

Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

BACHELORARBEIT
im Studiengang Physik

vorgelegt von
Gilles Möhl
aus München

2015

Optimierung von Ionenätzprozessen zur Herstellung metallischer magnetischer Kalorimeter

Die Bachelorarbeit wurde von Gilles Möhl
ausgeführt am
Kirchhoff-Institut für Physik
unter der Betreuung von
Herrn Prof. Dr. C. Enss

Bei der Herstellung metallischer magnetischer Kalorimeter sind Ionenätzprozesse aus Gründen der Reproduzierbarkeit ein wichtiger Fertigungsschritt, der die Herstellung einer Vielzahl von identischen Detektoren ermöglicht. Magnetische metallische Kalorimeter werden bei tiefen Temperaturen betrieben und aufgrund ihrer hohen Energieauflösung und Bandbreite beispielsweise für die hochauflösende Röntgenspektroskopie eingesetzt. Die Energie jedes zu detektierenden Teilchens wird dabei in einem Absorber deponiert, dessen Temperaturänderung zu einer Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Sensors führt, welche mit Hilfe eines supraleitenden Quanteninterferenzdetektors ausgelesen werden kann. Ionenätzprozesse erlauben es, durch die Nutzung der in einem Niederdruckplasma erzeugten Ionen, welche das Material an der Oberfläche eines Substrats abtragen, Strukturen im Bereich weniger Mikrometer zu erzeugen. Die für magnetische metallische Kalorimeter zum Beispiel benötigten Leiterbahnen, Absorber und thermischen Isolierungen können dadurch mit hoher Strukturtreue und Reproduzierbarkeit strukturiert werden. In dieser Arbeit wird die Etablierung und Optimierung von vier in der Arbeitsgruppe zur Herstellung metallischer magnetischer Kalorimeter verwendeten Prozessen detailliert beschrieben.

Optimization of plasma-based ion-etching processes for the manufacturing of metallic magnetic calorimeters

Plasmabased ion-etching has become a fundamental element in the fabrication of metallic magnetic calorimeters. They allow for the production of a multitude of identical detectors. The detection principle of metallic magnetic calorimeters relies on the conversion of particle-generated heat in an absorber into a change of the magnetization of a paramagnetic sensor. Magnetic calorimeters provide a high energy resolution as well as a large bandwidth, which makes them very suitable for high resolution X-ray spectroscopy. Plasma-based ion-etching uses the chemical and physical reaction of ions generated in a low-pressure discharge at the substrate surface, which results in a systematic removal of material. Thin-film patterning in the micrometer range can reliably be achieved. Conducting paths, particle absorbers and thermal isolation of selected areas on a substrate may be realized using this kind of process. This thesis presents the implementation and optimization of four processes used in this group for the microfabrication of metallic magnetic calorimeters.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Trockenätzen	3
2.1	Plasmaerzeugung	3
2.2	Ätzverfahren	5
2.3	Ätzmasken	6
2.4	Optische Emissionsspektroskopie (OES)	7
3	Prozessablauf	9
3.1	Reaktorsteuerung	9
3.2	Reaktorreinigung mit Tetrafluormethan und Sauerstoff	10
4	Etablierte Trockenätzprozesse	15
4.1	Physikalisches Ätzen von Gold mit Argon	15
4.1.1	Emissionsspektrum des Ar-Plasmas	16
4.2	Reaktives Ätzen von Niob mit Schwefelhexafluorid	17
4.2.1	Emissionsspektrum des SF ₆ -Plasmas	17
4.2.2	Detektionsalgorithmus	18
4.3	Reaktives Ätzen von Siliziumdioxid mit Triflormethan	21
4.3.1	Emissionsspektrum des CHF ₃ -Plasmas	23
4.3.2	Realisierung elektrischer Durchkontaktierungen	24
4.4	Si-Kryoätzen mit Schwefelhexafluorid und Sauerstoff	25

4.4.1	Emmisionsspektrum des SF ₆ /O ₂ -Plasmas	28
4.4.2	maXs30 Durchätz-Test	29
4.4.3	Der durchgeätzte P1-Detektor	30
5	Zusammenfassung und Ausblick	33
A	Detektionsalgorithmus für Niob	35
	Literaturverzeichnis	37

1. Einleitung

Metallische magnetische Kalorimeter (MMC¹) vereinen mit ihrer hohen Energieauflösung und ihrer großen Energiebandbreite die Vorteile von Kristallspektrometern und Halbleiterdetektoren. Dabei handelt es sich um Tieftemperaturteilchendetektoren, deren Detektionsprinzip auf dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik beruht. Sie bestehen aus einem massiven Teilchenabsorber, der thermisch mit einem paramagnetischen Temperatursensor verbunden ist. Dieser befindet sich in einem schwachen äußeren Magnetfeld und zeigt daher eine temperaturabhängige Magnetisierung. Ein Energieeintrag in den Detektor, der beispielsweise durch die Absorption eines Photons hervorgerufen sein kann, führt zu einer Temperaturerhöhung des Detektors, der zu einer Magnetisierungsänderung des Sensors führt. Diese Änderung kann sehr präzise in Form einer magnetischen Flussänderung mit Hilfe eines supraleitenden Quanteninterferenz-Detektors (SQUID) ausgelesen werden.

In der heutigen Zeit werden magnetische Kalorimeter mit Hilfe von Verfahren aus der Mikrostrukturtechnik hergestellt, da es damit möglich ist eine Vielzahl identischer Detektoren zu produzieren. Ionenätzprozesse sind dabei ein wichtiger Fertigungsschritt, welcher es erlaubt Strukturen mit Größen im Bereich weniger Mikrometer zu erzeugen. Der Materialabtrag findet dabei durch chemische Reaktion und physikalische Wechselwirkung zwischen den in einem Niederdruckplasma erzeugten Ionen und den Atomen beziehungsweise Molekülen an der Substratoberfläche statt.

Im Reinraum des Kirchhoff-Instituts für Physik gibt es seit einigen Jahren eine Ionenätzanlage, welche allerdings erst in den letzten Jahren vermehrt für die Herstellung von magnetischen Kalorimetern verwendet wurde. Seit dieser Zeit wurde damit begonnen, Prozesse für verschiedene Fertigungsschritte zu entwickeln. Zu Beginn dieser Arbeit wurden die Stoffe Niob, Gold und Siliziumdioxid mittels empirisch bestimmter Ätzraten auf Zeit geätzt. Zusätzlich hatte es auch einige erfolgreiche Tests zum Durchätzen von Siliziumsubstraten gegeben. Anfang des Jahres wurde die vorhandene Trockenätzanlage mit einem Gitterspektrometer ausgestattet, welches die Anwendung der optischen Emissionsspektroskopie (OES) ermöglichte. Das Ziel dieser Arbeit bestand nun darin, die bestehenden Prozesse hinsichtlich der Homogenität und der Ätzraten zu optimieren. Dazu gehörte die Etablierung zuverlässiger Prozesse zum Ätzen von Niob, Gold, Silizium und Siliziumdioxid, wobei für alle Prozesse eine Endpunktdetektion mittels optischer Emissionsspektroskopie etabliert werden sollte.

¹Aus dem Englischen: Metallic Magnetic Calorimeter

In Kapitel 2 dieser Arbeit werden die Grundlagen des Trockenätzens erläutert. Dabei wird sowohl auf die verschiedenen Reaktortypen, als auch auf die grundlegenden Prinzipien des physikalischen und chemischen Ionenätzens, sowie die damit erzeugbaren Ätzprofile eingegangen. Zuletzt wird das Prinzip der optischen Emissionsspektroskopie erklärt und wie diese zur Bestimmung des Endpunkts eines Prozesses genutzt werden kann.

Im dritten Kapitel wird zum einen der generelle Ablauf eines Trockenätzprozesses und zum anderen die Steuerung und Ausstattung der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Trockenätzanlage anhand eines Prozesses zur Reinigung der Reaktorkammer verdeutlicht.

In Kapitel 4 dieser Arbeit werden die jeweiligen Ätzprozesse zum Ätzen von Gold, Niob, Siliziumdioxid und Silizium detailliert beschrieben. Hierbei wird zunächst motiviert, wozu es vorteilhaft ist das genannte Material trocken ätzen zu können, beziehungsweise zu welchem Zwecke es bei der Herstellung magnetischer Mikrokalorimeter verwendet wird. Desweiteren werden die erprobten Prozessparameter, bestimmten Ätzraten, Emissionsspektren der Plasmen und Möglichkeiten der Endpunktdetektion anhand charakteristischer Linien der ätzaktiven Substanzen oder ihrer Ätzprodukte diskutiert. Zudem wird auf mögliche Probleme, Vorteile und Nachteile der Prozesse hinsichtlich Reproduzierbarkeit, Dauer und auftretender Risiken hingewiesen.

Den Abschluss dieser Arbeit bildet eine Zusammenfassung der etablierten Trockenätzverfahren sowie ein Ausblick auf zukünftige Optimierungen.

2. Trockenätzen

Ein wichtiger Schritt bei der Herstellung von mikrostrukturierten Bauteilen ist das selektive Entfernen von zuvor auf einem Substrat aufgebrachtene Materials oder des Substrats selbst. Als Trockenätzen bezeichnet man hierbei die Technik, bei der dazu an Stelle von Säuren (nasschemisches Ätzen) Plasmen verwendet werden. In diesem Fall liegen die Ätzprodukte sowie die ätzaktiven Substanzen im gasförmigen Zustand vor. Mit Trockenätzverfahren ist es möglich, nicht nur isotrope, sondern auch anisotrope Ätzprofile homogen und über ein Substrat hinweg mit guter Reproduzierbarkeit zu erzeugen. Als strukturgebende Maske werden sowohl Fotolacke als auch Hartmasken aus Metall, Metalloxiden, oder Dielektrika verwendet. Da die Maskengeometrie mit hoher Strukturtreue und hohem Aspektverhältnis auf die zu ätzende Schicht übertragen werden kann, hat sich das Trockenätzen gegen nasschemische Verfahren weitgehend durchgesetzt [Hil99]. In diesem Kapitel sollen nun verschiedene wichtige Aspekte des Trockenätzens zusammengefasst werden.

2.1 Plasmaerzeugung

Erzeugt man zwischen zwei Elektroden in einer gasgefüllten Reaktorkammer ein elektrisches Feld, so kann ein Plasma gezündet werden. Ein Plasma bezeichnet hierbei im Allgemeinen ein weitgehend ionisiertes Gas. Die Wahl des Prozessgases bestimmt dabei die molekulare beziehungsweise atomare Zusammensetzung des Plasmas. Die Ionisierung des Gases erfolgt durch eine Vielzahl möglicher Stoßprozesse, wie zum Beispiel die Ionisierung durch Elektronenstoß: $\text{Ar}^* + e^- \rightarrow \text{Ar}^+ + 2e^-$. Da die Anzahl positiver und negativer Ladungsträger in einem Plasma gleich groß ist und sie somit trotz des hohen Ionisierungsgrades elektrisch neutral sind, werden Plasmen als quasi-neutral bezeichnet. Der zur Erzeugung des Plasmas nötige Prozessgasdruck sinkt mit steigender Frequenz des elektrischen Feldes. Niederdruckplasmen werden daher mittels hochfrequenter Wechselfelder (13,56 MHz) erzeugt, wobei durch Stoßionisation freie Elektronen und Ionen entstehen. Die zur Erzeugung des Plasmas erforderlichen Elektroden können sich hierbei auch außerhalb des Plasmavolumens befinden. Das hochfrequente Wechselfeld wird dann zum Beispiel kapazitiv oder induktiv eingekoppelt [Fra03]. Bei einem kapazitiv gekoppelten Plasma (CCP¹) wird das hochfrequente Wechselfeld zwischen den Elektroden kapazitiv eingekoppelt. Die Stärke des elektrischen Feldes ist hierbei für die Ionisierung entscheidend. Bei einem

¹Abkürzung aus dem Englischen für Capacitively Coupled Plasma

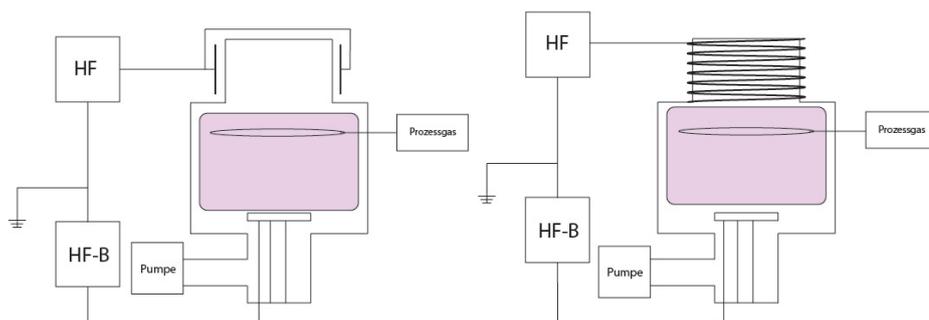


Abb. 2.1: Schematische Darstellung des Aufbaus eines Reaktors mit kapazitiv gekoppeltem Plasma (links) und induktiv gekoppeltem Plasma (rechts). Die zur Erzeugung des Plasmas notwendigen Elektroden befinden sich jeweils außerhalb des Reaktors.

induktiv gekoppelten Plasma (ICP²) hingegen wird das hochfrequente Wechselfeld durch eine außerhalb des Reaktors befindliche Spule eingekoppelt. Diese Spule kann als Zylinderspule, das heißt als Spule mit konstantem Radius oder als planare Spirale ausgeführt sein. Das sich zeitlich ändernde Magnetfeld der Spule erzeugt das für das Plasma benötigte elektromagnetische Feld, wobei die Eindringtiefe des Feldes im Plasma im Bereich von einem Zentimeter liegt. Mit induktiv gekoppelten Plasmen lassen sich im Vergleich zu kapazitiv gekoppelten Plasmen deutlich höhere Plasmadichten erzeugen. Hierdurch sind deutlich höhere Ätzzraten möglich. Hinzu kommt, dass ICP-Quellen deutlich unsensibler auf Schwankungen der Prozessparameter reagieren als zum Beispiel ECR³- oder Helicon-Wellen-Entladungen, da die Einkopplung nicht resonant stattfinden muss.

Abbildung 2.1 zeigt schematisch den Aufbau eines Reaktors mit kapazitiv gekoppeltem Plasma (links) und induktiv gekoppeltem Plasma (rechts). In beiden Fällen befinden sich die Elektroden außerhalb des Reaktors. Am oberen Ende des Reaktors wird jeweils das hochfrequente Wechselfeld (HF1) eingekoppelt und das Prozessgas aus einer zum Beispiel ringförmigen Gasdusche eingelassen. Der zweite Generator (HF2) kann zur Erzeugung einer sogenannten Bias-Spannung verwendet werden. Diese entsteht dadurch, dass der Substrat-Halter als zweite Elektrode fungiert und somit eine Spannung entsteht, welche die Ionen im Plasma zum Substrat-Halter hin beschleunigt. Durch eine Vakuumpumpe wird das Prozessgas fortwährend abgepumpt, so dass ständig neues Prozessgas zur Verfügung gestellt werden kann. Um das Substrat auf die für den gewünschten Ätzprozess optimale Temperatur zu bringen, kann der Substrat-Halter sowohl gekühlt als auch elektrisch beheizt werden [Fra03].

²Abkürzung aus dem Englischen für Inductively Coupled Plasma

³Abkürzung aus dem Englischen für Electron Cyclotron Resonance

2.2 Ätzverfahren

Je nach verwendetem Prozessgas, Material und Ätzprofil unterscheidet man zwischen verschiedenen Ätzverfahren, welche in Abbildung 2.2 dargestellt sind und im Folgenden ausführlich diskutiert werden sollen. Beim nicht-reaktiven oder physikalischen Ätzen findet keine chemische Reaktion zwischen dem abzutragendem Material und Prozessgas statt. Die Atome des zu ätzenden Materials werden von den ionisierten Atomen/Molekülen im Plasma durch Impulstransfer herausgeschlagen [Hil99]. Als Prozessgas wird meist das Edelgas Argon verwendet, dessen Ionen durch die vom HF2-Generator erzeugte Bias-Spannung auf den Wafer geschossen werden. Diese Art Prozess wird genutzt, wenn das Material von seinen Eigenschaften keinen reaktiven Prozess erlaubt, wie zum Beispiel die Edelmetalle Gold und Silber. Die Ätzrate hängt von der jeweiligen Energie zum Herauslösen eines Atoms aus dem zu ätzenden Material ab. Im Gegensatz zum physikalischen Ätzen bezeichnet man als Plasmaätzen eine reaktive Form des Ätzens. Dabei wird das Material durch chemische Reaktion mit dem Prozessgas abgetragen. Ein Beispiel hierfür ist das Plasmaätzen von Niob mit Hilfe von Schwefelhexafluorid:



In den meisten Fällen ist es nötig, das Substrat auf einer festgelegten Prozesstemperatur zu halten, damit die Reaktion in gewünschter Weise abläuft. Dazu kann die Rückseitenkühlung beziehungsweise elektrische Heizung verwendet werden. Plasmaätzprozesse erzeugen ähnlich den nasschemischen Ätzverfahren isotrope Ätzprofile, bei denen die Ätzmaske stark unterätzt wird. Dies rührt daher, dass die Ionenradikale keine ausgezeichnete Bewegungsrichtung haben, da der Substrat-Halter geerdet ist (HF2-Generator ausgeschaltet) und somit keine Spannung zwischen den Elektroden anliegt, welche die Ionenradikale in Richtung Substrat beschleunigt. Die Selektivität zur Maske ist allerdings sehr hoch. Das Haupteinsatzgebiet des Plasmaätzens ist die Oberflächenreinigung von Objekten oder das Einäschern von Fotolack, wofür Sauerstoffplasmen verwendet werden [Hil99]. Wie das Plasmaätzen ist auch das reaktive Ionenätzen (RIE⁴) ein reaktiver Prozess. Beim reaktiven Ionenätzen wird ein zweites hochfrequentes Wechselfeld (HF2) am Substrat-Halter direkt angelegt, dieser ist also nicht wie beim Plasmaätzen geerdet. Die dadurch entstehende Bias-Spannung sorgt dafür, dass die im Plasma erzeugten Ionenradikale quasi senkrecht in Richtung des Substrats beschleunigt werden, wodurch das Unterätzen der Ätzmaske weitgehend verhindert wird. Bei geeigneter Prozessgaswahl ist aufgrund des chemischen Charakters des Verfahrens eine sehr hohe Selektivität zwischen Ätzmaske und dem zu ätzenden Material möglich. RIE erlaubt die strukturgetreue Übertra-

⁴Abkürzung aus dem Englischen für Reactive Ion Etching

gung der Maske auf das Substrat für Strukturen mit Abmessungen bis kleiner als 1 Mikrometer [Hil99].

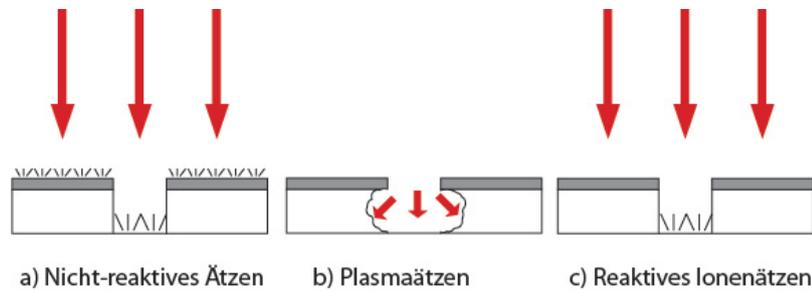


Abb. 2.2: Erreichbare Ätzprofile des a) physikalischen Ätzens, b) Plasmaätzens und c) reaktiven Ionenätzens. Die grauen Flächen stelle die Ätzmasken dar, welche auf dem weiß dargestellten Trägermaterial (Substrat) liegen. Die roten Pfeile illustrieren die Bewegungsrichtungen der Ionenradikale. In a) wird verdeutlicht, dass sowohl Ätzmaske als auch Substrat abgetragen werden, jedoch die Ätzmaske wesentlich langsamer. b) zeigt das Problem des Unterätzens beim Plasmaätzen, bei dem die Ionenradikale aufgrund ihrer zufälligen Bewegung nicht nur vertikal sondern auch horizontal Material entfernen. Lediglich beim reaktiven Ionenätzen wird allein das Substrat in vertikaler Richtung abgetragen [Fra03].

2.3 Ätzmasken

Die Wahl der geeigneten Ätzmaske ergibt sich üblicherweise aus den vom Ätzprozess geforderten Eigenschaften. Sofern möglich, wird Fotolack benutzt, da dieser einfach aufzubringen und zu strukturieren ist. Beim nicht-reaktiven Ätzen kann sich allerdings das Substrat durch den Impulstransfer sehr stark aufheizen, wobei eine Lackmaske beschädigt werden könnte. Dies kann durch eine Rückseitenkühlung teilweise vermieden werden, problematisch bleibt allerdings, dass die Oberfläche eines Substrats sich lokal sehr viel stärker aufheizen kann als das darunterliegende Substrat. Bei langwierigen Prozessen ist es ratsam eine Hartmaske (beispielsweise aus Aluminium oder Kupfer) zu verwenden, da diese generell beständiger gegen Plasmen sind und somit nicht so schnell abgetragen werden. Ein weiteres Einsatzgebiet von Hartmasken sind reaktive Prozesse mit sauerstoffhaltigen Plasmen oder Ätzprozesse bei tiefen Temperaturen. Im ersten Fall würde eine Lackmaske vom Sauerstoffanteil des Plasmas abgetragen, im zweiten Fall durch thermische Beanspruchung bei tiefen Temperaturen beschädigt. Nachteilig an Hartmasken gegenüber denen aus Fotolack ist die erschwerte Entfernung der Ätzmaske nach dem Prozess, bei der darunterliegende Strukturen beschädigt werden können, und die Tatsache, dass sie selbst zunächst mit Fotolack strukturiert werden müssen, wodurch der Gesamtaufwand entsprechend höher als bei der reinen Nutzung von Fotolackmasken ist. Des Weiteren können un-

ter der Hartmaske liegende Strukturen angegriffen werden, zum Beispiel durch die Bildung von Legierungen oder durch Verspannungen bei tiefen Temperaturen.

2.4 Optische Emissionsspektroskopie (OES)

Plasmen besitzen je nach Zusammensetzung charakteristische Emissionsspektren, da die in ihnen enthaltenen Elektronen unter Abgabe von Photonen eingefangen werden können. Somit hat jede optisch aktive Komponente für sie charakteristische Emissionslinien, anhand derer sie identifiziert werden kann. Zur Überwachung des Prozessablaufs und Endpunktbestimmung kann bei reaktiven Prozessen das optische Emissionsspektrum der ionisierten Atome und Moleküle im Plasma untersucht werden. Einerseits ist es möglich, die Linien der Ätzprodukte zu verfolgen, deren Intensität am Ende des Vorgangs (Endpunkt) einen Minimalwert erreichen sollte. Andererseits können auch die Linien der ätzaktiven Komponenten verfolgt werden, welche in ihrer Intensität während des Ätzens fallen, bis sie am Endpunkt auf einen konstanten Maximalwert ansteigen. Beide Möglichkeiten erlauben es auch, den Endpunkt automatisch zu detektieren, sofern die Linien der Ätzprodukte oder ätzaktiven Komponenten vorhanden sind und im Bereich des Spektrometers liegen und mit ausreichender Genauigkeit aufgelöst werden können [Fra03]. Abbildung 2.3 zeigt zwei Spektren eines SF_6 -Plasmas während eines Niob-Ätzprozesses. Die Gesamtdauer beträgt 90 s, wobei jeweils ein Spektrum mit 200 ms Integrationszeit nach 10 s und eines nach 85 s aufgenommen wurde. Hierbei wurde zur Rauschreduktion jeweils über zehn Aufnahmen gemittelt.

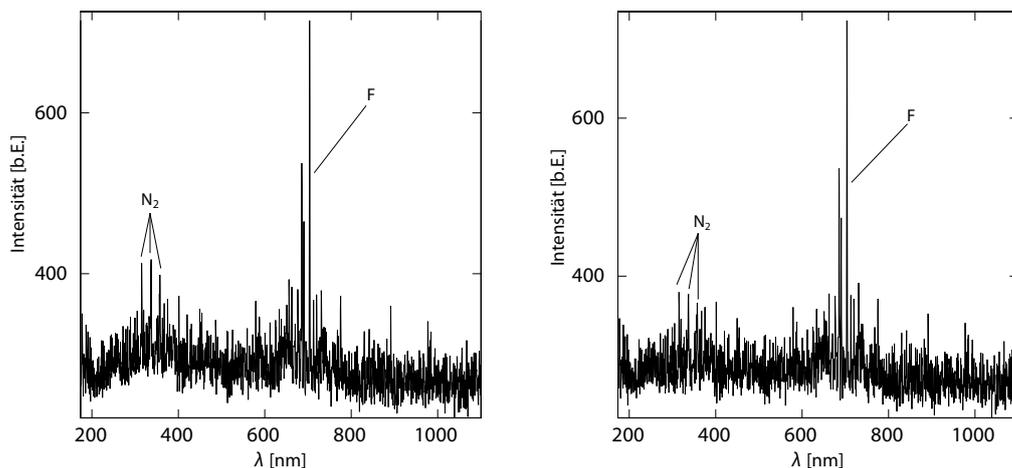


Abb. 2.3: Links: Emissionsspektrum nach 10 s. Rechts: Emissionsspektrum nach 85 s.

Es ist deutlich erkennbar, dass einige der Linien nach 85 s eine deutliche niedrigere Intensität besitzen als bei 19 s. Im Bereich zwischen 300 nm und 400 nm sind eini-

ge charakteristische Linien des molekularen Stickstoffs zu sehen [Cas91], was der Hinweis auf ein Leck im Reaktor sein könnte. Diese verlieren zwar an Intensität, sind allerdings zur Endpunktdetektion nicht geeignet. Gut sichtbar ist die Linie des Fluor-Radikals bei 703,68 nm, anhand derer der Ätzprozess überwacht werden kann [Ade93].

3. Prozessablauf

In diesem Kapitel soll der Prozessablauf beim Trockenätzen erläutert werden. Als Beispiel hierfür wird die Reinigung der Reaktorkammer mittels Tetrafluormethan (CF_4) und Sauerstoff (O_2) betrachtet. Eine Reaktorreinigung ist insbesondere dann erforderlich, wenn Prozesse durchgeführt werden, bei denen sich schwer flüchtige Ätzprodukte bilden, welche sich an den Reaktorwänden niederschlagen können. Aus diesem Grund wurde jedes mal die Reaktorkammer gereinigt, wenn das Prozessgas gewechselt wurde. Anschließend wurde die Reaktorkammer konditioniert, in dem mit dem neuen Prozessgas ein Ätzprozess ohne im Reaktor befindliches Substrat durchgeführt wurde. Bei der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Plasmaätzenanlage handelt es sich um eine ICP-RIE Anlage der Firma Sentech Instruments GmbH (SI500C) mit Kryoelektrode. Damit sind Prozesse zwischen -150°C und 300°C erlaubt. Es stehen die Gase Argon (Ar), Schwefelhexafluorid (SF_6), Tetrafluormethan (CF_4), Sauerstoff (O_2) und Trifluormethan (CHF_3) zur Verfügung. Die ICP-Quelle (HF1) kann Leistungen bis 1200 W, der HF-Generator (HF2) bis zu 600 W bereitstellen. Die Kühlung erfolgt durch kaltes He-Gas, welches den Substrathalter rückseitig anströmt und durch flüssigen Stickstoff vorgekühlt wird (He-Rückseitenkühlung). Als Vakuumpumpe wurde eine Turbomolekularpumpe der Firma Pfeiffer verwendet. Zwecks optischer Emissionsspektroskopie wurde ein USB-Gitterspektrometer (AvaSpec-ULS2048) der Firma AVANTES mit einer Auflösung von 1,10 - 1,20 nm verwendet, die es erlaubt, optische Emissionsspektroskopie mit ausreichender Genauigkeit im Bereich zwischen 200 nm und 1100 nm aufzunehmen.

3.1 Reaktorsteuerung

Die vorhandene Plasmaätzenanlage wird mittels sogenannter Rezepte gesteuert, die im Ablauf weitgehend identisch sind und sich nur in den gewählten Parametern (Prozessgas, Temperatur, Druck,...) unterscheiden. Abbildung 3.1 zeigt den typischen Ablauf eines Rezepts. Grundsätzlich stellt ein Rezept eine Liste von Befehlen dar, deren Punkte nacheinander abgearbeitet werden. Zunächst werden alle für den Prozess nötigen Parameter festgelegt (Temperatur, Druck, Prozessdauer, etc.). Anschließend werden die für den Reaktor nötigen Vorbereitungen zum Ätzvorgang getroffen, das heißt das Substrat wird eingeschleust, die Elektrode des Reaktors wird gespült und in der Kammer wird ein Hochvakuum erzeugt. Danach folgt die eigentliche Vorbereitung des Prozesses: Zunächst wird die gewünschte Temperatur eingestellt. Anschließend wird das Prozessgas eingelassen, der Reaktordruck auf den geforderten Wert

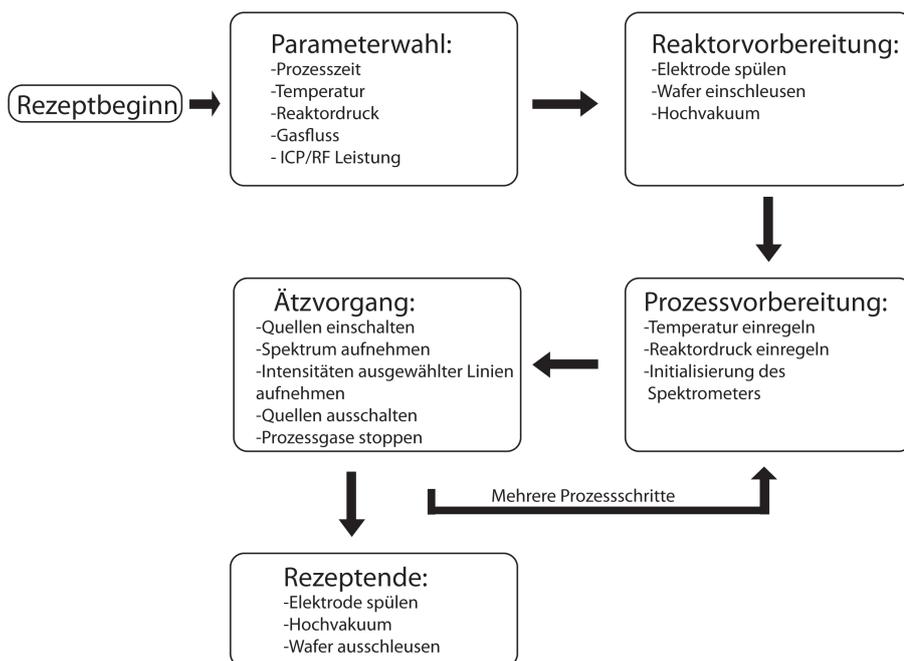


Abb. 3.1: Schematische Darstellung des Prozessablaufs für die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Plasmaätzanlage.

gebracht. Daraufhin wird falls noch nicht geschehen das Spektrometer für die optische Emissionsspektroskopie initialisiert. Nach diesen Vorbereitungsschritten beginnt der Ätzzvorgang, indem die Quellen eingeschaltet werden. Währenddessen werden die Intensitäten ausgewählter Linien aufgenommen. Ist die Prozesszeit erreicht, werden die Quellen ausgeschaltet und die Prozessgase aus dem Reaktor abgepumpt. Falls das Rezept wie die Reinigung des Reaktors aus mehreren Schritten besteht, wird der nächste Prozessschritt vorbereitet (linker Zweig). Ist dies nicht der Fall, wird das Rezept beendet, nach dem die Elektrode erneut gespült, die Reaktorkammer auf ein Hochvakuum gebracht wurde und das Substrat ausgeschleust ist (rechter Zweig).

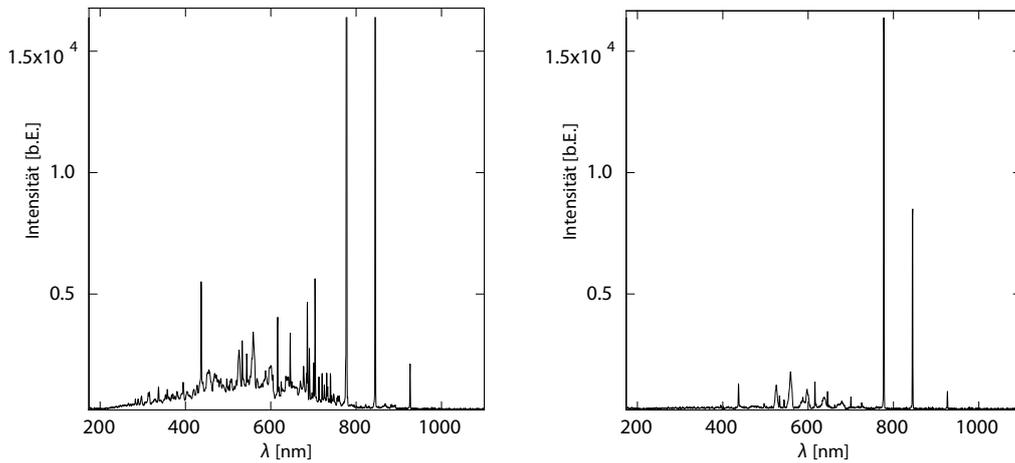
3.2 Reaktorreinigung mit Tetrafluormethan und Sauerstoff

Die Reaktorreinigung ist ein vierstufiger Reinigungsprozess, das heißt es werden vier verschiedene Plasmen verwendet, deren Prozessparameter in Tabelle 3.1 aufgeführt sind. Die Größen entsprechen dabei jeweils: T : Temperatur, p : Reaktordruck, j_{CF_4} : Gassfluss CF_4 , j_{O_2} : Gassfluss O_2 , P_{ICP} : ICP-Leistung, P_{HF} : HF-Leistung.

Tab. 3.1: Prozessparameter der einzelnen Reinigungsschritte.

Schritt	T [°C]	p [Pa]	j_{CF_4} [sccm]	j_{O_2} [sccm]	P_{ICP} [W]	P_{HF} [W]
1	20	0,5	15	90	600	0
2	20	1,0	15	90	600	0
3	20	2,0	15	90	600	0
4	20	2,0	0	90	600	0

Die Schritte 1-3 der Reaktorreinigung unterscheiden sich lediglich im eingestellten Reaktordruck, daher unterscheiden sich die Emissionsspektren ihrer Plasmen nicht in den vorhandenen Linien. Der vierte Reinigungsschritt enthält ein reines Sauerstoffplasma, welcher sich daher spektral deutlich von den ersten drei Schritten unterscheidet. Abbildung 3.2 zeigt jeweils das Spektrum des CF_4/O_2 Plasmas (links) und des O_2 -Plasmas (rechts) bei einer Integrationszeit von 200 ms.

**Abb. 3.2:** Links: Emissionsspektrum des CF_4/O_2 -Plasmas der Reinigungsschritte 1-3. Rechts: Emissionsspektrum des O_2 -Plasmas von Reinigungsschritt 4.

Die beiden dominanten Linien bei 777,55 nm beziehungsweise 844,50 nm sind Molekülen des Sauerstoffs zuzuordnen, da sie in den Emissionsspektren beider Plasmen vertreten sind. Im Spektrum des CF_4/O_2 -Plasmas sind zwischen 200 nm und 750 nm deutlich mehr Linien sichtbar als beim reinen Sauerstoffplasma, daher sind diese den Molekülen des CF_4 zuzuordnen. Zur Überwachung der Reinigung wurden für jeden Reinigungsschritt einige Linien ausgewählt, deren Intensitäten während des gesamten Prozesses überwacht wurden.

Abbildung 3.3 zeigt die Verläufe der während der beiden ersten Reinigungsschritte überwachten Linien. t bezeichnet hierbei den Zeitpunkt im gesamten Rezept. Links sind die Linien des ersten Reinigungsschritts zu sehen. Die Intensitäten der Linien bei

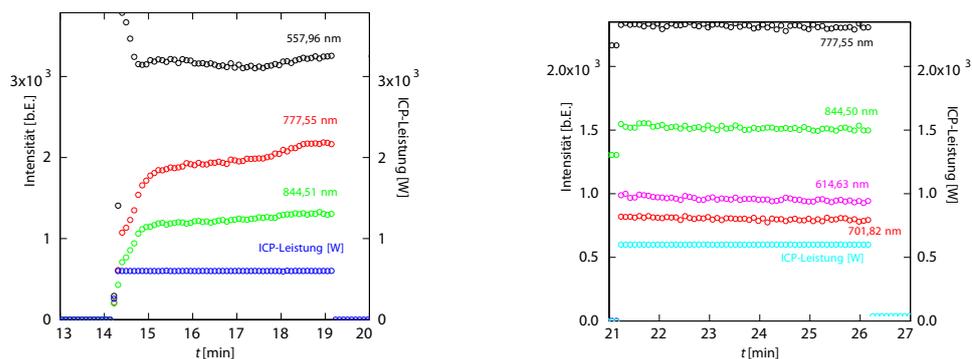


Abb. 3.3: Links: Intensitäten der Linien bei 557,96 nm, 777,55 nm und 844,51 nm. Rechts: Intensitäten der Linien bei 777,55 nm, 701,82 nm, 844,50 nm und 614,63 nm. Zusätzlich ist in beiden Graphen die ICP-Leistung aufgetragen.

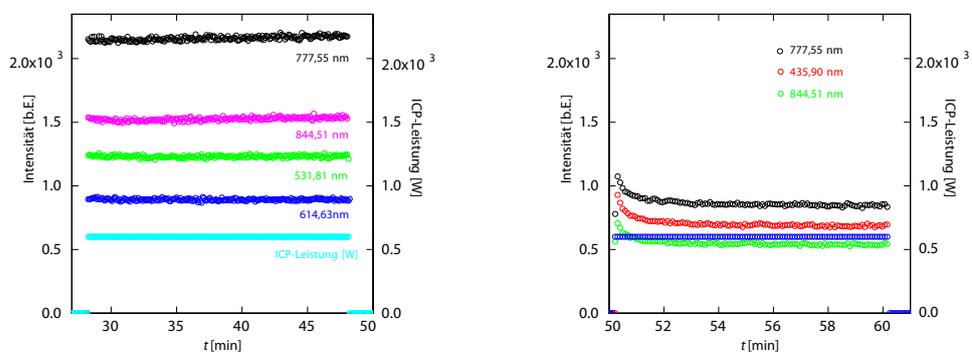


Abb. 3.4: Links: Intensitäten der Linien bei 777,55 nm, 531,81 nm, 614,63 nm, 844,51 nm. Rechts: Intensitäten der Linien bei 777,55 nm, 435,90 nm und 844,50 nm. Zusätzlich ist in beiden Graphen die ICP-Leistung aufgetragen.

777,55 nm und 844,50 nm steigen während der ersten Minute sehr stark an, wobei die Intensität der 777,55 nm-Linie etwa dem doppelten der 844,50 nm-Linie entspricht. Die größte Intensität besitzt die Linie bei 557,96 nm, die zu Anfang einen starken Abfall zeigt, im weiteren Verlauf aber weitgehend konstant bleibt. Rechts sind die Verläufe des zweiten Reinigungsschritts gezeigt. In diesem Fall bleiben sämtliche Linien über die gesamte Dauer des Reinigungsschritts konstant. Dies ist auch in Abbildung 3.4 links der Fall. Hier sind die konstanten Verläufe der Intensitäten im dritten Reinigungsschritt zu sehen. Rechts handelt es sich um die Verläufe im letzten Reinigungsschritt. Alle drei Linien fallen zu Beginn ab und bleiben anschließend konstant. Aufgrund der weitgehend konstanten Verläufe der Linien könnte man vermuten, dass die Reaktorkammer im wesentlichen sauber war und der erste Reinigungsschritt bereits ausreichte. Dabei würde man davon ausgehen, dass die richtigen Emissionslinien verfolgt würde, welche den Abtrag einer Verunreinigung anzeigen würde. Für die Reinigung wäre es sehr vorteilhaft, wenn in kleinen zeitlichen Abständen Spek-

tren über den ganzen Bereich automatisch aufgenommen werden könnten. Dadurch würden potentiell auftauchende Emissionslinien von Verunreinigungen im Reaktor erkennbar gemacht werden, sofern sie im Bereich des Spektrometers liegen.

4. Etablierte Trockenätzprozesse

4.1 Physikalisches Ätzen von Gold mit Argon

Das Edelmetall Gold spielt in der Arbeitsgruppe bei der Herstellung magnetischer Mikrokalorimeter eine entscheidene Rolle, da zum Beispiel die Teilchenabsorber sowie die verschiedenen Elemente für die Themalisierung des Detektors daraus gefertigt werden. Gold kann jedoch aufgrund seiner Inertheit nur sehr schwer strukturiert werden. So ist es zwar möglich, Gold mittels einer Säure, zum Beispiel Königswasser, bei dem es sich um eine Mischung aus Salz und Salpetersäure (3:1) handelt, zu ätzen, jedoch greift die Säure oftmals auch andere Strukturen an und erzeugt zu dem nur isotrope Ätzprofile, welche nicht in jeder Situation gewünscht sind. Eine Strukturierung mittels Lift-Off-Verfahren ist möglich, allerdings sind bei dicken Schichten hohe Aspektverhältnisse schwer zu realisieren. Letztlich bleibt die Möglichkeit, Gold physikalisch durch Ionenbeschuss zu ätzen. Im Rahmen dieser Arbeit war dieser letzte Prozess für die Fertigstellung eines zweidimensionalen Detektorarrays (MOCCA¹) nötig. Bei diesem Detektor sollten erstmals $3\ \mu\text{m}$ dicke Absorber mit einem Abstand von nur $2\ \mu\text{m}$ zur Erhöhung der aktiven Fläche verwendet werden, die sich jedoch mit dem Standardprozess zur Herstellung der Teilchenabsorber nicht herstellen lassen. Aus diesem Grund wurde zunächst eine $3\ \mu\text{m}$ dicke Schicht aus Gold per Galvanik auf dem gesamten Detektorarray aufgebracht, sodass die anschließend per Trockenätzen voneinander in die einzelnen Absorbersegmente getrennt werden musste. Wie in der Einleitung dieses Kapitels bereits erwähnt, wurde im Rahmen dieser Arbeit zum Ätzen von Gold ein physikalischer Ätzprozess mit Ar-Ionen verwendet.

Tab. 4.1: Prozessparameter Gold-Ätzen

Temperatur	Reaktordruck	Gasfluss Ar	ICP-Leistung	HF-Leistung
5 °C	3,0 Pa	20 sccm	200 W	200 W

Tabelle 4.1 fasst die Prozessparameter dieses Ätzprozesses zusammen. Wie in Kapitel 2 beschrieben, wird das Gold bei diesem Verfahren dadurch abgetragen, dass die im Plasma enthaltenen Argonatome in Richtung Wafer beschleunigt werden und durch Impulstransfer die Goldatome heraus schlagen. Als Ätzmaske wurde bei diesem Prozess eine $2\ \mu\text{m}$ Hartmaske aus Aluminium verwendet, welche durch einen DC-Sputtervorgang aufgetragen wurde. Die Verwendung einer Ätzmaske aus Fotolack war leider nicht möglich, da Vorexperimente gezeigt haben, dass der Fotolack, mit dem die

¹Molecular Camera

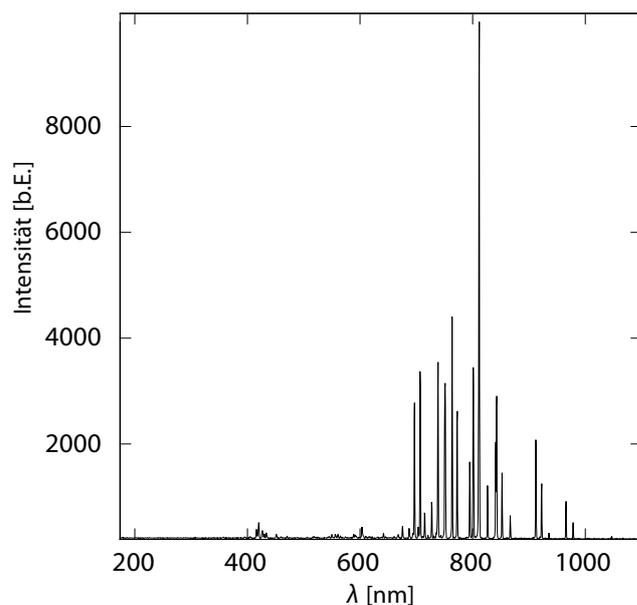


Abb. 4.1: Emissionsspektrum des Ar-Plasmas beim Au-Ätzprozess.

$2\ \mu\text{m}$ breiten Spalte zuverlässig strukturiert werden können, durch den Ar-Beschuss schneller abgetragen wird als die $3\ \mu\text{m}$ dicke Goldschicht. Der Wafer selbst wurde stets zur optimalen thermischen Ankopplung mit Hochtemperaturvakuumfett² auf dem Substrat-Halter befestigt, um starkes Aufheizen aufgrund des Ionenbeschusses zu vermeiden. Später wurde alternativ für zwei Zoll Wafer ein Substrat-Halter verwendet, welcher eine direkte Kühlung des Substrats mittels He-Rückseitenkühlung ermöglicht.

4.1.1 Emissionsspektrum des Ar-Plasmas

Abbildung 4.1 zeigt das Spektrum des Ar-Plasmas bei einer Integrationszeit von 10 ms, wobei über zehn Aufnahmen gemittelt wurde. Aufgrund seines physikalischen Charakters ist bei diesem Prozess keine Endpunktssdetektion durch OES möglich. Daher musste hier auf Zeit geätzt werden, wobei die Ätzrate empirisch bestimmt wurde. Aktuell liegt die Ätzrate mit den gewohnten Prozessparametern etwa bei $8\ \text{nm}/\text{min}$. Dieser Wert ist eine Schätzung aus der Zeit des letzten Ätzvorgangs, bei dem es allerdings erhebliche Probleme bei der Stabilität des Plasmas gab. Des weiteren ist es aufgrund der sehr geringen Spaltbreite nur sehr schwer erkennbar, ob die Zwischenräume tatsächlich frei von Gold sind. Aufgrund der Langwierigkeit des Prozesses (6 Stunden für $3\ \mu\text{m}$) fehlt es an signifikanter Statistik.

²Apiezon Products H Grease, M&I Materials LTD

4.2 Reaktives Ätzen von Niob mit Schwefelhexafluorid

Das Übergangsmetall Niob ist ein supraleitendes Material, welches bei der Herstellung magnetischer Mikrokalorimeter zum Beispiel für supraleitende Spulen und Leiterbahnen verwendet wird. Des weiteren wird es bei Sputtervorgängen häufig als Haftvermittler verwendet, sofern das anzuscheidende Material schlechte Hafteigenschaften auf dem Trägermaterial hat. Dies ist zum Beispiel dann der Fall, wenn man Schichten aus Gold oder Silber auf eine SiO₂-Schicht aufbringen möchte. Niob wird üblicherweise mit fluorhaltigen Gasen geätzt, da es in Kombination mit Fluorradi- kalen zu volatilen NbF_x-Verbindungen reagiert. Bisher wurde Niob in der Arbeits- gruppe grundsätzlich auf Zeit mit zuvor empirisch bestimmten Ätzraten geätzt. Aus diesem Grund gehörte die Etablierung einer zuverlässigen Endpunktdetektion zu den wesentlichen Zielen dieser Arbeit. Wie in der Einleitung dieses Kapitels bereits er- wähnt, wird Niob in der Arbeitsgruppe mittels eines reaktiven Prozesses mit einem SF₆-Plasma geätzt. Tabelle 4.2 zeigt die Parameter des hierbei in der Arbeitsgrup- pe verwendeten Nb-Ätzprozesses unter Verwendung von Schwefelhexafluorid (SF₆) als Prozessgas, wobei als Ätzmaske eine strukturierte Photolackschicht (AZ5214E³) verwendet wird.

Tab. 4.2: Prozessparameter für das reaktive Ätzen von Niob mit Hilfe von Schwefelhe- xafluorid.

Temperatur	Reaktordruck	Gasfluss SF ₆	ICP-Leistung	HF-Leistung
5 °C	2,0 Pa	15 sccm	100 W	50 W

Durch die Gasentladung im Plasma werden die SF₆-Moleküle dissoziiert, wobei die für den Prozess essentiellen Fluor-Radikale entstehen, wie in Gleichung 4.1 gezeigt ist:



Diese Radikale reagieren mit Niob zu Niobfluorid-Verbindungen, welche flüchtig sind und daher als Gas aus dem Reaktor herausgepumpt werden:



4.2.1 Emissionsspektrum des SF₆-Plasmas

Abbildung 4.2 zeigt die Emissionsspektren des Schwefelhexafluoridplasmas mit (links) und ohne mit einer Niob-Schicht versehenes Substrat (rechts) im Reaktor. Wie be- reits in Kapitel 2 beschrieben, sind abgesehen von der charakteristischsten Linie des

³MicroChemicals GmbH

Ätzprozesses bei 703,68 nm auch drei des Stickstoffs (N_2) bei 313,44 nm, 335,87 nm und 356,06 nm zu sehen. Beide Spektren wurden mit einer Integrationszeit von 200 ms über zehn Aufnahmen gemittelt. Die Anwesenheit von Stickstoff kann auf ein Leck in der Reaktorkammer hinweisen, durch das Stickstoff eindringt und das Prozessgas verschmutzt. Dies könnte auch der Grund für Probleme bei der Plasmastabilität sein.

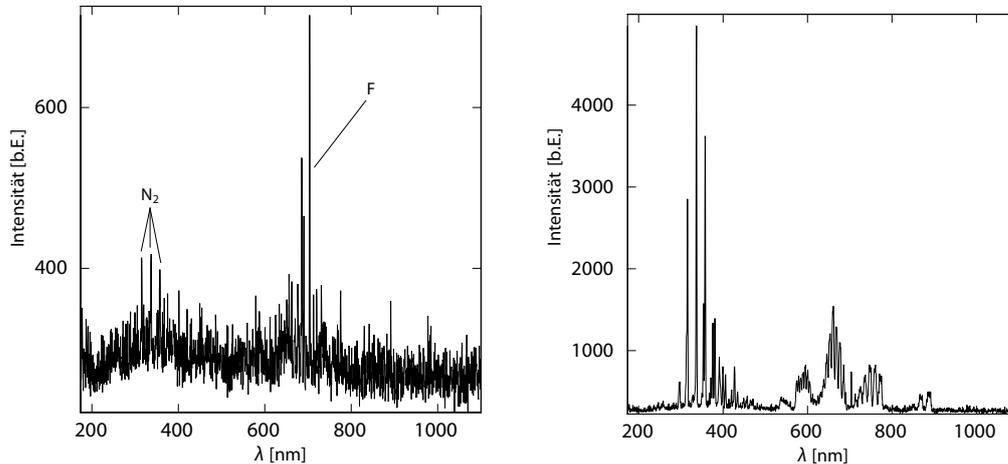


Abb. 4.2: Emissionsspektrum des SF_6 -Plasmas während des Nb-Ätzprozesses mit (links) und ohne (rechts) mit Niob versehenen Substrat in der Reaktorkammer.

Eine deutliche Endpunktssignatur zeigt die charakteristische Emissionslinie der Fluor-Radikale bei 703,68 nm. Da es sich um eine ätzaktive Substanz handelt, nimmt die Intensität der Linie zu Beginn des Vorgangs kontinuierlich ab, bis sie am Endpunkt zu ihrer maximalen Intensität zurückkehrt, wie in Abbildung 4.3 für zwei verschiedene Schichtdicken zu sehen ist. Die Ätzrate ist nicht nur von der Schichtdicke, sondern auch von der zu ätzenden Fläche abhängig, wodurch einige Signaturen gleicher Schichtdicken unterschiedliche Ätzzeiten aufweisen. Da die Ätzdauer bei 3-Zoll-Substraten generell größer ist als bei 2-Zoll-Substraten, ist davon auszugehen, dass die Ätzrate mit steigender Fläche abnimmt. Als Endpunktkriterium wird basierend auf den in Abbildung 4.3 gezeigten Daten das Erreichen des Maximums der Linie bei 703,68 nm nach Durchlaufen des Minimums verwendet.

4.2.2 Detektionsalgorithmus

Wie man anhand von Abbildung 4.3 erkennen kann, ist eine manuelle Detektion des Endpunkts aufgrund der sehr deutlichen Signatur kein Problem. Eine automatische Erkennung des Endpunktssignals zu realisieren, erwies sich allerdings als aufwändiger als zunächst gedacht. Die Bedienungssoftware der im Reinraum des KIP vorhandenen Trockenätzanlage erlaubt, wie bereits in Kapitel 3 erläutert, ausschließlich die

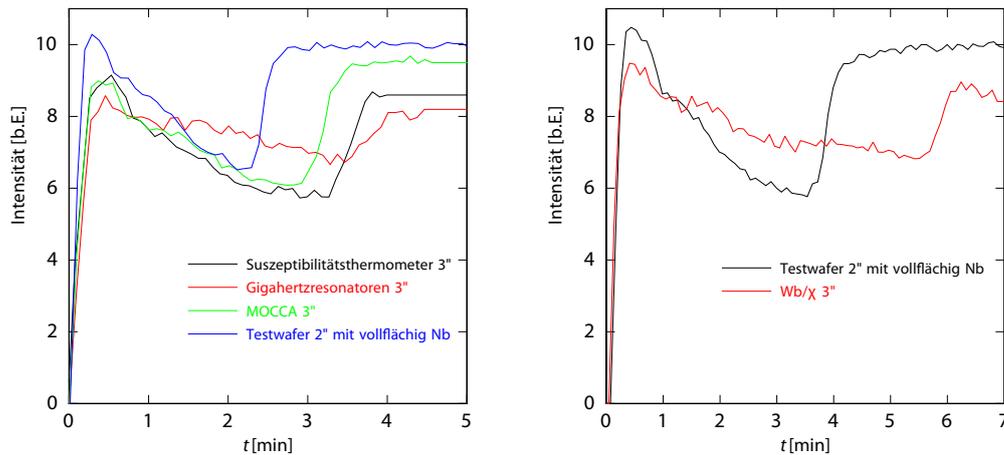


Abb. 4.3: Endpunktssignatur beim Ätzen einer 250 nm dicken (links) und einer 500 nm dicken (rechts) Schicht aus Niob, wobei die zu ätzende Fläche variiert wurde.

Nutzung von Rezepten in Listenform. Jegliche Art von Schleife oder sich wiederholenden Vorgängen kann also nur mit Hilfe von Gehe zu(goto)-Befehlen realisiert werden. Die grundsätzliche Idee bei der Detektion des Endpunkts ist die Detektion des zweiten Anstiegs der Intensität. Hierbei wurden fortlaufend die jeweils 2 Werte der Intensität der Linie bei 703,68 nm gespeichert. Eine positive Differenz stellt demnach einen Anstieg ($d > 0$), eine negative Differenz ein Abfallen der Intensität ($d < 0$) dar. Nach Durchlaufen des Minimums, stellt der erste Fall demnach ein Kriterium für das Erreichen des Endpunkts dar. Um durch Rauschen bedingte kleine Anstiege zu ignorieren, wurde zusätzlich verlangt, dass die gemessene Differenz nicht nur positiv sein muss, sondern dass auch die N vorausgehenden Differenzen ebenfalls positiv gewesen sein müssen. N ist hierbei ein beliebig einzustellender Grenzwert. Ein Algorithmus dieser Art würde allerdings jeden Prozess nach etwa 30 s beenden, da der erste Anstieg der Intensitäten als Endpunkt detektiert würde. Die Anstiegskriterien dürfen also erst nach dem Erreichen des Maximums beziehungsweise nach Durchlaufen des Minimums in Kraft treten. All diese Kriterien wurden in dem in A.1 schematisch dargestellten Algorithmus umgesetzt. Grundlegendes Element dieses Algorithmus sind verschiedene Schleifen, wobei in jeder Schleife die Aufnahme zweier Intensitäten mit kleinem zeitlichen Abstand zueinander und sowie die zugehörige Differenzbildung erfolgt. Die erste Schleife wurde Uploop benannt, da die Intensität am Anfang, wie bereits erwähnt, zunächst stark ansteigt. Solange die Differenz zweier aufeinanderfolgender Intensitätswerte positiv ist, bleibt man in dieser Schleife. Nach Erreichen des Maximums beginnt der Abstieg (Downloop). Auch hier wird fortwährend die Differenz zweier aufeinanderfolgender Intensitätswerte gebildet. Solang diese Differenz negativ ist, bleibt man im Downloop. Ist sie positiv, wird erneut eine Intensitätsdifferenz gemessen: Ist diese negativ, so kehrt man zum Dow-

nloop zurück, ist diese positiv so wird das nächste Kriterium abgefragt. Die Zahl der Abfragen, die positiv beantwortet werden müssen, kann hierbei vom Anlagenutzer beliebig eingestellt werden. Es kam allerdings vor, dass es im Verlauf des Abstiegs kleine Anstiege ergaben, deren Ursache bislang unbekannt ist und die jedoch nicht dem tatsächlichen Endpunkt entsprachen. Um diese Fehldetektionen zu vermeiden, wurde in der Uploop-Schleife die Aufnahme des Maximalwertes eingefügt. So konnte als zusätzliche Bedingung eingeführt werden, dass die Intensität I beim Erreichen des Endpunkts im Bereich des Maximums (I_{MAX}) liegen muss. Als optimalen Wert dafür ergaben sich 95 Prozent des Maximums. Bei Erhöhung dieser Schwelle besteht die Gefahr, das Erreichen des Endpunkts nicht zu detektieren, sodass möglicherweise stark überätzt werden könnte. Um dies zu verhindern besitzt das Rezept eine einstellbare maximale Ätzzeit.

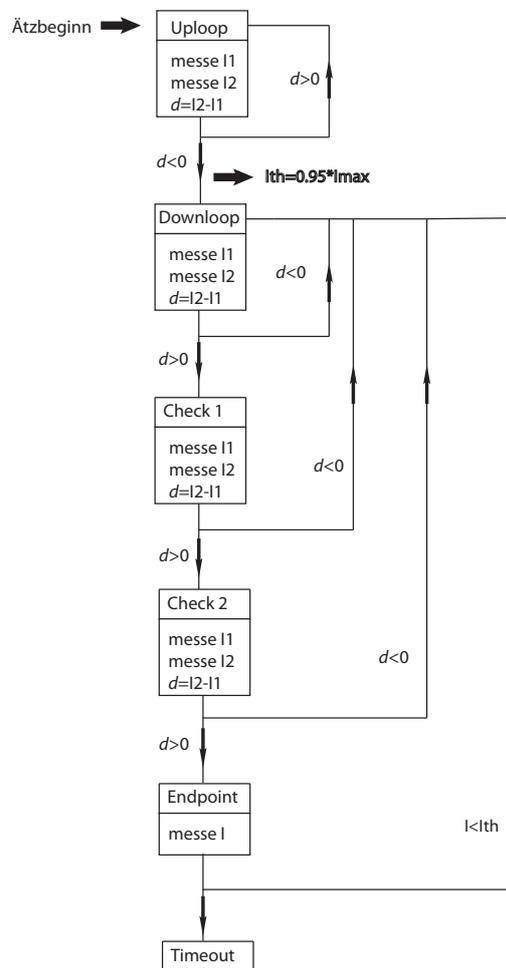


Abb. 4.4: Schematische Darstellung des Algorithmus zur Detektion des Endpunkts beim Ätzen von Nb mit SF_6 .

Der oben beschriebene Algorithmus (Quellcode in Anhang A) ermöglicht die zuverlässige Endpunktdetektion bei Schichtdicken bis hinab zu 125 nm Mindestdicke. Abbildung 4.5 zeigt die erfolgreiche Detektion eines Endpunkts für eine 250 nm dicke Niob-Schicht (links). Der Endpunkt wurde hierbei durch die Verringerung der ICP-Leistung von 100 W auf 95 W kenntlich gemacht.

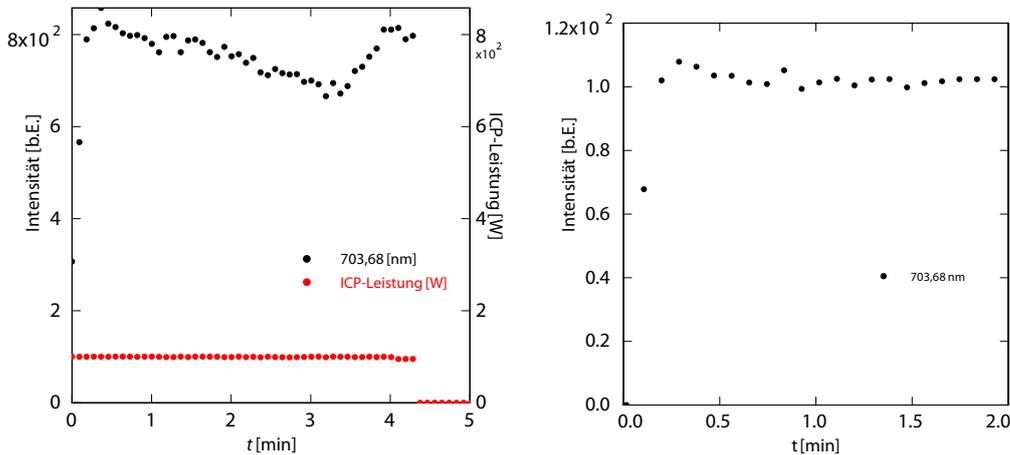


Abb. 4.5: Links: Erfolgreiche Endpunktdetektion beim Ätzen einer 250 nm dicken Niob-Schicht. Rechts: Nicht erkennbarer Endpunkt beim Ätzen einer 15 nm dicken Schicht Niob.

Problematisch erwies es sich bei kleineren Dicken, da in diesen Fällen die Signatur nicht erkennbar war. Ein solcher Fall beim Ätzen einer 15 nm dicken Schicht Niob ist in Abbildung ebenfalls dargestellt 4.5. Auch sehr kleine Flächen stellten sich aus den gleichen Gründen als problematisch heraus. Um zukünftig auch dünne Schichten mit funktionierender Endpunktssignatur ätzen zu können, ist demnach eine weitere Optimierung des Algorithmus notwendig.

4.3 Reaktives Ätzen von Siliziumdioxid mit Triflormethan

Siliziumdioxid spielt eine wichtige Rolle bei der Herstellung von Mikrostrukturen. Es wird zum Beispiel häufig als Isolationsschicht zwischen zwei Verdrahtungsebenen verwendet. Auch bei der Herstellung magnetischer Mikrokalorimeter wird Siliziumdioxid zu diesem Zwecke eingesetzt. Desweiteren gibt es Silizium-Substrate, die schon bei der Herstellung durch thermische Oxidation damit versehen werden, um die darauf aufgebracht Strukturen elektrisch von dem darunter liegenden Substrat zu isolieren. Eine solche Schicht muss gezielt entfernt werden, wenn ein direkter Kontakt zum darunter liegenden Silizium erforderlich ist. Dies ist beispielsweise dann der Fall, wenn in das Substrat Löcher geätzt werden sollen. Auch hier bietet sich

ein Trockenätzprozess an. Aufgrund der hohen Bindungsenergie von 800 kJ/mol von Si-O-Bindungen ist ein rein reaktives Ätzen von SiO₂ nur sehr schwer möglich. Aus diesem Grund sollte bei einem SiO₂-Trockenätzprozess stets eine strake mechanische Ätzkomponente vorhanden sein. Zum Ätzen von SiO₂ wird daher sehr häufig Trifluormethan (CHF₃) verwendet. Die in einem CHF₃-Plasma vorhandenen schweren CF₃⁺- und CHF₂⁺-Ionen werden dabei auf die zu ätzende Schicht beschleunigt und brechen durch den Einschlag die Si-O-Bindungen auf, sodass die in dem Plasma weiterhin enthaltenen Fluor- Kohlenstoffradikale mit einem Silizium-Atom beziehungsweise Sauerstoffatomen reagieren können [Liu02].



Tab. 4.3: Prozessparameter SiO₂-Ätzen

Temperatur	Reaktordruck	Gasfluss CHF ₃	ICP-Leistung	HF-Leistung
5 °C	0,5 Pa	50 sccm	500 W	450 W

Tabelle 4.3 zeigt die vom Hersteller für die im Kirchhoff-Institut für Physik vorhandene Trockenätzanlage empfohlenen Prozessparameter zum SiO₂-Ätzen. Wie beim in Abschnitt 4.1 beschriebenen Gold-Ätzen wurde bei diesem Prozess der Wafer mit Hochtemperaturvakuumfett auf dem Substrathalter befestigt, bis der andere Substrathalter mit direkter Rückseitenkühlung zur Verfügung stand. Die Verwendung eines Substrathalters mit direkter Rückseitenkühlung des Substrats hat sich als notwendig herausgestellt, da trotz Kühlung des zuvor verwendeten Substrathalters mit der He-Rückseitenkühlung eine Erwärmung des Substrathalters nach dem Ätzen beobachtet werden konnte. Da die Oberfläche des zu ätzenden Substrats aufgrund des direkten Ionenbeschusses einen deutlichen Wärmeeintrag erfährt und sich ein Erhitzen der Oberfläche nachteilig auf das Lösen einer zum Beispiel darauf befindlichen Lackschicht auswirkt, wurde nach Fertigstellung nur noch der neue Substrathalter verwendet. Die vom Hersteller angegebene Ätzrate von 100 nm/min konnte bestätigt werden, in dem ein Testsubstrat mit einer 100 nm dicken SiO₂-Schicht eine Minute lang geätzt wurde, und man nach dem Ätzen feststellen konnte dass sich kein SiO₂ mehr auf dem Testsubstrat befand. Ebenso konnte eine thermisch erzeugte SiO₂-Schicht mit einer Dicke von 250 nm auf einem Testsubstrat in einer Zeitspanne von 2,5 min entfernt werden, was ebenfalls der angegebenen Ätzrate entspricht.

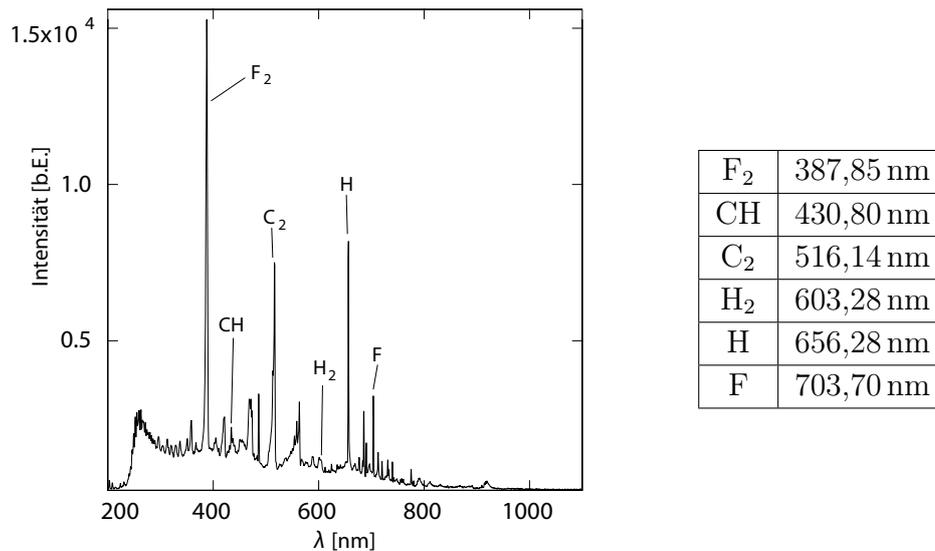


Abb. 4.6: Links: Emissionsspektrum des CHF₃-Plasmas während des SiO₂-Ätzprozesses. Rechts: Emissionslinien einiger Plasmaspezies [Wei02].

4.3.1 Emissionsspektrum des CHF₃-Plasmas

Abbildung 4.6 zeigt das gemessene Emissionsspektrum des CHF₃-Plasmas während des SiO₂-Ätzprozesses. In der Abbildung sind hierbei die Linien einiger im Plasma enthaltener Moleküle und Atome markiert. Die zugehörigen Wellenlängen dieser Linien sind ebenfalls in der Abbildung zu finden. Das Spektrum wurde bei einer Integrationszeit von 100 ms durch Mittelung über zehn Aufnahmen gemessen. Prinzipiell sollte bei diesem Prozess eine Endpunktdetektion anhand der oben gezeigten Linien möglich sein. Allerdings konnte eine solche Endpunktdetektion im zeitlichen Rahmen dieser Arbeit nicht realisiert werden, da bei keinen der durchgeführten Ätzprozesse eine eindeutige Signatur im zeitlichen Verlauf der Emissionslinien beobachtet werden konnte. Abbildung 4.7 zeigt beispielsweise den zeitlichen Intensitätsverlauf der Linien bei 358,16 nm, 387,85 nm, 420,29 nm und 703,68 nm beim Ätzen einer 100 nm dicken (links) und einer 250 nm dicken (rechts) SiO₂-Schicht. Die auffälligste Signatur zeigt die F₂-Linie bei 387,52 nm, die in den ersten 30 s-45 s des Prozesses zunächst stark ansteigt und anschließend tief abfällt. Die restlichen Linien bleiben jeweils weitgehend konstant. Aufgrund mangelnder Statistik ist schwer zu sagen, ob der Abfall oder die Position des Maximums dieser Linie als Endpunktkriterium verwendet werden kann. Dazu muss in einer Fortführung dieser Arbeit der Verlauf der Linien für weitere Schichtdicken aufgenommen und mit dem vorliegenden Verlauf verglichen werden. Interessant ist, dass die Fluor-Linie bei 703,68 nm keine Signatur zeigt, obwohl die Fluorradikale maßgeblich für der Reaktion mit dem Silizium verantwortlich sind. Dies kann jedoch auch mit der relativ niedrigen Integrationszeit von

200 ms zusammenhängen, bei der die Intensitäten der einzelnen Linien aufgenommen wurden. Zudem sollten zukünftig alle in 4.6 aufgeführten Linien aufgezeichnet werden um zu ermitteln, ob bei diesen eindeutig zugeordneten Plasmaspezies ein Erreichen des Endpunkts sichtbar wird.

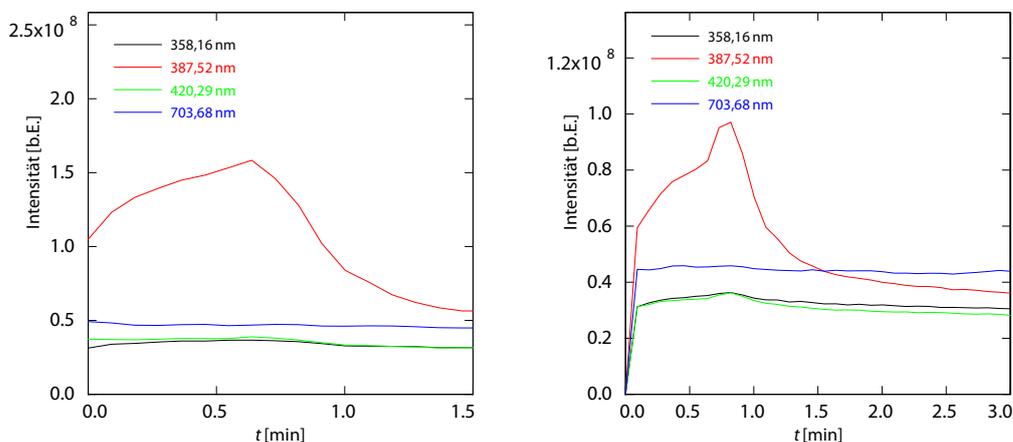


Abb. 4.7: Zeitlicher Verlauf der Linien bei 358,16 nm, 387,85 nm, 420,29 nm und 703,68 nm beim Ätzen einer 100 nm dicken (links) und 250 nm dicken (rechts) SiO₂-Schicht.

4.3.2 Realisierung elektrischer Durchkontaktierungen

Für die Zukunft ist es in der Arbeitsgruppe geplant, mit Hilfe dieses Ätzprozess ein Verfahren zur Herstellung von elektrischen Durchkontaktierungen zu realisieren. Dabei soll zur Kontaktierung zweier durch Siliziumdioxid voneinander isolierten Schichten aus Niob an der gewünschten die Isolierung durch Trockenätzen entfernt werden. Gegenüber einem Lift-Off-Prozess bietet das den Vorteil, dass sich sauberere Kantenprofile ergeben, da gerade mittels Lift-Off-Verfahren erzeugte SiO₂-Schichten zu scharfen Kanten neigen. Dies ermöglicht prinzipiell die Herstellung von Durchkontaktierungen mit einer Größe von 2 μm x 2 μm , die bedeutend kleiner wären als die momentan in der Arbeitsgruppe verwendeten 5 μm x 5 μm großen Durchkontaktierungen. Außerdem würde bei einem Trockenätzprozess die aufwändige Reinigung des Substrats von abgelösten SiO₂-Partikeln und Lackresten entfallen. Letztere müssen teilweise mechanisch durch den Einsatz von Wattestäbchen entfernt werden. Hierbei ist die Gefahr auf dem Wafer befindliche Strukturen zu beschädigen jedoch sehr hoch. Die Endpunktdetektion wäre bei diesem Prozess dahingehend essentiell, da sichergestellt werden muss, dass das SiO₂ an den gewünschten Stellen zuverlässig entfernt werden kann. Damit kann gewährleistet werden, dass zwischen den zwei zu verbindenden Leiterbahnen ein supraleitender Kontakt entstehen kann.

4.4 Si-Kryoätzen mit Schwefelhexafluorid und Sauerstoff

Bei der Herstellung von metallischen magnetischen Kalorimetern müssen teilweise sehr tiefe Strukturen in das Substrat geätzt werden. Hierbei müssen einige hundert Mikrometer des Substratmaterials in vertikaler Richtung abgetragen werden. Diese Technik kann zum Beispiel dazu genutzt werden, elektrische oder thermische Kontaktierungen durch das Substrat hindurch zu realisieren oder verschiedene Bereiche auf dem Substrat thermisch voneinander zu entkoppeln. Dabei ist essentiell, ein hoch anisotropes Ätzprofil zu erzeugen, da insbesondere beim Durchätzen von der Rückseite des Substrats aus benachbarte Strukturen beschädigt werden könnten. In diesem Fall muss also besonders auf den Schutz der vorderseitig aufgebracht Strukturen geachtet werden. Konkret war dies bei der Herstellung eines großflächigen Photodetektors [Has14] mit der internen Bezeichnung P1-Detektor nötig, bei dem zur Einstellung der Thermalisierungseigenschaften des Detektors ein durch vier 1 mm breite Stege unterbrochener 100 Mikrometer weiter Ring von hinten durch den Wafer geätzt werden musste. Bei dem sogenannten maXs-30-Detektor, bei dem es sich um einen Röntgendetektor für Röntgenphotonen mit Energien bis 30 keV handelt, sollte hingegen eine Reihe von Löchern in das Substrat geätzt werden, durch die nach anschließender Füllung der Löcher mit galvanisch abgeschiedenem Gold eine thermische Kontaktierung der Vorder- und Rückseite geschaffen werden sollte. Der für das Durchätzen von Silizium-Substraten verwendete Prozess sollte zum einen ein stark anisotropes Ätzprofil erzeugen und zum anderen aufgrund der Dicke des abzutragenden Materials eine möglichst hohe Ätzrate besitzen. Da hierfür verglichen mit Ätzprozessen mit moderater Ätzrate eine um Größenordnungen höhere Zahl an Ionen erforderlich ist, wurde bei dem verwendeten Prozess ein sehr hoher Gasfluss von über 100 sccm SF₆ verwendet. Die Prozessparameter dieses Kryoätzprozesses sind in Tabelle 4.4 aufgelistet.

Tab. 4.4: Prozessparameter Si-Kryoätzen

Temperatur	Reaktordruck	Gasfluss SF ₆ /O ₂	ICP-Leistung	HF-Leistung
-90 °C	1,5 Pa	125/9 sccm	500 W	15 W

Wie beim Ätzen von Niob findet auch bei diesem Prozess der Abtrag durch chemische Reaktion mit Fluor-Radikalen statt:



Um ein anisotropes Ätzprofil zu erhalten, wird ein kleiner Teil Sauerstoff zum Schwefelhexafluorid gemischt, wodurch sich an den Seitenwänden eine wenige Nanometer dicke SiO_yF_z-Schicht (Seitenwandpassivierung) bildet: Da diese Schicht jedoch erst

bei Temperaturen unter etwa $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausreichend stabil ist [Mel05], wird das Substrat während des Prozesses auf einer Temperatur von $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ gehalten.



Ein Reaktor, in dem dieser Prozess durchgeführt wird, muss prinzipiell nicht gereinigt werden, da sich keine nicht-flüchtigen Ätzprodukte bilden, welche sich auf den Reaktorwänden niederschlagen könnten. Selbst atomarer Schwefel, der mit dem im Plasma enthaltenen Sauerstoff zu Schwefeldioxid reagiert wird mit dem Prozessgas abgepumpt [Wal01].

Zur Strukturierung der Ätzmaske wurde bei diesem Prozess eine zwei Mikrometer dicke Aluminiumhartmaske verwendet, da Fotolacke bei in der Regel beim Abkühlen auf eine Temperatur von $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ zerbrechen und somit als Maske nicht brauchbar sind. Da sich in Vorversuchen gezeigt hat, dass die auf der Vorderseite befindlichen Strukturen durch die Aluminium-Hartmaske angegriffen werden, wurde die Maske auf der Rückseite aufgebracht und die Schlitze von der Rückseite aus durch das Substrat geätzt. Die Hartmaske wurde mit dem Fotolack AZ5214E strukturiert und nasschemisch geätzt. Um ausreichend thermischen Kontakt zwischen dem Wafer und dem Substrat-Halter zu schaffen ohne hierbei die Wafer-Vorderseite zu beschädigen, wurde der Wafer zum Schutz mit Fotolack (AZ2070⁴) bedeckt und mit Tieftemperaturvakuumfett⁵ auf dem Substrat-Halter befestigt. Leider wurde bei zwei von drei Testwafern festgestellt, dass bei dieser Vorgehensweise die auf der Vorderseite befindlichen Strukturen stark beschädigt und somit unbrauchbar wurden. Konkret haben nach dem Ätzprozess Teile der auf der Vorderseite liegenden Niobstrukturen gefehlt, wie in Abbildung 4.8 zu sehen ist. Die Abbildung zeigt auch, dass der Fotolack beim Abkühlen auf die Prozesstemperatur beschädigt wird. Mögliche Gründe für die Beschädigung der Strukturen auf der Vorderseite sind zum Beispiel das Verkratzen der Strukturen beim Lösen des Wafers vom Substrathalter oder thermische Verspannungen im Lack. Hierfür müsste jedoch die Lackhaftung auf Niob besser als die Haftung von Niob auf dem Substrat sein. Sich in der Kälte zusammenziehender Lack würde dann das Niob vom Substrat reißen. Obwohl diese Erklärung Prinzipiell denkbar ist, widerspricht sie der Erfahrung in der Arbeitsgruppe, dass Niob eine sehr gute Haftung auf dem verwendeten Substrat besitzt. Ferner konnte diese Erklärung ausgeschlossen werden, indem strukturierte und schutzbelackte Testwafer mit Vakuumfett auf dem Substrathalter befestigt und dieser mit flüssigem Stickstoff in sehr kurzer Zeit abgekühlt wurde. Es hat sich hierbei gezeigt, dass in diesem Fall die Niobstrukturen nicht beschädigt werden. Zusätzlich zu der Beschädigung von Strukturen wurde beobachtet, dass sich Wafer erheblich auf dem Substrathalter verschoben ha-

⁴MicroChemicals GmbH

⁵Apiezon Products N Grease, M&I Materials LTD

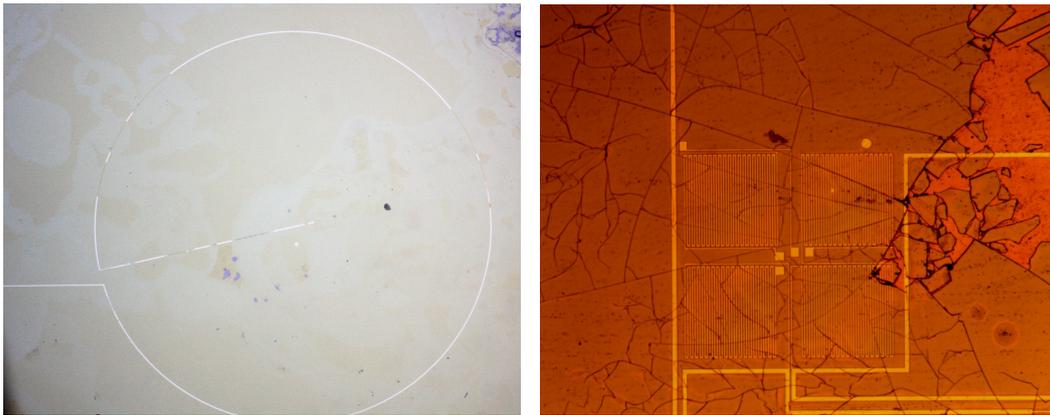


Abb. 4.8: (Links) Mikroskopische Aufnahme eines Ausschnitts des P1-Detektors. Es ist deutlich zu erkennen, dass Teile der Leitungen aus Nb nach dem Ätzprozess nicht mehr vorhanden sind. (Rechts) Mikroskopische Aufnahme eines anderen Substrats, bei dem zu erkennen ist, dass der zum Schutz der Oberfläche verwendete Fotolack (AZ2070) beim Abkühlen auf die Prozesstemperatur beschädigt wird.

ben und im Einzelfall sogar herumgedreht wurden. Als Grund dafür wurden kleine Luftpneinschlüsse im Vakuumfett vermutet, welche beim Erzeugen des Hochvakuums im Reaktor expandieren. Diese Verschiebungen des Wafers gaben Grund zur Annahme, die Strukturen könnten im Reaktor freigelegt sein, sodass sie von Fluor-Radikalen angegriffen werden können. Um dies zu verhindern wurde der Wafer auf dem Substrathalter mit Glycerin befestigt, da dieses bei $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ noch zähflüssig ist und der Wafer so frei schwimmt. Zusätzlich wurde die Vorderseite mit dem Fotolack AZ 6632⁶ schutzbelackt. Um Beschädigungen der Strukturen durch thermische Verspannungen im Lack gänzlich auszuschließen geschah dies nicht vollflächig. Stattdessen wurden drei quadratische Flächen ($12\text{ mm} \times 12\text{ mm}$) strukturiert, welche einen mechanischen Kontakt zum Substrat-Halter verhindern sollten.

Das größte Problem bei der Etablierung des Prozesses sind die nicht reproduzierbaren Ätzraten. Die in Tabelle 4.4 zusammengefassten Parameter entstammen einer Empfehlung des Herstellers, mit der Angabe einer Ätzrate von $3\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$. Diese konnte zwar im Einzelfall bestätigt werden, jedoch gab es vor allem beim Ätzen der P1-Detektoren erhebliche Stabilitätsprobleme mit dem Plasma, wobei die Ätzraten deutlich schlechter wurden und das Durchätzen insgesamt etwa 18 Stunden dauerte. Die Instabilität des Plasmas wurde zu einem in der stark schwankenden ICP-Leistung und zum anderen in der reflektierten Leistung sichtbar, die im Optimalfall bei 0 W liegt, bei den erwähnten Prozessen allerdings nicht unter 9 W einzustellen war. Die ICP-Leistungen eines stabilen beziehungsweise unstabilen Prozesses sind in Abbildung 4.9 zu sehen, wobei auffällt, dass die ICP-Leistung beim instabilen

⁶MicroChemicals GmbH

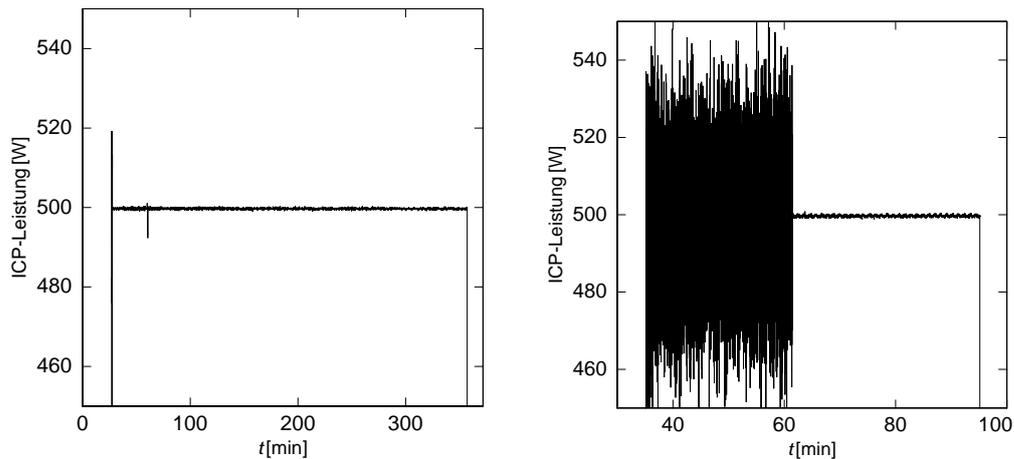


Abb. 4.9: Zeitlicher Verlauf der ICP-Leistung eines stabilen Prozesses (links) und eines stark unstabilen Prozesses (rechts).

Prozess stark um den eingestellten Wert von 500 W schwankt, bis das Plasma nach circa 25 min stabilisiert wurde, wobei zu erkennen ist, dass sie auch danach noch regelmäßig schwankte. In diesen Fällen musste der Impedanzabgleich an der HF-Anpassungselektronik manuell durchgeführt werden. Es kam jedoch vor, dass ein Plasma über mehrere Stunden stabil lief und danach instabil wurde. Grund dafür könnte ein Regelungsproblem der HF-Anpassungselektronik sein, dem momentan auf den Grund gegangen wird.

4.4.1 Emmisionsspektrum des SF_6/O_2 -Plasmas

Abbildung 4.10 zeigt das Emissionsspektrum des beim Tiefätzen von Silizium verwendeten SF_6/O_2 -Plasmas. Links ist das gesamte Spektrum zu sehen, rechts ist nur ein Ausschnitt dargestellt, auf dem die Linien der Ätzprodukte (SiF/SiF_2) zu sehen sind. Das Gesamtspektrum wurde mit einer Integrationszeit von 500 ms, der Ausschnitt mit 1000 ms erstellt, wobei beide Spektren über zehn Aufnahmen gemittelt wurden. Das Siliziumfluorid zeigt einige charakteristische Linien ebenfalls in Abbildung 4.10 (rechts) aufgelistet sind [Gu14].

Diese Linien können potenziell zur Endpunktdetektion genutzt werden. Ebenfalls zu sehen sind die Fluor-Linie bei 703,70 nm und die Schwefellinie bei 921,22 nm. Leider konnte bis zum Ende dieser Arbeit keine eindeutige Endpunktssignatur aufgenommen werden, was durch starkes Rauschen der Intensitäten bedingt ist. Dies könnte durch die Optimierung der Integrationszeit und Mittelung der Intensitäten verbessert werden. Der Verlauf der Fluor-Linie ist beispielhaft in Abbildung 4.11 zu sehen. Anders als beim Niob-Ätzen ist hierbei momentan keine wesentliche Änderung der

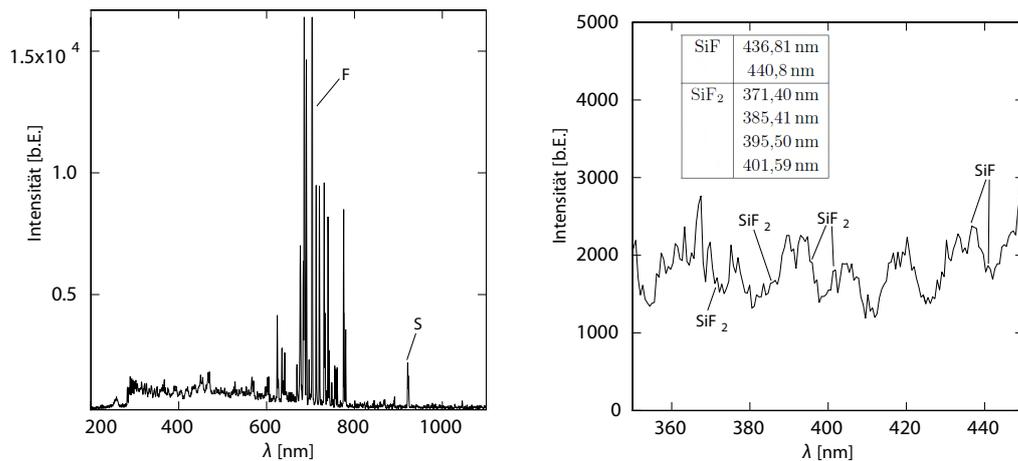


Abb. 4.10: Links: Emissionsspektrum des SF₆/O₂-Plasmas beim Si-Tiefätzen. Rechts: Vergrößerung des Spektrums zwischen 350 nm und 450 nm zur Darstellung der Linien der Ätzprodukte.

Intensität festzustellen, obwohl das Substrat nach dem Ende der Ätzzeit durchgeätzt war.

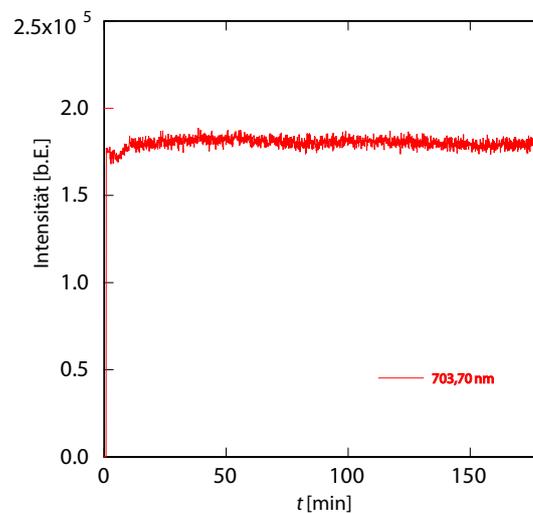


Abb. 4.11: Intensität der Fluor-Linie während eines Si-Ätzprozesses.

4.4.2 maXs30 Durchätz-Test

Der maXs30-Detektor ist ein zweidimensionales Mikrokalorimeterarray, bei dem es nötig ist, zu Thermalisierungszwecken Löcher in das Substrat zu ätzen, sodass Vorder- und Rückseite thermisch kontaktiert werden können. Abbildung 4.12 zeigt ein mit

einem Rasterelektronenmikroskop aufgenommenes Bild von erfolgreich in ein Si-Substrat geätzten Löchern. Ihr Durchmesser beträgt 200 Mikrometer. Am oberen Rand ist zu erkennen, dass sich die Löcher etwas aufweiten, da die Ätzmaske unterätzt wurde. Dies könnte an diesen Stellen fehlendes thermisch oxidiertes Siliziumdioxid sein, bei dem möglicherweise die Seitenwandpassivierung nicht erfolgreich war und dieses daher abgetragen wurde.

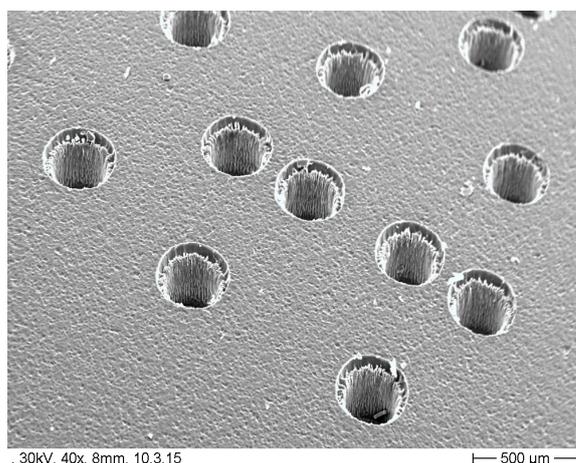


Abb. 4.12: REM-Aufnahme durchgeätzter Löcher

4.4.3 Der durchgeätzte P1-Detektor

Abbildung 4.13 zeigt links die Vollaufnahme eines Durchgeätzten P1-Detektors. Rechts ist eine Detailaufnahme der Schlitze zu sehen. In diesem Fall wurden sie nicht völlig

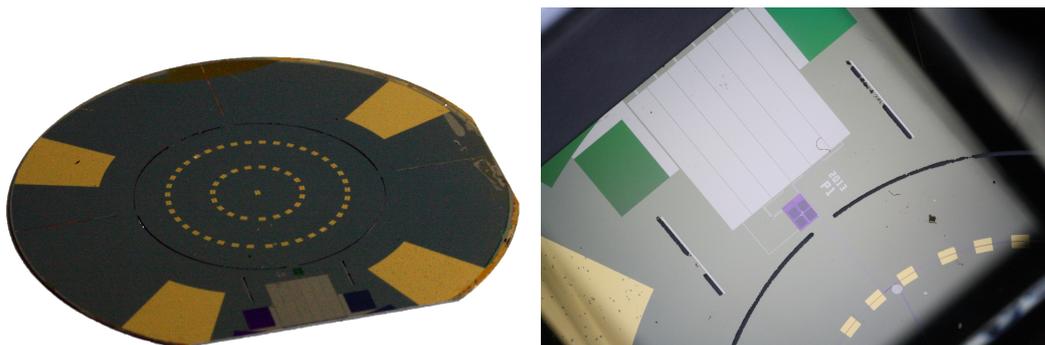


Abb. 4.13: Links: Durchgeätzter P1-Detektor. Rechts: Detailaufnahme der Schlitze.

durchgeätzt, es blieb teilweise eine sehr dünne und poröse Schicht übrig. Bei dieser handelt es sich um Siliziumdioxid, von dem etwa 250 nm auf beiden Seiten des verwendeten thermisch oxidierten Substrats waren. Siliziumdioxid wird beim zum Durchätzen verwendeten Prozess sehr viel langsamer abgetragen als reines Silizium,

was der Grund für das Übrigbleiben dieser dünnen Schicht gewesen ist. Üblicherweise würde diese Schicht durch Überätzen im SF_6/O_2 -Plasma abgetragen, zukünftig könnte nach erfolgreicher Endpunktdetektion ein CHF_3 -Plasma zur Entfernung dieser Schicht verwendet werden. Auch hier tritt das Problem des Unterätzens des Aluminiumhartmaske auf, wodurch die Schlitze breiter wurden als sie von der Maske vorgegeben waren. Dies kann dadurch bedingt sein, dass die Wafer teilweise zur Sichtkontrolle mehrfach aufgewärmt wurden, oder dass die Verhältnisse von Schwefelhexafluorid und Sauerstoff noch nicht optimal eingestellt sind. Leider gab es bei zwei P1-Detektoren trotz aller getroffenen Vorkehrungen Beschädigungen der Strukturen auf der Vorderseite. Bei einem der beiden Wafer löste sich aus ungeklärten Gründen die Niob-Lage auf den Sensoren ab, so dass die Leitung unterbrochen war, beim anderen entstand ein Krater in der Lastinduktivität, wodurch diese nur noch zur Hälfte genutzt werden konnte.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Metallische magnetische Kalorimeter sind hochauflösende Tieftemperaturteilchendetektoren. Ihr Detektionsprinzip basiert auf dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik, wobei jeder Energieeintrag in den Detektor zu einer messbaren Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Temperatursensors führt. Die heutige Mikrostrukturtechnik erlaubt die Massenproduktion identischer Detektoren. Hierbei sind Ionenätzprozesse ein wichtiger Bestandteil des Fertigungsprozesses, durch die Strukturen im Mikrometerbereich reproduzierbar und mit hoher Strukturtreue hergestellt werden können.

In dieser Arbeit wurden vier der momentan in der Arbeitsgruppe eingesetzten Ionenätzprozesse vorgestellt und die jeweils durchgeführten Optimierungen ausführlich diskutiert. Dabei wurde sowohl auf auftretende Probleme auf Seite der Trockenätzanlage, als auch auf prozessspezifische Probleme hinsichtlich der Substrat-Handhabung eingegangen. Desweiteren wurde für die verschiedenen Prozesse die Möglichkeit einer Endpunktdetektion mittels optischer Emissionsspektroskopie evaluiert und, sofern es für den jeweiligen Prozess bereits möglich war, umgesetzt.

Beim physikalischen Ätzen von Gold mit Hilfe von Argon-Ionen wurde festgestellt, dass bei diesem Prozess aufgrund der chemischen Inertheit von Gold keine Endpunktdetektion mittels optischer Emissionsspektroskopie (OES) gemacht werden kann. Die momentan empirisch bestimmte Ätzrate von 8 nm/min wird in zukünftigen Beobachtungen des Prozesses überprüft und sofern nötig korrigiert werden. Für die Zukunft soll angestrebt werden, gezielt den Ätzbeginn der unter dem Gold befindlichen Schicht zu detektieren, in dem das entsprechende Prozessgas zu einem kleinen Teil zu dem beim Gold-Ätzen verwendeten Argon hinzugemischt wird. Sobald die Goldschicht vollends abgetragen ist, setzt der Folgeprozess ein, dessen Beginn mittels optischer Emissionsspektroskopie sehr genau bestimmt werden kann.

Beim reaktiven Ätzen von Niob mit Schwefelhexafluorid konnte die bereits von Adelerhof genutzte Fluorlinie bei 703,68 nm erfolgreich zur Endpunktdetektion eingesetzt werden. Zusätzlich konnte im Prozess ein Detektionsalgorithmus implementiert werden, der die zuverlässige Detektion des Endpunkts bei Schichten ab einer Dicke von 125 nm Niob erlaubt. Grundsätzlich sollte der Algorithmus auch für dünnere Schichten funktionieren, entsprechende Tests wurden im Rahmen dieser Arbeit allerdings noch nicht durchgeführt. Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass die Ätzrate hierbei nicht allein von der Schichtdicke, sondern auch von der zu ätzenden Fläche abhängig ist. Zukünftig soll ein gleichwertiger Prozess mit Tetrafluormethan etabliert werden, bei dem durch die Zugabe einer kleinen Menge Sauerstoff schräge Kanten-

profile erzeugt werden können. Dadurch wäre es möglich, Isolationsschichten aus SiO_2 in ihrer Dicke weiter zu reduzieren, da keine hohen Stufen überwunden werden müssten.

Zum Ätzen von Siliziumdioxid wurde ein Prozess auf Basis von Trifluormethan etabliert. Dieser wurde verwendet, um durch thermische Oxidation aufgebracht SiO_2 auf Substraten zu entfernen. Es gibt Hinweise auf die Möglichkeit der Endpunktdetektion, die in nachfolgenden Arbeiten bestätigt werden müssen. Desweiteren soll auf diesem Prozess aufbauend ein Verfahren zur Herstellung elektrischer Durchkontaktierungen entwickelt werden, welches den herkömmlichen Lift-Off-Prozess ersetzen soll. Man verspricht sich davon sowohl sauberere Kantenprofile, als auch kleinere Durchkontaktierungsflächen.

Ein Kryo-Ätzprozess zum Tiefätzen von Silizium wurde ebenfalls etabliert. Sowohl die Endpunktdetektion, als auch die Reproduzierbarkeit der Ätzrate bleiben zukünftig realisierbare Ziele. Es wurde festgestellt, dass die Seitenwandpassivierung beim Ätzen des P1-Detektors nicht optimal funktioniert hat. Technische Probleme an der Trockenätzanlage scheinen der Grund dafür zu sein, denen bereits auf den Grund gegangen wird. Sobald dies geschehen ist kann auch überprüft werden, ob die vom Hersteller vorgeschlagenen Parameter hinsichtlich einer Verbesserung der Ätzrate und Strukturtreue weiter angepasst werden können. Die zuverlässige Etablierung dieses Prozesses ist sowohl für die Herstellung eines großflächigen Photon-Detektors (P1) [Has14], eines Phonon-Photon-Detektors [Hen15] als auch für ein hochauflösendes 2D-Röntgendetektorarray (maXs30) von großer Bedeutung.

Im Rahmen dieser Arbeit konnten somit viele der aktuell in der Arbeitsgruppe zur Herstellung magnetischer Kalorimeter verwendeten Trockenätzprozesse entweder erstmals umgesetzt oder prozesstechnisch optimiert werden. Damit ist ein bedeutender Schritt auf dem Weg zur Herstellung großer Detektorarrays, die aus identischen Detektoren bestehen, getan, durch den zu erwarten ist, dass große Arrays aus magnetischen Kalorimetern zukünftig in einer Vielzahl von Experimenten eingesetzt werden.

A. Detektionsalgorithmus für Niob

```
52= Ätzbeginn
53=HF-Generator ein Leistung 50,0 W
54=Quelle ein 100,0 W
55= Schleifen zur Endpunktsbestimmung
56= Anstiegsschleife: IMAX wird bestimmt
57= indem L_Monitor so lang überschrieben
58= wird so lang gilt L_Monitor>IMAX
59=uploop
60=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
61=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
62=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
63=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
64=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity IMAX;0;703,58
65=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
66=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
67=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity IMAX;0;703,58
68=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
69=IF L_1 < L_2 GOTO uploop
70= Abfallsschleife: So lang die Intensität
71= fällt bleibt man in der Schleife. Falls
72= Rauschen einen Anstieg erzeugt geht
73= es weiter in die Check loops, welche
74= dann den Anstieg überprüfen.
75=CALC ITH = 0,95*IMAX
76=downloop
77=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
78= Messung
79=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
80=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
81=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
82= Messung
83=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
84=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
85=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
86=CALC DIST21 = L_2-L_1
87=IF DIST21 < 0 GOTO downloop
88=Check1
89=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
90= Messung
91=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
92=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
93=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
94= Messung
95=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
96=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
97=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
98=CALC DIST21 = L_2-L_1
99=IF DIST21 < 0 GOTO downloop
100=Check2
101=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
102= Messung
103=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
104=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
105=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
106= Messung
107=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
108=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
109=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
110=CALC DIST21 = L_2-L_1
111=IF DIST21 < 0 GOTO downloop
112=Check3
113=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
114= Messung
115=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
116=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
117=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
118= Messung
119=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
120=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
121=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
122=CALC DIST21 = L_2-L_1
123=IF DIST21 < 0 GOTO downloop
124=Check4
125=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
126= Messung
127=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
128=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
129=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
130= Messung
131=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
132=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
133=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
134=CALC DIST21 = L_2-L_1
135=IF DIST21 < 0 GOTO downloop
136=Check5
137=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
138= Messung
139=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
140=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
141=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
142= Messung
143=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
144=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
145=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
146=CALC DIST21 = L_2-L_1
147=IF DIST21 < 0 GOTO Check5
148=Check6
149=IF time-STARTTIMESECU > SECUTIME GOTO Timeout
150= Messung
151=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
152=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_1;0;703,58
153=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
154= Messung
155=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
156=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_2;0;703,58
157=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
158=CALC DIST21 = L_2-L_1
159=IF DIST21 < 0 GOTO Check5
160=Endpoint
161=IF L_Monitor < ITH GOTO Check5
162=CALC STARTTIME = time
163=Quelle ein 95,0 W
164=Overetch
165=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Measure ERROR;0;200;5
166=USER S AvaspecPlug.Avaspec.Get_Intensity L_MONITOR;0;703,58
167=IF time-STARTTIME < OVERETCHTIME GOTO Overetch
168=Timeout
```

Abb. A.1

Literaturverzeichnis

- [Ade93] D. ADELERHOF, M. BIJLSMA, P. FRANSEN, T. WEIMAN, J. FLOKSTRA und H. ROGALLA. *Fabrication of Nb/Al,AlO_x/Al/Nb Josephson tunnel junctions using reactive ion etching in {SF₆}*. Physica C: Superconductivity, **209** (4), 477 – 485. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/0921-4534\(93\)90563-6](http://dx.doi.org/10.1016/0921-4534(93)90563-6). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0921453493905636>. 1993.
- [Cas91] A. M. CASANOVAS, J. CASANOVAS, V. DUBROCA, F. LAGARDE und A. BELARBI. *Optical detection of corona discharges in SF₆, CF₄, and SO₂ under dc and 50Hz ac voltages*. Journal of Applied Physics, **70** (3). 1991.
- [Fra03] G. FRANZ. *Niederdruck-Plasmen und Mikrostrukturtechnik*. Engineering online library (Springer Berlin Heidelberg). ISBN 9783540407652. URL <https://books.google.de/books?id=ZgWtvJnfhxsC>. 2003.
- [Gu14] J. M. GU, P. THADESAR, A. DEMBLA, M. BAKIR, G. MAY und S. J. HONG. *Endpoint Detection in Low Open Area TSV Fabrication Using Optical Emission Spectroscopy*. Components, Packaging and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on, **4** (7), 1251–1260. doi:10.1109/TCPMT.2014.2323070. 2014.
- [Has14] C. HASSEL. *Entwicklung eines großflächigen Photonendetektors mit paramagnetischem Temperatursensor für szintillatorbasierte 0νββ-Experimente*. Masterarbeit, Universität Heidelberg. 2014.
- [Hen15] S. HENDRICKS. *Entwicklung eines kombinierten Phononen-Photonen-Detektors für szintillatorbasierte 0νββ-Experimente*. 2015.
- [Hil99] U. HILLERINGMANN. *Silizium-Halbleitertechnologie*. Teubner-Studienbücher : Elektrotechnik (Teubner, Stuttgart ; Leipzig), 2., überarb. und erw. Aufl. Auflage. ISBN 3-519-10149-1 ; 978-3-519-10149-9. Literaturverz. 1999.
- [Liu02] C. LIU und B. ABRAHAM-SHRAUNER. *Plasma-etching profile model for SiO₂ contact holes*. Plasma Science, IEEE Transactions on, **30** (4), 1579–1586. doi:10.1109/TPS.2002.804166. 2002.

- [Mel05] X. MELLHAOUI, R. DUSSART, T. TILLOCHER, P. LEFAUCHEUX, P. RANSON, M. BOUFNICHEL und L. J. OVERZET. *SiOxFy passivation layer in silicon cryoetching*. Journal of Applied Physics, **98** (10), 104901. URL <http://www.redi-bw.de/db/ebSCO.php/search.ebscohost.com/login.aspx%3fdirect%3dtrue%26db%3daph%26AN%3d19214965%26site%3dehost-live>. 2005.
- [Wal01] M. J. WALKER. *Comparison of Bosch and cryogenic processes for patterning high-aspect-ratio features in silicon*. doi:10.1117/12.425288. URL <http://dx.doi.org/10.1117/12.425288>. 2001.
- [Wei02] D. WEI, Y. CHAO, C. SHAN-HUA und N. ZHAO-YUAN. *Characteristics of C₂ Radical in CHF₃ and CF₄ Electron Cyclotron Resonance Plasmas Studied by Optical Emission Spectroscopy*. Plasma Science and Technology, **4** (6), 1535. URL <http://stacks.iop.org/1009-0630/4/i=6/a=005>. 2002.

Erklärung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den 28.07.2015

.....

(Gilles Möhl)