

Aufdampfung im Hochvakuum

1 Allgemeines

Hochvakuumanlagen dienen der Beschichtung von Brillengläsern oder der Beschichtung von Werkzeugen (Bohrer, Fräser, Drehstäbe). Auch die Halbleiterindustrie benötigt derartige Anlagen. Bei den Brillengläsern (Rodenstock) werden mehrere Schichten hauchdünn aufgetragen. Eine Charge umfasst etwa 100 Gläser. Das Verfahren dauert 2-3 Stunden, so dass ohne Schicht pro Rezipient zwei Chargen/Tag gefertigt werden. Nutzaspekt der Beschichtung ist die Entspiegelung des Glases, aber auch eine erhöhte Kratzfestigkeit. Insgesamt entstehen für den Brillenträger mehrere Vorteile wie verbesserte Sehschärfe, keine störenden Reflexe, verminderte Augenermüdung usw.

Um Gläser im Vakuum zu bedampfen, führt kein Weg an der kinetischen Gastheorie vorbei. Selbst in einem Hochvakuum von $1e-7$ mbar ist ein Restgas vorhanden. Die Gasmoleküle vollführen dabei regellose Zickzackbewegungen. Auf ihrem Weg zum Substrat stossen die verdampften Partikel mit den noch vorhandenen Gasmolekülen zusammen, was die Beschichtungseffizienz verringert. Deshalb ist man bestrebt, möglichst wenig Zusammenstöße zu provozieren. Dabei kommt einem der Umstand zugute, dass sich die mittlere freie Weglänge mit abnehmendem Gasdruck vergrößert. Bei $1e-5$ mbar beträgt sie bereits etwa 500 cm. Im Weltraumvakuum beträgt sie sogar 10^{10} m.

Bei konstanter Temperatur ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) gilt die Beziehung: $p \cdot L = c = \text{const.}$

c ist eine gasartspezifische Konstante; für Luft ist $c = 6,67e-1$ [cm Pa]

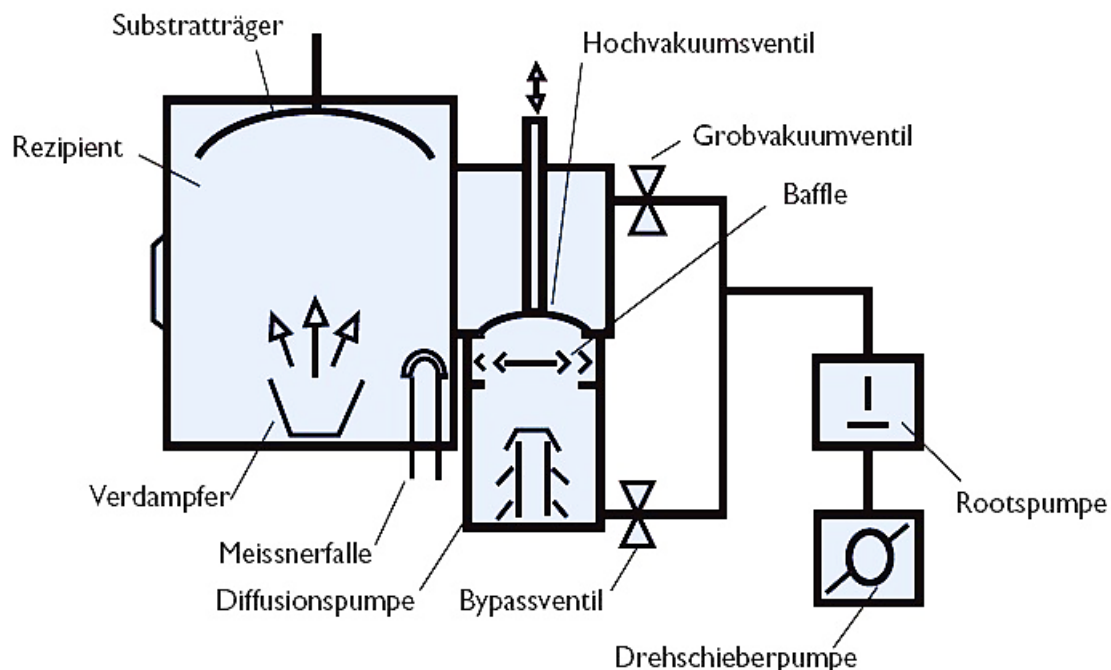


Abb. 1: Hochvakuumanlage

Somit - das ist evident - soll das erzielbare Vakuum möglichst hoch sein. Damit dies gelingt, werden u.a. die demontierbaren Teile im Innern des *Rezipienten* in periodischen Abständen sandgestrahlt, um eine möglichst glatte Oberfläche der Chromstahlteile zu erzielen. Dadurch

diffundieren weniger Gasmoleküle in die Poren des Stahls. Auch wird der Rezipient vor dem eigentlichen Aufdampfprozess vorgeheizt, um so die Wasserdampfanteile zu verringern.

2 Pumpen

Anhand der Grafik ist erkennbar, dass der Drehschieberpumpe die sog. *Rootspumpe* vorgelagert ist. Der Ausdruck "Roots" mag zunächst befremdlich klingen, kommt aber vom Namen der Gebrüder Roots, welche das Rootsgebläse (als Winderzeuger für Hochöfen) erfanden. Die eigentliche Erfindung geht auf Isaiah Davies (1848) zurück. Heutzutage versteht man unter der Rootspumpe eine Wälzkolbenpumpe. Dieser nachgeschaltet ist meist eine Drehschieberpumpe. Zusammen erzeugen diese Pumpen das Grob- und Feinvakuum (bis etwa 0,1 mbar). Oft werden auch mehrstufige Pumpe (z.B. Wälzkolben- und Drehzahnpumpe kombiniert) eingesetzt.

Pumpen sind ein Fachgebiet für sich. Genannt seien im Kontext:

Schraubenpumpe, Scrollpumpe, Membranpumpe, Kreiskolbenpumpe, Drehschieberpumpe, Dampfstrahlpumpe, Oeldiffusionspumpe, Turbomolekularpumpe, Ionengetterpumpe, Titan-Sublimationspumpe, Kryopumpe usw.

Bei tiefergehendem Interesse empfiehlt sich als Lektüre:

- Wutz, Handbuch der Vakuumtechnik (Vieweg).
- Kerspe, Vakuumtechnik in der industriellen Praxis (expert-verlag GmbH)

Grob lassen sich die diversen Pumpentypen einteilen in mechanische Pumpen (Verdrängungsprinzip), kinetische Vakuumpumpen (Treibmittelpumpen; Verdichtungspumpen) und Kondensations- resp. Sorptionspumpen (gasbindende Pumpen). Die zu den Treibmittelpumpen zählende Dampfstrahlpumpe wird auch als *Boosterpumpe* bezeichnet.

Mit dem Rezipienten unmittelbar verbunden ist in der Grafik eine Diffusionspumpe. Zusammen mit den nachgeschalteten Vorvakuumumpen erzeugt erstere das eigentliche Hochvakuum (bis $1e-9$ mbar). Diese Pumpe benötigt einen Anfangsdruck $< 1e-2$ hPa; sonst nimmt sie Schaden. Die nachgeschalteten Pumpen sind nötig, weil gegen den Atmosphärendruck gearbeitet wird. Ein Pumpvorgang kann bildlich aufgefasst werden als ein Ausströmen der Gasmoleküle in ein Zusatzvolumen, wobei sich der Druck im Rezipienten erniedrigt. Dabei spielt das Saugvermögen der Pumpe dV/dt eine wichtige Rolle.

Unter dem Ventilteller des Hochvakuumventils ist ferner das sog. *Baffle* montiert. Dieses ist im Prinzip nichts anderes als eine (wasser)gekühlte Dampfsperre zur Unterdrückung des Eindringens von Oeldampf in den Rezipienten. Das Baffle (es gibt unterschiedliche Konstruktionsarten) reduziert aber das Saugvermögen der Hochvakuumstrecke, so dass vom "effektiven Saugvermögen" die Rede ist.

3 Vakuum-Messung

3.1 Vakuumbereiche

- Grobvakuum: 1 bis 10^3 mbar
- Feinvakuum: 10^{-3} bis 1 mbar
- Hochvakuum: 10^{-7} bis 10^{-3} mbar
- Ultrahochvakuum: 10^{-11} bis 10^{-7} mbar
- XUHV: $< 10^{-11}$ mbar

3.2 Messprinzipien

Die Vakuummessung kann in zwei Messprinzipien unterteilt werden:

► **Gasartunabhängige Messprinzipien** nutzen die Kraftwirkung der Gasteilchen, die diese auf eine Fläche ausüben.

► **Gasartabhängige (indirekte) Messprinzipien** nutzen nicht die Kraftwirkung, sondern andere physikalische Eigenschaften des Gases, die von der Gasdichte und damit indirekt auch vom Druck abhängen.

Die verschiedenen Vakua müssen während des Betriebs überwacht werden.

3.2.1 Als Niederdruckmessgeräte im Grobvakuum sind unterschiedliche Typen im Einsatz wie z.B. Membranmanometer und Federvakuummeter.

3.2.2 Für das mittlere bis hohe Vakuum (Feinvakuum) eignen sich Membran-Kapazitätsvakuummeter, Reibungsvakuummeter, Pirani-Wärmeleitungsvakuummeter und McLeod-Vakuummeter. Das Reibungsvakuummeter - als Beispiel - beruht auf dem Prinzip der Abbremsung einer rotierenden Kugel durch Reibung im Restgas und ist ein feinmechanisches Präzisionsgerät.

Messgrundlage beim thermoelektrischen Vakuummeter nach **Pirani** (Messbereich etwa 1 mbar bis 10^{-4} mbar) ist die Druckabhängigkeit der Wärmeleitung eines Gases. Ein Filament (Heizdraht) wird durch einen konstanten Strom geheizt. Die Temperatur des Filamentes ergibt sich aus dem Wärmeverlust an das umgebende Gas. Der Widerstand des Heizdrahtes wird in einer Wheatstoneschen Brücke durch Vergleich mit einem gleichartigen Heizdraht, der sich in einer unveränderten Umgebung mit niedrigem Druck befindet, bestimmt. Statt eines Metalldrahtes kann auch ein Heißleiter verwendet werden, das Messprinzip ist dasselbe. Die Messung ist gasartabhängig, da die Wärmeleitfähigkeit von Gasen gasartabhängig ist. Das Pirani liefert daher (außer für Luft) nur einen groben Anhaltspunkt für den Druck und muss für genauere Messungen kalibriert werden.

3.2.3 Für Messungen im Hoch- bis Ultrahochvakuum eignen sich Penning-Ionisationsvakuummeter, Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummeter und Magentronvakuummeter.

Bei den Ionisations-Vakuummetern muss unterschieden werden zwischen **Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter** und **Heißkathoden-Ionisations-Vakuummeter**.

1) Die **Penning**-Druckmeßstelle ist eine Kaltkathoden-Druckmeßstelle. Das Anlegen einer Hochspannung (mehrere kV) bewirkt eine Gasentladung (Restgas beginnt zu leuchten und

Elektronen werden freigesetzt). Ein Dauermagnet zwingt die Elektronen auf lange, wendelförmige Bahnen; dadurch bleibt die Entladung auch bei sehr niedrigen Drücken erhalten.

2) In Heißkathoden-Ionisations-Vakuummetern werden die zur Ionisierung des Restgases notwendigen Elektronen mit Hilfe einer elektrisch geheizten Glühkathode erzeugt. Das am weitesten verbreitete Heißkathoden-Vakuummeter ist das **Bayard-Alpert**-Vakuummeter (Druckbereich 10^{-3} bis 10^{-10} mbar). Hierbei befindet sich die Heißkathode außerhalb einer zylinderförmigen Drahtkonstruktion, die als Anode dient. Durch Anlegen einer elektrischen Gleichspannung von ca. 200 V an die Anode werden die aus der Kathode austretenden Elektronen in Richtung der Anode beschleunigt. Die Elektronen durchdringen die Anodenkonstruktion und können dort Restgasteilchen beim Zusammenstoß ionisieren. Die entstehenden positiven Ionen sind innerhalb der positiv geladenen Anode gefangen. Sie werden aufgrund der Potentialverhältnisse zu einer *Kollektor* genannten drahtförmigen Elektrode beschleunigt und als Ionenstrom gemessen.

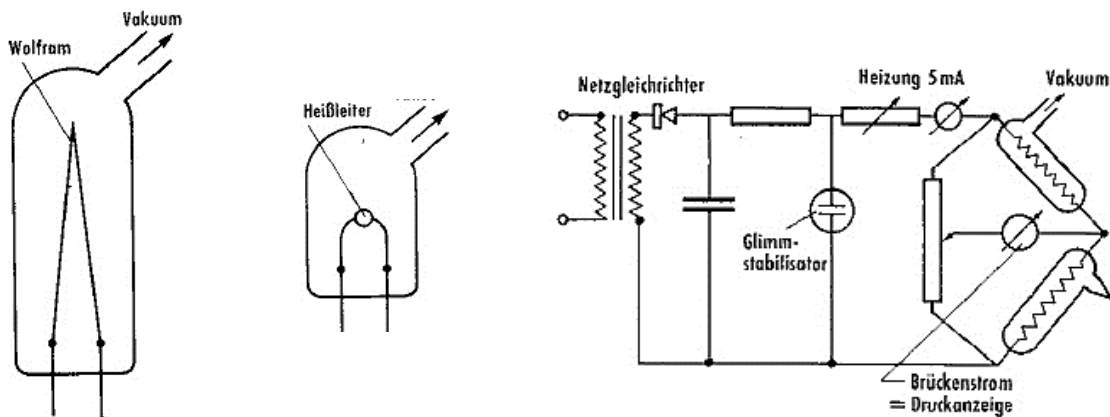


Abb. 2: **PIRANI**-Messzelle mit Wheatstone-Brücke

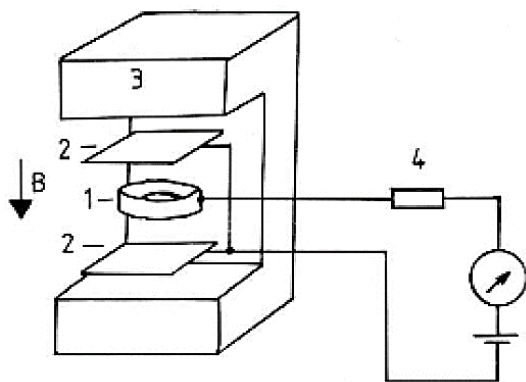


Abb. 3: **PENNING**-Messzelle

- 1 Anode (-5 kV)
- 2 Kathode (geerdet)
- 3 Permanentmagnet
- 4 Vorwiderstand zum Strommessgerät

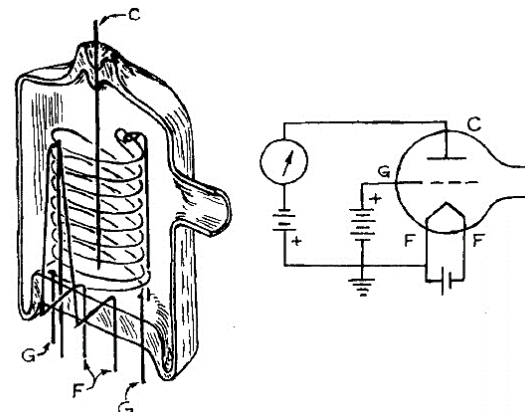


Abb. 4: **BAYARD-ALPERT**-Messzelle

An Glühkathode (Filament F) werden Elektronen freigesetzt und mit einem positiven Gitter (G) beschleunigt. Aus dem Gas gebildete Kationen werden an einem Draht (C) gesammelt, der resultierende Ionenstrom wird gemessen.

In vielen Fällen erfordern Vakuumprozesse den Einsatz von zwei oder sogar mehr Messprinzipien, um den zu überwachenden Messbereich oder die gewünschte Messgenauigkeit zu erreichen. Hierzu wurden unterschiedliche Vakuummeter entwickelt, die zwei oder drei Messprinzipien in einem Gerät kombinieren. Ein Beispiel ist das ATMION® Weitbereichsvakuummeter, welches einen Pirani-Sensor in ein Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummeter integriert und auf diese Weise einen Messbereich über 13 Dekaden von Atmosphärendruck bis 10^{-10} mbar umfasst.

4 Vorgänge im Rezipienten

Nachdem die Peripherie eines Rezipienten angemessen beschrieben wurde, wollen wir uns seinem Innern nähern. Die Vakuumkammer enthält am Boden eine Elektronenstrahlkanone, eine Ionenquelle und ganz hinten die mit flüssigem Stickstoff betriebene *Meissnerfalle*, welche die noch vorhandenen Wasserdampfmoleküle in Form angelagerter Eiskristalle an sich bindet. Nach Ende eines Beschichtungsprozesses wird aufgewärmt und der Wasserdampf abgepumpt.

Wie nun eigentlich wird das Aufdampfmaterial erzeugt? Dazu plaziert man auf einem programmgesteuerten drehbaren Tiegel verschiedene Substanzen (wie bspw. Titanoxid oder Siliziumoxid), die nacheinander durch einen Elektronenstrahl zum Verdampfen gebracht werden. Es gibt auch noch andere Verdampfungsverfahren. Die gesamte Vorrichtung wird als Elektronenstrahlverdampfer bezeichnet. Über diesem ist ein *Shutter* (Abdeckklende) angeordnet.

Aus einer Elektronengun treten infolge der thermischen Energiezufuhr negative Ladungsträger aus (ähnlich wie bei einer Elektronenröhre). Die über einen Heiztrafo (20 Amp.) erhitzte Kathode wird als *Filament* bezeichnet. Um die entstehende Wärme abzuführen sind Elektronenkanone und Tiegelhalter wassergekühlt. Unter dem Einfluss der Anodenspannung (ca. 8 kV) werden die Elektronen im Hochvakuum beschleunigt und durch ein Magnetsystem (Permanentmagnete aussen, Spulen innen) in den Drehtiegel auf das entsprechende Aufdampfmaterial abgelenkt. Ohne Spulensystem würde der Elektronenstrahl punktförmig im Tiegel konzentriert. Durch gezielte Kombination der Magnetfelder lassen sich unterschiedliche Strahlbilder (longitudinal und lateral) erzeugen; so kann eine Charge gemäss spezifischem Aufdampfprogramm hochwertig vergütet werden.

Im oberen Teil des Rezipienten ist der kalottenförmige und sich langsam drehende Substratträger mit den in Ringen befindlichen Mineralgläsern angebracht.

Betrachten wir abschliessend den gesamten Prozessablauf, als wären wir selbst der Operateure. Nach dem Befüllen der Tiegeleinsätze mit dem richtigen Material, dem Wechseln der Quarze und dem Anbringen der Kalotte mit den Gläsern kann der Prozess gestartet werden. Dazu ist das entsprechende Programm anzuwählen. Programmgesteuert wird zuerst der Auspumpen eingeleitet. Beim Erreichen des Hochvakuums wird die Meissnerfalle mit flüssigem Stickstoff abgekühlt.

Ist der eigentliche Startdruck erreicht (gemessen wird mit einer Ionisationsröhre nach Bayard-Alpert), wird zur Vorreinigung der Substrate die Elektronenkanone eingeschaltet. Die Substrate sind durch eine separate Heizung bereits auf die richtige Temperatur aufgewärmt. Von unten strömt ein Prozessgas (Argon) in den Rezipienten ein. Durch den Elektronenstrahl werden die Gasatome ionisiert und zum auf negativem Potential liegenden Substratträger beschleunigt. Durch diesen Beschuss werden die Gläser von allfälligen Verunreinigungen und Wasserhäuten befreit.

Nach der Vorreinigung wird der Verdampfer mit dem zugehörigen Tiegel aktiviert. Zunächst schmilzt die entsprechende Substanz im Brennfleck des Elektronenstrahls, dann verdampft sie, um sich kugelförmig nach oben auszubreiten. Um eine chemische Reaktion mit dem Substrat zu ermöglichen, wird bei Bedarf gezielt Sauerstoff zugeführt. Über eine Verteilermaske gelangt das Aufdampfmaterial zu den Gläsern, wo es sich als hauchdünne Schicht niederschlägt. Der anhaltende Beschuss aus der Ionenquelle bewirkt zudem eine Verdichtung des erstarrenden Kondensats.

Die Schichtdicke wird mit der Schwingquarzmethode gemessen. Dazu werden Quarzplättchen mit einer Resonanzfrequenz von 6 MHz in der Kalottenmitte angebracht. Diese Plättchen werden fortlaufend wie die Brillengläser beschichtet. Infolge der anwachsenden Schichtdicke verändert sich die Schwingfrequenz. Die Änderungsgeschwindigkeit dient als Wert für die Beschichtungsrate. Bei Erreichen der gewünschten Schichtdicke schliesst sich der Shutter. Es gibt auch noch andere Verfahren als das hier skizzierte.

Die Reflexminderung des beschichteten Glases beruht übrigens auf der Interferenz des einfallenden Lichtes mit phasengedrehtem Licht an den Grenzflächen. Die optischen Schichten (Layer) bestehen dazu aus hoch- und niedrigbrechenden Materialien.

Im Grunde ist alles elementare Physik im Einklang mit ausgereifter Technik, in realiter aber wesentlich komplexer, als hier in Kürze vermittelt werden konnte.