



DIPLOMARBEIT

# Triodensputterdeposition der Innenseite von Hohlzylindern geringen Durchmessers

ausgeführt am

Institut für Allgemeine Physik  
der Technischen Universität Wien  
Wiedner Hauptstraße 8-10/134  
A-1040 Wien

unter der Anleitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Johann Laimer

durch

Eva Ruppert  
Sandtnergasse 30  
A-1210 Wien

Wien, 7. September 2008



# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>1</b>
<b>Abstract</b>	<b>2</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>3</b>
<b>2 Theoretischer Hintergrund</b>	<b>5</b>
2.1 Gasentladungen . . . . .	5
2.2 Der Prozess des Sputterns . . . . .	5
2.3 Triodensputterdeposition . . . . .	8
2.4 Gleichgewichtsrechnungen . . . . .	10
<b>3 Experimenteller Aufbau</b>	<b>13</b>
3.1 Der Prozessreaktor . . . . .	13
3.1.1 Überblick . . . . .	13
3.1.2 Das Filament . . . . .	17
3.1.3 Das Target . . . . .	19
3.1.4 Proben und Substrathalter . . . . .	21
3.2 Das Vakuumsystem . . . . .	22
3.3 Die elektrische Versorgung . . . . .	22
3.3.1 Netzgeräte . . . . .	22
3.3.2 Verschaltung . . . . .	24
<b>4 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>29</b>
4.1 Charakterisierung der Entladung . . . . .	29
4.1.1 Zündung der Entladung . . . . .	29
4.1.2 Charakterisierung des Filaments . . . . .	30
4.1.2.1 Kennlinie . . . . .	30

4.1.2.2	Abhängigkeit des Stroms der Glühkathodenentladung vom Filament . . . . .	32
4.1.2.3	Diskussion: Belastung des Filaments . . . . .	33
4.1.3	Stabilitätsbereiche der Glühkathodenentladung . . . . .	35
4.1.4	Parameterstudien für Target- und Substratstrom . . . . .	40
4.2	Beschichtungsversuche . . . . .	46
4.3	Besonderheiten im Betrieb . . . . .	51
4.3.1	Kontamination des Versuchsreaktors . . . . .	51
4.3.2	Thermische Belastung des Systems . . . . .	56
4.3.3	Instabilitäten der Entladung . . . . .	57
4.3.4	Konstruktive Probleme und Verbesserungsvorschläge . . . . .	58
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>61</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>63</b>
<b>A</b>	<b>Detailpläne der Einzelteile des Reaktors</b>	<b>65</b>
<b>B</b>	<b>Rohdaten</b>	<b>78</b>
	Zeittafel . . . . .	79
B.1	Kennlinie des Filaments . . . . .	80
B.2	Abhängigkeit des Anodenstroms von der Filamentleistung . . . . .	80
B.3	Variation der Anodenspannung $U_a$ . . . . .	82
B.4	Variation der Targetspannung . . . . .	90
B.5	Variation der Substratspannung . . . . .	101
B.6	Ausliterungsversuche während der Beschichtungsprozesse . . . . .	104

# Danksagung

Besonders danken möchte ich Prof. Laimer, für die großartige Betreuung meiner Diplomarbeit. Seine wertvollen Ratschläge für die Konstruktion der Anlage waren unerlässlich für den Erfolg des Projektes. Auch bei der Durchführung der Experimente war er stets tatkräftig an meiner Seite und wusste Rat, wenn nichts so funktionierte, wie es sollte. Stets hatte er ein offenes Ohr für meine Probleme und stand immer bei der Lösung zur Verfügung.

Prof. Störi gebührt besonderer Dank, auch er hat mich mit wertvollen Tipps für die Konstruktion versorgt. Besonders beeindruckt hat er mich mit seiner fachkundigen Hilfe beim Auffinden von Lecks, während dieser Nachmittage habe ich so einiges an Vakuumtechnik gelernt.

Finanzielle Unterstützung fand diese Arbeit von der Firma Miba. Besonders erwähnt sei Dr. Walter Gärtner, auf dessen Betreiben hin das Projekt gestartet wurde und die Fertigung von einigen wichtigen Teilen der Anlage durch Miba veranlasst wurde.

Ich danke allen Mitarbeitern des Instituts für Allgemeine Physik, insbesondere den Mitarbeitern der Werkstatt, Herrn Ing. Wolfgang Beck, Herbert Schmidt und Rainer Gärtner. Sie alle haben mit wertvollen Hinweisen für die Konstruktion essentiell zum Funktionieren der Anlage beigetragen. In monatelanger Arbeit haben sie die einzelnen Teile des Versuchsaufbaus angefertigt, doch auch danach fand ich bei ihnen stets Rat und tatkräftige Hilfe bei allfälligen Problemen. Danke auch an DI Margarethe Traxler, DI Gregor Kowarik und Dr. Werner Smekal für ihre Unterstützung in allen Lebenslagen. Weiters sei auch Herr Ing. Paul Berlinger erwähnt. Seine Hilfe bei der Beschaffung der benötigten Instrumentarien war unerlässlich, seine Hilfsbereitschaft und Freundlichkeit unermesslich.

Vielen Dank an Frau Waas und Herrn DI Hashemi für die Durchführung der EDAX-Messungen. Danke auch an Prof. Eisenmenger für seine Hilfe und für das Netzgerät, das er zur Verfügung stellte. An dieser Stelle sei auch allen Leuten gedankt, die geholfen haben, dieses und auch die anderen schweren Netzgeräte zu meinem Versuchsaufbau zu transportieren; insbesondere seien hier Rudolf Höfler und Hanno Reicher erwähnt.

Eine unschätzbare Hilfe und Stütze war und ist mir mein Freund Georg, der mich mental und tatkräftig unterstützt. Sei es Korrekturlesen dieser Arbeit, die Reparatur eines Laptops oder sonstige Fragen der Organisation, oder sei es vielleicht nur eine starke Schulter zum Anlehnen; er ist immer für mich da.

Meinen Eltern Gabriele und Wolfgang möchte ich danken, dass sie mir ermöglicht haben, Physik zu studieren und dabei immer voll hinter mir standen. Zu Hause fand ich stets vollste Unterstützung und Verständnis vor, das ist nicht selbstverständlich.

# Abstract

Für die Herstellung von Gleitlagern, einem essentiellen Teil eines Verbrennungsmotors, müssen Hohlzylinder aus Stahl an der Innenseite mit Kupfer- oder Aluminiumlegierungen beschichtet werden. Konventionelle Methode der Herstellung ist dabei bislang Magnetronspütern, das viele Vorteile für diese Anwendung bietet. Dieses Verfahren ist aber bislang auf Innendurchmesser von 70 mm oder mehr beschränkt. Als vielversprechende Alternative für die Beschichtung der Innenseite von Buchsen mit 30,5 mm Innendurchmesser ist die Triodensputterdeposition in dieser Arbeit erprobt und untersucht worden. Die Ergebnisse sind sehr erfolgversprechend: Triodensputterdeposition ist eine verlässliche und verhältnismäßig einfache Methode, diese Aufgabenstellung zu erfüllen. Eine umfassende Charakterisierung der Entladung mit all ihren Parametern wurde vorgenommen, um grundlegende Zusammenhänge der einzelnen Kenngrößen zu erfassen. Zusätzlich wurden auch etliche Beschichtungsversuche durchgeführt, die den Zusammenhang mit den Prozessparametern herstellen, und somit die systematische Beschreibung der Triodensputterdeposition vervollständigen. Beschichtungsraten von bis zu  $1,4 \mu\text{m}/\text{min}$  konnten im Zuge dieser Arbeit erzielt werden, eine Rate, die selbst mit Magnetronspütern, das bereits vielfach erforscht und optimiert ist, nicht immer erreicht werden kann. Erste Untersuchungen der Schichten lassen vermuten, dass die Qualität der durch Triodensputterdeposition aufgetragenen Schichten vergleichbar mit denjenigen von Magnetronspütern ist. Einer weiteren Miniaturisierung der Buchsen steht zudem nichts im Wege, da die Geometrie der Entladung weiter verkleinert werden kann. Auch eine weitere Erhöhung der Rate ist sicherlich durch weitere Optimierung möglich. Diese Arbeit stellt somit einen ersten Schritt in der Entwicklung eines Verfahrens dar, mit dem weit kleinere Buchsen beschichtet werden können, als mit konventionellen Techniken, ohne Verlust von Qualität der Schichten oder Effizienz des Prozesses.

# Kapitel 1

## Einleitung

Sputterdeposition ist ein Verfahren zur Beschichtung, das der Gruppe der PVD- (*physical vapour deposition*, dt. Gasphasenabscheidung) Verfahren angehört. In einer Gasentladung mit relativ niedrigem Druck (bis zu 1 Pa) wird dabei an der Kathode durch den Beschuss mit positiv geladenen Ionen Material abgetragen, auch "sputtern" (dt. zerstäuben) genannt. Ist der Druck nun nicht zu hoch und ist das zu beschichtende Material (Substrat) geometrisch günstig angeordnet, können dadurch homogene Schichten abgeschieden werden.

Eine bedeutende Spezialanwendung ist die Beschichtung von Gleitlagern. Diese stellen eine wichtige Komponente in modernen Verbrennungsmotoren dar, sie dienen der Lagerung und Führung von Kolbenbolzen und Kurbelwellen. Es handelt sich bei Gleitlagern also um Buchsen oder Halbschalen, die an der Pleuelstange montiert werden. Die hohe mechanische und thermische Belastung dieser Teile macht eine effiziente und zuverlässige Schmierung im Inneren dieser Buchsen notwendig, eine elegante Methode ist der Einsatz von sogenannten selbstschmierenden Lagern. Als Schmierung fungieren dabei weiche Materialien, wie Kupfer- oder Aluminiumlegierungen. Diese Buchsen können entweder vollkommen aus diesen Materialien gefertigt werden, oder in dünnen Schichten auf eine Stahlbuchse aufgebracht werden. Die Beschichtung ist dabei aber vorteilhafter, da Stahlbuchsen härter und haltbarer sind als die weichen Aluminium- und Kupferlegierungen. Dies ist zudem auch eine Kostenfrage, da in den letzten Jahren insbesondere die Kupferpreise stark gestiegen sind. Zur Beschichtung der Stahlbuchsen werden folgende Methoden angewandt:

- Magnetronsputtern, ein Gleichstrom-Sputterdepositionsverfahren, bei dem ein magnetisches Feld eingesetzt wird, um die Gasentladung zu unterstützen und zu steuern
- Schleuderguss
- Galvanische Abscheidung der Materialien

Ersteres Verfahren verfügt gegenüber den anderen Möglichkeiten, solche Buchsen herzustellen, über drei wesentliche Vorteile:

- Jede Kombination von Werkstoffen ist möglich, solange Target und Substrat in fester Form vorliegen.
- Die aufgetragenen Schichten weisen eine feinere Schichtstruktur auf. Mittels Magnetronspultern können Korngrößen von  $3\ \mu\text{m}$  erreicht werden, was um einen Faktor 100 kleiner ist als die bei anderen Verfahren erreichten. Kleine Korngrößen wirken sich positiv auf die Schichteigenschaften, wie zum Beispiel die Härte, aus.
- Die Vorreinigung der Substrate kann leicht in einem Schritt direkt vor dem Prozess durch Sputterätzen, also Reinigen des Substrates, erfolgen, eine erneute Kontamination vor dem Beschichtungsprozess ist dank des Vakuums nur schwer möglich.

Eine Anwendung dieser Methode des Magnetronspulterns ist somit anderen vorzuziehen und wird bisher bei Buchsen bis zu Innendurchmessern von mindestens 70 mm sehr erfolgreich angewendet. Bei kleineren Buchsen allerdings muss auf die alternativen Fertigungsmethoden zurückgegriffen werden, da es bei geringen Innendurchmessern sehr schwierig wird, einen Magneten ins Innere der Buchse einzubringen. Der ferromagnetische Stahl, aus dem die Buchsen bestehen, schirmt das Magnetfeld weitestgehend ab und macht somit eine Platzierung außerhalb des Gleitlagers unmöglich.

Eine wichtige Zielsetzung bei der Konstruktion von modernen Verbrennungsmotoren ist die der sogenannten "green engine". Dies bezeichnet eine Maschine, die keinerlei Komponenten enthält, die umweltschädigend sind, und auch keine Fertigungsverfahren nötig macht, wo solche Stoffe verwendet werden. Die Sputtertechnologie ist so ein Fertigungsverfahren, da keinerlei zusätzliche chemische Mittel zur Aufbringung der Schichten, wie zum Beispiel bei der Galvanik, nötig sind. Dementsprechend ist es das erklärte Ziel, mit dieser Technologie auch Buchsen herzustellen, die kleiner sind als die bisher in Fertigung befindlichen mit einem Innendurchmesser von 70 mm sind. Die technische Grenze, wo Magnetronspultern noch eingesetzt werden könnte und an deren Implementierung derzeit gearbeitet wird, liegt etwa bei 50-60 mm. Für kleinere Buchsen muss ein Alternativverfahren entwickelt werden. Ein mögliches Verfahren stellt dabei die *Triodensputterdeposition* dar. Dies ist eine ältere Technik, Schichten aufzubringen, die vor allem im Bereich der Halbleiterindustrie Anwendung fand, ehe das Magnetronspultern Verbreitung fand. Dabei wird eine zusätzliche, dritte Elektrode eingebracht, die gleichzeitig als Glühdraht fungiert und durch thermische Emission von Elektronen die Entladung aufrecht erhält. Dabei wird die Erzeugung des Plasmas vom Sputterprozess entkoppelt.

Ziel dieser Arbeit ist es zu demonstrieren, dass mittels Triodensputterdeposition die Beschichtung der Innenseite einer solchen kleinen Buchse möglich ist. Als Maße wurden repräsentativ ein Innendurchmesser von lediglich 30,5 mm und eine Höhe von 50 mm festgelegt, als Material wurde Stahl SAE 1010 gewählt. Als Targetmaterial wurde wegen der leichten Verfügbarkeit  $\text{CuSn}_3$  gewählt, ein Material, das den normalerweise eingesetzten Stoffen sehr ähnlich ist. Eine weitere Zielsetzung in dieser Arbeit ist es zudem, die Entladung ausreichend zu charakterisieren.

# Kapitel 2

## Theoretischer Hintergrund

### 2.1 Gasentladungen

Als Gasentladung werden Prozesse bezeichnet, bei denen elektrischer Strom durch Gas fließt. Dabei entsteht ein sogenanntes Plasma, das oft auch als der vierte Aggregatzustand von Materie bezeichnet wird. Wichtigstes Kennzeichen eines Plasmas ist die sogenannte Quasineutralität, d. h. das Bestehen von ionisiertem Gas, wobei aber positive und negative Ladungsträger in gleicher Anzahl vorhanden sind. Die Anzahl der Ladungsträger kann dabei auch wesentlich geringer als die Anzahl neutraler Teilchen sein. Beim Prozess der Sputterdeposition fungiert die Gasentladung als Quelle für Ionen, die für die Zerstäubung der Kathode verantwortlich sind.

Es gibt viele verschiedene Arten von Gasentladungen, selbständige und unselbständige, in verschiedensten Druckbereichen und Stromdichten. Das Triodensystem fällt dabei in die Gruppe der sogenannten Glimmentladungsprozesse. Bei einer Glimmentladung handelt es sich um ein sogenanntes „kaltes Plasma“, bei dem die Ionen bzw. Atome in einem Temperaturbereich von 300-500 K bleiben, während die Elektronentemperaturen Werte von bis zu  $10^5$  K erreichen können. Der Ionisationsgrad erreicht hierbei typischerweise keine höheren Werte als  $10^{-4}$ . Charakteristisch für eine Glimmentladung ist auch die Ausbildung einer speziellen räumlichen Struktur der Entladung in Hinsicht auf Leuchterscheinungen und Potentialverteilung. Bei der einfachsten Realisation einer Gleichstrom-Glimmentladung wird zwischen zwei Elektroden in einem Entladungsrohr eine Spannung angelegt, woraufhin sich bei geeigneten Bedingungen eine selbständige Gasentladung ausbilden kann.

### 2.2 Der Prozess des Sputterns

Bei der einfachsten Konfiguration einer Glimmentladung tritt bei höheren Entladungsspannungen ein Materialabtrag der Kathode auf, der durch den Beschuss der Kathode (im Zusammenhang mit Sputtern auch oft Target genannt) von positiven Ionen verursacht wird. Beim Aufprall eines Ions oder auch eines ungeladenen Atoms auf einer Oberfläche kommt es zu verschiedenen Effekten, die von Energie, Ladung

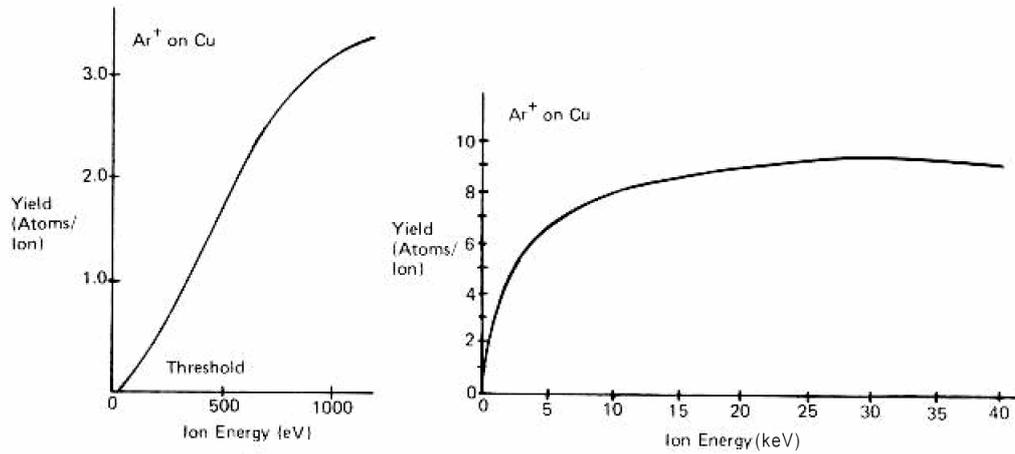
und Einfallswinkel abhängen, sowie vom Verhältnis der Massen des Targetmaterials und der Projektile. Dies sind unter anderem Streuung der Ionen, Aussendung von Sekundärelektronen, Implantation der auftreffenden Teilchen, Veränderung der Kristallstruktur an der Oberfläche und eben auch der hier erwünschte Prozess der Emission von Teilchen an der Oberfläche. Dabei löst ein einzelnes auftreffendes Teilchen eine ganze Kaskade von Kollisionen im Target aus, an deren Ende die Aussendung eines Oberflächenatoms stehen kann. Dieser Prozess ist eher ineffizient, nur 1% der Energie der auftreffenden Atome und Ionen kann in Energie der gesputterten Atome umgewandelt werden, der Rest führt zur Erwärmung des Targets. Wichtiger Parameter dieses Prozesses ist die sogenannte Sputterausbeute, die definiert ist als Anzahl der emittierten Targetteilchen pro einfallendem Ion. Nach Chapman [1] (S. 180ff) kann die Sputterausbeute bei Energien bis zu 1 keV folgendermaßen bestimmt werden:

$$Y = \frac{3\alpha}{4\pi^2} \frac{4m_i m_t}{(m_i + m_t)^2} \frac{E_i}{E_0}, \quad E_i \lesssim 1 \text{ keV} \quad (2.1)$$

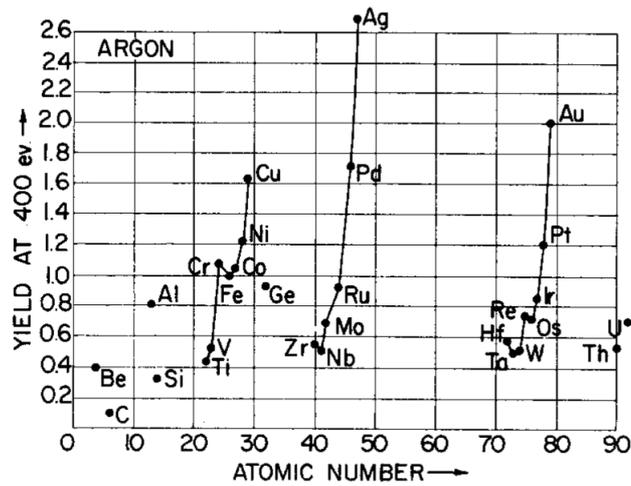
wobei  $m_i$  der Masse der einfallenden Ionen und  $m_t$  der Masse der Targetteilchen entsprechen.  $E_i$  bezeichnet die Einfallenergie Ionen,  $E_0$  die Sublimationsenthalpie des Targets. Der Parameter  $\alpha$  ist eine Funktion des Verhältnisses der beteiligten Massen und variiert daher je nach Material zwischen Werten von 0,17 bis 1,4. Es ist daher zweckdienlicher, Kurven für  $Y$  für die relevanten Materialkombinationen anzugeben. Abbildung 2.1(a) zeigt die Sputterausbeute für Kupfer und Argon als Funktion der Einfallenergie der Ionen. Bei Energien über 1 keV ändert sich das Verhalten und die Sputterausbeute geht schließlich in Sättigung über, da zusätzliche Energie nur noch zu Ionenimplantation führt. Abbildung 2.1(b) zeigt die Abhängigkeit der Sputterausbeute vom Target bei Verwendung von Argon als Sputtergas mit einer Einfallenergie von 400 eV. Dies ermöglicht einen relativen Vergleich der Effizienz des Sputterprozesses für verschiedene Metalle. In einer realen Gasentladung können zwar auch andere Einfallswinkel als  $90^\circ$  auftreten, bei planarer Geometrie findet aber bevorzugt senkrechter Beschuss statt. Die einfallenden Ionen sind in einer Gasentladung allerdings mitnichten monochromatisch, vielmehr sind die Energien verteilt, wobei das Maximum der Energie bei der angelegten Spannung liegt. An Abbildung 2.1(b) ist die relativ hohe Sputterausbeute für Kupfer im Vergleich zu anderen Metallen erkennbar. Beim Sputtern von Legierungen mit mehreren Metallen und unterschiedlicher Sputterausbeute kann aber trotzdem bei hinreichender Sputterzeit des Targets dasselbe Verhältnis der beiden Komponenten hergestellt werden. Am Beginn des Prozesses wird zwar mehr Material der Komponente mit höherer Sputterausbeute abgetragen, dadurch kommt es allerdings zu einer Anreicherung der anderen Komponenten an der Oberfläche, bis sich ein Gleichgewicht einstellt und alle Komponenten im Verhältnis der Legierung abgetragen werden. Der Abtrag des Targets, die Sputterrate, ergibt sich nach Haefler, [2] (S. 97), in Abhängigkeit der Sputterausbeute zu folgendem Ausdruck:

$$\dot{x} = \frac{M}{eN_A \varrho} j_i Y \quad (2.2)$$

Dabei bezeichnet  $M$  die molare Masse des Targets,  $\varrho$  seine Dichte,  $j_i$  die Ionenstromdichte,  $e$  die Elementarladung und  $N_A$  die Loschmidt'sche Zahl. Besonders wichtig



(a)



(b)

Abbildung 2.1: (a) Sputterausbeute als Funktion der Energie für Argon und Kupfer [1](S. 182) (b) Sputterausbeute für senkrechten Beschuss mit Argon mit einer Energie von 400 eV für verschiedene Targets [3].

ist hierbei die lineare Abhängigkeit der Sputterrate von der Stromdichte der einfallenden Teilchen.

Ein häufig auftretendes Problem bei Sputterprozessen ist das Auftreten von Instabilitäten, sogenannten Arcs. Dabei treten lokal Lichtbögen auf, die eine geringere Spannung zum Erhalt benötigen und deren Stromdichten weit über der von Glimmentladungen liegen. Folge davon ist die starke Erwärmung an der Stelle, wo der Arc auftritt, oft sind nach dem Prozess Brandflecke oder sogar Löcher in der aufgetragenen Schicht sichtbar. Verursacht werden können solche Instabilitäten zum Beispiel durch Verschmutzung des Targets, Ausgasen des Targets oder auch durch Unebenheiten an der Oberfläche (nach Chapman [1], S. 195). Treten bei einem Prozess zu viele Instabilitäten auf, kann es nötig werden, das Target vorzubehandeln, aber auch eine langsame Spannungserhöhung und damit ein schonenders Sputtern zu Beginn des Prozesses können Besserung bringen.

### 2.3 Triodensputterdeposition

Als Kathode kann bei einer Glimmentladung auch ein geheiztes Filament dienen. Nach Chapman [1](S. 256ff) zeigt eine solche Entladung die Charakteristika einer normalen Glimmentladung, mit dem Unterschied, dass die Elektronenemission an der Kathode primär thermionisch erfolgt. Da auf diese Weise die Versorgung mit Elektronen sehr effizient gesteigert werden kann, gelingt es so, mit Entladungsspannungen von weniger als 100 V schon mehrere Ampere Strom zu ziehen. Zusätzlich könnte zu so einer Konfiguration auch ein Magnet eingesetzt werden, der die Entladung weiter unterstützt, bzw. auch das Zünden bei sehr geringen Drücken bis zu  $10^{-5}$  mbar ermöglicht. Eine einfache Abschätzung der theoretisch möglichen Stromdichte kann mit der Richardson-Dushman Gleichung erfolgen:

$$j = A_R T^2 e^{-\frac{b}{T}} \quad (2.3)$$

$A_R$  und  $b$  sind dabei materialabhängige Konstanten. Für diese können zum Beispiel die bei Janzen [5] (S. 167ff) zitierten Werte eingesetzt werden, siehe dazu auch Tabelle 2.1. Gleichung 2.3 gibt hierbei allerdings nur die Sättigungsstromdichte an, also

Metall/Oxid	$A_R$ [A/cm <sup>2</sup> K <sup>2</sup> ]	$b$ [K]
Molybdän	60,2	49800
Tantal	60,2	47200
Thorium	60,2	38900
Wolfram	60,2	52400
Bariumoxid (1)	1,18	11600
Bariumoxid (2)	1,18	17400
Thoriumoxid	0,016	30200

Tabelle 2.1: Werte für  $A_R$  und  $b$  von verschiedenen Materialien, wie sie bei Janzen [5] (S. 167ff) zitiert sind.

die erreichbare Stromdichte, wenn die Elektronen hinreichend abgesaugt werden und sich keine Raumladung ausbilden kann. Für den Zusammenhang zwischen Temperatur und am Filament umgesetzten elektrischen Leistung gilt unter Vernachlässigung von Wärmeleitung und Konvektion:

$$P = UI = \varepsilon_T(T)\sigma T^4 A \quad (2.4)$$

$\sigma$  ist dabei die Stefan-Boltzmannkonstante,  $\varepsilon_T$  entspricht dem hemisphärischen Gesamtemissionsgrad, der eine Funktion der Temperatur ist,  $T$  ist die Temperatur in Kelvin und  $A$  die Oberfläche des Strahlers.

Für Beschichtungsprozesse wird zusätzlich als dritte Elektrode das aufzutragende Material eingebracht, das sogenannte Target. Durch Veränderung der angelegten (negativen) Spannung am Target kann somit der Sputterprozess unabhängig von der Glühkathodenentladung kontrolliert werden. An geeigneter Stelle wird das Substrat angebracht, das unter Umständen auch als vierte Elektrode fungieren kann, wenn man während des Sputtervorganges auch am Substrat ein Potenzial anlegen möchte, ein Verfahren, das unter dem Namen „bias sputtern“ bekannt ist. Genauere Untersuchungen bezüglich der Abhängigkeit der einzelnen Parameter und der Eigenschaften einer Triodensputterdepositionsanlage mit ebenem Substrat wurden von Tisone und Cruzan [6] angestellt. Demnach sind die wichtigsten Parameter des Sputterprozesses die Stromdichte zum Target und die Ionenenergie, die proportional zum Targetstrom bzw. zur angelegten Spannung sind. Der Targetstrom ist dabei eine lineare Funktion des Entladungsstroms, der selbst wiederum nur durch die am Filament umgesetzte Leistung bestimmt wird.

Für das vorliegende Problem der Beschichtung von Innenflächen von Rohren muss aus geometrischen Gründen das Target im Inneren des Rohres angebracht werden. Wichtige Arbeit auf diesem Gebiet bei der gleichzeitigen Realisation von relativ hohen Beschichtungs-raten wurde dabei von Matson, McClanahan et al. [7, 8] für Stahlzylinder von 25 mm Innendurchmesser und Höhen von bis zu 21,3 cm geleistet. Hierbei wurde ausschließlich Tantal als Targetmaterial verwendet, das eine deutlich niedrigere Sputterausbeute (siehe Abbildung 2.1(b)) als Kupfer hat. In Abbildung 2.2 kann man den experimentellen Aufbau dazu sehen. Das Substrat muss dabei einen fixen Außendurchmesser aufweisen und wird in den wassergekühlten (bzw. gasgekühlten) Substrathalter eingepasst. Die Temperatur wird dabei mit einem Thermoelement überwacht, das mittels einer Feder auf das

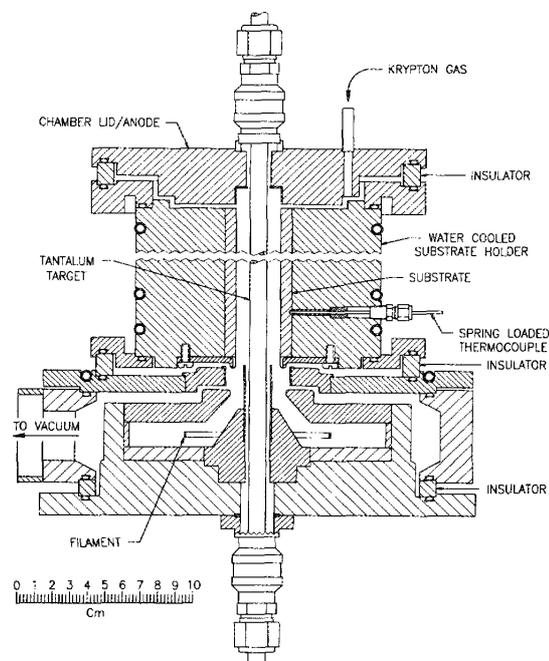


Abbildung 2.2: Apparatur nach McClanahan [7] zur Beschichtung von Stahlrohren mit Tantal.

Substrat gedrückt wird. Als Gas wurden neben Argon und Xenon vor allem Krypton bei einem Druck zwischen 0,4 und 0,67 Pa für die Gasentladung verwendet. Typischerweise wurde zwischen Filament und Anodenplatte eine Spannung von 60 V verwendet, und Entladungsströme von 12 A [8] bzw. sogar bis zu 25 A [7] konnten erreicht werden. An das Target, einen wassergekühlter Zylinder von ca. 1 cm Durchmesser, wurde zum Sputtern eine Spannung von  $-1500$  V angelegt, erreichbare Ströme lagen dann bei ca.  $10$  mA/cm<sup>2</sup>. Neben der sorgfältigen Reinigung mit Alkohol wurden die Substrate zusätzlich in einer ersten Phase der Entladung gereinigt. Dazu wird nur an das Substrat eine Spannung zwischen  $-100$  und  $-200$  V angelegt, die dann als Kathode der Entladung mit Ionen bombardiert wird, ähnlich wie später das Target. Dadurch geht einiges an Verschmutzung ab und die Schichthaftung wird verbessert. Erreichbare Stromdichten für das Substrat liegen dabei, genauso wie während des Depositionsprozesses, zwischen  $5$ - $10$  mA/cm<sup>2</sup>. In einer optimierten Version des Apparates [8] wurde das Target beweglich gestaltet; an den Enden des Targets sind dabei Stahlzylinder angeschweisst, die während der Reinigungsphase des Substrats als Schmutzfänger dienen. Beim Beginn des Prozesses wird dann das Target wieder in Position gebracht und die Spannung angelegt. Die Spannung am Substrat wurde während des Beschichtungsprozesses als Bias beibehalten. Neuere Publikationen mit diesem Gerät findet man hier [9, 10], wobei interessanterweise in der späteren Arbeit [10] das Gerät nicht mehr mit der Vorrichtung zum Bewegen des Targets ausgestattet ist. Beschichtungsraten von typischerweise  $0,3$   $\mu\text{m}/\text{min}$  konnten bei der Arbeit mit Tantal als Target und Krypton als Sputter-Gas erreicht werden [7].

## 2.4 Gleichgewichtsrechnungen

Leider fehlen in den Arbeiten von McClanahan et al. [7, 8, 9, 10] genauere Angaben zur Leistungsaufnahme, Temperatur und genaue Dimension des Filaments. Es ist lediglich erkennbar, dass es sich um ein Band aus Tantal handelt, das in Form eines Kreises aufgehängt ist. Zum Zweck einer genauen Dimensionierung in einer konkreten Geometrie muss man Gleichgewichtsrechnungen anstellen.

Der Strom der von der Kathode emittierten Elektronen  $I_a$  wird nach Raizer [4] (S. 53ff) um den Faktor  $e^{\alpha d}$  bedingt durch ionisierende Stöße im Gas verstärkt. Der Parameter  $\alpha$  bezeichnet dabei den sogenannten 1. Townsend'schen Ionisationskoeffizienten, der vom vorherrschenden Druck, der Gasart und dem elektrischen Feld abhängig ist. Die Distanz zwischen der Anode und der Kathode wird mit  $d$  bezeichnet. Das elektrische Feld kann nun bei vernachlässigbarer positiver Raumladung vor der Kathode mit dem Quotienten aus  $U/d$  errechnet werden. Mit Hilfe von experimentellen Daten für  $\alpha$ , die bei Raizer zitiert sind [4] (S. 55), kann man den Gasverstärkungsfaktor mit Hilfe dieser Feldstärke bestimmen. Es gilt:

$$jA = I_{Entl}e^{-\alpha d} \quad (2.5)$$

wobei  $I_{Entl}$  nach McClanahan [7] bei bis zu  $20$  A liegt, und  $j$  mit Hilfe von Gleichung 2.3 angesetzt werden kann. Für die Materialkonstanten der Richardson-Dushman

Temperature (K)	Specific Heat (J · kg <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup> )	Electrical resistivity (10 <sup>-7</sup> Ω · m)	Hemispherical total emissivity	Spectral normal emissivity
293.15	—	1.350 <sup>b</sup>	—	—
291.95	—	1.298 <sup>c</sup>	—	—
298.65	—	1.403 <sup>d</sup>	—	—
300	141.8	1.399	—	—
400	143.6	1.875	—	—
500	145.4	2.340	—	—
600	146.9	2.793	—	—
700	148.4	3.236	—	—
800	149.8	3.668	—	—
900	151.1	4.090	—	—
1000	152.5	4.501	—	—
1100	153.8	4.903	0.1354	0.33001
1200	155.3	5.296	0.1539	0.32867
1300	156.8	5.679	0.1725	0.32745
1400	158.5	6.054	0.1910	0.32635
1500	160.3	6.420	0.2095	0.32537
1600	162.4	6.778	0.2280	0.32450
1700	164.7	7.129	0.2466	0.32375
1800	167.2	7.471	0.2651	0.32311
1900	170.1	7.807	0.2836	0.32259
2000	173.3	8.135	0.3021	0.32219
2100	176.9	8.457	0.3207	0.32190
2200	180.9	8.772	0.3392	0.32173
2300	185.4	9.082	0.3577	0.32168

<sup>a</sup> Values from fitted polynomials.

<sup>b</sup> Room-temperature value as provided by the sample manufacturer.

<sup>c</sup> Room-temperature value obtained using the four-probe method with current reversal, measured before the first experiment.

<sup>d</sup> Room-temperature value obtained using the four-probe method with current reversal, measured after the final experiment.

Tabelle 2.2: Einige Kenngrößen von Tantal in Abhängigkeit der Temperatur [11].

Gleichung kann man die Werte aus Tabelle 2.1 einsetzen. Dies gibt eine Gleichung in zwei Unbekannten, der Temperatur und der Oberfläche des Filaments. Typische Temperaturen liegen zwischen 2000 und 2500 K für einen Glühdraht aus Tantal, über 2600 K darf die Temperatur allerdings nie steigen, da sonst der Glühdraht zu stark verformt werden könnte.

Eine weitere Gleichung, mit deren Hilfe man das Filament dimensionieren kann, ist Gleichung 2.4. Diese gibt einen Zusammenhang zwischen Temperatur, Oberfläche und benötigter Leistung des Filaments im Gleichgewichtszustand. Für konstante Temperatur kann man das Filament als Ohm'schen Widerstand betrachten, für den die elektrische Leistung proportional zu  $U^2/R$  ist. Für  $\varepsilon_T$  aus Gleichung 2.4 und für den spezifischen Widerstand  $\rho$  kann man dabei für Tantal Daten von Milosevic et al. [11] verwenden, die in Tabelle 2.2 dargestellt sind. Diese sind allerdings nur bis 2300 K vermessen sind und müssen für Werte darüber extrapoliert werden.

Für den Aufbau gemäß Kapitel 3 kann man davon ausgehen, dass nahezu alle der emittierten Elektronen zur Generierung des Stroms beitragen, die Gasverstärkung ist unter diesen Umständen gleich eins zu setzen. Im konkreten Fall ist die Länge

des Bandes weitestgehend durch die Geometrie vorgegeben, somit ist Gleichung 2.5 nur von der Temperatur und der Breite des Bandes abhängig. Will man eine Temperatur am Filament zwischen 2300 und 2400 K zulassen, so ergibt sich für Tantal eine Filamentbreite zwischen 8,3 und 3,2 mm. Als Mittelweg zwischen den beiden Größen erschien 7 mm sinnvoll, um einerseits nicht zu hohe Temperaturen zu riskieren, falls doch nicht alle der emittierten Elektronen zur Anode abgesaugt werden können, andererseits aber noch genügend Spielraum in der engen Filamentkammer zur Positionierung zu haben. Für eine Temperatur von 2300 K ergibt sich dann aus Gleichung 2.4 ein Leistungsbedarf von 2500 W. Für das Filament sollte man einen nicht zu hohen Spannungsabfall zulassen, 15 V scheint ein guter Wert zu sein. Mit Hilfe des Ohm'schen Gesetzes kann man damit die Dicke des Bandes auf ungefähr 0,1 mm festlegen, womit das Band auch noch eine gewisse mechanische Stabilität aufweist.

# Kapitel 3

## Experimenteller Aufbau

### 3.1 Der Prozessreaktor

#### 3.1.1 Überblick

Abbildung 3.1 zeigt ein Foto der Anlage. Die wichtigsten Bestandteile des experimentellen Aufbaus sind:

- Der Reaktor, bestehend aus folgenden Teilen:
  - Anodenplatte und gleichzeitig Deckel der Anlage, mit Targetdurchführung
  - Substrathalter mit dem Thermoelement zur Kontrolle der Temperatur am Substrat
  - Mittelteil; liefert den Anschlussstutzen für die Pumpe
  - Filamentkammerdeckel; liegt unter der Pumpe, begrenzt die Filamentkammer und ist zudem der Teil, auf dem die Apparatur aufliegt
  - Bodenplatte mit den Filament- und Targetdurchführungen
  - Target
  - Filamenthalterungen aus Kupfer
- Das Gaseinlassventil zum Einlassen von Argon in den Reaktor
- Der Pumpstand
- Die Druckmesszelle zum Überwachen des Vakuums
- Das Kühlsystem, das auf Wasserkühlung der einzelnen Teile basiert

Abbildung 3.2 zeigt eine schematische Skizze des Reaktors in seiner endgültigen Fassung. Wie man leicht erkennen kann, ist die Konstruktion stark an das Vorbild

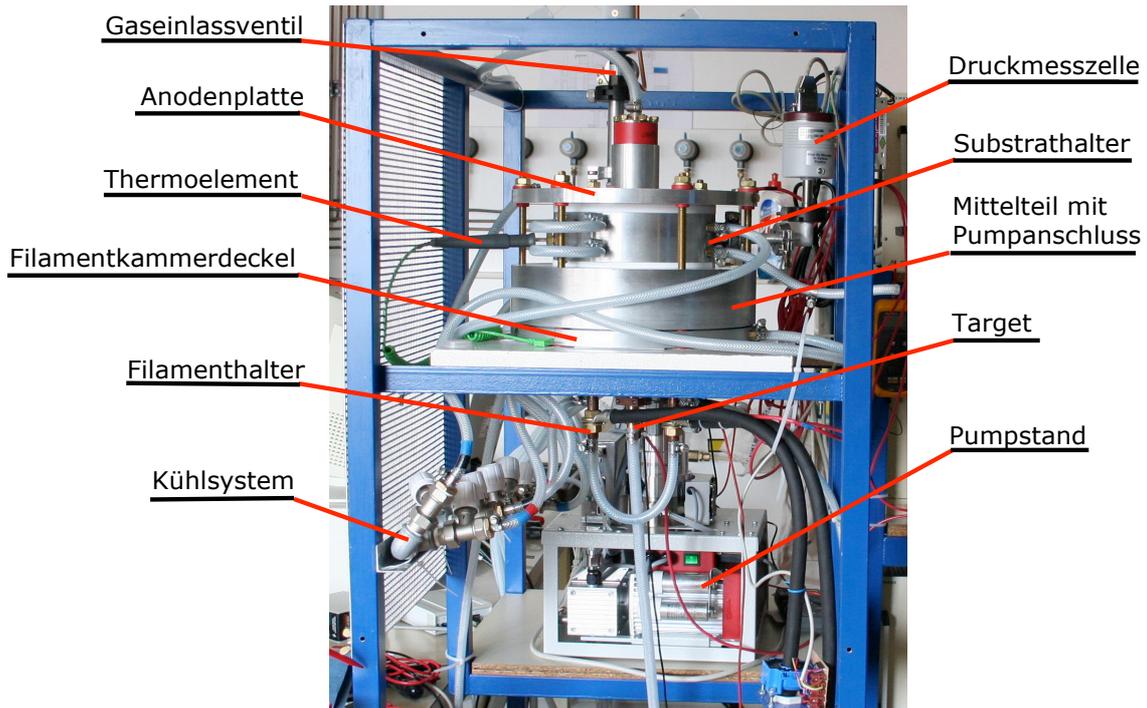


Abbildung 3.1: Experimenteller Aufbau der Anlage.

von McClanahan et al. [7], Abbildung 2.2, angelehnt. Die Konstruktion wurde aber etwas vereinfacht und die ganze Apparatur etwas vergrößert, und an die hier verwendeten Substrate mit 30,5 mm Innendurchmesser angepasst. Auf die Möglichkeit, das Target beweglich zu montieren, wurde aber im Rahmen dieser Arbeit verzichtet.

Alle großen Teile der Anlage wurden aus Aluminium (AlCuMgPb, chemische Zusammensetzung nach DIN 1725-2) gefertigt, da es gegenüber Edelstahl über eine wesentlich bessere Wärmeleitfähigkeit verfügt und somit effizientere Kühlung ermöglicht. Gegenüber Kupfer, das sich durch eine noch bessere Wärmeleitfähigkeit auszeichnet, vereint Aluminium aber trotzdem folgende deutliche Vorteile:

- die bessere Bearbeitbarkeit von Aluminium gegenüber Kupfer
- die um zwei Drittel geringere Dichte des Materials und damit leichtere Handhabung der einzelnen Teile
- die geringere Sputterausbeute von Aluminium (siehe Abbildung 2.1(b)), welche verhindert, dass die Apparatur zu stark angegriffen wird
- die leichtere Reinigung der Apparatur von eventuellen Beschichtungen, die Kurzschlüsse verursachen könnten und letztlich
- der geringere Preis.

Für die Kühlung wurden eigens Kühlkanäle von Innendurchmesser 6 mm bzw. 4 mm eingefräst, die während des Betriebs von kaltem Wasser durchflossen wurden, und deren Durchfluss mittels Ventilen geregelt wurde. Als Vakuumdichtungen

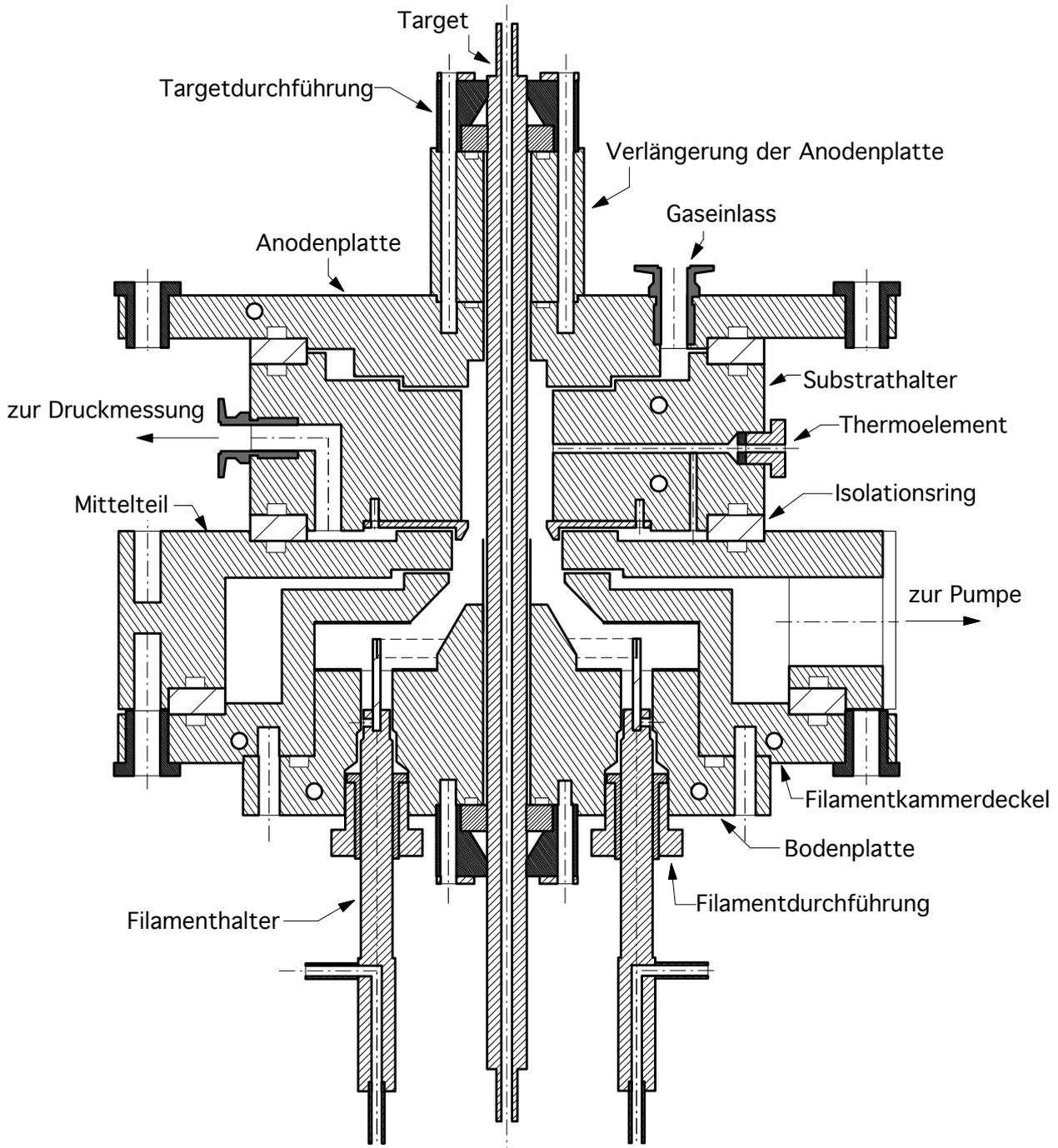


Abbildung 3.2: Schematische Skizze des Reaktors.

wurden ausschließlich O-Ringe aus Viton verwendet, da diese auch bis zu 200°C betrieben werden können. Druckmessung, Gaseinlass und Pumpe wurden so angebracht, dass gesputterte Teilchen keinesfalls die Endgeräte erreichen können. Die dafür notwendigen engen Spalten haben üblicherweise Dimensionen von 1,5 mm. Jegliche Verschraubungen, die nicht vakuumseitig sind, wurden mit Messingschrauben oder -gewindestangen realisiert, um ein „Einfressen“ der Schrauben in das weiche Aluminium zu verhindern. Innerhalb der Vakuumkammer wurde allerdings Messing vermieden, Verschraubungen sind hier aus rostfreiem Stahl. Als Isolationsmaterialien wurden innerhalb des Vakuums verschiedene Materialien eingesetzt. Die großen Ringe unter Anodenplatte, Substrathalter und Mittelteil wurden aus Teflon gefertigt, wobei diese wegen der geringen Härte des Materials im Laufe des Experiments durch Ringe aus PEEK ersetzt wurden. Die kleinen Ringe an der Targetdurchführung wurden zunächst aus Macor gefertigt, später aber auch durch PEEK-Teile ersetzt, da sich an den Macorringen Haarrisse bildeten und diese undicht wurden. An der Filamentdurchführung fanden ebenso Teile aus PEEK Anwendung. Teile außerhalb des Rezipienten wie die Oberseite der Targetdurchführung oder die Isolierungen der Schrauben von den Teilen wurden durchwegs aus PVC realisiert. Detaillierte, bemaßte Zeichnungen von allen Teilen sind im Anhang zu finden.

Für die Integration des Experiments in einen Messaufbau wurde ein eigenes Gestell aus Stahlformrohren gefertigt und lackiert, siehe dazu auch Abbildung 3.1. Befestigt ist die Anlage an einer Holzplatte, wobei aber noch zusätzlich mit Kunststoff zur zusätzlichen Isolation gearbeitet wurde. Das Gestell wurde mit Rollen ausgestattet, um dem Aufbau der Anlage auch eine gewisse Flexibilität zu geben. Mit dem Fortschritt der Experimente wurden auch 4 abnehmbare Lochbleche rund um den Reaktor herum montiert, die ein versehentliches Berühren der Elektroden, an denen im schlimmsten Fall bis zu  $-1000$  V gegen Erde anliegen können, verhindern sollen. Lediglich eine Seite blieb frei, da von dort aus der Zugang ohnehin nicht so leicht möglich ist. Ebenso am Gestell angebracht sind weite Teile der Wasserkühlung, die mittels PVC-Schläuchen mit einem Innendurchmesser von 8 mm für das Target bzw. 6 mm für alle anderen Teile, realisiert wurde. Alle 7 Kreise der Anlage sind dabei parallel geschaltet, um den Abtransport von Wärme bei jedem einzelnen Teil separiert überwachen zu können. Als Kühlwasser wurde Stadtwasser verwendet, mit einer durchschnittlichen Eingangstemperatur von circa 10°C. Ein Schema der Kühlung der Anlage ist in Abbildung 3.3 gezeigt. Gemessen wurden die Wassertemperaturen mittels eines Thermoelements des Typs K, in Form einer Oberflächensonde der Firma TME in Kombination mit einem Temperaturmessgerät von RS-Components, RS-1319.

Im Verlauf der Experimente musste die Anlage einmal umgebaut werden, da einige Spalten nur unzureichenden Schutz vor der Beschichtung von Isolatoren boten. Zudem wurden im Zuge dieser Arbeiten auch Schutzbleche in der Filamentkammer und am Target angebracht. Auch das Anbringen der Lochbleche (siehe oben) erforderte ein zusätzliches Verlängerungsstück am Reaktor, um weiterhin das Gaseinlassventil während des Betriebes bedienen zu können. Näheres zu Problemen durch Beschichtung von Isolatoren siehe auch Kapitel 4.3.1.

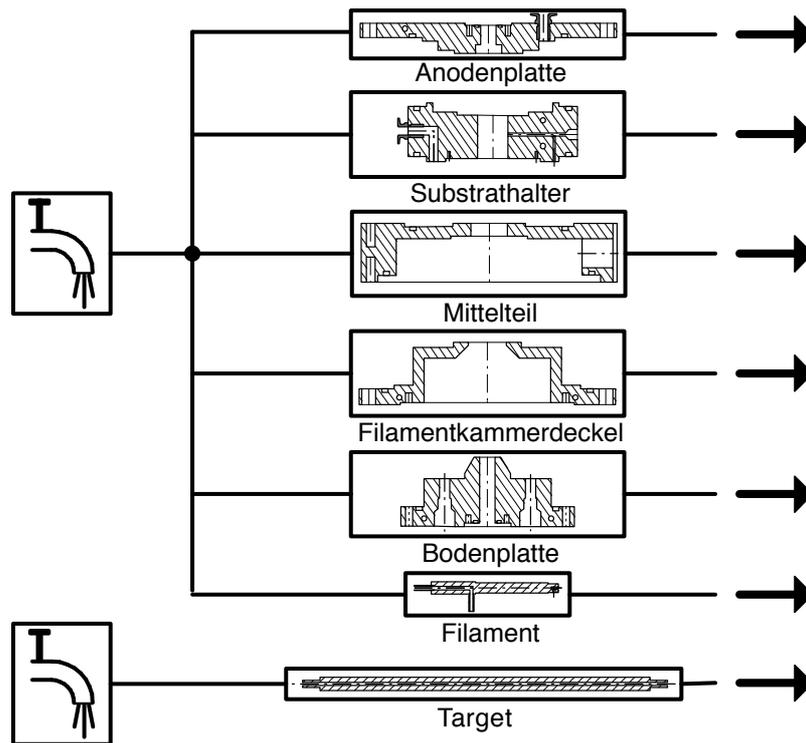


Abbildung 3.3: Schema des Kühlkreislaufes.

### 3.1.2 Das Filament

Für die Durchführung des Filaments musste eine möglichst platzsparende Lösung integriert werden, da es aus geometrischen Gründen nötig ist, das Target samt Durchführung in der Mitte des Filaments zu platzieren. Wie in Abbildung 3.2 zu erkennen ist, ist der Glühdraht praktisch in einem eigenen Raum untergebracht, sodass er nicht direkt dem Beschichtungsprozess ausgesetzt ist. Andererseits darf die Öffnung zur Hauptkammer nicht zu klein sein, um möglichst viele Elektronen über die Anode absaugen zu können. Das Filament selbst besteht aus Tantal, da dieses Material duktiler ist als Wolfram oder Rhenium und weniger oxidationsanfällig ist als Wolfram. Ein Nachteil ist allerdings der geringere Schmelzpunkt und damit eine geringere erreichbare Betriebstemperatur. Das Filament besteht aus zwei dünnen Bändern, die jeweils halbkreisförmig gebogen werden. An den Enden werden die Bänder zusammengefasst und gemeinsam in geschlitzte Tantalstäbe geklemmt, und somit elektrisch parallel geschaltet. Diese Endstäbe wiederum sind in größeren wassergekühlten Kupferstäben versenkt und werden mittels einer Madenschraube fixiert. Eine schematische Skizze von Filament und Kupferstäben ist in Abbildung 3.5 angegeben. Die Dimensionierung erfolgte gemäß den Überlegungen in Abschnitt 2.4. Während der Versuche musste das Filament einmal gewechselt werden, dabei wurde die Länge der einzelnen Bänder allerdings unterschiedlich gewählt. Zunächst wurden die Bänder zu 152 mm pro Halbkreis und erst bei der Aufhängung des zweiten Filaments zu 157 mm dimensioniert, da sich das erste als zu kurz erwies, und damit keinen Kreis sondern fast ein Quadrat bildete. Die Wände in der Filamentkammer wurden im Zuge eines Umbaus nach ersten Erfahrungen mit dem Instrument mit



Abbildung 3.4: (a) zeigt das erste Filament unbenutzt, in (b) kann man die Kupferstangen, in die das Filament eingespannt wird samt einigen Teilen der Durchführung sehen; (c) zeigt eine schematische Skizze der Rohr-in-Rohr Konstruktion der Stützen aus Aluminiumoxid zur Stützung des Filaments. Farblich eingezeichnet dabei die einzelnen Röhrchen. In (d) kann man das erste Filament aufgehängt sehen, und (e) zeigt schließlich das zweite Filament, unbenutzt und samt den baulichen Modifikationen wie Hitzeschild, Deckel für die Durchführung und den Aluminiumoxidröhrchen.





Abbildung 3.6: Target nach dem Einsatz im Reaktor. Auffallend ist die veränderte Struktur und Farbe des abgesputterten Bereichs.

möglich heraus, da das emittierte Licht des Glühdrahts jegliche Leuchterscheinungen des Plasmas überdeckte. Abbildung 3.6 zeigt ein bereits verwendetes Target. Als Material wurde ein Zylinder mit einem Durchmesser von 15 mm aus  $\text{CuSn}_8$  verwendet, in den zum Zwecke der Kühlung ein Kanal mit 4 mm Durchmesser eingefräst wurde. Der Abstand vom Target zur Innenseite der Substrate beträgt somit 8 mm. Die Fertigung eines solchen Teils ist sehr komplex, da auf der gesamten Länge von 380 mm dieser Kanal gebohrt sein muss. Die einzelnen Targetstangen bestehen hierbei immer aus einem einzigen Stück, sind also nie durch etwaige Schweißnähte „gestückelt“, was optimalen thermischen Kontakt und auch Dichtheit im Vakuum garantiert. Aus technischen Gründen mussten allerdings die Anschlüsse an beiden Seiten gegenüber den im Labor standardmäßig verwendeten Durchmessern von 6 mm auf 8 mm erweitert werden.

Die Durchführung des Targets besteht aus zwei Teilen: einem Ring aus Macor bzw. PEEK, und einem PVC- Stück, das aber nur von außen auf den Ring drückt und somit nicht vakuumseitig liegt. Diese Konstruktion wurde gewählt, da der Teil aus Macor auch hohen Temperaturen bis zu  $800^\circ\text{C}$  standhalten kann, was zum Zeitpunkt der Konstruktion günstig erschien, da hohe Temperaturen erwartet wurden. Da Macor aber bei zu starker mechanischer und auch thermischer Belastung brechen kann, wurde diese spezielle Konstruktion mit einem zusätzlichen Außenteil aus PVC, das nicht zu hart ist, gewählt. Diese ermöglicht es, lediglich von oben auf den Ring zu drücken und somit eine möglichst geringe Belastung des Ringes zu erreichen. Sehr kritisch an dieser Konstruktion ist dabei aber eine etwaige Kontamination des Rings mit dem abgetragenen Metall, wodurch sich ein Kurzschluss des Targets mit der Bodenplatte oder der Anode bilden kann. Verschärft wird die Situation durch die hohen Spannungen, die am Target anliegen (üblicherweise 700-1000 V). Um eine Beschichtung der Isolationsringe an den Enden zu vermeiden, wurde die Spaltlänge an der Anode auf 80 mm, an der Bodenplatte sogar auf 100 mm verlängert, wodurch sich eine leitende Beschichtung zwar verzögern, aber leider nicht vollständig verhindern lässt. Zur sicheren Entfernung dieser leitenden Schichten mussten diese Teile regelmäßig nachgeschliffen werden. Im weiteren Verlauf der Experimente stellte sich allerdings die mechanische Belastung auf die Macorringe als zu groß heraus und diese mussten durch PEEK-Teile ersetzt werden.

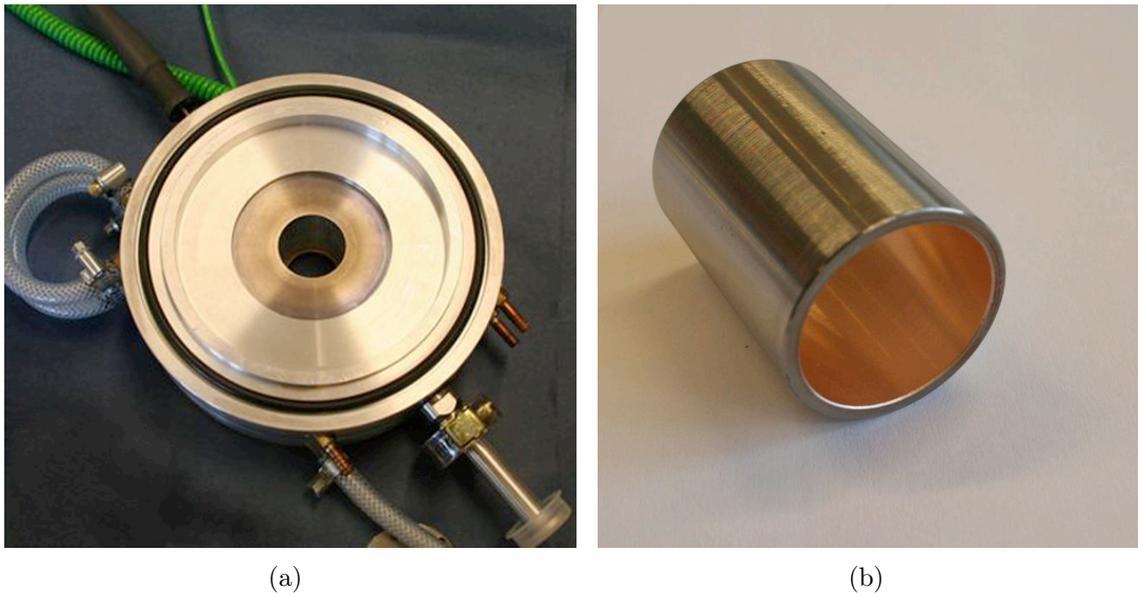


Abbildung 3.7: (a) Zeigt den Substrathalter mit leichten Gebrauchsspuren (Beschichtungen an der Oberseite) samt Thermoelement (oben) und Anschluss zur Druckmessung, (b) eine beschichtete Probe.

### 3.1.4 Proben und Substrathalter

Der Substrathalter wurde für die Beschichtung von zylindrischen Proben mit 35 mm Außendurchmesser ausgelegt. Das Substrat steht dabei auf einer an den Halter angeschraubten Platte. Die Temperatur wird über ein Mantelthermoelement vom Typ K der Firma TME überwacht, das fest an die Probe angepresst wird. Das Signal des Thermoelements wurde über ein Temperaturmessgerät der Firma RS-Components, Modell Nummer: RS-1319 interpretiert. Zusätzlich beherbergt der Substrathalter den Zugang zur Druckmessung, was die einzige Möglichkeit darstellt, den Druck direkt in der Prozesskammer zu überwachen. Durch die elektrische Isolierung des Substrathalters durch zwei große Teflonringe kann man das Potential frei wählen, und auch während des Prozesses eine Biasspannung aufrechterhalten, wenngleich im Zuge der hier beschriebenen Versuche darauf verzichtet wurde und der Substrathalter entweder auf Erde oder potentialfrei gehalten wurde. Lediglich zur Vorreinigung wurden Spannungen von bis zu 150 V angelegt. Dementsprechend ist auch die Druckmesszelle isoliert vom Probenhalter montiert.

Die Substrate bestehen aus SAE 1010, einem ferromagnetischen Stahl. Die Maße aller zwölf Proben sind gleich: 30,5 mm Innendurchmesser, 35 mm Außendurchmesser und 50 mm Höhe. Der Außendurchmesser wurde bei allen Proben an die Maße des Substrathalters angepaßt, sodass sich die Substrate in Kontakt mit der Wand befanden, sich aber auch leicht wieder entfernen ließen. Die thermische Belastung des Substrathalters ist entgegen ersten Vermutungen sehr gering, weswegen der zweite Kühlkreis außer Betrieb genommen wurde und der Wasserdurchfluss erheblich verringert wurde. Typischerweise lagen die Substrattemperaturen zwischen 25° und 45°C. Als Beschichtungszeiten wurden 60 oder 30 min Beschichtungsdauer

eingehalten, je nach der zu erwartenden Rate. Schichtdicken wurden auf zwei Arten bestimmt: zum einen durch eine optische Vermessung, die nach Zersägen der Probe von der Firma Miba übernommen wurde; zum anderen auch durch Wägung des Substrates vor und nach dem Prozess. Der Vorteil letzterer Methode liegt vor allem darin, dass auch über alte Messungen „drüber“ beschichtet werden konnte, und trotzdem noch eine zuverlässige Messung der Schichtdicke des letzten Prozesses möglich war. Die übliche Massenzunahme der Substrate lag bei 1 bis 2 g, was mit der in dieser Arbeit verwendeten Waage der Firma Kern, Modell Nr. 440-33N, welche über eine Reproduzierbarkeit von 10 mg verfügt, sehr gut erfasst werden konnte. Allerdings können bei dieser Methode Fehler durch Abrieb am Substrathalter nicht ausgeschlossen werden.

## 3.2 Das Vakuumsystem

Für die Durchführung der Versuche ist ein Vakuum erforderlich. Ein Übersichtsplan des Vakuumsystems ist in Abbildung 3.8 gezeigt. Als Dichtungen dienen O-Ringe aus Viton. Für die Anschlüsse an Pumpe, Ventil und Druckmessung wurden Standardteile der ISO-KF Norm aus Aluminium und Stahl mit Viton-Ringen verwendet, direkt an der Pumpe allerdings ein Adapter von ISO-KF zu dem Anschluss der Pumpe, ISO-K 63. Bei elektrisch isolierten Teilen wie Manometer, Ventil oder dem Schlauch zum Pumpsystem wurden als Zentrierringe Teile aus Macrovac, Teflon bzw. PEEK mit Spannketten aus PVC eingebaut. Herzstück des Vakuumsystems ist ein Pumpstand von Pfeiffer, welcher aus einer Membranvakuumpumpe als Vorpumpe und aus einer Turbomolekularpumpe besteht. Das System ist vollkommen ölfrei und besitzt ein theoretisch erreichbares Saugvermögen von 60 l/s. Die engen Schlitze im Reaktor vermindern das effektive Saugvermögen allerdings stark, trotzdem konnten typische Basisdrücke bis zum niedrigen  $10^{-5}$  mbar Bereich erreicht werden. Während des Prozesses wurden hingegen Drücke zwischen 0,5 und 1 Pa eingestellt, als Prozessgas diente hierbei 99,999% reines Argongas. Zum Einlassen des Gases wurde ein Nadelventil der Firma Adixen mit einem Gasdurchfluss zwischen  $5 \cdot 10^{-6}$  und 1000 mbar·l/s installiert. Die Druckmessung erfolgt mittels eines kapazitiven Manometers, einer Baratron 626A von MKS, mit Vollausschlag von 0,1 mbar, welches eine verlässliche Druckmessung bis auf 0,1 Pa ermöglicht. Das Messsignal wurde mittels eines Multimeters von Fluke (Typ 12) erfasst. Zu Beginn der Experimente wurde der Nullpunkt des Manometers mit Hilfe einer Penningmazzelle abgeglichen.

## 3.3 Die elektrische Versorgung

### 3.3.1 Netzgeräte

Die Entkopplung der Erzeugung des Plasmas von dem Sputterprozess führt auch zu einem erhöhten Bedarf an Netzgeräten. Zunächst muss das Filament betrieben werden. Dieses muss je nach angestrebtem Glühkathodenentladungsstrom eine Leistung

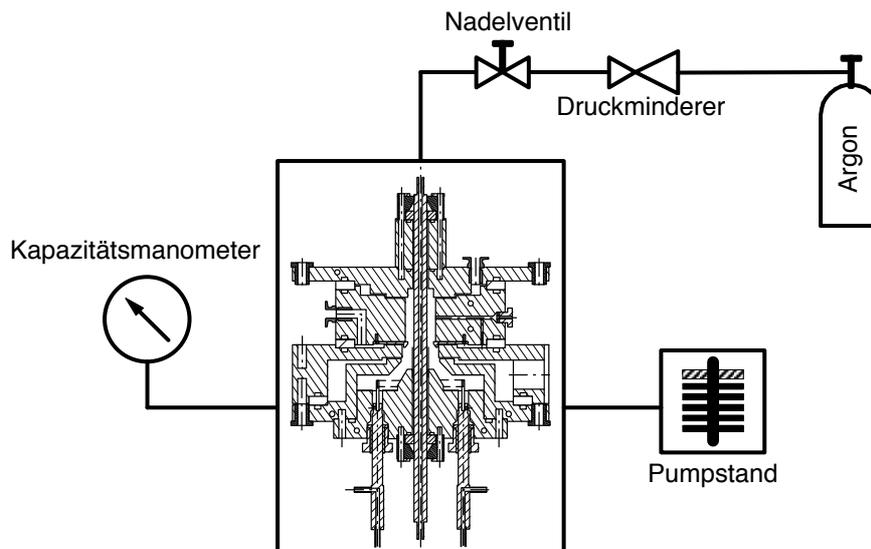


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Vakuumsystems.

bis zu 2700 W liefern können. Dies ist allerdings stark abhängig von der Dimension des Glühdrahts und dem gewünschten Entladungsstrom, der in diesem Fall nie über 20 A gesteigert wurde. Zusätzlich dazu kann je nach Alter oder Dimension des Filaments der Spannungsbedarf auf über 20 V steigen, wohingegen bei einem neu aufgehängten Draht auch sehr hohe Ströme über 150 A erreicht werden können, was also einer Leistungsklasse von bis zu 3000 W entspricht. Als Versorgung wurde in diesem Fall ein Schweißtrafo der Firma Fronius, Modell Transtig TT 450, verwendet. Dieser kann im Handbetrieb, Gleichspannung von bis zu 34 V und 360 A liefern, bei potentialfreien Ausgängen. Zur Kontrolle der Spannung wurde ein Multimeter der Marke Voltcraft VC 160 verwendet. Der Strom hingegen wurde indirekt mittels eines Stromwandlers der Firma LEM, Modell LF 305-S, mit einem Messbereich bis zu 300 A gemessen. Dieser wird gemeinsam mit dem Manometer von einer  $\pm 15$  V Quelle, einem Netzgerät von Traco Power der TXL Serie, versorgt. Die Hilfsentladung wurde von einem Siemens Einbau-Gerät, Modell Nummer 13A, versorgt, welches bis zu 65 V und 45 A Gleichstrom liefern kann und mit einem Strom- und Spannungsbegrenzer ausgestattet ist, sowie über potentialfreie Eingänge verfügt. Ebenso ausgestattet ist auch die Quelle für die Sputterreinigung (Siemens, 13B), die bis zu 350 V und 8 A Gleichstrom zuführen kann. Bei den Siemensgeräten wurden Spannung und Strom direkt aus der Anzeige abgelesen und nicht extern vermessen. Als Quelle für das Target fand zunächst eine Sputterversorgung mit Arcerkennung der Firma Elan, Modell DCA 55D, Anwendung. Diese kann in zwei Moden betrieben werden; im Hochspannungsmodus liefert sie  $-1800$  V und 3,2 A Gleichstrom, im Hochstrommodus hingegen  $-1000$  V und 6 A Gleichstrom, wobei der positive Pol immer auf Erde liegt. Im Verlauf der Experimente stellte sich aber die Arcerkennung als problematisch für die Sputterversorgung heraus (näheres siehe Kapitel 4.3.3), und wurde durch mehrere in Serie geschaltete Netzgeräte von Siemens, Typ 13B, ersetzt. Dies ist möglich, da die Ausgänge der Geräte bis auf  $\pm 1000$  V gegen

	<b>Firma, Modell</b>	<b>Leistung</b>	<b>Besonderes</b>
Filament ( $U_f, I_f$ )	Fronius, Transtig TT 450	12,2 kW; 34 V, 360 V DC	Potentialfreie Eingänge, hochlegbar bis 80 V
Hilfsentladung ( $U_a, I_a$ )	Siemens, 13A	2,9 kW; 65 V, 45 A DC	Potentialfreie Eingänge, Strom- und Spannungsbegrenzer
Target ( $U_t, I_t$ )	Siemens, 13B (2-3 Stück)	jeweils 2,8 kW; 350 V, 8 A DC	Potentialfreie Eingänge, Strom- und Spannungsbegrenzer, hochlegbar bis 1000 V
Substratreinigung ( $U_b, I_b$ )	Siemens, 13B	2,8 kW; 350 V, 8 A DC	Potentialfreie Eingänge, Strom- und Spannungsbegrenzer, hochlegbar bis 1000 V
Alternative Sub- stratreinigung	Siemens, 11 (4 Stück)	jeweils 60 W; 30 V, 2 A DC	Potentialfreie Eingänge, Strom- und Spannungsbegrenzer, hochlegbar
Alternative Target (nur bedingt geeignet)	Elan, DCA 55D	bis zu 5,7 kW; 1000 V, 6 A DC oder 1800 V, 3,2 A DC	Plus Pol fix auf Erde, Arcerkennung

Tabelle 3.1: Verwendete Netzgeräte im Überblick, Abkürzungen gemäß Abbildung 3.9.

Erde gelegt werden können. Diese Konfiguration birgt allerdings den Nachteil, dass lediglich die Strombegrenzung des Geräts als Arcerkennung fungiert. In einem Beschichtungsversuch musste die Spannung am Target auf 1000 V gesetzt werden, was die Zusammenschaltung von drei dieser Netzgeräte erforderlich machte und somit musste die Quelle für die Sputterreinigung des Substrates auch dafür verwendet werden. In diesem einen Fall, konkret geht es um Beschichtungsversuch Nummer 11, wurden für die Glimmreinigung des Substrates vier 30 V, 2 A, Gleichstrom Geräte (Siemens, 11) in Serie geschaltet, was möglich war, da die Ausgänge potentialfrei ausgeführt und hochlegbar sind. Die Eigenschaften der einzelnen Netzgeräte finden sich zusammengefasst in Tabelle 3.1.

### 3.3.2 Verschaltung

Zur elektrischen Kontaktierung wurden an den großen Aluminiumteilen Messingschrauben angebracht, bei den Filamentstangen übernahmen spezielle Polschuhe mit großem Durchmesser diese Aufgabe. Für die Kontaktierung des Targets wurde eine Schelle aus Kupfer angefertigt. Für die Verschaltung der Teile mit den Netzgeräten gibt es viele Möglichkeiten; in den Abbildungen 3.9, 3.10 und 3.11 sind die in dieser

Arbeit verwendeten abgebildet. Die wichtigste davon ist Konfiguration A, bei der am Substrat mittels Schalter entweder Anodenpotential, Potential des frei einstellbaren Netzgerätes oder kein fixes Potential („floatendes Substrat“) gewählt werden kann. Auch bei der Filamentkammer kann man das Anodenpotential hinzuschalten, was wichtig für die Zündung des Plasmas ist (siehe dazu auch Kapitel 4.1.1). Als kleine Variation wurde auch bei manchen Parameterstudien auf ein dazwischengeschaltetes Netzgerät („ $U_s$ “) verzichtet, zudem ist in der Zeichnung auch nicht die Serienschaltung der Netzgeräte für  $U_s$  und  $U_t$  vermerkt. In der in Abbildung 3.9 gezeigten Konfiguration ist die Entladung potentialfrei, das heißt, das Potential der Anode gegen Erde kann sich frei einstellen. Im Zuge der fortschreitenden Experimente wurden auch die anderen Konfigurationen getestet, die sich nicht wesentlich von dieser hauptsächlich verwendeten unterscheiden. Bei Schaltung B wurde getestet, den Mittelteil nicht auf Erde zu lassen, und dafür nicht über das Substrat zu zünden. In einer anderen Schaltung, Nummer C, hingegen, wurde auch die Filamentkammer auf Erde gelegt. Damit ist bei der Zündung die Anodenspannung auf Erdpotential fixiert, nach erfolgter Zündung kann sich das Potential wieder frei einstellen. Für diese Art der Zündung muss allerdings das Netzgerät für das Filament über ausreichende Isolation verfügen, sodass ein Verschieben des Minuspols auf bis zu  $-80\text{ V}$  gegen Erde möglich ist.

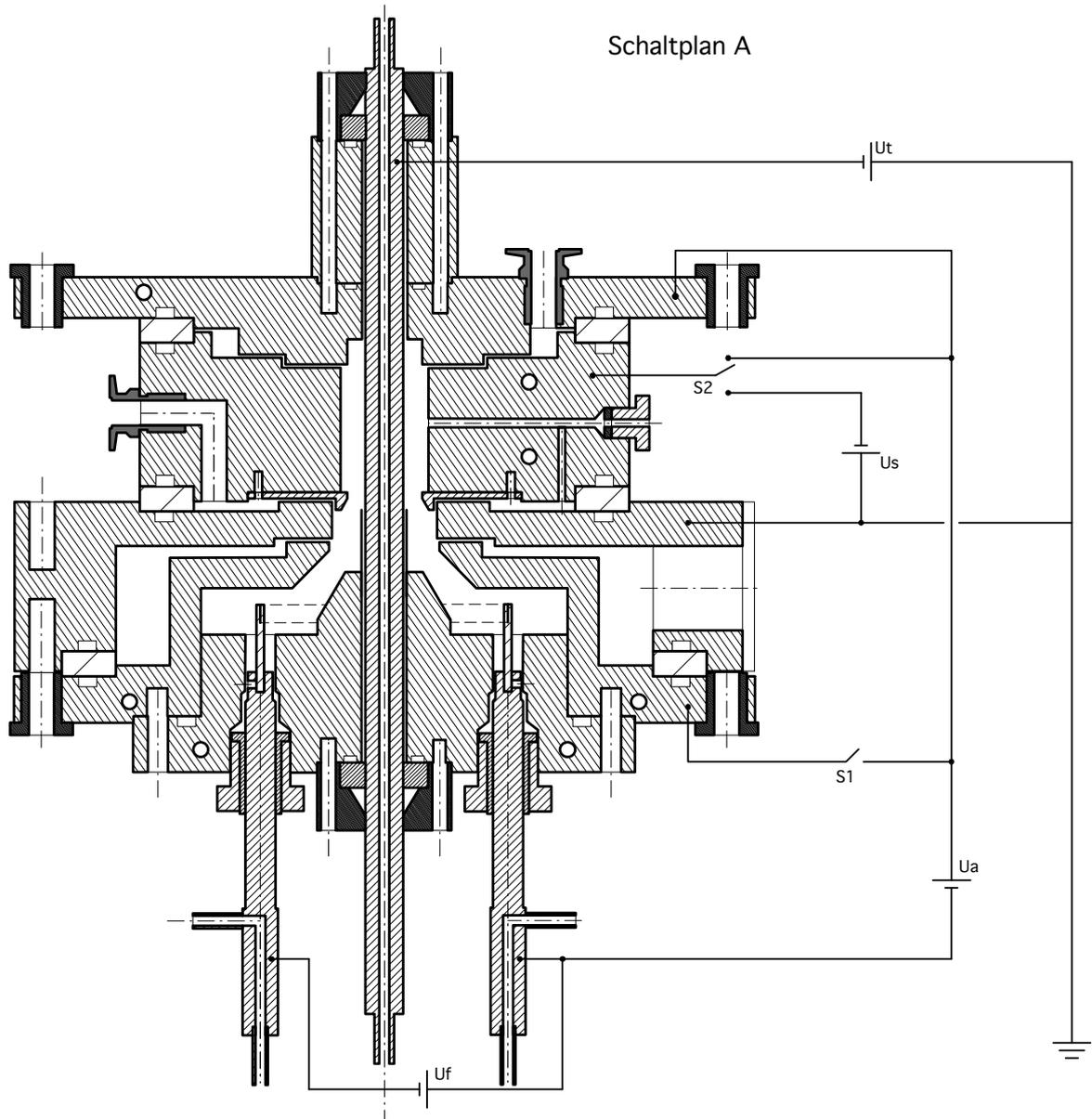


Abbildung 3.9: Konfiguration A.

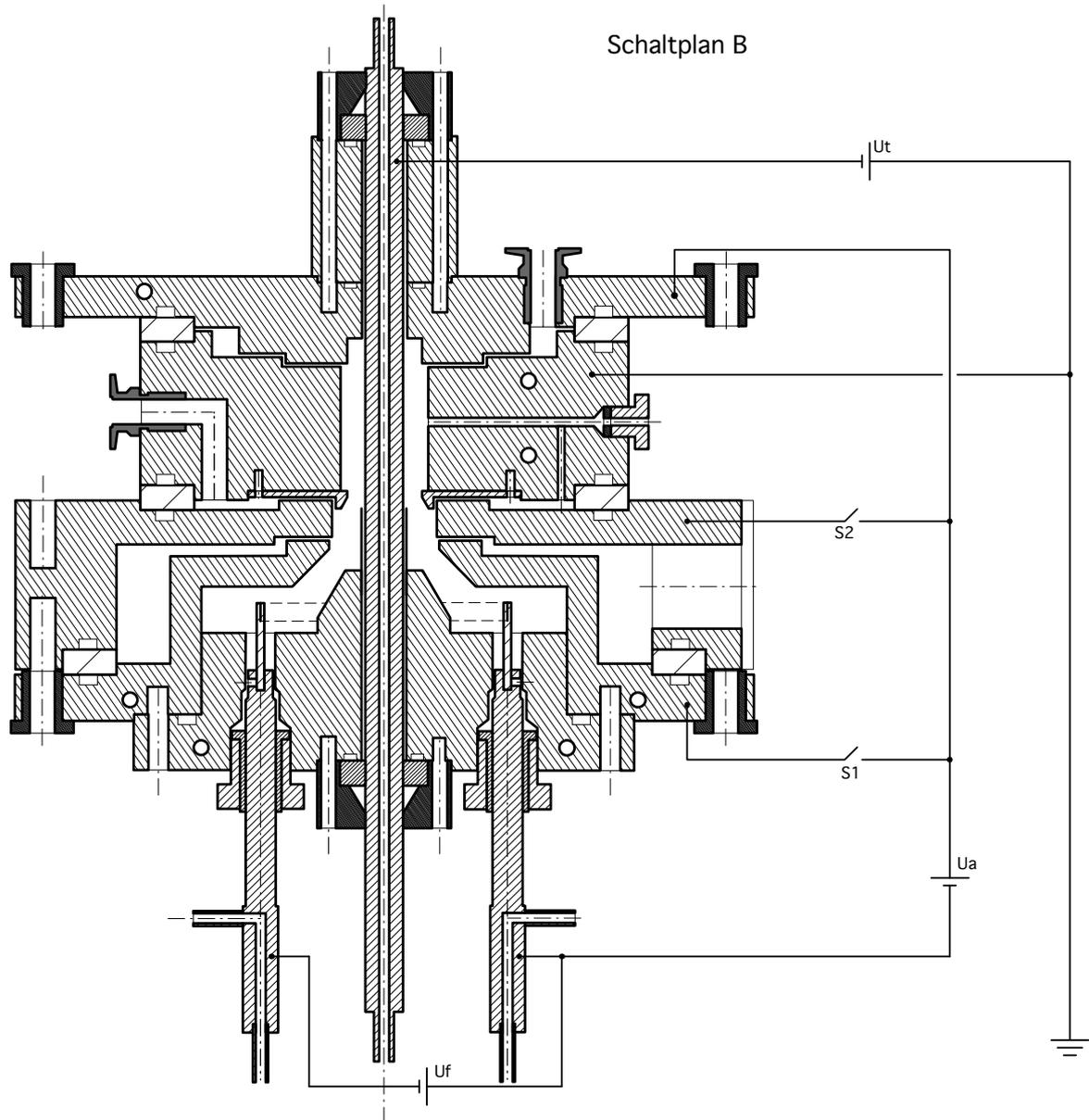


Abbildung 3.10: Konfiguration B.

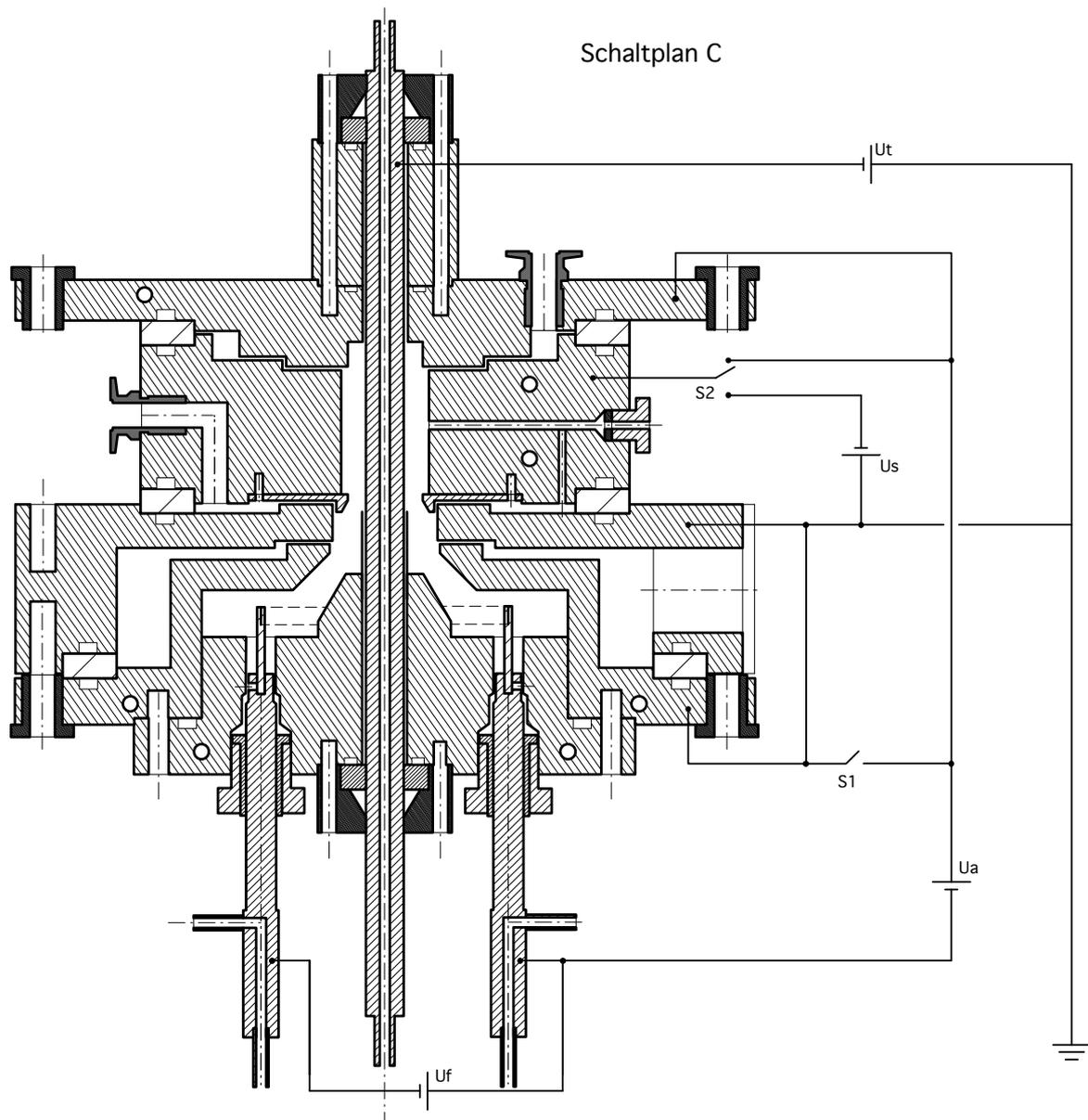


Abbildung 3.11: Konfiguration C.

# Kapitel 4

## Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Charakterisierung der Entladung

#### 4.1.1 Zündung der Entladung

Eine einfache, direkte Zündung der Entladung über die gesamte Entladungsstrecke ist leider nicht möglich. Im Experiment zeigt sich, dass die Entladung in einer zweistufigen Kaskade gezündet werden muss, um den Elektronenstrom aus der Filamentkammer zu extrahieren. Dies stellt den Grund für die elektrische Isolierung der Filamentkammer vom Rest der Anlage dar. Zumeist wurde diese Kaskadenschaltung realisiert, indem zunächst Filamentkammer und Substrathalter auf Anodenpotential gelegt und danach sukzessive weggeschaltet wurden, eine schematische Darstellung der elektrischen Schaltung ist in Abbildung 3.9 gezeigt. Vorteilhaft ist dabei, dass bereits ab 1,5 A gezogener Strom zur Filamentkammer die Entladung bis zur Anode gezündet werden kann, und erst danach der Entladungsstrom mittels Regulierung der Filamentleistung auf seinen endgültigen Wert erhöht werden kann, was die Anforderungen an die Schalter gering hält. Der unterste Druckbereich, ab dem ein Plasma zündbar ist, liegt dabei bei 0,35 Pa, in einem stabilen Bereich arbeiten kann man allerdings erst ab 0,5 Pa.

Auch andere Konfigurationen wurden getestet. Dabei wurde festgestellt, dass der Substrathalter auch „übersprungen“ werden kann, also die Entladung auch zuerst zur Filamentkammer und dann vom Mittelteil aus gezündet werden kann (elektrische Konfiguration B, Abbildung 3.10). Ebenso möglich ist Konfiguration C, siehe Abbildung 3.11, wobei der Isolator überbrückt wurde, und die Filamentkammer gemeinsam mit dem Mittelteil auf Erde gelegt wurde. Im Zuge dieser Art der Zündung wird dadurch kurzfristig die Anode auf Erde gelegt, was aber bei den Netzgeräten mit potentialfreiem Eingang kein Problem darstellte. Auch die Entladungscharakteristika änderten sich durch die Festlegung des Potentials der Filamentkammer auf Erde nicht stark, lediglich eine Verschiebung der Spannung von Anode gegen Erde wurde beobachtet. Eine zweistufige Zündung des Plasmas ist aber in jedem Fall nötig, ebenso wie die Filamentkammer für eine erfolgreiche Zündung auf jeden Fall die erste Stufe der Kaskade sein muss.

## Diskussion

Offensichtlich stellt die räumliche Trennung des Filaments für die leichte Zündung der Entladung ein Hindernis dar. Damit die Elektronen den Weg aus der Filamentkammer „finden“, ist diese Kaskadenschaltung nötig, was aber einleuchtet, da die Filamentkammer nur eine kleine Öffnung hat und zwischen Filament und Anodenplatte keine direkte Sichtlinie existiert. Deshalb ist es sicherlich von Vorteil, wenn die Filamentkammer elektrisch isoliert von den restlichen Teilen ausgeführt ist, es ermöglicht wesentlich mehr Freiheiten in der Wahl der Potentiale oder der gewünschten Kaskadenschaltung. Wie sich allerdings gezeigt hat, kann man auf diesen Isolator aber auch verzichten, wenn man Konfiguration C oder eine ihr ähnliche Schaltung verwendet. Dies würde sicherlich einige konstruktive Erleichterungen bringen.

### 4.1.2 Charakterisierung des Filaments

Das Filament ist der Elektronenlieferant für die Entladung. Die umgesetzte Leistung bestimmt dabei den Strom der Glühkathodenentladung  $I_a$  (gemäß Abbildung 3.9), im folgenden auch Anodenstrom genannt. Typische Leistungen bei üblichen Betriebsbedingungen lagen zwischen 1700 und 2700 Watt, während die übliche Kühlleistung an den Kupferstäben, die den Glühdraht halten, nur bei 140-200 W lag. Fast die gesamte umgesetzte Leistung wurde wohl über die beiden benachbarten Teile in der Filamentkammer über die Kühlung wieder abtransportiert. Bei sehr hoher Leistung und somit Temperaturen erweichte das Filament, was zu einem elektrischen Kontakt mit der Bodenplatte führte, woraufhin Abhilfe durch zwei Stützen aus Aluminiumoxid, die sehr temperaturbeständig sind, geschaffen wurde.

Das Filament musste, da es ein Verschleißteil der Anlage ist, einmal ausgetauscht werden. Dies geschah gegen Ende der Versuche, weswegen für den zweiten Glühdraht deutlich weniger Kennlinien vorhanden sind. Alle hier präsentierten Kennlinien beziehen sich, wenn nicht anders vermerkt, auf das erste Filament, mit den etwas kleineren Abmessungen, gemäß Kapitel 3.1.2.

#### 4.1.2.1 Kennlinie

Für das erste Filament wurde eine Strom-Spannungskennlinie bis zu 4800 W aufgenommen, diese ist in Abbildung 4.1 dargestellt. Dies geschah am Anfang der Versuche. Das Filament wurde bei darauffolgenden Messungen ebenfalls überwacht, wobei eine Verschiebung der Kennlinie mit fortschreitender Zeit sichtbar wurde. Abbildung 4.2 zeigt eine Kennlinie vom Beginn der Messungen, gemeinsam mit Datenpunkten, die im Zuge von Parameterstudien mit aufgenommen wurden. Obwohl nur vergleichsweise wenige Datenpunkte vorhanden sind, sieht man deutlich, dass mit zunehmender Betriebszeit der Spannungsbedarf größer wird, also der Widerstand steigt. Gegen Ende der Lebenszeit des Filaments, die bei ungefähr 30 Stunden lag, wurden sogar Spannungen von 21 V bei einem Strom von 110 A erreicht. Gleichzeitig konnte man mit fortlaufenden Experimenten Rekristallisation am Glühdraht beobachten, siehe dazu auch Abbildung 4.4.

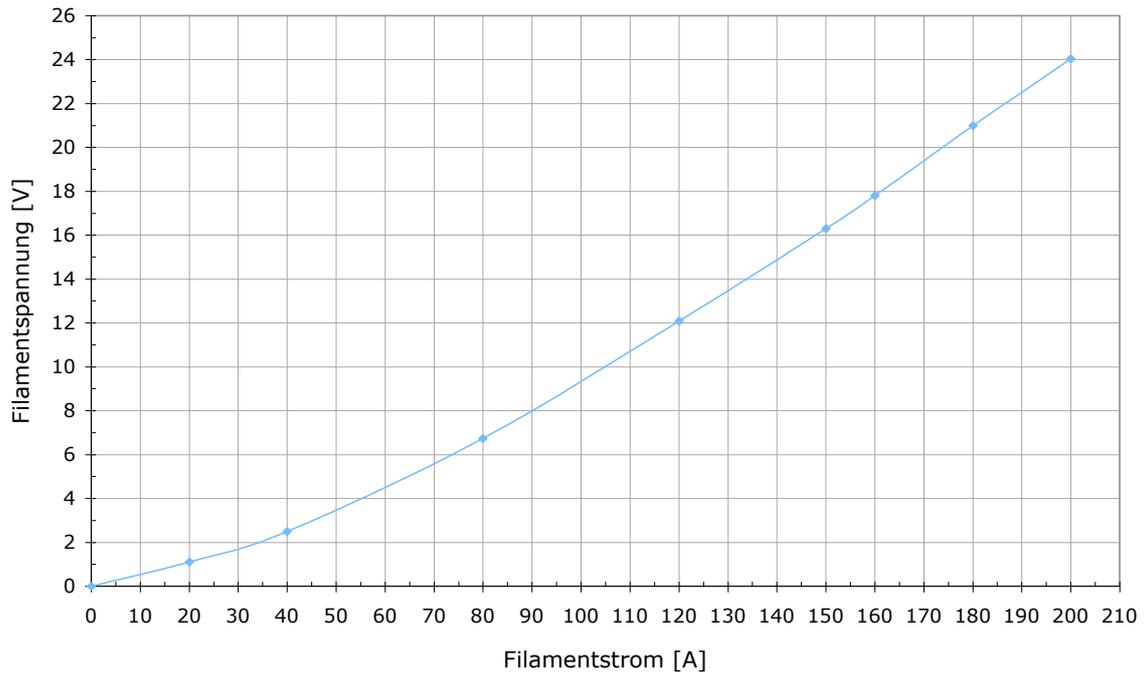


Abbildung 4.1: Kennlinie des Filaments.

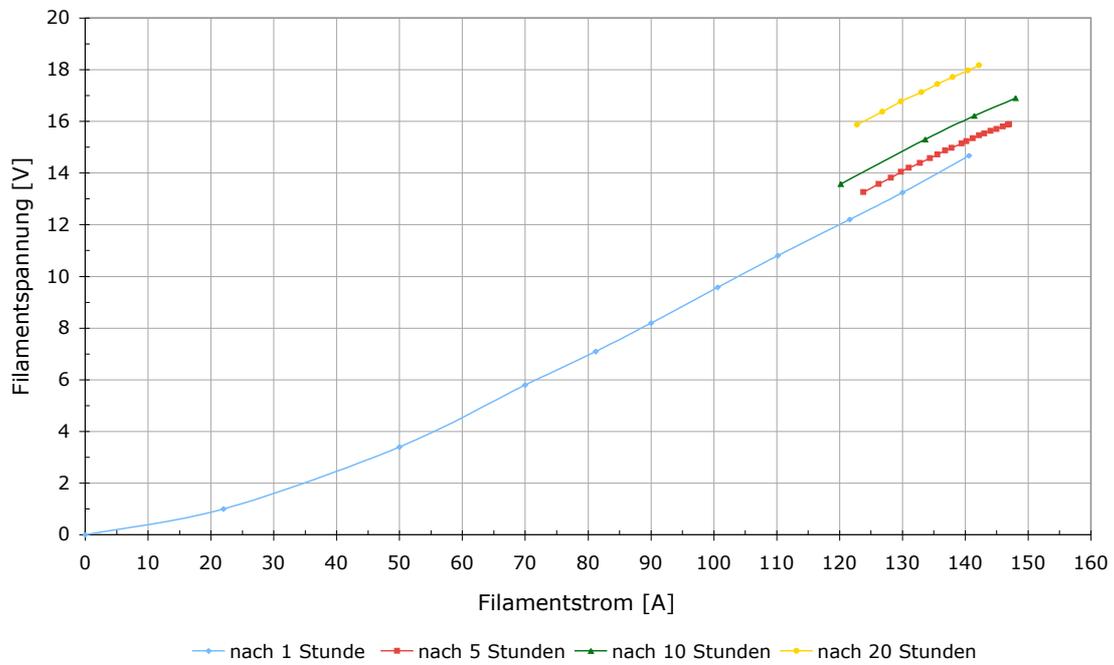


Abbildung 4.2: Kennlinien des Filaments zu unterschiedlicher gesamer Betriebszeit.

#### 4.1.2.2 Abhängigkeit des Stroms der Glühkathodenentladung vom Filament

Der Anodenstrom  $I_a$  ist abhängig von der am Filament umgesetzten Leistung und der an der Anode angelegten Spannung  $U_a$ , im folgenden Anodenspannung genannt. Die Angaben beziehen sich dabei auf Konfiguration A (siehe Abbildung 3.9). Um die Abhängigkeit des Anodenstroms von der Filamentleistung zu untersuchen wurde  $U_a$  stets, wenn nicht anders vermerkt, auf 60 V gehalten. Hierbei scheint es so zu sein, dass die Kurve unabhängig von der Lebenszeit des Filaments ist, aber stark abhängig vom Druck. Ebenso gibt es eine zeitliche Drift, die bewirkt, dass die benötigte Leistung für einen gewissen Anodenstrom von der Dauer der Entladung abhängig ist; das heißt, die Leistung muss hinuntergeregelt werden, um einen konstanten Anodenstrom zu erreichen. Das macht es schwierig, die Kurven von verschiedenen Tagen gut zu vergleichen, da zusätzlich auch das Filament aufgrund von Umbauten am Apparat neu positioniert werden musste. Abbildung 4.3 zeigt drei solcher Kurven, die innerhalb einer Messserie erfasst wurden, bei verschiedenen Drücken. Zusätzlich sind noch drei Vergleichskurven von dem zweiten Filament, allerdings mit deutlich weniger Messpunkten, vorhanden. Wie man erkennen kann, scheinen die Kennlinien auch stark von den Dimensionen des Filaments abzuhängen, im Vergleich zum ersten Filament kann man mit dem zweiten Glühdraht bei geringeren Leistungen vergleichbare Ströme zu erhalten. Allerdings gründet sich diese Beobachtung nur auf wenige, punktuelle Messungen im Zuge der letzten Beschichtungsversuche und Parameterstudien.

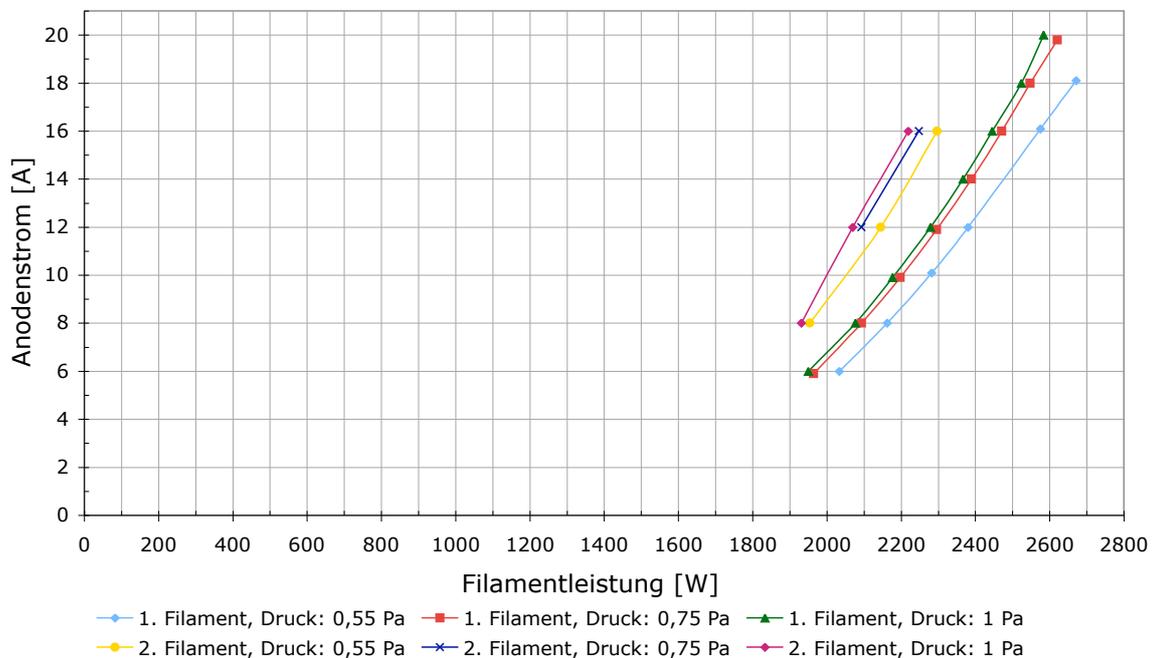


Abbildung 4.3: Anodenstrom  $I_a$  in Abhängigkeit der Leistung am Filament für verschiedene Drücke und Filamente, bei einer Anodenspannung  $U_a$  von 60 V, gemessen mit Konfiguration A, gemäß Abbildung 3.9.

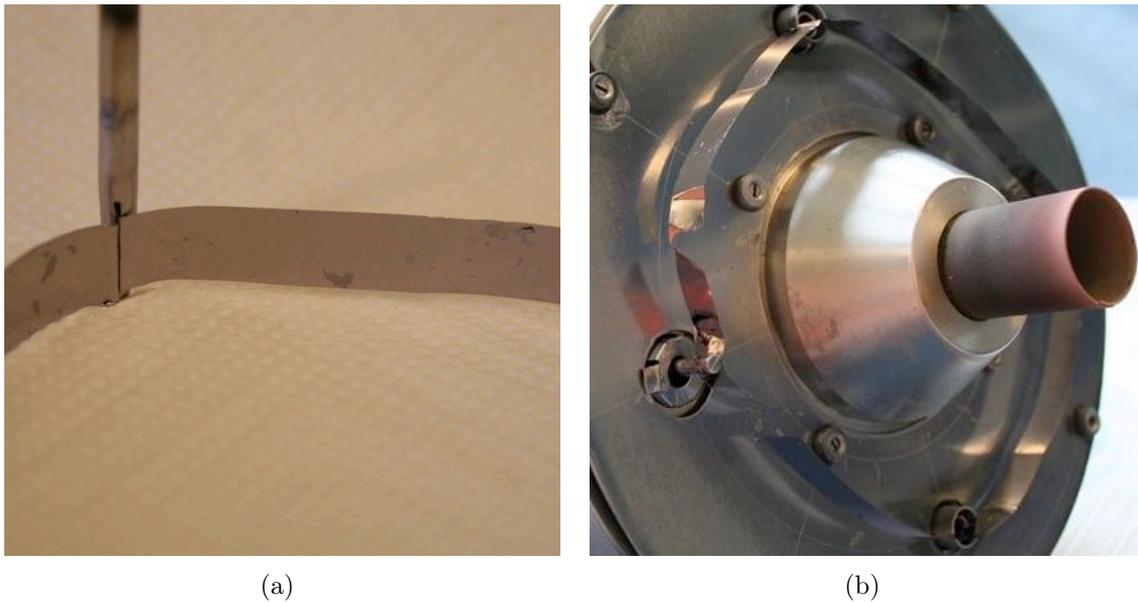


Abbildung 4.4: (a) Rekrystallisation am Filament (b) gebrochenes Filament.

#### 4.1.2.3 Diskussion: Belastung des Filaments

Das Filament unterliegt offensichtlich einem gewissen Alterungseffekt, wobei der Spannungsbedarf höher wird. Das heißt, man kann davon ausgehen, dass der spezifische Widerstand von Tantal steigt. Dies kann an der Rekrystallisation des Tantalbandes liegen, die nach Römpp-Lexikon [12] ab einer Temperatur von 50% der Schmelztemperatur auftreten kann. Im konkreten Fall wären das 1650 K, eine Temperatur, die man bei einem Glühdraht auf jeden Fall erreicht. In Abbildung 4.4 kann man deutlich die Rekrystallisation sehen. Diese bewirkt neben Verringerung der Duktilität auch eine Erhöhung des elektrischen Widerstandes und erklärt damit die Veränderung der Kennlinie mit zunehmender Betriebszeit. Der Bruch des ersten Filaments trat nach ungefähr dreißig Betriebsstunden auf, während der Beschichtung zu Probe 6, nach einem Arc. Offensichtlich stellen Instabilitäten der Entladung auch eine starke Belastung für den Glühdraht dar. Interessant ist aber, dass der Bruch des Filaments nicht entlang einer Rekrystallationsgrenze erfolgte, sondern relativ gerade ist (Abbildung 4.4). Möglicherweise könnte sich in diesem Fall auch die mechanische Belastung des Filaments durch wiederholtes Herausnehmen aus seiner Kammer auswirken oder das Filament unter leichter mechanischer Spannung befunden haben. Neben Rekrystallisation kann es auch zum Sputtern der Hilfskathode kommen, da das Filament als Hilfskathode der Entladung fungiert und damit auch Ionenbeschuss ausgesetzt ist, wenngleich natürlich bei wesentlich niedrigerer Spannung als das Target. Auch durch die Hitze dampft Tantal ab, aber auch Aluminium kann von der Oberfläche der Filamentkammer sublimieren, und sich auf das Tantalband niederschlagen, genauso wie Kupfer, das aus der Prozesskammer zum Filament diffundiert. Alle diese Effekte haben eine Erhöhung des Widerstandes zufolge. Für genauere Untersuchungen wurde am Ort des Filaments ein Span entnommen, der sich offensichtlich vom Band gelöst hatte, und mittels EDAX in einem Elektronen-

mikroskop untersucht. Die Ergebnisse hierzu finden sich in Abschnitt 4.3.1. Auch an den Röhren zur Stützung des Filaments bildeten sich Abscheidungen, genaueres hierzu ist auch in Abschnitt 4.3.1 vermerkt.

Wie Abbildung 4.3 nahelegt, scheint der Strom der Entladung stark von der am Filament umgesetzten Leistung und damit der Temperatur des Filaments abhängig zu sein. Dies deckt sich mit den Beobachtungen von Tisone und Cruzan [6], die den Strom der Glühkathodenentladung als sehr empfindlich gegenüber dem Filamentstrom beschrieben. Außerdem scheint sich auch eine größere Dimension des Bandes günstig auf den Energiebedarf des Filaments auszuwirken, wobei aber sicherlich weitere Experimente in diese Richtung nötig wären, um eine definitive Aussage zu treffen.

Der in Abschnitt 2.4 errechnete Leistungsbedarf von 2500 W für eine Entladung von 20 A scheint relativ gut mit dem Experiment übereinzustimmen, wenn man bedenkt, dass die Tantalstäbe auch zur Erhöhung des Widerstands beitragen, diese aber in der Berechnung nicht berücksichtigt wurden. Mit Hilfe der Kennlinien kann man die Temperatur am Filament grob abschätzen. Die einfachste Methode ist dabei, den Widerstand des Bandes mit den beiden Tantalstäben auszurechnen. Daraus lässt sich mit den genauen Abmessungen des Bandes (siehe dazu Kapitel 3.1.2) der spezifische Widerstand errechnen. Für den spezifischen Widerstand kann man die Fitfunktion aus der Arbeit von Milosevic et al. [11] in Abhängigkeit der Temperatur einsetzen. Nimmt man nun an, dass an den Stäben nur die Hälfte der Temperatur des Bandes vorliegt, da diese ja an einem Ende bei den Kupferstäben gekühlt werden, erhält man somit ein Polynom 3. Grades, dessen Lösungen in Abbildung 4.5 für jeden Punkt der Kennlinie aus Abbildung 4.1 angegeben sind. Man kann aber auch aus der abgestrahlten Leistung gemäß Gleichung 2.4 die Temperatur ermitteln. Dafür wurde für die Leistung am Band

$$P_{Band} = P_f - 2I_f R_{Stab} \quad (4.1)$$

eingesetzt, um den Spannungsabfall an den Tantalstäben zu berücksichtigen. Wiederum wurde hier für die Temperatur an den Stäben die Hälfte der Temperatur des Bandes angenommen. Zusätzlich zum spezifischen Widerstand benötigt man zur Berechnung der Temperatur auch den hemisphärischen Gesamtemissionsgrad, der ebenfalls in Form einer Fitfunktion aus der Arbeit von Milosevic et al. [11] entnommen wurde. Das sich ergebende Polynom 4. Grades in T kann nun ebenfalls gelöst werden, die Lösung ist in Abbildung 4.1 angegeben. Für eine Leistung von ungefähr 2600 W, wie sie für einen Glühkathodenentladungsstrom von 20 A benötigt wird, ergibt sich mit ersterer Methode näherungsweise eine Temperatur von 2500 K, mit der zweiten 2350 K. Dies würde bei Anwendung von Gleichung 2.3 eine Ausnutzung der vom Band emittierten Elektronen von lediglich 17% beziehungsweise 72% bedeuten.

Beide dieser Methoden sind allerdings nicht sehr zuverlässig. Zunächst sei der Effekt der Rekristallisation erwähnt, der sich besonders beim Errechnen des spezifischen Widerstandes auswirkt. Es wurde versucht, dies zu umgehen, indem eine der ersten gemessenen Kennlinien verwendet wurde, ganz auszuschließen ist dies aber nicht.

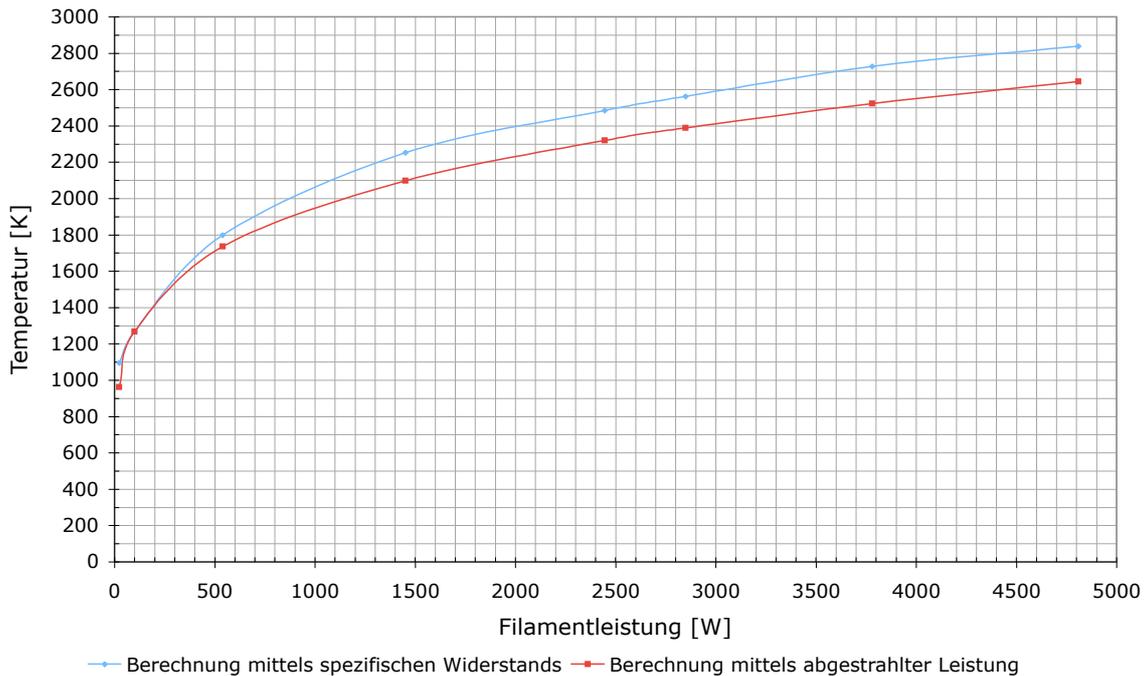


Abbildung 4.5: Temperatur des Filaments in Abhängigkeit der Leistung, errechnet auf der Basis der ersten Kennlinie (siehe Abbildung 4.1) und den Daten von Milosevic et al. [11]. Zwei Methoden wurden dabei angewandt: blau zeigt die Ergebnisse bei Berechnung der Temperatur aus dem spezifischen Widerstand, rot die Berechnung basierend auf Gleichung 2.4.

Beim Errechnen des spezifischen Widerstands treten zudem hohe Fehler auf; eine Variation des Widerstands (und damit eine Variation der Abmessungen) von lediglich 3% bewirkt einen Fehler von bis zu 120 K, bei 5% Abweichung würde demnach das Filament schon Werte von über 3000 K erreichen, also bei den hohen Leistungen bereits zu schmelzen beginnen! Methode eins ist somit extrem ungenau. Beide Methoden sind aber davon betroffen, dass auch möglicherweise der Übergangswiderstand zwischen den Bändern und den Stäben nicht ganz zu vernachlässigen ist, da vielleicht bei der Fertigung des Filaments dieses nicht optimal in die Stangen eingepresst wurde. Da der hier beobachtete Widerstand des Filaments insgesamt sehr gering (zwischen 0,05 und 0,15  $\Omega$ ) ist, könnte dies auch eine nicht zu vernachlässigende Rolle spielen. Weiters ist die von Milosevic et al. angegebene Fitfunktion nur aus Werten bis zu 2300 K errechnet, eine Extrapolation eines solchen polynomialen Fits bis zu Temperaturen von 2800 K ist mit unkalkulierbaren Fehlern verbunden. Dies erklärt die Abweichungen der Ergebnisse von der Abschätzung aus Kapitel 2.4.

### 4.1.3 Stabilitätsbereiche der Glühkathodenentladung

Neben der Abhängigkeit der Entladung von der Leistung am Filament hängt der Anodenstrom auch stark vom Druck ab und natürlich von der angelegten Spannung, die, wenn nicht anders vermerkt, stets bei 60 V lag. Als elektrische Konfiguration wurde stets Schaltung A verwendet. Es zeigt sich, dass eine Entladung bis zur Anode bei dieser Spannung nicht unter einem Druck von 0,35 Pa gezündet werden kann.

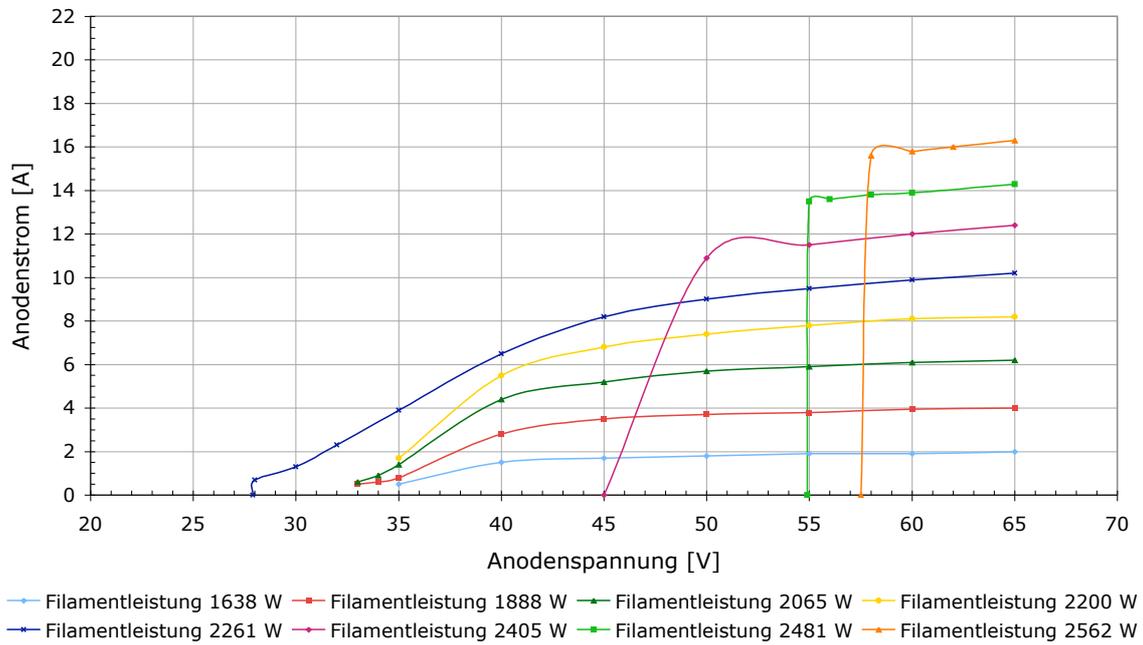
Ist die Entladung gezündet und wird der Druck weiter vermindert, kann die Entladung noch bis 0,25 Pa aufrecht erhalten werden. Der erreichbare Anodenstrom wird allerdings durch den Druck stark eingeschränkt, ab einem gewissen Wert bricht das Plasma zusammen. In Tabelle 4.1 kann man die maximal erreichbaren Ströme bei verschiedenen Drücken ablesen. Dies wurde nur bis zu einem Strom von 20 A vermessen, Werte darüber wurden generell vermieden, um das Risiko einer Beschädigung des Reaktors gering zu halten.

Druck [Pa]	Maximaler Strom [A]
0,4	8
0,5	16
0,55	18
0,6	20

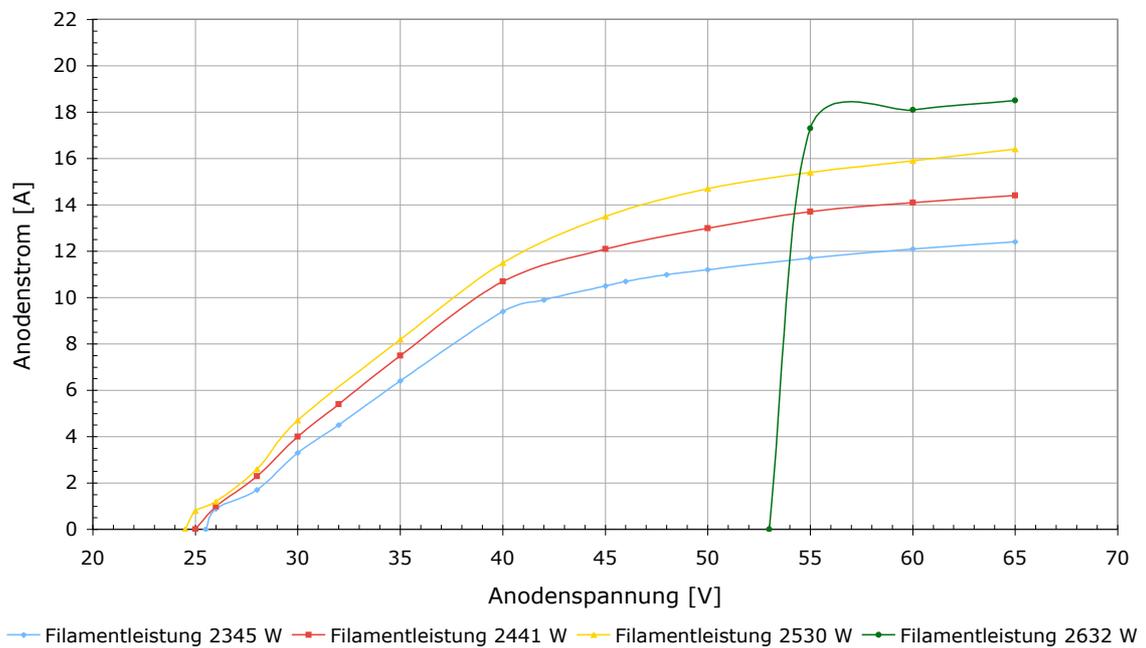
Tabelle 4.1: Erreichbarer Anodenstrom bei verschiedenen Drücken.

Ein Indikator für die Stabilität einer Entladung ist auch das Verhalten bei Variation der Anodenpannung. Dazu wurden mehrere Kurven aufgenommen, bei verschiedenen Anodenströmen. Dazu wurde mittels Variation der Leistung am Filament der Anodenstrom so eingestellt, dass sich bei 60 V gerade Werte ergaben, von 2-20 A. An Abbildung 4.6 und 4.7 kann man erkennen, dass in Abhängigkeit der Filamentleistung und des Druckes das Plasma bei unterschiedlichen Spannungen kollabiert. Ist man in einem eher instabilen Bereich, so kann die Entladung schon bei 55 V abbrechen, ist der Druck hingegen hoch genug, kann der Prozess sogar bis zu 35 V oder tiefer betrieben werden. Dabei zeigte sich, dass die unterste Grenze, an der die Entladung noch betrieben werden kann, ein wenig sinken kann, wenn die Spannung langsam heruntergeregelt wird.

Es ist interessant zu beobachten, wie sich die frei wählbaren Potentiale der Entladung einstellen. In der hauptsächlich verwendeten Konfiguration A kann sich das Potential der Anode gegenüber Erde frei einstellen, festgelegt sind lediglich Mittelteil und Substrathalter und  $U_a$ , also die Spannung zwischen positivem Pol des Filaments und Anode. Abbildung 4.8 zeigt die Spannung der Anode gegen Erde in Abhängigkeit des Anodenstroms bei verschiedenen Drücken bei einer Entladungsspannung von 60 V. Es zeigt sich, dass das Potential, das sich einstellt, vom Druck und auch schwach von der Entladungsspannung abhängt, und dass bei geringeren Drücken bereits mehr als zwei Drittel der Spannung zwischen Substrathalter/Mittelteil und Anode abfallen. Anders stellt sich die Situation bei Verwendung von Konfiguration C, siehe Abbildung 3.11, dar. Da das Potential der Filamentkammer auf Erde liegt, verschiebt sich das Potential nach oben, das heißt, fast die gesamte Spannung fällt zwischen Filamentkammer/Mittelteil/Substrathalter und Anode ab. Auf die Stabilität der Entladung schien diese spezielle Konfiguration aber keinen Einfluss zu haben, genauso wenig wie auf irgendwelche anderen Parameter, genauere Untersuchungen zu diesem Thema stehen aber aus.

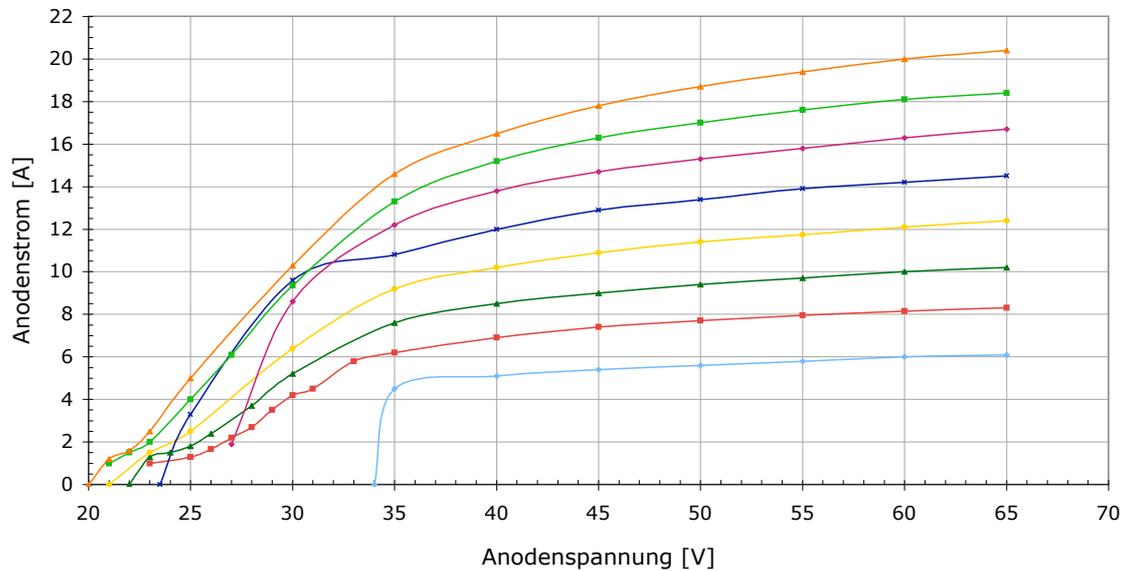


(a) 0,5 Pa



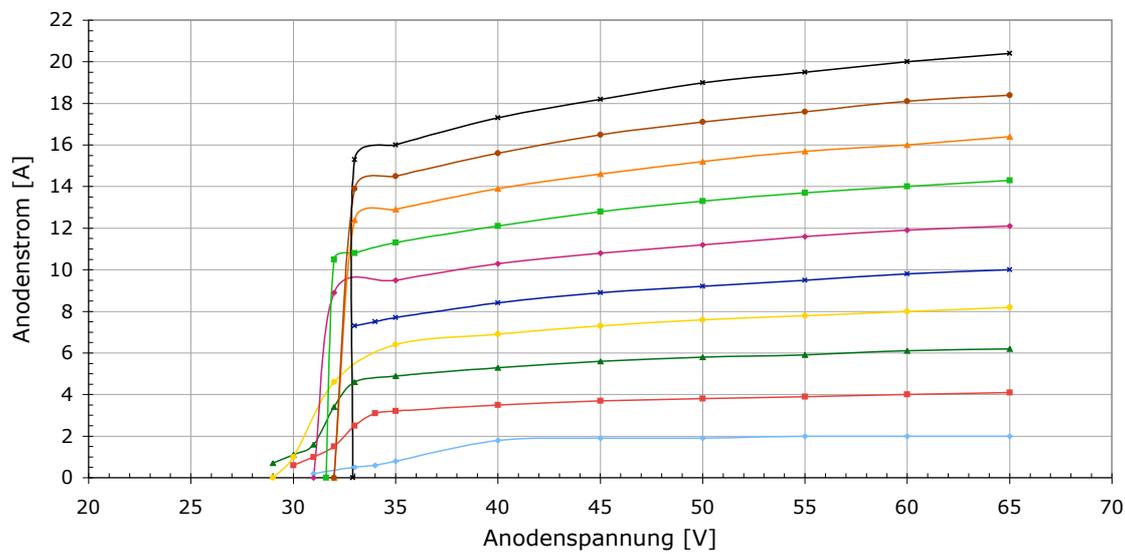
(b) 0,55 Pa

Abbildung 4.6: Kurvenscharen des Anodenstroms als Funktion der angelegten Spannung bei verschiedenen Drücken, gemessen mit Konfiguration A.



Filamentleistung 1998 W   Filamentleistung 2142 W   Filamentleistung 2244 W   Filamentleistung 2347 W  
 Filamentleistung 2437 W   Filamentleistung 2518 W   Filamentleistung 2585 W   Filamentleistung 2664 W

(a) 0,75 Pa



Filamentleistung 1830 W   Filamentleistung 1880 W   Filamentleistung 2044 W   Filamentleistung 2118 W  
 Filamentleistung 2264 W   Filamentleistung 2314 W   Filamentleistung 2408 W   Filamentleistung 2488 W  
 Filamentleistung 2560 W   Filamentleistung 2628 W

(b) 1 Pa

Abbildung 4.7: Kurvenscharen des Anodenstroms als Funktion der angelegten Spannung bei verschiedenen Drücken, gemessen mit Konfiguration A.

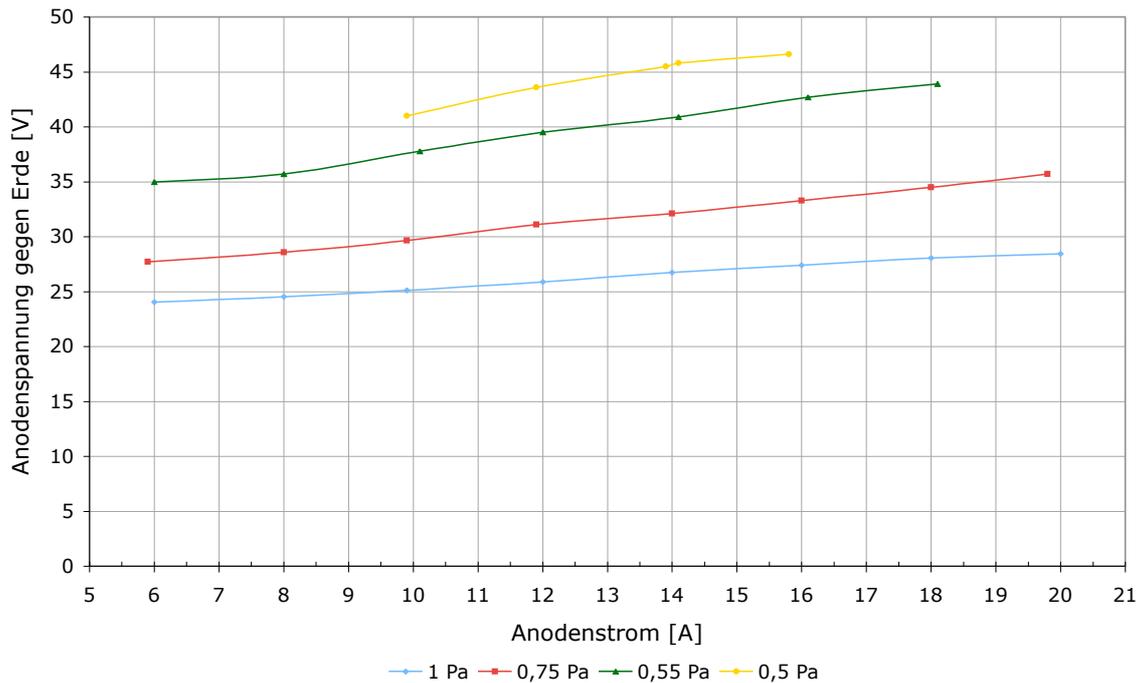


Abbildung 4.8: Spannung der Anode gegen Erde in Abhängigkeit des Anodenstroms, bei verschiedenen Drücken (60 V Entladungsspannung, Konfiguration A, Target und Substrathalter auf Masse).

## Diskussion

Die Stabilität der Entladung ist empfindlich abhängig vom Druck. Bereits Verschiebungen um 0,05 Pa, was etwa der Reproduzierbarkeit der verwendeten Druckmessung entspricht, können verheerende Auswirkungen auf die Stabilität des Prozesses haben. Bei zu hohen Entladungsströmen kann also das Plasma relativ leicht kollabieren, wenn der Druck zu niedrig ist. Zum Vergleich kann man die Daten der Arbeit von McClanahan et al. [7] hinzuziehen. Für Argon als Sputtergas gibt er an, einen minimalen Druck von 0,67 Pa für einen Strom der Glühkathodenentladung zwischen 20 und 25 A zu benötigen. Dies deckt sich mit den Beobachtungen hier, bei 0,6 Pa konnten maximal 20 A erreicht werden, und es erscheint plausibel, dass man für 25 A einen etwas höheren Druck benötigt. Besondere Aufmerksamkeit verdient hierbei aber die Tatsache, dass in dieser zitierten Arbeit die Substrate mehr als fünfmal so lang waren wie hier, dass also die längere Entladungsstrecke sich diesbezüglich nicht auszuwirken scheint. In den Arbeiten von McClanahan et al. [7, 8, 10] wurde auch Krypton zum Sputtern verwendet, aber auch hier fällt auf, dass der dabei benötigte Druck von ungefähr 0,4 Pa bei verschiedenen langen Substraten (21,3 cm, 7,7 cm bzw. 9,2 cm) näherungsweise gleich blieb.

Der beobachtete Potentialabfall von bis zu 40 V zwischen Substrathalter und Anodenplatte erscheint zunächst sehr hoch, allerdings ist auch der Mittelteil auf Erde gelegt, was bedeutet, dass der Abfall der Spannung gleichmäßig auf der Entladungsstrecke stattfindet. Es scheint aber so zu sein, dass für die Absaugung der Elektronen zumindest 15 V zwischen Filamentkammer und Mittelteil zur Verfügung nötig sind.

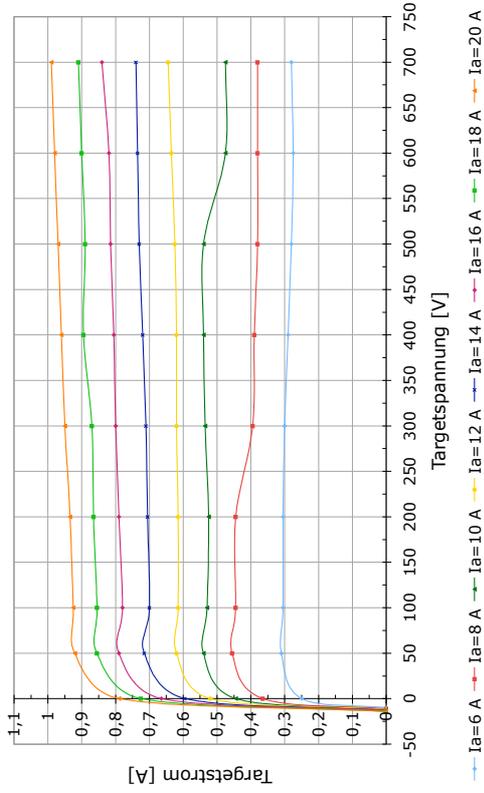
Für die Entladung an sich kann daraus keine zwingende Aussage getroffen werden, doch diese Spannung ist sicherlich auch ein Parameter, der eine gewisse Instabilität indiziert und sicherlich auch mit beobachtet werden sollte.

#### 4.1.4 Parameterstudien für Target- und Substratstrom

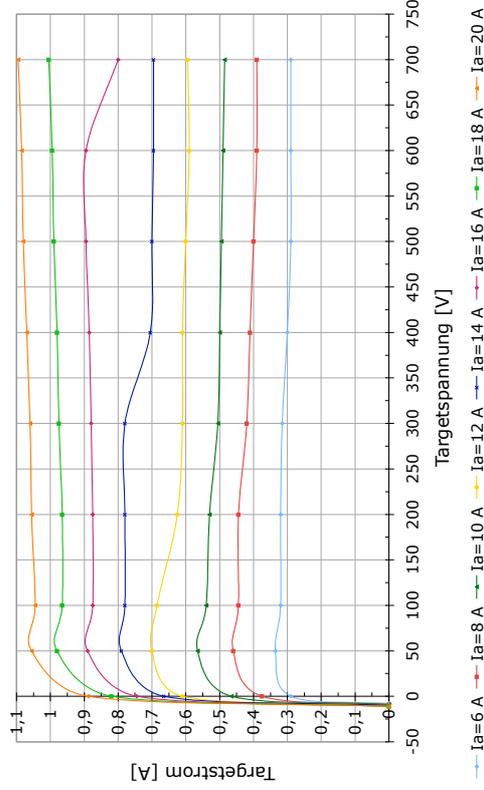
Ein wesentlicher Parameter für die Aufbringung von Schichten ist der Strom von Ionen auf das Target. Der Targetstrom  $I_t$  ist im wesentlichen vom Druck, dem Anodenstrom und der Targetspannung  $U_t$  abhängig, wenn man die Anodenspannung konstant auf 60 V hält, was in den folgenden Parameterstudien stets der Fall war. Targetspannung  $U_t$ , Substratspannung  $U_b$ , Targetstrom  $I_t$  und Substratstrom  $I_b$  bezeichnen dabei die Größen gemäß Abbildung 3.9. Es ist dabei zu beachten, dass positive Werte von  $U_t$  und  $U_b$  eine negative Spannung zu Erde bedeuten, dass also an Substrat und Target stets negative Spannungen anliegen. Abbildung 4.9 zeigt den Targetstrom als Funktion der angelegten Spannung am Target, in Konfiguration A gemäß Abbildung 3.9 und die Abhängigkeit des Targetstroms vom Anodenstrom bei verschiedenen Drücken. Es zeigt sich, dass der Targetstrom mit zunehmendem Anodenstrom annäherungsweise linear steigt, das Potential bei einem Strom von Null („floating potential“) liegt zwischen  $-8$  und  $-20$  V bei geerdetem Substrat, bei „floatendem“ Probenhalter hingegen bei bis zu  $-30$  V (wobei wieder zu beachten ist, dass diese Spannungen eigentlich positiv gegen Erde sind). Zudem ist der Targetstrom ab einer Spannung von 50 V quasi unabhängig von der angelegten Spannung. Manchmal allerdings bricht der Targetstrom bei höheren Spannungen ein. Senkt man danach die Spannung wieder, kann man die Kurve in den meisten Fällen trotzdem reproduzieren. „Sprünge“ des Targetstroms treten bevorzugt bei hohen Spannungen auf. Auch die Spannung der Anodenspannung gegen Erde wurde mitgemessen (siehe Abbildung 4.10). Diese wird vor allem durch das „floaten“ des Targets beeinflusst und ändert sich mit steigender Spannung nur geringfügig, manchmal steigt sie bei hohen Targetspannungen wieder an. Diese Werte sind gut reproduzierbar und blieben während der Experimente stets ungefähr gleich. Der Targetstrom hingegen veränderte sich, nachdem im Zuge einer Generalsanierung nach Beschichtung von Probe 5 alle Teile mit Salpetersäure von der mit der Zeit anfallenden Bronze-Schicht befreit wurden. Dabei sank der Strom um ungefähr 50 mA. Abbildung 4.11 zeigt den Targetstrom analog zu Abbildung 4.9, allerdings nach den Beschichtungsversuchen, also mit dem erniedrigten Strom, bei Targetspannungen bis zu 1000 V, gemeinsam mit der Spannung der Anode gegen Erde.

Auch für Konfiguration C wurde eine kurze Untersuchung bezüglich  $I_t$  und der Anodenspannung gemacht. Es zeigte sich, dass der Targetstrom nicht von der Änderung der Schaltung beeinflusst wird. Lediglich die Spannung Anode gegen Erde zeigt eine deutliche Verschiebung, siehe dazu Abbildung 4.12 und 4.13.

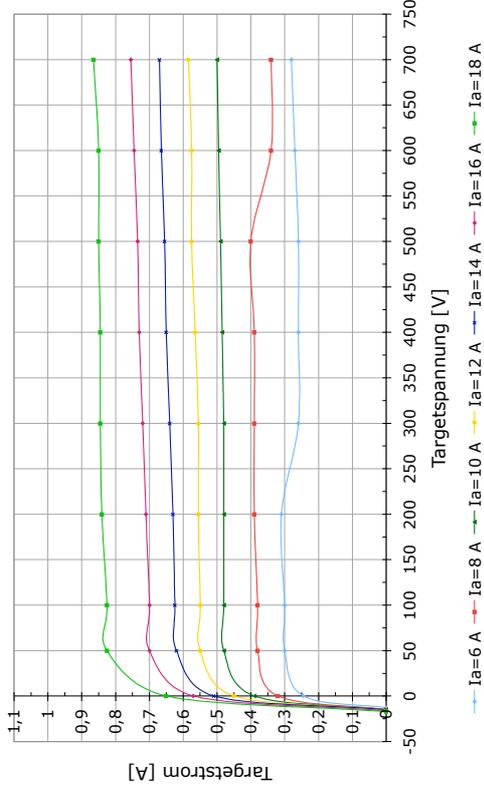
Ähnliche Studien kann man natürlich auch mit dem Substrathalter durchführen. Dies wurde für zwei verschiedene Drücke durchgeführt, die Ergebnisse kann man in Abbildung 4.14 sehen. Es zeigt sich, dass der Strom sich qualitativ wie der Targetstrom verhält, allerdings ist der Strom wesentlich höher als beim Target. Vergleicht



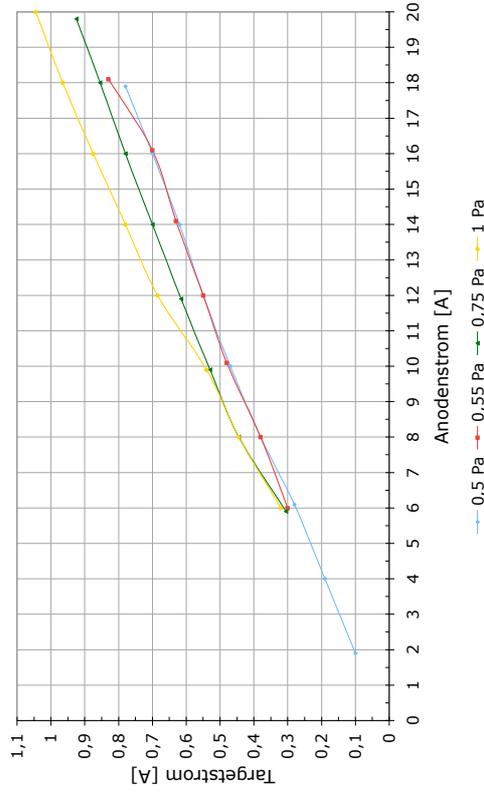
(a) 0,55 Pa



(b) 1 Pa



(c) 0,75 Pa



(d)

Abbildung 4.9: (a)-(c): Targetstrom bei verschiedenen Drücken und Entladungsströmen, in Abhängigkeit der Spannung am Target. (d) Targetstrom bei verschiedenen Drücken in Abhängigkeit des Anodenstroms, bei einer Targetspannung von 100 V. Alle Kurven wurden vor den Beschichtungsversuchen aufgenommen, mit der elektrischen Konfiguration A (Abbildung 3.9), wobei  $U_a$  bei 60 V und  $U_b$  bei 0 V lag.

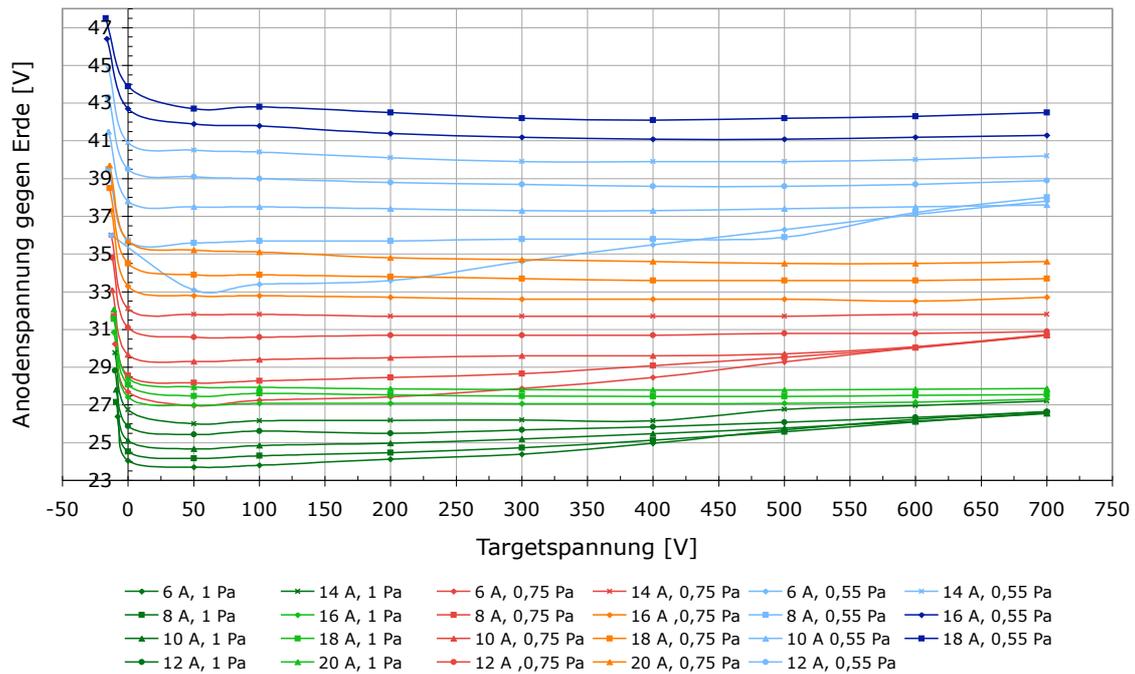


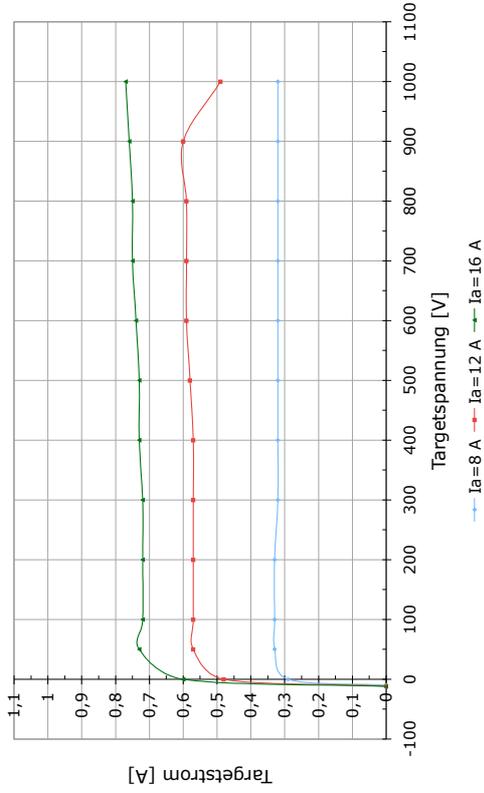
Abbildung 4.10: Spannung Anode gegen Erde, für verschiedene Drücke und Entladungsströme. Alle Kurven wurden vor den Beschichtungsversuchen aufgenommen, mit der elektrischen Konfiguration A, wobei  $U_a$  bei 60 V und  $U_b$  bei 0 V lag.

man hingegen die Stromdichten, ist der Unterschied nicht mehr so groß, siehe Abbildung 4.15.

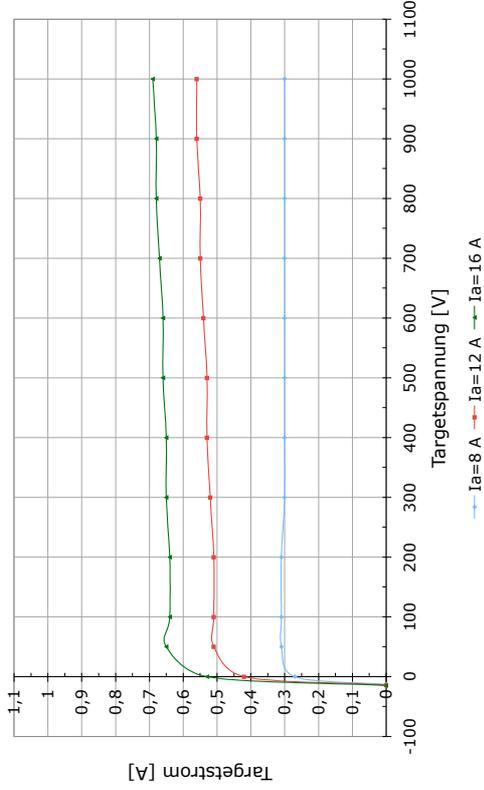
## Diskussion

Der Targetstrom verläuft ungefähr linear mit dem Anodenstrom, ein Ergebnis, das sich gut mit den Beobachtungen von Tisone und Cruzan [6] deckt, wenn auch in etwas verändertem Maßstab, da die Ströme in diesem Experiment wesentlich höher lagen. Auch die Verläufe des Targetstroms mit der Targetspannung wurden dort analog gemessen, allerdings nur bis 150 V, was der Grund sein könnte, dass Targetstromeinbrüche wie bei den Experimenten hier nicht in der Arbeit erwähnt sind. Offensichtlich scheint es in diesem Fall zwei Zustände des Plasmas zu geben, die sich durch unterschiedlich hohe Targetströme bemerkbar machen, genaueres lässt sich aber leider mangels Möglichkeit zur optischen Überprüfung des Plasmas nicht sagen. Der permanente Einbruch des Targetstroms hingegen, der unmittelbar nach der Reinigung des Reaktors mit Salpetersäure eintrat, lässt sich möglicherweise im Zusammenhang mit der Veränderung der Oberflächen erklären, da das Aluminium durch die Behandlung mit Salpetersäure eine dickere Aluminiumoxidschicht bilden kann, was durch die verminderte Leitfähigkeit durchaus einen Effekt auf den Nettostrom haben könnte.

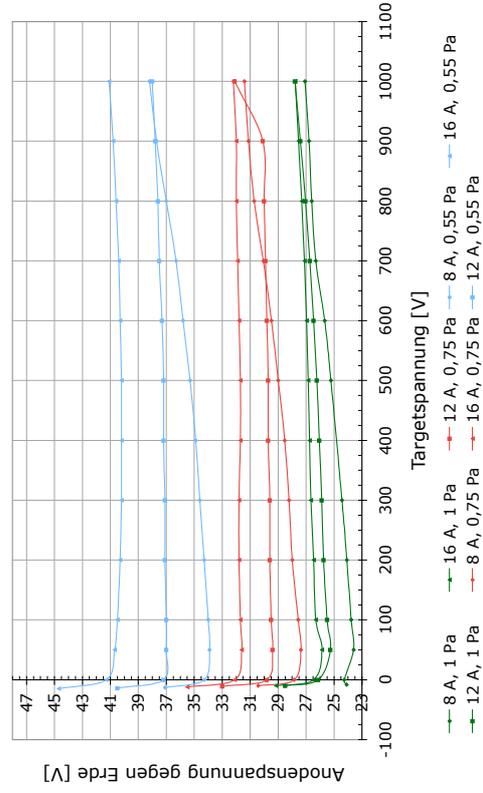
Überbrückt man den Isolator zwischen Mittelteil und Filamentkammer, so hat man keine Einbußen beim Targetstrom zu befürchten, was sicher ein wichtiges Resultat in



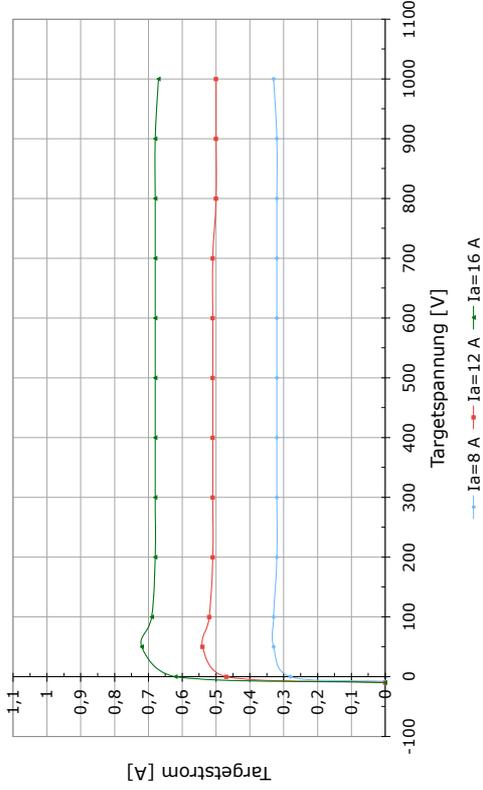
(a) 0,55 Pa



(b) 0,75 Pa



(c) 1 Pa



(d) 1 Pa

Abbildung 4.11: (a)-(c): Targetstrom bei verschiedenen Drücken und Entladungsströmen, in Abhängigkeit der Spannung am Target. (d) Spannung Anode gegen Erde, für verschiedene Drücke und Entladungsströme. Alle Kurven wurden nach den Beschichtungsversuchen aufgenommen, mit der elektrischen Konfiguration A (Abbildung 3.9), wobei  $U_a$  bei 60 V und  $U_b$  bei 0 V lag.

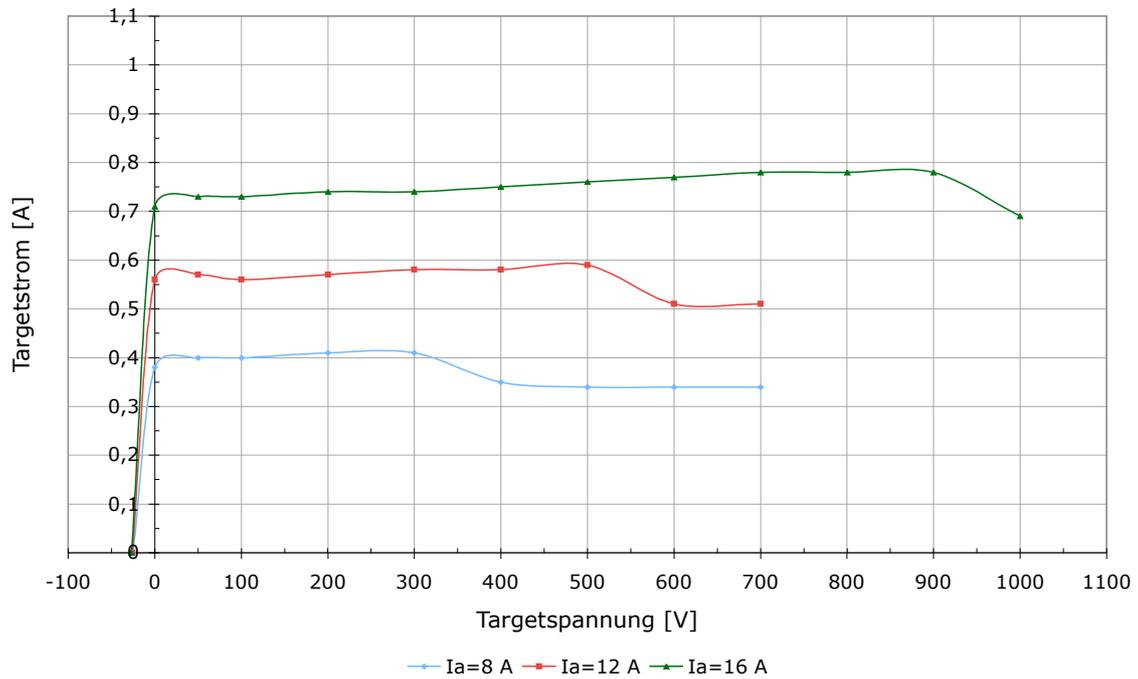


Abbildung 4.12: Targetstrom bei verschiedenen Anodenströmen für Konfiguration C (Abbildung 3.11) bei 0,75 Pa, in Abhängigkeit der Spannung am Target.  $U_a$  ist 60 V und  $U_b$  ist 0 V.

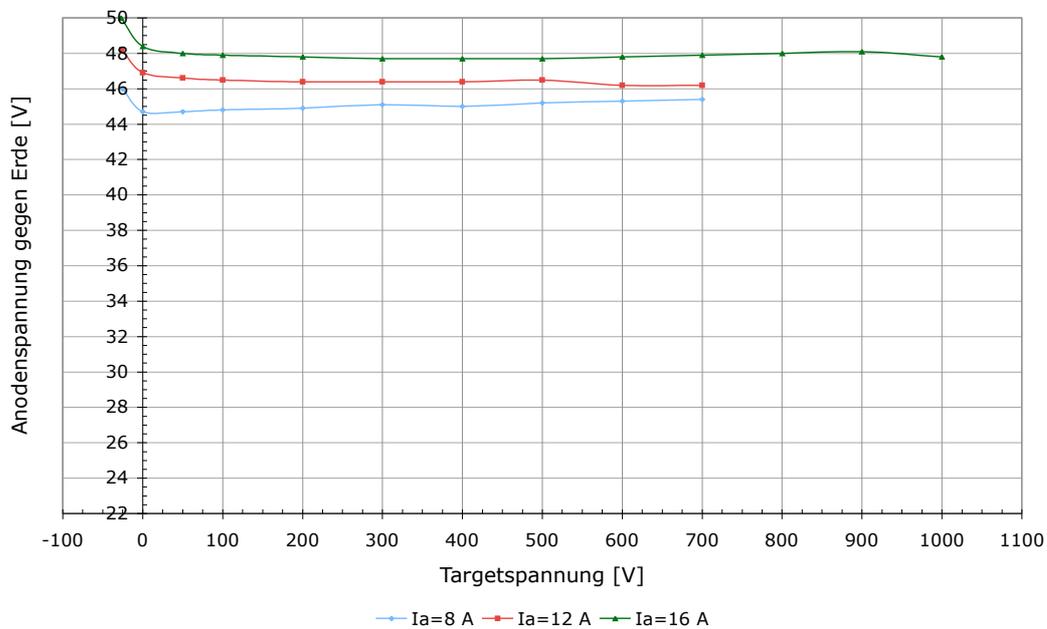
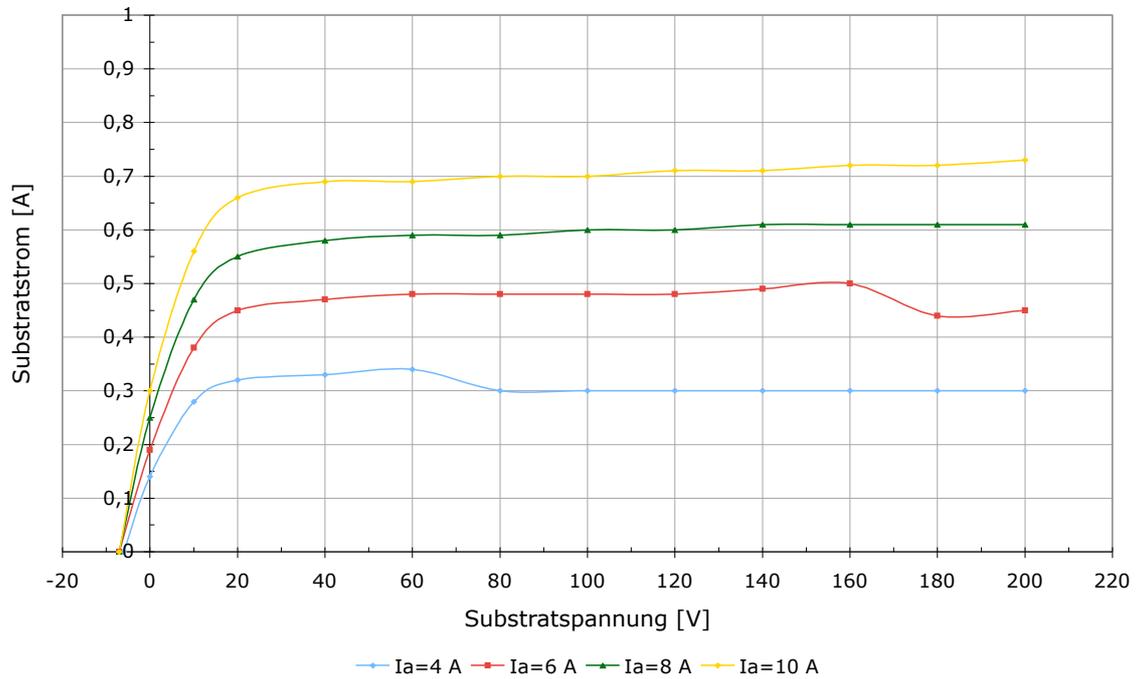
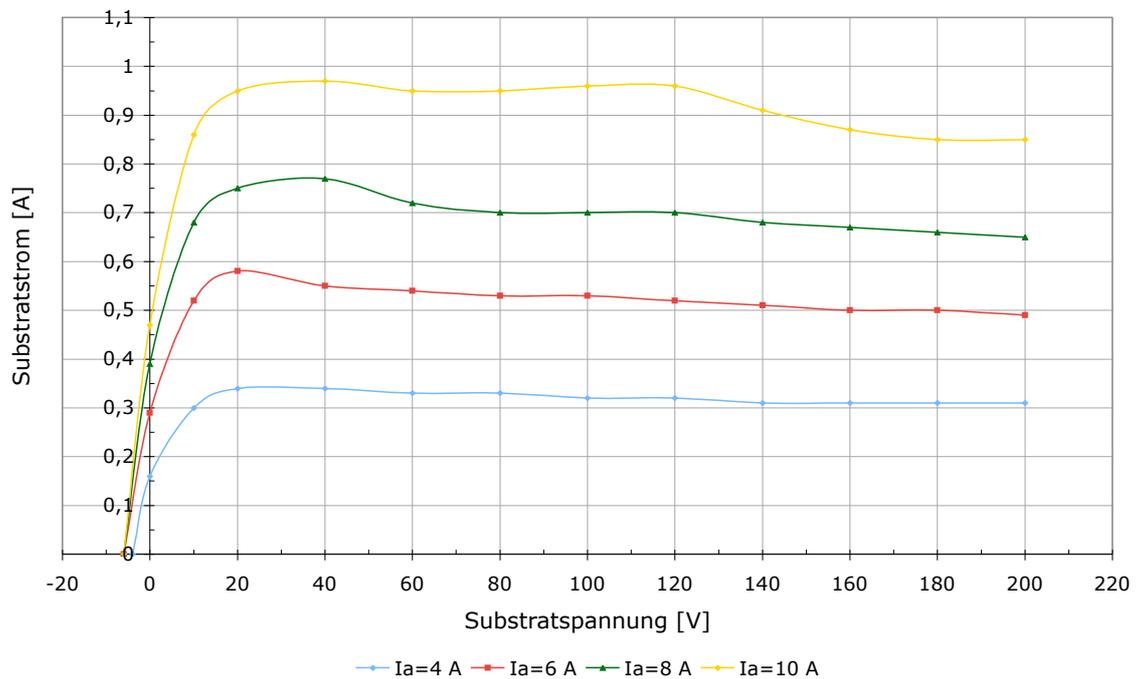


Abbildung 4.13: Spannung Anode gegen Erde bei verschiedenen Anodenströmen für Konfiguration C (Abbildung 3.11) bei 0,75 Pa, in Abhängigkeit der Spannung am Target.  $U_a$  ist 60 V und  $U_b$  ist 0 V.



(a) 0,5 Pa



(b) 1 Pa

Abbildung 4.14: Substratstrom bei verschiedenen Anodenströmen für Konfiguration A (Abbildung 3.9) bei 0,5 und 1 Pa, in Abhängigkeit der Spannung am Target.  $U_a$  ist 60 V und  $U_t$  ist 0 V.

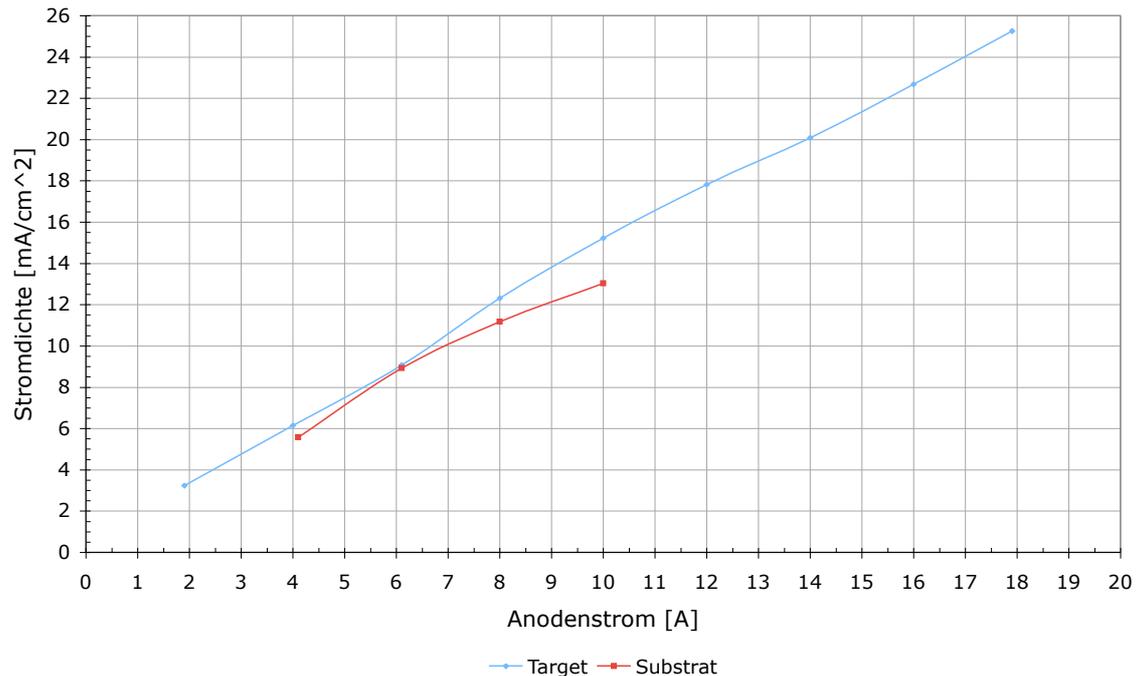


Abbildung 4.15: Stromdichte an Substrathalter bzw. Target in Abhängigkeit des Anodenstroms bei einer jeweilig angelegten Spannung von 100 V bei 0,5 Pa. Konfiguration A (Abbildung 3.9), Entladungsspannung 60 V.

Hinsicht auf die mögliche Konstruktion weiterer Gerätschaften ist. Dass die Anodenspannung sich verschiebt, ist einleuchtend, da das Erdpotential näher zum Filament verschoben wird, und sich die Entladung in ihrer Potentialverteilung angleicht. Interessant wäre allerdings zu beobachten, ob sich das in irgendeiner Weise auf die Stabilität der Entladung auswirken kann, dafür scheint es aber keine Anzeichen zu geben.

## 4.2 Beschichtungsversuche

Im Zuge dieser Arbeit wurden insgesamt 12 Beschichtungsversuche durchgeführt und für diese Bedingungen die Beschichtungsraten bestimmt. Jeder Prozess beinhaltete folgende Schritte:

- Vor jedem Prozess wurde die zu beschichtende Hülse mit Aceton sorgfältig gereinigt, mit Ausnahme von Probe 1 zusätzlich 10 Minuten im Ultraschallbad.
- Danach wurde die Buchse gewogen.
- Nach Zusammenbau des Reaktors wurde zumindest für 15 Stunden das System evakuiert, bis der Druck im Bereich von  $10^{-2}$  Pa lag, was allerdings den untersten Bereich der Druckmessung darstellt und dementsprechend mit großen Fehlern behaftet ist.

- Vor Beginn des Prozesses wurde stets eine Aufwärmphase von 10 Minuten eingehalten, während der der Anodenstrom langsam auf den gewünschten Wert gesteigert wurde und die Entladung thermische Stabilität erlangen sollte.
- Danach folgte eine Reinigungsphase des Substrates, bei der am Probenhalter Spannungen zwischen 100 und 150 V angelegt wurden. Diese wurden für 5 bis 10 Minuten aufrechterhalten, wobei Ströme am Substrathalter zwischen 0,5 und 1,4 A typisch waren, je nach gewähltem Betriebspunkt.
- Nach dieser Phase wurde das Substrat auf Erde gelegt, außer bei Versuch 1, wo die Probe auf „floating potential“ gelassen wurde. Der Beschichtungsprozess selbst wurde unmittelbar danach gestartet und dauerte zwischen 30 und 60 Minuten. Arcs traten vor allem während der ersten 5 Minuten des Prozesses auf, weswegen bei höheren Drücken und Spannungen zunächst 5 Minuten der Beschichtungsvorgang bei einer niedrigeren Spannung (350 V) gestartet und erst danach auf die volle Spannung gebracht wurde (Proben 6 und 11). Dies sollte die Anzahl dieser Instabilitäten zu vermindern. Während des Prozesses wurde der Anodenstrom nachgeregelt und lag typischerweise bei Werten von  $\pm 0,5$  A um den Sollwert. Der Strom reagierte äußerst empfindlich auf kleinste Änderungen am Filament, was ihn schwer regelbar machte.
- Frühestens 30 Minuten nach Prozessende wurde das System belüftet, die Probe entnommen und erneut gewogen.

Aus der Massendifferenz der beiden Wägungen wurde mit Hilfe der Daten für die Dichte von Bronze (DKI [13]) die Schichtdicke bestimmt. Zudem wurden die Proben auch zersägt und die Schichtdicke mittels Mikroskop vermessen, was einen zusätzlichen Messwert liefert. Ausgenommen davon sind allerdings Proben 6 und 12, bei denen in mehreren Lagen übereinander beschichtet wurde, welche sich optisch nicht unterscheiden lassen. Nach der optischen Messung wurden auch die Schichtdicken nach Vickers bestimmt. Beschichtungsbedingungen und Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Abbildung 4.16 (a) zeigt ein typisches Bild des Schliffs, das zur Bestimmung der Schichtdicke herangezogen wurde. Die optische Überprüfung ergab zudem, dass die Schichtdicke axial gleich verteilt ist. Die Schichthaftung war bei Probe 1 nicht ausreichend, sodass die Prozedur des Zersägens und Schleifens zum Abblättern der Schicht führte. Als Gegenmaßnahmen wurden die Substrate vor Einbau in den Reaktor 10 Minuten im Ultraschallbad gereinigt und die Spannung während der Reinigungsphase auf bis zu 150 V erhöht. Abbildung 4.16 (b) zeigt ein solch ein Substrat mit guter Schichthaftung.

Die Versuche wurden ab Probe 2 systematisch für Drücke von 0,55, 0,75 und 1 Pa durchgeführt, jeweils bei einem Anodenstrom von 8, 12 und 16 A und einer Targetspannung von 700 V. Die Anodenspannung betrug stets 60 V. Zwei Proben wurden für eine Spannungsvariation bei 1 Pa, 16 A und auch bei 350 und 1000 V vermessen. Die Targetströme sollten sich demnach gemäß der Parameterstudien aus Abschnitt 4.1.4 einstellen, doch leider änderten sich die Parameter nach Beschichtung von Probe 5 sehr stark; zum einen sank der Strom am Substrat stark ab, und auch der Targetstrom brach ein, was starke Auswirkungen auf die Beschichtungsraten hatte.

Nr.	P [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	t <sub>1</sub> [min]	U <sub>b1</sub> [V]	I <sub>b1</sub> [A]	t <sub>2</sub> [min]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]	U <sub>b2</sub> [V]	I <sub>b2</sub> [A]	T <sub>Sub</sub> [°C]	Arcs	d <sub>opt</sub> [μm]	Rate [μm/min]	d <sub>wieg</sub> [μm]	Rate [μm/min]	HV 0,1
1	0,5	60	6	14	134,4	10	100	0,48	60	800	0,29	float	-	-	2	23	0,38	23	0,38	357
2	0,55	60	12	17,8	131,8	10	150	0,9	60	700	0,57	0	0,21	34	2	50	0,83	56	0,93	384
3	0,55	60	16	18,9	135,4	5	150	1,08	30	700	0,7	0	0,25	32,2	4	37	1,23	33	1,10	371
4	0,75	60	16	19	137	5	150	1,26	30	700	0,78	0	0,26	40	8	43	1,43	38	1,27	385
5	1	60	16	19,3	123	5	150	1,21	60	350	0,81	0	0,24	39,3	5	55	0,92	52	0,87	358
6	1	60	16	14,4	140,7	5	150	1,12	30	350, 700	0,7	0	0,11	43,8	0	53 (-)	-	56 (34)	1,13	354
7	0,75	60	12	14,6	138,2	5	150	0,86	30	700	0,53	0	0,11	39,2	12	28	0,93	26	0,87	338
8	1	60	12	14,2	132,5	5	150	0,93	30	700	0,53	0	0,1	38,9	0	28	0,93	27	0,90	372
9	0,75	60	8	14	126,9	5	150	0,6	60	700	0,34	0	0,06	36,7	0	36	0,60	36	0,60	370
10	1	60	8	14,3	127,5	5	150	0,6	60	700	0,36	0	0,05	26,6	4	43	0,72	38	0,63	367
11	1	60	16	16	136,3	8	125	1,41	30	350, 1000	0,7	0	0,15	42,7	13	63	2,10	46 (42)	1,40	337
12	0,55	60	8	14,7	127,8	5	150	0,57	60	700	0,32	0	0,08	30	4	-	-	33	0,70	-

Tabelle 4.2: Übersicht Beschichtungsversuche. Index 1 bezeichnet dabei die jeweiligen Größen während der Reinigungsphase, 2 die während des Beschichtungsvorgangs. In Klammern sind jeweils die Schichtdicken angegeben, die nur während des Prozesses mit der vollen Spannung erreicht wurden, hochgerechnet aus Versuch Nummer 5.

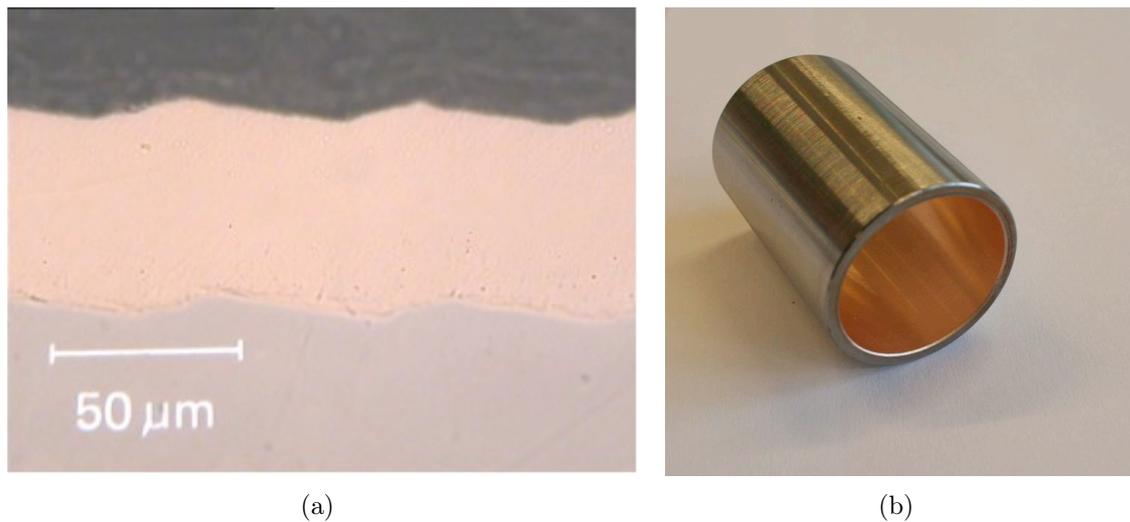


Abbildung 4.16: (a) Bild des Schliffs von Probe 2, die Schichtdicke kann daraus entnommen werden. (b) Bild eines Substrats nach dem Beschichtungsvorgang.

Da die Daten sonst nicht mehr vergleichbar sind, ist der Targetstrom gegen die Rate in Abbildung 4.17 aufgetragen. Auch die Abhängigkeit von der Spannung wurde untersucht, die Ergebnisse finden sich in Abbildung 4.18.

## Diskussion

Die Beschichtungsrate scheint linear mit dem Targetstrom zu wachsen und nicht besonders stark vom Druck abzuhängen. Bei der Kurve mit der Variation der Spannung wirkt sich allerdings sehr stark aus, dass sich der Targetstrom zwischenzeitlich änderte. Weil der erste Punkt der Kurve noch bei den höheren Strömen aufgenommen wurde, sind die beiden anderen nicht wirklich gut vergleichbar, was die Kurve verfälscht. Außerdem wurde basierend auf der Rate bei Probe 5 eine Korrektur für die Minuten, während nur mit 350 V beschichtet wurde, vorgenommen. Zudem wäre es sicherlich für beide Diagramme interessant, weitere Punkte aufzunehmen. Zusammenfassend kann bemerkt werden, dass die Beschichtungsrate in erster Linie von Targetstrom und Targetspannung abhängig ist, wobei ersterer vor allem durch den Anodenstrom bestimmt wird. In Hinsicht der Leistungsaufnahme des Systems scheint es am günstigsten zu sein, zu höheren Drücken zu wechseln, da dann weniger Leistung am Filament benötigt wird, um einen höheren Anodenstrom zu erzielen, was letztlich durch die stärkere Gasverstärkung erklärbar ist. Die erreichten Härten nach Vickers sind vergleichbar mit solchen, die bei konventionellen Methoden entstehen würden, sind für die Anwendung als Gleitlager aber nicht ausreichend. Dies liegt aber hauptsächlich daran, dass  $\text{CuSn}_8$  als selbstschmierende Schicht für die Anwendung in Gleitlagern nicht geeignet ist, bei Verwendung eines anderen Materials kann sicherlich die Härte gesenkt werden.

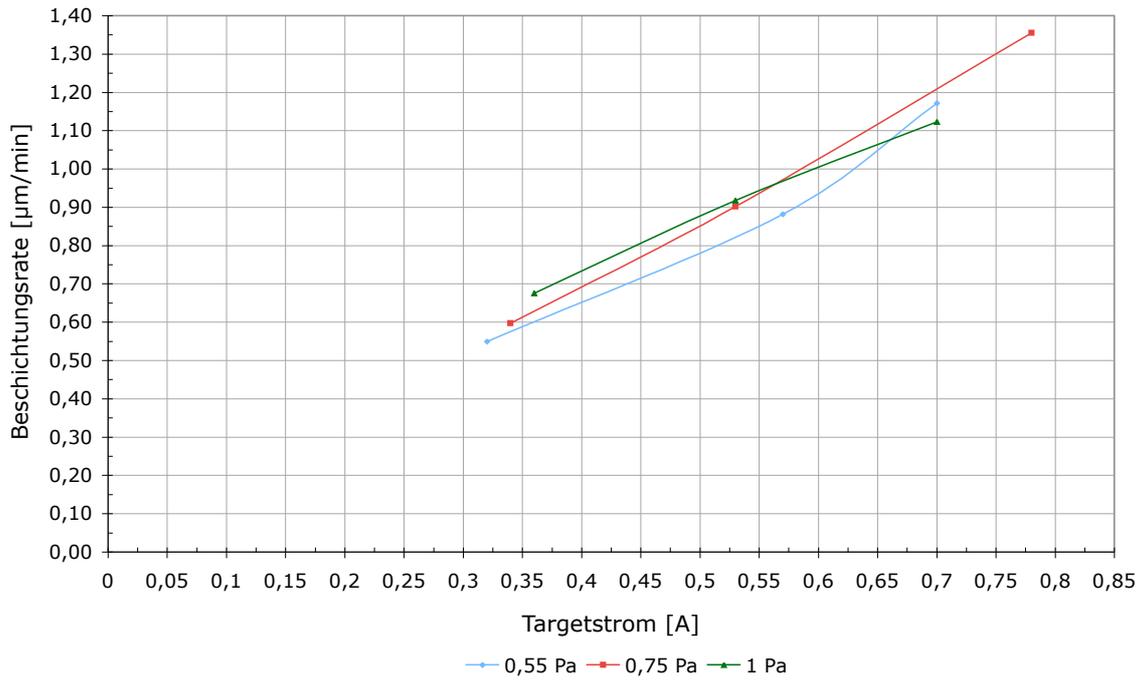


Abbildung 4.17: Beschichtungsrate in Abhängigkeit des Targetstroms für verschiedene Drücke bei einer Targetspannung von 700 V,  $U_a$  ist 60 V.

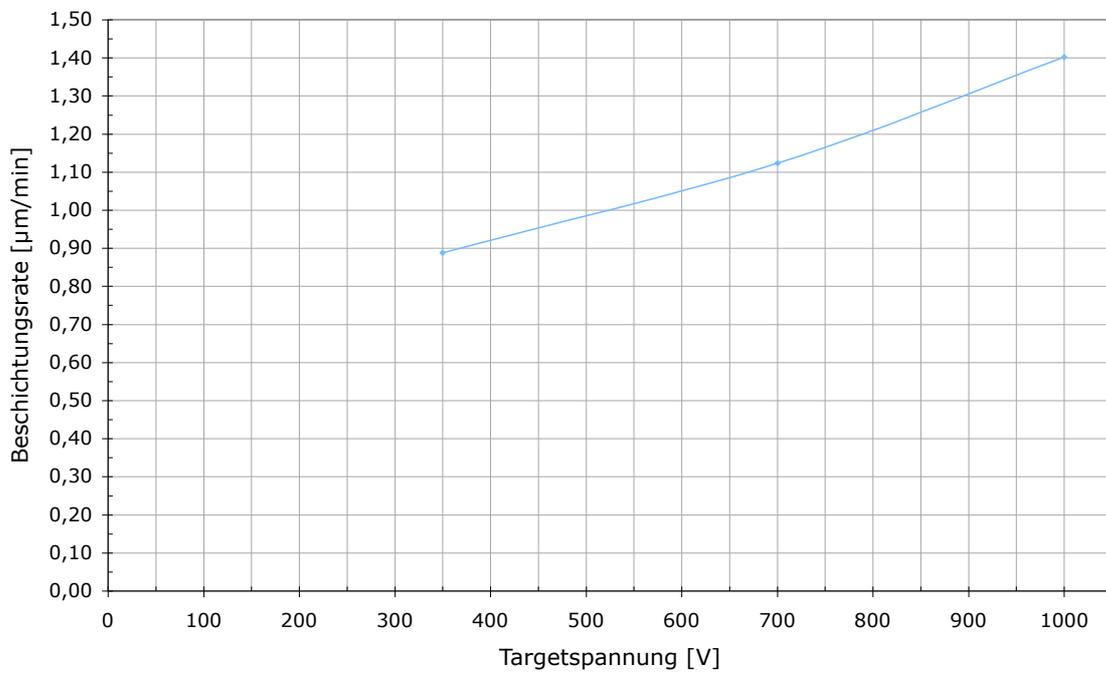


Abbildung 4.18: Beschichtungsrate bei 1 Pa, 60 V Entladungsspannung.

## 4.3 Besonderheiten im Betrieb

### 4.3.1 Kontamination des Versuchsreaktors

Das abgesputterte Material des Targets gelangt leider nicht nur zum Substrat, sondern natürlich auch an die Wände des Reaktors. Dies zieht eine Reihe von Problemen nach sich. Das größte Problem ist die Beschichtung von Isolatoren, da diese dadurch ihre Funktion verlieren, siehe auch Abbildung 4.19. Besonders betroffen waren davon die Macorringe an den Durchführungen des Targets. Bei der hier gewählten Konstruktion ist es nämlich nicht möglich, die Macorringe so abzudecken, dass sie keine direkte Sichtlinie zum Prozess haben. Abhilfe geschaffen werden kann lediglich durch längere Spalten, weil durch die längere Weglänge die Wahrscheinlichkeit abnimmt, dass ein Cu- oder Sn-Teilchen bis zum Ring vordringen kann. Dies wurde einerseits durch ein Molybdänröhrchen an der Bodenplatte, andererseits durch ein Verlängerungsstück an der Anode realisiert. Das Molybdänröhrchen hat dabei aber auch den Vorteil, dass das Target vor der Hitze des Filaments besser geschützt wird und im Bereich des Glühdrahts weniger vom Targetmaterial gesputtert wird, was sich wiederum vorteilhaft auf die Betriebsdauer des Filaments auswirkt. Leider konnte durch diese Verlängerung der Spalten dieser Effekt der Beschichtung von Isolatoren nur verzögert und nicht verhindert werden. Ist dieser Prozess weiter fortgeschritten, kann dies zur Instabilität der Entladung und Kurzschlüssen im System führen. Verhängnisvoll ist hier auch, dass sich eine leichte Beschichtung unter Umständen erst bei höheren Spannungen bemerkbar machen kann, dass also mit einem normalen Multimeter kein Kurzschluss gemessen wird. Auch einer der Teflonringe wurde beschichtet, konkret der untere Ring des Substrathalters. Im Gegensatz zum Macorring konnte hier allerdings leicht Abhilfe geschaffen werden, indem die direkte Linie zur Entladung durch eine kleine Modifikation der Standplatte des Substrats unterbrochen wurde.

Obwohl eine Kontamination der metallenen Oberflächen in diesem Licht zunächst nicht so dramatisch erscheint, kann auch dies erhebliche Probleme heraufbeschwören und zur Instabilität des Prozesses führen. Das größte Problem hierbei ist, dass diese Schichten nicht gut an der Oberfläche haften, und sich wieder lösen können. Diese Partikel können dann herunterfallen und entweder auch Kurzschlüsse verursachen, indem sie enge Spalten verstopfen oder aber einen weiteren Grund für Instabilitäten darstellen. In diesem Zusammenhang stellte sich die fortwährende Beschichtung an der Anode als besonders fatal heraus. Die Schicht fiel infolge höherer Temperaturbelastung (da zuvor die Kühlung gedrosselt wurde, sodass die Anodenplatte eine Temperatur von ungefähr 50°C erreichte) ab und verursachte zwischen dem Molybdänröhrchen der Bodenplatte und dem Target einen Kurzschluss. Bilder davon sind in Abbildung 4.20 enthalten. Dies zeigt einerseits die Wichtigkeit der Kühlung, andererseits vor allem die Notwendigkeit, die Anode vor jedem Beschichtungsversuch zu reinigen.

Es gibt allerdings auch andere Quellen der Verunreinigung des Systems: abdampfendes Tantal und Aluminium, bzw. auch Molybdän aus den Hitzeschilden. So wurden zum Beispiel die Aluminiumoxidröhrchen, die dem Filament als Stütze dienen soll-

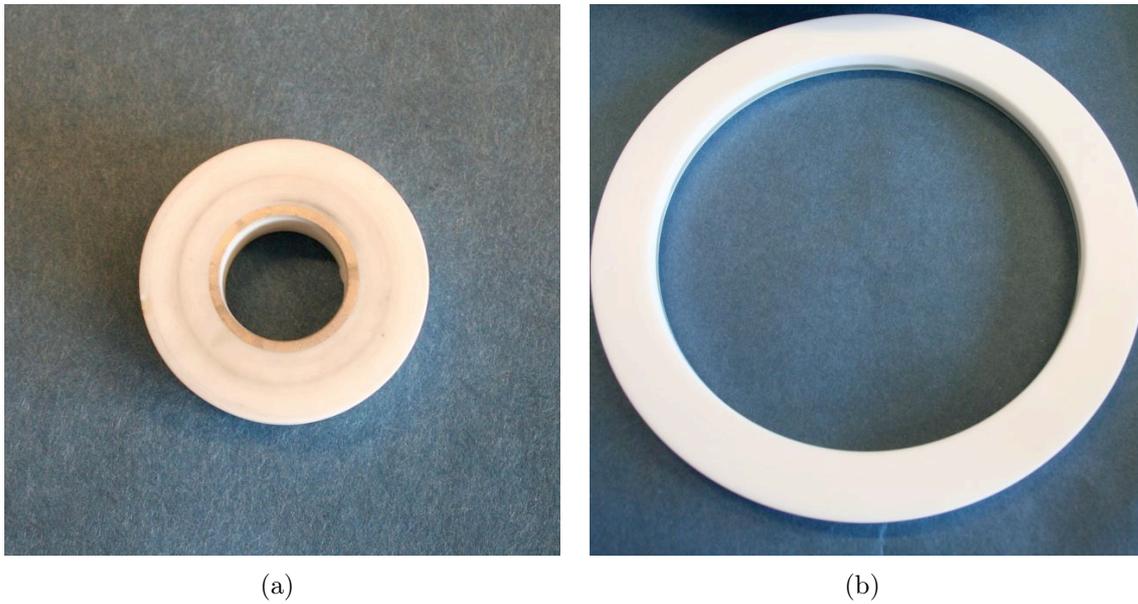


Abbildung 4.19: Beschichtungen an (a) einem Macroring an der Durchführung des Targets und (b) dem Teflonring direkt unterhalb des Substrathalters.

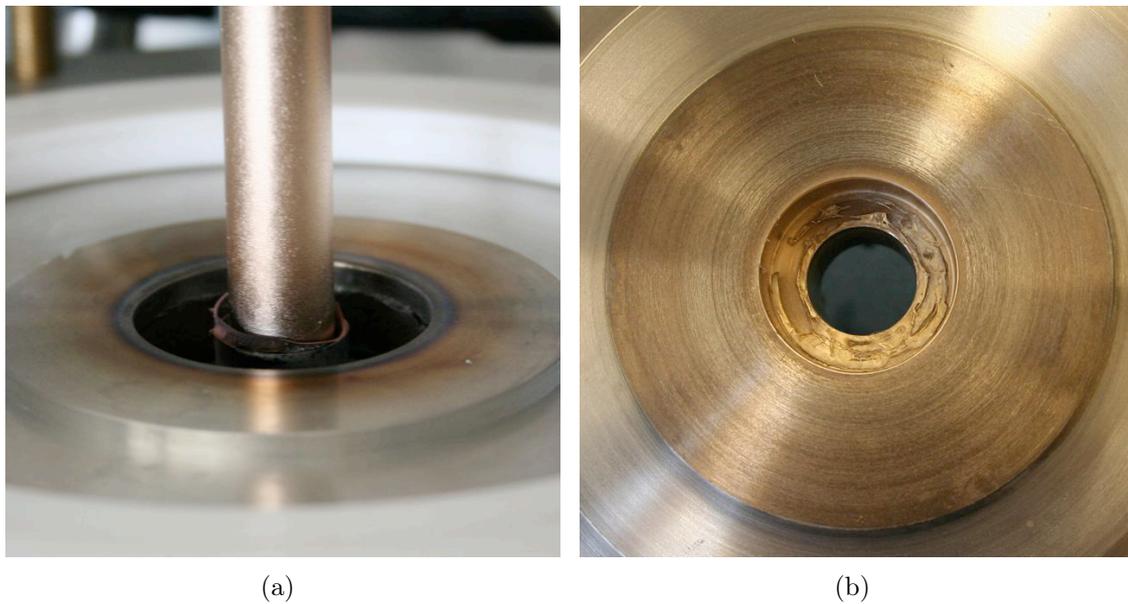


Abbildung 4.20: (a) Kurzschluss am Target verursacht durch ein herabgefallenes Partikel der Anode. (b) Abblätternde Schicht an der Anode.

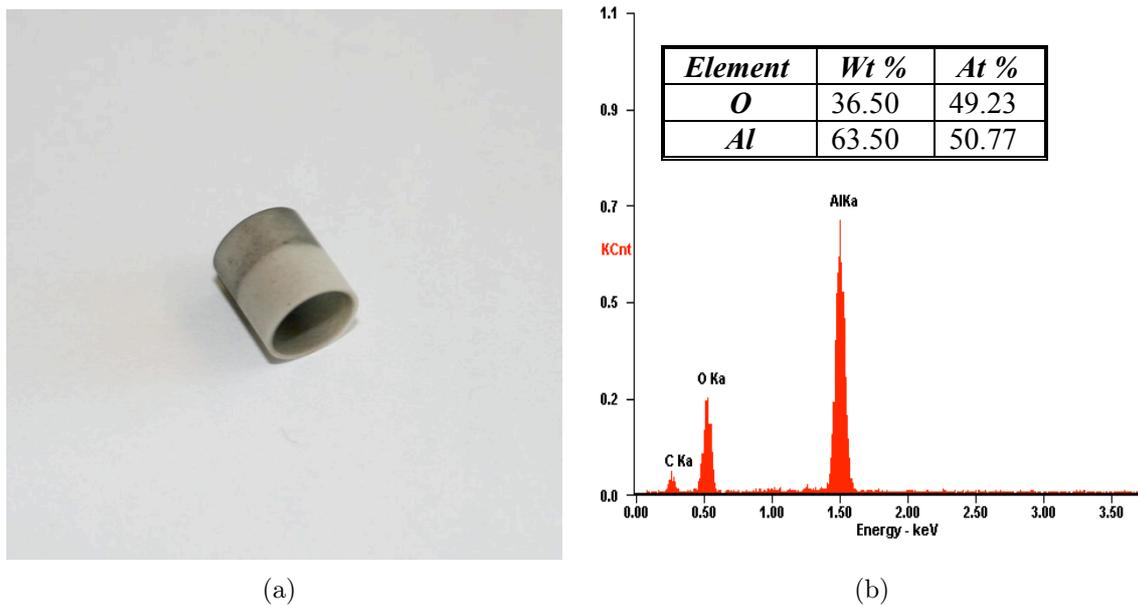
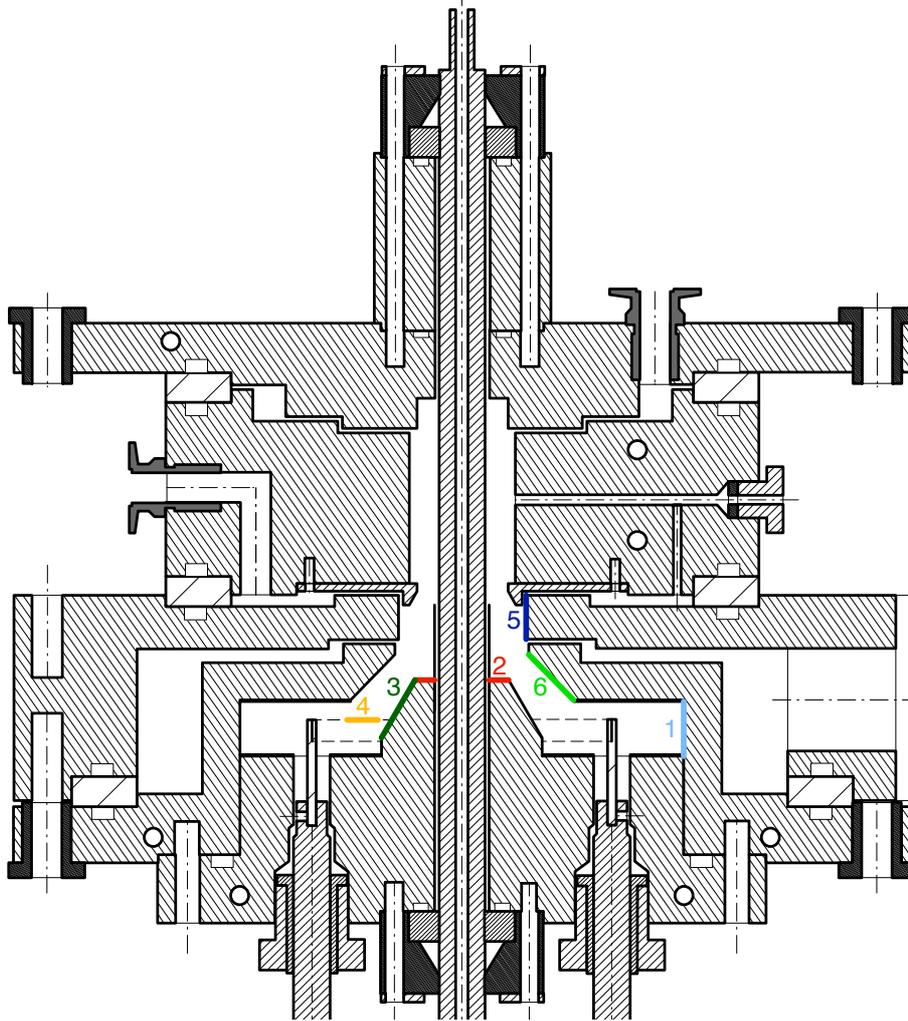


Abbildung 4.21: Beschichtetes Aluminiumoxidröhrchen mit EDAX Analyse der Oberfläche.

ten, mit einer metallischen Schicht überzogen. Eine Analyse mittels EDAX lieferte keine klaren Ergebnisse über die Natur der Schicht, siehe Abbildung 4.21. Lediglich eine erhöhte Konzentration von Aluminium gegenüber Sauerstoff wurde beobachtet, wobei dies aber keine eindeutige Aussage liefert, da die quantitative Analytik dieses Verfahrens nicht ausreichend zuverlässig ist. Dies legt jedoch nahe, dass Aluminium trotz Kühlung an der Oberfläche abdampft und sich an das Röhrchen anlegt. Abhilfe geschaffen wurde in diesem Fall durch eine spezielle Rohr-in-Rohr Konstruktion (siehe auch Abschnitt 3.1.2), welche zumindest verhindert, dass das Filament elektrischen Kontakt mit der Bodenplatte der Kammer hat. Besonders wichtig ist die zuverlässige Isolierung bei Schaltung C, da sonst beim Zünden ein Kurzschluss zwischen Filament und Anode auftreten würde.

Das abdampfende Tantal scheint sich im ganzen Reaktor zu verteilen. Im Zuge einer gezielten Reinigung des gesamten Systems wurden auch Proben der abblätternden Schichten genommen und mittels EDAX-Analyse untersucht. Es zeigt sich (Abbildung 4.22), dass eine gewisse Tantal Kontamination bis zum Mittelteil nachweisbar ist. Dadurch ist nicht auszuschließen, dass auch in der fertigen Schicht Spuren von Tantal nachzuweisen sind. Schön erkennen kann man den unterschiedlichen Tantalgehalt auch an der Farbe der Schichten, siehe Abbildung 4.23.

Zur Reinigung des Reaktors wurden zunächst sämtliche bereits abblätternden Schichten entfernt und danach mit  $\text{HNO}_3$  behandelt. Da Aluminium stets eine Aluminiumoxidschicht an der Oberfläche ausbildet, ist diese unempfindlich gegen Salpetersäure. Kupfer und Zinn hingegen werden stark angegriffen und können leicht entfernt werden, wobei wegen der Entwicklung von giftigen Gasen stets unter einem chemischen Abzug gearbeitet werden musste. Tantal allerdings bildet wie Aluminium eine schützende Oxidschicht aus und kann deswegen nicht auf diese Art entfernt werden.



Nr.	Element	Wt %	At %
1	Cu	1.30	3.36
	Al	1.30	7.90
	Ta	96.79	87.82
	Mo	0.20	0.34
	Sn	0.42	0.57
2	Cu	72.02	77.43
	Al	0.90	2.29
	Ta	8.32	3.14
	Mo	0.70	0.50
	Sn	8.41	4.84
	Fe	9.65	11.80
3	Cu	1.29	3.21
	Al	1.80	10.57
	Ta	94.63	82.60
	Mo	1.86	3.06
	Sn	0.42	0.55

Nr.	Element	Wt %	At %
4	Cu	1.49	3.90
	Al	1.00	6.18
	Ta	97.17	89.44
	Mo	0.00	0.00
	Sn	0.34	0.48
5	Cu	72.33	82.94
	Al	0.90	2.43
	Ta	14.62	5.89
	Mo	0.77	0.58
	Sn	9.69	5.95
	Fe	1.70	2.22
6	Cu	1.48	3.88
	Al	1.01	6.21
	Ta	97.23	89.51
	Mo	0.00	0.00
	Sn	0.28	0.40

Abbildung 4.22: Orte der Probenentnahme für die EDAX-Analyse mit den Ergebnissen.

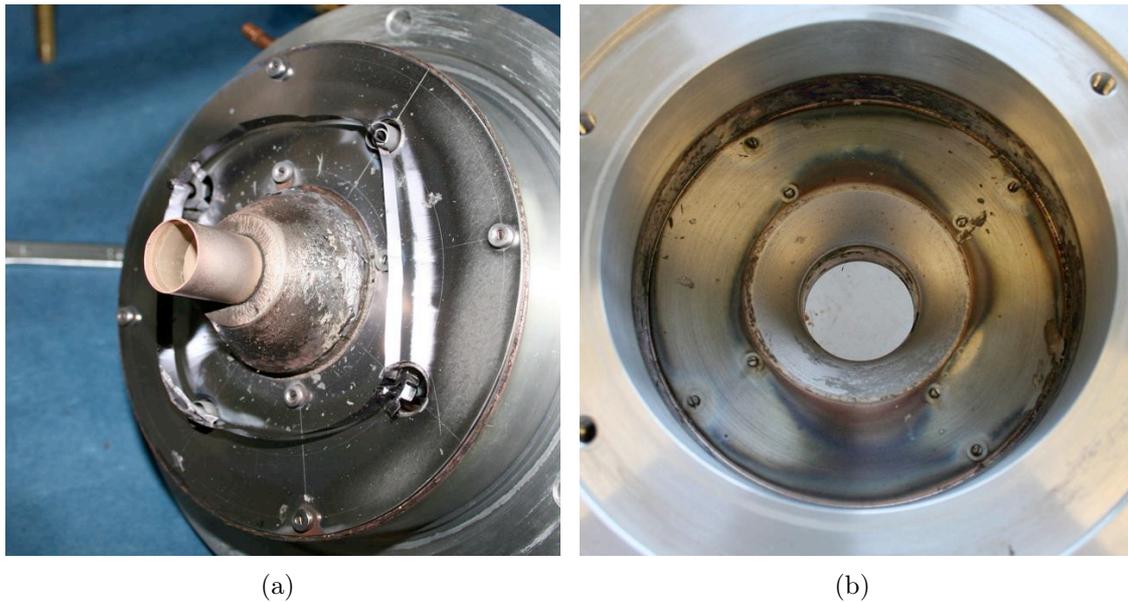


Abbildung 4.23: (a) Bodenplatte und (b) Filamentkammerdeckel vor Reinigung. Man beachte die unterschiedliche Färbung der Schichten, die bereits Rückschlüsse auf die enthaltenen Metalle zulässt (vgl. Abbildung 4.22).

Diese Prozedur wurde nach jedem Beschichtungsprozess an der Anode vollzogen, wobei keine Rückstände von Tantal sichtbar waren, was ein Hinweis ist, dass das Tantal nicht ganz bis zur Anode diffundiert. Nach Beschichtungsversuch 5 wurde auch die ganze Anlage gereinigt, wobei unlösliche Rückstände an der Bodenplatte, dem darüberliegenden Filamentkammerdeckel und auch an der Oberseite des Substrathalters zurückblieben. Nach dieser Reinigung allerdings stellten sich die Parameter der Entladung neu ein, vor allem der Targetstrom wurde vermindert, im Mittel um 50 mA. Auch der Substratstrom brach drastisch ein, um bis zu 150 mA, doch dort ist die Auswirkung auf den Beschichtungsprozess nicht unmittelbar gegeben. Ebenso zeigte das System ein verändertes Verhalten bei der Zündung; war es zunächst möglich, schon ab etwas mehr als einem Ampere Anodenstrom bis zur Anode zu zünden, so war dies nur mehr bis zum Substrathalter möglich, nach dem letzten Schritt brach die Entladung stets ab. Erst bei höheren Strömen (zwischen 5 und 10 A) konnte die Entladung durchgezündet werden, wobei sich der Anodenstrom auf ein Zehntel reduzierte. Durch weiteres Erhöhen der Leistung am Filament konnte der Anodenstrom erneut auf 5 bis 10 A gesteigert werden, wobei dieser Strom sich danach in sehr kurzer Zeit ohne Regulierung der Filamentleistung selbständig stark erhöhte. Es ist zu vermuten, dass dieses Verhalten mit der Ausbildung von dickeren Aluminiumoxidschichten durch den Einsatz der stark oxidierenden Salpetersäure in Verbindung steht. Dies vermindert die Leitfähigkeit des Materials an der Oberfläche, weswegen sich offenbar erst bei höheren Strömen die Entladung etablieren kann. Diese Theorie wird dadurch bestätigt, dass nach einem Beschichtungsprozess wieder das ursprüngliche Verhalten bei der Zündung beobachtet wird. Dies kann man darauf zurückführen, dass die Anode mit Kupfer beschichtet wird, was die Leitfähigkeit an der Oberfläche stark verbessert. Der Einbruch an Target- und Substratstrom könnte

ähnliche Ursachen haben, zudem traten beide Effekte gleichzeitig auf. Andererseits wurde die Anode auch schon davor ohne derartige Auswirkungen regelmäßig gereinigt, was das Zusammentreffen beider Effekte wiederum eher zufällig erscheinen lässt.

Die Reinigung der anderen Materialien hingegen gestaltet sich schwieriger, da lediglich Teflon gegenüber Salpetersäure beständig ist. Molybdän ist nicht beständig, deswegen konnten die Hitzeschilde und vor allem das Röhrchen am Target, welches stark betroffen ist, nicht gereinigt werden. Ersetzen der Molybdanteile durch Tantal scheint daher sehr sinnvoll zu sein, da Tantal durch seine Oxidschicht an der Oberfläche chemisch inert ist. PEEK und Macor lösen sich ebenfalls auf, weswegen die Zentrierringe an der Targetdurchführung nur abgeschliffen wurden, um sie von der leitenden Schicht zu befreien. Der Teflonring wurde gar nicht gereinigt, sondern lediglich umgedreht, da noch keine durchgängige Schicht bis zum Substrathalter gegeben war.

### 4.3.2 Thermische Belastung des Systems

Einer der Nachteile des Filaments ist die dadurch resultierende große thermische Belastung des Systems. Im Prinzip muss die abgestrahlte Leistung des Glühdrahts durch benachbarte Teile wieder abgeführt werden. Die abgeführte Kühlleistung wurde durch Messung des Durchflusses und der Temperaturdifferenz des Wassers von Ein- und Ausgang bei jedem der Beschichtungsversuche bestimmt. Die Ergebnisse eines repräsentativen Beispiels (Beschichtungsprozess 11) sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst, detaillierte Ergebnisse für diese Messungen sind im Anhang angegeben. Es zeigt sich, dass tatsächlich die abgestrahlte Leistung des Filaments hauptsächlich von der Bodenplatte und dem Filamentkammerdeckel abgeführt werden. Ansonsten kann man aus der elektrisch zugeführten Leistung des Teils nicht zwangsläufig auf die benötigte Kühlleistung schließen, dies wird an Tabelle 4.3 deutlich. Der Unterschied zwischen zugeführter und abgeführter Gesamtleistung liegt bei weniger als 8%, was im Rahmen der Ungenauigkeit der Messung liegt.

Die thermische Belastung des Targets ist auch an einem anderen Phänomen gut erkennbar. Abbildung 4.24 zeigt zwei Targets nach unterschiedlich langer Einsatzzeit. Während das untere nur relativ kurz eingesetzt wurde, weist das obere der beiden bereits eine deutliche Verringerung des Durchmessers auf. Neben der typischen rauen Struktur an der gesputterten Oberfläche der Targets kann man auch Verfärbungen in einer Art Übergangszone zu den verdeckten Bereichen hin bemerken. Dies ist auf Oxidbildungen bei Erwärmung von Kupfer zurückzuführen. Laut DKI [13] bildet Kupfer eine Oxidschicht,  $\text{Cu}_2\text{O}$ , aus, die von rötlicher Farbe ist. Ab Temperaturen von etwa  $260^\circ\text{C}$  wird diese von einer schwarzen  $\text{CuO}$  Schicht überdeckt. Da während des Depositionsprozesses immer noch genug Restsauerstoff vorhanden ist, kann sich diese Schicht auch in der Vakuumkammer ausbilden, und gibt damit einen Hinweis auf die thermische Belastung des Targets.

Wird eine Entladung über längere Zeit betrieben, wie zum Beispiel bei einem Beschichtungsprozess, so ist eine zeitliche Veränderung des Anodenstroms bemerkbar; bei konstanter Leistung am Filament erhöht sich der Strom, und muss nachgeregelt

<b>Zugeführte Leistung</b>	
Filamentleistung	2181 W
Targetleistung	700 W
Entladungsleistung	960 W
Gesamt	3841 W

<b>Abgeführte Leistung</b>	
Anodenplatte	396 W
Substrat	230 W
Mittelteil	139 W
Filamentdeckel	1176 W
Bodenplatte	1344 W
Filament	161 W
Target	687 W
Gesamt	4133 W

Tabelle 4.3: Leistungsbilanz des Systems während des Beschichtungsversuches Nummer 11.

werden. Dies kann auch mit der Einstellung eines thermischen Gleichgewichts zu tun haben. Für die Beschichtungsversuche wurden deshalb stets 10 Minuten „Vorbrennzeit“ eingehalten. Eine Drift des Stromes war jedoch während des gesamten Prozesses beobachtbar, was Nachjustierungen nötig machte.

### 4.3.3 Instabilitäten der Entladung

Instabilitäten der Entladung, sogenannte Arcs, treten häufig bei jedweder Art von Beschichtungsprozess auf und sind keine spezielle Eigenart der Triodensputterdeposition. Diese Erscheinungen traten während dieser Arbeit eigentlich nur während der Beschichtungsversuche auf, und da bevorzugt während der ersten Minuten nach Anlegen von Spannung an Substrat oder Target. In extremen Fällen konnten solche Instabilitäten auch zum Erlöschen des Plasmas führen. Neben negativen Auswirkungen auf Target und Schicht, scheint jeder Arc zudem das Filament zu belasten, insbesondere, wenn danach die Entladung zusammenbricht. Deutlich wurde dies, als das erste Filament nach dem Auftreten eines Arcs brach. Bei den Parameterstudien waren kaum Arcs beobachtbar, was wohl in der unterschiedlichen Zeit, innerhalb derer die Spannung erhöht wird, erklärbar ist. Für die Beschichtungsversuche war es allerdings nicht möglich, die Spannung langsam zu erhöhen, da sonst die Beschichtungsrate nicht bestimmbar gewesen wäre.

Eine weit verbreitete Strategie gegen Arcs ist die Verwendung von Netzgeräten mit Arcerkennung, wie auch das in dieser Arbeit zunächst verwendete Gerät der Firma Elan. Diese erkennen eine sprunghafte Steigerung des Stromes (zentrales Kennzeichen eines Arcs) und erniedrigen die Spannung bis zum Erlöschen des Arcs. Normalerweise, bei der Konfiguration des Magnetronsputterns beispielsweise, muss zur Kathode, die gleichzeitig das Target ist, danach erneut eine Entladung gezündet wer-



Abbildung 4.24: Zwei Targets nach Gebrauch. Das untere wurde vor Installation des Molybdänröhrchens verwendet, während das zweite während der Hälfte der Beschichtungsversuche eingebaut war. Gut sichtbar ist hierbei der Abtrag durch den Sputterprozess sowie oxidische Verfärbungen an den Enden.

den. Dies ist bei höheren Spannungen leichter möglich, weswegen derartige Geräte dafür konzeptioniert sind, nach dem Löschen des Arcs sehr schnell wieder Spannungen zu liefern, die zunächst weit (bis zu 500 V) über dem eingestellten Sollwert liegen, um das Plasma verlässlich erneut zu zünden. Danach kehren solche Geräte in den normalen Betriebsmodus zum Regelpunkt zurück. Dieses Verhalten ist für Entladungen der Art, wie sie hier untersucht wurden, allerdings fatal. Das Plasma bei einer Triodensputterdeposition verhält sich träger als andere Entladungen, da sich immer erst ein thermisches Gleichgewicht einstellen muss. Bei schneller Erhöhung des Potentials am Target gibt es dazu aber keine Gelegenheit mehr, die Entladung bricht ab und muss manuell neu gestartet werden. Für diese Anwendung ist daher ein Netzgerät notwendig, das eine langsame Rampe für die Spannung zulässt. Das Gerät der Firma Elan, das zunächst verwendet wurde, lässt sich nicht ausreichend adaptieren, wodurch es für diese Konfiguration ungeeignet ist. Als Ersatz wurden mehrere Siemensgeräte zusammengeschaltet, da diese auch über eine Strombegrenzung verfügen aber die Spannung nicht so schnell erhöhen können. In den meisten Fällen reichten die Strombegrenzer als Schutz gegen Arcs aus und konnten diese zuverlässig löschen. In einigen Fällen bildete sich jedoch ein unlöschbarer Arc aus, der händisch durch weiteres Reduzieren der Spannung getilgt werden musste. Dies trat einerseits auf, wenn die Strombegrenzung zu knapp eingestellt war, andererseits schien es auch einen Zusammenhang mit der starken Verschmutzung des Reaktors (und damit frei umherfliegenden Metallpartikeln) zu geben. Beim ersten Versuch, Probe 6 zu beschichten, traten solche Arcs gehäuft auf, weswegen mehrmals die gesamte Entladung zusammenbrach und Sicherungen der Netzgeräte ausgelöst wurden, was den Anlass für die darauf folgende Reinigung der Anlage lieferte.

#### 4.3.4 Konstruktive Probleme und Verbesserungsvorschläge

Eine besondere Herausforderung bei dieser Arbeit stellte die richtige Auswahl der Materialien dar. Insbesondere geeignete isolierende Materialien zu finden, die auch vakuumtauglich und temperaturbeständig sind, war schwierig. Letztlich wurden die

großen Isolationsringe aus Teflon gefertigt. Allerdings ist dieses Material bei so großen Durchmessern äußerst schwierig zu bearbeiten, worunter die Genauigkeit der Fertigung leidet, sodass eher die Apparatur an die Dimensionen dieser Ringe angepasst werden musste als umgekehrt. Sonst gab es wider aller Erwartungen keine Probleme im Betrieb durch diese Ringe. Ganz im Gegensatz dazu war die Konstruktion der Targetdurchführung nicht zufriedenstellend. Die PVC-Teile waren sicherlich nicht die optimale Wahl, da sie thermisch stärker belastet wurden als gedacht und zu erweichen drohten. Anders die Macorringe; die Temperaturbelastung, die den Einsatz dieser Keramik normalerweise nötig macht, war in diesem Fall entgegen der Erwartung nicht gegeben. Dafür wiesen diese nach den fünf ersten Beschichtungsversuchen zahlreiche Haarrisse auf, welche mit freiem Auge kaum sichtbar waren. Die darauffolgende Lecksuche wurde unter anderem auch dadurch erschwert, dass die Dichtungen gegen Atmosphäre nicht direkt zugänglich sind. Dies ist vor allem bei der Konstruktion der Targetdurchführung und bei den Teflonringen ein Problem, da diese ebenfalls gegen Atmosphäre dichten könnten und daher virtuelle Lecks auftreten können. Sinnvoll ist es daher, all diese Kunststoffe durch PEEK zu ersetzen, das härter ist, aber auch nicht zu spröde und temperaturbeständig bis 300°C ist. Im Zuge dieser Arbeit wurde dies auch teilweise umgesetzt, lediglich für die Teile aus PVC wurde kein Ersatz geschaffen.

Verbessert werden müsste auch die Durchführung des Filaments. Diese ist sehr umständlich, die Aufhängung des Filaments ist keine leichte Aufgabe, was hauptsächlich durch die Madenschraube bedingt ist, die die Tantalstäbe fixiert. Diese macht es nötig, die Kupferstangen ganz durch die Löcher zu führen, die dann nach der Befestigung des Filaments erneut in die richtige Position gebracht werden müssen, ohne dass das Filament irgendwo die Kammer berührt. Erschwert wird das Prozedere noch dadurch, dass das abschließende Festziehen der Durchführung bewirkt, dass die Stangen wieder nach oben gedrückt werden. Abhilfe könnte eventuell eine Federkonstruktion schaffen, welche anstatt der Schraube die Tantalstäbe fixiert. Dadurch müssten die Kupferstangen nicht ständig neu positioniert werden, sondern könnten fix in einer Position verharren.

Für die leichtere Reinigung des Systems wäre es von Vorteil, wenn die hauptsächlich kontaminierten Flächen an der Anode mit Kleinteilen abgeschirmt werden könnten, welche leichter reinigbar sind als die große Anodenplatte. Außerdem wäre es von Vorteil, wenn sämtliche Molybdänteile durch Tantal ersetzt würden, da dieses gegenüber der Behandlung mit Salpetersäure beständig ist und daher eine Reinigung von den störenden Schichten erlauben würde.

Die Temperaturmessung am Substrat ist ebenso ein gewisses Problem. Das alleinige Festdrücken des Thermoelements ist sicherlich nicht ausreichend für einen guten thermischen Kontakt und die Messergebnisse sind dementsprechend nicht sonderlich zuverlässig, aber dennoch ausreichend für den Umfang dieser Arbeit. Für eine bessere Überwachung der Temperatur müsste eventuell die Buchse angebohrt werden, sodass die Spitze des Thermoelements gut in die dadurch entstehende Mulde passt. Leider ist das keine taugliche Option für die industrielle Beschichtung der Buchsen. Die Kontrolle der Substrattemperatur ist ebenfalls ein ungelöstes Problem; die Wasserkühlung ist für diesen Bereich zu effizient und müsste durch eine Gaskühlung

ersetzt werden.

Für wirklich reine Schichten wäre sicherlich auch ein besseres Vakuum und eine dafür angepasste Drucküberwachung nötig. Sollten die Versuche mit der Trioden-sputterdeposition fortgesetzt werden, wäre sicherlich auch die Unterbringung der Prozesskammer in einer großen Vakuumkammer zu überlegen, was sicherlich auch einige Probleme mit den elektrischen Durchführungen und die damit verbundenen Platzprobleme entschärfen würde.

# Kapitel 5

## Zusammenfassung und Ausblick

Triodensputterdeposition ist eine gut funktionierende Methode, das Problem der Innenbeschichtung von Hohlzylindern in den Griff zu bekommen. Der Prozess ist überraschend verlässlich und bietet durch die Entkoppelung der Steuerung des Beschichtungsprozess von der Erzeugung des Plasmas weitreichende Freiheit in der Wahl der Parameter. Die einzelnen Kenngrößen beeinflussen einander dabei wie folgt:

- Der Strom- und Spannungsbedarf des Filaments ist abhängig von den Dimensionen, dem Material und der Einsatzdauer des Glühdrahts. Für die Entladung von Bedeutung ist allerdings ausschließlich die am Filament umgesetzte elektrische Leistung.
- Der Strom der Glühkathodenentladung  $I_a$  reagiert sehr empfindlich auf Veränderungen der am Filament umgesetzten Leistung und kann nicht unbegrenzt hoch getrieben werden. Die Grenze ist sehr stark vom Druck abhängig. Höherer Druck bewirkt zudem eine Steigerung des Stroms der Glühkathodenentladung.  $I_a$  wird auch von der Spannung zwischen Anode und Glühkathode beeinflusst.
- Der Targetstrom  $I_t$  ist linear abhängig von  $I_a$ , und wird auch vom Druck beeinflusst. Hat die Targetspannung Werte über 50 V erreicht, verhält sich der Targetstrom konstant gegenüber Veränderungen selbiger.
- Die Beschichtungsrate ist vorrangig von Targetstrom  $I_t$  und -spannung  $U_t$  abhängig.

In dieser Arbeit wurde die Funktionalität der Triodensputterdeposition für Buchsen mit einem Innendurchmesser von 30,5 mm und Höhen von 50 mm demonstriert. Bei dieser Konfiguration der Triodensputterdeposition spricht nichts dagegen, auch zu kleineren Innendurchmessern überzugehen. Sicherlich ist auch das „stapeln“ mehrerer Buchsen übereinander möglich, um diese gleichzeitig zu beschichten. Wie bereits anderswo (McClanahan et al., [7]) gezeigt, stellen Innendurchmesser bis 25 mm und Höhen von über 200 mm kein Problem dar. Sicherlich kann der Innendurchmesser auch noch weiter vermindert werden und die Gesamthöhe der gestapelten

Buchsen weiter steigen, Versuche in diese Richtung wurden allerdings noch nicht durchgeführt. In dieser Arbeit wurden Raten bis zu  $1,4 \mu\text{m}/\text{min}$  erreicht, bei einer Targetspannung von  $1000 \text{ V}$ , einem Strom der Glühkathodenentladung von  $16 \text{ A}$  (bei  $60 \text{ V}$  Spannung zwischen Anode und Filament), einer Glühkathodenleistung von  $2180 \text{ W}$  und einem Druck von  $1 \text{ Pa}$ . Diese Beschichtungsrate steht denjenigen, die durch Magnetronsputtern erreicht werden können, um nichts nach und ermutigt, die Untersuchungen bezüglich Triodensputterdeposition fortzusetzen. Es steht zu vermuten, dass durch weitere Optimierung des Systems noch größere Beschichtungsraten erreicht werden können, vor allem, da auch die Bereiche, in denen Entladungsspannung und -strom variiert wurden, relativ willkürlich gewählt wurden. Theoretisch kann  $U_a$  einen Wert von über  $100 \text{ V}$  erreichen oder  $I_a$  mehr als  $20 \text{ A}$  betragen, wobei wahrscheinlich durch die Erhöhung der Spannung nicht so viel gewonnen werden kann, wie durch Erhöhung des Stroms. Die bisher vorgenommene Charakterisierung des Systems bietet einen guten Überblick über die Abhängigkeit der einzelnen Parameter untereinander und stellt sicherlich eine wichtige Hilfe für die Wahl des optimalen Betriebspunktes dar.

Für die weitere Entwicklung dieser Methode sind als nächstes noch einige Dinge abzuklären. Allen voran ist die Wahl eines geeigneten Netzgeräts für die Versorgung des Targets von Nöten. Dieses sollte mindestens  $1000 \text{ V}$  und  $2 \text{ A}$  liefern können und über Arcerkennung verfügen, welche für die Erfordernisse in diesem Prozess angepasst werden kann, was vor allem die ausreichend langsame Erhöhung der Spannung nach Löschen eines Arcs betrifft. Zudem wäre es nun angebracht, die Qualität der Schichten näher zu überprüfen. So kann es beispielsweise möglich sein, dass abgedampftes Filamentmaterial in die Schicht integriert wird. Ob das ein Problem für die konkrete Anwendung ist, sollte noch abgeklärt werden. Ebenso besteht bei der Temperaturkontrolle während des Beschichtungsprozesses noch Handlungsbedarf, die hier erreichten Temperaturen sind für die technische Anwendung zu niedrig ausgefallen, zudem lässt die Messgenauigkeit der Temperatur noch zu wünschen übrig. Eine weitere Optimierung der Schichthaftung wäre auch erforderlich. Ob dafür die Anschaffung eines neuen Netzgeräts notwendig ist, oder sogar eventuell das Gerät zur Versorgung des Targets genützt werden kann, ist noch offen. Für die weitere Entwicklung wäre es auch interessant auszuprobieren, bis zu welcher Länge des Substrats (oder der Substrate) der Prozess gefahren werden kann, um eine simultane Beschichtung von mehreren Buchsen zu ermöglichen. Durch Austausch des Substrathalters könnten leicht Versuche dieser Art mit dieser Apparatur stattfinden. Sind diese Dinge geklärt, steht der Konstruktion eines Prototypen für die industrielle Anwendung sicherlich nichts mehr im Wege, wobei gegenüber der existierenden Anlage noch einige Dinge verbessert werden müssten, wie zum Beispiel die Benutzerfreundlichkeit des Gerätes beim Wechseln von Filament und Substrat. Vorteilhaft ist dabei, dass auf die elektrische Isolierung der Filamentkammer verzichtet werden kann, was die Konstruktion einer solchen Anlage vereinfachen würde.

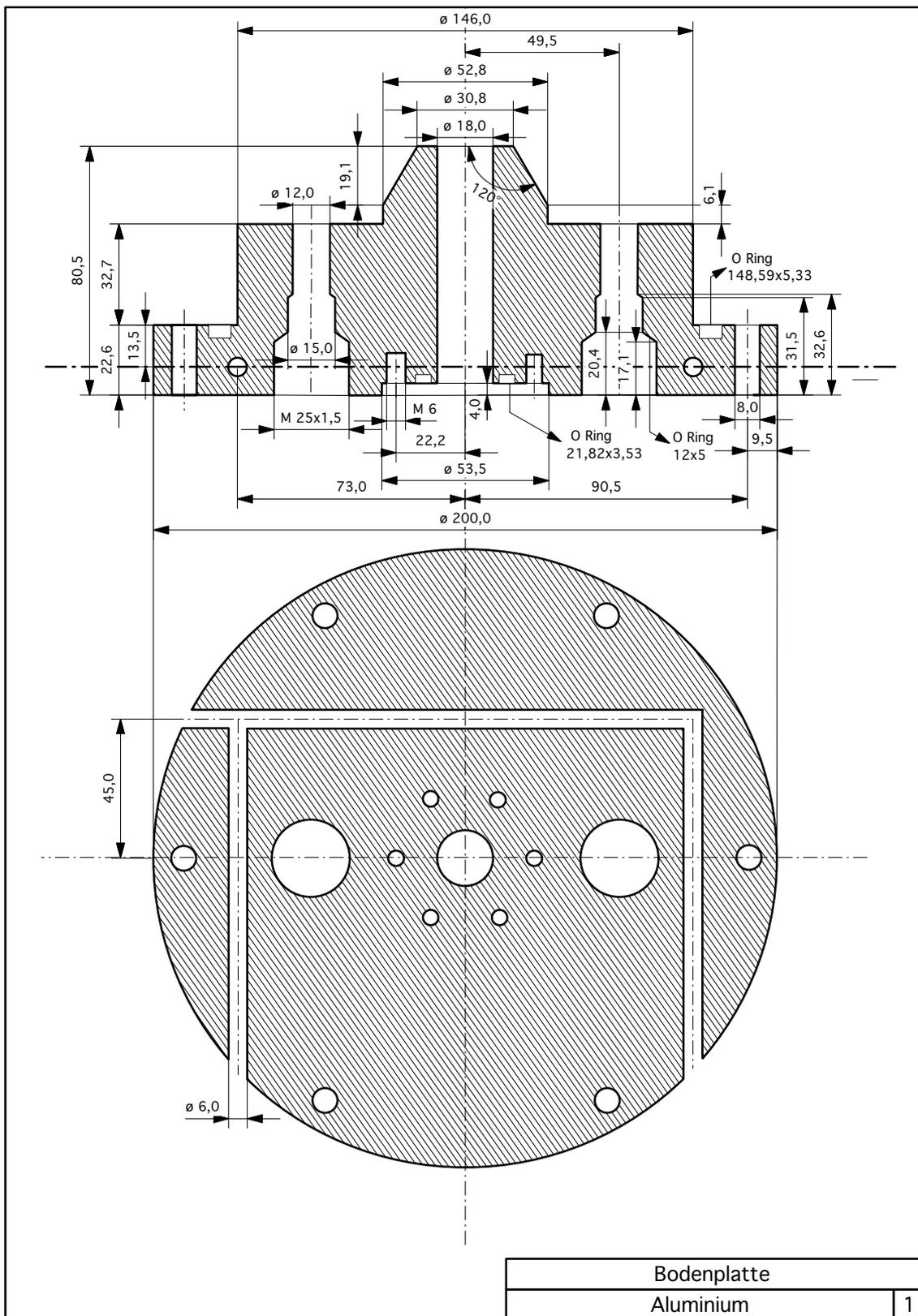
# Literaturverzeichnis

- [1] Brian Chapman. *Glow Discharge Processes*. Wiley, New York, 1980.
- [2] Rene A. Haefler. *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie. Teil I: Beschichtungen von Oberflächen*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1987.
- [3] N. Laegrid und G.K. Wehner. Sputtering Yields of Metals for Ar<sup>+</sup> and Ne<sup>+</sup> Ions with Energies from 50 to 600 eV. *Journal of Applied Physics*, 32 (3): 365-369, März 1961.
- [4] Yuri P. Raizer. *Gas Discharge Physics*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1991.
- [5] Gerd Janzen. *Plasmatechnik: Grundlagen, Anwendungen, Diagnostik*. Hüthig, Heidelberg, 1992.
- [6] T.C. Tisone und P.D. Cruzan. Low-voltage triode sputtering with a confined plasma. Part II: Plasma characteristics and energy transport. *Journal of Vacuum Science & Technology*, 12(5): 1058-1066, Sept./Okt. 1975.
- [7] D.W. Matson, M.D. Merz und E.D. McClanahan. High rate sputter deposition of wear resistant tantalum coatings. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and films*, 10(4): 1791-1796, Juli/Aug. 1992.
- [8] D.W. Matson, E.D. McClanahan, J.P. Rice, S.L. Lee, D. Windover. Effect of sputtering parameters on Ta coatings for gun bore applications. *Surface and Coatings Technology*, 133-134: 411-416, Nov. 2000.
- [9] D.W. Matson, E.D. McClanahan, S.L. Lee, D. Windover. Properties of thick sputtered Ta used for protective gun tube coatings. *Surface and Coatings Technology*, 146-147: 344-350, Sept./Okt. 2001.
- [10] S.L. Lee, D. Windover, M. Audino, D.W. Matson und E.D. McClanahan. High-rate sputter deposited tantalum coating on steel for wear and erosion mitigation. *Surface and Coatings Technology*, 149(1): 62-69, Jän. 2002.
- [11] N.D. Milosevic, G.S. Vukovic, D.Z. Pavicic und K.D. Maglic. Thermal Properties of Tantalum between 300 and 2300 K. *International Journal of Thermophysics*, 20(4), 1999.

- [12] Hrsg.: Jürgen Falbe und Manfred Regitz. *Römpf-Lexikon Chemie*. Thieme, Stuttgart, 1999.
- [13] Deutsches Kupferinstitut e.V., Gesammelte Informationen über Kupfer und dessen Legierungen, vom 4. August 2008, [http://www.kupferinstitut.de/front\\_frame/index.php](http://www.kupferinstitut.de/front_frame/index.php).

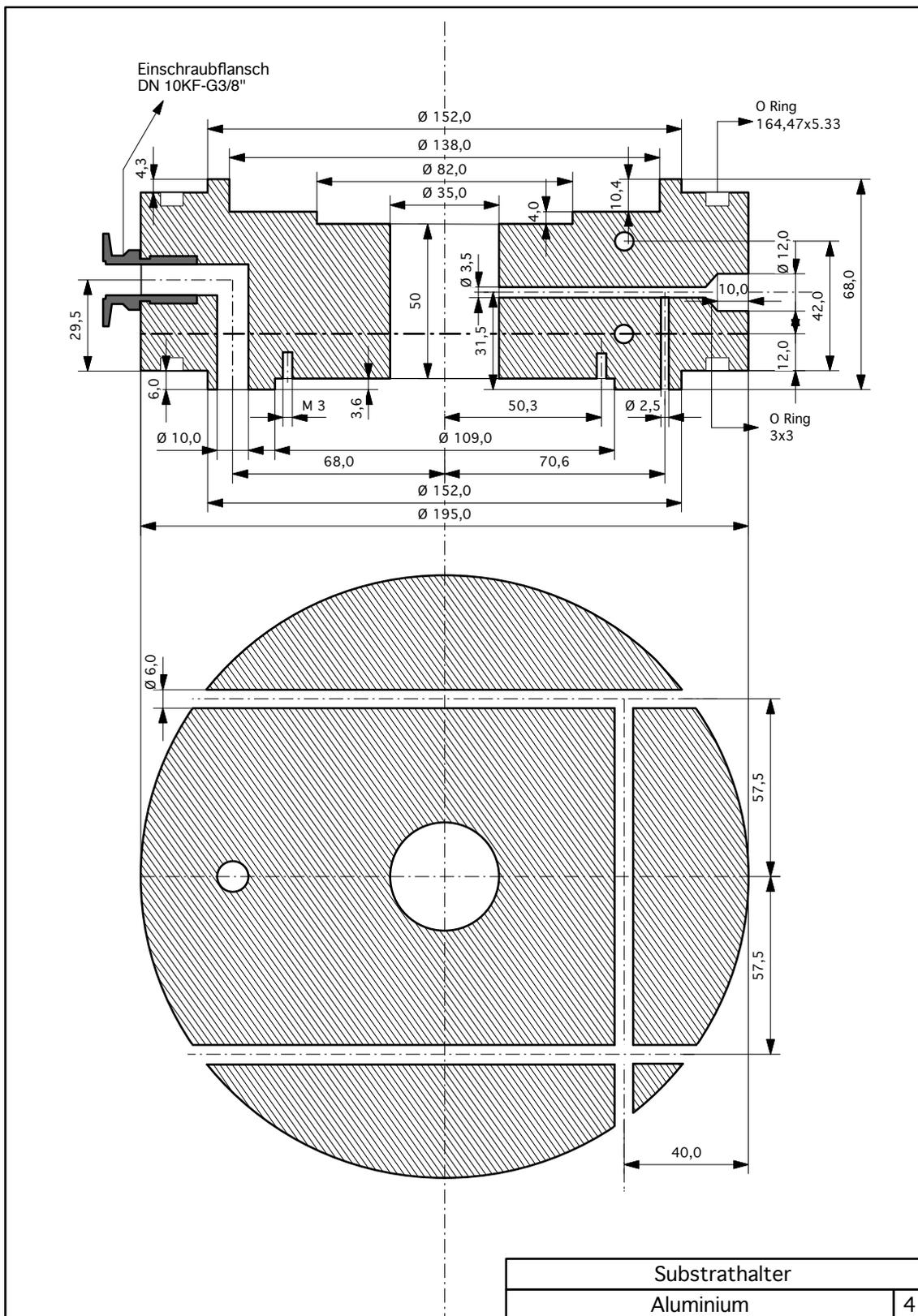
# Anhang A

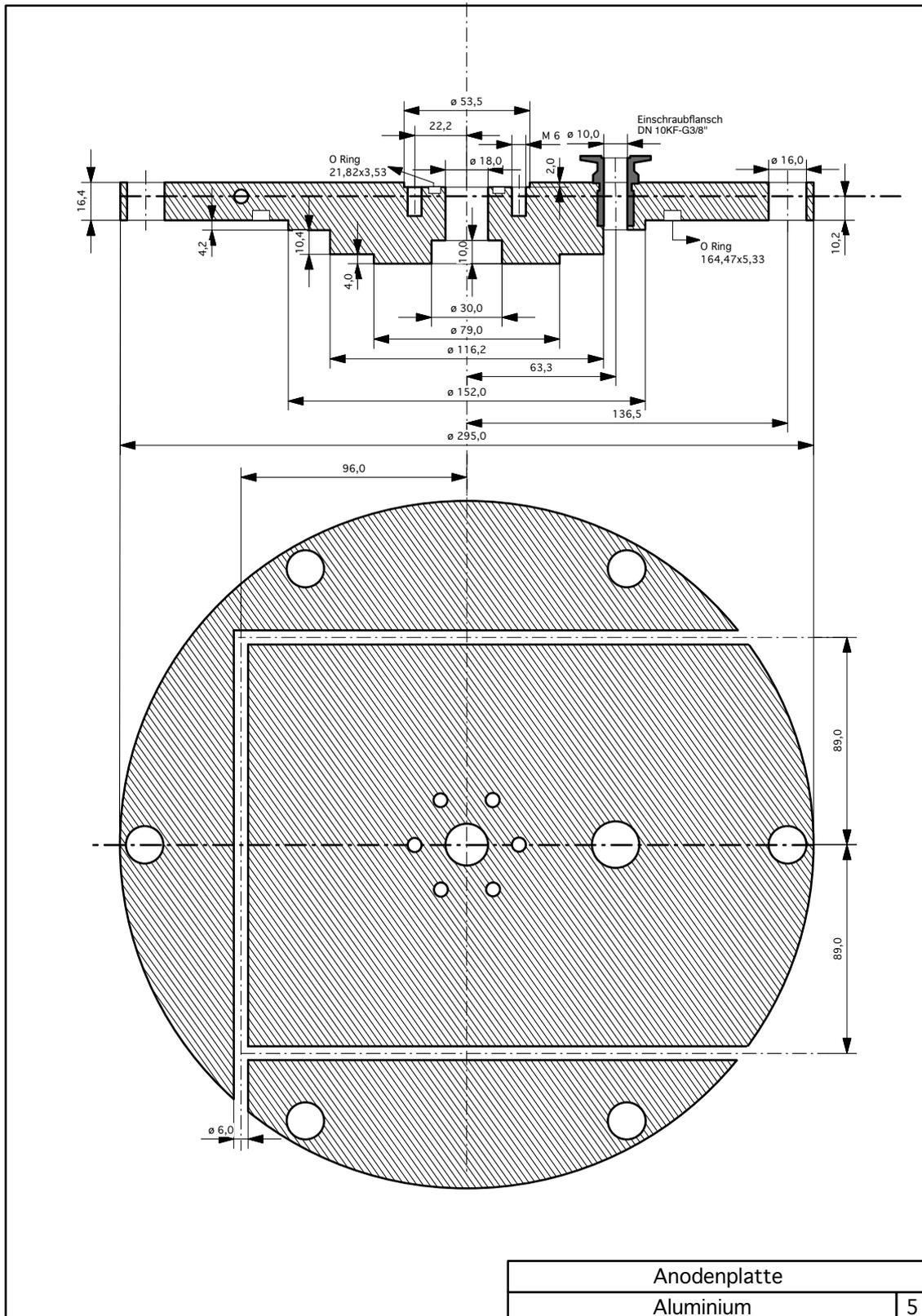
## Detailpläne der Einzelteile des Reaktors

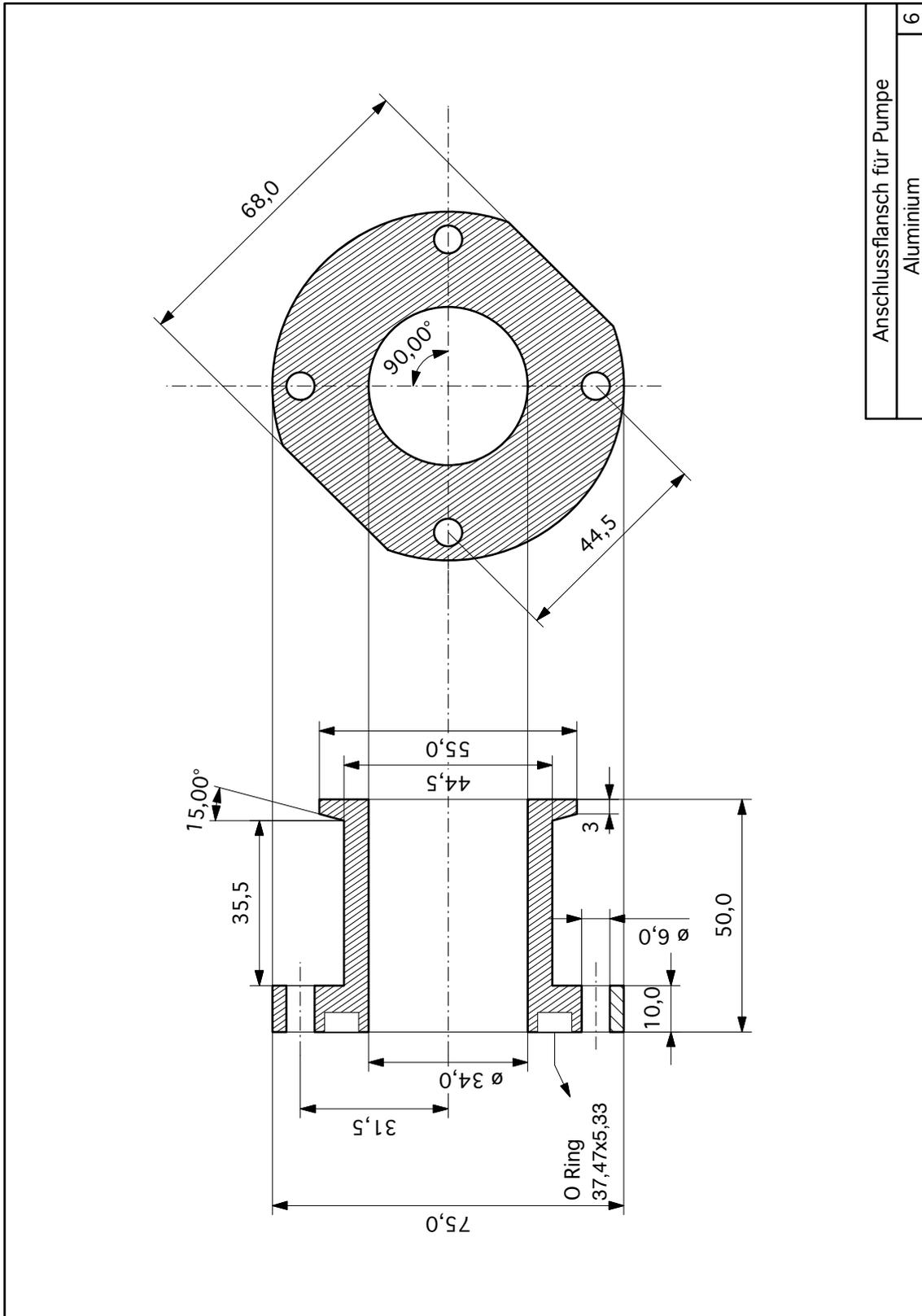


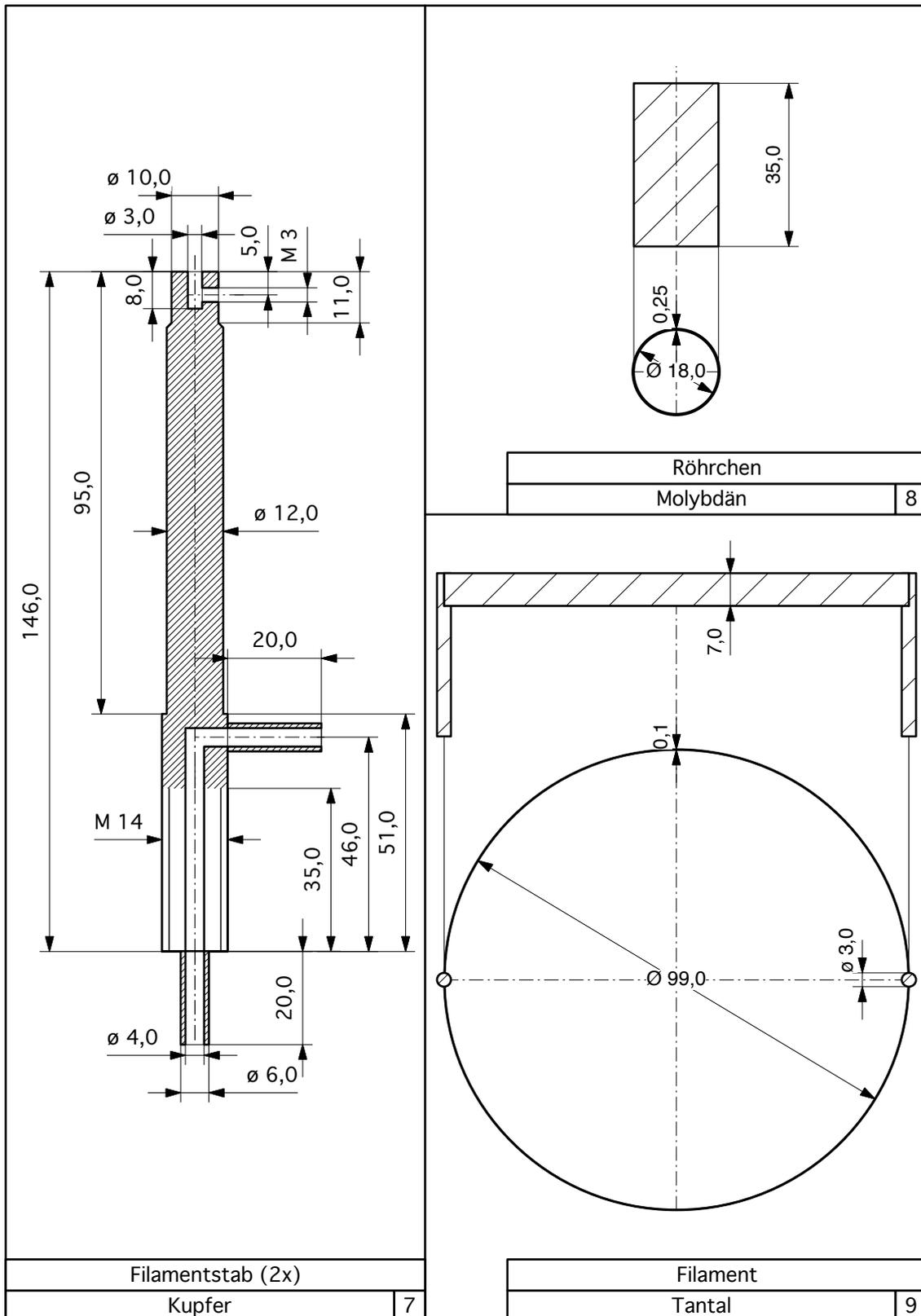


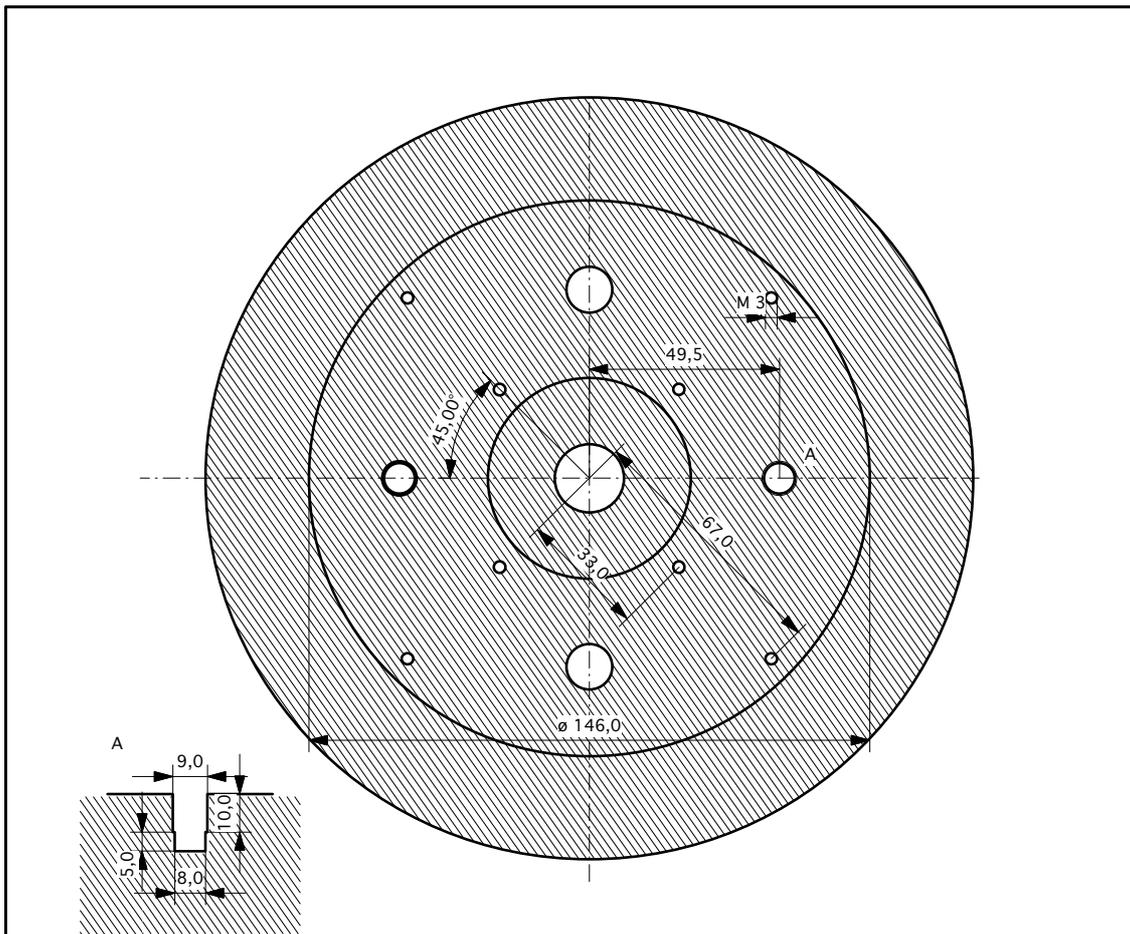




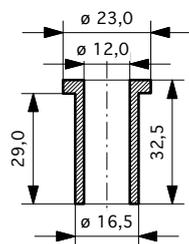




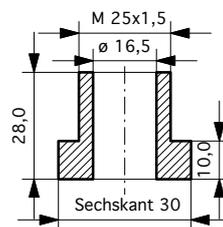




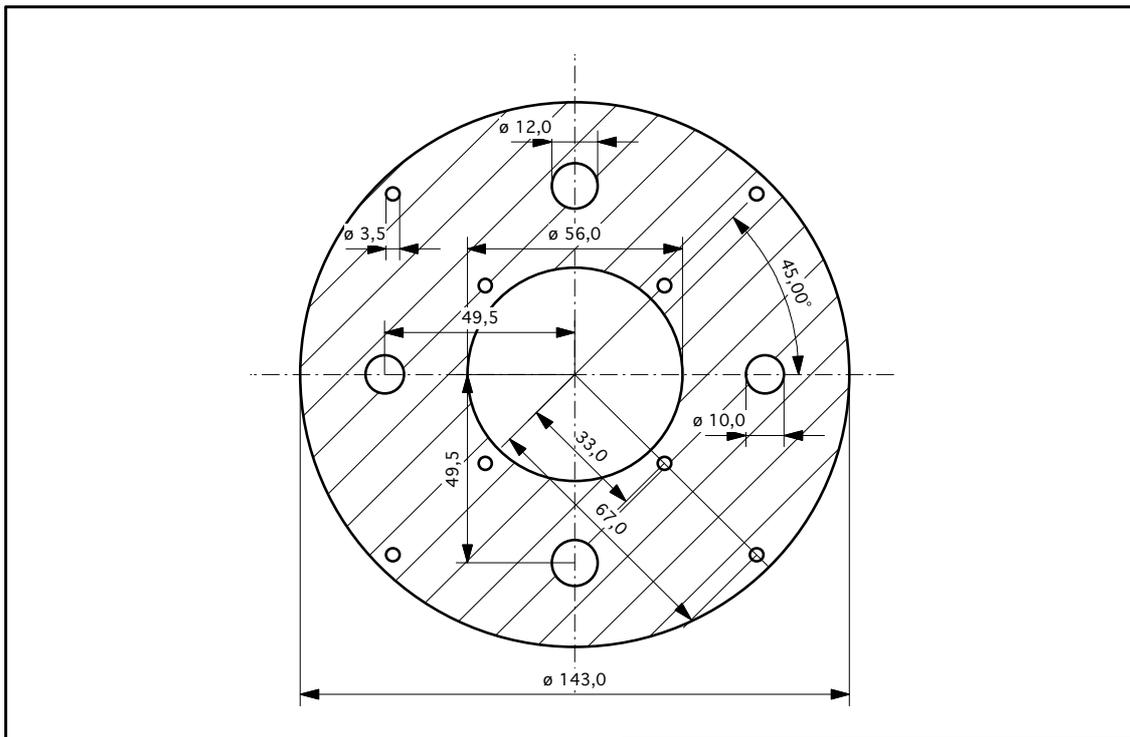
Bodenplatte; Ansicht von oben	
Aluminium	1



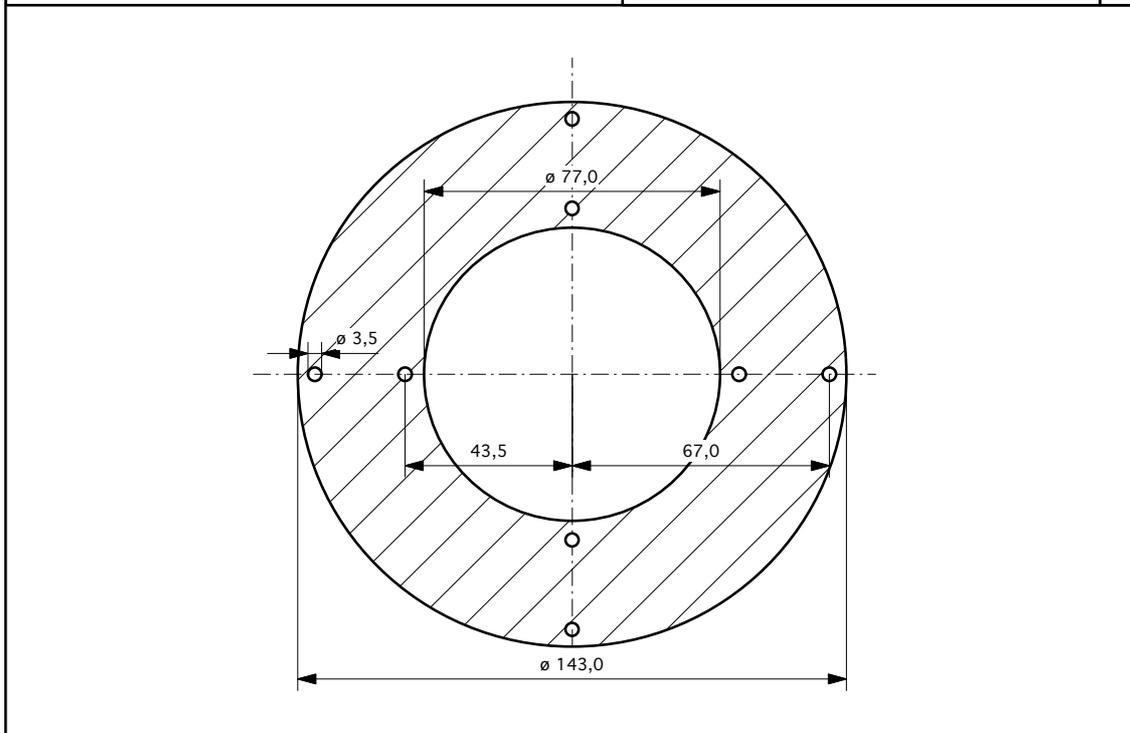
Isolierhütchen Filament (2x)	
PEEK	10



Filamentdurchführung (2x)	
Rostfreier Stahl	11



Hitzeschild Bodenplatte	
Molybdänblech, 0,25 mm stark	12



Hitzeschild seitliche Bodenplatte	
Molybdänblech, 0,25 mm stark	13

	<p>Target Bronze</p> <p>14</p>
	<p>Isolerring klein (2x) Teflon; PEEK</p> <p>15</p>
	<p>Isolerring groß Teflon; PEEK</p> <p>16</p>

<p>O Ring 15,24x5,33</p>	<p>Targetdurchführung (2x) PVC</p> <p>17</p> <p>Isolationsring für Target (2x) Macor, PEEK</p> <p>19</p>
	<p>Scheibe für Targetdurchführung (2x) Rostfreier Stahl</p> <p>18</p> <p>Isolationshütchen (12x) PVC</p> <p>20</p>

<p>Ø 58,0 Ø 53,5 Ø 18,0 5,0 Ø 5,0 22,2 6,0 22,2 Ø 53,5 2,5 59,0 O Ring 21,82x3,53</p>	<p>Verlängerte Durchführung an Anode Aluminium</p> <p>21</p> <p>Ø 12,0 3,0</p> <p>Scheibe für Thermoelementdurchführung PVC</p> <p>23</p>
<p>Sechskant 19 15,0 Ø 19 3,0 9,6 M 12</p> <p>Durchführung für Thermoelement Messing</p> <p>22</p>	<p>50,3 2,5 Ø 30,0 4,5 Ø 39,0 Ø 109,0 2,0 7,0 Ø 3,0</p> <p>Standplatte für Substrat Rostfreier Stahl</p> <p>24</p>

# Anhang B

## Rohdaten

# Zeittafel

Oktober-Dezember 2007	Literatursuche, Entwurf der Anlage
Jänner-Februar 2008	Fertigung der Anlage
Ende Februar 2008	Aufbau des Apparates
6.März 2008	Beginn der ersten Experimente
4.April 2008	Erstmaliges Durchzünden des Plasmas bis zur Anodenplatte
Anfang April-Anfang Mai 2008	Umbau des Apparates: Installation von Hitzeschilden, Aluminiumoxidröhrchen, Molybdänröhrchen, Verlängerung der Anode, Modifikation der Standplatte des Substrats und Installation des Schutzgitters
7.Mai 2008	Probe 1
Mitte Mai-Mitte Juni 2008	Parameterstudien
17.Juni 2008	Probe 2
19.Juni 2008	Probe 3
23.Juni 2008	Probe 4
25.Juni 2008	Probe 5
27.Juni 2008	1. Versuch Probe 6, nach zu vielen Arcs fallen Sicherungen
27.Juni-2.Juli 2008	Reinigung des Reaktors
2.Juli-14.Juli 2008	Lecksuche, Austausch Macorringe
14.Juli 2008	2.Versuch Probe 6 zu beschichten, erstmalig zeigte das System Veränderung beim Zündverhalten, dauerhafte Veränderung der Parameter des Systems; Filamentbruch nach Arc
17.Juli 2008	Probe 6
18.Juli 2008	Probe 7
21.Juli 2008	Probe 8
22.Juli 2008	Probe 9
23.Juli 2008	Probe 10
24.Juli 2008	Probe 12
29.Juli 2008	Probe 11
Anfang August 2008	letzte Parameterstudien nach der Änderung der Kenngrößen des Systems
7.August 2008	Abschluss der Experimente
August-September 2008	Auswertung der Daten und Dokumentation

## B.1 Kennlinie des Filaments

Datum	$U_f$ [V]	$I_f$ [A]	$P_f$ [W]
19.3.08	1,1	20	22
	2,5	40	100
	6,73	80	538,4
	12,09	120	1450,8
	16,3	150	2445
	17,8	160	2848
	21	180	3780
	24,04	200	4808
3.4.08	1	22	22
	3,4	50	170
	5,8	70	406
	7,1	81,2	576,52
	8,2	90	738
	9,58	100,6	963,748
	10,8	110,2	1190,16
	12,2	121,6	1483,52
	13,25	130	1722,5
	14,68	140,6	2064,008

Tabelle B.1: Kennlinien des Filaments zu Beginn der Experimente. Weitere Kennlinien können aus den Tabellen B.2, B.3, B.4 und B.5 gewonnen werden.

## B.2 Abhängigkeit des Anodenstroms von der Filamentleistung

Druck [Pa]	$U_a$ [V]	$I_a$ [A]	$U_f$ [V]	$I_f$ [A]	$P_f$ [W]
0,5	60	4	14,16	133,8	1894,608
		4,5	14,34	135,4	1941,636
		5,1	14,55	137,2	1996,26
		5,5	14,69	138,4	2033,096
		6,1	14,85	139,6	2073,06
		6,5	14,97	140,6	2104,782
		7	15,1	141,8	2141,18
		7,5	15,22	143	2176,46
		8	15,3	143,8	2200,14
		8,5	15,4	144,6	2226,84
		9	15,5	145,8	2259,9
		9,6	15,64	147	2299,08
		10,1	15,72	147,8	2323,416
0,4	60	1,9	13,21	124,4	1643,324

Druck [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	P <sub>f</sub> [W]
		2,5	13,54	127	1719,58
		3,1	13,92	130	1809,6
		3,5	14,12	131,6	1858,192
		4	14,33	133,2	1908,756
		4,6	14,53	134,8	1958,644
		5	14,67	136	1995,12
		5,5	14,83	137,4	2037,642
		6	15,01	139	2086,39
		6,9	15,26	141	2151,66
		7,4	15,4	142,2	2189,88
		8	15,55	143,8	2236,09
		8,4	15,64	144,4	2258,416
0,75	60	2	13,12	123,8	1624,256
		2,5	13,46	126,4	1701,344
		3	13,8	129	1780,2
		3,5	14,01	130,6	1829,706
		4	14,21	132,4	1881,404
		4,6	14,44	134	1934,96
		5	14,57	135,2	1969,864
		5,6	14,75	136,8	2017,8
		6	14,86	137,6	2044,736
		6,5	15	138,8	2082
		6,9	15,11	139,8	2112,378
		7,5	15,24	141	2148,84
		8	15,33	141,8	2173,794
		8,6	15,46	143	2210,78
		9	15,54	143,6	2231,544
		9,4	15,64	144,6	2261,544
		10	15,74	145,6	2291,744
		10,5	15,82	146,4	2316,048
		10,9	15,9	147	2337,3
1	60	11,2	15,89	147	2335,83
		11	15,87	146,8	2329,716
		10,6	15,8	146	2306,8
		10	15,7	145	2276,5
		9,5	15,63	144	2250,72
		8,9	15,53	143	2220,79
		8,5	15,46	142,2	2198,412
		8	15,34	141,2	2166,008
		7,5	15,23	140,2	2135,246
		7,1	15,14	139,4	2110,516
		6,4	14,98	137,8	2064,244
		6	14,87	136,8	2034,216
		5,5	14,72	135,6	1996,032

Druck [Pa]	$U_a$ [V]	$I_a$ [A]	$U_f$ [V]	$I_f$ [A]	$P_f$ [W]
		5	14,58	134,4	1959,552
		4,5	14,39	132,8	1910,992
		3,9	14,2	131	1860,2
		3,5	14,05	129,8	1823,69
		3	13,82	128,2	1771,724
		2,6	13,58	126,2	1713,796
		2	13,26	123,8	1641,588

Tabelle B.2: Abhängigkeit des Anodenstroms von der Filamentleistung. Weitere Daten hierfür können auch aus den Tabellen B.3, B.4 und B.5 entnommen werden. Daten sind vom 16.5.08, vermessen mit Konfiguration A.

### B.3 Variation der Anodenspannung $U_a$

Anm.	p [Pa]	$U_a$ [V]	$I_a$ [A]	$U_f$ [V]	$I_f$ [A]	$U_{ae}$ [V]	$U_t$ [V]	$I_t$ [A]
16.5.08	0,5	65	10,2	15,82	147,8			
		60	10					
		55	9,7					
		50	9,3	15,89				
		45	8,7					
		40	7,3					
		35	3,7					
		65	8,2	15,39	143			
		60	8,1					
		55	7,8					
		50	7,4					
		45	6,8					
		40	5,5					
		35	1,7					
		65	6,2	14,9	138,6			
		60	6,1					
		55	5,9					
		50	5,7					
		45	5,2					
		40	4,4					
		35	1,4					
		34	0,9					
		33	0,6					
		65	4	14,22	132,8			
		60	3,95					
		55	3,8					
		50	3,7					
		45	3,5					

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		40	2,8					
		35	0,8					
		34	0,6					
		33	0,5					
		65	2	13,17	124,4			
		60	1,9					
		55	1,9					
		50	1,8					
		45	1,7					
		40	1,5					
		35	0,5					
	1	65	2	13,27	137,8			
		60	2					
		55	2					
		50	1,9					
		45	1,9					
		40	1,8					
		35	0,8					
		34	0,6					
		33	0,5					
		31	0,2					
		65	4,1	14,28	131,6			
		60	4					
		55	3,9					
		50	3,8					
		45	3,7					
		40	3,5					
		35	3,2					
		34	3,1					
		33	2,5					
		32	1,5					
		31	1					
		30	0,6					
		65	6,2	14,92	137			
		60	6,1					
		55	5,9					
		50	5,8					
		45	5,6					
		40	5,3					
		35	4,9					
		33	4,6					
		32	3,4					
		31	1,6					
		30	1,1					

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		29	0,7					
		65	8	15,34	140,8			
		60	7,8					
		55	7,7					
		50	7,4					
		45	7,2					
		40	6,8					
		35	6,3					
		33	6					
		65	10	15,7	144,2			
		60	9,8					
		55	9,5					
		50	9,2					
		45	8,9					
		40	8,4					
		35	7,7					
		34	7,5					
		33	7,3					
4.6. 08	0,5	65	12,4	16,96	141,8	45,6	0	0,45
		60	12			46,1		0,43
		55	11,5	17,08	141,4	40,6		0,41
		50	10,9			39,2		0,39
		45	0					
	0,75	65	6,1	15,51	128,8	28,26	0	0,275
		60	6			27,85		0,27
		55	5,8			27,19		0,245
		50	5,6			27,02		0,245
		45	5,4			26,79		0,22
		40	5,1			26,5		0,205
		35	4,5			26,5		0,185
		34	0					
		65	8,3	16,06	133,4	32	0	0,425
		60	8,15			31,3		0,41
		55	7,95			30,4		0,395
		50	7,7			29,1		0,345
		45	7,4			28,7		0,325
		40	6,9			28,1		0,305
		35	6,2			28,2		0,295
		33	5,8			28,54		0,285
		31	4,5			29,04		0,245
		30	4,2			29,02		0,215
		29	3,5			28,9		0,185
		28	2,7			28,82		0,145
		27	2,2			28,72		0,115

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		26	1,67			28,7		0,095
		25	1,3			28,95		0,075
		23	1					
		65	10,2	16,43	136,6	29,75	0	0,455
		60	10			29,47		0,445
		55	9,7			28,84		0,425
		50	9,4			27,89		0,375
		45	9			27,5		0,355
		40	8,5			26,98		0,335
		35	7,6			26,99		0,325
		30	5,2			27,4		0,235
		28	3,7			27,1		0,175
		26	2,4			26,83		0,11
		25	1,8			26,74		0,085
		24	1,5			27,11		0,075
		23	1,3			27,67		0,075
		22	0					
		65	12,4	16,79	139,8	31,6		0,545
		60	12,1			30,79		0,525
		55	11,75			29,9		0,505
		50	11,4			28,77		0,45
		45	10,9			28,26		0,425
		40	10,2			27,57		0,405
		35	9,2			27,61		0,395
		30	6,4			27,72		0,285
		25	2,5			26,78		0,12
		23	1,5			27,25		0,075
		21	0					
		65	14,5	17,09	142,6	32,7		0,61
		60	14,2			31,9		0,6
		55	13,9			30,9		0,58
		50	13,4			29,8		0,555
		45	12,9			28,9		0,495
		40	12			28,1		0,465
		35	10,8			28,3		0,455
		30	9,6			28		0,335
		25	3,3			26,84		0,155
		23,5	0					
		65	16,7	17,34	145,2	34,7		0,68
		60	16,3			33,5		0,665
		55	15,8			32,3		0,645
		50	15,3			31,1		0,62
		45	14,7			30		0,55
		40	13,8			29,2		0,525

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		35	12,2			29,3		0,51
		30	8,6			28,6		0,365
		27	1,9			27,28		0,09
		65	18,4	17,54	147,4	36		0,735
		60	18,1			34,6		0,72
		55	17,6			33,2		0,7
		50	17			31,9		0,675
		45	16,3			30,5		0,6
		40	15,2			30		0,58
		35	13,3			29,9		0,55
		30	9,35			28,95		0,4
		27	6,1			27,84		0,275
		25	4			27,33		0,19
		23	2			27,02		0,1
		22	1,5			27,46		0,08
		21	1			28		0,06
		65	20,4	17,83	149,4	36,7		0,8
		60	20			35,8		0,77
		55	19,4			34,5		0,745
		50	18,7			33,2		0,715
		45	17,8			32		0,65
		40	16,5			31,7		0,625
		35	14,6			30,7		0,585
		30	10,3			29,3		0,435
		25	5			27,44		0,23
		23	2,5			27,01		0,12
		22	1,6			27,23		0,08
		21	1,2			27,89		0,065
		20	0					
	1	65	6,3	15,66	127,8	24,4		0,295
		60	6,1			24,23		0,28
		55	6			24,17		0,28
		50	5,8			23,9		0,265
		45	5,6			23,97		0,255
		40	5,4			23,99		0,24
		35	5			24		0,22
		30	0,6			25,46		0,03
		65	8,2	16,12	131,4	24,72		0,39
		60	8			24,48		0,37
		55	7,8			24,31		0,36
		50	7,6			24,14		0,345
		45	7,3			24,16		0,33
		40	6,9			23,97		0,31
		35	6,4			24,05		0,29

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		32	4,6			24,7		0,21
		30	1			25,22		0,055
		29	0					
		65	10,1	16,5	134,6	25,4		0,5
		60	9,9			24,87		0,465
		55	9,7			24,6		0,445
		50	9,4			24,33		0,425
		45	9			24,33		0,4
		40	8,6			24,22		0,375
		35	7,9			24,09		0,35
		31	0					
		65	12,1	16,84	137,4	26,09		0,585
		60	11,9			25,51		0,545
		55	11,6			25,13		0,52
		50	11,2			24,81		0,5
		45	10,8			24,78		0,475
		40	10,3			24,6		0,45
		35	9,5			24,39		0,415
		32	8,9			24,3		0,39
		31	0					
		65	14,3	17,15	140,4	26,61		0,68
		60	14			26,32		0,665
		55	13,7			25,65		0,6
		50	13,3			25,21		0,58
		45	12,8			25,11		0,55
		40	12,1			24,85		0,52
		35	11,3			24,62		0,49
		33	10,8			24,47		0,475
		32	10,5			24,46		0,465
		31,6	0					
		65	16,4	17,4	143	27,29		0,765
		60	16			26,93		0,75
		55	15,7			26,17		0,675
		50	15,2			25,71		0,65
		45	14,6			25,46		0,62
		40	13,9			25,15		0,59
		35	12,9			24,9		0,555
		33	12,4			24,73		0,535
		32	0					
		65	18,4	17,63	145,2	28,3		0,845
		60	18,1			27,75		0,82
		55	17,6			27,12		0,795
		50	17,1			26,31		0,71
		45	16,5			25,97		0,68

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		40	15,6			25,56		0,645
		35	14,5			25,26		0,61
		33	13,9			25,08		0,59
		32	0					
		65	20,4	17,83	147,4	28,77		0,91
		60	20			28,11		0,9
		55	19,5			27,49		0,87
		50	19			26,69		0,78
		45	18,2			26,8		0,735
		40	17,3			26,37		0,695
		35	16			25,92		0,655
		33	15,3					
		32,9	0					
5.6.08	0,5	65	10,2	16,75	135	42,8	0	0,375
		60	9,9			41		0,36
		55	9,5			39,3		0,345
		50	9			37,9		0,325
		45	8,2			37,6		0,305
		40	6,5			36,4		0,255
		35	3,9			34,3		0,155
		32	2,3			32,8		0,1
		30	1,3			31,6		0,065
		28	0,7			32,1		0,035
		27,9	0					
		65	12,3	17,17	138,6	45,4		0,445
		60	11,9			43,6		0,425
		55	11,4			41,6		0,41
		50	0					
		65	12,5	17,22	138,8	48,1		0,5
		60	12,2			45,8		0,49
		55	11,7			43,5		0,465
		50	11			41,9		0,445
		49	0					
		65	14,5	17,55	142	48,2		0,51
		60	14,1			45,8		0,495
		56	0					
		65	14,3	17,52	141,6	48,1		0,5
		60	13,9			45,5		0,485
		58	13,8			44,5		0,48
		56	13,6			43,6		0,475
		55	13,5			43,2		0,465
		54,9	0					
Zündung		65	16,4	17,83	144,4	49,8		0,565
mit		62	16,1			48		0,55

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
65 V		65	16,3	17,79	144	49,5		0,565
		62	16			47,7		0,55
		60	15,8			46,6		0,545
		58	15,6			45,5		0,54
		57,5	0					
Zündung mit 60 V	0,55	65	12,4	17,09	137,2	41,5		0,475
		60	12,1			39,5		0,455
		55	11,7			37,7		0,435
		50	11,2			36		0,415
		48	11			35,4		0,405
		46	10,7			35		0,385
		45	10,5			34,9		0,385
		42	9,9			34,9		0,37
		40	9,4			34,5		0,35
		35	6,4			33,3		0,26
		32	4,5			31,8		0,185
		30	3,3			31		0,145
		28	1,7			30,2		0,075
		26	0,9			30,5		0,045
		25,5	0					
		65	14,4	17,41	140,2	43,1		0,525
		60	14,1			41,2		0,51
		55	13,7			39,1		0,495
		50	13			37,2		0,47
		45	12,1			36,5		0,435
		40	10,7			35,5		0,395
		35	7,5			33,9		0,295
		32	5,4			32,2		0,22
		30	4			31,1		0,17
		28	2,3			30,3		0,105
		26	1			29,9		0,055
		25	0					
		65	16,4	17,69	143	45		0,585
		60	15,9			42,8		0,565
		55	15,4			40,6		0,545
		50	14,7			38,9		0,52
		45	13,5			38,2		0,485
		40	11,5			36,5		0,425
		35	8,2			34,5		0,315
		30	4,7			31,5		0,195
		28	2,6			30,5		0,115
		26	1,2			29,9		0,06
		25	0,8			30,2		0,035
		24,5	0					

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		65	18,5	18	146,2	47,3		0,645
		60	18,1			44,8		0,625
		55	17,3			42,9		0,595
		53	0					
		60	18	18,06	146	45		0,62
		55	17,4			43		0,595
		53,5	0					
	0,6	65	18,6	17,9	145,2	43,5		0,665
		60	18,2			41,5		0,645
		55	17,6			39,3		0,625
		50	16,9			37,5		0,6
		45	15,7			36,5		0,555
		40	14,2			35,4		0,52
		35	10,8			33,5		0,41
		30	6,6			31		0,27
		26	2,7			29,2		0,125
		25	1,9			28,9		0,09
		23	0,8			29,5		0,045
		22,3	0					
		65	20,4	18,13	147,6	44,9		0,725
		60	19,9			42,9		0,7
		55	19,3			40,8		0,67
		50	18,4			39		0,635
		45	17			38		0,59
		40	15			36,4		0,54
		39	0					

Tabelle B.3: Variationen der Anodenspannung. U<sub>ae</sub> steht für die Spannung zwischen Anode und Erde. Gemessen wurde immer mit Konfiguration A.

## B.4 Variation der Targetspannung

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
3.6.08	0,55	60	6	15,47	131,4	36	-13	0
U <sub>b</sub> =0							0	0,245
Konfig A						33,1	50	0,3
						33,4	100	0,3
						33,6	200	0,31
						34,6	300	0,26
						35,5	400	0,26
						36,3	500	0,26
						37,1	600	0,27

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						37,8	700	0,28
		60	8	15,99	135,2	39,5	-15	0
						35,7	0	0,32
						35,6	50	0,38
						35,7	100	0,38
						35,7	200	0,39
						35,8	300	0,39
						35,8	400	0,39
						35,9	500	0,4
						37,2	600	0,34
						38	700	0,34
		60	10,1	16,42	139	41,5	-15	0
						37,8	0	0,39
						37,5	50	0,48
						37,5	100	0,48
						37,4	200	0,48
						37,3	300	0,48
						37,3	400	0,485
						37,4	500	0,49
						37,5	600	0,495
						37,6	700	0,5
		60	12	16,76	142	43,3	-15	0
						39,5	0	0,45
						39,1	50	0,55
						39	100	0,55
						38,8	200	0,555
						38,7	300	0,555
						38,6	400	0,565
						38,6	500	0,575
						38,7	600	0,575
						38,9	700	0,585
		60	14,1			44,8	-15	0
						40,9	0	0,51
						40,5	50	0,62
						40,4	100	0,625
						40,1	200	0,63
						39,9	300	0,64
						39,9	400	0,65
						39,9	500	0,655
						40	600	0,665
						40,2	700	0,67
		60	16,1	17,42	147,8	46,4	-16	0
						42,7	0	0,57
						41,9	50	0,7

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						41,8	100	0,7
						41,4	200	0,71
						41,2	300	0,72
						41,1	400	0,73
						41,1	500	0,735
						41,2	600	0,745
						41,3	700	0,755
		60	18,1	17,76	150,4	47,5	-17	0
						43,9	0	0,65
						42,7	50	0,825
						42,8	100	0,825
						42,5	200	0,84
						42,2	300	0,845
						42,1	400	0,845
						42,2	500	0,85
						42,3	600	0,85
						42,5	700	0,865
23.5.08	0,55	60	1,9	13,71	122	32,8	-20	0
Konfig A							0	0,09
U <sub>b</sub> =float							10	0,1
							20	0,1
							40	0,1
							60	0,09
							80	0,09
							100	0,1
							200	0,1
		60	4	14,8	129,8	44	-23	0
						32,2	0	0,18
							20	0,19
						33,7	60	0,19
						34	200	0,19
		60	6,1	15,5	135,2	35,7	-28	0
							0	0,27
							40	0,28
							100	0,28
						36,4	200	0,28
		60	8	16	139,8	38,5	-29	0
							0	0,37
							40	0,38
							100	0,38
							160	0,4
							180	0,39
						37,9	200	0,35
						38,6	200	0,39

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		60	10	16,4	143	40,5	-29	0
							0	0,45
						40,1	20	0,47
						40,1	100	0,47
							200	0,48
		60	12				-29	0
							0	0,52
							10	0,54
							20	0,5
						41,5	100	0,55
						41,5	200	0,56
		60	14	17,03	149		-29	0
							0	0,59
							20	0,62
							60	0,62
						42,8	100	0,62
							140	0,63
							200	0,64
		60	16,1	17,22	151,8	56,5	-28	0
							0	0,66
							10	0,69
						45,2	20	0,72
						45,1	40	0,7
						44,9	60	0,7
						44,6	200	0,72
		60	17,9	17,41	154	56,7	-28	0
							0	0,72
							10	0,76
						45,6	20	0,77
							60	0,78
							100	0,78
							160	0,79
							200	0,79
23.5.08	0,5	60	2	13,57	120,2	34,8	-13	0
Konfig A						31,8	0	0,09
U <sub>b</sub> =0						31,7	40	0,09
							60	0,1
						32,4	100	0,1
						33,1	200	0,1
		60	6	15,31	133,6	38,4	-15	0
						35	0	0,24
						34,6	20	0,28
						34,8	100	0,28
						35,4	200	0,28

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
		60	10	16,22	141,4	42,9	-17	0
							0	0,39
						38,6	20	0,46
						38,4	100	0,47
						38,2	200	0,48
		60	14,1	16,9	148	47,2	-18	0
						43,4	0	0,51
						42,8	20	0,6
						42,4	100	0,61
						42,1	200	0,62
5.6.08	0,75	60	5,9	15,79	124,4	30,24	-10	0
Konfig A						27,7	0	0,25
U <sub>b</sub> =0						26,96	50	0,31
						27,26	100	0,305
						27,43	200	0,305
						27,87	300	0,3
						28,45	400	0,29
						29,28	500	0,28
						30,05	600	0,275
						30,73	700	0,28
		60	8	16,3	128,4	31,71	-11	0
						28,57	0	0,365
						28,17	50	0,455
						28,28	100	0,445
						28,45	200	0,445
						28,66	300	0,395
						29,08	400	0,39
						29,53	500	0,38
						30,04	600	0,38
						30,7	700	0,38
		60	9,9	16,7	131,6	33,1	-12	0
						29,67	0	0,445
						29,3	50	0,54
						29,4	100	0,53
						29,5	200	0,525
						29,6	300	0,535
						29,6	400	0,54
						29,7	500	0,54
						30,1	600	0,475
						30,7	700	0,475
		60	11,9	17,05	134,6	34,8	-12	0
						31,1	0	0,52
						30,6	50	0,62
						30,6	100	0,615

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						30,7	200	0,615
						30,7	300	0,62
						30,7	400	0,62
						30,8	500	0,625
						30,8	600	0,635
						30,9	700	0,645
		60	14	17,36	137,6	36	-13	0
						32,1	0	0,595
						31,8	50	0,715
						31,8	100	0,7
						31,7	200	0,705
						31,7	300	0,71
						31,7	400	0,72
						31,7	500	0,73
						31,8	600	0,735
						31,8	700	0,74
		60	16	17,65	140	37,3	-13	0
						33,3	0	0,665
						32,8	50	0,79
						32,8	100	0,78
						32,7	200	0,79
						32,6	300	0,8
						32,6	400	0,805
						32,6	500	0,815
						32,5	600	0,82
						32,7	700	0,84
		60	18	17,89	142,4	38,5	-14	0
						34,5	0	0,725
						33,9	50	0,855
						33,9	100	0,855
						33,8	200	0,865
						33,7	300	0,87
						33,6	400	0,895
						33,6	500	0,89
						33,6	600	0,9
						33,7	700	0,91
		60	19,8	18,12	144,6	39,7	-14	0
						35,7	0	0,79
						35,2	50	0,92
						35,1	100	0,925
						34,8	200	0,935
						34,7	300	0,95
						34,6	400	0,96
						34,5	500	0,97

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						34,5	600	0,98
						34,6	700	0,99
	1	60	6	15,88	122,8	26,39	-8	0
						24,05	0	0,29
						23,7	50	0,335
						23,81	100	0,32
						24,12	200	0,32
						24,4	300	0,315
						24,98	400	0,3
						25,68	500	0,29
						26,24	600	0,29
						26,65	700	0,29
		60	8	16,38	126,8	27,14	-9	0
						24,54	0	0,375
						24,16	50	0,46
						24,3	100	0,445
						24,47	200	0,445
						24,74	300	0,42
						25,13	400	0,41
						25,57	500	0,4
						26,1	600	0,39
						26,58	700	0,39
		60	9,9	16,77	129,8	27,81	-9	0
						25,11	0	0,465
						24,68	50	0,565
						24,85	100	0,54
						24,97	200	0,53
						25,19	300	0,505
						25,47	400	0,5
						25,77	500	0,495
						26,14	600	0,49
						26,55	700	0,485
		60	12	17,13	133	28,83	-10	0
						25,88	0	0,61
						25,44	50	0,7
						25,62	100	0,685
						25,5	200	0,625
						25,68	300	0,61
						25,85	400	0,61
						26,08	500	0,6
						26,35	600	0,59
						26,65	700	0,595
		60	14	17,45	135,6	29,77	-10	0
						26,75	0	0,665

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						26	50	0,79
						26,16	100	0,78
						26,19	200	0,78
						26,21	300	0,78
						26,16	400	0,705
						26,76	500	0,7
						26,97	600	0,695
						27,21	700	0,695
		60	16	17,72	138	30,85	-11	0
						27,41	0	0,745
						26,99	50	0,89
						27,09	100	0,875
						27,09	200	0,875
						27,07	300	0,88
						27,07	400	0,885
						27,09	500	0,895
						27,15	600	0,895
						27,32	700	0,8
		60	18	17,97	140,4	31,57	-11	0
						28,07	0	0,82
						27,48	50	0,98
						27,61	100	0,965
						27,54	200	0,965
						27,47	300	0,975
						27,45	400	0,98
						27,46	500	0,99
						27,51	600	0,995
						27,56	700	1,005
		60	20	18,17	142,2	32,07	-11	0
						28,44	0	0,89
						27,96	50	1,055
						27,94	100	1,045
						27,85	200	1,055
						27,82	300	1,06
						27,8	400	1,07
						27,79	500	1,08
						27,83	600	1,085
						27,88	700	1,095
1.8.08	1	60	8	15,35	125,8	24,1	-8	0
Konfig A						24,27	0	0,28
U <sub>b</sub> =0						23,6	50	0,33
						23,77	100	0,33
						24,08	200	0,32
						24,44	300	0,32

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
							400	0,32
						25,22	500	0,32
						25,67	600	0,32
						26,3	700	0,32
						26,59	800	0,32
						26,79	900	0,32
						27,07	1000	0,33
		60	12	15,89	130,2	28,49	-10	0
						26,13	0	0,47
						25,26	50	0,54
						25,5	100	0,52
						25,74	200	0,51
						25,89	300	0,51
						26,06	400	0,51
						26,23	500	0,51
						26,47	600	0,51
						26,74	700	0,51
						27,05	800	0,5
						27,4	900	0,5
						27,79	1000	0,5
		60	16	16,41	135,2	29,14	-10	0
						26,47	0	0,62
						25,87	50	0,72
						26,3	100	0,69
						26,46	200	0,68
						26,65	300	0,68
						26,76	400	0,68
						26,84	500	0,68
						26,97	600	0,68
						27,11	700	0,68
						27,32	800	0,68
						27,54	900	0,68
						27,77	1000	0,67
	0,75	60	8			30,42	-10	0
						27,85	0	0,29
						27,37	50	0,33
						27,56	100	0,33
						27,99	200	0,33
						28,22	300	0,32
						28,53	400	0,32
						28,99	500	0,32
						29,47	600	0,32
						30,05	700	0,32
						30,71	800	0,32

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						31,12	900	0,32
						31,42	1000	0,32
		60	12	15,98	131	33	-11	0
						29,8	0	0,48
						29,4	50	0,57
						29,5	100	0,57
						29,6	200	0,57
						29,6	300	0,57
						29,7	400	0,57
						29,7	500	0,58
						29,8	600	0,59
						29,9	700	0,59
						30	800	0,59
						30,1	900	0,6
						32,1	1000	0,49
		60	16	16,55	135,8	35,5	-12	0
						32,1	0	0,6
						31,6	50	0,73
						31,7	100	0,72
						31,8	200	0,72
						31,8	300	0,72
						31,7	400	0,73
						31,7	500	0,73
						31,8	600	0,74
						31,9	700	0,75
						32	800	0,75
						32	900	0,76
						32,2	1000	0,77
	0,55	60	8	15,46	126,4	37,1	-13	0
						34,3	0	0,27
						33,9	50	0,31
						34	100	0,31
						34,3	200	0,31
						34,6	300	0,3
						34,9	400	0,3
						35,3	500	0,3
						35,8	600	0,3
						36,3	700	0,3
						37	800	0,3
						37,7	900	0,3
						38,2	1000	0,3
		60	12	16,17	132,6	40,5	-14	0
						37,2	0	0,42
						37	50	0,51

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						37	100	0,51
						37,1	200	0,51
						37,1	300	0,52
						37,2	400	0,53
						37,2	500	0,53
						37,3	600	0,54
						37,5	700	0,55
						37,6	800	0,55
						37,8	900	0,56
						38	1000	0,56
		60	16	16,76	137	44,7	-15	0
						41,3	0	0,53
						40,7	50	0,65
						40,5	100	0,64
						40,3	200	0,64
						40,2	300	0,65
						40,2	400	0,65
						40,2	500	0,66
						40,3	600	0,66
						40,4	700	0,67
						40,6	800	0,68
						40,8	900	0,68
						41,1	1000	0,69
7.8.08	0,75	60	8	15,42	124,2	46	-25	0
Konfig C						44,7	0	0,38
U <sub>b</sub> =0						44,7	50	0,4
						44,8	100	0,4
						44,9	200	0,41
						45,1	300	0,41
						45	400	0,35
						45,2	500	0,34
						45,3	600	0,34
						45,4	700	0,34
			12	16,1	130,4	48,2	-26	0
						46,9	0	0,56
						46,6	50	0,57
						46,5	100	0,56
						46,4	200	0,57
						46,4	300	0,58
						46,4	400	0,58
						46,5	500	0,59
						46,2	600	0,51
						46,2	700	0,51
			16	16,64	135,8	50	-27	0

Anm.	p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>ae</sub> [V]	U <sub>t</sub> [V]	I <sub>t</sub> [A]
						48,4	0	0,71
						48	50	0,73
						47,9	100	0,73
						47,8	200	0,74
						47,7	300	0,74
						47,7	400	0,75
						47,7	500	0,76
						47,8	600	0,77
						47,9	700	0,78
						48	800	0,78
						48,1	900	0,78
						47,8	1000	0,69

Tabelle B.4: Variation der Targetspannung. U<sub>ae</sub> steht für die Spannung zwischen Anode und Erde.

## B.5 Variation der Substratspannung

p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>b</sub> [V]	I <sub>b</sub> [A]
1	60	10	15,8	144,8	-6	0
		10			0	0,47
		10			10	0,86
		10			20	0,95
		10			40	0,97
		10			60	0,95
		10			80	0,95
		10			100	0,96
		10			120	0,96
		10			140	0,91
		10			160	0,87
		10			180	0,85
		10			200	0,85
	60	8	15,11	140,8	-6	0
		8			0	0,39
		8			10	0,68
		8			20	0,75
		8			40	0,77
		8			60	0,72
		8			80	0,7
		8			100	0,7
		8			120	0,7
		8			140	0,68
		8			160	0,67

p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>b</sub> [V]	I <sub>b</sub> [A]
		8			180	0,66
		8			200	0,65
	60	6	14,93	136,4	-6	0
		6			0	0,29
		6			10	0,52
		6			20	0,58
		6			40	0,55
		6			60	0,54
		6			80	0,53
		6			100	0,53
		6			120	0,52
		6			140	0,51
		6			160	0,5
		6			180	0,5
		6			200	0,49
	60	3,9	14,26	130,4	-4	0
		3,9			0	0,16
		3,9			10	0,3
		3,9			20	0,34
		3,9			40	0,34
		3,9			60	0,33
		3,9			80	0,33
		3,9			100	0,32
		3,9			120	0,32
		3,9			140	0,31
		3,9			160	0,31
		3,9			180	0,31
		3,9			200	0,31
0,5	60	4,1	14,44	131,4	-6	0
		4,1			0	0,14
		4,1			10	0,28
		4,1			20	0,32
		4,1			40	0,33
		4,1			60	0,34
		4,1			80	0,3
		4,1			100	0,3
		4,1			120	0,3
		4,1			140	0,3
		4,1			160	0,3
		4,1			180	0,3
		4,1			200	0,3
	60	6,1	15,09	137	-7	0
		6,1			0	0,19
		6,1			10	0,38

p [Pa]	U <sub>a</sub> [V]	I <sub>a</sub> [A]	U <sub>f</sub> [V]	I <sub>f</sub> [A]	U <sub>b</sub> [V]	I <sub>b</sub> [A]
		6,1			20	0,45
		6,1			40	0,47
		6,1			60	0,48
		6,1			80	0,48
		6,1			100	0,48
		6,1			120	0,48
		6,1			140	0,49
		6,1			160	0,5
		6,1			180	0,44
		6,1			200	0,45
	60	8	15,55	141	-7	0
		8			0	0,25
		8			10	0,47
		8			20	0,55
		8			40	0,58
		8			60	0,59
		8			80	0,59
		8			100	0,6
		8			120	0,6
		8			140	0,61
		8			160	0,61
		8			180	0,61
		8			200	0,61
	60	10	15,97	144,6	-7	0
		10			0	0,3
		10			10	0,56
		10			20	0,66
		10			40	0,69
		10			60	0,69
		10			80	0,7
		10			100	0,7
		10			120	0,71
		10			140	0,71
		10			160	0,72
		10			180	0,72
		10			200	0,73

Tabelle B.5: Variationen der Substratspannung. Gemessen wurde immer mit Konfiguration A am 16.5.08.

## B.6 Ausliterungsversuche während der Beschichtungsprozesse

Probennummer	Teil	Kühlleistung
1	Anodenplatte	155
	Substrat	104
	Mittelteil	38
	Filamentdeckel	837
	Bodenplatte	893
	Filament	138
	Target	241
	2	Anodenplatte
Substrat		176
Mittelteil		130
Filamentdeckel		1179
Bodenplatte		1254
Filament		162
Target		577
3	Anodenplatte	528
	Substrat	196
	Mittelteil	119
	Filamentdeckel	1338
	Bodenplatte	1415
	Filament	222
	Target	697
4	Anodenplatte	516
	Substrat	272
	Mittelteil	226
	Filamentdeckel	1440
	Bodenplatte	1382
	Filament	272
	Target	982
5	Anodenplatte	444
	Substrat	165
	Mittelteil	193
	Filamentdeckel	1228
	Bodenplatte	1463
	Filament	148
	Target	378
6	Anodenplatte	585
	Substrat	176
	Mittelteil	289

<b>Probennummer</b>	<b>Teil</b>	<b>Kühlleistung</b>
	Filamentdeckel	1208
	Bodenplatte	1463
	Filament	167
	Target	564
7	Anodenplatte	433
	Substrat	185
	Mittelteil	209
	Filamentdeckel	1062
	Bodenplatte	1212
	Filament	164
	Target	543
8	Anodenplatte	376
	Substrat	154
	Mittelteil	164
	Filamentdeckel	1097
	Bodenplatte	1194
	Filament	142
	Target	460
9	Anodenplatte	209
	Substrat	92
	Mittelteil	105
	Filamentdeckel	790
	Bodenplatte	985
	Filament	122
	Target	261
10	Anodenplatte	161
	Substrat	100
	Mittelteil	58
	Filamentdeckel	836
	Bodenplatte	999
	Filament	124
	Target	261
11	Anodenplatte	230
	Substrat	123
	Mittelteil	119
	Filamentdeckel	959
	Bodenplatte	1059
	Filament	142
	Target	366
12	Anodenplatte	396
	Substrat	230
	Mittelteil	139
	Filamentdeckel	1176

<b>Probennummer</b>	<b>Teil</b>	<b>Kühlleistung</b>
	Bodenplatte	1344
	Filament	161
	Target	687

Tabelle B.6: Ausliterungsversuche während der Beschichtungen. Diese wurden immer nach der Hälfte der Gesamtbeschichtungszeit durchgeführt. Für die jeweiligen Bedingungen der einzelnen Versuche siehe Tabelle 4.2.