

Nicht-konventionelle Plasmadiagnostik

Einleitung

Eine wichtige Voraussetzung für die optimale Anwendung von Plasmaprozessen zur Abscheidung dünner metalloxidischer Schichten ist die Kenntnis der internen Plasmaparameter und deren Einfluss auf die Substratoberfläche.

Herkömmliche plasmadiagnostische Methoden gestatten nicht immer die Bestimmung der relevanten Größen unter Prozessbedingungen - so ist es z. B. schwierig, die Anteile und Energieverteilung der gesputterten Neutralteilchen oder die Verteilung der Ladungsträger in der Plasmarandschicht experimentell zu ermitteln. Um trotzdem relativ einfache Messmethoden für die Plasmaprozessdiagnostik zur Verfügung zu stellen, werden in Ergänzung zu herkömmlichen Methoden (z. B. Langmuir-Sonden, Spektroskopie) „nicht-konventionelle“ Verfahren vorgestellt. Zu diesen Methoden gehören:

- Bestimmung des axialen und radialen Profils des Energieeinstroms beim Sputtern
- Visualisierung der Wechselwirkung des Magnetrons mit mikrodispersen Testteilchen
- Charakterisierung des Randschichtbereiches am Magnetron durch Photometrie

H. Kersten
kersten@
inp-greifswald.de

R. Wiese
G. Thieme
H. Deutsch
M. Hannemann
R. Basner
M. Hähnel
Universität Greifswald

Bestimmung des Energieeinstroms mittels Thermosonden

Die thermischen Bedingungen an der Substratoberfläche bestimmen wesentlich das Zusammenwirken der Elementarprozesse (Adsorption, Diffusion, chemische Reaktionen) sowie die Mikrostruktur und Stöchiometrie der oberflächennahen Bereiche bei der Schichtabscheidung.

Deshalb kommt der experimentellen Bestimmung des Energieeinstroms auf das Substrat eine große Bedeutung zu.

Der integrale Energieeintrag wird mit speziellen Thermosonden (Abb. 1) gemessen. Das relativ einfache Verfahren basiert auf der Bestimmung des zeitlichen Verlaufs der

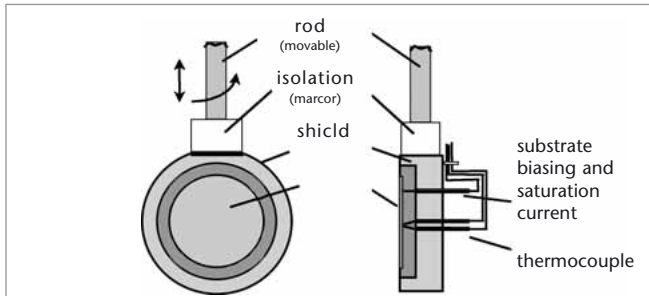
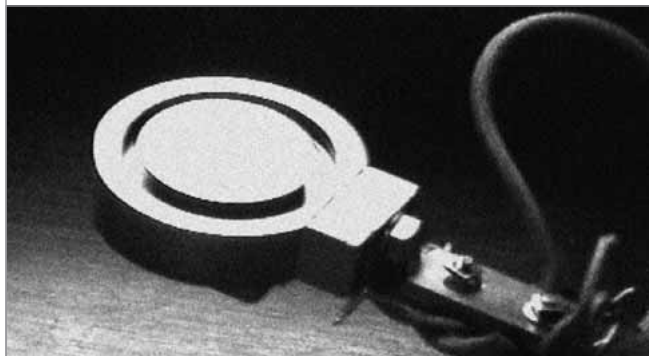


Abbildung 1
Schematische
Skizze und Foto
der Thermosonde



Substrattemperatur während des Plasmaprozesses. Dabei wird ein Substrat-Dummy, dessen Wärmekapazität entsprechend des zu erwartenden Energieeintrages gewählt werden muss und der thermisch nahezu isoliert ist, in das Plasma an die Position des Substrates gebracht. Mit der Thermosonde kann auch gleichzeitig der Strom auf das Substrat gemessen werden. Außerdem lässt sich eine Substratvorspannung anlegen, mit der der Anteil der Ladungsträger zum integralen Energieeinstrom variiert werden kann.

Bei Niederdruckplasmaprozessen (wie z. B. dem Sputtern) wird das Substrat erwärmt und erreicht - nach einer gewissen Zeit - ein thermisches Gleichgewicht. Dieser stabile Zustand wird durch eine Bilanz des Energieeinstroms aus dem Plasma und des Energieabstromes von der Oberfläche bestimmt. Das Energiegleichgewicht auf der Oberfläche ergibt sich aus:

$$Q_{\text{in}} = \dot{H}_s + Q_{\text{out}} \quad (1)$$

wobei $\dot{H}_s = mc \frac{dT_s}{dt}$ die Erwärmung des Substrates

(der Masse m und der spezifischen Wärmekapazität c) bezeichnet. Q_{out} erfasst die Wärmeverluste durch Strahlung und Wärmeleitung durch Gas und Substrat ebenso, wie Verluste durch Desorption, endotherme chemische Reaktionen sowie das Sputtern vom Substrat und Sekundärelektronenemission. In den meisten Fällen stellt die Wärmeleitung des Substrathalters, verglichen mit anderen Verlusten, die dominante Wärmesenke dar. Der integrale Energieeinstrom Q_{in} auf die Substratoberfläche ist das Oberflächenintegral über der Summe der verschiedenen Beiträge (Energiefluss pro Zeit und Fläche):

$$Q_{\text{in}} = \int (J_{\text{rad}} + J_e + J_i + J_n + J_{\text{ads}} + J_{\text{react}} + J_{\text{ext}}) dA \quad (2)$$

J_{rad} ist die Wärmestrahlung zur Substratoberfläche, J_e die durch die Elektronen übertragene kinetische Energie, J_i der potenzielle und kinetische Energietransfer durch Ionen und J_n ist der Beitrag neutraler Spezies aus dem Gasraum und schneller gesputterter Neutralteilchen, die zum Wachstum der Schicht beitragen. Letztere Terme in Gleichung (2) stehen für Energien, die durch Adsorption oder Kondensation (J_{ads}) freigesetzt werden sowie für die Reaktionsenergie von exothermen Prozessen, einschließlich der molekularen Oberflächenrekombination (J_{react}). Darüber hinaus wird das thermische Gleichgewicht an der Oberfläche auch durch Energieeintrag durch externe Quellen (J_{ext}), z. B. Substratheizung, beeinflusst [1,2].

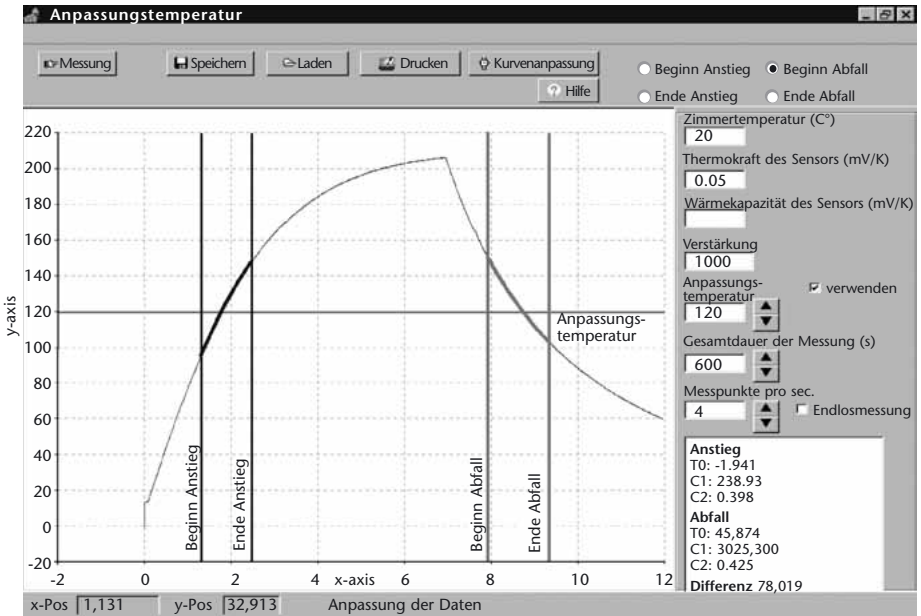
Während der Aufheizphase („Plasma an“: $Q_{\text{in}} > 0$) wird H_s durch \dot{H}_s (heizen) = $Q_{\text{in}} - Q_{\text{out}}$ und während der Abkühlphase („Plasma aus“: $Q_{\text{out}} = 0$) durch \dot{H}_s (kühlen) = $-Q_{\text{out}}$ bestimmt. Durch Einsetzen dieser Ausdrücke in die Gleichung (1) ergibt die Differenz den Energiezustrom:

$$(3) \quad Q_{\text{in}} = \dot{H}_s \text{ (heizen)} - \dot{H}_s \text{ (kühlen)}$$

$$= mc \left\{ \left(\frac{dT_s}{dT} \right)_{\text{heizen}} - \left(\frac{dT_s}{dT} \right)_{\text{kühlen}} \right\}_T.$$

Wenn der Anstieg dT_s/dt bei derselben Temperatur T bestimmt wird, ist der Ausdruck innerhalb der Klammern der Gleichung (3) eine zur Wärmeenergie am Substrat proportionale Größe (Abb. 2). Um absolute Werte von Q_{in} zu erhalten, muss die spezifische Wärme der Thermosonde jedoch mit Hilfe einer bekannten Wärmequelle bestimmt werden [3].

Durch die Messung des Energieeinstroms bei verschiedenen Spannungen am Substrat V_s können die Beiträge von Ionen und Elektronen von denen anderer Quellen separiert werden. Zu diesem Zweck kann die Thermosonde (Substrat)



mit einer externen DC-Spannung beaufschlagt werden. Gleichzeitig wird der elektrische Strom auf das Substrat gemessen und man kann somit die I-U-Charakteristik des Substrates bestimmen, welche einer üblichen Sondencharakteristik vergleichbar ist [4].

Visualisierung des Magnetroninflusses mittels mikroskopischer Testteilchen

Durch die Visualisierung der Teilchenflüsse vom Sputter-Magnetron (Elektronenfluss, Impulsübertrag, Ionenreibung etc.) mittels geladener mikroskopischer Testteilchen können Potenzial- und Feldverteilungen sowie Inhomogenitäten im Plasma tatsächlich beobachtet und abgeschätzt werden [5].

Abbildung 2
Messung des Temperaturanstiegs und -abfalls dT/dt während plasma-on- und plasma-off-Phase mit der Thermosonde und Auswertung zur Bestimmung des integrierten Energieeinstroms

Wenn Mikro-Partikel in ein Plasma injiziert werden, werden sie durch die fließenden Ströme negativ aufgeladen und können in der Entladung eingefangen werden. Das Einfangen ist auf das Gleichgewicht der auf die Teilchen wirkenden Kräfte zurückzuführen. Da die Partikel kleine isolierte Substrate in einer Plasmaumgebung darstellen, bleiben sie stets auf Floatingpotenzial. Im Ergebnis kann die Nettoladung $Q = Ze_0$ eines Teilchens in Mikrometergröße in der Größenordnung von einigen tausend Elementarladungen e_0 liegen. Die geladenen Partikel wechselwirken nun mit dem elektrischen Feld vor den Elektroden beziehungsweise Wänden, sie können als schwebende, ring- oder kuppelförmige Staubwolken in den Randschichten des Plasmas beobachtet werden (*Abb. 3*). Die elektrostatische Kraft muss dabei durch verschiedene andere Kräfte ausgeglichen werden, um die Partikel einzufangen und zu halten [6,7].

Beispielsweise wurde in Experimenten die Wirkung eines DC-Magnetrons auf eine in einem HF-Plasma aufgeladene und eingefangene Pulveransammlung untersucht. Der Effekt des Magnetrons auf das Einfangverhalten ist zurückzuführen auf:

- Änderung der Randschicht und des Feldes (Plasmadichte in der Einfangregion)
- Ladung der Pulverteilchen (erhöhte Aufladung durch Elektronen vom Magnetron)
- Beschichtung der Teilchen, sowie Aufheizung

Der zusätzliche Elektronenfluss vom Magnetron bewirkt im radialen HF-Feld und dem Magnetfeld des Magnetrons eine radiale Ablenkung der Elektronen, die ihrerseits eine ambipolare kreisförmige Ionendrift verursachen. Diese vor der

HF-Elektrode kreisenden Ionen stoßen die eingefangenen Partikel über Ionenreibung und veranlassen deren Rotation, die man tatsächlich beobachten kann (Abb. 3). Wird die Magnetronentladung abgeschaltet, so wird die Rotation augenblicklich durch Neutralteilchenreibung des Arbeitsgases gestoppt und die Teilchen schweben dann wieder bewegungslos vor der HF-Elektrode [8].

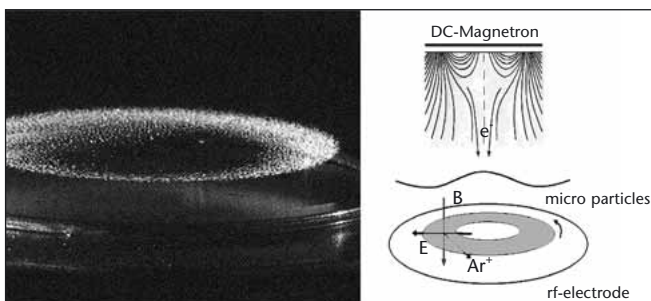


Abbildung 3
Rotierende Partikel-
wolke unter dem
Einfluss des Magnet-
ronbetriebs (links)
und Darstellung der
die Ionendrift verur-
sachenden Felder
(rechts)

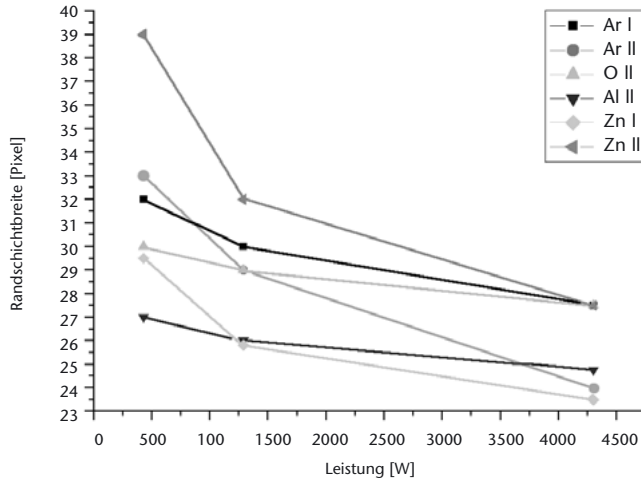
Charakterisierung der Randschicht mittels CCD-Photometrie

Schließlich gibt die analytische CCD-Photometrie bei verschiedenen Filterwellenlängen Auskunft über die Anregungsverhältnisse und damit die Energie der Elektronen zur Stoßanregung in der Randschicht vor dem Magnetron [4].

So wurde z. B. die Schichtdicke d_{sh} ZnO-Sputtern für zwei verschiedene Anregungsniveaus des Zn (Zn I und Zn II) bei 636 nm und 491.5 nm bestimmt (Abb. 4). Da die erforderliche Energie für die Anregung der Zn I-Linie kleiner als die Anregungsenergie für die Zn II-Linie ist, kann das Plasma („Glimmsaum“) bei der 636 nm Linie näher an der Kathode (Elektrode) als für die 491.5 nm Linie beobachtet werden. Diese Beobachtung (Seeliger'sche Glimmsaumregel

[9]) ist eine direkte Folge der kinetischen Energie der Elektronen, die in der Randschicht beschleunigt werden. Je größer der Abstand von der Kathode ist, desto mehr kinetische Energie gewinnen die Elektronen für Stoßanregungsprozesse.

Abbildung 4
 Beobachtung verschiedener Anregungsniveaus gesputterter Spezies (z. B. Zn I und Zn II) vor der Kathode



Zusammenfassung

Der Energiezustrom auf das Substrat ist eine der wichtigsten Kenngrößen der Plasma-Wand-Wechselwirkung für den Vergleich und die Skalierung von Plasmaprozessen. Durch die relativ einfache Bestimmung der zeitlichen und räumlichen Entwicklung der Oberflächentemperatur und daher der thermischen Bedingungen an der Substratoberfläche, die durch den Plasmaprozess induziert werden, gestatten ein Verständnis und die Voraussage der resultierenden Oberflächeneigenschaften. Durch Vergleich zwischen Experiment und Modell können die relevanten energetischen Beiträge separiert und identifiziert werden.

Die Methode gestattet auch eine Abschätzung der thermischen Bedingungen an der Substratoberfläche.

Durch den Einsatz von „Partikelsonden“ lassen sich lokale elektrische Felder und Potenzialverteilungen (Teilchen als elektrostatische Sonden) vor Elektroden bzw. Substraten sichtbar machen. Darüber hinaus erhält man Einblicke in das Verhalten von mikrodispersen Teilchen bei Plasmaprozessen, um das „particle management“ besser zu beherrschen.

Die Randschichtphotometrie gestattet eine qualitative Bestimmung des Ortes für bestimmte elektronische Anregungsprozesse und damit auch eine qualitative Bestimmung der energetischen Verhältnisse in der Randschicht.

Die drei vorgestellten Messmethoden der „nicht-konventionellen“ Plasmadiagnostik lassen sich relativ einfach und ohne großen Aufwand auch an Magnetron-Sputterquellen zur Abscheidung metalloxidischer Schichten realisieren.

Danksagung

Die Arbeiten wurden gefördert durch das BMBF (Projektträger im DLR) im Verbundprojekt „Erneuerbare Energien: Zinkoxidschichten für Dünnschichtsolarzellen“ unter FKZ 01SF0315.

Literatur

- [1] J. A. Thornton: J. Vac. Sci. Technol. 11, 666 (1974).
- [2] H. Kersten, H. Deutsch, H. Steffen, G. M. W. Kroesen, R. Hippler: Vacuum 63, 385 (2001).
- [3] H. Kersten, D. Rohde, J. Berndt, H. Deutsch, R. Hippler: Thin Solid Films 377-378, 585 (2000).
- [4] H. Kersten, E. Stoffels, W. W. Stoffels, M. Otte, C. Csambal, H. Deutsch, R. Hippler: J. Appl. Phys. 87, 3637 (2000).
- [5] K. Matyash, M. Fröhlich, H. Kersten, G. Thieme, R. Schneider, M. Hannemann, R. Hippler: J.Phys.D: Appl.Phys. 37, 2703 (2004).
- [6] A. Melzer, A. Homann, A. Piel: Phys. Rev. E 53, 2757 (1996).
- [7] G. E. Morfill, H. M. Thomas, U. Konopka, M. Zuzic: Phys. Plasmas 6, 1769 (1999).
- [8] H. Kersten, G. Thieme, M. Fröhlich, D. Bojic, D. H. Tung, M. Quaas, H. Wulff, R. Hippler: Pure Appl. Chem. 77, 415 (2005).
- [9] R. Seeliger: „Einführung in die Physik der Gasentladungen“, J. A. Barth, Leipzig 1926.