substratbelastung exakt bestimmt werden.

Es ergibt sich die Frage, ob die thermische Substratbelastung bei bipolar gepulsten Prozessen verringert werden kann. Unter der Annahme, dass vor allem die Elektronen die Erhöhung der thermischen Substratbelastung hervorrufen, besteht eine Möglichkeit darin, den Elektronenstrom auf das Substrat durch eine geeignete Auffangelektrode zu begrenzen. An diese Elektrode sollte eine geringe Spannung im Bereich von -10 bis -30 V angelegt werden, um dadurch den Elektronenstrom auf das Substrat zu begrenzen. Die Spannung darf jedoch nicht zu hoch sein, da sonst der Ionenstrom in Richtung Substrat erhöht wird. Eine andere Möglichkeit wird z.B. durch SCHOLL aufgezeigt. In [76] wird eine Anordnung vorgeschlagen, bei der ein Magnetron mit zwei Elektroden kombiniert wird. In der einen Halbwelle wird neben dem Target des Magnetrons auch eine der beiden Elektroden zerstäubt. Die andere Elektrode stellt die Anode des Systems dar. In der zweiten Halbwelle erfolgt eine Umkehrung der Polarität, wobei jedoch das Magnetron weiter zerstäubt wird. Dies kann dadurch erreicht werden, dass das Potential des Magnetron immer zwischen den Potentialen der als Anode fungierenden Elektroden liegt. Durch das wechselseitige „Freisputtern“ der Elektroden ist über den gesamten Prozesszeitraum eine elektrisch leitfähige Anode ohne Magnetfeld vorhanden. Damit wäre eine bipolar gepulste Entladung ohne eine magnetfeldgeführte Anode möglich.

Bei der unipolaren gepulsten Entladung bleiben die Beschichtungsraten und auch die thermische Substratbelastung in Bezug auf die DC-Entladung unverändert. Damit ist der unipolar gepulste Prozess bei Anwendungen zu bevorzugen, bei denen das Problem der driftenden Potentiale durch die Beschichtung der Anode mit dielektrischen Schichten gelöst werden kann.

Bei der Abscheidung von Titan und Titanoxid tritt nur eine sehr geringe Zahl von Bogenentladungen auf. Deshalb konnte im Rahmen dieser Arbeit der Einfluss von Pulsfrequenz

und Auszeit auf die Ausbildung von Bogenentladungen nicht untersucht werden. Weitere Untersuchungen sind notwendig, um den Zusammenhang zwischen der Pulsfrequenz, dem Verhalten der elektrischen Größen und der Zahl der auftretenden Bogenentladung aufzuklären. Besonders eignen sich für diese Untersuchungen die reaktiven Magnetronentladungen zur Abscheidung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder  $\text{SiO}_2$ .

Ein großes Potential der unipolar gepulsten Entladung liegt in der Realisierung extrem kleiner Tastverhältnisse. Durch die auf diese Weise entstehenden großen Auszeiten im Verhältnis zu kleinen Einzeiten erhöht sich die Leistungsdichte während der Einzeit stark. KOUZNETSOV erzeugte eine unipolar gepulste Entladung mit einem Tastverhältnis von ca. 0.005 und konnte feststellen, dass ca. 70% der gesputterten Kupferatome ionisiert wurden [77]. Durch diesen sehr hohen Ionisierungsgrad lassen sich offensichtlich die Schichteigenschaften durch eine Bias-Spannung des Substrates signifikant beeinflussen.

Jedoch wird bei den Entladungen mit einem kleinen Tastverhältnis ein starker Anstieg der Wiederzündspannung zu Beginn der Einzeit infolge der Abnahme der Ladungsträgerdichte in der Auszeit beobachtet. Es sind extrem hohe Spannungen ( $>2000$ –  $3000$  V) notwendig, um die Entladung schnell zu zünden und so eine hohe Pulsleistung zu erzielen. Die hohen Zündspannungen führen jedoch zu einer vermehrten Ausbildung von Bogenentladungen. Es wäre wünschenswert, diese Art der unipolar gepulsten Entladung mit einer Ladungsträgerquelle (speziell Elektronen) zu kombinieren, um dadurch die Wiederzündspannungen zu reduzieren [78]. Z.B. könnte durch die Kombination der unipolar gepulsten Entladung mit einer parallel angeordneten RF-Entladung die Wiederzündspannung deutlich verringert werden.



# Literaturverzeichnis

- [1] KUKLA, R.: Magnetron sputtering on large scale substrates: an overview on the state of the art. In: *Surface and Coating Technology* 93 (1997), S. 1–6
- [2] FRANZ, Gerhard: *Kalte Plasmen*. Berlin : Springer– Verlag, 1990
- [3] ELLMER, K. ; WENDT, R.: D.c. and r.f. (reactive) magnetron sputtering of ZnO:Al films from metallic and ceramic targets: a comparative study. In: *Surface and Coating Technology* 93 (1997), S. 21–26
- [4] KIRCHHOFF [u. a.]: Zerstäubungseinrichtung. Patentschrift DD 252 205 A1. (1987)
- [5] GRÜN, Reinar: Verfahren und Vorrichtung zum schonenden Beschichten elektrisch leitender Gegenstände mittels Plasma. Patentschrift DE 37 00 633 C1. (1987)
- [6] SCHILLER, S. ; GOEDICKE, K. ; RESCHKE, J. ; KIRCHHOFF, V. ; SCHNEIDER, S. ; MILDE, F.: Pulsed magnetron sputter technology. In: *Surface and Coating Technology* 61 (1993), S. 331–337
- [7] FRACH, P. ; HEISIG, U. ; GOTTFRIED, Chr. ; WALDE, H.: Aspects and results of long– term stable deposition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with high rate pulsed reactive magnetron sputtering. In: *Surface and Coating Technology* 59 (1993), S. 177–183
- [8] SCHILLER, S. ; KIRCHHOFF, V. ; KOPTE, T.: Pulsed Magnetron Sputtering (PMS process) with Dual Magnetron and sine wave MF power supply. In: *1st International Conference on Coating on Glasses ICCG*, 1996
- [9] HEISTER, U. ; KREMPEL-HESSE, J. ; SZCZYRBOWSKI, J. ; BRÄUER, G.: New developments in the fields of MF- sputtering with TwinMag to obtain higher productivity for large area coating. In: *41th SVC – Annual Report*, 1998
- [10] BELKIND, A. ; FREILICH, A. ; SCHOLL, R.: Electrical Dynamics of Pulsed Plasmas. In: *41th SVC – Annual Report*, 1998
- [11] KIRCHHOFF, V.: *Untersuchungen der optischen Plasmaemission beim reaktiven Magnetron-sputtern und ihre Anwendung bei der Schichtabscheidung*, Otto– von– Guericke– Universität Magdeburg, Dissertation, 1998
- [12] BARTZSCH, H.: *Physikalische Grundlagenuntersuchungen zur Prozessstabilität und zur Homogenität des Teilchen– und Energiestromes auf das Substrat beim reaktiven stationären Puls-sputtern mit dem Doppelringmagnetron*, Otto– von– Guericke– Universität Magdeburg, Dissertation, 1999

- 
- [13] JÄGER, S. ; SZYSZKA, B. ; SZCZYRBOWSKI, J. ; BRÄUER, G.: Comparison of transparent conductive oxide thin films prepared by a.c. and d.c. reactive magnetron sputtering. In: *Surface and Coatings Technology* 98 (1998), S. 1304–1314
- [14] PLAISTED, J.R. ; KINNEO ; DONOUGH, G. M. ; ROCHE, G.: Effects of the anode configuration on substrate heating in dual magnetron sputtering. In: *Homepage der Firma Advanced Energy: www.advanced-energy.com* (1999)
- [15] STRAACH, S.: *Untersuchung einer magnetfeldgeführten Hohlkatodenentladung*, TU Dresden, Diplomarbeit, 1993
- [16] JANZEN, Gerd: *Plasmatechnik*. Heidelberg : Hüthig Buch Verlag GmbH, 1992
- [17] CHAPMAN, Brian: *Glow Discharge Processes*. New York : John Wiley and Sons, 1980
- [18] WIESEMANN, K.: *Einführung in die Gaselektronik*. 1. Auflage. Stuttgart : B. G. Teubner, 1976
- [19] WIESE, W. L.: *Transition Probabilities*. Washington : National Bureau of Standards, 1980
- [20] STRÜMPFEL, J.: *Prozessstabilisierung beim reaktiven Hochratezerstäuben mittels optischer Emissionsspektroskopie zur industriellen Herstellung von Indium- Zinn- Oxidschichten und Titandioxidschichten*, Universität Chemnitz, Dissertation, 1990
- [21] PHILIPPOW, E.: *Grundlagen der Elektrotechnik*. 9. durchgesehene. Verlag Technik Berlin, München, 1992
- [22] ENGEL, A. von ; STEENBECK, M.: *Elektrische Gasentladungen*. Berlin : Verlag von Julius Springer, 1932
- [23] BELKIND, A. ; JANSEN, F.: Anode effects in magnetron sputtering. In: *Surface and Coating Technology* 99 (1998), S. 52–59
- [24] LLEWELLYN-JONES, F.: *Ionization and Breakdown in Gases*. New York : John Wiley and Sons, 1957
- [25] ENGEL, A. von: *Ionized Gases*. New York : AIP Press, 1955
- [26] LIDE, David R.: *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 78th. Boca Raton : CRC Press, 1997
- [27] MCDANIEL, A.: *Collision Phenomena in Ionized Gases*. Berlin : John Wiley and Sons, 1964
- [28] BEHRISCH, R.: *Festkörperzerstäubung durch Ionenbeschuss*. Ergebnisse der exakten Naturwissenschaften. Berlin : Springer-Verlag, 1964
- [29] MAHAN, J. ; VANTOMME, A.: A simplified model of sputtering in the linear cascade regime. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A* 15(4) (1997), S. 1976–1989
- [30] SCHILLER, S. ; KIRCHHOFF, V. ; KOPTÉ, T.: The optical plasma emission – a useful tool to monitor and to control the reactive magnetron sputtering. In: *Paper presented on the Conference on In-situ Monitoring and Diagnostics of Plasma Processes* (1995)

- [31] SCHILLER, S. ; HEISIG, U. ; KORNDÖRFER, Chr. ; STRÜMPFEL, J. ; FRACH, P.: The effect of target substrat coupling on reactive d.c. magnetron sputtering. In: *Surface and Coating Technology* 39–40 (1989), S. 549 ff.
- [32] SPROUL, W.D.: High rate reactive sputtering process control. In: *Surface and Coating Technology* 33 (1987), S. 73–81
- [33] MANIV, S. ; MINER, C. ; WESTWOOD, W. D.: High rate deposition of transparent conducting films by modified reactive planar magnetron sputtering Cd<sub>2</sub>Sn alloy. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* 18 (1981), S. 195–198
- [34] PERRY, F. ; BILLARD, A. ; FRANTZ, C.: An investigation of the pulse characteristics on deposition rate of reactively sputtered titanium dioxide films synthesised with a low– frequency modulation of the discharge current. In: *Surface and Coating Technology* 94–95 (1997), S. 339–344
- [35] SZCZYRBOWSKI, J. [u. a.]: Vorrichtung zum Aufbringen dünner Schichten auf ein Substrat. Offenlegungsschrift DE 196 09 970 A1. (1987)
- [36] PETERS, C.: *Untersuchung der elektrischen und optischen Plasmamparameter der Mittelfrequenz– Magnetronentladung bei der reaktiven Abscheidung von Siliziumoxid*, Otto– von– Guericke– Universität Magdeburg, Diplomarbeit, 1997
- [37] RUSANOW, W.D.: *Methoden der Plasmadiagnostik*. Berlin : Akademie– Verlag, 1965
- [38] SCHILLER, S. ; KIRCHHOFF, V. ; KOPTE, T. ; SCHULZE, M.: Special Features of the Pulsed Magnetron Sputter Technology for Glass Coaters. In: *40th SVC – Annual Report*, 1997
- [39] SZCZYRBOWSKI, J. ; BRÄUER, G. ; DICKEN, W. ; SCHERER, M. ; MAASS, W. ; TESCHNER, G. ; ZMELTY, A.: Reactive sputtering of dielectric layers on large scale substrates using AC twin magnetron cathode. In: *Surface and Coating Technology* 93 (1997), S. 14–20
- [40] SHOKR, E. ; WAKKAD, M. ; EL-GANNY, H. A. ; ALI, H.: Sb– doping effects on optical and electrical parameters. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 61 (2000), S. 75–85
- [41] SUYAMA, S. ; OKAMOTO, A. ; SERIKAWA, T.: The effect of oxygen– argon mixing on properties of sputtered silicon dioxide films. In: *Solid State Science and Technology* 134 (1987), S. 2260–2264
- [42] TANAKA, M. ; TAKEUCHI, M. ; KANEKO, F. ; NAGASAKA, H. ; SHIBATA, T.: Electrical properties of reactive sputtered titanium oxide films. In: *Journal of Faculty of Engineering, Ibaraki University* 32 (1984), S. 141–146
- [43] SIEMROTH, P. *Unipolarbögen. Literaturstudie*. 1993
- [44] OWATE, I. ; FREER, R.: ac breakdown characteristics of ceramic materials. In: *Journal of Applied Physics* 72 (6) (1992), S. 2418–2422
- [45] HEINZ, Bernd: Sputter targets and thin film defects. In: *Vacuum and Thin Films* October (1999), S. 22–29

- 
- [46] KRAUSE, U. ; SCHULZE, M.: Requirements for the System Power Supply Sputter Source for High Power Pulsed Magnetron Sputtering. In: *Paper will be presented at 3rd ICCG 2000. Maastricht* (2000)
- [47] BARTSCH, H.-J.: *Taschenbuch Mathematischer Formeln*. 14., erweiterte Auflage. Leipzig : Fachbuchverlag, 1991
- [48] CHOI, W. K. ; HAN, K. K. ; CHIM, W. K.: Electrical and structural properties of thermal annealed RF sputtered silicon oxide films. In: *Journal of Non- Crystalline Solids* 218 (1997), S. 262–266
- [49] ENI: *RPG 100 E. Bedienungsanleitung*
- [50] DRÜSEDAU, T.: Die thermische Belastung von Substraten beim Magnetronsputtern – Experiment und Theorie. In: *Vortrag auf der 3. Industriefachtagung Oberflächen- und Wärmebehandlungstechniken OWT'99* (1999)
- [51] DRÜSEDAU, T. ; BOCK, T. ; KLABUNDE, F.: Energy transfer into the growing film during sputter- deposition: An investigation by calorimetric measurements and Monte- Carlo simulations. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* A17 (1999), S. 2891–2895
- [52] SOMEKH, R.: The thermalization of energetic atoms during the sputtering process. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* A2 (1984), S. 1285–1291
- [53] THORNTON, J.: Substrate heating in cylindrical magnetron sputtering. In: *Thin Solid Films* 54 (1978), S. 23–31
- [54] KRAUSE, U. *mündliche Konsultation*
- [55] SCHULZE, M.: *Nutzung der Mehrlinien- Emission- Spektroskopie zur Regelung des reaktiven Bipolar- Puls- Sputterns von SnO<sub>x</sub> zur gezielten Einstellung der Schichtzusammensetzung*, Otto- von- Guericke- Universität Magdeburg, Diplomarbeit, 1996
- [56] Von Ardenne Anlagentechnik: *Plasma- Emissions- Monitor PEM 04. Bedienungsanleitung*
- [57] Hamamatsu: *Accessories For Photomultiplier Tubes. Datasheet*
- [58] SEIFART, M.: *Analoge Schaltungen*. 4., stark bearbeitete. Verlag Technik Berlin, 1994
- [59] Femto: *High- Speed Current Amplifier. Datasheet*
- [60] DANNENBERG, R. ; GREENE, P.: Reactive sputter deposition of titanium dioxide. In: *Thin Solid Films* 360 (2000), S. 122–127
- [61] TENCOR INSTRUMENTS: *Stress Measurement. Profiler Application Note*
- [62] TREICHEL, O.: *Eigenschaften, Funktionsweise und Bedeutung von Blockerschichten in IR- reflektierenden Schichtsystemen auf Glassubstraten*, Technische Universität Chemnitz, Dissertation, 2000
- [63] KLAUS, C.: *Untersuchungen zur pulsformigen Energieeinspeisung in Glimmentladungsplasmen vom Magnetrontyp im MF- Bereich*, TU Dresden, Diplomarbeit, 1996

- [64] HERTZ, G. ; ROMPE, R.: *Einführung in die Plasmaphysik und ihre technischen Anwendungen*. Berlin : Akademie Verlag, 1965
- [65] WÜNSCHE, T. ; RESCHKE, J. ; HAIDUK, A.: Time- resolved Langmuir Probe measurements in pulsed plasma. In: *Paper presented at the 3rd PPST, San Diego* (2000)
- [66] MILDE, F.: *Untersuchungen zur Plasma- und Ionenstrahlbehandlung von Polymersubstraten*, Otto- von- Guericke- Universität Magdeburg, Dissertation, 1996
- [67] JONSSON, L.B. ; NYBERG, T. ; KATARDJIEV, I. ; BERG, S.: Frequency response in pulsed DC reactive sputtering processes. In: *Thin Solid Films* 365 (2000), S. 43–48
- [68] ROSSNAGEL, S.: Gas density reduction effects in magnetrons. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A* (1988), S. 19–24
- [69] KIRCHHOFF, V. ; KOPTE, T.: High-Power Pulsed Magnetron Sputter Technology. In: *39th SVC-Annual Report*, 1996
- [70] BELKIND, A. ; FREILICH, F. ; SCHOLL, R.: Using pulsed direct current power for reactive sputtering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. In: *Vacuum Science and Technology A* 17(4) (1999), S. 1934–1940
- [71] JONSSON, L.B. ; NYBERG, T. ; BERG, S.: Dynamic simulations of pulsed reactive sputtering processes. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A* 18(2) (2000), S. 503–508
- [72] SZCZYRBOWSKI, J. ; BRÄUER, G. ; RUSKE, M. ; TESCHNER, G. ; ZMELTY, A.: Some properties of TiO<sub>2</sub> layers prepared by mid- frequency and dc reactive magnetron sputtering. In: *Journal of Non- Crystalline Solids* 218 (1997), S. 262–266
- [73] TREICHEL, O. ; KIRCHHOFF, V.: The influence of pulsed magnetron sputtering on topography and crystallinity of TiO<sub>2</sub> films on glass. In: *Surface and Coating Technology* 123 (2000), S. 268–272
- [74] LÖBL, P. ; HUPPERTZ, M. ; MERGEL, D.: Nucleation and growth in TiO<sub>2</sub> films prepared by sputtering and evaporation. In: *Thin solid films* 251 (1994), S. 72–79
- [75] BARTZSCH, H. ; FRACH, P. ; GOEDICKE, K.: Anode effects on energetic particle bombardment of the substrate in pulsed magnetron sputtering. In: *to be published* (2000)
- [76] SCHATZ, D. ; SCHOLL, R.: Continuous deposition of insulating material using multiple anodes alternated between positive and negative voltages. Patentnummer WO 98/54749. (1998)
- [77] KOUZNETSOV, V. ; MACAK, K. ; SCHNEIDER, J. ; HELMERSSON, U. ; PETROV, I.: A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities. In: *Surface and Coating Technology* 122 (1999), S. 290–239
- [78] KRAUSE, U. ; SCHULZE, M.: Verfahren zur Verminderung der Zündspannung gepulster Entladungen. Patent in Anmeldung. (2000)
- [79] Analog Devices: *AD 711. Datasheet*

# Anhang A

## Streuquerschnitte

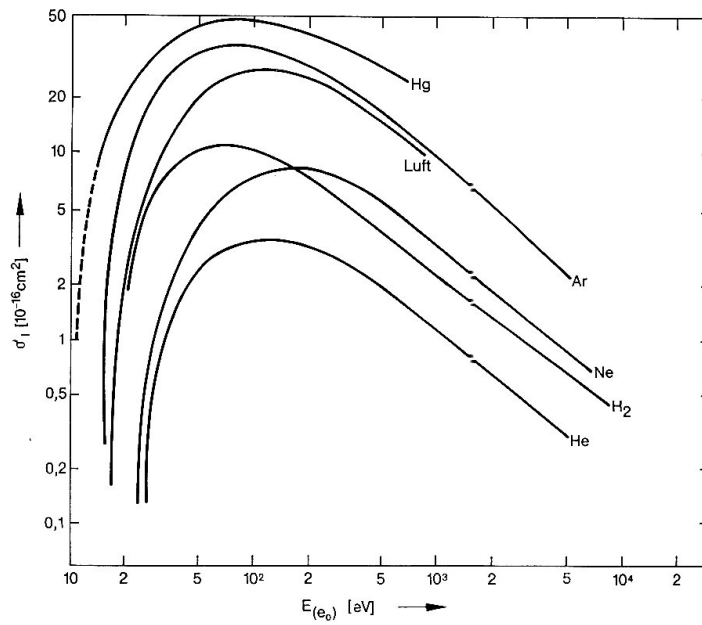


Abbildung A.1: Ionisierungsquerschnitte für die Elektronenstoß-Ionisierung für verschiedene Gase [2]

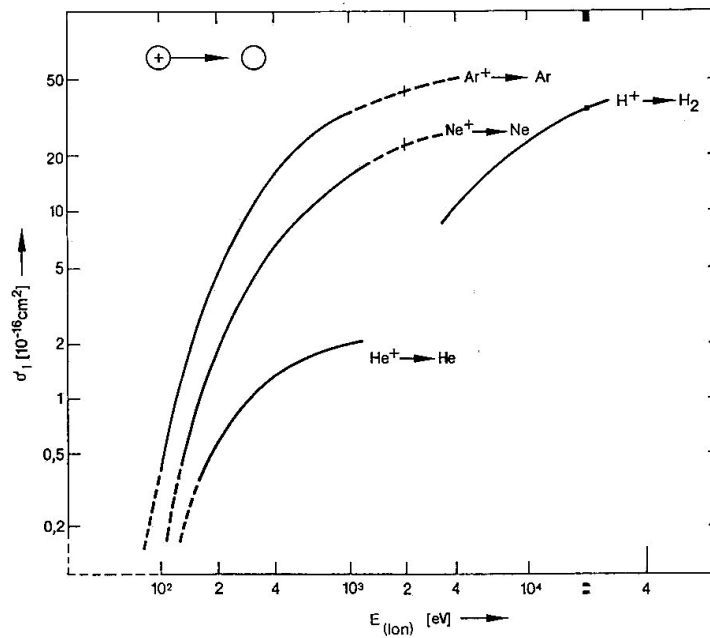


Abbildung A.2: Ionisierungsquerschnitt für die Ionisierung durch Ionen des Muttergases [2]

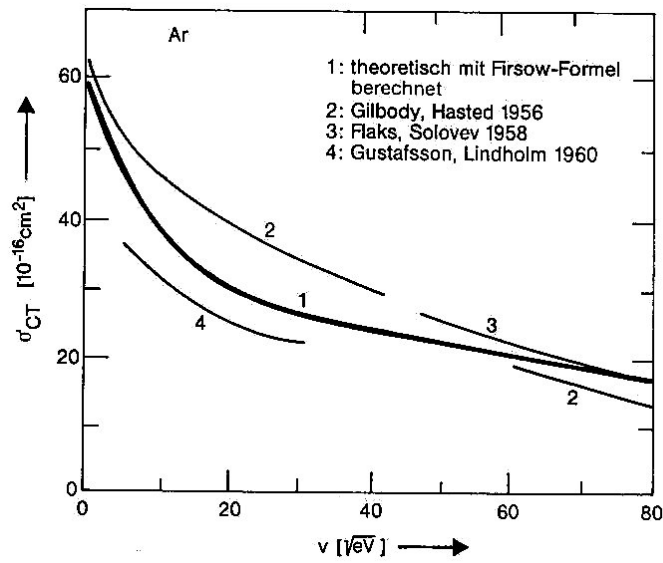


Abbildung A.3: Wirkungsquerschnitt des Resonanten Ladungstransfers [2]

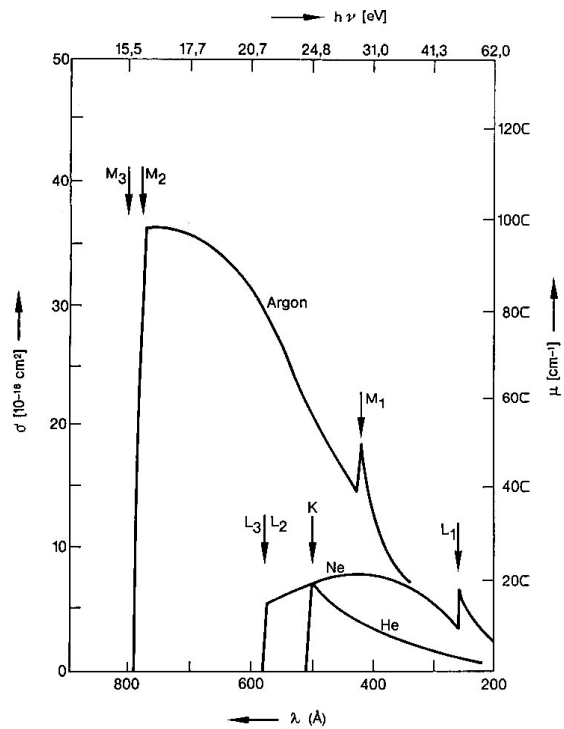
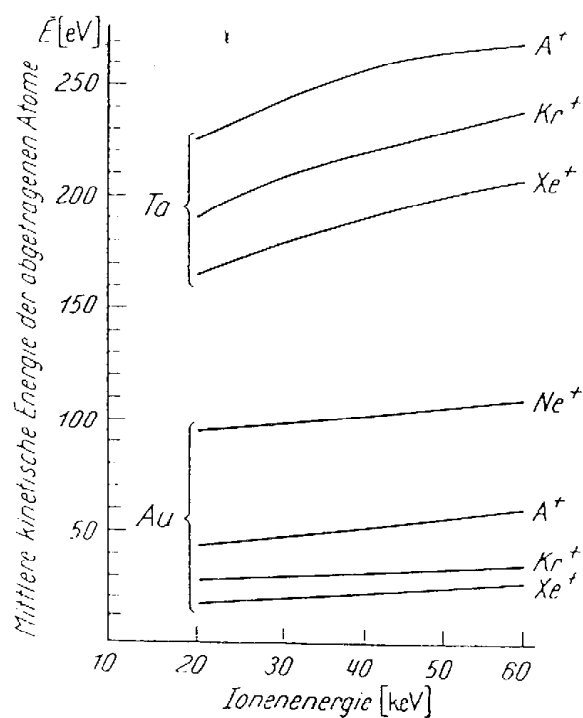


Abbildung A.4: Photoabsorptionsquerschnitt von Edelgasen [2]



## Anhang B

### Abhängigkeit der kinetischen Energie der gesputterten Ionen



**Abbildung B.1:** Abhängigkeit der kinetischen Energie der gesputterten Atome (Tantal, Gold) von der Energie der auftreffenden Ionen für unterschiedliche Sputtergase ( $A^+$  bedeutet  $Ar^+$ ) [28]

## Anhang C

### Zerstäubungsausbeute für Titan

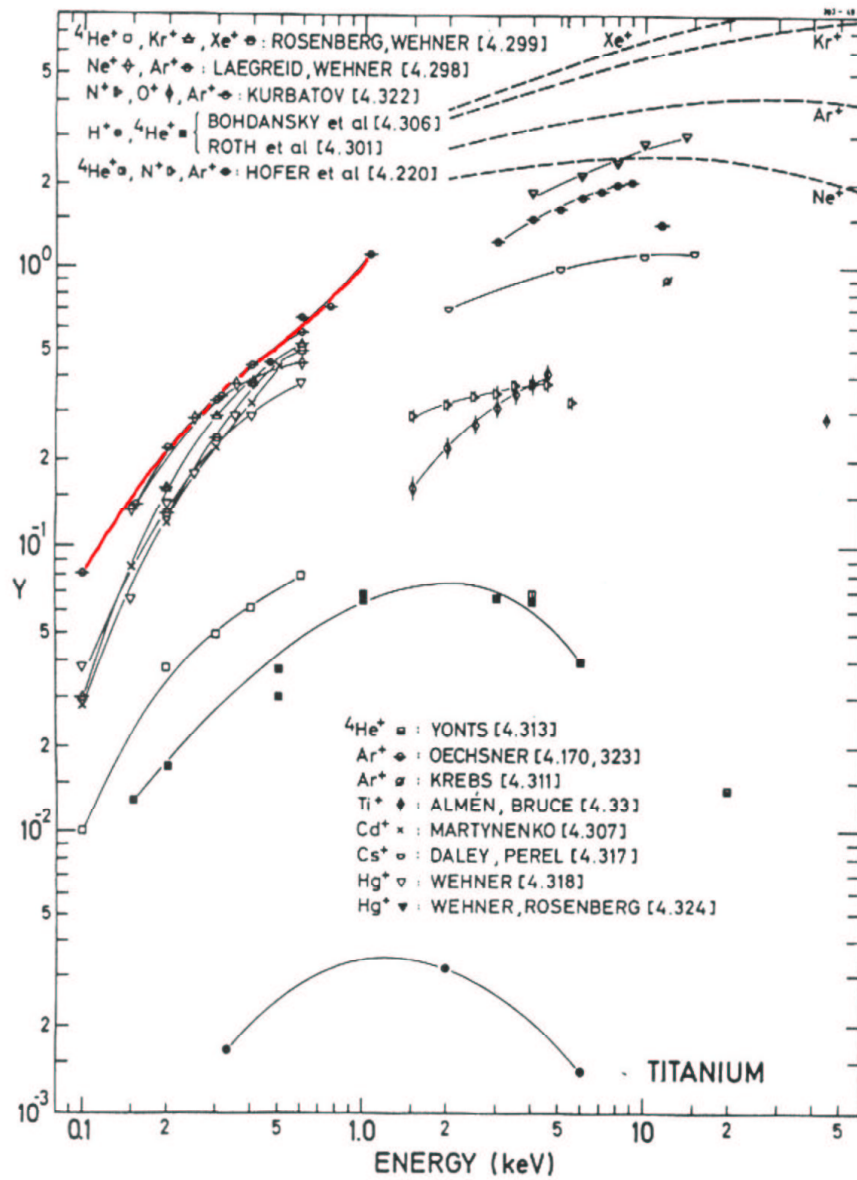


Abbildung C.1: Zerstäubungsausbeuten für Titan als Funktion der Ionenenergie für unterschiedliche Sputtergase [28] (rot markiert: für Argon als Sputtergas)

# Anhang D

## Thermische Substratbelastung

**Berechnung der Temperaturänderung eines quadratischen Glassubstrates mit einer Seitenlänge von 50 mm und einer Dicke von 4 mm bei der Abscheidung von 100 nm Titan:**

Unter der Annahme, dass die Energie pro kondensierenden Atom  $\Delta E_{Atom}$ , die bei der Kondensation in das Substrat eingetragen wird,  $32 \frac{\text{eV}}{\text{Atom}}$  beträgt, soll die Erwärmung eines Glassubstrates bestimmt werden.

Aus dem Volumen einer auf dem Substrat aufwachsenden 100 nm dicken Titanschicht:

$$V_{Titan} = 50 \cdot 50 \cdot 1 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3 \quad (\text{D.1})$$

kann mit einer Dichte von  $\rho_{Titan} = 4.5 \frac{\text{mg}}{\text{mm}^3}$  die Masse dieser Schicht zu:

$$m = \rho_{Titan} V_{Titan} = 1.125 \text{ mg} \quad (\text{D.2})$$

bestimmt werden. Mit der molaren Masse von  $M_{Titan} = 47.9 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  kann eine Stoffmenge  $\nu_{Titan}$  zu:

$$\nu_{Titan} = \frac{m_{Titan}}{M_{Titan}} = 2.34 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \quad (\text{D.3})$$

berechnet werden. Mit der Avogadro-Konstante  $N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \frac{1}{\text{mol}}$  ergibt sich daraus die Zahl der kondensierenden Atome  $N$  zu:

$$N = N_A \nu_{Titan} = 1.41 \cdot 10^{19} \text{ Atome} \quad (\text{D.4})$$

Damit beträgt die in das Substrat eingebrachte Energie:

$$\Delta E = N \Delta E_{Atom} = 72.2 \text{ J} \quad (\text{D.5})$$

Setzt man eine gleichmäßige Erwärmung des Glassubstrates voraus, so kann aus den Gleichungen (D.1), (D.2), (D.3) mit einer Dichte  $\rho_{Glas} = 2.65 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  und einer molaren Masse

von  $60.08 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  die Stoffmenge des Glassubstrates zu  $\nu_{\text{Glas}} = 0.44 \text{ mol}$  berechnet werden. Die molare Wärmekapazität von Glas im Bereich von 293 K (Raumtemperatur) beträgt  $c_p = 41.5 \frac{\text{J}}{\text{molK}}$ . Mit der berechneten Molzahl von  $\nu_{\text{Glas}} = 0.44 \text{ mol}$  ergibt sich für das Glassubstrat eine Wärmekapazität von  $C_p = 18.26 \frac{\text{J}}{\text{K}}$ . Die Wärmekapazität der 100 nm dicken Titanschicht beträgt  $C_p = 6.22 \cdot 10^{-4} \frac{\text{J}}{\text{K}}$  und ist damit in Bezug auf die Wärmekapazität des Substrates vernachlässigbar klein.

Aus der in das Substrat eingebrachten Energie  $\Delta E$  und der Wärmekapazität  $C_p$  kann die Änderung der Substrattemperatur zu:

$$\Delta T = \frac{\Delta E}{C_p} = 3.95 \text{ K} \quad (\text{D.6})$$

bestimmt werden. Damit beträgt die Temperaturerhöhung pro 100 nm abgeschiedener Titanschicht ca. 4 K.

## Anhang E

### Aufbau der Verstärkerschaltung

Zur Umwandlung des geringen Ausgangsstromes  $I_{photo}$  des Photomultipliers in ein messbares Spannungssignal  $U_{photo}$  (1– 10 V) wird i.Allg. eine Schaltung mit Operationsverstärker eingesetzt. In Abbildung E.1 ist der prinzipielle Aufbau einer solchen Schaltung dargestellt.

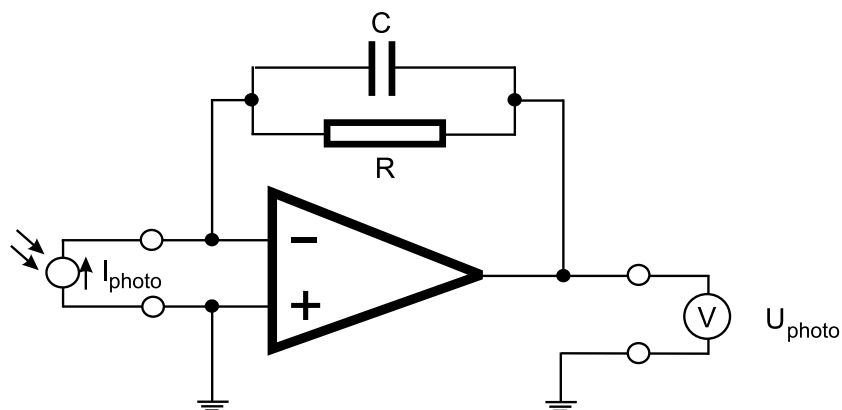


Abbildung E.1: Schaltbild eines Elektrometerverstärkers

Die Zeitauflösung der Schaltung wird durch die Spannungsanstiegsgeschwindigkeit des Operationsverstärkers und den Werten von Widerstand und Kapazität bestimmt. Um eine möglichst hohe Spannungsanstiegsgeschwindigkeit zu erreichen, wurde als Operationsverstärker ein *AD 711* der Firma Analog Devices eingesetzt [79]. Durch die Wahl des Widerstandswertes (56 k $\Omega$ ) und der Kapazität des Kondensators (2.2 pF) konnte die maximale Zeitauflösung bzw. Bandbreite erzielt werden.

## Anhang F

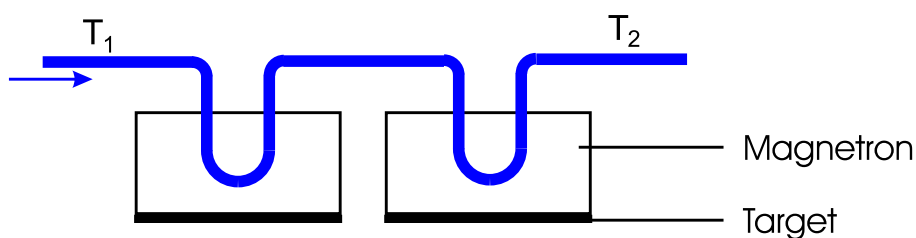
### Bestimmung der eingespeisten, elektrischen Leistung

In diesem Anhang sind die Ergebnisse der Bestimmung der elektrisch eingespeisten Leistung für die benutzten Stromversorgungen dargestellt.

SCHWINGKREISWECHSELRICHTER TIG 30/100P

Um die Pulsfrequenz bei der Verwendung des Schwingkreiswechselrichters zu variieren, wird die Kapazität und damit die Resonanzfrequenz im Schwingkreis verändert. Die Variation der Kapazität hat eine frequenzabhängige Leistungabgabe zur Folge.

Um die in Kapitel 5.3 beschriebene Art der Berechnung der eingespeisten Leistung zu bestätigen, wurde gleichzeitig die in das Kühlwasser abgegebene Leistung  $P_{Wasser}$  entsprechend dem in der Abbildung F.1 dargestellten Aufbau bestimmt.



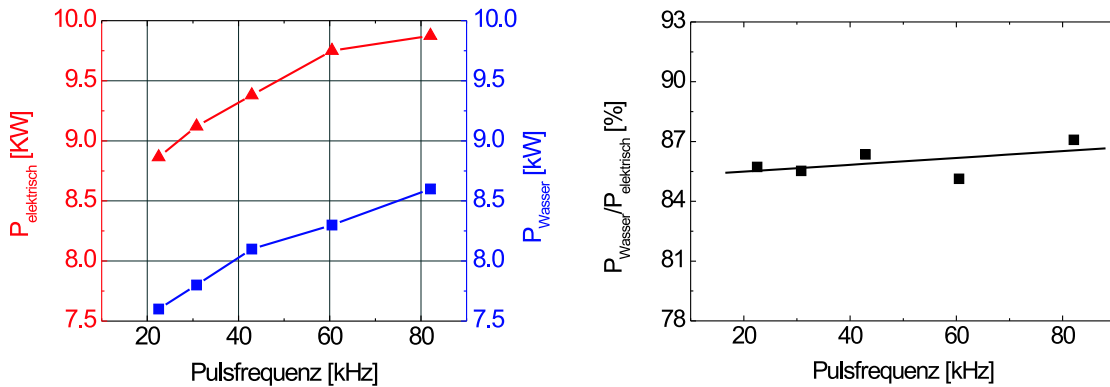
**Abbildung F.1:** Messaufbau zur Bestimmung der in das Kühlwasser abgegebenen Leistung

Hierzu erfolgt die Messung der Kühlwassertemperatur  $T_1$  vor und  $T_2$  nach dem Durchlaufen durch die Magnetrons. Die Leistung ergibt sich aus der in das Wasser abgegebenen Wärmemenge pro Zeiteinheit:

$$P = \frac{\Delta Q}{\Delta t} = c_{spez,H_2O} \frac{\Delta m}{\Delta t} (T_2 - T_1) \quad . \quad (F.1)$$

Durch die Messung des Massedurchflusses  $\frac{\Delta m}{\Delta t}$  und der Temperaturdifferenz ( $T_2 - T_1$ ) kann die in das Wasser abgeführte Leistung bestimmt werden. Die spezifische Wärmekapazität des Wasser  $c_{spez,H_2O}$  beträgt  $4.19 \frac{J}{kg \cdot K}$ .

In der linken Grafik der Abbildung F.2 ist der Zusammenhang zwischen der Pulsfrequenz und elektrisch eingespeisten Leistung  $P_{elektrisch}$  und der ins Wasser abgegebenen Leistung  $P_{Wasser}$  abgebildet. Das Verhältnis beider Leistungen ist in der rechten Grafik dargestellt.



**Abbildung F.2:** Abhängigkeit der elektrischen, eingespeisten Leistung und der ins Kühlwasser abgegebenen Leistung von der Pulsfrequenz und deren Verhältnis  
Titan, metallisch, TIG 30/100P,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0.3 \text{ Pa}$

Wie aus Abbildung F.2 zu ersehen ist, liegt die in das Kühlwasser abgegebene Leistung bei ca.  $(86 \pm 1)\%$  der berechneten elektrischen Leistung und ist nahezu frequenzunabhängig. Aus der Konstanz der in das Kühlwasser abgegebenen Leistung kann geschlossen werden, dass die Bestimmung der elektrischen Leistung korrekt erfolgte.

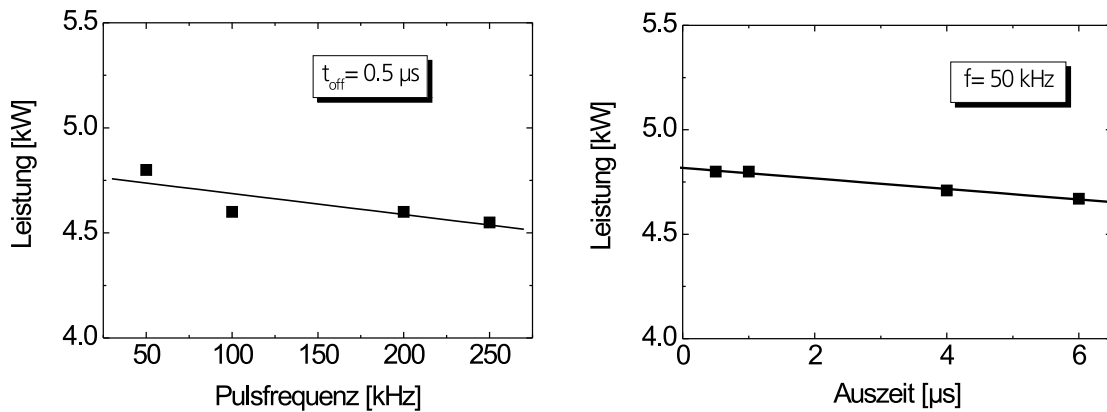
#### UNIPOLARE STROMVERSORGUNG RPG 100-E

Betrachtet man die Leistungsabgabe bei der Erzeugung einer unipolaren Entladung mit der Stromversorgung RPG 100-E mit eingepprägtem Strom, so kann die eingespeiste, elektrische Leistung durch die Parameter Pulsfrequenz und Auszeit beeinflusst werden.

In der linken Grafik der Abbildung F.3 ist der Zusammenhang zwischen Leistungsabgabe und der Pulsfrequenz dargestellt. In der rechten Grafik ist der Verlauf der Leistungsabgabe bei einer Variation der Auszeit zu sehen.

Bei einer konstanten Auszeit von  $0.5 \mu\text{s}$  führt eine Erhöhung der Pulsfrequenz von 50 kHz auf 250 kHz zu einer Verminderung der abgegebenen elektrischen Leistung von ca. 4,8 kW auf 4,5 kW und damit verringert sich die elektrisch eingespeiste Leistung um ca. 7% (rechte Grafik). Eine Veränderung der Auszeit bei gleicher Pulsfrequenz beeinflusst die Leistungsabgabe nur geringfügig ( $4.75 \pm 0.05 \text{ kW}$ ).





**Abbildung F.3:** Elektrisch eingespeiste Leistung in Abhängigkeit von der Pulsfrequenz und der Auszeit

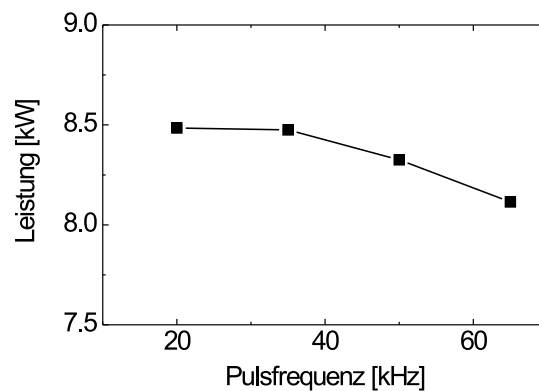
Titan, metallisch, RPG 100-E,  $P_{DC} = 5 \text{ kW}$ ,  $p = 0,3 \text{ Pa}$

**links:** Variation der Pulsfrequenz bei einer Auszeit von  $0,5 \mu\text{s}$

**rechts:** Variation der Auszeit bei einer Pulsfrequenz von  $50 \text{ kHz}$

#### BIPOLARE STROMVERSORGUNG ASTRAL

Auch bei der Leistungsabgabe der Stromversorgung *Astral* mit eingepprägtem Strom zur Erzeugung einer bipolaren Entladung kann eine Verringerung der eingespeisten, elektrischen Leistung bei einer Erhöhung der Pulsfrequenz von  $20 \text{ kHz}$  auf  $65 \text{ kHz}$  um  $6\%$  festgestellt werden (Abbildung F.4).



**Abbildung F.4:** Elektrisch eingespeiste Leistung in Abhängigkeit von der Pulsfrequenz

Titan, metallisch, Astral,  $P_{DC} = 10 \text{ kW}$ ,  $p = 0,3 \text{ Pa}$

## Anhang G

# Bestimmung der Dichte metallischer Titanschichten

Als Substrat wurde ein  $(0.10 \pm 0.02)$  mm dickes Dünnglas der Firma Marienfeld mit einer Fläche von  $50 \cdot 50 \text{ mm}^2$  benutzt.

Damit beträgt das Volumen einer 1 nm dicken Titanschicht auf dem Substrat:

$$V = 50 \text{ mm} \cdot 50 \text{ mm} \cdot 1 \cdot 10^{-6} \text{ mm} = 2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3 \quad . \quad (\text{G.1})$$

Durch Wägung mit einer Satorius– Feinwaage wurde die Masse der Titanschicht  $m_{Titan}$  durch eine Differenzmessung vor und nach der Beschichtung bestimmt. Aus der Masse und dem Volumen der abgeschiedenen Titanschicht wurde die Dichte der abgeschiedenen Schichten bestimmt:

$$\rho_{Titan} = \frac{m_{Titan}}{V_{Titan}} \quad . \quad (\text{G.2})$$

### FEHLERBETRACHTUNG

Der Fehler bei der Herstellung der Grundfläche des Substrates beträgt 0.2 mm. Daraus ergibt sich ein relativer Fehler von  $\pm 0.8\%$ . Da der relative Fehler der Schichtdickenbestimmung ( $d > 500 \text{ nm}$ ) mit dem Profilometer bei ca.  $\pm 1\%$  liegt, kann damit der relative Fehler der Volumenmessung zu  $\pm 1.8\%$  bestimmt werden.

Die Messgenauigkeit der Satorius– Feinwaage liegt bei 10  $\mu\text{g}$ . Da die Massen der abgeschiedenen Schichten im Bereich von 5 mg liegen, beträgt der relative Fehler der Wägung etwa  $\pm 0.2\%$ .

Der Gesamtfehler der Dichtebestimmung ergibt sich zu  $\pm 2\%$ .

## Lebenslauf

**Name:** Matthias Schulze  
**Geburtsort:** Magdeburg  
**Geburtsdatum:** 09.01.1971  
**Familienstand:** verheiratet, keine Kinder  
**Staatsangehörigkeit:** deutsch

### SCHULAUSBILDUNG

1977– 1979 Polytechnische Oberschule  
1979– 1985 Oberschule mit erweitertem Russischunterricht  
1985– 1989 Erweiterte Spezialoberschule mathematisch– technischer Richtung  
1989– 1990 Wehrdienst

### STUDIUM

1990– 1995 Physikstudium an der TU Dresden, Abschluss mit mündlichen Diplomprüfungen (ohne Diplomarbeit)  
1995– 1996 Fortsetzung des Physikstudiums mit einer Diplomarbeit an der Otto– von– Guericke– Universität Magdeburg in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer– Institut für Elektronenstrahl– und Plasmatechnik Dresden  
Mai 1996 Physik– Diplom mit dem Prädikat „sehr gut“

### TÄTIGKEITEN

seit 1.6.1996 Hilfwissenschaftler am Fraunhofer– Institut für Elektronenstrahl– und Plasmatechnik Dresden  
seit 1.10.1996 wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Abteilung BESCHICHTUNG GLAS am Fraunhofer– Institut für Elektronenstrahl– und Plasmatechnik Dresden

Dresden, d. 4. September 2000