

# Untersuchung von Magnetronsputterprozessen zur Herstellung optischer Präzisionsbeschichtungen

Von der Fakultät für Mathematik und Physik  
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften

Dr. rer. nat.

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Phys. Daniel Wilhelm Christoph Rademacher

geboren am 24.04.1983 in Helmstedt

2013

Referent: Prof. Dr. Uwe Morgner  
Korreferent: Prof. Dr. Detlev Ristau  
Korreferent: Prof. Dr. Günter Bräuer  
Tag der Promotion: 19.04.2013

# Kurzzusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit werden zwei Beschichtungssysteme auf ihre Eignung zur Herstellung von präzisionsoptischen Beschichtungen untersucht. Dabei kommen ein Sputter-Down-System, welches mit planaren Targets arbeitet und ein Sputter-Up-System, welches zylindrische Magnetrons und eine zusätzliche Plasmaquelle zur Herstellung der Schichten verwendet, zum Einsatz. Eingangs werden die morphologischen und optischen Eigenschaften der Schichten, die im Sputter-Down-Verfahren hergestellt werden, untersucht. Auf Basis dieser Untersuchungen wird das Sputter-Up-System entwickelt. Hier werden die verschiedenen Prozessführungen reaktiv, teilreaktiv und metallisches Sputtern mit Nachoxidation untersucht und verglichen. Dabei werden insbesondere die Möglichkeiten der Verbesserung der Schichtuniformität, die Partikelkontamination in Abhängigkeit der eingesetzten Magnetrons, die erreichten optischen Konstanten und die Streueigenschaften der Schichten sowie die Auswirkungen dieser Eigenschaften auf die Performance optischer Filtersysteme gezeigt und diskutiert.

Nach der Untersuchung und Diskussion unterschiedlicher Schichteigenschaften und Prozessparameter, wie Sputterleistung, Plasmaquellenleistung und verschiedener Druckverhältnisse wird die Leistungsfähigkeit des Systems anhand der Herstellung eines komplexen optischen Filtersystems demonstriert. Gegenüber konventionellen Magnetronsputteranlagen, in denen typischerweise planare Targets in einer Sputter-Down-Anordnung eingesetzt werden, wurde das neue Beschichtungssystem auf Basis rotierender zylindrischer Targets in einer Sputter-Up-Anordnung ausgelegt. Neben einer erhöhten Targetmaterialausbeute besitzt das System hervorragende Performance bezüglich einer geringen Kontamination der Schichten mit Partikeln und der Langzeitstabilität der Uniformität der Schichtdickenverteilung. Durch das neu entwickelte System bewegt sich die Magnetronsputtertechnologie, die sich, gemessen an der Schichtqualität und dem Durchsatz, aktuell zwischen dem Aufdampfen und der Ionenstrahlsputtertechnik einordnet, weiter in Richtung der Qualität ionenstrahlgesputterter Schichten, wobei der für das Magnetronsputtern typische Durchsatz erhalten bleibt. Es wird gezeigt, dass die Schichteigenschaften und Prozesse auf dem aktuellen Stand der Technik (Brechungsindex, Verspannung, Morphologie) liegen und einige Eigenschaften (Langzeitstabilität, Partikelkontamination, Kosteneffizienz) diesen übertreffen können.

Schlagnworte: Magnetronsputtern, Interferenzoptik, Beschichtungen.

# Abstract

In this work the suitability of two coating systems for the production of optical precision coatings are examined. A sputter-down system, which uses planar targets and a sputter-up system which uses cylindrical magnetrons and an additional plasma source to manufacture optical coatings, are investigated. Initially, the morphological and optical properties of the layers, which are produced by the sputter-down system are investigated. Based on these investigations, the new sputter-up coating system is developed. The different sputtering regimes reactive sputtering, partially reactive sputtering and metallic sputtering using the plasma source to oxidize the atoms are examined and compared. In particular the possibilities of improving the layer thickness uniformity, the particle contamination depending on the used magnetrons, the achievable optical constants, the scattering properties of the layers and the impact of these characteristics on the performance of an optical filter systems is shown and discussed.

After the examination and discussion of the different film properties and process parameters, such as the sputtering current, the power of the plasma source and different pressure conditions, the new sputtering system's performance is demonstrated by the production of a complex optical filter system. Compared to conventional magnetron sputtering systems where planar targets in a sputter-down configuration are typically used the new coating system is based on rotating cylindrical targets in a sputter-up configuration. In addition to an increased rate of target material yield, the system shows excellent performance with respect to the low particle contamination of the layers and the long-term stability of the uniformity of the film thickness distribution. With the newly developed system the magnetron sputter technology, which - in terms of film quality and throughput - currently ranges between evaporation and ion-beam sputtering, takes another step towards the quality of ion beam sputtered layers, while the typical throughput of magnetron sputtering is maintained. It is shown that the layer properties and the processes can keep up with the current state of the art (refractive index, layer stress, morphology) and some of the characteristics (long-term stability, particle contamination, cost efficiency) can outperform the state of the art.

Keywords: Magnetron sputtering, optical filters, coatings.



# Danksagung

Ich möchte diese Gelegenheit nutzen, mich bei denen zu bedanken, die mich bei der Anfertigung dieser Dissertation unterstützt haben.

- Herrn Professor Dr. Uwe Morgner, Herrn Professor Dr. Detlev Ristau und Herrn Prof. Dr. Günter Bräuer, die die Betreuung dieser Arbeit übernommen und mich bei der Anfertigung dieser Arbeit durch wichtige Ratschläge unterstützt haben.
- Dr. Michael Vergöhl für die Möglichkeit, die vorliegende Arbeit in seiner Abteilung anzufertigen sowie für die wertvollen Diskussionen und Verbesserungsvorschläge sowie das entgegengebrachte Vertrauen.
- Der Arbeitsgruppe „Optische Funktionsschichten“ des Fraunhofer IST für die zahlreichen Diskussionen, Kritiken, Ratschläge und sehr offene und angenehme Zusammenarbeit. Hier sind Benjamin Fritz, Hans-Ulrich Kricheldorf, Eike Schnorbus und Tobias Zickenrott besonders hervorzuheben.
- Meinem geschätzten Freund und Kollegen Stefan Bruns für zahlreiche Tipps und die Unterstützung bei unterschiedlichsten Fragestellungen.
- Dr. Andreas Pflug für vielen Diskussionen zum Thema Magnetronspütern und die zahlreich durchgeführten Simulationen.
- Lars Jensen vom Laser Zentrum Hannover für die Cavity-Ring-Down Messungen.
- Alexander Janzen und Tobias Graumann für die wertvolle Unterstützung bei der Anfertigung dieser Arbeit.
- Meinen Eltern Regina und Christoph Rademacher, die in jeglicher Hinsicht die Grundsteine für meinen Weg gelegt haben.
- Meiner Frau, die mich stets in meiner Arbeit bestärkt, motiviert und unterstützt hat.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Sputterdeposition . . . . .	5
2.1.1	Beschreibung von Niederdruckplasmen . . . . .	5
2.1.2	Magnetronspütern . . . . .	8
2.1.3	Reaktives Magnetronspütern . . . . .	11
2.1.4	Ionenunterstützung und metallisches Spütern mit Nachoxidation . . . . .	13
2.1.5	Zylindrische Targets . . . . .	14
2.1.6	Schichtwachstum . . . . .	15
2.1.7	Schichtspannung . . . . .	23
2.1.8	Partikelkontamination . . . . .	26
2.2	Interferenzfilter . . . . .	28
2.2.1	Materialkonstanten . . . . .	29
2.2.2	Dispersionsmodelle . . . . .	30
2.2.3	Mathematische Darstellung von Interferenzfiltern . . . . .	36
2.2.4	Design von Interferenzfiltern . . . . .	40
<b>3</b>	<b>Methoden der Schichtcharakterisierung</b>	<b>42</b>
3.1	Optische Schichtcharakterisierung . . . . .	42
3.1.1	Photometrie . . . . .	42
3.1.2	Spektroskopische Ellipsometrie . . . . .	44
3.2	Röntgenreflektometrie . . . . .	47
3.3	Konfokale Lasermikroskopie . . . . .	50
3.4	Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	52
3.5	Messung der Schichtspannung . . . . .	53
3.6	Cavity-Ring-Down-Spektroskopie . . . . .	53

<b>4</b>	<b>Untersuchung des Sputtersystems DYSCUS</b>	<b>56</b>
4.1	Experimenteller Aufbau . . . . .	57
4.1.1	Optisches Monitoringkonzept . . . . .	59
4.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	60
4.2.1	Homogenisierung der Schichtdickenverteilung . . . . .	60
4.2.2	Partikelkontamination . . . . .	66
4.2.3	Ausgewählte Schichteigenschaften . . . . .	73
4.2.4	Herstellung und Charakterisierung von Interferenzfiltern . . . . .	78
4.3	Zusammenfassung der Vorarbeiten . . . . .	79
<b>5</b>	<b>Untersuchung des Sputtersystems EOSS</b>	<b>82</b>
5.1	Planung der Beschichtungsanlage . . . . .	82
5.2	Experimenteller Aufbau . . . . .	85
5.2.1	Optisches Monitoringkonzept . . . . .	88
5.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	89
5.3.1	Homogenisierung der Schichtdickenverteilung . . . . .	89
5.3.2	Partikelkontamination . . . . .	96
5.3.3	Eigenschaften von Siliziumdioxid und Tantalpentoxid Einzelschichten	98
5.3.4	Strukturelle und optische Eigenschaften von Interferenzfiltern . . .	114
5.3.5	Bestimmung der Verluste ausgewählter Schichten . . . . .	115
5.4	Fertigung eines Demonstrators . . . . .	120
5.5	Fazit . . . . .	131
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>133</b>
6.1	Ausblick . . . . .	135
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>137</b>
	<b>Lebenslauf</b>	<b>154</b>
	<b>Liste wissenschaftlicher Veröffentlichungen</b>	<b>156</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Optische Präzisionsfilter sind eine Schlüsselkomponente vieler industrieller Produkte der optischen Technologien und darüber hinaus. Ihre Anwendungen reichen von der Lasertechnik über Medizin- und Bioverfahrenstechnik, Analytik, Display-, Automobil- und Solarbis hin zur Spaceindustrie. Dabei limitieren oft die auf ein Bauteil aufgetragenen Beschichtungen selbst die Performance des Gesamtsystems. Die mit heutigen Verfahren realisierten Schichten sind oft noch weit von ihrer Idealstruktur (Dichte, Defekte, Verunreinigungen und Stöchiometrie) entfernt. Bei den aktuellen Beschichtungsverfahren müssen in der Regel Anwender und Beschichter gemeinsam entscheiden, welcher Kompromiss für das herzustellende Produkt optimal ist.

Zur Herstellung optischer Interferenzfilter steht heutzutage eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren zur Verfügung. Verdampfungsprozesse, bei denen Material durch thermische Einwirkung oder beispielsweise einen Elektronenstrahl verdampft wird, stellen nach wie vor die verbreitetste Methode zur Herstellung von Interferenzoptiken dar. Der Vorteil der verschiedenen Verdampfungsstechniken liegt in der erreichbaren Abscheiderate, die typischerweise zwischen 0,5 und 1,0 nm/s auf Kalottenflächen von bis zu 2 m Durchmesser liegt. Schiller et al. berichten in [1] sogar von Abscheideraten von bis zu 50 nm/s. Der Vorteil der großen zur Verfügung stehenden Beschichtungsfläche limitiert dieses Verfahren bei der wirtschaftlichen Herstellung von Chargen mit teils sehr geringen Stückzahlen. Aufgedampfte Schichten zeichnen sich in der Regel durch eine hohe Porosität aus und benötigen daher für die Anwendung in komplexeren Interferenzfiltern eine zusätzliche Ionenunterstützung zur Verdichtung der Schichten [2].

Eine weitere Herstellungsmethode stellt das Ionenstrahlputtern dar. Diese Prozesse eignen sich besonders für Anwendungen, bei denen es auf eine sehr hohe Präzision ankommt. Das Beschichtungsmaterial (Target) wird beim Ionenstrahlputtern mittels eines gerichteten Ionenstrahls zerstäubt. Der Vorteil liegt in der kinetischen Energie der schichtbildenden Teilchen, die deutlich höher ist als die Energie, die die Teilchen in Aufdampfprozessen besitzen. Durch diese hohe Energie wird die Schicht stärker bombardiert, was dazu führt, dass sehr dichte Schichten erzeugt werden können. Zusätzlich kommt oft ein weiterer breitbandiger Ionenstrahl („Dual Ion Beam Sputtering“) zum Einsatz, der auf das Substrat gerichtet wird und dort für eine weitere Verdichtung der aufwachsenden Schicht sorgt [3]. Typischerweise werden die Substrate bei diesem Verfahren nicht direkt unter dem zerstäubten Target angebracht, wodurch mögliche Bogenentladungen und die damit einhergehende Erzeugung von Partikeln im Optimalfall nicht zu einer Minderung der optischen Qualität der aufwachsenden Schicht führt. Die statische Rate bei diesen Prozessen liegt typischerweise im Bereich von  $0,1 \dots 0,3$  nm/s. Allerdings ist der Einsatz des Ionenstrahlputterns bei der Herstellung großer Chargen aufgrund der geringen Beschichtungsrate, die gleichzeitig auf relativ kleine Flächen limitiert ist, bei der Produktion größerer Stückzahlen nicht effizient genug.

Neben diesen Verfahren gewinnt auch das Magnetronputtern zunehmend an Bedeutung bei der Herstellung von Interferenzfiltern. Hier wird das Material ebenfalls zerstäubt, jedoch werden die geladenen Ionen nicht in einer externen Quelle erzeugt, sondern direkt vor dem Target durch Stöße zwischen Elektronen und Edelgasatomen (i.d.R. Argon) erzeugt. Üblicherweise können Sputterraten von mehreren Nanometern pro Sekunde realisiert werden. Ähnlich wie beim Ionenstrahlputtern liegt auch hier der Energieeintrag auf das Substrat, getragen von neutralen und geladenen Teilchen, deutlich oberhalb der Energie, die beim Verdampfen erreicht werden kann. Insgesamt positioniert sich das Magnetronputterverfahren beim aktuellen Stand der Technik, sowohl bezüglich der Rate als auch der Dichte und optischen Qualität der Schichten, zwischen den beiden anderen Beschichtungsverfahren Aufdampfen und Ionenstrahlputtern und unterliegt einer großen Entwicklungsdynamik.

Die Ausdrücke „Präzisionsoptik“ und „optische Präzisionsbeschichtungen“ sind Begriffe, die häufig in dieser Arbeit verwendet werden. Aufgrund der rasanten technologischen Entwicklungen unterliegen diese Begriffe jedoch einem stetigen Wandel. Verstand man in den 90er Jahren, in denen der Telekom-Boom die Entwicklungen vorantrieb, unter Präzision noch Abweichungen von einigen Prozent auf sehr kleinen Flächen, so existiert heute ein ganz

anderer Anspruch an Präzisionsoptiken. Getrieben von Consumerprodukten, wie beispielsweise den Smartphones mit mehreren Kameras und zahlreichen optischen Sensoren, werden die Prozesse immer weiter optimiert und die Kosten kontinuierlich gesenkt.

Eine aktuelle Definition des Begriffs wurde von Fred J. Van Milligen, Senior Direktor im Bereich Forschung und Entwicklung bei der Firma JDSU - einem der renommiertesten Hersteller von Interferenzoptiken - auf der 9. internationalen Konferenz zur Beschichtung von Glas und Kunststoffen gegeben. Demnach definiert JDSU [4] die hohe Präzision über Toleranzen von 0,5 % bei einer Anzahl von 75 bis hin zu 1000 separaten Schichten. Häufig wird hier die Abweichung der Lage eines Features im Transmissions- beziehungsweise Reflexionsspektrums gemessen und diese in das Verhältnis zur Wellenlänge gesetzt. Die Herausforderung liegt dabei nicht nur in der Kontrolle der Schichtdicken und der Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften, sondern auch in der Uniformität und Homogenität der abgedichteten Schichten selbst. Je nach Design können daher schnell Schichtdickenabweichungen und Uniformitäten von weniger als einem Nanometer gefordert werden. Um diese Toleranzen zu erreichen, müssen sehr stabile und vorhersehbare Prozesse existieren, die es ermöglichen die komplexen und präzisen Schichtsysteme zu günstigen Konditionen anzubieten.

Im Rahmen dieser Arbeit soll ein bestehendes Magnetronspattersystem unter dem Aspekt der Herstellung optischer Präzisionsbeschichtungen nach den aktuellen Anforderungen qualifiziert werden. Es schließen sich Untersuchungen der Schicht- und Prozesseigenschaften an. Dabei gilt es, insbesondere das Aufwuchsverhalten der Schichten und dessen Abhängigkeit von den Herstellungsparametern zu verstehen und die notwendigen Ansätze zu liefern, die Qualität der Schichten entscheidend zu verbessern. Dabei soll sowohl ein Augenmerk auf die optischen und morphologischen Eigenschaften der Schichten, wie optische Dichte, Absorption, optischer Shift und Schichtspannung als auch auf die Kontamination mit Partikeln gelegt werden. Partikel stellen, aufgrund des geringen Abstands zwischen dem als Partikelquelle geltenden Target und dem Substrat, gerade bei Magnetronspatterverfahren eine Herausforderung dar, für die in den letzten Jahren vielfältige Lösungsansätze entwickelt wurden. Dennoch stellen die heute typischen Partikelbelastungen durch Beschichtungsprozesse signifikante Keimquellen für morphologische Störungen im Gefüge aufwachsender Schichten dar und sollten nach Möglichkeit weiter reduziert oder ganz vermieden werden.

Aufbauend auf den in den Vorversuchen erzielten Ergebnissen wird dann ein neues System zur Produktion optischer Hochleistungsfiler geplant, realisiert und optimiert. Nach der Inbetriebnahme des neuen Beschichtungssystems werden geeignete Beschichtungsprozesse entwickelt und untersucht. Das Ziel ist dabei, Prozesse zu entwickeln, die die Herstellung komplexer optische Schichtsysteme mit mehr als 50 Einzelschichten erlauben. Verluste sollen bei diesen Schichtsystemen möglichst minimiert werden. Anhand eines Demonstrators wird gezeigt, dass die Beschichtungsanlage mit den entwickelten Prozessen in der Lage ist, qualitativ hochwertige Interferenzfilter herzustellen.

Neben der Beschichtungstechnik an sich stellt das Schichtdickenmonitoring während der Herstellung von Interferenzfiltern eine Schlüsselkomponente im Fertigungsablauf dar. Dabei kommen unterschiedlichste Systeme zum Einsatz [5]. Neben monochromatischer Photo- und Ellipsometrie gewinnt insbesondere die spektrale Photometrie in den letzten Jahren zunehmend an Bedeutung. So ist es möglich, bereits während des Beschichtungsprozesses Schichtdicken und optische Eigenschaften zu bestimmen und sofort kontrollierend in den Beschichtungsvorgang einzugreifen. Begleitend zu dieser Arbeit ist es daher notwendig, ein Monitoringsystem zu entwickeln, um den hohen Anforderungen bei der Fertigung komplexer optischer Filtersysteme gerecht zu werden.

Die Arbeit ist nach dieser Einleitung in fünf weitere Kapitel unterteilt. In Kapitel 2 wird zunächst auf die grundlegenden Eigenschaften von Magnetronsputterprozessen und auf die Funktionsweise von Interferenzfiltern eingegangen. Es schließt sich das Kapitel 3 an, in dem die verschiedenen in der Arbeit genutzten Analysemethoden vorgestellt werden. Hier wird auch auf die spezifischen Eigenschaften der verwendeten Geräte eingegangen. In Kapitel 4 wird ein bestehendes Magnetronsputtersystem und der Einfluss verschiedener Prozessparameter hinsichtlich der Tauglichkeit zur Herstellung optischer Präzisionsbeschichtungen studiert. Auf Basis der Ergebnisse aus Kapitel 4 wird in Kapitel 5 ein neues Beschichtungssystem entwickelt und untersucht. Die Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter auf die Eigenschaften der hergestellten Schichten werden analysiert und diskutiert. An die Untersuchung von Einzelschichten schließt sich die Herstellung eines Filtersystems an, um die Performance der Einzelschichten in einem Schichtstapel zu untersuchen. Die Schwerpunkte liegen dabei auf der Uniformität der Schichtdickenverteilung, der Kontamination der Schichten mit Partikeln, der optischen und strukturellen Eigenschaften der Schichten sowie der Verluste durch Streuung und Absorption. Abschließend werden die Ergebnisse in Kapitel 6 zusammengefasst.

# Kapitel 2

## Theoretische Grundlagen

### 2.1 Sputterdeposition

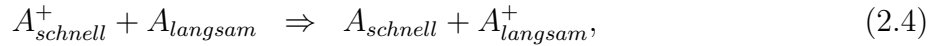
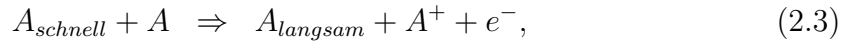
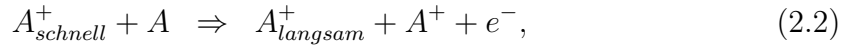
Beim Sputtern (Kathodenzerstäubung) handelt es sich um einen physikalischen Vorgang, bei dem Atome aus einem Festkörper durch hochenergetischen Teilchenbeschuss herausgelöst werden. Durch Impulsübertrag des eintreffenden Teilchens wird eine Stoßkaskade im zu zerstäubenden Material ausgelöst, die letztlich zur Auslösung von Atomen oder Clustern nahe der Targetoberfläche führt. Die für den Beschuss einer Oberfläche notwendigen Teilchen werden in Niederdruckplasmen erzeugt.

#### 2.1.1 Beschreibung von Niederdruckplasmen

Ein Plasma stellt ein Gemisch aus neutralen und geladenen Teilchen dar, welches in der Regel Strahlung aussendet, die durch Rekombinationsprozesse im Plasma hervorgerufen wird. Bei den hier zu diskutierenden Niederdruckplasmen handelt es sich um Glimmentladungen und im weiteren Verlauf um Magnetronentladungen im Druckbereich von 0,1 bis 1 Pa. Um diese Entladungen aufrecht zu erhalten, müssen permanent neue Atome ionisiert



werden. Im Plasma kann es dabei zu einer Reihe von Reaktionen kommen [6]:



Die Gleichung (2.1) stellt den wichtigsten Prozess zur Aufrechterhaltung eines Niederdruckplasmas dar. Bei ausreichender kinetischer Energie eines Elektrons ( $e^-$ ) kommt es zur Stoßionisation eines Atoms ( $A$ ). Die Gleichungen (2.2) und (2.3) repräsentieren Ionisierungsprozesse, die durch Stöße zwischen Atomen mit anderen Atomen oder Ionen ausgelöst werden. Bei den hier betrachteten kalten Plasmen spielen diese Prozesse keine Rolle, da die kinetische Energie der Atome beziehungsweise der Ionen zu gering ist, um zu einer Ionisation zu führen. Eine weitere Möglichkeit stellt der in Gleichung (2.4) dargestellte resonante Ladungstransfer dar. Der Wirkungsquerschnitt dieses Prozesses ist bei den für das Sputtern typischen Teilchenenergien relativ hoch [7] und kann somit einen deutlichen Einfluss auf die Teilchen ausüben, die das Target zerstäuben. Insbesondere beim Sputtern mit reaktiven Gasen wie Sauerstoff, kann es zum dissoziierenden Elektroneneinfang, vgl. Gleichung (2.5), kommen. Schließlich kommt es aber auch zur Rekombination, vgl. Gleichung (2.6), die zur Abstrahlung von Energie führt. Dies ist eine Ursache für die mit Plasmen typischerweise einhergehende Leuchterscheinung. Reicht die kinetische Energie in einem Stoßvorgang nicht für eine Ionisierung aus, kann es dennoch zu einem Übertrag von Energie und somit zur Anregung von Atomen und zur Wechselwirkung zwischen den angeregten Atomen mit anderen Teilchen kommen. Auch hier geht die Relaxation eines Atoms mit der Aussendung elektromagnetischer Strahlung einher.

Eine Glimmentladung kann zum Beispiel durch das Anlegen einer ausreichenden Spannung an zwei gegenüberliegenden Platten unter vermindertem Druck erzeugt werden. Im elektrischen Feld werden natürlich vorhandene Ionen auf die Kathode beschleunigt. Beim Auftreffen erzeugen sie unter anderem Sekundärelektronen, die ihrerseits auf die Anode beschleunigt werden. Auf dem Weg zur Anode stoßen diese Elektronen mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit mit Atomen und können diese ionisieren. Übersteigt die Anzahl ioni-

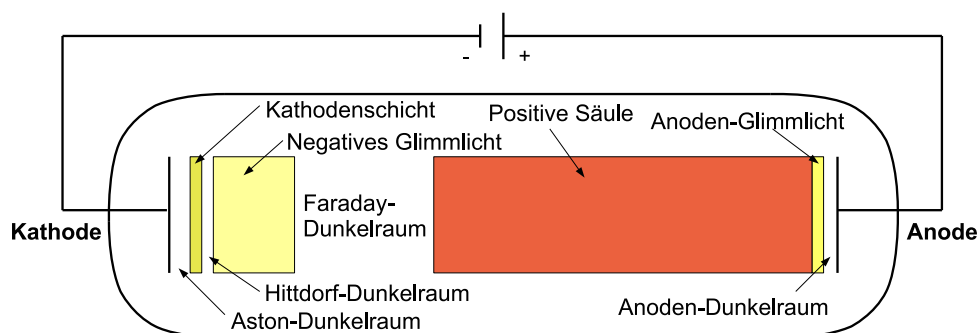


Abbildung 2.1: Glimmentladung zwischen zwei unter einer Spannung stehenden Platten unter vermindertem Druck und Bezeichnung der verschiedenen sich ausbildenden Bereiche der Entladung. In Anlehnung an [8].

sierter Atome pro Elektron die Sekundärelektronenausbeute eines Ions, so bildet sich eine selbsterhaltende Townsend-Entladung aus, bei der jedes Elektron für seinen Ersatz sorgt. Nach dem Zünden einer solchen Entladung fällt die Entladungsimpedanz um mehrere Größenordnungen ab. Die Struktur einer Glimmentladung, wie sie in Abbildung 2.1 gezeigt ist, ist folgendermaßen aufgebaut: Die an der Kathode durch Ionenbeschuss erzeugten Elektronen werden im Astonschen Dunkelraum beschleunigt. Hier reicht ihre Energie nicht aus, um Atome anzuregen und somit eine Leuchterscheinung zu verursachen. Werden die Elektronen weiter beschleunigt, so können sie im Hittdorfschen Dunkelraum Atome ionisieren und sorgen nicht mehr für eine Anregung. Es bildet sich hier eine positive Raumladung aus, die das negative Potential der Kathode abschirmt. Im negativen Glimmlicht werden Atome wieder durch Elektronen angeregt. Im Faradayschen Dunkelraum ist der Ladungstransport wieder primär diffusionsgesteuert. Die positive Säule stellt ein quasineutrales Plasma dar, in dem der Ladungstransport von der gleichen Anzahl an Elektronen und Ionen durchgeführt wird. Es schließt sich der Anodenfall an [9, 10].

Neben der Emission von Sekundärelektronen an der Kathode (Target) sorgen die einfallenden Ionen bei ausreichender Energie für den beim Beschichten gewünschten Abtrag (Erosion) von Material. Nach dem Übergang in die Gasphase können die abgestäubten Teilchen auf den Oberflächen, auf denen sie auftreffen, kondensieren. Da dieses Verfahren aufgrund geringer Stromdichten von  $0,1 \dots 2 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-1}$  im Druckbereich von  $< 0,1 \dots 20 \text{ Pa}$  geringe Erosions- und somit Beschichtungsraten aufweist und höhere Drücke zu unbefriedigenden Schichtmorphologien führen, wird heutzutage in der Beschichtungspraxis das Magnetronsputterverfahren eingesetzt.

## 2.1.2 Magnetronspütern

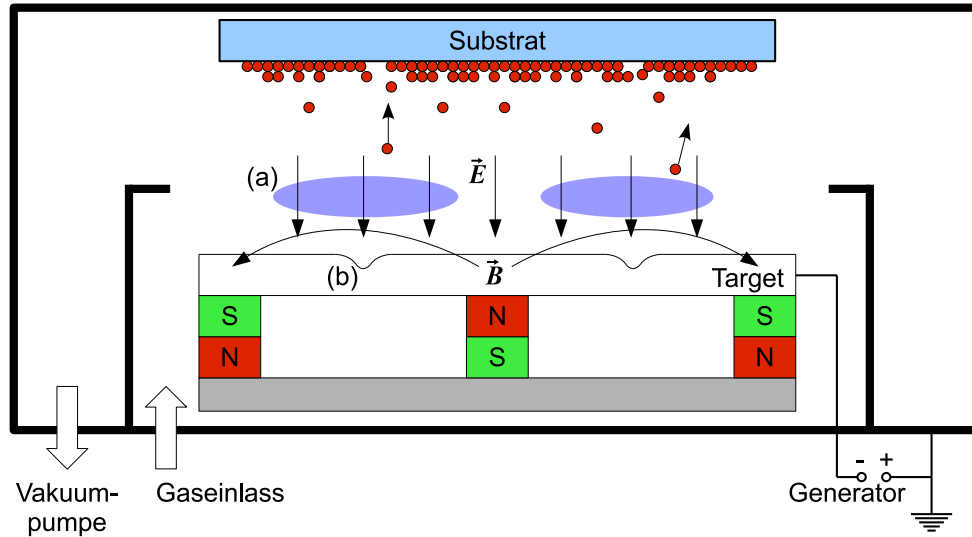


Abbildung 2.2: Magnetronanordnung in einer schematisch dargestellten Niederdruck-Sputteranlage. Eine Überlagerung von Magnetfeld  $\vec{B}$  und elektrischem Feld  $\vec{E}$  führt zu einer lokal erhöhten Plasmadichte (a), die zur Ausbildung eines Erosionsgrabens (b) führt.

Beim Magnetronspütern wird das elektrische Feld zur Beschleunigung von Ionen auf die Targetoberfläche senkrecht mit einem magnetischen Feld überlagert (vgl. Abbildung 2.2). Dieses Feld ist so bemessen, dass die Bewegung der massereichen Ionen nicht signifikant beeinflusst wird. Es sorgt jedoch dafür, dass die Elektronen auf Zykloidenbahnen gezwungen werden. Die dadurch entstehende höhere lokale Elektronendichte wird benutzt, um durch Stoßionisation mehr Ionen zu generieren, was zu einer höheren Sputterrate führt. An der Position, an der die Magnetfeldlinien parallel zur Targetoberfläche laufen ist die Elektronendichte am höchsten, dadurch werden an dieser Stelle auch mehr Atome ionisiert, was zu einer lokal erhöhten Materialabtragsrate auf dem Target führt. Die lokal erhöhte Plasmadichte ist somit auch die Ursache für die inhomogene Erosion von Sputtertargets. Beim Auftreffen der Ionen auf die Targetoberfläche können sie reflektiert, absorbiert, gestreut und implantiert werden oder sie führen zum Zerstäuben von Targetmaterial [10], vgl. Abbildung 2.3. Dabei hängt die Wahrscheinlichkeit des Resultats wesentlich von der Energie der eintreffenden Ionen ab. Ist sie zu gering ( $E < 10^{-2}$  eV), also nahe der thermischen Energie ( $k_B T$ ) bei Raumtemperatur, ist die Wahrscheinlichkeit hoch, dass das Ion an der Oberfläche kondensiert und keinen Schichtabtrag bewirkt. Mit steigender Energie durchläuft die Wahrscheinlichkeit, dass die Ionen an der Oberfläche gebunden werden ein

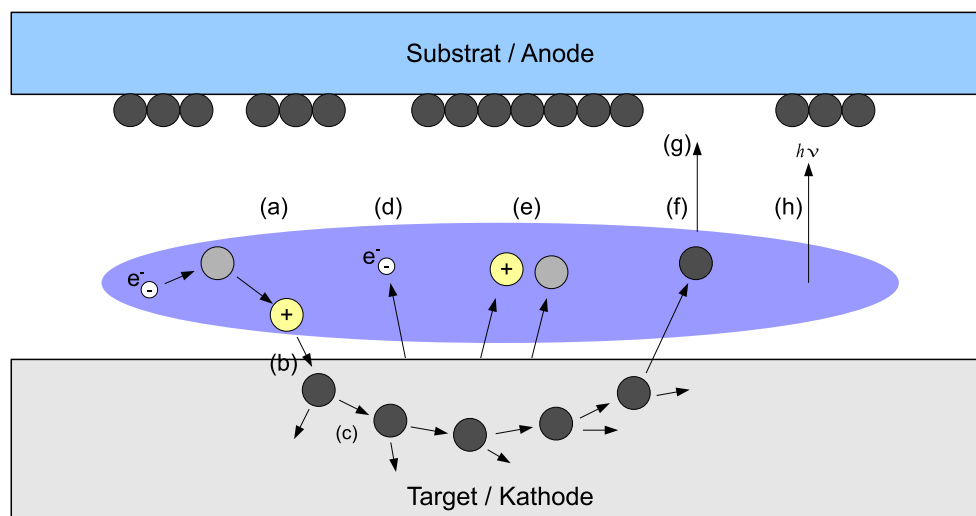
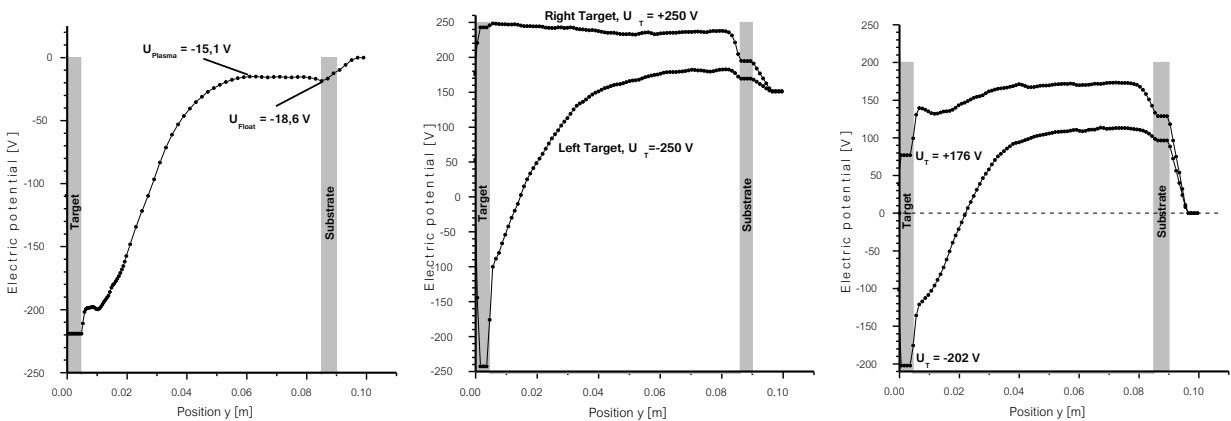


Abbildung 2.3: Sputterprozess: (a) Generation von Ionen durch Elektronenstöße mit neutralen Gasatomen im Plasma, (b) Beschleunigung der erzeugten Ionen in Richtung Target (Kathode), (c) Stoßkaskaden im Target, (d) mögliche Emission von Sekundärelektronen, (e) mögliche Reflexion von Ionen beziehungsweise Neutralteilchen, (f) abgestäubte (gesputterte) Atome, Dimere, etc., (g) Schichtwachstum durch Ablagerung der vom Target abgestäubten Atome, (h) im Plasma erzeugte Strahlung. Basierend auf M. Ohring [10].

Minimum im Bereich von  $10^{-2} \text{ eV} < E < 10^4 \text{ eV}$  [10]. Bei noch höheren Energien ist verstärkt damit zu rechnen, dass Ionen in das Target implantiert werden, was zu einer irreversiblen Veränderung des Targets führen kann [11]. Ist die Ionenenergie optimal gewählt, kommt es zu dem in der Abbildung 2.3 (f) gezeigten Materialabtrag.

Anhand des Anregungstyps des Plasmas werden im Wesentlichen drei Formen des Magnetronsputterns unterschieden: Liegt zwischen Anode (Oberflächen der Sputterkammer oder ein mit einer Bias-Spannung beaufschlagter Substrathalter) und Kathode (Target) eine Gleichspannung an, handelt es sich um DC-Sputterdeposition. Diese Form der Prozessführung ist besonders für Prozesse geeignet, bei denen die Targetoberfläche stets leitfähig bleibt. Prozesse, die von einer Wechselspannung mit bis zu einigen hundert Kilohertz angeregt werden, werden als Mittelfrequenz-Sputterprozesse (MF-Sputterprozesse) bezeichnet. Hier kann beispielsweise ein einzelnes Target zum Einsatz kommen, welches mit einem festen Spannungspulsmuster betrieben wird (unipolares Sputtern). Das Pulsmuster kann dabei sowohl negatives, als auch positives Potential annehmen, um sich bildende Oberflächenladungen aktiv zu entladen. Das Target bildet hierbei die Kathode und

die Kammerwände/Substrathalter die Anode. Kommen zwei Targets zum Einsatz (bipolares Sputtern), wird periodisch wechselnd das eine Target als Kathode und das Andere als Anode betrieben. Dieser Prozess ist besonders für reaktive Prozesse geeignet, da Ladungen, die sich auf isolierten Bereichen des Targets bilden können, aktiv abgebaut werden und Bogenentladungen (sogenannte „Arcs“) minimiert oder sogar vermieden werden. Bei Leistungszufuhr mittels hochfrequenter Wechselspannungen (13,56 MHz) handelt es sich um Radiofrequenz-Sputterdeposition (RF-Sputtern). Der Vorteil von RF-Sputterprozessen liegt in der Möglichkeit, auch isolierende Materialien zerstäuben zu können. Allerdings muss bei diesem Typ der Sputterdeposition ein aufwändiges Anpassnetzwerk in der Nähe der Quelle eingesetzt werden, um einen optimalen Leistungstransfer vom Generator in die Plasmaentladung zu realisieren. Darüber hinaus sind diese Prozesse nur schlecht auf größere Kathoden aufskalierbar.



(a) DC-Anregung. Leistungsdichte  $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1}$ .

(b) MF-Anregung. Leistungsdichte  $200 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1}$ , Targetspannung  $\pm 300 \text{ V}$ .

(c) RF-Anregung. Leistungsdichte  $50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1}$ , Targetspannung  $\pm 250 \text{ V}$ .

Abbildung 2.4: Aus einer Plasmasimulation extrahiertes elektrisches Potential entlang einer vertikalen Achse zwischen Target und Substrat. Gezeigt ist der Potentialverlauf im stationären Zustand des Plasmas in verschiedenen Prozessmodi. Die Simulationen wurden auf Basis eines particle-in-cell Monte-Carlo-Verfahrens (PIC-MC) durchgeführt. Dabei wurde ein zweidimensionaler Querschnitt der Sputterquelle verwendet. Entnommen aus [12].

Die verschiedenen Anregungstypen ergeben deutliche Unterschiede im elektrischen Potential des Plasmas [12], vgl. Abbildung 2.4. Während das Potential einer DC-Entladung in Targetnähe negativ ist und in Richtung des Substrats abklingt, sind MF- und RF-Plasmen nahe des Targets negativ geladen und weisen ein positives Potential in der Nähe des Sub-

strats auf. Szyszka et al. haben in [13] die Ionenstromdichte in DC- und MF-Prozessen gemessen. Der Strom geladener Ionen ist im MF-Prozess circa um einen Faktor 12 erhöht. Bei der Messung der Ionen-Energie-Verteilung wurden im DC-Prozess Energien bis zu 20 eV ermittelt, im MF-Prozess hingegen wurden Ionenenergien von bis zu 180 eV registriert. Diese Unterschiede wirken sich erheblich auf das Aufwuchsverhalten der Schichten aus, da die durch Teilchenbombardement auf die aufwachsende Schicht eingetragene kinetische Energie unterschiedlichen Ursprungs ist und von unterschiedlichen Spezies dominiert wird. Trägt das Plasma in DC-Prozessen seine Energie im Wesentlichen über Elektronen in die aufwachsende Schicht ein, so kann es beim bipolar betriebenen MF-Plasma aufgrund der Potentialverhältnisse einen zusätzlichen Eintrag von Energie durch Ionen des Sputtergases (in der Regel  $Ar^+$ ) [14] geben. Die dabei auf die wachsende Schicht übertragene Energie der auftreffenden Teilchen trägt maßgeblich zu den Eigenschaften der erzeugten Schichten bei [15] und wird in Abschnitt 2.1.6 weiter diskutiert.

### 2.1.3 Reaktives Magnetronspütern

Beim reaktiven Magnetronspütern wird dem Prozessgas zusätzlich ein Reaktivgas beigemischt. Die Sputterausbeute von Oxiden liegt häufig deutlich unter der Ausbeute des reinen Metalls [16]. Die Zerstäubung von reinen isolierenden Materialien ohne Restleitfähigkeit kann nur mittels der RF-Sputtertechnik realisiert werden. Daher werden im Bereich der MF-Sputtertechnik vorzugsweise Metalle, substöchiometrische Keramiken wie beispielsweise  $Nb_2O_x$  oder dotierte Materialien wie bor- oder aluminiumdotiertes Silizium eingesetzt. Die am häufigsten benutzten Reaktivgase beim reaktiven Magnetronspütern sind Sauerstoff und Stickstoff zur Herstellung von Oxiden und Nitriden. Der Einsatz von Sauerstoff oder Stickstoff ermöglicht die Herstellung transparenter Schichten und bildet damit die Grundlage zur Herstellung von Interferenzfilteroptiken durch Sputterdeposition.

Aus Produktionsaspekten ist eine Abscheidung der Schicht bei höheren Beschichtungsraten wünschenswert. Dies stellt beim reaktiven Spütern allerdings sehr hohe Ansprüche an die Prozessregelung. Die abgesputterten Teilchen fungieren im Sputterprozess als Getterpumpe. Solange sich die Targetoberfläche im metallischen Zustand befindet und nicht genügend Sauerstoff zur Verfügung steht, um sie zu oxidieren, wird der gesamte zur Verfügung stehende Sauerstoff an den Oberflächen, an denen die Schicht kondensiert, in die Schichten

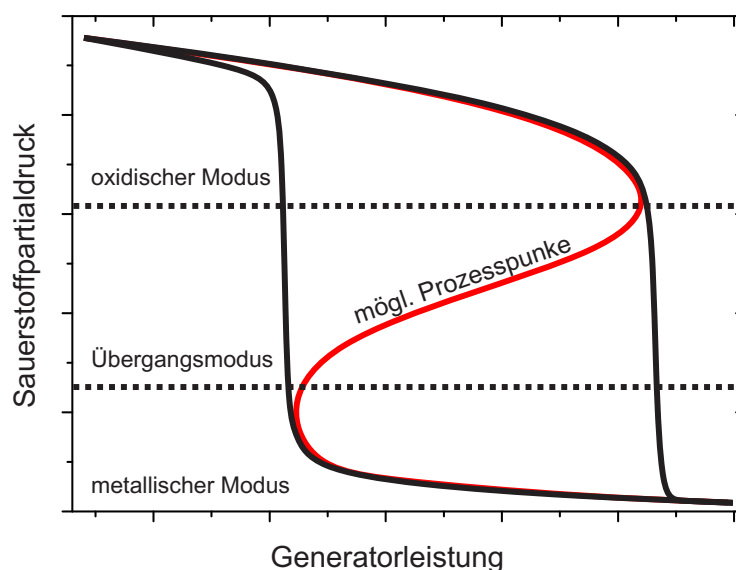


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Hysteresekurve eines reaktiven Magnetronsputterprozesses. Gezeigt sind die verschiedenen Bereiche, in denen unterschiedliche Prozessbedingungen herrschen. Durch eine geeignete Regelung können Punkte auf der roten Kurve (aufgrund ihrer Form typischerweise S-Kurve genannt) stabilisiert werden. In Anlehnung an [17].

eingebaut. Wird nun der Anteil der Reaktivgaskomponente im Sputtergas erhöht oder wird die Beschichtungsrate durch geringere Leistungszufuhr so lange verringert, bis mehr Sauerstoff zur Verfügung steht als verbraucht werden kann, beginnt die Targetoberfläche zu oxidieren. Dadurch wird die Sputterausbeute am Target - in Abhängigkeit der Sputterausbeute des Oxids gegenüber dem Metall - vermindert, wodurch noch mehr Sauerstoff zur Verfügung steht. Es entsteht eine für reaktive Sputterprozesse typische Hysteresekurve [18, 19], vgl. Abbildung 2.5. Es werden dabei drei Bereiche der Prozessführung unterschieden, der metallische, der Übergangs- und der oxidische Bereich. Während der metallische Bereich eine hohe Sputterausbeute, aber substöchiometrische bis metallische und damit absorbierende Schichten liefert und der reaktive Bereich zwar stöchiometrische, aber aufgrund des geringeren Energieeintrags typischerweise poröse Schichten bei sehr geringen Raten liefert, können häufig optimale Ergebnisse im Übergangsbereich erzielt werden. Prozesspunkte im Übergangsbereich werden in der Regel durch Sauerstoffpartialdruckregelung oder optische Emissionsmessung stabilisiert [20]. Die Stellgröße ist dabei entweder die Generatorleistung [21] oder der Sauerstofffluss [22]. Im Falle von  $SiO_2$  und  $Al_2O_3$  kann auch eine Plasmaimpedanzregelung zur Stabilisierung des Prozesspunktes zum Einsatz kommen. Die im Übergangsmodus (Transition-Mode) hergestellten Schichten haben dabei immer

noch genügend Sauerstoff im Prozessraum zur Verfügung, um vollständig zu oxidieren und transparente Schichten zu bilden [18, 19, 23, 24].

Der Nachteil der reaktiver Prozesse liegt oft in der aufwändigen Prozessführung und der Tendenz der Prozesse zum Arcing [25, 26]. Durch das Entstehen sehr dünner isolierender Schichten auf den Oberflächen, insbesondere am Target, werden Oberflächenladungen aufgebaut. Durch die geringe Dicke dieser Schichten ist die entstehende elektrische Feldstärke sehr groß und es kann, insbesondere bei Prozessen mit hohen Spannungen [26], zum elektrischen Durchbruch kommen. Diese Durchbrüche sind meist mit einem schlagartigen Verdampfen von Targetmaterial verbunden, welches sich negativ auf die Schichteigenschaften, in Form von Unterstöchiometrie oder anderen Gefügestörungen, auswirken kann [27, 28]. In den letzten Jahren wurde die Generatortechnik kontinuierlich weiterentwickelt, um das Arcing und die damit einhergehenden Auswirkungen zu minimieren [29, 30, 31, 32]. Hier wird das Entstehen einer Entladung frühzeitig detektiert und es kommt zur Abschaltung des Plasmas bevor es zum elektrischen Durchbruch kommt.

#### **2.1.4 Ionenunterstützung und metallisches Sputtern mit Nachoxidation**

Insbesondere im Bereich der Verdampfungstechnik werden für die Herstellung von Oxidschichten in der Regel ionengestützte Beschichtungsprozesse eingesetzt [33]. Das Substrat wird hier kontinuierlich mit Ionen einer eigens zu diesem Zweck eingesetzten Quelle bombardiert. Je nach Zielstellung können sich diese Ionen entweder chemisch neutral verhalten, um beispielsweise die Struktur und das Schichtwachstum zu beeinflussen, oder sie sind reaktiv, um beispielsweise Stöchiometrien einzustellen [34]. Auch in Magnetronsputterprozessen kann eine Ionenunterstützung sowohl beim Einstellen der Stöchiometrie der Schichten als auch bei der Stabilisierung der Prozessführung hilfreich sein. Das Material kann in einem solchen Prozess zunächst in substöchiometrischer [21, 35] oder metallischer [36] Form auf das Substrat aufgebracht werden und in einem anschließenden Prozess nachoxidiert werden.

Bereits 1984 begann Optical Coating Laboratory, Inc. (OCLI) den patentierten [36] MetaMode<sup>TM</sup> Prozess zu untersuchen, um die Stabilität und den Durchsatz der einge-



setzten Sputterverfahren zu erhöhen und die üblichen Schwierigkeiten mit der reaktiven Prozessführung zu umgehen [37]. Hier wird das Target in einer Prozesskammer in Argonatmosphäre betrieben. In einer zweiten, gastechnisch leicht separierten Prozesskammer wird eine Plasmaquelle in Sauerstoffatmosphäre betrieben. Wird das Substrat nun sequentiell und mit ausreichender Geschwindigkeit unter beiden Quellen hinweg bewegt, so ergibt sich zunächst ein Aufwachsen einiger Metallatome oder -cluster, die darauffolgend im Sauerstoffplasma oxidiert werden. Durch diesen Ablauf lässt sich der Beschichtungsprozess sehr stabil betreiben. Die Oberfläche des Targets bleibt stets metallisch, wodurch die Bildung von Oberflächenladungen und die daraus resultierenden Bogenentladungen verhindert werden. Zusätzlich ist die Beschichtungsrate dieser Prozesse sehr stabil und sehr genau einzustellen.

### **2.1.5 Zylindrische Targets**

Rotierende zylindrische Quellen haben in den letzten Jahren zunehmend an Akzeptanz gewonnen [38]. Die Zylinder rotieren dabei um einen fest stehenden Magnetsatz, wodurch das Material homogen vom Target abgetragen wird. Insbesondere in den Bereichen der Flachglasbeschichtung und dem Displaymarkt konnten sie nicht nur aufgrund ihrer deutlich höheren Materialausbeute von circa 70-80 %, in besonderen „dog-bone“-Ausführungen sogar nahezu 100 % [39] und ihrer geringeren Kosten beim Einsatz in der Produktion [40], sondern auch aufgrund ihrer stabileren Prozesseigenschaften gegenüber planaren Targets überzeugen. Im Gegensatz zu planaren Targets bildet sich hier kein lokalisierter Erosionsgraben aus, da das Targetmaterial kontinuierlich rotiert wird. Die dadurch entstehende Sputterverteilung, die von der Oberflächennormalen des Targets abhängt [41], vgl. Abbildung 2.6, führt dazu, dass Blenden zur Homogenisierung deutlich länger einsetzbar sind, ohne dem Erosionszustand entsprechende Justierungen vornehmen zu müssen. Zudem kommt es bei diesen Targets zu einer geringen Neigung zum Arcing [28, 42], da es keinen Grenzbereich zwischen Erosionsgraben und benachbarten Bereichen gibt [43, 44], in denen sich, wie beim planaren Target, isolierende Schichten bilden. Aufgrund ihrer Geometrie sind zylindrische Quellen zudem besonders geeignet, mit sehr hohen Leistungen betrieben zu werden, da die thermische Energie sehr effektiv abgeführt werden kann.



(a) Planares  $Si$ -Target kurz vor Ende seines Lebenszyklus. Zu erkennen ist ein deutlich ausgebildeter Errosionsgraben sowie Redepositionszonen an den Innen- und Außenrändern des Errosionsgrabens.

(b) Gesputtertes zylindrisches  $Si$ -Target nach circa einem Millimeter Materialabtrag. Dies entspricht in etwa der gleichen Menge abgestäubten Materials wie in (a). Die Targetoberfläche ist sauber und homogen erodiert.

Abbildung 2.6: Zustand verschiedener Sputtertargets nach dem Einsatz in Sputterprozessen.

### 2.1.6 Schichtwachstum

Das Schichtwachstum auf einer Oberfläche hängt von zahlreichen Parametern ab. In der Präzisionsoptik ist es dabei von besonderer Bedeutung, die Morphologie und damit verbunden die optischen Eigenschaften, die Dichte, die Schichtspannung, das Haftverhalten, den optischen Shift, etc. genau einstellen und kontrollieren zu können. Die Bildung und das Aufwachsen dünner Schichten wird dabei sowohl von der Oberflächenenergie als auch von kinetischen Vorgängen beeinflusst. Wird das Wachstum durch die Oberflächenenergie in Form von Temperatur bestimmt, so erfolgt das Wachstum im thermodynamischen Gleichgewicht. In den hier genutzten Magnetronsputterprozessen spielt jedoch häufig die Kinetik

die wesentliche Rolle. Die Energie der einfallenden Teilchen führt in der Regel dazu, dass die Schichten nicht im thermodynamischen Gleichgewicht aufwachsen.

### Wachstumsmodelle im thermodynamischen Gleichgewicht

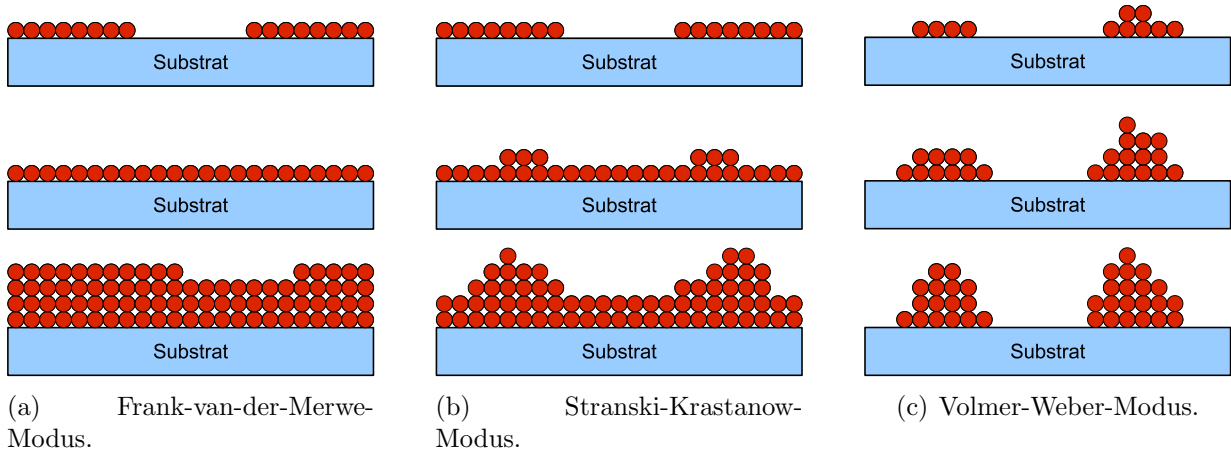


Abbildung 2.7: Unterschiedliche Grenzmechanismen beim Aufwachsen dünner Schichten auf einem Substrat. Verhalten verschiedener Wachstumsmodi mit zunehmender Schichtdicke (von oben nach unten).

Grundlegend werden drei einfache Arten von Schichtwachstum unterschieden [45], vgl. Abbildung 2.7: Frank-van-der-Merwe-Wachstum [46, 47, 48], Stranski-Krastanov-Wachstum [49] und Volmer-Weber-Wachstum. Beim Frank-van-der-Merwe-Wachstum wird davon ausgegangen, dass die Adhäsionskraft zwischen Substrat und schichtbildenden Partikeln ähnlich ist und die Schichten so Monolage für Monolage homogen aufwachsen. Beim Stranski-Krastanov-Wachstum ist die Adhäsion auf der ersten Monolage des Schichtmaterials höher als auf dem Substrat. Daher kommt es zunächst zu einer Benetzung der Oberfläche, gefolgt vom Ausbilden von Inseln. Beim Volmer-Weber-Wachstum ist die Adhäsion zwischen den schichtbildenden Partikeln deutlich stärker ausgeprägt, sodass es direkt zur Bildung von Inseln kommt, ohne die Substratoberfläche ganz zu bedecken.

Bauer [50] stellte die Kriterien für das Wachstum in den unterschiedlichen Phasen wie folgt dar:

$$\Delta\sigma = \sigma_f + \sigma_i - \sigma_s, \quad (2.7)$$

mit:

$\sigma_f \sim$  Gibbs-Energie an der Oberfläche des Films,

$\sigma_i \sim$  Gibbs-Energie am Interface zwischen schichtbildenden Partikeln und Substrat,

$\sigma_s \sim$  Gibbs-Energie an der Substratoberfläche.

Ist  $\Delta\sigma \leq 0$ , so werden die Adatome stärker an das Substrat gebunden als an anderen Adatomen und es kommt zunächst zu einer vollständigen Benetzung der Oberfläche mit dem Ziel, die totale Energie zu minimieren. In diesem Fall sollten die Schichten Monolayer für Monolayer aufwachsen (Frank-van-der-Merwe-Wachstum). Für  $\Delta\sigma > 0$  erreichen die Adatome ihr Potentialminimum durch die Bildung von Nanopartikeln und es bilden sich Inseln aus (Volmer-Weber-Wachstum). Ändert  $\Delta\sigma$  über das Aufwachsen das Vorzeichen von negativ zu positiv, so kommt es zunächst zur vollständigen Benetzung der Oberfläche gefolgt von Inselwachstum (Stranski-Krastanov-Wachstum). Eine Änderung des Vorzeichens kann sich durch die unterschiedlichen Energien unterschiedlicher Materialien (Substratmaterial/schichtbildendes Material) oder auch durch intrinsisch aufgebrachte Energie, zum Beispiel durch Schichtspannung, ergeben.

### **Wachstumsmodelle unter kinetischen Gesichtspunkten**

In Magnetronsputterprozessen kommt es teilweise zu massivem Teilchenbeschuss der Oberfläche, sodass in diesem Regime ein Wachstum abseits des thermodynamischen Gleichgewichts energetisch günstiger ist. Zunächst werden die abgestäubten, auf das Substrat treffenden Teilchen am Substrat adsorbiert oder es kommt zu einer Reflexion des Teilchens. Die Energie der adsorbierten Teilchen wird in Form von Phononenschwingungen vom Substrat beziehungsweise der bereits gebildeten Schicht aufgenommen. An der Oberfläche kann es nun zu einer Vielzahl an Prozessen kommen. Grundlegend werden fünf Stadien der Filmbildung unterschieden [51]: Nukleation, Inselwachstum, Koaleszenz, Kanalbildung und Agglomeration.

Beim Vorgang der Nukleation ist die Änderung der chemischen freien Energie des Systems pro Einheitszelle  $\Delta G_V$  (Gibbs Energie) gegeben durch [10]:

$$\begin{aligned}\Delta G_V &= \frac{k_B T}{\Omega} \ln \frac{P_S}{P_V} \\ &= -\frac{k_B T}{\Omega} \ln(1 + S)\end{aligned}\tag{2.8}$$

mit:

$$\begin{aligned}k_B &= 1,3806488 \cdot 10^{-23} \text{ J/K (Boltzmann-Konstante),} \\ T &\sim \text{Temperatur,} \\ \Omega &\sim \text{Atomvolumen,} \\ P_S &\sim \text{Druck über dem Substrat,} \\ P_V &\sim \text{Druck der übersättigten Gasphase,} \\ S &= (P_V - P_S)/P_S \text{ (Übersättigung der Gasphase).}\end{aligned}$$

Tritt eine Übersättigung der Gasphase auf ( $S > 0$ ), so besitzt die Änderung der Gibbs Energie  $\Delta G_V$  ein negatives Vorzeichen und es kommt zur Bildung von Nukleationskeimen an der Oberfläche des Substrats. Diese Nukleationskeime können sich durch Oberflächendiffusion auf der Substratoberfläche bewegen, dissoziieren oder sich mit anderen Adsorbaten zu einem Cluster zusammenschließen. Die Stabilität eines gebildeten Clusters ist dabei von seinem Radius abhängig und wird durch die Änderung der Gibbs Energie  $\Delta G$  der Oberfläche beschrieben [10]:

$$\Delta G = \underbrace{\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V}_A + \underbrace{4\pi r^2 \gamma}_B.\tag{2.9}$$

Der Term  $A$  stellt dabei die Reduktion der freien chemischen Energie durch den Übergang aus der Gasphase in den festen Zustand dar. Der Term  $B$  stellt die freie Energie an der Oberfläche des Systems dar, wobei  $\gamma$  die Energie der Grenzschicht am Übergang zwischen Oberfläche und Gasphase beschreibt. Ist  $\Delta G_V$  negativ, so ergibt sich in der Änderung der freien Energie ein Maximum für einen bestimmten Radius  $r_0$  des Clusters, vgl. Abbildung 2.8. Für  $r < r_0$  ist es wahrscheinlich, dass der Cluster dissoziiert. Für  $r > r_0$  bildet sich hin-

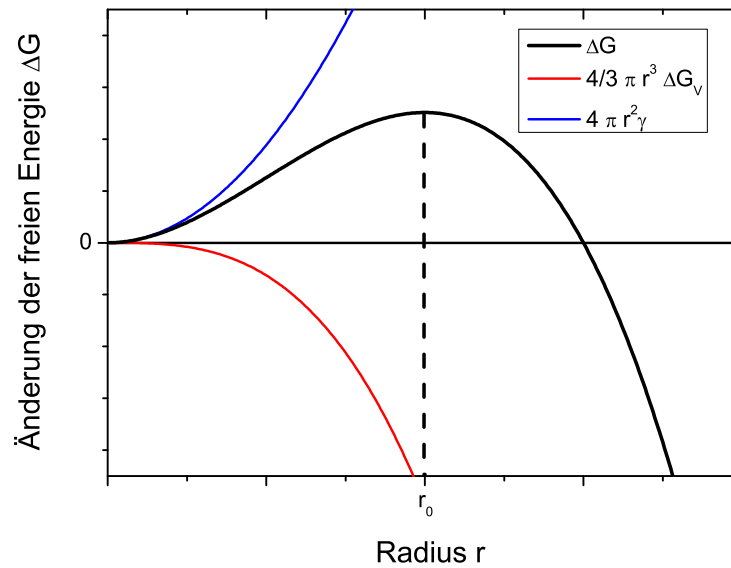


Abbildung 2.8: Änderung der freien Energie  $\Delta G$  in Abhängigkeit des Radius des Nukleationsclusters.  $r < r_0$  instabiler Cluster,  $r > r_0$  stabiler Cluster.

gegen ein stabiler Cluster aus, der seine freie Energie durch zunehmendes Wachstum immer weiter reduziert. Der Abstand zwischen den so entstandenen Clustern ist typischerweise deutlich größer als ihr Durchmesser. An diesem Punkt wachsen die vorhandenen Keime zunehmend zu Inseln heran. Die Anzahl der Keime erhöht sich dabei kaum noch. Berühren sich mehrere Keime oder Inseln, so „fließen“ sie zu größeren Inseln zusammen (Koaleszenz). Zu diesem Zeitpunkt wird die Reaktion durch Verdampfung, Kondensation und Diffusion mit dem Ziel der Verringerung der freien Energie vorangetrieben. Dabei können immer wieder Satellitentröpfchen beobachtet werden, die mit zunehmendem Wachstum der Inseln langsam durch Koaleszenz verschwinden, bis die Schicht letztlich zusammen wächst. Da sich die Mobilität der Teilchen an dieser Stelle verringert und die Schicht beginnt, in die Dicke zu wachsen, ist nach dem Stadium der Koaleszenz damit zu rechnen, dass es vermehrt zum Einbau von Defekten und Aufbaufehlern kommt. [51]

Aufgrund des atomaren Aufbaus des Substrats (oder der bereits abgeschiedenen Schicht) ist das Potential, mit der die Adatome an die Oberfläche gebunden werden, moduliert. Für eine Bewegung von einem Gitterplatz zu einem benachbarten muss also eine Energie aufgebracht werden, die ausreicht, um die Potentialbarriere zwischen den benachbarten Gitterplätzen zu überwinden. Die Atome oszillieren typischerweise mit einer schwach temperaturabhängigen Frequenz von  $\nu_0 \approx 10^{13} \text{ s}^{-1}$  [10]. Die sich daraus ergebende Energie ist relativ gering,

was bedeutet, dass die Wahrscheinlichkeit für eine Bewegung eines Atoms in eine bereits besetzte Gitterzelle und somit für eine direkte atomare Wechselwirkung unwahrscheinlich ist. Allerdings existieren nach Gibb's-Boltzmann eine gewisse Anzahl vakanter Stellen im Gitter, die nicht besetzt sind. Ihr Anteil  $f$  liegt in etwa bei:

$$f = e^{-\frac{E_d}{k_B T}}, \quad (2.10)$$

wobei  $E_d$  gerade der Energiebarriere beim Übergang zwischen der aktuellen und der Zielposition des Adatoms darstellt. Der Diffusionskoeffizient auf einem ebenen Gitter mit der Gitterkonstanten  $a_0$  ergibt sich damit zu:

$$D = \frac{1}{6} a_0^2 \nu_0 e^{-\frac{E_d}{k_B T}}. \quad (2.11)$$

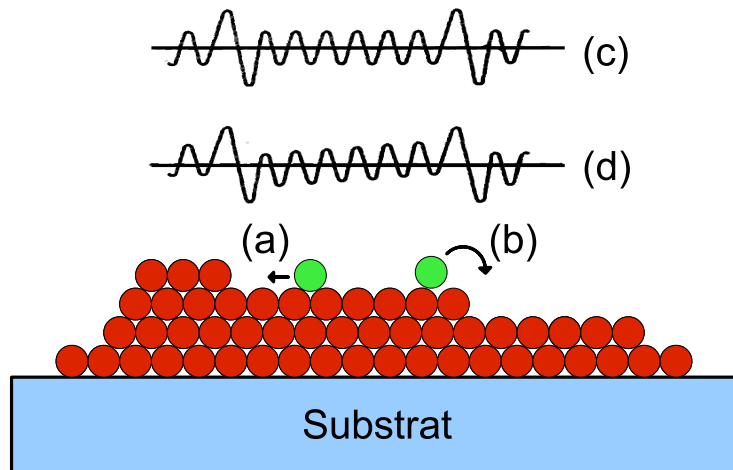
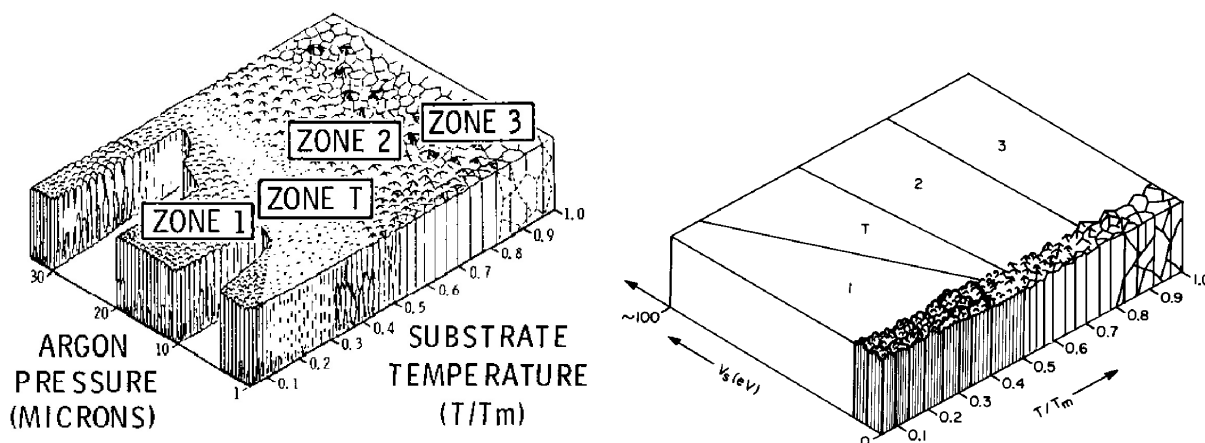


Abbildung 2.9: Diffusion an einem Absatz. (a) Diffusion an einer aufsteigende Stufe. (b) Diffusion an einer absteigende Stufe. (c) Hypothetische Form der potentiellen Energie für adsorbierte Atome in der Abwesenheit von langreichweitigen Wechselwirkungen. (d) Mögliche Form des Potentials unter der Berücksichtigung von langreichweitigen Wechselwirkungen. Nach [52].

Diffundieren die Adatome zu einem Absatz, so sind sie einem zusätzlichen Potential, der sogenannten Ehrlich-Schwöbel-Barriere [52, 53], die in Abbildung 2.9 dargestellt ist, ausgesetzt. Bedingt durch diese Barriere kann es zur Ausbildung von Inseln, trotz der vielleicht energetisch günstigeren Positionierung in einem Monolagenwachstum, kommen.

## Struktur aufwachsender Schichten



(a) Von Thornton vorgeschlagenes Strukturzonenmodell für gesputterte Metallschichten im Bereich von 25–250  $\mu\text{m}$  Schichtdicke. Die wesentlichen Einflussfaktoren auf die Struktur sind hier das Verhältnis zwischen Temperatur und Schmelztemperatur  $T/T_m$  (thermisch induzierte Mobilität der Adatome) sowie der kinetische Energieeintrag, der mit zunehmenden Druck und der damit einhergehenden Thermalisierung reduziert wird. Entnommen aus [54].

(b) Von Messier überarbeitetes Strukturzonenmodell, in dem die Zone T eine Subzone der Zone 1 darstellt. Wie bei Thornton ist auf der einen Achse das Verhältnis zwischen Temperatur und Schmelztemperatur  $T/T_m$  aufgetragen, auf der anderen Achse jedoch das Substratpotential  $V_s$ . Das Substratpotential repräsentiert hier die durch das Bombardement der Schicht induzierte Mobilität der Adatome. Entnommen aus [55].

Abbildung 2.10: Strukturzonenmodelle nach Thornton und Messier.

Die Struktur aufwachsender Schichten wird durch sogenannte Strukturzonenmodelle beschrieben. Das erste dieser Modelle wurde von Movchan und Demchishin [56] entwickelt und basierte auf über zehn Jahren gesammelten empirischen Forschungsergebnissen aus Aufdampfprozessen von Metallen. Aus den Ergebnissen schlossen sie, dass die sich ausbildende Struktur von dem Verhältnis zwischen Substrattemperatur  $T$  und Schmelztemperatur  $T_m$  des Schichtmaterials abhängt und klassifizierten die Schichten in einem 3-Zonen-Modell. Nach Movchan und Demchishin dominieren in Zone 1 ( $T/T_m < 0,3$ ) Abschattungseffekte, die zum Wachstum kegelförmiger Kristallite führen. Der Durchmesser der Kristallite wächst dabei mit zunehmender Schichtdicke an. Diffusion findet in diesem Bereich kaum statt und es entstehen poröse Schichten. In Zone 2 ( $0,3 < T/T_m < 0,5$ ) dominiert die Oberflächendiffusion, wodurch Abschattungseffekte kompensiert werden können. Es kommt vorwiegend zu kolumnarem Wachstum. In Zone 3 ( $0,5 < T/T_m < 1$ ) ist Volumendiffusion vorherrschend und die Schichteigenschaften entsprechen denen von gegossenen Metallen. Thornton [54, 57] erweiterte das bisherige eindimensionale Schema um eine zweite Dimensi-



on, um dem Druck des Inertgases in Sputterprozessen Rechnung zu tragen, vgl. Abbildung 2.10 (a). Die Zonen eins bis drei entsprechen dabei den Zonen aus dem Modell von Movchan und Demchishin, zusätzlich gibt es eine Zone T, in der sehr dicht gepackte Strukturen erzeugt werden. Hier reicht die Oberflächendiffusion aus, um Hohlräume zu füllen, außerdem wird die Oberfläche durch die Bombardierung mit Ionen relativ glatt. Typischerweise wird dieses Modell nicht nur auf metallische Schichten, sondern auch auf amorphe und dielektrische Schichten [58, 59] angewendet.

Im Sputterprozess gelangen nicht nur abgestäubte Teilchen auf die Substratoberfläche, sondern auch geladene und neutrale Inertgasteilchen. Inertgasatome können, wie bereits in Abschnitt 2.1.2 angemerkt, in das Targetmaterial implantiert oder ggf. an der Targetoberfläche reflektiert werden. Bei der Reflexion kann es dabei zu einer Neutralisierung kommen. Abgesputterte oder reflektierte ungeladene Inertgasatome, die in das Schichtgefüge eingebaut werden können, sind oft die Ursache für Störungen des Schichtgefüges. Thermisch leisten sie jedoch kaum einen Beitrag. Je nach Potentialgefälle zwischen Plasma und Substrat können geladene Atome einen erheblichen Beitrag zum Schichtwachstum leisten [10]. Die Energie, die durch sie eingebracht wird, sorgt für eine größere Beweglichkeit an der Oberfläche. Auch negativ geladene Sauerstoffionen können in Reaktivprozessen ihren Beitrag zur Verunreinigung oder Struktur der aufwachsenden Schichten leisten [15, 60, 61]. Messier et al. [55] haben das von Thornton vorgeschlagene Modell anhand aufwändiger empirischer Versuche an Proben mit Schichtdicken von 10 nm bis hin zu 30  $\mu\text{m}$  weiter verfeinert. Dabei unterscheiden sie zwischen nano-, mikro-, und makroskopischen Strukturen, die je nach hergestellter Schichtdicke zu beobachten sind. Weiterhin sehen Messier et al. das Substratpotential  $V_S$  als die fundamentalere Einflussgröße, im Gegensatz zu dem von Thornton vorgeschlagenen Sputterdruck, an. Damit wird der Tatsache Rechnung getragen, dass Sputterprozesse sehr weit vom thermodynamischen Gleichgewicht entfernt stattfinden und die Adatome durch energiereiche Partikel zusätzliche kinetische Energie zugeführt bekommen.

Der Ursprung der für den kinetischen Energieeintrag notwendigen Partikel ist in Sputterprozessen vielfältig und von der jeweils eingesetzten Plasmaanregungsquelle abhängig. Wie bereits in Abschnitt 2.1 diskutiert, finden im Plasma zahlreiche Stoß- und Ionisierungsprozesse statt, die eine Quelle für neutrale und geladene Teilchen darstellen. In Abbildung 2.4 ist die Abhängigkeit des Plasmapotentials von der Anregungsfrequenz gezeigt. Die Reaktion in Gleichung (2.4) kann zur Bildung von schnellen, jedoch ungeladenen Spezies führen,

die sich in Richtung der Targetoberfläche bewegen. Die Wahrscheinlichkeit, dass ein solches neutrales Teilchen, welches zuvor als Ion im Kathodenpotential beschleunigt wurde, an der Oberfläche reflektiert wird, ist proportional zum Verhältnis der Massen  $M_i/M_T$  der einfallenden Spezies  $M_i$  zur Spezies des Targets  $M_T$ . Insbesondere bei dem in dieser Arbeit untersuchten Mittelfrequenzsputtern liegt ein im Schnitt positives elektrisches Potential zwischen Target und Substrat vor, welches beispielsweise vorhandene  $Ar^+$ -Ionen in Richtung Substrat beschleunigt. Ferner können auch negativ geladene Ionen, beispielsweise  $O^-$ , vlg. Gleichung (2.5), durch das zunächst deutlich negative Potential in Targetnähe, in Richtung Substrat beschleunigt werden. Diese kurze Betrachtung verdeutlicht, dass die in der Literatur viel diskutierte, durch Oberflächenbombardement induzierte Schichtmorphologie, eine sehr individuelle Größe darstellt, die stark von der Sputtergeometrie und Anregungsfrequenz abhängt.

### 2.1.7 Schichtspannung

Die Schichtspannung spielt eine entscheidende Rolle bei der Herstellung von Interferenzfiltern. Sie kann so stark werden, dass das Haftvermögen der Schichten auf dem Substrat überstiegen wird und es zu einer Schichtablösung kommt. Andererseits ist es je nach Anwendung notwendig sehr dünne Substrate zu beschichten, wobei eine Verformung der Substrate durch die Beschichtung unerwünscht ist. Die Prozesse, die zur Verspannung eines zu fertigenden Bauteils führen können, werden im Folgenden dargestellt.

Die makroskopisch zu beobachtende Schichtspannung kann in drei Kategorien eingeteilt werden:

- Externe Spannung, die durch einen äußeren Einfluss, zum Beispiel von einer mechanischen Aufnahme, hervorgerufen wird.
- Thermische Spannung, die sich durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten zwischen Substrat und Schicht oder zwischen unterschiedlichen Schichtmaterialien ergibt. Über den Elastizitätsmodul  $E$ , die Temperaturdifferenz  $\Delta T$  und die Differenz der Ausdehnungskoeffizienten  $\Delta\alpha$  kann die thermische Spannung zu  $\sigma_{therm} = \Delta\alpha \Delta T E$  berechnet werden.

- Intrinsic Spannung, die sich aufgrund der Schichtstruktur ergibt. Diese lässt sich zunächst durch die in Abschnitt 2.1.6 diskutierten Strukturzonenmodelle erklären. Bei der Entstehung von Zonen mit geringer Dichte entstehen zwischen den Säulen und in den Poren anziehende Kräfte [62], die dazu führen, dass sich die Wände der Hohlräume aufeinander zu bewegen. Makroskopisch äußert sich dieser Effekt als Zugspannung. Wächst die Dichte der Schichten an, kommt es zunehmend zur Reduktion der Zugspannung bis hin zur Entstehung von Druckspannungen, die auf ein Bombardement der Oberfläche zurückzuführen sind [62]. Beim Magnetronspütern ist infolge des hohen Energieeintrags durch Bombardement bei geringen Drücken normalerweise mit Druckspannungen zu rechnen [63].

### Atomic Peening und Knock-On Implantation

Das Atomic Peening Modell [62, 65] beschreibt die Auswirkung des Bombardements der Oberfläche mit verschiedenen im Prozess auftretenden Spezies. Für geringe einfallende Energie hat Müller [64] ein Modell zur Simulation der Schichtstruktur entwickelt. Er zeigte, dass die Struktur im Bereich der Zugspannung von der Einfallenergie abhängt. Die Resultate seiner Simulationen sind in Abbildung 2.11 dargestellt. Bei sehr geringen Bombardierungsenergien einfallender Partikel bilden sich grobe Strukturen, die eine geringe Zugspannung aufweisen. Unter Erhöhung der Bombardierungsenergie bilden sich zunehmend dichtere Schichten [66], deren Zugspannung wächst, bis sie ein Maximum bei einer Einfallenergie von  $E \approx 20$  eV erreicht. Durch weitere Erhöhung der Einfallenergie nimmt die Zugspannung wieder ab, bis sich dichte und unverspannte Strukturen bilden. In diesen Simulationen ist ein Einfall hochenergetischer Atome oder Ionen nicht berücksichtigt.

Zahlreiche Untersuchungen [62, 65, 68, 69] zeigen, dass die Druckspannung zunächst nach dem von Müller beschriebenen Bereich mit wachsender Bombardierungsenergie steigt. Knotek et al. beobachteten in [70] den Einbau von Atomen an Gitterpositionen, die weniger Platz bieten, als für das Atom notwendig wäre. Die Implantation erfolgt dabei aufgrund der Energie der einfallenden Atome und Ionen. Die Wechselwirkungen zwischen den Atomen an den Gitterpositionen führen folglich zu lokalen Erhöhungen der Gitterkonstanten und somit, in Summe der implantierter Atome, zu makroskopisch messbarer Druckspannung. Davis schlägt in [67] ein Modell für die Entstehung von Druckspannung durch Ionenbeschuss vor. Durch „Knock-On“-Implantation [71] werden Atome durch auftreffende Ionen

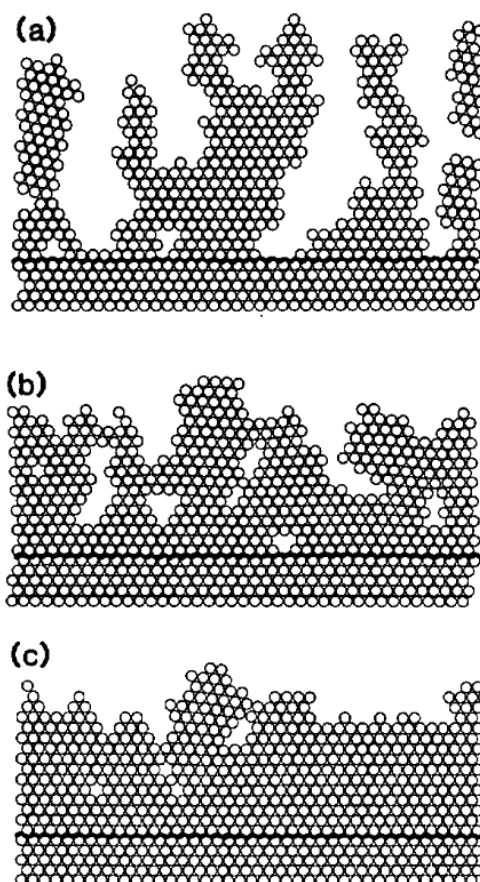


Abbildung 2.11: Simulation typischer, sich ergebender Mikrostrukturen für Atome unterschiedlicher kinetischer Einfallenergie  $E_A$ . (a)  $E_A \propto 0,02$ , (b)  $E_A \propto 0,5$ , (c)  $E_A \propto 1,5$ . Entnommen aus [64].

ausreichender Energie in die Schicht implantiert. Die so erzeugte Spannung ist energetisch ungünstig und könnte durch eine Bewegung des Atoms an die Oberfläche wieder abgebaut werden. Für diese Bewegung müssen sie allerdings die Bindungsenergie überwinden, die sich durch die benachbarten Atome ergibt. Durch den Energieübertrag auftreffender Ionen an seine Stoßpartner werden Bereiche besonders hoher Phononenenergie erzeugt. Dieser Vorgang wird als sogenannter „thermal spike“ bezeichnet. Die Energie wird nun über sphärische Ausbreitung an die jeweiligen Nachbarn weitergegeben. Reicht die an ein implantiertes Atom übertragene oder die direkt abgegebene Energie aus, um seine Potentialbarriere zu überschreiten, so wird es sich an die Oberfläche bewegen und zum Abbau der Druckspannung beitragen. Die sich ergebende Schichtspannung, als Resultat eines von dem Quotienten aus Beschichtungsrate  $R$  zu energetischem Fluss  $j$  abhängigen Gleichgewichtsprozesses zwischen Implantation und Relaxation, wurde von Davis berechnet und ist

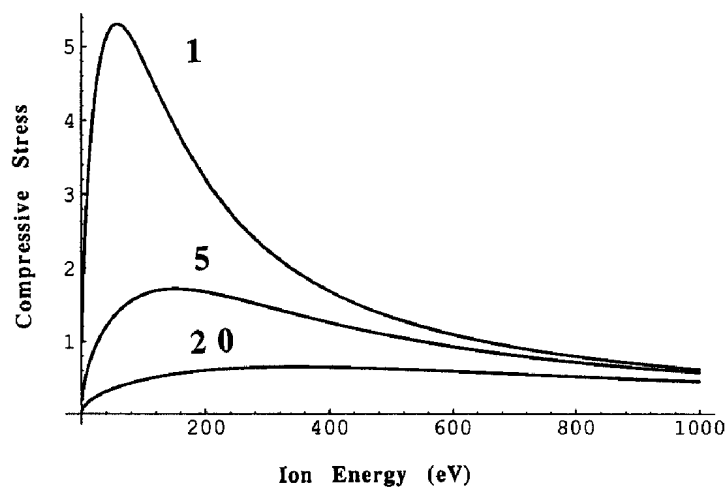


Abbildung 2.12: Änderung der Druckspannung für unterschiedliche Verhältnisse von Rate  $R$  zu energetischem Fluss  $j$ . Entnommen aus [67].

in Abbildung 2.12 dargestellt. Somit durchläuft auch die Druckspannung ein Maximum, welches durch die Bombardierungsenergie und das Verhältnis  $R/j$  festgelegt ist.

### 2.1.8 Partikelkontamination

Entsprechend den heutigen Anforderungen an optische Präzisionsbeschichtungen ist es von essenzieller Bedeutung, die Zahl der Defekte, die durch den Beschichtungsprozess verursacht werden, zu verringern. Abgesehen von Effekten, die das Substrat selbst hervorrufen kann [72], können Partikel zu Absorption, Streuung, Pinholes, Verminderung der Haftung, Verminderung der Laserzerstörungsschwelle (LIDT) und zu visuellen Defekten führen. Auch außerhalb der Optik führen Partikel zu unerwünschten Effekten, wie beispielsweise Kurzschlüssen in elektrischen Barrierschichten oder zu Problemen in der Lithographie [73]. Sputteranlagen besaßen lange Zeit den Ruf, dreckige und partikelreiche Schichten zu produzieren<sup>1</sup>. In den vergangenen Jahrzehnten wurde sowohl seitens der Targets [75] als auch der Generatortechnik [76, 77, 78, 79], bei der durch gezieltes Umpolen beim gepulsten Sputtern eine aktive Entladung der Oberfläche stattfindet, großer Aufwand betrieben, die Partikelkontamination in Sputterprozessen zu verringern. Insbesondere die heutige Präzi-

<sup>1</sup>“Despite the pressing need for a particle-free process, sputter coaters are reputed to be among the dirtiest tools in the fab.“ [74]

sionsoptik stellt sehr hohe Anforderungen an eine geringe Defektdichte, um beispielsweise sehr hoch reflektierende Spiegel oder sehr hohe Laserzerstörschwellen zu realisieren. Um noch präzisere Filter mit noch höherer Performance herstellen zu können, müssen Verluste und Absorptionen auf ein Minimalmaß reduziert werden. Es ist bekannt, dass das Ionenstrahlputtern durch seine große räumliche Trennung von Target und Substrat (je nach Anlage circa 200-800 mm), eine der partikelärmsten Methoden zur Herstellung dielektrischer Beschichtungen darstellt. Das Magnetronputtern hat hingegen nur einen sehr geringen Abstand zwischen Target und Substrat. Für optische Anwendungen liegt dieser Abstand üblicherweise bei weniger als zehn Zentimetern, um die Stoßwahrscheinlichkeit und somit die Streuung und Thermalisierung abgestäubter Teilchen möglichst gering zu halten. Insbesondere dank seines Durchsatzes und der geringen Verluste [80, 81, 82] etabliert sich diese zukunftssträchtige Technologie derzeit zunehmend im Bereich der optischen Beschichtungen. Zudem lassen gerade Sputteranlagen in Drehtellerausführung einen hohen Automatisierungsgrad zu, womit die Kontamination mit moderatem Aufwand sehr gering gehalten werden kann. Das Material muss im Gegensatz zum Verdampfen nicht nachgefüllt werden. Vielmehr definieren Reinigungszyklen und Wartungsarbeiten die Anzahl der Öffnungen einer Sputteranlage. Dies ist von besonderer Bedeutung: Werden die Innenräume einer Sputteranlage der Atmosphäre ausgesetzt, so unterwandert in der Luft gelöstes molekulares Wasser [83] die vorhandenen Schichten. Die Folge ist der Verlust der Schichthaftung, die in Kombination mit einer intrinsischen Verspannung der Schichten zu einem Abplatzen von Schichtfragmenten führt. Gerade dieser Effekt des „Flakings“ [84] (Abplatzen von Material von den Innenwänden) kann wiederum die Ursache von Kontaminationen der zu beschichtenden Substrate darstellen. Daher ist ein häufiges Öffnen und Schließen der Beschichtungsanlage unerwünscht. Moderne Sputteranlagen verfügen daher über ein Schleusensystem zum Be- und Entladen der Beschichtungskammer, bei denen das Vakuum im Inneren nicht unterbrochen wird.

Der geringe Abstand zwischen Substrat und Target beim Magnetronputtern verdeutlicht die Notwendigkeit eines sauberen Targets. Verunreinigungen oder Bogenentladungen können zu einer Ablösung von Materialclustern an der Targetoberfläche führen, welche dann als Defekte in die Schicht eingebaut werden [26, 27]. Beim reaktiven Magnetronputtern kommt hinzu, dass isolierende Schichten, gegebenenfalls mit einer geringen Restleitfähigkeit, abgeschieden werden. Durch Redeposition wachsen diese Schichten in den Bereichen der Targetoberfläche auf, in denen kein Materialabtrag stattfindet. Insbesondere am Rand der Racetracks kommt es durch das Bombardement mit Ionen zu einer Oberflächenla-

dung auf den dielektrischen Schichten. Können diese Ladungen nicht neutralisiert werden, kommt es ab einer bestimmten Spannung zum elektrischen Durchbruch. Diese Effekte können durch die Benutzung eines gepulsten oder eines bipolaren Sputterprozesses minimiert werden. Durch die Rotation der Zylinder wird die Targetoberfläche stetig neu konditioniert und in einem gleichmäßigem Zustand gehalten. Grenzbereiche zwischen oxidischer und metallischer Targetoberfläche, wie sie sich beim Sputten von einem statischen Target ausbilden, stellen den Bereich der größten Arcingdichte dar. Diese Übergangsbereiche existieren beim zylindrischen Target nicht. Somit sollte die Tendenz zum Arcing und damit zur Partikelbildung durch den Einsatz zylindrischer Targets minimiert werden können. In der Großflächenbeschichtung werden aus Gründen der Abscheiderate und der Standzeit, bereits seit einigen Jahren rotierende zylindrische Targets eingesetzt [5, 43, 44, 85].

## 2.2 Interferenzfilter

Das in dieser Arbeit zu entwickelnde Beschichtungssystem dient der Herstellung optischer Filtersysteme, die auf dem Prinzip der Interferenz beruhen. Daher werden in diesem Abschnitt die Grundlagen der Funktion, des Aufbaus und des Designs solcher Systeme dargestellt. Die Grundlage für die Funktion von Dünnschichtinterferenzfiltern bildet die Abhängigkeit der Ausbreitung elektromagnetischer Wellen vom durchstrahlten Medium. Dazu kommen Effekte an den Grenzflächen zwischen zwei Medien, auf die eine elektromagnetische Welle auftrifft. Diese Gesetzmäßigkeiten lassen sich aus den Maxwell'schen Gleichungen

$$\operatorname{div}(\vec{E}) = \frac{1}{\epsilon_0} \rho \quad (\text{Gaußsches Gesetz}) \quad (2.12)$$

$$\operatorname{rot}(\vec{E}) = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{Faradaysches Induktionsgesetz}) \quad (2.13)$$

$$\operatorname{div}(\vec{B}) = 0 \quad (\text{Gaußsches Gesetz für Magnetfelder}) \quad (2.14)$$

$$\operatorname{rot}(\vec{B}) = \mu_0 \left( \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \right) \quad (\text{Ampère und Maxwellergänzung}) \quad (2.15)$$

ableiten und erfordern die Kenntnis der Materialkonstanten der Medien.

### 2.2.1 Materialkonstanten

Elektromagnetische Wellen bestehen aus gekoppelten elektrischen und magnetischen Feldvektoren, die senkrecht zueinander und zur Ausbreitungsrichtung stehen. In drei Dimensionen und einer allgemeinen periodischen Darstellung wird eine elektromagnetische Welle durch folgende Gleichung beschrieben:

$$\vec{E}(\vec{r}, t) = \vec{E}_0 \exp\left(-i\frac{2\pi\tilde{N}}{\lambda}\vec{q}\cdot\vec{r}\right) \exp(i\omega t), \quad (2.16)$$

mit:

- $\vec{r} \sim$  Ortsvektor,
- $\vec{q} \sim$  Einheitsvektor in Ausbreitungsrichtung,
- $\tilde{N} \sim$  komplexer Brechungsindex,
- $\omega \sim$  Winkelgeschwindigkeit,
- $i \sim$  imaginäre Einheit,
- $t \sim$  Zeit.

Die Permittivität für elektrische Felder wird durch die Dielektrizitätskonstante  $\tilde{\epsilon}(\nu = \omega/(2\pi))$  beschrieben. Es handelt sich dabei um eine komplexe Größe, die sowohl die Auslenkung elektrischer Ladungen als auch deren Phase bezüglich der anregenden Welle angibt:

$$\tilde{\epsilon}(\nu) = \epsilon'(\nu) - i\epsilon''(\nu). \quad (2.17)$$

Die Permeabilität  $\tilde{\mu}_r$ , oder auch magnetische Leitfähigkeit, gibt das Verhältnis zwischen der magnetischen Flussdichte und der magnetischen Feldstärke an. Aus den Maxwellgleichungen folgt der Zusammenhang:

$$\tilde{N}(\nu) = \sqrt{\tilde{\epsilon}_r(\nu)\tilde{\mu}_r(\nu)} \quad (2.18)$$

Für die in dieser Arbeit betrachteten dielektrischen Materialien gilt  $\tilde{\mu}_r = 1$ , womit sich

$$\tilde{N}(\nu) = \sqrt{\tilde{\epsilon}_r(\nu)}. \quad (2.19)$$



ergibt, Dabei stellt  $\tilde{N}$  den komplexen Brechungsindex

$$\tilde{N}(\nu) = n(\nu) - ik(\nu) \quad (2.20)$$

dar. Mit dem Realteil  $n$  als Faktor, um den sich die Phasengeschwindigkeit des Lichts beim Übergang in ein Medium gegenüber dem Vakuum verringert und dem Imaginäranteil  $k$  als Maß für die Absorption des Mediums. Die Permeabilität  $\tilde{\mu}_r$  gibt an, bis zu welchem Grad ein Material durch das Anlegen eines äußeren Feldes polarisiert und somit mit einer elektromagnetischen Welle in Wechselwirkung treten kann. Für nichtmagnetische Materialien gilt daher  $\mu_r = 1$  und somit beschreibt der komplexe Brechungsindex  $\tilde{N}$  den Zusammenhang der Wechselwirkung zwischen elektrischem und magnetischem Feld der eintreffenden Welle und der dielektrischen Verschiebung im Medium. Im weiteren Verlauf der Arbeit wird immer die Notation mit negativem Vorzeichen des Imaginärteils des Brechungsindex nach Azzam/Bashara [86], Palik [87] und Tompkins [88] verwendet. Die Komponenten des komplexen Brechungsindex berechnen sich wie folgt aus der elektrischen Permittivität:

$$n = \sqrt{\frac{1}{2} (|\tilde{\epsilon}_r| + \operatorname{Re}(\tilde{\epsilon}_r))}, \quad (2.21)$$

$$k = \sqrt{\frac{1}{2} (|\tilde{\epsilon}_r| - \operatorname{Re}(\tilde{\epsilon}_r))}, \quad (2.22)$$

$$\operatorname{Re}(\tilde{\epsilon}_r) = \epsilon' = n^2 - k^2, \quad (2.23)$$

$$\operatorname{Im}(\tilde{\epsilon}_r) = \epsilon'' = 2nk, \quad (2.24)$$

$$\tilde{\epsilon} = \epsilon'_r - i\epsilon''_r. \quad (2.25)$$

## 2.2.2 Dispersionsmodelle

Um die Materialeigenschaften der verwendeten Materialien zu beschreiben, muss die Wellenlängenabhängigkeit des Brechungsindex [89] - die Dispersion - numerisch modelliert werden. Je nach Material und Frequenzbereich sind dafür unterschiedliche Modelle geeignet.

## Empirische Modelle

Das Cauchy-Dispersions-Modell [90] eignet sich bei dielektrischen und metallischen Materialien, die im untersuchten Spektralbereich keine oder nur wenig Absorption aufweisen [88]. Unter der Annahme eines polynomiellen Verlaufs von  $n(\nu)$  und  $k(\nu)$  im betrachteten Spektralbereich lässt sich die dielektrische Funktion wie folgt darstellen:

$$n(\lambda) = n_0 + C_0 \frac{n_1}{\lambda^2} + C_1 \frac{n_2}{\lambda^4}, \quad (2.26)$$

$$k(\lambda) = k_0 + C_0 \frac{k_1}{\lambda^2} + C_1 \frac{k_2}{\lambda^4}. \quad (2.27)$$

$C_0 = 10^2$  und  $C_1 = 10^7$  sind Skalierungsfaktoren, die üblicherweise eingeführt werden, um die Parameterwerte in überschaubaren Dimensionen zu halten [91]. Zur Berechnung wird die Wellenlänge  $\lambda$  dimensionslos benutzt.

Der Nachteil in der Beschreibung nach Cauchy liegt in dem Unvermögen des Modells, den gesamten sichtbaren und den Niederinfrarotbereich mit einem Parametersatz abzudecken. Zu diesem Zweck wird oft die Sellmeier-Gleichung [92] als Generalisierung der Cauchygleichung benutzt [93]. Ursprünglich ausschließlich für nicht absorbierende Materialien ( $k = 0$ ) eingesetzt, wird sie gegebenenfalls zur Beschreibung von absorbierenden Materialien um die Gleichung (2.29) erweitert [90, 94]:

$$n(\lambda) = \left[ A + \sum_n \frac{B_n \lambda^2}{\lambda^2 - C_n} \right], \quad (2.28)$$

$$k(\lambda) = 0 \text{ oder } k(\lambda) = \left[ n(\lambda) \sum_{n=1} \frac{B_n}{\lambda^{2n-3}} \right]. \quad (2.29)$$

Zur Berechnung wird die Wellenlänge  $\lambda$  hier ebenfalls dimensionslos benutzt. Die Sellmeier-Gleichung findet insbesondere bei der Beschreibung von Gläsern und einfachen dünnen Schichten Anwendung. Der Nachteil dieser empirischen Modelle besteht in der Vernachlässigung der Kramers-Kronig-Beziehung (siehe [95]), die einen Zusammenhang zwischen Real- und Imaginärteil der dielektrischen Funktion und damit den Zusammenhang zwischen  $n$  und  $k$  beschreibt. Es kann somit zu physikalisch unmöglichen Kombinationen von  $n$  und  $k$  bei Regressionsrechnungen mit diesen Modellen kommen. In dieser Arbeit wurden Substrate stets mit einem Sellmeiermodell beschrieben.

## Das Drude-Lorentz-Modell

Ein physikalisch korrekteres Modell, insbesondere zur Beschreibung von dielektrischen Materialien, ist das Drude-Lorentz-Oszillatormodell. Dieses Modell ist in der Lage, die Dispersion vieler Materialien vom sichtbaren bis in den Infrarotbereich gut zu beschreiben [96]. Dabei stellt es, im Gegensatz zu den genannten empirischen Modellen, die dielektrische Funktion in einer Gleichung dar und ist Kramers-Kronig konsistent. Allerdings ist bei diesem Modell darauf zu achten, dass der genutzte Spektralbereich energetisch ausreichend unterhalb der Resonanz der Oszillatoren liegt [96], da der Interbandbereich nur ersatzweise durch einen klassischen Oszillator beschrieben wird.

Das Modell basiert dabei auf der Annahme, dass die Dynamik der Elektronen in einem Festkörper vereinfacht durch einen gedämpften harmonischen Oszillator beschrieben werden können. Modellhaft sind hier die Elektronen durch Feldern am Atomkern befestigt:

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \Omega_\tau \frac{dx}{dt} + \Omega_0^2 x = -\frac{q_e}{m_e} E_l e^{-i\omega t} \quad (2.30)$$

mit

- $m_e \sim$  Masse des Elektrons,
- $x \sim$  Auslenkung des Elektrons aus seiner Ruhelage,
- $t \sim$  Zeit,
- $q_e \sim$  Elementarladung eines Elektrons,
- $E_l \sim$  lokales elektrisches Feld, bspw. der elektromagnetischen Welle,
- $\omega \sim$  Kreisfrequenz des treibenden Feldes,
- $\Omega_{0,k} \sim$  Eigenfrequenz des ungedämpften harmonischen Oszillators,
- $\Omega_\tau \sim$  Dämpfung.

Die Lösung dieser Bewegungsgleichung lautet:

$$x(t) = -\frac{q_e}{m_e} \frac{1}{\Omega_0^2 - \omega^2 - i\Omega_\tau \omega} E_l e^{-i\omega t}. \quad (2.31)$$

Mithilfe der Elektronendichte  $N_e$  und des Zusammenhangs zwischen dielektrischer Funktion  $\epsilon$  und der Polarisierbarkeit  $\alpha$

$$\epsilon = 1 + \frac{N_e \alpha}{\epsilon_0} = 1 + \frac{N_e q_e x}{\epsilon_0 E_l} \quad (2.32)$$

lässt sich die dielektrische Funktion angeben:

$$\epsilon(\omega) = 1 + \frac{\Omega_p^2}{\Omega_0^2 - \omega^2 - i\Omega_\tau \omega} \quad \text{mit} \quad \Omega_p^2 = \frac{4\pi N_e q_e^2}{\epsilon_0 m_e}. \quad (2.33)$$

Aufgrund der Bandstruktur der Festkörper existiert ein Kontinuum mehrerer elektronischer Zustände. Daher tragen stets mehrere Oszillatoren verschiedener Frequenzen ( $k = 1 \dots m$ ) zu den Schwingungen bei. Der Beitrag freier Ladungsträger (Drude-Term) kann ebenfalls als harmonischer Oszillator aufgefasst werden, der keine Rückstellkraft besitzt. In diesem Fall ist die Resonanzfrequenz  $\omega_{0,k} = 0$ . Zur besseren Lesbarkeit erfolgt die Notation der Beiträge des Drude-Terms mit kleinen griechischen Buchstaben. Die Lösung der Bewegungsgleichung reduziert sich dann auf

$$\epsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\omega_\tau \omega}. \quad (2.34)$$

In Summe lässt sich die dielektrische Funktion eines Festkörpers durch eine Kombination von Lorentz-Oszillatoren und einem Drude-Term modellieren:

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty + \sum_{k=1}^m \frac{\Omega_{p,k}^2}{\Omega_{0,k}^2 - \omega^2 - i\Omega_{\tau,k} \omega} - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\omega_\tau \omega}. \quad (2.35)$$

Üblicherweise wird der konstante Offset, verursacht von den Valenzelektronen, durch  $\epsilon_\infty$  ausgedrückt. Die Messdaten (photometrisch oder ellipsometrisch) lassen in der Regel stets eine Vielzahl an Lösungen zu, jedoch reicht oft schon die Benutzung eines einzigen Oszillators um adäquate numerische Ergebnisse in der Beschreibung der Dispersion zu erhalten.

Hieraus lassen sich nach den Gleichungen (2.21) und (2.22)  $n(\nu)$  sowie  $k(\nu)$  bestimmen.

## Das Tauc-Lorentz-Modell

Beim Tauc-Lorentz-Modell wird der klassische Lorentz-Oszillator mit der Tauc-Theorie parabolischer Bänder verbunden. Hier werden die Bindungszustände mit einem Lorentz-Oszillator gewichtet [97]. Die Verteilung der Zustände mit  $E_0$  als Übergangsenergie wird durch einen Lorentz-Peak beschrieben, mit  $A$  als Maß für die Übergangswahrscheinlichkeit und  $C$  als Breite eines Lorentzpeaks. Durch Multiplikation mit der Tauc-Formel

$$\epsilon_2 = \frac{(\hbar\omega - E_g)^2}{\omega^2}, \quad (2.36)$$

die die optische Bandlücke  $E_g$  enthält, ergibt sich der Imaginärteil der dielektrischen Funktion zu [98]:

$$\epsilon_2 = \frac{AE_0(E - E_g)^2}{E[(E^2 - E_0^2)^2 + C^2E^2]}, \quad (2.37)$$

mit:

$$\epsilon_2(E) = 0 \Leftrightarrow E < E_g. \quad (2.38)$$

Ist  $\epsilon_2(E)$  über einen hinreichend großen Frequenzbereich bekannt, so kann  $\epsilon_1$  mithilfe der Kramers-Kronig-Relation daraus berechnet werden:

$$\epsilon_1(E) = \epsilon_1(\infty) + \frac{2}{\pi}P \int_{E_g}^{\infty} \frac{\xi\epsilon_2(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi. \quad (2.39)$$

Jellison und Modine zeigten in [98, 99], dass sich  $\epsilon_1$  auch ausdrücken lässt durch:

$$\begin{aligned} \epsilon_1(E) = & \epsilon_1(\infty) + \frac{AC}{\pi\zeta^4} \frac{a_{ln}}{2\alpha E_0} \ln \left( \frac{E_0^2 + E_g^2 + \alpha E_g}{E_0^2 + E_g^2 - \alpha E_g} \right) \\ & - \frac{A}{\pi\zeta^4} \frac{a_{arctan}}{E_0} \left[ \pi - \arctan \left( \frac{2E_g + \alpha}{C} \right) + \arctan \left( \frac{-2E_g + \alpha}{C} \right) \right] \\ & + 2 \frac{AE_0}{\pi\zeta^4 \alpha} E_g (E^2 - \gamma^2) \left[ \pi + 2 \arctan \left( 2 \frac{\gamma^2 - E_g^2}{\alpha C} \right) \right] \\ & - \frac{AE_0 C}{\pi\zeta^4} \frac{E^2 + E_g^2}{E} \ln \left( \frac{|E - E_g|}{E + E_g} \right) + 2 \frac{AE_0 C}{\pi\zeta^4} E_g \ln \left[ \frac{|E - E_g|(E + E_g)}{\sqrt{(E_0^2 - E_g^2)^2 + E_g^2 C^2}} \right], \end{aligned} \quad (2.40)$$

mit:

$$\begin{aligned}
 a_{ln} &= (E_g^2 - E_0^2)E^2 + E_g^2C^2 - E_0^2(E_0^2 + 3E_g^2), \\
 a_{atan} &= (E^2 - E_0^2)(E_0^2 + E_g^2) + G_g^2C^2, \\
 \zeta^4 &= (E^2 - \gamma^2)^2 + \frac{\alpha^2C^2}{4}, \\
 \alpha &= \sqrt{4E_0^2 - C^2}, \\
 \gamma &= \sqrt{E_0^2 - \frac{C^2}{2}}.
 \end{aligned}$$

Das Tauc-Lorentz Modell kommt aufgrund der Berücksichtigung des eingeschränkten Phasenraums für die Absorption von Energie durch gedämpfte Elektronen oft bei Wellenlängenbereichen im Ultravioletten bis hin in den sichtbaren Bereich zum Einsatz. In der vorliegenden Arbeit wurde das Modell immer dann benutzt, wenn eine Beschreibung der Dispersion deutlich unterhalb von 380 nm notwendig war.

### Effektiv-Medien-Theorie

Die Effektiv-Medien-Theorien beschreiben die makroskopischen Eigenschaften eines Mediums auf Basis der Eigenschaften der Bestandteile, aus denen es aufgebaut ist. Es gibt eine Vielzahl dieser Modelle [100] aus denen, je nach Anforderung, gewählt werden kann.

In der hier vorliegenden Arbeit wurde ein Maxwell-Garnet Modell zur Beschreibung des Interfaces zwischen Schicht und Luft benutzt. Die allgemeine Darstellung lautet [101]:

$$\left( \frac{\epsilon_{eff} - \epsilon_m}{\epsilon_{eff} + 2\epsilon_m} \right) = \delta_i \left( \frac{\epsilon_i - \epsilon_m}{\epsilon_i + 2\epsilon_m} \right) \tag{2.41}$$

mit:

- $\epsilon_{eff} \sim$  effektive Dielektrizitätskonstante,
- $\epsilon_m \sim$  Dielektrizitätskonstante des Trägermediums,
- $\epsilon_i \sim$  Dielektrizitätskonstante des Mediums in den Einschlüssen,
- $\delta_i \sim$  Anteil des eingeschlossenen Materials.

## 2.2.3 Mathematische Darstellung von Interferenzfiltern

### Polarisation

Bei der Ausbreitung einer elektromagnetischen Welle im Raum besitzt sie eine Polarisationsrichtung. Diese Polarisationsebene der Welle wird durch einen der Vektoren  $\vec{E}$  oder  $\vec{B}$  zusammen mit dem Wellenvektor  $\vec{k}$  aufgespannt. Da die Wechselwirkungen mit Materie für die hier betrachteten Materialien auf elektrischen Wechselwirkungen beruhen ( $\mu_r = 1$ ) wird üblicherweise der elektrische Feldvektor  $\vec{E}$  zum Aufspannen der Polarisationsebene benutzt. Jede Welle kann bezüglich einer Ebene aus der Superposition von zwei einzelnen Wellen, jeweils parallel und senkrecht zur Oberfläche, behandelt werden. Dadurch ergeben sich Vereinfachungen in der mathematischen Beschreibung der Ausbreitung von Lichtwellen.

Zur Beschreibung elektromagnetischer Wellen inklusive ihrer Phase werden in der Regel Stokesvektoren genutzt [86]:

$$S = \begin{pmatrix} s_0 \\ s_1 \\ s_2 \\ s_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \langle \tilde{E}_x^2(t) \rangle + \langle \tilde{E}_y^2(t) \rangle \\ \langle \tilde{E}_x^2(t) \rangle - \langle \tilde{E}_y^2(t) \rangle \\ 2\langle \tilde{E}_x(t)\tilde{E}_y(t) \cos \delta \rangle \\ 2\langle \tilde{E}_x(t)\tilde{E}_y(t) \sin \delta \rangle \end{pmatrix}, \quad (2.42)$$

mit:

- $s_0 \sim$  totale Intensität der Lichtwelle (immer positiv),
- $s_1 \sim$  Intensitätsdifferenz zwischen x- und y-Komponente,
- $s_2 \sim$  linear polarisierte Komponente,
- $s_3 \sim$  zirkular polarisierte Komponente,
- $\delta \sim$  relative Phase.

### Wechselwirkung mit Materie

Die makroskopische Wechselwirkung zwischen elektromagnetischen Wellen und Materie wird von den Fresnelschen Formeln sowie dem Lambert-Beerschen Gesetz beschrieben. Beim Auftreffen auf eine Grenzfläche zweier Medien wird ein Teil des Strahls reflektiert, der andere Teil wird transmittiert. Für den Übergang zwischen den Medien wird das Winkelverhältnis zwischen Ein- und Ausfallswinkel (gemessen zum Lot) durch das Snelliussche Brechungsgesetz beschrieben:

$$N_1 \sin(\Phi_1) = N_2 \sin(\Phi_2). \quad (2.43)$$

Die Absorption eines Materials wird durch das Lambert-Beersche Gesetz beschrieben, welches das Verhältnis zwischen eingestrahelter und ortsabhängiger Intensität unter Verwendung des Absorptionskoeffizienten angibt:

$$I(z) = I_0 e^{-\alpha z}, \quad (2.44)$$

mit:

$$\alpha = 4\pi \frac{k}{\lambda}.$$

Unter der Annahme, dass die betrachteten Medien optisch isotrop sind, kann das Licht in die linearen Polarisationszustände parallel ( $p$ ) und senkrecht ( $s$ ) zur Einfallsebene, die sogenannten Polarisationszustände, zerlegt werden. Die einzelnen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten ergeben sich wieder aus den Maxwellgleichungen als sogenannte Fres-



nelgleichungen:

$$\tilde{r}_{12}^p = \frac{\tilde{E}_r^p}{\tilde{E}_i^p} = \frac{\tilde{N}_2 \cos \Phi_1 - \tilde{N}_1 \cos \Phi_2}{\tilde{N}_2 \cos \Phi_1 + \tilde{N}_1 \cos \Phi_2} \quad (2.45)$$

$$\tilde{t}_{12}^p = \frac{\tilde{E}_t^p}{\tilde{E}_i^p} = \frac{2\tilde{N}_1 \cos \Phi_1}{\tilde{N}_2 \cos \Phi_1 + \tilde{N}_1 \cos \Phi_2} \quad (2.46)$$

$$\tilde{r}_{12}^s = \frac{\tilde{E}_r^s}{\tilde{E}_i^s} = \frac{\tilde{N}_1 \cos \Phi_1 - \tilde{N}_2 \cos \Phi_2}{\tilde{N}_1 \cos \Phi_1 + \tilde{N}_2 \cos \Phi_2} \quad (2.47)$$

$$\tilde{t}_{12}^s = \frac{\tilde{E}_t^s}{\tilde{E}_i^s} = \frac{2\tilde{N}_1 \cos \Phi_1}{\tilde{N}_1 \cos \Phi_1 + \tilde{N}_2 \cos \Phi_2}. \quad (2.48)$$

Mithilfe dieser Komponenten kann jeder Lichtstrahl in seine Komponenten  $t^s$  und  $t^p$  beziehungsweise  $r^s$  und  $r^p$  zerlegt und der Transmissions- und Reflexionsgrad an einer Grenzfläche sowie die Abschwächung und Ausbreitungsrichtung innerhalb eines Mediums berechnet werden. Wird dieser Prozess iterativ für mehrere Medien und für verschiedene Wellenlängen hintereinander wiederholt, so lassen sich theoretische Transmissions- und Reflexionsspektren für Dünnschichtfilter berechnen. Nach Jellison [102] lassen sich die Fresnelkoeffizienten sowie die Abschwächung des Lichts in einer Matrix zusammenfassen, die die Interaktion mit einem Medium, inklusive des Übergangs, beschreibt.

$$\begin{aligned} \tilde{M} &= \prod_{j=0}^N \tilde{M}_j = \begin{pmatrix} \tilde{m}_{11} & \tilde{m}_{12} \\ \tilde{m}_{21} & \tilde{m}_{22} \end{pmatrix} & (2.49) \\ \tilde{M}_j &= \begin{pmatrix} \cos \tilde{g}_j & i\tilde{U}_j^{-1} \sin \tilde{g}_j \\ i\tilde{U}_j \sin \tilde{g}_j & \cos \tilde{g}_j \end{pmatrix} \\ \tilde{U}_j &= \begin{cases} \tilde{N}_j / \cos \phi_j & \text{p-Fall} \\ \tilde{N}_j \cdot \cos \phi_j & \text{s-Fall} \end{cases} \\ \tilde{g}_j &= \frac{2\pi}{\lambda} \tilde{N}_j d_j \cos \phi_j. \end{aligned}$$

Aus diesen Matrizen lassen sich, jeweils für den  $p$ - als auch für den  $s$ -Fall, die komplexen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten berechnen:

$$\tilde{r}_{p,s} = \frac{\tilde{m}_{11}\tilde{U}_0 - \tilde{m}_{22}\tilde{U}_S + \tilde{m}_{12}\tilde{U}_0\tilde{U}_S - \tilde{m}_{21}}{\tilde{m}_{11}\tilde{U}_0 + \tilde{m}_{22}\tilde{U}_S + \tilde{m}_{12}\tilde{U}_0\tilde{U}_S + \tilde{m}_{21}}, \quad (2.50)$$

$$\tilde{t}_{p,s} = A \frac{2\tilde{U}_0}{\tilde{m}_{11}\tilde{U}_0 + \tilde{m}_{22}\tilde{U}_S + \tilde{m}_{12}\tilde{U}_0\tilde{U}_S + \tilde{m}_{21}}, \quad (2.51)$$

$$A = \begin{cases} \frac{\cos \phi_0}{\cos \phi_s} & \text{p-Fall} \\ 1 & \text{s-Fall} \end{cases},$$

mit:

$\phi_0 \sim$  Einfallswinkel aus dem Umgebungsmedium,

$\phi_s \sim$  Ausbreitungswinkel im Substrat.

Mithilfe dieser Koeffizienten können für unpolarisiertes Licht die reellen Werte für  $R$  und  $T$  berechnet werden:

$$R = \frac{\tilde{r}_p\tilde{r}_p^* + \tilde{r}_s\tilde{r}_s^*}{2}, \quad (2.52)$$

$$T = \operatorname{Re} \left( \frac{n_S \cos \phi_S}{n_0 \cos \phi_0} \right) \frac{\tilde{t}_p\tilde{t}_p^* + \tilde{t}_s\tilde{t}_s^*}{2}. \quad (2.53)$$

Die Indizes stehen für das umgebende Medium (0) und das Substrat ( $S$ ).

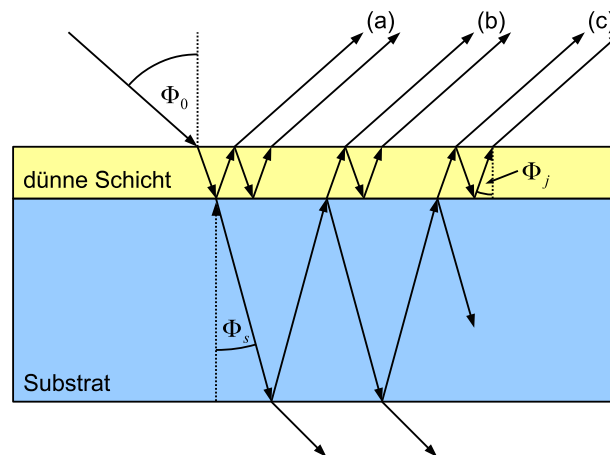


Abbildung 2.13: Verlauf der Lichtstrahlen in Reflexion und Transmission an einem beschichteten Substrat. Die entstehenden Teilreflexe (a), (b), (c), etc. bilden beispielsweise die Reflexion an einem Substrat. Abgebildet ist der Einfallswinkel  $\phi_0$  und die Ausbreitungswinkel in der Schicht  $\phi_j$  sowie im Substrat  $\phi_s$ .

Zu dem bereits beschriebenen Vorgehen zur Berechnung der Reflexion bzw. Transmission eines Dünnschichtstapels muss der Strahlverlauf im Substrat, durch welchen weitere Reflexe entstehen können (vgl. Abbildung 2.13), zusätzlich mit in die Berechnungen einbezogen werden.

## 2.2.4 Design von Interferenzfiltern

Die Synthese von Designs für optische Filter ist eine stete und kontinuierliche Herausforderung. Durch die steigenden Anforderungen an die optischen Eigenschaften und den abzudeckenden Spektralbereich werden die Designs immer komplexer. Die vorangegangenen Ausführungen zur mathematischen Darstellung werfen die Frage auf, wie die Brechzahlprofile solcher Filter generiert werden. Bereits sehr früh wurde der Zusammenhang zwischen spektrometrischen Daten und der Modulation der optischen Konstanten erkannt [103] und in der Praxis genutzt [104]. Dieses Verfahren eignet sich zur Synthese der Designs heutiger Filter jedoch kaum, da oft mehrere verschiedene spektrale Anforderungen gleichzeitig erfüllt werden müssen. Außerdem liefert das Verfahren ein Brechzahlprofil, welches nur

unter erhöhtem produktionstechnischem Aufwand realisierbar ist. Darüber hinaus wird bei diesem Verfahren auch die Dispersion der Brechzahl vernachlässigt.

Um dennoch adäquate Ergebnisse zu erzielen und geeignete Filtersysteme zu errechnen werden oft evolutionäre Algorithmen und andere mathematische Verfahren zur Optimierung benutzt und kombiniert. Diese Algorithmen eignen sich gut zur Synthese von einfachen Designs. Jedoch konvergieren sie typischerweise schnell in lokalen Minima der Fehlerfunktion. Typischerweise steht die Anzahl an Schichten bei diesen Methoden fest. Es muss also eine ausreichende Anzahl an Schichten vorgegeben werden, um eine adäquate Lösung des Desingproblems zu ermöglichen.

Ein Beispiel für die automatische Anpassung der Anzahl an Schichten ist der Needle-Algorithmus [105]. Durch das gezielte Einfügen von neuen Schichten in das Design (Setzen einer Nadel) wird neues Potential zur Minimierung der Fehlerfunktion geschaffen. Die Herausforderung bei dieser Prozedur ist es, das richtige Material und die richtige Position im aktuellen Brechzahlprofil zu lokalisieren, um die Fehlerfunktion möglichst stark zu minimieren. Sei  $z$  eine beliebige Ortskoordinate entlang der Schichtdickenachse,  $\delta$  die Dicke der einzubringenden Schicht,  $n$  die Brechzahl der Schicht und  $F$  die Fehlerfunktion des vorliegenden Designproblems. Es kann gezeigt werden [105], dass eine Änderung der Fehlerfunktion in Abhängigkeit der Änderung des Brechzahlprofils als Reihe dargestellt werden kann:

$$\delta F = P_1(z, n)\delta + P_2(z, n)\delta^2 + \dots \quad (2.54)$$

Die Koeffizienten  $P$  hängen dabei von der Position im Brechzahlprofil und dem Brechungsindex ab. Beim Einfügen sehr dünner Schichten reduziert sich das Problem auf die Darstellung von  $P_1(z, n)$ . Da zudem nur eine diskrete Anzahl  $J$  an Brechzahlen (verschiedene Materialien) zur Verfügung steht, lässt sich das Problem wie folgt darstellen:

$$P(z) = \min_{1 < j < J} P_j(z, n_j). \quad (2.55)$$

Ziel ist es, einen möglichst negativen Wert zu erhalten. Zur Auswahl der Punkte, an denen eine Nadel gesetzt werden soll, könnten beispielsweise die Minima von  $P(z)$  genutzt werden in denen  $P(z) \ll 0$  gilt.

# Kapitel 3

## Methoden der Schichtcharakterisierung

### 3.1 Optische Schichtcharakterisierung

Um die in Abschnitt 2.2.2 angesprochene Dispersion sowie andere Parameter, wie die Schichtdicke und die Schichtstreuung zu ermitteln, wurden in dieser Arbeit verschiedene optische Messverfahren genutzt.

#### 3.1.1 Photometrie

Ex-situ-Transmissions- sowie Reflexionsspektren wurden mit einem Perkin-Elmer Lambda 950 Spektralphotometer gemessen. Die so erhaltenen Messungen können mittels der Software SpectraRay3 der Firma Sentech Instruments GmbH gefittet werden, um Schichtdicken und Materialparameter zu bestimmen. Dabei ist zu beachten, dass mittels Photometrie immer nur die optische Schichtdicke  $n \cdot d$  vermessen werden kann. Bei einer einzelnen Schicht reicht eine photometrische Messung in der Regel nicht aus, um die Dispersion und die Schichtdicke hinreichend zu bestimmen. Bei bekannter Dispersion hingegen ist dies ein geeignetes und schnelles Mittel zur Bestimmung von Schichtdicken.

Dieses Gerät wurde ebenfalls zur Bestimmung der Streuung (Haze) der untersuchten Schichten verwendet. Für die Messungen kam eine Ulbrichtkugel, vgl. Abbildung 3.1, zum Einsatz, die es erlaubt, die totale  $T_{tot}$  beziehungsweise die diffuse  $T_{diff}$  Transmission einer

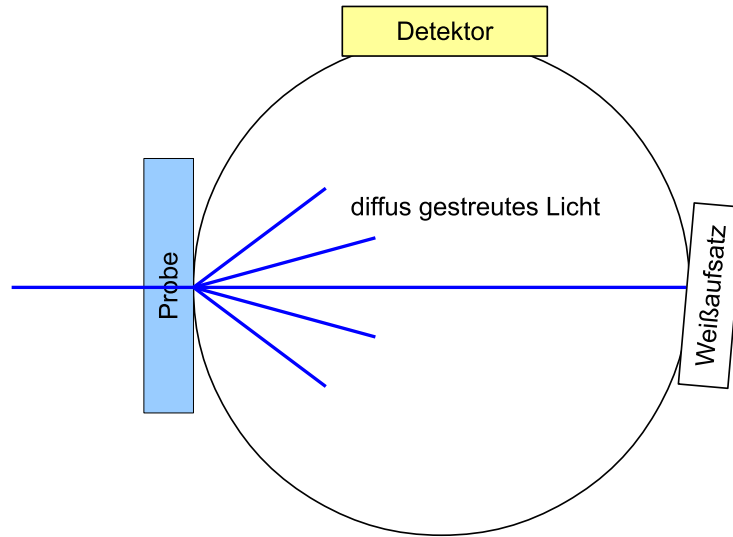


Abbildung 3.1: Messaufbau zur Bestimmung des Hazewertes in Transmission. Unter Benutzung des Weißaufsatzes wird die totale Transmission  $T_{tot}$  gemessen. Wird er entfernt, wird die diffuse Transmission  $T_{diff}$  gemessen.

Probe zu bestimmen. Die Kugel ist im Inneren mit einer hochreflektierenden Beschichtung versehen. Das an einer Probe gestreute Licht wird an der Kugeloberfläche solange reflektiert, bis es auf den Detektor trifft. Durch die Entfernung des Weißaufsatzes in Abbildung 3.1 wird das ungestreute Licht aus der Kugel geleitet und somit nur der diffuse Anteil gemessen. Der Hazewert ist wie folgt definiert:

$$Haze(\lambda) = \frac{T_{diff}(\lambda)}{T_{tot}(\lambda)} = \frac{T_{diff}(\lambda)}{T_{diff}(\lambda) + T_{spec}(\lambda)}, \quad (3.1)$$

wobei  $T_{spec}$  für den gerichteten Anteil des transmittierten Lichts steht. Um verschiedene spektrale Messungen des Hazewertes vergleichbar zu machen, kann die Summe über eine gewisse Anzahl  $N$  an gemessenen Hazewerten im Messintervall  $iHaze[\lambda_{min}, \lambda_{max}]$  gebildet werden:

$$iHaze[\lambda_{min}, \lambda_{max}] = \frac{1}{N} \sum_{\lambda_n=\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} Haze(\lambda_n). \quad (3.2)$$

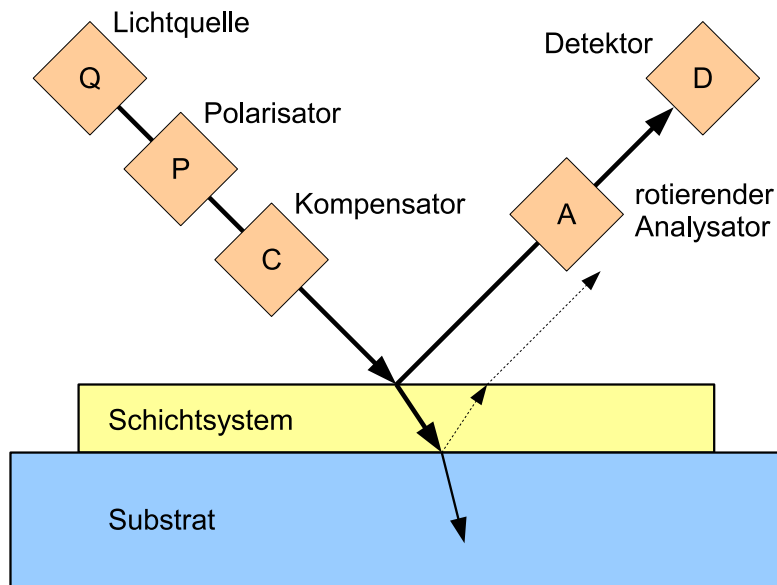


Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau des Sentech SE 850 DUV Ellipsometers.

### 3.1.2 Spektroskopische Ellipsometrie

Zur Charakterisierung der Dispersion wurde ein Ellipsometer der Firma Sentech Instruments GmbH, das SE 850 DUV benutzt, welches im Spektralbereich von 190 - 2500 nm arbeitet. Die Ellipsometrie ist ein sehr exaktes, berührungsloses und zerstörungsfreies Messverfahren, welches in der Dünnschichttechnik zur Vermessung von Einzel- und Mehrschichtsystemen, bestehend aus Isolatoren, Halbleitern und Metallen, eingesetzt wird. Das Messprinzip beruht auf der Änderung des Polarisationszustands bei der Reflexion an oder der Transmission durch eine/r Grenzfläche, wie sie in Abschnitt 2.2.3 beschrieben ist sowie der Phasenänderung zwischen den zur Probe parallel und senkrecht polarisierten Teilstrahlen des Lichts. Da die Änderung des Polarisationszustandes vom Einfallswinkel des Lichts, dem zu vermessenden Schichtsystem und der Wellenlänge des Lichts abhängt, können so mehr Informationen aus einer Messung gewonnen werden als bei der unpolarisierten Photometrie. Der schematische Aufbau des Ellipsometers ist in Abbildung 3.2 gezeigt. Ausgehend von einer Lichtquelle (Q) wird das Licht von einem Polarisator (P) linear polarisiert. Durch einen einschwenkbaren Kompensator (C) kann das Licht zusätzlich zirkular polarisiert werden, um das Auflösungsvermögen der Messung zu verbessern. Nach dem Auftreffen auf das zu vermessende Schichtsystem samt Substrat wird das Licht durch einen weiteren Polarisator, den Analysator (A), gefiltert. Die Intensität der durch den Ana-

lysator bestimmten Polarisationskomponente des Lichts wird dann am Detektor gemessen. Der Analysator wird dabei schrittweise um einen bestimmten Winkel weiterbewegt. Besitzen die beiden Wellen nach dem Austreten aus dem Messgerät eine Phasendifferenz  $\delta_1$  und nach der Reflexion an der Probe eine Phasendifferenz  $\delta_2$ , dann wird der erste ellipsometrisch messbare Parameter  $\Delta$  definiert zu:

$$\Delta = \delta_1 - \delta_2. \quad (3.3)$$

Das Amplitudenverhältnis zwischen den reflektierten Lichtkomponenten ( $p$  und  $s$ ) wird im zweiten ellipsometrischen Parameter  $\Psi$  erfasst:

$$\tan \Psi = \frac{|\tilde{r}_{tot}^p|}{|\tilde{r}_{tot}^s|}. \quad (3.4)$$

Mit  $\tilde{\rho} = \frac{\tilde{r}_{tot}^p}{\tilde{r}_{tot}^s}$  ergibt sich die Fundamentalgleichung der Ellipsometrie zu:

$$\tilde{\rho} = \frac{\tilde{r}_{tot}^p}{\tilde{r}_{tot}^s} = \tan \Psi e^{i\Delta}. \quad (3.5)$$

Die Amplitude von  $\tilde{\rho}$  ist dabei im  $\tan \Psi$ -Anteil und die Phase im Exponentialteil enthalten. Für das beschriebene Ellipsometer (Abbildung 3.2) hängt die detektierte Intensität  $I$  folgendermaßen von den Azimutwinkeln der optischen Elemente ab [86]:

$$I = G \tilde{L} \tilde{L}^* \quad (3.6)$$

$$L = V_{ex} \cos(A) [\cos(C) \cos(P - C) - \rho_C \sin(C) \sin(P - C)] \\ + V_{ey} \sin(A) [\sin(C) \cos(P - C) + \rho_C \cos(C) \sin(P - C)]. \quad (3.7)$$

$A$ ,  $C$  und  $P$  geben hier die Azimutwinkel von Analysator, Kompensator und Polarisator,  $\rho_C$  das komplexe slow-to-fast Achsenverhältnis des Kompensators an.  $G$  ist eine Konstante bezüglich der Winkel.  $V_{ex}$  sowie  $V_{ey}$  sind die Eigenwerte bezüglich der linearen Eigenpolarisationszustände der Probe in  $x$ - und  $y$ -Richtung. Für isotrope Medien können sie durch  $\tilde{r}_{tot}^p$  und  $\tilde{r}_{tot}^s$  ersetzt werden. Bei  $\tilde{L}^*$  handelt es sich um das komplex Konjugierte von  $\tilde{L}$ .

Die Messungen werden bei diesem Gerät mit und ohne Kompensator ausgeführt. Gleichung (3.7) zeigt, dass die gemessenen Intensitäten, und damit das Auflösungsvermögen des Ellipsometers, je nach Messung mit und ohne Kompensator, unterschiedlich sind. Um optimale



Ergebnisse zu erzielen, wird eine kombinierte Messung ausgeführt, bei der die Ergebnisse automatisch mit entsprechender Fehlergewichtung zusammengerechnet werden.

Die Intensitäten mit und ohne Kompensator lassen sich in Abhängigkeit der Analysatorstellung durch

$$I(A, \rho_C = 1) = \frac{1}{2} (s_0 + s_1 \cos(2A) + s_2 \sin(2A)) \quad (3.8)$$

und

$$I(A, \rho_C = -i) = \frac{1}{2} (s_0 + s_1 \cos(2A) + s_3 \sin(2A)). \quad (3.9)$$

darstellen. Die Fourierkoeffizienten können über

$$s_1^{p,c} = 2 \frac{\sum_i I^{p,c}(A_i) \cos(2A_i)}{\sum_i I^{p,c}(A_i)} \quad (3.10)$$

und

$$s_2^{p,c} = 2 \frac{\sum_i I^{p,c}(A_i) \sin(2A_i)}{\sum_i I^{p,c}(A_i)} \quad (3.11)$$

bestimmt werden. Über die Fundamentalgleichung der Ellipsometrie (Gleichung (3.5)) können die Messgrößen  $\Psi$  und  $\Delta$  berechnet werden.

Die Software erlaubt das simultane Anpassen von Theorie- an Messspektren (Fitten) von photometrischen und ellipsometrischen Daten. So kann eine maximale Informationsausbeute, insbesondere bei sehr präzisen Messungen, gewährleistet werden. Innerhalb der Software ist es möglich, effektive Medien zu erstellen und somit Mischmaterialien, Einschlüsse und Rauheiten zu simulieren. Insbesondere eine gefittete Oberflächenrauheit bietet oft einen schnellen und guten Anhaltspunkt zur Optimierung von Schichteigenschaften. Generell können mit dieser Methode im Vergleich zur Rasterkraftmikroskopie (AFM) sehr gute Ergebnisse erzielt werden [106]. Dies setzt allerdings voraus, dass die Rauheiten stark genug ausgebildet und die Substratoberflächen selbst glatt genug sind. Für die Charakterisierung des Grenzübergangs zwischen Schicht und Luft wurde mit dem in Abbildung 3.3 gezeigten Modell gearbeitet. Es wurde eine zusätzliche Maxwell-Garnett-Schicht auf der Schicht beziehungsweise dem Schichtsystem angenommen. Dabei wurde die Annahme getroffen, dass der Anteil der in der Schicht eingeschlossenen Luft

50 % beträgt. Diese Annahme führt allerdings zu Abweichungen in den RMS-Werten (Root-Mean-Square, quadratischer Mittelwert einer zeitlich oder örtlich veränderlichen Größe), gegenüber durch AFM-Messungen ermittelten Werten. Typischerweise weichen die so per Ellipsometrie ermittelten Dicken der Grenzschicht (bis 10 nm) von den RMS Rauheiten, die durch AFM bestimmt wurden, um den Faktor 2 nach oben ab. Ein genauere Fit der Einschlüsse wurde im Fall der vorliegenden Arbeit zugunsten der Bestimmung anderer Schichtparameter unterlassen, da verschiedene unbekannte Schichtparameter per Ellipsometrie ermittelt werden sollen. Es bietet sich dabei an, die Anzahl freier Parameter so klein wie möglich zu halten.

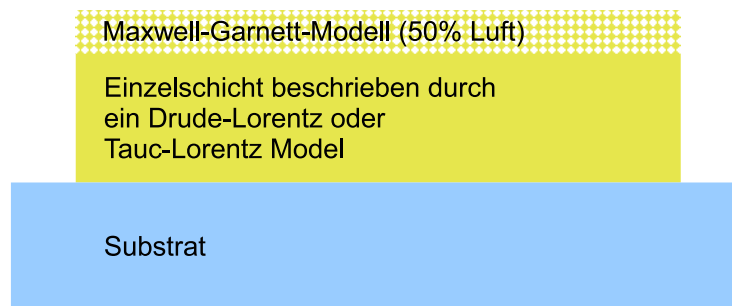


Abbildung 3.3: In dieser Arbeit genutztes Modell zur Beschreibung des Übergangs zwischen abgeschiedener Schicht und Luft.

## 3.2 Röntgenreflektometrie

Ähnlich der Ellipsometrie werden auch bei der Röntgenreflektometrie oder auch X-Ray Reflectometry (XRR) die Interferenzeigenschaften von Strahlung genutzt. Durch die kleinen Wellenlängen ( $\lambda < 10$  nm) der eingesetzten Strahlung eignet sich dieses Verfahren ebenfalls als berührungsloses und zerstörungsfreies Verfahren zur sehr präzisen Bestimmung von Parametern wie Schichtdicke, Dichte und Rauheit [107]. Da die zu untersuchenden Schichten sehr dünn sind, und die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung bis zu einem Millimeter betragen kann, wird hier unter sehr kleinen Einfallswinkeln  $\theta_1$ , gemessen relativ zur Probenoberfläche, auf die zu untersuchende Probe eingestrahlt. Ein unter dem gleichen Winkel angebrachter Detektor detektiert die Intensität des reflektierten Strahls. Durch die Ausbildung von konstruktiven und destruktiven Interferenzen in Abhängigkeit

des Einfallswinkels lassen sich Informationen über das vermessene System gewinnen. Als Bedingung für konstruktive beziehungsweise destruktive Interferenz ergeben sich:

$$m \cdot \lambda = 2dn \sin \theta_2, \quad (3.12)$$

$$\left(m + \frac{1}{2}\right) \cdot \lambda = 2dn \sin \theta_2, \quad (3.13)$$

mit

$$m \in \mathbb{Z} \text{ (Ordnung der Interferenz),}$$

$$\theta_2 \sim \text{Ausbreitungswinkel im Medium.}$$

Der Brechungsindex des Schichtmediums liegt bei  $n_2 = 1 - \delta$ , wobei  $\delta$  die Dispersion des Röntgenstrahls im Medium beschreibt [108].

$$\delta = \frac{N_A \cdot r_0 \cdot \lambda^2}{2 \cdot \pi} \sum_i \rho_i \frac{Z_i + f'_i}{A_i}, \quad (3.14)$$

mit:

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1} \text{ (Avogadrozahl),}$$

$$r_0 = 2,818 \cdot 10^{-15} \text{ m (klassischer Elektronenradius),}$$

$$\lambda \sim \text{Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung,}$$

$$\rho_i \sim \text{Dichte der Atomsorte } i,$$

$$A_i \sim \text{Atommasse der Atomsorte } i,$$

$$Z_i \sim \text{Ordnungszahl der Atomsorte } i,$$

$$f'_i \sim \text{Korrekturfaktor für die Dispersion der Atomsorte } i.$$

Aufgrund von  $\delta > 0$  wird der Strahl vom Lot weggebrochen und mithilfe des Snelliusschen Brechungsgesetzes lässt sich ein kritischer Winkel  $\theta_k$  berechnen, unter dem Totalreflexion

(maximale Intensität im gemessenen Spektrum) auftritt. Im Grenzfall  $\theta_2 = 0^\circ$  gilt:

$$\cos \theta_k = n_2 \cdot \cos 0^\circ \quad (3.15)$$

$$= n_2 = 1 - \delta$$

$$\Rightarrow \theta_k = \arccos(1 - \delta) \quad (3.16)$$

$$\approx \sqrt{2 \cdot \delta}.$$

Mithilfe elementarer Umformungen und den Näherungen  $\sin \theta \approx \theta$  für  $\theta \ll 1$  und  $\delta^2 \approx 0$  kann eine Abhängigkeit  $\theta_2 = f(\theta_1)$  angegeben werden:

$$n_2^2 \cdot \sin^2 \theta_2 = (n_2^2 - n_2^2 \cdot \cos^2 \theta_2) \quad (3.17)$$

$$= (1 - \delta)^2 - \cos^2 \theta_1$$

$$= 1 - \cos^2 \theta_1 - 2 \cdot \delta + \delta^2$$

$$\approx \sin^2 \theta_1 - 2 \cdot \delta$$

$$\Rightarrow n_2 \cdot \sin \theta_2 = \sqrt{\theta_1^2 - 2 \cdot \delta}. \quad (3.18)$$

Aus der Messung des Winkels der Totalreflexion lassen sich somit Rückschlüsse auf die Dichte des vermessenen Materials ziehen.

Zur Bestimmung der Schichtdicke kann die Interferenzbedingung aus den Gleichungen (3.12) und (3.17) folgendermaßen aufgeschrieben werden [107]:

$$\underbrace{\sin^2 \theta_1}_y = \underbrace{\left(\frac{\lambda}{2 \cdot d}\right)^2}_a \cdot \underbrace{m^2}_x + \underbrace{2 \cdot \delta}_b. \quad (3.19)$$

Durch das Auftragen von  $\sin^2 \theta_1$  über dem Quadrat der Ordnung ergibt sich somit eine Gerade ( $y = a \cdot x + b$ ), aus deren Steigung die Schichtdicke berechnet werden kann:

$$d = \frac{\lambda}{2 \cdot \sqrt{a}}. \quad (3.20)$$

Die gleiche Prozedur kann für destruktive Interferenz durchgeführt werden. Hierbei geht  $m$  in  $m + \frac{1}{2}$  über. Bemerkenswert ist, dass die Bestimmung der Schichtdicke unabhängig von der Dichte der Schicht erfolgt.

Zur Ermittlung der Rauheit von Grenzflächen wird die Abschwächung der detektierten Intensität durch Streuung an der Oberfläche modelliert. Aus der Stärke der Abschwächung lässt sich die Oberflächenrauigkeit bestimmen [109, 110]. Im Falle der vorliegenden Fitsoftware wird ein RMS-Wert für die Rauigkeit der Schicht angegeben.

Die XRD-Messungen wurden von der Analytikabteilung des Fraunhofer IST durchgeführt.

### 3.3 Konfokale Lasermikroskopie

Bei der konfokalen Mikroskopie handelt es sich um ein Verfahren zur fokussierten Laserab-rasterung einer Oberfläche, bei der stets nur ein Teil der zu vermessenden Oberfläche mit Licht beleuchtet wird. Dieser Lichtfleck ist typischerweise beugungsbegrenzt. Vor dem Detektor ist eine Lochblende angebracht, die alle ohnehin schwachen optischen Informationen, die außerhalb der Fokusebene liegen, entfernt. Damit wird nur sehr wenig Information von Punkten außerhalb des Fokuspunkts am Detektor registriert. Die heutzutage typische Form dieser Messanordnung ist das konfokale Laser-Scanning-Mikroskop. Ein Laserstrahl rastert die Oberfläche ab und das Bild wird sequenziell gemessen. Durch die lokale Beleuchtung der zu vermessenden Probe vermindert sich die Punktspreizfunktion (PSF) [111] des Gesamtsystems. Die PSF ergibt sich aus dem Produkt der PSF der Beleuchtungseinheit und der PSF der Detektionseinheit. Bei konventionellen Mikroskopen, die große Flächen beleuchten, ist nur die PSF der Detektionseinheit ausschlaggebend. Somit ergeben sich Vorteile bei der beugungsbedingten Auflösung von Konfokalmikroskopen. Insbesondere die Tiefenauflösung (Z-Achse) ist bei diesen Geräten nicht durch die optische Auflösung (Rayleigh-Kriterium) begrenzt. Entlang dieser Achse können Auflösungen von wenigen Nanometern erreicht werden. Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit erfolgten mittels eines *Olympus LEXT OLS*. Dabei können laterale Auflösungen von bis zu  $0,12\ \mu\text{m}$  erreicht werden. Die Z-Achse kann in 10-nm-Schritten positioniert werden.

In der vorliegenden Arbeit wurde mittels konfokaler Lasermikroskopie die Partikelkontamination auf 1" Silizium-Wafern, die in Halbleiterqualität gefertigt und verpackt sind, gemessen. Die Messfläche für eine Analyse an einer Probe wurde mit  $6,4 \times 4,8\ \text{mm}^2$  bemessen. Diese Aufnahme setzt sich dabei aus 100 Einzelaufnahmen ( $640 \times 480\ \mu\text{m}^2$ ,

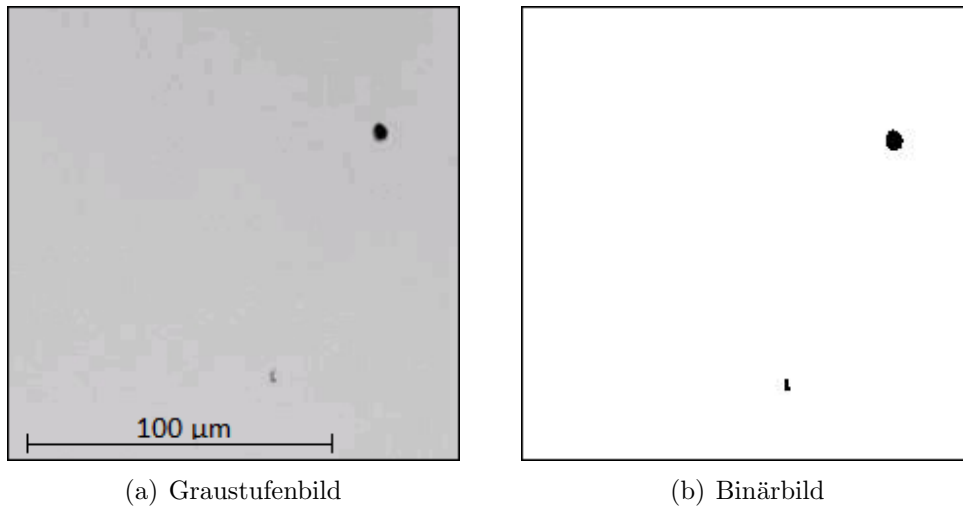


Abbildung 3.4: Typischer Ausschnitt eines gemessenen Bildes mit zwei sichtbaren Partikeln, gemessen am Olympus LEXT OLS 3100.

entspricht  $1024 \times 768$  Pixeln) zusammen. Die Größe eines einzelnen Pixels liegt bei  $0,625 \mu\text{m} \times 0,625 \mu\text{m} \approx 0,39 \mu\text{m}^2$ . Die resultierenden Bilder wurden mit der Software ImageJ (Image Processing and Analysis in Java) [112, 113] analysiert, indem die Graustufenbilder (vgl. Abbildung 3.4 (a)) in binäre Bilder (vgl. Abbildung 3.4 (b)) konvertiert wurden. Das Auflösungsvermögen dieser Methode ist demnach durch den manuell zu setzenden Schwellwert, der beim Konvertieren von Graustufen zu binären Bildern angegeben werden muss, limitiert. Ein Partikel, der nur einen Pixel bedeckt, kann also nur dann detektiert werden, wenn der Schwellwert entsprechend gesetzt ist. Bei der Belegung eines einzelnen Pixels ist der Fehler also relativ gesehen sehr hoch. Ausgehend von einem einzelnen Pixel liegt das Detektionslimit bei circa  $0,39 \mu\text{m}^2$ . Belegen die Partikel mehr als nur einen Pixel wird die Fehlerwahrscheinlichkeit, relativ zur Größe des Partikels gesehen, verringert. ImageJ bringt im Standardfunktionumfang eine Routine zum Auszählen von zusammenhängenden Pixeln mit. Mithilfe dieser Routine wurden die durch Partikel belegten Oberflächen berechnet. Es wurde davon ausgegangen, dass die Partikel rund sind und die ermittelte Fläche in einen Durchmesser umgerechnet werden kann. Die gewonnenen Ergebnisse wurden genutzt, um Histogramme zu erstellen. Dabei wurden die gemessenen

Partikeldurchmesser [ $\mu\text{m}$ ]	Abweichung der Größe [%]
1.5	73
3	8
6	2
10	1
18	1

Tabelle 3.1: Prozentualer Fehler bei der Bestimmung der Partikelgröße in Abhängigkeit des Absolutwertes des Partikeldurchmessers.

Partikel in drei Größenkategorien eingeteilt:

$$d < 3 \mu\text{m}, \quad (3.21)$$

$$3 \mu\text{m} \leq d \leq 10 \mu\text{m}, \quad (3.22)$$

$$d > 10 \mu\text{m}. \quad (3.23)$$

Die gefundene Partikelbelastung wurde abschließend auf eine Belastung pro Quadratzentimeter normiert. Es wurde keine Analyse bezüglich der Natur der Defekte durchgeführt.

Das manuelle Setzen des Schwellenwertes bei der Umrechnung von Graustufen zu einem Binärbild verursacht einen zusätzlichen Fehler. Durch mehrfache Auswertung gleicher Messungen wurde experimentell die Abweichung ermittelt, die durch die subjektive Wahl des Schwellenwertes entsteht (vgl. Tabelle 3.1). Bei entsprechender Einordnung in die oben genannten Größenkategorien ist mit nur sehr geringen Fehlern je Kategorie zu rechnen.

### 3.4 Rasterelektronenmikroskopie

Das verfügbare Rasterelektronenmikroskop (REM) „LEO 1530“ der Firma Carl Zeiss SMT AG, ehemals LEO Electron Microscopy Ltd., arbeitet nach dem Prinzip eines Feldemissionsmikroskops. Zur Erzeugung von Elektronen wird eine thermische Feldemissionskathode aus Zirkoniumoxid/Wolfram (Schottky-Feldemissionskathode) verwendet. Sie stellt eine Kombination aus Feldemissions- und Glühkathode dar und verknüpft den Feld- und den Heizstrom, wodurch die erforderliche Austrittsarbeit der Elektronen gesenkt wird. Detektiert werden die Elektronen mittels InLens-Sekundärelektronen- und Röntgen-

strahldetektor. Mit dieser Anordnung ist es möglich, Auflösungen im Nanometerbereich zu erreichen.

### 3.5 Messung der Schichtspannung

Um die Verspannung der Schichten zu ermitteln, wird ein am Fraunhofer IST aufgebauter Messstand genutzt. Beschichtete  $100 \times 10 \text{ mm}^2$  Schott D263T Substrate mit einer Dicke von  $100 \text{ }\mu\text{m}$  werden auf zwei Rasierklingen in definiertem Abstand abgelegt. Mit einem Laser-Abstandsmesser (MICRO-EPSILON optoNCDT ILD1400 series) wird die Krümmung der Gläser über Triangulation gemessen. Um den Messfehler zu reduzieren, wird jede Probe fünfmal neu aufgelegt und vermessen. Um den Einfluss der Gravitation auf die Messung zu reduzieren, werden beide Seiten der Probe vermessen. In [114] wurde gezeigt, dass diese Methode sehr gute und reproduzierbare Ergebnisse liefert.

Die Schichtspannung wird dabei, im Falle der genutzten D263T Substrate, über die Stoney-Formel berechnet:

$$\sigma = E_{D263T} \cdot \frac{d_S^2}{6 \cdot (1 - \nu_{D263T}) \cdot d_l} \cdot \frac{1}{r}, \quad (3.24)$$

mit:

$$E_{D263T} = 72,9 \text{ kN} \cdot \text{mm}^{-2} \text{ (Elastizitätsmodul des Substrats),}$$

$$\nu_{D263T} = 0,208 \text{ (Poisson-Zahl des Substrats),}$$

$$d_S \sim \text{Dicke des Substrats,}$$

$$d_l \sim \text{Dicke der Schicht,}$$

$$r \sim \text{gemessener Krümmungsradius.}$$

### 3.6 Cavity-Ring-Down-Spektroskopie

Bei der Cavity-Ring-Down-Spektroskopie (CRDS) wird das Abklingverhalten elektromagnetischer Strahlung in einem Resonator gemessen. In der Regel kommt ein hochreflektie-



render Spiegel (zu untersuchende Probe) zum Einsatz, der eine Seite des Resonators bildet. Der andere Spiegel ist fest installiert und stellt eine bekannte Größe dar. Durch die Resttransmission des Spiegels wird bei jedem Umlauf des Lichts im Resonator ein gewisser Teil aus dem System abgegeben, die Intensität nimmt also mit der Zeit ab [115]:

$$I_{CRD}(t) \propto \int_0^\infty I(\nu) e^{-\frac{t}{\tau(\nu)}} d\nu, \quad (3.25)$$

mit:

$$\begin{aligned} I &\sim \text{Intensität,} \\ t &\sim \text{Zeit,} \\ \tau &\sim \text{Zerfallskonstante.} \end{aligned}$$

Die Zerfallskonstante ist durch

$$\tau(\nu) = \frac{1}{c} \cdot \frac{d}{|\ln R(\nu)| + \sum_i \sigma_i(\nu) \int_0^l N_i(x) dx}, \quad (3.26)$$

mit:

$$\begin{aligned} c &= 299792458 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \text{ (Lichtgeschwindigkeit),} \\ d &\sim \text{Abstand der Spiegel im Resonator,} \\ |\ln R(\nu)| &\sim \text{effektiver Verlustfaktor,} \\ \sigma_i(\nu) &\sim \text{frequenzabhängige Wirkungsquerschnitte,} \\ \sum_i \sigma_i(\nu) &\sim \text{Summe über alle Licht absorbierenden Spezies,} \\ \int_0^l N_i(x) dx &\sim \text{Integral über die Dichteverteilung der absorbierenden Spezies} \end{aligned}$$

gegeben. Für gewöhnlich wird das Produkt zwischen Wirkungsquerschnitt  $\sigma_i(\nu)$  und der Dichte  $N_i(x)$  durch den Absorptionskoeffizienten  $\alpha_i(\nu, x)$  ausgedrückt. Da zudem die Reflektivität der zu vermessenden Spiegel oberhalb von 99 % liegt und der Anteil der Verluste an der Reflexion sehr gering ist, lässt sich  $|\ln R(\nu)|$  mit  $(1 - R)$  annähern. Unter der Voraussetzung, dass der Raum zwischen den Spiegeln homogen ausgefüllt ist, kann die Gleichung

(3.26) zu der in der Literatur häufig verwendeten Form umgeschrieben werden:

$$\tau(\nu) = \frac{1}{c} \cdot \frac{d}{(1 - R) + \alpha(\nu)d}. \quad (3.27)$$

Bei CRD-Messungen wird nun die Zerfallskonstante  $\tau$  in Abhängigkeit der Frequenz des eingestrahnten Lichts gemessen. Durch das Plotten von  $(c\tau)^{-1}$  über  $\nu$  ergibt sich ein frequenzabhängiges Absorptionsspektrum. Die sonstigen Verluste sind in diesem Spektrum durch  $(1 - R)d^{-1}$  gegeben. Diese können an den Punkten gemessen werden, an denen das System nicht in Resonanz ist. Somit kann die Absorptionskonstante  $\alpha(\nu)$  bestimmt werden. Die Messung  $\alpha(\nu)$  stellt allerdings keine reine Messung der Absorption, sondern vielmehr eine Messung der Gesamtverluste dar. Die Genauigkeit, mit der bei CRD-Messungen die Verluste eines Spiegels ermittelt werden können, liegt üblicherweise im ppm-Bereich.

Die CRD-Messungen wurden durch das Laserzentrum Hannover e.V. durchgeführt.

## Kapitel 4

# Untersuchung des Sputtersystems DYSCUS

Zur fundierten technologischen Planung einer neuen Beschichtungsanlage sollen zunächst allgemeine Untersuchungen zum Herstellungsprozess durchgeführt werden. Dabei soll ein besonderes Augenmerk auf die Morphologie der aufwachsenden Schichten sowie die Kontamination der Schichten mit Partikeln gelegt werden. Für dieses Vorhaben standen verschiedene Beschichtungsanlagen zur Verfügung. Um der Zielsetzung des Aufbaus einer industrienahe Beschichtungsanlage für die Herstellung präziser Optiken bereits im Vorfeld möglichst nahe zu kommen, sollte eine Beschichtungsanlage gewählt werden, die dieser Aufgabe am ehesten gerecht wird. Da präzise Optiken in der Regel in Stückzahlen von einem bis hin zu einigen hundert Stück, in seltenen Fällen auch mehr, benötigt werden und die Bauteilgröße sich oft deutlich unterhalb von 200 mm Durchmesser abspielt, sind bereits die ersten Rahmenbedingungen gegeben. Für solche Stückzahlen bieten sich Drehtelleranlagen an, die verschiedene Chargengrößen problemlos bewältigen können. Zudem können die einzelnen Substratcarrier von einem Roboter über ein Schleusensystem in die Anlage bewegt werden. Dies bringt den Vorteil mit sich, dass die Beschichtungskammer im evakuierten Zustand verbleiben kann. Des Weiteren gibt es keine Sehneneffekte, wie sie bei Drehtrommelanlagen üblich sind. Hier variiert bei flachen Bauteilen der Abstand zwischen Target und Substrat, wodurch es zu einer nur schwer auszugleichenden Inhomogenität entlang der Drehachse kommt. Kleinere Anlagen werden aufgrund des geringen Durchsatzes ausgeschlossen. Auf Basis dieser Voraussetzung fiel die Wahl der Beschichtungsanlage für

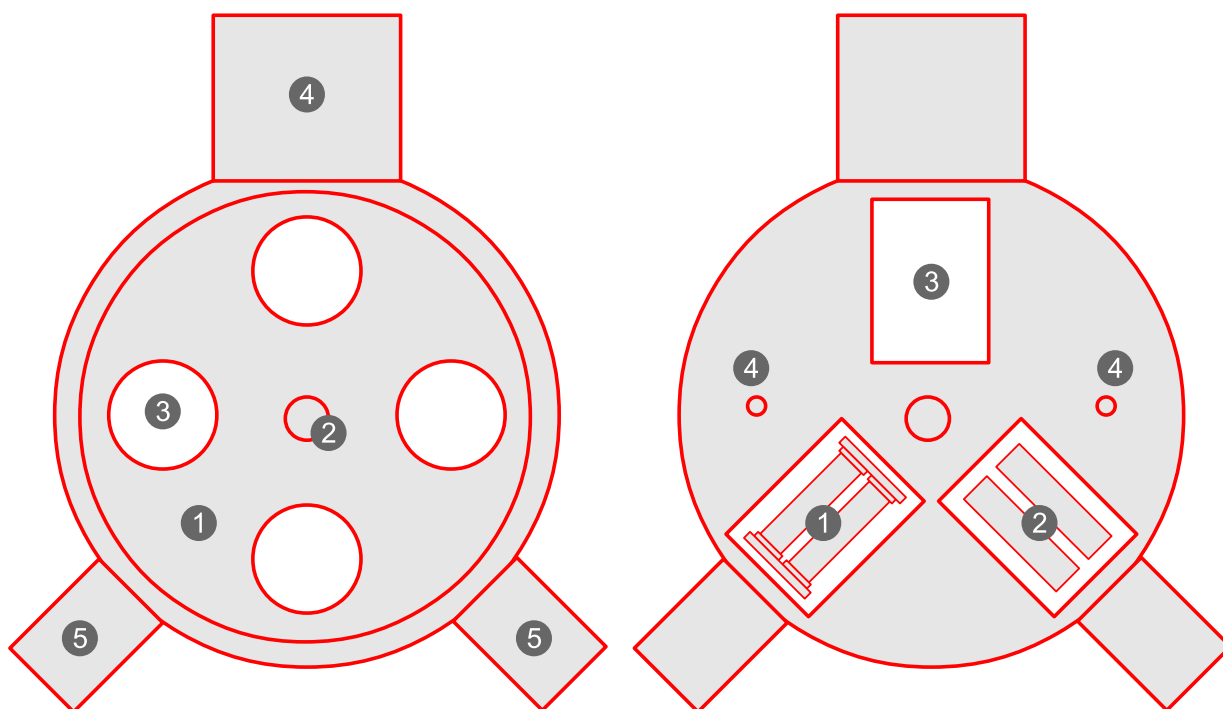
die durchzuführenden Vorversuche auf das Sputtersystem DYSCUS (**D**ynamic **S**putter **C**oating **U**niversal **S**ystem).

## 4.1 Experimenteller Aufbau



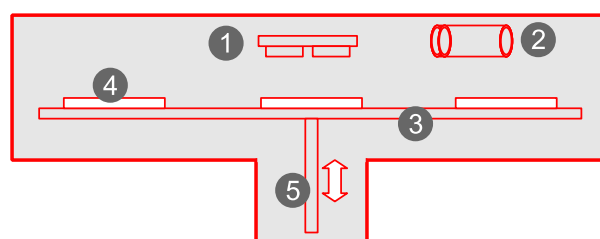
Abbildung 4.1: **D**ynamic **S**putter **C**oating **U**niversal **S**ystem, kurz DYSCUS.

Bei dem Sputtersystem (Abbildung 4.1 und 4.2) handelt es sich um eine Drehteller-Batchanlage, in der von zwei Doppelmagnetrons im Wechsel beschichtet werden kann. Beschichtet wird in einer Sputter-Down-Konfiguration, in der die Targets von oben nach unten sputtern. Zur Herstellung dielektrischer Filter kommen reaktive Sputterprozesse zum Einsatz. Die Magnetrons teilen sich dabei einen Prozessraum, daher kann ein Reaktivgas jederzeit mit allen Oberflächen, also auch mit dem jeweils nicht benutzten, abgeschalteten Target, reagieren. Beschichtet wird auf bis zu vier Tellern mit einem Durchmesser von 400 mm, die um eine gemeinsame Hauptachse rotieren oder unter einer Beschichtungsquelle pendeln. Der Abstand zwischen Target und Substrat ist zwischen 55 mm und 200 mm frei einstellbar. Gesteuert wird die Anlage über eine zentrale Software, auf die über eine



(a) Draufsicht auf den Drehteller (1), der um seine Rotationsachse (2) rotieren oder pendeln kann. Der Drehteller kann bis zu vier Substrate (3) mit einem Durchmesser von bis zu 400 mm aufnehmen. Die Substrate werden durch eine automatisierte und eigens evakuierbare Roboterkamer (4) in die Beschichtungsanlage bewegt. Das Vakuum wird durch zwei Turbomolekularpumpen (5) realisiert.

(b) Draufsicht auf den Rezipienten mit eingesetztem Targets. (1) Zylindrische Targets, (2) planare Targets, (3) weitere Targetstation, (4) optische Monitoringports.



(c) Seitenansicht der Beschichtungsanlage. Zu sehen ist, dass sich die Targets (1) und (2) den Prozessraum teilen. Der Drehteller (3) mit seinen Substraten (4) lässt sich in der Höhe verstellen (5), um den Target-Substrat-Abstand anzupassen.

Abbildung 4.2: Schematische Darstellung des Grundaufbaus des „Dynamic Sputter Coating Universal System“.

Netzwerkschnittstelle von anderen Programmen aus zugegriffen werden kann. Die Schleuse dieser Anlage wurde mit einer Flowbox versehen, die es ermöglicht, Substrate unter reinraumähnlichen Bedingungen zu bewegen.

Für erste Versuche standen an der DYSCUS verschiedene Targets zur Verfügung. Die Magnetronumgebungen für planare und zylindrische Targets sind am Fraunhofer IST entwickelte Eigenbauten. Neben den im Abschnitt 4.2.2 diskutierten zylindrischen Targets kamen für die Untersuchung von Geometrieeffekten und optischen Eigenschaften zwei planare kristalline Siliziumtargets und zwei planare metallische Niobtargets mit den Abmessungen  $650 \times 125 \text{ mm}^2$  zum Einsatz. Die Siliziumtargets besitzen eine Reinheit von 99,999 % und sind mit einer Bordotierung versehen, um eine entsprechende Restleitfähigkeit (Widerstand  $< 0,02 \Omega \cdot \text{cm}$ ) zu gewährleisten. Die Niobtargets liegen in einer Reinheit von 99,3 % vor.

### 4.1.1 Optisches Monitoringkonzept

Zur Herstellung anspruchsvoller optischer Schichtsysteme werden optische Monitoring-systeme verwendet. An dieser Beschichtungsanlage wurde bereits im Vorfeld ein Prototyp eines Monitors auf Basis eines monochromatischen Laserellipsometers entwickelt [116, 117]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde dieses System mit dem Namen MOCCA<sup>+</sup><sup>®</sup> (Modular Coating Control Application) um ein Photometer zur Durchführung von Transmissionsmessungen erweitert. Hierbei kommen die in Abschnitt 2.2 dargestellten Grundlagen zur Berechnung der Transmissionspektren zum Einsatz. Um eine möglichst zügige Beschichtung zu erreichen, wurde der Pendelbetrieb des Drehtellers unter der jeweils benutzten Quelle eingesetzt. In je einem Endpunkt der Oszillation pro Quelle ist ein optischer Messport installiert (vgl. Abbildung 4.2 (b)), sodass eine Messung der Transmission während der kurzen Stillstandsphase im Wendepunkt der Pendelbewegung durchgeführt werden konnte.

Zur Bestimmung der Schichtdicke während des Aufwachsens werden die zu erwartenden Transmissionspektren über das Aufwachsen der Schicht in 0,1-nm-Schritten vorausgerechnet. Während der Beschichtung wird das jeweils gemessene Transmissionspektrum mit den bereits berechneten Spektren verglichen und somit die Schichtdicke bestimmt. Um den Rechenaufwand zu minimieren, wird anhand der bekannten, ungefähren Beschichtungsrate ein Intervall  $[d_{min}, d_{max}]$  berechnet, in dem sich die gesuchte Schichtdicke voraussichtlich befinden sollte. Die Vergleiche zwischen den Messungen und den theoretischen

Spektren werden nur in diesem Intervall ausgeführt. Die aktuelle Schichtdicke wird anhand der Minimierung der folgenden Fehlerfunktion ermittelt:

$$F(d) = \frac{1}{N} \sum_{N(\lambda)} (T_E(\lambda) - T_C(d, \lambda))^2, \quad (4.1)$$

$$\min_{d_{min} < d < d_{max}} F(d), \quad (4.2)$$

mit:

- $d \sim$  Schichtdicke,
- $N \sim$  Anzahl der Messpunkte,
- $T_E(\lambda) \sim$  gemessene Transmission,
- $T_C(d, \lambda) \sim$  theoretisch berechnete Transmission,
- $\lambda \sim$  Wellenlänge,
- $[d_{min}, d_{max}] \sim$  Suchintervall.

Die Messzeiten liegen bei circa 30 bis 50 ms pro Spektrum. Am Ende der Beschichtung und nach dem Abschalten der Generatoren wird eine abschließende Messung der erreichten Schichtdicke gestartet, um auch möglichen Schaltverzögerungen der Speicherprogrammierbaren Steuerung (SPS) der Beschichtungsanlage Rechnung zu tragen und die final aufgebraute Schichtdicke zu ermitteln. Auf Basis der so ermittelten Dicke werden dann die Berechnungen für die nächste Schicht gestartet.

## 4.2 Ergebnisse und Diskussion

### 4.2.1 Homogenisierung der Schichtdickenverteilung

Die grundlegende Verteilung der einzelnen Targets im Pendelmodus der Beschichtungsanlage ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Diese Verteilung lässt sich auf verschiedene Ursachen zurückführen:

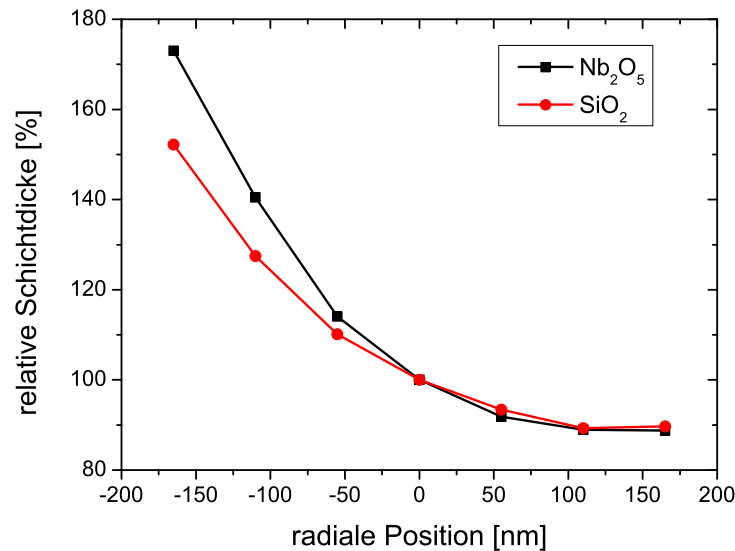


Abbildung 4.3: Relative Schichtdickenverteilung ohne Shaperblenden an den Targets beim Pendelbetrieb und einem Target-Substrat-Abstand von 84 mm. Die radiale Position ist auf das Zentrum des Beschichtungsstellers bezogen. Die Koordinaten bewegen sich mit größer werdendem Wert radial weiter nach außen.

- Durch die Drehbewegung ist die Aufenthaltsdauer des Substrats unter dem Target auf einer radial weiter außen liegenden Position, aufgrund der höheren Winkelgeschwindigkeiten, geringer.
- Durch die radiale Montage der Turbomolekularpumpen wird das Druckgefälle über das Target in der Anlage beeinflusst. Gasflusssimulationen (Abb. 4.4) deuten auf eine Verminderung des Partialdrucks an den Enden der Targets hin, welche zu erhöhten Raten führen sollte. Die Ursache hierfür liegt in der Verdrängung des Sauerstoffs durch Argon und dem asymmetrischen Pumpverhalten.

Zur Herstellung optischer Filter für den industriellen Einsatz ist in der Regel ein homogener Teilbereich von circa 10...200 mm Durchmesser erforderlich. Selten kommen auch größere optische Bauteile zum Einsatz. Die letztendlich benötigte Homogenität hängt von den Spezifikationen des zu fertigenden Filters ab. Abweichungen im Bereich von 5 % oder weniger sind für Sputteranlagen im Optikbereich üblich. Für anspruchsvollere Filter können schnell Homogenitäten benötigt werden, bei denen die Abweichungen weniger als 1 % betragen. Die in der vorliegenden Arbeit genutzte Substratgröße beträgt, soweit nicht anders angegeben, 50 × 50 mm<sup>2</sup>.



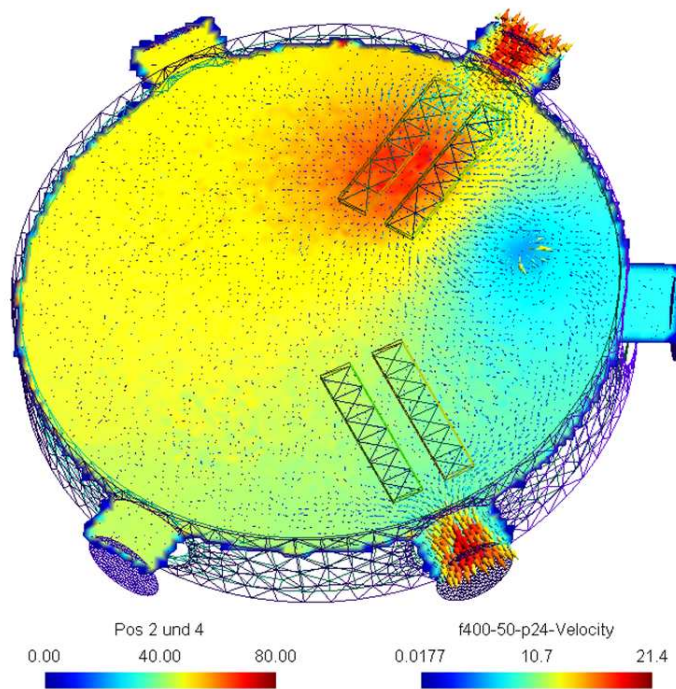
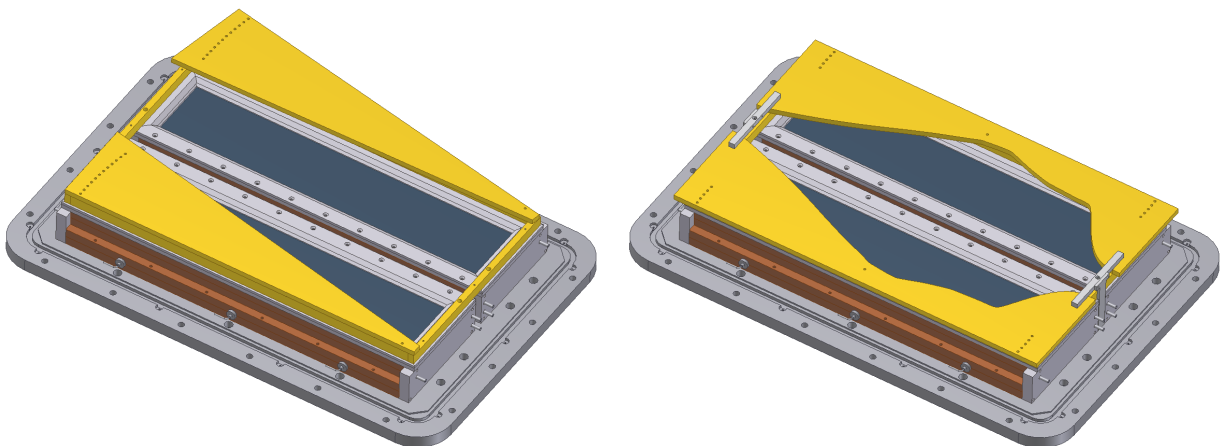


Abbildung 4.4: Simulation der Sauerstoffpartialdruckverteilung an der DYSCUS bei Einlass von Argon und Sauerstoff an den Targets sowie Argon am Kammerdeckel. Die Simulation wurde durchgeführt von Andreas Pflug, Arbeitsgruppe „Simulation“, Fraunhofer IST.

Aus geometrischen Aspekten sollte eine Blende möglichst nahe der Substratebene angebracht werden. Die Gründe hierfür liegen auf der Hand: je näher sich die Blende am Substrat befindet, desto geringer wirkt sich ein Positionierungsfehler auf die Schichtdickenverteilung aus. Befindet sich die Blende hingegen direkt am Target, so können bereits geringste Änderungen in der Positionierung der Blende zu deutlichen Veränderungen der Materialverteilung führen. Dazu kommt, dass ein planares Target, wie in Abschnitt 2.1.2 diskutiert, nicht homogen erodiert wird. Je nach Magnetfeldanordnung und dessen Stärke kann es zu einem sehr lokalisierten Abtrag von Targetmaterial kommen, der eine passende Positionierung der Blende in der Nähe des Targets noch schwieriger macht. Die  $\cos^N$ -Erosionscharakteristik [41] in jedem Punkt des Racetracks auf dem Target führt dazu, dass Schichtmaterial in alle Raumrichtungen abgestäubt wird. Auch unter sehr flachem Einfallswinkel wird Schichtmaterial auf dem Substrat deponiert. Wie in den Abschnitten 2.1.6 und 2.1.7 beschrieben, hat der Einfallswinkel des auf dem Substrat deponierten Materials einen massiven Einfluss auf das Schichtwachstum und die entstehende Schichtspannung. Daher ist es wünschenswert,

den Einfallswinkel des abgeschiedenen Materials möglichst senkrecht zur Schichtoberfläche zu gestalten.

Die Positionierung der Blende an der DYSCUS unterliegt allerdings geometrischen Beschränkungen. Aufgrund des einstellbaren Target-Substrat-Abstands könnte es zu Kollisionen zwischen dem rotierenden Drehteller und den in den Prozessraum ragenden Blenden kommen. Der Maximalabstand der Blende von der Targetoberfläche ergibt sich somit zu 20 mm, womit ein Abstand von circa 50 . . . 90 mm zwischen Blende und Substrat verbleibt. Um die Auswirkung des asymmetrischen Pumpsystems der DYSCUS zu minimieren, wurden die Blenden in ihrer finalen Version zusätzlich genutzt, um eine Einhausung und somit eine leichte gastechnische Isolierung des Targets vom restlichen Prozessraum herzustellen. Das Reaktivgas wird in diesem Fall direkt an den Targets zwischen Blende und Targetoberfläche eingelassen.



(a) Prototypblende zur empirischen Bestimmung

(b) Finale Blende inklusive einer Einhausung des Targets.

Abbildung 4.5: Shaperblendenentwicklung

Basierend auf empirischen Daten, ermittelt an einer einstellbaren linearen Blende, vgl. Abbildung 4.5 (a), wurde eine flexible Shaperblende entwickelt, vgl. Abbildung 4.5 (b), mit der es möglich ist die Verteilungen der eingesetzten Silizium- und Niobtargets auf Abweichungen von weniger als 10 % über den gesamten Teller und weniger als 3 % über das eingesetzte Testglas zu optimieren, vgl. Abb. 4.6. Die Schichtdickenverteilung beim Einsatz dieser Blenden hängt jedoch empfindlich von der Wahl des Prozesspunktes auf der charakteristischen S-Kurve sowie den Erosionszuständen der Targets ab. In Abbildung 4.7 sind (a) die Hysteresekurven bei verschiedenen Sauerstoffflüssen, (b) der Einfluss der Variation

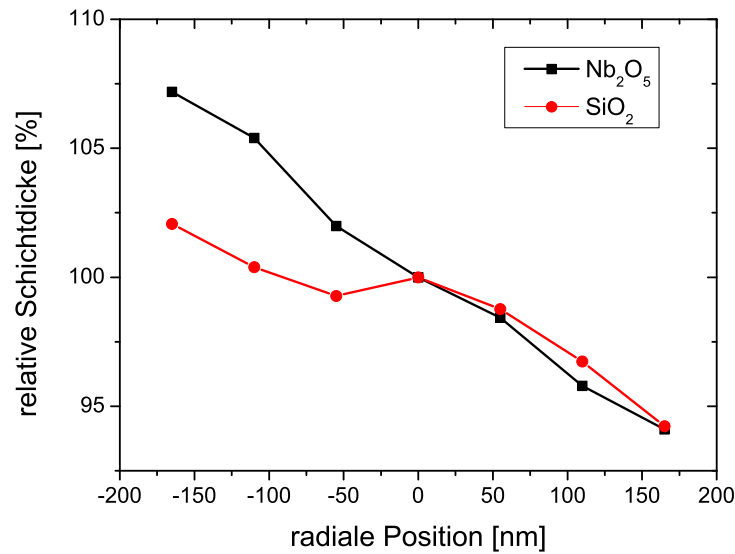
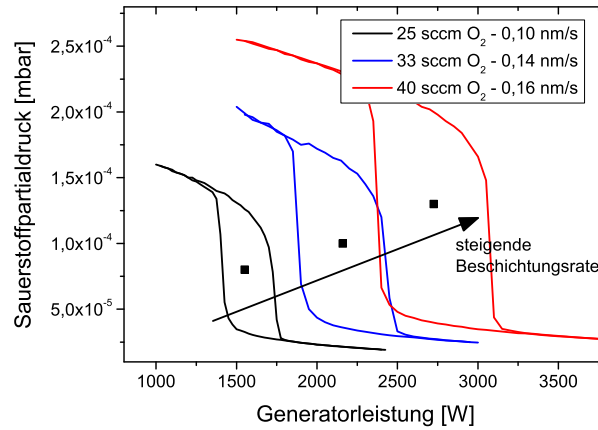
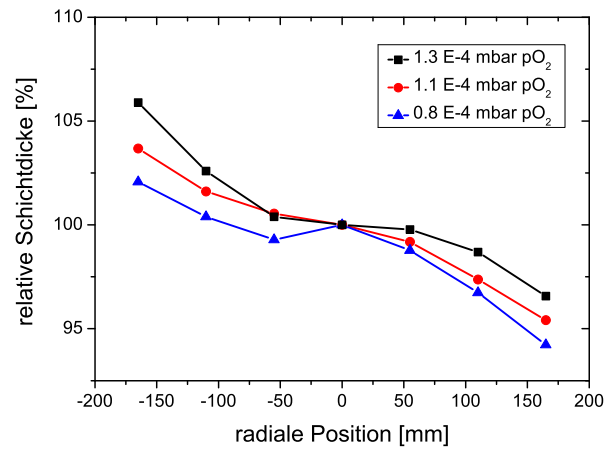
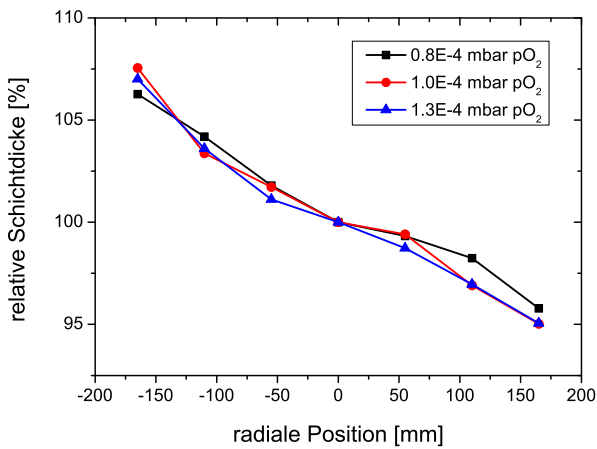


Abbildung 4.6: Relative Schichtdickenverteilung mit Shaperblenden an den Targets beim Pendelbetrieb und einem Target-Substrat-Abstand von 84 mm. Die radiale Position ist auf das Zentrum des Beschichtungstellers bezogen. Die Koordinaten bewegen sich mit größer werdendem Wert radial weiter nach außen.

der Rate bei gleichbleibendem Prozesspunkt auf der Hystereseurve sowie (c) der Einfluss des Prozesspunktes selbst gezeigt. Werden die Prozesse am gleichen Prozesspunkt der S-Kurve, jedoch bei unterschiedlichen Raten betrieben, so kommt es zu keiner nennenswerten Veränderung der Schichtdickenverteilung. Bei der Änderung der Prozessführung vom Übergangsmodus hin zum oxidischen Modus kommt es jedoch zu einer Veränderung der Schichtdickenverteilung. Dieser Effekt beruht auf der inhomogenen Belegung der Targetoberfläche mit Sauerstoff. Die reduzierte Sputterausbeute des  $SiO_2$  gegenüber reinem Silizium führt zu einer Veränderung der Sputterrate. Ein weiterer Effekt ist die sich verändernde, prozesspunktabhängige Targetspannung, die sich durch die Belegung der Targetoberfläche mit Sauerstoff ergibt. Die geänderten Spannungsverhältnisse führen zu einer anderen Molekulardynamik und somit zu einer geänderten Verteilung der gesputterten Teilchen. Um diesen Effekten Rechnung zu tragen, wurde die Blende so ausgelegt, dass sie in diskreten Schritten nachjustiert werden kann.



(a) Hysteresekurven für verschiedene Raten/Sauerstoffflüsse und die ermittelten äquivalenten Arbeitspunkte.



(b) Absolute Schichtdickenverteilung bei verschiedenen Sauerstoffflüssen am gleichen Prozesspunkt im Übergangsmodus.

(c) Ratenverteilung bei konstantem Sauerstofffluss von 25 sccm an unterschiedlichen Prozesspunkten.

Abbildung 4.7: Abhängigkeit der Schichtdickenverteilung von der Gesamtrate und vom Arbeitspunkt auf der Hysteresekurve am Siliziumtarget.

## 4.2.2 Partikelkontamination

Um zunächst den Einfluss der manuellen Handlingprozeduren qualitativ und quantitativ zu erfassen, wurden Vorversuche mit dem folgenden Ablauf durchgeführt:

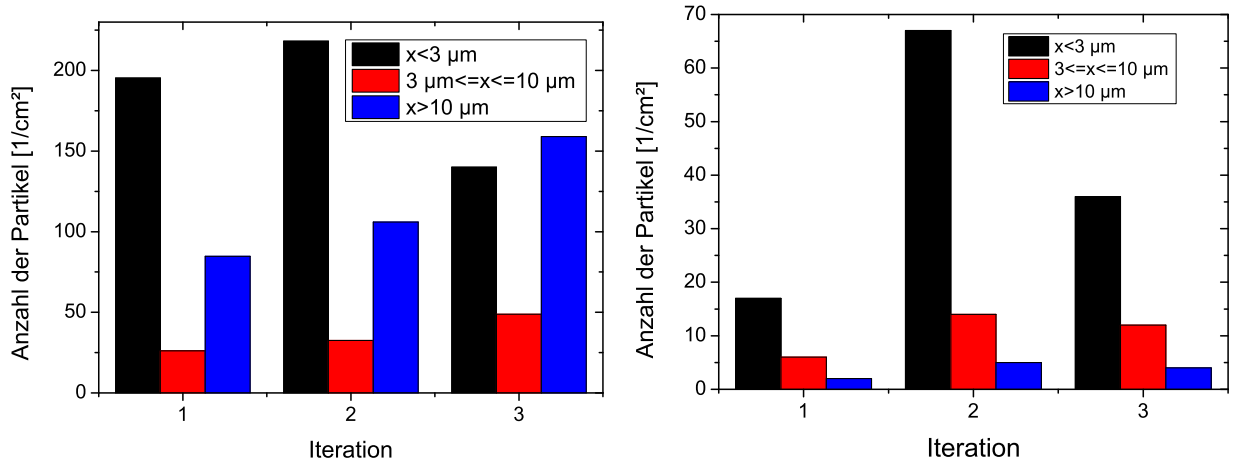
- Auspacken der Substrate direkt unter der Flowbox an der Schleuse.
- Transfer der Substrate in die Beschichtungskammer durch den Roboter.
- Bewegen der Substrate in den passenden Target-Substrat-Abstand.
- Einmalige Rotation des Drehtellers der Beschichtungsanlage um  $360^\circ$ .
- Transfer der Substrate auf die Handlingposition.
- Verpacken der Substrate in geeignete Verpackungen und Transport zum Laser-mikroskop (unter eine Flowbox).
- Auspacken, Mikroskopieren, Verpacken.
- Rücktransport zur Beschichtungskammer.
- Wiederholung der Versuchsreihe mit gleichem Substrat.

Reines Handling (Auspacken, Verpacken und Transport), ohne das Schleusen in die Beschichtungskammer, hat in rund 30 Versuchen stets zu weniger als insgesamt 17 Partikeln pro Quadratzentimeter geführt die kleiner als  $3\ \mu\text{m}$  waren. Größere Partikel wurde nicht gefunden. Die Ergebnisse des oben aufgeführten iterativen Handlingversuches sind in Abbildung 4.8 (a) dargestellt. Offensichtlich kann die Partikelkontamination deutlich unterhalb von 250 Partikeln pro Quadratzentimeter gehalten werden. Dieser Versuch wurde direkt nach dem Sandstrahlen der Anlagenkomponenten durchgeführt, sodass davon auszugehen ist, dass in diesem Fall die Mehrzahl der Partikel Rückstände des Sandstrahlens darstellen. Um den Alterungsprozess und damit auch die Konditionierung der Kammer zu untersuchen, wurde der Handlingversuch nach circa 100 Stunden Sputterzeit mit verschiedenen Materialien, wie  $TiO_2$ ,  $Nb_2O_5$  und  $SiO_2$ , bei unterschiedlichen Prozessparametern wiederholt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.8 (b) dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Belastung mit kleineren Partikeln ( $< 10\ \mu\text{m}$ ) etwas geringer ausfällt als bei den Versuchen nach der Reinigung der Beschichtungsanlage. Die Kontamination mit größeren Partikeln fällt hingegen deutlich geringer aus. Dies lässt vermuten, dass das Abplatzen von Schichten von den Kammerwänden, wie es von Selwyn et al. [84] beobachtet wurde, nicht die Ursache

der Kontamination ist. Das Beschichten der Innenwände durch den Beschichtungsprozess kann ganz im Gegenteil sogar zur Verbesserung der Schichteigenschaften beitragen.

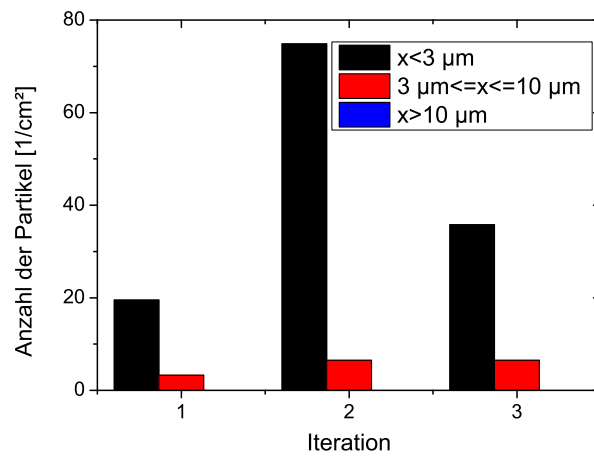
Durch eine gezielte Konditionierung der Beschichtungskammer nach dem Sandstrahlen mit einer 5  $\mu\text{m}$  dicken  $\text{SiO}_2$ -Schicht auf der Substratposition entsprechenden Beschichtung, konnte eine deutliche Reduktion der Partikelbelastung beobachtet werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.8 (c) dargestellt. Vermutlich werden lose Partikel auf den Innenflächen der Sputterkammer und den Oberflächen der Targets durch die Beschichtung versiegelt oder gebunden und können nicht mehr auf das Substrat fallen. Bei weiterer Beschichtung der Kammerinnenwände ist ein kontinuierlicher Alterungsprozess zu beobachten, in dem sich die Partikelbelastung immer weiter der in Abbildung 4.8 (b) dargestellten annähert. Dieser Alterungsprozess ist vermutlich auf das mit steigender Schichtdicke einsetzende Abplatzen von Schichtmaterial von den Innenwänden [84] und den dabei entstehenden „Staubwolken“ zurückzuführen. Dieser Effekt kann durch das Aufbringen unterschiedlicher Materialien mit unterschiedlicher intrinsischer Verspannung und einem reduzierten Haftvermögen weiter verstärkt werden. Da der Sputterraum der DYSCUS groß ist und die Abstrahlcharakteristik, insbesondere bei den planaren Targets einen großen Winkelbereich umfasst, ist dies vermutlich einer der Hauptgründe für den hier vorliegenden Alterungsprozess.

Bei der Herstellung der 5  $\mu\text{m}$  dicken  $\text{SiO}_2$ -Schichten wurde pro Target je ein Prozesspunkt im oxidischen Modus (oxidierte Targetoberfläche) und ein Punkt im Übergangsmodus (metallische Targetoberfläche) gewählt. Um keine zusätzliche Kontaminationsquelle zu erzeugen, wurden die im vorherigen Abschnitt diskutierten Shaperblenden für diese Versuchsreihe nicht benutzt und die Schichten ohne Bewegung des Drehtellers abgeschieden. Das zylindrische  $\text{Si}$ -Target wurde, im Gegensatz zum 6 mm starken planaren Target, mit einer Materialstärke von 12 mm betrieben. Daher ist das magnetische Feld an der Oberfläche des zylindrischen Targets etwas geringer, was zu einer erhöhten Impedanz der Plasmaentladung führt. Durch die höhere Impedanz ergibt sich bei gleicher Leistung eine höhere Targetspannung, was wiederum die Tendenz zum Arcing erhöht. Um stabile Prozesse realisieren zu können, wurde der Gesamtdruck beim Sputtern etwas erhöht. Ferner wurde eine um den Faktor drei erhöhte Beschichtungsrate am zylindrischen Target beobachtet. Kelly et al. [118] beobachteten ebenfalls eine erhöhte Abscheiderate unter gleichen Bedingungen gegenüber planaren Targets, bei einer statischen Deposition jedoch sogar um einen Faktor vier bis fünf.



(a) Partikelbelastung von 1"-Siliziumwafern direkt nach dem Reinigen der Beschichtungskammer.

(b) Partikelbelastung von 1"-Siliziumwafern nach circa 100 Stunden Beschichtung. Kammer und Substrathalter sind ungereinigt.



(c) Partikelbelastung von 1"-Siliziumwafern nach der gezielten Konditionierung der Beschichtungskammer.

Abbildung 4.8: Iterative Versuchsreihe bei verschiedenen Reinigungszuständen der Beschichtungskammer.

Die folgenden Messungen wurden an verschiedenen Positionen durchgeführt:

- „cen“ das Substrat wurde mittig im Zentrum zwischen den Targets positioniert,
- „tran“ das Substrat wurde im Übergangsbereich zwischen den zwei Racetracks eines Targets positioniert,
- „rt“ das Substrat wurde direkt unter einem Racetrack positioniert,
- „cyl“ das Substrat wurde mittig unter einem Targetzylinder positioniert.

Die Schichtdicken an den verschiedenen Punkten weichen nicht mehr als 10 % voneinander ab. Die Schichten wurden in zwei verschiedenen Prozessmodi hergestellt. „OM“ gibt dabei an, dass die Schichten im oxidischen Modus und „TM“, dass sie im Übergangsmodus hergestellt wurden, vgl. Abbildung 2.5.

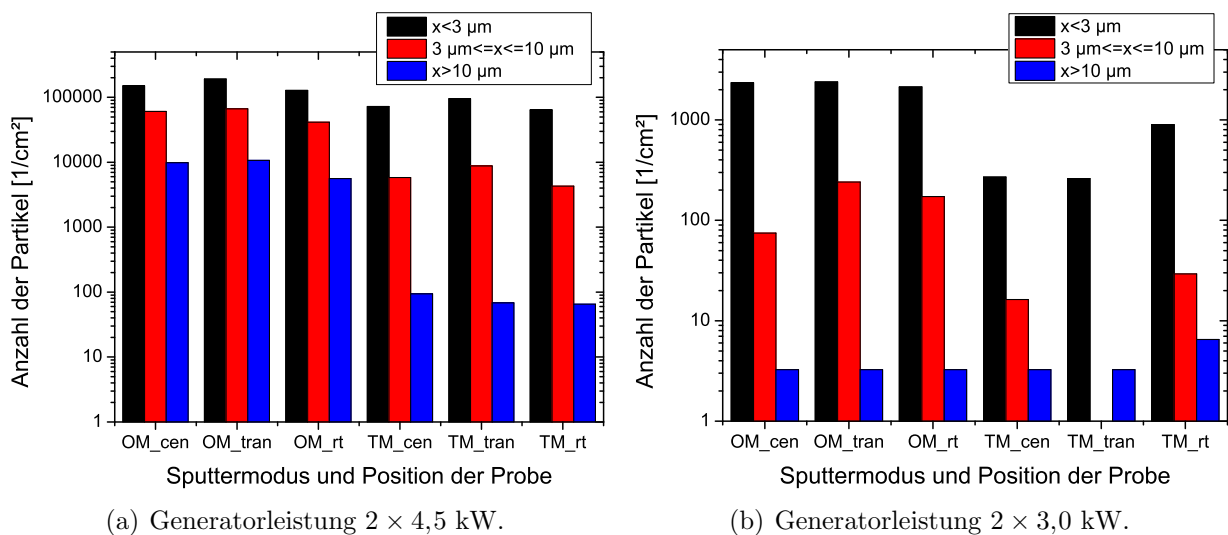


Abbildung 4.9: Partikelkontamination von 1"-Siliziumwafern nach der Beschichtung mit  $5 \mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  vom 6 mm dicken planaren Target.

Abbildung 4.9 (a) zeigt die Ergebnisse der Schichten, die mit  $2 \times 4,5$  kW Generatorleistung vom planaren Target hergestellt wurden. Beim Vergleich der beiden Prozessmodi kann eine deutlich reduzierte Partikelbelastung im Übergangsmodus beobachtet werden. Es ist davon auszugehen, dass, wie auch in [119], hier ein Großteil der Partikelbelastung durch Arcing verursacht wird. Während Oberflächenladungen durch auftreffende Ladungsträger im Übergangsmodus aufgrund der metallischen Oberfläche abgeleitet werden können, so ist dies im oxidischen Modus nur schwer möglich und führt daher oft zum elektrischen Durchbruch.



Allerdings findet auch im Übergangsmodus Redeposition statt. An den Rändern des Race-tracks bilden sich dielektrische Schichten, an denen es ebenfalls zum Arcing kommen kann. In den hier untersuchten Prozessen konnte immer noch Arcing detektiert werden (visuell und durch die Elektronik des Generators).

Um die Partikelbelastung weiter zu reduzieren, musste das Arcing vollständig unterbunden werden. Daher wurde die Generatorleistung auf  $2 \times 3$  kW reduziert, indem unter Beibehaltung des Prozesspunktes bei geringerer Sauerstoffzufuhr gesputtert wurde. Der Gesamtdruck wurde dabei konstant gehalten. Abbildung 4.9 (b) zeigt, dass die Partikelbelastung um circa zwei Größenordnungen reduziert werden konnte. Auch hier kann wieder beobachtet werden, dass der Übergangsmodus im Schnitt sauberere Schichten erzeugt. Dies lässt vermuten, dass verbleibende Arcs oder Microarcs, die nicht von der Elektronik detektiert werden können, die Ursache für die hier gezeigte Kontamination darstellen. Eine Aussage zu der Abhängigkeit der Partikelbelastung von der Position relativ zum Target lässt sich aus diesen Ergebnissen nicht ableiten. Durch weitere Reduktion der Generatorleistung konnte die Kontamination mit Partikeln nicht weiter reduziert werden.

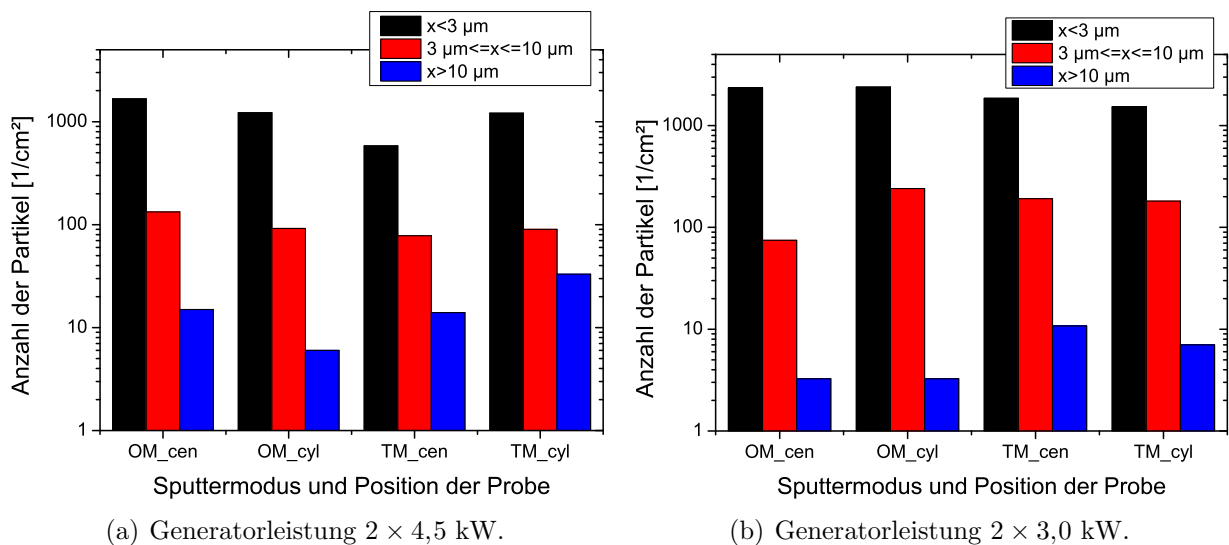


Abbildung 4.10: Partikelkontamination von 1"-Siliziumwafern nach der Beschichtung mit  $5 \mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  vom 12 mm dicken zylindrischen Target.

Die gleichen Experimente wurden mit zylindrischen Targets durchgeführt und sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Da ein statischer Übergangsbereich zwischen metallischer und oxidierter Oberfläche hier nicht existiert, konnte weder im oxidischen noch im Übergangsmodus Arcing im Leistungsbereich von  $2 \times 1$  bis  $2 \times 6$  kW detektiert werden. Die Parti-

kelkontaminationen sind in etwa in demselben Bereich angesiedelt wie die Ergebnisse vom planaren Target bei  $2 \times 3$  kW Generatorleistung. Auch hier ist kein Einfluss der Position des Substrats relativ zum Target zu erkennen. Die Targets liefern bei geringerer Leistung, in Abbildung 4.10 (b), eine erhöhte Partikelkontamination mit kleinen Partikeln gegenüber der höheren Leistung in Abbildung 4.10 (a). Diese sehr geringe Abweichung kann gegebenenfalls auch auf Konditionierungseffekte der Targets zurückgeführt werden und stellen kein eindeutiges Indiz für einen Nachteil der Prozessführung bei geringerer Leistung dar. Eine andere mögliche Ursache hierfür wäre die Sputterrate und der damit verbundene Abbau von Schichtmaterial auf der Oberfläche. Das zylindrische Target ist permanent einer Mischatmosphäre aus Argon und Sauerstoff ausgesetzt. Durch die Rotation der Zylinder hat die Oberfläche ausreichend Zeit, um mit dem Sauerstoff zu reagieren und eine Oxidschicht an der Targetoberfläche zu bilden. Wird die Oxidschicht beim Durchlaufen des Plasmas nicht vollständig abgebaut, so können Oberflächenladungen schlechter abgebaut werden. Diese Ladungen können wiederum zu Microarcs und somit zum Ausstoß von Partikelwolken führen.

Da der Generator bei diesen Experimenten zusätzlich sehr nahe seiner Spannungsgrenze betrieben werden musste (circa 550 V) und sich aufgrund der hohen Spannung eine größere Tendenz zum Arcing ergibt, wurde die Stärke des Siliziumtargets von 12 auf 6 mm reduziert, was die Vergleichbarkeit mit den planaren Targets einfacher macht. Durch die dünneren Targets konnte die Plasmaimpedanz signifikant reduziert werden, sodass die Targetspannung auf circa 400 V reduziert werden konnte. Es wurden zwei weitere Versuche im Übergangsmodus durchgeführt, die Ergebnisse sind in Abbildung 4.11 dargestellt. Durch die Reduktion der Materialstärke konnte die Performance der Targets noch etwas verbessert werden.

Zusammenfassend zeigten die zylindrischen Targets in diesen Versuchen eine deutlich bessere Stabilität der Partikelbelastung in Abhängigkeit der Sputterrate. Auch wenn die Performance der planaren Targets in Abbildung 4.9 (b) die beste innerhalb der untersuchten Parameter ist, so liefern diese Prozesse nur sehr geringe Raten. Daher stellten die zylindrischen Targets im Falle des polykristallinen Siliziums in der vorhandenen Anlagenkonfiguration die beste Möglichkeit dar, partikelarm und mit ausreichender Beschichtungsrate arbeiten zu können.

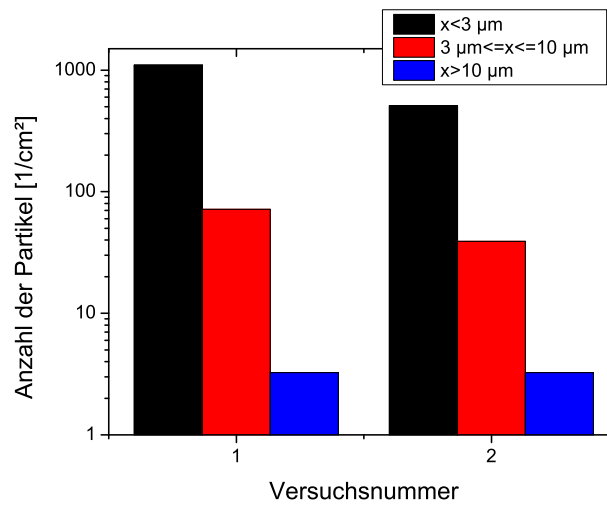


Abbildung 4.11: Partikelkontamination von 1"-Siliziumwafern nach der Beschichtung mit  $5 \mu\text{m SiO}_2$  vom 6 mm dicken zylindrischen Target bei einer Targetleistung von 3,0 kW im Übergangsmodus.

Abschließend wurde die Partikelbelastung in Abhängigkeit der Targetmaterialien untersucht. Ein gespritztes *Si*-Target (5 mm), ein gespritztes *Nb<sub>2</sub>O<sub>x</sub>*-Target (3 mm), ein metallisches *Al*-Target (5 mm) und ein metallisches *Ti*-Target (6 mm) sowie das bereits untersuchte polykristalline *Si*-Target (6 mm) wurden verglichen. Die benötigten Targetspannungen für eine stabile Plasmaentladung lag in allen Fällen deutlich unter dem Spannungslimit des Generators. Bei diesen Prozessen konnte dementsprechend kein Arcing beobachtet werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.12 dargestellt. Abgesehen vom Titantarget konnte ein vergleichbares und ähnliches Verhalten zwischen den Materialien beobachtet werden. Insbesondere die Anzahl größerer Partikel bewegt sich im Bereich des Handlings.

Das Titan konnte nicht mit in das Diagramm aufgenommen werden. Bei einer Sichtung der Mikroskopieergebnisse konnten mehrere Millionen Partikel pro Quadratzentimeter abgeschätzt werden. Eine automatisierte Auswertung war nicht möglich. Vermutlich ist diese Belastung mit Partikeln der Oberflächentopografie des monolithischen Zylinders geschuldet. Die im Zerspanungsverfahren hergestellte Oberfläche weist deutliche Riefen auf. Es ist möglich, dass an den Kanten dieser Riefen Cluster abgesputtert werden. Werden diese Cluster nicht vollständig oxidiert, würden diese ggf. als Partikel detektiert, obwohl es sich eigentlich um substöchiometrisches Schichtmaterial handelt. Andererseits ist es möglich, dass die Partikel elektrostatisch an den Riefen festgehalten werden und auf die Substratoberfläche fallen, sobald der Generator ausgeschaltet wird [84].

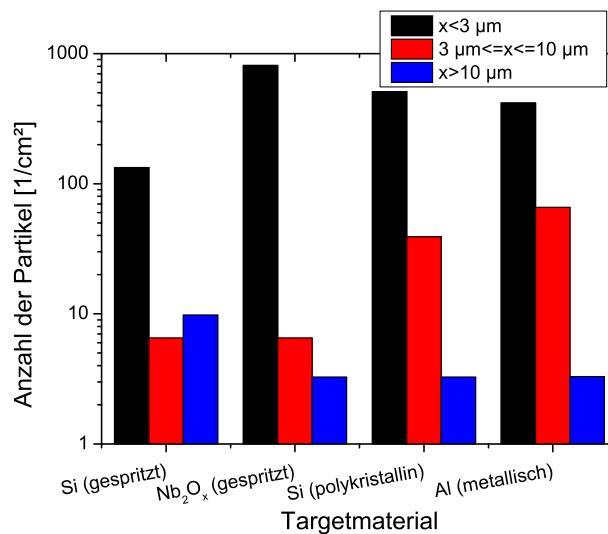


Abbildung 4.12: Partikelkontamination von 1"-Siliziumwafern nach der Beschichtung mit 1 μm dicken Schichten verschiedener Materialien und unterschiedlicher Herstellungsverfahren der Targets.

### 4.2.3 Ausgewählte Schichteigenschaften

Aufgrund der flexiblen Auslegung der Beschichtungsanlage gibt es an der DYSCUS eine Vielzahl von Parametern, die variiert werden können. Zu diesen Parametern zählen:

- Target-Substrat-Abstand,
- Prozessdruck,
- Prozessmodus (Punkt auf der S-Kurve),
- Substrattemperatur,
- Positionen des Gaseinlasses und die dazwischen herrschenden Flussverhältnisse.

Die Beschichtungsgüte, bei der Suche nach geeigneten Parametern zur Herstellung optischer Schichten, lässt sich an den folgenden Parametern kontrollieren:

- möglichst hohe Dichte,
- amorphes Schichtwachstum,
- keine oder sehr geringe Absorption,
- geringe Schichtspannung,

- adäquate Beschichtungsrate,
- keine oder sehr geringe Streuung.

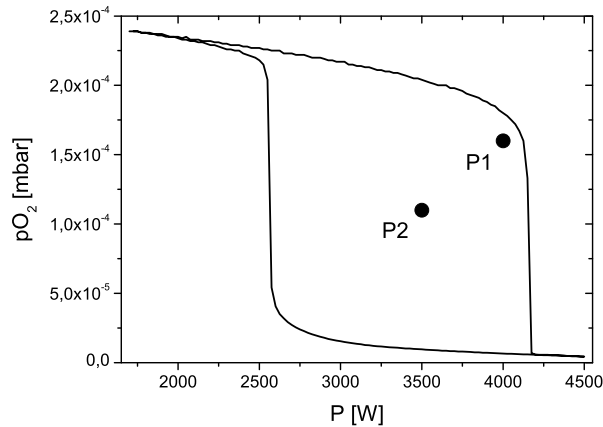
Bei der Realisierung einer hohen Brechzahl ist, wie in Abschnitt 2.1.6 beschrieben, ein gewisser Eintrag an Energie erforderlich. Da die Zufuhr von kinetischer Energie jedoch auch zur Entstehung von Schichtspannung führen kann, muss in der Praxis ein Kompromiss zwischen hoher Brechzahl und geringer Verspannung der Schichten gefunden werden.

In ersten Vorversuchen konnte ein optimaler Abstand zwischen Target und Substrat von circa 80 mm ermittelt werden. An diesem Punkt ergab sich der höchste erreichbare Brechungsindex. Durch den geringen Abstand zwischen Target und Substrat kommt es zu weniger Thermalisierungsprozessen, sodass der kinetische Energieeintrag auf die wachsende Schicht höher ist als bei größeren Target-Substrat-Abständen. Ferner kommt es zu weniger Einflüssen durch Streubeschichtungen, da diese aus Geometrie Gründen stärker vom Substrat abgeschirmt werden. Eine weitere Verringerung des Abstands führt in dieser Konfiguration zu einer direkten Beeinträchtigung des Plasmas und somit zu einer Prozessinstabilität. Ein noch geringerer Abstand ließe sich gegebenenfalls mit stärkeren Magnetsätzen realisieren, die das Plasma noch näher und konzentrierter an der Targetoberfläche lokalisieren. Allerdings ist der Prozessregler bei diesen geringeren Abständen ebenfalls nicht mehr in der Lage, den Sauerstoffpartialdruck ausreichend gut zu stabilisieren. In weiteren Vorversuchen wurde der optimale Prozessdruck ermittelt. Auch hier spielt die mittlere freie Weglänge bis zum Stoß zwischen zwei Teilchen eine Rolle. Da sie möglichst groß gehalten werden soll und ein gewisser Mindestdruck erforderlich ist, um die Plasmaentladung aufrecht zu erhalten, stellte dieser Mindestdruck auch das Optimum für die Herstellung der Schichten dar. Als optimaler Prozessdruck wurden  $3,2 \cdot 10^{-3}$  mbar ermittelt. Die Plasmaentladung wurde unterhalb von  $2,8 \cdot 10^{-3}$  mbar instabil.

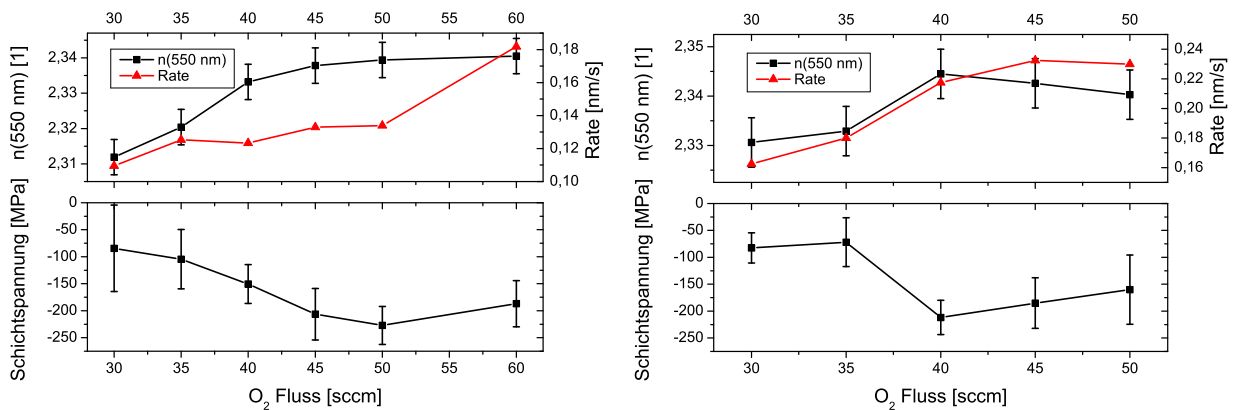
Unter diesen Voraussetzungen wurden die Eigenschaften von 200 nm dicken  $Nb_2O_5$ -Schichten untersucht, die reaktiv vom metallischen Target gesputtert wurden. Alle Beschichtungen wurden mittels Sauerstoffpartialdruckregelung hergestellt. Dabei war der Sauerstoffpartialdruck die Messgröße und die Generatorleistung die Stellgröße. Um verschiedene Beschichtungsraten zu realisieren, wurden die Schichten bei unterschiedlichen Sauerstoffgesamtflüssen und an zwei verschiedenen Punkten der vom Sauerstoffgesamtfluss abhängigen S-Kurve hergestellt. Diese Punkte sind in Abbildung 4.13 (a) exemplarisch für einen definierten Sauerstofffluss dargestellt. Versuche im oxidischen Modus ergaben deut-

lich zu geringe Raten für die Herstellung von Mehrschichtsystemen in adäquater Zeit sowie zu geringe Brechzahlen von etwa  $n(550 \text{ nm}) \approx 2,28 - 2,30$ . Anhand der Brechzahlen ist bereits davon auszugehen, dass es sich hier um poröse Schichten handelt, die nicht für den Einsatz in komplexen optischen Mehrschichtsystemen geeignet sind. Durch die Änderung des Sauerstoffflusses verschiebt sich die Hystereseurve, da mehr Material abgeschieden werden muss, um die veränderte Menge an Sauerstoff an dem abgeschiedenen Niob zu binden und so den gleichen Sauerstoffpartialdruck einzustellen. Infolgedessen erhöht sich die benötigte Generatorleistung, und auch die Hystereseurve selbst wird größer. Durch die Aufnahme einer Hystereseurve für jeden Sauerstofffluss können die Prozesse an jeweils äquivalenten Targetzuständen und gleichzeitig unterschiedlichen Beschichtungsrate hergestellt werden. Die Variation des Flusses führt somit im Wesentlichen zu einer Veränderung der Beschichtungsrate. Der Punkt „P1“, vgl. 4.13 (a), befindet sich bereits im Übergangsmodus. Hier steht jedoch noch verhältnismäßig viel ungebundener Sauerstoff zur Oxidation der Metallatome zur Verfügung. Der Punkt „P2“, vgl. 4.13 (a), wurde direkt im Zentrum der Hysterese gewählt, um noch höhere Raten zu erzielen. An diesem Punkt steht nur noch relativ wenig ungebundener Sauerstoff für die Oxidation zur Verfügung.

Deutlich zu erkennen sind bei beiden Versuchsreihen in Abbildung 4.13 (b) und (c), dass die Brechzahl positiv von der steigenden Beschichtungsrate beeinflusst wird. Insbesondere bei den Versuchen am Prozesspunkt „P1“ ist zu erkennen, dass die Brechzahl in einen gesättigten Bereich übergeht und sich mit steigender Beschichtungsrate nicht deutlich weiter erhöht. Die Schichtspannung scheint ebenfalls von der Beschichtungsrate abhängig zu sein. Steigt die Rate und somit auch die Dichte der Schichten, so wächst auch die Druckspannung, dieser Zusammenhang wird von Hunsche et al. in [120] bestätigt. Höchstwahrscheinlich lässt sich diese Eigenschaft auf die in Abschnitt 2.1.7 diskutierten Effekte Atomic-Peening und Knock-On zurückführen, bei denen durch die einfallenden Atome und Ionen eine Verspannung der Schichten erzeugt wird. Die erreichte Brechzahl von  $n(550 \text{ nm}) \approx 2,34$  liegt nahe den üblicherweise für DC gesputtertes  $Nb_2O_5$  in der Literatur berichteten Werten [121]. Absorption in den Schichten konnte an diesem Prozesspunkt mittels Ellipsometrie nicht nachgewiesen werden, d.h.  $k < 0,005$ . Am Prozesspunkt „P2“ ist ein sehr ähnliches Verhalten zu erkennen. Diese Schichten können nicht mehr ausreichend oxidiert werden. In allen Fällen wurde der Absorptionskoeffizient mittels Ellipsometrie zu  $k(550 \text{ nm}) \approx 0,006 \dots 0,007 \pm 0,005$  bestimmt. Dies erklärt auch die erreichten höheren Brechzahlen gegenüber dem Prozesspunkt „P1“, denn metallisches Niob besitzt einen leicht höheren Brechungsindex  $n(550 \text{ nm}) \approx 2,93$  [122] als sein Oxid. Die abfallende Brechzahl



(a) Exemplarische Darstellung der gewählten Prozesspunkte bei der Herstellung von  $Nb_2O_5$ -Schichten am Beispiel der sich ergebenden Hysterese bei 45 sccm  $O_2$ -Fluss.



(b) Schichteigenschaften am Prozesspunkt „P1“ in Abhängigkeit des gewählten Sauerstoffgesamtflusses. Der Absorptionskoeffizient wurde mittels Ellipsometrie zu  $k(550 \text{ nm}) = 0,000$  mit  $\Delta k(550 \text{ nm}) = 0,005$  bestimmt.

(c) Schichteigenschaften am Prozesspunkt „P2“ in Abhängigkeit des gewählten Sauerstoffgesamtflusses. Der Absorptionskoeffizient wurde mittels Ellipsometrie zu  $k(550 \text{ nm}) \approx 0,006 \dots 0,007 \pm 0,005$  bestimmt.

Abbildung 4.13: Schichteigenschaften von  $Nb_2O_5$ -Schichten hergestellt am DYSCUS-Beschichtungssystem.

bei Flüssen oberhalb von 40 sccm Gesamtfluss geht mit einer Reduktion der Schichtspannung einher. Dieser Effekt ist am Prozesspunkt „P1“ nicht zu beobachten. Daher sind die gesteigerte Beschichtungsrate, ein höherer Anteil an Argon am Gesamtdruck oder die metallische Oberfläche der Targets mögliche Ursachen. Die Verringerung der Schichtspannung und die gleichzeitige Verringerung der Brechzahl bei gleichbleibendem Absorptionsindex deutet zunächst auf einen verminderten Eintrag kinetischer Energie hin. Durch die verminderte Energie könnte es einerseits zu einer geringeren Implantationsrate von Atomen in energetisch ungünstige Positionen im Gefüge der Schicht kommen, andererseits kann aber auch eine bessere Relaxationsrate fehlpositionierter, energetisch ungünstig angeordneter Atome, durch „thermal spikes“ vorliegen. Nach Davis [67] hängt die Druckspannung von dem Verhältnis der Rate  $R$  zum energetischen Fluss  $j$  ab, vgl. Abbildung 2.12. Diese Abhängigkeit kann, je nach Ionenenergie, ein Maximum durchlaufen. Die am Prozesspunkt „P2“ steigende Beschichtungsrate und der gleichbleibende Gesamtdruck sollten zu einem größeren Verhältnis  $R/j$  führen und somit zu einer geringeren Druckspannung. Der Gleichgewichtsprozess zwischen Implantation von Atomen durch den „Knock-On“-Effekt und der Relaxation durch „thermal spikes“ wird durch das Verhältnis  $R/j$  bestimmt und führt hier zu einer Verminderung der Schichtspannung sowie der Dichte der Schichten. Bei den geringeren Raten am Prozesspunkt „P1“ ist das Verhältnis  $R/j$  etwas kleiner, da die Beschichtungsrate  $R$  geringer ist und sich ein größerer energetischer Fluss  $j$  infolge der gesteigerten Generatorleistung und einer stärker oxidierten Targetoberfläche, die zu einer gesteigerten Targetspannung führt, ergeben sollte. Als Resultat sollten die gefundenen Schichtspannungen am Prozesspunkt „P1“ größer sein als die am Prozesspunkt „P2“. Dies ist zwar für einige Prozesspunkte der Fall, jedoch wird die Schichtspannung am Prozesspunkt „P2“ zusätzlich durch den Einbau von Stöchiometriefehlern ( $Nb_2O_x$  mit  $x < 5$ ) beeinflusst, die zu der gemessenen Absorption führen.

Eine entsprechende Versuchsreihe wurde für das  $SiO_2$ , ebenfalls am Prozesspunkt „P1“, durchgeführt und ist in Abbildung 4.14 dargestellt. Charakteristische Hysteresekurven für das Siliziumtarget können der Abbildung 4.7(a) entnommen werden. Das  $SiO_2$  zeigt ebenfalls einen sehr engen Zusammenhang zwischen Druckspannung und Brechzahl. Die Änderung der Brechzahl fällt hier allerdings nur sehr gering, jedoch kontinuierlich aus. Die Druckspannung der Schichten ist mit bis zu 430 MPa jedoch deutlich größer, entspricht allerdings dem in der Literatur beobachteten breiten Bereich der Schichtspannungen zwischen  $-200$  und  $-600$  MPa [2, 123, 124, 125]. Grundsätzlich unterscheidet sich das Verhalten des Siliziumdioxids nicht vom am gleichen Prozesspunkt hergestellten Niobpentoxid.



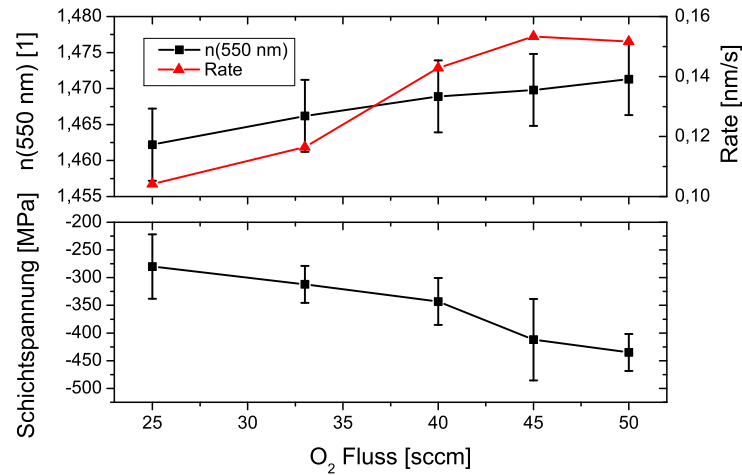


Abbildung 4.14: Schichteigenschaften von am Prozesspunkt „P1“ in Abhängigkeit des gewählten Sauerstoffgesamtflusses präparierten 200 nm dicken  $\text{SiO}_2$ -Schichten. Der Absorptionskoeffizient wurde mittels Ellipsometrie zu  $k(550 \text{ nm}) < 0,005$  bestimmt.

#### 4.2.4 Herstellung und Charakterisierung von Interferenzfiltern

Ausgehend von den Ergebnissen des letzten Abschnitts wurde der Prozesspunkt „P1“ bei den Sauerstoffflüssen 40 sccm und 50 sccm am Niobtarget und 40 sccm am Siliziumtarget für die folgenden Versuche an Filtersystemen ausgewählt. Zunächst wurde an diesen zwei Prozesspunkten ein Filter mit 39 Einzelschichten hergestellt. Dieses Schichtsystem wurde mittels optischen Monitorings auf einem einzigen Monitoringsubstrat hergestellt. Da das Ergebnis am Prozesspunkt „P1“ mit einem Sauerstofffluss von 50 sccm das bessere darstellte, wird der Filter, hergestellt an diesem Prozesspunkt, im weiteren diskutiert.

Die spektralen Eigenschaften sind in Abbildung 4.15 dargestellt. Die erste Auffälligkeit ist die Abweichung zwischen dem errechneten Zielspektrum und den gemessenen Spektren. Gerade bei kleinen Wellenlängen wird nicht die Transmission erreicht, vgl. Abbildung 4.15, die theoretisch zu erwarten wäre. Die wesentlichen Ursachen für diese Abweichungen sind Absorption, Streuung und Abweichungen der realen Schichtdicken von den theoretischen. Das eingesetzte Material  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  zeigt unterhalb von 450 nm bereits Absorption [126], die im theoretischen Design nicht berücksichtigt ist. Zusätzlich ist zu erkennen, dass die ex-situ Messung auf der Wellenlängenchse von der in-situ Messung abweicht. Wird die Probe wieder in das Vakuum geschleust und mit dem gleichen Spektrometer vermessen,

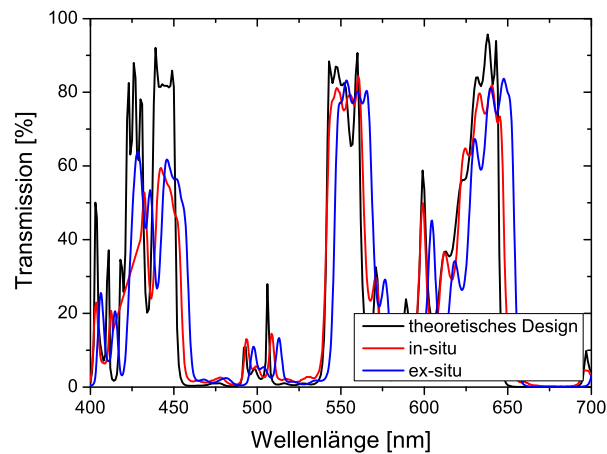


Abbildung 4.15: Spektrum eines Filters mit 39 Einzelschichten.

so bleibt dieser Shift erhalten. Demnach ist die Abweichung nicht auf eine mögliche fehlerhafte Wellenlängenkalibrierung eines Gerätes zurückzuführen. Dies ist ein sehr starkes Indiz für poröse Schichten, die es ermöglichen, dass molekulares Wasser in die Hohlräume diffundieren kann und so die effektive Brechzahl des Mediums verändert. Die Porosität ist hier meist in Form von kollumnaren Strukturen ausgebildet. Zur Überprüfung der Morphologie der Schichten wurde die Bruchkante eines beschichteten Siliziumwaferbruchstücks, das zu diesem Zweck im gleichen Prozess mit beschichtet wurde, mit einem Rasterelektronenmikroskop vermessen. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.16 gezeigt und zeigt deutlich die bereits vermutete Ausbildung von porösen kollumnaren Strukturen. Auf Grundlage dieses Ergebnisses ist davon auszugehen, dass die Verluste, die unterhalb von 450 nm beobachtet werden, im Wesentlichen durch Absorption und Lichtstreuung hervorgerufen werden.

### 4.3 Zusammenfassung der Vorarbeiten

Die geometrische Anordnung von Target, Substrat und Shaperblenden spielt eine bedeutende Rolle bei der Herstellung von optischen Schichten, da sie sich direkt auf die Morphologie der aufwachsenden Schichten auswirkt. Bezüglich der Schichteigenschaften konnten Prozesse gefunden werden, die Schichten mit geringer Absorption und hoher Dichte hergestellt haben. Die Brechzahl der Schichten ließ sich dabei nicht weiter erhöhen. Auf Basis

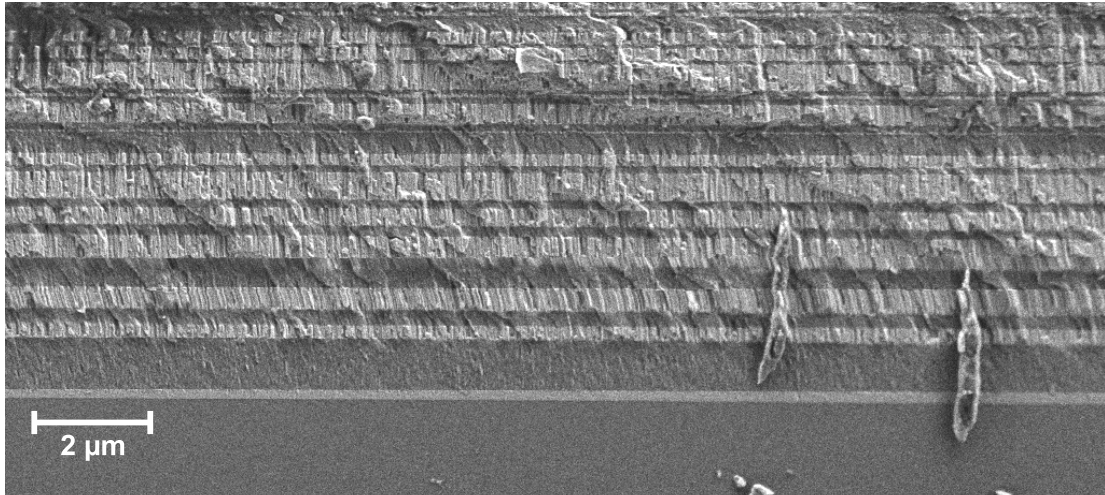


Abbildung 4.16: REM Aufnahme des Filters mit 39 Schichten. Deutlich zu erkennen sind kolumnare Strukturen.

der Eigenschaften eines Filters konnte gezeigt werden, dass die Dichten nicht ausreichend sind, um den Ansprüchen von optischen Präzisionsbeschichtungen zu genügen. Neben dem beobachteten optischen Shift konnte auch die Ausbildung eines strukturellen Wachstums nachgewiesen werden. Es müssen also Maßnahmen getroffen werden, um ein idealerweise amorphes Schichtwachstum zu realisieren.

Auch die Gasverteilung in der Beschichtungskammer und die Trägheit des Systems bezüglich Veränderungen im Sauerstoffpartialdruck haben Einfluss auf die Stabilität der Prozesse. Ferner ist es möglich, dass ein großer Prozessraum zu einer verstärkten Kontamination des Substrats aufgrund des verstärkten Abplatzens von Material von den Kammerwänden führt. Die Untersuchungen hinsichtlich der Partikelkontamination in Abhängigkeit von Prozess und Target haben gezeigt, dass zylindrische Targets in der untersuchten Konfiguration ein sehr stabiles und partikelarmes Verhalten an den Tag legten und je nach Prozess gleiche oder bessere Performance besaßen als ihre planaren Pendants.

Das in der DYSCUS verfügbare Shuttersystem konnte nicht genutzt werden. Der Shutter befindet sich sehr nahe an den Targets und besitzt, aufgrund der veränderten Druckverhältnisse, ein anderes Getterverhalten als der Drehteller. Ein bei geschlossenem Shutter über die Prozessregelung stabilisierter Prozess wird beim Öffnen des Shutters so empfindlich gestört. Alle hier diskutierten Versuche wurden daher ohne Shuttersystem hergestellt. Dies ist jedoch nicht möglich, wenn alle zur Verfügung stehenden Substrataufnahmen benutzt

werden sollen, da das Substrat für die Konditionierung des Targets ohne Shutter nicht unter dem Target liegen darf. Es ist also wünschenswert, ein Shuttersystem genau wie die Blenden möglichst nahe der Substratebene zu positionieren.

Ausgehend von den gewonnenen Ergebnissen am DYSCUS Sputtersystem, die in Tabelle 4.1 zusammengefasst sind, können eine Reihe von Verbesserungsvorschlägen gemacht werden, die in das neu aufzubauende Beschichtungssystem einfließen werden.

Maßnahme	Auswirkung		
	Prozess- stabilisierung	geringere Partikelbelastung	Optimierung der Uniformität
Sputter-Up	x	x	-
zylindrische Targets möglichst kleiner Prozessraum	x	x	x
symmetrische Gasverteilung	x	-	x
Shuttersystem nahe der Substratebene	x	-	-
Shaperblenden nahe der Substratebene	-	-	x

Tabelle 4.1: Matrix der vorgeschlagenen Änderungen und der erwarteten Auswirkungen.

# Kapitel 5

## Untersuchung des Sputtersystems EOSS

### 5.1 Planung der Beschichtungsanlage

Im vorangegangenen Kapitel konnte ein Eindruck gewonnen werden, wie stark sich Sputtergeometrien und Prozessführung auf die Struktur und die optischen Eigenschaften dielektrischer Schichten auswirken können. Die Zielsetzung bei der Konzeption einer neuen Beschichtungsanlage ist es daher, Schichten herstellen zu können, die nahezu defekt- und shiftfrei sind, keine Porosität und sehr geringe optische Verluste aufweisen. Der Prozess selbst soll dabei einfach in der Handhabung, gut Reproduzierbar sowie möglichst partikelarm sein. Getrieben von den ständig steigenden Anforderungen an die Herstellung hochpräziser dielektrischer Interferenzfiltersysteme haben sich Batchcoater basierend auf dem Magnetronsputterverfahren in vielen Fällen als die beste Lösung bewährt [78, 83, 127]. Als eine der präzisesten und leistungsstärksten Anlagen hat sich dabei das HELIOS Sputtersystem [123, 128] von Leybold Optics herausgestellt. Die in der Optikindustrie eingesetzten Sputtersysteme benutzen üblicherweise planare Targets, die ohne weitere Maßnahmen, aufgrund statischer Magnetsätze, inhomogen erodieren [37] und somit zu einem Drift der Verteilung über die Lebenszeit eines Targets führen. Zudem können diese Targets, wie in Abschnitt 4.2.2 gezeigt, je nach Prozessparametern zu drastischer Kontamination der Schicht durch Partikel führen [28, 37, 129, 130]. Um die so induzierte Defektdichte zu reduzieren, wurden einige Ansätze wie beispielsweise das CleanMag Konzept [75] entwickelt. Hierbei werden die Magnete des Magnetrons bewegt, um so die Plasmadichte an der Oberfläche und somit die Prozess- und Schichteigenschaften wie beispielsweise die Partikel-

kontamination zu modifizieren. In der Leybold Optics HELIOS kann beispielsweise der Abstand zwischen Magnetsätzen und Targetoberfläche variiert werden um die benötigte Performance des Prozesses besser einstellen zu können. Ein weiterer möglicher Ansatz ist der Einsatz von zylindrischen Quellen. Wie im vorherigen Kapitel gezeigt verhalten sich zylindrische Quellen deutlich konstanter gegenüber Prozessänderungen als es bei planaren Targets der Fall ist. Zusätzlich kommt es bei zylindrischen Targets nicht zu der Ausbildung von Racetracks, womit die Abstrahlcharakteristik über die Lebenszeit eines Targets nahezu konstant bleibt. Dies begünstigt wiederum die Stabilität und Reproduzierbarkeit, mit denen an der Beschichtungsanlage gearbeitet werden kann. Je nach Anwendung werden für die Beschichtungen Schichtdickenverteilungen gefordert, die über einen Durchmesser von bis zu einigen hundert Millimetern weniger als 0,5 % Abweichungen in der Schichtdicke sowie im Brechungsindex aufweisen. Diese Homogenität muss auch in Schichtstapeln mit mehreren hundert Schichten gewährleistet werden können. In der Großflächenbeschichtung werden zylindrische Targets bereits seit Jahren erfolgreich eingesetzt [5, 43, 44, 85, 131]. Der Hauptgrund für die Umstellung der Prozesse auf diese Technologie war dabei die bessere Kosteneffizienz [39]. Die Prozessführung an der zu konzipierenden Anlage sollte so ausgelegt sein, dass sowohl vollreaktive, geregelte teilreaktive und metallische Prozesse mit und ohne Nachoxidation realisiert werden können. Dabei ist auf eine entsprechende gastechnische Trennung der einzelnen Stationen zu achten. Um das Schichtwachstum zu unterstützen und einen Temperaturdrift des Substrats über den Beschichtungsprozess zu vermeiden, sollte die Anlage mit einem Substratheizsystem ausgestattet sein.

Ausgehend von den gewonnenen Erkenntnissen des vorangegangenen Abschnitts sind für den Aufbau einer Beschichtungsanlage für hochpräzise optische Beschichtungen folgende Punkte von besonderer Relevanz:

- Positionierung von Shaperblenden sehr nahe der Substratebene zur Vermeidung von Streubeschichtungen und optimaler Einstellbarkeit der Schichtdickenverteilung.
- Ein Shuttersystem, welches sehr nahe der Substratebene angebracht ist und so den Prozess bei Bewegungen nur minimal stört.
- Kleinvolumige Beschichtungsräume, die eine gute Gasraumtrennung zu den anderen Beschichtungsquellen besitzen. Es muss eine gute und schnelle Regelung der Prozesse ermöglicht werden. Ferner sollen andere Sputterräume nicht mit „Fremdmaterial“ kontaminiert werden. Zusätzlich können so die Sputterquellen unabhängig vonein-

ander betrieben werden. Dies bietet die Möglichkeit, individuell geregelte, reaktiv abgeschiedene Mischschichten zu produzieren. Zudem könnte durch eine Gasraumtrennung auch eine Plasmaquelle effizienter eingesetzt werden, da der Druckbereich, in dem jeweils gearbeitet werden soll, besser eingestellt werden kann.

- Der Einsatz einer zusätzlichen Plasmaquelle zur Reinigung, Heizung und Nachoxidation. An der DYSCUS ist dies nur begrenzt möglich, da die Plasmaquelle zwangsweise bei dem Druck und der Atmosphäre des aktuellen Prozesses betrieben werden muss.
- Sputtern von zylindrischen Targets zur Reduktion der Partikelkontamination und zur Minimierung des Verteilungsdrifts, die bei der Erosion planarer Targets entstehen.
- Sputtern in der Sputter-Up-Anordnung. Die Ergebnisse in Abschnitt 4.2.2 zeigen, dass die Partikelkontamination auch durch den Zustand der Anlage beeinflusst wird. Zur Reduktion dieses Einflusses erscheint es sinnvoll, die Substrate so zu positionieren, dass sie mit der zu beschichtenden Seite nach unten zeigen.

Unter diesen Gesichtspunkten wurden folgende Anforderungen der neuen Beschichtungsanlage definiert:

- Ausgelegt auf die Herstellung von Oxiden ( $SiO_2$ ,  $Ta_2O_5$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $Al_2O_3$ , ...).
- Steuerbare Prozessgase für jede einzelne Beschichtungskammer ( $Ar$  und  $O_2$ ).
- Roboter und Magazinkammer zum partikelarmen Schleusen. Das Vakuum der Hauptkammer soll durch Schleusvorgänge nicht gestört werden.
- Gasraumtrennung zwischen den einzelnen Beschichtungsstationen besser 1:100.
- Restdruck von circa  $1 \cdot 10^{-7}$  mbar, erreichbar innerhalb von 24 Stunden.
- Symmetrisches Pumpsystem relativ zum Sputtertarget. Jedes Sputtertarget soll eine eigene Turbomolekularpumpe besitzen.
- Möglichkeit der Substratheizung bis zu einer Substrattemperatur von mindestens 300 °C.
- Zwei Doppelrohrmagnetrons.
- Eine RF-Plasmaquelle.
- Auslegung als Sputter-Up-System.
- Substratgröße bis 200 mm Durchmesser.
- Shutter und Blendensysteme in unmittelbarer Nähe der Substratebene.

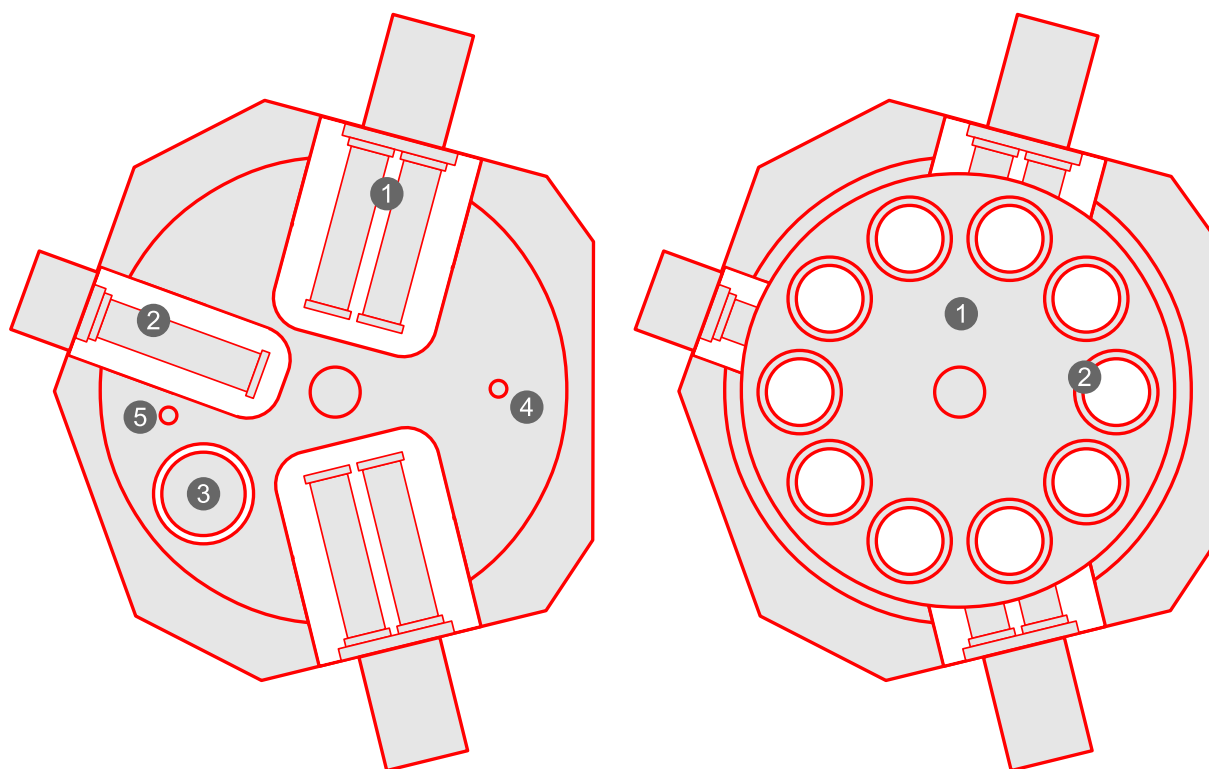
- Drehtellerausführung mit bis zu 250 Umdrehungen pro Minute, um den geringen Schichtauftrag pro Umdrehung zu realisieren, der bei Prozessen mit Nachoxidation notwendig ist.
- Softwaresteuerung inklusive der Möglichkeit zur Fernsteuerung, um das bestehende Monitoringsystem an der neuen Beschichtungsanlage zu adaptieren.
- Messports/Durchführungen für optisches Monitoring.

## **5.2 Experimenteller Aufbau**

Die wesentlichen Merkmale der Beschichtungsanlage sind in Abbildung 5.1 skizziert. Zum Einsatz kommen zwei Doppelrohrkathoden der Firma Sputtering Components, Inc. (SCI). Betrieben werden die Doppelrohrkathoden an jeweils einem Mittelfrequenzgenerator vom Typ TruPlasma MF 3020 der Firma HÜTTINGER Elektronik GmbH + Co. KG. Die Generatoren können mit bis zu 20 kW Ausgangsleistung betrieben werden und sind auf eine Frequenz von circa 40 kHz eingestellt. Jede Beschichtungsstation hat eine eigene Lambdasonde zur Messung des Sauerstoffpartialdrucks sowie Messröhren zur Messung des Gesamtdrucks zur Verfügung. Als Plasmaquelle kommt eine Copra DN400 der Firma CCR Technology zum Einsatz. Sie verfügt über ein Extraktionsgitter aus Wolfram und wird an einem RF-Generator vom Typ CESAR<sup>®</sup> 1350 400V RF der Firma Advanced Energy Industries, Inc. betrieben. Es können Leistungen bis zu 5 kW bei einer Frequenz von 13,56 MHz eingestellt werden. Alle Quellen sind als Sputter-Up-Quellen ausgelegt, sodass sich das Substrat oberhalb der Quellen befindet. Der dritte Flansch für das Einzelmagnetron wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht genutzt.

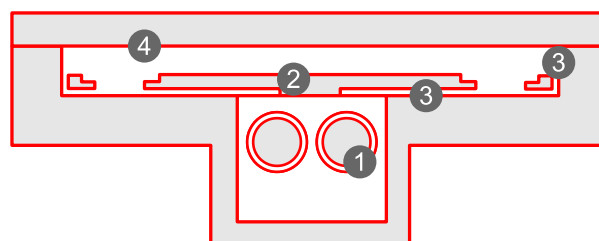
Der Drehteller kann bis zu zehn Substrate mit einem Durchmesser von maximal 200 mm und einer Dicke von 50 mm aufnehmen. Neun der zehn Teller werden für die Beschichtung von Bauteilen genutzt. Der zehnte Teller dient dem optischen Monitoring, auf das in Abschnitt 5.2.1 näher eingegangen wird. Zur effektiven Gasraumtrennung wurde der Abstand zwischen Drehteller und Kammerwänden, unter fertigungstechnischen Aspekten, so gering wie möglich ausgelegt. Die dadurch erreichte Gasraumtrennung wurde unter Prozessbedingungen experimentell ermittelt und ist bei den hier untersuchten Reaktivprozessen stets besser als 1 : 100. Das Substrathandling erfolgt automatisiert durch einen Roboter zwischen einem Vorratsmagazin und dem Drehteller in der Beschichtungskammer. Das Substratma-





(a) Draufsicht auf den Rezipienten bei entferntem Drehteller. (1) Doppelrohrkathoden mit eigener Turbomolekularpumpe, (2) Einzelmagnetronstation, (3) Plasmaquelle mit eigener Turbomolekularpumpe, (4) Port für optisches Monitoring, (5) Pyrometer zur Temperaturbestimmung.

(b) Draufsicht auf den Rezipienten mit eingesetztem Drehteller. (1) Drehteller mit bis zu 250 Umdrehungen pro Minute, (2) Carrieraufnahmen.



(c) Seitenansicht auf eine der Doppelrohrkathoden. Zu sehen ist, dass die Rohre (1) unterhalb des Drehtellers (2) angebracht sind (Sputter-Up). Zusätzlich ist der Abstand zwischen Drehteller und Rezipient (3) in allen Richtungen sehr gering. Im Deckel (4) ist ein Heizsystem eingebaut, um die Substrate von deren Rückseite zu heizen.

Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des Grundaufbaus des „Enhanced Optical Sputtering System“, kurz „EOSS.“

gazin kann dabei bis zu zwölf Substratcarrier fassen. Dieses System wird auch vollautomatisiert für den Wechsel von Testgläsern (optisches Monitoring) während der Herstellung von komplexen Filtern eingesetzt. Die Magazinkammer, die einzelnen Beschichtungsräume und die Plasmaquelle sind mit jeweils einer eigenen Turbomolekularpumpe ausgestattet. Um den gastechnisch relativ stark isolierten Totraum im Bereich des Deckels schneller in den Bereich von  $1 \cdot 10^{-7}$  mbar evakuieren zu können, wurde eine weitere Turbomolekularpumpe zentral auf dem Deckel angebracht. Diese trägt zusätzlich zur Optimierung der Gasraumtrennung zwischen den einzelnen Stationen bei. Aus präzisions- und fertigungstechnischen Gründen ist der gesamte Rezipient aus einem Aluminiumblock gefräst. Der Basisdruck im evakuierten Zustand beträgt  $1 \cdot 10^{-7}$  mbar.

Der gesamte Deckel ist mit Heizplatten aus Edelstahl versehen. Diese werden nur am Messport für optisches Monitoring und auf der gegenüberliegenden Seite am Pyrometer unterbrochen. Das Heizsystem kann Temperaturen von 400 °C erreichen und heizt die Substrate von der Beschichtung abgewandten Seite. Zusätzlich ist ein Shutterssystem integriert, um die Beschichtungen zu starten und zu beenden. Die Shutter sind dabei nur wenige Millimeter von der Substratebene entfernt. Dadurch kommt es nur zu geringen Prozessstörungen durch das Öffnen und Schließen des Shutters. Um reproduzierbare Ergebnisse beim Öffnen und Schließen der Shutter zu realisieren, sind diese mit der Hauptrotation des Drehtellers synchronisiert. Zusätzlich sind in unmittelbarer Nähe zum Substrat Aufnahmen für Shaperblenden vorgesehen.

Als Targets kamen für die hier gezeigten Untersuchungen ein Tantaltarget mit 99,9 % Reinheit sowie ein polykristallines, bordotiertes ( $< 0,01 \Omega \text{ cm}$ ) Siliziumtarget mit einer Reinheit von 99,999 % zum Einsatz. Beide Targets besitzen eine Materialstärke von 6 mm und haben eine Länge von 550 mm. Da es zunächst massive Lieferverzögerungen beim Tantaltarget gab, wurden erste Vorversuche mit einem substöchiometrischen gespritzten  $Nb_2O_x$ -Target durchgeführt, welches auch in der Partikelanalyse in Abschnitt 4.2.2 zum Einsatz kam. Durch die, gegenüber der Substratgröße von maximal 200 mm Durchmesser, sehr langen Targets können Randeffekte, die sich an den Enden der Targets ergeben, vernachlässigt werden. Diese Bereiche werden durch Blendensysteme von den Substraten abgeschnitten. Beispiele für diese Effekte sind der „Cross-Corner-Effekt“ [132] oder der Verlust von Elektronen an den Enden des Targets, wodurch es hier zu einer geringeren Rate an Ionisierungen kommen kann.

Dieser Aufbau erfüllt alle in Abschnitt 5.1 geforderten Eigenschaften.

### 5.2.1 Optisches Monitoringkonzept

In Abschnitt 4.1.1 wurden bereits die Grundzüge des optischen Monitoringsystems erläutert. Bei der Messung an dieser Beschichtungsanlage liegen die möglichen Messzeiten im Extremfall knapp unterhalb von 4 ms. Diese Messzeit ergibt sich aus der Rotationsgeschwindigkeit, der Größe des Ausschnitts auf dem Monitoringcarrier und dem Radius auf dem er sich befindet. Aufgrund dieser kurzen Messzeit und der notwendigen Flexibilität bei der Herstellung unterschiedlicher Schichtdesigns, ist das Transmissionsmonitoring eine sehr gute Wahl, da es universell für sehr viele Designs einsetzbar ist und sehr kurze Messzeiten realisiert werden können. Ein typischer Monitoringcarrier für die Aufnahme eines Testglases ist in Abbildung 5.2 gezeigt. Dieser ist in drei Messbereiche aufgeteilt, sodass pro Rotation des Drehtellers in der Beschichtungslage eine Dunkelmessung, eine Referenzmessung und die eigentliche Messung am Testglas erfolgen können. Um die kurzen Messzeiten zu realisieren, kommt ein modifizierter CCD-Detektor zum Einsatz, dessen Elektronik in der Lage ist, minimale Messzeiten von 800  $\mu\text{s}$  zu realisieren. Die Benutzeroberfläche der Software MOCCA<sup>+</sup><sup>®</sup> während des Betriebs ist in Abbildung 5.3 (a) und das am Detektor gemessene Signal in Abbildung 5.3 (b) dargestellt. Die Messung wird dabei über ein Triggersignal (Lichtschranke) und eine elektronische Verzögerung (Jitter < 2  $\mu\text{s}$ ) gestartet. Nach dem Start wird eine definierte Anzahl an Spektren mit einer festen Integrationszeit gemessen und in einen internen Speicher abgelegt. In diesen Messungen befinden sich jeweils  $N$  Messungen eines Signaltyps. Mittels

$$T(\lambda) = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \frac{T_{n, \text{Testglas}}(\lambda) - T_{n, \text{Dunkel}}(\lambda)}{T_{n, 100\%}(\lambda) - T_{n, \text{Dunkel}}(\lambda)} \quad (5.1)$$

kann die Transmission bestimmt werden. Durch die Referenzierung der Umgebung  $T_{\text{Dunkel}}$  und der Lampe  $T_{100\%}$  in jeder Umdrehung ist dieses System unanfällig gegenüber Langzeitdrifts der Lampe oder Veränderungen des Hintergrundrauschens. Bei 250 Umdrehungen pro Minute ergibt sich alle 240 ms eine Messung. Um die große Anzahl an Messdaten auswerten zu können, wurde die Software MOCCA<sup>+</sup><sup>®</sup> modifiziert, sodass mehrere Prozessorkerne parallel für verschiedene Aufgaben genutzt werden können. Ein separat laufender Thread des Programms übernimmt dabei die eigentliche Prozesssteuerung der Anlage und inter-

pretiert die ermittelten Schichtdicken, während der andere Thread die Auswertung der Messungen übernimmt und daraus die jeweiligen Schichtdicken ermittelt. Je nach Wahl der Integrationszeit und somit der Anzahl auszuwertender Messungen kann so alle ein bis zwei Umdrehungen ein Spektrum errechnet und ausgewertet werden.

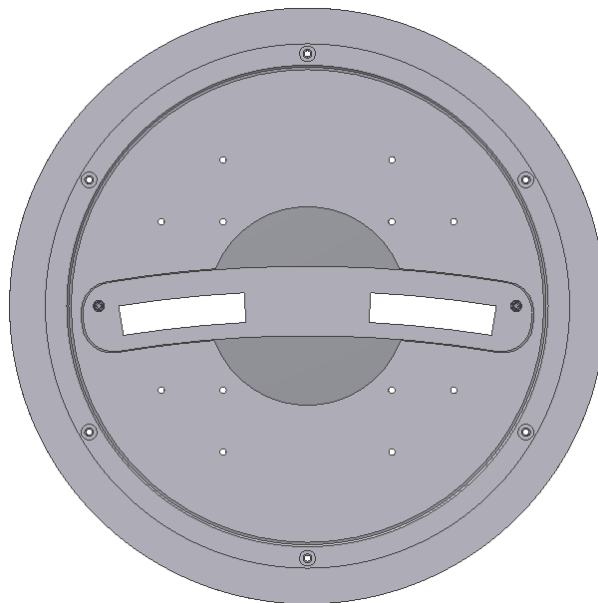


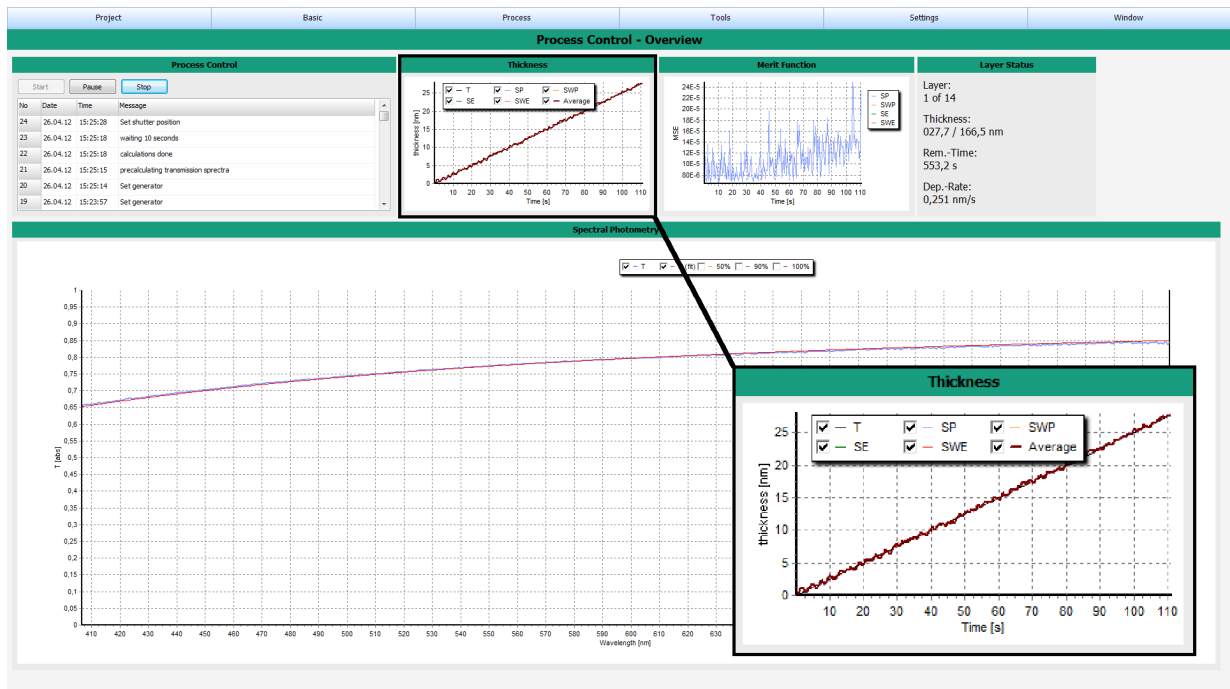
Abbildung 5.2: Aufbau eines Monitoringcarriers für die EOSS. Der Teller hat zwei Ausschnitte. Ein Ausschnitt wird dazu verwendet, die eigentliche Messung am Substrat durchzuführen, der andere Ausschnitt bietet die Möglichkeit einer Referenzmessung. Der Zwischenraum wird genutzt, um ein Dunkelspektrum aufzunehmen.

## **5.3 Ergebnisse und Diskussion**

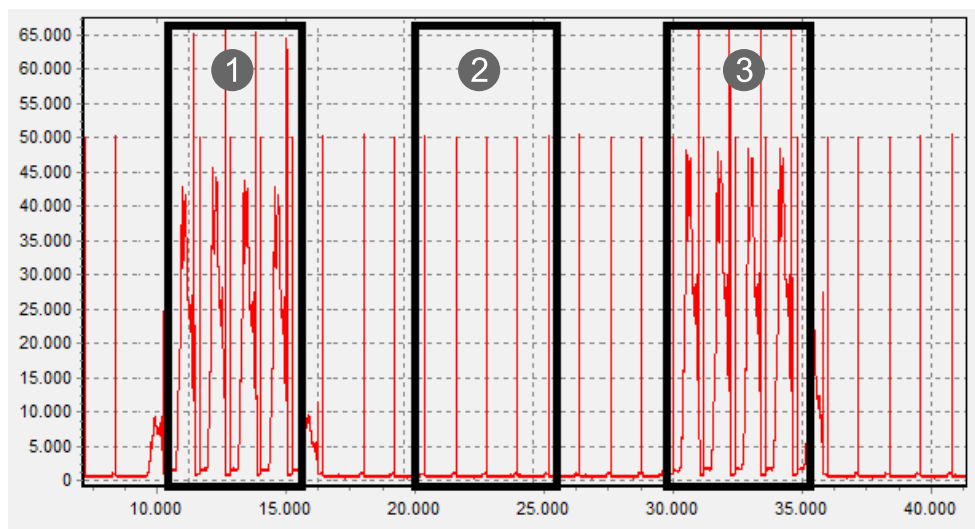
### **5.3.1 Homogenisierung der Schichtdickenverteilung**

Die Shaperblenden der EOSS bestehen aus einem circa 2 mm dicken Blech, vgl. Abbildung 5.4, und sind in unmittelbarer Nähe zu den Substraten angebracht. Zur Homogenisierung der Schichtdickenverteilung kamen zunächst empirische Verfahren zum Einsatz. Ausgehend von der Verteilung ohne Shaperblende und der Verteilung mit einem linearen Shaper wurde eine erste Blendenform durch lineare Interpolation abgeschätzt. Die Ergebnisse dieser

## Ergebnisse und Diskussion

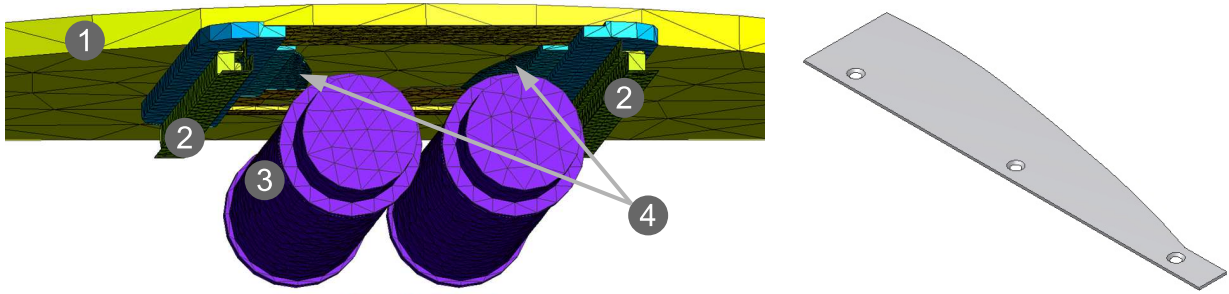


(a) Benutzeroberfläche während der Beschichtung. Zu sehen ist zum Einen das gemessene und das daran gefittete Spektrum und zum anderen (rechts unten) die zeitliche Entwicklung der Schichtdicke.



(b) Beispielhafte Messung in einer Rotation des Tellers. Aufgetragen ist die gemessene Intensität über der Position des internen Speichers des CCD-Detektors. Die Zeile wird Pixel für Pixel ausgelesen und das Ergebnis kontinuierlich in den nächsten freien Speicherslot der Elektronik gespeichert. Dieser Vorgang wird für eine definierte Anzahl an Messungen wiederholt. Der Speicher wird ausgelesen und die Daten können nach Gleichung 5.1 in ein Transmissionsspektrum umgerechnet werden. Abschließend wird der Speicher wieder gelöscht. Das Signal im Einzelnen: (1) Messung am Testglas, (2) Dunkelmessung, (3) Referenzmessung.

Abbildung 5.3: Exemplarische Beispiele des Monitoringsystems MOCCA<sup>+</sup>® im Betrieb.



(a) Schematischer Aufbau innerhalb der Sputterkammer: (1) Drehteller, (2) Gaseinlass, (3) Target, (4) Shaperblende. (b) Typische Form einer Shaperblende.

Abbildung 5.4: Position und Form einer für die EOSS typischen Shaperblende. Pro Doppelmagnetron kommen jeweils zwei Shaperblenden zum Einsatz.

verbesserten Blende wurden wiederum genutzt, um eine noch genauere Abschätzung vorzunehmen. In Abbildung 5.5 sind die Ergebnisse dieser Versuche dargestellt. Um deutlich bessere Ergebnisse zu erzielen, sollte der Teilchentransport in der Beschichtungskammer von der Arbeitsgruppe „Simulation“ am Fraunhofer IST simuliert werden. Dazu steht eine am Fraunhofer IST entwickelte parallele Particle-In-Cell Monte-Carlo (PIC-MC) Simulationssoftware [133, 134] zur Verfügung. Mithilfe dieser Software werden Gasflüsse und Gasentladungen in beliebigen Anlagengeometrien orts- und zeitaufgelöst modelliert. Durch die Nutzung realitätsnaher Simulationsteilchen und der Berücksichtigung der Interaktion mit Oberflächen kann das Verhalten von komplexen Niederdruck-Anlagensystemen abgebildet werden. Im Falle einer reinen Gasflusssimulation arbeitet die Simulation zyklisch folgende Schritte ab:

- Durchführung von Teilchenbewegungen über einen Zeitbereich  $\delta t$ .
- Wechselwirkungen an Grenzflächen (Absorption von Teilchen, Reflexion, chemische Reaktion).
- Behandlung von Stößen zwischen den Partikeln (Impulsübertrag, Ionisierung, Anregung).
- Generation neuer Partikel (z.B. Gaseinlass).

Um diese Simulation für den Transport von Schichtmaterial und Argon in der EOSS durchführen zu können, wurden die wesentlichen Komponenten der Beschichtungskammer in ein dreidimensionales Simulationsmodell übertragen, vgl. Abbildung 5.6, und die Abscheidung der Schichten unter der Annahme von gleichmäßig verteilten  $\cos^n$ -Strahlern [41] auf den

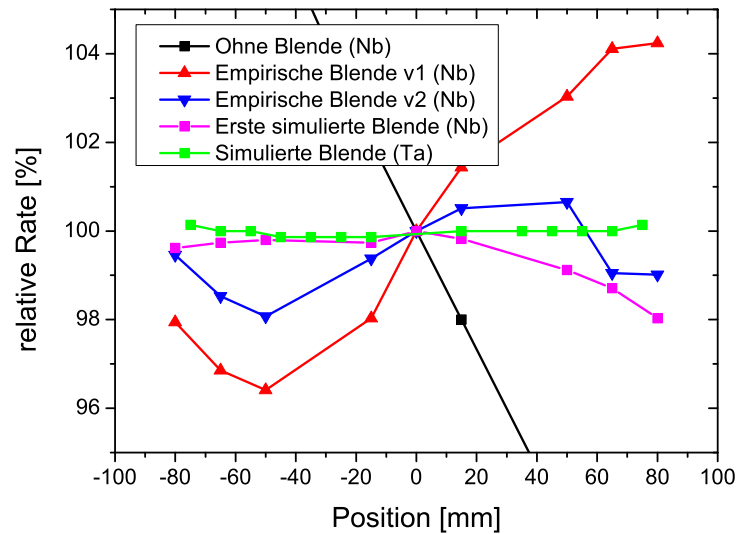


Abbildung 5.5: Schichtdickenverteilung unterschiedlicher Blenden an der EOSS. Ohne Blende ergibt sich eine deutliche Inhomogenität der Schichtdickenverteilung. Zunächst wurde die Verteilung durch empirische Versuche sukzessiv optimiert (*Empirische Blende v1 (Nb)* und *v2*). Auf Basis von Simulationsrechnungen konnte die Uniformität im Anschluss deutlich verbessert werden (*Erste simulierte Blende (Nb)*). Durch weitere Optimierung des Simulationsmodells, in dem mehr konstruktive Details berücksichtigt wurden, konnte die Form des Shapermodells weiter optimiert werden (*Simulierte Blende (Ta)*).

Racetracks simuliert [135]. Die Position der Racetracks wurde durch Magnetfeldrechnungen ermittelt. Der Punkt des maximalen Materialabtrags ist definiert durch einen Nulldurchgang der Normalkomponente des Magnetfelds bezüglich der Targetoberfläche.

Darauffolgend wurde das Simulationsmodell anhand empirischer Daten verifiziert. Die hier untersuchten Schichten wurden mittels metallischem Sputtern und Plasma-Nachoxidation hergestellt. Zunächst wurde die Verifizierung und die Verfeinerung des Simulationsmodells anhand des gespritzten  $Nb_2O_x$ -Targets vorgenommen. Nach der Lieferung des Tantaltargets wurden die Versuche und Simulationen sofort mit diesem Material fortgesetzt. Durch kontinuierliche Verfeinerung der Simulationsparameter und durch die Berücksichtigung konstruktiver Details konnten zunehmend bessere Shaperblenden entwickelt werden. Weitere Details können [135] entnommen werden. Das bislang beste Ergebnis ist in Abbildung 5.5 für ein metallisches Tantaltarget dargestellt. Die Simulationen wurden durch die Arbeitsgruppe Simulation am Fraunhofer IST durchgeführt.

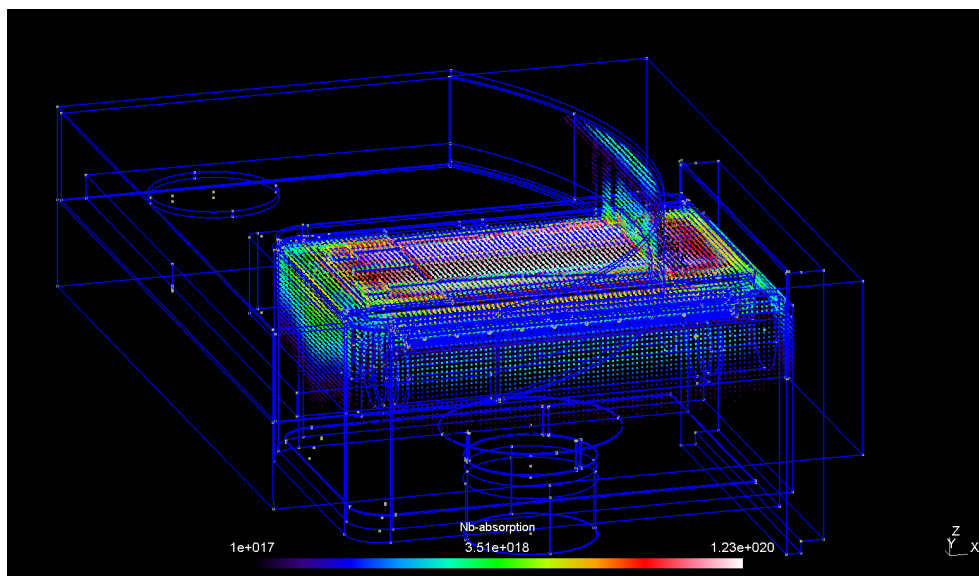


Abbildung 5.6: Dreidimensionales Modell einer Beschichtungsstation der EOSS Beschichtungsanlage. Dargestellt ist die Absorption von Niob an den Oberflächen, auf denen das Material kondensieren kann. Mithilfe dieses Abdrucks der orts aufgelösten Beschichtungsrate eines statischen Beschichtungsprozesses kann durch Integration über Teilkreisbahnen die Beschichtungsrate mit eingeschalteter Rotation des Drehtellers bestimmt werden. Durch die Einführung von Shaperblenden in dieses Modell kann die Beschichtungsrate verschiedener Teilkreisbahnen mit unterschiedlichem Radius aneinander angepasst werden. Die Simulation wurde durchgeführt von Andreas Pflug, Arbeitsgruppe „Simulation“, Fraunhofer IST.



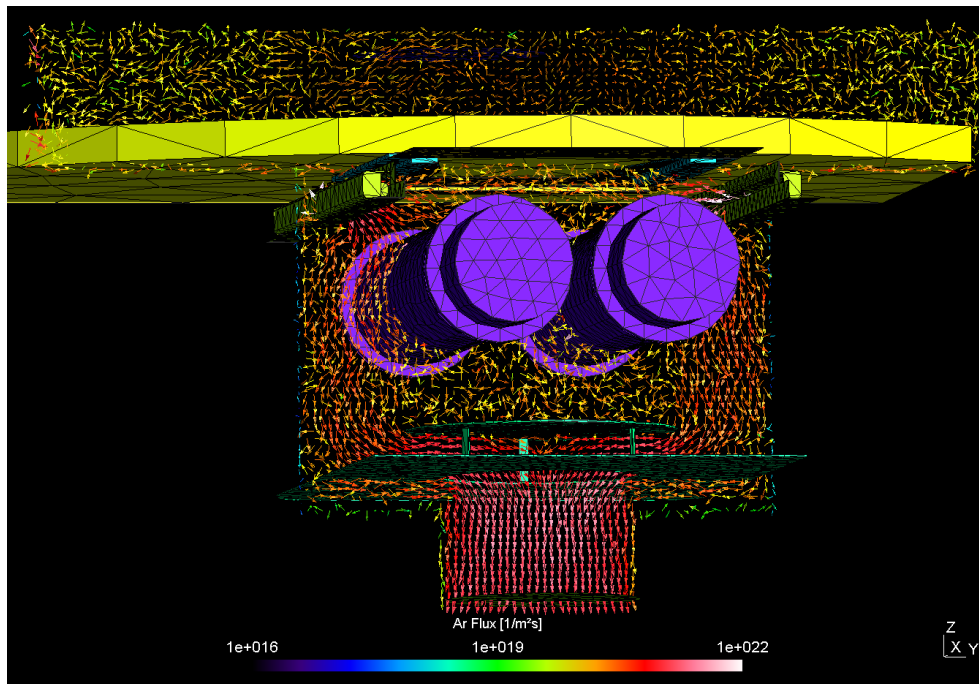


Abbildung 5.7: 2D-Schnitt (in der Targetmitte) einer 3D-Simulation des Argonflusses (Sputtergas) während des Beschichtungsprozesses. Abgebildet ist die durchschnittliche Richtung (Pfeil) und die Anzahl (Farbe, in logarithmischer Skala) an Teilchen, die sich lokal pro  $\text{m}^2 \cdot \text{s}$  bewegen. Zu erkennen ist eine relativ homogene Verteilung der Teilchen und Flüsse im Sputterraum. Die Simulation wurde durchgeführt von Andreas Pflug, Arbeitsgruppe „Simulation“, Fraunhofer IST.

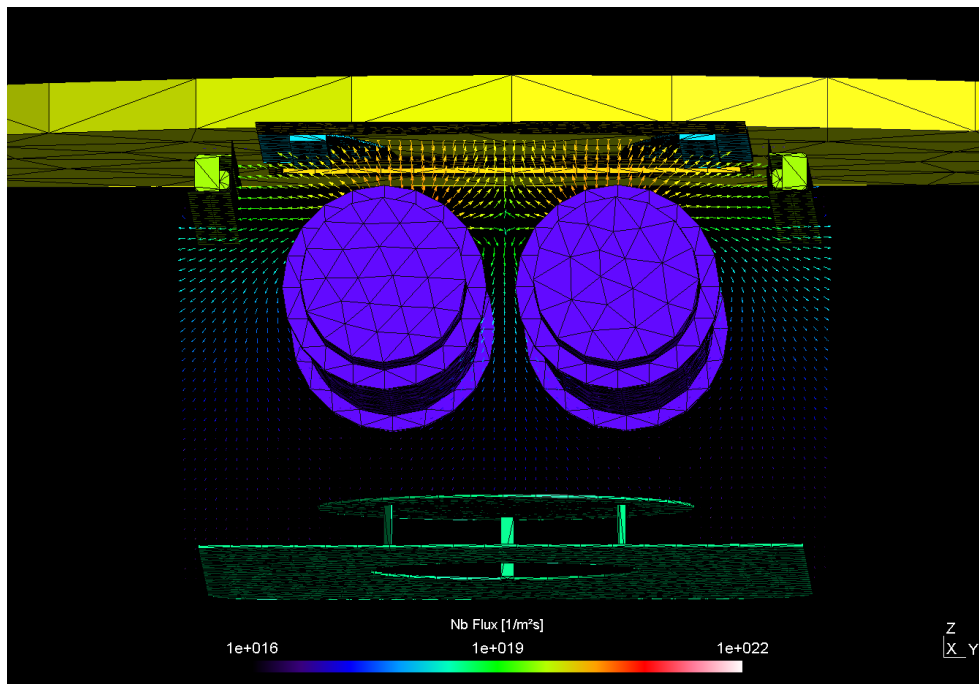


Abbildung 5.8: 2D-Schnitt (in der Targetmitte) einer 3D-Simulation des Niobflusses (Beschichtungsmaterial) während des Beschichtungsprozesses. Abgebildet ist die durchschnittliche Richtung (Pfeil) und die Anzahl (Farbe, in logarithmischer Skala) an Teilchen, die sich lokal pro  $m^2 \cdot s$  bewegen. Deutlich zu erkennen ist die Vorzugsrichtung der Target-Materialabstrahlung in Richtung des Substrats/Drehtellers. Der Innenraum der Beschichtungskammer wird im Verhältnis zum Substrat/Drehteller nur mit einem Bruchteil der Beschichtungsrate beschichtet, was die Reinigungs- und Wartungsintervalle verlängert. Die Simulation wurde durchgeführt von Andreas Pflug, Arbeitsgruppe „Simulation“, Fraunhofer IST.

Im Rahmen dieser Simulationen konnte ein guter Einblick in die Gasverhältnisse während des Sputterprozesses gewonnen werden. In Abbildung 5.7 ist der simulierte Argonfluss während des Sputtervorgangs gezeigt. Zu erkennen ist die gute Symmetrie, mit der das Gas den Prozessraum ausfüllt. In Abbildung 5.8 ist der Teilchenfluss vom gesputterten Niobtarget dargestellt. Es ist zu erkennen, dass der Innenraum der Prozesskammer kaum beschichtet wird und der Großteil des Materials in Richtung Substrat abgestrahlt wird. Bei allen hier simulierten Verteilungen und Flüssen wurden, wie in den praktischen Versuchen, um  $10^\circ$  aufeinander zu gedrehte Magnetsätze angenommen.

### **5.3.2 Partikelkontamination**

Zunächst wurde das Grundniveau der Partikelbelastung durch Handlingprozeduren erfasst. Die Versuche wurden wie folgt durchgeführt:

- Auspacken der Substrate direkt unter der Flowbox in der Nähe der Magazinkammer.
- Einlegen der Substrate in den dafür vorgesehenen Carrier.
- Transfer der Substrate aus dem Magazin in die Beschichtungskammer durch den Roboter.
- Beschleunigung der Rotation des Drehtellers auf 250 Umdrehungen pro Minute und Halten dieses Zustands für zehn Minuten.
- Transfer der Substrate aus der Beschichtungskammer in das Magazin durch den Roboter.
- Entnahme der Substrate aus dem Carrier.
- Verpacken der Substrate in geeignete Verpackungen und Transport zum Laser-mikroskop (unter einer Flowbox).
- Auspacken und Mikroskopieren.

Das durch diese Prozedur entstandene Kontaminationsniveau ist in Abbildung 5.9 dargestellt. Auch wenn diese Versuche einer starken statistischen Streuung unterliegen können ist auffällig, dass die Kontamination hier gegenüber der DYSCUS, vgl. Abbildung 4.8, deutlich geringer ausfällt. Der Versuch Nummer 1 wurde direkt nach der Reinigung der Beschichtungsanlage durchgeführt. Versuch Nummer 2 wurde nach weit mehr als 100 Stunden Beschichtungszeit durchgeführt. Offenbar führt die nach unten gerichtete Oberfläche

der Substrate zu einer optimalen Performance, was die Reinheit des reinen Handlingprozesses angeht. Auch das Abplatzen von Schichtmaterial von den Wänden scheint hier kein Problem darzustellen, da es sich nach unten und somit von den Substraten weg bewegt. Während große Partikel hier im Wesentlichen durch Gravitationskräfte nach unten gezogen werden, so werden Nanopartikel vermutlich durch Stöße mit dem Sputtergas, welches eine mittlere Geschwindigkeit in Richtung Turbomolekularpumpe auf dem Boden besitzt (vgl. Abbildung 5.7), vom Substrat weg bewegt.

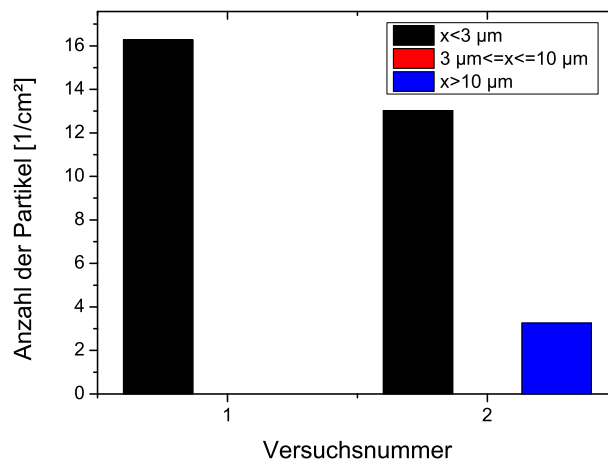
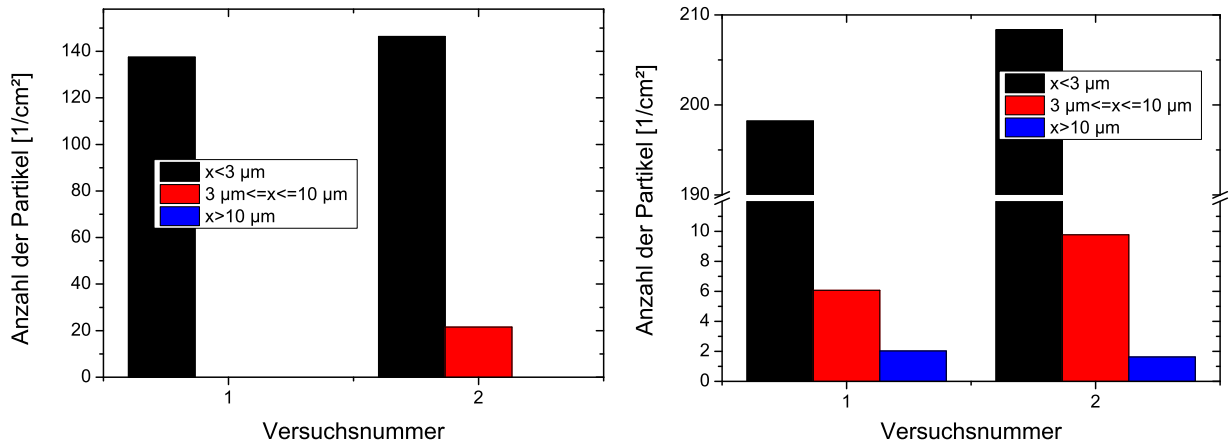


Abbildung 5.9: Zwei Handlingversuche zur Feststellung der Grundkontamination durch die Handlingprozeduren an dieser Anlage.

Im Anschluss an diese Versuche wurden zwei Proben mit einer  $5 \mu\text{m}$  dicken Einzelschicht hergestellt. Die Proben wurden im metallischen Sputtermodus unter der Nutzung der Nachoxidation an der Plasmaquelle präpariert. Die Abscheiderate betrug in beiden Fällen circa  $3,5 \text{ nm/s}$ . Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.10 dargestellt. Die Partikelbelastung der am Siliziumtarget hergestellten Schichten fällt im direkten Vergleich mit der DYSCUS um annähernd eine Größenordnung kleiner aus. Durch das Sputtern im Metallischen sind bei diesem Prozess keine Arcs zu beobachten. Auch die gegenüber der DYSCUS deutlich empfindlichere Arcdetektion der Generatoren hat in beiden Fällen keinerlei Arcing detektieren können. Es ist jedoch ein Unterschied zwischen den beiden eingesetzten Targets zu erkennen. Das Tantaltarget liefert ein etwas erhöhtes Kontaminationsniveau. Insgesamt ist die Performance jedoch deutlich besser, als die an der DYSCUS mit metallischen oder polykristallinen Targets hergestellten Schichten.

Abschließend wurde die Kontamination eines Filters mit 80 Schichten gezeigt. Der Aufbau dieses Filters wird detailliert in Abschnitt 5.4 behandelt. Die Kontamination ist in Abbil-



(a) Zwei jeweils mit  $5 \mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  beschichtete Siliziumwafer.

(b) Zwei jeweils mit  $5 \mu\text{m}$   $\text{Ta}_2\text{O}_5$  beschichtete Siliziumwafer.

Abbildung 5.10: Partikelkontamination von 1"-Siliziumwafern bei der Herstellung von Einzelschichten verschiedener Materialien an der EOSS.

dung 5.11 dargestellt. Die sehr gute Performance der Beschichtungsanlage bezüglich der Kontamination mit Partikeln bei der Herstellung von Interferenzfiltern ist damit nachgewiesen.

### 5.3.3 Eigenschaften von Siliziumdioxid und Tantalpentoxid Einzelschichten

Alle in diesem Abschnitt diskutierten Schichten wurden mit eingeschalteter Hauptrotation bei 250 Umdrehungen pro Minute hergestellt. Im Falle des reaktiven Sputterns wurde die Stabilisierung des Prozesses über einen PID-Regler (Proportional-Integral-Differential-Regler) mit dem Sauerstoffpartialdruck als Mess- und der Generatorleistung als Stellgröße realisiert. Im Falle des metallischen Sputterns wurde die Oxidation der aufwachsenden Schichten von der Plasmaquelle übernommen. Die Grundlage für diesen Prozess bildet der in Abschnitt 2.1.4 diskutierte MetaMode<sup>TM</sup>-Prozess. Bei der EOSS kommen jedoch eine bessere Gasraumtrennung, eine RF-Plasmaquelle, zylindrische Targets und eine Anordnung der Komponenten in der Sputter-Up-Geometrie zum Einsatz. Die Schichten wurden bei konstanten Generatorleistungen und konstantem Argondruck am Target sowie konstantem Sauerstoffdruck an der Plasmaquelle hergestellt. Die zylindrischen Targets drehten sich

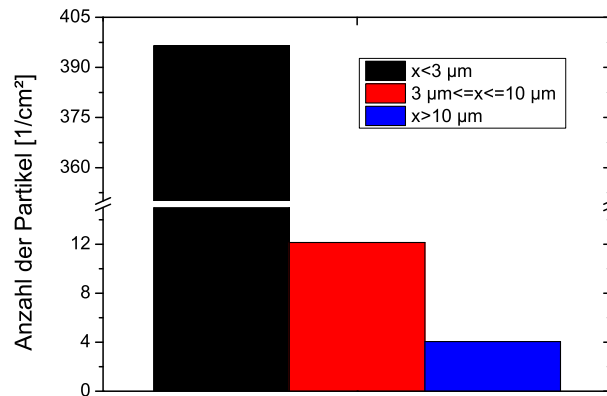


Abbildung 5.11: Partikelkontamination eines 1" Siliziumwafers bei der Herstellung eines Filtersystems mit 80 Schichten an der EOSS.

dabei mit fünf Umdrehungen pro Minute. Die Beschichtungen wurden durch Öffnen beziehungsweise Schließen der Shutter gestartet und beendet. Vor der Beschichtung wurden die Substrate auf 100 °C vorgeheizt, um einen signifikanten Temperaturgradienten beim Aufwachsen der ersten Schichten auf dem Substrat zu verhindern. Die in diesem Abschnitt präparierten Schichten wurden mittels optischen Monitorings und einer gesetzten Zielschichtdicke von 150 nm hergestellt. Im Falle von  $Ta_2O_5$  wurden die Schichtdicken direkt auf einem Schott B270 Superwhite Testglas monitoriert. Da die Dispersionen des B270 und der aufwachsenden  $SiO_2$ -Schicht sehr nahe beieinander liegen, wurde für das Monitoring ein mit 150 nm  $Ta_2O_5$  vorbeschichtetes Testglas verwendet, um einen entsprechenden Brechzahlkontrast für das optische Monitoring zu erzeugen. Dieses vorbeschichtete Substrat wurde für fünf aufeinander folgende Versuche eingesetzt. Für alle Versuche wurde eine für  $Ta_2O_5$  beziehungsweise  $SiO_2$  typische Dispersion angenommen. Bedingt durch die Variation der Prozessparameter kommt es zu einer (im Folgenden untersuchten) Variation der Dispersion, die sich bei der Herstellung wiederum in Form eines Fehlers im optischen Monitoring und somit der hergestellten Schichtdicke auswirkt. Die Abweichungen, die sich durch dieses Vorgehen ergeben haben, lagen im Falle der  $Ta_2O_5$ -Schichten bei weniger als 4 nm und bei den  $SiO_2$ -Schichten, insbesondere durch die Mehrfachnutzung der Testgläser, bei weniger als 7 nm Schichtdicke. Im Rahmen dieser Versuche sind diese Abweichungen gering genug, dass ein Effekt auf die untersuchten Schichteigenschaften, hervorgerufen durch die unterschiedlichen Schichtdicken, sehr unwahrscheinlich ist.

In der jeweils ersten Versuchsreihe wurde die Targetleistung variiert. In der zweiten Versuchsreihe wurde der Einfluss des Argonflusses am Sputtertarget (und damit der Einfluss

des Sputterdrucks) untersucht, während die Targetleistung auf einem konstanten Wert gehalten wurde. Darauffolgend wurde der Einfluss der Plasmaquelle auf die Schichteigenschaften untersucht. In der dritten Versuchsreihe wurde entsprechend die Leistung der Plasmaquelle und in einer vierten der Einfluss der Gesamtmenge an Sauerstofffluss (Druck), der an der Plasmaquelle eingelassen wurde, untersucht. Um die so erhaltenen Schichteigenschaften mit den Eigenschaften konventionell hergestellter Schichten zu vergleichen, wurden reaktiv gesputterte Schichten an unterschiedlichen Prozesspunkten hergestellt. Bei der reaktiven Prozessführung wurden zunächst die charakteristischen Hysteresekurven bei ausgewählten Beschichtungsparametern bestimmt. Anschließend wurden verschiedene Punkte auf der S-Kurve zwischen oxidischem und reaktivem Modus ausgewählt und Schichten an diesen Prozesspunkten präpariert.

### **Metallisches Sputtern vom Siliziumtarget und Plasma-Nachoxidation**

Zu Beginn wurde der Einfluss der Generatorleistung am Sputtertarget auf die Schichteigenschaften untersucht. In diesen Experimenten wurde der Argonfluss auf konstant 200 sccm gehalten (entspricht circa  $6,2 \cdot 10^{-3}$  mbar). Die Plasmaquelle wurde mit 3 kW und einem Fluss von 100 sccm betrieben (entspricht circa  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar). Die in Abbildung 5.12 (a) dargestellten Ergebnisse zeigen, dass der Brechungsindex minimal mit der Targetleistung steigt und gegen einen Wert konvergiert. Für diese Proben konnte im Rahmen des Auflösungsvermögens der genutzten ellipsometrischen Messungen keine Absorption gemessen werden. Mit dem Anstieg des Brechungsindex ist auch ein Anstieg der Schichtspannung von  $-250$  Pa zu  $-400$  Pa zu beobachten. Die hier ermittelten Ergebnisse stehen in sehr guter Übereinstimmung zu denen von Sesser et al. [37] für den MetaMode<sup>TM</sup> ermittelten Schichteigenschaften. Sesser et al. fanden eine Schichtspannung von  $-250$  Pa und Brechzahlen, die mit den hier gezeigten Ergebnissen übereinstimmen.

Da es sich hier, wie bei der DYSCUS, ebenfalls um einen MF-Sputterprozess handelt, bei dem nach Abschnitt 2.1.2 ein deutlicher Eintrag kinetischer Energie durch  $Ar^+$ -Ionen unterschiedlicher Energien zu erwarten ist, ist hier mit dem Vorliegen einer Druckspannung zu rechnen. Eine thermische Verspannung der Schichten ist in diesem Fall sehr unwahrscheinlich, da im Grunde  $SiO_2$  auf nahe der Prozesstemperatur vorgeheizte  $SiO_2$ -Substrate aufgebracht wird. Es ist davon auszugehen, dass die Druckspannung auf den Atomic Peening Mechanismus zurückzuführen ist. Diese Annahme wird durch die hohen Brechzahlen bei

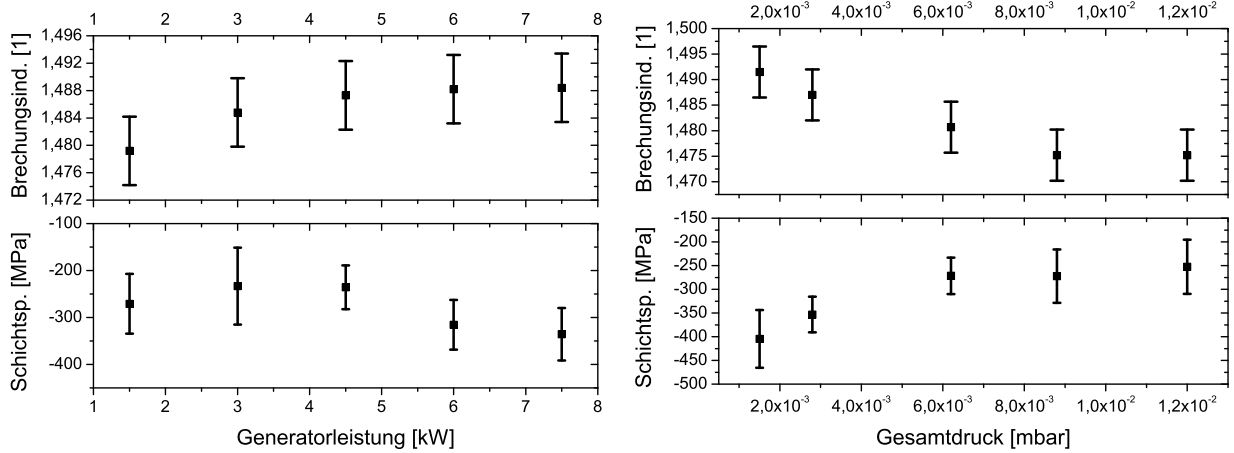
den höchsten Schichtspannungen gestützt. Aufgrund der hohen Brechzahlen kann davon ausgegangen werden, dass die Schichten frei von Luftkavitäten oder kolumnaren Strukturen sind. Da  $SiO_2$  in der Praxis keine Tendenz zur Kristallisation zeigt, ist ferner davon auszugehen, dass die Schichten amorph aufgewachsen sind.

Die Variation des Sputterdrucks ist in Abbildung 5.12 (b) gezeigt. Hier wurde die Generatorleistung auf einen konstanten Wert von 6 kW eingestellt. Die Variation des Drucks stellt eine unmittelbare Veränderung der mittleren freien Weglänge ( $l \propto p^{-1}$ ) dar. Mit steigendem Druck sinkt die mittlere freie Weglänge, womit sich auch der Energieeintrag auf die Schicht reduziert. Nach Davis [67] führt der verminderte energetische Fluss  $j$  unter nahezu gleichbleibender Beschichtungsrate  $R$  zu einer geringeren Schichtspannung und poröseren Schichten. Im Falle dieser Versuchsreihe variierten die Beschichtungsraten zwischen 0,316 und 0,322 nm · s<sup>-1</sup> und sind als annähernd konstant zu betrachten. Die mittlere freie Weglänge hingegen variiert um fast eine Größenordnung.

Die Analyse der Prozessparameter der Plasmaquelle zeigt keinen signifikanten Einfluss auf die Schichteigenschaften in Abbildung 5.12 (c) und (d). Allerdings deutet sich eine systematische Korrelation zwischen der Schichtspannung und dem Brechungsindex an. Steigt der Brechungsindex minimal an, so gibt es eine Erhöhung der Schichtspannung. Da die Plasmaquelle bei den genutzten Drücken eine relativ große Ionenstromdichte, die Sauerstoffionen selbst jedoch nur eine geringe Energie besitzen, ist davon auszugehen, dass dieser Energieeintrag im Verhältnis zum Teilchenbeschuss am Sputtertarget nur eine untergeordnete Rolle spielt. Die Schichtspannung ist in diesem Fall nicht durch den Energieeintrag negativer Sauerstoffionen hervorgerufen worden. Der Energieeintrag durch negativ geladene Sauerstoffionen wird in der Literatur, insbesondere bei DC-Sputterprozessen, oft, wie beispielsweise in [136], als Ursache für die Verspannung der Schichten genannt. Aufgrund des Potentialverlaufs zwischen Target und Substrat, vgl. Abbildung 2.4, findet beim DC-Sputtern eine Beschleunigung der negativ geladenen Ionen auf die Substratoberfläche hin statt. Die Tatsache, dass die Schichtspannung im vorliegenden Fall im Wesentlichen durch den Sputterdruck und die Leistung des Targets beeinflusst wird, stützt die Annahme, dass der Großteil des Energieeintrags im Falle des MF-Sputterns von positiv geladenen Argonionen getragen wird.

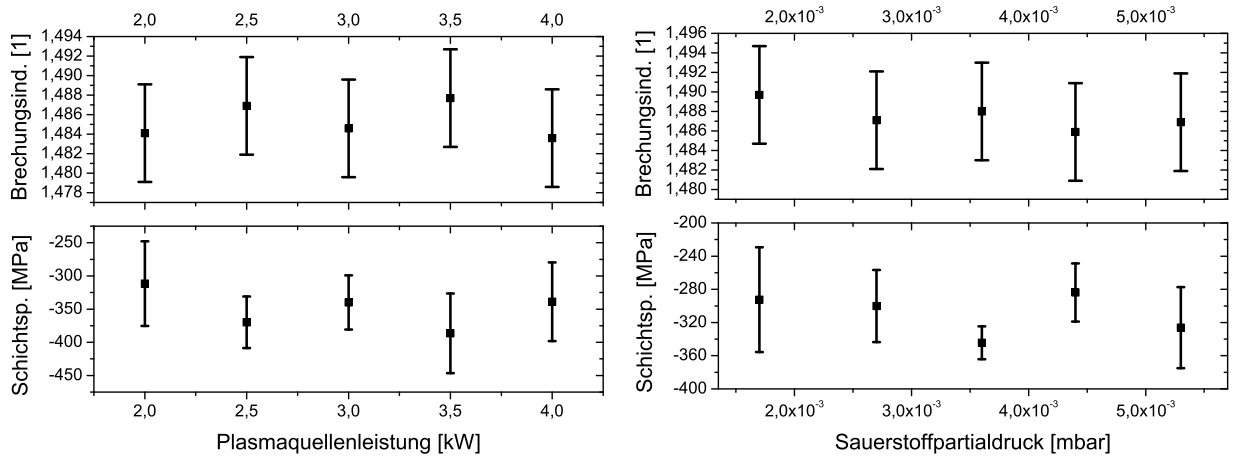
Besonders auffällig ist, dass für alle mit dieser Methode hergestellten  $SiO_2$ -Schichten die Dicke der gefitteten Interfaceschicht, vgl. Abschnitt 2.2.2, zwischen Schicht und Luft zu





(a) Abhängigkeit der Parameter von der Generatorleistung des Sputtertargets. Der Druck in der Sputterstation wurde auf  $6,2 \cdot 10^{-3}$  mbar eingestellt. Die Plasmaquelle wurde bei  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung vom 3 kW betrieben.

(b) Abhängigkeit der Parameter vom Argondruck an den Sputtertargets. Die Generatorleistung wurde auf 6 kW eingestellt. Die Plasmaquelle wurde bei  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung vom 3 kW betrieben.



(c) Abhängigkeit der Parameter von der Generatorleistung der Plasmaquelle. Der Druck an der Plasmaquelle wurde auf  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar eingestellt. Das Target wurde bei einem Druck von konstant  $6,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 6 kW betrieben.

(d) Abhängigkeit der Parameter vom Sauerstoffdruck an der Plasmaquelle. Die Plasmaquellenleistung wurde auf 3 kW eingestellt. Das Target wurde bei einem Druck von konstant  $6,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 6 kW betrieben.

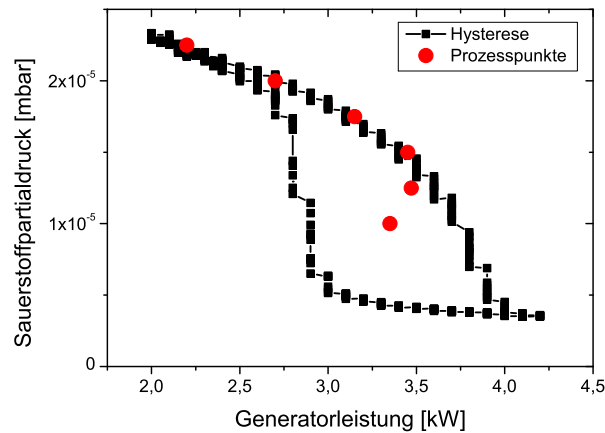
Abbildung 5.12: Brechungsindex bei 550 nm und Schichtspannung von  $SiO_2$  in Abhängigkeit verschiedener Parameter beim metallischen Sputtern mit Plasma-Nachoxidation.

weniger als 1 nm bestimmt wurde. Damit ist davon auszugehen, dass dieser Prozess sehr glatte Schichten erzeugt. Anhand der hier vorgestellten Prozessparametervariation kann der Prozess bei einem Druck von  $6,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 6 kW an der Sputterstation sowie einem Druck von  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 3 kW an der Plasmaquelle als optimal identifiziert werden. Hier liegen sehr hohe Brechzahlen vor und die Schichtspannung ist für das Material  $SiO_2$  in einem guten Bereich angesiedelt.

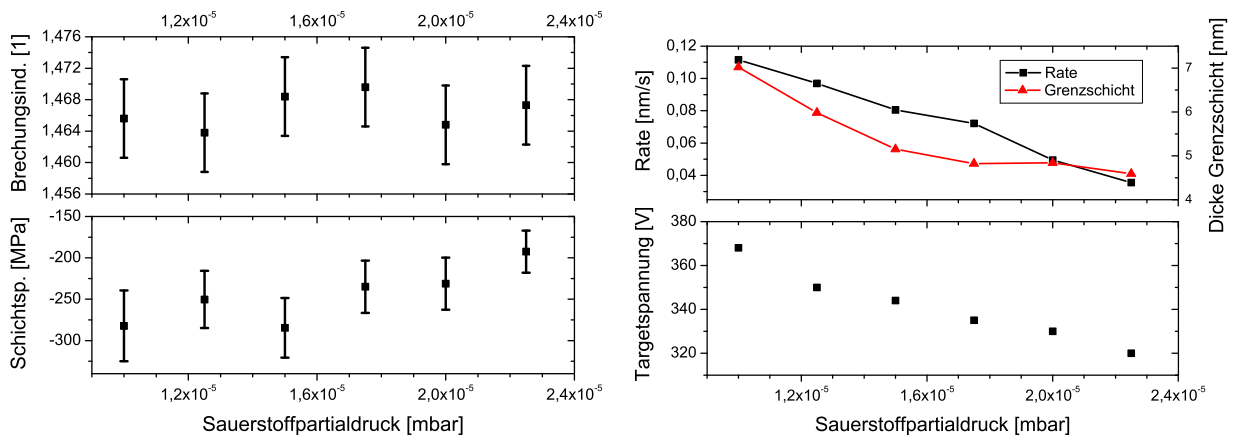
### Reaktives Sputtern vom Siliziumtarget

Um  $SiO_2$ -Schichten bei unterschiedlichen Prozesspunkten im reaktiven Sputtermodus zu präparieren, wurde eine für den Prozess charakteristische Hysteresekurve aufgenommen. Das Target wurde dabei in einer sauerstoffangereicherten Argonatmosphäre betrieben. Die Plasmaquelle wurde bei diesen Versuchen nicht genutzt. Ausgehend vom oxidischen Modus wurde die Targetleistung in 0,1-kW-Schritten kontinuierlich erhöht. Um den zylindrischen Quellen genügend Zeit zu geben, die Targetoberfläche auf die geänderten Prozesseigenschaften zu stabilisieren, wurde nach jeder Erhöhung der Leistung drei Targetumdrehungen gewartet, bevor die nächste Leistungsänderung vorgenommen wurde. Aus dem metallischen Modus wurde die Leistung wiederum in 0,1-kW-Schritten verringert. Abbildung 5.13 (a) zeigt die gemessene Hysteresekurve sowie die gewählten Prozesspunkte. Ellipsometrische Messungen zeigten keine messbare Absorption für alle Schichten, die in diesem Abschnitt untersucht wurden.

Die an diesen Punkten ermittelten Brechungsindizes und Schichtspannungen sind in Abbildung 5.13 (b), die ermittelten Raten, Grenzschichtdicken und die dazugehörige Targetspannung in Abbildung 5.13 (c), gezeigt. Obwohl innerhalb der Messgenauigkeit kein bestimmbarer Einfluss auf den Brechungsindex beobachtet werden kann, so reduziert sich die Schichtspannung im oxidischen Modus und den damit einhergehenden sehr geringen Beschichtungsraten deutlich. Mit zunehmender Oxidation der Targetoberfläche sinkt am Silizium die Targetspannung. Durch die verminderte Beschichtungsrate und den verminderten Energieeintrag wachsen die Schichten zunehmend porös auf, was sich in der kleiner werdenden Schichtspannung und der größer werdenden Grenzschicht zwischen Luft und Schicht bemerkbar macht. Theoretisch ist ein Anstieg des Brechungsindex in Richtung des Übergangsmodus zu erwarten. Der lineare Verlauf der Targetspannung in Abbildung 5.13 (c) deutet jedoch darauf hin, dass die Hysteresese bei dem vorgegebenen Sauerstoffge-



(a) Charakteristische Hysteresekurve, die sich für die gewählten Prozessparameter ergibt. Dazu eingezeichnet sind die Punkte, an denen Schichten präpariert wurden.



(b) Brechungsindex und Schichtspannung in Abhängigkeit des gewählten Prozesspunktes.

(c) Beschichtungsrate, Dicke der Grenzschicht zwischen Schicht und Luft sowie die Targetspannung in Abhängigkeit des gewählten Prozesspunktes.

Abbildung 5.13: Hysteresekurve und Prozesseigenschaften reaktiv gesputterter  $\text{SiO}_2$ -Schichten. Der Gesamtdruck am Sputtertarget betrug  $7,0 \cdot 10^{-3}$  mbar. Es wurden 200 sccm Argonfluss und 30 sccm Sauerstofffluss eingestellt. Der Brechungsindex ist bei 550 nm angeben.

samtfluss nur sehr gering ausgebildet war. Bei der Erhöhung des Sauerstoffgesamtflusses würde auch die Hysterese deutlicher ausgebildet und somit eine Lokalisierung des Prozesspunktes einfacher. Jedoch konnten die eingesetzten Targets in Kombination mit den Generatoren nicht stabil bei größeren Sauerstoffflüssen betrieben werden. Die Aufenthaltsdauer der Targets an der Sauerstoffatmosphäre zwischen den wiederholten Durchläufen der Racetracks führte zur Bildung einer relativ dicken isolierten Schicht auf der Oberfläche des Zylinders und dadurch zu massivem Arcing. Die Generatoren schalten bei einer gewissen Anzahl von Entladungen pro Zeiteinheit aus Sicherheitsgründen ab. Die Targets zeigten in diesem Fall bei größeren Sauerstoffgesamtflüssen eher das Verhalten keramischer  $SiO_x$ -Targets, welche mit dem MF-Sputterverfahren aufgrund der zu geringen Restleitfähigkeit nicht mehr zu sputtern sind. Vermutlich gleichen daher die untersuchten Prozesspunkte im Zentrum der Hysteresekurve annähernd denen im oxidischen Modus. Es ist möglich, dass aufgrund der vorhandenen Position des Racetracks zunächst ein Teil der sich an der Oberfläche gebildeten keramischen Schicht in Drehrichtung im Bereich des ersten Plasmastreifens (Position des ersten Erosionsmaximums) abgetragen wird und dann beim Durchlaufen des zweiten Racetracks erstmalig eine metallische Oberfläche erzeugt wird. Dieser Vorgang ist in Abbildung 5.14 skizziert. Das Hystereseverhalten würde in diesem Fall ausschließlich von nur einem der zwei Racetracks auf der Oberfläche eines jeden Targets getragen werden und wäre, wie auch im hier vorliegenden Fall, nur sehr gering ausgeprägt.

Da der Unterschied im Brechungsindex zwischen Luft ( $n = 1$ ) und den hier vorliegenden  $SiO_2$ -Schichten  $n = 1,4 \dots 1,5$  relativ klein ist, stellen die Fits der Grenzschicht zwischen Schicht und Luft hier nur eine Tendenz dar. Allerdings scheinen diese Schichten in Richtung des Übergangsmodus (größere Beschichtungsrate) zunehmend verspannt und rau zu werden. Nach den bereits diskutierten Wachstumsmodellen von Movchan und Demchishin [56] und deren Erweiterung von Thornton [54, 57] und Messier [55] sollten die hier untersuchten Schichten noch in der Zone 1 aufgewachsen sein. Der Energieeintrag durch Ionen und Neutralteilchen scheint groß genug, um über den Atomic Peening Effekt zu einer Erhöhung der Schichtspannung zu sorgen. Die adsorbierten Atome haben jedoch keine ausreichende Mobilität, um in die mit Luft gefüllten Kavitäten zu diffundieren, wie es beispielsweise in Seeser et al. [37] beschrieben wird.

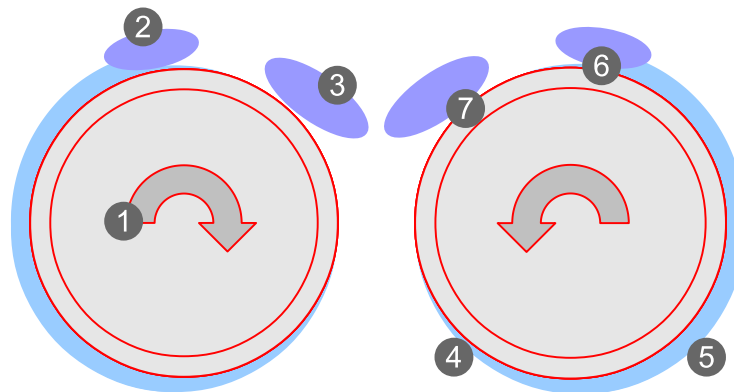


Abbildung 5.14: Skizze des möglichen reaktiven Sputterprozesses an der EOSS Beschichtungsanlage. Abgebildet sind zwei zylindrische Rohre, die in ihrer jeweiligen Rotationsrichtung (1) drehen. (2) und (3) stellen die Plasmaverdichtungen auf den Oberflächen dar, wobei (3) aufgrund der Nähe zur Plasmaverdichtung des zweiten Targets etwas größer ausfällt, da zu Beginn der Entladung lokal mehr Ladungsträger zur Verfügung stehen (Kopplungseffekt zwischen den Targets führt zu einer erhöhten lokalen Ladungsträgerdichte). Bei der Rotation beginnt die Oberfläche mit dem in der Sputteratmosphäre enthaltenen Sauerstoff zu reagieren (4), bis die Oberfläche gesättigt ist (5). Beim Durchlaufen des ersten Racetracks (6) wird die Oxidschicht abgebaut. Beim Durchlauf durch den zweiten Racetrack (7) wird von einer annähernd oxidfreien Targetoberfläche gesputtert.

### Vergleich der beiden Prozesse zur Herstellung von Siliziumdioxid

Ein Vergleich zwischen den metallisch gesputterten und nachoxidierten  $SiO_2$ -Schichten und den reaktiv hergestellten Schichten ist in Abbildung 5.15 dargestellt. Dabei sind signifikante Unterschiede zwischen beiden Prozessen zu erkennen. Zunächst ist der Brechungsindex der im metallischen Modus hergestellten Schichten um circa 0,02 größer als bei den im reaktiven Modus hergestellten Schichten. Darüber hinaus zeigen die im metallischen Modus hergestellten Schichten vernachlässigbare Grenzschichten, was darauf hindeutet, dass die Schichten besonders glatt und homogen aufwachsen. Auch die erreichte Abscheiderate spannt, im Falle des metallischen Sputterns mit Nachoxidation, im Gegensatz zum reaktiven Sputtern, ein deutlich größeres und für die Produktion praktischeres Intervall auf. Die reaktiv gesputterten Schichten weisen hingegen teilweise geringere Schichtspannungen auf. Die Schichtspannungen beider Prozesse liegen jedoch im typischen Bereich für  $SiO_2$ -Schichten.

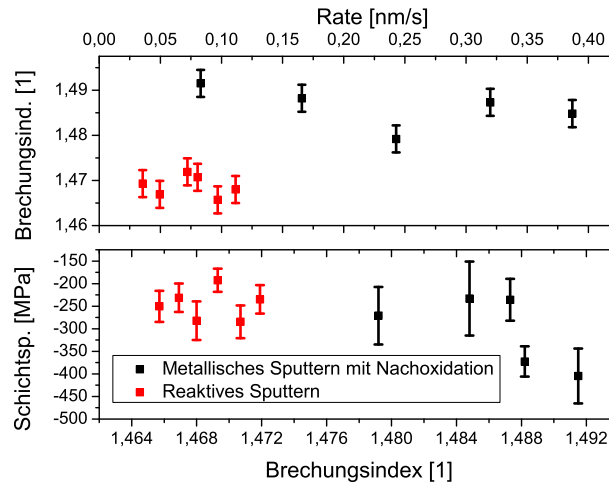


Abbildung 5.15: Eigenschaften von  $SiO_2$ -Schichten in Abhängigkeit der Beschichtungsrate und des Brechungsindex bei 550 nm mit den verschiedenen Herstellungsverfahren.

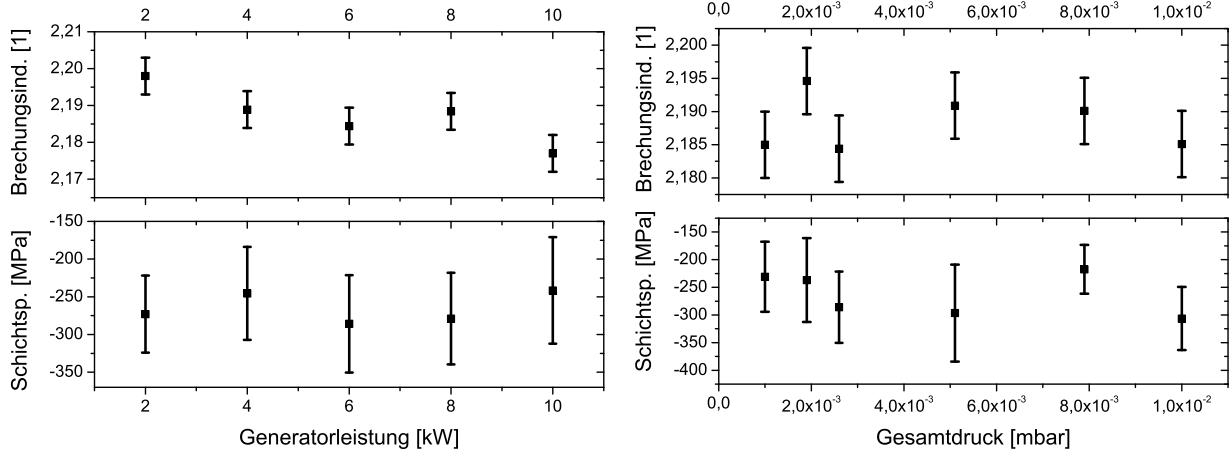
Um die Ergebnisse besser einordnen zu können, werden die Schichteigenschaften mit denen verglichen, die an der HELIOS Beschichtungsanlage von Leybold Optics hergestellt wurden. An der HELIOS hergestellte Schichten erreichen für  $SiO_2$  typischerweise einen Brechungsindex von  $n(550 \text{ nm}) = 1,485$  [123]. Dieser Brechungsindex wird an der EOSS im metallischen Modus problemlos erreicht. Die geringen erreichten Brechungsindizes der reaktiv gesputterten Schichten weisen auf poröse Schichten hin, wie sie auch in Abschnitt 4.2.3 für  $SiO_2$ -Schichten zu finden waren, die sehr ähnliche Brechungsindizes aufwiesen. Die von Scherer et al. gefundene Rauheit von 0,36 nm RMS-Rauheit [123] kann ebenfalls für alle metallisch hergestellten Schichten mittels Nachoxidation realisiert werden. Für eine Anwendung scheinen die metallisch gesputterten Schichten deutliche Vorteile hinsichtlich ihrer Morphologie zu versprechen. Derart dichte Schichten sollten kompakt und amorph sowie frei von optischem Shift sein.

### Metallisches Sputtern vom Tantaltarget und Plasma-Nachoxidation

Wie bereits beim Sputtern vom Siliziumtarget wurden auch hier die Parameter Generatorleistung am Target und an der Plasmaquelle sowie die Auswirkung der jeweiligen Prozessdrücke untersucht. In der ersten Versuchsreihe wurde der Argonfluss konstant auf 100 sccm gehalten (entspricht circa  $2,6 \cdot 10^{-3}$  mbar). Die Plasmaquelle wurde mit 3 kW

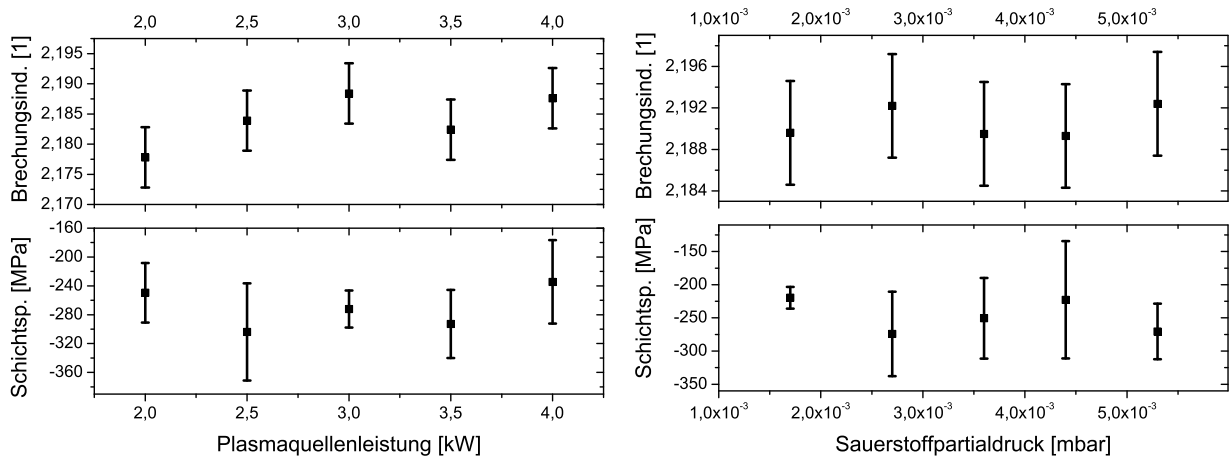
und einem Fluss von 100 sccm betrieben (entspricht circa  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar). Die in Abbildung 5.16 (a) dargestellten Ergebnisse zeigen, dass der Brechungsindex im Gegensatz zu den Versuchen am Silizium mit zunehmender Targetleistung leicht sinkt. Ferner kann im Rahmen der Messgenauigkeit kein Einfluss der Prozessparameter auf die Schichtspannung aufgelöst werden. Der Abbildung 5.16 (b) ist zu entnehmen, dass es ebenfalls keinen messbaren Einfluss des Gesamtdrucks auf die Dichte der Schicht gibt. Über einen breiten Bereich des Drucks im Prozessraum ( $1 \cdot 10^{-3} \dots 1 \cdot 10^{-2}$ ) ändert sich im Rahmen der Messgenauigkeit weder der Brechungsindex noch die Schichtspannung. Die Ursache könnte in den Masseverhältnissen der Teilchen liegen. Argon besitzt eine Atommasse (bezogen auf  $^{12}\text{C}$ ) von circa 40, Tantal hingegen besitzt eine Atommasse von 180. Im Falle des zuvor diskutierten Siliziums beträgt die Atommasse circa 28. Das Massenverhältnis ( $Si$  zu  $Ar$ ) liegt beim Sputtern von  $Si$  also bei 0,7. Im Falle des Tantals hingegen beträgt das Verhältnis 4,5. Auf dieser Basis fällt der Effekt des Atomic Peenings vermutlich grundsätzlich anders aus. Die auf die Tantalatome auftreffenden Ionen können zwar beim elastischen Stoß einen Teil ihrer Energie an die Tantalatome übertragen, diese Energie reicht jedoch nicht für eine Bewegung des Tantals in eine energetisch ungünstigere Position aus. Vermutlich sinkt daher der Brechungsindex infolge kleinerer Zeitkonstanten für die Oberflächendiffusion bei höheren Beschichtungsraten ab. Die Grundverspannung der Schichten wird dabei möglicherweise wesentlich durch die Eigenenergie der auf die wachsende Schicht auftreffenden Tantalatome bestimmt.

Auch bezüglich der Plasmaquelle verhält sich das  $Ta_2O_5$  anders als das  $SiO_2$ . Abbildung 5.16 (c) zeigt einen Einfluss der Plasmaquellenleistung auf den Brechungsindex des Materials. Mit steigender Leistung steigt auch der Brechungsindex an. Da mit steigender Leistung an der Plasmaquelle auch die Energie der Ionen sowie deren Stromdichte ansteigt, kommt es zu einem erhöhten Energieeintrag auf die wachsende Schicht und somit zu einer erhöhten Oberflächenmobilität. Nach Thornton et al. [54, 57] und Seeser et al. [37] und unter Berücksichtigung des ohnehin sehr hohen Brechungsindex könnte dieser Effekt den direkten Übergang zwischen Zone 1 in die Zone T im Phasendiagramm, vgl. Abbildung 2.10, darstellen. Bei dem untersuchten Beschichtungsprozess bei 6 kW Targetleistung liegt die Beschichtungsrate bei 0,44 nm/s, was in etwa einem Ångström pro Rotation entspricht. Daher wird jedes einzelne Tantalatom oder, nach der Oxidation, jedes  $Ta_2O_5$ -Molekül mehrfach von der Plasmaquelle „mit Energie versorgt“. In Abbildung 5.16 (d) ist zu erkennen, dass der Gesamtdruck keine wesentliche Auswirkung auf den Brechungsindex und auf die Schichtspannung hat, was dafür spricht, dass das Aufwuchsverhalten eher am thermo-



(a) Abhängigkeit der Parameter von der Generatorleistung des Sputtertargets. Der Druck in der Sputterstation wurde auf  $2,6 \cdot 10^{-3}$  mbar eingestellt. Die Plasmaquelle wurde bei  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung vom 3 kW betrieben.

(b) Abhängigkeit der Parameter vom Argondruck an den Sputtertargets. Die Generatorleistung wurde auf 6 kW eingestellt. Die Plasmaquelle wurde bei  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung vom 3 kW betrieben.



(c) Abhängigkeit der Parameter von der Generatorleistung der Plasmaquelle. Der Druck an der Plasmaquelle wurde auf  $3,3 \cdot 10^{-3}$  mbar eingestellt. Das Target wurde bei einem Druck von konstant  $5,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 6 kW betrieben.

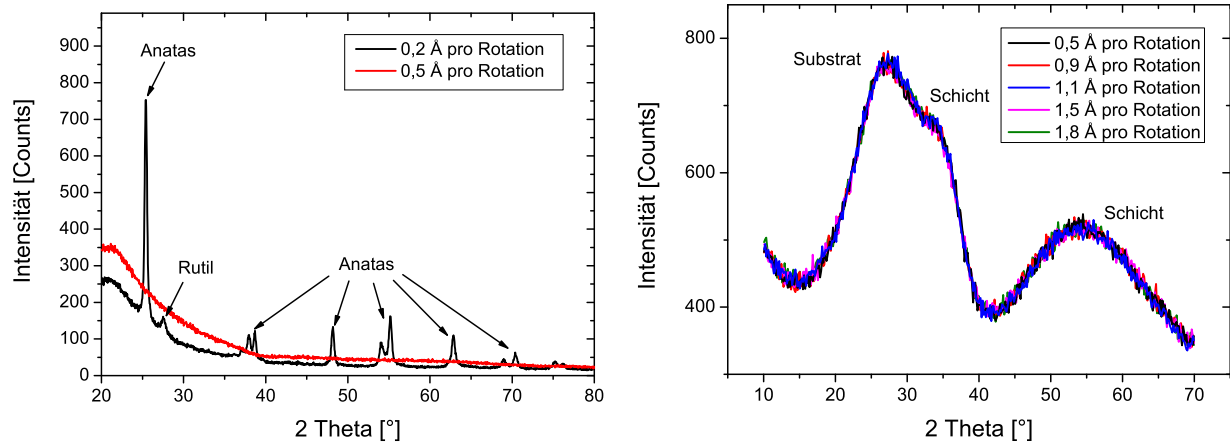
(d) Abhängigkeit der Parameter vom Sauerstoffdruck an der Plasmaquelle. Die Plasmaquellenleistung wurde auf 3 kW eingestellt. Das Target wurde bei einem Druck von konstant  $5,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 6 kW betrieben.

Abbildung 5.16: Brechungsindex bei 550 nm und Schichtspannung von  $Ta_2O_5$  in Abhängigkeit verschiedener Parameter beim metallischen Sputtern mit Plasma-Nachoxidation.



dynamischen Gleichgewicht stattfindet und daher eine gewisse Zeit für Diffusionsprozesse benötigt.

Eine weitere mögliche Erklärung dieses Verhaltens wäre das Einsetzen von Kristallisation. Ohsaki et al. haben in [137] gezeigt, dass eine RF-Plasmabehandlung bereits bei Raumtemperatur zu Kristallisation von  $TiO_2$ - und  $ITO$ -Schichten führen kann. Für  $TiO_2$  konnte dieser Effekt bereits an der EOSS beobachtet werden [138] und ist in Abbildung 5.17 (a) dargestellt. Eine Analyse mittels Röntgendiffraktometrie (XRD), dargestellt in Abbildung 5.17 (b), ergab, dass die vorliegenden Schichten röntgenamorph sind.



(a) Charakterisierung von  $TiO_2$ -Schichten, die an der EOSS bei unterschiedlichen Beschichtungsraten und gleichen Plasmaquellenparametern präpariert wurden, wie die in diesem Abschnitt diskutierten. Bei ausreichend geringer Beschichtungsrate setzt eine Kristallisation der Schichten ein.

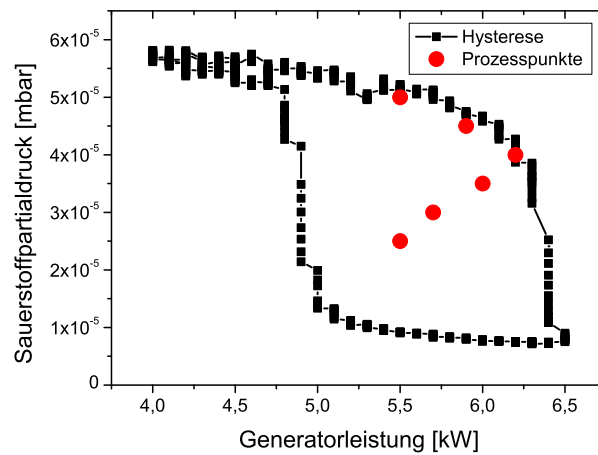
(b) Charakterisierung der Schichten aus Abbildung 5.16 (a). Es handelt sich hier um röntgenamorphe Proben. Nur die zu erwartenden Features sind zu erkennen und können dem Substrat und der Schicht zugeordnet werden.

Abbildung 5.17: Schichtanalyse mittels Röntgendiffraktometrie.

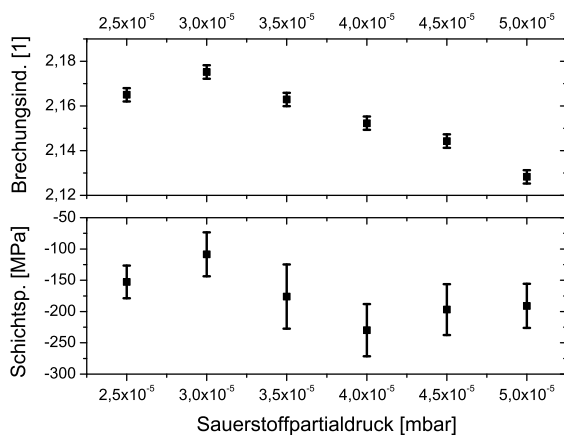
Zusammenfassend scheint das  $Ta_2O_5$  bei dem vorliegenden Beschichtungsprozess offenbar auf Zeit und Energie für die nötige Oberflächendiffusion zur Bildung kompakter amorpher Schichten angewiesen zu sein. Die gemessene Schichtspannung liegt für alle Versuche im Bereich zwischen  $-200 \dots -300$  MPa, ohne dass einer der untersuchten Prozessparameter einen signifikanten Einfluss zeigt. Insgesamt liefert der metallische Sputtermodus mit Nachoxidation gute und stabile Ergebnisse. In allen Fällen wurde das Interface zwischen Substrat und Luft mit einer Dicke von  $1,0 \pm 0,6$  nm angefüttet. Es ist daher davon auszugehen, dass die realen Rauheiten kleiner als 1 nm sind (vgl. Abschnitt 3.1.2).

## Reaktives Sputtern vom Tantaltarget

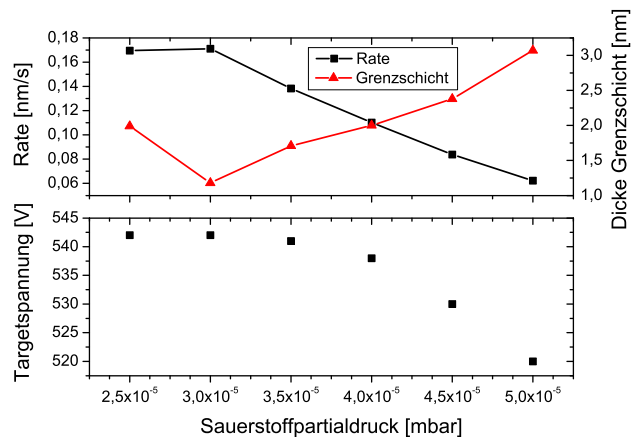
Um reaktiv gesputterte  $Ta_2O_5$ -Schichten herzustellen, wurde zunächst erneut eine charakteristische Hysteresekurve aufgenommen und verschiedene Prozesspunkte auf dieser Kurve festgelegt, vgl. Abbildung 5.18 (a). Die Hysteresekurve wurde mit den gleichen Schrittweiten aufgenommen, die bereits für das Siliziumtarget genutzt wurden. Der in Abbildung 5.18 (b) dargestellte Verlauf des Brechungsindex sowie der Schichtspannung zeigen eine deutliche Abhängigkeit vom Prozessmodus. Absorptionsmessungen zeigten keine mittels Ellipsometrie messbare Absorption.



(a) Charakteristische Hysteresekurve für die gewählten Prozessparameter.



(b) Brechungsindex bei 550 nm und Schichtspannung in Abhängigkeit des gewählten Prozesspunktes.



(c) Beschichtungsrate, Dicke der Grenzschicht zwischen Schicht und Luft sowie die Targetspannung.

Abbildung 5.18: Prozesseigenschaften reaktiv gesputterter  $Ta_2O_5$ -Schichten.

Dieser Zusammenhang könnte folgendermaßen erklärt werden: Durch den Anstieg der Mobilität der Teilchen an der Oberfläche steigt auch der Brechungsindex. Der erhöhte Energieeintrag, der sich aus Ionen, einfallendem Schichtmaterial (Beschichtungsrate) und reflektierten Neutralteilchen zusammensetzt, steigt in Richtung des Übergangsmodus. Die beim höchsten gemessenen Brechungsindex geringste Schichtspannung deutet ebenfalls darauf hin, dass die Schichten beim Aufwachsen nicht primär durch den Atomic Peening Mechanismus verspannt werden, sondern im Wesentlichen durch Wachstum am thermodynamischen Gleichgewicht entstehen und sich durch Volumendiffusion entspannen können. Gegebenenfalls passen die Energien einfallender Teilchen im Übergangsmodus genau, um „thermal spikes“ zu erzeugen, die zur Volumendiffusion und somit zur Verringerung der Schichtspannung beitragen. Luftkavitäten werden hier durch Oberflächendiffusion gefüllt und es kommt zunehmend zur Ausbildung von dichten und amorphen Schichten. Diese Theorie steht in gutem Einklang mit den gefundenen Eigenschaften metallisch gesputterter und nachoxidierter  $Ta_2O_5$ -Schichten. Die Dicke des Interfaces an der Oberfläche der Schicht, vgl. Abbildung 5.18 (c), ist im Rahmen dieser Theorie ebenfalls darauf zurückzuführen, dass eine erhöhte Oberflächendiffusion im Übergangsmodus zu weniger Abschattungseffekten führt und somit glattere Schichten erzeugt. Basierend auf den Ergebnissen des letzten Abschnitts könnte eine zusätzliche Plasmabehandlung an der Plasmaquelle zu einer Erhöhung der Mobilität der Adatome und somit zur Bildung von noch dichteren Strukturen führen. Diese Behandlung könnte beispielsweise auch in Argonatmosphäre stattfinden.

### **Vergleich der beiden Prozesse zur Herstellung von Tantalpentoxid**

Wie bereits im Abschnitt 5.3.3 zur Herstellung des  $SiO_2$  ist auch hier zu beobachten, dass die reaktiv hergestellten Schichten einen um mindestens 0,01 bis 0,02 geringeren Brechungsindex aufweisen. Allerdings ist der Effekt der Erhöhung des Brechungsindex in Richtung des Übergangsmodus deutlich zu erkennen, vgl. Abbildung 5.19. Wieder wurden im Falle des metallischen Sputterns mit Nachoxidation keine signifikanten Rauheiten im Vergleich zu den reaktiv hergestellten Schichten ermittelt. Die Beschichtungsraten sind im Falle des metallischen Sputterns deutlich höher als die beim reaktiven Sputtern. Auffällig ist der Unterschied in der Schichtspannung. Über alle Versuche weisen die reaktiv gesputterten Schichten geringere Schichtspannungen auf. Insbesondere im Übergangsmodus liegen die vergleichsweise spannungsärmsten Schichten vor.

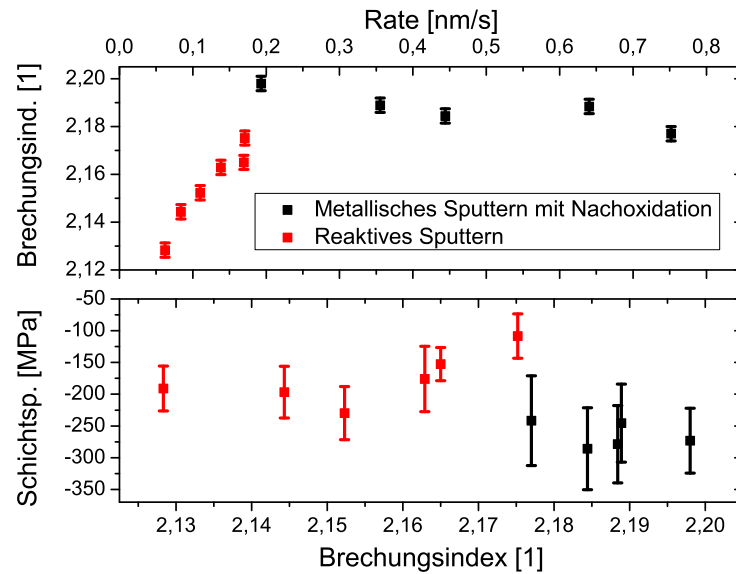


Abbildung 5.19: Eigenschaften von  $Ta_2O_5$ -Schichten in Abhängigkeit der Beschichtungsrate und des Brechungsindex bei 550 nm mit den verschiedenen Herstellungsverfahren.

Im Vergleich mit der HELIOS Beschichtungsanlage von Leybold Optics kann die für dieses Material typischerweise gefundene Brechzahl von  $n(550 \text{ nm}) = 2,17$  [123] mit beiden hier untersuchten Prozessen erreicht werden. Scherer fand eine Druckspannung von 90 MPa [128]. Die niedrigste in der vorliegenden Versuchsreihe gefundene Druckspannung betrug 109 MPa im reaktiven Modus und 209 MPa im metallischen Modus mit Nachoxidation. Dabei ist zu beachten, dass die hier untersuchte Schichtdicke von 150 nm deutlich dünner ist als die bei Scherer untersuchten 500 nm dicken Schichten. Typischerweise wird an dickeren Schichten eine geringere Schichtspannung gemessen, da sich die Schichtspannung aus einer Komponente an der Grenzschicht zwischen Substrat und aufwachsendem Material und einer Komponente aus dem Volumen zusammensetzt [139, 140]. Die Komponente der Grenzschicht fällt dabei in der Regel größer aus. Die Rauheit der untersuchten Schichten wurde mittels Ellipsometrie zu  $0,81 - 3,07 \text{ nm}$  bestimmt. Scherer hat mittels AFM eine Rauheit von  $0,21 \text{ nm}$  an den an der HELIOS hergestellten Schichten ermittelt [123]. Da die ellipsometrisch ermittelte Rauheit typischerweise einen Faktor zwei größere Werte als AFM liefert und unter dem Aspekt der unterschiedlichen Schichtdicken sind die metallisch hergestellten Schichten durchaus vergleichbar mit denen, die an der HELIOS von Leybold Optics hergestellt wurden.

### 5.3.4 Strukturelle und optische Eigenschaften von Interferenzfiltern

Um die ermittelten Ergebnisse auf Interferenzfilter anzuwenden und zunächst die Schichteigenschaften im Kontrast zu denen an dem Sputtersystem DYSCUS hergestellten Schichtsystemen darzustellen, wurde der in Abschnitt 4.2.4 untersuchte Filter mit 39 Schichten erneut am Beschichtungssystem EOSS produziert. Zum Einsatz kamen hier metallisch gesputterte und an der Plasmaquelle nachoxidierte Schichten. Das  $Ta_2O_5$  wurde dabei mit einer Generatorleistung von 4 kW und einem Prozessdruck von circa  $5,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und das  $SiO_2$  mit einer Generatorleistung von 6 kW, einem Prozessdruck von circa  $6,0 \cdot 10^{-3}$  mbar hergestellt. In beiden Fällen wurde die Plasmaquelle bei einem Druck von  $3,2 \cdot 10^{-3}$  mbar und einer Leistung von 3 kW betrieben. Es ergaben sich für beide Materialien Beschichtungsraten von circa 3,5 nm/s. Unter dem Rasterelektronenmikroskop wurde die Bruchkante eines mitbeschichteten Siliziumwaferbruchstücks in der Draufsicht untersucht. Das aufgenommene Bild am Rasterelektronenmikroskop in Abbildung 5.20 zeigt ein gleichmäßiges und homogenes Wachstum von röntgenamorphen Schichten. Kolumnares Wachstum oder andere Strukturen sind im Gegensatz zu den an der DYSCUS hergestellten Schichten, vgl. Abbildung 4.16, nicht zu erkennen.



Abbildung 5.20: REM-Aufnahme des Filters mit 39 Schichten, hergestellt an der EOSS-Beschichtungsanlage. Es sind keine Strukturen in den Schichten zu erkennen.

An dieser Probe wurden auch Versuche bezüglich des optischen Shifts vorgenommen. Dazu wurde sie vor dem ersten Ausschleusen in der Beschichtungskammer nach einem Tag und

nach einer Woche an Atmosphäre erneut in der Beschichtungsanlage vermessen. Im Rahmen der Messgenauigkeit (circa 0,5 nm bei einer Wellenlänge von circa 540 nm) konnte kein optischer Shift an diesen Proben festgestellt werden.

### 5.3.5 Bestimmung der Verluste ausgewählter Schichten

Da die bisherigen Untersuchungen mittels Ellipsometrie bei den verwendeten Schichtdicken keine genaue Bestimmung des Absorptionsindex zugelassen haben, sollen die Absorption und die Verluste in diesem Abschnitt näher diskutiert werden. Eine Möglichkeit der Absorptionsbestimmung liegt in der Messung der Transmission. Über das Lambert-Beersche Gesetz, vgl. Gleichung 2.44, lässt sich die Auswirkung der Absorption auf die Transmission einer Schicht ausrechnen. Das Auflösungsvermögen dieser Methode nimmt mit zunehmender Schichtdicke und der damit verbundenen verstärkten Abschwächung des eingestrahlten Lichts zu. Bei einer Schichtdicke von 3  $\mu\text{m}$ , einer Wellenlänge von 550 nm und einem theoretischen Absorptionskoeffizienten von  $k = 1 \cdot 10^{-4}$  ergibt sich eine Abschwächung des zu erwartenden Transmissionswertes um 0,68 %. Bei  $k = 6 \cdot 10^{-4}$  ergibt sich bereits eine Abschwächung um 4,03 %.

Unter diesen Voraussetzungen können für erste Absorptionsbestimmungen 3  $\mu\text{m}$  dicke Einzelschichten hergestellt und photometrisch vermessen werden. Durch einen spektralen Fit der Messdaten mit einem geeigneten Dispersionsmodell kann so die Absorption modelliert werden. Bei diesem Vorgehen ist zu berücksichtigen, dass die geringere vom Spektrometer detektierte Intensität nicht ausschließlich durch Absorption, sondern durch die Summe aller Verluste bestimmt wird. Wird der einfallende Strahl stark genug gestreut, so trifft das Streulicht nicht mehr auf den Detektor. Dies würde beim vorliegenden Verfahren als Absorption gewertet. Dieses Vorgehen stellt daher eine Abschätzung der Absorption nach oben dar. Alle im Folgenden diskutierten Ergebnisse wurden auf polierten, synthetischen Quarzglasproben ermittelt.

Die Absorptionen der im metallischen Modus hergestellten, nachoxidierten Proben sind in Abbildung 5.21 dargestellt. Aufgrund der relativ großen Bandlücke des  $\text{SiO}_2$ , wurde die Transmission der  $\text{SiO}_2$ -Schichten im Intervall von 250 nm bis 700 nm mithilfe eines Tauc-Lorentz Modells gefittet. Erst unterhalb von 370 nm kann, im Rahmen der Auflösung dieses Verfahrens, das Einsetzen von Absorption/Verlusten detektiert werden. Der

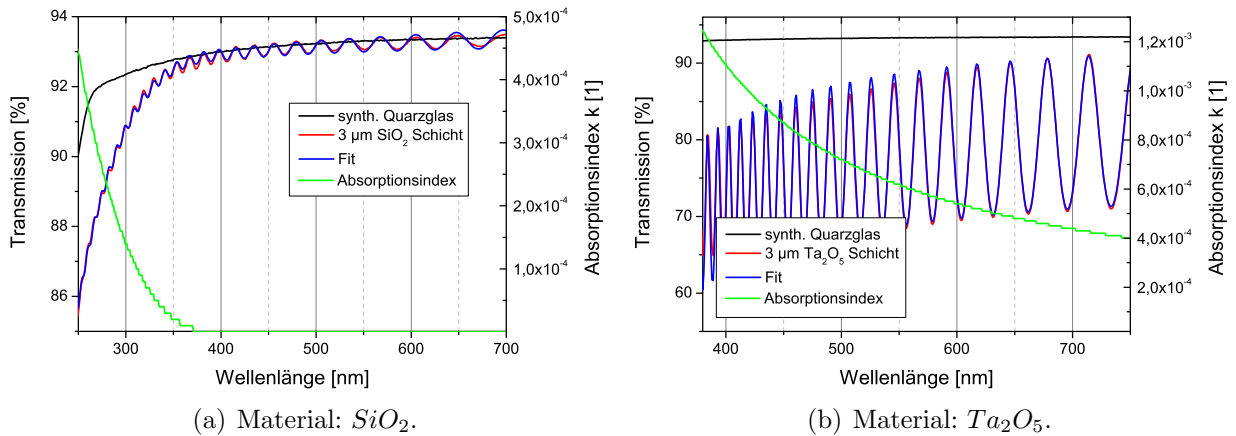


Abbildung 5.21: Transmissionsspektren, deren jeweilige Modellierung und die daraus ermittelte Absorption 3  $\mu\text{m}$  dicker Einzelschichten.

eingesetzte  $\text{SiO}_2$ -Prozess ist damit ein optimaler Prozess zur Herstellung von verlustarmen Filtern oberhalb von 350 nm. Die  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht hingegen zeigt gegenüber dem  $\text{SiO}_2$  deutliche Absorptionen/Verluste. Für präzisionsoptische Anwendungen sollte der Absorptionskoeffizient  $k$  auch hier im Bereich von  $1 \cdot 10^{-4}$  oder niedriger liegen. In einem einfachen Schichtstapel aus hoch- und niederbrechenden Lambdaviertelschichten beispielsweise liegt der Volumenanteil des  $\text{SiO}_2$  bei circa 67 % und der des  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  entsprechend bei circa 33 %. Bei einer Gesamtdicke des Stapels von 10  $\mu\text{m}$  und unter der Annahme einer absorptionsfreien  $\text{SiO}_2$ -Schicht sowie einer Restabsorption des  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  von  $k = 1 \cdot 10^{-4}$  ergibt sich bereits eine Abschwächung des Transmissionswerts um 0,75 %.

Die hohen Absorptionswerte, die für das  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  ermittelt wurden, können auf mehrere Ursachen zurückzuführen sein. Die wahrscheinlichste Ursache ist eine Unterstöchiometrie, die dadurch zustande kommt, dass die Plasmaquelle nicht in der Lage ist, die Tantalatome ausreichend zu oxidieren. Es entsteht eine substöchiometrische und damit absorbierende Schicht. Eine weitere Möglichkeit wäre der Einschluss von Argonatomen in die Schicht, sogenanntes Argon-Trapping, wie es von Cevro [141] beschrieben ist. Hier werden durch den Teilchenstrom der auf die Schicht auftreffenden Teilchen Argonteilchen an der Reflexion an der Schichtoberfläche gehindert und unter den einfallenden, schichtbildenden Atomen oder Clustern begraben. Diese Argonatome stellen eine Ursache für morphologische Veränderungen des Gefüges und somit eine Quelle für Absorption und Streuung in der aufwachsenden Schicht dar.

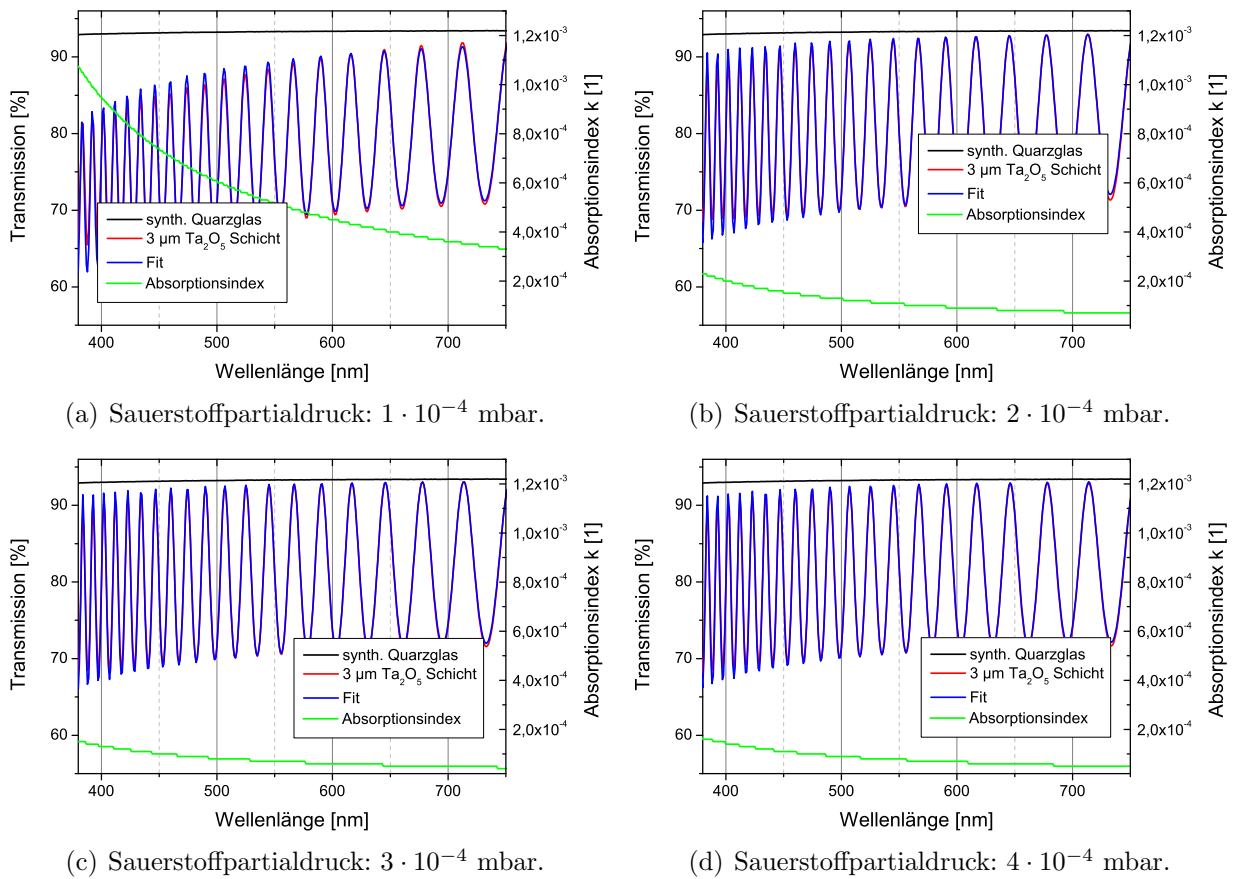


Abbildung 5.22: Transmissionspektrum, Modellierung und Absorption 3  $\mu\text{m}$  dicker  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Einzelschichten, hergestellt bei verschiedenen Sauerstoffpartialdrücken.



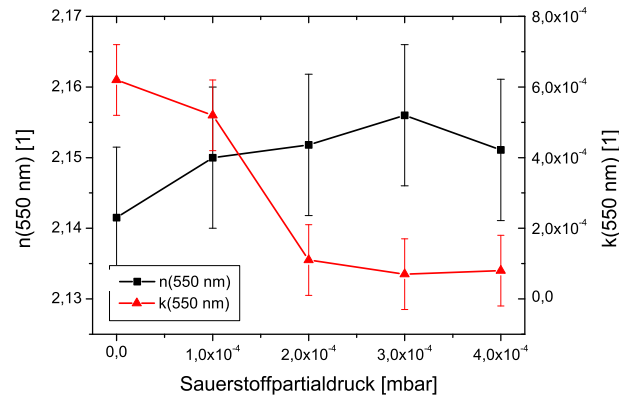


Abbildung 5.23: Zusammenfassung der Ergebnisse der Absorptionsbestimmung bei verschiedenen Sauerstoffpartialdrücken an der Sputterstation.

Um zunächst die wahrscheinlichste Ursache, nämlich die Substöchiometrie der aufwachsenden Schicht, zu untersuchen, wurde dem Sputtergas Argon Sauerstoff beigemischt. Der Sauerstoff wurde dabei so gering dosiert, dass sich der Prozess stets im metallischen Sputtermodus befand. Über die Generatorleistung als Stellwert wurde der Sauerstoffpartialdruck im Sputterraum konstant gehalten. Die Abbildung 5.22 zeigt die einzelnen Ergebnisse der Absorptionsmessung nach der beschriebenen Methode bei unterschiedlichen Sauerstoffpartialdruckverhältnissen, die in Abbildung 5.23 zusammengefasst werden. Deutlich zu erkennen ist eine Verminderung der Absorption bei steigendem Sauerstoffpartialdruck. Ab einem gewissen Sauerstoffpartialdruck kommt keine weitere Verminderung der Absorption zustande. Insbesondere beim Sputtern von rotierenden zylindrischen Targets ist zu beachten, dass die Targetoberfläche oxidiert und es nicht mehr zu einem Sputtern von einem rein metallischen Target kommt. Die Quelle für den Sauerstoff im aufwachsenden Film stellt somit nicht nur unmittelbar der Sauerstoff im Gas, sondern auch am Target generierter Sauerstoff und Sauerstoffionen sowie gegebenenfalls auch direkt abgestäubte, bereits oxidierte Moleküle dar. Beim planaren Target hingegen wird beim substöchiometrischen Sputtern wie es in [21] genutzt wird, stets von einer metallischen Oberfläche gesputtert. Die Reaktion der Moleküle mit dem Sauerstoff findet hier frühestens in der Gasphase statt.

Das Auflösungsvermögen dieses Messverfahrens wurde im Rahmen der Transmissionsmessungen erreicht. Die verbleibenden Verluste setzen sich vermutlich aus einer Reihe von Effekten (Gefügestörungen, Argon-Trapping, Streuung, ...) zusammen. Für eine Untersuchung von Verlusten in Filtersystemen wurden Cavity-Ring-Down-Messungen (CRD-Messungen) genutzt. Um die Messungen mit einer entsprechen Auflösung durchführen zu

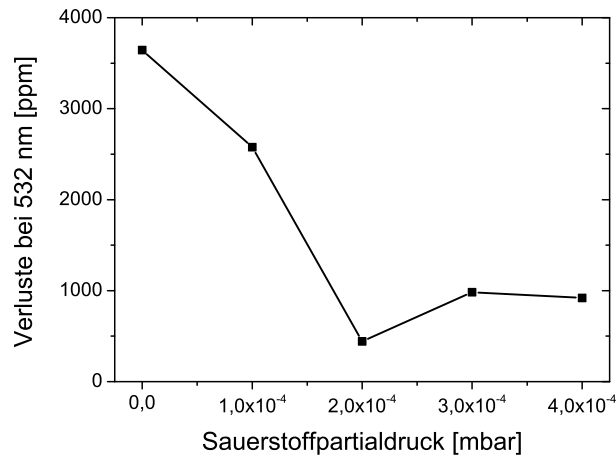


Abbildung 5.24: Mittels Cavity-Ring-Down-Spektroskopie bestimmte Verluste an dielektrischen Spiegeln bei verschiedenen Sauerstoffpartialdrücken für die Herstellung des  $Ta_2O_5$ .

können, wurden dielektrische Spiegel mit dem Schichtdesign<sup>1</sup>  $(HL)^{15}H$  bei einer Wellenlänge von 532 nm hergestellt. Diese Proben wurden durch das Laser Zentrum Hannover e.V. vermessen. Wie auch in den vorangegangenen Versuchen wurden die  $Ta_2O_5$  Schichten bei verschiedenen Sauerstoffpartialdrücken hergestellt. Die  $SiO_2$ -Schichten wurden ohne die Beimischung von Sauerstoff im Sputterraum hergestellt. Die in Abbildung 5.24 dargestellten Ergebnisse stehen in guter qualitativer Übereinstimmung mit den mittels Photometrie bestimmten Absorptionsmessungen und bestätigen diese.

Die Resttransmission aller mittels Cavity-Ring-Down untersuchten Filter liegt bei weniger als 11 ppm. Da die Reflexion  $R$ , Transmission  $T$  und die Verluste  $L$  in Summe 100 % ergeben müssen, kann anhand der Cavity-Ring-Down-Messungen die Reflexion errechnet werden. Im vorliegenden besten Fall mit Verlusten von 443 ppm und einer Resttransmission von 9 ppm ergibt sich die Reflexion zu:

$$\begin{aligned}
 R &= 1 - T - L & (5.2) \\
 &= 100\% - 0,0443\% - 0,0009\% \\
 &= 99,9548\%
 \end{aligned}$$

<sup>1</sup> $H$  steht hier für eine hochbrechende ( $Ta_2O_5$ -),  $L$  für eine niederbrechende ( $SiO_2$ -) Schicht mit einer Dicke von  $\lambda/4$ .

Aktuelle Hochleistungsreflektoren erreichen Reflexionswerte von mehr als 99,99% [142]. Die hier noch auftretenden Verluste können vielfältige Ursachen besitzen. Die zunächst wahrscheinlichste Ursache stellt die Reinigung der Substrate vor der Beschichtung dar. Für die vorliegenden Untersuchungen standen im Rahmen dieser Arbeit keine bereits vorgereinigten Substrate, wie im Falle der Partikelanalysen auf vorgereinigten Siliziumwafern, zur Verfügung. Die Substrate wurden in einem Ultraschallbad mit entmineralisiertem Wasser und einem pH-neutralen Reiniger gereinigt. Das Wasser konnte zum Zeitpunkt der Reinigung der Gläser jedoch noch nicht von Schwebeteilchen gereinigt werden, sodass zwar grobe Verunreinigungen (Partikel) und organische Rückstände vom Glas entfernt werden, kleine Partikel jedoch nicht vollständig entfernt werden können. Für eine entsprechende Reinigung der Gläser sollte das Wasser jedoch keine Partikel aufweisen, die größer als  $0,1 \mu\text{m}$  sind [72]. Des Weiteren existiert kein auf das synthetische Quarzglas optimierter Reinigungsprozess. Somit stellt auch die Zerstörung der Oberfläche des Substrats durch Ultraschall induzierte Mikrofrakturierung [143] eine weitere mögliche Ursache für die Erzeugung von Streuzentren nahe der Substratoberfläche dar. Schließlich werden die Substrate nicht in einer Reinraumumgebung bewegt, wodurch ebenfalls eine Kontamination der Substrate erzeugt werden kann. Seitens der Schichten können verbleibende Restabsorption der Materialien ( $Ta_2O_{5-x}$  und  $SiO_{2-y}$ ) sowie morphologische Eigenschaften des Schichtstapels mögliche Ursachen darstellen. Der erste Ansatzpunkt für eine weitere Verbesserung der Verlusteigenschaften stellt hier eine optimierte Reinigung beziehungsweise die Nutzung vorgereinigter Substrate dar.

## 5.4 Fertigung eines Demonstrators

Auf Grundlage der bisherigen Ergebnisse und Optimierungen sollte abschließend ein Filter auf ein Substrat mit einem Durchmesser von 200 mm hergestellt werden. Der Filter sollte von  $400 \dots 590 \text{ nm}$  und  $670 \dots 1000 \text{ nm}$  eine Transmission von mindestens 80% aufweisen und im Bereich  $600 \dots 650 \text{ nm}$  eine optische Dichte von fünf (OD5) oder besser besitzen (entspricht  $T < 10^{-5} = 0,001 \%$ ). Für die Herstellung des Filters kam das optische Monitoringsystem MOCCA<sup>+</sup><sup>®</sup> mit einem benutzten Wellenlängenbereich von 355 bis 700 nm zum Einsatz. Um mehrere zehn Einzelschichten auf einem einzelnen Monitoringsubstrat zu monitorieren, müssen die Dispersionen der Schichten sehr genau bestimmt werden. Die klassische Bestimmung des Brechungsindex - an einer Einzelschicht auf einem Substrat mit-

tels Ellipsometrie - ist hier nicht ausreichend. In einem Schichtstapel ergeben sich häufig andere effektive Brechzahlen [144]. Dies kann viele verschiedene Ursachen haben:

- Das Aufwachsen der ersten Nanometer und somit auf einem anderen Material kann anders verlaufen als das Volumenwachstum [139, 140].
- Die Schichten wachsen ab der zweiten Schicht nicht auf einem Substrat, sondern auf einem anderen Material auf. Generell kann die Struktur einer aufwachsenden Schicht von dem darunter liegenden Material und seinen morphologischen und chemischen Eigenschaften abhängen [139, 145, 146, 147].
- Rauheiten können mit zunehmender Schichtdicke [148] und -anzahl zunehmen.
- Die Grenzfläche zwischen den Schichten kann beispielsweise, bedingt durch Rauheit, Implantationen (hohe Energien beim Magnetronspütern) oder unterschiedlichen Elektronegativitäten von Atomen, eine Mischschicht aus den aneinander angrenzenden Materialien darstellen [149]. Diese Grenzschicht kann dabei einige Nanometer dick sein. Je nach Dicke der herzustellenden Schicht, wirkt sich diese Grenzschicht mehr oder weniger auf den effektiven Brechungsindex der Gesamtschicht aus. Je nach Schichtdicke ergibt sich in Kombination mit der Grenzschicht eine andere effektive Brechzahl und Schichtdicke.
- Eine Temperaturveränderung zwischen Beginn und Ende der Beschichtung kann sich ebenfalls auf die Schichteigenschaften auswirken. Die Temperatur kann mit zunehmender Beschichtungszeit, durch den Energieeintrag aus den Plasmen, weiter ansteigen und so das Wachstumsverhalten der Schicht verändern, vgl. Abschnitt 2.1.6 und 2.1.7.

Um diesen Ursachen Rechnung zu tragen, wurden die mittels Ellipsometrie eingangs bestimmten Dispersionen der einzelnen Materialien genauer gefittet. Dazu wurde zunächst ein Filter mit 20 Einzelschichten, deren Schichtdicken den typischen Dicken des herzustellenden Filtersystems entsprechen, mittels optischem Monitorings auf Basis der ellipsometrisch ermittelten Dispersionen hergestellt. Nach dem Ende einer jeden Einzelschicht des Schichtstapels wurde in-situ ein Spektrum im Wellenlängenbereich von 355 bis 700 nm gemessen. Die Dispersion wurde im Anschluss simultan an den so gemessenen 20 Spektren gefittet. Die freien Parameter waren hierbei die einzelnen Schichtdicken sowie die Dispersionsparameter  $\epsilon_\infty$ ,  $\Omega_p$ ,  $\Omega_0$  und  $\Omega_\tau$  für jedes Material. Die Dispersionsparameter sind in Tabelle 5.1 aufgelistet.

Parameter	$Ta_2O_5$	$SiO_2$
$\epsilon_\infty$	0,98	0,94
$\Omega_p$	96793	248244
$\Omega_0$	53415	227798
$\Omega_\tau$	15	0
$\omega_p$	0	0
$\omega_\tau$	0	0

Tabelle 5.1: Ermittelte Drude-Lorentz-Parameter, vgl. Abschnitt 2.2.2, zur Berechnung der Dispersionen von  $Ta_2O_5$  und  $SiO_2$ .

Auf Grundlage dieser Dispersionsparameter wurde ein Brechzahlprofil berechnet, vgl. Abbildung 5.25, welches den gewünschten Filterkriterien entspricht. Es wurde entschieden, zunächst drei Substrate für das optische Monitoring zu verwenden. Die Wechsel fanden nach den Schichten 28 und 54 statt. Nach der Herstellung des Filters (Demonstrator A) wurde dieser mit dem ex-situ Spektralphotometer vermessen. Das Ergebnis ist in Abbildung 5.26 gezeigt. Während der spektrale Verlauf im Bereich 400 bis 600 nm relativ gut mit der Theorie übereinstimmt, kommt es zu deutlichen Abweichungen oberhalb von 600 nm. Die Ursache liegt hier in der falschen Beschreibung der Dispersion, die sich durch den Fit im Wellenlängenbereich von 355 bis 700 nm ergibt. Da der spektrale Verlauf oberhalb von 600 nm zu höheren Wellenlängen abweicht, spricht dies für einen zu gering bestimmten Brechungsindex in diesem Bereich. Alternativ könnte auch der Brechungsindex im Bereich 355 bis 600 nm zu hoch bestimmt sein. Dies ist jedoch aufgrund der Datenbasis, die für die Bestimmung der Dispersion benutzt wurde, unwahrscheinlich.

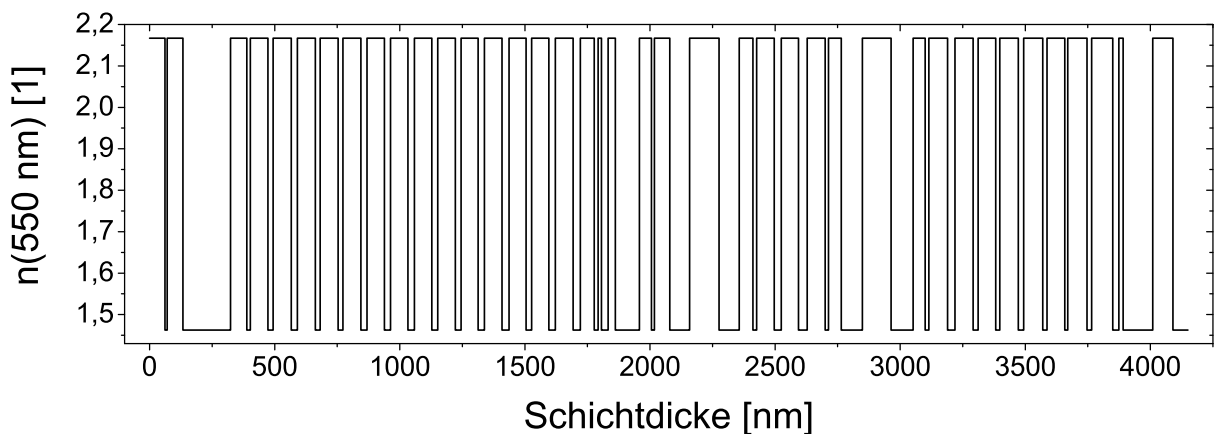


Abbildung 5.25: Brechzahlprofil des hergestellten Demonstrators A.

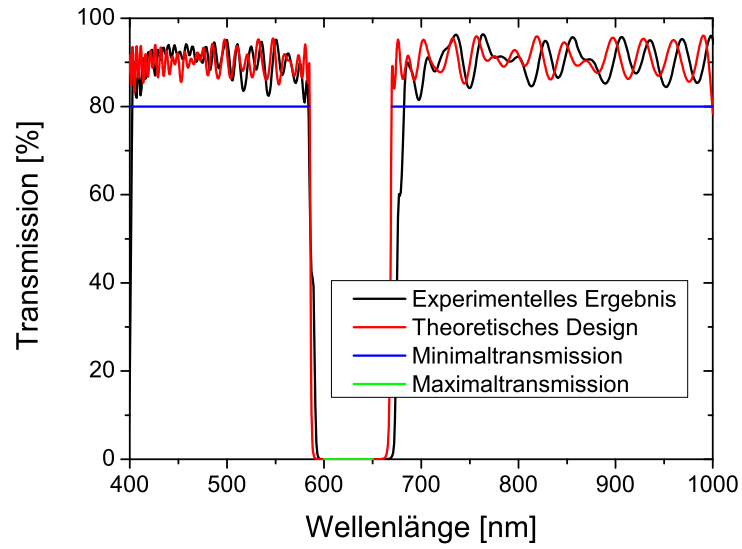


Abbildung 5.26: Gegenüberstellung des Transmissionsspektrums des Demonstrators A und des theoretischen Designs.

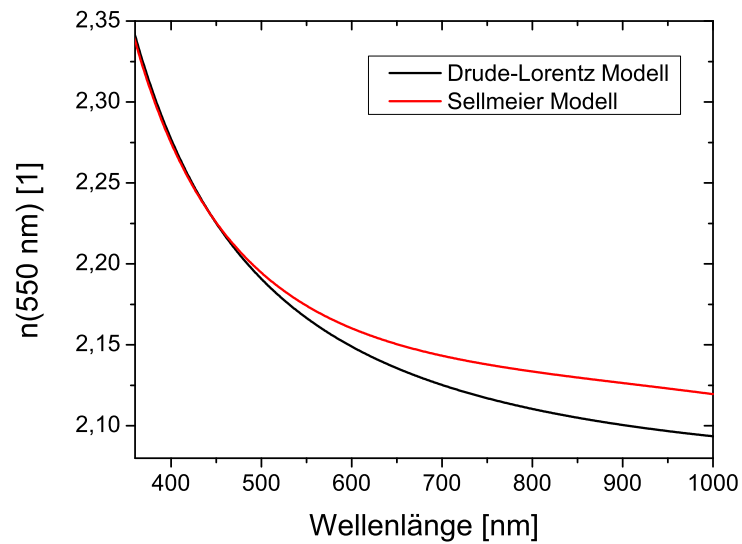


Abbildung 5.27: Ermittelter Brechungsindexverlauf des  $Ta_2O_5$  in Abhängigkeit des verwendeten Wellenlängenbereichs bei der Bestimmung der Dispersion.

Parameter	Wert	Parameter	Wert
$A_1$	1,3941	$B_1$	-1,3850
$A_2$	3,1527	$B_2$	0,0366
$A_3$	41,2640	$B_3$	114,2368

Tabelle 5.2: Ermittelte Sellmeierkoeffizienten des  $Ta_2O_5$ , vgl. Abschnitt 2.2.2.

Zur genaueren Bestimmung der Dispersion wurde bei dem Fit der 20 Einzelschichten, die in-situ Messung der zwanzigsten Schicht durch eine ex-situ Messung mit einem Wellenlängenbereich von 355 bis 1500 nm ersetzt. Es ergaben sich keine signifikanten Änderungen an den Dispersionsparametern des  $SiO_2$ , daher wurden nur die Dispersionsparameter des  $Ta_2O_5$  neu modelliert. Da ein Fit mit dem Drude-Lorentz-Modell zunächst keine adäquaten Ergebnisse lieferte, wurde ein Sellmeiermodell zur Beschreibung der Dispersion herangezogen. Die Parameter der erneuten Dispersionsbestimmung sind in Tabelle 5.2 und der Verlauf der alten und der neuen Dispersion in Abbildung 5.27 dargestellt. Wie erwartet nimmt der Brechungsindex bei größeren Wellenlängen jetzt höhere Werte an. Der Dispersionsverlauf des Sellmeiermodells könnte für Werte von  $\epsilon_\infty > 2,5$  auch mit einem Lorentz-Oszillatormodell approximiert werden. Im weiteren Verlauf wurde jedoch das Sellmeiermodell zur Beschreibung genutzt.

Auf Basis der neu bestimmten Dispersion wurde das Schichtdickendesign reoptimiert (Demonstrator B). Es wurde erneut ein sehr ähnliches Design mit 80 Schichten benutzt. Neben diesen Anpassungen wurde auch eine Analyse der Sensitivität des Schichtdesigns auf Änderungen einzelner Schichtdicken durchgeführt, um die Wechsel der Monitoringsubstrate zu optimieren. In Abbildung 5.28 wurde die Änderung der Meritfunktion bezüglich des Zieldesigns bei einer Änderung der Schichtdicke um 1 % ermittelt und die Fehler auf den größten auftretenden Fehler normiert. Es wurde deutlich, dass ein zusätzliches Monitoringsubstrat verwendet werden sollte, um den Filter erneut und mit höherer Präzision herstellen zu können. Die Monitoringgläser wurden dieses Mal nach Schicht 20, 42 und 60 getauscht. Das Ergebnis ist in Abbildung 5.29 dargestellt. Der experimentell bestimmte spektrale Verlauf des Filters stimmt jetzt besser mit der berechneten Theorie überein.

Um die Ursache der restlichen Abweichungen zu analysieren, wurden Simulationen mit der Software OptiLayer durchgeführt. Unter der Annahme definierter Fehler können die möglichen Abweichungen eines Filterdesigns simuliert werden. Aus der Summe der Einzelsimulationen werden dann eine obere und eine untere Einhüllende für das Transmissionsspektrum

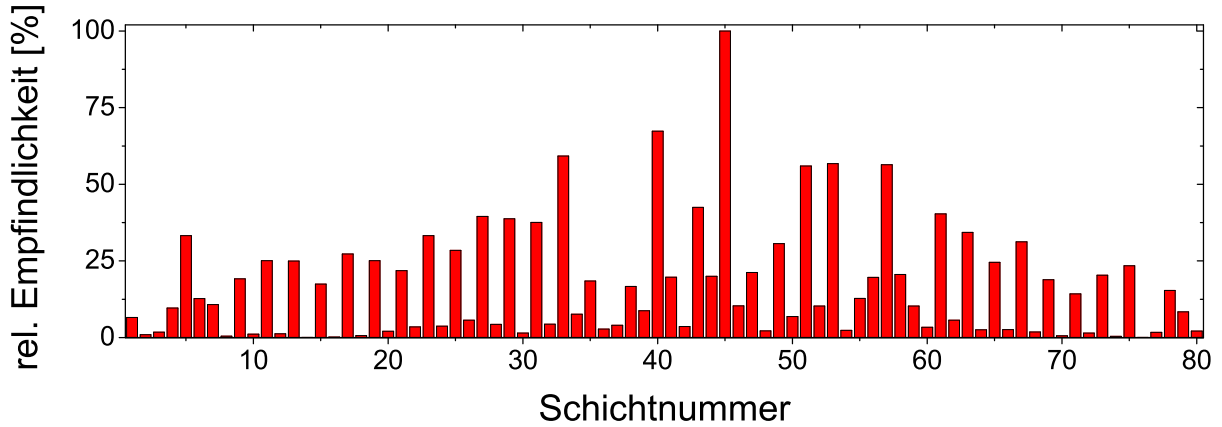


Abbildung 5.28: Relative Empfindlichkeit der Meritfunktion des Designs auf Änderungen einzelner Schichtdicken um 1%, bezüglich des vorgegebenen Designs des Demonstrators B.

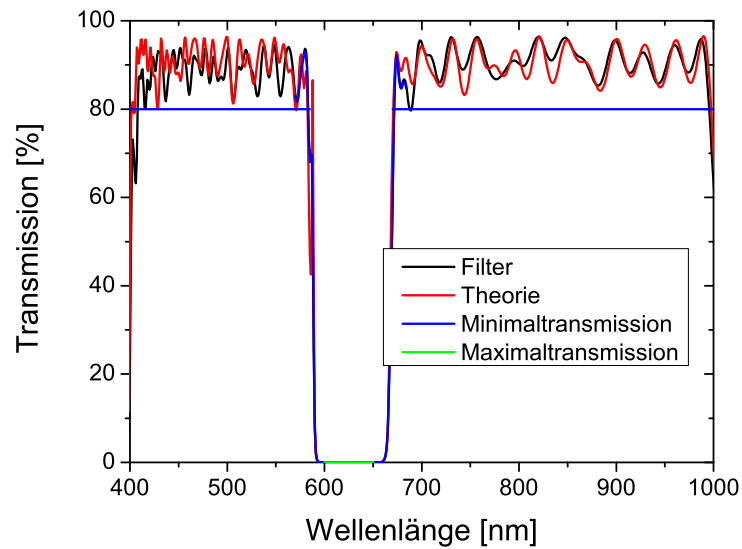


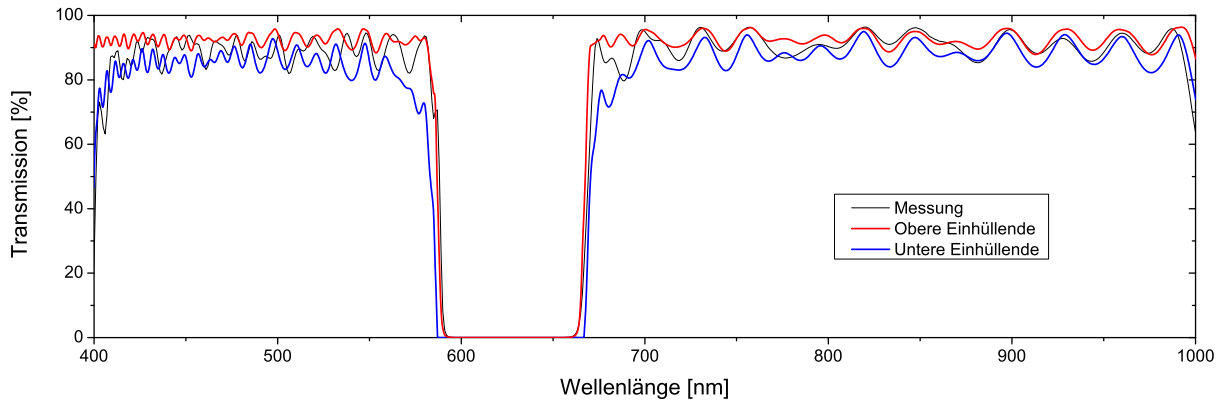
Abbildung 5.29: Transmissionsspektrum des mit korrigierter Dispersion hergestellten Demonstrators B. Gegenüberstellung des gemessenen Spektrums mit dem theoretischen Design.



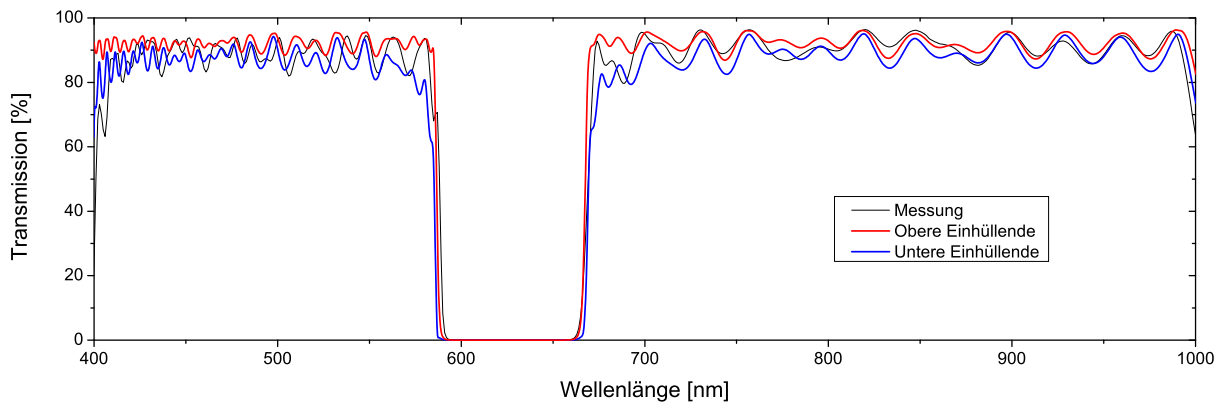
angegeben. Diese Einhüllenden können zusätzlich mit einer Wahrscheinlichkeit gewichtet werden, wodurch sich der Korridor zwischen den Einhüllenden bei sinkendem Wahrscheinlichkeitswert verringert. Eine typische Angabe dieses Korridors erfolgt bei 68,3 %. Mit dieser Methode wurden zwei Simulationen durchgeführt. In einer ersten Simulation wurde angenommen, dass der Brechungsindex statistisch um ein Prozent variiert, vgl. Abbildung 5.30 (a). In einer weiteren Simulation wurde angenommen, dass die Dicke der einzelnen Schichten statistisch um bis zu einen Nanometer abweichen kann, vgl. Abbildung 5.30 (b). In beiden Fällen liegt das gemessene Transmissionsspektrum weitestgehend innerhalb des simulierten Korridors. Dies lässt die Vermutung zu, dass sich die realen Abweichungen aus einer Kombination der Abweichungen von Brechungsindex  $\frac{\Delta n_i}{n_i} \leq 0,01$  und Schichtdicken  $\Delta d_i \leq 1$  nm zusammensetzen. Es ist davon auszugehen, dass der Fehler bei der Bestimmung der Dispersion  $\Delta n$  unterhalb von 0,01 liegen und somit die Schichtdickenabweichungen den wesentlichen Anteil zu den hier gefundenen Abweichungen beitragen.

Auch bei geringen Abweichungen zwischen ermittelter und realer Dispersion folgt allerdings unmittelbar eine Abweichung in der Schichtdicke, da die Schichten mittels optischen Monitorings hergestellt werden. In gewissen Grenzen kann beim Breitbandmonitoring eine Selbstkompensation der Fehler stattfinden [150, 151]. Ist beispielsweise der Brechungsindex  $n_i$  im gesamten genutzten spektralen Bereich zu hoch ermittelt worden, so wird die physikalische Schichtdicke  $d_{i,ph}$  beim Aufwachsen der ersten Schicht und der Herstellung mittels optischem Monitoring dünner ausfallen, um die optische Schichtdicke  $d_{i,opt} = n_i \cdot d_{i,ph}$  möglichst genau zu erreichen. Mit steigender Anzahl an Grenzschichten und in Abhängigkeit des Designs sowie des Dispersionsverlaufs des Materials erzeugen diese Abweichungen der Schichtdicke zunehmende Abweichungen zwischen theoretisch berechneten und praktisch gemessenen Transmissionsspektren. Aber auch einfache Abweichungen, die sich zum Beispiel durch die Signalqualität oder die Spektralkalibrierung ergeben, führen zu Abweichungen in den ermittelten Schichtdicken. Alle diese Fehler summieren sich beim optischen Monitoring mit steigender Schichtzahl auf und führen zu immer größeren Abweichungen der Schichtdicken [152].

Im Rahmen dieser Voraussetzungen lassen sich die genannten Abweichungen des Transmissionsspektrums erklären. Die genaue Gewichtung der Ursachen für die Abweichungen ( $\Delta d$ ,  $\Delta n$ , Fehlerakkumulation, systematische Fehler, ...) lässt sich jedoch nicht bestimmen. Ein möglicher Ansatz zur weiteren Minimierung des Fehlers würde darin bestehen, den Wellenlängenbereich, in dem monitoriert wird, weiter zu erhöhen, um die Genauigkeit



(a) Angenommen ist ein statistischer Fehler des Brechungsindex von bis zu einem Prozent.



(b) Angenommen ist ein statistischer Fehler der Schichtdicke von bis zu einem Nanometer.

Abbildung 5.30: Fehleranalyse der Abweichungen am Demonstrator B. Gezeigt ist jeweils eine obere und eine untere Einhüllende, die mit einer Wahrscheinlichkeit von 68,3 % nicht überschritten wird. Die Einhüllenden wurden aus 50 statistischen Variationen berechnet.

bei der vorgestellten Methode zur Bestimmung des Brechungsindex zu verbessern. Dies würde zudem den Fehler der Schichtdickenbestimmung während der Beschichtung weiter minimieren.

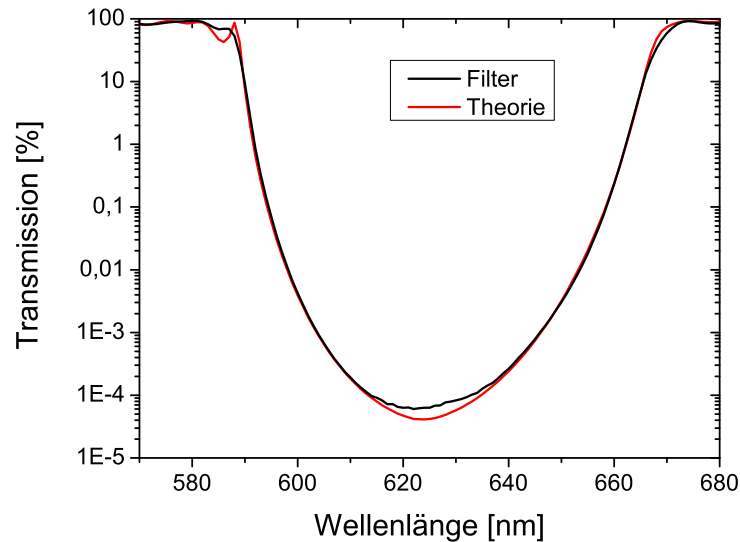


Abbildung 5.31: Messung der Resttransmission im Blockungsbereich des hergestellten Demonstrators B.

Abschließend wurde das Blockungsverhalten des Filters analysiert. Zur Messung der Resttransmission der Probe in ihrem Blockungsbereich wurde der Referenzstrahl des Spektrometers auf 1 % abgeschwächt und eine Integrationszeit von zwei Sekunden pro Wellenlänge gewählt. Die Messung, vgl. Abbildung 5.31, zeigt, dass die gewünschte optische Dichte erreicht wurde. Die gemessene Blockung ist etwas geringer als der theoretisch berechnete Wert. Diese Abweichung kann durch die vorangegangene Diskussion der Abweichungen der Schichtdicken oder einen Fehler in den Brechzahlen nicht erklärt werden. Es muss sich hier entweder um einen Messfehler handeln, oder die etwas geringere Blockung deutet auf Defekte im Filtersystem hin, durch die das Licht transmittiert wird.

Insgesamt stellt auch das Ergebnis der optischen Dichte von mehr als fünf ein sehr gutes Ergebnis dar. Ein Foto dieses Demonstrators, der auf einem Wafer mit 200 mm Durchmesser hergestellt wurde, ist in den Abbildungen 5.32 und 5.33 gezeigt.

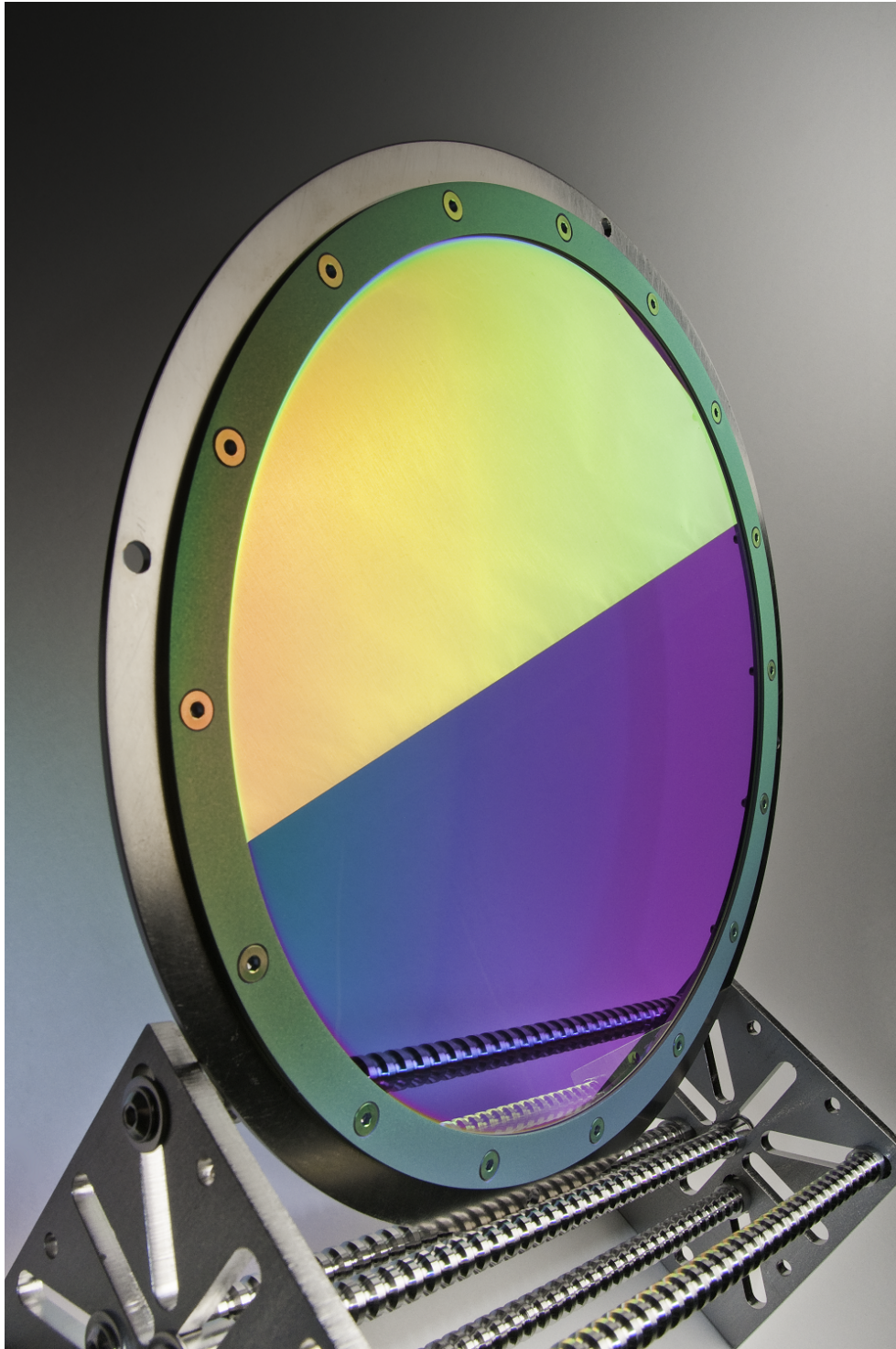


Abbildung 5.32: Foto des Demonstrators B auf 200 mm Durchmesser vor einem weißen Hintergrund in Seitenansicht. Oben: Reflexionsverhalten, unten: Transmissionsverhalten des Filters.

Foto: Jan Benz.

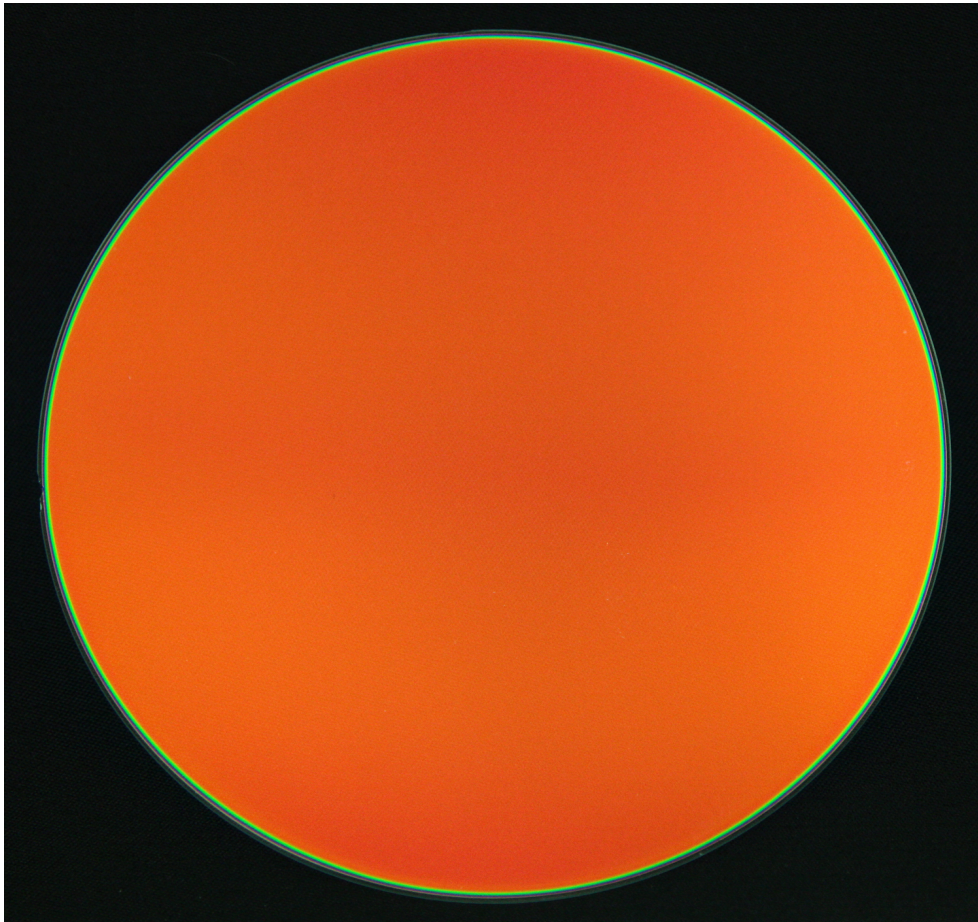


Abbildung 5.33: Foto des Demonstrators B auf 200 mm Durchmesser vor einem schwarzen Hintergrund in Draufsicht. Zu erkennen ist die gleichmäßige Reflexion des Filters, die nur mit einer guten Uniformität der Schichtdicke zu erreichen ist. Die Gleichmäßigkeit deutet ebenfalls auf eine konstante Verteilung des Brechungsindex (sowohl lateral als auch im Volumen) hin.  
Foto: Benedikt Jorek.



## 5.5 Fazit

Eingangs wurden technologische Parameter und geometrische Auslegungen der neu zu entwickelnden Beschichtungsanlage diskutiert und definiert. Bei der technologischen Umsetzung konnten alle Punkte erfolgreich berücksichtigt werden. An die Inbetriebnahme der Beschichtungsanlage schloss sich die Entwicklung geeigneter Prozesse für optische Präzisionsbeschichtungen an. Zunächst wurde anhand empirischer Ergebnisse und Simulationsrechnungen ein Blendensystem entwickelt, welches es erlaubt, Schichten mit einer homogenen Dickenverteilung über die maximale Substratgröße abzuscheiden. Anschließend wurde die Partikelkontamination verschiedener Beschichtungsprozesse gemessen und damit der Nachweis erbracht, dass das entwickelte Sputter-Up-System in Kombination mit zylindrischen Quellen imstande ist, außerordentlich saubere Schichten zu produzieren.

Nach diesen grundlegenden Versuchen schloss sich die Entwicklung geeigneter Prozesse für optische Anwendungen an. Unter der Zielsetzung der Abscheidung von Schichten für präzisionsoptische Anwendungen kamen erstmals zylindrische Targets in der benutzten Konfiguration zum Einsatz. Ein Vergleich der konventionellen reaktiven Prozessführung mit dem Sputtern im metallischen Modus mit anschließender Nachoxidation durch eine Plasmaquelle ergab, dass gegenüber der konventionellen Prozessführung an diesem Beschichtungssystem höhere Brechzahlen und bulkartige Schichteigenschaften zu erreichen sind. Beim  $Ta_2O_5$  ging die metallische Prozessführung mit Nachoxidation jedoch mit einer erhöhten Schichtspannung und einer Restabsorption einher. Um die Absorptionen weiter zu minimieren, wurde der Prozess durch die direkte Zugabe von Sauerstoff weiter optimiert. Die verbleibenden Verluste der mit diesen Prozessen hergestellten Filter wurden diskutiert und Ansätze zur Optimierung aufgezeigt. Abschließend wurde anhand der Fertigung von zwei Demonstratoren gezeigt, dass die Beschichtungsanlage mit den entwickelten Beschichtungsprozessen in der Lage ist, sehr präzise optische Beschichtungen herzustellen.

Die Magnetronsputteranlage EOSS basiert auf einer Drehtelleranordnung, die für Anwendungen in der Präzisionsoptik typisch ist. Gegenüber anderen Beschichtungsanlagen, wie beispielsweise der Leybold Optics HELIOS, werden jedoch zylindrische Sputterquellen eingesetzt. Der sich dadurch ergebende Vorteil liegt zunächst in der hohen Targetmaterialausbeute. Auch die Performance bezüglich Partikelkontamination, Langzeitstabilität der Uniformität der Schichtdicke und Standzeit kann, abhängig von der Auslegung der Anlage,

durch den Einsatz zylindrischer Quellen verbessert werden. Einen möglichen Nachteil kann die Oxidationsneigung der Targetoberfläche bei der Nutzung eines Reaktivgases am Sputtertarget darstellen. Je nach verwendetem Material kann die Sputterausbeute des entsprechenden Oxids deutlich geringer ausfallen als die Sputterrate des Metalls (wie beispielsweise beim Aluminium [153, 154, 155]). Hier könnte sich eine reaktive Prozessführung als schwierig erweisen. Metallisches Sputtern und eine anschließende Nachoxidation durch die Plasmaquelle stellt auch hier, aufgrund der vorliegenden guten Gasraumtrennung, kein Problem dar. Die untersuchten Herstellungsparameter zeigen, dass sich die Schichteigenschaften und Prozesse - bei vereinfachter Prozessführung - auf dem hohen Niveau des aktuellen Standes der Technik (Brechungsindex, Verspannung, Morphologie) oder in Teilbereichen (Langzeitstabilität, Partikelkontamination, Kosteneffizienz) sogar darüber befinden können. In der Einordnung der Magnetronspultertechnologie zwischen dem Aufdampfen und der Ionenstrahlspultertechnik, die in der Einleitung diskutiert wurde, geht diese Beschichtungstechnologie einen Schritt weiter auf die Qualität ionenstrahlgespulterter Schichten zu, wobei sich der Durchsatz auf dem für das Magnetronspultern typischen hohen Niveau befindet.

# Kapitel 6

## Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das am Fraunhofer IST bestehende Dynamic Sputter Coating Universal System (DYSCUS) unter verschiedenen Aspekten zur Herstellung optischer Präzisionsbeschichtungen untersucht und qualifiziert. Dabei wurde untersucht welche geometrischen Parameter einen wesentlichen Einfluss auf die Uniformität der Schichtdickenverteilung besitzen, was die wesentliche Quelle für Partikelkontaminationen ist und welche geometrischen und prozesstechnischen Eigenschaften das Schichtwachstum und die optische Schichtqualität beeinflussen. Auf Basis dieser Ergebnisse wurden die technologischen Spezifikationen ermittelt, die es erlaubten, eine verbesserte Beschichtungsanlage zu planen, die auf die Anforderungen heutiger Dünnschichtpräzisionsoptiken optimiert ist. Dazu wurde in enger Zusammenarbeit mit einem Anlagenbauer ein Beschichtungssystem auf Basis der ermittelten Spezifikationen konzipiert und aufgebaut. Neben den geometrischen Anforderungen an die Platzierung von Blenden und Shutter-Systemen, wurden auch Schichten und deren Herstellung von planaren und zylindrischen Targets untersucht. Bezüglich der Kontamination der Substrate mit Partikeln, die im Beschichtungsprozess erzeugt werden, konnte gezeigt werden, dass Arcing die wesentliche Partikelquelle darstellt. Es stellte sich heraus, dass sowohl planare als auch zylindrische Targets in der Lage sind, sehr saubere Schichten zu erzeugen. Bei planaren Targets ergaben sich unter dem Aspekt der Partikelminimierung jedoch deutlich stärkere Einschränkungen, was die möglichen Generatorleistungen und somit die möglichen Beschichtungsraten angeht. Daher wurde die Entscheidung getroffen, die neue Beschichtungsanlage auf Basis von zylindrischen Quellen zu realisieren. Neben der „Sauberkeit“ dieser Quellen liefern sie einen hohen Grad an Stabilität und Materialvorrat und können die benötigten Beschichtungsraten realisieren.



Das Monitoringsystem MOCCA<sup>+</sup><sup>®</sup> wurde um die Nutzung eines Breitbandphotometers erweitert und erfolgreich für die Fertigung von Filtern an der DYSCUS eingesetzt. Diese Filter zeigten jedoch optischen Shift, poröses/kolumnares Schichtwachstum und damit einhergehend niedrige Brechzahlen. Folglich war die Herstellung ausreichend dichter und amorpher Schichten - für Zwecke der Präzisionsoptik - an dieser Anlage nicht möglich. Als Gründe hierfür wurden die geometrische Anordnung von Substrat, Blenden, Target, Pumpen und Magnetsätzen sowie das große Innenvolumen der Beschichtungskammer ohne effektive Gasraumtrennung zwischen den Beschichtungsstationen identifiziert. Alle diese Erkenntnisse sind in die Auslegung des neuen Beschichtungssystems eingeflossen.

Basierend auf den Ergebnissen wurde das Enhanced Optical Sputtering System (EOSS) geplant und realisiert. Nach der Realisierung der notwendigen Homogenitäten und dem Nachweis der geringen Partikelkontamination wurden verschiedene Prozesse zur Herstellung optischer Präzisionsbeschichtungen auf Basis von Siliziumdioxid und Tantalpentoxid untersucht. Dabei konnte gezeigt werden, dass der von OCLI entwickelte MetaMode<sup>™</sup> Prozess in der hier abgewandelten Form zu sehr guten Schichteigenschaften führt. Mittels Rasterelektronenmikroskopie wurde gezeigt, dass diese Schichten röntgenamorph aufwachsen und keine kolumnaren Strukturen zeigen, wie es an der DYSCUS der Fall ist. Auf Basis der Ergebnisse wurden mögliche Theorien zum Wachstum beider Materialien diskutiert. Während beim Siliziumdioxid bereits sehr gute Ergebnisse beim metallischen Sputtern und anschließender Nachoxidation erzielt wurden, musste die Prozessführung beim Tantalpentoxid noch weiter optimiert werden, um eine Substöchiometrie der aufwachsenden Schicht zu beseitigen. Die Schichten besitzen Schichtspannungen, die mit anderen industriell hergestellten Schichten für die Anwendungen in der Präzisionsoptik vergleichbar sind. Die erreichten Brechzahlen sind hoch im Vergleich zum Bulkmaterial und typisch für kompakte gesputterte Schichten. Darüber hinaus zeigen diese Schichten keinen messbaren optischen Shift, was ebenfalls einen Hinweis auf sehr dichte, porenfreie Schichten darstellt. Die Kontamination mit Partikeln konnte durch die Wahl der Sputter-Up-Geometrie und die Nutzung von zylindrischen Targets ebenfalls signifikant reduziert werden. Das optische Monitorsystem wurde für die Benutzung an dieser Anlage und die hier zu realisierenden Messzeiten von weniger als vier Millisekunden optimiert. Der Erfolg der Prozess- und Materialentwicklung sowie der Optimierung des Monitoringsystems wurde anhand der Fertigung eines Demonstrators nachgewiesen. Es wurde gezeigt, dass die Beschichtungsanlage mit den entwickelten Prozessen in der Lage ist, komplexe aperiodische Schichtsysteme herzustellen.

Die Beschichtungsanlage EOSS stellt somit eine konkurrenzfähige Alternative zu bestehenden Sputtersystemen für die Optik dar. Es zeichnet sich dabei durch eine stabile Prozessführung, exzellent geringe Partikelkontaminationen und die effiziente Umsetzung und Nutzung von zylindrischen Targets für die Präzisionsoptik aus.

## 6.1 Ausblick

Aufgrund der Notwendigkeit der Zugabe von Sauerstoff in den Sputterraum bei der Herstellung des Tantalpentoxids ist die Nutzung eines substöchiometrischen  $Ta_2O_x$ -Targets äußerst interessant. Wie in dieser Arbeit beschrieben, kann die Zylinderoberfläche des Targets bei der Zugabe von Sauerstoff in den Prozessraum oxidieren. Beim Sputtern vom substöchiometrischen Target sollte diese Zugabe nicht mehr notwendig sein. Darüber hinaus würde der Einsatz eines gespritzten Targets gegenüber einem metallischen Target die Kosten senken. Es ist dabei zu untersuchen, ob ein  $Ta_2O_x$ -Target die gleichen Eigenschaften liefern kann wie das hier untersuchte metallischen Targets. Auch bei der Herstellung von Siliziumdioxidschichten von einem  $SiO_x$ -Target könnten Arcingprobleme bei der Zugabe von Sauerstoff in den Prozessraum weiter reduziert oder unterbunden werden.

Der Einsatz anderer Materialien, wie Hafnium oder Zirkonium, würde interessante neue Möglichkeiten, beispielsweise im Bereich der UV-Optiken ermöglichen. In [138] wurde anhand von Titan-Silizium-Oxidmischungen gezeigt, dass sich an der Beschichtungsanlage EOSS sehr gut und reproduzierbar Materialmischungen herstellen lassen können. Die Untersuchung verschiedener Materialmischungen und deren Einsatz in optischen Filtersystemen kann neue und interessante optische und mechanische Eigenschaften mit sich bringen. Aufgrund der Ausführung der Anlage als rotierende Drehtelleranlage mit einstellbarer Rotationsgeschwindigkeit und der Möglichkeit für reaktives, teilreaktives und metallisches Sputtern ist die Herstellung von Nanolaminaten einfach realisierbar. Durch Nanolamine lässt sich beispielsweise die Entstehung von Kristallphasen beeinflussen [156]. Hinsichtlich eines Verschleißschutzes, insbesondere für optische Schichten, könnten Nanolamine einen möglichen Lösungsansatz darstellen.

Ein weiterer Punkt ist die Untersuchung der Magnetfeldeigenschaften und die Verkippung des Magnetfelds an den eingesetzten zylindrischen Targets. Durch die Nutzung von stärke-

ren oder schwächeren Magnetsätzen kann die Lokalisierung des Plasmas beeinflusst werden. Der Einfluss auf die Schichteigenschaften ist an der EOSS bislang nicht untersucht. Eine Änderung der Stärke oder eine Verdrehung der Magnetsätze sollte zu einer geänderten Sputtercharakteristik führen. Gegebenenfalls ist es möglich, Targets so zu optimieren, dass die Auslegung und Positionierung von Shaperblenden einfacher zu realisieren ist. Auch das Heizsystem wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Die hier hergestellten Schichten wurden bei einer Heizertemperatur von 100 °C hergestellt. Durch Veränderung der Temperatur während des Aufwachsens könnten Defekte in der Schichtstruktur möglicherweise weiter reduziert, die Dichten erhöht und gegebenenfalls die lokale Homogenität der Schichtdickenverteilung weiter optimiert werden.

Das neu entwickelte Beschichtungssystem EOSS bietet also, neben der Herstellung von optischen Filtersystemen, eine Vielzahl an Möglichkeiten für neue Entwicklungen im Bereich der Interferenzoptik und Dünnschichttechnik.

# Literaturverzeichnis

- [1] SCHILLER, N., M. KRUG, S. STRAACH und M. NEUMANN: *Deposition of Titanium Dioxide by High-Rate, Ion-Assisted Electron Beam Evaporation*. 45th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 440–442, 2002.
- [2] THIELSCH, R., A. GATTO, J. HEBER und N. KAISER: *A comparative study of the UV optical and structural properties of SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and HfO<sub>2</sub> single layers deposited by reactive evaporation, ion-assisted deposition and plasma ion-assisted deposition*. Thin Solid Films, 410(1-2):86–93, 2002.
- [3] GAWLITZA, P., S. BRAUN, A. LESON, S. LIPFERT und M. NESTLER: *Herstellung von Präzisionsschichten mittels Ionenstrahlputtern*. Vakuum in Forschung und Praxis, 19(2):37–43, 2007.
- [4] VAN MILLIGEN, F. J.: *Delivering High-Precision Optical Coatings in High Volumes*. 9<sup>th</sup> International Conference on Coatings on Glass and Plastics, Breda, Niederlande, Juni 2012.
- [5] BUZEA, C. und K. ROBBIE: *State of the art in thin film thickness and deposition rate monitoring sensors*. Reports on Progress in Physics, 68(2):385–409, 2005.
- [6] GERHARD, F.: *Kalte Plasmen: Grundlagen, Erscheinungen, Anwendungen*. Springer Berlin Heidelberg, 1. Auflage, 1990.
- [7] PHELPS, A. V.: *Cross Sections and Swarm Coefficients for Nitrogen Ions and Neutrals in N<sub>2</sub> and Argon Ions and Neutrals in Ar for Energies from 0.1 eV to 10 keV*. Journal of Physical and Chemical Reference Data, 20(3):557–573, 1991.

- [8] MESCHEDÉ, D. und C. GERTHSEN: *Gerthsen Physik*. Springer-Verlag, 22. Auflage, 2003.
- [9] BEZ, W., K. H. HÖCKER und B. MAYSER: *Der Anodenfall in Niederdruckentladungen*. *Annalen der Physik*, 453(5-8):335–344, 1956.
- [10] OHRING, M.: *Materials Science of Thin Films (Second Edition)*. Academic Press, San Diego, 2. Auflage, 2002.
- [11] PFLUG, A.: *Simulation des reaktiven Magnetron-Sputterns*. Doktorarbeit, Justus-Liebig-Universität Gießen, 2006.
- [12] PFLUG, A., M. SIEMERS, C. SCHWANKE, FEBTY K. B., V. SITTINGER und B. SZYSZKA: *Simulation of plasma potential and ion energies in magnetron sputtering*. *Materials Technology: Advanced Performance Materials*, 26(1):10–14, 2011.
- [13] SZYSZKA, B., S. JAGER, J. SZCZYRBOWSKI und G. BRÄUER: *Comparison of transparent conductive oxide thin films prepared by a.c. and d.c. reactive magnetron sputtering*. *Surface and Coatings Technology*, 98(1):1304–1314, 1998.
- [14] BARTZSCH, H., P. FRACH und K. GOEDICKE: *Anode effects on energetic particle bombardment of the substrate in pulsed magnetron sputtering*. *Surface and Coatings Technology*, 132(2-3):244–250, 2000.
- [15] PETROV, I., P. B. BARNA, L. HULTMAN und J. E. GREENE: *Microstructural evolution during film growth*. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 21(5):117–128, 2003.
- [16] KUBART, T., T. NYBERG und S. BERG: *Modelling of low energy ion sputtering from oxide surfaces*. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 43(20):205204, 2010.
- [17] HUNSCHE, B.: *Temperaturstabile transparente und hochbrechende dünne Schichten auf der Basis von Titandioxid*. Doktorarbeit, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig, 2003.

- [18] MUSIL, J., P. BAROCH, J. VLCEK, K. H. NAM und J. G. HAN: *Reactive magnetron sputtering of thin films: present status and trends*. Thin Solid Films, 475(1-2):208–218, 2005.
- [19] BERG, S. und T. NYBERG: *Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes*. Thin Solid Films, 476(2):215–230, 2005.
- [20] MALKOMES, N.: *In-situ-Kontrolle und Regelung reaktiver Magnetron-Zerstäubungsprozesse*. Doktorarbeit, Technische Universität Carolo-Wilhelmina Braunschweig, 2001.
- [21] SCHERER, M.: *Verfahren und Vorrichtung zum Beschichten eines Substrats unter Verwendung eines reaktiven Sputterprozesses*, Februar 2009. Schutzrecht DE102009008290A1.
- [22] BRINGMANN, U., FRAUNHOFER GESELLSCHAFT, T. DE HOEING, N. MALKOMES, R. POECKELMANN, B. ZSYSZKA und M. VERGÖHL: *Verfahren zur Regelung von reaktiven Sputterprozessen*, Oktober 2001. Schutzrecht EP 2001-938052 AW: 20010327.
- [23] SAFI, I.: *Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: a review*. Surface and Coatings Technology, 127:203–218, 2000.
- [24] MALKOMES, N. und M. VERGÖHL: *Dynamic simulation of process control of the reactive sputter process and experimental results*. Journal of Applied Physics, 127:1–8, 2001.
- [25] BEISSWENGER, S., R. FABER und J. SZCZYRBROWSKI: *Reactive Sputtering of Optical Thin Films*. 39th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seite 329, 1996.
- [26] ANDERS, A.: *Physics of arcing, and implications to sputter deposition*. Thin Solid Films, 502(1):22–28, 2006.
- [27] KOSKI, K., J. HÖLSÄ und P. JULIET: *Surface defects and arc generation in reactive magnetron sputtering of aluminium oxide thin films*. Surface and Coatings Technology, 115(2):163–171, 1999.

- [28] RADEMACHER, D., B. FRITZ und M. VERGÖHL: *Origin of particles during reactive sputtering of oxides using planar and cylindrical magnetrons*. Appl. Opt., 51:927–935, 2012.
- [29] SCHOLL, R. A.: *Advances in Arc Handling in Reactive and Other Difficult Processes*. 37th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 312–316, 1994.
- [30] CHRISTIE, D. J., D. KOVALEVSKII, D. E. MORGAN und E. A. SEYMOUR: *A New Generation of Power Supplies for Large Area Dual Magnetron Sputtering*. 44th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 228–233, 2001.
- [31] CHRISTIE, D. J., F. TOMASEL, W. D. SPROUL und D. C. CARTER: *Power supply with arc handling for high peak power magnetron sputtering*. Journal of Vacuum Science Technology, 22(4):1415–1419, 2004.
- [32] CHRISTIE, D. J., H. V. WALDE und T. J. ASH: *Arc Handling Considerations for DC Sputtering Power Supplies*. 48th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 39–43, 2005.
- [33] ANDERS, A.: *Plasma and Ion Assistance in Physical Vapor Deposition: A Historical Perspective*. 50th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, 505:394–404, 1997.
- [34] AHMED, N. A. G., P. ATHERFORD, D. LONGDON und J. DOWNS: *Ion Assisted Deposition of TiO<sub>2</sub> on Moving Web Using Oxygen Ions*. 39th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 451–457, 1996.
- [35] SCHERER, M., J. PISTNER, W. LEHNERT, H. HAGEDORN, G. DEPPISCH und M. RÖDER: *Verfahren zur Herstellung einer Multilayerschicht und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens*, Dezember 2003. Schutzrecht EP1592821.
- [36] SCOBAY, M. A., R. I. SEDDON, J. W. SEESER, R. R. AUSTIN, P. M. LEFEBVRE und B. MANLEY: *Magnetron sputtering apparatus and process*, Juli 1989. Schutzrecht US 4,851,095.

- [37] SEESER, J. W., P. M. LEFEBVRE, B. P. HICHA, J. P. LEHAN, S. F. ROWLANDS und T. H. ALLEN: *Metal-Mode Reactive Sputtering: A New Way to Make Thin Film Products*. 35th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, 505:229–235, 1992.
- [38] BLONDEEL, A., H. DELRUE, S. MATTHEWS, J. VAN HOLSBEKE und W. DE BOSSCHER: *Advantages of Using Rotating Cylindrical ITO Targets for Large Area Coating Applications*. 49th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 187–191, 2006.
- [39] RIETZEL, J. und S. NADEL: *Enhancements to Rotating Cylindrical Magnetrons*. 47th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 224–230, 2004.
- [40] BOSSCHER, W. DE, A. BLONDEEL, G. GOBIN, K. STAELENS und H. DELRUE: *Further Reductions of Total Cost of Ownership in Large Area Optical Coatings*. 49th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 745–749, 2006.
- [41] DEPPISCH, G.: *Schichtdickengleichmäßigkeit von aufgestäubten Schichten - Vergleich zwischen Berechnungen und praktischen Ergebnissen*. Leybold-Heraeus, Sonderdruck 12, 1981.
- [42] BLONDEEL, A. und W. DE BOSSCHER: *Rotatable Targets of Transparent Conductive Oxides: Fulfilling the Needs of the Booming Flat Panel Display Market*. 50th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, 505:267–272, 1997.
- [43] HILL, R. J. und F. JANSEN: *The use of ac power on cylindrical magnetrons: Coatings on Glass*. Journal of Non-Crystalline Solids, 68:35–37, 1997.
- [44] HILL, R. J., S. NADEL und P. PETRACH: *Large Area Deposition by Mid-Frequency AC Sputtering*. 41st Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 197–202, 1998.



- [45] LÜTH, H.: *Surfaces and Interfaces of Solid Materials (Springer Study Edition)*. Springer Berlin Heidelberg, 3. Auflage, 1995.
- [46] FRANK, F. C. und J. H. VAN DER MERWE: *One-Dimensional Dislocations. I. Static Theory*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 198(1053):205–216, 1949.
- [47] FRANK, F. C. und J. H. VAN DER MERWE: *One-Dimensional Dislocations. II. Misfitting Monolayers and Oriented Overgrowth*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 198(1053):216–225, 1949.
- [48] FRANK, F. C. und J. H. VAN DER MERWE: *One-Dimensional Dislocations. III. Influence of the Second Harmonic Term in the Potential Representation, on the Properties of the Model*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 200(1060):125–134, 1949.
- [49] STRANSKI, I. N. und L. KRASTANOW: *Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander*. Monatshefte für Chemie/Chemical Monthly, 71:351–364, 1937.
- [50] BAUER, E.: *Phänomenologische Theorie der Kristallabscheidung an Oberflächen. I*. Zeitschrift für Kristallographie, 110:372–394, 1958.
- [51] FRANZ, G.: *Oberflächentechnologie mit Niederdruckplasmen: Beschichten und Strukturieren in der Mikrotechnik*. Springer, Berlin, 2. Auflage, 1994.
- [52] SCHWOEBEL, R. L.: *Step Motion on Crystal Surfaces. II*. Journal of Applied Physics, 40(2):614–618, 1969.
- [53] EHRLICH, G. und F. G. HUDDA: *Atomic View of Surface Self-Diffusion: Tungsten on Tungsten*. The Journal of Chemical Physics, 44(3):1039–1049, 1966.
- [54] THORNTON, J. A.: *High Rate Thick Film Growth*. Annual Review of Materials Science, 7(1):239–260, 1977.
- [55] MESSIER, R., A. P. GIRI und R. A. ROY: *Revised structure zone model for thin film*

- physical structure*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2(2):500–503, 1984.
- [56] MOVCHAN, B. A. und A. V. DEMCHISHIN: *Investigation of the structure and properties of thick vacuum- deposited films of nickel - titanium - tungsten - alumina and zirconium dioxide*. Phys. Met. Metallogr., 28(4):653–660, 1969.
- [57] THORNTON, J. A. und D. P. FERRISS: *Structural and wear properties of sputter-deposited laves intermetallic alloy*. Thin Solid Films, 40(0):365–374, 1977.
- [58] MENG, L. und M. P. DOS SANTOS: *Investigations of titanium oxide films deposited by d.c. reactive magnetron sputtering in different sputtering pressures*. Thin Solid Films, 226(1):22–29, 1993.
- [59] POL, F. C. M. VAN DE, F. R. BLOM und TH J. A. POPMA: *R.f. planar magnetron sputtered ZnO films I: Structural properties*. Thin Solid Films, 204(2):349–364, 1991.
- [60] MRÁZ, S. und J. M. SCHNEIDER: *Energy distribution of  $O^-$  ions during reactive magnetron sputtering*. Applied Physics Letters, 89(5):051502, 2006.
- [61] MRÁZ, S. und J. M. SCHNEIDER: *Influence of the negative oxygen ions on the structure evolution of transition metal oxide thin films*. Journal of Applied Physics, 100(2):023503, 2006.
- [62] WINDISCHMANN, H.: *Intrinsic Stress in Sputter-Deposited Thin Films*. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 17:547–596, 1992.
- [63] D’HEURLE, F. M. und J. M. E. HARPER: *Note on the origin of intrinsic stresses in films deposited via evaporation and sputtering*. Thin Solid Films, 171(1):81–92, 1989.
- [64] MÜLLER, K.-H.: *Stress and microstructure of sputter-deposited thin films: Molecular dynamics investigations*. Journal of Applied Physics, 62(5):1796–1799, 1987.
- [65] THORNTON, J. A. und D. W. HOFFMAN: *Internal stresses in titanium, nickel, molybdenum, and tantalum films deposited by cylindrical magnetron sputtering*. J.

- Vac. Sci. Technol., 14(1):164, 1977.
- [66] MATTOX, D. M.: *Particle bombardment effects on thin-film deposition: A review.* Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 7(3):1105–1114, 1989.
- [67] DAVIS, C. A.: *A simple model for the formation of compressive stress in thin films by ion bombardment.* Thin Solid Films, 226(1):30–34, 1993.
- [68] HOFFMAN, D. W. und J. A. THORNTON: *The compressive stress transition in Al, V, Zr, Nb and W metal films sputtered at low working pressures.* Thin Solid Films, 45(2):387–396, 1977.
- [69] THORNTON, J. A., J. TABOCK und D. W. HOFFMAN: *Internal stresses in metallic films deposited by cylindrical magnetron sputtering.* Thin Solid Films, 64(1):111–119, 1979.
- [70] KNOTEK, O., R. ELSING, G. KRÄMER und F. JUNGBLUT: *On the origin of compressive stress in PVD coatings — an explicative model.* Surface and Coatings Technology, 46(3):265–274, 1991.
- [71] WINDISCHMANN, H.: *An intrinsic stress scaling law for polycrystalline thin films prepared by ion beam sputtering.* Journal of Applied Physics, 62(5):1800–1807, 1987.
- [72] STROBEL, J. und R. M. HOHL: *Cleaning of Parts for Precision-Optic and Glass Substrates Before Coating.* 46th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 359–364, 2003.
- [73] SEQUEDA, F. und G. S. SELWYN: *In situ analysis of particle contamination in magnetron sputtering process during magnetic media manufacturing.* 44th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 29–34, 2001.
- [74] BORDEN, P. und J. MASON: *Monitoring Particles in Sputter Coaters.* 34th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 365–371, 1991.

- [75] SZYSZKA, B., V. SITTINGER, X. JIANG, R. J. HONG, W. WERNER, A. PFLUG, M. RUSKE und A. LOPP: *Transparent and conductive ZnO:Al films deposited by large area reactive magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 442(1-2):179–183, 2003.
- [76] SCHILLER, S., K. GOEDICKE, J. RESCHKE, V. KIRCHHOFF, S. SCHNEIDER und F. MILDE: *Pulsed magnetron sputter technology*. Surface and Coatings Technology, 61(1):331–337, 1993.
- [77] BRÄUER, G., J. SZCZYRBOWSKI und G. TESCHNER: *New approaches for reactive sputtering of dielectric materials on large scale substrates*. Journal of Non-Crystalline Solids, 218:19–24, 1997.
- [78] KELLY, P. J. und R. D. ARNELL: *Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications*. Vacuum, 56:159–172, 2000.
- [79] SCHERER, M., J. SCHMITT, R. LATZ und M. SCHANZ: *Reactive alternating current magnetron sputtering of dielectric layers*. 38th National Symposium of the American Vacuum Society, 10(4):1772–1776, 1992.
- [80] VERGÖHL, M., C. RICKERS, U. KRICHELDORF, K. SCHIFFMANN und P. GIESEL: *Deposition of multilayer optical films and Rugate filters deposited by reactive magnetron sputtering*. Society of Vacuum Coaters, 49:265–270, 2006.
- [81] VERGÖHL, M., O. WERNER und S. BRUNS: *New developments in magnetron sputter processes for precision optics*. Proceedings of the SPIE, 7101, 2008.
- [82] SZYSZKA, B., T. HÖING, X. JIANG, A. BIERHALS, N. MALKOMES, M. VERGÖHL, V. SITTINGER, U. BRINGMANN und G. BRÄUER: *Large Area Deposition of Transparent and Conductive ZnO:Al Layers by Reactive Mid Frequency Magnetron Sputtering*. 49th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 272–276, 2001.
- [83] EDLOU, S. M., A. SMAJKIEWICZ und GHANIM A. A.: *Optical properties and environmental stability of oxide coatings deposited by reactive sputtering*. Appl. Opt., 32(28):5601–5605, Oct 1993.

- [84] SELWYN, G. S., C. A. WEISS, F. SEQUEDA und C. HUANG: *In-situ analysis of particle contamination in magnetron sputtering processes*. Thin Solid Films, 317:85–92, 1998.
- [85] BOSSCHER, W., D. CNOCKAERT und H. LIEVENS: *Advances in Cylindrical Magnetrans*. 42nd Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 156–162, 1999.
- [86] AZZAM, R. M. und N. M. BASHARA: *Ellipsometry and polarized light*. Elsevier, Amsterdam, Paperback ed., 5. Auflage, 2003.
- [87] PALIK, E. D.: *Handbook of Optical Constants of Solids*. Academic Press Inc., 1985.
- [88] TOMPKINS, H. G. und W. A. MCGAHEN: *Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry*. John Wiley & Sons, INC., 1999.
- [89] SELLMEIER, W.: *Zur Erklärung der abnormen Farbenfolge im Spectrum einiger Substanzen*. Annalen der Physik, 143:272–282, 1871.
- [90] JENKINS, F. A. und H. E. WHITE: *Fundamentals of optics*. McGraww-Hill, N.Y, 4. Auflage, 1981.
- [91] RICKERS, C.: *Optische Interferenzfilter zur Optimierung des Kontrastes von Bildwänden für die Aufprojektion*. Doktorarbeit, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig, 2005.
- [92] SELLMEIER, W. VON: *Zur Erklärung der abnormen Farbenfolge im Spectrum einiger Substanzen*. Annalen der Physik, 219(6):272–282, 1871.
- [93] POELMAN, D. und P. F. SMET: *Methods for the determination of the optical constants of thin films from single transmission measurements: a critical review*. Journal of Physics D: Applied Physics, 36(15):1850–1857, 2003.
- [94] PERNICK, B. J.: *Improved nonlinear regression analysis for the single-resonance Sellmeier equation*. Appl. Opt., 25(6):883, 1986.

- [95] ASHCROFT, N. W. und N. D. MERMIN: *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag München Wien, 2. korrigierte Auflage, 2005.
- [96] KOPITZKI, K.: *Einführung in die Festkörperphysik*. B.G. Teubner, Stuttgart, 1993.
- [97] FUJIWARA, H.: *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*. John Wiley & Sons, Ltd, Amsterdam, 1. Auflage, 2007.
- [98] JELLISON, G. E. und F. A. MODINE: *Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region: Applied Physics Letters*. Applied Physics Letters, 69(3):371–373, 1996.
- [99] JELLISON, G. E. und F. A. MODINE: *Erratum: “Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region” [Appl. Phys. Lett. 69, 371 (1996)]*. Applied Physics Letters, 69(14):2137, 1996.
- [100] TINGA, W. R., W. A. G. VOSS und D. F. BLOSSEY: *Generalized approach to multiphase dielectric mixture theory*. Journal of Applied Physics, 44(9):3897–3902, 1973.
- [101] CHAN, E. C. und J. P. MARTON: *Generalized Maxwell Garnett equations for rough surfaces*. Journal of Applied Physics, 45(11):5004–5007, 1974.
- [102] JELLISON, G. E. JR.: *Data analysis for spectroscopic ellipsometry*. Thin Solid Films, 234(1-2):416–422, 1993.
- [103] DELANO, E.: *Fourier Synthesis of Multilayer Filters*. Journal of the Optical Society of America, 57(12):1529, 1967.
- [104] DOBROWOLSKI, J. A. und D. LOWE: *Optical thin film synthesis program based on the use of Fourier transforms*. Appl. Opt., 17(19):3039, 1978.
- [105] TIKHONRAVOV, A. V., M. K. TRUBETSKOV und G. W. DEBELL: *Application of the needle optimization technique to the design of optical coatings*. Appl. Opt., 35(28):5493, 1996.

- [106] PETRIK, P., L. P. BIRÓ, M. FRIED, T. LOHNER, R. BERGER, C. SCHNEIDER, J. GYULAI und H. RYSSEL: *Comparative study of surface roughness measured on polysilicon using spectroscopic ellipsometry and atomic force microscopy*. Thin Solid Films, 315(1–2):186–191, 1998.
- [107] KRUMREY, M., M. HOFFMANN und M. KOLBE: *PTB-Mitteilungen (115), Heft 3*, Kapitel Schichtdickenbestimmung mit Röntgenreflektometrie, Seiten 38–40. 2005.
- [108] BAUER, GÜNTHER und WOLFGANG RICHTER: *Optical Characterization of Epitaxial Semiconductor Layers*. Springer, 1. Auflage, 1995.
- [109] ZHOU, X. und S. CHEN: *Theoretical foundation of X-ray and neutron reflectometry*. Physics Reports, 257:223–348, 1995.
- [110] SYLVAIN, M.: *Diffuse reflection by rough surfaces: an introduction*. Comptes Rendus Physique, 6:663–674, 2005.
- [111] NASSE, M. J. und J. C. WOEHL: *Realistic modeling of the illumination point spread function in confocal scanning optical microscopy*. Journal of the Optical Society of America A, 27(2):295, 2010.
- [112] RASBAND, W. S.: *ImageJ*, 1997. <http://imagej.nih.gov/ij/>.
- [113] ABRÀMOFF, M., P. MAGALHÃES und S. RAM: *Image Processing with ImageJ*. Biophotonics International, 11:36–42, 2004.
- [114] STENZEL, OLAF, MARK SCHÜRMAN, STEFFEN WILBRANDT, NORBERT KAISER, ANDREAS TÜNNERMANN, MATHIAS MENDE, HENRIK EHLERS, DETLEV RISTAU, STEFAN BRUNS, MICHAEL VERGÖHL, WERNER RIGGERS, MARTIN BISCHOFF und MARIO HELD: *Optical and mechanical properties of oxide UV coatings, prepared by PVD techniques*. Proceedings of the SPIE, Seite 81681W, 2011.
- [115] BERDEN, G., R. PEETERS und G. MEIJER: *Cavity ring-down spectroscopy: Experimental schemes and applications*. Int. Rev. Phys. Chem., 19:565–607, 2000.

- [116] RADEMACHER, D.: *In-situ Ellipsometrie zur Optimierung optischer Multilagenfilter*. Diplomarbeit, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig, 2008.
- [117] RADEMACHER, D., M. VERGÖHL und U. RICHTER: *In situ thickness determination of multilayered structures using single wavelength ellipsometry and reverse engineering*. Appl. Opt., 50(9):C222–C227, 2011.
- [118] KELLY, P. J., T. VOM BRAUCKE, Z. LIU, R. D. ARNELL und E. D DOYLE: *Pulsed Magnetron Sputtered Titanium Nitride Coatings for Improved Tribological Performance and Tool Life*. 50th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 596–601, 2007.
- [119] WICKERSHAM, C. E. J., J. E. POOLE und J. S. FAN: *Arc generation from sputtering plasma-dielectric inclusion interactions*. Journal of Vacuum Science and Technology A, 20:833–838, 2002.
- [120] HUNSCHE, B., M. VERGÖHL, H. NEUHÄUSER, F. KLOSE, B. SZYSZKA und T. MATTHÉE: *Effect of deposition parameters on optical and mechanical properties of MF- and DC-sputtered Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> films*. Thin Solid Films, 392(2):184–190, 2001. <ce:title>3rd International Conference on Coatings on Glass (ICCG)</ce:title>.
- [121] SCHINTLMEISTER, A. und P. WILHARTITZ: *Optical Coatings (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and WO<sub>3</sub>) for LAC-Applications Obtained by DC Quasireactive Magnetron Sputtering of Ceramic Sputtering Targets*. 46th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 296–301, 2003.
- [122] WEAVER, J. H., D. W. LYNCH und C. G. OLSON: *Optical Properties of Niobium from 0.1 to 36.4 eV*. Physical Review B, 7:4311–4318, May 1973.
- [123] SCHERER, M., J. PISTNER und W. LEHNERT: *Innovative Production of High Quality Optical Coatings for Applications in Optics and Optoelectronics*. 47th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 179–182, 2004.
- [124] RICHTER, F., H. KUPFER, P. SCHLOTT, T. GESSNER und C. KAUFMANN: *Optical properties and mechanical stress in SiO<sub>2</sub>/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> multilayers*. Thin Solid Films,



- 389(1):278–283, 2001.
- [125] DANSON, N., G. W. HALL und R. P. HOWSON: *Improved control techniques for the reactive magnetron sputtering of silicon to produce silicon oxide and the implications for selected film properties*. Thin Solid Films, 289(1):99–106, 1996.
- [126] LAI, F., L. LIN, Z. HUANG, Y. QU und R. GAI: *Determination of optical constants and thickness of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> optical films from normal incidence transmission spectra*. Proc. of SPIE - 2nd International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies, 6149:614920–1, 2006.
- [127] BOSSCHER, W. DE, A. BLONDEEL und G. BUYLE: *Uniformity Control in Sputter Deposition Processes*. 45th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 135–141, 2002.
- [128] SCHERER, M.: *Magnetron sputter-deposition on atom layer scale*. Vakuum in Forschung und Praxis, 21(4):24–30, 2009.
- [129] VERGÖHL, M. und D. RADEMACHER: *Particle Generation during Pulsed Reactive Magnetron Sputtering of SiO<sub>2</sub> with Cylindrical and Planar Cathodes*. Optical Interference Coatings, Seite TuD3, 2010.
- [130] VERGÖHL, M. und D. RADEMACHER: *Particle generation during reactive sputtering of SiO<sub>2</sub> with planar and cylindrical magnetrons*. Proceedings of the International Conference on Coatings on Glass and Plastics, Seiten 191–195, 2010.
- [131] BELKIND, A., J. FELTS und M. MCBRIDE: *Sputtering and Co-sputtering of Optical Coating using a C-MAG<sup>TM</sup> Rotatable Cylindrical Cathode*. 34th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 235–239, 1991.
- [132] FAN, Q. H., L. Q. ZHOU und J. J. GRACIO: *A cross-corner effect in a rectangular sputtering magnetron*. Journal of Physics D: Applied Physics, 36(3):244, 2003.
- [133] PFLUG, A., M. SIEMERS und B. SZYSZKA: *Parallel DSMC Gasflow Simulation of an In-Line Coater for Reactive Sputtering*. In: MOHR, BERND, JESPER TRÄFF, JOACHIM WÖRRINGEN und JACK DONGARRA (Herausgeber): *Recent Advances in*

- Parallel Virtual Machine and Message Passing Interface*, Band 4192 der Reihe *Lecture Notes in Computer Science*, Seiten 383–390. Springer Berlin Heidelberg, 2006.
- [134] PFLUG, A., M. SIEMERS und B. SZYSZKA: *Design tools and simulations for plasma processing in large area coaters*. 52nd Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 364–369, 2009.
- [135] VERGÖHL, M., A. PFLUG, D. RADEMACHER und T. ZICKENROTT: *Computational Optimization of the Homogeneity of Magnetron-Sputtered Precision Optical Filters by Means of Particle in Cell Plasma Simulations - Comparison of Theory with Experiments*. 55th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, 2012. (akzeptiert zur Publikation).
- [136] NGARUIYA, J. M.: *Fundamental Processes in Growth of Reactive DC Magnetron Sputtered Thin Films*. Doktorarbeit, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2004.
- [137] OHSAKI, H., Y. SHIBAYAMA, M. SUZUKI, A. KINBARA, H. YASHIRO und T. WATANABE: *Room-Temperature Crystallization by using RF Plasma*. 49th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 147–150, 2006.
- [138] RADEMACHER, D., G. BRÄUER, B. FRITZ und M. VERGÖHL: *Optical properties of Silicon Titanium Oxide Mixtures prepared by Metallic Mode Reactive Sputtering*. Appl. Opt., 2012. (am 30.10.2012 zur Publikation in Applied Optics akzeptiert).
- [139] FREUND, L. B. und S. SURESH: *Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution*. Cambridge University Press, Cambridge, 1. Auflage, 2003.
- [140] HINZE, J. und K. ELLMER: *In situ measurement of mechanical stress in polycrystalline zinc-oxide thin films prepared by magnetron sputtering*. Journal of Applied Physics, 88(5):2443–2450, 2000.
- [141] CEVRO, M.: *Ion-beam sputtering of  $(Ta_2O_5)_x - (SiO_2)_{1-x}$  composite thin films*. Thin Solid Films, 258(1):91–103, 1995.
- [142] LAYERTEC GMBH: *LAYERTEC Katalog 2011 - ausgewählte Sonderbauteile*.

URL: [http://www.layertec.de/de/downloads/files/Layertec\\_Katalog\\_2011\\_Selected\\_Special\\_Components.pdf](http://www.layertec.de/de/downloads/files/Layertec_Katalog_2011_Selected_Special_Components.pdf).

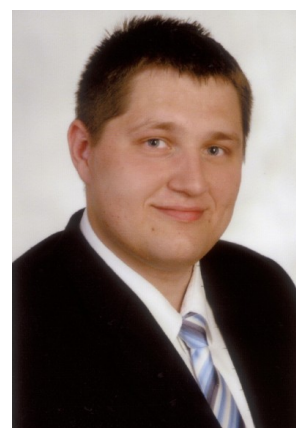
- [143] FUCHS, F. J.: *New Ultrasonic Technology Improves Cleaning and Prevents Surface Damage Due to Cavitation Erosion Effects*. 45th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters, Seiten 64–67, 2002.
- [144] BORGOGNO, J. P., F. FLORY, P. ROCHE, B. SCHMITT, G. ALBRAND, E. PELLETIER und H. A. MACLEOD: *Refractive index and inhomogeneity of thin films*. Appl. Opt., 23(20):3567–3570, Oct 1984.
- [145] HIBBS, M. K., B. O. JOHANSSON, J.-E. SUNDGREN und U. HELMERSSON: *Effects of substrate temperature and substrate material on the structure of reactively sputtered TiN films*. Thin Solid Films, 122(2):115–129, 1984.
- [146] HOOGEVEEN, R., M. MOSKE, H. GEISLER und K. SAMWER: *Texture and phase transformation of sputter-deposited metastable Ta films and TaCu multilayers*. Thin Solid Films, 275(1–2):203–206, 1996.
- [147] LI, C., M. FURUTA, T. MATSUDA, T. HIRAMATSU, H. FURUTA und T. HIRAO: *Effects of substrate on the structural, electrical and optical properties of Al-doped ZnO films prepared by radio frequency magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 517(11):3265–3268, 2009.
- [148] ELSHOLZ, F., E. SCHÖLL, C. SCHARFENORTH, G. SEEWALD, H. J. EICHLER und A. ROSENFELD: *Roughness evolution in thin-film growth of SiO<sub>2</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>*. Journal of Applied Physics, 98(10):103516, 2005.
- [149] TSUI, B.-Y. und H.-W. CHANG: *Formation of interfacial layer during reactive sputtering of hafnium oxide*. Journal of Applied Physics, 93(12):10119–10124, 2003.
- [150] TIKHONRAVOV, A. V. und M. K. TRUBETSKOV: *Computational manufacturing as a bridge between design and production*. Appl. Opt., 44(32):6877–6884, Nov 2005.
- [151] VIDAL, B., A. FORNIER und E. PELLETIER: *Optical monitoring of nonquarterwave multilayer filters*. Appl. Opt., 17(7):1038–1047, Apr 1978.

- [152] TIKHONRAVOV, A. V., M. K. TRUBETSKOV und T. V. AMOTCHKINA: *Investigation of the effect of accumulation of thickness errors in optical coating production by broadband optical monitoring*. Appl. Opt., 45(27):7026–7034, Sep 2006.
- [153] DEPLA, D., J. HAEMERS, G. BUYLE und R. DE GRUYSE: *Hysteresis behavior during reactive magnetron sputtering of  $Al_2O_3$  using a rotating cylindrical magnetron*. J. Vac. Sci. Technol. A, 24(4):934–938, 2006.
- [154] LI, X. Y., D. DEPLA, W. P. LEROY, J. HAEMERS und R. DE GRUYSE: *Influence of deposition on the reactive sputter behaviour during rotating cylindrical magnetron sputtering*. Journal of Physics D: Applied Physics, 41(3):035203, 2006.
- [155] LEHAN, J. P., R. B. SARGENT und R. E. KLINGER: *High-rate aluminum oxide deposition by MetaMode<sup>TM</sup> reactive sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A, 10(6):3401–3406, 1992.
- [156] AITA, C. R., C. M. SCANLAN und M. GAJDARDZISKA-JOSIFOVSKA: *Sputter deposited zirconia-alumina nanolaminate coatings*. JOM, 46(10):40–42, 1994.

# Lebenslauf

## Angaben zur Person

Name Daniel Wilhelm Christoph Rademacher  
Nationalität deutsch  
Geburtsdatum 24. April 1983  
geschlecht männlich



## Schul- und Berufsbildung

1989–1993 Grundschule Schöningen  
1993–1995 Orientierungsstufe Schöningen  
1995–1999 Realschule Schöningen  
erworbener Abschluss: erweiterter Sekundarabschluss I  
1999–2002 Gymnasium Anna-Sophianeum Schöningen  
erworbener Abschluss: Allgemeine Hochschulreife  
2003–2008 Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig  
erworbener Abschluss: Diplom-Physiker

## Sprachkenntnisse

Deutsch Muttersprache  
Englisch Verstehen C2, Sprechen C1, Schreiben C1  
Französisch Verstehen A1, Sprechen A1, Schreiben A1  
Referenzniveaus des gemeinsamen europäischen Referenzrahmens  
(<http://europass.cedefop.europa.eu/de/resources/european-language-levels-cefr>)

## **Berufliche Tätigkeiten**

- 01.2000–03.2005    Selbständig als Programmierer und Webdesigner
- 07.2002–04.2003    Zivildienst im Rettungsdienst Wolfenbüttel mit Ausbildung zum Rettungshelfer
- 03.2005–11.2008    Anstellung als studentische Hilfskraft am Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik (IST) in Braunschweig. Arbeiten in der Arbeitsgruppe „Schicht- und Prozessentwicklung“
- seit 11.2008        Anstellung als Wissenschaftler am Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik (IST), Arbeitsgruppe „optische Funktionsschichten“, in Braunschweig

# Liste wissenschaftlicher Veröffentlichungen

Teilergebnisse aus dieser Arbeit wurden mit Genehmigung der Fakultät für Mathematik und Physik, vertreten durch den Mentor der Arbeit, in folgenden Beiträgen vorab veröffentlicht:

## Publikationen

RADEMACHER, DANIEL, MICHAEL VERGÖHL UND UWE RICHTER: *In situ Thickness Determination of Multilayered Structures Using Single Wavelength Ellipsometry and Reverse Engineering*, Appl. Opt. 50(9), C222-C227, 2011.

RADEMACHER, DANIEL, BENJAMIN FRITZ UND MICHAEL VERGÖHL: *Origin of particles during reactive sputtering of oxides using planar and cylindrical magnetrons*, Appl. Opt. 51(7), 927-935, 2012.

RADEMACHER, DANIEL, TOBIAS ZICKENROTT UND MICHAEL VERGÖHL: *Sputtering of dielectric single layers by metallic mode reactive sputtering and conventional reactive sputtering from cylindrical cathodes in a sputter-up configuration*, Thin Solid Films 532, 98-105, 2013.

RADEMACHER, DANIEL, GÜNTER BRÄUER, BENJAMIN FRITZ UND MICHAEL VERGÖHL: *Optical properties of Silicon Titanium Oxide Mixtures prepared by Metallic Mode Reactive Sputtering*, Appl. Opt. 51(33), 8047-8051, 2012.

## Patentanmeldungen

PFLUG, ANDREAS, DANIEL RADEMACHER, BERND SZYSZKA UND MICHAEL VERGÖHL: *Beschichtungsanlage und Verfahren zur Beschichtung eines Substrates bei gleichzeitiger Schichtüberwachung*, DE102010023517, Dezember 2011.

PFLUG, ANDREAS, DANIEL RADEMACHER, BERND SZYSZKA UND MICHAEL VERGÖHL: *Coating Installation*, WO/2011/154151, Dezember 2011.

## Tagungs- und Konferenzbeiträge

RADEMACHER, DANIEL UND MICHAEL VERGÖHL: *In situ Thickness Determination of Multilayered Structures Using Single Wavelength Ellipsometry and Reverse Engineering*, (Paper und Poster,) Optical Interference Coatings, Optical Society of America (OSA) Technical Digest, Paper TuC11, 2011.

VERGÖHL, MICHAEL UND DANIEL RADEMACHER, *Particle Generation during Pulsed Reactive Magnetron Sputtering of SiO<sub>2</sub> with Cylindrical and Planar Cathodes*, (Paper und Poster,) Optical Interference Coatings, Optical Society of America (OSA) Technical Digest, Paper TuD3, 2010.

VERGÖHL, MICHAEL, DANIEL RADEMACHER UND BENJAMIN FRITZ: *Dünne Schichten in der Optik*, (Vortrag,) Tagungsband zum 2. Thüringer Kolloquium, Gera, September 2010.

VERGÖHL, MICHAEL UND DANIEL RADEMACHER, *Particle generation during reactive sputtering of SiO<sub>2</sub> with planar and cylindrical magnetrons*, (Paper und Poster,) Proceedings of the International Conference on Coatings on Glass and Plastics, 191-195, Braunschweig, 13.-17. Juni 2010.

RADEMACHER, DANIEL UND MICHAEL VERGÖHL: *In situ Thickness Determination of Multilayered Structures Using Single Wavelength Ellipsometry*, (Vortrag,) 3rd NanoCharm Workshop, Berlin, 13.-15. Oktober 2010.



RADEMACHER, DANIEL, BENJAMIN FRITZ, GÜNTER BRÄUER UND MICHAEL VERGÖHL: *New sputtering concept for optical precision coatings*, (Paper und Vortrag,) SPIE Optical Systems Design, Advances in Optical Thin Films IV, 05.-07. September 2011.

VERGÖHL, MICHAEL, ANDREAS PFLUG, DANIEL RADEMACHER UND TOBIAS ZICKENROTT: *Computational optimization of the homogeneity of magnetron-sputtered precision optical filters by means of particle in cell plasma simulations - comparison of theory with experiments*, (Paper,) Society of Vacuum Coaters, Santa Clara, CA, April-Mai 2012.

RADEMACHER, DANIEL UND MICHAEL VERGÖHL: *Manufacturing of High-Precision Optical Coatings Using a Novel Sputtering System*, (Paper und Vortrag,) Society of Vacuum Coaters, Santa Clara, CA, April-Mai 2012.

RADEMACHER, DANIEL, SASCHA KREHER UND MICHAEL VERGÖHL: *Manufacturing of High-Precision Optical Coatings using Cylindrical Cathodes in a Sputter-Up Configuration*, (Paper und Vortrag,) 9<sup>th</sup> International Conference on Coatings on Glass and Plastics, Bredeaa, Niederlande, 24.06.2012 - 28.06.2012.

RADEMACHER DANIEL UND MICHAEL VERGÖHL: *Optische Schichten am Fraunhofer IST*, (Vortrag,) Partnerworkshop, PhotonicNet - Kompetenznetz Optische Technologien, Braunschweig, Dezember 2012.