

7. Lebensdauer

7.1 Erscheinungsbild der Alterungsvorgänge und Ursachen

Bei relativ geringen Drücken von einigen 100 mbar sind vergleichsweise lange Lebenszeiten der Struktur von mehr als 20 h üblich. Bei höheren Drücken bis zu Atmosphärendruck sinkt die Lebensdauer auf den Bereich einiger Stunden ab. Bei einer mit dem Druck ansteigenden erforderlichen Zündleistung zieht sich das Plasma gleichzeitig in den Bereich zwischen den Elektrodenspalten zurück. Hier bilden sich im Lauf der Betriebsdauer an bestimmten Stellen Überschläge aus. Bei zu hoher elektrischer Leistung brennt die Struktur an diesen Stellen durch. Wird allerdings durch kurzzeitige Verringerung der Leistung das Plasma ausgeschaltet und dann neu gezündet, können sich die Überschläge an anderen Stellen ausbilden.

Die Ursachen der Alterung und des Versagens der Struktur können Sputtervorgänge, thermisches Aufschmelzen und chemische Reaktionen, die Ätzprozesse initiieren, sein. Außerdem können Ablagerungen die Funktion der Mikrostrukturen behindern oder unmöglich machen. Diese Effekte und die an den Mikrostrukturen zu beobachtenden Veränderungen sollen im Folgenden eingehender betrachtet und dargestellt werden.

7.2 Begrenzung der Lebensdauer durch Sputtervorgänge

Für den Sputtereffekt gibt es zwei verschiedene theoretische Modelle: Das der thermischen Verdampfung und das der Impulsübertragung.^[40] Bei der thermischen Verdampfung geht man davon aus, dass die Oberfläche des Targets in ihren obersten Atomlagen durch hochenergetische Ionen lokal aufgeheizt wird. Da die untersuchten Elektroden aus Metall bestehen und somit gut Wärme leiten, soll vom Modell der Impulsübertragung ausgegangen werden. Hierbei geht man davon aus, dass ein hochenergetisches Ion in das ‚Target‘ eindringt und dabei mehrere Stöße auslöst. Impuls- und Energieerhaltung bewirken durch die notwendige Richtungsumkehr des Impulses, den das austretende Teilchen erhält, dass maximal $\frac{1}{4}$ der Ionenenergie auf ein Teilchen so übertragen wird, dass es aus dem Target herausgelöst werden kann (vgl. Abb. 7.1). Es ergibt sich bei der Sputterrate S (Verhältnis der Zahl der herausgeschlagenen Atome zur Zahl der einfallenden Ionen) daher ein Schwellenwert bei der Ionenenergie (E_{th}), unterhalb dessen S den Wert Null hat, d.h. kein Sputtern stattfindet. Dieser Schwellenwert liegt typischerweise etwas oberhalb der 4fachen Sublimationsenergie des Targetmaterials. In Tabelle 7.1 sind einige Schwellenwerte im

Vergleich zur Sublimationsenergie H für Ni, Cu und W eingetragen. Die Abhängigkeit der Werte vom verwendeten Gas resultiert aus dem Gewichtsverhältnis von einfallendem Ion und Targetatomen, die die Energieübertragung beim Stoß beeinflusst.

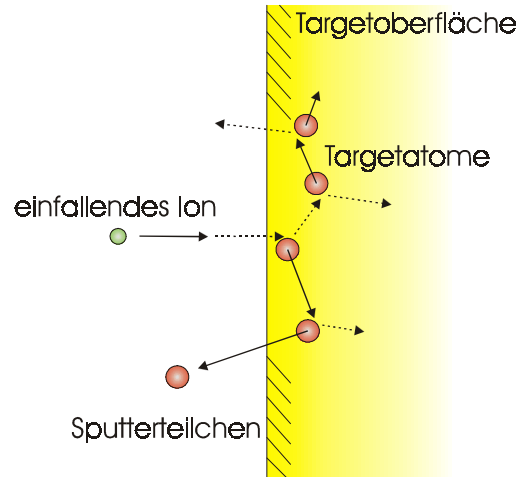


Abb. 7.1. Auf ein Target einfallendes Ion und Stoßvorgänge mit den Targetatomen.^[40]

Tabelle 7.1. Schwellenwerte im Vergleich zur Sublimationsenergie für Ni, Cu und W

	Ne	Ar	Xe	H
Ni	23 eV	21 eV	20 eV	4,41 eV
Cu	17 eV	17 eV	15 eV	3,53 eV
W	35 eV	33 eV	30 eV	8,8 eV

Wie in Kap. 2 beschrieben, kann man ausgehend von den elektrischen Feldern (angelegte Hochfrequenzspannung) für die im Plasma befindlichen Teilchen überschlägig Energien berechnen. Mit steigendem Druck nimmt die Energie der Ionen ab, da vermehrt Stöße mit den Neutralteilchen stattfinden, die ihre Energie verringern (Abb. 7.2). Das Elektrodensystem ist symmetrisch, weshalb sich kein Self-bias ausbildet. Allerdings ist damit zu rechnen, dass sich das Plasma selbst stark negativ auflädt und so ebenfalls Ionen auf die Fingerelektroden beschleunigt werden. Es ist daher zu erwarten, dass bezüglich der Lebensdauer der Sputtereffekt eine entscheidende Rolle spielt. Um dies zu untersuchen, wurden von 6 in Helium und Neon betriebenen Elektrodenstrukturen Rasterelektronenmikroskopaufnahmen gemacht. Die Strukturen erhalten im Folgenden die Bezeichnungen MSE 2, 3, 4, 9, 11 und 17. Zu Vergleichszwecken sind in Abbildung 7.3 eine unbenutzte Elektrodenstruktur und der Elektrodenpalt der Struktur gezeigt.

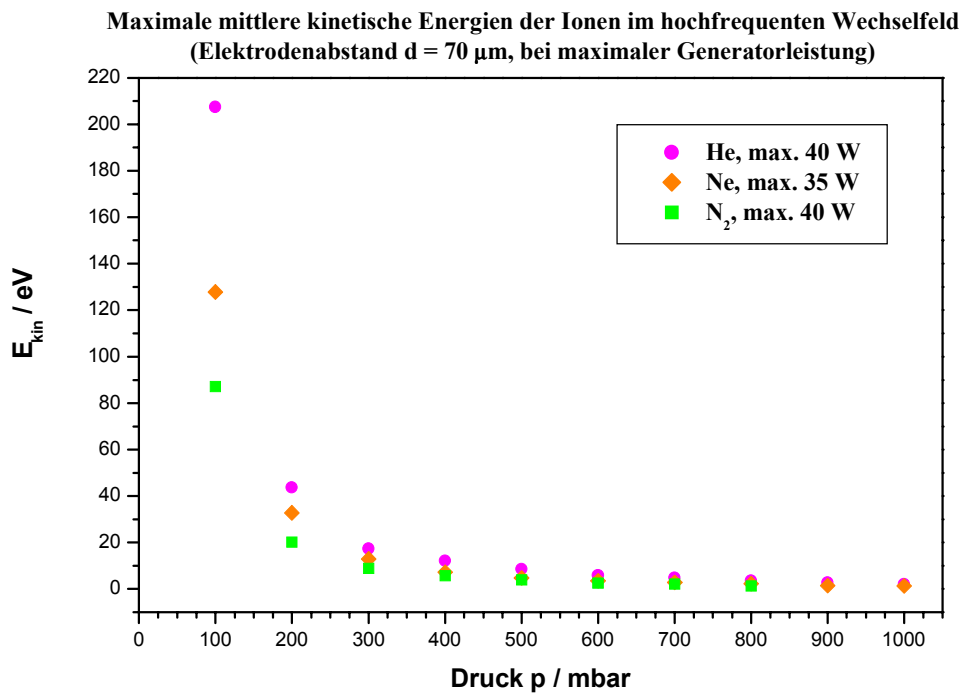


Abb. 7.2. Maximale mittlere kinetische Energien der Ionen in verschiedenen Gasen im hochfrequenten Wechselfeld für die verwendeten Elektrodenabmessungen

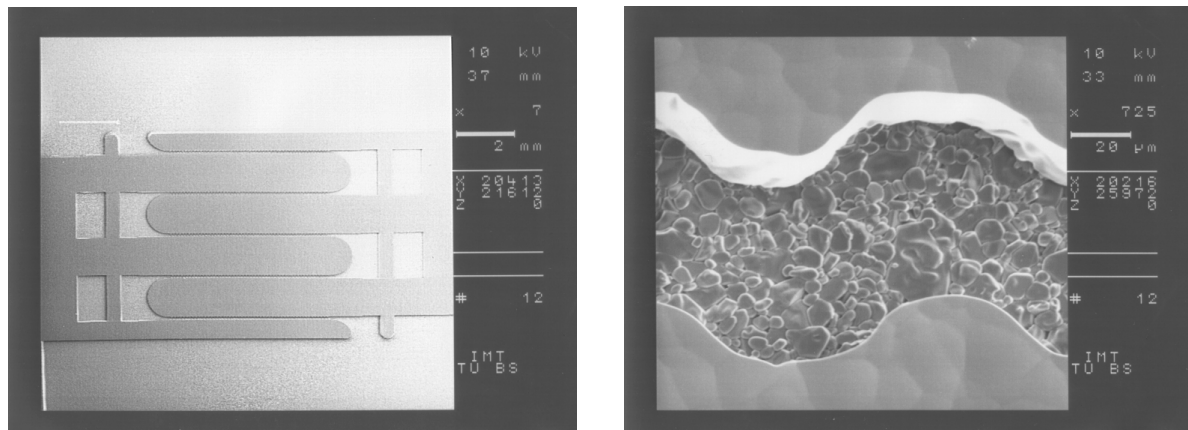


Abb. 7.3. *a)* unbenutzte Elektrodenstruktur in Gesamtansicht, *b)* neuer Elektrodenspalt

Die Strukturen 2, 3 und 4 wurden zuvor einem Heliumplasma ausgesetzt. Die Strukturen 9, 11 und 17 wurden im Stickstoffplasma betrieben. Die schwach vergrößerten Aufnahmen sind in den Tabellen 7.2 und 7.3 zu sehen. Bei einigen Elektroden ist zu erkennen, dass sich das ‚Durchbrennen‘ auf wenige Stellen oder einen Elektrodenspalt beschränkt. Dies kann allerdings nicht auf Fertigungstoleranzen bezüglich des Elektrodenabstands zurückzuführen sein, da sich die Überschlüge beim Ausschalten und Neuzünden des Plasmas an anderen Stellen ausbilden als zuvor. Zudem variiert der effektive Elektrodenabstand durch die Zünd-

helfen lokal viel stärker, als dieses von einem Elektrodenspalt zum nächsten der Fall sein kann (vgl. Abb. 7.3 b).

In den Tabellen 7.4 und 7.5 sind für dieselben Elektrodenstrukturen Aufnahmen gewöhnlicher Elektrodenspalt zu sehen sowie solche, an denen die Struktur ‚durchgebrannt‘ ist. Bei den in niedrigen Druckbereichen betriebenen Strukturen 2 und 9 sowie in etwas geringerem Maße bei 9 und 11 ist deutlich ein gleichmäßiger Abtrag bei den Elektrodenspalt zu sehen, der mit einer feinen Ablagerung auf dem Substrat im Elektrodenspalt verbunden ist. Wegen der geringen Massenanhäufung der Ablagerungen ist eine Analyse, um welches Material es sich dabei handelt, allerdings nicht möglich. An den ‚durchgebrannten‘ Stellen weist der optische Eindruck auf eine Zusetzung des Spalts mit den Ablagerungen hin, die den Beginn von Überschlügen begünstigt hat. Daraus ist zu folgern, dass bei relativ geringen Drücken bis etwa 500 mbar der Sputtereffekt für die Lebensdauer ausschlaggebend ist, wie es auch durch Abb. 7.2 durch die hohen Ionenenergien bei geringen Drücken nahegelegt wird.

7.3 Begrenzung der Lebensdauer durch Aufschmelzen

Bei den Proben, die in höheren Druckbereichen betrieben wurden, sind Aufschmelzungen und u.U. Rekristallisierungen an den Elektrodenrändern zu erkennen. Bei den in Stickstoff betriebenen Strukturen ist dies in deutlicherer Ausprägung sichtbar als an den in Helium betriebenen. Ablagerungen erscheinen oft als grobes, perliges Material, die durch Abspritzungen zustande gekommen sein können. Dies ist zum einen in den höheren notwendigen Zündleistungen bei hohen Drücken und insbesondere beim Stickstoff zu erklären. Zudem anderen wird die Energieverteilung durch die häufigeren Stöße der Ionen mit den Neutralteilchen mehr in Richtung des thermischen Gleichgewichts verschoben, was eine erhebliche Erhöhung der Neutralgastemperatur bewirkt. Daher ist zu vermuten, dass die Alterungserscheinungen an den Elektrodenspalt im Druckbereich oberhalb 500 mbar thermisch dominiert werden.

7.4 Begrenzung der Lebensdauer durch chemische Reaktionen

Chemische Reaktionen, die zur Korrosion der Mikroreaktoren führen, sind an den Elektrodensystemen aufgrund der Verwendeten Materialien Oxidkeramik und Nickel nicht zu erwarten. Die Strukturen werden durch eine fest anhaftende Fluoridschicht passiviert. Die Foturan[®]strukturen, die die Reaktorkammer bilden und für die Gaszuführung wichtig sind,

bestehen hauptsächlich aus SiO_2 und sind somit beinahe ein Paradebeispiel für Trockenätzprozesse in Fluorgasen aus der Halbleiter- und Mikrotechnik (vgl. Kap 10.1). Im Fluorplasma wird der Sauerstoff in mehreren Schritten von 4 Fluorteilchen aus der Verbindung SiO_2 verdrängt und es entsteht flüchtiges SiF_4 .

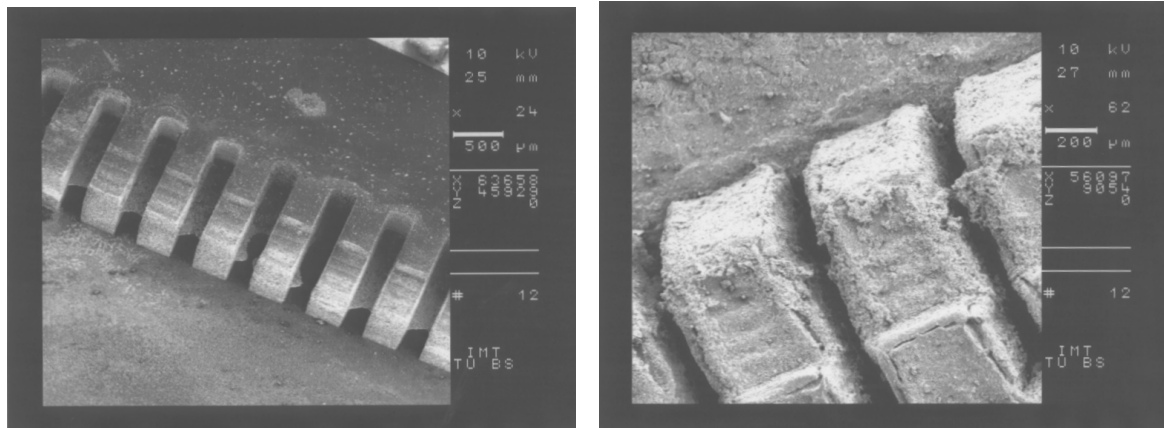


Abb. 7.4. a) Lamellenstruktur am Gaseinlass einer Kammer eines mit SF_6 betriebenen Reaktors, **b)** dieselbe Kammer auf der Ausgangsseite

Daher ist in dieser Hinsicht der aus Glas bestehende Teil des Reaktors von besonderem Interesse. Die Foturanteile sind zwar mit einer dünnen Oxidkeramikschrift überzogen, um sie vor Korrosion zu schützen, doch kann das im Gegensatz zu einer planaren Oberfläche bei einem strukturierten Bauteil durch geringe Kantenabdeckung nicht immer gewährleistet werden. Korrosion durch eine Ätzwirkung des Fluors ist daher am ehesten zwischen den Lamellen der Gasauslässe zu vermuten. In Abb. 7.4 ist eine Deckelstruktur eines über einige Stunden mit SF_6 betriebenen Mikroreaktors zu sehen. Abb. 7.4 a zeigt den Gaseinlass der Struktur, an dem kein sichtbarer Angriff stattgefunden hat. Da die im Plasma entstehenden Radikale durch die Strömung in der Reaktorkammer zum Gasauslass transportiert werden, ist dies auch nicht zu erwarten. Die Lamellen des Gasauslasses sind in Abb. 7.4 b zu sehen. Es hat sich hier jedoch keine Korrosion des Foturans eingestellt, sondern es sind etwa $50\ \mu\text{m}$ dicke Ablagerungen zu sehen, die die Kanäle verengen bzw. nach längerer Betriebszeit verstopfen.

Tabelle 7.2. verwendete Gase, Betriebsdruck, Lebensdauern und schwach vergrößerte Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Elektrodenstrukturen 2,3 und 4

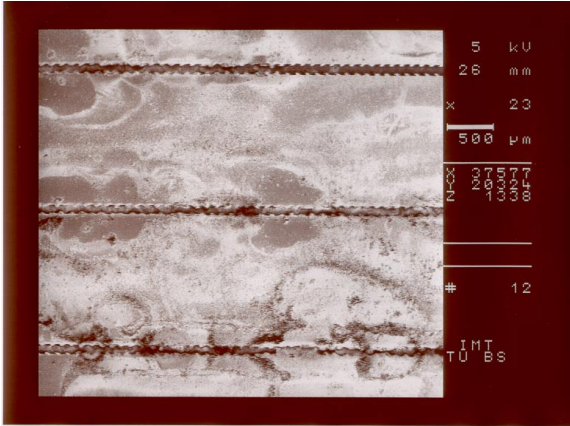
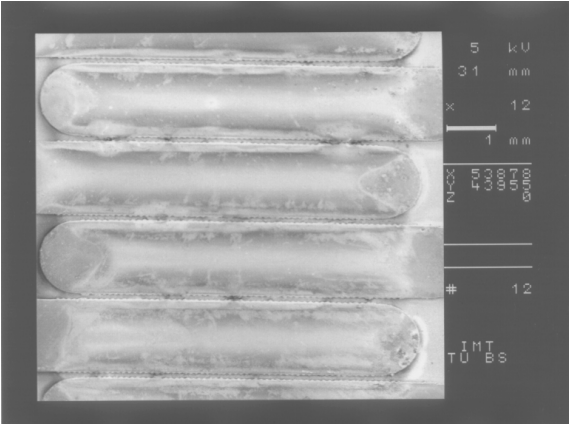
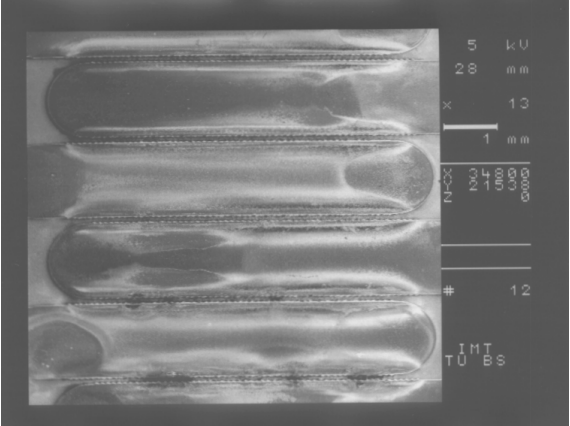
Bezeichnung	Gas	Druck- bereich in mbar	Betriebs- dauer in h	Gesamtbild
MSE 2	He	600	21	
MSE 3	He	700	20	
MSE 4	He	800	13	

Tabelle 7.3. verwendete Gase, Betriebsdruck, Lebensdauern und schwach vergrößerte Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Elektrodenstrukturen 9, 11 und 17

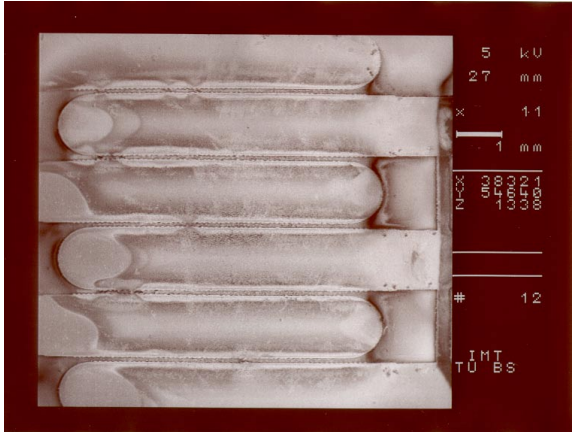
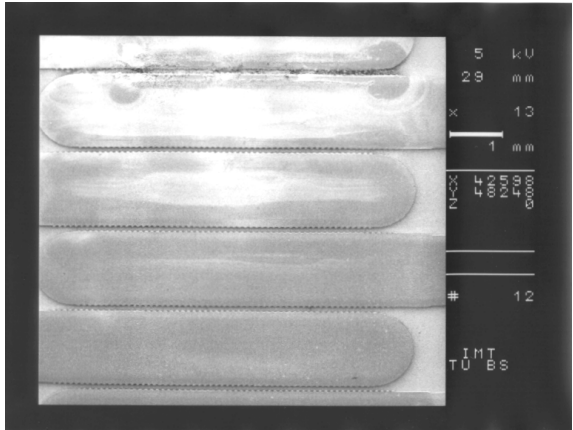
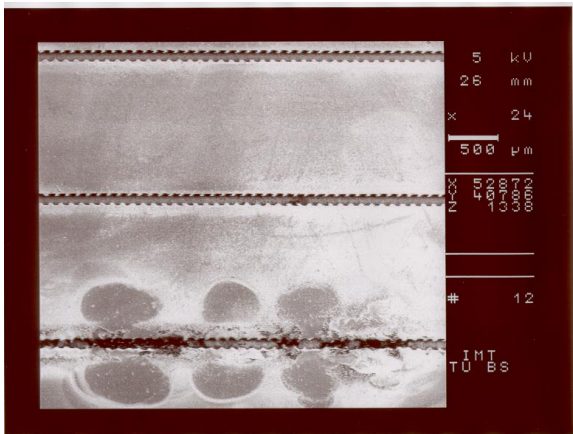
Bezeichnung	Druck- Betriebs-			Gesamtbild
	Gas	bereich in mbar	dauer in h	
MSE 9	N ₂	400	15	
MSE 11	N ₂	700	12	
MSE 17	N ₂	800	4	

Tabelle 7.4. Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Elektrodenstrukturen 2, 3 und 4

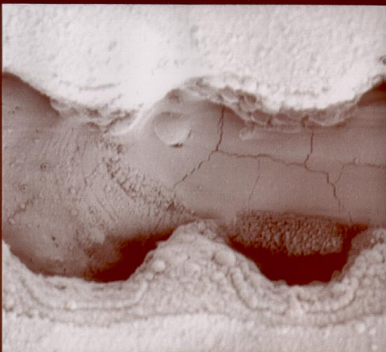
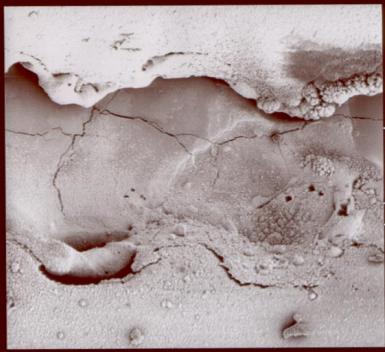
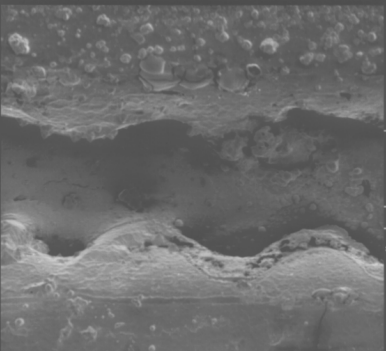
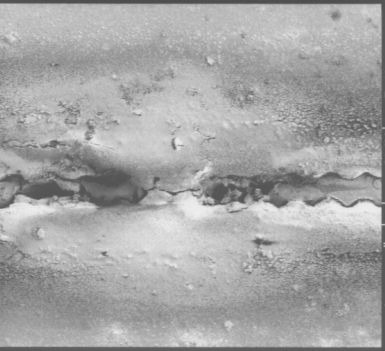
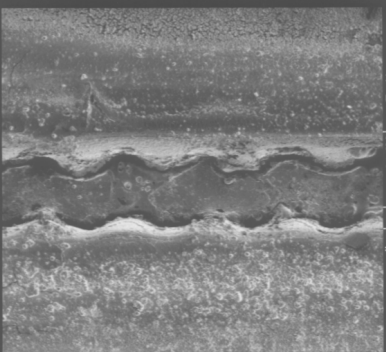
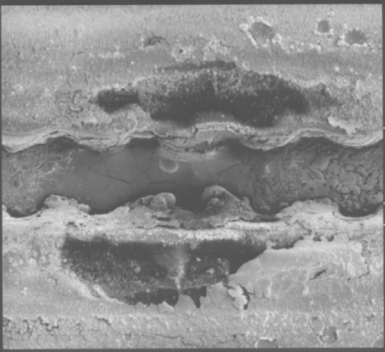
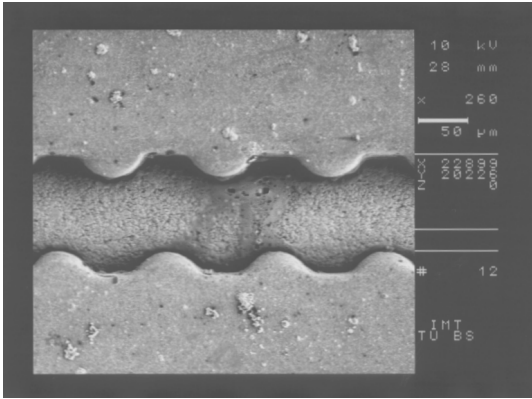
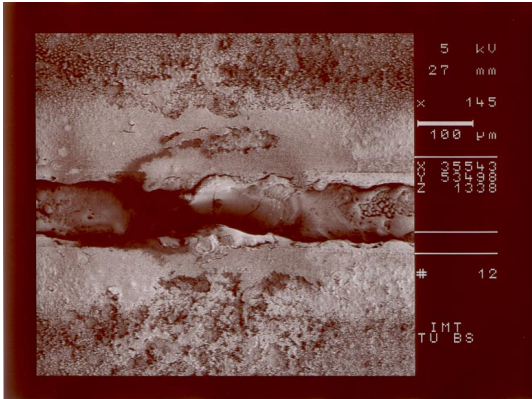
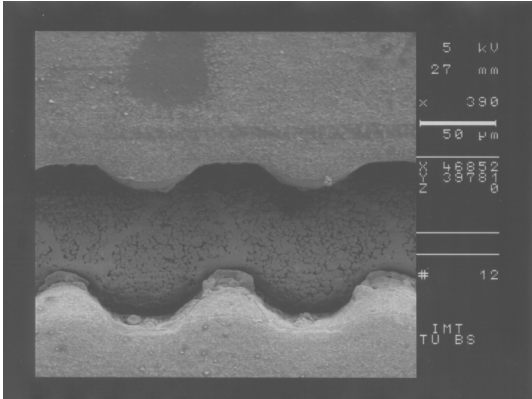
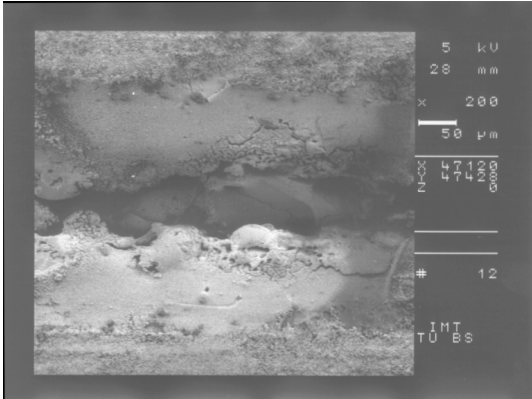
Bezeichnung	Spalt allgemein	Kurzschlüsse und Überschlüge
MSE 2		
MSE 3		
MSE 4		

Tabelle 7.5. Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Elektrodenstrukturen 9, 11 und 17

Bezeichnung	Spalt allgemein	Kurzschlüsse und Überschlge
MSE 9		
MSE 11		
MSE 17	