

Untersuchungen zur Beschichtung von Tscherenkow-Teleskop-Spiegeln am Beispiel von H.E.S.S.

Diplomarbeit
vorgelegt von
Stephan Hermanutz

Institut für Astronomie & Astrophysik
Abteilung Astronomie
Kepler Center for Astro and Particle Physics
Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät
Eberhard Karls Universität Tübingen

März 2011

Erklärung gemäß § 18 (7) der Diplomprüfungsordnung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Diplomarbeit mit dem Titel „Untersuchungen zur Beschichtung von Tscherenkow-Teleskop-Spiegeln am Beispiel von H.E.S.S.“ selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Tübingen, 3. März 2011

Stephan Hermanutz

Einführung

In der Hochenergieastronomie untersucht man energiereiche Objekte, wie Supernovaresten, Pulsare und ihre Nebel, welche im Vergleich zu Sternen kaum noch sichtbares Licht ausstrahlen. Sie emittieren jedoch große Mengen an geladenen Teilchen in ihre Umgebung. Da diese auf dem Weg zur Erde ihre Richtung unzählige Male auf Grund von Magnetfeldern ändern, kann aus ihrer Detektion keine Ortsinformation entnommen werden. Man macht sich daher zu Nutze, dass diese Objekte als Beschleuniger wirken und daraus resultierende Energie mit Hilfe des inversen Comptoneffekts an Photonen übertragen, welche nun Energien bis hin zu Teraelektronenvolt haben. Die Untersuchung dieser hochenergetischen γ -Strahlung kann nur im Weltraum stattfinden, da unsere Atmosphäre alle eintreffenden Teilchen absorbiert. Da die Energieverteilung dieser Teilchen aber einem Potenzgesetz folgt, reicht die Detektorfläche von Satelliten nicht aus, um ausreichend Photonen zu detektieren. Daher verwendet man Tscherenkow-Teleskope, welche die Teilchenschauer detektieren, die beim Eintritt der γ -Strahlung in die Atmosphäre entstehen. Die Entdeckung des Krebsnebels 1989 als Quelle hochenergetischer Gammastrahlung war die Geburtsstunde dieser bodengestützten Hochenergieastronomie. Mit dem Bau von Veritas, H.E.S.S., und Magic wurde diese Forschung auf ein neues Niveau gehoben, da diese Projekte jeweils aus mehreren Einzelteleskopen bestehen, welche auf einer Fläche äquivalent zum Lichtkegel des Tscherenkowlichts verteilt sind, sodass sie eine höhere Sammelfläche und Ortsauflösung erhalten. In der vorliegenden Arbeit soll ein technischer Aspekt dieser speziellen Teleskope näher untersucht werden. Das Tscherenkowlicht, welches von den Teilchenschauern produziert wird, hat seinen Intensitätsspektrum im Ultraviolettbereich bei circa 300 nm. Da Glas im Wesentlichen undurchlässig für UV-Licht ist, kann die klassische Spiegelstruktur, welche aus einem Trägermaterial, einer reflektierenden Schicht und einer Glasplatte besteht, nicht verwendet werden. Vielmehr muss man die Beschichtung auf die Glasplatte aufbringen, sodass sie das eintreffende Licht direkt reflektiert. Da diese Beschichtungen verschiedensten Umwelteinflüssen (Regen, Hagel, Staub, Wind, Vögel) ausgesetzt sind, muss die empfindliche, meist nur wenige hundert Nanometer dicke, reflektierende Schicht geschützt werden. Dieser Schutz besteht im wesentlichen aus einer weiteren Schicht, welche eine hohe Härte und Stabilität gegenüber äußeren Einflüssen aufweist, aber im Normalfall nur schlechte optische Eigenschaften besitzt, zum Beispiel eine Quarzschicht. Da diese Schutzschicht den Reflektionsgrad reduziert, muss man sorgsam abwägen zwischen längerer Lebenszeit, garantiert durch eine dickere Schutzschicht, oder höherem Reflektionsgrad und damit höherem wissenschaftlichem Nutzen. Die folgende Arbeit besteht aus drei Teilen, der theoretischen Einführung und Betrachtung von dünnen Schichten und ihrem Verhalten, der technischen Realisierung mit Hilfe der Tübinger Bedampfungskammer sowie der Auswertung und Diskussion erster Ergebnisse.

Inhaltsverzeichnis

1. Theoretische Grundlagen	10
1.1. Optische Grundlagen	10
1.1.1. Allgemeine Begriffe der Optik	10
1.1.2. Brechungsgesetz	11
1.1.3. Reflexionsgesetz	11
1.1.4. Fresnel-Formeln	12
1.1.5. Dielektrische Mehrschichten	13
1.1.6. Periodische Schichtsysteme	15
1.1.7. Dielektrische Spiegel	16
1.1.8. Variation der Reflexion metallischer Schichten	17
1.2. Substrate ihre Eigenschaften	18
1.2.1. Glas und seine Eigenschaften	18
1.2.2. Charakterisierung von Oberflächen	20
1.3. Reinigungsprozess	20
1.3.1. Vorreinigung	21
1.3.2. Entfernung von adsorbiertem Wasserdampf	21
1.3.3. Reinigung in der Vakuumkammer	22
1.4. Herstellung dünner Schichten - PVD Prozessumgebung	23
1.4.1. Druckanforderungen	23
1.4.2. Thermodynamische Betrachtung des thermischen Verdampfens	24
1.4.3. Atomare Betrachtung des thermischen Verdampfens	25
1.4.4. Energetische Betrachtung des thermischen Verdampfens	26
1.4.5. Verdampfungsverhalten von Verbindungen und Legierungen	28
1.4.6. Dampfstromdichte und Dampfstromverteilung	29
1.5. Schichtwachstum	32
1.5.1. Kondensation und Kernbildung	32
1.5.2. Einfluss ausgewählter Prozessparameter auf das Schichtwachstum	37
1.5.3. Inselbildung, Verschmelzung und homogene Schicht	38
1.6. Eigenschaften dünner Schichten	39
1.6.1. Atomare Struktur	39
1.6.2. Mikrostruktur	40
1.6.3. Mechanische Eigenschaften - Materialstress	45
1.6.4. Mechanische Eigenschaften - Materialhärte	47
1.6.5. Optische Eigenschaften	48

2. Versuchsaufbau	52
2.1. Vakuumkammer und Pumpen	52
2.1.1. Schematischer Aufbau	52
2.1.2. Funktionsprinzip	53
2.1.3. Verwendete Bedampfungsanlage	54
2.2. Hochstromverdampfer	55
2.2.1. Schematischer Aufbau	55
2.2.2. Unser Modell	55
2.3. ESV-6	56
2.3.1. Schematischer Aufbau	56
2.3.2. Unsere Anlage	56
2.4. Schwing-Quarz-Schichtdicken-Messgerät	56
2.4.1. Funktionsprinzip	57
2.4.2. Das INFICON IC6000	59
2.5. Glimmeinrichtung	59
2.5.1. Schematischer Aufbau	59
2.5.2. Funktionsweise	59
2.5.3. Die verwendete Glimmeinrichtung	61
3. Vielstrahlinterferenz-Mikroskop	62
3.1. Das Multimi M3000D	62
3.2. Aufbau	62
3.3. Funktionsweise	64
3.3.1. Zweistrahlinterferenzmikroskopie	65
3.3.2. Vielstrahlinterferenz mit Hilfe der Airy Formel (ohne Absorption)	65
3.3.3. Vielstrahlinterferenz mit Hilfe der Airy Formel mit Absorption	67
3.3.4. Interferenzmuster und ihre Interpretation	67
3.3.5. Phasenbedingung und ihr Einfluss auf die optimale Entfernung zwischen Probe und Interferenzglas	68
3.3.6. Weitere Effekte	69
3.4. Interferenzgläser	70
3.4.1. Interferenzgläser mit Silberbeschichtung	71
3.4.2. Interferenzgläser mit Mehrschichtsystemen	73
3.4.3. Grundlegende Probleme	75
3.5. Messverfahren und Auswertung	76
4. Experiment und Auswertung	77
4.1. Design	77
4.1.1. Optionale Modifikationen des Designs	79
4.2. Eichung	81
4.2.1. Durchführung	81
4.2.2. Qualität der Eichung	82
4.3. Probenherstellung - Standard Prozess	83
4.3.1. Standardprozess	84

4.3.2. Probleme und mögliche Verbesserungen	85
4.3.3. Testreihen	85
4.4. Reflektionsmessungen	86
4.4.1. Auswertung	86
4.4.2. Schlussfolgerung	89
4.5. Umwelttests	92
4.5.1. Funktionsprinzip	92
4.5.2. Auswertung	93
4.5.3. Schlussfolgerungen	94
4.6. Haftungstests	94
4.6.1. Funktionsprinzip	95
4.6.2. Auswertung	95
4.6.3. Schlussfolgerung	96
4.7. Zusammenfassung	96
5. Ausblick	97
Literaturverzeichnis	98
A. Anhang	103

Abbildungsverzeichnis

1.1. Vektorielle Darstellung der Brechung	12
1.2. Darstellung des Strahlengangs durch ein Schichtsystem bestehend aus zwei Komponenten	14
1.3. Struktur von kristallisiertem Quarz, geschmolzenem Quarz und Natrium-silikatglas	19
1.4. Darstellung der Wasserhaut und ihres Einflusses auf Schichten	21
1.5. Schematische Darstellung einer Kristalloberfläche	27
1.6. Simulation der Schichtdickenverteilung bei verschiedener Anordnung von Verdampfern	30
1.7. Darstellung zweier Anordnungen in Bedampfungskammern	30
1.8. Darstellung der Dampfwolkenverteilung	30
1.9. Schematischer Darstellung des Kondensationsprozesses	33
1.10. Darstellung der freien Energie als Funktion der Kondensatgröße	35
1.11. Schematische Darstellung des Schichtwachstums	38
1.12. Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme einer Rhodiumschicht	40
1.13. Grafischer Darstellung des Säulenmodells	43
1.14. Darstellung der Abschattung zur Berechnung des maximalen Abstands zweier Teilchen	43
1.15. Darstellungen zum Stress während Schichtwachstums	44
1.16. Darstellung des Potentials zwischen Korngrenzen	44
1.17. Darstellungen zum Einfluss unterschiedlicher Parameter auf das Schichtwachstum	49
1.18. Tabelle zur Veranschaulichung des Einflusses von Wasserdampf auf den Brechungsindex	51
2.1. Darstellung zum Funktionsprinzip von Pumpen	53
2.2. Oszillationsmodell von Quarzkristallen	57
2.3. Darstellung der charakteristische Bereiche einer Glimmentladung	60
3.1. Schematische Darstellung eines Tolansky-Mikroskops	63
3.2. Schematische Darstellung des Zweistrahlverfahren	64
3.3. Darstellung des Strahlengangs zwischen zwei parallelen Schichten	66
3.4. Interferenzmuster bei Reflexion und Transmission	68
3.5. Veranschaulichung der Phasenbedingung	68
3.6. Simulation der Reflexionswerte verschiedener Silberschichten	72
3.7. Simulation der Transmissionswerte verschiedener Silberschichten	72
3.8. Simulation der Absorptionswerte verschiedener Silberschichten	73

3.9. Aufnahmen unterschiedlicher Interferenzgläser	74
3.10. Simulationsergebnisse zweier Mehrschichtdesigns mit maximaler Reflexion bei 546nm	75
4.1. Simulation von Al-SiO ₂ Designs mit variierender SiO ₂ Schichtdicke in nm	78
4.2. Vergleich der Simulationen von 75 nm, 100 nm und 125 nm Schutzschicht .	78
4.3. Simulation der Auswirkung abweichender Aluminiumschichten.	79
4.4. Simulation der Auswirkung abweichender SiO ₂ Schichten.	80
4.5. Vergleich von idealen und realen Designs	83
4.6. Vergleich zwischen Messungen der Proben mit unterschiedlichen Prozess- parametern und der Simulation	87
4.7. Vergleich der Simulation des idealen und realen Designs mit Messung der Probe 59	88
4.8. Vergleich der Simulation des idealen und realen Designs mit Messung der Referenzprobe 7	88
4.9. Vergleich der Messungen verschiedener Designs	90
4.10. Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 83 für eine 25nm Schutzschicht	91
4.11. Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 91 für eine 50nm Schutzschicht	91
4.12. Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 99 für eine 75nm Schutzschicht	92
A.1. Verkabelung der Elektronenstrahlverdampfer-Steuerungseinheit	104
A.2. Von mir rekonstruierter Schaltplan des Elektronenstrahlverdampfers . . .	105
A.3. Standardprotokoll für Bedampfung Seite 1	106
A.4. Standardprotokoll für Bedampfung Seite 2	107
A.5. Testplan aller Proben Teil 1	108
A.6. Testplan aller Proben Teil 2	109

Tabellenverzeichnis

4.1. Messwerte verschiedener Kantenhöhen zur Bestimmung der Korrekturfaktoren	82
4.2. Messreihen mit variierten Parametern.	86
4.3. Schichtdicken der vermessenen Proben gleichen Designs	87
4.4. Schichtdicken der vermessenen Proben unterschiedlichen Designs	90
4.5. Vergleich der Reflexionswerte vor und nach dem Korrosionstest	94
4.6. Verwendete Klebestreifen der Firma Tesa für den Tapetest	95

1. Theoretische Grundlagen

Im folgenden Kapitel werden die Grundlagen der Dünnschichttechnologie erläutert, beginnend bei den optischen Grundlagen, über die Herstellung dünner Schichten bis hin zu den Eigenschaften dieser Schichten mit dem Schwerpunkt auf das optische Verhalten der Schichtsysteme. Der inhaltliche Aufbau folgt hierbei den einzelnen Schritten, welche für die Herstellung eines Spiegels erforderlich sind, beginnend bei dem Design, über die Wahl, Reinigung und Vorbereitung des Substrats, den Erfordernissen an die Produktionsanlage, welche in Kapitel 2 genauer untersucht werden, bis zur Schichtbildung und anschließender Charakterisierung der produzierten Schichtsysteme.

1.1. Optische Grundlagen¹

1.1.1. Allgemeine Begriffe der Optik

Die verschiedenen Phänomene der Optik werden mit zwei Konzepten, einerseits der geometrischen Optik und andererseits der Wellenoptik behandelt. Die geometrische Optik behandelt Lichtbündel und wird bei der Beschreibung optischer Systeme, bestehend aus Linsen, Prismen und Spiegel verwendet, während die Wellenoptik einzelne Lichtwellen und damit einhergehender Interferenzerscheinungen beschreibt. Die Wellenoptik basiert auf dem Huygenschen Prinzip, welches die Ausbreitung von Licht mit Hilfe von Kugel- und Elementarwellen beschreibt. Am Ausgangspunkt der Kugelwelle bildet jeder einzelne Punkt des Wellenfelds das Erzeugungszentrum einer neuen Elementarwelle, welche sich in alle Richtungen ausbreitet. Diese Kugelwellen interferieren miteinander dergestalt, dass nur die einhüllende Wellenfront sichtbar bleibt, welche sich in die Ausbreitungsrichtung fort bewegt. Die geometrische Optik gilt nur für Lichtbündel, welche nur eine mathematische Abstraktion darstellen, da bei infinitesimalen Lichtbündeln der Wellencharakter zu Tage tritt, und basiert auf vier Axiomen:

1. In homogenen² Stoffen sind Lichtstrahlen gerade.
2. An Grenzflächen zweier homogener, isotroper Nichtleiter wird Licht nach Brechungsgesetz gebrochen und nach dem Reflexionsgesetz reflektiert.
3. Der Strahlengang ist umkehrbar.
4. Sich kreuzende Lichtbündel durchlaufen sich ohne sich gegenseitig zu beeinflussen.

¹Dieses Kapitel basiert, solange nicht anders zitiert, auf Haferkorn (2003)

²In homogenen Stoffen ist die Brechzahl konstant. In isotropen Stoffen ist die Brechzahl unabhängig von der Richtung

Weiterhin gilt der Satz von Malus, welcher besagt, dass bei Brechung und Reflexion die Orthonomie³ von Strahlenbündel nicht verloren geht. Der Weg, den ein Lichtbündel wählt, wird vom Fermat'schen Prinzip bestimmt, welches besagt, dass ein Lichtstrahl zwei Punkte auf einem Weg verbindet, dessen optische Länge extremal⁴ im Vergleich zu benachbarten ist. Hierbei ist der optische Weg, das Produkt aus realer Entfernung und Brechungsindex des durchquerten Mediums. Die Brechzahl ist definiert als das Verhältnis der Lichtgeschwindigkeit im Vakuum zur Lichtgeschwindigkeit im Medium und damit immer größer als eins. In inhomogenen Stoffen (mit lokal stetiger Brechzahl) gilt für die optischen Länge $L = \int_A^B n dl$, deren erste Variation verschwinden muss, um das Fermatsche Prinzip zu erfüllen.

1.1.2. Brechungsgesetz

Trifft Licht auf eine unendlich ausgedehnte⁵, ebene Grenzfläche, die zwei homogene, isotrope, nichtabsorbierende Stoffe trennt, dann folgt aus dem Huygenschen Prinzip für eine Welle mit Auftreffwinkel ϵ ⁶

$$\frac{\sin \epsilon'}{\sin \epsilon} = \frac{c'}{c} \quad (1.1)$$

Mit Hilfe der Definition des Brechungsindex $n = c_0/c$ ergibt sich daraus das Brechungsgesetz

$$n \sin \epsilon = n' \sin \epsilon' \quad (1.2)$$

Das Produkt $n \sin \epsilon$ ist eine Invariante der Brechung. Weiterhin bleibt der Lichtstrahl in der Einfallsebene. Allgemein kann man das Brechungsgesetz auch in vektorieller Form darstellen. Hierbei ist \vec{n} die Flächennormale, \vec{s} die Richtung des einfallenden Strahls und \vec{s}' die Richtung des gebrochenen Strahls.

$$n (\vec{s} \times \vec{n}) = n' (\vec{s}' \times \vec{n}) \quad (1.3)$$

Falls man für einen bekannten einfallenden Strahl den dazu passenden gebrochenen Strahl berechnen möchte, ergibt die Auflösung des vektoriellen Brechungsgesetzes für die einzelnen Komponenten $i = x, y, z$

$$s'_i = \frac{n}{n'} s_i - n_i \left(\frac{n}{n'} (\vec{n}\vec{s}) - \sqrt{1 - \left(\frac{n}{n'}\right)^2 (1 - (\vec{n}\vec{s})^2)} \right) \quad (1.4)$$

1.1.3. Reflexionsgesetz

Das Reflexionsgesetz wird analog zum Brechungsgesetz mit dem Huygenschen Prinzip begründet. Der Lichtstrahl bleibt in der Einfallsebene und der Einfallswinkel

³Ein Strahlenbündel, dessen Strahlen Normalen zu einem Flächensystem darstellen, heißen orthonom

⁴In der Regel ist dieser Weg minimal

⁵Bei nicht unendlich ausgedehnten Flächen kommt es am Rand zu Beugungseffekten

⁶Der Einfallswinkel wird gegen das Lot der Auftrefffläche gemessen

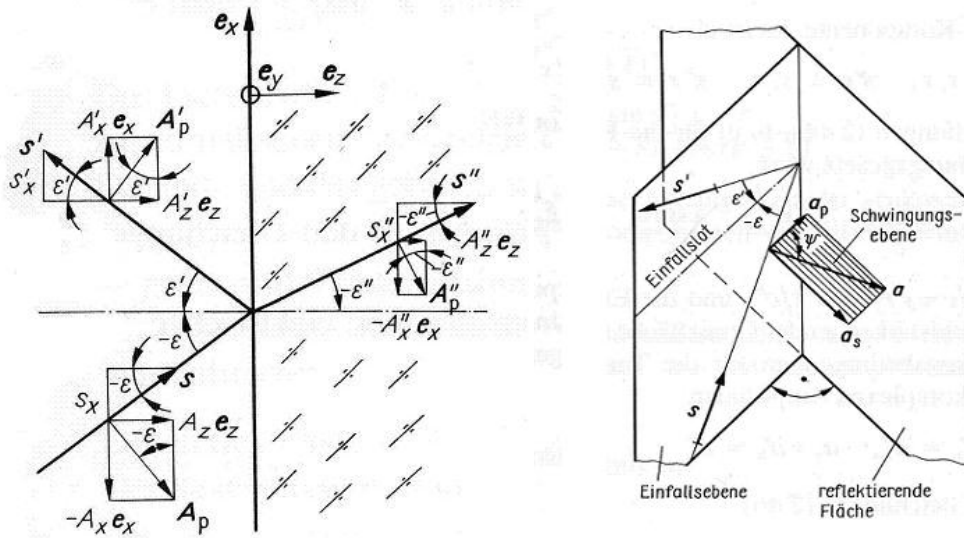


Abbildung 1.1.: Links: Vektoren und ihre Zerlegung bei Reflexion und Brechung. Rechts: Zerlegung der Feldstärkevektoren. Quelle: Haferkorn (2003)

hängen über die Beziehung $\epsilon = -\epsilon'$ zusammen. Formal betrachtet ist das Reflexionsgesetz ein Spezialfall des Brechungsgesetzes für $n = -n'$. Definiert man weiterhin, dass der Normalenvektor \vec{n} in Richtung der reflektierenden Fläche zeigt und der reflektierte Strahlvektor \vec{s}' davon weg, folgt das vektorielle Reflexionsgesetz zu.

$$\vec{s} \times \vec{n} = \vec{s}' \times \vec{n} \quad (1.5)$$

Weiterhin kann man Reflexions- und Brechungsgesetz auch aus den Maxwellgleichungen herleiten und der Forderung, dass die Tangentialkomponente der elektrischen Feldstärke an der Grenzfläche zweier Dielektrika stetig ist $\vec{E}_{t1} = \vec{E}_{t2}$. Damit kann man auch beweisen, dass die Normalen des gebrochen und reflektierten Lichts in der Einfallsebene liegen und das sich die Frequenz des Lichts nicht ändert.

1.1.4. Fresnel-Formeln

Um zu ermitteln welcher Anteil des Lichts gebrochen oder reflektiert wird, betrachtet man die Amplituden einer linear polarisierten, ebenen Lichtwelle, welche auf die Grenzfläche zwischen zwei homogenen, isotropen Nichtleitern trifft. Zuerst zerlegt man die Amplitude in ihren parallelen und senkrechten Anteil relativ zur Einfallsebene. Der Winkel zwischen der Schwingungsebene der Welle und der Einfallsebene nennt man Azimut ψ . Es gilt nun nach Abbildung 1.1

$$\tan \psi = \frac{a_s}{a_p} \quad \tan \psi' = \frac{a_{s'}}{a'_p} \quad \tan \psi'' = \frac{a_{s''}}{a''_p} \quad (1.6)$$

Aus geometrischen Betrachtungen der Abbildung 1.1 erhält man für die einzelnen Komponenten von \vec{a} , \vec{a}' und \vec{a}'' jeweils einen Ausdruck in Abhängigkeit vom Winkel ϵ und dem parallelen bzw. senkrechten Anteil. Zusammen mit der Stetigkeitsbedingung für die Tangentialkomponenten der elektrischen und der magnetischen Feldstärke

$$(a_p - a'_p) \cos \epsilon = a''_p \cos \epsilon'' \qquad a_s + a'_s = a_s \qquad (1.7)$$

kann man dies umformen und erhält folgende Bedingungen für die Amplituden:

$$n(a_s - a'_s) \cos \epsilon = n'' a''_s \cos \epsilon'' \qquad n(a_p + a'_p) = n'' a''_p \qquad (1.8)$$

Das Auflösen dieser Gleichungen nach den Unbekannten a'_s , a'_p , a''_s , a''_p führt auf die Fresnelformeln, welche den Zusammenhang zwischen den Amplitudenkomponenten und dem Einfallswinkel für reflektiertes und gebrochenes Licht herstellen:

$$a'_s = a_s \frac{\sin(\epsilon'' - \epsilon)}{\sin(\epsilon'' + \epsilon)} \qquad a'_p = -a_p \frac{\tan(\epsilon'' - \epsilon)}{\tan(\epsilon'' + \epsilon)} \qquad (1.9)$$

$$a''_s = a_s \frac{2 \sin \epsilon'' \cdot \cos \epsilon}{\sin(\epsilon'' + \epsilon)} \qquad a''_p = a_p \frac{2 \sin \epsilon'' \cdot \cos \epsilon}{\sin(\epsilon'' + \epsilon) \cdot \cos(\epsilon'' - \epsilon)} \qquad (1.10)$$

Definiert man nun das Verhältnis von Reflexionsgrad R zu Transmissionsgrad T als äquivalent zum Verhältnis von reflektierter Intensität I' zu transmittierter Intensität I'' ergibt sich für nichtabsorbierende Stoffe wegen des Energiesatzes $R + T = 1$ der Reflexionsgrad zu

$$R_s = \frac{\sin^2(\epsilon'' - \epsilon)}{\sin^2(\epsilon'' + \epsilon)} \qquad R_p = \frac{\tan^2(\epsilon'' - \epsilon)}{\tan^2(\epsilon'' + \epsilon)} \qquad (1.11)$$

Und aus der Kleinwinkelnäherung folgt wieder in Bezug zum Brechungsindex die bekannte Formel für den Reflexionsgrad.

$$R = \left(\frac{n'' - n}{n'' + n} \right)^2 \qquad (1.12)$$

1.1.5. Dielektrische Mehrfachsichten

Zur Beschreibung des Reflexionsverhaltens von Licht an Mehrfachsichten benutzt man als Grundlage die Basisformeln von Fresnel. Ausgehend von Abbildung 1.2 betrachte man zuerst nur die senkrecht zur Einfallsebene schwingende elektrische Feldstärke. Es gilt nun entsprechend der Formeln 1.7 für die erste Grenzfläche die Stetigkeitsbedingung $a_1 + a'_1 = a''_1 + a'''_1$, wobei es sich bei a'''_1 um den von der zweiten Schicht reflektierten Anteil handelt, welcher im Einsichtssystem nicht vorhanden ist. An der zweiten Grenzfläche

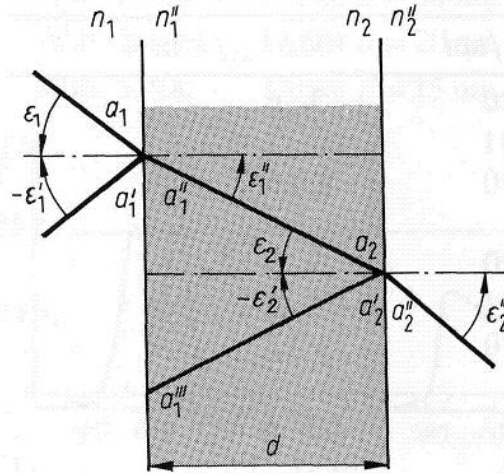


Abbildung 1.2.: Darstellung des Strahlengangs durch ein Schichtsystem bestehend aus zwei Komponenten. Quelle: Haferkorn (2003)

gilt $a_2 + a_2' = a_2''$. Aus Gleichung 1.8 folgen die komplexen Amplituden der magnetischen Feldstärke

$$n_1(a_1 - a_1') \cos \epsilon_1 = n_1''(a_1'' - a_1''') \cos \epsilon_1'' \quad n_2(a_2 - a_2') \cos \epsilon_2 = n_2''a_2'' \cos \epsilon_2'' \quad (1.13)$$

Diese werden modifiziert mit dem Phasenfaktor δ^7 und liefern mit den Abkürzungen $\gamma_1^s = n_1'' \cos \epsilon_1''$ und $\gamma_2^s = n_2'' \cos \epsilon_2''$ (der Index s für senkrecht schwingender Anteil) die reflektierten Amplituden:

$$a_1'' = \frac{1}{2}a_2'' \left(1 + \frac{\gamma_2^s}{\gamma_1^s}\right) e^{j\delta} \quad a_1''' = \frac{1}{2}a_2'' \left(1 - \frac{\gamma_2^s}{\gamma_1^s}\right) e^{-j\delta} \quad (1.14)$$

Einsetzen der erhaltenen Amplituden a_1'' und a_1''' in die ursprünglichen Bedingungen der komplexen Amplitude liefert ein lineares Gleichungssystem.

$$\begin{pmatrix} a_1 + a_1' \\ \gamma_0^s(a_1 - a_1') \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \delta & \frac{j}{\gamma_1^s} \sin \delta \\ j\gamma_1^s \sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_2'' \\ \gamma_2^s a_2'' \end{pmatrix} \quad (1.15)$$

In der mittleren Matrix sind alle relevanten Charakteristika der durchlaufenen Schicht enthalten. Man kann dieselben Überlegungen nun analog für den parallel zur Einfallsebene schwingenden Anteil durchgehen und erhält mit den Abkürzungen

$$\gamma_1^p = \frac{n_2}{\cos \epsilon_2} \quad \gamma_2^p = \frac{n_2''}{\cos \epsilon_2''} \quad \gamma_0^p = \frac{n_1}{\cos \epsilon_1} \quad (1.16)$$

⁷Die Phasendifferenz zweier Strahlen, welche unter einem Winkel auf eine Oberfläche treffen, berechnet sich aus $\delta = \frac{2\pi}{\lambda_0} \Delta L$. Unter Berücksichtigung von $\lambda_0/n_1'' = \lambda''$ und $\Delta L = 2n_1''d \cos \epsilon_1''$ ergibt sich $\delta = \frac{4\pi}{\lambda''} d \cos \epsilon_1''$

wiederum die in ihrer Grundstruktur identische Matrix

$$M_1^p = \begin{pmatrix} \cos \delta & \frac{j}{\gamma_1^p} \sin \delta \\ j\gamma_1^p \sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix} \quad (1.17)$$

Man kann also unabhängig von der Schwingungsrichtung das gleiche lineare Gleichungssystem verwenden, welches sich nur in den γ unterscheidet. Im nächsten Schritt kann man zeigen, dass die Kopplung zwischen zweiter und dritter Schicht, analog zur ersten abläuft und man die Matrix M , welche die einzelnen Schichten beschreibt, zu einer Gesamtmatrix für das Mehrschichtsystem zusammenfassen kann, sodass gilt

$$M = \prod_{m=1}^k M_m = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \quad (1.18)$$

Daraus lässt sich nun der Reflexionsgrad bestimmen zu

$$R = \left\| \frac{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} - m_{21} - \gamma_s m_{22}}{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} + m_{21} + \gamma_s m_{22}} \right\|^2 \quad (1.19)$$

1.1.6. Periodische Schichtsysteme

Betrachtet man ein Schichtsystem, welches auf ein Substrat mit Brechzahl n_s aufgetragen ist, dann gilt $\gamma_m^s = \gamma_m^p$, $\gamma_0 = n_0$ und $\gamma_s = n_s$, insofern vor dem Schichtsystem ein Medium mit Brechzahl n_0 existiert. Gelte nun für zwei Schichten $\lambda_0/4n$ mit unterschiedlicher Brechzahl, sodass $d_{1,2} = \frac{\lambda_0}{4n_{1,2}''}$ und die damit einhergehende Phasendifferenz $\delta_{1,2} = \frac{2\pi d_{1,2} n_{1,2}''}{\lambda_0} = \frac{\pi}{2}$ ist, dann ergibt die Reflexionsmatrix für dieses System

$$M = M_1 M_2 = \begin{pmatrix} 0 & \frac{j}{\gamma_1} \\ j\gamma_1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & \frac{j}{\gamma_2} \\ j\gamma_2 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{\gamma_2}{\gamma_1} & 0 \\ 0 & -\frac{\gamma_1}{\gamma_2} \end{pmatrix} \quad (1.20)$$

Da weiterhin $\gamma_1 = n_1''$, $\gamma_2 = n_2''$ und $\gamma_s/\gamma_0 = n_s/n_0$ gilt, ergibt sich für den Reflexionsgrad

$$R = \left\| \frac{\frac{n_0}{n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''} \right)^2 - 1}{\frac{n_0}{n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''} \right)^2 + 1} \right\|^2 \quad (1.21)$$

Alternativ kann man die Reflexionsmatrix auch mit Hilfe von $\gamma_1 = n_1''$ und $\gamma_2 = n_2''$ umschreiben zu

$$M = \begin{pmatrix} -\frac{n_2''}{n_1''} & 0 \\ 0 & -\frac{n_1''}{n_2''} \end{pmatrix} \quad (1.22)$$

Für ein periodisches Schichtsystem aus einer geraden Anzahl k $\lambda_0/4n$ Schichten abwechselnder Brechzahl gilt damit nun

$$M = \begin{pmatrix} \left(-\frac{n_2''}{n_1''}\right)^{\frac{k}{2}} & 0 \\ 0 & \left(-\frac{n_1''}{n_2''}\right)^{\frac{k}{2}} \end{pmatrix} \quad (1.23)$$

Damit folgt für den Reflexionsgrad entsprechend

$$R = \left\| \frac{\frac{n_0}{n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k - 1}{\frac{n_0}{n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k + 1} \right\|^2 \quad (1.24)$$

Die allgemeine Bezeichnung für Mehrfachschichten mit alternierenden $\lambda_0/4n$ -Schichten hoher (H) und niederer(L) Brechzahlen lautet nun entweder $o(HL)^{\frac{k}{2}}s$ oder $o(LH)^{\frac{k}{2}}s$, wobei o für die Oberfläche und s für das Substrat stehen. Fügt man nun eine weitere Schicht hinzu, zum Beispiel $oN(NH)^{\frac{k}{2}}s$, so lautet die dazugehörige Reflexionsmatrix

$$M = \begin{pmatrix} 0 & \frac{j}{\gamma_2} \\ j\gamma_2 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^{\frac{k-1}{2}} & 0 \\ 0 & \left(\frac{n_1''}{n_2''}\right)^{\frac{k-1}{2}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & \frac{j}{\gamma_2} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^{\frac{k-1}{2}} \\ j\gamma_2 \left(\frac{n_1''}{n_2''}\right)^{\frac{k-1}{2}} & 0 \end{pmatrix} \quad (1.25)$$

Für die Anordnung $o(HN)^{\frac{k}{2}}Hs$ ändert sich die Reihenfolge der zu multiplizierenden Matrizen. Daraus ergibt sich der Reflexionsgrad abhängig von der Anordnung zu.

$$R = \left\| \frac{1 - \frac{n_1''n_2''}{n_0n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k}{1 + \frac{n_1''n_2''}{n_0n_s} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k} \right\|^2 \quad R = \left\| \frac{\frac{n_0n_s}{n_1''n_2''} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k - 1}{\frac{n_0n_s}{n_1''n_2''} \left(\frac{n_2''}{n_1''}\right)^k + 1} \right\|^2 \quad (1.26)$$

Bei bekannter Schichtdicke und bekanntem Brechungsindex lässt sich damit für jedes beliebige Schichtsystem der Reflexionsgrad berechnen. In Realität werden hergestellte Schichten von diesem idealen Wert abweichen, da unter anderem der Brechungsindex der einzelnen dünnen Schichten nicht immer bekannt ist, sondern wie in 1.6.5 ausgeführt wird, selbst in Abhängigkeit vom Herstellungsprozess berechnet werden muss und auch dann nicht eindeutig bekannt ist.

1.1.7. Dielektrische Spiegel

Dielektrische Mehrfachschichten haben im Vergleich zu rein metallischen Schichtsystemen verschiedene Vorteile. Hauptsächlich lässt sich durch geschickte Kombination von Materialien mit hoher und niederer Brechzahl ein extrem hoher Reflexionsgrad für das Gesamtsystem erreichen. Für Laserresonatoren verwendet man zum Beispiel Schichtsysteme aus Titandioxid mit $n = 2,4$ und Magnesiumfluorid mit $n = 1,38$, welche mit einer $(HL)^{\frac{k-1}{2}}H$ -Anordnung Reflexionswerte von 99,99997% (siehe Haferkorn, 2003) erreichen können. Weiterhin weisen sie eine verschwindende Absorption auf, welche verhindert, dass sich das Schichtsystem aufheizt und dadurch eventuell verändert, wie es bei

metallischen Schichten der Fall ist. Weiterhin lassen sich auch absorptionslose Interferenzfilter durch Kombination dielektrischer Spiegel herstellen. Hierbei platziert man zwei dielektrische Spiegel zwischen zwei Glasplatten getrennt durch eine $\lambda_0/2n$ -Schicht. Diese mittlere Schicht bestimmt den Transmissionsgrad. Dies führt zu Anordnungen der Form $s(HL)^{\frac{k-1}{2}}HooH(NL)^{\frac{k-1}{2}}s$ oder $s(HL)^{\frac{k}{2}}oo(LH)^{\frac{k}{2}}s$. Je mehr Schichten man nun einfügt, desto kleiner wird der Transmissionswert, auf Grund von Absorption und Streuung an den Einzelschichten, aber umso schärfer wird auch das durchgelassene Frequenzband des Filters. Solche Systeme nennt man auch Cavity.

1.1.8. Variation der Reflexion metallischer Schichten

Die häufigste kommerzielle Verwendung von dielektrischen Schutzschichten besteht in optischen Antireflexionsbeschichtungen, z.B. für Brillen, wobei nach dem gleichen Prinzip auch eine Reflexionserhöhung bewirkt werden kann. Betrachtet man eine nichtabsorbierende Einfeldschicht auf einem Substrat, zum Beispiel einer Metallplatte, so besteht die reflektierte Amplitude aus mehreren Anteilen. Die erste Bruchteil r_1 der Gesamtamplitude A wird an der ersten Schicht mit einem Phasensprung gebrochen $a'_1 = -r_1A$. An der Metallplatte ergibt sich die zweite Reflexion, welche einen Anteil modifiziert um die zweimalige Transmission durch die erste Schicht sowie dem Phasensprung an der Metallplatte liefert $a'_2 = t_1t'_1r_2Ae^{j(\delta+\delta_r)}$. Entsprechend liefern auch weitere Reflexionen innerhalb der Schichten ihren Beitrag, sodass sich die Gesamtamplitude schreiben lässt als

$$a' = -r_1A + t_1t'_1r_2A \cdot e^{j(\delta+\delta_r)} \sum_{m=0}^{\infty} (r_1r_2)^m \cdot e^{jm(\delta+\delta_r)} \quad (1.27)$$

Die Auswertung der unendlichen Reihe und Umformung mit Hilfe der Sinusgesetze liefert für den Reflexionsgrad

$$R = \frac{(\sqrt{R_1} - \sqrt{R_2})^2 + 4\sqrt{R_1R_2} \sin^2 \frac{\delta+\delta_r}{2}}{(1 + \sqrt{R_1R_2})^2 + 4\sqrt{R_1R_2} \sin^2 \frac{\delta+\delta_r}{2}} \quad (1.28)$$

Der Phasensprung δ_r an der Metallplatte hängt vom Verhältnis der Brechungsindizes ab und ist entweder null, falls die Brechzahl des Trägers kleiner oder aber π wenn sie größer ist. Nur der zweite Fall ist von Interesse, sodass sich zwei Bedingungen für das Verschwinden des Reflexionsgrades ergeben.

$$\cos \delta/2 = 0 \qquad \sqrt{R_1} = \sqrt{R_2} \quad (1.29)$$

Die erste Bedingung (die Phasenbedingung), bestimmt die Dicke der ersten Schicht. Aus $\delta = (2z + 1)\pi$ folgt für die Dicke der Schicht $d = \frac{2z+1}{4} \frac{\lambda_0}{4}$ mit $z = 0, 1, 2, ..$ Die zweite Bedingung (die Amplitudenbedingung), sorgt dafür, dass sich die Teilwellen bei der Interferenz gegenseitig auslöschen. Im Falle einer senkrecht einfallenden Welle führt dies zu $n = \sqrt{n_0n_s}$. Die damit erwirkte Reflexionsminderung gilt aber auf Grund der Dispersion nur für eine einzelne Wellenlänge, daher erkennt man entspiegelte optische Systeme an ihrer Färbung. Eine purpurne Farbe der entspiegelten Fläche ist auf eine Unterdrückung

des gelbgrünen Spektralbereichs zurückzuführen, eine bläuliche Färbung auf die Unterdrückung der Komplementärfarbe Gelb. Für die typischen optischen Gläser mit Brechzahlen im Bereich von $n = 1,4 - 2,1$ benutzt man üblicherweise Magnesiumfluorid oder Kyrolith als Beschichtung, wobei deren Wirkung nur eingeschränkt ist, da die Amplitudenbedingung nur für $n = 1,82$ und $n = 1,9$ tatsächlich erfüllt ist. Die Entspiegelung mit Mehrfachsichten ermöglicht auf Grund der erweiterten Auswahl an Brechzahlen mehr Möglichkeiten, bedingt aber auch die Lösung der Gleichung 1.19 mit der entsprechenden Matrix. Möchte man weiterhin eine Reflexionsminderung für verschiedene Einfallswinkel erhalten, muss man parallelen und senkrechten Amplitudenanteil getrennt betrachten und minimieren, welche im allgemeinen nicht beide gleichzeitig null werden. Möchte man dagegen eine Erhöhung des Reflexionsgrades einer Metallschicht erhalten, maximiert man Gleichung 1.28. Dies führt zur Phasenbedingung $\sin \frac{\delta + \delta_r}{2} = 1$ und damit ergibt sich die optimale Schichtdicke zu:

$$d = \left(2z + 1 - \frac{\delta_r}{\pi} \right) \frac{\lambda_0}{4n} \quad (1.30)$$

Dies führt zu einem Reflexionsgrad

$$R = \frac{(\sqrt{R_1} + \sqrt{R_2})^2}{(1 + \sqrt{R_1 R_2})^2} \quad (1.31)$$

Dieser Effekt spielt hauptsächlich bei der Verbesserung der Reflexionswerte von Aluminiumspiegel im Ultraviolettbereich eine Rolle, aber auch die häufig verwendete SiO_2 -Schicht wirkt sich entsprechend dieses Effekts auf die Reflektivität eines Aluminiumspiegels aus.

1.2. Substrate ihre Eigenschaften

1.2.1. Glas und seine Eigenschaften

Die Struktur der Gläser bildet eine eigene Klasse, welche sich von der metallischen bzw. der Kristallstruktur unterscheidet. Am häufigsten ist die Beschreibung der Glasstruktur mit Hilfe der *random network theory*, welche von Zachariasen (1932) mit Röntgenbeugungsuntersuchungen begründet wurde. Bei den Oxidverbindungen geht man davon aus, dass die Ionen (zum Beispiel Si^{4+}) von Sauerstoffionen umgeben werden und Polyeder bilden. Es bilden sich nun entweder einzelne Polyeder, die noch Sauerstoffatome mit einem freien Bindungselektron aufweisen oder aber Polyederketten, welche über die Sauerstoffionen verbunden werden. Es bildet sich eine Struktur, welche von langkettigen Polymeren dominiert wird, und deren freie Ladungsträger durch zufällig eingelagerte Kationen neutralisiert werden (siehe hierzu Abbildung 1.3). Weitere Untersuchungen konnten kristallisierte Domänen im Größenbereich von $60 - 100 \text{ \AA}$ aufdecken. Die Herstellung von Glas ist durch die fortlaufende Kristallisation bei bestimmten Mischungen und Temperaturen begrenzt, welche zu einer Entglasung führt und in der Zerstörung des Glases resultiert. Die kommerziell erhältlichen Gläser bestehen aus Mischungen verschiedenster Materialien, mit denen die Eigenschaften bewusst beeinflusst werden. Von dieser Zusammensetzung

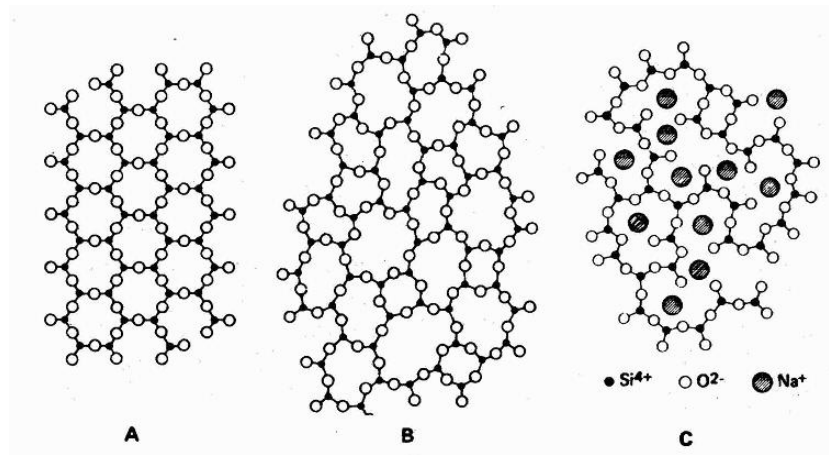


Abbildung 1.3.: Struktur von a) kristallisiertem Quarz b) geschmolzenem Quarz c) Natriumsilikatglas. Quelle: Pulker (1999)

hängen die thermischen, chemischen und optischen Eigenschaften ab. Das thermische Verhalten wird über die Viskosität definiert. Bei einer Viskosität von $\nu \approx 10^{14,5}$ Poise beginnt Glas sich zu dehnen, was den Beginn der Entfestigung einleitet. Ab $\nu \approx 10^{13}$ Poise glüht das Material auf und ab $\nu \approx 10^{7,6}$ Poise beginnt es zu erweichen und schmelzen, bis es bei $\nu \approx 10^2$ Poise eine homogene Schmelze bildet. Diese Werte schwanken aber abhängig von der Abkühlrate bzw. Erhitzungsrate, so dass die Eigenschaften von Glas im Allgemeinen stark von der durchlaufenden Temperaturkurve abhängen. Der Expansionskoeffizient *alpha* dagegen hängt hauptsächlich von der chemischen Zusammensetzung des Glases ab und bleibt über weitere Temperaturbereiche konstant. Zur Beschreibung des Widerstand von Glas gegenüber Temperaturschocks führten Schott (1894) einen Widerstandskoeffizienten

$$F = \frac{P}{\alpha E} \sqrt{\frac{\kappa}{\rho c_p}} \quad (1.32)$$

ein, welcher vom Elastizitätsmodul⁸ E , der thermischen Leitfähigkeit κ , der Dichte ρ , der spezifische Temperatur c_p und der Dehnspannung P abhängt. Die chemischen Eigenschaften von Gläsern, welche fast inert sind, werden ebenfalls hauptsächlich von der chemischen Zusammensetzung beeinflusst. Grundsätzlich reagieren Gläser mit Wasser, Laugen, Säuren und anderen Mischungen, wenn auch vergleichsweise gering. So ist die Einlagerung von H^+ -Ionen nicht zu vermeiden. Weiterhin werden Gläser von Laugen stärker angegriffen als von Säuren, da bei der Reaktion von Säuren mit dem Sauerstoff des Glases sich eine Schutzschicht aus Silizium bildet, welche die Struktur vor weiteren Angriffen schützt. Weiterhin ist anzumerken, dass Gläser weniger widerstandsfähig als entsprechende Kunststoffe gegenüber chemischen Reaktionen sind. Die herausragendste Eigenschaft der Gläser liegt in ihrer visuell optischen Durchlässigkeit. Diese wird für klei-

⁸Alternativ auch Youngzahl oder Zugmodul, gibt das Verhältnis von mechanischer Spannung σ zur Dehnung ϵ an

ne Wellenlänge durch die fundamentale Absorption der Elektronen begrenzt und für große Wellenlängen durch die Absorption durch Molekül- und Gitterschwingungen. Auch die optischen Eigenschaften lassen sich durch die Materialwahl beeinflussen. So bieten Oxid- und Fluoridgläser eine höhere Durchlässigkeit im Ultraviolettbereich, da die enthaltenen F^- - und O^{2-} -Ionen die höchste Elektronegativität aufweisen. Weiterhin kann man die Durchlässigkeit im UV-Bereich erhöhen, indem man den Anteil von Fe_2O_3 reduziert, welcher sich in normalem Glas verantwortlich für die Absorption zeigt. Die Obergrenze liegt meist bei $2,7\ \mu m$, welche von O-H-Einschlüssen definiert wird. Durch geschickte Mischung und Wahl der Materialien kann man die Durchlässigkeit im Infrarotbereich erhöhen, welche im Optimalfall von As_2S_3 bei $13\ \mu m$ liegt.

1.2.2. Charakterisierung von Oberflächen

Nach DIN4760 charakterisiert man die Oberflächeneigenschaften eines Körpers durch sechs Ordnungen. Die Flachheit beschreibt im makroskopischen Bereich die Abweichung des Substrats von einer idealen Ebene. Die zweite Ordnung ist die Welligkeit, welche die Abweichung der Ebene auf kleineren Skalen umfasst. Die dritte bis fünfte Ordnung umfasst verschiedene Abstufungen der Oberflächenrauigkeit, ausgelöst durch Rillen, Riefen, Kratzer und Auswirkungen der Gefügestruktur, zum Beispiel Korngrenzen. Die sechste Ordnung befasst sich mit dem Gitteraufbau der Oberfläche namentlich Punktdefekten, Fehlstellen und atomare Stufen. Die im makroskopischen Bereich auftretenden Abweichungen resultieren aus schlechter Herstellung und können, solange sie nicht durch Verzerrungen auf Grund des Eigengewichts des Substrats hervorgerufen werden, durch Polieren und Schleifen behoben werden. Abhängig von der gewünschten Flachheit oder Krümmung im Falle von fokussierenden Spiegelrohlingen, kann dieser Prozess Tage, Wochen oder Monate dauern. Im mikroskopischen Bereich bestimmt man die Rauigkeit mit Hilfe von mechanischer Abtastung oder Elektronenmikroskopie, wobei letzteres eine deutlich bessere Auflösung erlaubt. Es gibt verschiedene gebräuchliche Definitionen der Rauigkeit, welche durch Mittelwertbildung die Charakterisierung einer Oberfläche durch eine Zahl erlauben. Diese Verfahren charakterisieren aber immer nur einen kleinen Ausschnitt der Oberfläche und liefern daher nur ein unzureichendes Bild der Oberfläche.

1.3. Reinigungsprozess

Die Vorbehandlung und Reinigung des Substrats ist von zentraler Bedeutung für die Qualität der aufgedampften Schichten. Bei der Herstellung der Gläser bleiben Polierrückstände, Maschinenöle und Fette auf der Oberfläche zurück, während der Lagerung kommen Staubpartikel hinzu und auf Grund der Atmosphäre bilden sich Reaktionsschichten und Adsorptionsschichten an der Oberflächen. Um eine gleichmäßige Oberfläche für eine homogene Beschichtung zu erzielen müssen diese entfernt werden.

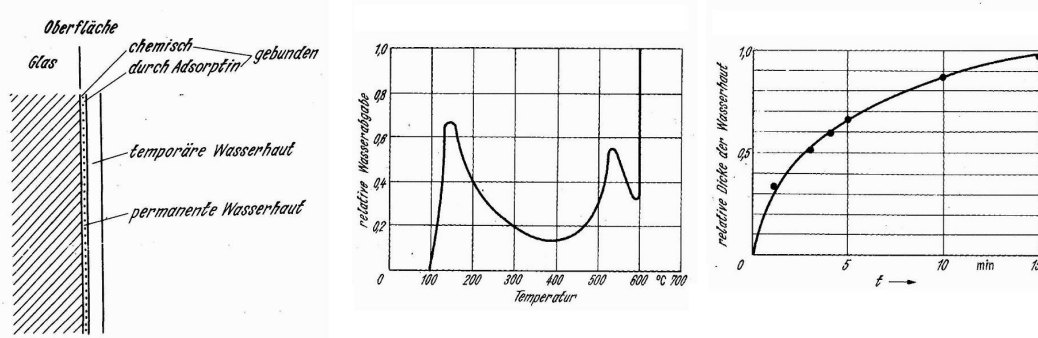


Abbildung 1.4.: Links: Darstellung der Wasserhaut auf einer Oberfläche. Mitte: Relative Wasserabgabe in Abhängigkeit von der Substrattemperatur. Rechts: Zeitlicher Verlauf der Wasserhautbildung bei Raumtemperatur an Atmosphäre. Quelle: Schiller u. Heisig (1976)

1.3.1. Vorreinigung

Im ersten Schritt der Reinigung entfernt man grobe Verunreinigungen mit Hilfe einfacher Reinigungsprozeduren. Darunter fallen Abwaschen mit Wasser, Reinigungsmittel, Säuren oder flüchtigen Lösungen. Hierbei spielt die Reihenfolge eine entscheidende Rolle. Im ersten Schritt löst man Staub mit Hilfe einer Reinigungslösung basierend auf Tensiden zur Entfernung von Staub, Fetten und Ölen. Nach Entfernen der Spülmittelrückstände kann man das Substrat mit Hilfe eines Säurebads von härteren Verunreinigungen befreien, eventuell intensiviert durch elektrochemische Prozesse. Ist mit diesem Reinigungsschritt ein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt, entfernt man im Ultraschallbad oder im Hochdruckstrahler mit destilliertem Wasser die chemischen Rückstände. Anschließend versucht man das vorhandene Wasser durch flüchtige Stoffe wie Ethanol oder Isopropanol zu verdrängen. Diese Wirkung kann man verbessern indem man die Substrate in eine Dampfkammer einbringt. Im letzten Schritt trocknet man das Substrat durch Erwärmen und trocken blasen mit inerten Gasen.

1.3.2. Entfernung von adsorbiertem Wasserdampf

Die unvermeidlichste aller Verunreinigungen ist die Adsorption von Wasserdampf auf der Substratoberfläche und Bildung einer Wasserhaut. Wie im linken Teil der Abbildung 1.4 schematischer dargestellt, besteht die Wasserhaut aus zwei Komponenten. Nach Wessel (1953) misst die permanente Wasserhaut etwa 10nm und ist durch chemische und physikalische Adsorption gebunden. Die temporäre Wasserhaut weist eine Dicke von circa 50nm auf und wird nur durch Adsorption an der Oberfläche gehalten. Diese Wasserhaut beeinflusst die Bildung aufgedampfter Schichten massiv und muss zwingend entfernt werden, um stabile Schichten zu erhalten. Wie in Thiene (1939) ausgeführt kann man diesen Wasserfilm durch Erhitzen entfernen. Wie in der mittleren Abbildung von 1.4 gezeigt, hängt die Rate, mit der das Wasser entfernt wird stark von der Temperatur ab. Bei Temperaturen von 150-200°C wird die temporäre Wasserhaut entfernt und ab 550°C wird

auch die permanente Wasserhaut entfernt. Um die chemische Adsorption von Wasser rückgängig zu machen benötigt man mindestens Temperaturen von 600°C. Sobald diese Wasserschicht entfernt ist, bildet sie sich, wie in der rechten Abbildung 1.4 aufgetragen, innerhalb weniger Minuten an der Atmosphäre wieder nach. Daher wird in der Praxis das Erhitzen des Substrats außerhalb der Kammer nur sehr selten verwendet, man beschränkt die externe Reinigung auf das Entfernen der normalen Verunreinigungen.

1.3.3. Reinigung in der Vakuumkammer

Im Vakuum finden zwei Verfahren zur Reinigung des Substrats Anwendung. Die einfache Variante besteht aus dem Ausheizen des Substrats zur Entfernung des Wasserfilms, die andere aus dem Beschuss mit geladenen Teilchen. Bei ersterer heizt man das komplette Substrat, und damit indirekt auch die Oberfläche, mit Heizstrahlern auf Temperaturen von 300°C, was die flüchtigen Anteile des Wasserfilms gemäß den Ausführungen in Abschnitt 1.3.2 entfernt. Probleme bereiten nichtflüchtige Verunreinigungen auf dem Substrat, welche bei dieser Prozedur eingebrannt werden. Wie von Ennos (1954) ausgeführt reicht die Erhitzung des Substrats daher nicht aus um sämtliche Verunreinigungen zu entfernen. Die gebräuchlichste Methode ist daher der Beschuss durch geladene Teilchen. Treffen beschleunigte Elektronen auf das Substrat übertragen sie ihre kinetische Energie an das Substrat, was eine lokale Erhitzung der Oberfläche bewirkt, sodass sich die Verunreinigungen lösen. Diese Methode kann auch bei temperaturempfindlichen Substraten verwendet werden, da bei entsprechender Wahl der Elektronenenergie nur die Schicht der Verunreinigungen erhitzt wird. Da weiterhin das Substrat elektrostatisch aufgeladen wird, werden Staubpartikel von der Oberfläche geschleudert. Ein Beschuss durch Elektronen birgt aber auch die Gefahr, eventuell vorhandene Kohlenwasserstoffe chemisch zu aktivieren, sodass sich eine Kontaminationsschicht auf der Oberfläche bildet. Zusätzlich führen Elektronenenergien ab 10.000eV zu Strahlenschäden an isolierenden Substraten, wie von Hines (1957) gezeigt wurde. Bei der Reinigung durch Ionen macht man sich den Zerstäubungseffekt zu Nutze, der beim Auftreffen schwerer Ionen mit hohem Impuls auftritt, welcher von Behrisch (1964) untersucht wurde. Die Zerstäuberrate ν_z , welche das Verhältnis abgestäubter Atome zu auftreffenden Atomen angibt, steigt mit höherer Spannung und erreicht im Bereich von 500-5000 V Werte ≥ 1 . Diese Methode ist sehr aggressiv, so kann man zum Beispiel mit Argonatomen, welche mit 1kV beschleunigt werden, eine 10 nm Kupferschicht innerhalb einer Sekunde abtragen. Ebenfalls wird die Substratoberfläche von den Ionen angegriffen, sodass man bei richtiger Wahl der Parameter, die Oberfläche polieren oder aber im Submikrobereich aufrauen kann, um eine verbesserter Haftung später aufgetragener Schichten zu erreichen. Verwendet man dagegen den leichteren Sauerstoff, reduziert sich die Zerstäuberwirkung, man erhält aber zusätzlich eine chemische Reinigungswirkung, welche ebenfalls Verunreinigungen entfernt. Bei falscher Dosierung des Ionenbeschusses kann das Substrat aber auch durch Ionenimplantation beschädigt werden. Der Ionenbeschuss der Substratumgebung kann wiederum zur erneuten Anlagerung von Verunreinigungen auf dem Substrat führen, daher muss die Umgebung des Substrats sorgfältig abgeschirmt werden.

1.4. Herstellung dünner Schichten - PVD Prozessumgebung⁹

Die Herstellung dünner Schichten besteht im Wesentlichen aus drei Prozessschritten:

1. dem Verdampfen und das Überführen des Feststoffes in die Gasphase
2. dem Gastransport von der Verdampferquelle zum Substrat
3. der Kondensation und des Schichtwachstums auf dem Substrat

Für jeden dieser Schritte gibt es verschiedene Erklärungsansätze, welche in den nächsten Abschnitten zusammen gefasst werden. Es ist anzumerken, dass diese Beschreibungen nur in wenigen Fällen exakt sind und im Allgemeinen individuelle Korrekturen für die einzelnen Materialien benötigen. Ich beschränke mich daher auf eine Auswahl anschaulicher Beispiele.

1.4.1. Druckanforderungen

In der kinetischen Gastheorie geht man idealisiert davon aus, dass alle Atome dieselbe Masse, eine kleine Ausdehnung gegenüber dem mittleren Atomabstand, sowie eine zufällig verteilte Geschwindigkeit aufweisen. Gegen jede Wand eines Behältnisses wirkt nun ein Druck, welcher über die Stöße der Atome mit dieser Wand definiert wird. In Kombination mit der mittleren Geschwindigkeit der Teilchen führt dies zu einem gleich verteilten Druck auf alle Wände:

$$p = \frac{1}{3} \frac{N}{V} m \bar{c}^2 \quad (1.33)$$

Verbindet man diese Gleichung mit dem universellen Gasgesetz folgt die Loschmidt Zahl, welche die Anzahl an Atomen pro Volumen in Relation zu dem durch sie verursachten Druck in mbar und der Temperatur in Kelvin setzt:

$$\frac{N}{V} = 1,287 \cdot 10^{19} \frac{P}{T} \frac{1}{\text{cm}^3} \quad (1.34)$$

Damit die verdampften Atome die Strecke zum Substrat möglichst gradlinig und ohne Energieverlust durch Stöße zurücklegen, muss ihre mittlere freie Weglänge möglichst groß sein. Anschaulich kann man sich die mittlere freie Weglänge herleiten, indem man annimmt, dass alle Atome mit einem konstanten Abstand still stehen und sich nur ein Atom bewegt. Bewegt sich dieses Atom mit der Geschwindigkeit c , so legt es innerhalb einer Zeiteinheit dt die Strecke $c \cdot dt$ zurück. Hat das Atom einen Radius σ , dann durchquert es während seines Flugs das Volumen $\pi \cdot \sigma^2 \cdot c \cdot dl$. Die Stoßrate ergibt sich nun durch die Anzahl Atome pro Volumen zu $\frac{N}{V} \cdot \pi \cdot \sigma^2 \cdot c \cdot dl$. Basierend auf dieser Überlegung ergibt sich die mittlere freie Weglänge in Verbindung mit der kinetischen Gastheorie und dem zuvor definierten Druck zu:

$$\lambda = \frac{k_B T}{p \pi \sigma^2 \sqrt{2}} \quad (1.35)$$

⁹Dieser Abschnitt basiert, solange nicht anders zitiert, auf Maissel u. Glang (1970)

Auf Grund der statistischen Verteilung der Atome erfährt aber nur der Anteil:

$$\frac{N}{N_0} = e^{-\frac{l}{\lambda}} \quad (1.36)$$

keinen Stoß. Bei einer zurückgelegten Strecke l welcher gerade der mittleren freien Weglänge λ entspricht, sind das nur 37% der Teilchen. Da diese Größe hauptsächlich von dem Atomradius σ abhängt, welcher für die meisten Atome innerhalb eines kleinen Bereichs von 2-5 Å liegt, ist die mittlere freie Weglänge für die meisten Atome innerhalb der selben Größenordnung (siehe Dushman, 1962). Die Forderung, dass die Teilchen möglichst keine Stöße erleiden, resultiert in der Praxis in einer mittleren freien Weglänge, welche um mehrere Größenordnungen über den Raumabmessungen der Vakuumkammer liegt. Dies ergibt einen Druckbereich, welcher zwischen $10^{-6} - 10^{-5}$ mbar liegt. Weiterhin möchte man beim Wachstum der Schichten sicherstellen, dass diese hauptsächlich aus dem verdampften Material bestehen und nur wenige Restgasatome enthalten. Das Verhältnis von der Stoßrate von Restgasatomen V_G , die auf eine Fläche auftreffen in Relation zur Stoßrate verdampften Atomen V_D folgt:

$$\frac{V_G}{V_D} \approx 7,4 \cdot 10^3 \frac{M_D P_c}{\rho a} \quad (1.37)$$

Hierbei ist M_D das Molekulargewicht des verdampften Stoffes, P_c der Druck während der Bedampfung, ρ die Dichte der aufgewachsenen Schicht und a die Aufdampfrate. Bei Drücken von 10^{-4} mbar ist dieses Verhältnis in etwa 1, sodass es unabdingbar ist, bei der Bedampfung niedere Drücke zu verwenden, da der Einbau von Restgasatomen die Eigenschaften der Schichten auf unkontrollierte Weise verändert. Alternativ kann man die Verdampfungsrate stark erhöhen, um eine homogene Schicht zu erhalten, was in der Praxis aber nur für wenige Materialien möglich ist.

1.4.2. Thermodynamisches Betrachtung des thermischen Verdampfens

Zur Beschreibung des thermischen Verdampfens bedient man sich der Thermodynamik zur Bestimmung des Phasenübergangs zwischen kondensierten zu gasförmigen Material, sowie der kinetischen Gastheorie um Zahlenwerte für die tatsächlichen Verdampferaten zu ermitteln. In der Thermodynamik beschreibt man den Zustand eines Materials durch die makroskopischen Größen des Drucks, der Temperatur, des Volumens und der Masse. Befindet sich die kondensierte Phase und die Gasphase eines Materials in einem abgeschlossen System in Kontakt, so bildet sich ein Gleichgewicht aus, welches durch den Dampfdruck charakterisiert wird. Zu jedem Zeitpunkt wechseln Atome an der Grenzschicht die Phase, aber der Nettofluss ist Null. Der Gleichgewichtsdampfdruck beschränkt die maximalen Verdampfungsraten, unabhängig von der Wärmezufuhr. Im Sinne der Thermodynamik äußert sich eine Verdampfung durch die Umwandlung thermischer Energie in mechanische Energie, welche eine Volumensänderung bewirkt. Dies führt auf die Gibbsche freie Energie G , die Enthalpie H und die Entropie S hin.

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \quad (1.38)$$

Hierbei bestimmt die Änderung der freien Energie die Stabilität zweier in Kontakt stehender Zustände. Ist die Änderung $\Delta G = 0$, dann befindet sich das System im Gleichgewicht. Im praktischen Falle eines Systems bestehend aus mehreren Phasen oder Materialien verwendet man die Weiterentwicklung dieser Formel, die Clausius-Clapeyron-Gleichung, welche die Enthalpie H der kondensierten Phase (Index k) und der Gasphase (Index g) in Relation zu den makroskopischen Größen Druck, Temperatur und Volumen setzt:

$$\frac{dp'}{dT} = \frac{H_g - H_k}{T(v_g - v_k)} \quad (1.39)$$

Vernachlässigt man das Volumen der kondensierten Phase gegenüber der Gasphase und nähert die Enthalpiedifferenz als molare Verdampfungstemperatur, ergibt sich für den Gleichgewichts Druck p' :

$$\frac{dp'}{p^*} = \frac{\Delta_e H D T}{RT^2} \quad (1.40)$$

Man kann mit Hilfe dieser Beziehung nun den Gleichgewichtsdampfdruck beliebiger Stoffe auf Basis von atomaren Basisdaten bis auf eine experimentell zu bestimmende Intergrationskonstante berechnen. Dies führt insbesondere zur einfachen Darstellung des Dampfdrucks in Abhängigkeit der freien Energie der Verdampfung $G'(T)$:

$$\log p' = -\frac{\Delta_e G'(T)}{RT} \log e = -\frac{\Delta_e G'(T)}{4,575T} \quad (1.41)$$

Der zweite Teil der Gleichung beinhaltet die Normierung auf den Atmosphärendruck, sodass der Dampfdruck für beliebige Temperaturen an der Atmosphäre berechnet werden kann. Im Allgemeinen weisen verschiedene Materialien sehr unterschiedliches Verhalten auf, aber in der einfachsten Näherung kann man den Gleichgewichtsdampfdruck abhängig von zwei Materialkonstanten K_1 und K_2 sowie der Temperatur T nähern:

$$P_s = K_1 \exp -\frac{K_2}{T} \quad (1.42)$$

Hieraus wird ersichtlich, dass der Gleichgewichtsdampfdruck empfindlich auf Temperaturänderungen reagiert. Zum Beispiel bewirkt bei Aluminium eine Erhöhung der Temperatur von 1400°C auf 1500°C eine Erhöhung des Dampfdrucks um einen Faktor 10. Problematisch ist diese starke Temperaturabhängigkeit bei verunreinigtem Verdampfungsgut. Da verschiedene Stoffe verschiedene Drücke haben, kann eine eventuelle Verunreinigung des Materials früher verdampft werden und damit die Schicht kontaminieren.

1.4.3. Atomare Betrachtung des thermischen Verdampfens

Die ersten Untersuchungen zur Verdampferate von Materialien wurden von Hertz (1882) an Quecksilber durchgeführt. Hierbei entdeckte Hertz, dass jede Flüssigkeit eine individuelle maximale Verdampfungsrate aufweist.

$$\frac{dN_e}{A_e dt} = \frac{1}{\sqrt{2\pi m k_B T}} (p' - p) \quad (1.43)$$

Die Anzahl der Atome N_e , welche pro Zeit und Fläche A_e die Oberfläche verlassen, hängt von der Masse der Atome m , ihrer Temperatur T und dem Verhältnis des Umgebungsdrucks p zum Gleichgewichtsdampfdruck p' ab. Anschaulich sorgt der Umgebungsdruck p dafür, dass ein Teil der Atome zurück zur Oberfläche kommt, sodass die Nettoverdampferate reduziert wird. Für die maximale Verdampferate muss der Umgebungsdruck Null sein. Knudsen (1915) fügte zu dieser Formel einen Faktor α_v hinzu, welcher den Einfluss der Dampfteilchen berücksichtigt, welche auf die Oberfläche zurückkehren, aber reflektiert werden. Diese Atome reduzieren den lokalen Druckgradienten und damit die Verdampferate, daher ist α_v das Verhältnis von beobachteter zur theoretischer Verdampferate. Dies führt zur Hertz-Knudsen Formel für die Verdampferate von Flüssigkeiten.

$$\frac{dN_e}{A_e dt} = \alpha_v \frac{1}{\sqrt{2\pi m k_B T}} (p' - p) \quad (1.44)$$

Diese Rate wird maximal für $\alpha_v = 1$ und $p = 0$. In diesem Zusammenhang ist die Knudsen-Zelle (siehe Knudsen, 1909) zu erwähnen, mit derer Hilfe man den Dampfdruck verschiedener Materialien sehr genau bestimmen kann. Es handelt sich dabei um einen Behälter, gefüllt mit einem großen Reservoir an zu untersuchendem Material, welcher mit einem dünnwandigen Deckel mit einer sehr kleiner Öffnung verschlossen ist. Die Dicke der Deckelwandung muss dabei möglichst dünn sein um Streueffekte der austretenden Atome zu vermeiden, sowie kleiner als ein zehntel der mittleren freien Weglänge des zu untersuchenden Materials. Innerhalb des Behältnisses bildet sich nun der Dampfdruck des Materials aus, so dass man den Dampfdruck und die damit einhergehende Rate an der Öffnung messen kann.

Basierend auf den Arbeiten von Hertz hat Langmuir (1913) die Verdampfung von festen Oberflächen beschrieben. Er führte eine Massenverdampfungsrate Γ ein:

$$\Gamma = m \frac{dN_e}{A_e dt} = \sqrt{\frac{m}{2\pi k_B T}} \cdot p^* = 5,834 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{M}{T}} p^* \frac{\text{g}}{\text{cm}^2 \text{s}} \quad (1.45)$$

Diese hänge von der Molekülmasse M , der Temperatur T und dem Dampfdruck p' ab. Durch die Messung der Verdampfungsrates bei bekannter Temperatur, kann hiermit ebenfalls der Dampfdruck bestimmt werden.

1.4.4. Energetische Betrachtung des thermischen Verdampfens

Möchte man die Verdampfungswahrscheinlichkeit aus einer Flüssigkeit berechnen, so kann man sich diese als ein System aus Oszillatoren mit der Frequenz ν vorstellen. Dabei sind alle Oberflächenmoleküle mit einer Verdampfungenergie E_v gebunden. Nimmt man weiterhin an, dass alle Atome mit der gleichen Bindungsenergie gebunden sind und dieselbe Verdampfungswahrscheinlichkeit aufweisen, ergibt sich nach Polanyi (1928) die Verdampfungswahrscheinlichkeit zu:

$$P \approx \frac{2E_v}{kT} \nu e^{-\frac{E_v}{kT}} \quad (1.46)$$

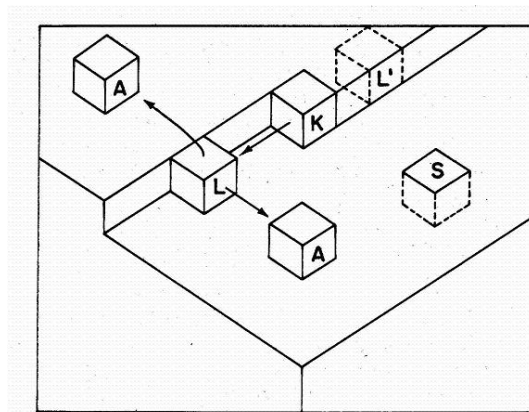


Abbildung 1.5.: Schematische Darstellung einer Kristalloberfläche und die mögliche Anordnung von Atomen. Quelle: Maissel u. Glang (1970)

Wie weiterführende Untersuchungen von Herzfeld (1925) zeigten, kann diese Formel mit einer Maxwellverteilung übergeführt werden in die Form:

$$P = \sqrt{\frac{kT}{2\pi m}} \frac{Q_{\text{Dampf}}}{Q_{\text{Kondensat}}} e^{-\frac{E_v}{kT}} \quad (1.47)$$

Dabei ist Q die Zustandssumme der jeweiligen Phasen. Man kann ebenfalls zeigen, dass diese Darstellung in die maximale Verdampferate übergeht, welche durch Gleichung 1.44 beschrieben wird. Dies entspricht dem Verhalten vieler Metalle (z.B. Quecksilber oder Beryllium), welche beim Verdampfen in ein einatomiges Gas übergeführt werden. Um zu erklären, warum für viele Materialien die Rate deutlich niedriger ist, also $a_v < 1$, muss man die Änderung der Energiezustände des betreffenden Materials untersuchen. Wie erneut Herzfeld (1935) zeigte, lässt sich das im Allgemeinen auf eine geringere Anzahl von Freiheitsgraden im Festkörperzustand zurückführen. Bei der Überführung in die Gasphase wird Energie für die zusätzlichen Freiheitsgrade benötigt, wobei es statistisch unwahrscheinlich ist, dass die Gesamtenergie in einem Schritt aufgebracht wird. Diese Reduzierung der Rate bezeichnet man als Entropieeinschränkung.

Bei der Verdampfung von Kristallen kann nicht von gleichen Bindungsenergien für jedes Atom ausgegangen werden. Nach Kossel (1938) unterscheidet sich die Bindungsenergie hauptsächlich nach Anzahl der Nachbarn wie in Abbildung 1.5 schematisch dargestellt. Hierbei hat das Atom S die höchste Bindungsenergie und Atom A entsprechend die geringste. Eine besondere Stellung nimmt das Eckatom K ein, dessen Bindungsenergie genau der Gitterenergie entspricht. Durch Hinzufügen weiterer Atome K kann man jede beliebige Schicht beliebig erweitern. Wie Pelzer (1939) berechnete, ist die zu erwartende Verdampfungsrate von Eckatomen K deutlich geringer als die gemessene. Als Lösung schlug er ein Modell der schrittweisen Verdampfung vor, in dem Eckatome K zuerst von ihrem Nachbar gelöst werden und zu Kantenatomen L werden um im nächsten Schritt weg von dieser Kante zu diffundieren und zu einem einfach gebundenen Atom A zu

werden. Die Abweichung von der maximal zu erwartenden Verdampferate wird in diesem Modell durch die Anzahl der Kanten erklärt und damit von der Existenz geeigneter Atome K . Handelt es sich um einen flachen Kristall, so sinkt a_v auf ca. $1/3$ ab. Eine zusätzliche Entropiebegrenzung kann diesen Wert noch weiter senken. Sears (1956) untersuchte das Verdampfungsverhalten von perfekten Kristallen und konnte zeigen, dass bei kantenreichen Kristallen schon eine Dampfsenke, welche nur 2% unter dem Gleichgewichtsdampfdruck liegt zur einer Verdampfung führt, während bei perfekten Kristallen der Druck auf unter 50% sinken muss. Dieses Verhalten der schrittweisen Verdampfung kann auch teilweise zur Erklärung des Verdampfungsverhaltens von nicht perfekten Kristallen sowie polykristallinen Strukturen herangezogen werden. Anzumerken ist aber noch, dass Verunreinigungen oder Oberflächenreaktionen, sowie die Entropiebeschränkung die tatsächlichen Raten sehr stark und auch unvorhersehbar beeinflussen können. Beispielhaft ist der Abfall der Rate bei oxidiertem Beryllium auf ca. 2% der Rate von reinem Beryllium (siehe Hirth (1963)).

1.4.5. Verdampfungsverhalten von Verbindungen und Legierungen

Beim Verdampfen verändert sich die Stöchiometrie der verdampften Materialien. Die meisten Metalle¹⁰ verdampfen zu einem einatomigen Gas mit einem geringen Anteil an Molekülen. Verdampft man dagegen Verbindungen, so wurde unter anderem in Hirth (1963) gezeigt, spielen Dissoziation und Assoziation oder beides eine Rolle und verändern die Stöchiometrie in der Gasphase. Auftretende Assoziation hat keine negative Auswirkung auf die Gasphase, daher wird hauptsächlich die Dissoziation untersucht. Um ein Material verdampfen zu können, muss es also entweder in Molekülform in die Gasphase übergehen oder aber die einzelnen Komponenten müssen gleich flüchtig sein. In diesem Fall spricht man von kongruentem Bedampfen, da die Atome entsprechend ihrer Stöchiometrie in der Gasphase vorhanden sind und auf dem Substrat unter geeigneten Bedingungen auch wieder rekombinieren können. In diese Klasse fallen unter anderem Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 und ZrO_2 . Ohne Dissoziation lassen sich zum Beispiel SiO und MgF_2 verdampfen, deren Dampfdruck sich auch entsprechend der Formel 1.41 berechnen lässt. Grundsätzlich steigt die Tendenz zur Dissoziation aber mit steigenden Temperaturen und sinkendem Druck. Das Verdampfungsverhalten dissoziierender Stoffe wurde von G. Somorjai in Hirth (1963) in mehrere Schritte unterteilt. Allgemein bildet sich $\text{AB(s)} = \text{A(g)} + 1/2 \text{B}_2(\text{g})$. Dabei laufen die Dekombinations-, Diffusions- und Rekombinationsprozesse noch vor Eintritt in die Gasphase ab. Es wird ein Gleichgewicht erreicht, sobald das Produkt der Partialdrücke einen Wert erreicht, welcher über die freie Energie definiert wird.

$$p_A \cdot p_B = K_p(T) \qquad \log K_p(T) = -\frac{\Delta_e G(T)}{4.575T} \qquad (1.48)$$

Weiterhin führte Somorjai aus, dass die gemessenen Temperaturen der verdampften Verbindungen höher sind, als von den Gleichgewichtsdruckdaten erwartet, da ein Teil

¹⁰ Ausnahmen sind zum Beispiel C, S, Te, P, As und Sb

der Energie für Aktivierungsprozesse verwendet wird. Zudem ist anzumerken, dass kongruentes Verdampfen keine ausreichende Bedingung für das Wachstum entsprechender Schichten ist. Die Rekombination auf dem Substrat wird von verschiedenen weiteren Parametern wie dem Stickingkoeffizient der Materialien sowie der Substrattemperatur bestimmt. Da sich das Verhalten verschiedener Stoffgruppen zwar grob zusammenfassen lässt, gilt trotz allem, dass sich jedes Material individuell verhält und auch entsprechend untersucht werden muss. Auf Grund der Bedeutung für optische Anwendungen, einige Worte zu Sauerstoffverbindungen. Sauerstoff dissoziiert sehr schnell, da die Verbindungen Schmelztemperaturen $\geq 1500^\circ\text{C}$ haben. Daher weisen alle Schichten aus Sauerstoffverbindungen einen Mangel an Sauerstoff auf, was sich in einer Verfärbung der Schicht bemerkbar macht. Diesen Mangel lässt sich durch die punktuelle Erwärmung mit Hilfe von Elektronenstrahlverdampfern reduzieren, da durch die Fokussierung die hohe Temperatur, welche für kongruentes Verdampfen nötig ist, schneller erreicht wird. Insbesondere MgO , BeO , Al_2O_3 und SiO_2 lassen sich auf diese Weise fast ohne Sauerstoffverlust verdampfen. Bei der Verdampfung von TiO_2 lässt sich durch gepulste Verdampfung ebenfalls ein gutes Ergebnis erreichen. Sind die Dampfdrücke der einzelnen Komponenten A und B dagegen zu unterschiedlich, dann setzt Dekomposition ein, sodass eine Reaktion der Form $\text{AB(s)} = \text{A(s)} + 1/2 \text{B}_2$ abläuft. In diesem Fall enthält der Dampf überwiegend die Atomsorte mit dem geringeren Dampfdruck. Bei der Verdampfung von Legierungen muss darauf geachtet werden, dass sich ihre Zusammensetzung während des Verdampfens verändert. Der Gleichgewichtsdampfdruck einer Legierung gehorcht dem Dalton'schen Partialdruckgesetz $P_s = \sum_i \xi_i P_{s_i}$, was dazu führt, dass bei der Verdampfung die einzelnen Komponenten der Legierung entsprechend ihrem individuellen Dampfdruck verdampft werden. Damit entspricht die Legierung, welche als Schicht wächst, nicht derselben Zusammensetzung wie die verdampfte Legierung. Man kann dieses Problem lösen, indem man das Mischverhältnis der Legierungskomponenten entsprechend der Verhältnisse ihres Sättigungsdampfdrucks modifiziert, sodass die aufgedampfte Schicht dem gewünschten Ergebnis entspricht. Dies funktioniert aber nur solange das Material aus einem größeren Materialsee innerhalb eines Verdampfungstiegels verdampft wird, da nur in der homogenen Schmelze die einzelnen Komponenten gleichmäßig verteilt sind. Alternativ verdampft man die Komponenten der Legierung gleichzeitig in verschiedenen Verdampfern, sodass durch Wahl der Verdampfungsraten auf dem Substrat die gewünschte Legierung entsteht, sodass auch Kombinationen entstehen können, die sonst nicht realisierbar sind.

1.4.6. Dampfstromdichte und Dampfstromverteilung

Bei der Verdampfung bildet sich bei einem Druck um 10^{-3} mbar eine Dampfwolke des verdampften Materials, da die geringe mittlere freie Weglänge verhindert, dass die Moleküle sich ausbreiten können. Reduziert man nun den Druck auf den schon erwähnten Arbeitsbereich von 10^{-5} mbar, dann breiten sich die verdampften Moleküle geradlinig bis an die Kammerwände aus. Die Dampfstromdichte für einen beliebigen Punkt an der Kammerdecke folgt dem Lambertschen-Kosinus-Gesetz, welches die Dicke d_s an einem beliebigen Punkt mit einem Winkel α zur Normalen in Relation zur Schichtdicke d_0 an

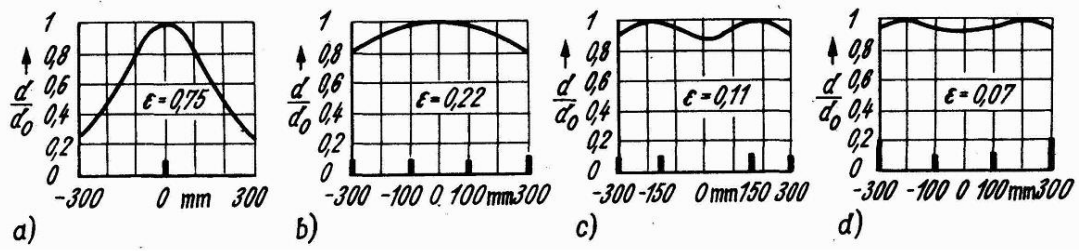


Abbildung 1.6.: Simulation der Schichtdickenverteilung bei verschiedener Anordnung von Verdampfern. Quelle: Schiller u. Heisig (1976)

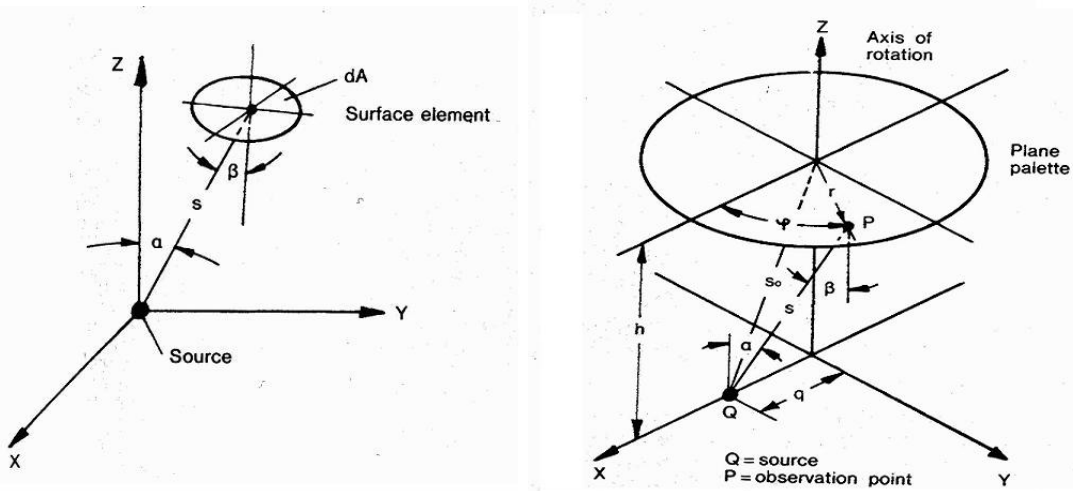


Abbildung 1.7.: Links: Darstellung der Verteilung relativ zur Normalen durch den Verdampfer. Rechts: Darstellung einer realen Versuchsanordnung, deren Verdampferquelle nicht unter der Mitte der beweglichen Substrathalterung platziert ist. Quelle: Pulker (1999)

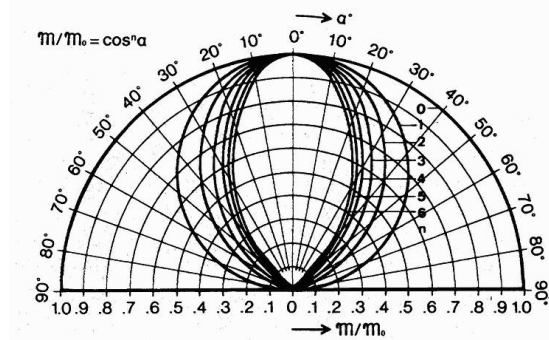


Abbildung 1.8.: Darstellung der Dampfvolkenverteilung abhängig vom Exponenten n . Quelle: Pulker (1999)

der Normalen setzt.

$$d_s = d_0 \cos^n \alpha \quad (1.49)$$

Für reale Verdampfer schwankt der Wert des Exponenten n zwischen 1 bis 4 (siehe hierzu Abbildung 1.8), abhängig von der Art des Verdampfers, der Temperatur, der Form des Tiegels sowie eventueller Abschattungseffekte auf Grund der Kammergeometrie. Bei höheren Werten sinkt die Rate bei großen Winkeln immer stärker ab. Dieser Wert lässt sich im Allgemeinen nicht berechnen, sondern muss experimentell bestimmt werden, indem man an jedem Punkt der Kammer eine Eichmessung durchführt. Ist die Verteilung der verdampften Moleküle bekannt, so ist ebenfalls die Homogenität der damit erstellten Schichten von Interesse. Deppisch (1981) stellte ein Simulations-Modell für die Homogenität aufgedampfter Schichten bei bekannter Gasverteilung vor. Für die unter einem Winkel ω emittierte Masse gilt $dm = m(\omega)d\omega$. Im vereinfachten Falle rotationssymmetrischer Dampfwolken gilt Gleichung 1.49, sodass sich die Massenrate zu

$$dm = m(n + 1/2\pi) \cos^n \alpha d\omega \quad (1.50)$$

ergibt. Führt man diese Überlegungen nun weiter aus und überträgt sie auf die Anordnung auf die rechte Abbildung 1.7, welche die Verdampferquelle in der Mitte unter einem Drehteller platziert, kann man die Schichtdicke d in Abhängigkeit von der Schichtdicke d_0 der Normalen über der Quelle angeben. Diese wird komplett von den beiden Winkeln α und β sowie dem Abstand s bestimmt.

$$d = d_0 \frac{s_0 \cos^n \alpha \cos \beta}{s \cos^n \alpha_0 \cos \beta_0} \quad (1.51)$$

Wie Smith (1969) gezeigt hat, lässt sich die Homogenität der Schichtdicke deutlich steigern, wenn man die Verdampferquelle nicht in der Mitte der Kammer, sondern am Rand platziert. Dies führt auf eine Versuchsanordnung wie rechts in Abbildung 1.7 dargestellt. Berücksichtigt man die neuen Verhältnisse der Winkel und Entfernungen sowie die rotierende Substrathalterung führt dies zu folgender Schichtdickenverteilung:

$$\frac{d}{d_0} = (1 + (q/h)^2)^{(n+3)/2} \frac{1}{\pi} \int_0^\pi \frac{d\phi}{(1 + (r/h)^2 + (q/h)^2 - (2r/h)(q/h) \cos \phi)^{(n+3)/2}} \quad (1.52)$$

Die Homogenität hängt nun hauptsächlich vom Koeffizienten n ab, welcher für jeden Bedampfer individuell ist. Je höher n ist, desto stärker fällt die Schichtdicke bei großen Winkeln ab und umso ungleichmäßiger wird die Schicht, sodass es sehr schwierig ist, große Substrate homogen zu bedampfen. Ein Maß für die Homogenität der Schichtdicke lässt sich mit dem Quotienten $\epsilon = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{d_0}$ angeben, welcher die Differenz der maximalen und der minimalen Schichtdicke in Relation zur Schichtdicke direkt über der Verdampferquelle setzt. Wie unter anderem von Eschbach (1964) untersucht, nutzt man in der Praxis verschiedene Methoden um die Homogenität der Schichten zu verbessern:

- Anordnung der Substrate auf Flächen gleicher Dampfstromdichte

- Anpassung der Relativbewegung des Substrats an die Verteilung der Dampfstromdichte
- Korrektur der Dampfstromdichte durch Blenden sowie weiteren Verdampferquellen

Die Anordnung der Substrate auf Flächen gleicher Dampfstromdichten funktioniert nur für kleine Proben, da man nur in kleinen Bereichen eine konstante Dampfstromdichte findet. Die Anpassung der Relativbewegung äußert sich meist in der Bewegung des Drehtellers in der Konfiguration, welche in Abbildung 1.7 vorgestellt wird, bietet aber ebenfalls nur für kleinere Proben ein befriedigendes Ergebnis. Daher nutzt man in der Praxis die Variation der Dampfstromdichte und versucht durch entsprechende Anordnung verschiedener Verdampferquellen und Blenden eine gleichmäßige Schichtdicke zu erhalten. Dazu simuliert und optimiert man mit Hilfe der von Deppisch (1981) entwickelten Software die Verteilung innerhalb der Kammer. Abhängig von der Größe des Substrats reichen dazu meist schon wenige Verdampfer. In Abbildung 1.6 ist in die Schichtdickenverteilung für a) einen einzelnen Verdampfer; b) vier Punktverdampfer mit gleichem Abstand und gleicher Rate; c) vier Punktverdampfer mit unterschiedlichem Abstand und konstanter Rate; d) vier Punktverdampfer mit regelmäßigem Abstand aber angepasster Verdampferrate, simuliert. Besondere Herausforderungen stellt die Herstellung von großen Teleskopspiegeln mit Durchmesser von mehreren Metern an den Bedampfer, da in solchen Fällen mehrere hundert Verdampferquellen exakt gesteuert und angeordnet werden müssen, um die gewünschte Qualität zu erreichen.

1.5. Schichtwachstum

Die Bildung einer Schicht und deren Wachstum lässt sich in vier Phasen unterteilen:

1. Kondensation und Kernbildung (*nucleation state*)
2. Wachstum der Kerne und Bildung von Inseln (*island state*)
3. Verschmelzen dieser Insel unter Bildung von Kanälen (*channel state*)
4. Bildung einer homogenen Schicht

Diese vier Phasen werden im Kommenden näher erläutert, wobei das Hauptaugenmerk auf dem ersten Schritt liegt.

1.5.1. Kondensation und Kernbildung

Die Kondensation läuft, wie schematisch in Abbildung 1.9 dargestellt, in mehreren Teilschritten ab. Im ersten Schritt unterscheidet man zwischen den Atomen, welche direkt in einem Cluster adsorbiert werden (*direct impingent*), den Atomen die adsorbiert werden und sich auf dem Substrat bewegen und den Atomen, welche vom Substrat reflektiert werden. Für die Atome, welche als Monomere auf dem Substrat vorhanden sind, ergeben sich erneut mehrere Möglichkeiten. Ein Teil von ihnen wird wieder desorbiert, ein Teil

Basic process

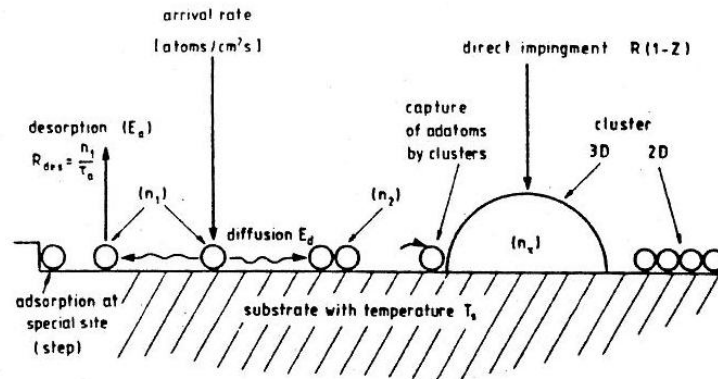


Abbildung 1.9.: Schematische Darstellung des Kondensationsprozesses. Quelle: Kern (2008)

bildet zusammen mit anderen Atomen einen neuen Keim und der Rest wird von schon bestehenden Keimen absorbiert. Damit ein Teilchen auf dem Substrat verbleibt, muss es seine kinetische Energie, welche im Normalfall deutlich über der Energie des Substrats liegt, abgeben und sich anpassen. Die Wahrscheinlichkeit dafür wird mit dem thermalen Haftungskoeffizienten α_T beschrieben. Dieser hängt von der kinetischen Energie des einfallenden Teilchens E_v , der Energie vor dem Gleichgewicht E_r sowie der Gleichgewichtsenergie E der Teilchen ab.

$$\alpha_T = \frac{E_v - E_r}{E_v - E} = \frac{T_v - T_r}{T_v - T} \quad (1.53)$$

Ist der thermale Haftungskoeffizient kleiner eins, dann wird ein einfallendes Teilchen wieder abgestoßen. Theoretische Berechnungen von Zwanzig (1960) zeigten für ein eindimensionales Gitter, dass die Einfallenergie circa 25 mal so hoch wie die nötige Desorptionsenergie sein muss, damit eine Reflektion des Teilchens stattfindet. Im Spezialfall zweidimensionaler Gitter reicht eine Gleichgewichtsenergie, welche geringer ist als die Desorptionsenergie aus, um eine komplette Kondensation zu ermöglichen (siehe Goodman, 1962). Für dreidimensionale Anordnungen zeigte Lennard-Jones (1937), dass die Relaxationszeit der Atome τ proportional zum Inversen der Gittervibrationsfrequenz ν_0 ist. Sie befinden sich innerhalb weniger Gitterschwingungen im energetischen Gleichgewicht mit dem Substrat, sodass für die Anzahl n_1 von Atomen, welche sich auf einer Oberfläche befinden, die Formel:

$$n_1 = \frac{R}{\nu_0} e^{-\frac{\Delta G_{des}}{kT}} \quad (1.54)$$

gilt. Hierbei wird die Auftreffrate R reduziert durch die Anzahl der desorbierenden Atome, welche die Aktivierungsenergie für die Desorption ΔG_{des} aufbringen. Sobald keine

weiteren Atome mehr auf die Oberfläche auftreten, desorbieren alle Atome. Die mittlere Verteildauer τ_a der Atome auf der Oberfläche beträgt daher:

$$\tau_a = \frac{1}{\nu_0} e^{\frac{\Delta G_{\text{des}}}{kT}} \quad (1.55)$$

Die Bildung einer permanenten Schicht kann daher nur mit Hilfe der interatomaren Bindungskraften erklärt werden. Auf Grund der Diffusionsbewegung stoßen die adsorbierten Atome und bilden Ballungen, die mit Hilfe der Kondensationsenergie gegen Desorption stabilisiert werden. Das Zwischenstadium bis zur Bildung einer homogenen Schicht kann mit zwei Modellen, dem thermodynamisch begründeten Kapillarmodell und einem atomistischen Modell erklärt werden.

Kapillarmodell Basierend auf den Arbeiten von Becker (1935), welcher die homogene Kondensation aus Übersättigten Dämpfen untersuchte, fügt das Kapillarmodell eine Substratoberfläche hinzu. Während die ursprüngliche Theorie eine Fluktuation der positiven freien Energie benötigt, um die Aktivierungsenergie für die Keimbildung aufzubringen, wird diese bei der Kondensation an Substraten, von diesen aufgebracht. Die Größe eines Keims, bestehend aus einzelnen Atomen, hat eine kritische Größe, welche als Stabilitätskriterium definiert ist. Unterhalb dieser Größe überwiegt die freie Oberflächenenergie¹¹, gegenüber der stabilisierenden Kondensationsenergie, auf Grund des schlechten Verhältnisses von Oberfläche zu Volumen. Die Gesamtenergie ΔG eines runden Keims, mit einer Oberfläche $a_1 r^2$, mit einer Kontaktfläche $a_2 r^2$ zum Substrat sowie einem Volumen $a_3 r^3$ berechnet sich in Abhängigkeit der größenabhängigen Dissoziation zu:

$$\Delta G = a_3 r^3 \Delta G_v + a_1 r^2 \sigma_{v-c} + a_2 r^2 \sigma_{s-c} - a_2 r^2 \sigma_{s-v} \quad (1.56)$$

Wobei ΔG_v die negative Kondensationsenergie ist, σ_{v-c} die Oberflächenenergie zwischen Dampfphase und Kondensat, σ_{s-c} die Oberflächenenergie zwischen Substrat und Kondensat und entsprechend σ_{s-v} die Oberflächenenergie zwischen Substrat und Dampfphase. Der letzte Summand berücksichtigt dabei die Reduzierung der Oberfläche auf Grund der fortschreitenden Substratbedeckung durch kondensiertes Material. Nimmt man zur Vereinfachung an, dass die Form des Keims, sowie die Energien während des Wachstums unverändert bleiben, kann man aus dem in Abbildung 1.10 dargestellten Potentialverlauf, die kritische Größe der Keimzelle sowie die kritischen Energie ΔG_{krit} errechnen, welche für eine permanente Schichtbildung erforderlich ist. Die Konzentration n^0 dieser kritischen Kondensatkeime hängt von der Anzahl der Keime auf der Oberfläche sowie der Auftreffrate weiterer Atome ab.

$$n^0 = n_1 e^{-\frac{\Delta G_{\text{krit}}}{kT}} \quad (1.57)$$

¹¹Das Modell verwendet vereinfacht dieselben Energien, welche bei der Untersuchung von Festkörpern gefunden wurden.

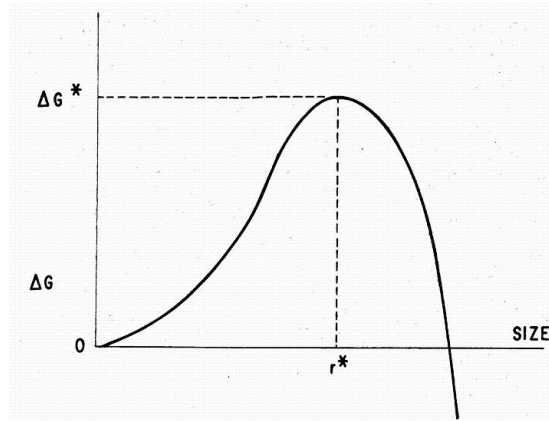


Abbildung 1.10.: Darstellung der freien Energie als Funktion der Kondensatgröße. Quelle: Maissel u. Glang (1970)

Die Rate j mit der sich neue Atome an diesen Kernen ablagern, hängt wiederum von der Auftreffrate neuer Atome, den Diffusionsparametern in Form der Diffusionsaktivierungsenergie ΔG_{sd} und Geometriefaktoren C für die Form des Keims ab.

$$j = C n_1 \nu_0 e^{-\frac{\Delta G_{krit}}{kT}} \quad (1.58)$$

Das Produkt $I = j \cdot n^0$ gibt die Bildungsrate der kritischen Kondensatkeime pro Zeit und Fläche an.

$$I = C R e^{\frac{\Delta G_{des} - \Delta G_{sd} - \Delta G_{krit}}{kT}} \quad (1.59)$$

Diese Rate hängt extrem stark von der Oberflächenenergie ab und reagiert empfindlich auf die verschiedenen Verdampfungsparameter, sowie der Oberflächenbeschaffenheit des Substrats.

Kleinkornmodell von Walton und Rhodin Wie von Walton (1962) ausgeführt wurde, ist die in der Kapillarthorie verwendete Oberflächenenergie, welche gleich der Energie auf der einer Festkörperoberfläche gesetzt wurde, auf dünne Schichte aus wenigen Atomlagen nicht anwendbar. Daher verwendet Walton die Zustandssummen und potentiellen Energien der Reaktionspartner und führt eine potentielle innere Energie E_i ein, welche gerade der Dissoziationsenergie aus einer i -atomigen Ballung von Monomeren entspricht. Diese interne Energie ersetzt die im Kapillarmodell verwendete Dissoziationsenergie ΔG und führt zu einer variierten Bildungsrate kritischer Cluster:

$$I' = R \cdot a_0 \cdot y \cdot N_0 \cdot \left(\frac{R}{\nu_1 N_0} \right)^{i'} \cdot e^{\frac{(i'+1)E_{des} + E'_i - E_{diff}}{kT}} \quad (1.60)$$

Diese hängt von der Rate R , der Sprungweite a_0 des Diffusionsprozesses, der vorhandenen Auftrefffläche y für ankommende Atome, der Dichte der Absorptionsfläche N_0 ,

der Desorptionsfrequenz ν_1 ¹², der Anzahl i' an Monomeren innerhalb eines kritischen Clusters, der Desorptionsenergie E_{des} sowie der Diffusionsenergie E_{diff} ab. Die Ungenauigkeit der Oberflächenenergie des Kapillarmodells wird ersetzt, indem man nun i' und die damit verbundene Dissoziationsenergie bestimmen muss. In der Praxis kann man aber die Bildung kritischer Keime sehr genau beeinflussen, in dem man den Übersättigungsgrad der Dampfphase erhöht, sodass man $i = 1, 2, 3..$ erzwingen kann und sehr genaue Messergebnisse erhält. Dieses Modell erklärt daher im Gegensatz zum Kapillarmodell auch die Bildung kleinster Cluster. Lewis (1967) erweiterte dieses Modell, indem er die Energie E_i mit Hilfe der Anzahl der Nachbarn eines Atoms erklärte und noch genauere Ergebnisse erhielt. Weiterhin konnte er zeigen, dass das Atommodell und das Kapillarmodell im Grenzfall ineinander übergehen und sich nicht gegenseitig ausschließen. Ihr Hauptunterschied liegt in den möglichen Ausdehnungen der kritischen Cluster. Während das Kapillarmodell keine Atomgröße an sich kennt und daher eine kontinuierliche Korngröße erlaubt, ergibt die Berechnung mit Hilfe des Atommodells eine diskontinuierliche Wachstumskurve.

Partielle Kondensation - Stickingkoeffizient Die bisherigen Überlegungen zur Kondensation haben keine Aussage gemacht, wie viele ankommende Atome am Schichtwachstum beteiligt sind. Dies definiert man mit Hilfe des Stickingkoeffizient a_s , welcher das Verhältnis der Massenwachstumsrate der Schicht gegenüber der ankommenden Masse beschreibt. Entsprechend wird bei $a_s = 1$ alle ankommende Masse in die Schicht eingebaut und bei $a_s = 0$ wächst keine Schicht, was man sich durch wiederverdampfen der Atome erklärt. Nimmt man an, dass sich während des Schichtwachstums um einen Keim herum eine Verarmungszone bildet, innerhalb der alle Atome zu dem Keim gezogen werden, dann lässt sich deren Größe mit dem Diffusionskoeffizienten und der mittleren Verweildauer τ_a (siehe Gleichung 1.55) erklären (siehe Sigsbee, 1967).

$$r_s \approx \sqrt{D\tau_a} \quad (1.61)$$

Der Anteil der Oberfläche, welcher durch Keime bedeckt ist, folgt leicht aus der Anzahl an Clustern pro Fläche $N(t)$ und ihrer Ausdehnung zu $F(t) = N(t) \cdot D\tau_a$. In Kombination mit der Bildungsrate neuer Keime auf der noch verbleibenden freien Oberfläche erhält man die Substratbedeckung $F(t)$ und die Anzahl von Kernen $N(t)$ in Abhängigkeit von der Zeit:

$$F(t) = 1 - e^{-I'D\tau_a t} \quad N(t) = \frac{1}{D\tau_a} \left(1 - e^{-I'D\tau_a t}\right) \quad (1.62)$$

Wenn die Sättigungsmenge N_∞ erreicht ist, beginnt die Verschmelzung der einzelnen Keime. Der Stickingkoeffizient ist nun äquivalent zur Substratbedeckung $F(t)$. Solange diese klein ist gegenüber eins, gibt es genug freie Monomere, welche wieder verdampfen können und so das Schichtwachstum verzögern. Ist $F(t) = 1$, dann werden praktisch alle ankommenden Atome adsorbiert und die Schicht wächst schnell. In Bezug auf eine

¹²In der Desorptionsfrequenz ist indirekt ein Entropieterm versteckt, daher gilt $\frac{1}{\nu_1} = \frac{e^{\Delta S'/kT}}{\nu_0}$

Massenanlagerung ergibt sich damit

$$M(t) = M_{\max} \frac{t + e^{-I'D\tau_a t} - 1}{I'D\tau_a} \quad (1.63)$$

Die Massenablagerung hängt daher von der Bedampfungszeit, der Substrattemperatur, dem Diffusionskoeffizienten und der mittleren Verweilzeit der adsorbierten Atome ab. Entsprechend komplex ist das reale Verhalten einer wachsenden Schicht. Anzumerken ist, dass Zinsmeister (1966) zeigte, dass neben der Verdampfung einzelner Atome vom Substrat, auch das Verdampfen ganzer Keime nicht zu vernachlässigen ist. Insbesondere die starke Temperaturabhängigkeit des Sticking-Koeffizienten lässt sich damit erklären, da die Verdampfung von Keimen bestehend aus 2,3,4.. Atomen mehr Energie benötigt, aber auch eine entsprechend höhere Abdampfungsrate generiert.

1.5.2. Einfluss ausgewählter Prozessparameter auf das Schichtwachstum

Den größten Einfluss auf das Schichtwachstum hat die Temperatur. Man unterscheidet daher drei kritische Temperaturen.

- Die kritische Kondensationstemperatur bildet die Obergrenze für das Schichtwachstum. Ist die Substrattemperatur höher, reduziert sich die mittlere Verweildauer der Atome soweit, dass sich keine Keime mehr bilden.
- Die Transitionstemperatur definiert den Übergang zu einer neuen kritischen Keimgröße. Das Hinzufügen eines weiteren Atoms ist nur im Falle extremer Übersättigungen und damit sehr kleinen Keimgrößen bemerkbar.
- Die Epitaxietemperatur beschreibt die Temperatur, ab welcher die Oberflächenbeweglichkeit ausreichend groß ist, um die Kristallstruktur des Substrats auf die gewachsene Schicht zu übertragen.

Weiterhin hängt das Schichtwachstum stark von der Vorbehandlung, der Art sowie der Substratmaterialien ab. Zwei extreme Beispiele für die Abhängigkeit seien erwähnt. So hat Sella (1964) den Einfluss von Reinigung auf das Substratwachstum in Hinblick auf die Kristallausrichtung untersucht und eine Verdopplung der Epitaxietemperatur von Silberschichten auf NaCl-Kristallen, abhängig von der Kontamination durch mangelhafte Reinigung, festgestellt. Sigsbee (1967) dagegen fand bei der Bedampfung mit Sb einen unerklärlichen Memory-Effekt, falls auf dem Substrat schon früher Sb aufgedampft war. Indirekt abhängig von verschiedenen Parametern ist die Homogenität der gewachsenen Schicht, die hauptsächlich von der Größe der kritischen Keime bestimmt wird. Je kleiner diese Körner, desto schneller bildet sich eine homogene Schicht mit geringen Fehlstellen und hoher Packungsdichte. Größere Körner dagegen benötigen eine dickere Schicht, bevor ihr Verhalten in das einer homogenen Schicht übergeht. Die Größe der kritischen Kerne hängt im Falle von Metallen, neben der Temperatur des Substrats, auch indirekt von der Siedetemperatur des verdampften Metalls ab. Gemäß der Trenton Regel hängt die Siedetemperatur mit der Gibbschen Energie zusammen und ist damit ein Maß für die

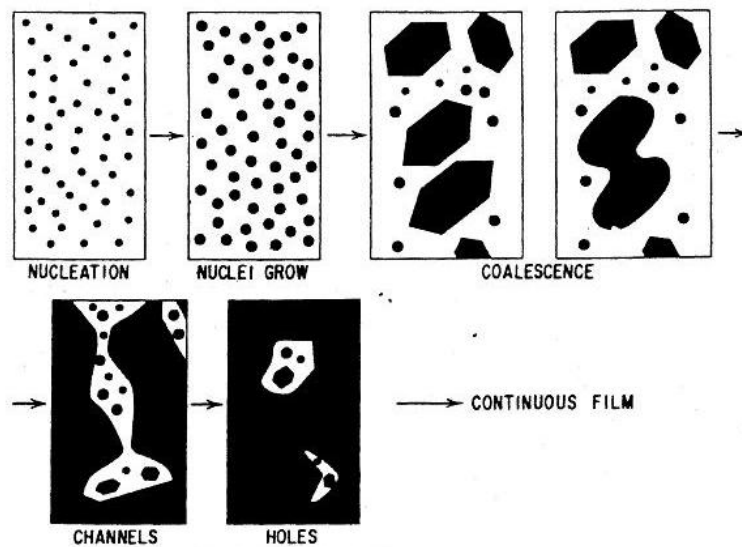


Abbildung 1.11.: Schematische Darstellung des Schichtwachstums. Quelle: Kern (2008)

Oberflächenenergie des Stoffes. Je niedriger die Siedetemperatur, desto größer werden die gebildeten Keime. Die Mobilität der Atome, welche ebenfalls von der Temperatur mitbestimmt wird, hat dagegen keinen Einfluss auf die Größe der Kerne, dafür aber auf ihre Wachstumsrate. Je geringer die Beweglichkeit der Atome, desto kleiner ist die Verarmungszone schon gebildeter Kerne, sodass sich ihr Wachstum verlangsamt.

1.5.3. Inselbildung, Verschmelzung und homogene Schicht

Nach der Bildung erster Keimzellen folgt nun das Wachstum dieser Keime. Diese erfolgt hauptsächlich in der Ebene, da nur ein geringer Teil der Atome direkt auf die Kerne treffen, während der Großteil sich durch Diffusion anlagert. Das Wachstum der Kerne führt zur zweiten Phase, der Inselphase. Während dieser Phase sammeln die Kerne weitere Atome und bilden auf Grund der relativ geringen Geschwindigkeit des Wachstums die in Abbildung 1.11 dargestellten eckigen Inseln. Sobald eine Insel in die Verarmungszone einer anderen gerät, verschmelzen diese innerhalb kurzer Zeit (circa 0,1 Sekunden) zu einem neuen, nun rundem Gebilde. Die einzelnen Inseln verhalten sich dabei analog zur Flüssigkeiten, welche bestrebt ist ihre Oberflächenenergie zu minimieren. Erst nach längerer Zeit bildet sich auf Grund der internen Kristallausrichtung wieder Ecken aus. Da sich bei der Verschmelzung die bedeckte Fläche des Substrats reduziert hat, bilden sich nun sekundäre Keime, welche wiederum von den schon bestehenden Inseln akkretiert werden. Ab einer kritischen Bedeckung der Oberfläche mit Inseln geht die Phase der Verschmelzung in die dritte Phase der Schichtbildung über. In der Kanalphase sind die Inseln schon so groß, dass ein Kontakt an einen beliebigen Punkt nicht mehr zu ei-

nem sofortigen Verschmelzen beider Inseln führt, sodass sich Kanäle zwischen in Kontakt befindlichen Inseln bilden. Trotz allem verhält sich die Schicht immer noch wie eine Flüssigkeit und ist bestrebt durch Ausfüllen dieser Lücken die gesamte Oberflächenenergie zu minimieren. Abhängig von der kritischen Korngröße erhält man ab einer bestimmten Schichtdicke eine homogene Schicht. In manchen Fällen beobachtet man aber auch die Ausbildung spezieller Säulenstrukturen, welche in Abschnitt 1.6.2 detailliert beschrieben werden.

1.6. Eigenschaften dünner Schichten¹³

1.6.1. Atomare Struktur

Die Anordnung der Atome in Festkörpern wird von der Stärke der interatomaren Bindungskräften bestimmt. Hierbei unterscheidet man zwischen den starken und schwachen Bindungskräften, welche einerseits kovalente, ionische und metallische Bindungen sind und auf der anderen Seite schwache Dipolbindungen und quantenmechanische Einflüsse, welche unter den Van-der-Waals-Kräften zusammen gefasst werden. Die innere Struktur von Festkörpern ist entweder geordnet und damit kristallin oder ungeordnet, also polymerisch bzw. gläsern. Die Atome innerhalb eines Festkörpers sind so geordnet, dass die Energie der Gesamtstruktur minimiert wird, was unter anderem eine möglichst dichte Packung erfordert, welche sich insbesondere durch regelmäßige geometrische Anordnungen äußert. Nichtkristalline Materialien unterscheiden sich in die Gläser, welche dreidimensionale Netzwerke bilden, und Verbindungen, welche sich aus langkettigen Molekülen zusammensetzen. Dazwischen existieren alle denkbaren Mischzustände, welche abhängig von den Prozessbedingungen beim Schichtwachstum entstehen können. Diese Schichten, auch sehr dünne, kann man mit Hilfe der Elektronenbeugung sehr genau untersuchen. Die meisten dünnen Schichten orientieren sich wie Festkörper, wobei sie im Normalfall mehr Fehlstellen aufweisen, da die Beweglichkeit der Atome geringer ist. Davon abweichend wurde bei machen Materialien in dünnen Schichten eine andere Kristallstruktur mit entsprechend anderen Eigenschaften entdeckt. Zum Beispiel weisen Tantal, Wolfram, Molybdän, Hafnium und Zirkonium in dünnen Schichten eine flächenzentrierte kubische Kristallstruktur auf, während sie im Festkörper eine raumzentrierte kubische Struktur haben. Wie genau eine Schicht wächst, hängt vom Material und den entsprechenden Prozessbedingungen ab. So wächst MgF_2 im Temperaturbereich von $30^\circ\text{-}350^\circ\text{C}$ immer kristallin, während Silizium bei Raumtemperatur eine amorphe Schicht, bei 320°C eine polykristalline Struktur, ab 550°C einen Einkristall mit vielen Fehlstellen und bei 800°C einen perfekten Einkristall bildet. Bei Molekülschichten ist weiterhin zu beachten, dass es neben verschiedenen Gitterstrukturen auch noch verschiedenen Molekülstrukturen gibt, so kann SiO_2 nach dem Verdampfen auch wieder als Si_2 rekombinieren, falls zu wenig Sauerstoff vorhanden sein sollte. Und bei Anwesenheit von Wasserdampf bildet sich zudem Silanol SiOH .

¹³Der folgende Abschnitt basiert hauptsächlich auf Pulker (1999) solange nicht anders zitiert.

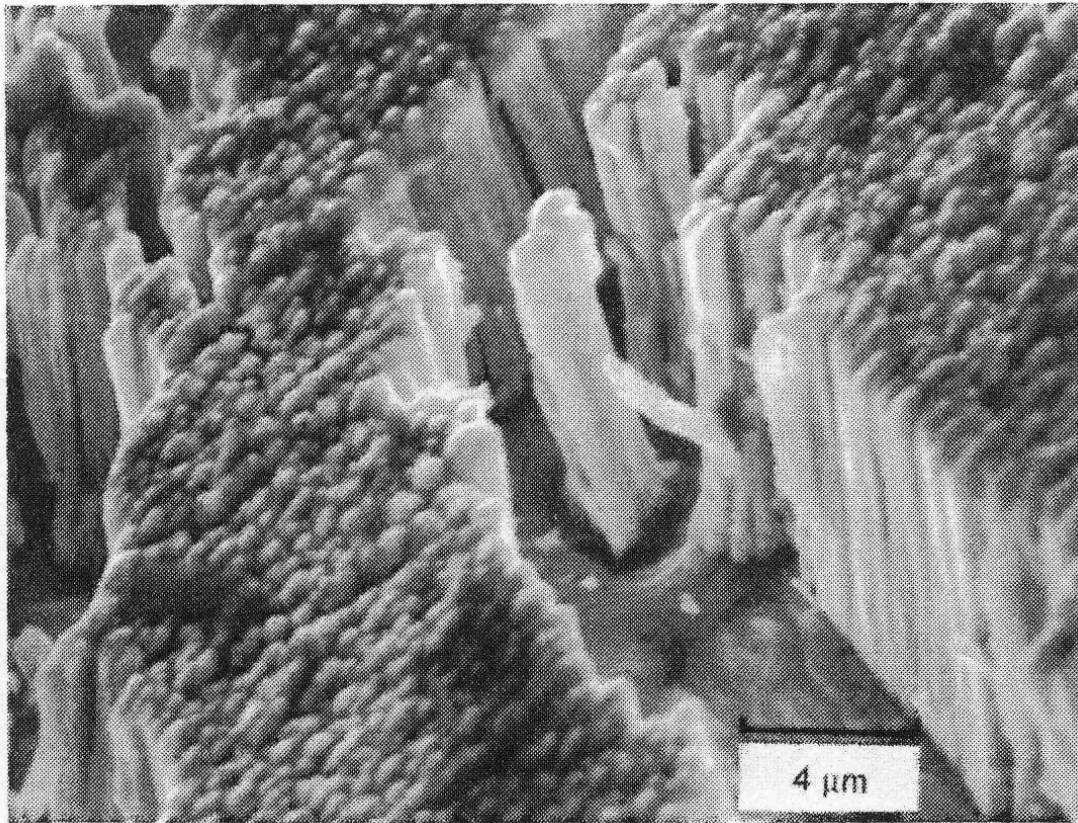


Abbildung 1.12.: Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme einer Rhodiumschicht. Quelle: Pulker (1999)

1.6.2. Mikrostruktur

Um die Mikrostruktur von gewachsenen dünnen Schichten zu untersuchen, verwendet man die Elektronenmikroskopie, in dem man die Proben zerbricht¹⁴ und einen feinen Abdruck davon erstellt, welcher dann mit Hilfe der Transmissionmikroskopie untersucht wird. Die Untersuchungen haben ergeben, dass nahezu alle Schichten aus einzelnen Säulen bestehen, welche je nach Schichtdicke, immer dichter zusammen stehen (siehe hierzu Abbildung 1.12). Eine erwähnenswerte Ausnahme davon ist SiO_2 , welches abhängig von der Substrattemperatur meist eine polymere oder glasartige Struktur annimmt (siehe auch Abschnitt 1.6.5). Weiterhin sind die bedampften Schichten porös und haben eine geringere Dichte als in Festkörperform, wobei die exakte Dichte wiederum stark vom Herstellungsprozess abhängt. So können während der Schichtbildung durch Ionenbeschuss und der damit zusätzlich hinzugeführten Energie, verschiedene physikalische und chemi-

¹⁴Die Bruchkante zieht sich immer entlang von Schwachstellen innerhalb der Struktur, sodass meist eine saubere Bruchkante mit nur wenigen Artefakten entsteht. Siehe hierzu auch die Arbeiten von Müller u. Pulker (1994)

sche Prozesse angeregt werden, welche die Dichte erhöhen.

Ross u. Messier (1981) präsentierten zusammen ein Modell, welches die Entstehung der beobachteten Säulen erklärt. Man geht davon aus, dass die ersten Atome bei ihrer Kondensation zufällig über das Substrat verteilt sind und erste Keimzellen bilden. Sobald der Film ausreichend bedeckt ist, lagern sich weitere Atome an diesen Keimzellen an und bilden inselartige Detrite (Verästelungen) und verschmelzen mit nahen anderen Keimzellen. Nun werden die Lücken innerhalb dieser Detrite gefüllt, bis nur noch die Lücken zwischen den einzelnen Detriten vorhanden sind. Im nächsten Schritt bilden sich auf diesen Detriten die Säulen aus, welche bei immer höherem Schichtwachstum aneinander stoßen und sich mit benachbarten Säulen vernetzen und damit dann die dünne Schicht bilden. Wie Movchan (1969a) zeigte hängt die Entstehung der Säulen hauptsächlich vom Verhältnis der Substrattemperatur zur Schmelztemperatur des Schichtmaterials ab. Solange das Verhältnis $T_s/T_m \leq 0,45$ ist, bildet sich immer eine Säulenstruktur aus, und wie unter anderem von Pulker (1999) gezeigt, ändert sich das Schichtwachstum auch bei Mehrschichtsystemen im Prinzip nicht. Da die Oberfläche aber auf Grund von nicht gleichförmig wachsenden Säulen auf diesen Skalen nicht glatt ist, bilden sich keine klaren Übergänge zwischen den Schichten aus, sondern Bindungszonen, innerhalb derer sich die Eigenschaften langsam ändern. Weiterhin konnte Nieuwenhuizen (1966) aus experimentellen Daten folgende Regel $\tan \alpha = 2 \tan \beta$ aufstellen, welche den Auftreffwinkel α in Beziehung zu dem Wachstumswinkel β der Säulen relativ zu Substratoberflächen setzt. Fiedler u. Schirmer (1988) konnte später mit Hilfe eines mathematischen Modells, welches auf dem mikroskopisch-geometrischen Hartkugelmodell beruht, zeigen, dass diese Regel nur für kleine Winkel gilt. Das Modell basiert auf einer Idealisierung, welche neutrale, starre Teilchen mit beliebigen aber konstantem Kugelradius r , eine konstanten Teilchenstromdichte als Folge unveränderter Parameter während der Beschichtung, sowie einem Stickingkoeffizienten¹⁵ von eins voraussetzt. Weiterhin wird für den Winkel des Säulenwachstums nur der Abschattungseffekt sowie der Einfallswinkel als bestimmende Größe definiert und die Teilchenmigration vorerst ignoriert. Die Schichtbildung erfolgt, wie im linken Teil der Abbildung 1.13 dargestellt, nur innerhalb einer klar definierten Zone z_1 und z_2 innerhalb derer es wiederum eine Verteilung der Anlagerungswahrscheinlichkeit gibt, welche von den äußeren Parametern des Beschichtungsprozesses bestimmt ist. Während des Schichtwachstums verschieben sich die Grenzen, aber die Entfernung der einzelnen Grenzen bleibt immer gleich, sodass die Teilchen keinen Unterschied bemerken. Die idealisierte Schicht bestehend aus einzelnen Teilchen wird charakterisiert durch $\bar{R} = kr$. Der mittlere Abstand der Teilchen wird, da man Gleichverteilung annimmt, über $\bar{R} = 1/2 \cdot (R_{\min} + R_{\max})$ ermittelt. Für den minimalen Abstand nimmt man das Doppelte des Teilchenradius an. Den maximalen Abstand erhält man aus geometrischer Betrachtung (siehe Abbildung 1.14 der Abschattung zu $R_{\max} \leq \frac{2r}{\cos \alpha} + R_{\min}$. Man führt nun zwei Modellgrößen a_1 und a_2 ein, welche den obigen Bedingungen genügen, sodass $k = a_1 + \frac{a_2}{\cos \alpha}$. Hierbei beschreibt $a_1 = R_{\min}/r \geq 2$ das Verhältnis von minima-

¹⁵Der Stickingkoeffizient gibt die Wahrscheinlichkeit an, dass ein Teilchen sich an der Oberfläche anlagert und nicht weg gestoßen wird

len Abstand der Teilchen zum Teilchenradius. In realen Schichten wird dieser Wert von der Wechselwirkung zwischen den einzelnen Teilchen und dem Substrat beeinflusst. Die Größe a_2 ist ein Maß für die Packungsdichte und charakterisiert damit auch die relative Lage von z_0 zu z_2 . Für die Berechnung des Säulenwinkels nimmt man nun an, dass sich der Gesamtwinkel β aus dem Mittelwert der einzelnen Teilchenwinkel γ zusammensetzt.

$$\beta = \frac{\int_{\gamma_1}^{\gamma_2} \gamma \cos(\gamma - \alpha) d\gamma}{\int_{\gamma_1}^{\gamma_2} \cos(\gamma - \alpha) d\gamma} \quad (1.64)$$

Die Intervallgrenzen werden wiederum über die Abschattung definiert. Hierbei unterscheidet man drei Fälle :

- Keine Abschattung
- Abschattung von einem Nachbar
- Abschattung von zwei Nachbarn ¹⁶

Aus der Integration von 1.64 erhält man den Gesamtwinkel β in Abhängigkeit der Größe $c_1 = \sin \alpha - \gamma_1$ und $c_2 = \sin \gamma_2 - \alpha$, welche für jeden Abschattungsfall anders sind.

$$\beta = \alpha - \frac{(1 - c_1^2)^{1/2} + c_1 \arcsin c_1 - (1 - c_2^2)^{1/2} - c_2 \arcsin c_2}{c_1 + c_2} \quad (1.65)$$

Dies führt zu folgenden Ergebnissen

- Der Säulenwinkel β ist immer kleiner als der Einfallswinkel α
- Die Tangensregel von Nieuwenhuizen ist nur im Grenzfall kleiner Winkel gültig
- Die Abschattung zweier Nachbarn findet nur für Auftreffwinkel $\alpha \leq 18,5^\circ$ statt
- Schichten mit höheren Packungsdichten weisen geringere Neigungswinkel auf

Obwohl Teilchenmigration zu Beginn ausgeschlossen wurde, konnte am Beispiel von Aluminium konnte gezeigt werden, dass bei Substrattemperaturen bis 200°C das Säulenwachstumsmodell durch entsprechende Wahl der Parametern trotz allem richtig liegt. Erst bei Temperaturen ab 400°C wird die Teilchenmigration gegenüber dem Einfallswinkel dominant, sodass das Modell bei der Vorhersage der Winkel versagt.

Die Mikrostruktur innerhalb einer dünnen Schicht unterscheidet sich damit deutlich von der eines Festkörpers. Insbesondere die Dichte, die Rauigkeit, die Fähigkeit der Wasserdampfaufnahme, die elektrische Leitfähigkeit, die mechanische Stabilität und die optischen Eigenschaften unterscheiden sich auf Grund der anderen Struktur.

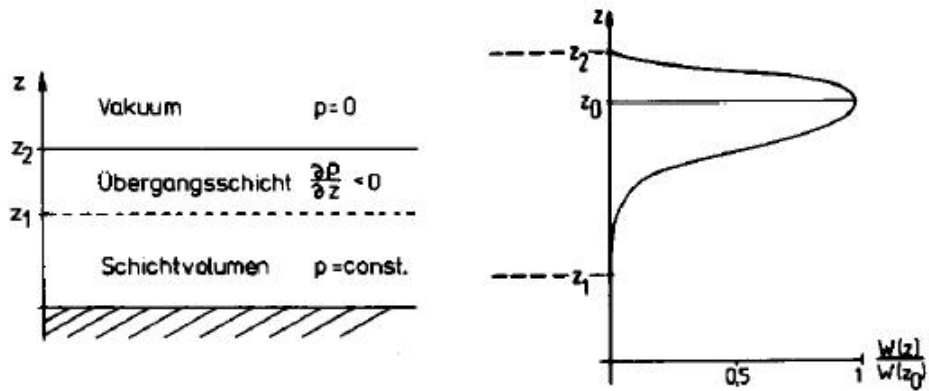


Abbildung 1.13.: Links: Modell für die Oberflächen. Rechts: Verteilung der Anlagerungswahrscheinlichkeit. Quelle: Fiedler u. Schirmer (1988)

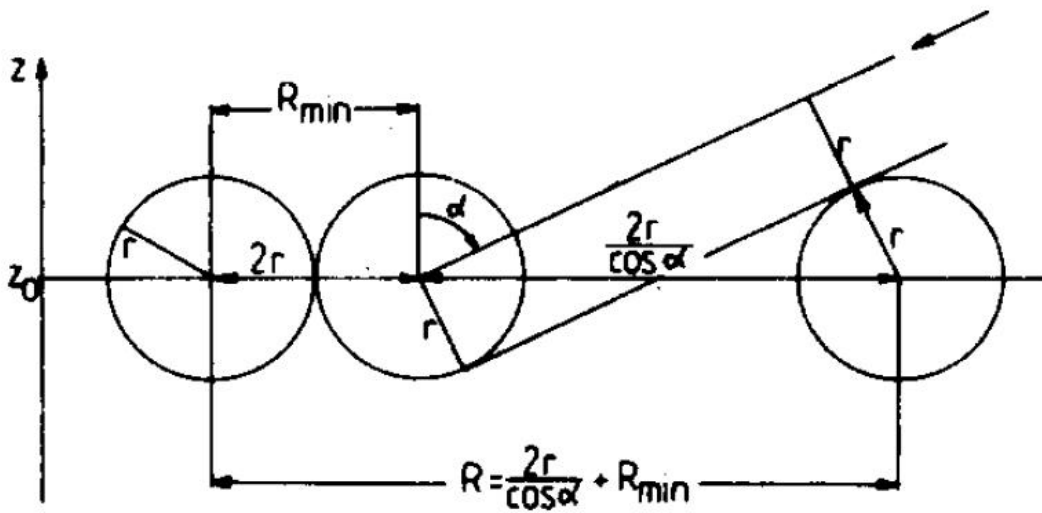


Abbildung 1.14.: Darstellung der Abschätzung zur Berechnung des maximalen Abstands zweier Teilchen. Quelle: Fiedler u. Schirmer (1988)

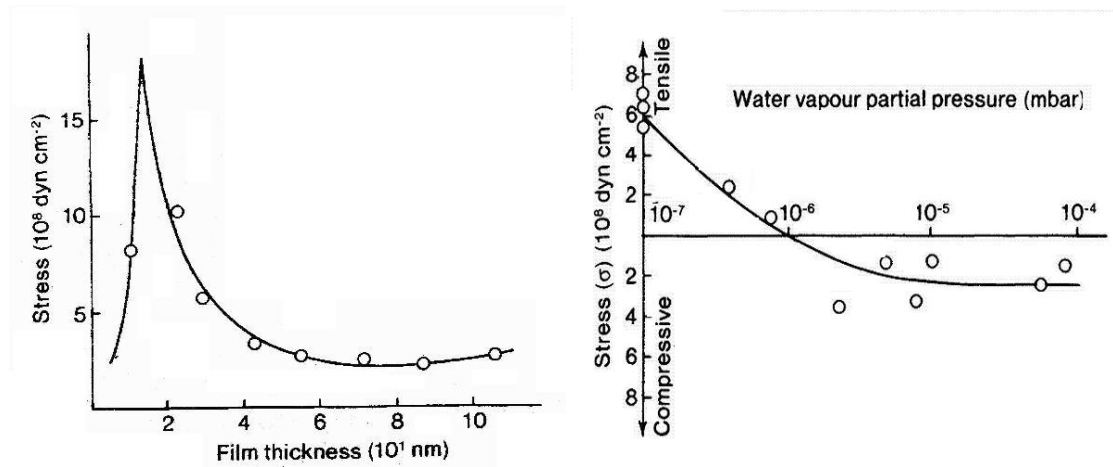


Abbildung 1.15.: Links: Anstieg des Stress beim Schichtwachstum. Rechts: Einfluss von Wasserdampf auf Stress Quelle: Pulker (1999)

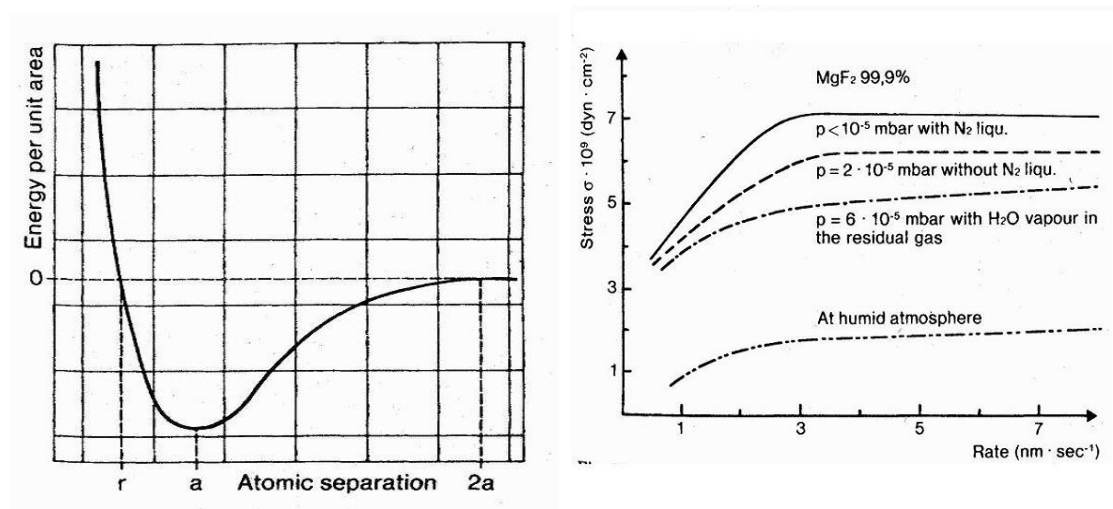


Abbildung 1.16.: Links: Potential zwischen Korngrenzen in Abhängigkeit des Abstands . Rechts: Intrinsischer Stress von reinen MgF_2 Filmen abhängig von Rate und Wasserdampfanteil. Quelle: Pulker (1999)

1.6.3. Mechanische Eigenschaften - Materialstress

Der Materialstress beeinflusst die Haltbarkeit sowie das Wachstum von dünnen Schichten. Man unterscheidet zwischen Dehnspannung (*tensile stress*), falls sich die Schicht parallel zum Substrat zusammenzieht und Druckspannung (*compressiv stress*), falls sie sich parallel zum Substrat ausdehnt. Im Allgemeinen weisen bei Raumtemperatur hergestellte Metallschichten Druckspannungen im Bereich von $10^8 - 10^{10} \frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2}$ auf, wobei hochschmelzende Materialien die obere Grenze markieren. Die Dielektrika weisen im Vergleich zu Metallen etwas geringere Spannungswerte auf und Dielektrika mit geringer Brechzahl weisen die Tendenz zur Ausbildung von Dehnstress auf, während Dielektrika mit hoher Brechzahl eher Druckstress aufweisen. Während der Vernetzung einzelner Keimzelle steigt der Stress kurzfristig stark an, wie in der linken Abbildung 1.15 dargestellt ist. Sobald diese Phase des Wachstumsprozesses abgeschlossen ist, sinkt der Stress innerhalb der Schicht wieder. Das Einbringen von Fremdatomen in die bedampfte Schicht, zum Beispiel Wasserdampf, welcher in eine SiO_x -Schicht integriert wird, führt, wie in die rechte Abbildung 1.15 zeigt, ebenfalls zu einer Reduktion der Dehnspannung. Weiterhin ändert sich hier sogar die Richtung der Spannung von Dehn- auf Druckspannung. Falls der Materialstress zu hoch ist, verbiegt sich entweder das Substrat, falls dieses dünn genug ist, oder aber die Schicht bekommt Risse, platzt ab oder löst sich im schlimmsten Fall ganz vom Substrat. Der auf eine Schicht wirkende Stress setzt sich aus drei Komponenten zusammen.

$$\sigma = \sigma_{\text{ext}} + \sigma_{\text{therm}} + \sigma_{\text{int}} \quad (1.66)$$

Die einzelnen Komponenten bestehen aus dem Stress durch externe Kräfte, dem thermischen Stress und dem wichtigsten Teil, dem intrinsischen Stress. Die externen Spannungen können zum Beispiel durch schlechte Zwischenschichten entstehen, sind aber genauso wie der thermische Stress, welcher durch unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten von Substrat und aufgedampftem Schichtmaterial ausgelöst wird, vernachlässigbar gegenüber dem intrinsischen Stress. Die Belastungen welche von Schicht auf Substrat wirken, kann man messen, indem man ein langes, sehr dünnes Substrat an einer Seite befestigt und dann die während der Bedampfung entstehende Auslenkung δ des freistehenden Endes misst. Diese Auslenkung ist proportional zur Biegekraft pro Länge S , welche wiederum proportional zum Stress σ ist.

$$S = \frac{E_s D^2}{3l^2(1 - \nu_s)} \left(1 + 3 \frac{E_f d}{E_s D} \right) \delta \quad (1.67)$$

Dabei ist E das Elastizitätsmodul, ν das Poissonverhältnis, l die Substratlänge, D die Substratdicke, d die Schichtdicke und δ die besagte Auslenkung. Bei einer positiven Auslenkung handelt es sich um eine Dehnspannung, bei einer negativen entsprechend um Druckspannung (siehe Kinosita, 1972). Aus der Biegekraft folgt mit der einfachen Relation $\sigma = S/d$ der Wert für den mittleren Stress der Schicht. Den Auslöser der Belastung vermutet man in der Interaktion der Korngrenzen während des Wachstums. Hierzu

¹⁶Die Betrachtung erfolgt im zweidimensionalen daher nur maximal zwei Nachbarn

liefern Pulker (1999) und R.W. Hoffman eine theoretische Beschreibung der Stress Entstehung im Korngrenzen-Wechselwirkungs-Model (*grain boundary model*). Hierbei geht man davon aus, dass der makroskopisch beobachtbare Stress aus elastischen Verformungen resultiert, welche durch Gitterrelaxationen verursacht werden. Man nimmt hierbei an, dass die Substratoberfläche die freie Energie γ_s hat und die Korngrenzenenergie des darauf abgelagerten Kristallkorns γ_{gb} beträgt. Eine Wechselwirkung zwischen Substratoberfläche und angelagertem Material bewirkt eine Energieänderung $\Delta\gamma = 2\gamma_s - \gamma_{gb}$. Für große Korngrenzen kann man deren mittlere freie Energie γ_{gb} approximieren zu $1/3\gamma_s$. Diese Energieänderung erzwingt eine Relaxation des Gitters und damit eine geringfügige Änderung der Gitterkonstante a . Nach dem Hooke'schen Gesetz folgt für den makroskopischen Stress auf Grund dieser elastischen Verformung $\sigma = E\epsilon$ mit $\epsilon = (x-a)/a = \Delta/d$. Den durchschnittlichen Wert der Verformung Δ kann man aus Betrachtungen des Potentials zwischen Korngrenze und Oberfläche erhalten. Wie in Abbildung 1.16 dargestellt ist der minimale Abstand durch den Ionenradius limitiert und der maximale Abstand für eine Wechselwirkung entspricht dem doppelten der Gitterkonstante¹⁷. Nimmt man an, dass jede Position zwischen r und $2a$ gleich häufig ist, dann wird die minimale Energie a nur sehr selten getroffen. Entsprechend wird das Gitter versuchen diese energetisch günstigste Konfiguration zu erreichen, was zu einer Expansion für Positionen kleiner a oder zu einer Kompression für Positionen größer a führt¹⁸. Aus der Verformungsenergie pro Flächeneinheit und der potentiellen Energie pro Flächeneinheit ergibt sich ein neues Potential, dessen Minimum im Vergleich zum ursprünglichen Potential verschoben ist. Die Differenz dieser Minima ergibt eine Größe für die Verformung Δ abhängig von dem mittleren Gitterabstand \bar{a} und dem minimalen Abstand r_i , welcher gerade der Summe der Ionenradien entspricht

$$\langle \Delta \rangle = \frac{\bar{a}r_i - 1/2 \cdot r_i^2}{2\bar{a} - r_i} \quad (1.68)$$

Nach der Relaxation muss die mittlere Bindungskraft pro Fläche die mittlere elastische Belastung innerhalb des Volumens gerade kompensieren. In Kombination mit dem Poissonverhältnis ν und der Packungsdichte p , welche berücksichtigt, dass mehr als zwei Grenzen wechselwirken können, ergibt sich der Stress zu:

$$\sigma = \frac{E}{1-\nu} \frac{\Delta}{d} p \quad (1.69)$$

Alternativ kann man diesen Ausdruck auch in Relation zur Oberflächenenergie bringen:

$$\sigma = \frac{E_f}{1-\nu} \frac{4\gamma_s - 2\gamma_{gb}}{d_f} \quad (1.70)$$

Entsprechend diesem Modell kann man den Stress innerhalb der Schicht senken, indem man die Grenzflächen minimiert, also größere Kristalle bildet, oder indem man die freie

¹⁷Diese Näherung basiert hauptsächlich auf den Abschirmeffekten der Wechselwirkungen innerhalb von Gitterstrukturen

¹⁸Aus dem asymmetrischen Potential erklärt sich auch leicht, warum Dehnspannung deutlich häufiger auftritt als Druckspannung.

Oberflächenenergie senkt, indem man die Sorption erhöht. Siehe hierzu auch Abbildung 1.16, welche die Auswirkung von Wasserdampf auf den Stress einer reinen MgF_2 Schicht darstellt. Bei der Ionenimplantation ergibt sich ebenfalls eine Dehnstress senkende Wirkung, welche zum Teil genutzt wird um zu großen Stress zu kompensieren. Hierbei werden Fremdatome mit hoher Energie in das bestehende Gitter eingebracht. Da sie nicht Teil dieses Gitters sind verfügen sie über zu wenig Platz und befinden sich, da sie auf Grund der anderen Atome auch nicht beweglich sind, in einem metastabilen Zustand. Daher üben sie Druck auf ihre Umgebung aus und wirken der Dehnspannung entgegen. Da die Ionen aber mit sehr hoher Energie implantiert werden müssen, welche sie an der Oberfläche in Form einer lokalen Erhitzung abgeben, wird dieser Prozess zum Teil wieder aufgehoben, da diese lokale Erhitzung eine erhöhte Beweglichkeit und damit ein Ausheilen der Kristallstruktur bedingt.

Abschließend gilt anzumerken, dass nur in seltenen Fällen der intrinsische Stress groß genug ist, um eine Adhäsion des Stoffes an das Substrat zu verhindern. Die Adhäsionskräfte von Physisorption bewegen sich im Energiebereich von 0,2–0,4 eV was Kräfte im Bereich von $5 \cdot 10^9 - 10^{10} \frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2}$ entspricht. Diese Kräfte findet man nur im oberen Grenzbereich der gemessenen intrinsischen Belastungen. Die Adhäsionskräfte der Chemisorption bewegen sich im Energiebereich von 0,5 – 10 eV, sodass hier gar keine Gefahr mehr besteht. In der Realität haben Schichten aber lokale Schwachstellen, welche in ungünstigen Fällen als Ausgangspunkt für Risse dienen können.

1.6.4. Mechanische Eigenschaften - Materialhärte

Die Materialhärte ist eine Messgröße, mit der man den Verschleißwiderstand einer Oberfläche abschätzen kann. Die Härte-Prüfung geht auf Friedrich Mohs (1773-1839) zurück, welcher basierend auf der Tatsache, dass harte Stoffe weichere ritzen, eine Skala aufstellte, welche den Diamant als härtestes natürliches¹⁹ Material an das obere Ende der Skala stellt. Heutzutage gibt es als Weiterentwicklung des ursprünglichen Prinzips zahllose verschiedene Anwendungen, von besonderem Interesse ist die Vickers-Härte (DIN EN ISO 6507-1:2005 bis -4:2005), welche auch bei dünnen Schichten angewendet werden kann, wobei zu beachten ist, dass die Ergebnisse nur dann brauchbar sind, wenn die maximale Eindringtiefe der Spitze sich im Bereich von 10% der Gesamtschichtdicke bewegt. Es wird eine gleichseitige Diamantpyramide²⁰ in die Probe eingedrückt, sodass die Härte proportional zur gemittelten Diagonalen in Millimeter des Abdrucks und der verwendeten Kraft in Kilopond²¹ ist.

$$H_{\text{Vickers}} = \frac{2P \sin \alpha/2}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (1.71)$$

Das Härteverhalten verschiedener Schichten hängt dabei nicht nur von den verwendeten Materialien, sondern auch von der Vorbehandlung des Substrats und den anderen Pro-

¹⁹In neuerer Zeit wurden einige künstliche Materialien erstellt, welche höhere Härtewerte aufweisen, z.B. Aggregierte Diamant-Nanostäbchen von Blank u. a. (1995)

²⁰Die Winkel betragen 136° im Vergleich zur Knoop-Härteprüfung bei der die Prüfspitze eine rhombische Grundfläche und andere Winkel aufweist

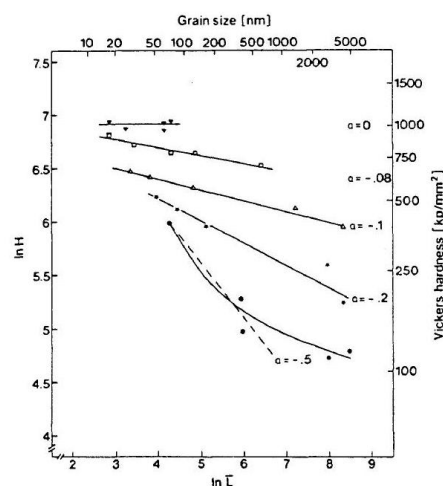
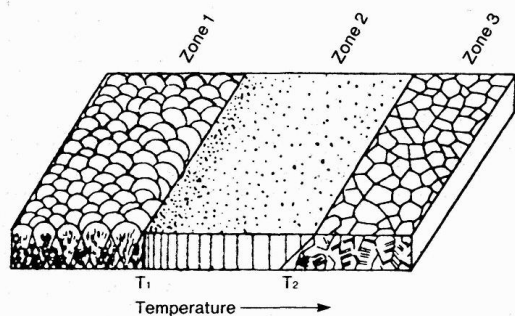
²¹Das veraltete, nicht SI-konforme Maß Kilopond entspricht 9,8 N

zessbedingungen ab. Reine Metallfilme, welche auf kalte Substrate aufgebracht werden und daher eine relativ ungeordnete Kristallstruktur haben, weisen zum Beispiel hohe Härtewerte auf. Dieser Effekt kann durch Tempern teilweise rückgängig gemacht werden oder beim Aufdampfen auf heiße Substrate verhindert werden, da die bessere Ordnung die Härte, wie Movchan (1969b) zeigte, wieder reduzieren kann. Ein gegensätzliches Verhalten zeigen dagegen Oxide, z.B. Al_2O_3 , deren Härte sich bei steigender Substrattemperatur erhöht. Movchan (1969b) erklärt dies mit Hilfe eines Zonen-Modells für die Kristallordnung innerhalb der Schicht in Abbildung 1.17. Bei niederen Substrattemperaturen bildet sich eine konische Kristallstruktur, welche nur geringe Härte aufweist. Bei steigender Temperatur ändert sich die Struktur zu der bekannten Säulenstruktur, welche eine geringfügig höhere Härte aufweist, während bei Temperaturen ab 800°C ein steiler Anstieg der Härte festzustellen ist, welche durch die steigende Packungsdichte verursacht wird. Für das Verhalten von Nickel-Aluminium-Legierungen konnte Hoffman (1982) zeigen, dass die Härte der Legierung sich bei sinkender Korngröße, welche wiederum vom steigenden Anteil von Aluminium beeinflusst wird, erhöht. Siehe hierzu auch die rechte Abbildung 1.17. Der Widerstand einer Schicht gegenüber Abnutzung, wird indirekt über die Härte der Schicht definiert. Da weiche Stoffe nur von härteren beschädigt werden können, ist man geneigt, möglichst stabile Schutzschichten zu verwenden. Gerade aber bei den oben erwähnten Sauerstoffverbindungen bedingt dies sehr hohe Temperaturen, welche die meisten Substrate nicht verkraften, ohne beschädigt zu werden. Im Falle von optischen Schichten, zum Beispiel Antireflexionsbeschichtungen auf Brillen oder Teleskopen, muss man also abwägen, welche härteren Stoffe die Oberfläche potentiell beschädigen können. In den meisten Fällen handelt es sich dabei um Quarzkristalle, welche eine Härte von $800 \frac{\text{kp}}{\text{mm}^2}$ aufweisen. Daher reicht es meistens aus, die Schutzschicht aus Quarz oder einem härterem Material aufzubauen. Den effektiven Widerstand verschiedener Schichten gegenüber Abnutzung kann man vergleichen, indem man die Flächen mit einem definierten Schleifpapier, bei konstantem Druck wiederholt abschleift und dann eventuell vorhandene Kratzer zählt.

1.6.5. Optische Eigenschaften

Im Allgemeinen unterscheiden sich die Eigenschaften dünner Schichten deutlich von den Eigenschaften eines Festkörpers gleichen Materials. Die optischen Eigenschaften, im speziellen der Brechungsindex und der damit verbundene Extinktionskoeffizient $N = n - ik'$ hängen stark von der Dicke der jeweiligen Schicht ab. Im Bereich $\leq 10\text{nm}$ ist die Schicht noch extremen Schwankungen²² unterworfen, bis $\approx 40\text{nm}$ stark abhängig von der Schichtdicke und erst ab Schichtdicken $\geq 40\text{nm}$ nimmt die Abhängigkeit der optischen Eigenschaften von der Schichtdicke ab, bis sie übergeht zu den Eigenschaften eines Festkörpers. Dieser Übergang ist aber nicht fest und hängt wiederum von Material sowie dem Herstellungsprozess ab, so liefert zum Beispiel das physikalische Bedampfen deutlich reinere Schichten wie das chemisch-reaktive Bedampfen und erreicht damit früher die Eigenschaften eines Festkörpers. Weiterhin beeinflusst der Anteil an Sauerstoff innerhalb der

²²Diese Schwankungen findet sich auch im Verhalten des Materialstress während der Entstehungsphasen der Schicht wieder, wie in Abbildung 1.15 dargestellt



Log-log plot of hardness vs. grain size for films with 0 at.% Al (●), 5 at.% Al (◊), 15 at.% Al (△), 25 at.% Al (■) and 30 at.% Al (▼). α is the exponent in the relation $H \sim L^{-\alpha}$. (After Hentzell³³)

Abbildung 1.17.: Links: Schematische Darstellung der Kristallstruktur bei steigender Temperatur aus Pulker (1999). Rechts: Einfluss der Korngröße auf Härte bei steigendem Anteil von Aluminium in einer Ni-Al-Legierung aus Hoffman (1982)

Vakuumkammer während des Bedampfens entscheidend die Eigenschaften der entstehenden Schichten. Im Falle von Aluminium zeigte Hass u. Waylonis (1961) einen Anstieg des Brechungsindex bei gleichbleibender Schichtdicke auf Grund besserer Vakuumbedingung, da der Anteil an reaktivem Sauerstoff innerhalb der Kammer niedriger war und damit weniger Al_2O_3 in der Schicht integriert ist, was vor allem im Ultraviolettbereich zu einem höheren Brechungsindex führt. Setzt man diese fertige Aluminiumschicht nun der Atmosphäre aus, bildet sich im Laufe eines Monats eine Schutzschicht von Al_2O_3 , sodass am Ende der Reflexionsgrad typischerweise 89% beträgt und dann für längere Zeit konstant bleibt²³. Auch bei ZnS konnte, unabhängig von der Bedampfungsrate, ein Zusammenhang zwischen steigendem Absorptionskoeffizient bei steigendem Sauerstoffanteil im Restgas während des Bedampfens festgestellt werden (siehe Ahrens, 1974). Weiterhin zeigte Czyzak u. a. (1954), dass der Brechungsindex von ZnS in kubischer Form $n_{633} = 2,35$ beträgt, während er bei einer polykristallinen, kubischen Anordnung $n_{633} = 2,27$ ist. Noch deutlicher zeigt sich der Effekt verschiedener Kristallausrichtung bei Titandioxid, wobei hier die Ausrichtung stark von der Substrattemperatur beeinflusst wird. Wie Pulker u. a. (1976) zeigte, weist Titandioxid im Temperaturbereich von 20-400°C entweder eine amorphe Struktur, eine Rutil-, eine Anatas-Struktur²⁴ oder eine Mischung aus diesen verschiedenen Phasen auf. Der Brechungsindex ändert sich dabei

²³Dieser Effekt wird beim VERITAS-Projekt ausgenutzt, welche ihre Teleskopspiegel mit einer 80 nm dicken, durch Elektrolyse geformten Al_2O_3 -Schicht schützen. Durch diese Schutzschicht reduziert sich die Reflektivität der Spiegel nur um ca. 3% pro Jahr bei 320 nm. (siehe Roache u. a., 2008)

²⁴Rutil, Anatas und Brookit sind die drei natürlich vorkommenden Arten von TiO_2

von $n_{550} = 1,9$ bei 20°C zu $n_{550} = 2,6$ bei 400°C . Dieser Einfluss der Temperatur auf das Kristallwachstum lässt sich dadurch erklären, dass sich die Substrattemperatur auf auftreffenden Atome oder Moleküle überträgt, welche mit der einhergehenden höheren Beweglichkeit größere, geschlossene Kristalle bilden. Das Kristallwachstum wird aber auch durch vorgegebene Strukturen oder Verunreinigungen auf dem Substrat verändert. In manchen Fällen kann man nachträglich durch Tempern, also dem kontrollierten Erhitzen der Probe, denselben Effekt erzielen und die Kristalle zusammenwachsen lassen. Trotz dieses sehr unterschiedlichen Verhaltens verschiedener Schichten kann man mit Hilfe der Lorentz-Lorenz-Gleichung 1.72 der Brechungsindex eines dünnen Films in Abhängigkeit von Basisdaten bestimmt werden:

$$n_f = \frac{2\rho_f \cdot R + M}{M - \rho_f \cdot R} \quad (1.72)$$

Hierbei ist n_f der Brechungsindex des Films, ρ_f die Filmdichte, R der molare Brechungsindex, welchen man mit Hilfe eines Einzelkristalls ermitteln kann und M das Molekulargewicht des Schichtmaterials. Weiterhin definiert man sich die Packungsdichte, welche das Verhältnis der durchschnittlichen Filmdichte im Vergleich zur Festkörperdichte angibt $p = \rho_f/\rho_m$. Alternativ kann man sich die Packungsdichte anschaulicher über das Volumen definieren, indem man sie gleich dem Verhältnis von Volumen der Schicht zum Gesamtvolumen aus Schicht und Löchern setzt. Für die Packungsdichte gilt dann folgender Zusammenhang zum Brechungsindex n_f des Films und n_m des entsprechenden Festkörpers:

$$p = \frac{\rho_f}{\rho_m} = \frac{n_f^2 - 1}{n_f^2 + 2} \cdot \frac{n_m^2 + 2}{n_m^2 - 1} \quad (1.73)$$

Daraus folgt, dass aus geringerer Packungsdichte auch ein kleinerer Brechungsindex folgt, was insofern anschaulich ist, als dass eine Schicht, welche große Lücken aufweist, das Licht nicht so gut bricht, wie eine homogene Schicht. Gleichzeitig ist aber der Brechungsindex einer porösen Schicht, zum Beispiel von MgF_2 , welche eine geringe Packungsdichte von $p = 0,74$ aufweist, im Vakuum geringer, als an der Atmosphäre, in der sie mit Wasserdampf gesättigt wird. Dies wird deutlich in Abbildung 1.18.

Bei heißen Substraten findet man im allgemeinen Packungsdichten $\geq 0,9$, sodass der Einfluss von absorbiertem Wasserdampf eine geringe Rolle spielt.

Die Lorentz-Lorenz-Formel wurde von Harris u. a. (1979) bearbeitet und für dielektrische Schichten angepasst.

$$n_f^2 = \frac{(1-p)n_v^4 + (1+p)n_v^2 n_{fs}^2}{(1+p)n_v^2 + (1-p)n_s^2} \quad (1.74)$$

Hierbei ist n_f der Brechungsindex der Schicht, n_s der Brechungsindex des Festkörpers und n_v der Brechungsindex des Füllstoffs in den Löchern der Schicht, im Falle von Vakuum also eins. Basierend auf dieser Formel lässt sich der theoretische Brechungsindex der meisten Schichten berechnen. Diese Formel liefert auch den Grundbaustein der verwendeten Simulationssoftware Concise Macleod.

REFRACTIVE INDICES OF MgF₂ FILMS DEPOSITED UNDER VARIOUS EVAPORATION CONDITIONS

Residual gas Pressure (mbar)	Gas composition	Substrate temperature (°C)	Refractive index of the film, $\lambda = 633 \text{ nm}$	
			in vacuum	in air
2×10^{-9}	Free of water	30	1.326	1.383
1×10^{-5}	90% N ₂	30	1.328	1.385
1×10^{-5}	90% H ₂ O	30	1.341	1.385
1×10^{-7}	40% H ₂ O	280	1.384	1.385
3×10^{-5}	Dry air	30	1.32*	1.39*
5×10^{-6}	Dry air	30	1.33	-

* $\lambda = 550 \text{ nm}$

Abbildung 1.18.: Tabelle zur Veranschaulichung des Einflusses von Wasserdampf auf den Brechungsindex. Quelle: Pulker (1999)

Abschließend ist anzumerken, dass die Eigenschaften der dünnen Schichten nur schwer vorherzusagen und zu kalkulieren sind, da sie sehr stark von den jeweiligen Prozessbedingungen abhängen. Vor allem im Bereich des physikalischen Bedampfens spielen der Druck, die Temperatur, die kinetische Energie des verdampften Stoffes, die Verdampfungsrate, der Auftreffwinkels sowie die Eigenschaften des Substrats eine nur schwer in Formeln darstellbare Rolle, da insbesondere jede Bedampfkammer eine eigene räumliche Verteilung hat und damit nur Ergebnisse aus der selben Kammer direkt vergleichbar sind. Dies ist auch der Grund warum die berechneten theoretischen Brechungsindizes nur in wenigen Fällen wirklich erreicht werden.

2. Versuchsaufbau

Die für diese Diplomarbeit verwendete Bedampfungsanlage wurde Ende der 60er Jahre gebaut, während der letzten fünfzehn Jahre nicht mehr verwendet und befand sich daher in reparaturbedürftigem Zustand. Aus diesem Grund bestand der erste Teil dieser Diplomarbeit in der Instandsetzung und Wiederinbetriebnahme der Anlage. Hierzu kaufte das Institut weiteres, gebrauchtes Zubehör, welches in Zusammenarbeit mit Dr. Barnstedt installiert wurde. Besondere Herausforderungen stellte die Installation des Elektronenstrahlverdampfers dar, da weder Hochspannungsversorgung noch eine Betriebsanleitung und Schaltpläne für das Gerät vorhanden waren. Diese wurden in Handarbeit erstellt, um eine sichere Integration der neuen Teile in die bestehende Struktur zu gewährleisten (siehe Dokumentation im Anhang). Im folgenden eine Beschreibung der wichtigsten Bauteile, ihrer Funktionsweise und Leistungsparametern.

2.1. Vakuumkammer und Pumpen

Wie in Abschnitt 1.4 ausgeführt, benötigt man zur Herstellung von dünnen Schichten kontrollierte Prozessbedingungen und eine Vakuumumgebung mit niederen Drücken. Dies lässt sich nur mit gut abgedichteten Kammern und leistungsfähigen Pumpen erreichen.

2.1.1. Schematischer Aufbau

Eine Beschichtungskammer besteht aus der Hauptkammer, in der die Verdampfungen durchgeführt werden, sowie einem abgeblendeten Bereich, in dem sich die Vakuumpumpen befinden. Diese Trennung soll verhindern, dass verdampftes Material direkt in die Pumpen gelangt und diese beschädigt. Die Kammer selbst besteht aus fest verschweißtem Material, mit möglichst wenig Durchführungen, da jede Dichtung eine Schwachstelle ist, über die Gasmoleküle in die Kammer gelangen können. Ihre Form hängt von den Erfordernissen ab. Hauptsächlich unterscheidet man zwischen Kammern mit Fronttüren, Kammern mit hebbaren Deckeln, sowie Kammersysteme, welche ein fließendes Einbringen des Substrats ermöglichen. Die erste Kammerart ist am meisten verbreitet und wird für jede Art von Bedampfung verwendet, welche genau kontrollierte Prozessbedingungen und niedere Drücke benötigen, zum Beispiel bei der Herstellung von Präzessionsspiegeln oder Antireflexionsbeschichtungen. Die zweite Kammerart wird hauptsächlich für die Bedampfung sehr großer Substrate wie Teleskopspiegeln verwendet, wobei in diesem Fall die Spiegel liegen und von oben bedampft werden. Diese Systeme sind meist Spezialanfertigungen für einzelne Spiegel. Die sogenannten Floating-Chamber-Systeme werden vor allem in der großindustriellen Herstellung von Spiegeln und Beschichtung

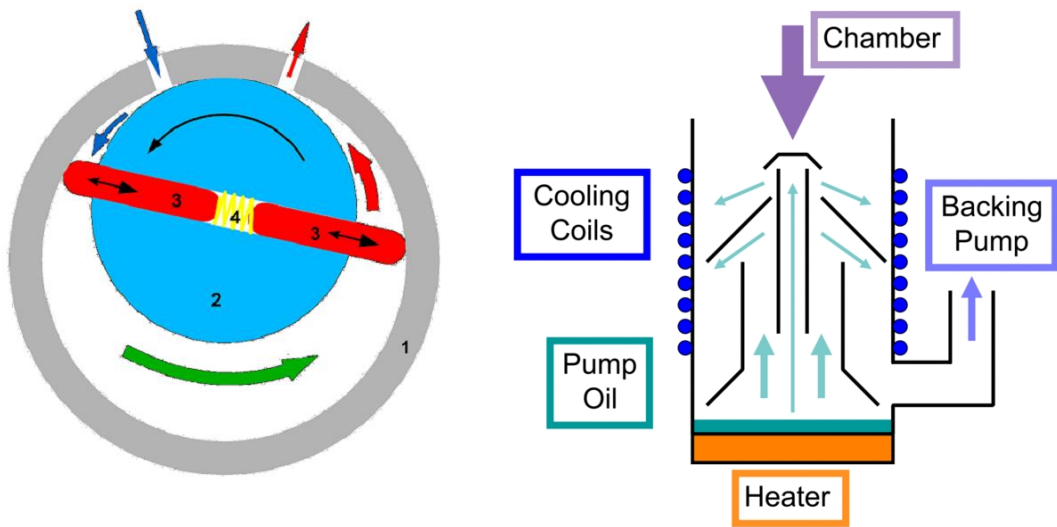


Abbildung 2.1.: Links: Funktionsprinzip einer Drehschieberpumpe. Rechts: Schematische Darstellung einer Diffusionspumpe.

von Metallbändern verwendet, da hier die Anforderungen an das Vakuum deutlich geringer sind, sodass man durch geschickte Reihenschaltung verschiedener Vakuumbereiche, die Substrate von außen durch die Bedampfungskammer schleusen kann, ohne die Kammer jeweils neu zu öffnen. Abhängig von den Anforderungen an das Vakuum gibt es verschiedene Dichtungssysteme. Im Hochvakuum arbeitet man mit Spezialdichtungen, für Ultrahochvakuum benutzt man Metalldichtungen welche einmalig zusammengepresst werden, bzw. versucht diese ganz zu vermeiden. Zuletzt benutzt man ein Pumpsystem, das je nach Anforderungen aus mehreren Komponenten für einzelne Druckbereiche zusammengesetzt ist. Meist benötigt man Verdrängerpumpen (z.B. Drehschieberpumpe oder Membranpumpen) für den Niederdruckbereich bis 10^{-2} mbar, dann Strahlpumpen (z.B. Öldiffusionspumpen) und deren Weiterentwicklung, die Turbomolekularpumpen für Hochvakuum bis ca. 10^{-9} mbar und schließlich nichtmechanische Sorptionspumpen für Ultrahochvakuumanwendungen (z.B. Ionengeretterpumpe, Titansublimationspumpe und Kältefallen) bis 10^{-13} mbar. Die kleinsten im Labor erreichbaren Drücken werden durch Wasserstoff beschränkt, welcher durch keine bekannte Methode evakuiert oder gebunden werden kann und eine universelle Kontamination aller technischen Anlagen bewirkt.

2.1.2. Funktionsprinzip

Grundsätzlich muss eine Vakuumpumpe Gasmoleküle gegen den Atmosphärendruck aus dem zu evakuierenden Bereich schaffen ohne dass diese wieder zurückkehren können. Die einfachste und älteste Methode ist die Drehschieberpumpe (siehe Abbildung 2.1. Sie besteht aus einem äußeren Zylinder, dem Stator, und einem axial versetzten Rotor, auf dem der Drehschieber sitzt. Der Rotor ist in festem Kontakt mit dem Stator, sodass Vakuumbereich und Atmosphärenbereich durch den Drehschieber getrennt sind. Durch

die Drehbewegung verdichtet sich das Gas in dem kleiner werdenden Bereich von dem Auslassventil und das Gas wird hinaus befördert. Mit Hilfe dieser einfachen Anordnung sind Drücke bis zu 10^{-2} mbar erreichbar. Anzumerken ist, dass bei Reihenschaltung der erreichbare Enddruck leicht verbessert wird, da wieder einströmendes Gas durch mehrere Pumpen muss. Gleichzeitig erhöht sich die Pumpleistung. Sobald der Druck soweit gesunken ist, dass die mittlere freie Weglänge der Gasmolekül größer wird wie die Abmessungen der Vakuumkammer, dominieren die Stöße mit der Wand und man hat keinen mit Gas gefüllten Raum im klassischen Sinn mehr, aus dem man abpumpen kann. Man muss viel mehr darauf warten, dass die Gasmoleküle in die Ansaugöffnung der Pumpe gestoßen werden und ihnen dann einen Impuls aus der Kammer hinaus geben. Dieses Verfahren wurde 1916 das erste Mal von W.M.P. Gaede in seiner Öldiffusionspumpe (siehe Abbildung 2.1) realisiert. Hier wird am Boden ein Treibmittel, meist Öl, verdampft, welches dann unter Druck in ein Düsensystem gelangt. Dieses Düsensystem leitet den Dampf nach unten gegen gekühlte Wände, wo es kondensiert bzw. zu einer Drehschieberpumpe gelangt, welches den Dampf nach draußen befördert. Gasmoleküle welche von Kammer kommend in diesen Dampfstrahl geraten werden mitgerissen und ebenfalls nach draußen gepumpt. Diese Pumpen sind frei von beweglichen Teilen und daher sehr robust. Ihr Nachteil liegt in der Verwendung von Treibmitteln, welche nicht in die Vakuumkammer geraten dürfen, so dass man Prallplatten anbringen muss, welche die Gasmoleküle ablenken und an einem Flug in die Kammer hindern. Das minimale Druck, welcher durch eine Öldiffusionspumpe erreicht werden kann, wird durch das Treibmittel begrenzt, welches bei sinkenden Drücken immer mehr ausgast, sodass am Ende die Verunreinigung, welche die Pumpe produziert sich im Gleichgewicht befindet mit der Pumpleistung. Der der minimal erreichbare Druck beträgt im Idealfall $5 \cdot 10^{-9}$ mbar.

Die dritte Gruppe von Vakuumpumpen, die Sorptionspumpen nutzen die Physisorption aus, bei der sich Gasmoleküle an unbedeckten Flächen anlagern. Die Ionengetterpumpe beschleunigt diesen Prozess, indem sie die Restatome durch Elektronenbeschuss ionisiert und mit Hilfe elektrischer Felder auf eine reaktive Oberfläche beschleunigen wo diese dann gebunden werden. Als Gettermaterial benutzt man zum Beispiel Titan, welches sehr reaktiv ist. Alternativ werden die Moleküle so stark beschleunigt, dass sie als Ionen implantiert werden. Im Gegensatz zu den anderen Pumpvorgängen wird das Gas nicht aus der Kammer geführt, sondern innerhalb der Kammer gebunden, daher benötigen diese Mechanismen schon zu Beginn ein Hochvakuum. Als letzte Steigerung kann man mit Hilfe von Kältefällen auch die letzten Gasmoleküle in einem kleinen Bereich fangen und damit Drücke im Bereich von $10^{-12} - 10^{-13}$ mbar erreichen.

2.1.3. Verwendete Bedampfungsanlage

Die verwendete Vakuumanlage Typ BA k 550 der Firma Balzers Baujahr 1969 bietet in der Hauptkammer mit den Innenmaßen 530mmx530mmx650mm ein Volumen von 320l. Der Pumpstand ist durch eine Blende von der Hauptkammer geschützt und mit einem Plattenventil verschließbar. Die Hauptkammer ist mit einer Fronttür maximaler Größe versehen, bietet 21 genormte 32,5mm Bohrungen auf der Bodenplatte, vier an der Seite sowie eine zentrale Durchführung an der Oberseite für einen Messkopf und einer

drehbaren Substrathalterung. Hier wäre weiterhin die Inbetriebnahme einer Kryopumpe möglich, welche aber bisher nicht Instand gesetzt wurde. Weiterhin verfügt sie über zwei Pirani-Messzellen, sowie einem Wasserkreislauf zur Kühlung bzw. zum Ausheizen¹ der Anlage. Die Kühlung sowie das Belüften werden mit dem Pumpstand-Steuergerät BSP 102 von Balzers gesteuert, dessen Funktionen aber nur noch zum Teil in Gebrauch sind. Weiterhin verfügt die Anlage zentral an der Oberseite über einen Drehteller mit Substrathalterungen für 5x5cm Diaglaser. An der Rückwand befindet sich eine Spiegelhalterung für einen 20x25 cm Spiegel, um den Innenraum indirekt durch das Bullauge in der Tür sehen zu können. Weiterhin verfügt die Anlage über ein Gaseinlassventil mit einer externen Stickstoffflasche zur kontrollierten Belüftung der Kammer bei gleichzeitig minimierter Kontamination durch die Atmosphäre.

Zur Herstellung des erforderlichen Vakuums verfügt die Anlage über drei parallel geschaltete Membranpumpen der Firma Vakuubrand, Typ MD4, mit einer Pumpleistung von $3,3 \text{ m}^3/\text{h}$ und einem minimalen Druck von 2 mbar zur Herstellung eines Vorvakuums, sowie einer Turbomolekularpumpe Typ THM 1000 der Firma Balzer mit einer Nenndrehzahl von 660Hz und einem Saugvermögen für Stickstoff von 800 l/s. In Kombination mit der Kammer wird so, nach ca. 90 Minuten, ein Druck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar erreicht. In einer hochreinen Anlage und langen Pumpzeiten können so Drücke unter $1 \cdot 10^{-6}$ mbar erreicht werden.

2.2. Hochstromverdampfer

2.2.1. Schematischer Aufbau

Der Hochstromverdampfer bietet die einfachste Methode zur Verdampfung verschiedenster Materialien. Er besteht aus einer Hochstromversorgung, einem Verdampferschiffchen, welches sehr hohe Temperaturen aushält, sowie meist einer Blende, welche direkt über der Verdampferquelle platziert ist und bei gewünschter Schichtdicke das Schiffchen abdeckt und den Bedampfungsprozess beendet. Die Verdampfung erfolgt nach dem Prinzip der thermischen Verdampfung, welche im Abschnitt 1.4 erläutert wird. Die thermischen Grenzen der Anlage werden durch die Verdampferschiffchen definiert. Hier benutzt man üblicherweise Wolfram, welches bei circa 3400 Grad Celsius schmilzt oder Tantal, das bei circa 3300 Grad Celsius schmilzt. Zudem verunreinigen beide Elemente das Verdampfungsgut nur geringfügig, solange sie nicht an ihren Schmelzpunkt geführt werden.

2.2.2. Unser Modell

Die Anlage bietet Steuerungseinrichtungen und Stromversorgung für bis zu vier unabhängige Verdampferquellen, von der aber nur eine in Betrieb ist. Die Steuerung erfolgt über die Balzers Steuerungsanlage, welche zugleich auch die Glimmeinrichtung und den Drehteller, an dem die Substrate montiert sind, kontrolliert. Der maximale Heizstrom

¹Durch das Ausheizen der Anlage kann man verhindern, dass beim Öffnen der Kammertür zuviel Wasserdampf innerhalb der Kammer kondensiert.

beträgt 10A, der Betrieb erfolgt üblicherweise im Bereich zwischen 2-3A. Weiterhin steht eine Blende zu Verfügung, welche direkt über der Verdampferquelle montiert ist und diese auf Wunsch verdecken kann. Diese kann entweder manuell betätigt werden oder durch das Schichtdickenkontrollgerät gesteuert werden.

2.3. ESV-6

2.3.1. Schematischer Aufbau

Ein Elektronenstrahlverdampfer besteht aus einer Glühwendel, welche durch thermische Emission die benötigten Elektronen erzeugt. Diese werden mit Hilfe der Hochspannung, welche ein Potential zwischen Verdampfungstiegel und der Glühwendel erzeugt, beschleunigt und von der Glühwendel weggezogen. Um zu verhindern, dass verdampftes Material auf die Glühwendel niederschlägt und diese beschädigt, platziert man diese leicht unterhalb des Tiegels. Mit Hilfe von Magneten lenkt und fokussiert man nun den Elektronenstrahl auf den Tiegel. Der Verdampfungsprozess wird in Abschnitt 1.4 erläutert.

2.3.2. Unsere Anlage

Der nachträglich eingebaute Elektronenstrahlverdampfer der Firma Leybold, Modell ESV-6, besteht aus mehreren Komponenten. Die Steuerung läuft zentral über die Steuerungseinheit und auch wenn Tiegelmotor und Magnetablenkung eine eigene Kontrolle haben, wird diese von der Steuerungseinheit mit Strom versorgt. Die Steuerungseinheit kontrolliert ebenfalls die Hochspannungsversorgung, welche neben der Hochspannung auch den Heizstrom liefert. Die Steuerungseinheit ist mit einem Vakuumwächter, einem Wasserwächter und einer Türkontrolle verbunden, sodass erst bei Erfüllungen eines minimalen Drucks und funktionierender Kühlung die Hochspannung eingeschaltet werden kann. Innerhalb der Anlage befindet sich der zentrale Block bestehend aus wassergekühltem, drehbarem Vierfach-Tiegel, Ablenkmagneten und Glühwendel. Der für die Fokussierung und 180° Drehung zuständige Magnet ist fest mit der Steuerungseinheit verbunden, während der zweite Magnet für die Tangentialablenkung über ein externes Gerät gesteuert wird. Die entsprechenden Steuerspannungen werden über die linke Seite der Kammer eingeführt. Eine weitere Durchführung versorgt den Kupfertiegel mit Kühlwasser. Über die zwei Hochspannungsdurchführungen fließt ebenfalls der Heizstrom für die Glühwendel, welcher maximal 200 mA beträgt. Der letzte Teil innerhalb der Kammer besteht aus der Durchführung der Antriebswelle des Motors zur Drehung des Tiegels. Die genaue Funktionsbeschreibung sowie entsprechende Schaltpläne finden sich in Hermanutz (2010).

2.4. Schwing-Quarz-Schichtdicken-Messgerät

Zur Messung der Schichtdicke nutzt man den physikalischen Effekt, dass die Resonanzfrequenz eines Kristalls kritisch von seinem Gewicht abhängt und entsprechend sensibel

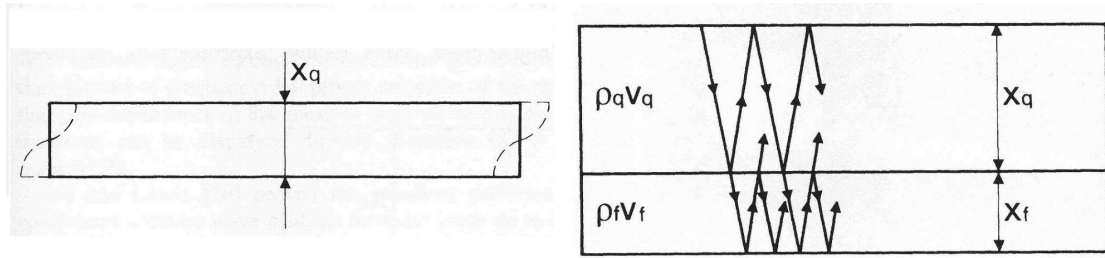


Abbildung 2.2.: Links: Oszillation eines Quarzkristalls in Scherschwingungsmode. Rechts: Darstellung des Verbundresonatormodells. Quelle: Pulker (1999)

auf eine Gewichtsänderung reagiert. Kennt man nun die Oberfläche des Schwingquarzes und die Dichte des aufgedampften Materials² kann man die Schichtdicke berechnen.

2.4.1. Funktionsprinzip

Bevor man Schwingquarze als Waagen herangezogen hat, hat die Industrie umgekehrt schon länger mit Hilfe von Edelmetallen, welche auf die Quarze aufgedampft wurden, deren Frequenz feinjustiert. Als Erstes wählte Sauerbrey (1959) den umgekehrten Weg um durch die Veränderung der Frequenz das zusätzliche Gewicht zu messen. Dazu verwendeten er einen Oszillatorkristall welcher als Dickenschwinger (thickness shear mode) schwingt, das heißt sich entsprechend der Abbildung 2.2 bewegt. Für den Fall eines unendlich ausgedehnten Kristalls kann man folgende Relation zwischen Quarzdicke x_q , der Wellenlänge der Transversalwelle λ , der Phasengeschwindigkeit v_q der Welle und der Oszillationsfrequenz $\nu_q = \tau_q^{-1}$ angeben:

$$x_q = \frac{1}{2}\lambda = \frac{1}{2} \left(\frac{v_q}{\nu_q} \right) = \frac{1}{2} v_q \tau_q \quad (2.1)$$

Führt man weiterhin eine Flächendichte m_q des Quarzes ein, sodass gilt $m_q = \rho_q \cdot x_q$ mit ρ_q der Dichte des Quarzkristalls, kann man folgende Relation zwischen Änderung der Frequenz und Änderung der Quarzmasse angeben:

$$\frac{d\nu_q}{\nu_q} = - \frac{dm_q}{m_q} \quad (2.2)$$

Als erste Näherung für den Zusammenhang zwischen Massenänderung und Frequenzänderung folgt, unter der Voraussetzung, dass eine kleine zusätzliche Masse sich genauso verhält, als wäre sie Teil des Quarz und hätte keine anderen Materialeigenschaften:

$$\frac{\delta\nu}{\nu} = - \frac{m_f}{m_q} \quad (2.3)$$

²Diese augenscheinlich einfache Angabe der Dichte birgt in Realität leider eine der größten Fehlerquellen der Messmethode, da die Dichte des Materials in dünnen Schichten von wenigen hundert Nanometer nicht den selben Gesetzmäßigkeiten eines Festkörpers folgt. Da eine genaue Angabe der Dichte aber nicht ohne weiteres möglich ist, wird die Festkörperdichte zu Grunde gelegt

wobei m_f die Flächendichte des Fremdmaterials ist und m_q wieder die Flächendichte des Quarzkristalls. Diese Näherung lässt aber außer acht, dass keine unendlich ausgedehnten Kristalle existieren und dass die elastischen Eigenschaften des Fremdmaterials drastisch von dem des Kristalls abweichen können und damit entsprechend korrigiert werden müssen. Zudem ist sie mathematisch nicht konsistent hergeleitet, aber trotz allem ist sie für kleine Massenänderung bis zu 2% der Quarzmasse zuverlässig.

Einen besseren Ansatz wählten Miller u. Bolef (1968), welche das System aus Quarzmaterial und Fremdmaterial als Verbundresonator betrachteten und eine Wellenanalyse durchführten. Basierend auf Abbildung 2.2 nahmen sie eine gedämpfte ebene Welle an, welche in das Fremdmaterial eindringt. Das führte zu einer Beziehung zwischen der gemeinsamen Resonanzfrequenz ν , der Wellengeschwindigkeit in transversale Richtung des Fremdmaterials v_f und des Quarzkristalls v_q , sowie den Resonanzfrequenzen des Fremdmaterials $\nu_f = v_f \cdot x_f$ und des Quarzes ν_q und den jeweiligen Dichten ρ_q und ρ_f .

$$\tan \frac{\pi\nu}{\nu_q} = -\frac{\rho_f v_f}{\rho_q v_q} \tan \frac{\pi\nu}{\nu_f} \quad (2.4)$$

Man sieht deutlich, dass die Resonanzfrequenz des Verbunds vom Verhältnis der Transversalwellenimpedanzen $\frac{\rho_f v_f}{\rho_q v_q}$ von Fremdmaterial und Quarzkristall abhängt. Dieses Verhältnis der Impedanzen $Z=Z_q/Z_f$ ist ausschlaggebend für die Stabilität des Kristalls und der Qualität der Messergebnisse. Trotzdem ist diese Gleichung bis zu einem Massenverhältnis zwischen Fremdmaterial und Kristall von 15% gültig. Weiterhin kann man zeigen, dass die Gleichung von Sauerbrey 2.3 eine Näherung für kleine Werte der Wellenanalyse von Miller und Bolef ist.

In der Praxis hat man die Wahl zwischen der Messung der Frequenz oder der Periode. Behrndt (1971) zeigte, dass man bei der Messung der Periode eine lineare Beziehung zwischen Anstieg und Massenänderung erhält

$$\delta\tau = \frac{2\rho_f}{v_q\rho_q} \quad (2.5)$$

welche anfänglich leichter zu messen war, als eine Frequenzänderung. Heutzutage gibt es beide Methoden, da bei einem 5 Mhz Kristall eine Änderung von 1 Hz festgestellt werden kann, was einer theoretischen Massenauflösung von $10^{-8} \frac{g}{cm^2}$ entspricht. Mit der Einführung einer Frequenzkonstanten $N = \nu_q x_q$ in Gleichung 2.3 erhält man

$$\delta\nu \approx -\frac{\nu_q^2}{N\rho_q} \delta m_f \approx -C_f \delta m_f \quad (2.6)$$

wobei der Faktor C_f die Massensensitivität des Quarzkristalls angibt. Um zu berücksichtigen, dass mehr aufgedampfte Masse die Sensitivität des Kristalls senkt, ersetzte K. Behrndt in C_f nun ν_q durch ν_c , was der Resonanzfrequenz inklusive aufgedampfter Masse entspricht. Nimmt man eine um 3% verschobene Startfrequenz, auf Grund schon vorhandenen Materials auf dem Kristall an, unterscheidet sich die Sensitivität von C_f und $C_{f'}$ um 9%, was zu entsprechend ungenaueren Ergebnissen führt.

Zuletzt kann man auch leicht die Änderungsrate darstellen, indem man die massenabhängige Frequenzänderung nach der Zeit ableitet.

Abschließend ist anzumerken, dass eine Schichtdickenbestimmung mit Hilfe eines Quarzkristalls ausgesprochen präzise Ergebnisse liefert, solange die geometrische Anordnung nicht geändert wird und man für jeden Punkt an der Kammer mit einer unabhängigen Methode, zum Beispiel mit Hilfe eines Vielstrahlinterferenzmikroskops (siehe Kapitel 3), eine Eichmessung durchführt. Ein Problem ergibt sich aber bei der Bedampfung mit verschiedenen Materialien auf dem selbem Messkopf, da das in Abbildung 2.2 gezeigte Modell des Zweikomponentenresonator nicht mehr gilt, sondern durch ein Vielschichtsystem ersetzt wird, welches nicht allgemein behandelt werden kann. Man kann in diesem Fall nur noch mit Näherungen arbeiten und den Z-Wert mitteln, was aber erwartungsgemäß nur bedingt geeignet ist, verlässliche Daten zu produzieren.

2.4.2. Das INFICON IC6000

Die verwendete Steuereinheit INFICON IC6000 der Leybold-Heraeus GmbH ist ein Steuer- und Ratenkontrollgerät und ist theoretisch in der Lage, neben der einfachen Anzeige der Rate und der aktuellen Schichtdicke, eine Anlage zu steuern und auch komplexe Designs aus mehreren Schichten selbstständig aufzudampfen. Da dieses Gerät aber nachträglich eingebaut wurde und nicht mit der Steuerung des Elektronenstrahlverdampfers noch mit dem Hochstromverdampfer kompatibel ist, beschränkt sich seine Aufgabe in der Anzeige der Schichtdicke sowie der Steuerung des Shutters des Hochstromverdampfers, welcher bei einer Sollschichtdicke von der Steuerungseinheit geschlossen wird und damit nach circa einer Viertel Sekunde die Verdampfung beendet. Die Anlage verwendet einen Messkopf welcher zentral auf Höhe der Substrathalterung in der Bedampfungskammer eingebaut ist, . Das Gerät verwendet Gold beschichtete D-Anker-Quarzkristalle mit 5,46 MHz der Firma PROVAC, welche leicht innerhalb der Kammer getauscht werden können. Die geometrische Eichung erfolgte mit Hilfe des Vielstrahlinterferenzmikroskops.

2.5. Glimmeinrichtung

2.5.1. Schematischer Aufbau

Zur Reinigung und Erhitzung des Substrats benutzt man eine elektrische Glimmeinrichtung. Diese besteht aus einer Glimmelektrode, welche im Inneren der Bedampfungskammer sitzt, sowie der dazugehörigen Gleichstrom-Hochspannungsversorgung. Die Kammerwände sind geerdet und fungieren als Kathode, sodass bei entsprechendem Druck, welcher mit Hilfe eines Gaseinlassventils reguliert wird, eine Gasentladung stattfindet und Elektronen und Ionen auf die Wand beschleunigt werden.

2.5.2. Funktionsweise

Um mit Hilfe einer Glimmentladung das Substrat zu reinigen, evakuiert man zuerst die Kammer auf Hochvakuum um sie danach mit einem kontrollierten Gasgemisch zu fluten. Wie in Abbildung 2.3 dargestellt, gibt es verschiedene Abschnitte zwischen Anode

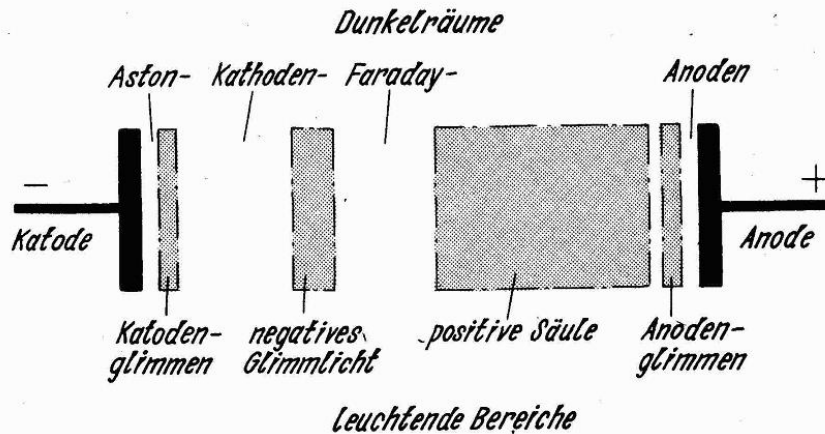


Abbildung 2.3.: Charakteristische Bereiche einer Glimmentladung. Quelle Schiller u. Heisig (1976)

und Kathode. Nach Anlegen der Gleichspannung werden Elektronen innerhalb des Dunkelraums beschleunigt und ionisieren auf ihrem Weg Richtung Anode das Restgas. Bei Kollision dieser Ionen mit der Kathode werden Sekundärelektronen ausgelöst, welche auf ihrem Weg zur Kammerwand erneut Ionen produzieren. Werden ausreichend Sekundärelektronen erzeugt um einen selbsterhaltenden Kreislauf in Gang zu setzen, beginnt das Gasgemisch zu leuchten. Dieser Prozess wird nur innerhalb eines Druckbereichs, welches von der Entfernung von Kathode und Anode abhängt, in Gang gesetzt. Ist der Druck zu hoch, treffen zu wenig Ionen mit ausreichender Energie auf die Kathode, ist der Druck zu niedrig, werden auf Grund der höheren mittleren freien Weglänge der Elektronen, zu wenig Ionen produziert. Durch sorgfältige Wahl der Spannung kann man die Verteilung von Elektronen und Ionen abhängig von der Entfernung zur Kathode kontrollieren. Möchte man eine Reinigung nur durch Elektronen erzielen, dann wählt man das Substrat als Anode, insofern es leitend ist, oder platziert es ans Ende des Dunkelraums. Möchte man das Substrat mit Hilfe der Ionenzerstäubung reinigen, macht man das Substrat zur Kathode beziehungsweise platziert es zwischen Kathode und Anode, sodass die produzierten Ionen auf das Substrat treffen. Möchte man das Substrat mit Ionen und Elektronen beschließen, platziert man es am Ende der positiven Säule. Hier herrscht ein Plasma mit geringem Potentialgradienten, welche aus der Drift der Elektronen zur Anode entsteht. Im Plasma ist die Dichte von Elektronen und Ionen gleich groß und ihre Energien folgen einer Maxwellverteilung. Die auftreffenden Elektronen laden das Substrat negativ auf, sodass sich ein kompensierender Ionenstrom einstellt. Die hier auftretenden Energien sind im Vergleich zu der jeweils einzelnen Reinigung deutlich geringer, was man durch längere Beglimmdauer kompensieren kann. Der Vorteil liegt in der geringeren Schädigung des Substrats bei optimaler Reinigung. Über den Reinigungsprozess an sich kann man

kaum allgemeine Aussagen treffen, da er vom verwendeten Gasgemisch³, dem Druckbereich, der Ladungsdichte der Kathode⁴, der Betriebsspannung, der Geräteanordnung und damit Kammergeometrie, der Reinigungszeit sowie dem Substrat selbst abhängt. Um gleichbleibende Ergebnisse zu erhalten, muss man sorgsam darauf achten, dass diese Parameter konstant gehalten werden.

2.5.3. Die verwendete Glimmeinrichtung

Die verwendete Bedampfungsanlage verfügt über eine Standard Glimmeinrichtung von Balzers, welche mit dem Glimm- und Verdampfungssteuergerät BSV 602 gesteuert wird. Die Hochspannung ist werksseitig fest eingestellt und wird nur indirekt über den Glimmstrom reguliert. Für den kontrollierten Gaseinlass verfügt die Anlage über ein elektrisches Gasdrucknadelventil. Die Steuerung erfolgt manuell, da die automatische Glimmstromkontrolle auf Grund baulicher Veränderungen nicht mehr verfügbar ist.

³Das Gasgemisch hängt vom zuvor erreichten Vakuum und damit Reinheitsgrad der Kammer ab, sowie dem verwendeten Gas, welches in die Kammer eingeführt wird, sowie eventuellen Rückständen in den Zuleitungen

⁴Diese kann sich durch ungewollte Rückstände, welche sich während einer Bedampfung auf dem Aluminiumrohr absetzen, verändern

3. Vielstrahlinterferenz-Mikroskop

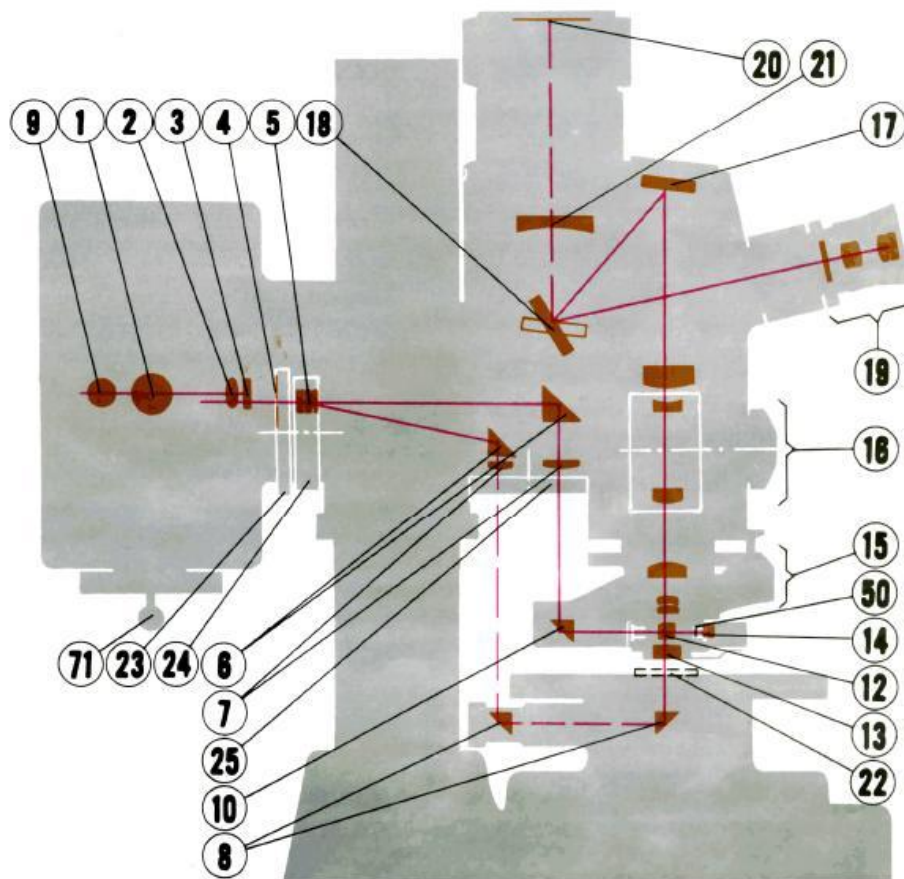
3.1. Das Multimi M3000D

Das Institutseigene Vielstrahlinterferenzmikroskop, Modell Multimi 3000D von der Firma C.E. Johansson, Baujahr 1963, wurde im Rahmen dieser Arbeit wieder in Betrieb genommen. Neben gründlicher Reinigung und Wartung wurden die Lampen und die Stromversorgung ersetzt. Weiterhin stellte sich heraus, dass spezielle Interferenzgläser, welche für die Arbeit mit dem Mikroskop unabdingbar sind, auf Grund ihres Alters nicht mehr verwendungsfähig waren. Diese Interferenzgläser, plane Gläser mit 12mm Durchmesser, müssen dergestalt beschichtet sein, dass sie einen hohen Reflexionskoeffizienten und gleichzeitig einen niedrigen Absorptionskoeffizienten haben. Da der Hersteller nicht mehr existiert, konnten diese Gläser nicht mehr gekauft werden, sondern mussten von mir selbst hergestellt werden. Dies stellte mich insofern vor ein Problem, als dass ich zur Eichung des Schwingquarz-Schichtdicken-Messgeräts das Mikroskop und zur Herstellung der Gläser mit sehr genau definierter Schichtdicke wiederum ein geeichtes Schichtdickenmessgerät benötigte. Dieses Problem habe ich dann schrittweise experimentell gelöst.

3.2. Aufbau

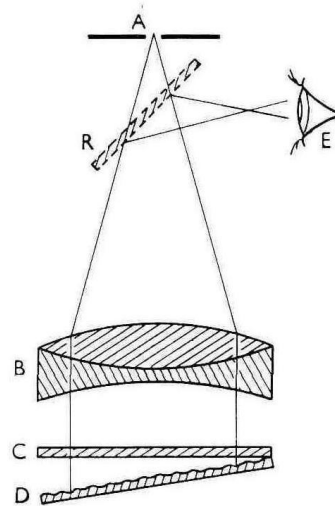
Das verwendete Mikroskop kann im Zweistrahlverfahren und im Vielstrahlinterferenzverfahren betrieben werden - für uns ist aber nur das Vielstrahlinterferenzverfahren von Interesse, da dieses deutlich bessere Ergebnisse liefert.

In Abbildung 3.1 sieht man bei Nummer 1 die Quecksilberlampe, welche grünes Licht bei 546nm emittiert, sowie die dazugehörige Fokussierungs- und Filteroptiken, gekennzeichnet mit Nummer 2-4. Das Filterrad bei Nummer 5 dient dem Umschalten zwischen Transmissions-Interferometrie und Reflexions-Interferometrie, sodass entweder Strahlengang 6 für die Transmissions- bzw. Strahlengang 7 für die Reflexions-Interferometrie benutzt wird (Details dazu siehe Absatz Interferenzmuster und ihre Interpretation auf Seite 67). Nummer 12 ist ein Prisma, welches das Licht, durch das plane Interferenzglas (Nummer 13) nach unten auf die Probe (Nummer 22) leitet. Zwischen dem Interferenzglas und der reflektierenden Probe interferiert das Licht und wird nach oben durch die vergrößernde Optik (Nummer 16) entweder in eine Kamera (Nummer 20) oder in ein Okular (Nummer 19) geleitet wird. Zudem kann man mit dem Mikroskop auch im Zweistrahlverfahren mit einer normalen Lampe arbeiten, wobei dieses Verfahren nicht verwendet wurde.



Quelle: Bedienungsanleitung CEJ Multimi 3000D

Abbildung 3.1.: Schematische Darstellung eines Tolansky-Mikroskops aus Bedienungsanleitung



Quelle: Surface Microtopography, S.Tolansky

Abbildung 3.2.: Schematische Darstellung des Zweistrahilverfahren. Quelle: Tolansky (1960)

3.3. Funktionsweise¹

Die Grundidee bei der Messung der Schichtdicke bzw. des Tiefenprofils einer Oberfläche mit Hilfe des Vielstrahlinterferenzverfahrens basiert auf der Tatsache, dass das von der Oberfläche der Probe reflektierte Licht, abhängig von der Höhe der Probe, einen Gangunterschied zu benachbarten Lichtpunkten hat und sich dadurch Interferenzen ergeben, welche die Struktur der Probe optisch darstellen. Optimalerweise lässt sich damit eine Auflösung von 4 nm^2 erreichen, welche in diesem Fall nur noch vom Elektronenrastermikroskop übertroffen wird, welches aber schwerer zu handhaben ist. Der Nachteil ist, dass die Proben vor der Vermessung mit einer hoch reflektierenden Schicht, z.B. 100 nm Silber, welche circa 95% Reflektivität garantiert, versehen werden müssen, sodass die zu vermessenden Proben zerstört werden.

Die Grundlagen der Vielstrahlinterferenzmikroskopie wurden zuerst von Tolansky (1943) publiziert und bilden die Grundlage für alle weiteren Entwicklungen, daher spricht man manchmal auch von Tolansky-Mikroskopen. Seine Arbeiten basieren auf der Arbeit von G. Airy, welcher 1831, eine Formel für die Interferenz unendlich vieler Strahlen zwischen zwei parallelen Platten veröffentlichte sowie dem Fabry-Perot-Interferometer (1897).

3.3.1. Zweistrahlinterferenzmikroskopie

Im Jahr 1862 stellte Fizeau sein Zweistrahlinterferenzsystem vor und 1883 zeigte Laurent, dass man mit Hilfe dieses Systems das Höhenprofil einer flachen Probe darstellen kann. In diesem einfachen System (siehe Abbildung 3.2), wird an Stelle A eine Quecksilberlampe, mit entsprechendem Filter für die $\lambda = 546\text{nm}$ -Linie, im Fokus der Linse B platziert, sodass die auf die plane Referenzplatte C auftreffenden Lichtstrahlen parallel sind. Unterhalb von C befindet sich die zu untersuchende Probe, welche unter einem kleinen Winkel verkippt, platziert wird, sodass sich ein Luftkeil der Dicke t mit Brechungsindex n dazwischen befindet. Für die unter dem Winkel θ auftreffenden Strahlen entsteht zwischen den planen Flächen C und D ein Muster destruktiver Interferenz, fortlaufender Ordnung k für die Keildicken welche die Bedingung

$$k \cdot \lambda = 2 \cdot n \cdot t \cdot \cos \theta \quad (3.1)$$

erfüllen.

Dieses Interferenzmuster besteht aus parallelen Linien, welche für die verschiedenen Ordnungen n entstehen und Linien gleicher Keildicke genannt werden. Die destruktive Interferenz ergibt sich aus der Phasendifferenz π auf Grund der zwei Reflexionen innerhalb des Systems. Für kleine Winkel $\cos \theta \approx 1$ und Brechungsindex $n \approx 1$ ergibt sich daraus ein Linienmuster, sodass der Abstand zwischen zwei Linien einer Vergrößerung des Luftkeils um genau $\lambda/2$ entspricht. Ist die Probe nun nicht plan, sondern besitzt ein Höhenprofil, so wird dieses perfekt durch die Interferenz abgebildet. Zuletzt wird das Interferenzmuster, welches zwischen C und D entsteht, zu einem halbdurchlässigen Spiegel R zurück reflektiert, welcher das Licht auf eine Kamera/Auge an Stelle E wirft.

Die Nachteile der Zweistrahlinterferenzmikroskopie liegen in der Intensitätsverteilung, welche einem \cos^2 -Gesetz folgt, sodass helle und dunkle Zonen gleich groß sind - dies reduziert die Genauigkeit der Beobachtungen erheblich. Dieses Problem wird in der Vielstrahlinterferenzmikroskopie dadurch gelöst, dass man Bedingungen schafft, welche die Anwendung der Airy Formel erlauben.

3.3.2. Vielstrahlinterferenz mit Hilfe der Airy Formel (ohne Absorption)

Wir betrachten zuerst den einfachen Fall zweier parallelen Platten (siehe Abbildung 3.3), welche mit einer reflektierenden Schicht versehen sind, getrennt durch eine Luftschicht der Dicke t , auf die ein Lichtstrahl unter dem Winkel θ fällt. Im Idealfall ohne Absorption und ignorieren der Phasendifferenz für das reflektierte Licht, wird beim Einfall auf die obere Platte ein gewisser Teil R direkt reflektiert und ein anderer Teil T transmittiert. Bei der zweiten Platte geschieht genau dasselbe, sodass im ersten Schritt der Anteil T^2 transmittiert wird und RT zurück zur ersten Platte reflektiert wird. Dies führt zur einer unendlichen Reihe, sodass sich die Reflexionswerte aufsummieren zu dem einfachen Produkt $R(1 + T^2(1 + R^2 + R^4 + \dots))$. Man kann nun entweder das reflektierte oder

¹Dieser Abschnitt basiert, solange nicht anders zitiert auf Tolansky (1960)

²Die Auflösung wird durch die Linienschärfe der beobachteten Interferenzmuster bestimmt

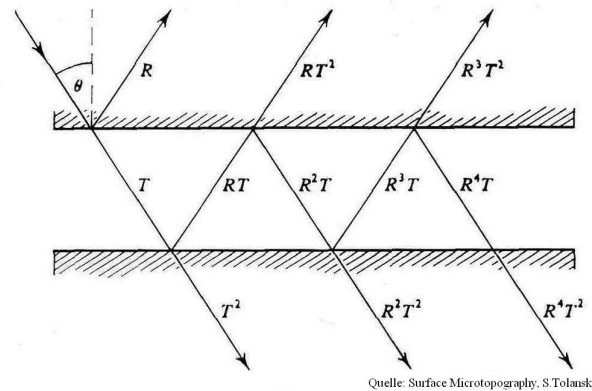


Abbildung 3.3.: Darstellung des Strahlengangs zwischen zwei parallelen Schichten. Quelle: Tolansky (1960)

das transmittierte Licht³ mit einer Linse sammeln, damit das Licht im Fokus interferiert. Hierbei entsteht wiederum dasselbe Muster, wie bei der Zweistrahlinterenzmikroskopie, einzig die Intensitätsverteilung des Streifenmusters wird verändert. Es gilt nun

$$I = \frac{T^2}{(1-R)^2} \cdot \frac{1}{1 + \frac{4R}{(1-R)^2} \cdot \sin^2\left(\frac{\delta}{2}\right)} \quad (3.2)$$

mit

$$\frac{\delta}{2} = \frac{2\pi t \cos \theta}{\lambda} \quad (3.3)$$

Für $\sin^2\left(\frac{\delta}{2}\right) = 0$ erhält man die maximale Intensität

$$I_{\max} = \frac{T^2}{(1-R)^2} \quad (3.4)$$

welche im Idealfall ohne Absorption und $R+T=1$ gerade der Intensität des einfallenden Lichts entspricht (welche von der Transmission durch das Interferenzglas bestimmt wird, da das Licht von oben durch dieses in das Interferenzsystem eingebracht wird. Daher arbeitet man mit sehr hellen Lichtquellen, in unserem Fall mit einer 125W Quecksilberlampe). Die Form des Interferenzmusters ist damit unabhängig vom Transmissionsgrad und wird nur von der Reflektivität bestimmt. Gleichzeitig weicht die Intensitätsverteilung für Werte von $R \geq 0,9$ von der für die Zweistrahlinterenzmikroskopie bekannten \cos^2 -Abhängigkeit ab und geht über in die sehr viel schärfere Vielstrahlinterferenzverteilung, welche von Fabry mit Hilfe eines Schärfe-Koeffizienten $F = \frac{4R}{(1-R)^2}$ beschrieben wird.

$$I = I_{\max} \cdot \frac{1}{1 + F \sin^2\left(\frac{\delta}{2}\right)} \quad (3.5)$$

³Normalerweise verwendet man das reflektierte Licht, da dies auch die Untersuchung von undurchsichtigen Proben erlaubt

Weiterhin kann man zeigen, dass die Halbwertsbreite W einer Intensitätspitze mit $W \approx \frac{1-R}{3R^{1/2}}$ genähert werden kann. Das heißt, je höher die Reflektivität, desto schärfer sind die sichtbaren Linien. Im Idealfall einer guten Silberbeschichtung kann man einen Wert von $R=0,95$ erreichen, was einer Linienschärfe von ca. $1/58$ einer Ordnung entspricht. Erhöht man die Reflektivität um einen weiteren Prozentpunkt auf $R=0,96$, dann verringert sich die Liniendicke auf ca. $1/74$ einer Ordnung. Es ist also von großem Interesse eine möglichst hohe Reflektivität zu erreichen. Weiterhin kann man mit $I_{\min} = \left(\frac{1-R}{1+R}\right)^2$ den Kontrast zwischen Minima und Maxima berechnen, welcher im Fall von $R=0,96$ einem Wert von $1:2401$ entspricht. Siehe hierzu auch die Abbildungen 3.9, welche ein typisches Interferenzmuster darstellen.

3.3.3. Vielstrahlinterferenz mit Hilfe der Airy Formel mit Absorption

Im realen Fall mit Absorption gilt die Relation $R+T=1$ nicht mehr und wird ersetzt durch $R+A+T=1$. Dies führt dazu, dass die Fabry-Formel für die Intensität so variiert wird, dass die maximale Intensität nun auch von der Absorption abhängig ist.

$$I_{\max, \text{abs.}} = \left(\frac{1}{1 + \frac{A}{T}} \right)^2 \quad (3.6)$$

Die Linienschärfe, welche durch den Schärfe-Koeffizienten charakterisiert wird, bleibt weiterhin unabhängig von der Absorption und hängt nur von der Reflektivität ab, sodass für die Intensitätsverteilung das Produkt

$$I = \left(\frac{1}{1 + \frac{A}{T}} \right)^2 \cdot \frac{1}{1 + F \sin^2 \left(\frac{\delta}{2} \right)} \quad (3.7)$$

gilt. Für Silber gilt, dass bei $R=0,95$ die Absorption circa $A=0,04$ beträgt, sodass der absorptionsbedingte Vorfaktor die Intensität auf $1/25$ der maximale Intensität⁴ reduziert, das gesamte Bild wird also sehr viel dunkler, was eine genaue Abbildung und Untersuchung erschwert. Um scharfe und zugleich kontrastreiche Bilder bei der Oberflächenuntersuchung zu erhalten muss man einerseits eine hohe Reflektivität und gleichzeitig eine niedere Absorption erreichen, was hohe Anforderungen an die Beschichtung des Interferenzglases stellt (siehe auch 3.4.1).

3.3.4. Interferenzmuster und ihre Interpretation

Wie schon angemerkt kann man entweder mit dem transmittierten Licht oder dem reflektierten Licht arbeiten, wobei man für die Oberflächenanalyse fast ausschließlich das reflektierte Licht benutzt, da auf diese Art auch große Objekte⁵ leicht untersucht werden können. Der einzige Unterschied zwischen den beiden Methoden spiegelt sich in ihren

⁴Die maximale Intensität wird vom Transmissionskoeffizienten bestimmt und falls es keine Absorption gibt, entspricht diese immer der einfallenden Intensität

⁵Die Proben müssen grundsätzlich nicht reflektierend sein. Es reicht aus, auf deren Oberfläche eine dünne Silberschicht aufzubringen, welche wie Tolansky (1960) gezeigt hat, die darunter liegende Struktur exakt abbildet

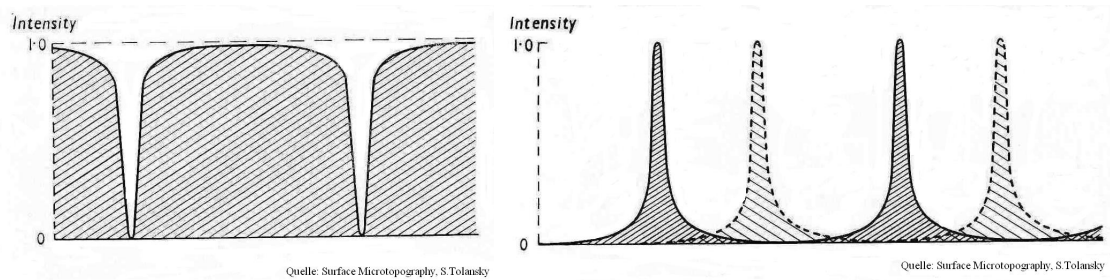
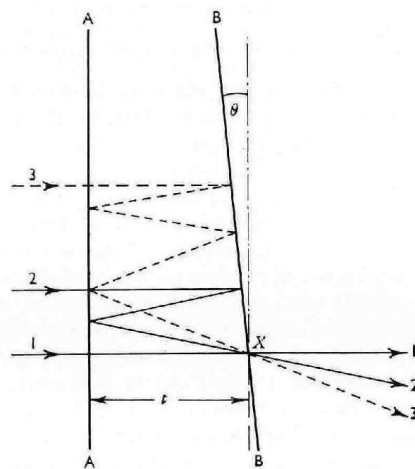


Abbildung 3.4.: Links: Interferenzmuster bei Reflexion. Rechts: Interferenzmuster bei Transmission. Quelle: Tolansky (1960)



Quelle: Surface Microtopography, S.Tolansky

Abbildung 3.5.: Veranschaulichung der Phasenbedingung. Quelle: Tolansky (1960)

Interferenzmustern wieder. Das transmittierte Licht bildet helle Streife auf dunklem Hintergrund (siehe Abbildung 3.4), das reflektierte Licht dagegen bildet gerade das Inverse, also dunkle Streifen auf hellem Hintergrund ab. Weiterhin erlaubt die Transmissionsmethode die Benutzung mehrerer verschiedener Wellenlängen, da man für jede Wellenlänge ein einzelnes Muster bekommt. Bei der Reflexionsmethode dagegen führen ein schlechter Filter, bzw. mehrere Wellenlängen, zu einem Verlust an Kontrast, da die destruktive Interferenz keine Minima mit Intensität Null mehr produzieren kann.

3.3.5. Phasenbedingung und ihr Einfluss auf die optimale Entfernung zwischen Probe und Interferenzglas

Zur Darstellung von Interferenzmustern muss die Probe gegenüber dem Interferenzglas mit einem Winkel θ verkippt sein. Dieser Winkel darf aber nicht zu groß sein, da ansonsten

die Voraussetzungen für die Airy-Formel, nämlich nahezu parallele Gläser, nicht mehr erfüllt wird. Betrachten wir Abbildung 3.5, dann geht Strahl 1 durch den Punkt X. Weiterhin gehen Reflexionen, der zum ersten Strahl parallelen Strahlen, gekippt um den Winkel θ ebenfalls durch X. Dabei wird der erste Strahl an Platte B um 2θ und an Platte um 4θ gekippt, weiter entfernte Strahlen entsprechend öfters. Das führt nun aber dazu, dass der Gangunterschied δt zwischen dem ersten und dem zweiten Strahlen nicht exakt dem Abstand t der beiden Gläser entspricht, sondern modifiziert um die Winkel in etwa $2t - 4t\theta^2$ entspricht. Ob der mehrfach Reflexion gilt damit für den k -ten Strahl, dass er einer Verzögerung von $4t\theta^2 k^2$ gegenüber dem $(k-1)$ -ten Strahl hat, oder wenn man die Summe von 1 bis k bildet und $\sum k^2 = \frac{k}{6}(2k+1)(k+1)$ benutzt, sowie für große k nähert⁶, dann ergibt sich die Gesamtverzögerung des k -ten Strahls zu

$$\delta t = \frac{4k^3\theta^2 t}{3} \quad (3.8)$$

Diese Näherung wurde von Brossel (1947) in exakter Berechnung bewiesen. Damit nun die Airy-Formel angewendet werden darf, muss die Gesamtverzögerung δt für alle relevanten Strahlen (in etwa bis zu 60igsten Ordnung), kleiner sein als $\lambda/2$, da ansonsten die Beiträge der Airy-Summe entgegen wirken und der Kontrast bzw. die Intensität sich wieder verschlechtern. Um dies zu erreichen, müsste man also einen möglichst kleinen Winkel und andererseits eine kleine Entfernung t wählen. Die untere Grenze für den Winkel θ ist dadurch begrenzt, dass man mindestens zwei Linien des Interferenzmustern im Sichtfeld des Mikroskops haben muss, da ansonsten keine Analyse möglich ist. Definiert man sich eine Liniendichte von x Linien pro cm, dann erhält man für die kritischen Entfernung der Glasplatten t_c mit $\theta = \lambda x/2$ folgende Relation

$$t_c = \frac{3}{2k^3 \lambda x^2} \quad (3.9)$$

Setzt man für $k = 60$ und $\lambda = 546 \text{ nm}$ ein, dann ergibt sich näherungsweise $t_c = \frac{\text{cm}}{7,9x^2}$. Der optimale Abstand zwischen Probe und Interferenzglas fällt also quadratisch mit der Liniendichte im Sichtfeld des Mikroskops. Um also Aufnahmen mit sehr hoher Vergrößerung aufzunehmen ist es angebracht die beiden Gläser in Kontakt zu bringen, da ansonsten nur sehr schwer der erforderliche Minimalabstand erreicht werden kann.

3.3.6. Weitere Effekte

Ein weiterer Effekt, welcher die Auflösung des Vielstrahlinterferenzmikroskops beeinflusst ist die lineare Verschiebung des Strahlen, auf Grund nichtplaner Flächen. Betrachten wir zuerst an Hand der Abbildung 3.5 den planen Fall, so sieht man leicht, dass die Strahlen 1-3 entsprechend mit dem Winkel θ immer weiter auffächern. Der Abstand des Strahls

⁶Diese Näherung kann man durchaus machen, da theoretisch unendlich viele Reflexionen zwischen den Gläsern auftreten. Dies kann man sehr einfach nachprüfen, indem man zwei Gläser mit Reflexionswerten $R \geq 0,95$ leicht verkippt gegeneinander beleuchtet und dann die sichtbaren Spiegelbilder in der Endlosreflexion zählt. Mit bloßem Augen sind bei guten Beschichtungen bis zu 60 Spiegelbilder sichtbar

k zum Strahl eins, welcher ebenfalls einen Beitrag in X liefert, ist $d = k^2 t \lambda x \approx 0,2tx$ (wiederum $\theta = \lambda x/2$). Im Fall planer Oberfläche kommen also alle Strahlen, welche für die Abbildung relevant sind aus einem sehr kleinen Bereich, welcher nahezu punktförmig ist und dem Auflösungsvermögen des Mikroskops entspricht, sodass man davon ausgehen kann, dass das dargestellte Streifenmuster die lokale Oberfläche wirklich wiedergibt. Im Falle einer nichtplanen Oberfläche dagegen, ist diese Bedingung für hohe Vergrößerungen nicht mehr erfüllt. Einerseits wird die Linie verbreitert und weiterhin ist nicht mehr garantiert, dass die Darstellung der realen Oberflächentopographie entspricht, da Strahlen höherer Ordnung von außerhalb des Sichtfelds kommen - das Bild ist wertlos. Generell sind Aufnahmen mit hohen Vergrößerungen sehr schwer in guter Qualität zu erreichen, da man ein perfekt justiertes Mikroskop benötigt und einen Abstand zwischen Probe und Glasplatte im Bereich von 100nm.

Ein weiterer Effekt, welcher ebenfalls direkt mit der Entfernung t zwischen Probe und Interferenzplatte korreliert und nur bei sehr großen t die Linienbreite erhöhen kann, ist die Auswirkung von nicht parallelem Licht. Weiterhin kann die natürliche Linienbreite der Quecksilberlampe zu einer Verbreiterung der Linienbreite des Interferenzmusters führen, aber auch hier gilt, dass dieser Effekt nur bei großen Werten von t auftritt. Bei normaler Handhabung des Mikroskops bewegt sich der Abstand t im Bereich 1/1000mm, sodass eine Verschmierung der Linienbreite nur am Rand des Sichtbereichs des Mikroskops auftritt und daher leicht zu vernachlässigen ist. Im Bereich optimaler Entfernung von $t=100\text{nm}$ machen beide Effekte nur etwa 1/5 der Linienbreite bzw. in etwa 1/200 einer Ordnung aus.

3.4. Interferenzgläser

An die Interferenzgläser gibt es mehrere Anforderungen. Zuerst müssen die Gläser plan sein, da ansonsten die obigen Formeln für Interferometer nicht gelten. Außerdem müssen sie hohe Reflexionswerte und eine im Vergleich zur Absorption dominierende Transmission aufweisen. Für die Beschichtung der Interferenzgläser gilt weiterhin, dass sie die planen Eigenschaften des Glases abbilden müssen, also innerhalb des kleinen Gebiets des Interferenzglases gleichmäßig sein müssen. Weiterhin muss die Reflektivität möglichst hoch sein und die Absorption möglichst gering (siehe dazu Abschnitt 3.3.3). Und zuletzt muss die Beschichtung möglichst langlebig sein, also zum Beispiel nicht oxidieren, bzw. widerstandsfähig gegenüber Kontakt mit der Probe, da wie in Abschnitt 3.3.5 ausgeführt eine möglichst geringe Entfernung erstrebenswert ist, was während der manuellen Justage zwangsläufig zu Kontakt mit der Probe führt. Grundsätzlich gibt es nun zwei Möglichkeiten, entweder man benutzt eine Silberbeschichtung oder ein dielektrische Vielschichtsystem zur Beschichtung. Zur Herstellung der Interferenzgläser wurden Laserlinienfenster aus UV Quarzglas mit einer Oberflächenparallelität von $\lambda/20$ der Firma Edmund Optics benutzt.

3.4.1. Interferenzgläser mit Silberbeschichtung

Die einfachste Möglichkeit Spiegel mit sehr hoher Reflektivität zu erstellen bietet eine Silberbeschichtung, da Silber einerseits leicht zu beschichten ist und andererseits sehr hohe Reflexionswerte liefert. Leider resultiert aus dieser einfachen Lösung eine Reihe von Problemen. Erstens bedingt eine metallische Beschichtung immer eine nicht verschwindende Absorption. Zweitens darf die Silberschicht nur sehr dünn sein, da ansonsten die Transmission zu niedrig wird, was wiederum dazu führt, dass die Schicht nicht besonders widerstandsfähig gegenüber Kontakt mit der Probe ist. Drittens reagiert Silber an der Atmosphäre zu Silberoxid und Silbersulfid, was die Gläser sehr schnell unbrauchbar macht. Und zuletzt reduziert sich der Transmissionskoeffizient bei steigender Reflektivität, sodass die Helligkeit des Bildes immer weiter reduziert wird und damit der Kontrast immer weiter abfällt bis man keine brauchbare Auswertung der Proben mehr vornehmen kann.

Zusammenhang zwischen Reflexion, Transmission und Absorption Grundsätzlich folgt aus dem Zusammenhang $R + A + T = 1$, dass bei steigendem Reflexionsgrad, Transmissionsgrad und Absorptionsgrad sinken müssen. Da eine Erhöhung des Reflexionsgrades nur mit Hilfe einer dickeren Silberschicht zu realisieren ist, steigt hierbei der Absorptionsgrad stärker als der Transmissionsgrad, welcher beim Übergang zu einer opaken Schicht Null wird. Mit Hilfe der Macleod-Simulations-Software habe ich Silberschichten mit 34,07 nm, 49,46 nm, 53,13 nm, 58,21 nm, 66,51 nm und 931 nm entsprechend eines Reflexionsgrads von 85%, 90%, 94%, 95%, 96%, 97% und maximalen Reflexionsgrads simuliert und in den Abbildung 3.6 bis 3.8 mit einander verglichen. Man erkennt den starken Abfall des Transmissionsgrads gegenüber dem moderaten Abfall des Absorptionsgrads, wobei bei maximalem Reflexionsgrad die Transmission praktisch Null ist. In der Literatur findet man leicht abweichende Werte für die entsprechenden Zahlentripels R-T-A, welche Werte von 85-13-2, 90-7-3 und 95-1-4 nennen (siehe Tolansky, 1960). Hier steigt die Absorption relativ zur Transmission entgegen den Ergebnissen meiner Simulation an, wobei die Tendenz eines sinkenden Transmissionsgrads beides Mal erhalten bleibt.

Experimentelle Realisierung einer Silberschicht Eine besondere Herausforderung lag in der Herstellung der ersten Interferenzgläser zur Eichung des Schichtdickenmessgeräts (2.4), welches ohne geometrische Eichung nur die Schichtdicke direkt am Schwingquarz, aber nicht an der Stelle der bedampften Probe anzeigt. Dieses Problem wurde schrittweise gelöst, indem einige Silberproben erstellt wurden welche mit Hilfe der Handreflektometer vermessen wurden. An Hand der daraus erhaltenen drei Reflexionswerte wurde mit Hilfe der Simulationssoftware ein Schichtdesign angepasst, um eine grobe Vorstellung für die tatsächliche Schichtdicke im Vergleich zur nicht geeichten Anzeige zu haben. Mit Hilfe dieser vorläufigen Eichung wurde dann das erste Interferenzglas mit einer Silberschicht hergestellt. Hierbei stellte sich heraus, dass ein Reflexionsgrad $R \geq 0,95$ genau wie in der Literatur vorhergesagt zu keinem Ergebnis mehr führt, da der Kontrast des Interferenzmusters nicht auswertbar war. Nach weiteren Versuchen und schrittweise Verbesserung

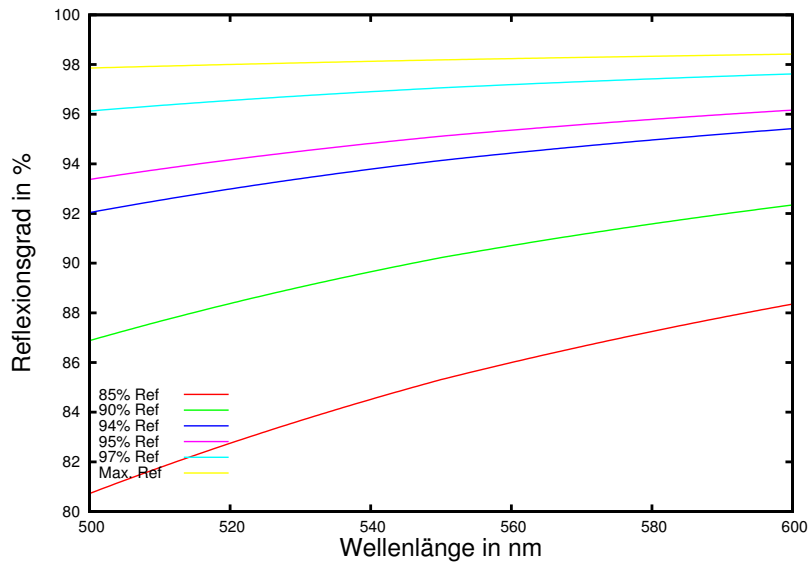


Abbildung 3.6.: Simulation der Reflexionswerte verschiedener Silberschichten

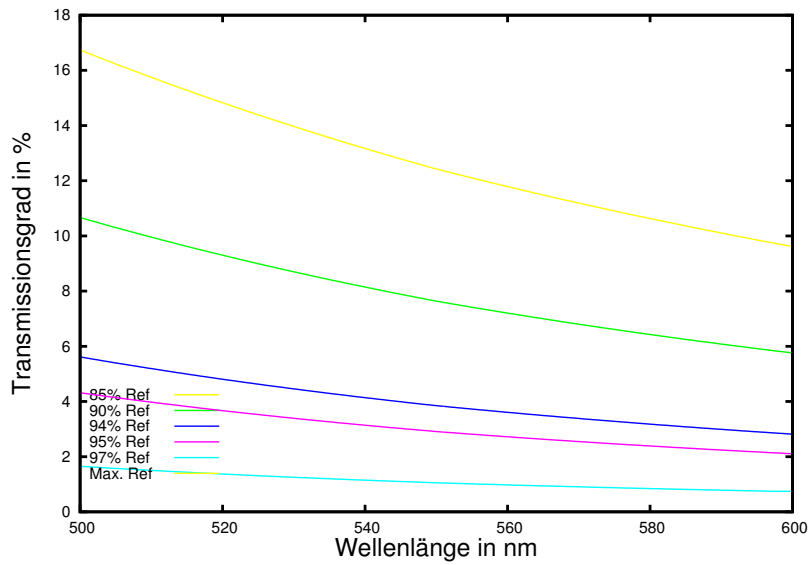


Abbildung 3.7.: Simulation der Transmissionswerte verschiedener Silberschichten. Bei maximalem Reflexionsgrad ist die Transmission Null.

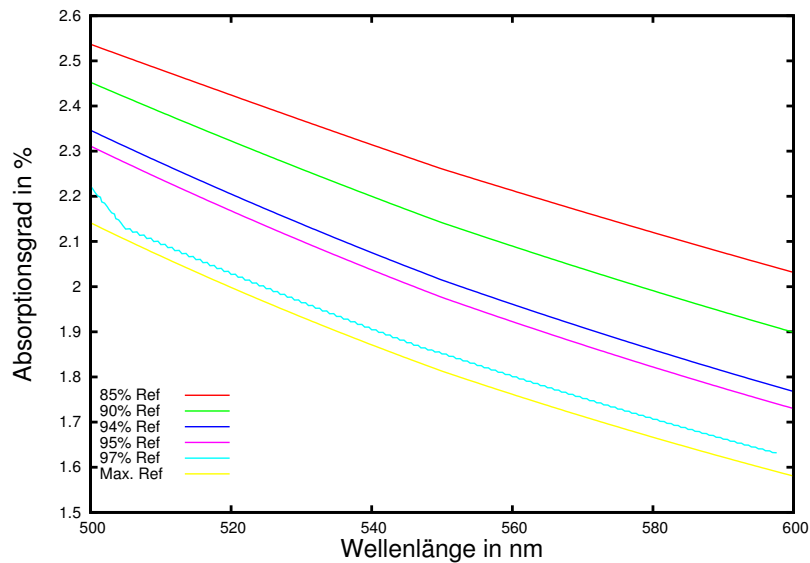


Abbildung 3.8.: Simulation der Absorptionswerte verschiedener Silberschichten

des Interferenzglases war abzusehen, dass dies nur der erste Schritt sein konnte und für die weitere Arbeit ein Mehrschichtsystem für das Interferenzglas benötigt wurde. Das bestmögliche Resultat ergab ein Interferenzglas mit $R \approx 0,94$. Siehe hierzu den linken Teil der Abbildung 3.9. Dieses wurde verwendet um eine erste Eichung zu erstellen.

3.4.2. Interferenzgläser mit Mehrschichtsystemen

Ein Mehrschichtsystem weist gegenüber der Silberbeschichtung einige Vorteile auf. Zuerst handelt es sich bei den verwendeten Materialien um Kristalle, welche gegenüber der Atmosphäre deutlich resistenter sind, sodass die Gefahr einer vorzeitigen Oxidation geringer ist. Weiterhin kann durch geeignete Wahl der Deckschicht ein sehr hartes und kratzfestes Material den Abschluss bilden und so das komplette Design bei Kontakt mit der Probe schützen⁷. Zudem weisen entsprechende Designs einen verschwindenden Absorptionskoeffizienten auf, sodass die Helligkeit und damit der Kontrast dieser Aufnahmen grundsätzlich deutlich höher ist, als bei silbernen Interferenzgläsern (siehe hierzu auch Abbildungen 3.10). Der einzige Nachteil findet sich nicht in ihren Eigenschaften, welche denen einer Silberbeschichtung in allen Belangen überlegen ist, sondern in der schwierigen Herstellung.

⁷Da man alle Proben mit einer Silberschicht versehen muss, und diese weicher ist, wird im schlimmsten Fall nur die Probe aber nicht das Interferenzglas zerstört

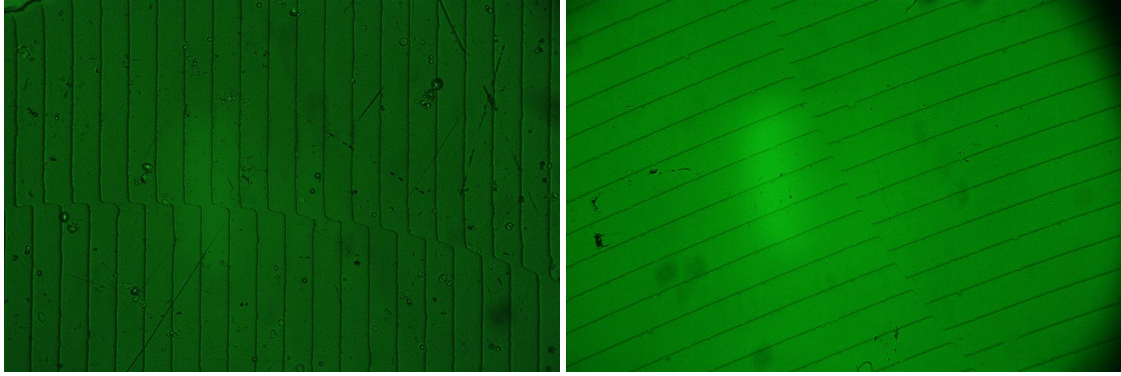


Abbildung 3.9.: Links: Aufnahme einer ZnS-Probe mit Silberbeschichtetem Interferenzglas. Rechts: Aufnahme einer SiO₂-Probe mit ZrO₂-MgF₂-Mehrschichtdesign

Experimentelle Realisierung eines Multilayer-Designs Nachdem das Ergebnis der Silberschicht im Vergleich zu Aufnahmen, welche in der Anleitung des Mikroskops zu finden sind, nicht zufriedenstellend waren, wurde die Realisierung eines, wiederum der Literatur folgend, Mehrschichtsystems aus Zinksulfid und Magnesiumdifluorid angestrebt. Nach der Simulation (siehe linken Teil der Abbildung 3.10 wies diese Konfiguration praktisch keine Absorption, aber einen Reflexionswert von $R \geq 0,98$ auf.

Bedauerlicherweise handelt es sich aber bei ZnS um ein ausgesprochen schwer zu beherrschendes Verdampfungsgut und trotz vieler Versuche ist es nicht gelungen das simulierte Ergebnis auch nur annähernd zu erreichen. Einerseits liegt dies an den begrenzten Möglichkeiten der Anlage, welche später noch etwas genauer ausgeführt werden, und zudem am Verdampfungsprozess selbst. Bei der Verdampfung von Molekülen mit Hilfe des Elektronenstrahlverdampfers werden diese nicht nur erhitzt, sondern zum Teil auch aufgebrochen. Das Zink sowie der dazugehörige Schwefel müssen nun auf dem Substrat wieder rekombinieren. Das Problem ist nun, dass dieser Rekombinationsprozess von zu vielen Parametern abhängt, die genauer zu untersuchen nicht die Zeit und auch nicht die messtechnischen Möglichkeiten vorhanden waren, um die richtige Kombination aus Substratvorbehandlung, Druck, Temperatur und Elektronenenergie zu finden. Weiterhin wurden zwar zwei Proben erstellt, welche grundsätzlich dem Mehrschichtsystem entsprechen, wenn auch mit deutlich geringerem Reflexionsgrad, aber nach diesen ersten Versuchen hat sich dieses Ergebnis nicht wiederholen lassen. Alle weiteren Versuche schlugen fehl und lieferten zunächst Schichten, welche tiefe Risse aufwiesen bis danach gar keine Schicht mehr ausgebildet wurde, sondern sich das Verdampfungsmaterial in Form kleiner Krümel auf dem Substrat angelagert hat. Vermutlich führte die Anreicherung von Zinksulfid innerhalb der Verdampfungskammer zu unvorhergesehenen Problemen, sodass die ersten Ergebnisse nicht reproduziert werden konnten. Aus der Rücksprache mit Georg Mayer ergab sich, dass Zinksulfid zwar sehr gute Ergebnisse liefert, aber nur sehr schwer zu kontrollieren ist, sodass weitere Versuche damit eingestellt wurden.

In dieser Konfiguration wurde nun Zinksulfid durch Zirkoniumdioxid ersetzt, welches

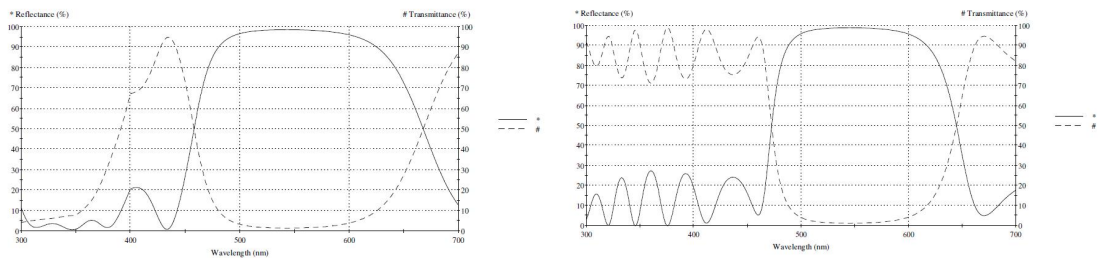


Abbildung 3.10.: Simulationsergebnisse zweier Mehrschichtdesigns mit maximaler Reflexion bei 546nm. Links: Ein 10-Schichtsystem aus ZnS-MgF₂ Rechts: Ein 13-Schichtsystem aus ZrO₂-MgF₂

einen niedrigeren Brechungsindex aufweist, was dazu führt, dass mehr Schichten benötigt wurden. Die entsprechende Simulation (siehe rechter Teil der Abbildung 3.10) lieferte wiederum eine sehr hohe Reflexion bei praktisch nicht vorhandener Absorption. Leider stellt sich auch hier das Problem, dass der Rekombinationsprozess kritisch von Druck und Rate abhängt, so dass nur eine sehr niedere Rate von 1nm/s möglich war. Weiterhin beträgt die Siedetemperatur von Zirkoniumdioxid 5000°C, was die Anlage an ihre Grenzen geführt hat, sodass auch keine höhere Rate möglich gewesen wäre, da es zu ständigen Überschlügen innerhalb der Anlage kam, welche eine kurzfristige Notabschaltung bewirken. Leider führen diese Überschlüge zu Problemen mit dem Schichtdickenmessgerät, welches sehr empfindlich auf diese Spannungsspitzen reagiert und dessen Anzeige kurz aussetzt und danach nicht mehr perfekt zuverlässig ist. Weiterhin funktioniert das Schichtdickenmessgerät wie in 2.4 ausgeführt, bei Mehrfachbeschichtungen mit verschiedenen Materialien nur noch eingeschränkt zuverlässig. Daher war es auch hier wieder ausgesprochen schwer Proben zu erstellen, welche den Simulationsergebnissen entsprachen. Trotz allem gelang es ein Interferenzglas mit sehr guten Reflexionswerten zu erstellen, welches den Ansprüchen genügte. Siehe hierzu den rechten Teil der Abbildung 3.9, welche eine Aufnahme mit dem finalen Interferenzglas zeigt. Der Kontrast ist auf Grund der allgemein helleren Aufnahme, da keine Absorption die Intensität reduziert, deutlich besser (wie in Abschnitt 3.3.3 beschrieben). Weiterhin ist die Linienbreite geringer, welches direkt auf den Einfluss des höheren Reflexionsgrades zurück zu führen ist.

3.4.3. Grundlegende Probleme

Grundsätzlich kann man auch komplizierte Mehrschichtsysteme herstellen, wie die Industrie jeden Tag beweist, nur leider ist die zu Verfügung stehende Anlage darauf nicht ausgelegt. Die zwei Hauptprobleme findet man in der Prozesskontrolle und in der Prozessdurchführung. Die Prozesskontrolle, in aller erster Linie das Schwingquartzsystem, ist nicht darauf ausgelegt mehrere verschiedene Verdampfungsmaterialien mit einem Messkopf zu messen. Weiterhin führt jeder Überschlag des Elektronenstahlverdampfers zu einem Aussetzen der Messelektronik, womit wir auch bei dem zweiten Problem sind. Da der Elektronenstrahlverdampfer erst nachträglich eingebaut wurde, sind seine Hoch-

spannungsdurchführungen, den Möglichkeiten der Anlage entsprechend, nicht optimal angebracht. Optimal bedeutet in diesem Zusammenhang, möglichst nahe, um nur geringen Raum für Überschlüge zu bieten. Weiterhin wurde die Durchführung von unserer Werkstatt angepasst und liefert damit ebenfalls nicht die optimale Form, welche eine kommerzielle Durchführungen eventuell hat. Beides führt bei hohen Emissionsströmen zu vielen Überschlügen, welche neben ihrem negativen Einfluss auf die Messelektronik auch kein gleichmäßiges Schichtwachstum ermöglicht. Zusätzlich fehlen uns die Möglichkeit innerhalb der Kammer kontrolliert ein Reaktionsgas einzubringen. Damit könnte man Zirkoniumdioxid über die kontrollierte Reaktion von Sauerstoff und verdampftem Zirkonium ebenfalls herstellen, anstatt den sehr widerstandsfähigen Kristall direkt zu verdampfen. So sind wir darauf angewiesen, dass das verdampfte Zirkoniumoxid nicht aufgespaltet wird, was wir wiederum nicht kontrollieren bzw. messen können. Daher ist die Herstellung der Interferenzgläser auch nur durch reines Glück erfolgreich verlaufen. Der Versuch ein zweites Interferenzglas entsprechend dem ersten zu beschichten ist fehlgeschlagen und da das Schichtsystem extrem stabil ist, konnte das Glas auch nicht mehr gereinigt werden, um es erneut zu bedampfen.

3.5. Messverfahren und Auswertung

Um schlussendlich zu erklären, wie man mit Hilfe der Aufnahmen die Oberfläche untersuchen kann, betrachten wir noch einmal die Abbildung 3.9. Um das Schichtdickemessgerät zu eichen, wurde mit einer scharfkantigen Maske, ein Muster von Kreisen auf die Substratgläser bedampft. Anschließend wurden die Masken entfernt und die komplette Oberfläche des Glases wurde mit einer 100nm Schicht Silber bedampft, da eine nicht reflektierende Probe keine Interferenzen produziert. Wie Tolansky gezeigt hat, wird durch dünne Silberschichten, die darunter liegende Oberfläche exakt abgebildet, sodass solch eine Schicht praktisch keinen Einfluss auf die Messung hat. In den Abbildungen wird nun die von der Maske produzierten Kante zwischen Glas und bedampften Gebiet ebenfalls als Kante abgebildet. Die parallelen Streifen entsprechen, unabhängig von ihrem dargestellten Abstand, welcher durch Verzerrungen, Vergrößerungen und Winkel verändert wird, in Realität immer genau einer Dickendifferenz $d = \lambda/2 = 278 \text{ nm}$. Setzt man diesen Abstand in Relation zur Auslenkung an der Kante, kann man deren Höhe berechnen. Bei genauer Betrachtung erkennt man auch, dass die Linien selbst nicht perfekt gerade sind, sondern kleine Schwankungen aufweisen, welche direkt auf kleine Variationen der Oberfläche zurückzuführen sind, wobei bei solch kleinen Schwankungen die Unterscheidung zwischen Unregelmäßigkeiten des Silberfilms und der Substratoberfläche schwer wird. Bei unsachgemäßer Justierung des Geräts, verbiegen sich die Linien, was auf direkten Kontakt und dadurch ausgelöste Verformung zwischen Interferenzglas und Probe zurückzuführen ist. Weiterhin kann man mit Hilfe des Winkels, die Entfernung der einzelnen Streifen verändern und damit den Ablesefehler verringern. Die tatsächliche Berechnung aus Auswertung wurde mit Hilfe einer IDL-Routine, programmiert von Dr. Barnstedt, durchgeführt.

4. Experiment und Auswertung

Mit den durchgeführten Experimenten sollten die technischen Möglichkeiten der Anlage ausgelotet und zugleich grundlegende Erfahrungen gesammelt werden. Zu diesem Zweck wurde das Design der H.E.S.S.-Spiegel nachgebildet und auf Proben realisiert. Weiterhin wurde eine Reihe von Proben mit unterschiedlichen Prozessparametern hergestellt und dann unter drei Gesichtspunkten, Reflexionswerte, Widerstand gegen Umwelteinflüsse und Stabilität, getestet. Im Folgenden werden diese Schritte und die Ergebnisse vorgestellt.

4.1. Design

Mit Hilfe des Macleod Concise Simulationsprogramm wurden verschiedene Schichtkonfigurationen, bestehend aus Aluminium und SiO_2 , untersucht und verglichen. Ziel war die Herstellung eines Designs mit maximaler Reflektivität im UV-Bereich, entsprechend des Intensitätsmaximums des Tscherenkowlichts, sowie ausreichend Reflektivität bis in den Bereich von 600 nm, um möglichst das komplette Spektrum aufnehmen zu können. Diese Anforderungen wurden in einer Zielfunktion für den Reflexionsgrad definiert, welche für alle gezeigten Simulationen identisch ist. Die Simulationssoftware passt bei gegebener Anzahl an Schichten und Materialien die einzelnen Schichtdicken so an, dass die Abweichung zur Zielfunktion minimal wird. Basierend auf den schon bekannten Kenntnissen wurde die Dicke der SiO_2 -Schicht in 25 nm Schritten, mit entsprechender Anpassung der Aluminiumschicht seitens der Programms, verändert. In Abbildung 4.1 sind diese Simulationen dargestellt. In allen Grafiken werden die Kurven nach folgendem Schema charakterisiert 'SO-Zahl', 'SR-Zahl' oder 'M-Zahl'. Die Zahl gibt die Dicke der SiO_2 -Schutzschicht in Nanometer an und die Buchstabenkombinationen unterscheiden Simulation ('S') und Messung ('M'), der Unterschied zwischen 'SR' und 'SO' wird in Abschnitt 4.3 erläutert.

Im direkten Vergleich (siehe Abbildung 4.2) von 75 nm, 100 nm und 125 nm Schutzschicht wurde dem Design mit 100 nm den Vorzug gegeben, da es im Vergleich zum 125 nm Design keinen Einbruch der Reflektivität im kritischen Bereich von 300 nm hat und gegenüber dem 75 nm Design den Vorzug einer höheren mittleren Reflektivität im Bereich bis 550 nm aufweist. Weiterhin sind die simulierten Reflexionswerte im Bereich unter 300 nm nicht mehr vertrauenswürdig, da die Simulation für noch niedrigere Wellenlänge einen Reflexionsgrad von über 100% voraussagt. Die Entscheidung für dieses Design wird neben dem Kriterium des Reflexionsgrades auch durch die Erfordernisse der Widerstandsfähigkeit gegen Umwelteinflüsse gestützt. Von H.E.S.S. wie auch von dem VERITAS sind Schutzschichten im Bereich von 100 nm Dicke bekannt. Dies führte zu der Konfiguration aus 146 nm Aluminium und 100 nm SiO_2 . Dieses Design wird im Folgenden als *ideales Design* bezeichnet.

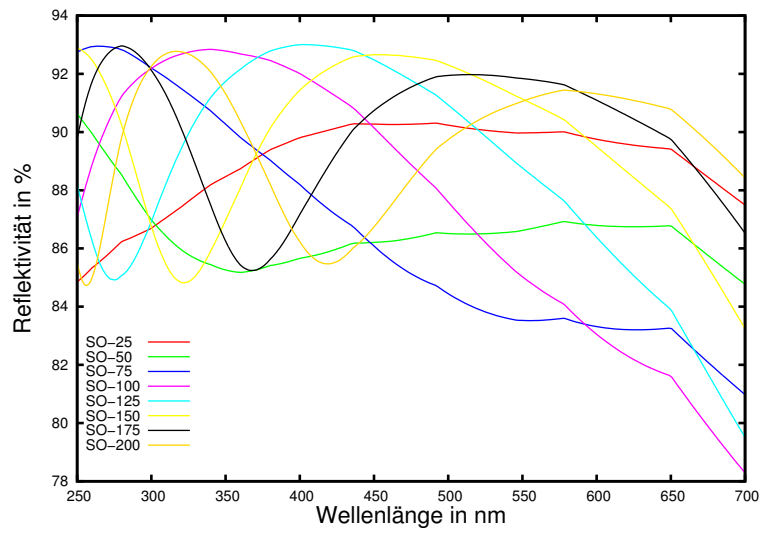


Abbildung 4.1.: Simulation von Al-SiO₂ Designs mit variierender SiO₂ Schichtdicke in nm

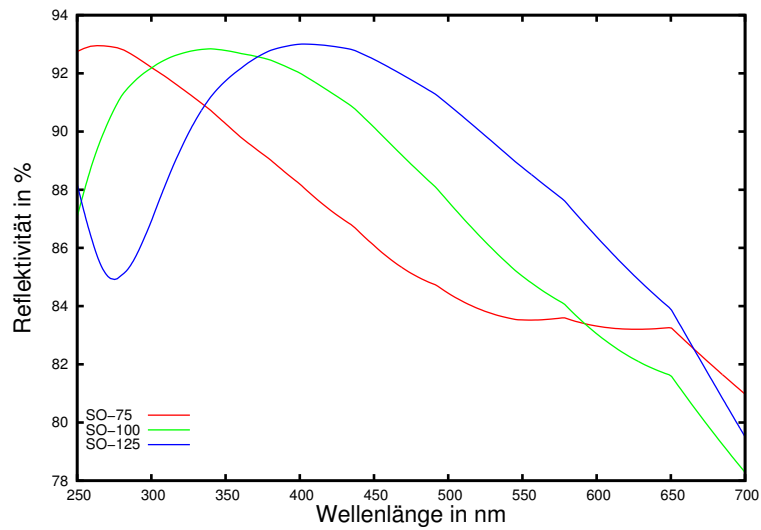


Abbildung 4.2.: Vergleich der Simulationen von 75 nm, 100 nm und 125 nm Schutzschicht

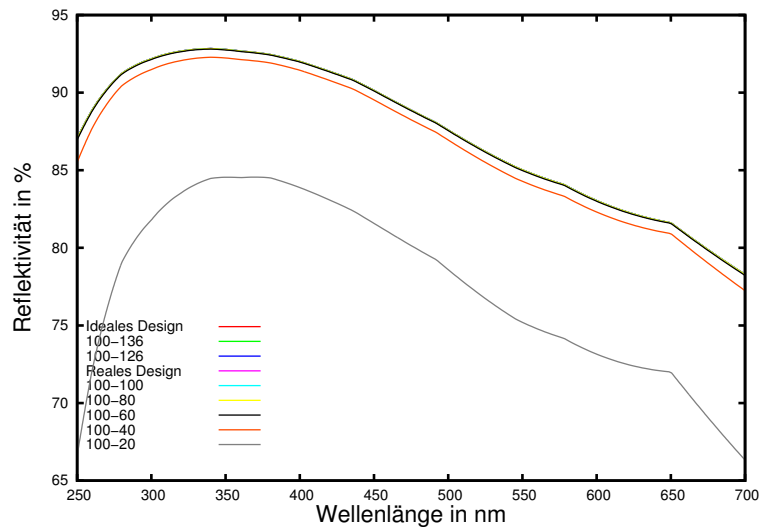


Abbildung 4.3.: Simulation der Auswirkung abweichender Aluminiumschichten. Die erste Zahl beschreibt die Dicke der Schutzschicht, die zweite die Dicke der Aluminiumschicht.

Um die Stabilität dieses Designs gegen produktionsbedingte Schwankungen der Schichtdicke abschätzen zu können, wurden die Schichtdicken von Al und SiO₂ um den Idealwert variiert. Die Ergebnisse dieser Simulationen sind in Abbildung 4.3 und 4.4 dargestellt. Die Linien sind entsprechend ihrer Schichtschichten benannt und die erste Zahl beschreibt die Dicke der Schutzschicht, die zweite die Dicke der Aluminiumschicht. Eine Dickenänderung von Aluminium hat dabei praktisch keine Auswirkung auf die Gesamtrefektivität, während gemäß der in Abschnitt 1.1.8 ausgeführten Theorie, die Variation der SiO₂-Schicht einen großen Einfluss auf die Gesamtrefektivität hat. Eine Änderung der Dicke der Aluminiumschicht beeinflusst hauptsächlich den Phasenwinkel des reflektierten Lichts und hat Auswirkungen auf den Reflexionsgrad, falls Licht unter einem Winkel einfällt. Die Variation der SiO₂-Schicht um 6% liefert einen Bereich für die Reflexionskurven, welcher circa 2% um den Idealwert schwankt. In der Praxis konnte die Anlage sehr gut gesteuert werden, sodass sich eine mittlere Abweichung von 0,4% bei Al und 0,3% bei SiO₂ zwischen Zieldicke und angezeigter Schichtdicke des INFICON 6000 ergab. Die stärkste Abweichung laut Schichtdickenanzeige betrug 6,6 nm oder 4,5% bei Al und 3,4 nm bzw. 3,4% bei SiO₂, sodass alle Schichten innerhalb des simulierten Korridors liegen sollten.

4.1.1. Optionale Modifikationen des Designs

In Hinblick auf das CTA-Projekt sollte die Lebensdauer der Spiegel im Bereich von 10-20 Jahren liegen. In diesem Zeitraum soll die Spiegelqualität möglichst konstant bleiben,

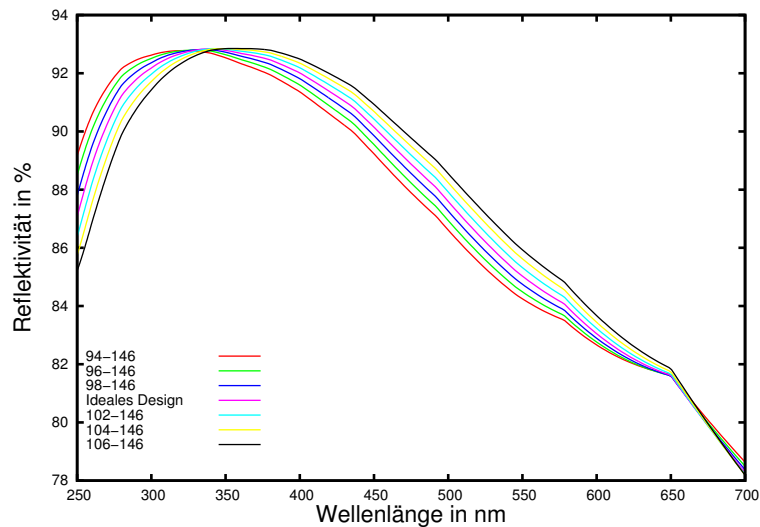


Abbildung 4.4.: Simulation der Auswirkung abweichender SiO₂ Schichten.

was aber mit dem vorgestellten einfachen Design aus Aluminium und SiO₂ wahrscheinlich nicht realisierbar¹ ist. Daher ist man bestrebt, ein Design aus anderen Materialien zu finden, welches dieses Problem umgeht. Sollte solch ein Design aber nicht gefunden werden, oder der Herstellungsprozess zu teuer oder aufwendig sein, gibt es wenigstens eine Möglichkeit die Kosten des Neubeschichtens zu reduzieren. Bevor Spiegel neu beschichtet werden können, muss die vorhandene Schicht restlos entfernt werden. Bei sehr stabilen Schutzschichten, wie SiO₂, geschieht dies durch Neuschleifen des Spiegels, was entsprechend aufwendig und teuer ist. Der Einsatz von Säuren, zum Beispiel eine schwache Fluorwasserstoffsäure, greift aber eventuell das Substrat an und bedingt dadurch im schlimmsten Fall ebenfalls einen Neuschliff des fokussierenden Spiegels. Um dieses Problem zu umgehen wurde von Schmidt-Kalar (1993) ein Schichtsystem vorgestellt, welches aus einer Träger- oder Sperrschicht, der Reflexionsschicht und einer Schutzschicht besteht. Die Reflexions- und Schutzschicht folgt denselben Regeln wie bei normalen Spiegeln, die zusätzliche Zwischenschicht bietet aber zusätzliche Möglichkeiten für das Design. Konzipiert man diese Schicht als Sperrschicht, welche den Glaskörper abschirmt und schützt, dann kann man die beiden anderen Schichten auch mit stärkeren Säuren wegätzen, ohne die Form des Substrats zu beschädigen. Zu diesem Zweck bietet sich eine robuste Goldschicht an, welche gegenüber den meisten Ätzmitteln eine gute Resistenz aufweist und gleichzeitig sehr homogen aufgedampft werden kann. Das genaue Gegenteil möchte man mit einer Trägerschicht bewirken. Diese soll möglichst schwach auf dem Substrat haften

¹Im H.E.S.S.-Projekt mussten die Spiegel nach circa 5 Jahren neu beschichtet werden, da der Reflexionsgrad der optischen Systeme zu stark abgefallen war.

und durch eine chemische Reaktion vom Substrat gelöst werden können, ohne dass dieses angegriffen wird. Beim Einsatz des wasserlöslichen Victawet als Trägerschicht wird der Reflexionsschicht der Untergrund regelrecht entzogen, sodass sie sich ohne Schwierigkeiten entfernen lässt, falls das Substrat in Wasser getaucht wird. Beide Verfahren bieten den Vorteil, dass die Spiegel beschädigungsfrei gereinigt werden und daher sofort wieder bedampft werden können. Eine weitere Anwendung solcher Zwischenschichten liegt in der Verbesserung der Haftung auf dem Substrat. Da manche Materialien nur schlecht auf Glas haften, lässt sich durch aufbringen einer Zwischenschicht, zum Beispiel Chrom, die Haftung von Metallen auf Glas verbessern. Dieser Aspekt sollte bei kommenden Untersuchungen weiter verfolgt werden.

4.2. Eichung

4.2.1. Durchführung

In Kapitel 1.4.6 wurde die Notwendigkeit einer Eichung ausgeführt. Daher wurde zuerst, wie in Kapitel 4 beschrieben, das Vielstrahlinterferenzmikroskop repariert und wieder in Betrieb genommen. Wie ebenfalls in 1.4.6 dargelegt, benötigt man für eine homogene Schichtdicke mehrere Verdampfer, da die weiter entfernten Bereiche von weniger Material erreicht werden. Diese Unregelmäßigkeit kann man durch eine rotierende Substrathalterung während des Bedampfens korrigieren. Dabei muss aber beachtet werden, dass die Dauer des Verdampfungsprozesses exakt einem Vielfachen der Umlaufperiode entspricht, da ansonsten nicht garantiert ist, dass jeder Punkt des Substrats dieselbe Menge an Material erhält. Das Ergebnis verbessert sich, je mehr Umdrehungen während des Verdampfungsprozesses durchgeführt werden. Da die durchgeführten Testreihen den Effekt einzelner Parameteränderungen auf das Gesamtergebnis aufzeigen sollten, wurde beschlossen, die zusätzliche Ungenauigkeit auf Grund der Rotation zu eliminieren und bei jeder Bedampfung eine Probe an einem festen Ort zu untersuchen. Daher beschränkt sich die Eichung auf zwei Punkte (innerer und äußerer Ring) direkt über dem Hochstromverdampfer und entsprechend zwei Punkten über dem Elektronenstrahlverdampfer, welche durch Rotation der Substrathalterung erreicht werden. Zur Eichung wurde mit einer Lochmaske ein Muster runder Kreise auf die Probe gedampft, welche in einem zweiten Schritt, nach Entfernen der Maske, mit einer gleichmäßigen Schicht aus Silber überzogen wurde (siehe auch Abschnitt 3.5). Es wurden jeweils verschiedene Kreiskanten vermessen und mehrere Interferenzlinien ausgewertet und ins Verhältnis zur angezeigten Schichtdicke des Schichtdickenmessgeräts gesetzt. Da das Auswertungsprogramm nicht absolut zuverlässig arbeitet, wurden einige Extremwerte von Hand entfernt und nicht zur Berechnung des Durchschnitts herangezogen. Die erste Eichung wurde am 27.11.2010 durchgeführt, mit einem Kristall der Qualität 2². Dies führte für Aluminium zu einem Korrekturfaktor von 0,9 für den äußeren Ring und von 1,09 für den inneren. Für SiO₂ ergaben sich außen 1,53 und innen 1,68. Die verwendeten quadratischen Proben

²Die Qualität wird auf einer Skala von 1-9 angegeben, wobei eine Qualität 1 einer Genauigkeit von weniger als 5% entspricht und 9 einer Genauigkeit von weniger als 50%. Ein neuer Kristall garantiert in Kombination mit der vorhandenen Anlage eine Qualität von 2

haben eine Kantenlänge von 5 cm und die Mittelpunkte von innerem und äußerem Ring sind etwa 6 cm von einander entfernt. Da sich auf dieser kurzen Strecke die Werte schon deutlich ändern, wurde beschlossen, nur einen Ring (den äußeren) zu verwenden.

Tabelle 4.1.: Messwerte verschiedener Kantenhöhen zur Bestimmung der Korrekturfaktoren in nm

Material	Al (innen)	Al (außen)	SiO ₂ (innen)	SiO ₂ (außen)
	95,3	116,7	158,6	172,2
	97,6	117,5	159,9	169,9
	98,7	117,9	155,5	170,5
	94,5	117,7	156,6	168,7
	(111)	117,4	150,7	169,6
	96,2	117,7	152,4	164
	(111,3)	113,4	153,4	169,5
	96,5	(103,9)	152,1	167
	100,8	114,5	150,9	168,3
		116	151,6	165,8
		119,8	148,6	166
		112,6	150,3	170,1
Mittelwert	97,09	116,47	153,38	168,47
Anzeige	107,30	107,30	100,40	100,40
Korrekturfaktor	0,90	1,09	1,53	1,68

4.2.2. Qualität der Eichung

Zur Einschätzung der Zuverlässigkeit der ersten Eichung wurde am 2.12.2010 die Eichung für SiO₂ wiederholt. Aus dieser zweiten Bedampfung mit einer Kristallgüte von 4 ergab sich ein Korrekturfaktor von 1,59. Im Vergleich zum ursprünglichen Wert von 1,53 ergibt sich eine Abweichung von $\approx 4\%$. Aus diesem Ergebnis lässt sich folgern, dass man theoretisch nach jeder Eichung den Schwingquarz wechseln müsste, um jeweils eine optimale Qualität zu haben. Dies würde aber den Kostenrahmen sprengen, daher wurde als Kompromiss zwischen Kosten und Qualität beim Erreichen einer Qualität von 6 der Kristall gewechselt. Dieser Verlust an Qualität spiegelt sich direkt in den Reflexionswerten der vermessenen Proben wieder, siehe hierzu im Anhang das Testprotokoll aller Proben. Man erkennt leicht, dass der Reflexionsgrad der Proben sinkt, bis ein neuer Kristall eingebaut wird und der Reflexionsgrad wieder einen Sprung nach oben macht. Eine zweite systematische Fehlerquelle liegt in der Messung zweier Materialien mit dem gleichen Quarzkristall. Wie in Abschnitt 2.4 ausgeführt, berechnet sich die Schichtdicke aus einer Mittelung der überlagerten Resonanzfrequenzen von Kristall und aufgedampfter Schicht. Dieser Wert ist aber nur korrekt, falls die aufgedampfte Schicht aus einem einzigen Material besteht. Im vorliegenden Fall werden gleichzeitig Aluminium und Si-

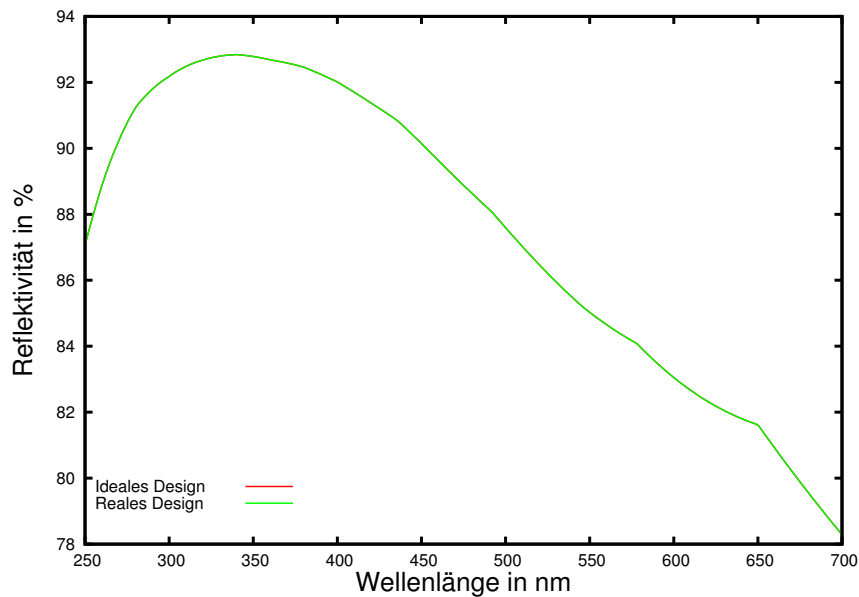


Abbildung 4.5.: Vergleich des idealen Designs mit 146 nm Aluminium und des realen Designs mit 117,9 nm Aluminium

luziumdioxid verdampft und gemessen, sodass die Messwerte nicht eindeutig sind. Das Materialverhalten wird durch den Z-Faktor beschrieben, welcher für Al 1,08 und für SiO₂ 1,07 beträgt. Da diese beiden Werte praktisch identisch sind, sollte die Auswirkung auf das Messergebnis nicht ins Gewicht fallen. Dieses Problem lässt sich nur durch den Einbau zweier getrennter Messköpfe lösen, welche jeweils nur ein Material messen. Für die Untersuchung von Mehrschichtsystemen, deren Materialien große Unterschiede in den Z-Werten aufweisen werden, ist solch ein Mehrkopfsystem daher zwingend notwendig. Eine weitere, theoretisch vermeidbare, Fehlerquelle liegt in den Überschlügen, welche den Elektronenstrahlverdampfer kurzzeitig abschalten. Diese Überschlüge treten bei ungenügendem Druck ab einer gewissen Verdampferate von ca. 15 Å /s auf. Sie bewirken eine kurzzeitige Unterbrechung der Hochspannungsversorgung und verändern damit einerseits das Schichtwachstum und haben andererseits negative Auswirkung auf die Messelektronik. In der Summe führt dies zu reduzierten Reflexionswerten der entsprechenden Probe. Welcher der beiden Effekte dafür verantwortlich ist, konnte nicht ermittelt werden.

4.3. Probenherstellung - Standard Prozess

Bei der Auswertung der Daten hat sich herausgestellt, dass bei der Kalibration der Schichtdickenanzeige ein Fehler gemacht wurde, welcher dazu führte, dass anstelle der ge-

wünschten 146 nm Aluminiumschicht in Realität 117,9 nm Al-Schichten produziert wurden³. Der daraus resultierende Unterschied in den zu erwartenden Reflexionskurven ist in Abbildung 4.5 dargestellt. Die Schutzschicht ist davon nicht betroffen. Im Weiteren werden daher die Simulationsergebnisse unterschieden mit 'SO' und 'SR'. Ersteres beschreibt die optimierte Simulation der Aluminiumschicht für eine vorgegebene Schutzschicht. Die Simulationskurven 'SR' berücksichtigen die fehlerhafte Kalibration und entspricht den Kurven, welche in Realität zu erwarten sind. Im Falle des 'Idealen Designs', welches eine Aluminiumschicht von 146 nm aufweist, basiert die korrigierte Simulation, im Folgenden 'Reales Design' genannt, auf einer Aluminiumschicht von 117,9 nm. Es ist anzumerken, dass es keinen Unterschied zwischen den Simulationen gibt.

4.3.1. Standardprozess

Die Produktion von vergleichbaren Schichten benötigt, wie in Abschnitt 1.4 ausgeführt, gleich bleibende Prozessbedingungen. Im Rahmen der vorhandenen Möglichkeiten liegt der Schwerpunkt der Kontrolle auf der Vorbehandlung der Substrate und der Überwachung von Druck und Temperatur. Im Anhang befindet sich ein Standardprotokoll für eine Bedampfung. Die Vorbehandlung wird unterschieden in der Art der Reinigung, sowie der Zeit zwischen Ende der Reinigung und Start der Vakuumpumpen. Sie besteht aus folgenden variablen Teilschritten:

1. Mit einer 10% Reinigungslösung des Ultraschallreinigers Tickopur wird die Probe entweder im Ultraschall-Bad oder mit einem Tuch gereinigt.
2. Mit destilliertem Wasser werden die Seifenlösung und Schmutzpartikel von der Probe abgespült.
3. Mit einer Ethanol wird die Probe entweder im Ultraschall-Bad oder mit einem Tuch gereinigt.
4. Eventuell wird die Probe bis zur Verwendung in Ethanol lagern.
5. Mit Stickstoff wird die Probe trocken geblasen und so schnell wie möglich in die Kammer eingebracht.
6. Abpumpvorgang starten.
7. Mit Argon fluten und bei 200 mA für einige Minuten beglimmen.

Für den letzten Reinigungsschritt wird bei einem Druck von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar die Kammer mit Argon geflutet, bis der Glimmstrom 200 mA erreicht. Dies geschieht bei einem Druck von ungefähr $2,3 \cdot 10^{-2}$ mbar. Die Bedampfung benötigt einen Maximaldruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar. Die Bedampfung mit Aluminium wird über die Verdampferrate sowie der Dauer definiert. Da diese Daten nicht digital ausgelesen werden können, handelt es sich um Schätzwerte des durchführenden Experimentators. Die Überwachung des Bedampfens mit SiO₂ unterliegt denselben Kriterien.

³Ein Rechenfehler führte auf einen Korrekturfaktor führte auf das Inverse 1,11 anstelle von 0,9, sodass als Zieldicke auf der Anzeige 131 nm gewählt wurden, welche in Realität nur 117,9 nm sind

4.3.2. Probleme und mögliche Verbesserungen

Während der Arbeit stellte sich heraus, dass zwei weitere Effekte, nämlich die Qualität des Schwingquarzes sowie die Anzahl der Überschläge einen Einfluss auf die Qualität der Proben haben. Hier lässt sich das Messprotokoll leicht erweitern. Zudem sollte die Anzahl der Schwingquarze an die Anzahl der verschiedenen Materialien angepasst werden, um die schon erwähnten Näherungseffekte für unterschiedliche Z-Werte zu eliminieren. Weitere Parameter, die einer genaueren Kontrolle bedürfen, sind die Zusammensetzung des Glimmgases, sowie des Prozessgases während der Bedampfung. Eine mögliche technische Realisierung wäre der Einbau eines Massenspektrographen, oder aber die einmaliger Testmessung der Gaszusammensetzung und Untersuchung des Einflusses des Drucks auf diese Zusammensetzung. Außerdem können momentan keine Aussagen über die Substrattemperatur getroffen werden. Eine Lösung wäre die Installation eines Messfühlers sowie einer Substratheizung zur Steuerung der Temperatur. Eine weitere Verbesserung wäre die digitale Auswertung⁴ der Druck und Temperaturdaten parallel zu den Verdampferraten, sodass der Anstieg des Drucks in direkte Korrelation zur Rate gesetzt werden kann. Durch eine Verbesserung der Integration der vorhandenen Geräte sollte damit auch die Steuerung der Verdampferrate besser kontrolliert werden können und somit homogenere Schichten entstehen. Weiterhin könnte eine verbesserte Kontrolle des Elektronenstrahlverdampfers die Anzahl der Überschläge reduzieren und somit die Qualität der Schichten weiter erhöhen.

4.3.3. Testreihen

Es wurden insgesamt 12 verschiedene Tests durchgeführt, um die Auswirkung verschiedener Prozessparameter auf das Ergebnis zu untersuchen. Die Zuordnung und Aufschlüsselung findet sich in Tabelle 4.3.3. Hauptsächlich sollte die Auswirkung verschiedener Reinigungsprozeduren auf die Qualität der Schichten untersucht werden. Daher wurden in den ersten 9 Testreihen diese Parameter variiert. In den letzten 3 Testreihen wurden verschiedene andere Designs untersucht um die Auswirkung der Schutzschicht auf die Stabilität und Widerstandsfähigkeit der Proben zu testen.

Es ist anzumerken, dass jede Probe während des Einbaus in die Probenhalterung der Atmosphäre ausgesetzt ist. Diese Zeit belief sich im Mittel auf 3-4 Minuten. Damit innerhalb der Kammer möglichst wenig Feuchtigkeit vorhanden ist, wurde die Kammer vor dem Öffnen auf 50° Celsius aufgeheizt, um eine Kondensation von Wasser innerhalb der Kammer zu verhindern. Zudem wurde die Kammer mit 99,999% Stickstoff der Reinheit 5.0 geflutet und nur kurz geöffnet, um neue Proben einzubringen. Über Nacht wurde die Anlage bei 1 mbar gelagert.

⁴Die Druck- und Temperaturfühler sind mit einer digitalen Ausleseinheit verbunden. Sie dienen momentan aber nur zur langfristigen Überwachung von Druck und Temperatur während des Pumpvorgangs

Tabelle 4.2.: Messreihen mit variierten Parametern. Wenn die Proben nicht im Ultraschallbad gereinigt wurden, dann mit Hand. Der Glimmstrom war immer gleich bei 200 mA

Nummer	Tickopur	US-Bad	Ethanol	US-Bad	Wartezeit	Glimmdauer	SiO ₂ -Dicke
7-14	ja	ja	ja	ja	keine	300s	100 nm
19-26	ja	nein	ja	nein	keine	300s	100 nm
27-34	nein	nein	ja	ja	keine	300s	100 nm
35-42	nein	nein	ja	nein	keine	300s	100 nm
43-50	ja	ja	ja	ja	keine	0s	100 nm
51-58	ja	nein	ja	nein	keine	0s	100 nm
59-66	ja	ja	ja	ja	900s	300s	100 nm
67-74	ja	ja	ja	ja	keine	150s	100 nm
75-82	ja	ja	ja	ja	keine	600s	100 nm
83-90	ja	ja	ja	ja	keine	300s	25 nm
91-98	ja	ja	ja	ja	keine	300s	50 nm
99-106	ja	ja	ja	ja	keine	300s	75 nm

4.4. Reflektionsmessungen

Die Reflexionsmessungen erfolgte in 1 nm Schritten von 200-800 nm. Der Knick bei 350 nm resultiert aus dem Wechsel von UV-Lampe zu Halogenlampe. Die Messungen von Dr. Andreas Förster am Max-Planck-Institut in Heidelberg durchgeführt.

4.4.1. Auswertung

Die Reinigung sollte nur geringe Auswirkungen auf den Reflexionsgrad haben, da hauptsächlich das homogene Wachstum der Schichten durch die Reinigung beeinflusst werden sollte. Trotz allem ist der Einfluss nicht zu vernachlässigen. In Abbildung 4.6 sind die Messungen der ersten 9 Proben sowie die simulierte Reflexionskurve aufgetragen. Die entsprechenden Werte für die Schichtdicken sind in Tabelle 4.4.1 vermerkt.

Diskussion der erreichten Schichtdicken Die größte Abweichung von den Zielwerten weist die Probe 59 auf, welche daher eigentlich als Fehlschlag zu bezeichnen ist. Trotzdem liefert sie die besten Reflexionswerte, wie in Grafik 4.7 dargestellt. Die noch vorhandene minimale Abweichung ist auf den Herstellungsprozess zurückzuführen und alle Abweichungen unterhalb von 300 nm sind auf Schwierigkeiten der Simulationssoftware zurückzuführen.

In Abbildung 4.8 sind die simulierte ideale Reflexionskurve, die simulierte reale Reflexionskurve und die gemessene Reflexionskurve der Probe 7 aufgetragen, die als Referenzprobe definiert wurde. Die Abweichung zwischen Messung und diesem Design ergibt sich aus der Tatsache, dass dem Simulationsprogramm nur die Materialeigenschaften von

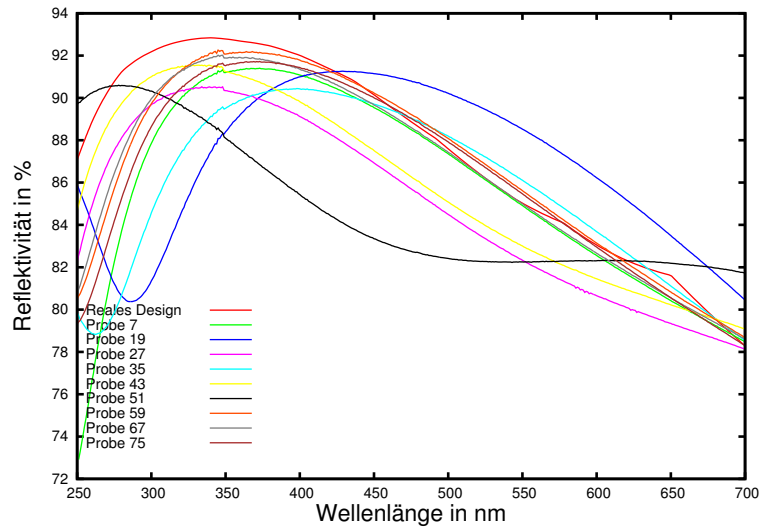


Abbildung 4.6.: Vergleich zwischen Messungen der Proben mit unterschiedlichen Prozessparametern und der Simulation

Tabelle 4.3.: Schichtdicken der vermessenen Proben gleichen Designs in nm. 'Al-1' entspricht der Anzeige für Aluminium, 'Al-2' dem Wert welcher mit der falschen Kalibrierung errechnet wurde und 'Al-3' der tatsächlichen Schichtdicke. 'SiO₂ 1' entspricht der Anzeige für Silizium und 'SiO₂ 2' dem umgerechnete Wert.

Probe	Ideal	7	19	27	35	43	51	59	67	75
Al 1	131	132,2	134	134,5	128,9	131,1	131,2	137,5	131,6	130,2
Al 2	146	146,7	148,7	149,3	143,1	145,5	145,6	152,6	146,1	144,5
Al 3	117,9	120,8	120,6	121,1	116	118	118,1	123,8	118,4	117,2
SiO ₂ 1	65	65,3	65	64,9	65,1	65,9	65,3	65,8	65,3	65
SiO ₂ 2	100	99,9	99,5	99,3	99,6	100,8	99,9	100,7	99,9	99,5

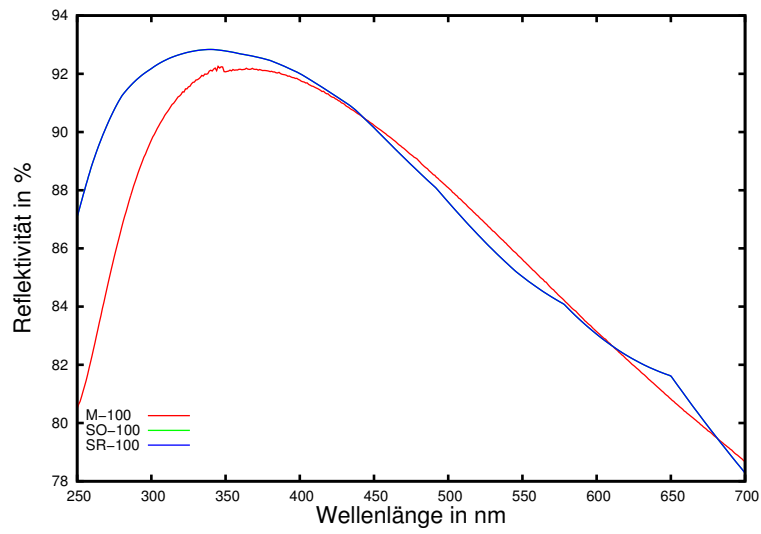


Abbildung 4.7.: Vergleich der Simulation des idealen und realen Designs mit Messung der Probe 59

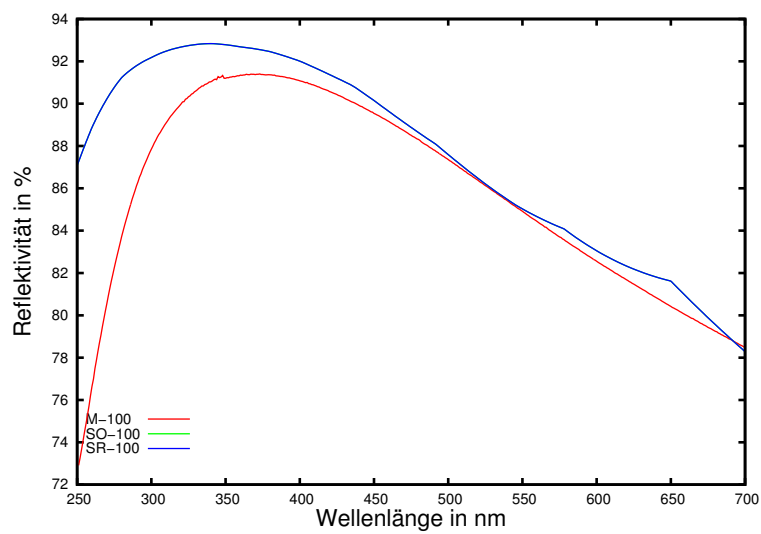


Abbildung 4.8.: Vergleich der Simulation des idealen und realen Designs mit Messung der Referenzprobe 7

Festkörpern zu Verfügung stehen und nicht die tatsächlichen Dichten und Brechungsindizes der aufgedampften Schichten. Die stärkere Abweichung im Bereich unterhalb von 300 nm ist zum Teil auf ein Mangel an Daten seitens des Simulationsprogramms zurückzuführen, sodass dieser Teil der Simulation nicht zuverlässig ist. Die Abweichung von 2% zwischen Simulation und Messung sind auf eine produktionsbedingte Verringerung des Reflexionsgrades, sowie eventuelle Ungenauigkeiten der Absolutmessung zurückzuführen. Insgesamt stimmen Simulation und Messung aber überein.

Diskussion des Reinigungsprozesses auf die Reflexionswerte In Tabelle 4.3.3 sind die verschiedenen Konfigurationen der Tests aufgetragen. Die Probe 7 soll als Referenz für die weitere Diskussion dienen. Man sieht, dass die Proben 59, 67 und 75 dieselbe Form und auch nahezu selben Reflexionswerte wie die Probe 7 aufweisen. Es ist insbesondere kein signifikanter Unterschied zwischen 150s Beglimmzeit für Probe 67, 300s für Probe 7 und 600s für Probe 75 zu erkennen. Dagegen weist die Probe 43, bei der auf das Beglimmen verzichtet wurde, eine andere Form und etwa 2% geringere Reflexionswerte auf. Die Probe 59, welche der Atmosphäre ausgesetzt wurde, ist auf Grund der dickeren Aluminiumschicht nicht vergleichbar, auch wenn ihre Reflexionskurve der von Probe 7 folgt. Die Probe 27, bei der auf die Reinigung mit Tickopur verzichtet wurde, weist eine zu Probe 7 ähnliche Reflexionskurve mit circa 3% geringeren Werten auf. Besonders deutlich ist der Unterschied zu Probe 35, bei der zudem auf das Ultraschallbad in Ethanol verzichtet wurde. Der direkte Vergleich wird aber erschwert, da die Schichtdicken dieser beiden Proben extreme Abweichung von den Zielwerten aufweisen. Die stärkste Abweichung weist die Probe 51 auf. Leider ist von diesem Messwert nicht eindeutig auf einen Einfluss der Reinigung auf die Reflexionswerte zu schließen, da diese Probe bei einer Schwingquarzqualität von 6 erstellt wurde.

Diskussion verschiedener Designs In Abbildung 4.9 sind die Messwerte der vier realisierten Designs aufgetragen und in Tabelle 4.4 die entsprechenden Werte für die Schichtdicken. In den Grafiken 4.10, 4.11 und 4.12 sind jeweils die Kurven von optimaler Simulation und Simulation mit angepasster Eichung gegen die Messwerte aufgetragen. Nach der Simulation beeinflusst die falsche Eichung bei keinem Design die Reflexionswerte. Das Design mit 25 Schutzschicht folgt der Simulation sehr gut, während es bei den beiden anderen Proben deutliche Abweichungen gibt. Da leider nur eine Probe vermessen wurde, kann nicht ausgeschlossen werden, dass es sich um produktionsbedingte Abweichungen handelt.

4.4.2. Schlussfolgerung

Leider lässt sich aus der ersten Testreihe kein klarer Zusammenhang zwischen Reinigung und Reflexionsgrad der erstellten Proben ziehen. Der bisherige Versuchsaufbau bietet leider nicht genügend Kontrollmechanismen, um eine eindeutige Zuordnung treffen zu können. Da weiterhin die Eichung nicht korrekt durchgeführt wurde, müssen für endgültige Aussagen diese Tests wiederholt werden. Für eine korrekte Fehlerrechnung müssen weiterhin für jede Testreihe deutlich mehr Proben erstellt werden, was auf Grund von

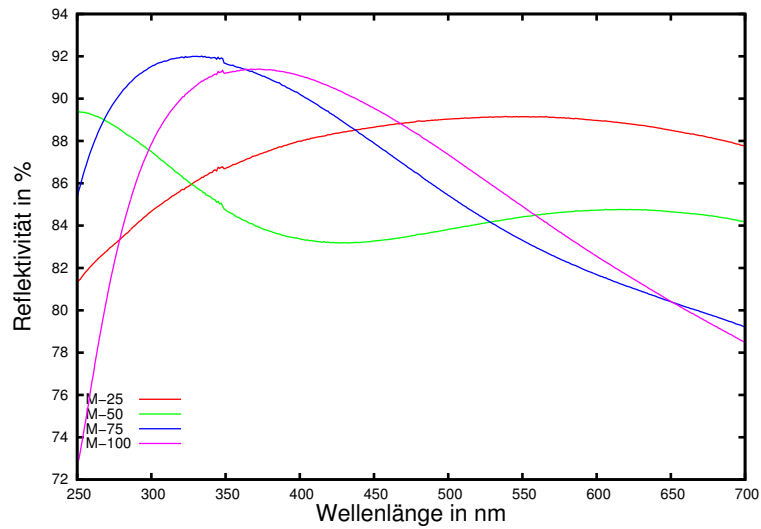


Abbildung 4.9.: Vergleich der Messungen verschiedener Designs

Tabelle 4.4.: Schichtdicken der vermessenen Proben unterschiedlichen Designs in nm. Die Schichtdickenwerte entsprechen den vermessenen Proben 83, 91, 99 und der Referenzprobe 7

Design	Al-Zielwert	Anzeige	Eichung (alt)	Eichung (neu)	SiO ₂ Anzeige	Eichung
25nm	136	123,9	137,5	111,5	16,4	25,1
50nm	183	164,9	183	148,4	32,8	50,2
75nm	151	136,3	151,3	122,7	49,1	75,1
100nm	146	132,2	146,7	119	99,9	65,3

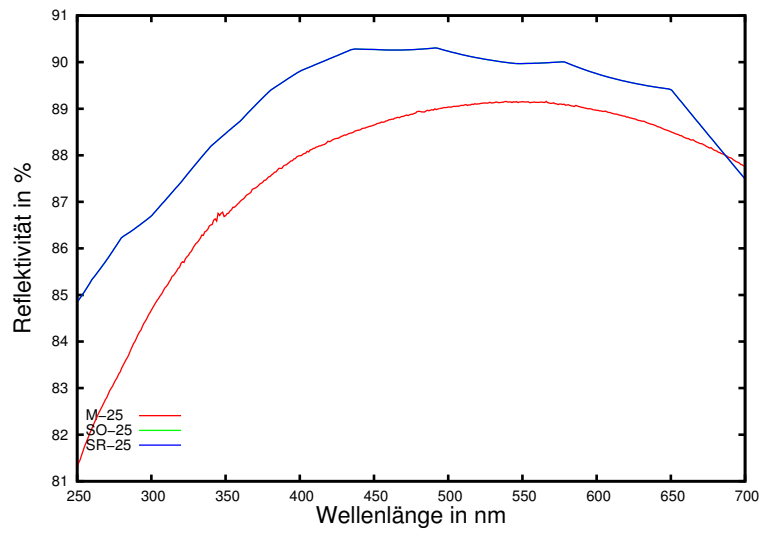


Abbildung 4.10.: Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 83 für eine 25nm Schutzschicht

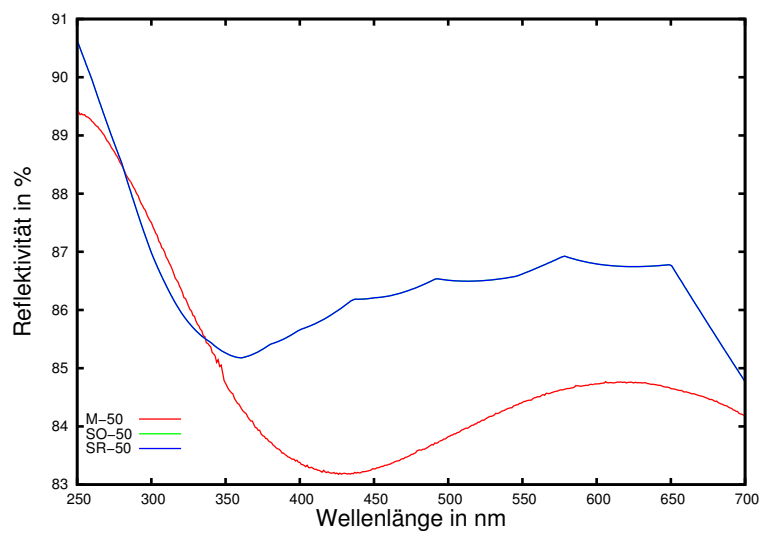


Abbildung 4.11.: Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 91 für eine 50nm Schutzschicht

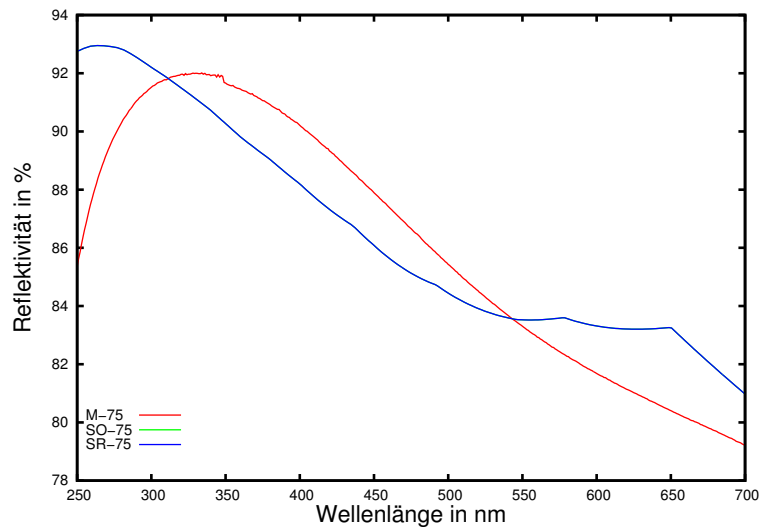


Abbildung 4.12.: Vergleich des simulierten optimalen und realen Designs mit Messung der Probe 99 für eine 75nm Schutzschicht

Zeitmangel bisher nicht möglich war. Trotz allem konnte gezeigt werden, dass die Proben sehr gut mit den Simulationsergebnissen übereinstimmen und man in der Lage ist, solche einfache Schichten zu erstellen.

4.5. Umwelttests

Der Salzsprühnebeltest wurde von Dr. Rodolfo Canestrari am INAF - Brera Astronomical Observatory in Merate durchgeführt.

4.5.1. Funktionsprinzip

Die Idee hinter dem Salznebeltest ist der Versuch, die Auswirkung der Umwelteinflüsse auf die Proben zu testen, ohne lange Zeit darauf warten zu müssen. Die aufwendigsten Tests dieser Art sind kontrollierte, beschleunigte Klimazyklen, welche die Proben starken Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen aussetzen. Diese Tests können erweitert werden durch die Bestrahlung mit starken Lampen, in unserem Fall UV-Lampen oder aber Sonnensimulatoren. Diese Tests beschleunigen den natürlichen Witterungsvorgang, benötigen aber trotz allem mehrere Monate oder Jahre. Um festzustellen, in welchem Maße diese Klimakammern die Alterung beschleunigen, benötigt man aber auch noch Vergleichsspiegel, welche der normalen Witterung ausgesetzt wurden. In unserem Fall verfügen wir weder über eine entsprechende Klimakammer, noch über ausreichend

Zeit um aussagekräftige Tests durchzuführen. Daher beschränken wir uns auf einen einfacheren, in der Automobilindustrie verbreiteten Test, den Korrosions- oder Salzsprühnebeltest. Dabei werden die Proben einem salzhaltigen Nebel ausgesetzt, welcher die Oberfläche stark angreift, sodass in wenigen Tagen die ersten Resultate zu erkennen sind. Dieser Test erlaubt keine Aussage über die absolute Widerstandsfähigkeit, aber ermöglicht einen Vergleich zwischen verschiedenen Kombinationen.

4.5.2. Auswertung

Um fundierte Ergebnisse auf diesen Untersuchungen gewinnen zu können, müsste jede Probe vor und nach dem Korrosionstest einer Reflexionsmessung analog zu Abschnitt 4.4 durchgeführt werden. Dies war auf Grund von Zeitmangel leider nicht möglich, da die Untersuchungen von dritten durchgeführt wurden. Es wurden aber von jeder Probe jeweils Reflexionsmessungen an drei Wellenlängen durchgeführt, welche nun verglichen werden konnten.

Visuelle Kontrolle auf Schäden Im ersten Schritt wurden die Proben mit dem Auge auf Schäden untersucht. Die Referenzprobe 7 unterscheidet sich nur minimal von den Proben 85, 93 und 101 mit den dünneren Schutzschichten. Für die Proben mit variiertem Reinigungszyklus werden mehrere Löcher in den Proben entdeckt, besonders betroffen ist hiervon Probe 53 und in etwas geringerem Maße auch Probe 29 und 37. Diese Proben wurden nicht im Ultraschallbad sondern von Hand gereinigt und bei Probe 53 wurde zudem auf das Beglimmen verzichtet. Bei Probe 48, welche ebenfalls nicht beglimmt wurde, aber mit Ultraschallbad gereinigt, sind nur zwei kleine Beschädigungen der Oberfläche zu entdecken. Es ist also davon auszugehen, dass die Reinigung mit dem Ultraschallbad einen ähnlichen Effekt wie das Beglimmen hat und für gute Schichten beides von Nöten ist.

Vergleich der Reflexionswerte Jede Probe wurde direkt nach der Herstellung mit Handreflektometern⁵ an drei Wellenlängen vermessen. Diese Reflexionswerte sind auf Grund der Ungenauigkeit der Geräte nicht mit den Absolutmessungen zu vergleichen, erlauben aber trotz allem einen quantitativen Vergleich der Werte vor und nach dem Korrosionstest.

Aus den in Tabelle aufgelisteten Messwerten lässt sich kein Schema erkennen. Durch die Messungenauigkeit der Handreflektometer kommt es dazu, dass sich die Messwerte scheinbar verbessert haben. Für die Reflexionswerte bei 370 nm ist aber immerhin die Tendenz einer sinkenden Reflektivität zu erkennen.

⁵Diese Handreflektometer erlauben immer nur die Messung einer einzelnen Wellenlänge und geben ihre Ergebnisse nur relativ zu einer Referenzprobe an. Es sind keine Absolutreferenzmessungen und daher sehr fehleranfällig, falls die Referenzprobe nicht mehr den ursprünglichen Werten entspricht.

Tabelle 4.5.: Vergleich der Reflexionswerte vor und nach dem Korrosionstest in %

Probe	370 vorher	nachher	470 vorher	nachher	645 vorher	nachher
9	91,8	90,8	87,5	87,4	81,3	80,3
21	92,1	90,4	89,2	88,4	81,0	80,1
29	89,0	88,7	83,1	83,8	82,0	80,2
37	92,3	91,2	90,4	90,2	82,7	82,7
49	92,0	91,1	87,6	87,7	80,6	80,6
53	92,6	89,7	88,5	86,1	80,3	74,8
61	92,5	92,3	88,9	88,8	81,1	80,9
69	91,8	91,4	86,9	87,0	81,3	80,8
77	91,4	90,9	85,9	86,2	81,4	81,4
85	89,2	87,2	89,9	89,2	89,5	89,0
83	84,9	84,6	84,9	84,4	86,4	85,9
101	92,0	91,7	86,8	87,3	80,7	80,3

4.5.3. Schlussfolgerungen

Es wurde nachgewiesen, dass die Reinigung einen Einfluss auf die Stabilität der Schichten hat. Inwiefern sich der Unterschied quantitativ auswirkt, muss in langfristigeren Klimasimulationen getestet werden oder wenigstens der Salzsprühnebeltest mehrmals oder mit unterschiedlicher Länge durchgeführt werden. Wiederum gilt, dass für statistisch relevante Aussagen mehr Proben benötigt werden, um Zufälle auszuschließen.

4.6. Haftungstests

Der Haftungstest oder auch Tapetest soll die Adhäsion und damit auch die Stabilität der Schichten testen. Beim Test von (dickeren) Lackschichten verwendet man Stempel, welche mit der zu testenden Oberfläche verklebt werden und misst die Kraft, bei der die Schicht vom Substrat reißt. Aus Gesprächen mit Anbietern solcher Testsysteme wurde klar, dass die Firmen keine Erfahrungswerte mit dem Test dünner Schichten im Bereich von wenigen hundert Nanometer haben. Für spätere Tests wäre eine genauere Untersuchungen dieser Geräte von Interesse. Bis dahin steht nur der 'Tapetest' zu Verfügung. Dabei drückt man definiertes Klebeband auf die Probe und zieht diese wieder ab und testet damit die Stabilität der Schicht. Dieses Vorgehen erlaubt leider keine quantitativen Aussagen in reproduzierbare Weise, sondern kann nur als Vergleich zwischen verschiedenen Proben dienen.

Tabelle 4.6.: Verwendete Klebestreifen der Firma Tesa für den Tapetest

Bezeichnung	Typ	Klebekraft	Reißkraft
4206	transparenter Klebefilm	3,4N/cm	30N/cm
4331	Krepp-Band	4N/cm	53N/cm
62428	Strapping-Band	4N/cm	300N/cm
4657	Gewebe-Band	4,6N/cm	100N/cm

4.6.1. Funktionsprinzip

Aus der Diskussion mit der Firma Tesa wurde deutlich, dass das Verhalten von Klebstoffen über die Klebekraft definiert wird. Diese wird ermittelt, indem das Klebeband mit einer 10kg-Stahlrolle auf eine Stahlplatte gewalzt wird und dann unter einem 45° Winkel wieder abgezogen wird. Dabei misst man die Kraft, die zum Abzug benötigt wird. Das Verhalten der Klebstoffe hängt nun vom Anpressdruck, der Anpressdauer, eventuell eingeschlossenen Luftbläschen und dem Substrat ab. Die gemessene Kraft hängt wiederum vom Abrisswinkel und der Geschwindigkeit, beziehungsweise ob beschleunigt oder gleichförmig, ab. Für unsere Tests hat uns die Firma Tesa 4 verschiedene Klebbänder zur Verfügung gestellt, mit unterschiedlicher Beschaffenheit und Haftbarkeit (siehe Tabelle 4.6.1). Um einen konstanten Anpressdruck zu garantieren, wurde von der Werkstatt ein abrollender Stempel mit variablem Gewicht konstruiert. Aus dem Dialog mit einem Vertreter der Firma Tesa wurde ein Test entwickelt, welcher das Gewicht konstant lässt und verschieden stark haftende Bänder verwendet. Aus Zeitmangel wurde keine Vorrichtung zur Kontrolle der gleichmäßigen Abziehkraft konstruiert. Eine einfache Realisierung bestünde in einer Vorrichtung, bei der an das Tape ein Gewicht befestigt wird, welches über eine Umlenkrolle von der Schwerkraft nach unten gezogen wird. Durch Einstellung der Umlenkrolle kann der Abzugswinkel definiert werden und durch die Wahl verschiedener Gewichte die Abzugskraft.

4.6.2. Auswertung

Jede Probe wurde der Reihe nach mit allen Klebestreifen getestet. Der Test wurde von allen Proben, mit Ausnahme von Probe 45, 55 und 105 ohne sichtbare Beschädigung bestanden. Probe 45 und 105 wiesen beide nur kleine Beschädigungen am Rand auf, in Form von punktuellen Ablösungen. Beide Beschädigungen traten bei dem schwächsten Klebeband auf und haben sich beim Einsatz der stärkeren Bänder nicht erweitert oder verstärkt. Es ist daher davon auszugehen, dass es sich um lokale Schwächen der Schicht, zum Beispiel durch Materialstress, handelt. Einzig bei Probe 55 löste sich schon bei dem schwächsten Tape die komplette Beschichtung vom Substrat. Es zeigt sich erneut, wie auch bei dem Korrosionstest und den Reflexionsmessungen, dass die Proben 51-59, welche von Hand gereinigt und nicht beglimmt wurden, die schlechteste Qualität aufweisen.

4.6.3. Schlussfolgerung

Um detaillierte Angaben zu der Adhäsion und Stabilität der Schichten machen zu können, muss die Auswahl an Klebebändern noch erweitert werden und die Versuchsanordnung verfeinert werden. Alternativ sollte die Messaperatur, welche bei Lackschichten Verwendung findet, auf den Test von dünnen Schichten angepasst werden, um qualitative Werte für die Stabilität der einzelnen Schichten zu erhalten.

4.7. Zusammenfassung

Die im Zuge dieser Diplomarbeit unternommen Anstrengungen zur Herstellung und Untersuchung von dünnen Schichten zeigen in allererster Linie die Komplexität der Physik dünner Schichten auf. Wie in Kapitel 1 ausgeführt wird die Herstellung von Spiegeln von unzähligen Faktoren beeinflusst, welche nur schwer zu kontrollieren und vorherzusehen sind. Weiterhin wurde immer wieder bemerkt, dass es auf dem Gebiet der dünnen Schichten kaum noch aktive Forschungsarbeit gibt, da die Industrie dieses Gebiet schon längst kommerzialisiert hat. Die meiste Zeit, fast acht Monate, verschlang die Reparatur und Wiederinbetriebnahme der Anlage, welche in enger Zusammenarbeit mit der Werkstatt des IAAT durchgeführt wurde. Aus diesem Grund kam die experimentelle Forschungsarbeit, deren Ergebnisse in diesem Kapitel präsentiert wurde, leider zu kurz. Trotz allem lieferte diese Arbeit einen Einblick in die Herstellung dünner Schichten und erlaubt es nachfolgenden Experimentatoren die Arbeit auf den gelegten Grundlagen ohne großen Zeitverlust fortzuführen.

5. Ausblick

Das Hauptaugenmerk aller weiterer Studien sollte auf der Entwicklung eines Mehrschichtsystems liegen, welches nur in einem schmalen Wellenlängenband, das genau auf die Bedürfnis von Tscherenkow-Teleskopen abgestimmt ist, reflektiert und ansonsten nur geringe Reflexionswerte besitzt. Dadurch lassen sich einerseits höhere Reflexionswerte im relevanten Bereich erreichen, andererseits kann man die Arbeit der Detektoren vereinfachen, wenn man weniger Hintergrundlicht sammelt. Weiterhin kann man durch geeignete Materialwahl vermutlich auch deutlich stabilere Beschichtungen produzieren, welche die Lebensdauer der Spiegel erhöhen und damit langfristig die Kosten reduzieren sowie die Qualität der Aufnahmen erhöhen.

In Hinblick auf CTA muss aber im Auge behalten werden, dass nach bisherigem Kenntnisstand, die Spiegel aus einer Honigwabenstruktur bestehen werden, das heißt, sie bestehen aus zwei dünnen Glasplatten, welche von einem wabenartigen Trägermaterial stabilisiert werden, um das Gesamtgewicht der Spiegel gegenüber einem reinen Glasspiegel zu reduzieren. Diese Struktur wird aber verklebt, sodass einerseits die Auswirkung des Klebers auf das Vakuum berücksichtigt werden muss und ein Design entwickelt werden, das ohne Substratheizung auskommt. Alternativ könnte der Produktionsprozess dahingehend geändert werden, dass die Spiegel erst nach der Beschichtung zusammengeklebt und geformt werden, was eine enge Zusammenarbeit mit den entsprechenden Arbeitsgruppen bedingt.

Auf Grund der bisherigen Erfahrungen ist es aber unwahrscheinlich, dass wir in der Lage sein werden, im Alleingang solch ein Design zu entwickeln und zu realisieren. Die zu Verfügung stehende Anlage benötigt davor einige Neuerungen, wie ein Mehrkopfschichtdickenmessgerät, eventuell weitere Geräte zum kontrollierten Einlass von Reaktionsgasen sowie insitu Überwachungsgeräte des Schichtwachstums. Nach entsprechender Modifikation der Anlage, sollten wir aber in der Lage sein, zusammen mit einem Industriepartner, ein Design zu entwickeln, Proben in unserer Anlage herzustellen, diese zu testen und aussagekräftige Wettertests, Korrosionstests, Alterungstests an diesen durchzuführen. Im besten Falle entwickeln wir ein Design, das uns Spiegel liefert, welche über einen Zeitraum von 10-20 Jahren ohne Neubeschichtung gute Reflexionswerte liefern.

Literaturverzeichnis

- [Ahrens 1974] AHRENS, H., Technical University Hanover, Diplomarbeit, 1974
- [Becker 1935] BECKER, Döring W. R.: Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen. In: *Annalen der Physik* (1935), S. 719–752
- [Behrisch 1964] BEHRISCH, Rainer: Festkörperzerstäubung durch Ionenbeschuß. In: *Ergebnisse der exakten naturwissenschaften* Bd. 35. Springer Berlin / Heidelberg, 1964, S. 295–443
- [Behrndt 1971] BEHRNDT, K. H.: Long-Term Operation of Crystal Oscillators in Thin-Film Deposition. In: *Journal of Vacuum Science Technology* 8 (1971), September, S. 622
- [Blank u. a. 1995] BLANK, V. D. ; BUGA, S. G. ; SEREBRYANAYA, N. R. ; DENISOV, V. N. ; DUBITSKY, G. A. ; IVLEV, A. N. ; MAVRIN, B. N. ; POPOV, M. Y.: Ultrahard and superhard carbon phases produced from C60 by heating at high pressure: structural and Raman studies. In: *Physics Letters A* 205 (1995), Nr. 2-3, S. 208 – 216. – ISSN 0375–9601
- [Brossel 1947] BROSSEL, J.: Multiple-beam localized fringes: part I. - Intensity distribution and localization. In: *Proceedings of the Physical Society* 59 (1947), S. 224
- [Czyzak u. a. 1954] CZYZAK, S. J. ; REYNOLDS, D. C. ; ALLEN, R. C. ; REYNOLDS, C. C.: On the properties of single cubic zinc sulfide crystals. In: *Journal of the Optical Society of America (1917-1983)* 44 (1954), November, S. 864–+
- [Deppisch 1981] DEPPISCH, G.: Film Thickness Uniformity of Sputter Deposited Layers - Comparison between Calculation and Practical Results. [SCHICHTDICKENGLEICHMAESSIGKEIT VON AUFGESTAEBUTEN SCHICHTEN - VERGLEICH ZWISCHEN BERECHNUNGEN UND PRAKTISCHEN ERGEBNISSEN.]. In: *Vakuum-Technik* 30 (1981), Nr. 4, S. 106–114. – cited By (since 1996) 3
- [Dushman 1962] DUSHMAN, S. ; DUSHMAN, S. (Hrsg.): *Scientific foundations of vacuum technique*. 1962
- [Ennos 1954] ENNOS, A. E.: The sources of electron-induced contamination in kinetic vacuum systems. In: *British Journal of Applied Physics* 5 (1954), Januar, S. 27–31
- [Eschbach 1964] ESCHBACH, H.L.: Herstellung von gleichmäßigen Aufdampfschichten auf Platten und Zylinder. In: *Vakuum-Technik* 13 (1964), S. 141–145

- [Fiedler u. Schirmer 1988] FIEDLER, R. ; SCHIRMER, G.: Säulenwachstum bei aufgedampften schichten. In: *Thin Solid Films* 167 (1988), Nr. 1-2, S. 281 – 290. – ISSN 0040–6090
- [Fizeau 1862] FIZEAU: In: *Comptes Rendus* 54 (1862), 1237 S.
- [Goodman 1962] GOODMAN, F.: The dynamics of simple cubic lattices. I. Applications to the theory of thermal accommodation coefficients. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 23 (1962), September, S. 1269–1290
- [Haferkorn 2003] HAFERKORN, Heinz: *Optik: Physikalisch-Technische Grundlagen Und Anwendungen (German Edition)*. Wiley-VCH Verlag GmbH, 2003. – ISBN 3527403728
- [Harris u. a. 1979] HARRIS, M. ; MACLEOD, H.A. ; OGURA, S. ; PELLETIER, E. ; VIDAL, B.: The relationship between optical inhomogeneity and film structure. In: *Thin Solid Films* 57 (1979), Nr. 1, S. 173 – 178. – ISSN 0040–6090
- [Hass u. Waylonis 1961] HASS, G. ; WAYLONIS, J. E.: Optical Constants and Reflectance and Transmittance of Evaporated Aluminum in the Visible and Ultraviolet. In: *Journal of the Optical Society of America (1917-1983)* 51 (1961), Juli, S. 719–+
- [Hermanutz 2010] HERMANUTZ, Stephan: Dokumentation der Bedampfungsanlage / Universität Tübingen. 2010. – Forschungsbericht
- [Hertz 1882] HERTZ, H.: Ueber die Verdunstung der Flüssigkeiten, insbesondere des Quecksilbers, im luftleeren Raume. In: *Annalen der Physik* 17 (1882), S. 177–193
- [Herzfeld 1935] HERZFELD, K. F.: On the Speed of Sublimation and Condensation. In: *Journal of Chemical Physics* 3 (1935), Juni, S. 319–323
- [Herzfeld 1925] HERZFELD, K.F.: Kinetische Theorie der Wärme. In: *Lehrbuch der Physik*. F. Vieweg & Sons, Braunschweig, 1925
- [Hines 1957] HINES, R. L.: Radiation Effect of Positive Ion Bombardment on Glass. In: *Journal of Applied Physics* 28 (1957), Mai, S. 587–591
- [Hirth 1963] HIRTH, Pound G. J.P.: *Condensation and Evaporation, Nucleation and Growth Kinetics*. The Macmillan Company, New York, 1963
- [Hoffman 1982] HOFFMAN, R.W.: Micromechanics of films, fibrils and interfaces—an overview. In: *Thin Solid Films* 89 (1982), Nr. 2, S. 155 – 164. – ISSN 0040–6090
- [Kern 2008] KERN, Dieter: *Vorlesungsscript zu Einführung in Mikrostrukturen und Halbleitertechnologie*. 2008
- [Kinosita 1972] KINOSITA, Koreo: Recent developments in the study of mechanical properties of thin films. In: *Thin Solid Films* 12 (1972), Nr. 1, S. 17 – 28. – ISSN 0040–6090

- [Knudsen 1909] KNUDSEN, Martin: Experimentelle Bestimmung des Druckes gesättigter Quecksilberdämpfe bei 0° und höheren Temperaturen. In: *Annalen der Physik* 29 (1909), S. 179–193
- [Knudsen 1915] KNUDSEN, Martin: Die maximale Verdampfungsgeschwindigkeit des Quecksilbers. In: *Annalen der Physik* 47 (1915), S. 697–708
- [Kossel 1938] KOSSEL, W.: Existenzbereiche von Aufbau- und Abbauvorgängen auf der Kristallkugel. In: *Annalen der Physik* 33 (1938), S. 651–660
- [Langmuir 1913] LANGMUIR, I.: In: *Physikalische Zeitschrift* 14 (1913), 1273 S.
- [Laurent 1883] LAURENT, L.: Appareils d'optique destinés à contrôler les surfaces planes, parallèles, perpendiculaires et obliques. In: *Journal de Physique Théorique et Appliquée* 2 (1883), S. 411
- [Lennard-Jones 1937] LENNARD-JONES, J. E.: The Interaction of Atoms and Molecules with Solid Surfaces. XI. The Dispersal of Energy from an Activated Link. In: *Royal Society of London Proceedings Series A* 163 (1937), November, S. 127–131
- [Lewis 1967] LEWIS, B.: Bond energy formulations of heterogeneous nucleation theory. In: *Thin Solid Films* 1 (1967), Nr. 2, S. 85 – 107. – ISSN 0040–6090
- [Maissel u. Glang 1970] MAISSEL, L. I. ; GLANG, R. ; MAISSEL, L. I. & GLANG, R. (Hrsg.): *Handbook of thin film technology*. 1970
- [Miller u. Bolef 1968] MILLER, J. G. ; BOLEF, D. I.: Sensitivity Enhancement by the Use of Acoustic Resonators in cw Ultrasonic Spectroscopy. In: *Journal of Applied Physics* 39 (1968), September, S. 4589–4593
- [Müller u. Pulker 1994] MÜLLER, Theo ; PULKER, Hans K.: Shock fracture replicas for thin film microstructure investigation in a transmission electron microscope. In: *Thin Solid Films* 246 (1994), Nr. 1-2, S. 42 – 46. – ISSN 0040–6090. – Special Issue: Frontiers in Thin Film Research
- [Movchan 1969a] MOVCHAN, Demchishin A. B.A.: In: *Fiz. Met. Metalloved* 28 (1969), 653 S.
- [Movchan 1969b] MOVCHAN, Demchishin A. B.A.: In: *Fizika Metall*. 28 (1969), 83 S.
- [Nieuwenhuizen 1966] NIEUWENHUIZEN, Haanstra H. J.M.: In: *Philips Technical Review* 27 (1966), 87 S.
- [Pelzer 1939] PELZER, H. ; VOLMER, M. (Hrsg.): *Kinetik der Phasenbildung*. Theodor Steinkopf Verlag, Dresden, 1939
- [Polanyi 1928] POLANYI, Wigner E. M.: In: *Zeitschrift für physikalische Chemie* 139A (1928), 439 S.

- [Pulker u. a. 1976] PULKER, H. K. ; PAESOLD, G. ; RITTER, E.: Refractive indices of TiO₂ films produced by reactive evaporation of various titanium-oxygen phases. In: *Applied Optics* 15 (1976), Dezember, S. 2986–2991
- [Pulker 1999] PULKER, H.K.: *Coatings on Glas*. Second. Elsevier, 1999
- [Roache u. a. 2008] ROACHE, E. ; IRVIN, R. ; PERKINS, J. S. ; ET AL.: Mirror Facets for the VERITAS Telescopes. In: *International Cosmic Ray Conference* Bd. 3, 2008 (International Cosmic Ray Conference), S. 1397–1400
- [Ross u. Messier 1981] ROSS, R. C. ; MESSIER, R.: Microstructure and properties of rf-sputtered amorphous hydrogenated silicon films. In: *Journal of Applied Physics* 52 (1981), August, S. 5329–5339
- [Sauerbrey 1959] SAUERBREY, G.: Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. In: *Zeitschrift für Physik* 155 (1959), April, S. 206–222
- [Schiller u. Heisig 1976] SCHILLER, S. ; HEISIG, U.: *Bedampfungstechnik. Verfahren, Einrichtungen, Anwendungen*. Verlag Technik, Berlin, 1976
- [Schmidt-Kalar 1993] SCHMIDT-KALAR, Theodor: *Verfahren zur Beschichtung von Spiegeln hoher Reflektivität und Spiegel mit einer Beschichtung*. 1993
- [Schott 1894] SCHOTT, O.: In: *Annual Review of Physical Chemistry* 51 (1894), 730 S.
- [Sears 1956] SEARS, G. W.: Evaporation of Perfect Crystals. In: *Journal of Chemical Physics* 24 (1956), April, S. 868–873
- [Sella 1964] SELLA, Trillat J. C. ; FRANCOBE, M. H. (Hrsg.) ; SATO, H. (Hrsg.): *Single Crystal Films*. Pergamon Press, New York, 1964
- [Sigsbee 1967] SIGSBEE, Pound G. R.A.: Heterogeneous nucleation from the vapor. In: *Advances in Colloid and Interface Science* 1 (1967), Nr. 3, S. 335–390. – cited By (since 1996) 10
- [Smith 1969] SMITH, H.R.: Film thickness distribution on a rotating disc. In: *Annual Technical Conference of Society of Vacuum Coaters* (1969), S. 50–54
- [Thiene 1939] THIENE, H.: *Glas Band 2*. Fischer, 1939
- [Tolansky 1943] TOLANSKY, S.: An Interferometric Procedure for the Examination of Crystal Surfaces. In: *Nature* 152 (1943), Dezember, S. 722–723
- [Tolansky 1960] TOLANSKY, S. ; TOLANSKY, S. (Hrsg.): *Surface Microtopography*. Interscience Publishers, 1960
- [Walton 1962] WALTON, D.: Nucleation of Vapor Deposits. In: *Journal of Chemical Physics* 37 (1962), November, S. 2182–2188. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1732985>. – DOI 10.1063/1.1732985

- [Wessel 1953] WESSEL, H.: Die Benetzbarkeit von Glas durch Wasser und ihre Messung nach dem Kontaktwinkelverfahren. In: *Silikattechnik* 4 (1953), S. 59–63
- [Zachariasen 1932] ZACHARIASEN, W. H.: THE ATOMIC ARRANGEMENT IN GLASS. In: *Journal of the American Chemical Society* 54 (1932), Nr. 10, S. 3841–3851
- [Zinsmeister 1966] ZINSMEISTER, G. ; NIEDERMAYER, R. (Hrsg.) ; MAYER, H. (Hrsg.): *Basic Problems in Thin Films Physics*. Vandenhoeck and Ruprecht, Göttingen, 1966
- [Zwanzig 1960] ZWANZIG, R. W.: Collision of a Gas Atom with a Cold Surface. In: *Journal of Chemical Physics* 32 (1960), April, S. 1173–1177

A. Anhang

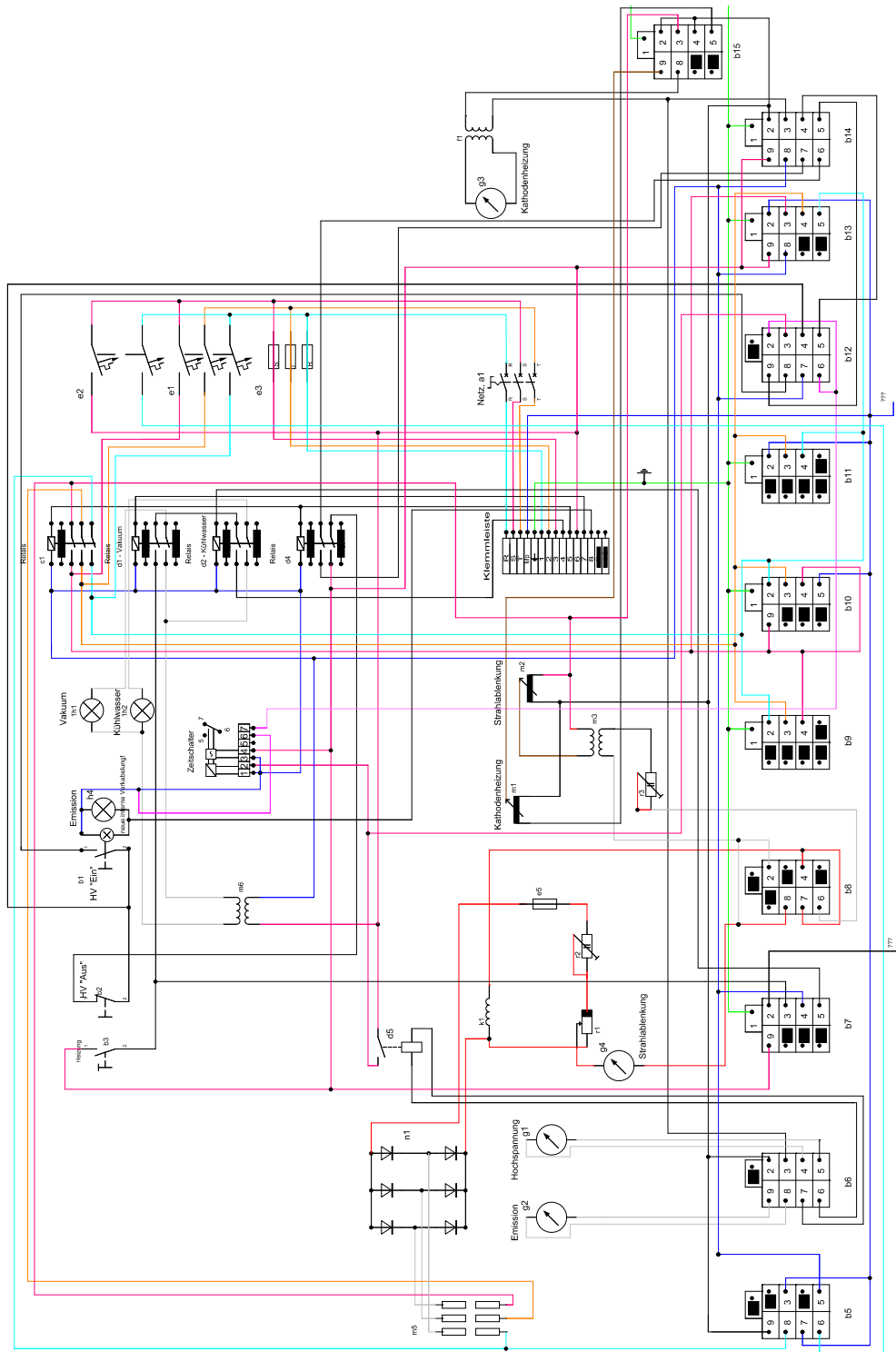


Abbildung A.1.: Verkabelung der Elektronenstrahlverdampfer-Steuerungseinheit

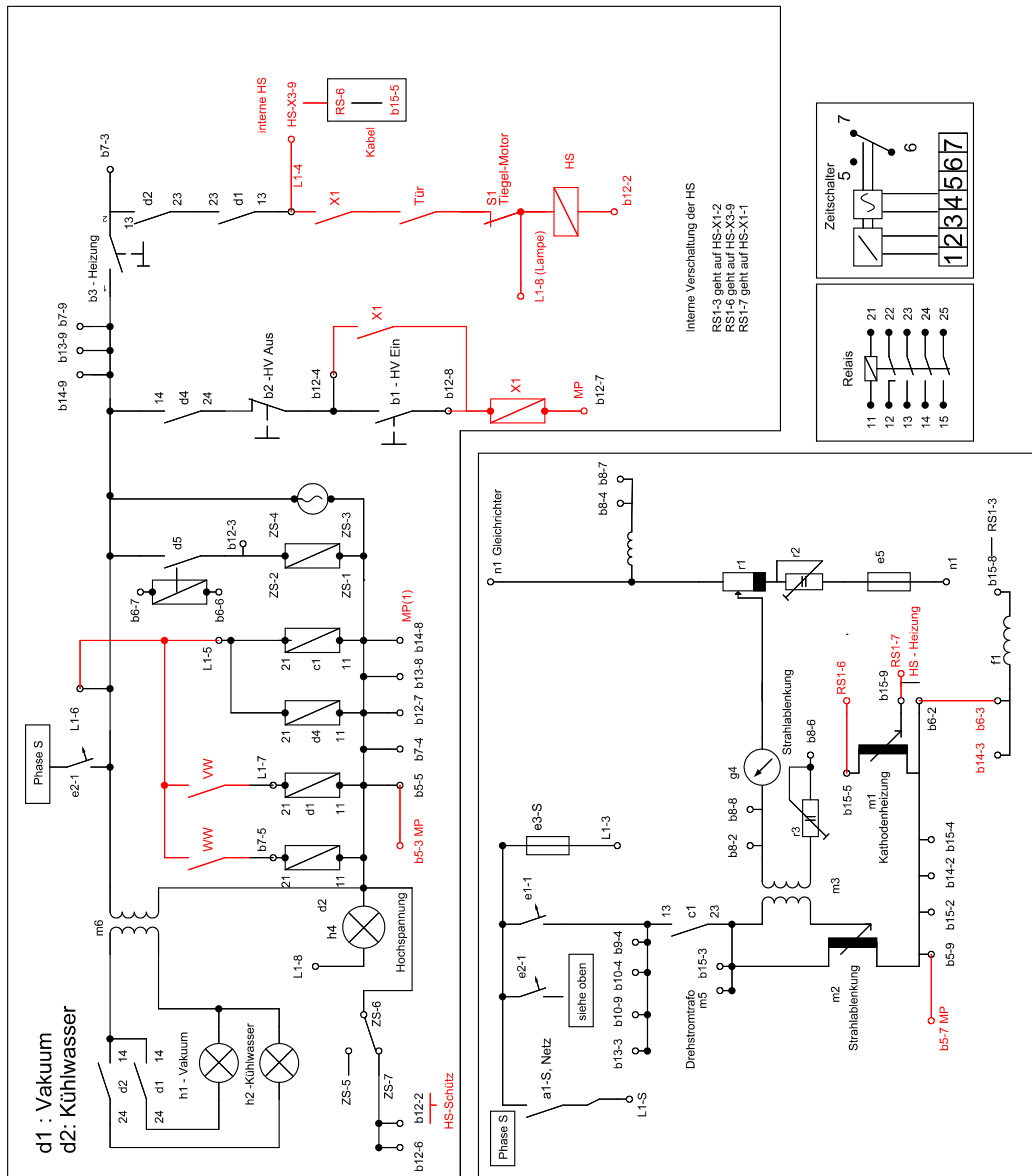


Abbildung A.2.: Von mir rekonstruierter Schaltplan des Elektronenstrahlverdampfers

Betreff:

Datum _____

Probennummer _____

Reinigung mit Tickopur UVBad Handreinigung
mit anschließendem
abspülen mit dest. Wasser Dauer min

Reinigung mit Alkohol UVBad Handreinigung
Dauer min

Trockenblasen mit Stickstoff um _____ Uhr

Start des Pumpvorgangs um _____ Uhr

Druck von 1E-5 mbar erreicht um _____ Uhr

Fluten mit Argon und geglimmen
Dauer min bei mA

Kühlung an um _____ Uhr

Start-Temperatur T1 °C T2 °C

Standarddruck von 5E-6mbar erreicht um _____ Uhr

Temperatur T1 °C T2 °C

exakter Druck A1 E-6mbar B1 E-6mbar

Anderer Druck um _____ Uhr

Temperatur T1 °C T2 °C

exakter Druck A1 mbar B1 mbar

Bedampfen mit Al um _____ Uhr

Schichtdicke(Soll) nm Anzeige nm

Vorheiztemp A Arbeitstemp A

Verdampfungsrate(anzeige) Dauer s

Schichtdicke(Ist) nm Anzeige nm

End-Druck/Temperatur um _____ Uhr

Temperatur T1 °C T2 °C

exakter Druck A1 E-6mbar B1 E-6mbar

Abbildung A.3.: Standardprotokoll für Bedampfung Seite 1

Bedampfen mit SiO₂ um _____ Uhr
 Schichtdicke(Soll) nm Anzeige nm
 Verdampfungsrate(anzeige) Dauer s
 Schichtdicke(Ist) nm Anzeige nm

Ausheizen an/Pumpen aus um _____ Uhr
Kammer öffnen um _____ Uhr
 Temperatur T1 °C T2 °C

Auswertung

Reflektionswerte in % mit Handreflektometer

UV(370nm)
 B(470nm)
 R(645nm)

Auswertung mit jaz Dateiname _____

Auswertung Tapetest

Tape-Sorte	_____	Gewicht	<input type="text"/> kg	<input type="text"/>	Bestanden
Tape-Sorte	_____	Gewicht	<input type="text"/> kg	<input type="text"/>	
Tape-Sorte	_____	Gewicht	<input type="text"/> kg	<input type="text"/>	

Abbildung A.4.: Standardprotokoll für Bedampfung Seite 2

Probe	Datum	Betreff	Trockpur	US-Bad	Alk	US-Bad	N2-Zeit	Pump-Start	Beglimmen			Kühlung			Bedampfen mit Al			
									Zeit	Dauer	Strom	Zeit	T1	T2	Zeit	T1	T2	A1
5+6	29/30.11	Min. Druck	0	5	0	5	9:30	10:15	11:50	5	200	13:18	15	17	13:46	8,4	14,1	7,3E-7
7+8	30. Nov	Std. Probe	0	5	0	5	14:40	14:41	16:17	5	200	16:17	21	23	16:30	9,4	21,2	8,0E-6
9+10	01. Dez	Std. Probe	0	5	0	5	08:55	08:57	10:30	5	200	10:33	16	22	11:05	8,5	14,9	3,30E-06
11+12	01. Dez	Std. Probe	0	5	0	5	11:40	11:42	13:44	5	200	13:44	16	22	14:15	8,5	15	4,40E-06
13+14	01. Dez	Std. Probe	0	5	0	5	14:51	14:53	09:05	5	210	09:05	17	17	09:32	9,1	14,1	3,50E-06
15+16	02. Dez	2.Eichung	0	5	0	5	10:15	10:16	11:41	5	200							
17+18	02. Dez	Probe mit 2ter E	0	5	0	5	16:40	16:41	09:13	5	200	09:14	15	16	09:34	9,1	13,9	3,70E-06
19+20	06. Dez	Std. Handreinig	0	0	0	0	10:08	10:10	11:30	5	210	11:30	19	22	11:48	7,8	16,6	5,70E-06
21+22	06. Dez	Std. Handreinig	0	0	0	0	12:10	12:12	13:43	5	200	13:43	16	20	14:04	7,7	15,6	4,40E-06
23+24	06. Dez	Std. Handreinig	0	0	0	0	14:31	14:34	16:00	5	200	16:00	15	23	16:34	7,6	13,9	2,90E-06
25+26	07. Dez	Std. Handreinig	0	0	0	0	08:44	08:47	10:23	5	200	10:23	17	20	10:41	6,6	16,5	4,10E-06
27+28	07. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	5	0	5	11:11	11:13	13:22	5	200	13:32	17	20	14:03	6,8	12,3	1,70E-06
29+30	07. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	5	0	5	14:24	14:27	08:41	5	200	08:45	15	16	09:00	7,1	15,8	3,10E-06
31+32	08. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	5	0	5	09:24	09:26	10:52	5	200	10:52	18	22	11:10	7,7	19,9	4,00E-06
33+34	09. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	5	0	5	09:00	11:27	13:21	5	200	13:21	21	20	13:37	7,1	17,4	4,30E-06
35+36	09. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	0	0	0	14:05	14:07	15:34	5	200	15:34	18	24	15:34	7,2	17,9	4,90E-06
37+38	10. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	0	0	0	08:49	08:51	10:11	5	200	10:11	17	22	10:36	7,7	15,5	4,00E-06
39+40	10. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	0	0	0	11:07	11:09	13:15	5	200	13:15	21	22	13:38	7	15	2,70E-06
41+42	13. Dez	Std. ohne Tickopur mit	0	0	0	0	09:45	09:47	11:22	5	200	11:22	20	20	11:44	7,6	14,7	4,80E-06
43+44	13. Dez	Std. Konfi, volle	0	5	0	5	12:06	12:10				13:41	18	21	13:58	7,1	15,3	3,50E-06
45+46	14. Dez	Std. Konfi, volle	0	5	0	5	14:20	14:22				16:02	8	23	16:20	7	16,9	3,20E-06
47+48	14. Dez	Std. Konfi, volle	0	5	0	5	16:48	16:51				18:14	16	21	18:32	6	17	2,50E-06
49+50	15. Dez	Std. Konfi, volle	0	5	0	5	08:12	08:14				09:43	17	20	10:12	7	13,2	2,50E-06
51+52	15. Dez	Std. konfi, Hand	0	0	0	0	10:44	10:47				12:38	17	21	13:02	6,5	11,1	1,30E-06
53+54	16. Dez	Std. konfi, Hand	0	0	0	0	10:23	10:27				11:33	21	17	11:50	6,1	16,6	3,80E-06
55+56	16. Dez	Std. konfi, Hand	0	0	0	0	12:24	12:26				13:34	17	21	14:18	6,4	12,5	2,20E-06
57+58	16. Dez	Std. konfi, Hand	0	0	0	0	15:02	15:05				16:05			16:35	6,2	13	3,60E-06
59+60	17. Dez	Std.Konfi. Volle	0	5	0	5	09:48	10:03	11:18	5	200	11:15	17	21	11:35	6	15,1	3,60E-06
61+62	17. Dez	Std.Konfi. Volle	0	5	0	5	12:02	12:17	13:43	5	200	13:43	17	20	14:01	6	16,1	4,50E-06
63+64	20. Dez	Std.Konfi. Volle	0	5	0	5	09:12	09:27	10:48	5	200	10:48	17	19	11:14	6	12,8	3,60E-06
65+66	20. Dez	Std.Konfi. Volle	0	5	0	5	11:28	11:43	13:05	5	200	13:05	18	20	13:05	5,5	13,8	2,80E-06
67+68	20. Dez	Std. Konfi, 2,5m	0	5	0	5	13:56	14:00	15:24	3	200	15:24	19	22	15:40	5,8	18,4	2,50E-06
69+70	20. Dez	Std. Konfi, 2,5m	0	5	0	5	16:05	16:07	18:17	3	200	18:18	15	21	18:40	5,7	13,8	1,80E-06
71+72	21. Dez	Std. Konfi, 2,5m	0	5	0	5	09:00	09:02	10:23	3	200	10:23	18	21	10:45	5,8	14,3	2,80E-06
73+74	21. Dez	Std. Konfi, 2,5m	0	5	0	5	11:13	11:16	13:14	3	200	13:14	15	21	13:39	5,7	12,5	1,60E-06
75+76	21. Dez	Std. Konfi, 10mi	0	5	0	5	14:03	14:05	15:20	10	200	15:20	17	21	15:49	5,7	13,2	3,00E-06
77+78	21. Dez	Std. Konfi, 10mi	0	5	0	5	16:16	16:18	17:22	10	200	17:22	19	24	17:47	5,6	14,8	4,60E-06
79+80	22. Dez	Std. Konfi, 10mi	0	5	0	5	08:03	08:30	14:53	10	200	15:03	16	18	15:19	5,1	14,1	1,40E-06
81+82	27. Dez	Std. Konfi, 10mi	0	5	0	5	09:13	10:40	11:50	10	200	11:50	16	19	12:47	5,9	10,4	1,80E-06
83+84	27. Dez	25nm SiO	0	5	0	5	13:20	13:22	14:50	5	200	14:50	17	20	15:08	6,4	18,8	3,50E-06
85+86	27. Dez	25nm SiO	0	5	0	5	15:32	15:34	16:48	5	200	16:48	18	21	17:07	5,5	14,6	3,40E-06
87+88	27. Dez	25nm SiO	0	5	0	5	17:28	17:30	09:25	5	200	09:25	15	15	09:47	6,1	12,3	3,10E-06
89+90	28. Dez	25nm SiO	0	5	0	5	10:16	10:18	11:40	5	200	11:40	18	21	11:55	6	17,5	3,90E-06
91+92	28. Dez	50nm SiO	0	5	0	5	12:18	12:24	13:50	5	200	13:50	18	21	14:10	5,5	14,7	2,80E-06
93+94	28. Dez	50nm SiO	0	5	0	5	16:58	17:00	08:48	5	200	08:58	16	16	09:06	5,8	12,7	2,60E-06
95+96	29. Dez	50nm SiO	0	5	0	5	13:50	13:53	15:17	5	200	15:17	9	1	15:36	5,4	10,4	4,50E-06
97+98	07. Jan	50nm SiO	0	5	0	5	09:04	09:06	10:32	5	200	10:37	19	21	11:06	5,2	11,8	2,50E-06
99+100	29. Dez	75nm SiO	0	5	0	5	09:32	09:34	10:50	5	200	10:50	15	15	11:06	5,4	14,6	4,00E-06
101+102	29. Dez	75nm SiO	0	5	0	5	11:30	11:32	13:08	5	200	13:08	20	23	13:26	5,2	14,3	2,70E-06
103+104	07. Jan	75nm SiO	0	5	0	5	11:27	11:30	13:42	5	200	13:42	19	20	14:13	5,1	11,2	1,40E-06
105+106	07. Jan	75nm SiO	0	5	0	5	14:39	14:42	16:00	5	200	16:00	21	24	16:19	5	14	2,40E-06

Abbildung A.5.: Testplan aller Proben Teil 1

Bedampfen mit SiO2														Reflektion (mittel)		
B1	Zieldicke	Rate	Zeit	T1	T2	A1	B1	Zieldicke	Rate	ist	Ausheizen	Kammer	370nm	470nm	645nm	
7,2E-7	146	40	149	13:51	8,2	13,7	8,4E-7	8,5E-7	100	10	102	13:57	14:30	92,7	89,8	81,4
9,80E-06	146	30	146,7	16:33	9,2	19,6	3,80E-06	4,70E-06	100	10	99,9			91,4	87	81,4
3,50E-06	146	25	147,6	11:10	8,5	14,2	2,00E-06	2,40E-06	100	14	101,1	11:15	11:35	91,8	87,5	81,3
5,00E-06	146	30	147	14:21	8,4	14,4	1,90E-06	2,10E-06	100	15	99,9	14:25	14:45	91,4	87	80,9
4,00E-06	146	25	146	09:38	8,6	13,7	2,90E-06	3,30E-06	100	15	103,4	09:41	10:10	91,1	90,2	81,6
				13:12	8,1	13,6	1,40E-06	1,50E-06	100	20		13:16	14:45			
4,20E-06	146	45	151	09:37	8,6	13,4	2,20E-06	2,80E-06	100	17	99,2	09:42	10:05	91,3	87,2	81,2
6,70E-06	146	45	148,7	11:51	7,8	15,8	3,30E-06	3,80E-06	100	11	99,5	11:55	12:08	91,2	90,2	82,1
5,20E-06	146	45	149,9	14:06	7,6	14,9	2,90E-06	3,40E-06	100	17	100,2	14:10	14:27	92,1	89,2	81,0
3,10E-06	146	40	148,4	16:36	7,5	13,8	1,90E-06	2,20E-06	100	10	99,6	16:41	08:38	91,7	90,4	82,1
4,70E-06	146	44	147,9	10:45	6,5	15,1	2,80E-06	3,20E-06	100	11	100,0	10:48	11:08	91,0	86,7	81,2
1,90E-06	146	45	149,3	14:06	6,8	12	1,50E-06	1,60E-06	100	25	99,3	14:09	14:25	89,1	83,8	81,6
3,50E-06	146	42	146,2	09:03	6,6	14,3	2,10E-06	2,50E-06	100	10	100,1	09:06	09:24	89,0	83,1	82,0
5,00E-06	146	35	145,5	11:13	6,7	18,1	2,80E-06	3,20E-06	100	11	99,6	11:16	11:45	89,2	84,8	80,6
4,90E-06	146	37	145,6	13:40	6,9	16,4	3,40E-06	3,90E-06	100	12	99,9	13:43	14:00	90,8	85,6	81,8
5,80E-06	146	35	143,1	15:55	6,9	16,9	3,00E-06	3,40E-06	100	11	99,6	15:58	08:43	91,3	88,1	80,5
4,50E-06	146	35	146,6	10:39	7,2	15	2,70E-06	3,10E-06	100	11	99,9	10:43	10:58	92,3	90,4	82,7
3,00E-06	146	50	147,7	13:40	6,7	14,5	1,80E-06	2,00E-06	100	8	100,2	13:44	14:06	92,4	91,1	83,7
5,60E-06	146	60	145,9	11:46	7,2	14,2	3,00E-06	3,40E-06	100	11	102,2	11:50	12:07	89,8	83,8	80,7
4,40E-06	146	40	145,5	14:00	6,9	14,5	2,70E-06	3,10E-06	100	5	100,8	14:06	14:24	90,1	85	82,2
3,50E-06	146	38	146,2	16:22	6,9	15,9	1,50E-06	1,70E-06	100	5	100,2	16:22	16:45	89,7	84,4	82,1
2,80E-06	146	55	146,4	18:34	5,9	16,2	1,90E-06	2,10E-06	100	6	99,9	07:28	07:48	88,6	83,1	83,9
2,80E-06	146	48	146,7	10:17	6,9	12,9	1,80E-06	2,10E-06	100	10	101,0	10:17	10:39	92,0	87,6	80,6
1,30E-06	146	46	145,6	13:29	6,3	11	1,30E-06	1,40E-06	100	15	99,9	13:22	13:49	85,3	83,1	84,7
4,20E-06	146	50	146,5	11:52	6	15	3,10E-06	3,50E-06	100	14	100,2	11:55	12:20	92,6	88,5	80,3
2,20E-05	146	50	146,8	14:22	6,5	1,2	2,30E-06	2,40E-06	100	10	100,2	14:23	15:05	92,4	87,7	80,3
4,00E-06	146	50	146,6	16:37	6,2	12,7	2,90E-06	3,20E-06	100	14	100,7	09:15	10:00	92,1	87,8	80,7
4,00E-06	146	53	152,6	11:39	6	13	2,40E-06	2,80E-06	100	15	100,7	11:41	12:04	92,5	87,5	81,1
5,10E-06	146	60	144,3	14:03	6	13,4	2,40E-06	2,70E-06	100	15	101,6	14:06	14:21	92,5	88,9	81,1
4,10E-06	146	51	146,2	11:18	6	12	2,20E-06	2,40E-06	100	14	99,0	11:20	11:38	92,4	87,5	81,1
3,10E-06	146	65	147,1	13:32	5,9	13	1,90E-06	2,30E-06	100	11	99,6	13:36	13:54	89,6	84,2	83,2
2,80E-06	146	50	146,1	15:42	5,7	17,3	1,80E-06	1,90E-06	100	6	99,9	15:46	16:03	89,4	87,4	81,2
2,00E-06	146	50	146,7	18:42	5,7	13,4	1,50E-06	1,6E-6	100	12	100,5	08:20	08:55	91,8	86,9	81,3
3,00E-06	146	50	146,2	10:47	5,8	13,8	2,00E-06	2,30E-06	100	16	101,0	10:51	11:06	91,1	85,7	81,8
1,70E-06	146	52	146,6	13:41	5,6	12	1,40E-06	1,50E-06	100	15	100,1	13:44	14:03	91,9	86,7	81,3
3,20E-06	146	50	144,5	15:52	5,6	12,6	2,80E-06	3,00E-06	100	14	99,5	15:55	16:14	92,2	88	80,5
5,20E-06	146	50	145,3	17:52	5,6	13,4	2,50E-06	2,60E-06	100	12	99,9	07:40	08:02	91,4	85,9	81,4
1,50E-06	146	40	144,6	15:32	5,2	11,2	7,40E-07	8,60E-07	100	14	100,4	10:45	11:00	91,4	86,5	81,6
2,00E-06	146	45	146,1	12:49	5,9	10,3	1,60E-06	1,80E-06	100	10	100,7	12:53	13:08	92,7	89,9	81,7
4,00E-06	136	45	137,5	15:11	6	16,9	2,20E-06	2,70E-06	25	10	25,1	15:14	15:29	88,9	90,2	89,8
3,80E-06	136	55	134,6	17:09	5,8	13,9	2,30E-06	2,70E-06	25	10	25,4	17:11	17:26	89,2	89,9	89,5
3,50E-06	136	50	136,1	09:49	5,9	11,8	2,00E-06	2,60E-06	25	7	25,1	09:52	10:10	89,4	89,6	89,4
4,40E-06	136	55	135,5	11:57	5,9	16,4	2,50E-06	2,90E-06	25	12	25,6	11:59	12:15	89,3	89,7	89,4
3,00E-06	183	65	183	14:13	5,5	13,8	1,80E-06	2,10E-06	50	10	50,2	14:16	14:30	84,4	85,7	87,1
2,90E-06	183	65	182,5	09:10	5,6	11,6	2,30E-06	2,50E-06	50	10	50,3	09:13	09:29	84,9	84,9	86,4
4,80E-06	183	60	183	15:38	5,2	9,8	3,60E-06	4,30E-06	50	10	49,6	08:45	09:00	86,4	84,1	85,5
2,80E-06	183	65	183,6	11:07	5,2	11,3	1,60E-06	1,70E-06	50	9	50,3	11:11	11:25	86,9	84	85,2
4,50E-06	151	50	151,3	11:09	5,4	13,6	2,80E-06	3,10E-06	75	10	75,1	11:13	11:25	90,5	85,2	82,5
2,90E-06	151	45	149,9	13:29	5,2	13,8	1,80E-06	2,00E-06	75	10	74,5	13:31	13:45	92,0	86,8	80,7
1,50E-06	151	75	153,7	14:15	5,1	10,9	1,20E-06	1,30E-06	75	11	74,7	14:13	14:48	86,5	82,9	84,4
2,50E-06	151	55	152,3	16:22	5,1	13,2	2,30E-06	2,80E-06	75	11	76,0	16:24	16:40	86,0	83,2	85

Abbildung A.6.: Testplan aller Proben Teil 2