

7. Die Beschichtungsanlage und deren Komponenten

7.1 Die IBAD-Anlage

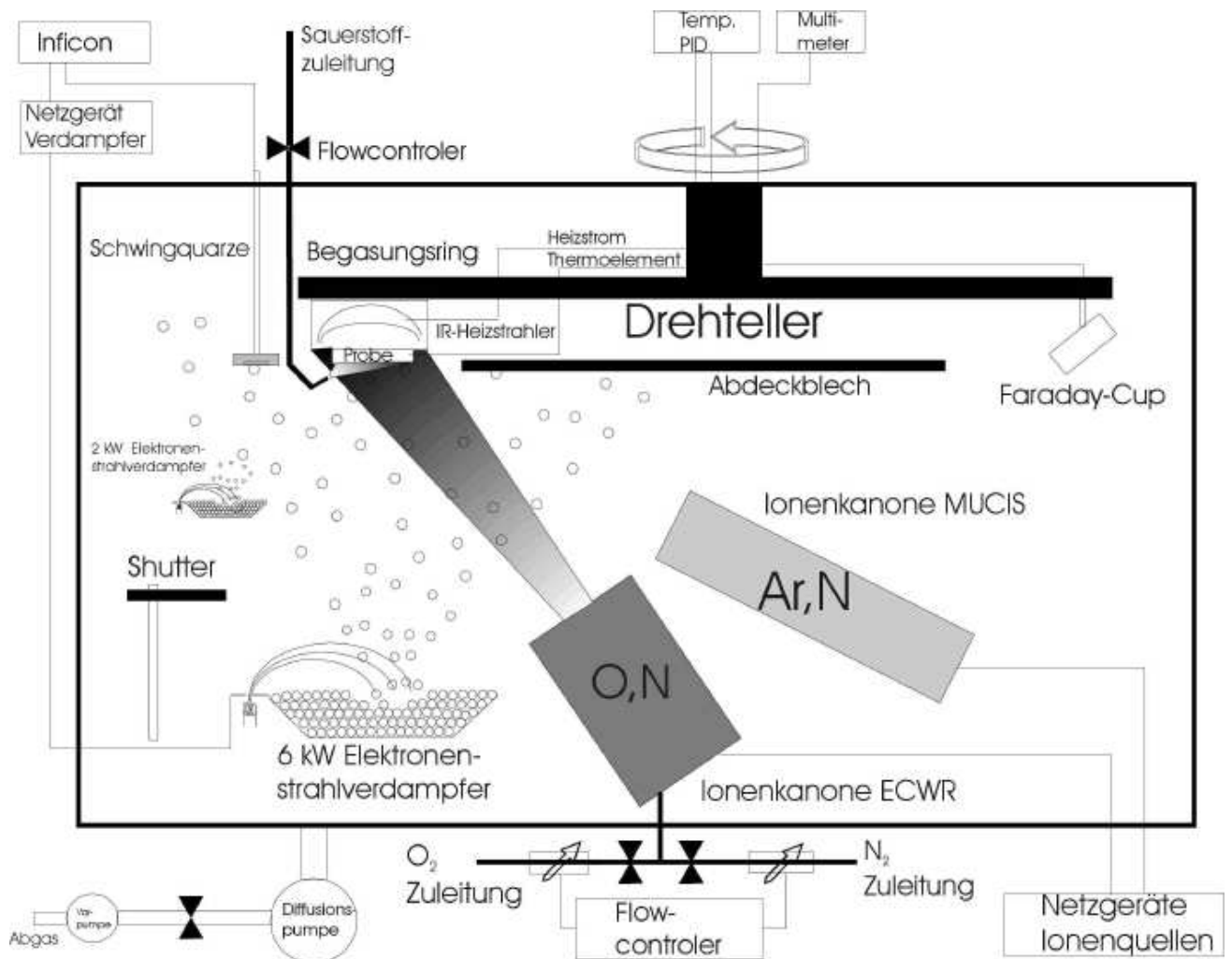


Abb. 51: Schematischer Aufbau der IBAD-Anlage

Die Herstellung der Vanadiumoxidschichten erfolgte in der IBAD-Anlage „ALLIGATOR“ (Anlagenlösung für ionenstrahlgestütztes Aufdampfen auf Targets, Oberflächen und Randschichten) des Physikalisch Chemischen Instituts der Universität Heidelberg. Abb. 51 zeigt den schematischen Aufbau der Gesamtanlage. Die für diese Arbeit maßgebenden Einzelkomponenten werden in den folgenden Abschnitten näher erläutert.

7.2 Die Ionenquellen

7.2.1 ECWR-Ionenquelle

Bei dieser im Niederenergiebereich arbeitende Ionenquelle handelt es sich um die im Schlitzquelle HQ/E-100-UHV der Firma IPT-Plasmatechnik. Die auf Energien bis zu 2 keV beschleunigten Ionen werden dabei aus einem in Elektron-Zyklotron-Resonanz erzeugten Plasma extrahiert. Zur Erzeugung dieses Plasmas wird ein entsprechendes Gas oder Gasgemisch in den durch einen Glaskörper begrenzten Plasmaraum geleitet. Zusätzlich zum homogenen Magnetfeld zweier Helmholtzspulen werden Mikrowellen eingestrahlt und über einen Schwingkreis so abgestimmt, dass die sogenannte ECWR-Bedingung (Gln. 61) für die verwendete Gefäßgeometrie erfüllt ist und ein Plasma gezündet wird.

$$d = (2\kappa + 1) \frac{\lambda_{pl}}{2} = \frac{2\kappa + 1}{2} \frac{2\pi c_0}{\omega} \frac{1}{n_R} \quad \text{Gln. 61}$$

$\kappa : 0,1,2,3..$ $c_0 : \text{Vakuumllichtgeschwindigkeit}$ $\lambda_{pl} : \text{Vakuummwellenlänge} / n_k$
 $d : \text{Gefäßlänge}$ $n_r : \text{Brechungsindex}$

In Abb. 52 bis 54 sind die Einzelheiten der verwendeten ECWR-Anordnung detaillierter dargestellt.

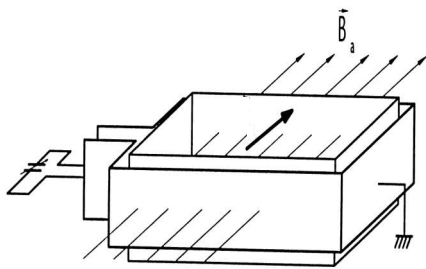


Abb. 52: Schematische Darstellung der Funktionsweise.

B_a : statisches Magnetfeld

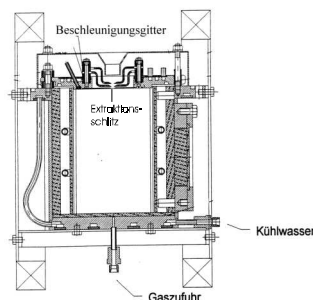


Abb. 53: ECWR-Quelle in Seitenansicht

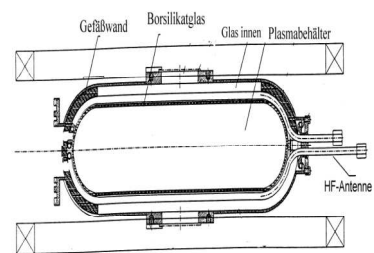


Abb. 54: ECWR-Quelle in Draufsicht

Ein wesentlicher Vorteil dieser filamentlosen Anordnung gegenüber üblicher Ionenquellen mit Filament besteht in der Möglichkeit, reaktive Gase und Verbindungen einlassen zu können. Hieraus ergab sich für diese Arbeit die Möglichkeit, neben nichtreaktiven IBAD Prozessen mit Edelgasionen auch reaktive IBAD-Prozesse unter Sauerstoffionenbeschuss zu realisieren. Die Extraktion der Ionen aus dem Plasmaraum erfolgt über ein ca. 30 cm langes Gittersystem, welches es durch zusätzliches Anlegen eines variablen, negativen Potentials erlaubt,

die Geometrie des Ionenstrahl in Grenzen zu variieren, indem der Anteil der mitextrahierten Elektronen verändert wird. Abb. 55 und Abb. 56 zeigen Fotos der Quelle und verdeutlichen die in Abb. 51 schematisch angedeutete Anordnung des Systems.



Abb. 55: Die ECWR-Ouelle



Abb. 56: Anordnung der Quelle

7.2.2 Multi-Cusp-Ionenquelle – MUCIS

Bei dieser Quelle handelt es sich um eine Mittlere Energieionenquelle. Der Quellenkörper ist an der Kammeruntenseite von außen angeflanscht und verfügt über ein eigenes Pumpsystem. Über ein Gateventil lassen sich Kammer und Quelle trennen. Die Erzeugung des Plasmas erfolgt eher traditionell, indem aus den Filamenten glühemittierte Elektronen über eine Beschleunigungsstrecke zur Anode die benötigten Ionen erzeugen. Diese werden daraufhin durch eine Extraktionsspannung durch die Lochextraktion beschleunigt. Auch diese Quelle bietet die Möglichkeit, die geometrische Form des Ionenstrahls über das Anlegen eines Schirmpotenzials in Grenzen zu variieren. Die Anschluss- und Aufbauschemata sind in Abb. 57 und 58 dargestellt.

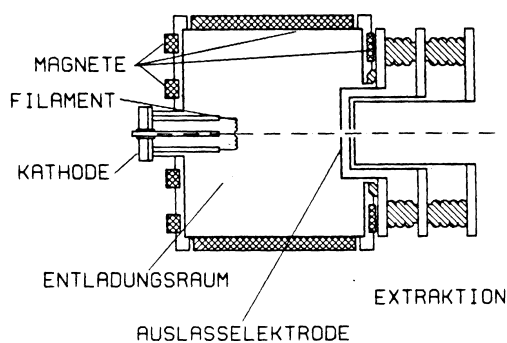


Abb. 57: Schematische Darstellung der Ionenquelle MUCIS

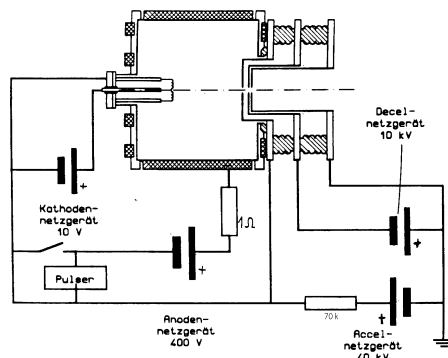


Abb. 58: Spannungsversorgung der Ionenquelle MUCIS

7.3 Messung des Ionenstroms

7.3.1 Standard Faraday-Cup

Die Registrierung der Ionenstromdichte erfolgte in der Anfangsphase der Arbeit mit einem herkömmlichen Faradaycup (Abb. 59) ohne Gegenfeld und Kühlung. Die Messung des Stroms erfolgte mit Hilfe eines handelsüblichen Multimeters. Zur Flächennormierung wurde die Öffnung des Cups mit einer Schieblehre mehrmals vermessen und arithmetisch gemittelt. Fehler in den Messungen ergeben sich beim verwendeten Cupsystem durch rückgestreute Teilchen welche vom Multimeter nicht mitregistriert werden, Elektronen die mitgemessen werden und durch unvermeidbare Ungenauigkeiten in der Ausrichtung des Cups bezüglich der Quelle. Der absolute Fehler lässt sich zu ca. $\pm 15\%$ des Messwertes abschätzen.

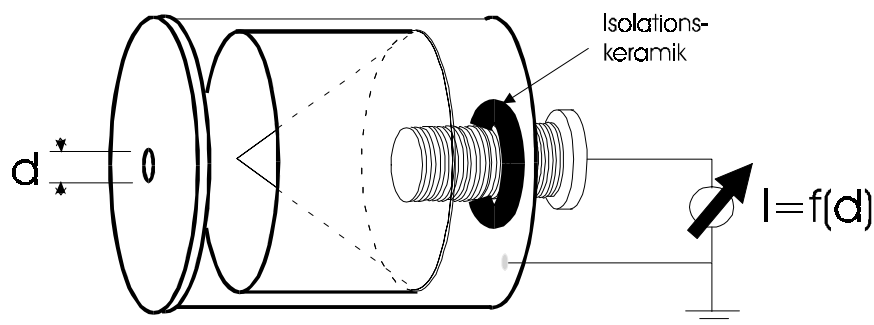


Abb. 59: Faraday-Cup

7.3.2 Scanner

Aufgrund erster Ergebnisse dieser Arbeit wurde es notwendig, Erkenntnisse über größere Bereiche des Ionenstromprofils der ECWR-Quelle zu erlangen. Aus diesem Grund wurde eine Scan-Vorrichtung konstruiert, die in der Lage ist, sehr weite Teile des Strahlprofils der Quelle orts aufgelöst zu vermessen. Der Scanner wurde so konzipiert, dass er einen herkömmlichen Faraday-Cup tragen konnte. Um die Verwendung teurerer Vakuumkomponenten wie z.B. Drehdurchführungen oder Vakuummotoren zu vermeiden, wurden die Wellen in Teflonlagern geführt. Dadurch wurde gewährleistet, dass sich das gesamte Scannersystem mit zwei herkömmlichen kleinen Instrumentenmotoren im Vakuum ohne Überhitzung problemlos antreiben ließ. Die Ansteuerung der Motoren erfolgte über zwei Servos, welche wiederum von einem PC über ADDA-Wandlerkarten gesteuert wurden. Die Positionsrückmeldung erfolgte über zwei stationäre magnetische Näherungsschalter die durch magnetische Fahnen auf den Achsen ausgelöst wurden. Die Steuerungs- sowie Ausleseroutinen wurden in Basic und C programmiert. Abb. 60 zeigt einige Details der Vorrichtung.



Abb. 60: schematischer Aufbau, Schlittenantrieb und Komplettsystem

7.3.3 Multi-Faraday-Cup

Die Ergebnisse der Profilschans mit dem Scanner zeigten, dass es notwendig war bei jeder statischen Beschichtung ein flächiges Profil des Ionenstroms zu messen um etwaige Inhomogenitäten zu vermeiden. Aufgrund seiner Dimensionen war es allerdings nicht möglich den Scanner und die Substrate zusammen in die IBAD Anlage einzubauen. Eine Lösung bestand in der Konstruktion eines Multi-Faraday-Cups, der in seinen Dimensionen exakt mit den verwendeten Probenhaltern übereinstimmte und gleichzeitig an 30 definierten Punkten eine Bewertung des Ionenstromprofils zuließ. Dieser Cup (Abb. 61) konnte aufgrund seiner geringeren Größe zusammen mit den Probenhaltern in der Kammer installiert werden. Vor und nach der Synthese wurde der Cup zur Messung des Ionenstroms in die Position der Probe gedreht und das Strahlprofil dieses Bereichs aufgezeichnet. Hierzu wurden die durch den Ionenstrom in die einzelnen Löcher des Cups eingebrachten Ladungen über genau definierte Widerstände abgeleitet und die resultierenden Spannungen in zwei ADDA Wandlerkarten auf insgesamt 30 Kanälen im PC registriert.



Abb. 61: Multi-Faraday-Cup in Seitenansicht und Aufsicht

7.4 Probenhalter

7.4.1 Halter ohne Probenbewegung (statisch)

Die Probenhalter, die bei dieser Arbeit zur Anwendung kamen, mussten vor allem bezüglich Kontaktierung von Probe und Halter ständig modifiziert werden, um den erzielten Ergebnissen Rechnung zu tragen. Die Heizung der Proben erfolgte in allen Fällen durch rückseitig angebrachte 500 W bzw. 1000 W Infrarot-Heizstrahler, welche durch einen PID-Regler im Ein/Aus-Modus angesteuert wurden. Die Messung der Temperatur erfolgte über auf die Substrate geklemmte Thermoelemente. Diese Anordnung erlaubte die Konstanthaltung der Temperatur auf $\pm 20^\circ\text{C}$. Die maximal erzielbaren Temperaturen waren vor allem durch die Wärmeableitung über die Probenhalter auf ca. 450°C begrenzt. Abb. 62 zeigt den prinzipiellen Aufbau der Probenhalter. Während die verwendeten Glassubstrate in der ersten Generation Probenhalter (Typ I) nur über einen Stahlbügel fixiert werden konnten (Vgl. Abb. 63), verfügte die zweite Generation Probenhalter (Typ II) über maßangefertigte Kupfermasken (Vgl. Abb. 64) in welche die Objektträger exakt eingelegt und mit sehr gutem Wärmekontakt an allen vier Seiten mit dem Halter verschraubt werden konnten.

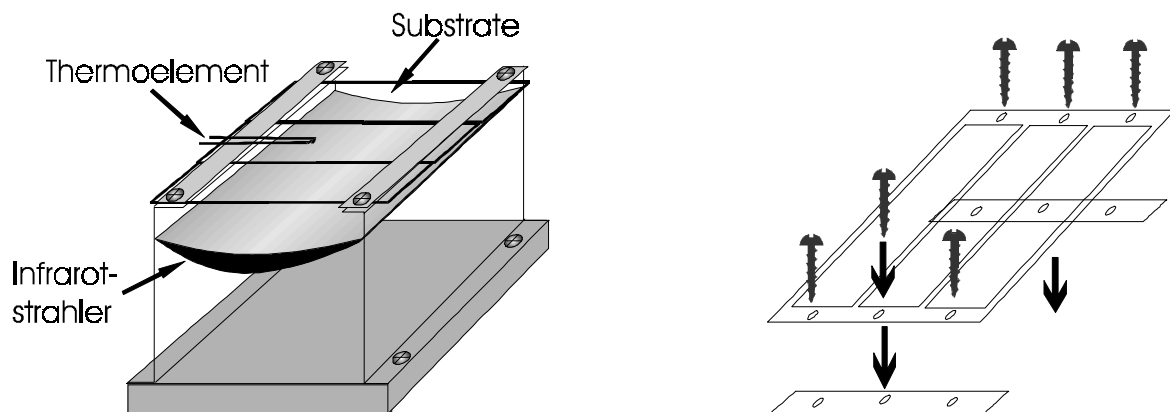


Abb. 62: Schematische Darstellung der Probenhalter und Befestigungssysteme

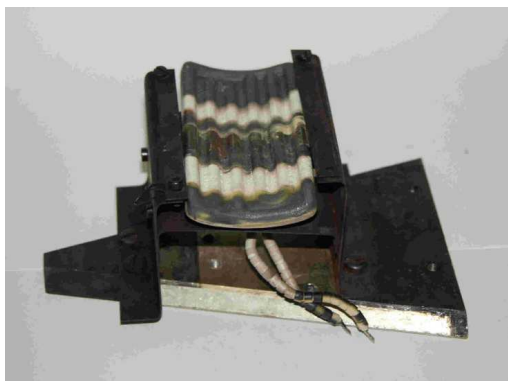


Abb. 63: Halter (Typ I) mit Stahlklemmbügel



Abb. 64: Halter (Typ II) mit verschraubter Kupfermaske

Um Beschichtungen größerer Glasscheiben als Muster durchführen zu können, wurde eine weitere, größere Variante von Haltern (Typ III) realisiert (Vgl. Abb. 65). Um eine durchgängige Beschichtungen der Gläser zu erreichen, musste hierbei wieder auf das Klemmbügelssystem zurückgegriffen werden, wobei die Bügel in diesem Fall aus massivem Kupfer gefertigt wurden, um eine möglichst gute Wärmekontaktierung zwischen Probe und Halter zu gewährleisten. Die Heizung erfolgte über zwei Infrarotstrahler mit insgesamt 2 kW Leistung.



Abb. 65 : Großer Probenhalter (Typ III)

7.4.2 Halter mit Probenbewegung (dynamisch)

Zur Erhöhung der Homogenität der Beschichtungen wurde ein dynamisches System entwickelt (Abb. 66). Die Glasscheibe wird hierzu mit 4 Klemmverschraubungen auf den sternförmig verlaufenden Edelstahlstreben befestigt und während der Synthese um die Symmetrieachse der Halterung rotiert. Die Heizung erfolgt über 4 Infrarot-Heizelemente mit einer Gesamtleistung von 3kW. Die Temperaturmessung konnte aufgrund der Rotationsbewegung nicht wie im statischen Fall mit Hilfe von aufgeklemmten Thermoelementen erfolgen. Aus diesem Grund wurde in gleicher Höhe zur rotierenden Scheibe ein Thermoelement in der Art starr befestigt, dass es sich radial möglichst nah am äußeren Rand der Scheibe und noch komplett im Strahlungsfeld der Infrarotstrahler befand.

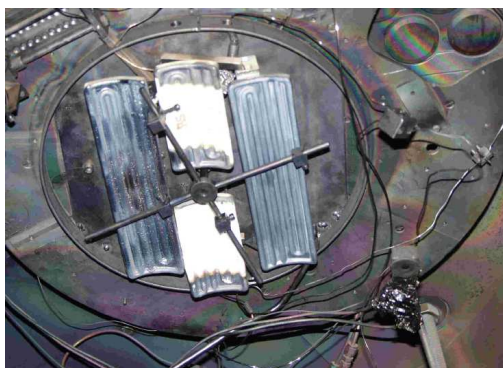


Abb. 66: Drehhalterung ohne Abdeckung

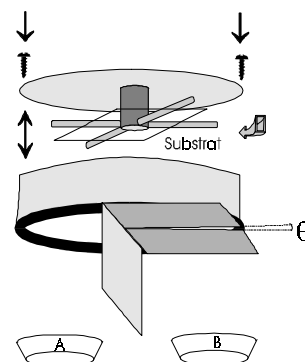


Abb. 67: schematischer Aufbau mit Abdeckung zur Dotierung aus Tiegel B

Der Halter wurde derart konzipiert und realisiert, dass eine Edelstahlabdeckung über die Drehhalterung aufgesetzt werden kann. Die Öffnung der Abdeckung lässt sich halbseitig mit zwei Blechen bedecken. Als Zubehör wurden jeweils zwei Bleche an einer Seite mit 0.5° , 1° , 2° und 3° auf Gehrung gefertigt. Aus Kombination jeweils zweier dieser Bleche, lässt sich damit ein Kreisausschnitt θ (vgl. Abb. 67) zwischen 1° und 6° erzeugen. Ein kleiner Mittelsteg auf der Abdeckung erlaubt die Anbringung einer Metallfolie, welche zur räumlichen Trennung der Verdampfer dienen kann. Auf diese Weise ist eine kontrollierte Dotierung aus Verdampfer B auch bei sehr geringen Verdampfungsraten aus Tiegel A möglich. Die Schwingquarzsyste me sind durch die Metallfolien ebenso gegeneinander abgeschirmt wie die Verdampfer selbst. Während der Schwingquarz auf der Seite von Verdampfer A das doppelte der realen Aufdampf rate registriert, misst der Quarz in Halbraum B eine um den Faktor $360^\circ/\theta$ zu große Aufdampf rate des Dotiergutes. Bei einer nominellen Auflösung der Schwingquarzsyste me von $0,1 \text{ \AA/s}$, lässt sich damit prinzipiell eine Schicht mit nur $0,05 \text{ \AA/s}$ abscheiden, wobei trotzdem noch eine kontrollierte Dotierung mit $0,00028 \pm 0,00007 \text{ \AA/s}$ möglich ist. Nachteil des Systems ist eine zeitlich versetzte Aufbringung von Schicht und Dotiergut. Zudem fehlt bei abgedecktem Halbraum B in einer Halbperiode der Ionenbeschuss.

7.5 Elektronenstrahlverdampfer

Die Anlage verfügt über 2 Elektronenstrahlverdampfer mit 2 bzw. 6 kW Leistung. Der größere 6 kW Verdampfer lässt sich gekoppelt mit einem Schwingquarz automatisch betreiben, bietet darüber hinaus die Möglichkeiten der Strahlfokussierung, und es ist möglich, den Elektronenstrahl über das Verdampfergut zu scannen. Der kleinere 2 kW Verdampfer bietet diese Möglichkeiten nicht, hat aber konstruktiv bedingt den Vorteil, in Grenzen räumlich in der Vakuumkammer versetzt werden zu können

7.6 Schwingquarzsyste me

Die Messung der Aufdampf rate erfolgt über zwei elektronisch unabhängige Schwingquarzsyste me. Die Messung beruht auf einer Verschiebung der Resonanzfrequenz des Schwingquarzes bei zunehmender Massenbelegung. Die Sensoren wurden möglichst nah bei den Substraten angebracht, um möglichst identische Bedingungen zu realisieren. Dies bedingt, dass bei Versuchen mit zusätzlichem Einsatz einer Ionenkanone, bei Substrat und bei Sensor ein Sputtereffekt auftritt. In diesen Fällen messen die Schwingquarze also echte Aufwachs rates, die kleiner als die Verdampfungsraten sind.

Die enge Anordnung der Schwingquarze am Substrat erlaubt allerdings keine vollständige geometrische Trennung der aus zwei Tiegeln stammenden kondensierenden Materie, d.h. verdampftes Material aus Verdampfer A wird unvermeidbar zu einem gewissen Anteil am

Schwingquarz B mitregistriert. Die Berechnung der Schichtdicke aus der Resonanzverschiebung ergibt sich nach Miller und Bolef [60] bzw. Lu und Lewis [61] aus einem komplexen mathematischen Zusammenhang :

$$d = \frac{N_{at} \rho_{quarz}}{\pi \rho_{film} f_{bed} Z} \arctan \left(Z \cdot \tan \left[\frac{\pi (f_{quarz} - f_{film})}{f_{quarz}} \right] \right) \quad \text{Gln. 62}$$

Wobei $Z = (\rho_{quarz} u_{quarz} / \rho_{film} u_{film})^{1/2}$ und u_{quarz} bzw. u_{film} die zugehörigen Schermodule darstellen. N_{at} ist hierbei eine Quarzkonstant, ρ_{quarz} bzw. ρ_{film} sind die Dichten.

Die verwendeten Inficon Systeme sind mit Mikroprozessoren ausgestattet, welche die Umrechnung digital übernehmen. Hierzu sind die zwei materialspezifischen Größen Dichte und Z-Verhältnis vorzugeben. Für Reinelemente und zahlreiche Verbindungen liegen Tabellen für das Z-Verhältnis vor. Für Vanadiumdioxid existiert allerdings keine Angabe. Der entsprechende Wert wurde daher auf 1.0 festgelegt. Die angezeigten Dicken entsprechen somit nicht genau den realen Werten, sondern sie mussten nachträglich auf profilometrischem Wege ermittelt werden. Hierzu wurde das Profilometer Dektak 2000 bei der GSI-Darmstadt verwendet.

7.7 Kammer und Pumpstand

Die Vakuumkammer besteht aus einem 1 m hohen Zylinder mit einem Durchmesser von 1,1 m. Über den an einer großen Drehdurchführung gelagerten Drehteller lassen sich Proben, sowie die Faraday Cups in den Strahlbereich drehen. Das Pumpsystem besteht aus einer Öldiffusionspumpe mit 12000 l/s Saugleistung (bei 10^{-4} mbar) und zwei in Reihe arbeitenden Wälz- und Sperrschieberpumpen. Nach einer Abpumpzeit von ca. 18 Std. beträgt damit der Basisdruck für die Beschichtungen $2 - 4 \cdot 10^{-6}$ mbar.