

4 Mikrostrukturierte Elektroden (MSE)

4.1 Grundlagen

4.1.1 Überblick und Definition

In den letzten Jahren hat sich ein starkes Interesse zur Erzeugung von Plasmen mit und in Mikrostrukturen herausgebildet. Dies hat seine Ursache nicht nur in der geringen Größe der Mikroplasmaquellen, sondern auch in den besonderen Eigenschaften der erzeugten Entladungen: Geringe Zündspannungen machen eine kostengünstige Energieversorgung möglich und bis zu Atmosphärendruck sind homogene, technisch nutzbare Plasmen generierbar. Beispiele hierfür sind Plasmabildschirme, die bereits kommerziell erhältlich sind. Hier werden mit relativ niedrigen Energien betreibbare Xenon-Neon-Plasmen bei 560 mTorr eingesetzt.^[30] In [25] werden mikrostrukturierte Hohlkathoden, deren Betriebsdruck bis zu 1 atm reicht, mit Kunststoff, Glas und Keramik als Dielektrikum charakterisiert, in [31] Hohlkathoden aus Silizium. An der Universität Hamburg-Harburg wurde ein Mikro-massenspektrometer entwickelt, das eine Mikroplasmaquelle zur Erzeugung der Ionen verwendet.^[32] In [33] wird eine Mikro-ICP (Inductively Coupled Plasma) vorgestellt. Diese induktiv erzeugten Plasmen werden mit einer Frequenz von ca. 450 MHz betrieben und erreichen Druckbereiche von einigen mbar.

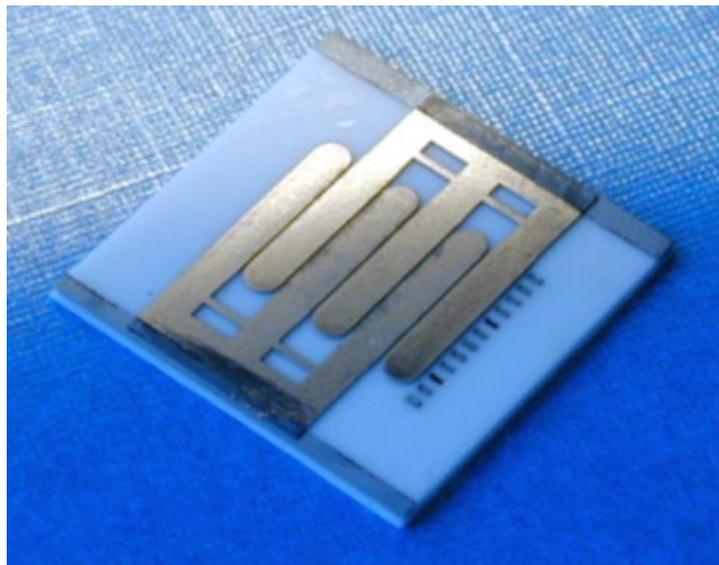


Abbildung 4.1. Mikrostrukturierte Fingerelektrode.

Alle verwendeten Plasmaquellen besitzen die Gemeinsamkeit, dass ihre Detailabmessungen im Größenbereich einiger 10 μm liegen, sie mit Mitteln der Mikrotechnik hergestellt werden und auch aus für diese Technik typischen Materialien bestehen.

In diesem Projekt wurde das Augenmerk von Anfang an auf die sogenannten mikrostrukturierten Fingerelektroden gerichtet (vgl. Abb. 4.1). Ursprünglich wurden ähnliche Anordnungen als ortsauflösende Proportionalzähler für Gasdetektoren verwendet.^[34] Die mikrostrukturierten Fingerelektroden bauen auf einer planaren Technologie auf und können bis zu Atmosphärendruck flächige Plasmen generieren.

4.1.2 Grundlegende Betrachtungen zur Elektrodengeometrie

Die Simulation der Hochfrequenzausbreitung auf dreidimensional modellierten Fingerelektroden erfordert eine erhebliche Rechenleistung und es sind wegen der Wellenlänge von 20 m bis 100 m (berechnet nach [35]) auf den verwendeten Streifenleitungen keine Welleneffekte zu erwarten. Zudem lässt sich auch von einer DC-Spannung am Elektrodenspalt statt einer RF-Spannung bedingt auf das Zünden und die Ausbreitung des Plasmas schließen, wie in Kap. 2.4 gezeigt wurde. Die herzustellenden Fingerelektroden sind planare Strukturen, die aus einem extrudierten 2D-Layout bestehen. Daher wurden statische FEM-Berechnungen der elektrischen Felder an 2D-Modellen durchgeführt. Dies erfolgte mit dem Programmpaket CFDRC-ACE+ (Fa. CFDRC) für vertikale Schnitte der Elektroden und mit dem Programm ANSYS (ANSYS Inc.) in der Aufsicht, um grundlegende Abhängigkeiten herauszuarbeiten. Anhand des in Abb. 4.2 dargestellten Modells wurden verschiedene Spaltgeometrien und Materialien mit unterschiedlichen relativen Dielektrizitätszahlen für das Substrat untersucht. Es handelt sich um eine Schnittansicht, bei der der Bereich 1 das Arbeitsgas, 2 das Substrat und 3 sowie 4 die beiden gegenüberliegenden Elektroden bilden. Diese sind nicht Bestandteil des Simulationsmodells, da sie im hier betrachteten statischen Fall ein jeweils konstantes Potential haben. Ihre Oberflächen dienen zur Festlegung der Randbedingungen (links 100V und rechts 0V). Es ist zu sehen, dass sich das Potential nicht nur links und rechts um den Elektrodenspalt, sondern auch in Arbeitsgas und Substrat symmetrisch ausbreitet. Die eingezeichneten Feldlinien zeigen, dass sich das elektrische Feld ebenfalls symmetrisch ausbreitet.

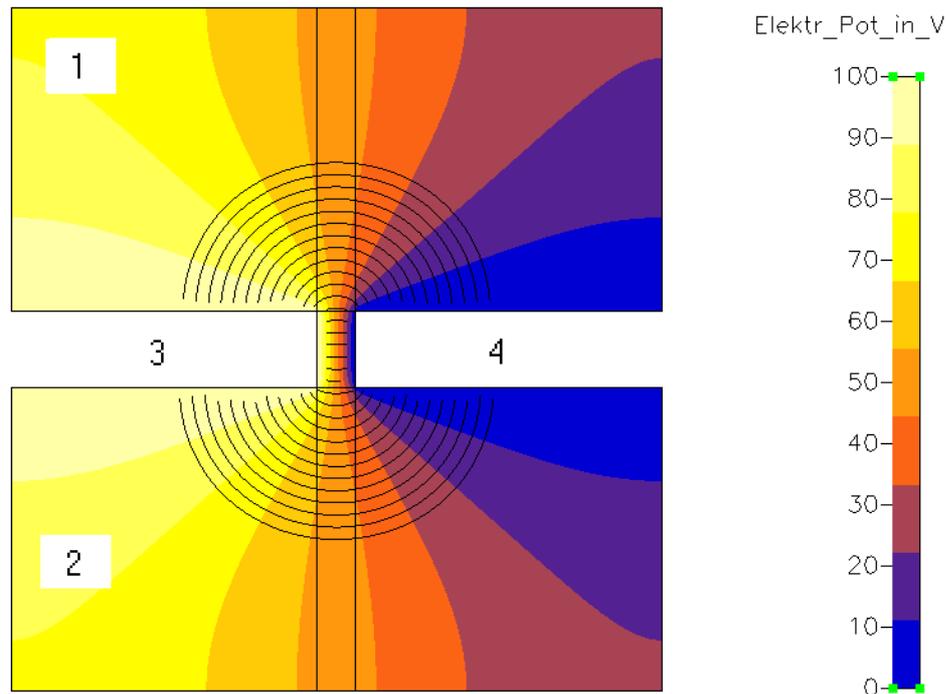


Abbildung 4.2. Ausbreitung des elektrischen Potentials um einen Elektrodenspalt von $25\mu\text{m}$ Breite und $50\mu\text{m}$ Höhe, 1: Arbeitsgas ($\epsilon_r=1$), 2: Substrat ($\epsilon_r=10$), 3 und 4: Fingerelektroden mit Elektrodenspalt dazwischen, Spannung 100V.

In Abb. 4.3 ist für die gleiche Geometrie und das gleiche Substrat die Energiedichte des elektrischen Felds eingetragen. Es ist zu sehen, dass sich im Substrat unter dem Elektrodenspalt wegen der dort hohen relativen Dielektrizitätszahl eine sehr hohe Energiedichte ausbildet. Interessant ist die im Substrat gespeicherte Energie insofern, dass sie für den Energieeintrag in das Plasma bis zur Zündung nicht nutzbar ist, sondern sich als Blindleistung bemerkbar macht. Nach der Zündung wird diese Energie mit in die Entladung eingebracht und wirkt einer Leistungsbegrenzung entgegen.

Abb. 4.4 zeigt den Anteil der im Elektrodenspalt gespeicherten elektrischen Energie in Bezug zur gesamten elektrischen Energie. Es ist zu erkennen, dass dieser Anteil mit dem Ansteigen der Dielektrizitätszahl absinkt. Die Werte für die in Frage kommenden Substrate liegen wie in Tab. 4.1 dargestellt bei ca. 4,6 für Glas (Borofloat), 6,5 für Foturanglas (ungetempert) und 10 für Oxidkeramik (Al_2O_3). Die interessanten Wertebereiche liegen somit zwischen 4 und 10. Bei Elektroden aus Dünnschichten zeigt sich, dass nur 10 % bis 20 % der Energie im Elektrodenspalt sind. Dagegen kann durch im Vergleich zur Spaltbreite hohe Elektroden aus galvanisch abgeschiedenen Schichten der entsprechende Anteil auf über 50 % erhöht werden ($\epsilon_r = 4$).

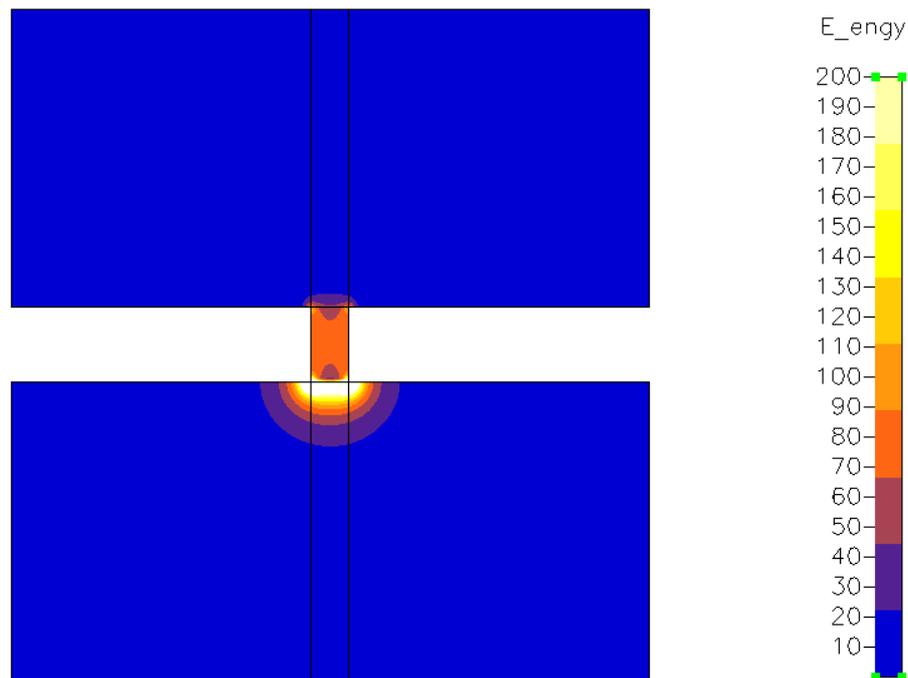


Abbildung 4.3. Verteilung der Energiedichte beim gleichen Elektrodenspalt mit dem gleichen Substrat mit $\epsilon_r=10$ wie in Abb. 4.2 (Einheit: J/m^3).

Tabelle 4.1. Materialeigenschaften verschiedener in Betracht gezogener Materialien.

Material	lin. therm. Ausdehnungskoeffizient in $10^{-6}/K$	spezifischer Widerstand in $\mu\Omega cm$	relative Dielektrizitätszahl	Wärmeleitfähigkeit in W/mK
Al_2O_3	8	-	9...10	26...35 ^[36]
Foturan	8,6	-	6,5	1,35 ^[37]
Foturan getempert	10,5	-	5,7	2,73 ^[37]
Borofloat	3,25	-	4,6	1,2 ^[38]
Nickel	13,3	6,9	-	90,9 ^[39]
Kupfer	17	1,69	-	401 ^[39]

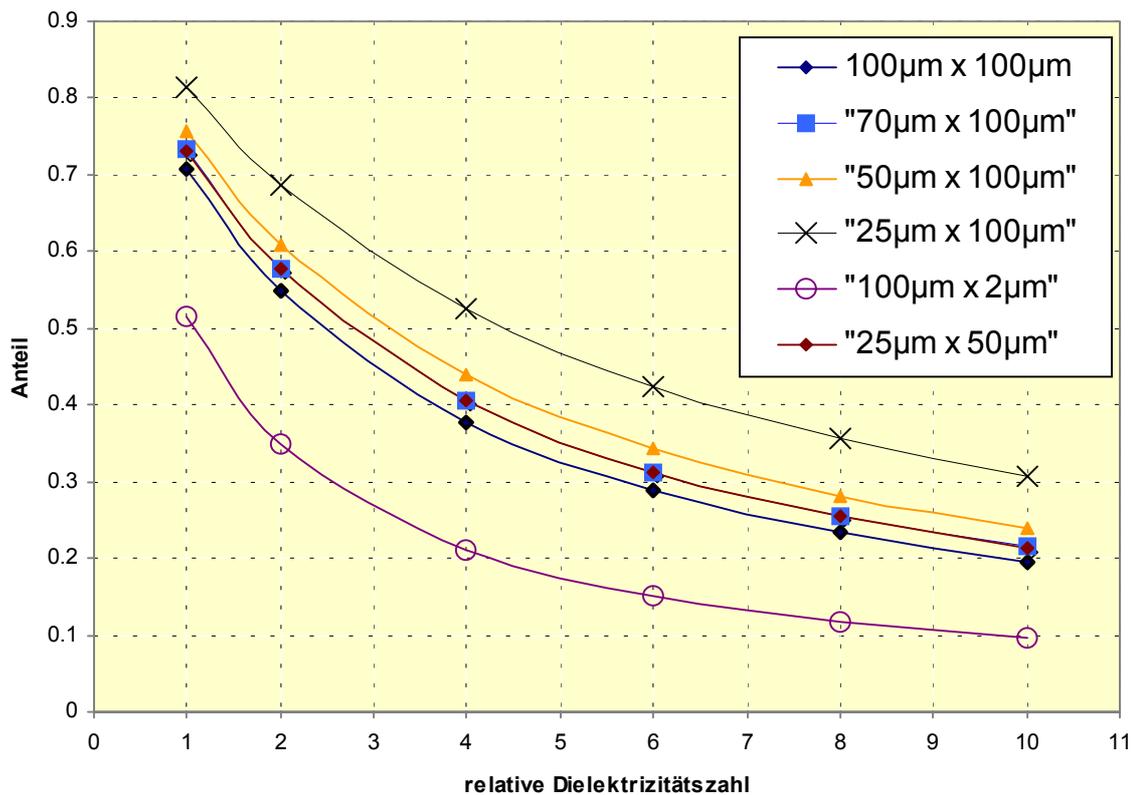


Abbildung 4.4. Anteil der im Elektrodenspalt befindlichen Energie des elektrischen Felds im Verhältnis zur gesamten Feldenergie für verschiedene Spaltgeometrien und relative Dielektrizitätszahlen

In Abb. 4.5 a bis d ist das elektrische Feld bei verschiedenen Geometrievariationen zu sehen. In a ist die Ausgangsgeometrie dargestellt, 1 stellt den eigentlichen Elektrodenspalt dar. Zu sehen ist in 4.5 b eine Verbreiterung des Spalts (2) am auslaufenden Elektrodenende, ein ellipsenförmiges Ende des Elektrodenfingers in c und eine Verkleinerung des Endenradius (3) in d. Die Spaltverbreiterung (2) dient zum Begrenzen des Bereichs, in dem das Plasma gezündet wird, da durch den größeren Abstand eine kleinere Feldstärke herrscht. Dabei darf es nicht zu Überhöhungen der Feldstärke am Radius (4) kommen, damit das Plasma im Spalt homogen bleibt. Bei einer Verringerung der Elektrodenbreite ergibt sich der Fall d, die erhöhte Feldstärke lässt sich durch ein ellipsenförmiges Ende des Elektrodenfingers eliminieren. Als Bedingung wurde festgelegt, dass sich keine Feldstärkeüberhöhungen größer als 5 % ergeben sollen. Umfangreiche Kombinationen dieser und anderer zusätzlicher Parametervariationen durch Batchsteuerung des Programms haben ergeben, dass eine Spaltvergrößerung von 1 nach 2 um den Faktor 1.2 und ein Achsenverhältnis von 1.6 dafür ausreichend ist.

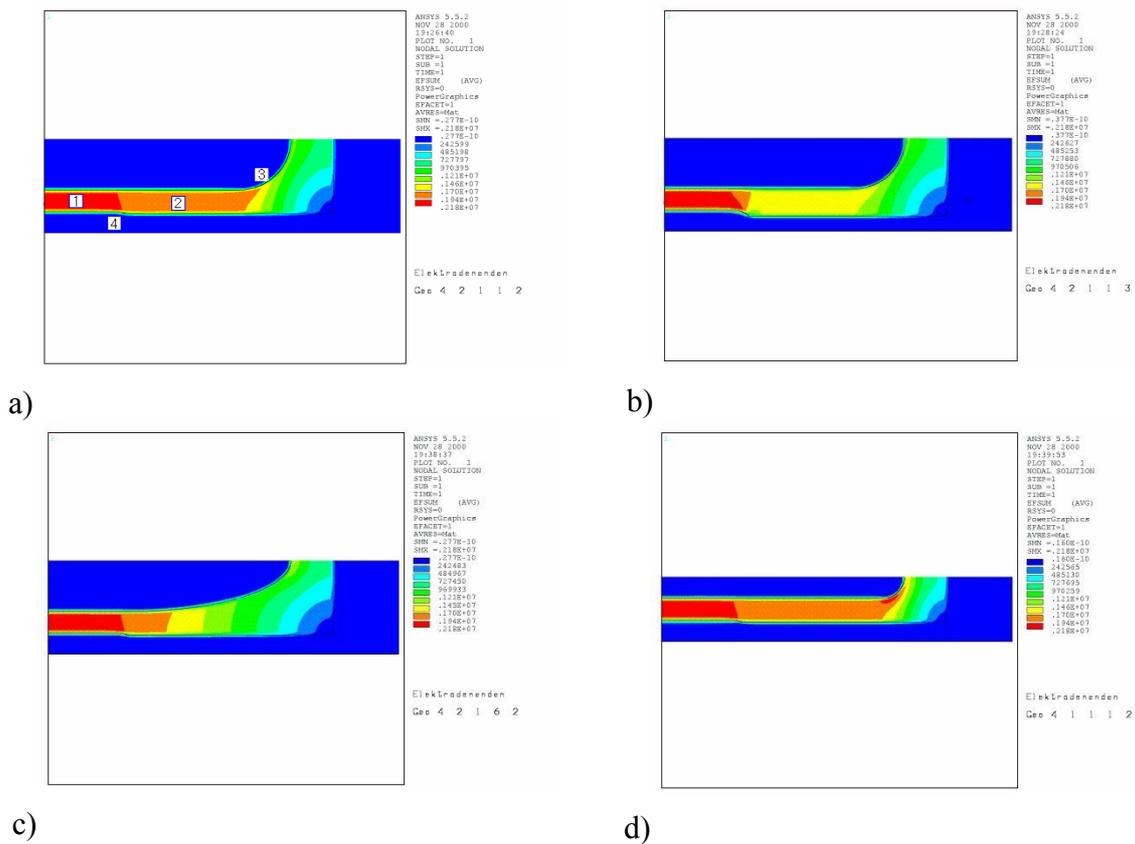


Abbildung 4.5. Berechnung der horizontalen Ausbreitung des E-Felds für verschiedene Geometrievariationen.

4.1.3 Materialauswahl

Die zur Herstellung verwendeten Technologien und Materialien bedingen einander und sind deshalb aufeinander abzustimmen. Im Hinblick auf die aufzubauenden Fingerelektroden als Plasmaquellen in fluorhaltigen Gasen lassen sich Isolatoren und Leiter sowie plasmabeständige und nichtplasmabeständige Materialien unterscheiden, wobei sich diese überschneiden können. Tabelle 4.1 zeigt einige Materialien, die zum Aufbau des Mikroreaktors in Betracht gezogen wurden. Borofloat und Foturan sind nicht plasmabeständig, da sie hauptsächlich aus SiO_2 bestehen und dieses durch Bildung des flüchtigen SiF_4 geätzt wird. Zur Herstellung von Mikrostrukturen, die in einem Mikroplasmareaktor eingesetzt werden sollen, müssen diese mit Aluminiumoxidschichten versehen werden. Resistenzuntersuchungen gegenüber Fluorplasmen sind in der Literatur für Aluminiumoxid nicht vorhanden, jedoch wurde das Ätzverhalten von SF_6 , CHF_3 und CF_4 im Plasma gegenüber Aluminiumoxid untersucht.^[14, 15, 16] Die Abtragsrate von Al_2O_3 ist überwiegend von der Leistungsdichte des Argonplasmas abhängig,^[16] so dass überwiegend von einem

physikalischen Abtrag ausgegangen werden kann. Die Ätzrate von Al_2O_3 in fluorhaltigen Gasen hängt stark vom Sauerstoffanteil im Gasplasma ab. Im ECR unterstützten Plasma konnten bei hohen Leistungsdichten Abtragsraten bis zu 6 nm/min erreicht werden.^[14] Diese intensiven mikrowellenunterstützten Plasmen treten bei den angestrebten Systemen nicht auf. Das Ätzverhalten von Al_2O_3 im Gasplasma mit fluorhaltigen Gasen beruht auf der Anlagerung von Fluor an Aluminiumoxid, welches durch Ionen hoher kinetischer Energie aus dem Gitterverband gelöst wird.^[15] Da das Ätzverhalten von Al_2O_3 in fluorhaltigen Gasen sehr stark vom Gasplasma abhängt, erscheint es aussichtsreich, die Mikroreaktoren so zu betreiben, dass kaum ein Abtrag der Al_2O_3 -Schichten zu erwarten ist. Zu Beginn des Projekts wurde zur Untersuchung und Nachweis der Resistenz insbesondere von Al_2O_3 -Schichten ein vorhandener Barreletcher (STS 308 PC) zu einem Plattenreaktor umgebaut. In diesem liegen die zu untersuchenden Proben direkt auf bzw. zwischen den Plattenelektroden und sind somit direkt dem Plasma ausgesetzt. Der Plattenabstand kann von 30 mm bis auf ca. 1 mm herabgesetzt werden. Neben dem vorhandenen Gas CF_4 wurde eine weitere Zuleitung gelegt, die zur Einleitung von SF_6 oder CHF_3 genutzt werden kann.

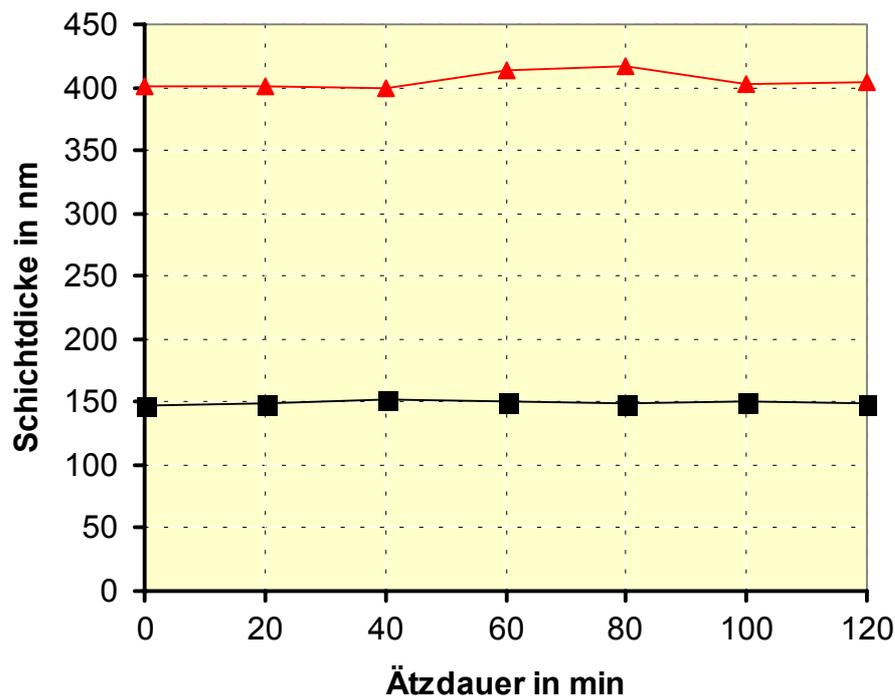


Abbildung 4.6. Schichtdicke einer Al_2O_3 -Schicht auf zwei Proben während einer Plasmaexposition. Die Messung erfolgte mit einem Ellipsometer.

Um eine Aluminiumoxidschicht abzuscheiden, wurde das Sputterverfahren verwendet. In einer Vakuumkammer wird dabei bei einem Druck von ca. $5 \cdot 10^{-3}$ mbar in Argon ein Plasma zwischen der zu beschichtenden Probe (Substrat) und dem Target gezündet. Energiereiche Argonionen, die auf das Target treffen, schlagen dort ein oder mehrere Atome aus der Oberfläche heraus, die sich dann auf dem Substrat anlagern.^[40]

Zum Sputtern von nichtleitenden Targetmaterialien muss Hochfrequenz verwendet werden. Im vorliegenden Fall wurde zunächst von einem Saphirtarget gesputtert. Dies hatte jedoch den Nachteil, dass bei Leistungen oberhalb 100 W im Target Risse entstehen können und dass ein Sputtern in reinem Argon nicht möglich ist, da das Target sonst mit der Zeit an O_2 verarmt und auf dem Substrat mehr Al abgeschieden wird, als für eine stöchiometrisch korrekte Schicht wünschenswert ist. Da deshalb ohnehin O_2 zugegeben werden muss, wurde ein Aluminiumtarget zum Reaktivsputtern verwendet. Die Abscheiderate ließ sich durch höhere mögliche Leistungen um den Faktor 2 steigern. Dennoch sind keine Abscheideraten wie beim reaktiven Hochleistungssputtern^[41, 42] zu erreichen, so dass die maximal erreichbare Schichtdicke bei ca. $0,5 \mu\text{m}$ liegt.

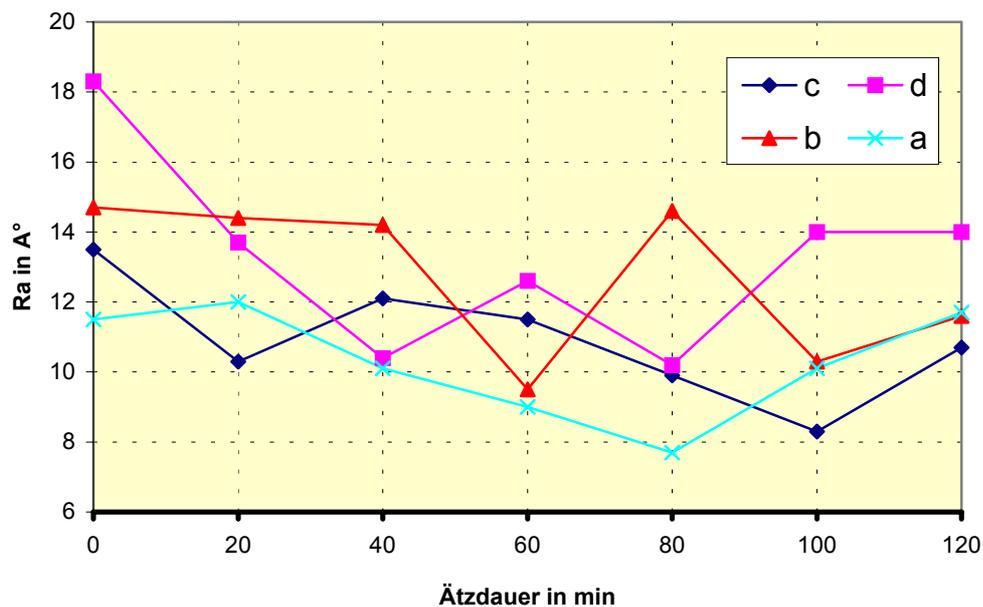


Abbildung 4.7. Zeitverläufe der an 4 Proben im CF_4/O_2 -Plasma gemessenen Rautiefen.

Als Träger für die Schicht wurden Siliziumwafer verwendet. Sollte die Schicht durch Poren durchlässig für Fluorradikale sein, könnte das Silizium geätzt werden, was nach einiger Zeit zu einer Schichtablösung führt. Dies war jedoch nur bei Schichtdicken unter 100 nm nach längerer Ätzzzeit zu beobachten.

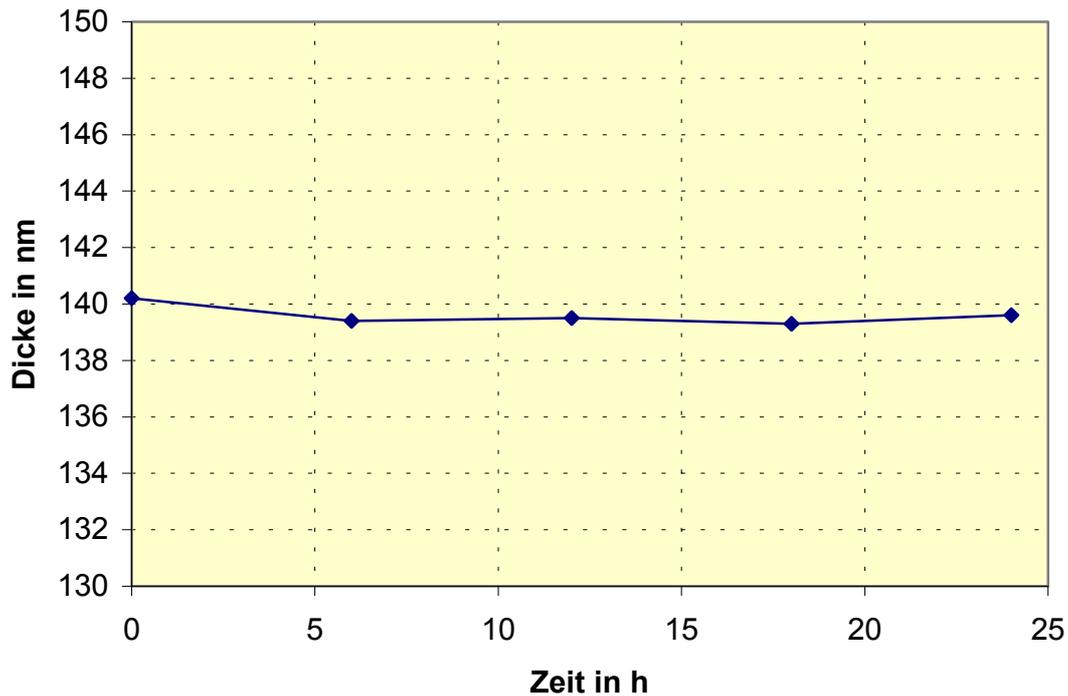


Abbildung 4.8. Mit einem Ellipsometer gemessene Schichtdicke einer Al₂O₃-Schicht im CF₄/O₂-Plasma (40 % CF₄, 60 % O₂), 1 W/cm².

Die Versuche wurden hauptsächlich mit CF₄/O₂-Plasmen bei Konzentrationen von 10 % bis 90 % des O₂ durchgeführt. Die Proben wurden zunächst 2 h einem Plasma von 100 W ausgesetzt, was im verwendeten Plattenreaktor einer Leistungsdichte von ca. 1 W/cm² entspricht. Zur Schichtdickenmessung wurde ein Ellipsometer eingesetzt (Fa. Sentech, SE 850). In keinem Fall war eine signifikante Verringerung der Schichtdicke festzustellen. In Abb. 4.5 ist die gemittelte Rautiefe für 2 Proben, die bei 1 W/cm² in 60 sccm O₂ und 40 sccm CF₄ dem Plasma ausgesetzt wurden, in Abhängigkeit der Zeit dargestellt. Dazu wurde ein Tastschnittgerät (Tencor P10, Fa. KLA Tencor) benutzt. Insbesondere bei Oberflächen mit hohem Traganteil, wie es z.B. bei einer Porenbildung vorliegt, ist ein exaktes Erfassen der Rautiefe im dargestellten Bereich mit einem Tastspitzenradius von einigen µm kaum möglich. Zudem ist der Messweg auf der Probe bei jeder Messung ein anderer. Die dargestellten Werte legen jedoch nahe, dass kein Ätzen stattfindet, da die Rautiefe sonst bei den ersten Messungen gegenüber der nicht dem Plasma ausgesetzten Schicht stark ansteigen müsste. Sie liegt jedoch konstant im Bereich der Oberflächenrauigkeit der verwendeten Wafer. Unter ansonsten gleichen Bedingungen wurden Versuche über eine Dauer von 24 h durchgeführt. Die im Abstand von jeweils 6 h gemessene Schichtdicke ist in Abbildung 4.8 dargestellt und zeigt, dass die Schicht zum Schutz nicht fluorplasmabeständiger Materialien eingesetzt werden

kann. Als plasmabeständig wurde aus der Literatur Nickel eingestuft.^[17] Weiterhin wurden Sputterschichten aus Aluminium, Kupfer und Gold untersucht. Aluminium als verdichtetes Material passiviert sich durch Bildung von AlF_3 , dies wurde auch bei der untersuchten Sputterschicht festgestellt. Kupfer und Gold passivieren sich teilweise durch Bildung schwerflüchtiger Fluorverbindungen,^[29] sind also nur bedingt einsetzbar. Als beständig gegen Fluorplasmen haben sich Substrate aus Aluminiumoxid (Rubalit[®]) erwiesen. Alle in Betracht gezogenen Photolacke (SU-8, BCB, AZ) erwiesen sich erwartungsgemäß als vom Plasma leicht angreifbar.

4.2 Für das Projekt hergestellte Mikrostrukturierte Elektroden

4.2.1 Übersicht über die hergestellten Elektroden

Innerhalb des Projektverlaufs wurden verschiedene Prozesse zur Herstellung der MSE verwendet. Mit den einzelnen Prozessen wurden zum Teil mehrere verschiedene Versionen (Layouts) hergestellt. Aufgrund des Fehlens von Bemessungsgrundlagen für MSE zur Erzeugung von Atmosphärendruckplasmen wurde experimentell vorgegangen. Die Prozesse T1 bis T6 in Tabelle 4.2 sind dabei eine kontinuierliche Verbesserung des jeweiligen Vorgängerprozesses. T7 bis T9 sind alternative Konzepte zur Herstellung mikrostrukturierter Plasmaquellen, die jedoch nicht für Versuche zum Abgasabbau verwendet werden konnten, da die Strukturen keine lange Lebensdauer aufwiesen. Die dargestellten Prozessabläufe sind um einige weniger wichtige Details gekürzt worden, um den Rahmen dieses Berichts nicht zu sprengen.

4.2.2 Fingerelektroden aus Dünnschichten auf Glas (T1)

Diese Elektroden sind am einfachsten herzustellen und knüpfen an den Projektstand bzw. die technische Ausgangssituation zu Projektbeginn am IPC an. Als Trägermaterial dient jedoch wegen seiner guten Isolatoreigenschaften Glas (Borofloat[®], Fa. Schott) anstatt Silizium mit einer Oxidschicht. Das Glas wird zunächst mit Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid in einem Sprühprozessor (Fairchild Convac MDL 1110 CLEANER SN 175) gereinigt und bei 120 °C 1 h lang dehydriert (vgl. Abb. 4.9 a). Die Elektroden bestehen aus Schichten, die im Sputterverfahren (LS 440 S, Fa. von Ardenne Anlagentechnik GmbH) abgeschieden werden

(vgl. Abb. 4.9 b). In diesem Fall wird Kupfer mit einer Schichtdicke von 2 μm verwendet. Die Strukturierung erfolgt durch Aufschleudern eines DNQ-Fotolacks (maP-215s, Fa. microresist technology) mit einer manuellen Belackungsanlage (Fairchild Convac 1001) mit 3000 U/min auf 1,5 μm Dicke.

Tabelle 4.2. Für das Projekt hergestellte Elektroden, nach Prozessen geordnet.

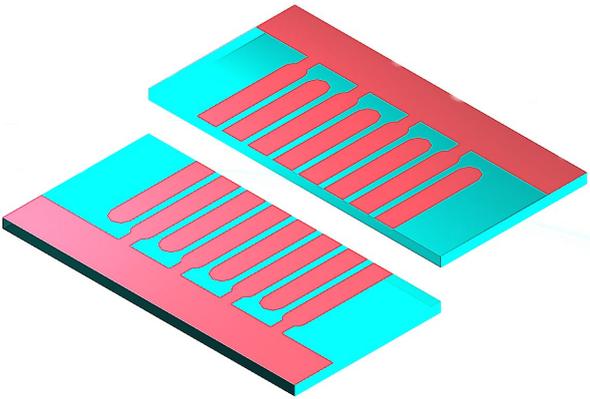
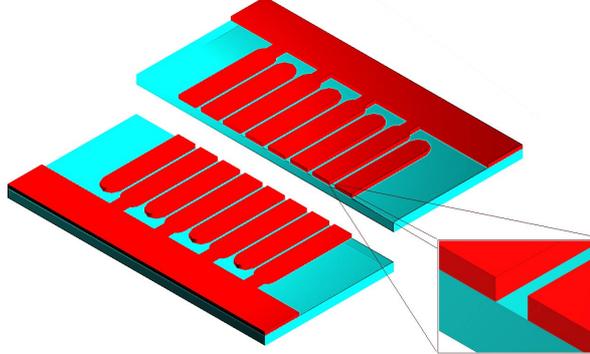
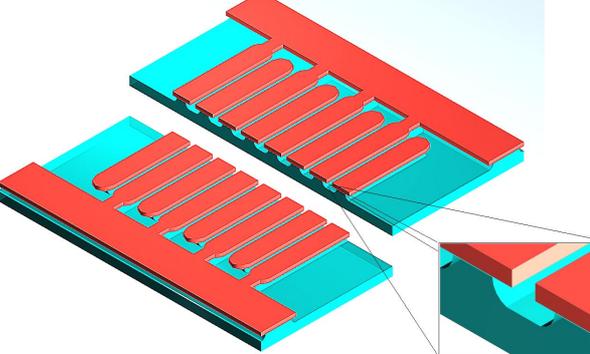
Bezeichnung	Schichtdicke in μm	Status (ggf. Zahl der Lay-outs)	Abbildung (schematisch)
T1: Fingerelektroden aus Dünnschichten auf Glas	1...2	Hergestellt und getestet (5)	
T2: Galvanisierte Elektroden (Lackform: AZ4562) auf Glas	15...30	Hergestellt und getestet (11)	
T3: Galvanisierte Elektroden (Lackform: AZ4562) auf Glas mit Unterätzung	15...30	Hergestellt und getestet (9)	

Tabelle 4.2. (Fortsetzung)

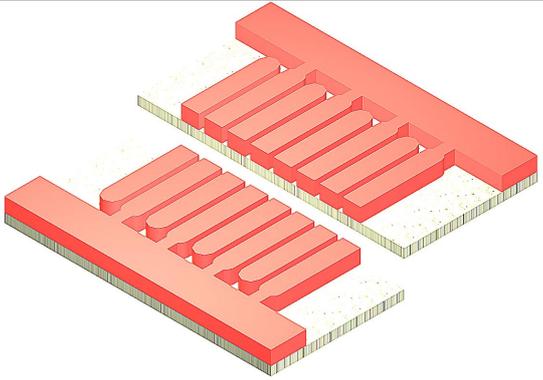
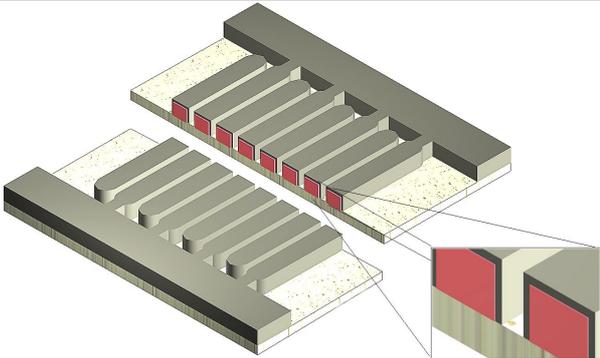
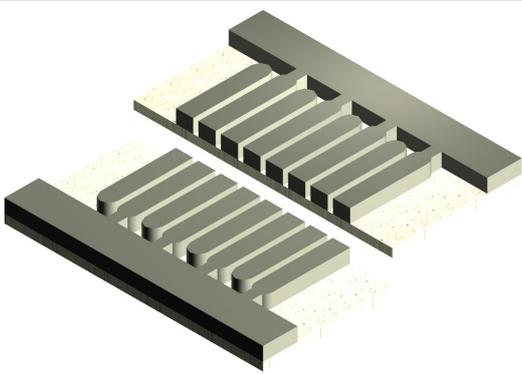
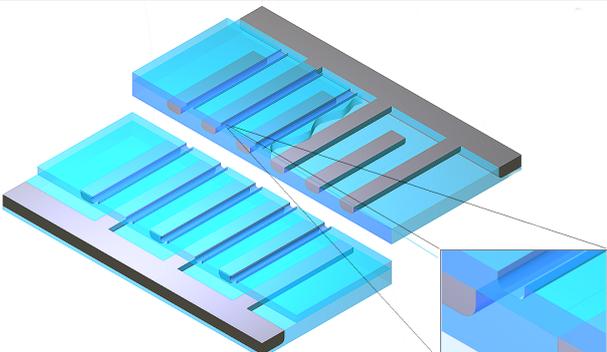
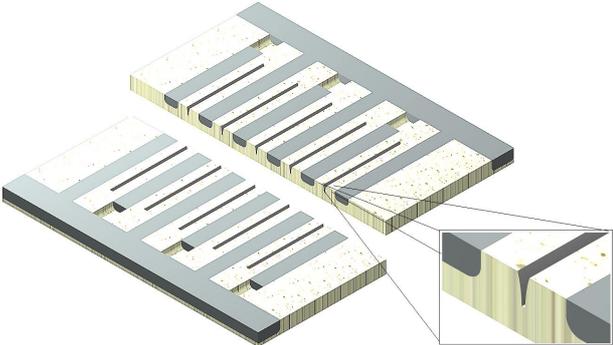
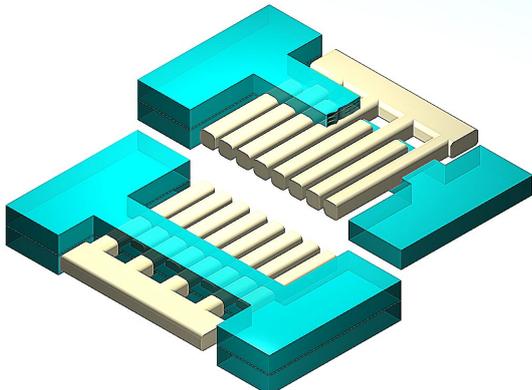
<p>T4: Galvanisierte Elektroden (Lackform: SU8) auf Keramik</p>	100	<p>Hergestellt und getestet (7)</p>	
<p>T5: Galvanisierte Elektroden mit Nickelüberzug (Lackform: SU8) auf Keramik</p>	50...100	<p>Hergestellt und getestet (6)</p>	
<p>T6: Galvanisierte Elektroden (Lackform: SU8) aus Nickel auf Keramik</p>	50	<p>Hergestellt und getestet (2)</p>	
<p>T7: In Glas versenkte Elektroden Mit gesägtem Elektrodenspalt</p>	40	<p>Hergestellt und getestet (1)</p>	

Tabelle 4.2. (Fortsetzung)

T8: Galvanisierte Elektroden mit Dielektrikum aus Substrat	50	Hergestellt und getestet (1)	
T9: Mit Laser aus Ni-Folien geschnittene Elektroden	125	Hergestellt und getestet (3)	

Die Belichtung erfolgt mit einer Emulsionsmaske nur auf den Bereichen, an denen kein Metall verbleiben soll (Electronic Vision Maskaligner EV 420) mit einer nominellen Dosis von 230 mJ/cm^2 . Der Lack wird an diesen Stellen mit dem Entwickler ma-D 371 (Fa. microresist technology) gelöst und bedeckt nur noch die späteren Elektrodenfinger (c). In einer nasschemischen Ätzmischung (Alketch) wird die restliche Schicht entfernt (d). Anschließend wird der Lack in Aceton und Ethanol entfernt (e). Es hat sich für die Zündeigenschaften als vorteilhaft erwiesen, am Schluss eine Aluminiumoxidschicht aufzusputtern (f).

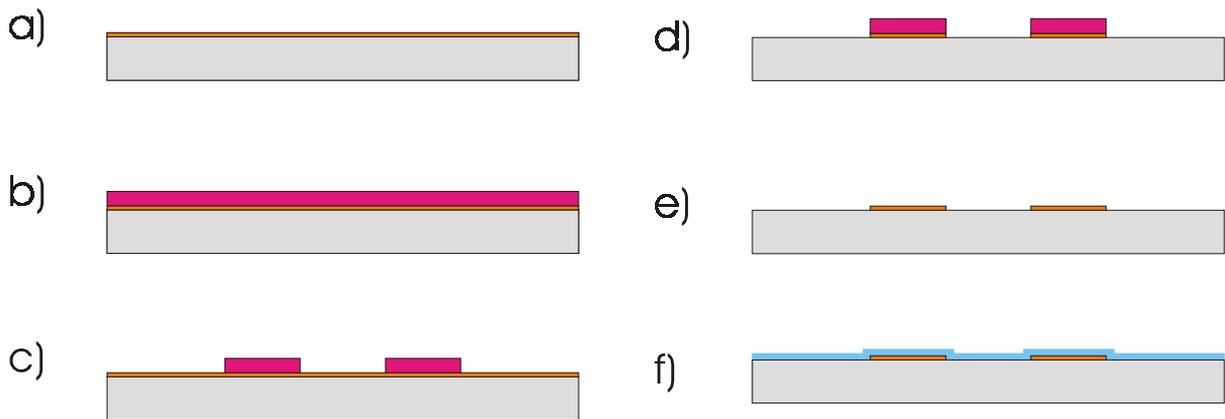


Abbildung 4.9. Prozessablauf zur Herstellung mikrostrukturierter Fingerelektroden aus Dünnschichten (T1): a) Sputtern der Kupferschicht, b) Lackauftrag, c) Belichtung und Entwicklung, d) nasschemische Strukturierung, e) Strippen des Lacks, f) Ätzen der Startschicht, h) Aufsputtern der Keramikschicht.

Mit den so hergestellten Elektroden lassen sich mit einer Hochfrequenz von 13,56 MHz flächige Plasmen in Helium und Neon bei Drücken bis zu 1500 mbar erzeugen. Die Struktur selbst und ein gezündetes Plasma sind in Abbildung 4.10 a und b zu sehen.

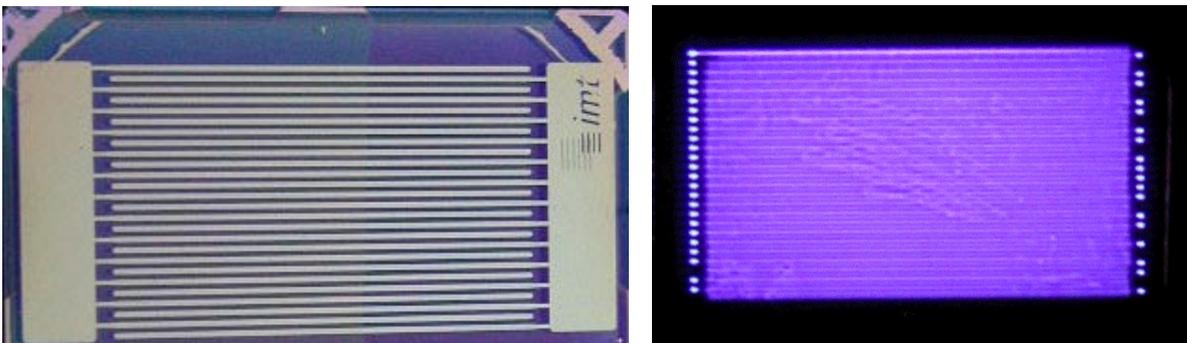


Abbildung 4.10. a) MSE aus Cu-Dünnschicht auf einem Glasträger, b) Struktur mit gezündetem Plasma in Helium.

4.2.3 Galvanisierte Elektroden auf Glas mit als AZ 4562 Lackform (T2)

Die erzielbare Schichtdicke bei der Herstellung und Verwendung von Sputterschichten ist begrenzt. Dies liegt zum einen in der begrenzten Sputterrate (bei Cu ergibt sich etwa 30 nm/min bei 100 W), zum anderen ist bei Schichtdicken, die im Bereich der notwendigen Auflösung liegen, ein isotropes Ätzen nicht geeignet (Es gibt keine Verfahren zum anisotropen Ätzen von Metallen). Zudem sind Sputterschichten nicht besonders dicht gepackt, was sich negativ auf Leitfähigkeit und chemische Resistenz auswirkt. Daher wurden nun gal-

vanisch abgeschiedene Schichten verwendet. Auf ein Glassubstrat (Borofloat[®], Schott) wird eine Cr-Cu-Schicht (vgl. Abb. 4.11 a und b) aufgesputtert (LS 440 S, Fa. von Ardenne Anlagentechnik GmbH). Die Cr-Schicht dient als Haftvermittler für die Cu-Schicht, die die eigentliche Startschicht bildet. Zum Galvanisieren benötigt man eine isolierende Galvanoform. Diese wird aus dem DNQ-Photolack AZ 4562 hergestellt. Durch Aufschleudern bei 600 U/min erhält man eine 23 µm dicke Schicht (c), dies erfolgt in einer Lackschleuder vom Typ Gyrset RC5 (Fa. Süss), die durch eine mit dem Wafer rotierende Abdeckung das gleichmäßige Aufschleudern dicker Schichten ermöglicht. Die Lackschicht wird in einem 10h langen Prozess mit einer langsam auf 90 °C ansteigenden Temperatur getrocknet (zu schnelles Trocknen erzeugt Blasen). Diese wird mit 720 mJ/cm² belichtet und mit dem Entwickler AZ 351B (auf 25 % verdünnt) behandelt (d). Die Schichtabscheidung erfolgt mit DC in einem Sulfatbad (Cubath[®] der Fa. Enthone OMI) bei 25°C mit einer Stromdichte von 10 mA/cm² (e). Eine 15 µm dicke Schicht wird in der 23 µm hohen Lackform abgeschieden, da die Lackform mindestens 50 % höher sein sollte als die Metallschicht, um eine gleichmäßige Abscheidete zu unterstützen. Die Gleichmäßigkeit wird zudem durch organische Zusätze erhöht. Die Lackform wird mit Aceton (f) und die Startschicht nasschemisch entfernt (g), die Chromschicht wird mit alkalischer Kaliumhexacyanoferratlösung entfernt. Da das Ätzen der Kupferstartschicht nicht selektiv zum galvanisch abgeschiedenen Kupfer erfolgt, ist dieser Schritt besonders zeitempfindlich.

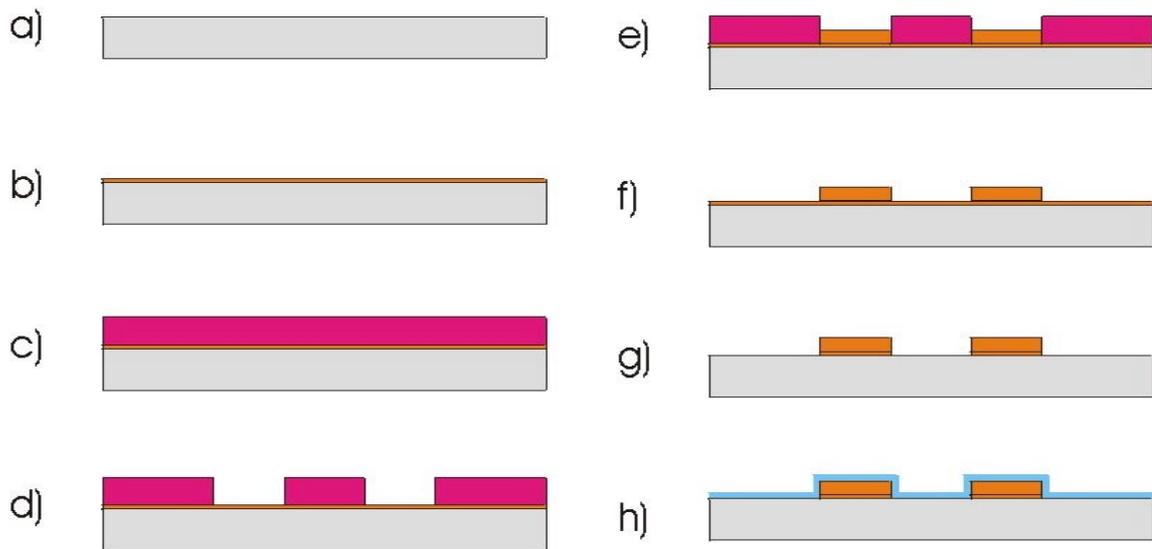


Abbildung 4.11. Prozessablauf zur galvanischen Herstellung von mikrostrukturierten Fingerelektroden: a) Glassubstrat, b) Sputtern der Cu-Startschicht, c) Lackauftrag (AZ4562), d) Belichtung und Entwicklung, e) Galvanische Abscheidung, f) Strippen des Lacks, g) Ätzen der Startschicht, h) Aufputtern der Keramikschicht.

Nach einer weiteren Reinigung wird eine Al_2O_3 -Schicht aufgesputtert. Dies erfolgt reaktiv von einem Aluminiumtarget durch ein O_2 -Plasma.

4.2.4 Galvanisierte Elektroden (Lackform: AZ4562) auf Glas mit Unterätzung (T3)

Die Prozessierung dieser Elektrodenvariante entspricht der von T2, allerdings wurde in den Technologieplan eine Ätzung eingefügt, die die bereits aufgebrauchten Elektroden etwa um $50\ \mu\text{m}$ unterätzt. Dies bewirkt eine deutliche Herabsetzung der Zündleistung, da das elektrische Feld sich weniger im Substrat ausbreiten kann und daher im Wesentlichen nur im Elektrodenspalt ausbildet.

Der Nachteil dieser Technologie besteht darin, dass sie nur auf Glas oder anderen selektiv zum Metall der Elektrodenstrukturen zu ätzenden Materialien angewendet werden kann und eine Abdeckung des Substrats mit einer Keramikschicht nicht mehr möglich ist. Dies liegt zum einen an den über die Unterätzungen hinausragenden Metallstrukturen, zum anderen an der verhältnismäßig rauen Glasoberfläche nach dem Ätzen.

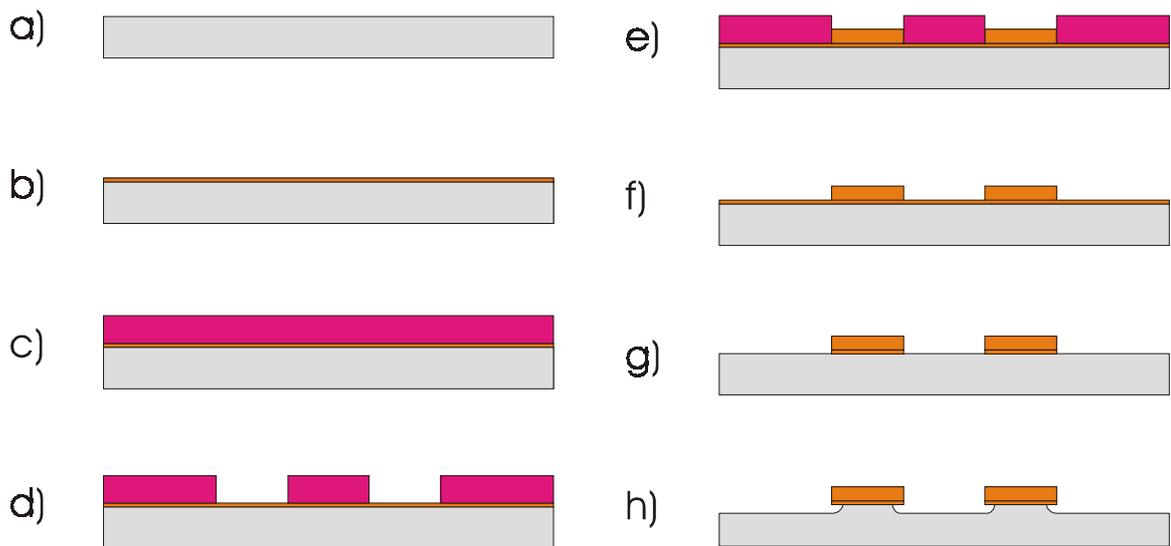


Abbildung 4.12. Prozessablauf zur galvanischen Herstellung von mikrostrukturierten Fingerelektroden mit Unterätzung (T3): a) Glassubstrat, b) Sputtern der Cu-Startschicht, c) Lackauftrag (AZ4562), d) Belichtung und Entwicklung, e) Galvanische Abscheidung, f) Strippen des Lacks, g) Ätzen der Startschicht, h) Unterätzen.

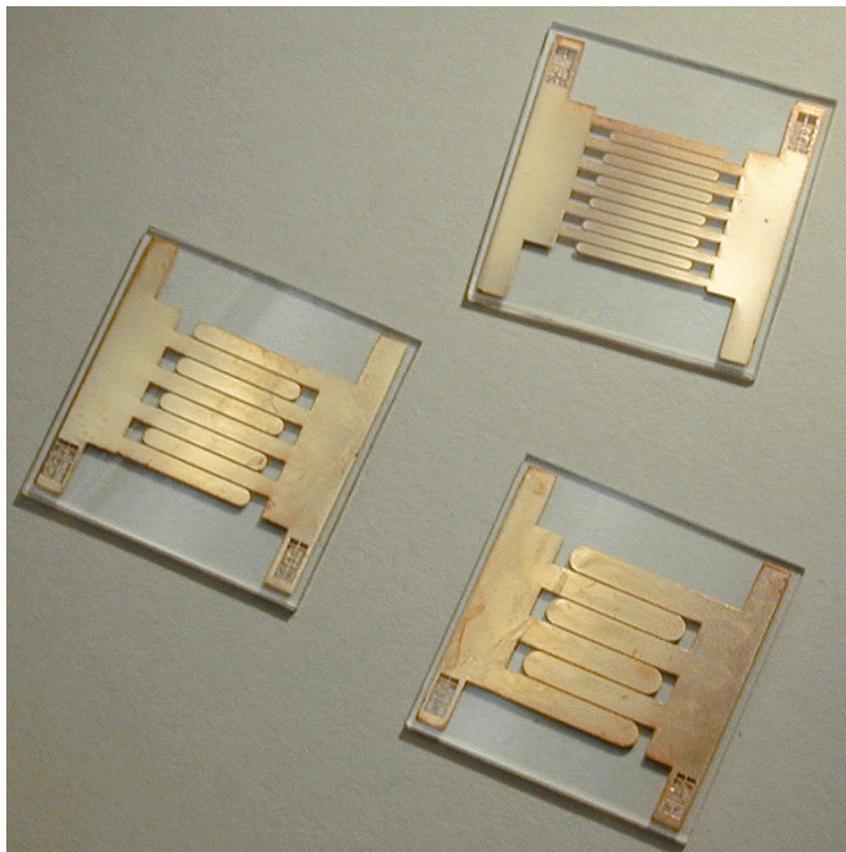


Abbildung 4.13. Einige MSE (T3) im Vergleich, oben: $EA = 100 \mu\text{m}$, $EB = 600 \mu\text{m}$, unten links: $EA = 100 \mu\text{m}$, $EB = 900 \mu\text{m}$, unten rechts $EA = 70 \mu\text{m}$, $EB = 1350 \mu\text{m}$.

4.2.5 Galvanisierte Elektroden auf Keramik mit SU-8 als Lackform (T4)

Da mit den nach T2 hergestellten Elektroden wesentlich höhere Druckbereiche als mit den nach T1 hergestellten und auch innerhalb T2 eine Verbesserung bei einer Steigerung der Schichtdicke von 15 μm auf 30 μm feststellbar war, wurde eine weitere Erhöhung der Schichtdicken angestrebt. Um galvanische Schichten deutlich dicker als 30 μm zu erzeugen (die Anforderung einer Auflösung wesentlich kleiner als der Elektrodenspalt vorausgesetzt), ist es notwendig, SU-8 statt AZ 4562 zu verwenden. Dies liegt an der vergleichsweise geringen Transparenz der Novolacke, die eine Abnahme der Belichtungsdosis zu den substratnäheren Regionen der Lackschicht bewirkt (vgl. Abb. 4.14 und 4.15). Zudem sind in diesen Bereichen immer Lösemittelreste des Lacks vorhanden, die eine schnelle Auflösung im Entwickler begünstigen. Dadurch wird eine senkrechte Kantenausbildung bei hohen Schichtdicken verhindert und es ergibt sich das typische Profil wie es in den Abb. 4.3 und 4.4 gezeigt wird. Aufgrund der Kostengünstigkeit des SU-8-Prozesses und des vollauf genügenden Aspektverhältnisses (1:20 bis 1:30) kommt eine Nutzung der LIGA-Technologie nicht in Betracht. Es ergibt sich allerdings die Problematik, nach dem Galvanikprozess den SU-8 zu entfernen, wie es weiter unten dargestellt wird.

Wie in Abb. 4.16 a zu sehen wird ein Keramiksubstrat (Al_2O_3 , Rubalit[®] 708s, Fa. CeraTec) mit einer Cr-Schicht besputtert (LS 440 S, von Ardenne Anlagentechnik GmbH), die als Haftvermittler für die folgende Cu-Schicht dient. Auf diese wird eine weitere Cr-Schicht aufgesputtert, die als Haftschiicht für den SU-8 dient (b). Nach einem Dehydrieren von 1 h Dauer bei 120 °C wird SU-8-50 (Fa. MicroChem) bei 900 U/min in einer Gyrset SR5 (Fa. Süss) aufgeschleudert (c) und bildet eine 150 μm dicke Schicht. Die angehängte 50 ist ein Kürzel für die Viskosität und den Anteil des eigentlichen Lacks im Lösungsmittel. In einer Wartezeit von 30 min erfolgt eine Planarisierung der Lackschicht. Nach 3 h Trocknung bei 100 °C werden die Proben mit 660 mJ/cm^2 durch eine Chrommaske (Fa. Schott RSL 5009 02T ARC) belichtet. SU-8 ist ein Negativ-Epoxy-Photoresist; bei der Belichtung (d) werden starke Säuren frei, die die Vernetzung initialisieren.^[43] Dies geschieht im Post Exposure Bake (PEB) in 45 min bei 95 °C (e).

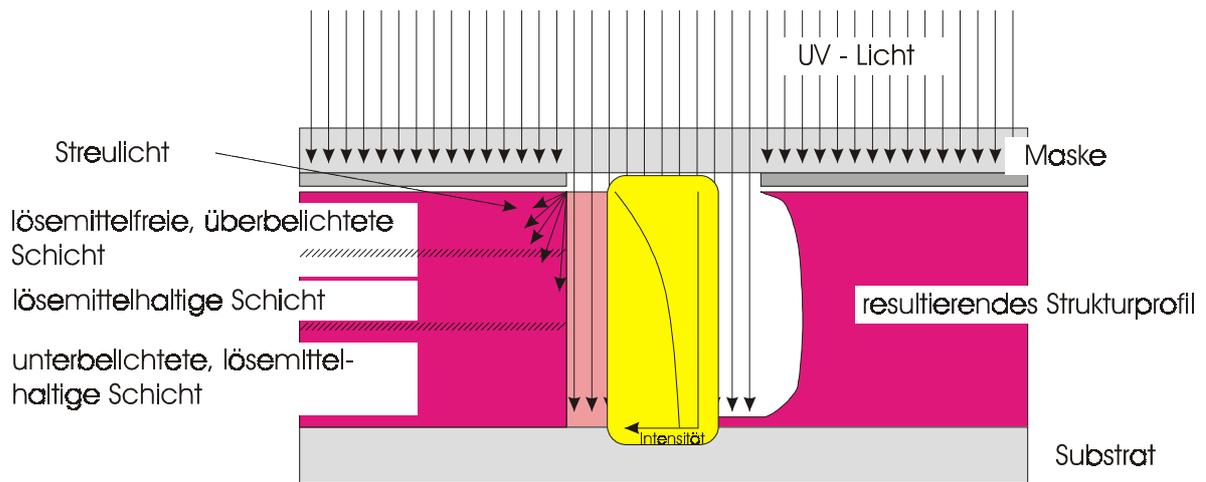


Abbildung 4.14. Kantenbildung in dicken DNQ-Lackschichten: Effekte bei Trocknung, Belichtung und Entwicklung, die eine senkrechte Kantenbildung bei dicken Schichten verhindern.

Die Entwicklung erfolgt in 5 min in Gammabutyrolacton (GBL) und 7 min in Propylen-glykoldimethylätheracetat (PGMEA) bei jeweils starker Agitation und wird von einem weiteren Spülgang in neuem PGMEA ergänzt. Die Entwicklung wird von einem Descum, der in einem Barreletter (Surface Technology Systems, STS 308 PC) mit 80 % O₂ und 20 % CF₄ durchgeführt wird und Lösemittel- sowie Lackreste entfernt, ergänzt. In alkalischer Kaliumhexacyanoferratlösung wird die Cr-Schicht zwischen der Lackform entfernt, so dass die Cu-Startschicht für den Galvanikprozess freiliegt.



Abbildung 4.15. Kantenbildung in dicken DNQ-Lackschichten: REM-Aufnahmen des Lacks AZ 4562.

Die galvanische Kupferabscheidung erfolgt wie im vorherigen Prozess in einem schwefelsauerem Bad mit Gleichspannung (Cubath[®], Fa. Enthone OMI) bei einer Stromdichte von 10 mA/cm^2 (h). Die Abscheidung kann durch die $150 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Lackform bis zu einer Dicke von $100 \text{ }\mu\text{m}$ annähernd gleichmäßig erfolgen. Das Entfernen der vernetzten SU-8-Schicht ist in (i) dargestellt, dieser Schritt ist der kritischste im dargestellten Prozess. In der Literatur gibt es zahlreiche vorgestellte Methoden, die jedoch bislang keine allgemeine Verbreitung gefunden haben, da die Einsetzbarkeit jeweils nur für bestimmte Anwendungen gegeben ist.

Um den SU-8 abzulösen, aber andere Metalle auf den Proben nicht zu beschädigen, wurde ein spezielles Verfahren entwickelt. Im Voraus wurden folgende Verfahren im Rahmen der Prozessentwicklung untersucht:

- Veraschen unter Sauerstoffatmosphäre: $600 \text{ }^\circ\text{C}$ für ca. 3 h. Nachteil: Die Startschicht wird mit oxidiert und ist nicht oder kaum mehr entfernbar, Nickelstrukturen werden stark oxidiert. Kupferstrukturen werden teilweise zerstört.
- Plasmaveraschen: Bei $150 \text{ }\mu\text{m}$ Lackdicke ergibt sich eine so lange Ätzdauer im O_2 / CF_4 -Plasma, dass dies keinen gangbaren Weg darstellt.
- N-Methyl-2-Pyrrolidon (NMP): Nur ein Ablöser, starkes Erhitzen notwendig.
- SU-8-Remover der Fa. Microposit: Zersetzt SU-8 bei $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ganz, löst aber auch die Startschicht mit ab. Die ganze Lösung wird schwarz (Schwierigkeit der Prozessbeobachtung für Laborverhältnisse). Bei der verwendeten Temperatur verdampft die Mischung (Toxizität TMAH!).
- Aceton: Nur ein Ablöser, bei Raumtemperatur sehr lange Wartezeit.

Aus der Literatur wurden folgende weitere Verfahren bekannt, konnten aber wegen nicht zur Verfügung stehender Anlagen nicht zum Einsatz gebracht werden:

- Downstream Chemical Etch (DCE): Es sind Ätzraten bis $1 \text{ }\mu\text{m/min}$ möglich.^[29]
- Salzschnmelzen: Die Expositionszeit muss genau eingehalten werden, um ein Zerstören der Strukturen zu verhindern. Bei Nickelstrukturen hält sich die Schädigung bei dichter Kristallstruktur in Grenzen.^[44]

Vernetzter SU-8 kann von Aceton abgelöst werden, es ergibt sich aber eine sehr lange notwendige Einwirkungszeit und das Herauslösen kleiner Lackstege aus den galvanisch abgeschiedenen Schichten ist kaum möglich. Verwendet man hingegen Aceton unter Druck mit einer Temperatur größer als die des PEB, dann lässt sich schwach vernetzter SU-8 weitgehend auflösen. Dazu ist es notwendig, den PEB mit $70 \text{ }^\circ\text{C}$ und 3 h Dauer

durchzuführen, wenn eine vollständige Auflösung erforderlich ist. Es ist vorteilhaft, direkt nach dem Galvanisieren mit dem Prozess zu beginnen, so dass keine weitere Polymerisation stattfindet. Die Herabsetzung des PEB ist allerdings eine wesentliche Einschränkung des SU-8-Prozesses. Daher wurde mit der gewöhnlichen PEB-Temperatur von 95 °C gearbeitet. Nach dem Ablösen bei 120 °C noch vorhandene Reste des SU-8 in engen Zwischenräumen wurden durch 60 min CF₄/O₂-Plasma (300 W) in einem Barreletcher (Fa. Surface Technology Systems, STS 308 PC) entfernt.

Ein weiterer Gesichtspunkt bei der Verwendung von SU-8 sind die entstehenden Eigenspannungen, die insbesondere bei den verwendeten hohen Schichtdicken zur Ablösung des Lacks vom Substrat führen können. Zur Verminderung dieser Problematik hat es sich als vorteilhaft erwiesen, nach dem PEB das Abkühlen kontrolliert und langsam vorzunehmen und mindestens 48 h zu warten, bis die Entwicklung durchgeführt wird, da in dieser Zeit noch ein geringes Fließen die Eigenspannungen verringert.

Andererseits bilden die 7 mm langen, 150 µm hohen und 70 µm breiten Lackstege große Angriffsflächen für die Strömung im Entwickler. Hier können die Eigenspannungen vorteilhaft sein, um eine Stabilisierung zu bewirken. Wartet man nach dem PEB zu lange, dann erfolgt eine Ablösung der Lackstege. Dies machte für diesen Prozess eine gesonderte Optimierung der Wartezeiten und Belichtungs Dosen notwendig, die vom Standardprozess abweichen.

Zusätzlich wurde für die im weiteren Projektverlauf hergestellten Elektroden ein Layout entwickelt, das diesen Aspekt durch Stützstrukturen an der Lackform für den Elektrodenspalt stärker berücksichtigt und damit neben geringeren Elektrodenabständen auch höhere Ausbeuten bei der Herstellung ermöglicht.

Nach der Entfernung der Lackform wird die Haftvermittlerschicht aus Chrom in alkalischer Kaliumhexacyanoferratlösung entfernt (Abb. 4.16 j). Die Kupferschicht und die Chromhaftsicht zum Substrat werden ebenso entfernt. Der Prozess wird mit dem Aufputtern einer 0,5 µm dicken Aluminiumoxidschicht (k) abgeschlossen.

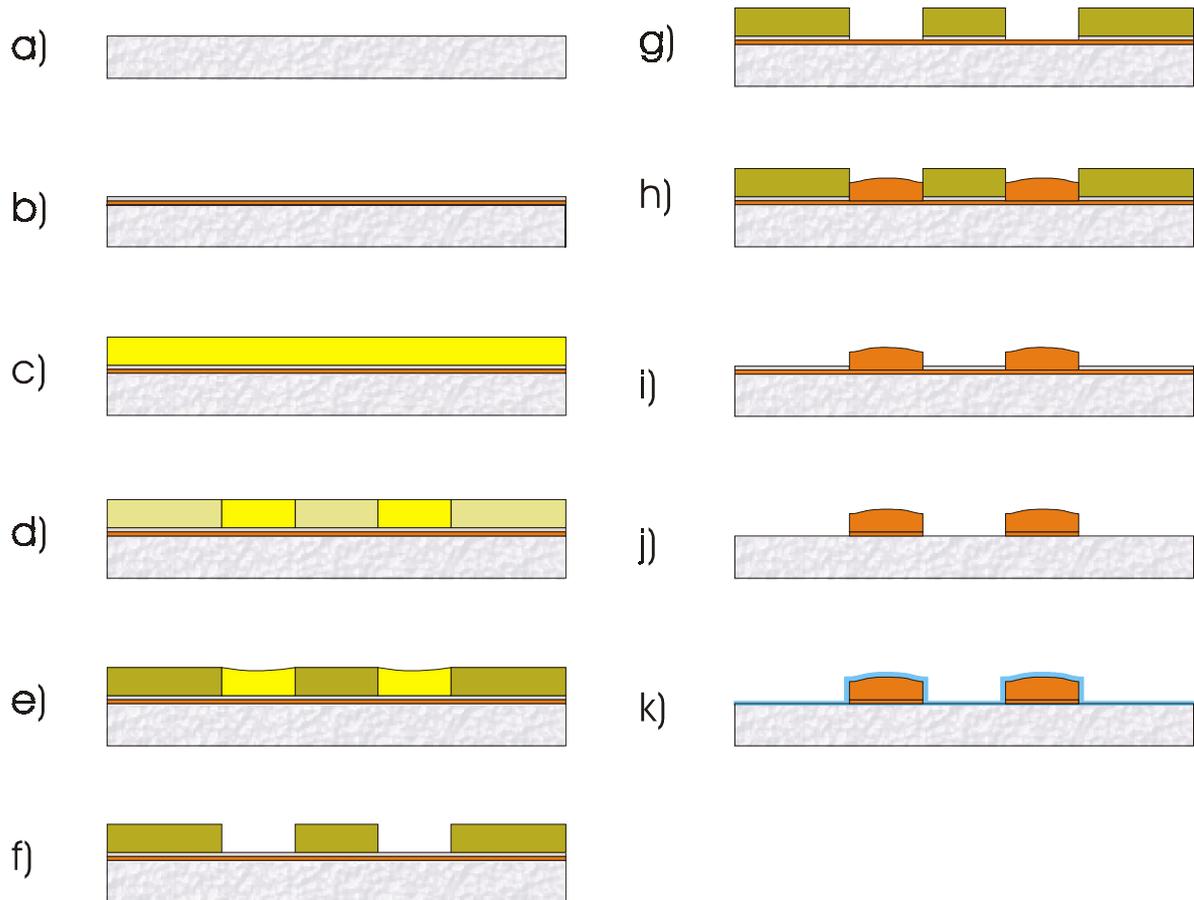


Abbildung 4.16. Prozessablauf zur galvanischen Herstellung von mikrostrukturierten Fingerelektroden aus Kupfer mit SU-8 als Lackform / T4 (Erläuterung zu den Unterpunkten im Text).

4.2.6 Galvanisierte Elektroden auf Keramik mit Nickelüberzug (T5)

Die Herstellung dieser Elektroden erfolgt in den Schritten a bis j wie im unter 4.2.5 dargestellten Prozessplan in Abb. 4.16. Nach der Ablösung des SU-8 wird jedoch eine neue Cr-Schicht und eine Cu-Schicht (300 nm) aufgesputtert (vgl. Abb. 4.17 k). Auf diese Schicht wird nochmals als Haftvermittler Cr aufgesputtert und SU-8 aufgeschleudert (l) und entsprechend d bis f in Kap. 4.2.5 belichtet und entwickelt (m). Die Cr-Schicht wird ebenfalls entsprechend durch Ätzen entfernt. Nun wird in einer sulfathaltigen Ni-Galvanik mit 25 mA/cm² 4 µm Ni abgeschieden (o). Danach wird die SU-8-Schicht wie geschildert abgelöst (p) und die Cr-Cu-Schicht entfernt (q). Zuletzt wird eine Al₂O₃-Schicht reaktiv aufgesputtert (r).

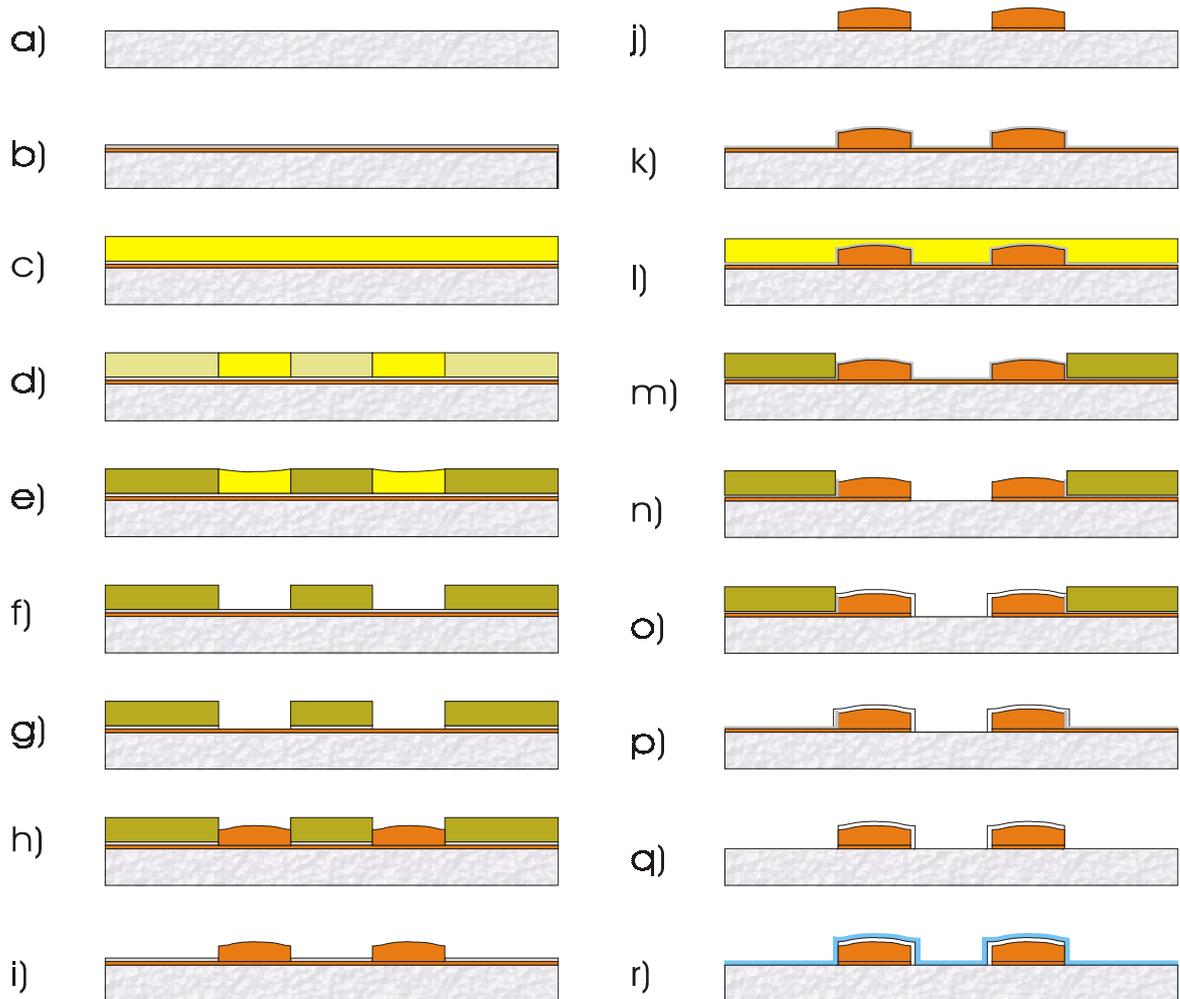


Abbildung 4.17. Prozessablauf zur galvanischen Herstellung von mikrostrukturierten Fingerelektroden aus vernickeltem Kupfer mit SU-8 als Lackform / T5 (Erläuterung zu den Unterpunkten im Text).

4.2.7 Galvanische Elektroden mit SU-8 als Lackform aus Ni (T6)

Der im vorhergehenden Kapitel vorgestellte Prozess ist insbesondere im Hinblick auf die zweifache Belackung, Prozessierung und Entfernung von SU-8 aufwendig und steht einer kurzen Herstellungszeit entgegen, die zum iterativen Entwickeln und Testen von Designvariationen anzustreben ist. Zum damaligen Zeitpunkt war es am IMT nicht möglich, Nickelelektroden in einer Höhe von 100 μm massiv herzustellen, da die zur Verfügung stehende Galvanik Schichten mit sehr hohen Eigenspannungen erzeugte. Daher wurde zunächst der obige Weg gewählt, gleichzeitig aber eine Galvanikanlage zur Abscheidung spannungsarmer Schichten aus Nickel aufgebaut. Mit dieser lassen sich Elektrodenstrukturen aus reinem Nickel wie in Abb. 4.18 gezeigt herstellen.

Dazu wird ein Keramiksubstrat (Al_2O_3 , Rubalit 708s, Fa. CeraTec) gereinigt (Sprühprozessor Fairchild Convac MDL 1110 CLEANER SN 175) und 1 h bei $120\text{ }^\circ\text{C}$ dehydriert (a). Dann wird es mit einer Cr-Schicht besputtert (Sputteranlage LS 440 S, von Ardenne Anlagentechnik GmbH), die als Haftvermittler für die folgende Cu-Schicht dient. Auf diese wird eine weitere Cr-Schicht aufgesputtert, die als Haftsicht für den SU-8 dient (b). Nach einem Dehydrieren von 1 h Dauer bei $120\text{ }^\circ\text{C}$ wird SU-8-50 (Fa. MicroChem) bei 900 U/min in einer Gyrset SR5 (Fa. Süss) aufgeschleudert (c) und bildet eine $150\text{ }\mu\text{m}$ dicke Schicht. In einer Wartezeit von 30 min erfolgt eine Planarisierung der Lackschicht. Nach 3 h Trocknung bei $100\text{ }^\circ\text{C}$ werden die Proben mit nominell $660\text{ W}/\text{cm}^2$ belichtet (d). Es folgt ein PEB von 45 min bei $95\text{ }^\circ\text{C}$ (e). Die Entwicklung erfolgt in 5 min in Gammabutyrolacton (GBL) und 7 min in Propylenglykoldimethylätheracetat (PGMEA) bei jeweils starker Agitation und wird von einem weiteren Spülgang in neuem PGMEA abgeschlossen. Die Entwicklung wird von einem Descum, der in einem Barreletcher (Surface Technology Systems, STS 308 PC) mit 80 % O_2 und 20 % CF_4 durchgeführt wird und Lösemittel- sowie Lackreste entfernt, ergänzt (f).

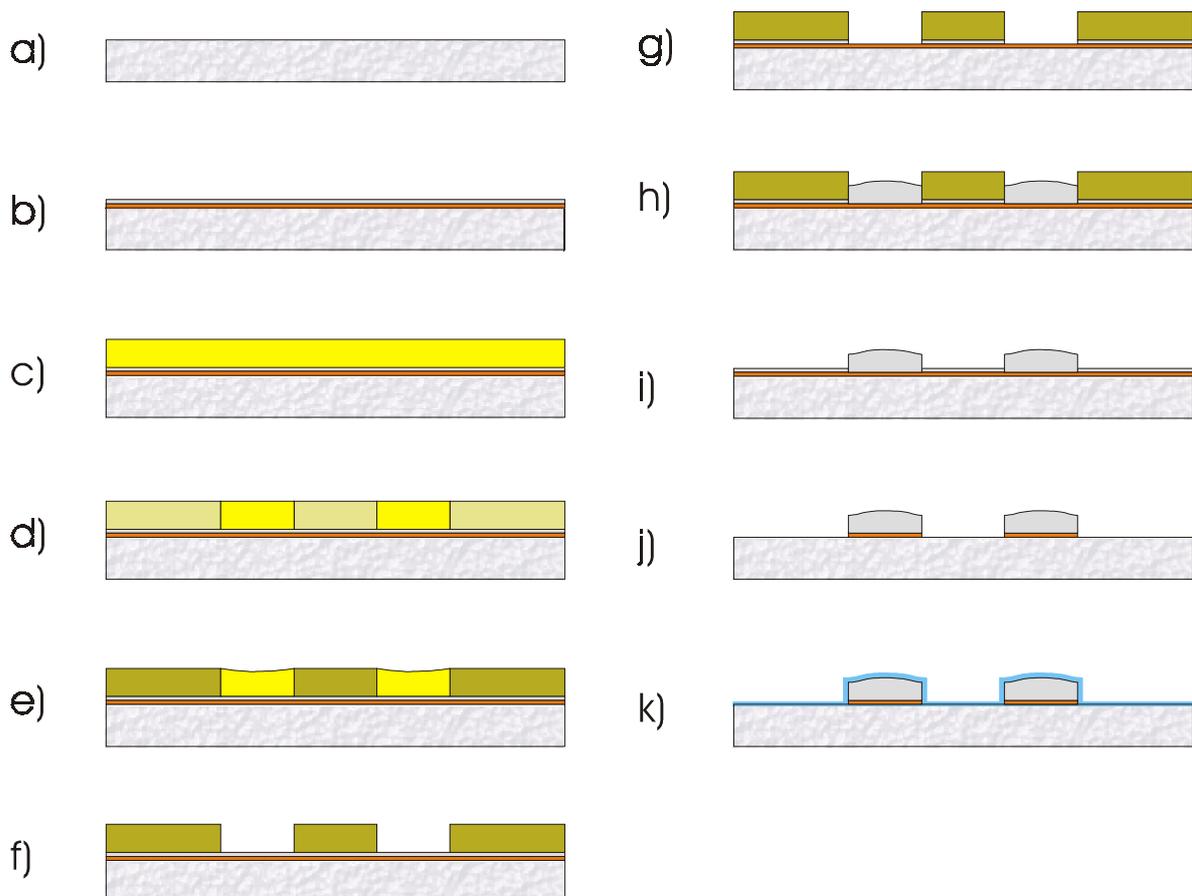


Abbildung 4.18. Prozessablauf zur galvanischen Herstellung von mikrostrukturierten Fingerelektroden aus Ni mit SU-8 als Lackform / T6 (Erläuterung zu den Unterpunkten im Text).

In alkalischer Kaliumhexacyanoferratlösung wird die Cr-Schicht zwischen der Lackform entfernt, so dass die Cu-Startschicht für den Galvanikprozess freiliegt (g). Als Galvanik dient ein Bad vom Sulfamattyp ohne Chloridzusatz (Ni-MicroFab 110[®], Fa. Enthone OMI). Bei einer Stromdichte von 65 mA/cm^2 kann eine $100 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Ni-Schicht in 50 min abgeschieden werden (h). Um einen Gasblaseneinschluss zu vermeiden und trotzdem eine gleichmäßige Abscheiderate zu erhalten, wird ein Tubus verwendet, in dessen Inneren durch eine spezielle Vorrichtung eine turbulente Strömung erzeugt wird.

Die Ablösung des SU-8 (i) erfolgt durch eine Behandlung mit Aceton bei $120 \text{ }^\circ\text{C}$ wie in Kapitel 4.2.5 beschrieben. Die Entfernung der Startschicht (j) und das Aufspattern der Al_2O_3 -Schicht (k) erfolgt ebenso wie weiter oben dargestellt.

4.2.8 In Glas versenkte Elektroden mit gesägtem Elektrodenspalt (T8)

Da oftmals angeführt wird, dass sich Atmosphärenplasmen nur als dielektrische Barriereentladungen (Dielectric Barrier Discharge, DBD) betreiben lassen, wurde eine Plasmaquelle mit starkem Dielektrikum aufgebaut, die in der Lage ist, die Intensität der Entladung durch die dielektrische Barriere zu begrenzen. Für die ermittelten Zündspannungen von 150 V bis 200 V sind ca. $5 \text{ }\mu\text{m}$ bis $10 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Al_2O_3 -Schichten notwendig, die aber mit dem entwickelten Sputterprozess wegen der geringen Sputterrate nicht herstellbar sind. Dazu wäre eine Regelung der Sputterparameter notwendig (vgl. [41, 42]), was mit der verwendeten Anlage LS 440 S (Fa. von Ardenne Anlagentechnik GmbH) zumindest im vorliegenden Ausbaurzustand nicht möglich ist. Daher wurde Glas als Dielektrikum benutzt. Wie in Abb. 4.19 a zu sehen, wird ein Glassubstrat mit $0,7 \text{ mm}$ Dicke (Borofloat[®], Fa. Schott) in einem Sprühprozessor (Fairchild Convac MDL 1110) gereinigt, bei $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 1 h lang dehydriert und mit einer Cr-Schicht als Haftvermittler und einer Au-Schicht (200 nm) sputterbeschichtet (b). Aufschleudern des DNQ-Photolacks maP-215s (Fa. micro resist technology GmbH) bei 3000 U/min ergibt eine ca. $1,5 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Lackschicht (c). Diese wird mit 230 W/cm^2 nomineller Belichtungsdosis belichtet und in maD-371 auf Sicht entwickelt. Nach dem Trocknen wird ein Hard Bake von 20 min bei $120 \text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt. Die Goldschicht wird in einer wässrigen Lösung aus Kaliumjodid und Jod geätzt. Die Chromschicht wird in einer Mischung aus Ammoniumcernitrat und Essigsäure geätzt.

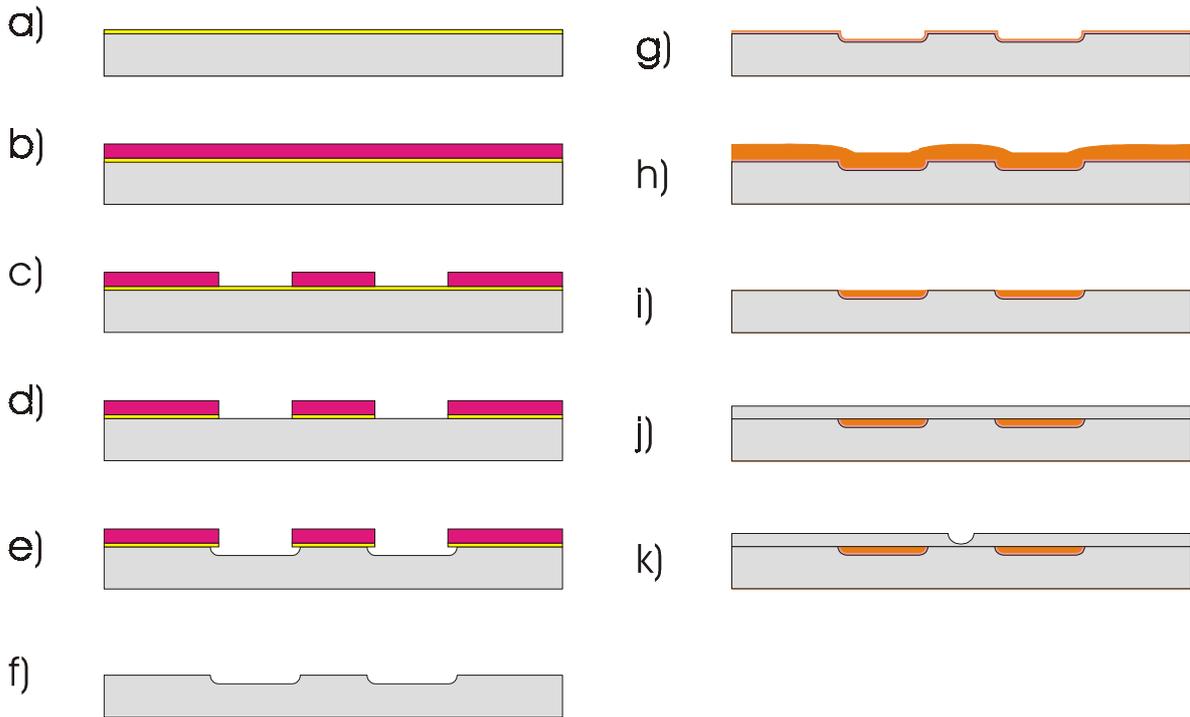


Abbildung 4.19. Vereinfachter Prozessablauf zur Herstellung von Elektroden mit Dielektrikum aus Glas / T7 (Erläuterung zu den Unterpunkten im Text).

Das Ätzen des Glases erfolgt in einer Glasätzmischung aus gepufferter Flusssäure und Phosphorsäure in ca. 1 h auf 50 µm Tiefe (e). Nach gründlichem Wässern wird der Lack in Aceton und Ethanol aufgelöst und die Goldschicht wie oben erläutert entfernt (f). Nach einer Reinigung und Dehydrieren wie unter (a) beschrieben wird eine Cr-Schicht als Haftsicht und eine 300 nm dicke Cu-Schicht aufgesputtert (g). Auf dieser erfolgt eine ganzflächige galvanische Abscheidung einer 50 µm dicken Cu-Schicht (h) wie in Kap. 4.2.3 dargestellt. Diese Struktur wird geschliffen, bis die Elektrodenfinger voneinander elektrisch isoliert sind (i). Auf die so entstandene Struktur wird ein weiterer Glaswafer aus Borofloat[®] von 0,5 mm Dicke mit Silikonkleber (Sylgard[®] 184s) geklebt (j). In diesen werden mit einer Wafersäge (Disco Dicer DAD 320) ca. 400 µm tiefe Schlitze mit einer Breite von 200 µm gesägt. Mit diesen Strukturen waren allerdings nur bei sehr niedrigen Drücken Plasmen zündbar, da der Anteil der elektrischen Energie, der dem Elektrodenspalt zugeführt wurde, wesentlich kleiner war als die Verlustleistung im Glas.

4.2.9 Laserschneiden in Keramik, galvanisiertes Metall (T7)

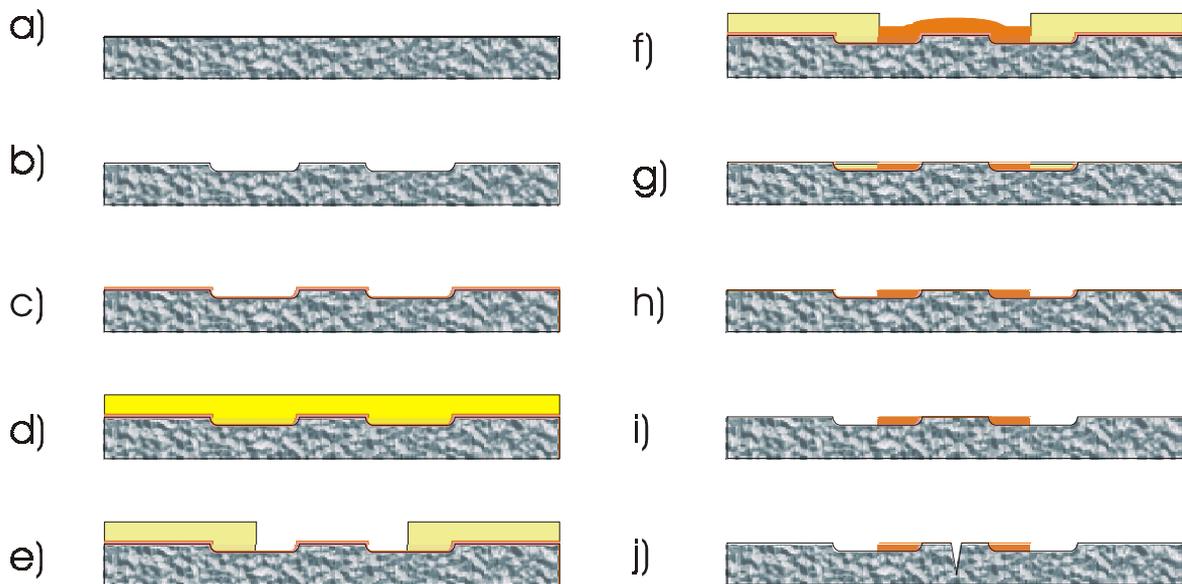


Abbildung 4.20. Prozessablauf zur Herstellung von Elektroden mit Keramiksubstrat als Dielektrikum / T8 (Erläuterung zu den Unterpunkten im Text).

Im Weiteren wurde der Versuch unternommen, Keramiksubstrate zur Erstellung dielektrischer Barrieren zu verwenden. Dazu wird wie in Abb. 4.20 a dargestellt ein Keramiksubstrat (Rubalit[®] 708 S) von 0,7 mm Dicke mit einer Wafersäge mit Schlitzlöchern versehen (b). Diese haben untereinander einen Abstand von 200 µm. Die Probe wird anschließend mit Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid gereinigt (Fairchild Convac MDL 1110), gewässert und 1 h bei 120 °C dehydriert. Es wird eine Cr-Haftsicht und eine 300 nm dicke Cu-Schicht (c) aufgesputtert (Fa. von Ardenne Anlagentechnik GmbH, LS 440 S). Auf diese Schicht wird eine 50 µm dicke Schicht aus SU-8-25 mit 1000 U/min aufgeschleudert (d). Wegen der bereits stark ausgeprägten Topographie ist eine Belackung z.B. mit AZ 4562 nicht möglich. Der Lack wird entsprechend Kapitel 4.2.5 belichtet und entwickelt (e) und die galvanische Abscheidung entsprechend durchgeführt (f). Die Kupferschicht ist 100 µm dick und bedeckt auch den Raum zwischen den Elektroden. Die Lackform dient zur elektrischen Abtrennung der beiden Elektrodenkämme. Mit einer SiC Suspension wird die Probe auf einer Glasplatte bis auf die Keramik herunterschleift (g). Die Entfernung des SU-8 (h) und das Ätzen der Startschicht (i) erfolgen ebenfalls analog zu Kapitel 4.2.5. Die Laserstrukturierung erfolgt mit einem gepulsten Nd:YAG-Laser und erzeugt in der Keramik zwischen den Elektrodenfingern einen V-förmigen, am oberen Ende ca. 50 µm breiten Spalt (j).

Zu dieser Variante ist anzumerken, dass der Einsatz eines Bulk-Materials als Dielektrikum zwar möglich ist, aber durch das im Vergleich zur Breite des Elektrodenspalts ($50\ \mu\text{m}$) sehr dicke Dielektrikum (auf jeder Elektrodenseite ca. $75\ \mu\text{m}$) werden die notwendigen Zündleistungen stark in die Höhe getrieben. Zudem zeigte sich, dass das Dielektrikum wegen der vorher erfolgten mechanischen Bearbeitung und die Laserbearbeitung bei hohen Plasmaleistungen zum Zerspringen neigt. Die Verwendung von Keramik in Bulkform als Dielektrikum erscheint zunächst erfolgversprechend, da wesentlich höhere Dicken als mit einer Sputterschicht erreichbar sind. Die minimalen Strukturbreiten sind jedoch im Vergleich zum Elektrodenspalt viel zu groß. Dies würde auch für abgeformte Keramiken gelten, da durch die geringe Stabilität der Grünlinge insbesondere die Herstellung dünner Stege problematisch ist.^[45]

4.2.10 Laserstrukturierte Nickelfolien (T9)

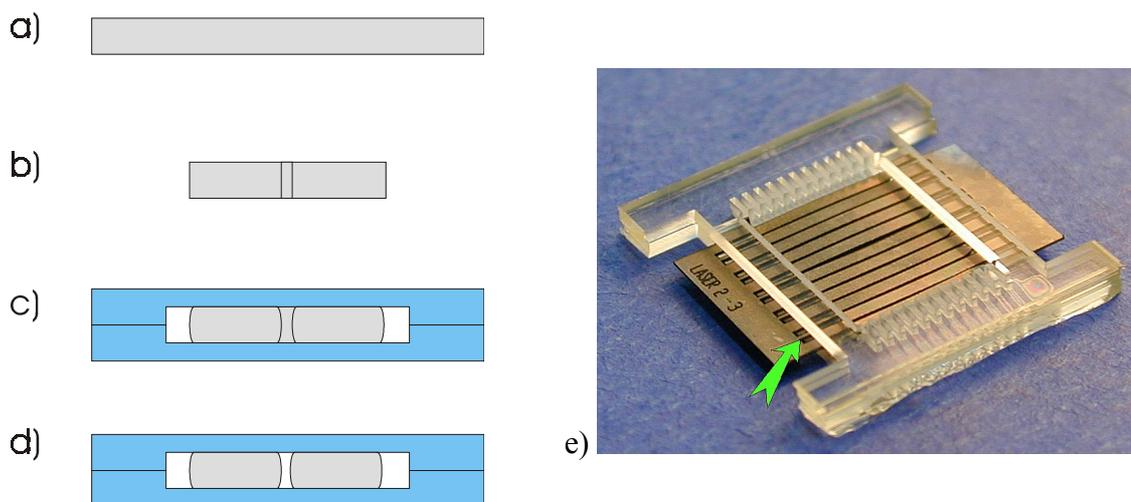


Abbildung 4.21. a – d) Herstellung von Fingerelektroden durch Laserschneiden (T9), e) Elektrodenstruktur mit Glasträger (Der Pfeil weist auf die noch vorhandenen Verbindungsstege hin).

Im Projektverlauf wurde eine Variante von Fingerelektroden aus Ni-Folie mit einem Laser geschnitten, da zu diesem Zeitpunkt die unter T4 beschriebenen Elektroden noch nicht existierten und eine Dicke der Elektrodenfinger von mindestens $100\ \mu\text{m}$ realisiert werden sollte. Zudem besitzt diese Variante die Möglichkeit zu sehr schnellen Layoutänderungen, da keine neuen Masken hergestellt werden müssen. Da es kein Substrat gibt, kann das elektrische Feld vollständig zur Plasmaerzeugung genutzt werden. Zur Herstellung dieser Struktur wird eine $125\ \mu\text{m}$ dicke Ni-Folie (Abb. 4.21 a) mit einem gepulsten Nd:YAG-Laser strukturiert

(Abb. 4.21 b), wie es der Elektrodenform in Abb. 4.21 e entspricht, beide ‚Hälften‘ sind jedoch noch mechanisch miteinander verbunden. Unter Luftatmosphäre wird die Metallstruktur bei 630 °C zwischen zwei Foturanträger gebondet (Abb. 4.21 c). Anschließend werden die in Abb. 4.21 e markierten Stege in einem zweiten Laserschnitt (Abb. 4.21 c) entfernt. Mit den Strukturen wurden nur wenige Tests durchgeführt. Diese haben eine sehr geringe Zündleistung ergeben, die auf das fehlende Substrat zurückzuführen ist. Allerdings bewirkt dies auch, dass bei höheren Leistungen, die für hohe Drücke in N₂ nötig sind, die Elektrodenfinger einander anziehen und sich ausbiegen, was zu Kurzschlüssen und dem Zerstören der Struktur führt.

Im Hinblick auf die drei zuletzt betrachteten Varianten von Fingerelektroden ist festzustellen, dass die zu Projektbeginn favorisierten planaren Strukturen in ihrer optimierten Form wesentlich besser zum Plasmabetrieb in Stickstoff in hohen Druckbereichen geeignet sind, da sie mit den vorhandenen Gestaltungsmöglichkeiten wesentlich besser an die erforderlichen Geometrien anpassbar sind.

4.3 Realisierung von Hochdruckplasmen mit MSE

4.3.1 Helium- und Neonplasmen bei Atmosphärendruck

Entladungen in Helium bzw. Neon lassen sich mit HF-betriebenen MSE in einem weiten Druckbereich von wenigen mbar bis zu 1500 mbar zünden. Zur Erzeugung flächiger, homogener Plasmen in Helium bzw. Neon bei Atmosphärendruck kamen MSE Systeme unterschiedlichster Abmessungen und Geometrien zum Einsatz, die mit der in Kapitel 4.2.2 dargestellten Prozessfolge T1 hergestellt wurden. Typische Elektrodenbreiten EB lagen zwischen 100 und 2000 µm, die Elektrodenabstände betragen 50 bis 250 µm. Es zeigte sich jedoch, dass eine Variation dieser Geometrieparameter in den angegebenen Grenzen im Falle von Helium- oder Neonentladungen keinen signifikanten Einfluss auf die Stabilität der Plasmen ausübt. Stabile Hochdruckentladungen bis zu 1500 mbar ließen sich an allen erprobten Strukturen mit langen Betriebsdauern von einigen Stunden verwirklichen. Die Abbildung 4.10 zeigt eine Photographie eines Heliumplasmas bei 1 bar. Die aktive Plasmafläche betrug hier 2,5 x 1,5 cm². Wie aus der Abbildung deutlich wird, bedeckt die Entladung die gesamte Elektrodenstruktur und wird daher im Folgenden als flächige Entladung bezeichnet. Die Entladung breitet sich nur homogen über die gesamte Struktur aus, sofern die Elektrodenbreiten sich in einem Bereich unterhalb von 200 µm bewegen. Bei

größeren Elektrodenbreiten ist eine deutliche Streifenstruktur in der Entladung zu beobachten. In diesem Fall brennt das Plasma nur zwischen den jeweiligen Elektrodenpaaren und bedeckt nicht die vollständige MSE - Struktur. Die Entladung zwischen den Elektrodenstreifen hat homogenen Charakter.

Die in reinem Helium erzeugten Plasmen bei Atmosphärendruck bleiben auch bei Zudosierung von Prozessgasen stabil, sofern der Anteil solcher Gase wie beispielsweise Sauerstoff, Stickstoff, Stickoxide, Methan oder Acetylen unter 10 % gehalten wird. Somit konnten mit diesen Strukturen bereits erste Versuche zur Stickoxidreduktion durchgeführt werden.^[24, 28] Auch für Beschichtungen zur Darstellung von C - Schichten aus Entladungen mit Beimischungen von 2 Vol.% Acetylen bzw. 5 Vol.% Methan sind diese Elektrodensysteme geeignet.^[24]

Als problematisch erwies sich hingegen der Einsatz dieser MSE bei der in diesem Projekt angestrebten Behandlung fluorhaltiger Abgase. Zum einen sank der maximal erreichbare Betriebsdruck bei Zudosierungen zu den zunächst verwendeten Trägergasen He und Ne von CF₄ oder CHF₃ von wenigen Prozent bereits deutlich, zum anderen war ein stabiler Betrieb im realen Betriebsgas Stickstoff nicht möglich. Das nachfolgende Kapitel widmet sich daher der Optimierung der MSE speziell für den Betrieb in Stickstoff bzw. in reaktiven Gasmischungen mit Stickstoff als Trägergas.

4.3.2. Optimierung der MSE für den Betrieb von N₂ - Plasmen bei Atmosphärendruck

Die Auswahl geeigneter Elektrodengeometrien für den Betrieb von Plasmen in Helium oder Neon bei Atmosphärendruck und auch bei höheren Drücken bis zu 1500 mbar ist verhältnismäßig unkritisch. Stabile, homogene und flächige Plasmen können in beiden Gasen mit Zumischungen von Reaktivgasen bis zu Gehalten von 10 % auch bei längeren Betriebsdauern mit MSE der unterschiedlichsten Elektrodenabmessungen betrieben werden. Problematischer wird ein Wechsel des Betriebsgases zu den in industriellen Prozessen meist verwendeten Trägergasen Argon oder Stickstoff.

Zwar lassen sich Plasmen in diesen Gasen auch mit den bisher beschriebenen MSE zünden, jedoch ist der Leistungseintrag zur Aufrechterhaltung der Entladungen so groß, dass die Elektrodenstrukturen thermisch stark belastet und bereits nach kurzer Zeit zerstört werden. Während Atmosphärendruckentladungen in Helium oder Neon mit Leistungen um 4 W – 9 W gezündet und flächig aufrechterhalten werden können, sind für Entladungen in Stickstoff

deutlich höhere Leistungen von über 20 W (auch mit Zündhilfe) erforderlich. Zudem sind Entladungen in Stickstoff mit den bisher vorgestellten Elektrodensystemen meist nicht flächig über die gesamte aktive Elektrodenfläche, sondern konzentrieren sich nur in einem Teilbereich der Struktur.

Daher wurden speziell für den Betrieb in Stickstoff und Argon optimierte MSE entwickelt, die in Tabelle 4.2 als T2 bis T6 aufgeführt sind. Entsprechend dem Paschen - Gesetz (siehe Kapitel 2) wurden die Elektrodenabstände EA auf 70 - 100 μm reduziert, um Zündspannung und -leistung zu reduzieren. Die Elektrodenbreiten EB wurden auf bis zu 1350 μm vergrößert und die Schichtdicke H der Elektroden auf bis zu 100 μm erhöht.

Tabelle 4.3 gibt einen Überblick über alle im Laufe dieser Entwicklung getesteten Strukturen. Dargestellt sind die untersuchten MSE T2 bis T6 mit den entsprechenden Geometrien, also dem Elektrodenabstand EA, der Elektrodenbreite EB und der Schichtdicke der Metallschicht H. Zusätzlich enthält die Tabelle zwei Druckwerte, den maximalen erreichbaren Stickstoffdruck, bei dem eine Entladung auf einem Teilbereich der MSE gezündet werden konnte (p_{max}) und den maximalen Stickstoffdruck, bei dem eine flächige Entladung über die gesamte aktive MSE - Struktur erzielt wurde ($p_{\text{flächig}}$).

Wie aus der Tabelle 4.3 ersichtlich ist, sind die höchsten Druckbereiche erzielbar, wenn Systeme mit kleinen Elektrodenabständen (70 oder 100 μm), breiten Elektroden (900 oder 1350 μm) und hohen Schichtdicken (100 μm) gewählt werden.

Tabelle 4.3. MSE und erreichbare Druckbereiche.

Prozess	EA / μm	EB / μm	H / μm	P _{Fläche} / mbar	P _{max} / mbar	EF *
T2	70	600	15	-	420, 480, 300, 330, 100, 250	a
	100	600	15	-	200, 240, 280, 580, 120, 160, 200, 200	a
	140	600	15	-	210, 125, 350	a
	70	600	35	-	300	a
	100	600	35	-	230	a
	140	600	35	-	300	a
T2	70	480	15	100	100	b, c
	100	480	15	150	150	b, c
	70	900	15	100, 200	250, 750	b, c
	100	900	15	70	500	b, c
	70	1350	15	100	1000	b, c
	100	1350	15	100	500	b, c
	70	900	15	150	800	a, c
	100	900	15	200	700	a, c
T3	70	480	15	100	650	b
	100	480	15	100	250	b
	70	900	15	100	400	b
	100	900	15	250	400	b
	70	1350	15	100	340	b
	100	1350	15	100	120	b
	70	900	15	250	300	a
	100	900	15	100	200	a
	100	900	15	100	300	a

Tabelle 4.3. (Fortsetzung)

Prozess	EA / μm	EB / μm	H / μm	P _{Fläche} / mbar	P _{max} / mbar	EF *
T4	100	480	100	400	400	b
	100	900	100	300	450	b
	100	1350	100	500	700	b
	70	1350	100	200	700	b
	100	1350	100	600	1000	a
	100	900	100	500	900	a
	70	1350	100	600	1000	a
T5	70	480	100	200	1000	b, c
	100	480	100	300	350	b, c
	70	900	100	300	1000	b, c
	100	900	100	300	1000	b, c
	70	1350	100	400	1000	b, c
	100	1350	100	200	1000	b, c
	70	900	100	300	1000	a
	100	900	100	300	1000	a
T6	70	1350	100	400	1000	b

* EF (Elektrodenform) a: glatte Elektroden, b: gewellte Elektroden, c: mit Al₂O₃-Schicht

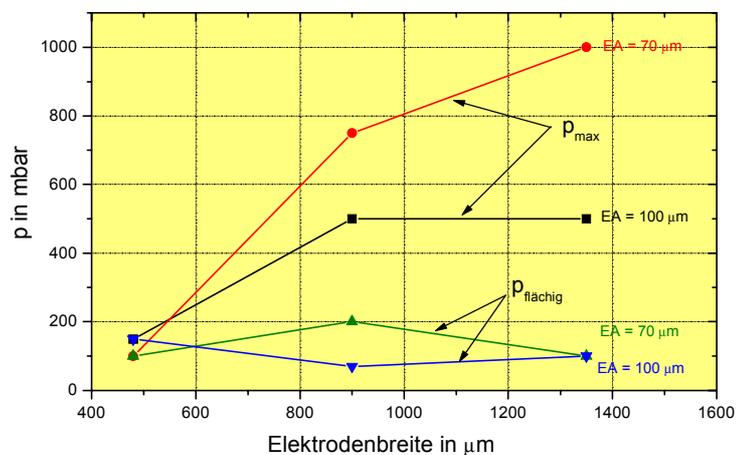


Abb. 4.22. Abhängigkeit des erreichbaren Betriebsdrucks in Stickstoff von der Elektrodengeometrie.

Abb. 4.22 zeigt die Abhängigkeit der erreichbaren Betriebsdrücke in N₂ von der Breite der Elektrodenfinger. Während der erreichbare Maximaldruck p_{\max} eine deutliche Abhängigkeit von der Elektrodengeometrie aufweist, zeigt der Druckbereich, bei dem ein über die gesamte MSE flächiges Plasma betrieben werden kann, keine signifikante Abhängigkeit von den hier variierten Geometrieparametern Elektrodenbreite und Elektrodenabstand.

Ein weiterer Anstieg in den erreichbaren Druckbereichen war mit einer Erhöhung der Kupfer - Schichtdicke von 15 μm über 35 μm auf 100 μm verbunden. Strukturen mit stärkeren Schichtdicken sind unempfindlicher gegen die bei höheren Leistungseinträgen auftretende thermische Belastung. So wurden MSE mit Schichtdicken von 15 μm bei RF-Leistungen von 10 W – 20 W betrieben, während die Leistungen bei Strukturen mit 100 μm Schichtdicken auf 30 W – 45 W erhöht werden konnten, ohne die Elektroden thermisch zu stark zu belasten.

Deutlich erhöhte Schichtdicken von 100 μm sind bei allen Strukturen ab Prozess T4 (siehe Tabelle 4.3) realisiert. Verbunden damit ist ein deutlicher Sprung in den Druckbereichen $p_{\text{flächig}}$, bei denen ein Betrieb von flächigen Plasmen möglich ist. So wurden statt der für T2 und T3 typischen Drücke $p_{\text{flächig}} = 100 \text{ mbar} - 250 \text{ mbar}$ bei T4 und T5 schon Drücke bis 500 bzw. 600 mbar erreicht.

Ein weiterer Schritt zu höheren Stickstoffdrücken erfolgte durch den Wechsel des Elektrodenmaterials von Kupfer zu Nickel. Die vernickelten Elektroden erwiesen sich als thermisch beständiger als die Kupfer-Elektroden, was durch den höheren Schmelzpunkt von Nickel (1452°C) verglichen mit Kupfer (1083°C) erklärbar ist. So ließen sich die Nickelelektroden mit Leistungen bis zu 60 W belasten.

Abbildung 4.23 zeigt den maximal erreichbare Betriebsdruck verschiedener Elektrodengeometrien mit und ohne Aluminiumoxidschicht. Während die Drücke $p_{\text{flächig}}$ keine Abhängigkeit zeigten, wurden bei Strukturen mit Schutzschicht deutlich höhere Drücke p_{\max} erreicht, als mit den vergleichbaren Strukturen ohne Schutzschicht. Die maximalen Betriebsdrücke p_{\max} liegen mit Keramiksicht in einem Bereich zwischen 500 mbar und 1000 mbar, ohne diese dagegen nur zwischen 120 mbar und 400 mbar, wie auch aus Abb. 4.23 ersichtlich ist. Somit erlaubt die Beschichtung nicht nur längere Betriebsdauern der Systeme, insbesondere auch in reaktiven Gasmischungen, wie sie beispielsweise bei den Untersuchungen zum Abgasabbau zum Einsatz kamen (vgl. Kapitel 10), sondern stabilisiert die Strukturen gleichzeitig auch für den Einsatz bei hohen Drücken in Stickstoff.

Durch die Keramikschiicht wird nicht nur das Sputtern des Elektrodenmaterials weitgehend unterbunden. Die Schicht ist zwar nicht dick genug, um bei den erforderlichen Zündspannungen eine elektrische Barriere darzustellen, es ist aber davon auszugehen, dass sie die im zeitlichen Mittel ins Plasma eingebrachte Energie durch ihren Widerstand herabsetzt.

Der derzeit maximal erreichbare Stickstoffdruck beträgt 1000 mbar. Flächige, homogene Entladungen lassen sich bis zu einem Druck von 600 mbar Stickstoff betreiben. Neben den Untersuchungen in reinem Stickstoff wurden auch in Hinblick auf Anwendungen im Bereich der Abgasbehandlung (siehe Kapitel 10) Gasmischungen mit Stickstoff als Trägergas untersucht. Bei einer dabei häufig eingesetzten Gasmischung von 2 sccm CF_4 , 10 sccm H_2 und 100 sccm N_2 konnte als Maximaldruck nur noch ein Druck von 400 mbar erzielt werden.

Ähnliche Ergebnisse wie für Entladungen in reinem Stickstoff wurden auch mit Argonplasmen erzielt. Auch hier liegt der maximal erreichbare Betriebsdruck bei 1000 mbar, während der Druck, bei welchem noch eine flächige Entladung über die gesamte MSE zu beobachten ist, in einem Bereich um 400 mbar liegt.

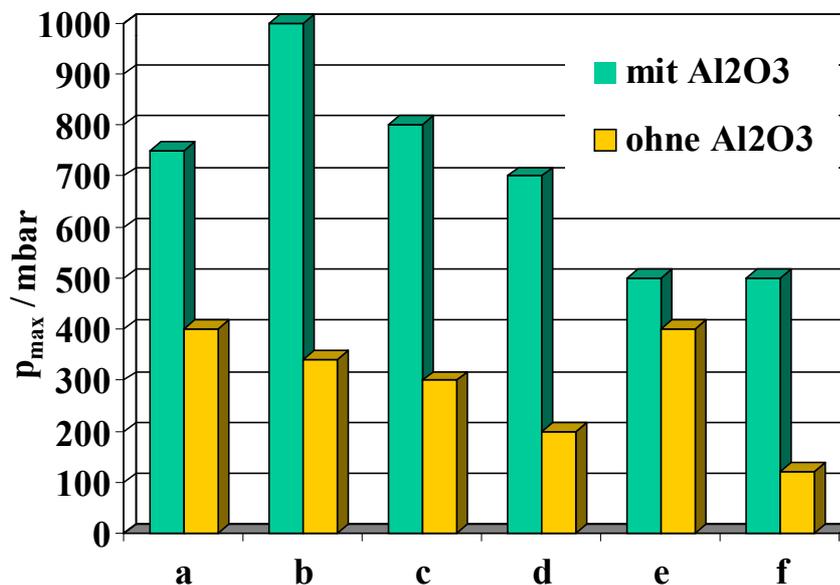


Abbildung 4.23. Vergleich der maximal erreichbaren Betriebsdrücke mit MSE mit bzw. ohne Aluminiumoxid – Schutzschicht für verschiedene Geometrien aus T2.

a (EA = 70 μm , EB = 900 μm) gewellt; b (EA = 70 μm , EB = 1350 μm) gewellt;

c (EA = 70 μm , EB = 900 μm) glatt; d (EA = 100 μm , EB = 900 μm) glatt;

e (EA = 100 μm , EB = 900 μm) gewellt; f (EA = 100 μm , EB = 1350 μm) gewellt.