



# Glimmentladungsquelle mit integrierter Hochfrequenz-Messtechnik zur Auswertung charakteristischer Entladungseigenschaften

Ludger Wilken, Volker Hoffmann, Klaus Wetzig

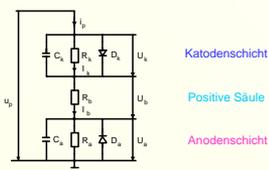
Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden, Postfach 270116, 01171 Dresden

## Einleitung

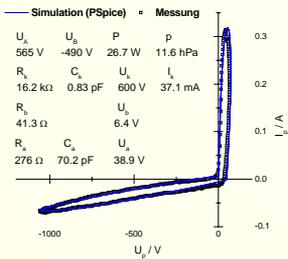
Die mit einem Hochfrequenzgenerator betriebene optische Glimmentladungsspektroskopie ermöglicht die chemische Analyse von elektrisch leitenden und nichtleitenden Materialien und Schichten. Es wurde eine Glimmentladungsquelle mit integrierter Spannungs- und Strommesstechnik entwickelt, die es erlaubt insbesondere den zeitabhängigen Entladungsstrom  $i_p(t)$  zu messen [1]. Hierbei wird der störende Blindstrom im Stromsignal numerisch kompensiert. Zur Nutzung der elektrischen Signale für die Charakterisierung der Entladung sind weitergehende Auswertungen erforderlich.

## Ersatzschaltbild

Aus den zeitabhängigen elektrischen Spannungs- und Stromsignalen müssen geeignete zeitlich gemittelte Werte ausgewertet werden. Hierzu wird ein bekanntes Plasmaersatzschaltbild [2] benutzt. Es beschreibt im wesentlichen das elektrische Verhalten der Schichten und des Volumenplasmas. Da es große Ähnlichkeiten im Verhalten dieser Ersatzwerte zu einer DC-Entladung gibt, werden sie im Folgenden auch als Katodenschicht, Anodenschicht und positive Säule bezeichnet. Durch geeignete numerische Verfahren werden aus der Entladungsspannung  $u_p(t)$  und dem Entladungsstrom  $i_p(t)$  alle Elemente des Ersatzschaltbildes bestimmt.



Zur Verifikation werden aus den erhaltenen Ersatzwerten zusammen mit dem Ersatzschaltbild des HF-Generators die I(U)-Kennlinie der Entladung mit PSpice simuliert.



Die gute Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation zeigt, dass das elektrische Gesamtsystem gut beschrieben wird und das Plasmaersatzschaltbild für die Auswertung der Messungen geeignet ist. Auch die Auswertung der Ersatzwerte ist realisierbar.

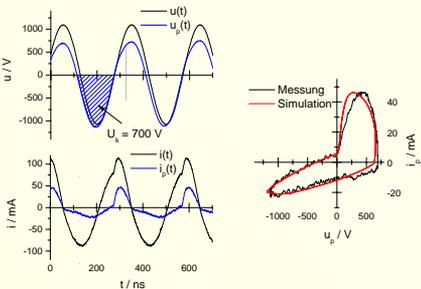
## Elektrische Messung an elektrisch nichtleitender Probe und Simulation

Bei elektrisch nichtleitenden Proben ist die Spannung über der Entladung  $u_p(t)$  nicht direkt messbar. Sie kann jedoch mit Hilfe der Koppelkapazität  $C_k$  berechnet werden:

$$u_p(t) = u(t) - \frac{1}{C_k} \int i_p(t) dt$$

Für beliebige isolierende Proben ist  $C_k$  nicht bekannt, kann aber durch eine Messung bestimmt werden [3]. Hierzu werden an drei Proben mit bekannten aber unterschiedlichen Verhältnissen  $\epsilon_{id} = \epsilon_i/d_s$  die Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_i$  zur Schichtdicke  $d_s$  die Spannung und Strom ohne Entladung gemessen und die Quellenkapazitäten berechnet. An der isolierenden Probe wird eine Messung ohne Entladung durchgeführt. Mit der bekannten Einkoppelfläche  $A_p$  wird die Koppelkapazität bestimmt:

$$C_k = \epsilon_r \epsilon_0 A_p$$



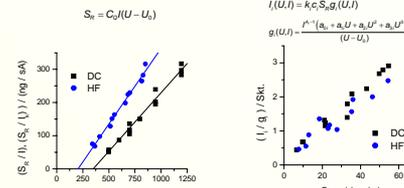
Messbedingungen: Gesintertes  $Al_2O_3$ ,  $A_p = 28.3 \text{ mm}^2$ ,  $\epsilon_{id} = 24.2 \text{ mm}^{-1}$ ,  $d_s = 0.35 \text{ mm}$ ,  $C_k = 5.8 \text{ pF}$ ,  $C_c = 3.2 \text{ pF}$ ,  $R_c = 58 \text{ k}\Omega$ ,  $C_p = 0.3 \text{ pF}$ ,  $R_b = 1900 \Omega$ ,  $R_s = 100 \text{ k}\Omega$ ,  $C_s = 3.4 \text{ pF}$ ,  $U_a = 700 \text{ V}$ ,  $I_c = 12 \text{ mA}$

Die Messung am gesinterten  $Al_2O_3$  zeigt (Abb. unten links), dass das Stromsignal  $i(t)$  etwa dreimal so groß wie der Entladungsstrom  $i_d(t)$  war, was eine Einschränkung der Messdynamik gleichkommt. Durch eine elektronische Kompensation lässt sich dieses verbessern.

Die Plasmaspannung  $u_p(t)$  ist sehr ähnlich zur Elektrodenspannung  $u(t)$ . Sie weicht nur um 15% von dieser ab. Die Ähnlichkeit der Messung und der Simulation zeigt, dass auch für isolierende Proben das Plasmaersatzschaltbild anwendbar ist. Im Elektronenstrombereich unterscheidet sich die I(U)-Kennlinie deutlich von denen an elektrisch leitenden Proben. Damit wird aber die Entladung bei isolierenden Proben gegenüber elektrisch leitenden Proben verändert sein.

## Untersuchungen an elektrisch leitender Probe

Aus physikalischen Gründen dürften die Ersatzwerte der Katodenschicht am besten den Zerstäubungs- und den Anregungsprozess beschreiben. Zur Prüfung dieser Annahme werden die Sputtraten und die Intensitäten für unterschiedliche elektrische Bedingungen für HF- und für DC-Betrieb gemessen.

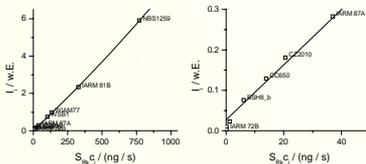


Messbedingungen: Stahl (NIST1761),  $C_{sp} = 0.678\%$ , DC-, HF-Generator und Druck eingestellt,  $S_{sp}$ ,  $U$ ,  $I$  und  $U_k$ ,  $I_k$ ,  $S_{sp}$ ,  $I$  (Mn, 403.4 nm) gemessen

Die Auftragung und Ähnlichkeit der reduzierten Sputterrate  $S_p/I$  (DC) bzw.  $S_{sp}/I_k$  (HF) gegen die Spannungen  $U$  bzw.  $U_k$  zeigen, dass die Beziehung von Bouman erfüllt ist.  $I/g_j$  aufgetragen gegen  $C_k S_p$  für HF- und DC-Betrieb sind ebenfalls ähnlich, was bedeutet, dass die Beziehung von Bengtson bestätigt wird.

## Intensität bei elektrisch leitenden Proben

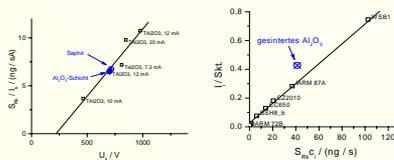
In der DC-GD-OES werden die besten analytischen Ergebnisse erhalten wenn für alle Messungen die Spannung und der Strom konstant ist. Bei HF-GD-OES wird während der Zerstäubung  $U_k$  und  $I_k$  gemessen und die Spannung des HF-Generators und der Druck so nachgestellt, dass  $U_k$  und  $I_k$  für alle Messungen konstant sind. Für unterschiedliche elektrisch leitende Proben wird die Intensität und die Sputterrate gemessen.



Messbedingungen: Referenzmaterialien (Stahl, Aluminium, Messing, Zink,...),  $U_k = 700 \text{ V}$ ,  $I_k = 12 \text{ mA}$ , Al-Linie (396.152 nm),  $S_{sp}$  gemessen

Die linearen Kalibrationsdiagramme bestätigen die Annahme, dass die Ersatzgrößen  $U_k$  und  $I_k$  für quantitative Messungen mit der HF-GD-OES verwendbar sind. Die Ergebnisse sind vergleichbar mit DC-GD-OES Messungen.

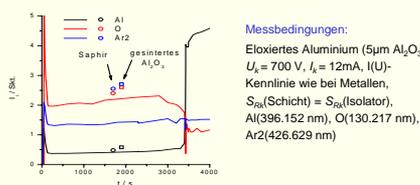
## Untersuchungen an Isolatoren



Messbedingungen: Gesintertes Aluminiumoxid ( $d_s = 0.35 \text{ mm}$ ), Saphir ( $d_s = 0.4 \text{ mm}$ ),  $Al_2O_3$ -Schicht ( $d_s = 5 \mu\text{m}$ ), Al-Linie (396.152 nm),  $S_{sp}$  gemessen,  $U_k = 700 \text{ V}$ ,  $I_k = 12 \text{ mA}$

Die Messungen an Isolatoren zeigen, dass auch hier die ausgewerteten Größen die Bouman-Beziehung erfüllen. Die Kalibrationsmessungen zeigen eine Überhöhung der Intensität bei Isolator für die Al-Linie um 25%. Die hohe Sauerstoffkonzentration in der Entladung kann eine Emissionsänderung in dieser Größenordnung bewirken.

## Elektrisch nichtleitende Schicht (Beispiel)

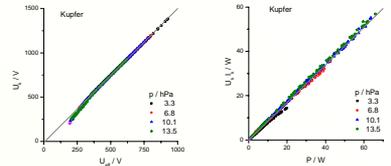


Messbedingungen: Eloxiertes Aluminium (5µm  $Al_2O_3$ ),  $U_k = 700 \text{ V}$ ,  $I_k = 12 \text{ mA}$ , I(U)-Kennlinie wie bei Metallen,  $S_{sp}$  (Schicht) =  $S_{sp}$  (Isolator), Al(396.152 nm), O(130.217 nm), Ar(426.629 nm)

Die gemessene Sputterrate an der dünnen Aluminiumoxidschicht ist identisch zur Sputterrate am dicken gesinterten Aluminiumoxid. Jedoch sind die gemessenen Intensitäten von Al und O am dicken Isolator deutlich größer als in der Schicht. In der  $Al_2O_3$ -Schicht ist Wasserstoff enthalten, der solche Intensitätsänderungen bewirken kann.

## Vergleich von $U_k$ , $I_k$ mit $U_{eff}$ und $P$

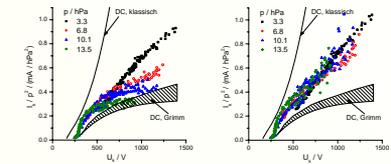
Heute werden in der quantitativen HF-GD-OES im wesentlichen der Effektivwert der Spannung  $U_{eff}$  (alternativ auch die Biasspannung) und die von der Entladung aufgenommene elektrische Leistung  $P$  als Meßgrößen verwendet.



Bei der Messung von elektrisch leitenden Proben ist die Abhängigkeit von  $U_{eff}$  zu  $U_k$  und von der Leistungsaufnahme der Katodenschicht  $U_k I_k$  zu  $P$  über einen großen Spannungs- und Druckbereich linear. Daher können bei der Messung von elektrisch leitenden Proben auch die bisherigen Größen  $U_{eff}$  und  $P$  ohne Einschränkungen verwendet werden.

## Abhängigkeit von $U_k$ , $I_k$ , $p$

Bei DC-Entladungen ist für eine feste Spannung  $U$  der reduzierte Katodenschichtstrom  $I/p^2$  konstant ( $p = \text{Druck}$ ) (klassisch). Bei DC-Entladungen an der Grimmchen-Quelle ist  $I/p^2$  nicht konstant (DC, Grimm).



Mit steigendem Druck wird der reduzierte Katodenschichtstrom  $I/p^2$  kleiner. Eine Erklärung hierfür ist, dass sich das Entladungsgas in der Katodenschicht erwärmt und die Gasdichte kleiner wird. Empirisch wurde ein Modell gefunden, dass diesen Effekt näherungsweise korrigiert:

$$\frac{I_k}{P_k} = \frac{I_k}{P_k} \frac{1}{\sqrt{1 - k_p P_k}}$$

$P_k = U_k I_k$  ist die Leistung und  $k_p$  eine Konstante. Nach der Korrektur haben die Messungen näherungsweise ein lineares Verhalten.

## Zusammenfassung

Die Glimmentladungsquelle mit integrierter Spannungs- und Strommesstechnik liefert geeignete Signale, um hieraus alle Elemente eines Plasmaersatzschaltbildes auszuwerten. Für die Messung von elektrisch nichtleitenden Proben wird die Spannung über die Entladung mit Hilfe der Koppelkapazität berechnet. Die ausgewertete I(U)-Kennlinie der Entladung hat eine deutlich veränderte Form gegenüber der I(U)-Kennlinie von elektrisch leitenden Proben. Die Katodenschichtspannung  $U_k$  und der Katodenschichtstrom  $I_k$  sind als Hilfsgrößen zur Beschreibung der Entladung geeignet, da die Messungen an elektrisch leitenden Proben die Beziehung von Bouman und von Bengtson erfüllen. Beim Konstanthalten von  $U_k$  und  $I_k$  für alle Messungen werden gute Kalibrationsdiagramme erhalten. Dieses gilt ebenso für die Messung an einem Isolator, wobei hier jedoch noch Abweichungen gefunden wurden, die möglicherweise durch die hohe Sauerstoffkonzentration in der Entladung verursacht sind oder auf eine veränderte Entladung. Die Messungen an der Aluminiumoxidschicht zeigen ebenfalls Abweichungen gegenüber den Messungen an den dicken Isolatoren, was möglicherweise auf den Wasserstoff in der Schicht zurückzuführen ist. Für elektrisch leitende Proben können ebenso der Effektivwert der Spannung  $U_{eff}$  und die Leistung  $P$  für quantitative Messungen benutzt werden. Die Korrekturmöglichkeit des reduzierten Katodenschichtstromes zeigt, dass sich das Arbeitsgas während der Zerstäubung erwärmt.

## Literatur

- [1] L. Wilken, V. Hoffmann, H.-J. Uhlemann, H. Siegel, K. Wetzig, J. Anal. At. Spec., 18, 646-655, 2003
- [2] K. Köhler, J. W. Coburn, D. E. Home, E. Kay, and J. H. Keller, J. Appl. Phys., 57(1), 59-66, 1985
- [3] L. Wilken, V. Hoffmann, K. Wetzig, DE 103 59 133.8

Diese Arbeit wurde von der Spectrum Analytik GmbH unterstützt.

\*mail to L.wilken@ifw-dresden.de