

*Herstellung und Charakterisierung  
ultradünner Filterfolien für den  
EUV- und Röntgenbereich*

- Diplomarbeit -

vorgelegt von

Darko Arneri

---

RheinAhrCampus Remagen  
Fachhochschule Koblenz  
2009



**Autor:** Darko Arneri  
**Projektdauer:** 01.03.2009 - 10.08.2009  
**Erstgutachter:** Prof. Dr. T. Wilhein  
**Zweitgutachter:** Prof. Dr. B. Kessler



# Eigenständigkeitserklärung

**Name:** Darko Arneri  
**Geburtsdatum:** 29.04.1965  
**Geburtsort:** Zemun  
**Matrikelnummer:** 498405

Ich versichere hiermit, die Arbeit selbstständig angefertigt zu haben und alle benutzten Hilfsmittel unter Angabe der Literaturstellen kenntlich gemacht zu haben.

---

Ort, Datum

---

Unterschrift



# Abstract

This thesis describes the production and characterization of ultrathin filters for the EUV<sup>1</sup>- and soft X-Ray range. Foils of thicknesses from 200 nm were produced using the method of electron beam physical vapor deposition. A variety of metals were used as the materials and parameters for the production of the foils were determined empirically in order to optimize the manufacturing process. The surface roughness and the thickness of the foils were measured using atomic force microscopy. A scanning electron microscope was used to find anomalies, e.g. like pinholes and cracks, on the surface. The foils were used as filters in a liquid-jet laser-plasma source emitting soft X-Rays by 13 nm. Depending on the material and thickness of the foil, parts of the soft X-Ray spectrum of the source could be suppressed or transmitted. Furthermore debris from the plasma and laser radiation harmful for the sensitive CCD<sup>2</sup>-camera could be suppressed.

---

<sup>1</sup>Extreme-Ultra-Violet

<sup>2</sup>Charged Coupled Device



# Kurzfassung

Diese Diplomarbeit beschreibt die Herstellung und Charakterisierung von ultradünnen Filterfolien für den EUV<sup>3</sup>- und Röntgenbereich. Die Filter haben eine Dicke von 200 nm. Sie wurden mittels einer Elektronenstrahlaufdampfanlage aus verschiedenen Metallen hergestellt. Die Parameter zur Herstellung dieser Folien wurden empirisch ermittelt und der Herstellungsprozess optimiert. Die Oberflächenrauigkeit und die Dicke der Folien wurde durch ein Atomkraftmikroskop gemessen. Ein Rasterelektronenmikroskop wurde verwendet, um Anomalien wie Pinholes und Risse zu finden. Die Folien wurden zur Filterung einer Flüssigkeitsjet-Laserplasmaquelle emittierten weichen Röntgenstrahlung von 13 nm verwendet. Je nach Material und Dicke der Filter wurden bestimmte Bereiche des weichen Röntgenspektrums der Quelle unterdrückt oder transmittiert. Ausserdem sollten die Filter die optischen Bauteile vor Verschmutzung sowie die empfindliche CCD<sup>4</sup>-Kamera vor Laserstrahlung schützen.

---

<sup>3</sup>Extreme-Ultra-Violett

<sup>4</sup>Charged Coupled Device = Ladungsgekoppeltes Bauteil



# Inhaltsverzeichnis

<b>Abstract</b>	<b>vii</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>ix</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Grundlagen und Anlagentechnik</b>	<b>5</b>
2.1. EUV- und Röntgenstrahlung . . . . .	5
2.1.1. Laserinduzierte Plasmen . . . . .	6
2.1.2. Optische Filter . . . . .	8
2.1.3. Transmission von EUV- und weicher Röntgenstrahlung . . . . .	9
2.2. PVD-Verfahren . . . . .	12
2.2.1. Vakuum . . . . .	15
2.2.2. Mittlere freie Weglänge . . . . .	15
2.2.3. Verdampfungsrate . . . . .	16
2.2.4. Aufdampfrate . . . . .	18
2.2.5. Wachstum amorpher Schichten . . . . .	18
2.3. Schichtanalyse . . . . .	19
2.3.1. Schwingquarzmethode . . . . .	19
2.3.2. Atomkraftmikroskopie . . . . .	22
<b>3. Herstellung der Filter</b>	<b>27</b>
3.1. Elektronenstrahlverdampfungsanlage . . . . .	27
3.1.1. Tooling-Faktor . . . . .	30
3.2. Filterherstellung . . . . .	31
3.2.1. Einflussgrößen auf die Qualität der Filter . . . . .	31
3.2.1.1. Tiegeleinsatzmaterialien . . . . .	31
3.2.1.2. Aufdampfrate . . . . .	31
3.2.1.3. Mechanische Spannungen . . . . .	33
3.2.1.4. Luftfeuchtigkeit und Abschwemmbarkeit . . . . .	34

<b>4. Charakterisierung der Filter</b>	<b>37</b>
4.1. Oberflächenbeschaffenheit . . . . .	37
4.2. Pinholes . . . . .	41
4.3. Transmissionsmessungen der Filter . . . . .	47
<b>5. Fazit und Ausblick</b>	<b>53</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>57</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>61</b>
<b>A. Tabellen</b>	<b>63</b>
<b>B. Anleitung zur Filterherstellung</b>	<b>71</b>

# Kapitel 1.

## Einleitung

Da die Erzeugung von EUV- und weicher Röntgenstrahlung mittlerweile nicht nur in großen Anlagen wie Synchrotrone (nicht-thermische Strahlungsquellen) erfolgt, sondern auch in Laboren, mittels z.B. laserinduzierten Plasmen (thermischen Strahlungsquelle), ist die Herstellung von Filtern für diesen Spektralbereich unabdingbar.

Das Aufdampfen von Metallen ist eines der ältesten Verfahren zur Herstellung dünner Schichten. Dieses Verfahren wurde auch in dieser Arbeit angewandt. Es wurde hierzu eine evakuierbare Kammer<sup>1</sup> benötigt [1]. In diesem Rezipienten befindet sich das Substrat, also der Gegenstand auf dem sich der Werkstoff abscheiden soll und ein beheizbarer Schmelztiegel (im weiteren Verlauf Tiegeleinsatz genannt), der das zu verdampfende Material beinhaltet. Der Tiegeleinsatz wurde im Vakuum durch einen Elektronenstrahl soweit erhitzt, bis das in ihm befindliche Material verdampfte. Der Prozess erforderte ein möglichst gutes Vakuum. Der Druck sollte dabei kleiner als  $1 \times 10^{-6}$  mbar sein. Die zum Verdampfen verwendeten Materialien sollten nach Möglichkeit einen hohen Reinheitsgrad aufweisen, um eine homogene Schicht herstellen zu können. Es wurde in dieser Arbeit Aluminium als Pulver mit einer Reinheit von 99,7% und als Granulat (99,99%) verwendet, sowie Titan (99,8%), Vanadium (99,7%) und Zirkonium (99,8%). Die Menge an Metall, die pro Zeiteinheit verdampft wurde (im weiteren Verlauf Aufdampfrate genannt), war ein wichtiger Parameter bei der Herstellung der Filter. Die Aufdampfrate beeinflusste die mittlere Rauigkeit und die Homogenität der Filter. Die aufgetragene Dicke des Metalls wurde in-situ mit einem Schwingquarz gemessen. Hierzu musste die Geometrie des Aufbaus, also der Abstand vom Tiegeleinsatz zum Substrathalter und der Abstand vom Tiegeleinsatz zum Schwingquarz, berücksichtigt werden. Dies geschah, um einen Unterschied der Abstände zueinander abzugleichen, da sonst die vom Thickness-Monitor<sup>2</sup>

---

<sup>1</sup>Rezipient

<sup>2</sup>Das Gerät, welches die Aufdampfrate und Dicke anzeigt

angezeigte Dicke des aufgetragenen Materials nicht mit der tatsächlich erreichten Dicke übereinstimmen würde. Dieser Abgleich oder Faktor<sup>3</sup> war vereinfacht per Dreisatz auszurechnen. Der errechnete neue Tooling-Faktor wurde in den Thickness-Monitor, in den man materialspezifische Daten wie Dichte und akustische Impedanz eingab, gespeichert und in die Aufdampfrate umgerechnet. Durch systematische Änderung der Prozessparameter wie Aufdampfrate und Elektronenstrahlführung sowie Aufdampfen aus verschiedenen Tiegeleinsatzmaterialien wurde ein Optimum an Qualität, insbesondere für Aluminiumfilter, ermittelt. Die Qualität zeichnete sich durch eine minimale Oberflächenrauigkeit und einer minimalen Anzahl von Pinholes<sup>4</sup> aus.

Nach dem Aufdampfen war die Abschwemmbarkeit der Metallschicht vom Substrat ein weiterer Abschnitt zur Herstellung von ultradünnen Filtern. Zum Abschwemmen wurde ein Salz verwendet. Das Salz fungierte als Trennschicht zwischen dem Glassubstrat und dem Metall. Es wurde aufgedampft und nach dem abgeschlossenen Aufdampfprozess mit der Metallschicht in destilliertem Wasser getaucht. Dabei löste sich das Salz auf und die Metallschicht schwamm an der Wasseroberfläche. Hierzu wurde als Trennschicht überwiegend Natriumchlorid verwendet. Das Ausfindigmachen der optimalen Dicke der Zwischenschicht aus Salz war ein wichtiger Punkt. Hatte man eine zu dünne Trennschicht, konnte sich das aufgedampfte Metall schlecht vom Substrat ablösen und dadurch reißen. Dies geschah, weil zu wenig Wasser in den Zwischenraum von Glas und Metall eindrang. Ein Abschwemmen direkt nach dem Aufdampfen erforderte eine dickere Salzschrift. Die dickere Salzschrift hatte aber zur Folge, dass die Rauigkeit der Filterfolie zunahm.

Eintauchgeschwindigkeit und -winkel des unfertigen Filters galt es ebenso zu beachten. Tauchte man das Substrat mit dem aufgedampften Material zu schnell ein, zog die Oberflächenspannung des Wassers die Filterfolie zu stark zur Wasseroberfläche hin und die Filterfolie riss. Den gleichen Effekt hatte ein zu steiler Eintauchwinkel. Es wurde ein Zusammenhang zwischen optimaler Trennschichtdicke, Verweilzeit und Eintauchgeschwindigkeit festgestellt, durch dessen Beachtung ein einreißen der Filterfolie verhindert werden konnte. Zudem spielte die Luftfeuchtigkeit beim Abschwemmen der Filterfolie eine Rolle. Lagen die unfertigen Filter ein oder mehrere Tage offen in einem Reinraum, zog die Salzschrift Raumluftfeuchtigkeit an, so dass die Auflösung des Salzes schon langsam begann und das Abschwemmen einfacher und somit ohne zu reißen möglich war. Deswegen konnte man auch Trennschichtdicken von nur 100 nm verwenden. Je dünner die

---

<sup>3</sup>Tooling-Faktor

<sup>4</sup>Nadelstichporosität

---

Trennschicht, desto geringer war die Oberflächenrauigkeit der Filterfolie. Die Filterhalterungen, die aus preparierten Edeltahlscheiben mit einer zentrierten Bohrung bestanden, mussten einen scharfen Grat auf einer Seite der Bohrung haben, damit die Filterfolie eine möglichst kleine Seitenfläche zum anhaften hatte. Edelstahl wurde verwendet, damit die Scheiben wegen des Eintauchens in Wasser nicht oxidieren. Folie oder Wasser sollten nicht an der Innenfläche haften. War diese Seitenfläche im Inneren der Edeltahlscheibe zu dick, zerstörte es die Filterfolie, da die Haftung des Wassers die empfindliche Folie abbriss. Die Filter haften optimaler Weise nur an der Oberfläche der einseitig geschliffenen Edeltahlscheibe. Eine ideale Filterfolie sollte eine wellige Oberfläche haben, damit Spannungen ausgeglichen werden können.

Die hauptsächliche Aufgabe der Filter war die spektrale Filterung von EUV- und weicher Röntgenstrahlung. Eine weitere wichtige Aufgabe der Filter war der Schutz der optischen Komponenten vor Debris und der Zerstörung durch Überbelichtung der empfindlichen CCD-Kamera. Die EUV- und weiche Röntgenstrahlung wurde durch eine Flüssigkeitsjet-Laserplasmaquelle erzeugt. Ein Plasma ist ein ionisiertes Gas aus positiv geladenen Ionen und Elektronen. Ein laserinduziertes Plasma ist ein Partikelstrom (Cluster, Moleküle und Atome), der durch Schockwellen und thermische Verdampfung beim Auftreffen des Laserstrahls auf ein Target entsteht. Das Target war in diesem Zusammenhang ein Flüssigkeitsstrahl aus Ethanol. Da die meisten Anwendungen eine hohe Brillanz<sup>5</sup> erfordern, musste die erste optische Komponente eine hohe numerische Apertur aufweisen, womit das Filter entweder sehr groß und weiter von der Quelle entfernt stand oder umgekehrt. Große Filter waren wegen ihrer geringen erforderlichen Dicke mechanisch sehr instabil. Umgekehrt würden kleinere Filter, die sich näher am Plasma befinden, stärker von dem Partikelstrom beansprucht werden. Somit wurde ein Kompromiss zwischen Größe und Abstand zur Quelle gefunden und damit eine adäquate Standzeit gewährleistet.

---

<sup>5</sup>Photonten pro Raumwinkel, Spektralbereich



## Kapitel 2.

# Grundlagen und Anlagentechnik

Im folgenden Kapitel wird auf einige physikalische Grundlagen von EUV- und Röntgenstrahlung, laserinduzierte Plasmaerzeugung, Eigenschaften optischer Filter und Transmission von EUV- und Röntgenstrahlung eingegangen. Die prozessrelevanten Grundlagen zur Herstellung der Filter, also Vakuum, mittlere freie Weglänge sowie Verdampfungsrate, Aufdampftrate und Wachstum amorpher Schichten werden erläutert. Des Weiteren werden die Grundlagen des Elektronenstrahlaufdampfens, der Schwingquarzmethode, zu der die akustische Impedanz gehört, und der Atomkraftmikroskopie, mit der die Obeflächenrauigkeit gemessen werden, aufgeführt.

### 2.1. EUV- und Röntgenstrahlung

Man unterscheidet zwischen dem extrem ultravioletten (EUV,  $\lambda = 5 \text{ nm} \dots 80 \text{ nm}$ ), dem weichen (SXR,  $\lambda = 0.4 \text{ nm} \dots 5 \text{ nm}$ ) und dem harten Röntgenbereich (HXR,  $\lambda < 0.4 \text{ nm}$ ). EUV-Strahlung hat eine Photonenenergie von 250 eV bis 15.5 eV, der weiche Röntgenbereich eine von 3.1 keV bis 250 eV [2]. Die Spektralbereiche sind nicht scharf abgegrenzt, sondern gehen ineinander über (siehe Abb. 2.1). Strahlung aus dem EUV- sowie aus dem weichen Röntgenbereich gehören zum Vakuumspektralbereich. Licht aus diesem Bereich wird stark von Materie und damit auch von Luft absorbiert. Aus diesem Grund kann es sich in einer Umgebung mit geringer Teilchendichte, wie in einem Vakuum, über eine längere Strecke ausbreiten. Bereits ab dem Spektrum der EUV-Strahlung beträgt die mittlere Absorptionslänge in Luft weniger als einen Millimeter [3]. Im sichtbaren Spektralbereich werden refraktive Optiken wie herkömmliche Linsen aus Glas, diffraktive und reflektive Optiken verwendet. Refraktive Optiken verlieren jedoch mit abnehmender Wellenlänge wegen geringer Brechkraft, die nahe bei  $n \approx 1$  liegt, stetig an Effizienz [4]. Deshalb werden besonders bei EUV- und Röntgenstrahlung hauptsächlich diffraktive Optiken wie Gitter, Fresnelsche Zonenplatten, reflektive Optiken wie Multilayerspiegel, Spiegel im streifenden Einfall und metallische

Filter eingesetzt [5]. In Abbildung 2.1 wird ein Ausschnitt aus dem Spektrum elek-

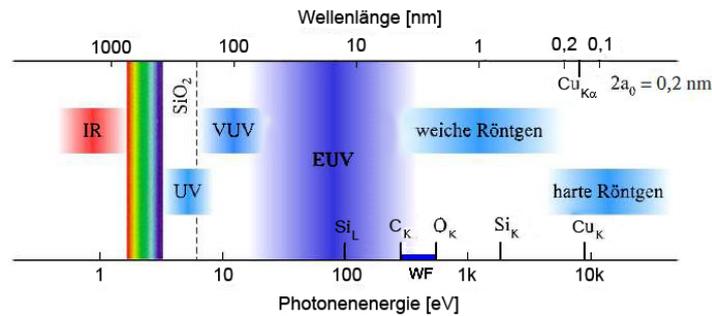


Abb. 2.1.: Spektralbereiche von IR bis HXR, nach [5].

tromagnetischer Strahlung dargelegt. Die unterste Einsatzgrenze für Linsen aus Glas wird bei 160 nm erreicht (Kalziumfluorid bei 157 nm, doppelbrechend). Bei kürzeren Wellenlängen werden beugende und reflektierende Abbildungsoptiken erforderlich. Als Referenzen sind die  $K_{\alpha}$ -Emissionslinie von Kupfer (154 nm) und die K- und L-Absorptionskanten von Kupfer (0.14 nm), Silizium (0.67 nm), Sauerstoff (2.27 nm), Kohlenstoff (4.36 nm) und Silizium (12.42 nm) eingetragen. Das sogenannte Wasserfenster (WF) liegt zwischen 2.27 nm (Sauerstoff) und 4.36 nm (Kohlenstoff) [2].

### 2.1.1. Laserinduzierte Plasmen

In dieser Arbeit wird zur Erzeugung eines Plasmas eine Flüssigkeitsjet-Laserplasmaquelle verwendet. Dabei wird ein Medium<sup>1</sup> mit einem kurzen Laserpuls ionisiert. Den Puls erzeugt ein frequenzverdoppelter Nd:YAG<sup>2</sup>-Laser. Als Rekombinationsfolge entstehen Bremsstrahlung und Innerschalenübergänge, wobei bei den Innerschalenübergängen die für das Medium charakteristische Linienstrahlung erzeugt wird. Dieses Plasma emittiert, wegen der enthaltenen Elementen wie Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff, unter anderem EUV- und weiche Röntgenstrahlung. Die Strahlung einer Flüssigkeitsjet-Laserplasmaquelle breitet sich dabei in alle Raumrichtungen aus. Es wird jedoch in der Regel nur ein Teil der Strahlung für ein Experiment genutzt. Die Methode, die in dieser Arbeit das Plasma erzeugt, ist in Abbildung 2.2 skizziert.

<sup>1</sup>Flüssigkeitsstrahl aus Ethanol

<sup>2</sup>Neodym dotiertes Yttrium-Aluminium-Granat

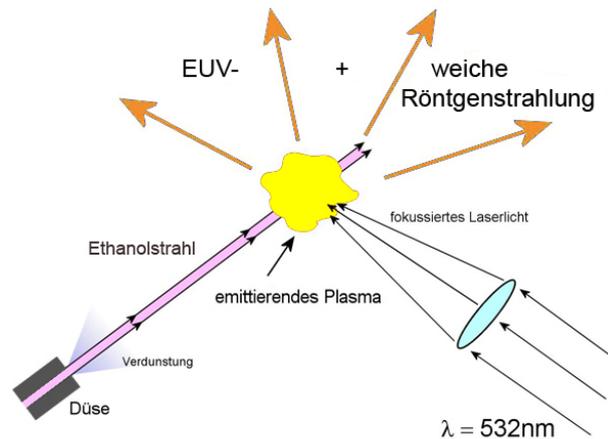


Abb. 2.2.: Skizze zur Plasmaerzeugung durch Fokussierung eines frequenzverdoppelten Nd:YAG-Lasers auf einen flüssigen Ethanolstrahl.

Ein Plasma entsteht wegen der hohen Pulsintensität des Lasers<sup>3</sup>.

$$P = \frac{0.2 \text{ J}}{3 \text{ ns}} = 67 \text{ MW} \quad (2.1)$$

$$I = 2 \times 10^{13} \text{ W/cm}^2 \quad (2.2)$$

Es setzt elektromagnetische Strahlung frei. Durch die stetige Materialzufuhr des Flüssigkeitjets wird kontinuierlich neues Plasma erzeugt. Es sind folgende Mechanismen zur Strahlungserzeugung beteiligt [6]:

- **Bremsstrahlung**

Schnelle freie Elektronen werden im elektrischen Feld geladener Teilchen abgebremst. Dabei wird Strahlung emittiert. So wie bei Röntgenröhren wird ein kontinuierliches Spektrum erzeugt. Das Spektrum wird durch die anfängliche und maximale kinetische Energie der Elektronen begrenzt. Diese Übergänge werden frei-frei-Übergänge genannt.

- **Rekombinationsstrahlung**

Freie Elektronen rekombinieren mit positiv geladenen Ionen, indem sie in einen gebundenen Zustand übergehen. Hierbei entsteht wiederum ein kontinuierliches Spektrum, da die eingefangenen Elektronen verschiedene kinetische Energien aufweisen können. Diese Übergänge bezeichnet man als frei-gebunden-Übergänge.

<sup>3</sup>Coherent Infinity, Daten des Lasers: 3 ns, 200 mJ, Fokus: 20  $\mu\text{m}$ ,  $\lambda = 532 \text{ nm}$

- **Linienstrahlung**

Hier fallen Elektronen aus höheren Schalen auf niedrigere Energieniveaus zurück. Dabei wird Strahlung freigesetzt. Diese Energiedifferenz der verschiedenen Niveaus entspricht genau dem Bandabstand des Übergangs. Das emittierte Spektrum weist diskrete, schmalbandige Linien auf. Diese Übergänge nennt man gebunden-gebunden-Übergänge.

Diese spektralen Linien besitzen eine unscharfe Breite, definiert durch die Heisenbergsche Unschärferelation, unscharfe Energieniveaus und endliche Lebensdauern. Von Interesse sind meist nur die schärferen Linien. Neben der natürlichen Linienbreite führen hauptsächlich zwei weitere Mechanismen wie die Doppler- und Druckverbreiterung zu einer geringen Monochromasie der Spektrallinien. Diese haben bei einem laserinduzierten Plasma den größten Einfluss auf die Linienbreite [6]. Im Wasserfenster (2-4 nm) liegt die Monochromasie einer Linie bei nicht zu hoher Laserleistungsdichte ( $< 1016 \text{ W/cm}^2$ ) im Bereich von

$$\lambda = \Delta\lambda \geq 1000 \quad (2.3)$$

vor [7].

### 2.1.2. Optische Filter

Zur Erzeugung von EUV- und weicher Röntgenstrahlung in Laboren werden meistens Plasmaquellen verwendet, die neben der gewünschten weichen Röntgenstrahlung auch sichtbares Licht emittieren. Verwendet man eine laserinduzierte Plasmaquelle, so ist eine effektive Filterung des Laserlichtes unverzichtbar. Zur spektralen Filterung werden in dieser Arbeit Folien mit einer Dicke von 200 nm eingesetzt. Diese Filter müssen bei EUV- und weicher Röntgenstrahlung dünn sein, weil alle Materialien hoch absorbierend sind. Die Intensität der Strahlung mit der im Material zurückgelegten Weglänge  $d$  nimmt exponentiell ab. Der exponentielle Abfall der Intensität einer ebenen Welle beim Durchgang in einem Medium wird durch die Absorptionslänge  $l_{abs}$  beschrieben.

$$l_{abs} = \frac{\lambda}{2\pi\beta} = \frac{1}{2n_a r_e \lambda f_2^0(\omega)} \quad (2.4)$$

Nach einer Eindringtiefe der Strahlung von  $l_{abs}$  fällt die Intensität um den Wert  $1/e$  ab [5]. Die Intensität nimmt beim Durchtritt durch ein absorbierendes Medium je nach Material bei Normaldruck bereits nach 10 nm bis 1  $\mu\text{m}$  auf den Faktor  $1/e$  ab [8].

Der komplexe Brechungsindex  $n(\omega)$  beschreibt die Änderung der Phasengeschwindigkeit einer Welle im Ausbreitungsmedium relativ zur Phasengeschwindigkeit im Vakuum sowie das Abklingen der Amplitude aufgrund von Absorption.

$$n(\omega) = 1 - \delta + i\beta \quad (2.5)$$

Die Dispersion wird durch den Realteil  $1-\delta$  beschrieben, die Absorption durch den Imaginärteil ( $i\beta$ ). Der Dispersionsindex  $\delta$  sowie der Absorptionsindex  $\beta$  hängen von den atomaren Streufaktoren  $f_1$  und  $f_2$  ab [5].

$$\delta = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_1^0(\omega) \quad (2.6)$$

$$\beta = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_2^0(\omega) \quad (2.7)$$

mit

$r_e$	=	klassischer Elektronenradius
$\lambda$	=	Wellenlänge
$n_a$	=	Anzahl der Atome pro Volumeneinheit
$f_1^0, f_2^0$	=	atomare Streufaktoren

### 2.1.3. Transmission von EUV- und weicher Röntgenstrahlung

Die Transmission ist eine Größe für die Durchlässigkeit eines Mediums für Wellen wie zum Beispiel Schallwellen oder elektromagnetische Wellen. Die Absorption bei Röntgenstrahlen ist abhängig von dem energie- und materialabhängigen Absorptionskoeffizienten  $\sigma_a$ . Die Zunahme der Absorption ist abhängig von der Dicke  $d$ , der Atomdichte  $n_a$  des absorbierenden Materials und dem Querschnitt der Photoabsorption  $\sigma_a$ . Zudem ist  $I$  die durchgelassene im Vergleich zur eingestrahlt Intensität  $I_0$ . Zusammenhängend ist dies in Gleichung (2.8) beschrieben.

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\sigma_a n_a d} \quad (2.8)$$

Ist die Absorption abhängig von der Photonenenergie (eV), wird Gleichung (2.8) erweitert zu

$$\frac{I}{I_0}(E_{Ph}) = e^{-\sigma_a(E_{Ph}) n_a d} \quad (2.9)$$

$$I(E_{Ph}) = I_0(E_{Ph})e^{-\sigma_a(E_{Ph})n_a d} \quad (2.10)$$

mit

- I = Intensität vor dem Filter [W/cm<sup>2</sup>]
- I<sub>0</sub> = Intensität hinter dem Filter [W/cm<sup>2</sup>]
- E<sub>Ph</sub> = Photonenenergie [eV]
- σ<sub>a</sub> = Photoabsorption [Mbarn/Atom]<sup>4</sup>
- n<sub>a</sub> = Atommasse [kg]
- d = Dicke des Filters [nm],

wobei n<sub>a</sub> und d hier konstant sind [5].

Anhand des Intensitätsverlustes kann man die Dicke der Filter bestimmen. Stellt man Gleichung 2.8 nach *d* um, so erhält man

$$d = -\frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)}{\sigma_a n_a} \quad (2.11)$$

Der Reflexionsgrad bei senkrechtem Einfall im Bereich der weichen Röntgenstrahlung ist für alle Materialien sehr klein [4]. Weil der Auftreffwinkel der Strahlung auf das Filter nahezu senkrecht zur Filterebene ist, kann die Reflexion bei Transmissionsmessungen im weichen Röntgenbereich vernachlässigt werden. Daher wird nicht näher auf die Reflexion eingegangen. Die Gesamtbetrachtung von Absorption und Transmission vereinfacht sich zu  $\alpha + \tau = 1$ .

Wenn die Detektorgroße, Emission und Transmission zeitlich konstant und die Empfindlichkeit des Detektors linear ist, sind Relativmessungen einfach und zuverlässig [9]. Um Aufnahmen mit einer CCD-Kamera machen zu können, muß die weiche Röntgenstrahlung in eine nachweisbare Größe umgewandelt werden. Als Umwandlungsprozess wird eine Elektronen-Loch-Paarerzeugung benötigt. Ein möglichst effektiver Nachweis, also eine gute Quantenausbeute, sollten Röntgendetektoren haben. Die Quantenausbeute wird durch die DQE<sup>5</sup>, dem Signal-Rausch-Verhältnis angegeben [10]. Dies ist ein Maß für die Güte eines digitalen Bilddetektors.

Mit

---

<sup>4</sup>1 barn = 1 × 10<sup>-28</sup> m<sup>2</sup>

<sup>5</sup>Detective Quantum Efficiency

$$DQE = \frac{(S/R)_{\text{Aufzeichnung}}^2}{(S/R)_{\text{Photonen}}^2} \quad (2.12)$$

- S = integriertes Signal  
R = integriertes Rauschen.

## 2.2. PVD-Verfahren

PVD-Verfahren<sup>6</sup> haben in den letzten Jahren zunehmend an Bedeutung gewonnen. Es handelt sich dabei um eine Technik, mit der hauptsächlich dünne Hartstoffschichten, in dieser Arbeit Metalle, abgeschieden werden. Sie heben sich durch relativ niedrige Prozesstemperaturen ( $< 500^{\circ}\text{C}$ ) ab und sind somit auch für eine Beschichtung temperaturempfindlicher Substratwerkstoffe zu verwenden. Der Begriff PVD bezeichnet Beschichtungsverfahren, mit denen Metalle, Legierungen, Keramiken oder chemische Verbindungen durch Zufuhr thermischer Energie oder durch Teilchenbeschuss im Hochvakuum abgeschieden werden. Zu den PVD-Verfahren zählen auszugsweise:

- Aufdampfen (Elektronenstrahl- oder Niedervoltbogenverdampfung)

Das Elektronenstrahlverdampfen wurde in dieser Diplomarbeit verwendet. Das Verfahren wird in Kapitel 3 näher erläutert.

- Ionenplattieren (Ion plating; Lichtbogen- oder ARC-Verdampfung)

Beim Ionenplattieren handelt es sich um ein Verfahren, dessen Arbeitsdruck bei  $1 \times 10^{-2}$  mbar liegt. Durch eine Widerstandsheizungs- oder Elektronenstrahlquelle wird das aufzudampfende Material verdampft und mit ionisierenden Teilchen oder einem Plasma beschossen. Eine besondere Art der Kondensation erfolgt durch die angeregte Glimmentladung, da das Substrat auf negativem Potential von 3-5 kV liegt. Weil die ionisierten Dampfpartikel mit erhöhter kinetischer Energie auf die Substratoberfläche treffen, haben die aufgetragenen Schichten eine erhöhte Haftfestigkeit und einen geringeren Restgasatomanteil. Dadurch werden dichtere Schichtstrukturen und gleichmäßigere Oberflächen erzeugt. Es lassen sich Carbide, Nitride und Oxide abscheiden [11].

- Kathodenzerstäuben (Sputtering; MSIP (Magnetron Ion Plating), H.I.S. (High Ionization Sputtering), H.I.P. (High Ionization Pulsing))

Beim Kathodenstrahlzerstäuben (Sputtern) werden ionisierte Argonatome beschleunigt und treffen mit hoher Energie auf das als Kathode geschaltete Target. Dort schlagen sie Atome heraus, die als dünne Schicht auf das als Anode geschaltete Substrat kondensieren. Dabei ist zu erwähnen, dass auch die Sekundärelektronen das temperaturempfindliche Substratmaterial treffen und erwärmen. Bei temperaturempfindlichen Substraten ist dies unerwünscht. Durch

---

<sup>6</sup>Physical Vapour Deposition = physikalische Abscheidung aus der Dampfphase

Kühlung des Substrates und des Targets können die Temperaturen auf 300 °C reduziert werden. Beim Magnetronsputtern werden durch Überlagerung eines Magnetfeldes Werkstücktemperaturen unter 300 °C erreicht. Das Plasma wird dabei vor dem Target konzentriert.

Ein Vorteil des Kathodenzerstäubens ist, dass die mit hoher Energie auftreffenden Teilchen fest haften, eine hohe Reproduzierbarkeit dadurch möglich wird und die Auswahl der Schicht- und Substratmaterialien nur gering eingeschränkt sind [11]. In Abbildung 2.3 und 2.4 sind unterschiedliche Methoden für verschiedene Schichtdickenbereiche und Aufwachsrate dargestellt.

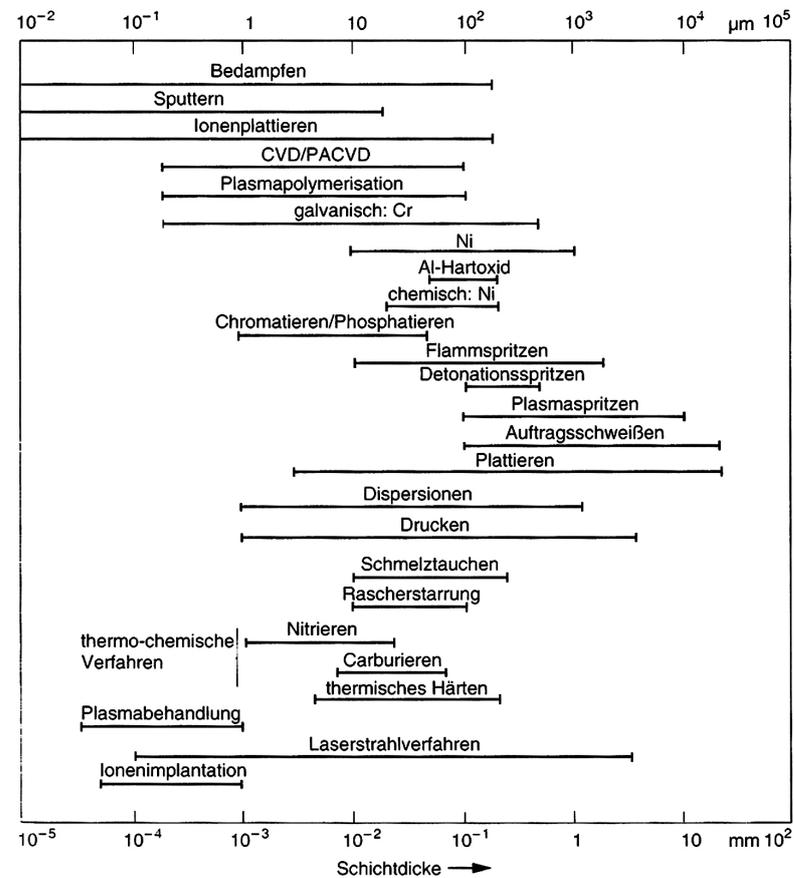


Abb. 2.3.: Schichtdickenbereiche mit unterschiedlichen Methoden [11].

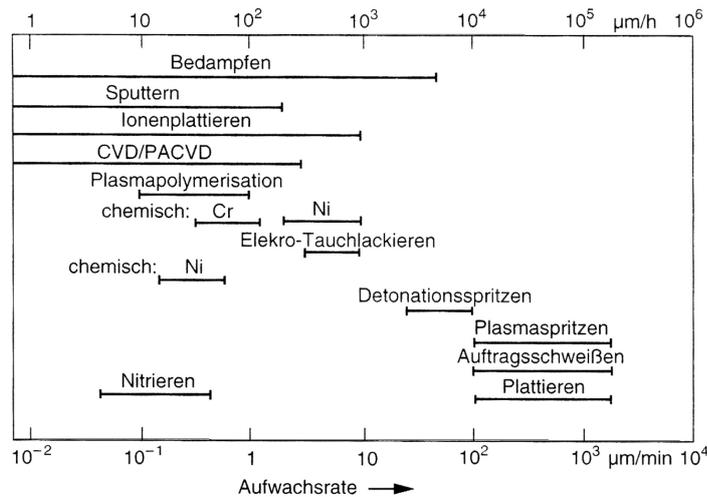
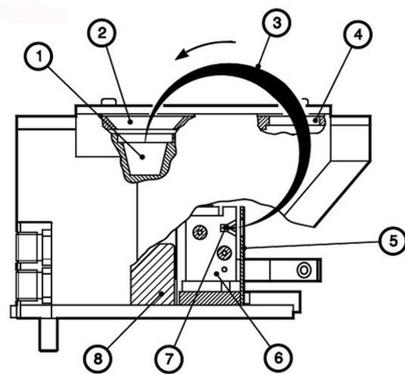


Abb. 2.4.: Aufwachraten einiger Beschichtungsmethoden [11].

Beim Herstellen der Fliter wurde eine 5 kV-Elektronenstrahlverdampfungsanlage von BOC Edwards verwendet. Diese schmilzt das zu verdampfende Material durch einen mit einer Emittereinheit erzeugten Elektronenstrahl, der durch einen Permanentmagneten um 270° umgelenkt wird und auf einen Tiegeleinsatz trifft. Der Tiegeleinsatz ist indirekt gekühlt, da er in der wassergekühlten Tiegeaufnahme platziert ist. Die Verdampfung erfolgt im Hochvakuum<sup>7</sup>. Dabei ist  $\Delta l$  die Höhe des Rezipienten, die aus den Überlegungen zur mittleren freien Weglänge resultiert. Der prinzipielle Aufbau der Elektronenstrahlquelle ist in Abbildung 2.5 zu sehen.



- |                             |                      |
|-----------------------------|----------------------|
| 1. Tiegeleinsatzaufnahme    | 5. Anodenplatte      |
| 2. Apertur der Abdeckplatte | 6. Emittieranordnung |
| 3. Elektronenstrahl         | 7. Filament          |
| 4. Apertur der Abdeckplatte | 8. Permanentmagnet   |

Abb. 2.5.: Prinzip der Elektronenstrahlquelle [12].

<sup>7</sup>( $p < 3 \times 10^{-4}$  mbar,  $\Delta l \geq 0.41$  m)

### 2.2.1. Vakuum

Üben Gasteilchen durch ihre Stöße auf eine Wandfläche eine Kraft aus, so entsteht ein Druck. Der Druck ist proportional zur Anzahl der Teilchen innerhalb eines Volumens. Folglich gibt es keine negativen Drücke. Unter Vakuum versteht man demnach alle Druckbereiche unterhalb des Atmosphärendrucks von ca. 1000 mbar. In der unten aufgeführten Tabelle sind Vakuumbereiche nach DIN 28400 dargestellt [13]

Bezeichnung	Abkürzung	[Pa]	[mbar]
Großvakuum	GV	$3 \cdot 10^4 \dots 1 \cdot 10^2$	$3 \cdot 10^2 \dots 1$
Feinvakuum	FV	$1 \cdot 10^2 \dots 1 \cdot 10^{-1}$	$1 \dots 1 \cdot 10^{-3}$
Hochvakuum	HV	$1 \cdot 10^{-1} \dots 1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-3} \dots 1 \cdot 10^{-7}$
Ultrahochvakuum	UHV	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-7}$
Extrem hohes Vakuum	XHV	$< 1 \cdot 10^{-10}$	$< 1 \cdot 10^{-12}$

Der in dieser Arbeit verwendete Arbeitsdruck beim Elektronenstrahlverdampfen lag im Hochvakuum. Es herrschte zum Prozessbeginn ein Druck von  $< 5 \times 10^{-5}$  mbar vor.

### 2.2.2. Mittlere freie Weglänge

Die durchschnittliche gerade verlaufende Wegstrecke, die ein Gas- oder Dampfteilchen durchfliegen kann, ohne mit einem anderen Gasteilchen zusammen zu stoßen, wird mittlere freie Weglänge  $\Lambda$  genannt. Da Gasteilchen infolge thermischer Bewegung ständig zusammenstoßen, ist es notwendig, die stoßfreie Wegstrecke zu kennen. Dieser Wert ist der Mittelwert über alle freien Wegstrecken, die im Gas entstehen. Zur Berechnung dieses Wertes wird ein Gasteilchen betrachtet, das die mittlere Geschwindigkeit  $\bar{v}$  hat. Die mittlere freie Weglänge ist dem Druck umgekehrt proportional. Betrachtet man an der Stelle  $z=0$  eine Dampfquelle, von der  $N_0$  Dampfteilchen ausgehen, so durchfliegen diese die Weglänge  $l$  (bei  $z=l$ ) mit der Anzahl  $N$  ohne Zusammenstoß, wie in Abbildung 2.6 dargestellt [13].

$$-dN/N = z/\Lambda \quad (2.13)$$

Das negative Vorzeichen ist darauf zurückzuführen, dass die Zusammenstöße der Dampfteilchen  $dN$  entlang einer Wegstrecke  $dz$  abnehmen. Diese sind proportional zu der Gesamtanzahl aller Dampfteilchen, die diese Strecke zurücklegen und umgekehrt proportional zur mittleren freien Weglänge. Nach Integration von  $z=0$  ( $N=N_0$ ) bis zu  $z=l$  ( $N$ ) erhält man

$$N = N_0^{-l/\Lambda} \quad (2.14)$$

Daraus folgt: Je kleiner der Druck, desto größer die mittlere freie Weglänge. Folglich stoßen weniger Dampfteilchen zusammen.

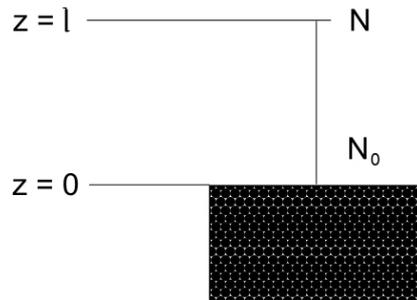


Abb. 2.6.: Stoßfreie Dampfteilchen an der Stelle  $z=l$ .

### 2.2.3. Verdampfungsrate

Die Masse  $m$  des Dampfes, die pro Zeiteinheit durch die Oberfläche  $A$  abgegeben wird, ist proportional zum Dampfdruck  $p_s$  des Materials bei der Temperatur  $T$ . Der Dampfdruck und somit auch die Verdampfungsrate wachsen exponentiell mit der Temperatur, siehe Abbildung A.1.

$$\ln \cdot p_s \approx \text{const.} \cdot T$$

Dabei ist die kinetische Energie der Dampfpartikel

$$E_D = 1/2mv^2 = 3/2kT \approx 0.2 \text{ eV bei } 1490 \text{ K} \quad (2.15)$$

Für eine gleichmäßige Verdampfungsrate ist eine gute Temperatur-, d.h. Leistungsregelung, erforderlich. Die Schwankungen der Aufdampfraten sind im Anhang den Tabellen zu entnehmen. Bei einer zu hohen Temperatur entsteht keine molekulare sondern eine viskose Strömung, die in dem Tiegeleinsatz eine Rückstreuung, Spritzer und Dampfblasen ergeben [14]. Ein Temperaturunterschied  $\Delta T$  von  $150^\circ\text{C}$  ergibt bei Aluminium einen ungefähr 20 mal größeren Dampfdruck  $p_s$ , abzulesen im Anhang in Abbildung A.1.

In Abbildung 2.7 sind Phasenübergänge von fest-flüssig, fest-gasförmig und flüssig-gasförmig dargestellt [14]. In dieser Arbeit ist die Sublimations- und Schmelzkurve von Bedeutung, da die Metalle meist pulverförmig waren (fest) und diese aus der Schmelzphase in die Dampfphase übergangen.

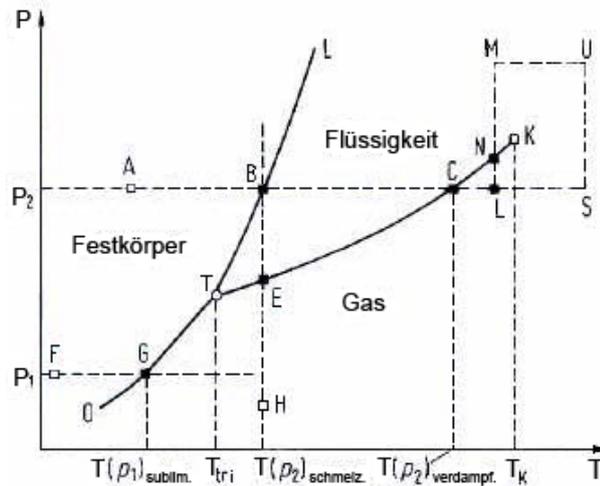


Abb. 2.7.: P-T-Phasendiagramm eines Stoffes und des Dampfdrucks  $p_s$  [14].

Bedeutung der Kurven:

- TL : Schmelzkurve (fest-flüssig)
- OT : Sublimationskurve (fest-gasförmig)
- TK : Verdampfungskurve (flüssig-gasförmig)
- A-B-C : Stoffverhalten bei konstantem  $p$  (z.B:  $H_2O$  bei Luftdruck)

Bedeutung der Punkte:

- T : Tripelpunkt (im Tripelpunkt sind alle 3 Phasen koexistent)
- K : kritischer Punkt oberhalb von TK (nur noch gasförmige Phase)

### 2.2.4. Aufdampfrate

Die Geschwindigkeit des Schichtwachstums beim Aufdampfen wird Aufdampfrate genannt. Sie ist abhängig von der Verdampfungsgeschwindigkeit des jeweiligen Materials im Vakuum. Die Verdampfungsgeschwindigkeit wird vom Sättigungsdampfdruck des zu verdampfenden Materials bei einer bestimmten Temperatur beeinflusst. Mit Hilfe folgender Gleichung kann die Aufdampfrate berechnet werden [15]

$$\frac{1}{A_v} \frac{dN}{dt} = \alpha_v \frac{p_D - p^*}{\sqrt{2\pi M k_B T}} \quad (2.16)$$

mit

- $dN/dt$  = Anzahl der verdampfenden Atome pro Zeiteinheit
- $A_v$  = Fläche der Verdampfungsquelle [m<sup>2</sup>]
- $\alpha_v$  = Verdampfungskoeffizient
- $p_D$  = Sättigungsdampfdruck des Verdampfungsgutes [N/m<sup>2</sup>]
- $p^*$  = Druck im Vakuumbehälter [N/m<sup>2</sup>]
- $M$  = Molare Masse [kg]
- $k_B$  = Boltzmann-Konstante [J/K]<sup>8</sup>
- $T$  = Temperatur [K]

Die verschiedenen Aufdampfraten sind im Anhang den Tabellen zu entnehmen.

### 2.2.5. Wachstum amorpher Schichten

Bei der PVD entstehen amorphe Schichten. Die dazu relevanten Effekte sind die Energieübertragung bei der Abscheidung, Grenzflächeneffekte zum Substrat und die Abscheidungsrichtung. Durch Variation der Energie beim Aufdampfen und der Bearbeitung des Substrates werden verschiedene Ergebnisse erreicht. Diese spiegeln sich in der Oberflächenstruktur des Materials, wie z.B. Rauigkeit und Oberflächendichte wieder. Durch eine zu geringe Oberflächendichte entstehen Pinholes, da größere Abstände der abgeschiedenen Partikel lücken aufweisen. Bei Aluminium wird eine abnehmende Rauigkeit bei Erhöhung des Energieübertrags ersichtlich [16]. Zudem ist bei Aluminium ein kolumnaler, also säulenartiger Wachstum zu erkennen [17], zu erkennen in der AFM-Aufnahme<sup>9</sup> in Abbildung 2.8.

---

<sup>8</sup> $k_B = 1,3806504 \cdot 10^{-23} \frac{J}{K}$

<sup>9</sup>Atomic Force Microscope = Atomkraftmikroskop

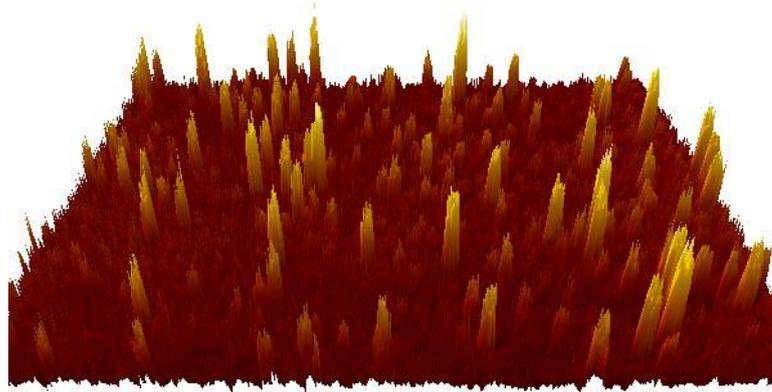


Abb. 2.8.: AFM-Aufnahme des kolumnalen Wachstums bei z.B. Aluminium.

## 2.3. Schichtanalyse

### 2.3.1. Schwingquarzmethode

Die Schwingquarzmethode ist eine in-situ-Methode, um die Aufdampfrate und indirekt die Schichtdicke zu bestimmen. Indirekt deshalb, weil man den geometrischen Faktor der Differenzen zwischen dem Abstand vom Tiegeleinsatz zum Schwingquarz und dem Abstand vom Tiegeleinsatz zum Substrat berücksichtigen muss. Alternativ kann die Differenz der Winkel zwischen den Achsen von Substrat und Tiegeleinsatz (siehe Abbildung 2.9) mit dem Tooling-Faktor korrigiert werden.

Ein Schwingquarz besteht aus dünnen Siliziumdioxid-Platten. Die Platten werden aus einem Einkristall, der an einer bestimmten Achse, in diesem Fall im AT Schnitt<sup>10</sup>, hergestellt. Der AT-Schnitt-Quarz ist ein reiner Dickenschwinger und besitzt einen unwesentlichen Temperaturkoeffizienten bei Raumtemperatur. Dadurch wird eine große Änderung der Eigenfrequenz  $\Delta f$  der Dickenschwingung, die als Folge eine Änderung der Dicke  $\Delta d_s$  des Quarzplättchens hat, erreicht [19]. Ist

$$\frac{-\Delta f}{f} = \frac{\Delta d_s}{d_s} \quad (2.17)$$

mit

<sup>10</sup>Dickenschwingung, deckt Frequenzen von 800 kHz bis 360 MHz ab [18]

- $\Delta f$  = Änderung der Eigenfrequenz des Quarzes [Hz]  
 $f$  = Frequenz [Hz]  
 $\Delta d_s$  = Änderung der Dicke der Schicht [nm]  
 $d_s$  = Dicke der Schicht [nm],

so ist der Zuwachs der Dicke des Schwingquarzes durch die aufgebrauchte Schicht gleich dem Zuwachs der Schicht auf dem Substrat. Die Messgenauigkeit ist beim Auftragen von Aluminium im Bereich bis 10 nm bei  $\pm 0.1$  nm möglich. Der Einsatzbereich bei Metallen, Halbleitern oder Nichtmetallen liegt zwischen 0.3 nm und  $3 \mu\text{m}$  [11].

Ein Oszillator regt den Schwingquarz an und tastet die Frequenz, mit der der Quarz schwingt, ab. Der Schwingquarz hat eine Eigenfrequenz von  $6 \text{ MHz} \pm 1\%$  [20]. Während der Bedampfung ändert sich die Masse des Schwingquarzes und damit die Frequenz mit der er schwingt. Sind die Dichte, die akustische Impedanz des Materials, das aufgedampft werden soll, und die wirksame Fläche des Schwingquarzes ( $\approx 38.5 \text{ mm}^2$ ) bekannt, kann die Schichtdicke bestimmt werden. Die zeitliche Änderung der Schichtdicke ist die Aufdampftrate. Zum Schutz des Schwingquarzes und zur Weiterleitung des Messsignals wird der Schwingquarz mit Gold beschichtet. Da es sich bei Gold um ein Edelmetall handelt, dessen Redoxpotential von allen Elementen am größten ist, ist die Wahrscheinlichkeit, dass die Schutzschicht durch äußere Einflüsse oxidiert, am geringsten. Somit ist die Seite, die zu dem Verdampfungsmaterial hinzeigt, geschützt. Die Rückseite des Schwingquarzes dient nur als Kontakt zur Weiterleitung des gemessenen Signals.

Im Allgemeinen ist die Impedanz das Verhältnis einer Ursache wie Kraft, Druck oder einem Moment zu einer Geschwindigkeit. Die Struktur des Materials muss elastisch sein. Man unterscheidet dabei zwischen mechanischer und akustischer Impedanz. Bei der akustischen Impedanz werden die Feldgrößen Druck und Geschwindigkeit miteinander verknüpft. Die resultierende Feldimpedanz  $\bar{Z}$  ist definiert als

$$\bar{Z} = \bar{p}/\bar{v} \quad (2.18)$$

Als Bezugsgröße wird Luft mit  $Z_0=400 \text{ Ns/m}^3$  bei Zimmertemperatur verwendet [21]. Den Wert der akustischen Impedanz benötigt man, um den Toolingfaktor und die Aufdampftrate zu bestimmen. Das in dieser Arbeit verwendete Messgerät TM-350 hat nur einen Eingang. Dieser Eingang kann nur den Parameter von einem Schwingquarz wiedergeben. Die Werte werden in Prozent eingegeben und entsprechen der Rate, mit der das Substrat und der Schwingquarz bedampft wer-

den. Zur ersten Annäherung kann der Toolingfaktor mit Gleichung 2.19 berechnet werden [22].

$$F_{Tooling} = \left( \frac{d_{TQ}}{d_{TS}} \right)^2 \cdot 100\%, \quad (2.19)$$

wobei

$d_{TQ}$  = Abstand vom Tiegeleinsatz zum Schwingquarz

$d_{TS}$  = Abstand vom Tiegeleinsatz zum Substrat

sind.

Berechnet man den Tooling-Faktor über den Winkel, so gilt nach [22]

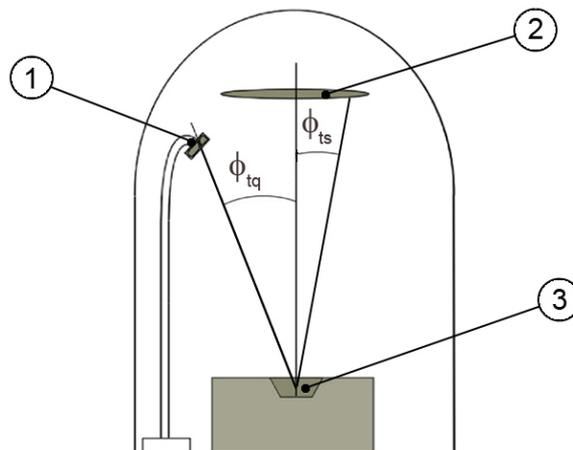
$$F_{Tooling} = \left( \frac{d_{TQ}}{d_{TS}} \right)^2 \cdot 100\% \cdot \left( \frac{\cos \phi_{tq}}{\cos \phi_{ts}} \right), \quad (2.20)$$

wobei

$\phi_{tq}$  = Winkel zwischen Tiegeleinsatz und Schwingquarz

$\phi_{ts}$  = Winkel zwischen Tiegeleinsatz und Substrat

sind.



**Abb. 2.9.:** Skizze zur winkelabhängigen Bestimmung des Toolingfaktors.

1 = Schwingquarz, 2 = Substrat, 3 = Tiegeleinsatz

### 2.3.2. Atomkraftmikroskopie

Als ex-situ-Methode wurden die Messungen mit einem Atomkraftmikroskop zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeit, des Toolingfaktors und der Schichtdicke durchgeführt. Hierbei wird der Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Transmissionseigenschaften des Filters untersucht. Dabei wurde eine  $2330 \mu\text{m}^2$  große Fläche, das Maximum der Scannfläche, vermessen. Die Atomkraftmikroskopie bedient sich der langreichweitigen, anziehenden Wechselwirkung der Van-der-Waals-Kräfte zwischen der zu untersuchenden Probenoberfläche und einer sehr kleinen Spitze<sup>11</sup>. Im Gegensatz zum Rastertunnelmikroskop ist es möglich, sowohl elektrisch leitende als auch elektrisch nichtleitende Materialien zu untersuchen. Es werden alle Kräfte zwischen den Atomen von Spitze und Probe aufsummiert, um die Wechselwirkung zu erhalten. Das Ergebnis dieser Summation ist für einfache Körper und Geometrien bekannt. Man erhält für eine Kugel mit dem Radius  $r$  und dem Abstand  $d$  zu einem Halbraum folgendes Wechselwirkungspotential

$$U(d) \propto -r/6d \quad (2.21)$$

Zur Regelung des Atomkraftmikroskops wird die Abstandsabhängigkeit des Van-der-Waals-Potentials verwendet [23]. Die Regelung der elektronischen Verarbeitung wird mit einem PI-Glied realisiert [24]. Ein piezoelektrischer Scanner übernimmt das Bewegen der Probe in x-y-Richtung. Ein weiterer piezoelektrischer Wandler bewegt die Probe in vertikaler Richtung, so dass unabhängig von den Oberflächenunebenheiten die Kraft zwischen Spitze und Probe stets konstant ist. Aus den z-Verschiebungen des Scanners, die notwendig sind, um den Ausleger in seiner Stellung zu belassen, kann die jeweilige Höhe der Probe ermittelt werden. Die exakte Position der Spitze wird interferometrisch bestimmt. Siehe dazu Abbildung 2.10. Die z-Verschiebung des Scanners wird der aktuellen x-y-Position zugeordnet und als dreidimensionaler Bildpunkt gespeichert. Man erhält so eine geometrische Abbildung der räumlichen Struktur der Oberfläche. Zusätzlich ist es möglich, daraus ein zweidimensionales Höhenprofil entlang einer Linie über die Oberfläche zu erstellen. Dies erlaubt Aussagen über die Oberflächenrauigkeit der Probe zu machen. Es werden laterale Auflösungen im Bereich von 1 nm und vertikale im sub-nm-Bereich (0.1 nm) erreicht.

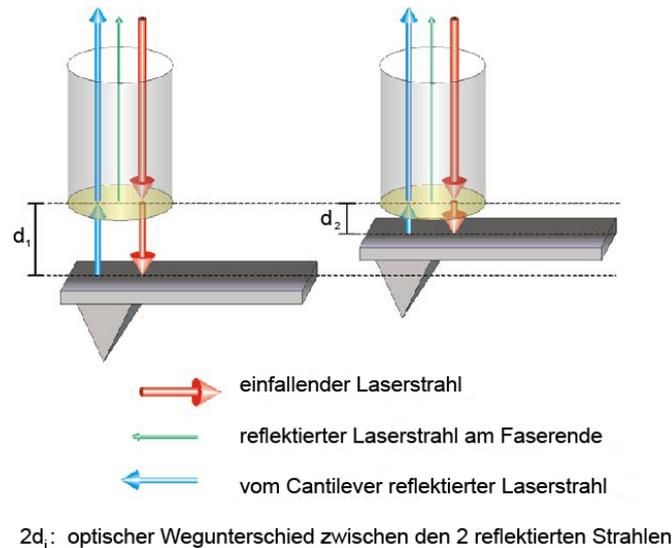
Gemessen wird mit Hilfe eines Federarms, dem Cantilever, an dem die Spitze befestigt ist. Der Federarm biegt sich als Reaktion auf die Kraft zwischen der Spitze und der zu untersuchenden Oberfläche. Für den Federarm gilt das Hooke'sche Gesetz für kleine Abstände

---

<sup>11</sup>Am Cantilever befestigte Spitze, siehe Abbildung 2.10

$$F = -k \cdot x, \quad (2.22)$$

wobei  $F$  die interaktive Kraft,  $x$  der Abstand zwischen der Probe und  $k$  die Federkonstante sind.



**Abb. 2.10.:** Prinzip der interferometrischen Messung am Cantilever [25].

Das Prinzip eines Atomkraftmikroskops ist in Abbildung 2.11 dargestellt. Je nach Betriebsart unterscheidet man zwischen dem *contact mode* und dem *non contact mode*.

In dieser Arbeit wurde der non contact mode verwendet. Bei dem contact mode befindet sich die Spitze im direkten Kontakt mit der Probe. Im contact mode kann man Reibungskräfte messen, die bei der seitlichen Bewegung der Spitze auftreten. So können Materialien mit unterschiedlichen Reibungskoeffizienten unterscheiden werden. Im non contact mode berührt die Spitze die Probe nicht. Man regt den Cantilever in der Nähe seiner Resonanzfrequenz an und hält die Amplitude der Schwingung konstant. Bei Annäherung an die Probenoberfläche ändert sich die Resonanzfrequenz in Abhängigkeit vom Kraftgradienten am Ort der Spitze. Die Spitze beschreibt somit Linien mit konstanten Kraftgradienten. Aus den erhaltenen Aufnahmen der Höhenprofile lassen sich quantitative Aussagen über die Oberfläche treffen. Betrachtet man das Höhenprofil der aufgedampften Schicht und mittelt über die gesamte Fläche, so erhält man die mittlere Rauigkeit über diese Fläche.

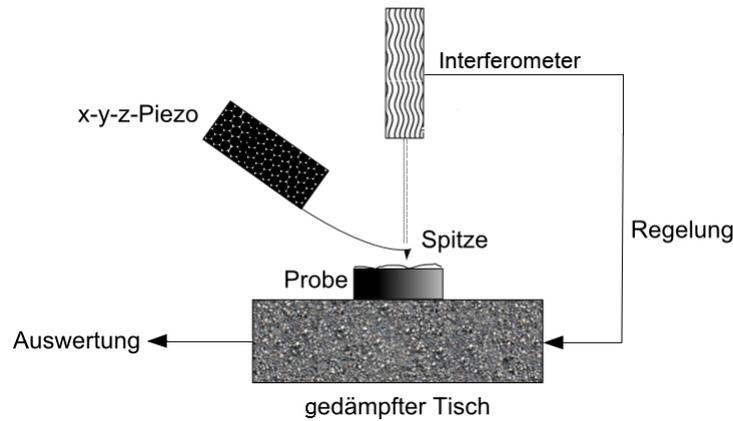


Abb. 2.11.: Prinzip eines AFMs.

Die in sechs Klassen eingeteilten Begriffe zur Gestaltabweichung und Rauheit werden in DIN 4760 (ISO 4287) festgelegt (Abb. 2.12). Diese Begriffe können bis auf die Gestaltabweichung der 1. und 2. Ordnung auch auf Schichtoberflächen übertragen werden. Dabei werden Formabweichung und Welligkeit vom Grundkörper bestimmt. Ebenfalls in DIN-Normen sind die wesentlichen Rauheitskenngrößen festgelegt (Abb. 2.12) zur Oberflächenbeschreibung (DIN 4760, DIN 4761, DIN 4762, ISO 4287). Zu den wichtigsten und am häufigsten angegebenen Rauheitskennwerten gehören nach [26]

- der Mittenrauhwert  $R_a$ , arithmetischer Mittelwert der absoluten Beträge der Abstände  $h_i$  des Istprofils vom mittleren Profil
- die gemittelte Rauhtiefe  $R_z$ , Mittelwert aus den Einzelrauhtiefen fünf aufeinanderfolgender Messstrecken
- die maximale Rauhtiefe, größte Einzelrauhtiefe

Die mittlere Rauhigkeit ist nach [27] definiert als

$$S_a = \frac{1}{MN} \sum_{k=0}^{M-1} \sum_{l=0}^{N-1} |z(x_k, y_l) - \mu|. \quad (2.23)$$

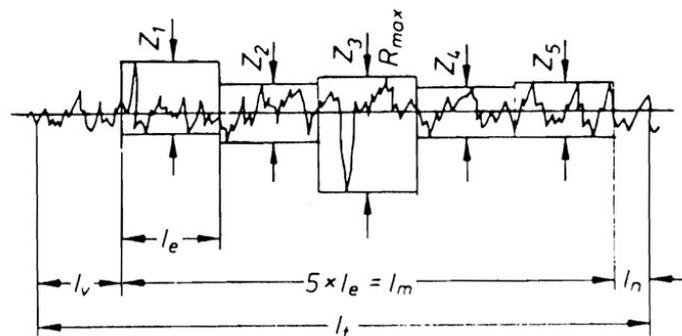
- M = Messstrecke  
 N = Anzahl der Messwerte  
 $z(x_k, y_l)$  = Höhen zu den Orten (x, y)  
 $\mu$  = Mittelwert

Gestaltabweichung (als Profilschnitt überhöht dargestellt)	Beispiele für die Art der Abweichung	Beispiele für die Entstehungsursache
1. Ordnung: Formabweichungen 	Geradheits-, Ebenheits-, Rundheits-Abweichung, u.a.	Fehler in den Führungen der Werkzeugmaschine, Durchbiegung der Maschine oder des Werkstückes, falsche Einspannung des Werkstückes, Härteverzug, Verschleiß
2. Ordnung: Welligkeit 	Wellen (siehe DIN 4761)	außermittige Einspannung, Form- oder Laufabweichungen eines Fräasers, Schwingungen der Werkzeugmaschine oder des Werkzeuges
3. Ordnung: Rauheit 	Rillen (siehe DIN 4761)	Form der Werkzeugschneide, Vorschub oder Zustellung des Werkzeuges
4. Ordnung: Rauheit 	Riefen Schuppen Kuppen (siehe DIN 4761)	Vorgang der Spanbildung (Reißspan, Scherspan, Aufbauschneide), Werkstoffverformung beim Strahlen, Knospenbildung bei galvanischer Behandlung
5. Ordnung: Rauheit Anmerkung: nicht mehr in einfacher Weise bildlich darstellbar	Gefügestruktur	Kristallisationsvorgänge, Veränderung der Oberfläche durch chemische Einwirkung (z.B. Beizen), Korrosionsvorgänge
6. Ordnung: Anmerkung: nicht mehr in einfacher Weise bildlich darstellbar	Gitteraufbau des Werkstoffes	

Die dargestellten Gestaltabweichungen 1. bis 4. Ordnung überlagern sich in der Regel zu der Istoberfläche.  
Beispiel:



Abb. 2.12.: Begriffsbestimmung der Rauheit [26].



$$R_z = \frac{1}{5} (Z_1 + Z_2 + Z_3 + Z_4 + Z_5)$$

Abb. 2.13.: Definitionsbereich der mittleren Rauigkeit [26].



## Kapitel 3.

# Herstellung der Filter

Im folgenden Kapitel wird näher auf die Herstellung der Filter eingegangen. Zudem werden die typischen Herstellungs- und Korrekturmethode, sowie Einflussgrößen während des Aufdampfprozesses bis hin zur Filtermontage näher erläutert.

### 3.1. Elektronenstrahlverdampfungsanlage

Zur Ansteuerung einer Elektronenstrahlverdampfungsanlage benötigt man eine Hochspannungsversorgung, bestehend aus einem Hochspannungsgleichrichter, einer Glättungseinheit und einer primär- und sekundärseitigen Schutzeinrichtung gegen Überstrom. Zudem ist eine Kathodenheizstromversorgung erforderlich, um den Glühdraht auf die zur Elektronenemission nötige Temperatur aufzuheizen. Die Kathode kann mit Wechsel- oder Gleichstrom beheizt werden.

Mit Gleichstrom können kleinere Brennflecke und somit eine höhere Aufdampfrate erreicht werden. Dies lässt sich dadurch erklären, dass das Magnetfeld des Heizstroms, der mit Wechselstrom betrieben wird, eine Oszillation des Elektronenstrahls bewirkt und somit auch eine Vergrößerung des Brennflecks erzeugt [19]. Die Heizleistung, also die Verdampfungsgeschwindigkeit und dementsprechend auch die Aufdampfrate, wird durch die Kathodentemperatur gesteuert.

Ferner benötigt man ein Elektronenstrahlsteuergerät. Dies dient zur Regelung des Ablenksystems, das aus zwei Spulen besteht. Dadurch wird die Positionierung des Elektronenstrahls ermöglicht. Mit dem Gleichanteil wird der Elektronenstrahl statisch positioniert. Mit dem Wechselanteil lässt man den Elektronenstrahl lissajousartig oszillieren. Die so erzeugte oszillierende Bewegung<sup>1</sup> über den Tiegeleinsatz kann prinzipiell variiert und verfeinert werden, indem man den Elektronenstrahl zusätzlich mit einem Kurvengenerator ansteuert. Mit dem Kurvengenerator kann man beliebige Lissajousfiguren erzeugen. Die Frequenz, mit dem der Kurvengenerator den Elektronenstrahl über den Tiegeleinsatz bewegt,

---

<sup>1</sup>Wobbeln oder Sweepen (engl. für Wackeln)

kann je nach zu verdampfendem Material eingestellt werden. Dieses Abrastern erfolgt mit der XY-Sweep Unit<sup>2</sup>. Zudem trägt das Abrastern zu einer gleichmäßigen Verdampfung bei, ohne dass der Elektronenstrahl ein tiefes Loch in den Tiegeleinsatz brennt.

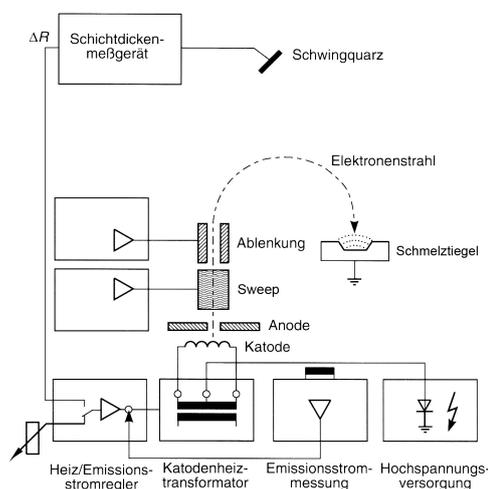


Abb. 3.1.: Skizze zur Ansteuerung des Elektronenstrahlverdampfers.

Beim Elektronenstrahlverdampfen wird mit einem Glühdraht, auch Filament genannt, eine Elektronenwolke erzeugt, durch Hochspannung beschleunigt und auf das zu verdampfende Material und durch einen Permanentmagneten um  $270^\circ$ , siehe Abbildung 2.5 in einen Tiegeleinsatz gelenkt.

Ein Vorteil der  $270^\circ$ -Ablenkung gegenüber einer  $180^\circ$ -Ablenkung ist, dass keine Partikel von oben auf den Glühdraht fallen und ihn zerstören können [28]. Der Elektronenstrahl hat einen Durchmesser von  $\approx 3$  mm. Es können bei dieser Energiedichte alle Materialien verdampft werden, auch Wolfram und Graphit. Die maximale Leistung liegt mit 5 kV und 600 mA bei 3 kW [12]. Die Aufnahme der Tiegeleinsätze besteht aus Kupfer und wird direkt von Kühlwasser durchspült, so dass die Schmelzwärme aus einem Tiegeleinsatz nicht an die Außenwand und an den benachbarten Tiegeleinsätze gelangen kann. Pro zugeführtem Kilowatt benötigt man bei einer Wassertemperatur von  $10^\circ\text{C}$  ca. 11 Kühlwasser pro Minute, in diesem Fall also 31/min.

Da bei der für diese Arbeit verwendeten Anlage eine Mehrtiegelaufnahme vorhanden war, konnten maximal vier unterschiedliche Materialien nacheinander verdampfen, ohne den Rezipienten belüften und evakuieren zu müssen. Dies wird durch eine Drehvorrichtung, die man ausserhalb des Rezipienten bedienen kann, ermöglicht. Der einmal eingestellte Elektronenstrahl kann für nahezu alle Ver-

<sup>2</sup>Gerät zur Steuerung der Oszillation

dampfungen benutzt werden, ohne ihn erneut justieren zu müssen. Ist es notwendig, die Energie um ein Vielfaches zu erhöhen, so ist eine Nachjustierung des Elektronenstrahls durch den XY-Sweep nötig, siehe Abbildung 3.2.

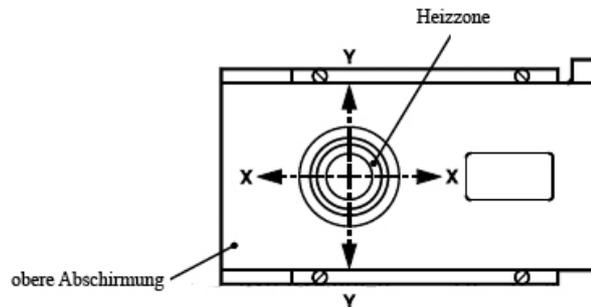


Abb. 3.2.: Elektronenstrahlpositionierung und Schmelzzonenaufweitung [12].

Bei erhöhter Energiezufuhr wird der Elektronenstrahlradius größer, weil die Ablenkung nur durch einen Permanentmagneten erfolgte. Das zu verdampfende Material konnte als Pulver, Span, Granulat oder aus zerkleinerten Drahtstücken bestehend eingeschmolzen werden. Beim Aufdampfen sollten sehr reine Materialien verwendet werden, um einen möglichst homogenen Schichtaufbau zu gewährleisten. Es gibt auch Verfahren, bei denen man eine Legierung, also zwei oder mehr Materialien gleichzeitig aufdampft [17]. Diese Verfahren wurden in dieser Arbeit jedoch nicht benötigt. Durch die Verwendung von Tiegeleinsätzen wurde die Verdampfungsrate erhöht, da so der Wärmetransport zwischen Verdampfungsma- terial und wassergekühlter Tiegelaufnahme verringert wurde. Zudem verringerte sich dadurch die Kontaminierung der Tiegeleinsätze bei wechselndem Verdampfungsma- terial [29].

Aufgrund der thermischen Entkopplung sind die typischen Tiegeleinsatzma- terialien aus Grafit, Fabmate<sup>®</sup> sowie Titannitrid<sup>3</sup>. Fabmate<sup>®</sup> ist ein Grafit mit einer besonderen Oberflächenbehandlung durch amorphem Kohlenstoff. Dieses Tiegel- material ist besonders für die Aluminiumverdampfung geeignet [30]. Ein Vergleich von Fabmate<sup>®</sup> mit Grafit ist im Anhang in Tabelle 3.1 angeführt.

Eine gemeinsame Eigenschaft der Tiegel sollte die hohe elektrische Leitfähigkeit sein. Sie verhindert, dass sich ein Tiegel elektrisch auflädt, der Elektronenstrahl dadurch abgelenkt oder reflektiert wird und somit andere Bauteile anstelle des Tiegels getroffen werden, schlimmstenfalls gegen die Wand des Rezipienten.

Der Substrathalter wurde konstant mit  $14 \text{ Umin}^{-1}$  gedreht. Diese Bewegung war notwendig, um die Bedampfung nicht immer unter gleichem Winkel, also gerich- tet, erfolgen zu lassen. Dies war unter anderem ein Parameter zur Erreichung

<sup>3</sup>Intermetallisches Material

geringer Rauheit, da so die Teilchen gleichmässig aufgetragen wurden.

### 3.1.1. Tooling-Faktor

Der Tooling-Faktor ist die Skalierung der Aufdampfrate zwischen dem Schwingquarz und dem Substrat. Unterschiede in der Skalierung werden, wie bereits in den Grundlagen unter 2.3.1. beschrieben, durch den Tooling-Faktor kompensiert. Er wird in das Gerät (Maxtek TM-350)<sup>4</sup> eingegeben, das dann die Daten vom Schwingquarz analysiert. Das Gerät berechnet durch die Eingabe der material-spezifischen Daten wie Dichte und akustische Impedanz die Aufdampfrate und somit die aufgetragene Schichtdicke. Die Werte sind am Gerät abzulesen. Der Tooling-Faktor  $F_{Tooling}$  kann mit Gleichung 2.19 oder Gleichung 2.20 bestimmt werden.

Hat man erstmals den Tooling-Faktor durch Gleichung 2.19 oder Gleichung 2.20 ermittelt, kann weiterhin vereinfacht per Dreisatz, siehe Gleichung 3.1, der Tooling-Faktor wie folgt bestimmt werden:

Nachdem die gewünschte Schichtdicke erreicht ist, liest man den Wert am Thickness-Monitor, der die aufgetragene Dicke in Å angibt, ab. Danach misst man die Dicke extern z.B. mittels eines AFMs und errechnet den Korrekturwert. So kann man die tatsächliche Dicke der Schicht am Thickness-Monitor während des Aufdampfens ablesen und kontrollieren.

$$TF_{neu} = TF_{alt} \cdot \frac{TM}{AFM} \quad (3.1)$$

mit

- $TF_{alt}$  = Tooling-Faktor vor dem Abgleich
- $TF_{neu}$  = Tooling-Faktor nach dem Abgleich
- TM = abgelesene Dicke am Thickness-Monitor
- AFM = mit dem AFM gemessene Dicke.

---

<sup>4</sup>TM=Thickness-Monitor

## 3.2. Filterherstellung

### 3.2.1. Einflussgrößen auf die Qualität der Filter

In diesem Kapitel werden die wichtigsten Einflussgrößen, die die Beständigkeit und Oberflächenbeschaffenheit maßgeblich bestimmen, erläutert. Zu den Größen gehören die Tiegelsatzmaterialien, Aufdampfrate, mechanische Spannungen, Luftfeuchtigkeit und Abschwemmbarkeit der Filterfolien.

#### 3.2.1.1. Tiegelsatzmaterialien

Die Materialeigenschaften der Tiegelsätze sind prozessrelevante Faktoren für die Qualität der Filter. Exemplarisch für Grafit- und Fabmate<sup>®</sup>-Tiegelsätze sind in Tabelle 3.1. die wichtigsten Daten angeführt. Auf einen intermetallischen Tiegelsatz, von dem keine Daten zur Verfügung stehen, kann hier nicht näher eingegangen werden. Bei der Verwendung in dieser Arbeit sind die Leitfähigkeit und der spezifische elektrische Widerstand die wichtigsten Eigenschaften. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3.3, 3.5 und 3.6 deutlich gemacht.

**Tabelle 3.1.:** Vergleich von Fabmate<sup>®</sup> mit Grafit nach [30]

	Fabmate <sup>®</sup>	Grafit
Rohdichte	1.82 g/cm <sup>3</sup>	>1.5 g/cm <sup>3</sup>
spez. el. Widerstand	$1.350 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$	$7 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$
Wärmeleitfähigkeit	121 W/mK	24 W/mK

#### 3.2.1.2. Aufdampfrate

Die Aufdampfrate ist, wie schon erwähnt, eine Größe zur Steuerung der Oberflächenbeschaffenheit. Die Ergebnisse sind in Kapitel 4. bildlich dargestellt. Messwerte sind hierzu dem Anhang zu entnehmen. Abbildung 3.3 zeigt die Einflüsse der unterschiedlichen Aufdampfraten bei verschiedenen Tiegelmaterien, bezogen auf die mittlere Rauigkeit. Wie erwartet, steigt die Aufdampfrate mit der Leistungserhöhung des Elektronenstrahls. Abbildung 3.4 stellt die Proportionalität von Aufdampfleistung zur Aufdampfrate dar. Bei Zirkonium führt eine zu niedrige Aufdampfrate (unter 1 Å/s) dazu, dass die Schicht vom Substrat in kleine Partikel zerfällt. Dies geschieht, weil die Spannungen im Material zu hoch sind. Die optimalen Aufdampfraten sind den Tabellen im Anhang zu entnehmen.

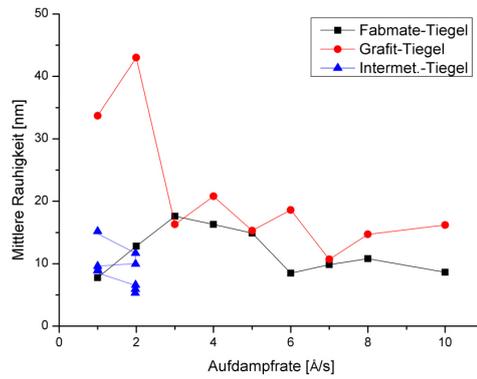


Abb. 3.3.: Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate und Tiegelmateriale bei Aluminium.

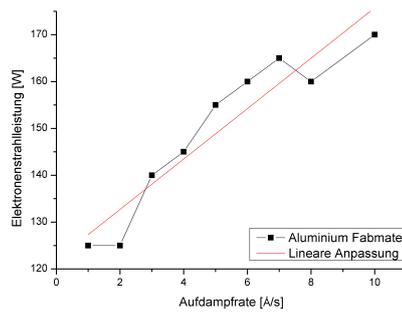


Abb. 3.4.: Proportionalität von Aufdampfrate und Leistung.

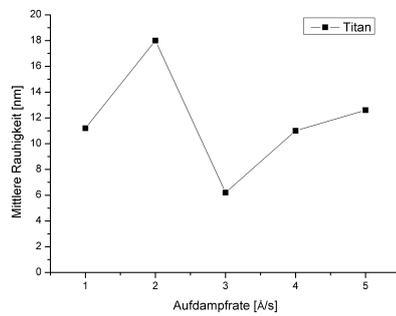


Abb. 3.5.: Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate bei Titan

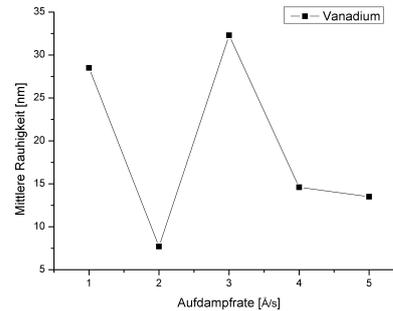


Abb. 3.6.: Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate bei Vanadium

### 3.2.1.3. Mechanische Spannungen

Der Einfluss der Spannungen im Filtermaterial wird hier nur theoretisch betrachtet, da eine Messung der Substrattemperatur zur Zeit des Herstellens der Filterfolien nicht möglich war. Am Ende der Arbeit wurde ein Thermoelement in den Rezipienten eingebaut. Das Thermoelement dient hauptsächlich zur Temperaturüberwachung des Elektromotors am Substrathalter, der ihn drehte. In dünnen Schichten entstehen mechanische Spannungen, wenn die Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat<sup>5</sup> unterschiedlich sind [19]. Es können Zug- und Druckspannungen entstehen. Zugspannungen haben ein positives, Druckspannungen ein negatives Vorzeichen. Die Spannung  $\sigma$  setzt sich additiv aus thermischer Spannung  $\sigma_T$  und innerer Spannung  $\sigma_i$  zusammen.

$$\sigma = \sigma_T + \sigma_i \quad (3.2)$$

Werden die Messungen bei einer anderen Temperatur als beim Beschichtungsvorgang gemessen, so gilt

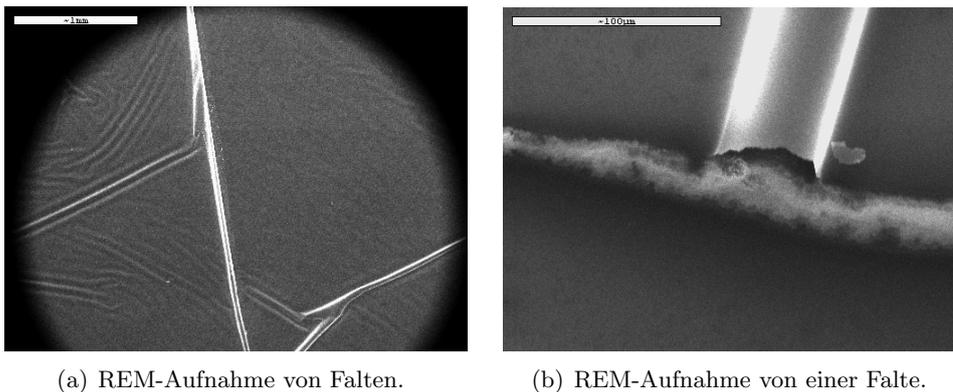
$$\sigma_T = E_S (\alpha_s - \alpha_U) (T_B - T_M) \quad (3.3)$$

mit

- $E_S$  = Elastizitätsmodul der Schicht [N/m<sup>2</sup>]
- $\alpha_s$  = mittl. thermischer Ausdehnungskoeffizient der Schicht [m/K]
- $\alpha_U$  = mittl. thermischer Ausdehnungskoeffizient der Schichtunterlage [m/K]
- $T_B$  = Substrattemperatur während der Beschichtung [K]
- $T_M$  = Substrattemperatur während der Messung [K].

<sup>5</sup>24 mm × 24 mm × 0.15 mm große Deckgläschen

Einige der vielen Einflussgrößen bezogen auf die mechanischen Spannungen sind Kondensationsgeschwindigkeit (Aufdampftrate), Substrattemperatur und Schichtdicke [19]. Die Spannungen sind maßgeblich am Reißen der Filterfolien beim Abschwemmen beteiligt. Zudem gehört eine wellige Oberfläche als Spannungsausgleich. Die Falten verhindern das Einreißen der Filter durch thermische Beanspruchung oder geringer Druckunterschiede im Vakuum des z.B. Versuchsaufbaus zur Transmissionsmessung. Siehe dazu Abbildung 3.5.

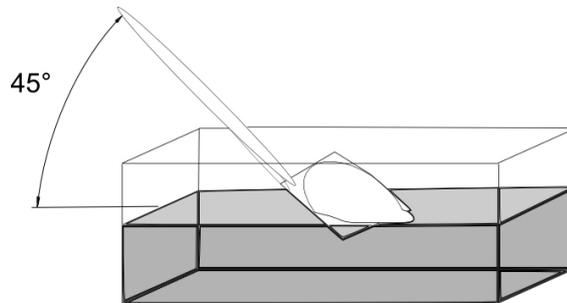


**Abb. 3.7.:** a) Zufällige Anordnung von Falten auf einer Filteroberfläche.  
b) Falte mit einer Breite von  $\approx 50 \mu\text{m}$ .

#### 3.2.1.4. Luftfeuchtigkeit und Abschwemmbarkeit

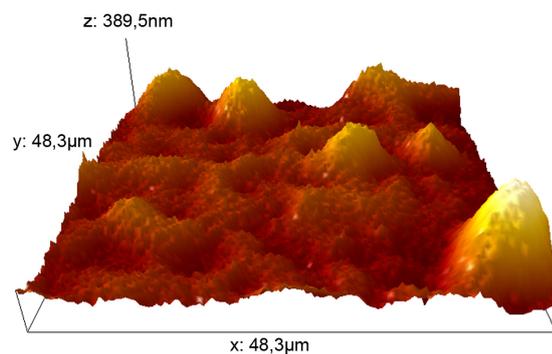
Als weitere Einflussgröße ist Luftfeuchtigkeit ein wichtiger Aspekt, der das Abschwemmverhalten beeinflusst. Insbesondere wurde das Abschwemmverhalten von Aluminium mit NaCl untersucht. Das NaCl dient als wasserlösliche Schicht zwischen dem Substratträger Glas und dem aufgedampften Metall. Wenn das aufgedampfte Metall schlecht von der NaCl-Schicht abzulösen ist, kann es zum Reißen der Metallschicht kommen. Zu beachten ist dabei, dass die abzuschwemmende Metallschicht eine ausreichend dicke Zwischenschicht aus Natriumchlorid oder eines ähnlichen wasserlöslichen Salzes wie Natriumbromid, Natriumsulfat, Kaliumjodid oder Victawet<sup>®</sup>. Victawet<sup>®</sup> besteht aus  $\text{Na}_2(\text{RO})_2\text{P}_2\text{O}_6$ ; R ist ein Medium aus einer aliphatischen Gruppe [31]. Zu diesem Abschnitt der Herstellung der Filter wurde eine Messreihe erstellt. Diese Messreihe bestand darin, dass Substrate mit verschiedenen dicken NaCl-Schichten von 100 nm bis 600 nm in 100 nm-Schritten hergestellt wurden. Zudem wurden die NaCl-Schichten mit Aluminium von 200 nm-Dicke bedampft. Als nächstes wurde untersucht, wie sich einzelne Proben unverzüglich nach dem Aufdampfprozess abschwemmen ließen.

Dazu musste mit verschiedenen Eintauchgeschwindigkeiten, von sehr langsam bis relativ schnell, die fertig aufgedampfte Metallschicht mit NaCl als Unterlage umgehend nach dem Aufdampfprozess in destilliertes Wasser soweit eingetaucht werden, bis die Metallschicht auf der Oberfläche des Wasser schwamm.



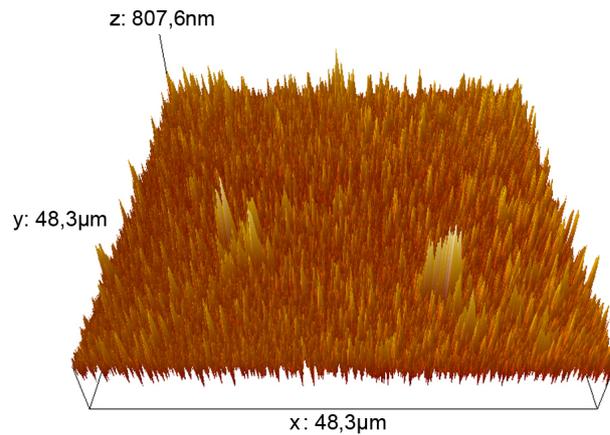
**Abb. 3.8.:** Skizze zum Eintauchwinkel eines Filters in destilliertem Wasser.

Wegen der Oberflächenspannung des Wassers ging das Filter nicht unter. Zu beobachten war, dass die Schicht mit 100 nm NaCl schlecht abzulösen ist. Als erstes Ergebnis kam heraus, dass, je dicker die NaCl-Schicht ist, desto besser lässt sich das Metall abschwemmen. Dies ist nur für das sofortige Abschwemmen nach dem Aufdampfprozess gültig. Lässt man die noch unfertigen Filter zwischen einem und mehreren Tagen offen in einem Raum, der Reinheit notwendiger Weise in einem Reinraum, liegen, so ziehen diese Luftfeuchtigkeit aus der Umgebung. Diese Luftfeuchtigkeit reicht aus, um das Salz vorab aufzulösen, ohne dass sich die Schicht gänzlich ablöst. Dadurch, dass man die unfertigen Filter der Raumluftfeuchtigkeit aussetzt, ist auch bei 100 nm-Schichtdicke des Salzes eine sehr gute Abschwemmung möglich. Eine zu dicke Salzschrift führt zur Zunahme der Oberflächenrauheit der Filterrückseite, zu sehen in Abbildung 3.9.



**Abb. 3.9.:** AFM-Aufnahme der Rückseite eines abgeschwemmten Aluminiumfilters.

Lagerte man die Filter über mehrere Wochen an feuchter Raumluft, löste sich die NaCl-Schicht auf und der Filter konnte nicht mehr abgeschwemmt werden.



**Abb. 3.10.:** AFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von trockenem NaCl. Hergestellt mit einer ADR von 22 Å/s. Dicke = 400 nm.

Um dies zu vermeiden, wurde ein mit feuchtigkeitbindendem Material ausgelegter Behälter zur Aufbewahrung benutzt. Zum Vorbeugen vor Oxidation, ist es notwendig die Lagerung der Filter trocken und möglichst sauerstofffrei zu halten. Die in dieser Arbeit hergestellten Filter lagerten trocken, jedoch nicht in einem Vakuum. Dies war in diesem speziellen Fall auch nicht unbedingt nötig. Die Oxidation bewirkt eine Abnahme der Reflexion, die jedoch nicht zum tragen kommt, da die Reflexion bei EUV- und Röntgenstrahlung, wie schon erwähnt, zu vernachlässigen. Die Auswirkung der Oxidation ist bei Aluminium nicht so gravierend wie bei z.B. Silber (Sulfidbildung). Silber sollte möglichst sauerstofffrei gelagert werden.

## Kapitel 4.

# Charakterisierung der Filter

Die Charakterisierung der Filter erfolgte in drei Abschnitten:

1. Oberflächenbeschaffenheit, Rauigkeit, Schichtdicke
2. Pinholes
3. Transmission

Als erstes wurden die Filter auf ihre Oberflächenbeschaffenheit hin untersucht. Dies erfolgte mit einem AFM, dessen Arbeitsweise in Kapitel 2.3.3. beschrieben wurde. Des Weiteren erfolgte die Vermessung der Pinholes. Dazu wurde die Anzahl und Größe der Pinholes ermittelt. Gemessen wurden lediglich die größten Pinholes. Dies geschah mittels einem Durchlichtmikroskops und einem REMs. Zuletzt wurden die Transmissionseigenschaften der Filter ermittelt und mit den theoretischen Werten verglichen.

### 4.1. Oberflächenbeschaffenheit

Als wichtiges Kriterium beim Aufdampfen ist die mittlere Rauigkeit. Sie ist ein Indiz für eine homogene und qualitativ hochwertige Oberfläche der Filter. Die Qualität der Oberfläche ist abhängig von der Aufdampfrate. Beim Ermitteln der optimalen Aufdampfrate hat es sich als notwendig erwiesen, stetig die Leistung der Bedampfung zu erhöhen, bis sich ein Optimum der mittleren Rauigkeit in Bezug auf die Aufdampfrate eingestellt hat. Dies geschah in Intervallen von jeweils 5 mA/5 min. Die optimale Aufdampfrate von Aluminium, das aus einem Fabmate<sup>®</sup>-Tiegel aufgedampft wurde, ergab eine Oberfläche mit einer mittleren Rauigkeit von 5.94 nm bei einer Aufdampfrate von 6 Å/s. In den nachfolgend abgebildeten Graphen sind die jeweiligen Rauigkeiten in Bezug auf Tiegelmateriale und Aufdampfrate abzulesen.

Der optimale aus den Höhenprofilen erreichte Wert der mittleren Rauigkeit einer Aluminiumoberfläche lag bei 5.03 nm. Dieses ist weniger als 2,5% der Schichtdicke. Diese wurde mit einem intermetallischen Tiegel realisiert. Alle prozessrelevanten Parameter sind im Anhang A. den Tabellen zu entnehmen.

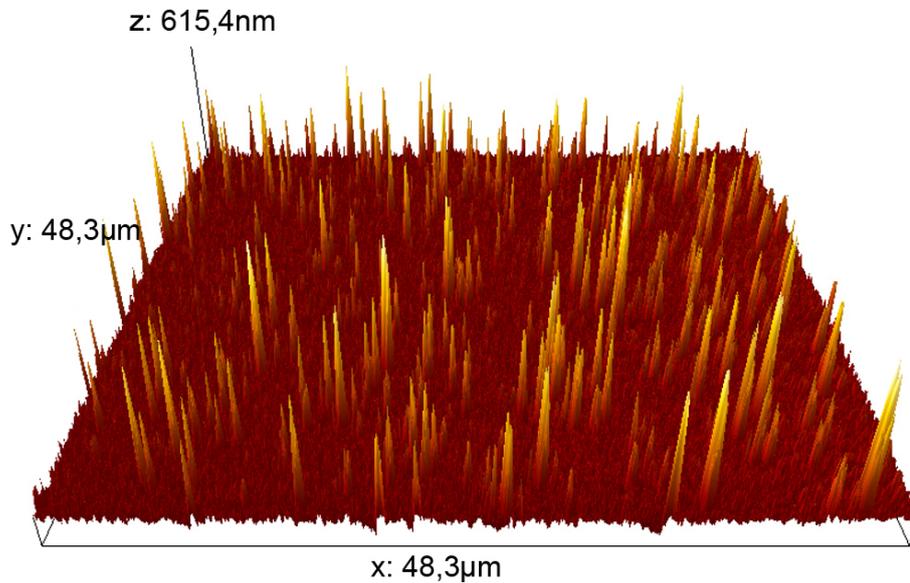


Abb. 4.1.: AFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Aluminium, aufgedampft aus einem Fabmate®-Tiegel.

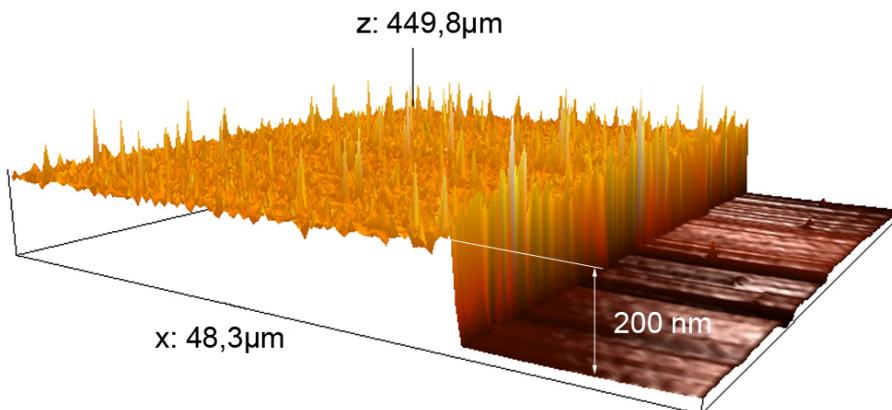


Abb. 4.2.: AFM-Aufnahme zur Schichtdickenermittlung mit einer Schichtdicke von 200 nm.

In Abbildung 4.3 ist das Schichtdickenprofil, das mit einer Software<sup>1</sup> ausgewertet wurde, dargestellt. Zu sehen ist das Profil einer Aluminiumschicht. Hierbei wurde über die Oberfläche gemittelt, wodurch man die mittlere Dicke erhielt, die bei 200 nm lag.

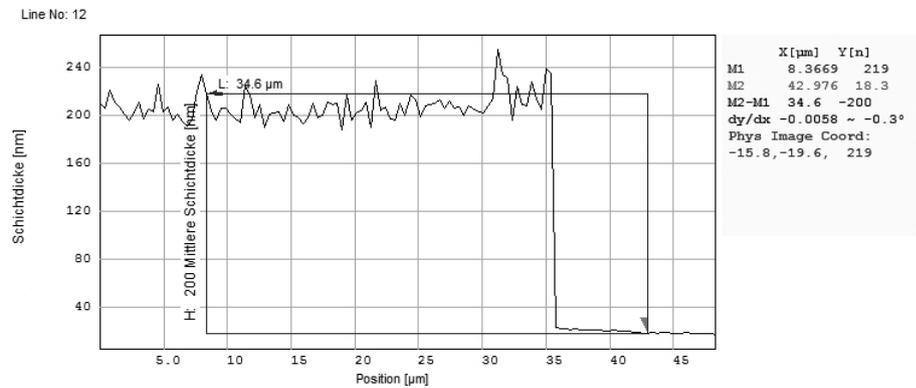


Abb. 4.3.: SPIP-Graphik eines Schichtdickenprofils.

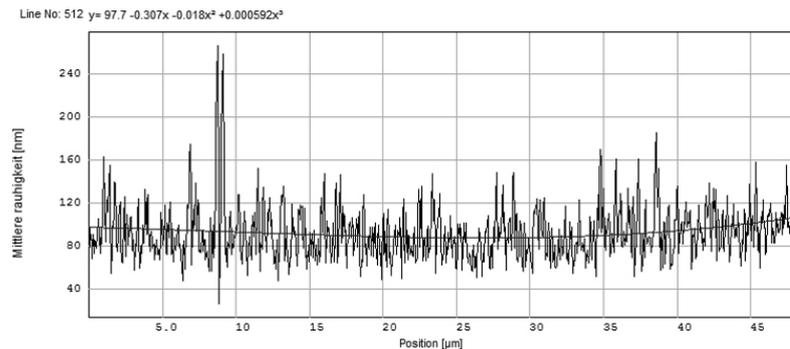
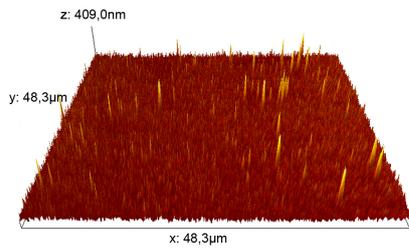


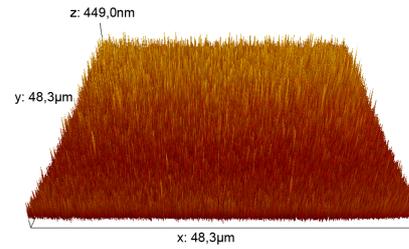
Abb. 4.4.: SPIP-Graphik des Rauigkeitsprofils von Aluminium.

Dieses Messprinzip wurde bei jeder Messung der verwendeten Materialien zur Bestimmung der Schichtdicke angewandt. Abbildung 4.4 zeigt exemplarisch ein Rauigkeitsprofil. Die mittlere Rauigkeit eines Aluminiumfilters beträgt bei optimaler Prozesseinstellung 5.03 nm. Auffällig ist der Peak bei Position = 8 µm in Abbildung 4.4. Dies ist, wie in Abbildung 4.1 zu sehen (gelbe Peaks), eine Materialanhäufung durch Clusterbildung. Diese Ausreißer sind maßgeblich daran beteiligt, die Rauigkeit der Filter zu vergrößern.

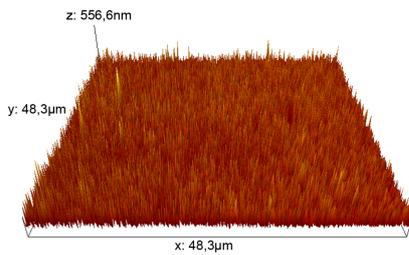
<sup>1</sup>Scanning Probe Image Processor. Diese Software erlaubt umfangreiche Auswertungen und Darstellungsmöglichkeiten von AFM Messresultaten sowie von 3D-Daten.



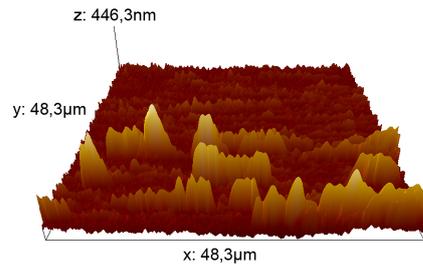
**Abb. 4.5.:** *SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Aluminium.*



**Abb. 4.6.:** *SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Titan.*



**Abb. 4.7.:** *SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Vanadium.*



**Abb. 4.8.:** *SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Zirkonium.*

Abbildungen 4.5. bis 4.8. zeigen AFM-Aufnahmen, die die unterschiedlichen Oberflächenbeschaffenheiten von Aluminium, Titan, Vanadium und Zirkonium veranschaulichen. Die Auffälligkeiten der Oberflächenbeschaffenheit bei Zirkonium sind darauf zurückzuführen, dass das AFM bei der Messung des Zirkoniums Fehler aufwies, die nicht behoben werden konnten. Die Parameter zur Herstellung wurden daher nur teilweise ermittelt und sollten in einer weiterführenden Arbeit überprüft und vervollständigt werden. Demnach konnte für Zirkonium keine Dickenmessung und auch die Ermittlung des Tooling-Faktors nicht bestimmt werden. Die daraus resultierende relative Schichtdicke konnte nur vom Thickness-Monitor abgelesen werden.

## 4.2. Pinholes

Bei PVD-Prozessen können Defekte in Form von Pinholes auftreten. Diese können entstehen, wenn sich Staubpartikel oder sonstige Verschmutzungen auf dem Substrat befinden. Außerdem können beim Belüften des Rezipienten Partikel verwirbelt werden und sich so auf die gerade entstandene Schicht niederschlagen. Weitere Gründe sind die Eigenspannung oder thermische Ausdehnung des Substrates [19]. Der Beschichtungsprozess an sich kann eine weitere Ursache sein. Hier können Metallspritzer und eine unsachgemäße Prozessführung, wie beispielsweise eine zu hohe Aufdampfenergie oder -rate ein Grund zur Bildung von Pinholes sein. Zur Verringerung der Anzahl von Pinholes wurde eine Flowbox<sup>2</sup> um die Aufdampfanlage herum aufgestellt, siehe Abbildung 4.9 und die Substrate in einem Ultraschallbad gesäubert.

Zudem wurde ein Luftfilter mit einer Drosselung vor das Belüftungsrohr montiert, so dass die Belüftung langsamer verlief und somit die Verwirbelung der Teilchen im Rezipienten minimiert wurde. Auffällig war, dass Natriumbromid an Stelle von NaCl die Anzahl der Pinholes minderte. NaBr bildet eine gipsartige Masse und bindet Luftfeuchtigkeit in sich, so dass das Vakuum nicht zum Aufdampfen ausreicht. Es muss immer neues NaBr benutzt werden.

Zur Charakterisierung wurde als grobes Messinstrument eine LED-Taschenlampe mit einer vormontierten Blende verwendet. Diese triviale Methode erwies sich als ein vereinfachtes Durchlichtverfahren. Zur genaueren Erfassung der Anzahl der Pinholes wurde ein Durchlichtmikroskop benutzt. Durch eine grobe Zählung wurden ca. 150-260 Pinholes/Gesamtfilterfläche ( $A_{Ges} \approx 4.50 \text{ cm}^2$ ), je nach Metall und Herstellungsprozess, ermittelt. Mit den REM-Aufnahmen wurde die Form und Größe erkenntlich. Dabei war festzustellen, dass die Form der Pinholes unsymmetrisch war. Dies ist ein Indiz für eine Krafteinwirkung durch Fremdpartikel oder Cluster vom verdampfenden Material.

In Abbildungen 4.10 bis 4.12 werden Pinholes in Abhängigkeit von den Tiegelmaterialien gegenübergestellt.

Eine nachfolgende Charakterisierung erfolgte durch den Einbau der Filter in einem Versuchsaufbau, in dem ein laserinduziertes Plasma erzeugt und die Plasmastrahlung gefiltert wurde. Bei dieser Charakterisierung ging es darum, die Filter auf Homogenität und Pinholes zu untersuchen. Abbildung 4.13 zeigt den Versuchsaufbau zur Pinholecharakterisierung. Im gesamten Versuchsaufbau herrschte ein Vakuum von  $<1 \times 10^{-4}$  mbar vor.

---

<sup>2</sup>reinraumähnliche Verkleidung

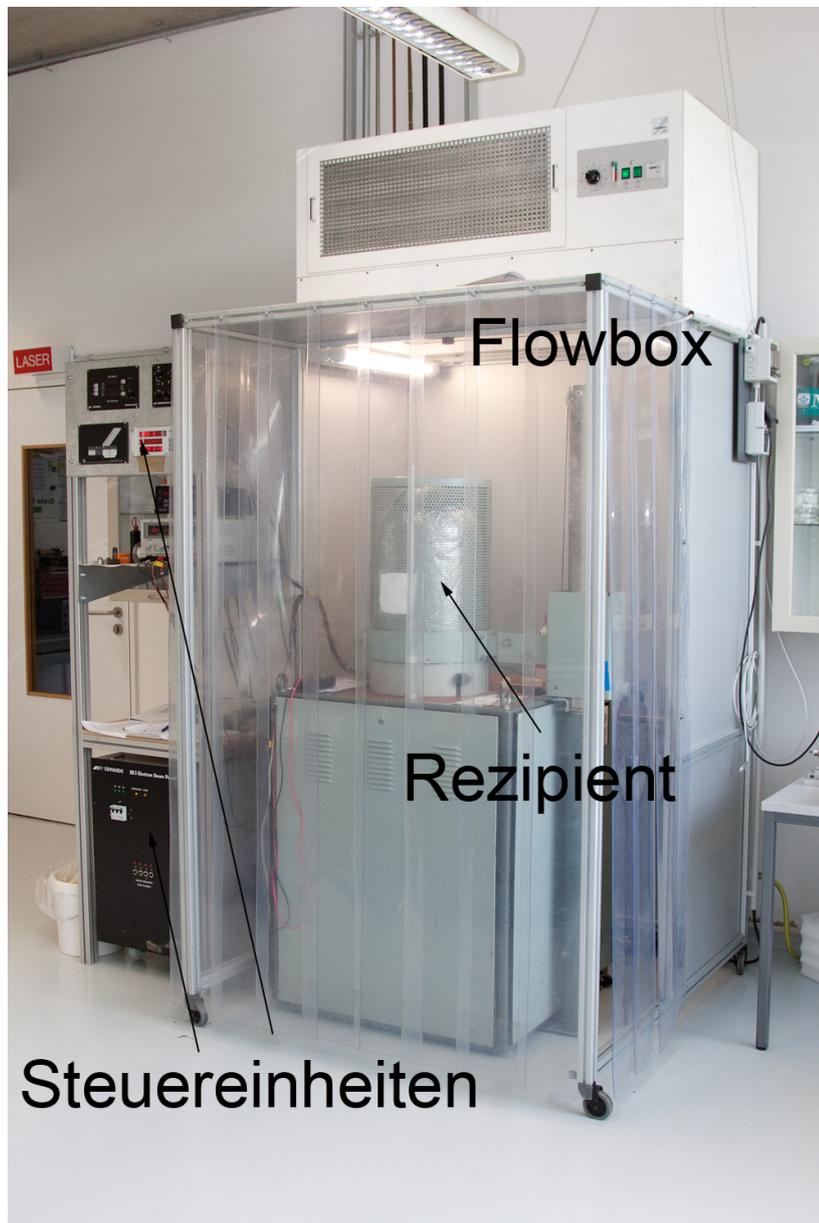
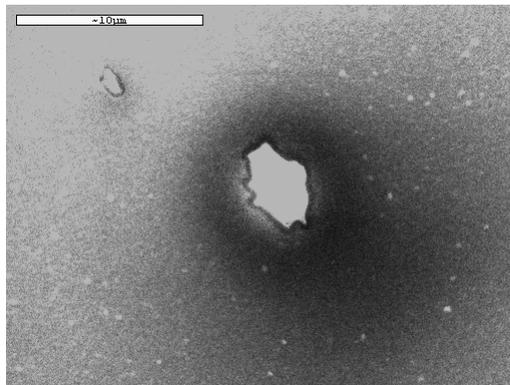


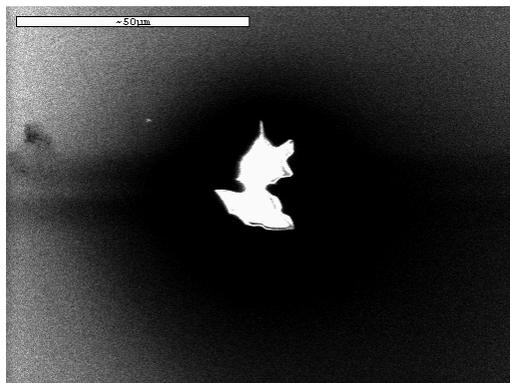
Abb. 4.9.: Elektronenstrahlaufdampfanlage mit Flowbox.



**Abb. 4.10.:** REM-Aufnahme von Pinholes in Aluminium. Die Erhebungen an den Pinholes entstanden durch den Elektronenstrahl des REMs.



**Abb. 4.11.:** REM-Aufnahme von Pinholes im Aluminiumfilter aus einem Fabmate<sup>®</sup>-Tiegel (Durchmesser  $\approx 10 \mu\text{m}$  und  $\approx 4 \mu\text{m}$ ).



**Abb. 4.12.:** REM-Aufnahme von einem Pinhole in Aluminium aus einem intermetallischen Tiegel (Durchmesser  $\approx 20 \mu\text{m}$ ).

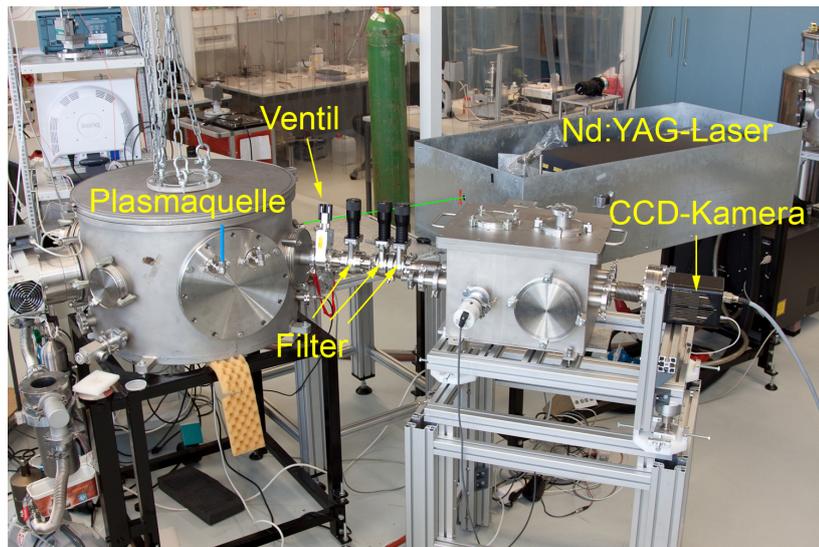


Abb. 4.13.: Versuchsaufbau zur Charakterisierung von Pinholes.

Die Aufnahmen einer CCD-Kamera in Abbildungen 4.14 bis 4.16 zeigen die Totalen der eingebauten Filter. Zu erkennen sind kleine, dunkle Bereiche, die zum Teil Staubpartikel auf dem CCD-Chip sind, und großflächige Bereiche, die auf Inhomogenität oder Verschmutzung des Filtermaterials hinweisen. Die hellen Punkte sind Pinholes. Pinholes beugen die im Versuch erzeugte Plasmastrahlung. Dies ist in Abbildung 4.17(a) zu sehen. Die REM-Aufnahmen ergaben einen mittleren Durchmesser der Pinholes von  $\approx 10 \mu\text{m}$ . Dies ergibt nach Gleichung 4.1 laut [5] einen halben Öffnungswinkel von  $\approx 160 \text{ mrad}$  (bei  $\lambda = 13 \text{ nm}$ ).

$$\theta_{null} = 1,22 \frac{\lambda}{d} \quad (4.1)$$

mit

- $\lambda$  = Wellenlänge der Strahlung [nm]
- $d$  = Durchmesser des Pinholes [ $\mu\text{m}$ ]
- $\theta_{null}$  = halber Öffnungswinkel [mrad].

Das Pinhole in Abbildung 4.17(a) hat einen Durchmesser von  $\approx 100 \mu\text{m}$ . Nach Umformung von Gleichung 4.1 errechnet sich von dem Abstand des Pinholezentrums bis zum ersten Minimum der 1. BO<sup>3</sup> ein  $\lambda$  von  $\approx 8 \text{ nm}$ .

---

<sup>3</sup>Beugungsordnung

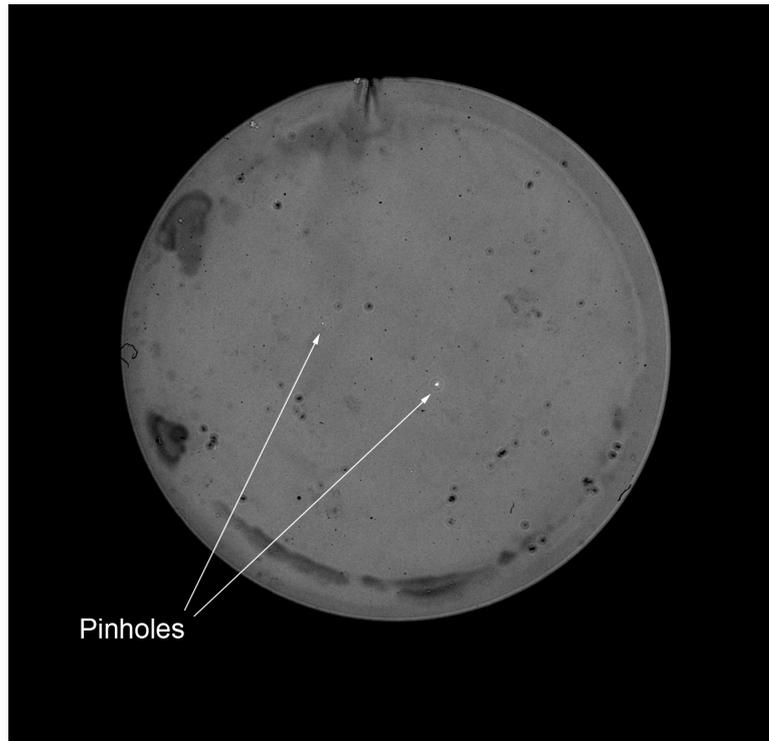


Abb. 4.14.: CCD-Aufnahme der Totalen eines Aluminiumfilters.

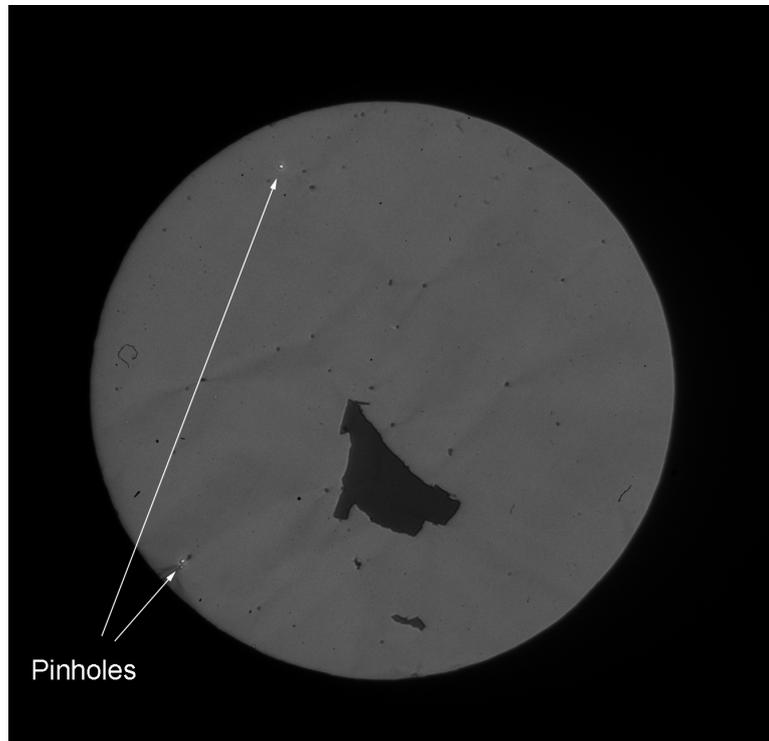


Abb. 4.15.: CCD-Aufnahme der Totalen eines Titanfilters.

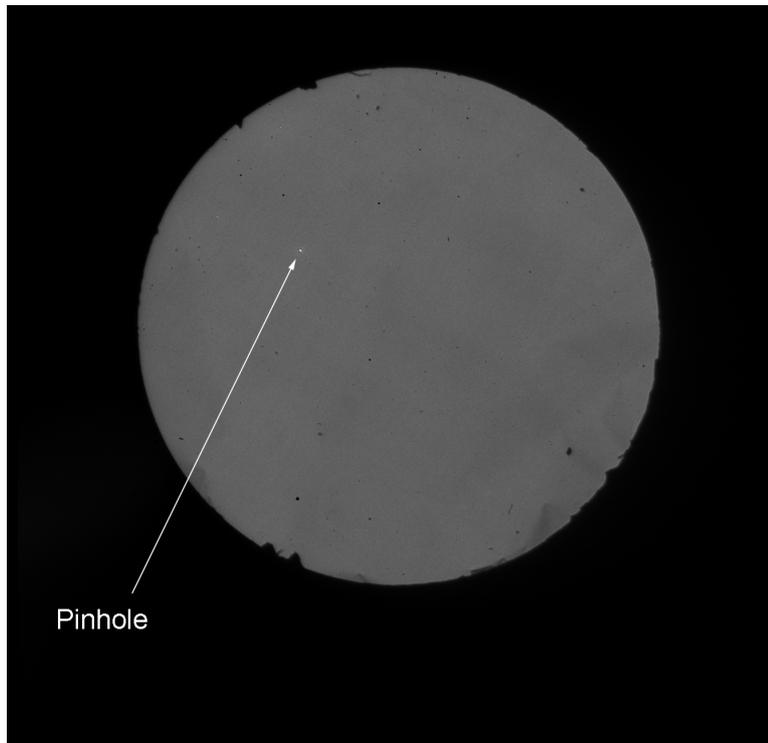
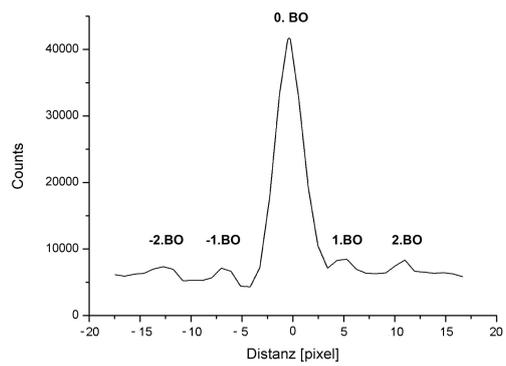


Abb. 4.16.: CCD-Aufnahme der Totalen eines Zirkoniumfilters.



(a) Vergrößerung des Pinholes aus Abbildung 4.14.



(b) Airyscheibchen

Abb. 4.17.: a) Vergrößerung des Pinholes aus Abbildung 4.14.  
b) Größe der Airyscheibchen.

### 4.3. Transmissionsmessungen der Filter

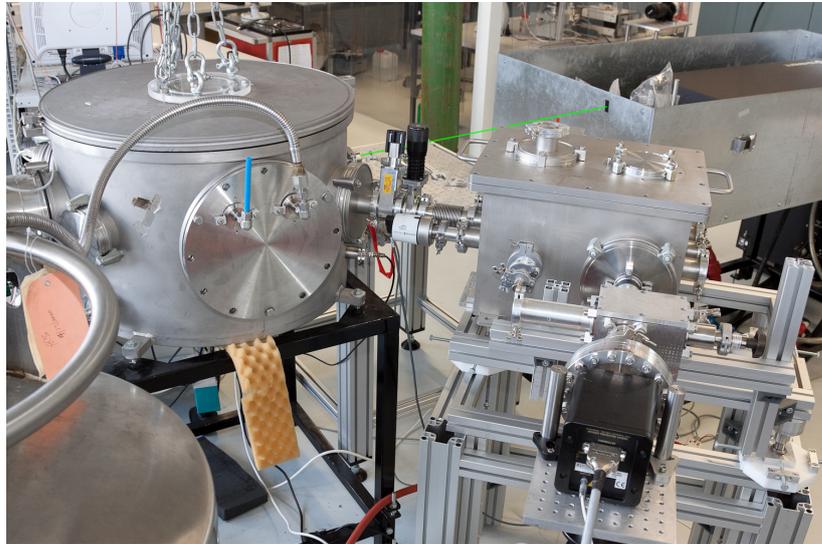


Abb. 4.18.: Versuchsaufbau zur Transmissionsmessung.

Wie schon in Unterkapitel 2.1.3 erwähnt, sind Relativmessungen einfach durchzuführen. Hierzu wurden Transmissionsmessungen der jeweiligen Filter in einem evakuierbaren Versuchsaufbau vorgenommen. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 4.18 dargestellt. Es wurde ein Zirkoniumfilter als Schutz eines Multilayerspiegels aufgebaut. Der Multilayerspiegel monochromasierte die Strahlung zu  $\lambda = 13 \text{ nm}$ . Auf die Entstehung der Monochromasierung durch einen Multilayerspiegel wird hier nicht näher eingegangen.

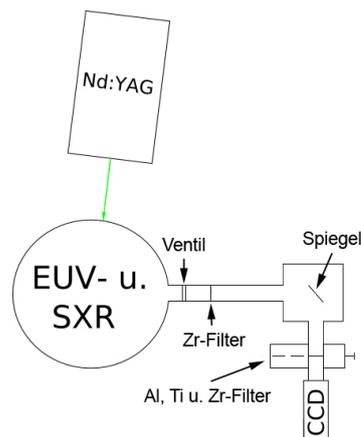


Abb. 4.19.: Skizze zur Transmissionsmessung.

Auf einem Schieber wurden die Filter aus Aluminium, Titan und Zirkonium

montiert. So konnte man die Transmissionen separat untersuchen. Die Filter wurden jeweils nur halb auf einen Montagering aufgetragen, damit eine Relativmessung von  $I$  zu  $I_0$  vorgenommen werden konnte. In Abbildung 4.20 wird die berechnete Transmissionskurve mit der Transmissionskurve nach [32] verglichen. Darin ist eine Übereinstimmung der Transmissionsverläufe zu erkennen.

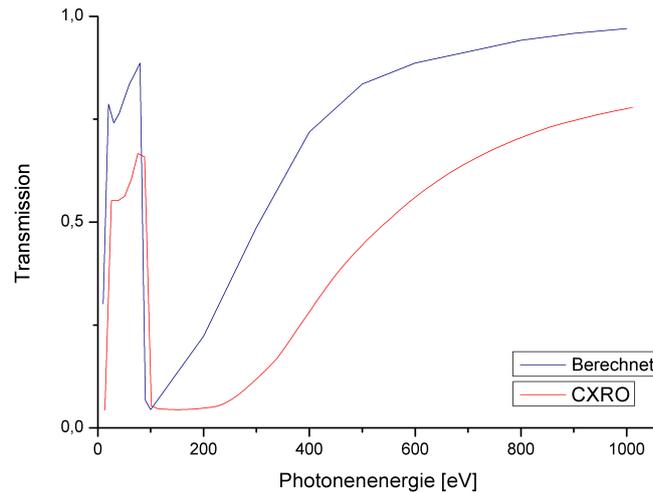


Abb. 4.20.: Transmissionslinien von Aluminium mit 200 nm-Dicke.

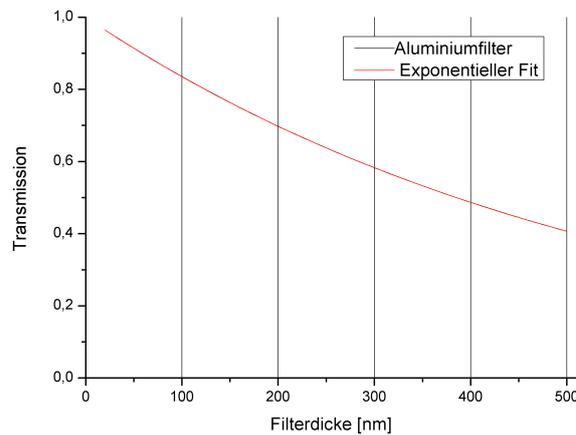
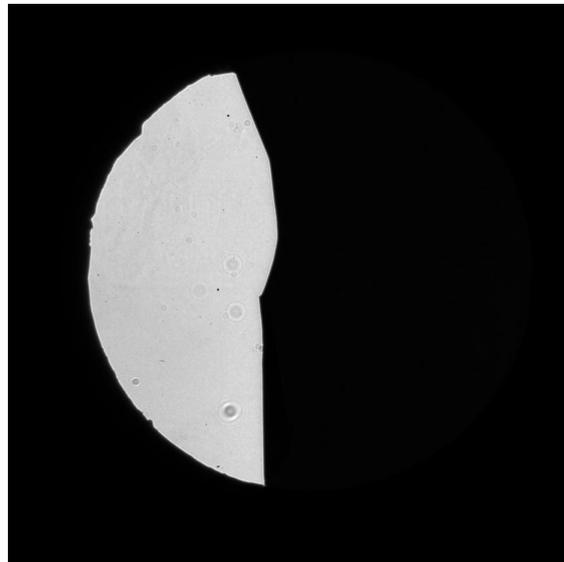


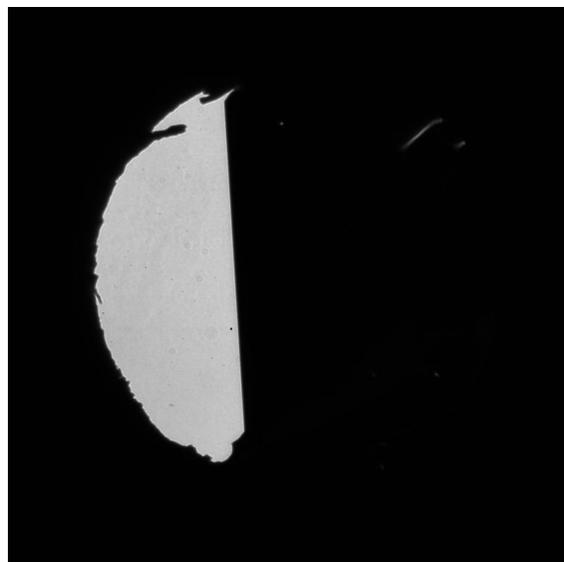
Abb. 4.21.:  $1/e$ -Abfall der Transmission mit Dickenzunahme des Aluminiumfilters.

In Abbildung 4.21 ist, wie erwartet, eine Konformität von Transmission und Dicke zu erkennen. Die errechnete exponentielle Abnahme der Transmission mit der Dickenzunahme des Materials ist mit dem exponentiellen Fit identisch. Ab-

bildungen 4.22 bis 4.24 zeigen die jeweiligen Filter. Die Beugungserscheinungen auf den linken Bildhälften resultieren von dem Zirkonium-Vorfilter.



**Abb. 4.22.:** *CCD-Aufnahme von einem halben Aluminiumfilter.*



**Abb. 4.23.:** *CCD-Aufnahme von einem halben Titanfilter.*

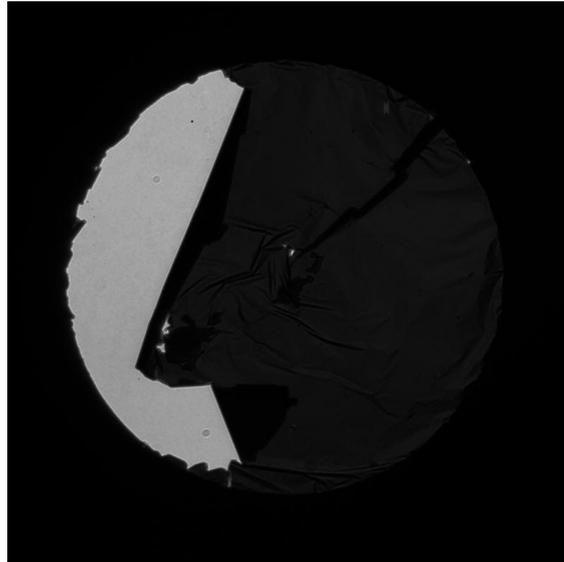


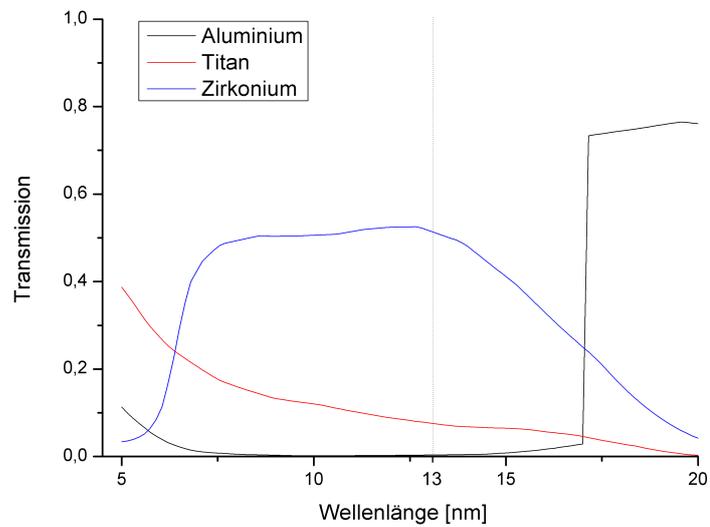
Abb. 4.24.: CCD-Aufnahme von einem halben Zirkoniumfilter.

Tabelle 4.1.: atomare Eigenschaften

Filtermaterial	Atomgewicht	$\sigma_a$ [cm <sup>2</sup> /g]	$f_1$	$f_2$
Aluminium	26,982	$1.0467 \times 10^5$	-0,2985	6,6401
Titan	47,867	$2.8296 \times 10^4$	10,2500	3,0700
Zirkonium	91,224	$5.0820 \times 10^3$	11,7900	1,0510

Tabelle 4.2.: Materialeigenschaften

Filtermaterial	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	$\delta$	$\beta$	Absorptionslänge [μm]
Aluminium	2,7	$-1.3630 \times 10^3$	$2.9226 \times 10^2$	$3.5399 \times 10^2$
Titan	4,54	$4.4387 \times 10^2$	$1.3290 \times 10^2$	$7.7840 \times 10^2$
Zirkonium	6,51	$3.3850 \times 10^2$	$3.4204 \times 10^2$	$3.0250 \times 10^1$



**Abb. 4.25.:** *Transmissionskurven von Aluminium, Titan und Zirkonium.*

Abbildung 4.25 stellt die Transmission der Filter im Bereich von 5 nm bis 20 nm dar. Zu erkennen ist hierbei, dass Aluminium eine Transmission von  $\approx 0,3\%$ , Titan eine Transmission von  $\approx 7,6\%$  und Zirkonium bei einer Wellenlänge von 13 nm  $\approx 50\%$  der Strahlung transmittierten.



## Kapitel 5.

### Fazit und Ausblick

Die Herstellung von ultradünnen Filterfolien erwies sich als eine über viele Themengebiete erstreckende Aufgabe. Es wird ein materialwissenschaftliches sowie grundlegendes Verständnis über die diffraktive Optik abverlangt. Die empirische Ermittlung der Parameter zur Herstellung der Filterfolien erfordert eine systematische Auswertung der Einzelerfolge auf dem Weg zu einer optimalen Filterfolie. Die Oberflächenrauigkeit wurde soweit optimiert, dass sie durchaus als optimal bezeichnet werden kann. Diese liegt mit 5.03 nm im Bereich der Substratoberflächenrauigkeit.

Es wurden bei der Charakterisierung der Filterfolien wenige Pinholes lokalisiert. Somit ist die optimale, also pinholffreie Filterfolie nur zum Teil realisiert worden. Dies zeigen die CCD-Aufnahmen des Versuchsaufbaus zur Pinholeermittlung. Die Transmissionsmessungen ergaben ein mit der Theorie übereinstimmendes Ergebnis. Sie waren relativ einfach gehalten, um mögliche Fehlerquellen zu minimieren.

Da man Tiegeleinsätze auch selbst herstellen kann, ist die Form variierbar. So kann das aus Grafit bestehende Unterlegscheibchen in den Tiegeleinsatz integriert werden, so dass ein Verkippen des Tiegeleinsatzes vermieden werden kann. Auch die Geometrie des Tiegeleinsatzes ist frei auswählbar. Somit wäre eine gezielte Dampfgeometrie zu erreichen und dies begünstigt den Partikelstrom des aufzudampfenden Materials.

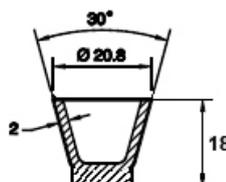


Abb. 5.1.: Selbst hergestellter Tiegeleinsatz.

Der auf einer Drehbank selbst hergestellte Tiegeleinsatz besteht aus feinstkörnigem Spezialgraphit. Diese Graphitart ist für spezifische Anwendungsgebiete wie das Elektronenstrahlaufdampfen gut geeignet. Der Tiegeleinsatz besteht aus isotatischem Grafit<sup>1</sup>. Seine Bezeichnung ist aus der Herstellungsart abgeleitet. Isotatischer Grafit zeichnet sich vor allem durch hohe Festigkeit, eine hohe Dichte und durch ein isotropes Gefüge aus. Deshalb kommt er überall dort zum Einsatz, wo die mechanischen Eigenschaften herkömmlicher Graphite nicht ausreichen. Diese Werkstoffklasse enthält nicht grafitierten Kohlenstoff (Hartkohlenstoff mit gering ausgeprägter Kristallitgröße), Grafit und Kohlegraphit (Hartkohlenstoff mit Grafitanteil) und zeichnet sich durch hohe Anisotropie aus. Aus dieser Werkstoffvielfalt ergeben sich extrem weite Eigenschaftsprofile bezüglich Festigkeit, Gleitfähigkeit und Leitfähigkeit, die durch geeignete Imprägnierungen und Zusätze aus Kunstharz oder Metall gesteigert werden können [33]. Der hier verwendete Tiegeleinsatz wurde nicht imprägniert oder anderweitig bearbeitet. Ein selbst hergestellter Tiegeleinsatz spart Kosten und stellt keine Abhängigkeit von Zulieferern dar. Zudem ist seine Form und somit die Abstrahlcharakteristik des Dampfkegels frei bestimmbar.

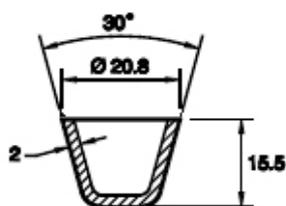


Abb. 5.2.: Skizze vom Tiegeleinsatz aus Eigenproduktion

In einigen Anwendungsfällen kann es sinnvoll und notwendig sein, die Substrate zu beheizen. Dies sollte mittels Infrarot-Strahlungsheizung, idealer Weise mit Flächenheizer, die eine gleichmäßige Oberflächentemperatur haben, erfolgen, um die Substrate homogen beheizen zu können [19], da im Vakuum im Vergleich zum Atmosphärendruck andere Voraussetzungen der Temperaturübertragung gegeben sind. Bei Drücken unter  $1 \times 10^{-3}$  mbar erfolgt keine Wärmeleitung über ein Gas, sondern nur über Wärmestrahlung. Ein Grund zum Beheizen der Substrate ist, dass die Morphologie der aufwachsenden Schicht erheblich von der Substrattemperatur beeinflusst wird und somit eine glattere Oberfläche erreicht werden könnte und eventuell auch die Anzahl der Pinholes vermindert werden könnte. Es wurde kein Zusammenhang von Substrattemperatur und Schichtqualität erfasst, um den Einfluß der Heiztemperatur auf das Absorptionsverhalten des Substrates zu ermitteln. Das könnte ein Bestandteil einer weiteren untersuchung sein. Ein

<sup>1</sup>Gesenkgepresster Kohlenstoff und Grafit (isostatisches Pressen; allseitige Verdichtung)

Richtwert wie hoch die Substrattemperatur bei Glassubstraten sein kann, sind ca. 300 °C [17]. Zur Regelung und Messung der Substrattemperatur wurde ein Thermoelement in den Rezipienten eingebaut. Es gäbe zwei Methoden zur Steuerung. Zu sehen in Abbildung 5.3

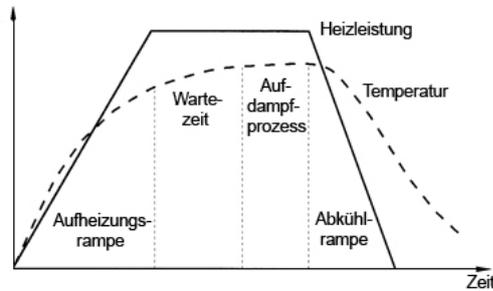


Abb. 5.3.: Steuerung der Substratheizung bei geregelter Heizleistung [19]

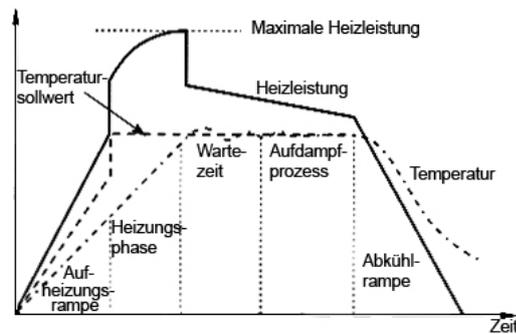


Abb. 5.4.: Steuerung der Substratheizung bei geregelter Heiztemperatur [19]

Ein weiterer Grund die Substrate zu erwärmen, wäre, dass der Weg, den ein kondensierendes Teilchen auf dem Substrat zurücklegt, die Voraussetzung für eine hohlraumfreie Schichtbildung schafft. Zudem ist die Rauheit der Substratoberfläche ein wichtiger Faktor zur Erhöhung der Teilchendichte [17]. Da die Heizung eine zusätzliche Wärmequelle wäre, müsste der Elektromotor, der als Antrieb des Substrathalters diente, gekühlt werden. Dem Problem der Überhitzung des Antriebs der Substrathalterung wurde durch den Einbau einer aktiven Wasserkühlung vorgegriffen. So sind die aus Kunststoff bestehenden Bauteile des Elektromotors vor Beschädigungen geschützt.

Vorteile des Elektronenstrahlaufdampfens:

- dicke Schichten sind in einem Arbeitsgang möglich
- hohe Aufdampfraten aufgrund hoher Energie des Elektronenstrahls möglich
- Verdampfung im Hochvakuum  $\Rightarrow$  kein Einbau von Restgasatomen in die Schicht

Nachteile des Elektronenstrahlaufdampfens:

- Ablenkung und Abbremsung erzeugt ionisierende Strahlung
- Großer apparativer Aufwand

Die Anzahl der Pinholes könnte, da die Schichten reflektieren, mit einem Laser bestimmt werden. Der Laser scannt die Schicht so ab, dass die Intensität der Reflexion mit einem Detektor gemessen werden kann. Erfasst der Laserstrahl ein Pinhole, nimmt die Intensität ab.

Der gesammte Prozess kann durch eine Softwareregulung konstanter und somit genauer und qualitativ hochwertiger werden, wenn man als Eingangsparameter die Schichtdicke eingibt. So könnte man die optimale Aufdampftrate konstant halten und man würde somit eine homogene Schicht und dadurch einen hochwertigen Filter realisieren.

# Literaturverzeichnis

- [1] W. Gerlach, G. Dötzel. *Einführung in die Mikrosystemtechnik: Ein Kursbuch für Studierende*. Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl., 2006, Seite 111.
- [2] K. Walter. *Dissertation - Technischen Hochschule Aachen - Auslegung und Charakterisierung eines Extrem-Ultraviolett-Transmissionsmikroskops*. 2005.
- [3] R. Lebert U. Stamm und H. Schwoerer. *Strahlungsquellen für die EUV-Lithographie - www.physik.uni-osnabrueck.de*. 2009.
- [4] H. Niedrig. *Bergmann-Schäfer - Lehrbuch der Experimentalphysik - Band 3 Optik, S. 1000-1016*. Walter de Gruyter, Berlin, New York, 2004.
- [5] D. Attwood. *Soft x-rays and extreme ultraviolet radiation: principles and applications*. Cambridge University Press, 1999.
- [6] U. Vogt. *Diplomarbeit - Forschungseinrichtung Röntgenphysik der Georg-August-Universität Göttingen - Laserinduziertes Plasma als Strahlungsquelle für weiche Röntgenstrahlung*. 1999.
- [7] T. Wilhein, D. Hambach, B. Niemann, M. Berglund, L. Rymell, and HM Hertz. Off-axis reflection zone plate for quantitative soft x-ray source characterization. *Applied Physics Letters*, 71:190, 1997.
- [8] R. Fröhe. *Dissertation - Julius-Maximilians-Universität Würzburg - Entwicklung eines Rastermikroskopes für den Einsatz an Laborquellen im EUV-Spektralbereich*. 2005.
- [9] T. Wilhein. *Vorlesung - Lasermesstechnik II*. 2006.
- [10] T. Wilhein. *Gedünnte CCDs: Charakterisierung und Anwendungen im Bereich weicher Röntgenstrahlung*. Göttingen, 1994.
- [11] K. Nitzsche. *Schichtmesstechnik*. Vogel, 1996.
- [12] BOC Edwards Staff. *INSTRUCTION MANUAL, EB3 Multihearh Electron Beam Source*. BOC Edwards, 2003, Volume 1, Page 5,6,19.

- [13] C. Edelmann. *Vakuumphysik*. Spektrum, Akad. Verl., 1998, S.11, S.37.
- [14] H. Kück. [www.uni-stuttgart.de/izfm/lehre/DunS\\_Auf.pdf](http://www.uni-stuttgart.de/izfm/lehre/DunS_Auf.pdf). 2002.
- [15] P. Munzert. *Dissertation- Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät - Entwicklung von Vakuumbeschichtungsprozessen für die Entspiegelung von Polymethylmethacrylat*. 2004.
- [16] M. Raible, SG Mayr, SJ Linz, M. Moske, P. Hanggi, and K. Samwer. *Amorphous thin film growth: theory compared with ex-periment*.
- [17] G. Kienel und U. Behringer. *Vakuumbeschichtung: Band 4: Anwendungen Teil I*. VDI-Verlag, 1993.
- [18] Electronic components and logistic auris GmbH. *Quarzoszillatoren*. [www.auris-gmbh.de/start/home/quarztex.pdf](http://www.auris-gmbh.de/start/home/quarztex.pdf), 2009.
- [19] G. Kienel und J. Bartella. *Vakuumbeschichtung: Band 3: Anlagenautomatisierung Meß-und Analysetechnik*. VDI-Verlag, 1994.
- [20] D. H. Muck. *Dissertation - Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg - Untersuchung der Herstellungsbedingungen von durch Gasphasenabscheidung hergestellten Platinnanocluster und die chemische Modifizierung von Polymeroberflächen*. 2001.
- [21] H. Henn, G.R. Sinambari, and M. Fallen. *Ingenieurakustik: Physikalische Grundlagen und Anwendungsbeispiele*. Vieweg+ Teubner Verlag, 2008, S.25-26.
- [22] MAXTEK. *Operation and Service Manual, MODEL TM-350, MAXTEK THICKNESS MONITOR*. MAXTEK. INC, <http://www.maxtekinc.com>, 2005, Chapter 8, Page 8-1.
- [23] M. Pleines. *Dissertation - Universität Konstanz - Untersuchungen zur magnetischen Eindringtiefe in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\rho$</sub> -Filmen mit niederenergetischen Myonen*. 2001.
- [24] Surface Imaging Systems. *Benutzerhandbuch SIScannPanel ULTRAOjective, Version1.2*. S.I.S. GmbH, 2008, Kapitel 7, S.7-9.
- [25] *AFM-Principe*. [www.pucotech.com](http://www.pucotech.com), 2009.
- [26] H. Jehn, G. Reiners, and N. Siegel. *DIN Fachbericht 39: Charakterisierung dünner Schichten*. Beuth Verlag, Berlin, 1993, S.103.

- [27] Image Metrology. *The Scanning Probe Image Processor, Userguide Version 3.0*. Image Metrology A/S, Nils Koppels Allé 40, Denmark, 2003, S.289.
- [28] R. Reuschling. *Konzepte und Komponenten für Vakuum-Beschichtungsanlagen*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004.
- [29] *BeamTec GmbH*. [www.beamtec.de](http://www.beamtec.de), 2009.
- [30] *Kurt J. Lesker Company*. [www.lesker.com/newweb/Technical.Info](http://www.lesker.com/newweb/Technical.Info), 2009.
- [31] *SPI*. [www.2spi.com/catalog/spec\\_prep/victawet35b.shtml](http://www.2spi.com/catalog/spec_prep/victawet35b.shtml), 2009.
- [32] *X-Ray Interaction with Matter Calculator*, <http://www-cxro.lbl.gov>. 2009.
- [33] *SGL-Group*. [www.sglgroup.com/cms/international/products/lexicon-of-materials](http://www.sglgroup.com/cms/international/products/lexicon-of-materials), 2009.
- [34] D. R. Lide. *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 89th Edition, Kap.4 - Seite 44,133*. CRC Press/Taylor and Francis, 2008.



# Abbildungsverzeichnis

2.1. Spektralbereiche von IR bis HXR, nach [5]. . . . .	6
2.2. Skizze zur Plasmaerzeugung durch Fokussierung eines frequenzverdoppelten Nd:YAG-Lasers auf einen flüssigen Ethanolstrahl. . . . .	7
2.3. Schichtdickenbereiche mit unterschiedlichen Methoden [11]. . . . .	13
2.4. Aufwachsrate einiger Beschichtungsmethoden [11]. . . . .	14
2.5. Prinzip der Elektronenstrahlquelle [12]. . . . .	14
2.6. Stoßfreie Dampfteilchen an der Stelle $z=l$ . . . . .	16
2.7. P-T-Phasendiagramm eines Stoffes und des Dampfdrucks $p_s$ [14]. . . . .	17
2.8. AFM-Aufnahme des kolumnalen Wachstums bei z.B. Aluminium. . . . .	19
2.9. Skizze zur winkelabhängigen Bestimmung des Toolingfaktors. . . . .	21
2.10. Prinzip der interferometrischen Messung am Cantilever [25]. . . . .	23
2.11. Prinzip eines AFMs. . . . .	24
2.12. Begriffsbestimmung der Rauheit [26]. . . . .	25
2.13. Definitionsbereich der mittleren Rauigkeit [26]. . . . .	25
3.1. Skizze zur Ansteuerung des Elektronenstrahlverdampfers. . . . .	28
3.2. Elektronenstrahlpositionierung und Schmelzzonenaufweitung [12]. . . . .	29
3.3. Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate und Tiegelmateriale bei Aluminium. . . . .	32
3.4. Proportionalität von Aufdampfrate und Leistung. . . . .	32
3.5. Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate bei Titan . . . . .	32
3.6. Mittlere Rauigkeit abhängig von Aufdampfrate bei Vanadium . . . . .	33
3.7. a) Zufällige Anordnung von Falten auf einer Filteroberfläche. b) Falte mit einer Breite von $\approx 50 \mu\text{m}$ . . . . .	34
3.8. Skizze zum Eintauchwinkel eines Filters in destilliertem Wasser. . . . .	35
3.9. AFM-Aufnahme der Rückseite eines abgeschwemmten Aluminiumfilters. . . . .	35
3.10. AFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von trockenem NaCl. Hergestellt mit einer ADR von $22 \text{ \AA}/\text{s}$ . Dicke = 400 nm. . . . .	36
4.1. AFM-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Aluminium, aufgedampft aus einem Fabmate <sup>®</sup> -Tiegel. . . . .	38

4.2. AFM-Aufnahme zur Schichtdickenermittlung mit einer Schichtdicke von 200 nm. . . . .	38
4.3. SPIP-Grafik eines Schichtdickenprofils. . . . .	39
4.4. SPIP-Grafik des Rauigkeitsprofils von Aluminium. . . . .	39
4.5. SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Aluminium. . . . .	40
4.6. SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Titan. . . . .	40
4.7. SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Vanadium. . . . .	40
4.8. SPIP-Aufnahme der Oberflächenstruktur von Zirkonium. . . . .	40
4.9. Elektronenstrahlaufdampfanlage mit Flowbox. . . . .	42
4.10. REM-Aufnahme von Pinholes in Aluminium. Die Erhebungen an den Pinholes entstanden durch den Elektronenstrahl des REMs. . . . .	43
4.11. REM-Aufnahme von Pinholes im Aluminiumfilter aus einem Fabmate <sup>®</sup> -Tiegel (Durchmesser $\approx 10 \mu\text{m}$ und $\approx 4 \mu\text{m}$ ). . . . .	43
4.12. REM-Aufnahme von einem Pinhole in Aluminium aus einem intermetallischen Tiegel (Durchmesser $\approx 20 \mu\text{m}$ ). . . . .	43
4.13. Versuchsaufbau zur Charakterisierung von Pinholes. . . . .	44
4.14. CCD-Aufnahme der Totalen eines Aluminiumfilters. . . . .	45
4.15. CCD-Aufnahme der Totalen eines Titanfilters. . . . .	45
4.16. CCD-Aufnahme der Totalen eines Zirkoniumfilters. . . . .	46
4.17. a) Vergrößerung des Pinholes aus Abbildung 4.14. b) Größe der Airyscheibchen. . . . .	46
4.18. Versuchsaufbau zur Transmissionsmessung. . . . .	47
4.19. Skizze zur Transmissionsmessung. . . . .	47
4.20. Transmissionslinien von Aluminium mit 200 nm-Dicke. . . . .	48
4.21. $1/e$ -Abfall der Transmission mit Dickenzunahme des Aluminiumfilters. . . . .	48
4.22. CCD-Aufnahme von einem halben Aluminiumfilter. . . . .	49
4.23. CCD-Aufnahme von einem halben Titanfilter. . . . .	49
4.24. CCD-Aufnahme von einem halben Zirkoniumfilter. . . . .	50
4.25. Transmissionskurven von Aluminium, Titan und Zirkonium. . . . .	51
5.1. Selbst hergestellter Tiegeleinsatz. . . . .	53
5.2. Skizze vom Tiegeleinsatz aus Eigenproduktion . . . . .	54
5.3. Steuerung der Substrateheizung bei geregelter Heizleistung [19] . . . . .	55
5.4. Steuerung der Substrateheizung bei geregelter Heiztemperatur [19] . . . . .	55
A.1. Dampfdruckkurven einiger Elemente, nach [28] . . . . .	65
B.1. Prinzip des Vakuumregelkreises . . . . .	74

# Anhang A.

## Tabellen

**Tabelle A.1.:** *Schichtdickenmessung von Aluminium aus einem Grafittegel*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke TM [nm]	Dicke AFM [nm]	Leistung [W]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]
1-2	1	0,1	200,5	291	190,08	6,00E-06	2-2
2-2	2	0,2	200,8	336	263,52	6,50E-06	2-2
3-2	3	0,2	200,3	265	285,12	5,00E-05	2-2
3-4	3	0,2	200,5	300	285,12	3,80E-05	2-2
4-2	4	0,5	200,4	310	319,68	2,40E-05	2-2
5-2	5	1	199,4	294	349,92	6,50E-06	2-2
6-2	6	2	200,7	318	375,84	2,10E-05	2-2
7-2	7	0,2	197,7	315	367,2	7,50E-06	2-2
		MW	200,0	304,14		1,74E-05	
		Stdh	1,019	21,269		1,5046E-05	

**Tabelle A.2.:** *mittlere Rauigkeit von Aluminium aus einem Grafittegel*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Leistung [W]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]
1-1	1	0,1	33,7	190,08	6,00E-6	2-2
2-1	2	0,2	43,0	263,52	6,50E-6	2-2
3-1	3	0,2	16,3	285,12	5,00E-5	2-2
3-3	3	0,2	20,8	285,12	3,80E-5	2-2
4-1	4	0,5	15,3	319,68	2,40E-5	2-2
5-1	5	1	18,6	349,92	6,50E-6	2-2
6-1	6	2	10,7	375,84	2,10E-5	2-2
7-1	7	0,2	14,7	367,20	7,50E-6	2-2
8-1	8	0,2	16,2	354,24	3,80E-6	2-2

**Tabelle A.3.:** Dicke von Aluminium aus einem intermetallischen Tiegel

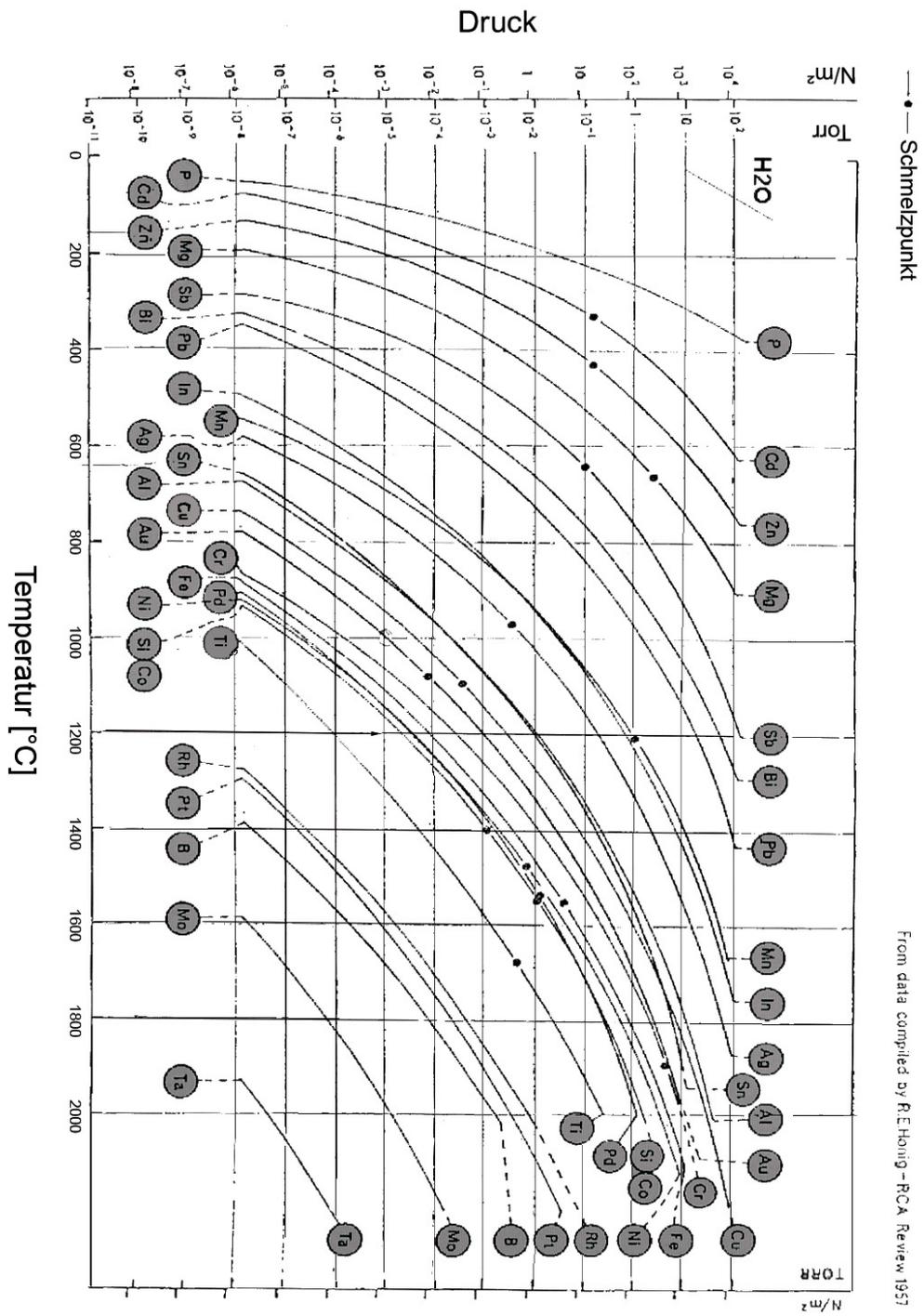
Probe	Aufdampftrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke TM [nm]	Dicke AFM [nm]	Leistung [W]	Druck [mbar]	Sweep [x-y]
1-2	1	0,4	160	156	194,4	7,00E-6	2-2
1-6	1	0,1	200	196	146,88	8,00E-5	1-1
2-2	2	0,1	190	209	237,6	1,10E-5	1-1
2-4	2	0,2	170	230	181,44	2,60E-5	1-1
2-6	2	0,1	160	196	198,72	6,00E-6	1-1
2-8	2	0,2	170	235	185,76	3,40E-5	1-1
2-10	2	0,2	170	235	190,08	3,80E-5	1-1
2-12	2	0,2	160	202	185,76	2,50E-6	1-1
2-14	2	0,2	163	203	181,44	3,20E-5	1-1
2-16	2	0,2	163	205	181,44	5,50E-5	1-1
2-18	2	0,2	180	205	190,08	6,00E-5	1-1
2-22	2	0,2	200	217	190,08	4,20E-5	1-1
2-24	2	0,2	200	205	194,4	5,50E-5	1-1
2-26	2	0,2	200	198	190,08	5,00E-5	1-1
1-2	1	0,2	200	200	100	3,40E-5	1,5-1,5
2-2	2	0,2	160	160	145	7,50E-6	1,5-1,5
2-4	2	0,2	147	180	145	1,70E-5	1,5-1,5
2-6	2	0,2	200	200	135	2,80E-5	1,5-1,5

**Tabelle A.4.:** mittlere Rauigkeit von Aluminium aus einem intermetallischen Tiegel

Probe	Aufdampftrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Leistung [W]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]
1-1	1	0,4	15,60	194,4	7,00E-6	2-2
1-5	1	0,1	9,66	146,88	8,00E-5	1-1
2-1	2	0,1	6,15	237,6	1,10E-5	1-1
2-3	2	0,2	6,37	181,44	2,60E-5	1-1
2-5	2	0,1	7,04	198,72	6,00E-6	1-1
2-7	2	0,2	6,21	185,76	3,40E-5	1-1
2-9	2	0,2	5,09	190,08	3,80E-5	1-1
2-11	2	0,2	5,03	185,76	2,50E-6	1-1
2-13	2	0,2	12,20	181,44	3,20E-5	1-1
2-15	2	0,2	6,28	181,44	5,50E-5	1-1
2-17	2	0,2	9,23	190,08	6,00E-5	1-1
2-21	2	0,2	7,12	190,08	4,20E-5	1-1
2-23	2	0,2	6,11	194,4	5,50E-5	1-1
2-25	2	0,2	7,75	190,08	5,00E-5	1-1
1-1	1	0,2	8,10	100	3,40E-5	1,5-1,5
2-1	2	0,2	24,6	145	7,50E-6	1,5-1,5
2-3	2	0,2	17,1	145	1,70E-5	1,5-1,5
2-5	2	0,2	13,4	135	2,80E-5	1,5-1,5

**Tabelle A.5.:** Materialdaten, nach [34]

Material	$t_{Schmelz}/[^\circ\text{C}]$	$t_{Siede}/[^\circ\text{C}]$	Dichte bei 25°C	Atomgewicht
Al	660,32	2519	2,7	26,982
Ti	1668	3287	4,506	47,867
V	1910	3407	6	50,942
Zr	1855	4409	6,52	91,224



From data compiled by R.E. Hoar - RCA Review 1957

Abb. A.1.: Dampfdruckkurven einiger Elemente, nach [28]

Tabelle A.6.: Ermittlung der idealen Dicke zum Abschweifen und Rauigkeit von Natriumchlorid

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke AFM [nm]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Dicke TM [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Sweep [x - y]	Sweep [x - y]	Leistung [W]
100-1	22	3	120	11,9	100*	1,90E-05	95-95	8-8	10	
100-2	22	3	120	13,4	100*	1,90E-05	95-95	8-8	10	
200-1	22	3	230	14,6	200	3,20E-05	95-95	5-5	10	
200-2	22	3	234	11,6	200	3,20E-05	95-95	5-5	10	
300-1	22	3	300	16,8	300	2,00E-05	95-95	7,5-7,5	10	
300-2	22	3	301	11,5	300	2,00E-05	95-95	7,5-7,5	10	
400-1	22	4	397	13,6	400	2,30E-05	95-95	7-7	10	
400-2	22	4	402	11,2	400	2,30E-05	95-95	7-7	10	
500-1	22	2	494	11,2	500**	4,60E-05	95-95	5,5-5,5	10	
500-2	22	2	489	11,1	500**	4,60E-05	95-95	5,5-5,5	10	
600-1	22	2	595	11,3	600**	6,50E-05	95-95	5-5	10	
600-2	22	2	589	10,9	600**	6,50E-05	95-95	5-5	10	
Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Leistung [W]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Sweep [x - y]	Sweep [x - y]	Leistung [W]	
1-1	1	0,2	10,9	5	1,30E-05	20-20	9-9			
1-2	1	0,2	9,12	5	1,30E-05	20-20	9-9			
2-1	2	0,3	12,4	10	2,60E-05	40-40	8-8			
2-2	2	0,3	11,5	10	2,60E-05	40-40	8-8			
3-1	4	0,4	10,8	10	3,40E-05	10-10	10-10			
3-2	4	0,4	14,2	10	3,40E-05	10-10	10-10			
4-1	8	0,4	11,5	10	3,00E-05	10-10	8,5-8,5			
4-2	8	0,4	11,1	10	3,00E-05	10-10	8,5-8,5			
5-1	16	0,5	10,3	10	6,00E-05	10-10	7,5-7,5			
5-2	16	0,5	8,73	10	6,00E-05	10-10	7,5-7,5			
6-1	22	1	8,53	10	5,00E-05	95-95	5-5			
6-2	22	1	9,45	10	5,00E-05	95-95	5-5			
7-1	30	3	9,5	15	4,60E-05	3-3	8-8			
7-2	30	3	12,8	15	4,60E-05	3-3	8-8			

**Tabelle A.7.: Abschwemmverhalten der Aluminiumfilter**

Probe	Mittlere Rauigkeit [nm]	Abschwemmverhalten Subjektiv	Turnus	Bewertung 1 bis 6
P100-1	12,0	Nicht so gut abgelöst. Ränder kringeln sich sehr wahrscheinlich weil in 2 gängen 140+60nm Aufdampfung  Besser abgelöst. Viele Pinholes zu sehen (Unterlicht mit LED-Taschenlampe) Besser abgelöst. Viele Pinholes zu sehen (Unterlicht mit LED-Taschenlampe)	S	5
P100-2	10,1		S	
P100-3	10,0		2TS	4
P100-4	10,9		2TS	
MW	10,75			
P101-1	12,2	Schlecht abgelöst. Wellig, nicht zu gebrauchen. Pinholes.  2 Tage später: auch nicht so gut abgelöst. Pinholes	S	5
P101-2	11,7		S	
P101-3	10,9		2TS	2
P101-4	12,1		2TS	
MW	11,725			
P102-1	19,7	Freitag bis Montag gewartet. Hohe Rauigkeit, vlt weil ADR kurzzeitig auf 3-4 war. Wiederholen !!! Gute Ablösung. Ohne Probleme.	4TS	2+
P102-2	22,2		4TS	
P102-3	21,7		4TS	2+
P102-4	21,0		4TS	
MW	21,15			
P103-1	17,6	ADR wieder mit großen Schwankungen Dicke 170nm !!! weil Tiegel leer.	1TS	
P103-2	18,5		1TS	
P103-3	17,7		1TS	
P103-4	14,9		1TS	
MW	17,175			
P200-1	22,8	Schlecht abgelöst. Wellig, nicht zu gebrauchen. Pinholes.  2 Tag e später: 2+ Ablösung! Schnell und knitterfrei abgelöst !!!	S	3
P200-2	23,8		S	
P200-3	23,6		1TS	3
P200-4	23,4		1TS	
MW	23,40			
P201-1	17,6	2 Tag e später: 2+ ablösung! Schnell und knitterfrei abgelöst. Wenige Pinholes, langsames Einströmen* Fing kurz vor Schluß an zu funken (ADR v. 2 auf 3!) da Tiegel wieder mal leer :o( 2 Tage später: 2+-Ablösung! Schnell und knitterfrei abgelöst. Glatten Filter hinkommen.	S	2
P201-2	18,8		S	
P201-3	17,7		2TS	2+
P201-4	19,8		2TS	
MW	18,475			
P400-1	16,4	Gut abgelöst. Schnell und unproblematisch. Keinen Filter, weil gerissen. Könnte deswegen keine Pinholes erkennen.  1 und 2 Tage später sehr gut abgelöst. Wenige Pinholes.	S	2
P400-2	13,9		S	
P400-3	14,3		1TS	2+
P400-4	16,0		1TS	
MW	15,15			
P600-1	21,9	Optimal! Rauhigkeit beachten!!	S	1
P600-2	15,0		S	1
P600-3	16,6		S	1
P600-4	16,0		S	1
MW	17,38	S=sofort abgeschwemmt; TS=einige Tage später abgeschwemmt; 1=sehr gut, 6=sehr schlecht		

**Tabelle A.8.:** *Dickenermittlung von Titan*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke TM [nm]	Dicke AFM [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [W]
1-2	1	0,1	200,0	230	6,00E-05	2-2	185
2-2	2	0,3	200,0	n.f.	3,40E-05	2-2	350
3-2	3	0,1	202,0	n.f.	1,80E-05	2-2	585
4-2	4	0,1	200,0	n.f.	5,00E-06	2-2	700
5-2	5	0,3	203,0	n.f.	3,60E-06	3-3	740
6-2	20	x	208,0	n.f.	2,10E-06	3-3	700

**Tabelle A.9.:** *mittlere Rauigkeit von Titan*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [W]
1-1	1	0,1	11,2	6,00E-05	2-2	185
2-1	2	0,3	18,0	3,40E-05	2-2	350
3-1	3	0,1	6,2	1,80E-05	2-2	585
4-1	4	0,1	11,0	5,00E-06	2-2	700
5-1	5	0,3	12,6	3,60E-06	3-3	740
6-1	20	x	x	2,10E-06	3-3	700

**Tabelle A.10.:** *Aufdampfrate von Zirkonium, ohne Rauigkeitsmessung, da kein AFM vorhanden*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [kW]	Temp [°C]
1-1	0,2	0,1	2,20E-04	0/0	1,20	40
2-1	0,2	0,1	2,30E-04	0/0	1,20	44
3-1	0,3	0,2	2,50E-05	0/0	1,40	43
4-1	0,8	0,1	8,50E-05	0/0	2,10	55
5-1	0,4	0,1	8,50E-05	0/0	1,10	53
6-1	2	0,1	7,50E-05	0/0	1,38	65
7-1	3	0,1	7,50E-05	0/0	1,50	45
8-1	8	0,3	6,50E-05	0/0	1,50	53
9-1	3	0,1	6,50E-05	2-2	3,00	48
10-1	3	0,1	3,50E-05	0/0	1,50	62
11-1	70	0	1,50E-04	2-2	2,00	65
12-1	15	0,1	3,00E-04	2-2	1,60	50
13-1	24	0,3	2,80E-04	2-2	1,70	52

**Tabelle A.11.:** *Dickenmessung nur am TM von Zirkonium, da kein AFM vorhanden*

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke TM [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [kW]
1-2	0,2	0,1	205	2,20E-04	0/0	1,20
2-2	0,2	0,1	254	2,30E-04	0/0	1,20
3-2	0,3	0,2	260	2,50E-05	0/0	1,40
4-2	0,8	0,1	220	8,50E-05	0/0	2,10
5-2	0,4	0,1	275	8,50E-05	0/0	1,10
6-2	2	0,1	200	7,50E-05	0/0	1,38
7-2	3	0,1	200	7,50E-05	0/0	1,50
8-2	8	0,3	209	6,50E-05	0/0	1,50
9-2	3	0,1	203	6,50E-05	2-2	3,00
10-2	3	0,1	207	3,50E-05	0/0	1,50
11-2	70	0	160	1,50E-04	2-2	2,00
12-2	15	0,1	210	3,00E-04	2-2	1,60
13-2	24	0,3	200	2,80E-04	2-2	1,70

**Tabelle A.12.:** Vanadium: Dickenmessung nur am TM, da transparent u. kratzfest; somit unbrauchbar

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Dicke TM [nm]	Dicke AFM [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [W]
1-2	1	0,1	Schicht kratzfest		1,10E-05	8,8	375
2-2	2	0,1	204	200	2,30E-05	2,2	825
3-2	3	2			2,90E-05	2,2	950
4-2	4	0,1	200	220	4,80E-05	2,2	1075
5-2	5	0,1	200	250	3,80E-05	2,2	1040
6-2	6	x	x	x	x	x	5

**Tabelle A.13.:** mittlere Rauigkeit von Vanadium

Probe	Aufdampfrate [Å/sec]	ADR ± [Å/sec]	Mittlere Rauigkeit [nm]	Druck [mbar]	Sweep [x - y]	Leistung [W]
1-1	1	0,1	28,5???	1,10E-05	8,8	375
2-1	2	0,1	7,7	2,30E-05	2,2	825
3-1	3	2	32,3???	2,90E-05	2,2	950
4-1	4	0,1	14,6	4,80E-05	2,2	1075
5-1	5	0,1	13,5	3,80E-05	2,2	1040
6-1	6	x	x	x	x	5



# Anhang B.

## Anleitung zur Filterherstellung

### Elektronenstrahlaufdampfen mit dem EB3

1. Kühlwasserhähne der Kühlwasserzufuhr (Rück- und Vorlauf) nach unten kippen. Stehen die Wasserhähne in Schlauchrichtung, fließt das Wasser. Senkrecht zur Schlauchrichtung fließt es nicht. Den grünen Wasserhahn zum Öffnen nach links drehen. Der Druck fällt dadurch ein wenig, da das System kühler wird. (Kälte = Druckminderung)
2. Lampe am Netzteil anschalten (linker Regler), auf max. 12 V, ggf. den rotierenden Probenhalter anschalten (rechter Regler), auf max. 0.03 A und 1.4 V. Der Elektromotor des Probenhalters sollte in der Regel immer laufen. Darauf Achten, dass die Lampe nicht durch Überspannung durchbrennt, wenn der Sichtshutter ausgesteckt wird!
3. Versorgungsgerät (Power-Unit) einschalten (Dreier-Schalter nach oben kippen).
4. Vor dem Anschalten der Kontrolleinheit (Source Control) den Current-Regler auf Minimum drehen und darauf achten, dass die Gun-Taste nicht gedrückt ist! Dann Kontrolleinheit (on/off) auf on drücken. Lüfter ist zu hören und Power-LED's leuchten.
5. Sweep Control auf 1 drehen (mittlerer Drehregler). LED-Reihen leuchten.
  - Bei neuem Aufschmelzen beide Amplitudenregler X und Y ganz nach rechts drehen (max.). Dann allmählich auf z.B. X = 2 Teilstriche und Y = 2 Teilstriche drehen. (Werte sind Materialabhängig!)
  - Ist das Material schon aufgeschmolzen gewesen, können die Regler auf z.B. X=2 und Y=2 belassen werden. Es sollten 2 LED's leuchten.
6. Thickness-Monitor anschalten. Dann Start/Stop mehrmals nacheinander drücken, damit das Blinken aufhört und das Gerät betriebsbereit ist.

- Je nach zu verdampfendem Material Film-Number drücken und den entsprechenden Wert mit den Up- und Down-Tasten einstellen. Zum einstellen der Betriebsparameter des jeweiligen Materials den Wert der Dichte und akustischen Impedanz eingeben. (Siehe dazu Anleitung „Thickness-Monitor“ ab Seite 7-4, 7-5).
7. Den weißen Drehknopf außen am Rezipienten auf das zu verdampfende Material drehen, sofern ein Tiegel in der Aufnahme ist (z.B. auf Aluminium).
  8. Außen am Rezipienten den Shutter mit dem schwarzen Drehknopf schließen. Dabei in den Rezipienten gucken, um zu Prüfen ob der Shutter über dem Tiegel befindet.
  9. Am Thickness-Monitor nochmals überprüfen ob das richtige Material eingestellt ist und ggf. nochmals Resetten (Start-Stop mehrmals drücken).
  10. Vor dem Anschalten der Source-Control und der Gun unbedingt darauf achten, das der Current-Regler auf minimum steht!
  11. Strom am Current-Drehregler vorsichtig bis auf 5 mA drehen und 3-5 Minuten warten. Dann in 5 mA-Schritten den Strom bis zum erforderlichen Arbeitswert erhöhen. Dabei sollte der Strahl in der Mitte des Tiegels auftreffen (an der Sweep-Control kann man mit den Offsetschraubchen den Strahl mit dem kleinen Schraubendreher zentrieren). Das dient, neben der Frequenzeinstellung, zur Feinabstimmung der Aufdampftrate.
  12. Ab ca. 30 mA den Shutter leicht wegdrehen, so dass man den „Hitzestrahl“ auf dem Messquarz sieht. Dabei muss man beachten, dass der Probenhalter bzw. die Proben im Schatten des Shutters bleiben!
  13. Ist die gewünschte Aufdampftrate (z.B. 2 Å/s) erreicht, den Thickness-Monitor resetten, indem man auf Start drückt und gleichzeitig den Shutter ganz öffnet.

---

## Abschalten der Anlage

1. Nach Erreichen der gewünschten Auftragdicke (z.B. 200 nm), die Werte, wie Beispielsweise

Beam	:	044 mA
Druck	:	$5.2 \times 10^{-5}$ mbar
Aufdampftrate	:	$2 \pm 0,1 \text{ \AA/s}$
Dicke	:	203.5 nm
AFM-Dicke	:	200 nm

in das Betriebsheftchen schreiben. Hierbei kann selbstverständlich die AFM-Dicke erst nach dem Messen mit dem AFM geschrieben werden kann.

2. Shutter schließen.
3. Strom in 10 mA/30 s-Schritten zurückdrehen
4. Gun off drücken.
5. Alles andere so belassen, wenn man weiterhin aufdampfen möchte. Sonst Anleitung rückwärts anwenden.
6. Kühlwasserzufuhr schließen, damit es auf der Tiegelaufnahme und dem Schwingquarz nicht kondensiert.
7. 10 Minuten warten, bis Rezipient geöffnet werden kann (wegen Verbrennung).

## Belüften

1. Nach dem Bedampfen den Vakuumschieberhebel in VV/HP-Stellung drehen. DANN Belüftungsventil vorsichtig öffnen, bis man ein leises Zischen hört. Leichtes Drücken auf das Einlassventil mit der Fingerspitze weist den Druckaufbau auf, auch wenn man kein leises Zischen mehr hören sollte. Je langsamer die Belüftung, desto besser wirkt man der Teilchenaufwirbelung entgegen!
2. Wenn kein Zischen mehr zu hören ist, den Rezipient durch Anheben öffnen. Darauf achten, dass die Glocke nicht mit Wucht an den Anschlag gehoben wird.

## Evakuieren

1. Belüftungsventil handfest im Uhrzeigersinn zudrehen.
2. Für Vorvakuum den Vakuumschieberhebel in VV/R-Stellung drehen (den Hebel um zwei Stellungen nach links drehen).
3. Wenn Druck unter 3 mbar ist, mit Gefühl den Vakuumschieberhebel auf Hochvakuum HV drehen.  
((Ab  $1 \times 10^{-5}$  mbar kann man Aufdampfen!))

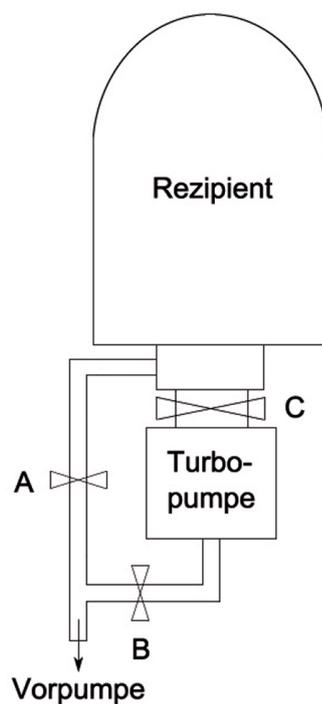


Abb. B.1.: Prinzip des Vakuumregelkreises

Vorvakuum (VV/R)	: A auf; B und C zu
Hochvakuum (HV)	: A zu; B und C auf
Belüften für Probenwechsel (VV/HP)	: A und C zu; B auf
alle Ventile zu (zu)	: A, B und C zu

## Maßnahme bei schlechtem Druckabbau

1. Kein Druckabfall beim Öffnen des Kühlwasserkreislaufs:  
Vor dem Öffnen des Kühlsystems nicht vergessen die Wasserhähne zu schließen! Fällt der Druck nicht, kann man davon ausgehen das eine undichte

---

Stelle im Rezipienten ist. Sollte eine Undichtigkeit auftreten, muss man alle relevanten Dichtungen säubern und ggf. dünn mit Vakuumfett bestreichen. Schrauben bzw. Muttern, die an der Kühlung beteiligt sind, sind nachzuziehen. Danach nochmals die Dichtheit des Kühlwasserkreislaufs über das Druckverhalten überprüfen. Sollte alles dicht sein, sollte sich der Druck beim öffnen der Kühlwasserhähne mindern.

## AFM einstellen

1. AFM eine halbe Stunde vor der Messung einschalten (Scan-ControlC, grüner Schalter)
2. Den Schalter auf der Rückseite des Mikroskoptisches betätigen (LED's auf Vorderseite blinken)
3. Probe so einlegen, dass das höhere Maß links ist!
4. Software „SIScanPanel 1.1xt“ öffnen
  - Adjust (Signal Adjust) über Gain einstellen (Interferometer von 20.000 bis -20.000, soll keine Zacken haben, muss wie Sinuskurve aussehen.
  - Dann: Scanning → Mode Channel → Einstellung kontrollieren (Acquisition Mode: none contact)
5. Scanning → Tip Approach → richtige Interferometerfrequenz einstellen.
  - Operating Point Adjust → Automatic und evtl. per Schieber zentrieren
  - Frequenz Selection soll eine Spitze darstellen (per Zoom Select)
  - Bereich eingrenzen (mit Linien), so dass „Kurve“ zentrisch ist
  - Amplitude-Control hochdrehen, bis Spitze um die 40.000 bis 50.000 erreicht („Berg“, kein „Tal“). Wenn „Tal“, dann ist Spitze kaputt oder Verstärkung zu hoch.
6. Calibration → Continue  
Zu sehen ist das Fenster: Step3 Ampl. Calibration → Ampl.Control mit Schieber einregeln bis gelber Strich Maximum erreicht und dann ein wenig den Schieber runterziehen → auf Calibration klicken.
7. Anzeige: Tip Approaching (non contact)  
Spitzen → Free Amplitude auf 195 nm lassen (Ausschwingung der Spitze und Abstand zur Probe) → und Set Point auf 60% lassen (von 195 nm).

8. Feedback Control soll auf p: 0.018 und 130.000  $\mu\text{s}$  stehen.
9. Es darf nun kein Zappeln der Anzeige zu sehen sein, sonst alle Schritte wiederholen!

## Schicht vermessen

1. Licht an (SNT12V) im Mikroskopkasten
2. Kante, die man vorher eingeritzt hat, von Probe so einstellen, dass sie sichtbar ist (10-fache Vergrößerung), dann mit 50-facher Vergrößerung nachfokussieren.
3. Tisch etwas herunterdrehen (gelbes Rädchen auf linker Seite, von sich weg drehen! VORSICHT! Ein Vertauschen der Drehrichtung kann zur Zerstörung der Spitze führen!!!)
4. AFM-Objektiv einschwenken
5. Lampe so schnell wie möglich ausschalten, weil Wärmeentwicklung die Messung beeinflusst.
6. Tür schließen
7. Software: Approach Control  $\rightarrow$  Spitze ranfahren (Tip approach)  $\rightarrow$  auf ok klicken
8. XY-Control: X-Range: 48.3  $\mu\text{m}$  und Y-Range: 48.3  $\mu\text{m}$  (Rechtsklick zum Maximieren der Scanfläche)
9. Feedback-Control nicht verändern!
10. Scanning  $\rightarrow$  Single Scan (Auflösung 128x128, ScanSpeed 1 lines/second = 2 Minuten Scanzeit)
11. Nach der Aufnahme: Scanning  $\rightarrow$  Tip Approach  $\rightarrow$  Spitze wegfahren (ca. 2 Sekunden, dann Stop klicken, sonst fährt der Tisch zu weit runter)  
WICHTIG: Spitze immer vor einem Probenwechsel wegfahren!!!

## 3-D Auswertung

1. Programm SPIP starten
2. Plane Correction  $\rightarrow$  max. Flatness anklicken

- 
3. Zur Rauigkeitsmessung:  
Processing → Roughness (S. 76 Handbuch) Wichtiger Wert ist Sa=Roughness Average (Mittelwert der Rauigkeit)
  4. Zur Schichtdickenmessung:  
Processing → Average → X-Profile. Dann im Bild rechte Maustaste: Cursor Functions → Dimensions Readout.
  5. Daten Speichern!!!
  6. Möchte man eine weitere Probe vermessen, Programm schließen und neu starten.