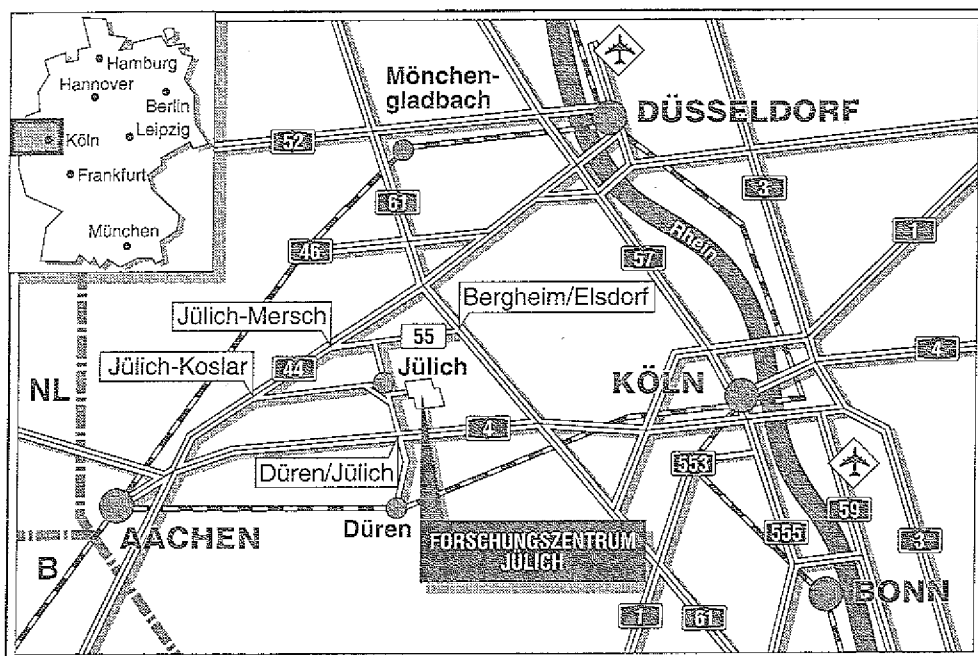


Institut für Plasmaphysik
Assoziation EURATOM-KFA

**Reflektometrie mit Lichtleitern zur
direkten Beobachtung des Wachstums
dünner Schichten in TEXTOR**

Felix Weschenfelder



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2793

ISSN 0944-2952

Institut für Plasmaphysik Jülich-2793

Assoziation EURATOM-KFA

D61 (Diss. Universität Düsseldorf)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Reflektometrie mit Lichtleitern zur direkten Beobachtung des Wachstums dünner Schichten in TEXTOR

Felix Weschenfelder

Abstract

In future fusion reactors the net erosion of wall material will determine the lifetime of the first wall in a critical way. It is a balance between primary erosion and redeposition depending on the local plasma parameters. Only the control of these processes will enable a long time operation. In situ techniques to measure erosion and deposition are highly desired in order to improve the understanding and modelling. So far, only ex-situ measurements on wall components are reported which had been exposed in the scrape-off-layer (SOL) to many tokamak discharges, making the detailed understanding of the observations difficult.

A new technique has now been developed which is based on the interference of light on the thin semi-transparent layers of the redeposited material. The film (a-C:H, a-C/B:H) is formed by co-deposition of carbon, boron and hydrogen. It is deposited on a glass substrate. The end face of a two armed fibre optic bundle is attached to the backside of the substrate. The first arm of the bundle guides monochromatic light to the substrate, where its interference at the two interfaces glass/film and film/vacuum causes a certain reflected intensity. This is guided back by the second arm of the fibre optic bundle and detected by a photodiode. The reflected intensity is related to the actual film thickness which can grow up to more than 10 nm per discharge. Because of the difference in the refractive indices (glass: 1.5, a-C:B/H: 1.7-2.2), the reflected intensity is high (12-28%).

The observation of the reflected intensity from the backside of the target is independent of erratic target motions which would highly disturb interferometry or ellipsometry made from the front side over long observation distances (meters) and through windows as it will be unavoidable in fusion machines. The method has been tested in laboratory experiments including the characterization of the optical constants of a-C:H and a-C/B:H by ellipsometry. The thickness resolution is in the nanometer range. The results show that the method is applicable in TEXTOR.

For the first application, the Stockholm-TEXTOR collector probe system has been equipped with a fibre optic system and quartz targets located inside a graphite housing behind a slit. The quartz plates are exposed in the SOL of TEXTOR with their surfaces oriented perpendicular to the toroidal field direction. They can be changed after an exposure for further analysis. First exposures were made discharge by discharge observing the reflected intensities up to higher orders of interference due to the incremental growth of the deposit (up to ~500nm). Analysis of the extremal values provide an estimation of the optical constants and the calculation of the reflected intensity depending on thickness. By comparison, changes in the growth rates were determined with typical values of 2-3nm/s a few centimeters in the SOL.

First results show that the deposition rates in the SOL of TEXTOR decrease in ohmic discharges with increasing central plasma density suggesting that the sputter erosion at the limiters is the major source for the collected carbon. If trimethylboron is used instead of Deuterium (D_2) as fuelling gas the rates increase at higher densities. This is due to the carbon additionally introduced by the $B(CD_3)_3$ molecules. It shows that the wall elements can be covered with a protecting deposit during the tokamak discharge itself without a significant change in the central plasma parameters.

1. The first step in the process is to identify the problem or issue that needs to be addressed. This involves gathering information and understanding the context of the problem.

Inhalt

1. Einleitung	1
1.1 Die Plasma-Wand-Wechselwirkung	4
1.2 Der Jülicher Tokamak TEXTOR	7
1.3 Messung der Erosion und Redeposition in Tokamaks	10
1.3.1 Messungen an TEXTOR	10
1.3.1.1 Die Stockholm-TEXTOR-Sonde	10
1.3.1.2 Messung der Deposition metallischer Verunreinigungen auf den Graphitlimitern in TEXTOR	14
1.3.2 Messungen an JET	16
1.3.3 Messungen an DIII-D	19
1.4 Mögliche in situ Verfahren zur Messung von Erosion und Deposition	20
1.4.1 Verwendung radioaktiver Marker	20
1.4.2 Speckle Interferometrie	21
1.4.3 Interferenz-Farbanalyse	22
1.4.4 Reflektometrie und Ellipsometrie	22
1.5 Zielstellung der neuen Meßmethode	23
2. Reflektometrie mit Lichtleitern	25
2.1 Experimentelle Grundlagen	25
2.2 Erwartetes Auflösungsvermögen	28
3. Theoretische Grundlagen	30
3.1 Berechnung der Reflektivität	30
3.1.1 Ebene Wellen in einem geschichteten Medium	30
3.1.2 Charakteristische Matrix	33
3.1.3 Reflektionskoeffizient	34
3.2 Ellipsometrie	37
3.2.1 Die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ	37
3.2.2 Messung der Winkel Ψ und Δ	38
3.2.3 Bestimmung der optischen Konstanten n , k und der Dicke d einer Schicht mittels Ellipsometrie	41
3.2.4 Messungen an Mehrschichtsystemen	44
4. Laborexperimente	45
4.1 Versuchsaufbau	45
4.1.1 Plasmakammer	45
4.1.2 Lichtleiter	45
4.1.3 Glasprobe	46
4.1.4 Lichtquelle und Intensitätsmessung	47
4.1.5 Einfluß eines Luftspalts an Lichtleiterschnittstellen	47
4.1.5.1 Schnittstelle Faserbündel-Quarzprobe	48
4.1.5.2 Schnittstelle zwischen zwei Faserbündel-Lichtleitern	50
4.2 Ergebnisse	52
4.2.1 Schichtabscheidung in einer Hochfrequenzentladung mit angelegter Gleichspannung	52
4.2.2 Schichtabscheidung in einer reinen Hochfrequenzentladung	57
4.3 Zusammenfassung der Laborergebnisse	60

5. Realisierung der Meßmethode an TEXTOR	61
5.1 Vorversuche an TEXTOR	61
5.2 Umbau der Stockholm-TEXTOR-Sonde	65
5.2.1 Lichtleiter	67
5.2.2 Umbau des Trägerrohres	69
5.2.3 Sondenkopf	69
5.3 Meßdatenerfassung und Datenaufbereitung	69
5.4 Bestimmung des Meßfehlers	74
5.5 Kalibrierung des Meßsystems	75
6. Messung der Depositionsraten in der Randschicht von TEXTOR	78
6.1 Bestimmung der Depositionsraten bei ohmschen Entladungen in Bortrimethyl ($B(CD_3)_3$)	78
6.2 Bestimmung der Depositionsraten bei ohmschen Entladungen in Deuterium (D_2)	87
6.3 Beobachtungen auf der Ionendriftseite	91
6.4 Diskussion der Meßergebnisse	92
7. Zusammenfassung	100
8. Literatur	104

1. Einleitung

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung einer Meßmethode zur direkten Beobachtung der Deposition von Material, das von den Wandkomponenten in Fusionsanlagen bei ihrem Betrieb unvermeidlich erodiert wird. Da in zukünftigen Reaktoren die Erosion der Wände nur in geringem Maße toleriert werden kann, ist es unabdingbar geworden, die Abhängigkeit der Prozesse von Betriebsparametern zu untersuchen, um sie gezielt beeinflussen zu können. Die Notwendigkeit der Entwicklung neuer Meßmethoden zur Untersuchung der Wechselwirkung zwischen dem Plasma und den Wandkomponenten wird im folgenden ausführlich begründet.

Der Beginn der Forschungsarbeiten zur kontrollierten Kernfusion liegt etwa 45 Jahre zurück. Das Ziel der Arbeiten ist die friedliche Nutzung der Energie, die bei der Verschmelzung leichter Atomkerne frei wird. Als aussichtsreichste aller in Frage kommenden Kernreaktionen wird die Verschmelzung (Fusion) der Wasserstoffisotope Deuterium (D) und Tritium (T) zu Helium (He) und einem Neutron (n) angesehen.



Der Wirkungsquerschnitt einer solchen Reaktion erreicht für Energien zwischen 10keV und 100keV ein Maximum. Der Wirkungsquerschnitt für Coulombstöße nimmt mit zunehmender Energie ab, ist jedoch für Energien zwischen 10keV und 100keV immer noch um einen Faktor 10^2 bis 10^3 größer als der Wirkungsquerschnitt der Fusionsreaktion.

Um hinreichende Reaktionsraten in einem energieliefernden Fusionsreaktor zu erreichen, die einen stationären oder quasi-stationären Betrieb ermöglichen, muß das Brennstoffgemisch als Plasma vorliegen mit Teilchendichten $n > 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ und thermischen Energien zwischen 10 und 30keV [1][2]. Dem einzelnen Teilchen muß es möglich sein, mehrere hundert Coulombstöße zu durchlaufen ohne seine Energie zu verlieren und ohne das Plasmavolumen zu verlassen. Zum Schutze des heißen Plasmas vor einer zu schnellen Auskühlung muß es vor einem zu starken Kontakt mit den umgebenden Gefäßwänden bewahrt werden. Die Erzeugung und insbesondere die Aufrechterhaltung solcher thermonuklearer Plasmen ist nur durch ihren magnetischen Einschluss zu erreichen.

In einem homogenen Magnetfeld sind die geladenen Teilchen eines Plasmas (Ionen und Elektronen) an die magnetischen Feldlinien gebunden. Sie beschreiben spiralförmige Bahnen um die Feldlinien (Gyration), wobei sie sich parallel zu den Feldlinien frei bewegen können. Befindet sich ein Plasma in einem inhomogenen Magnetfeld, so ergeben sich zusätzliche Driften (Gradient-B-Drift, Krümmungsdrift) der Ionen und Elektronen senkrecht zu den Feldlinien.

Das Ziel des magnetischen Plasmaeinschlusses ist es, durch eine geeignete Magnetfeldkonfiguration die Teilchen sowie die Energie des Plasmas möglichst lange im Plasmavolumen zu halten, bevor sie dieses durch Diffusion oder eine Driftbewegung verlassen. Eine der heute erfolgreichsten Konfigurationen zum Einschluss von Plasmen ist der *Tokamak* (Abb.1) [1].

Die Hauptfeldspulen des Tokamak umschließen ein ringförmiges Vakuumgefäß. Diese Form des Vakuumgefäßes nennt man *Torus*, wobei die Richtung entlang der großen Umfanglinie als *toroidal*, die Richtung entlang der kleinen Umfanglinie als *poloidal* bezeichnet wird.

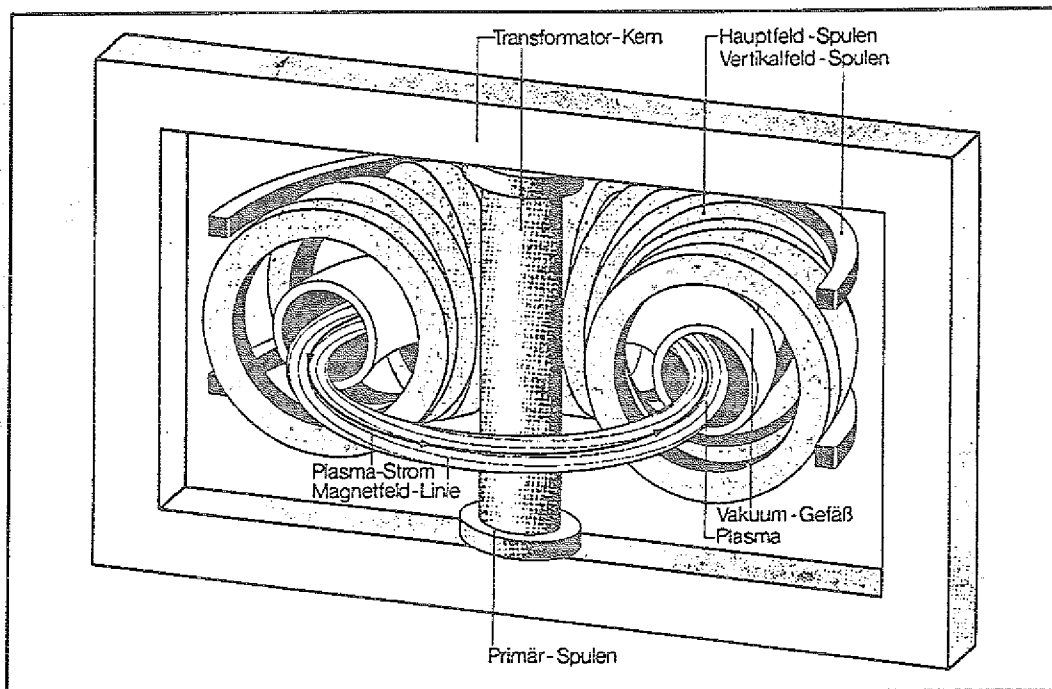


Abb. 1 Prinzipieller Aufbau eines Tokamak.

Ein allein durch die Hauptfeldspulen erzeugtes toroidales Magnetfeld (Toroidalfeld) mit geschlossenen ringförmigen Feldlinien ist nicht ausreichend, um ein Plasma einzuschließen. Durch die Inhomogenität des Magnetfeldes ergibt sich eine nach außen gerichtete Teilchendrift (Torusdrift), welche einen Plasmaeinschluß unmöglich macht. Eine solche Drift kann jedoch durch ein zusätzliches poloidales Magnetfeld (Poloidalfeld) verhindert werden, das dem Toroidalfeld überlagert wird. Dieses Feld wird erzeugt durch einen induzierten toroidalen Plasmastrom, wobei das Plasma die Sekundärspule (eine Windung) des Transformators bildet. Dies führt zu der in Abb.2 dargestellten Verscherung des Magnetfeldes. Ohne eine weitere Maßnahme würde jedoch das Plasma nach außen driften, da es sich bedingt durch den induzierten Strom selbst abstößt. Um dies zu verhindern, wird durch die Vertikalfeldspulen ein Feld erzeugt, das der abstoßenden Kraft entgegen wirkt und sie im Mittel kompensiert. Somit kann man eine stabile Lage des Plasmas erreichen [1].

Die Plasmaheizung erfolgt primär durch die ohmschen Verluste des induzierten Strom am Widerstand des Plasmas (*ohmsche* Heizung). Die mittels der ohmschen Heizung erreichbare Plasmatemperatur ist begrenzt durch den maximal zulässigen Plasmastrom, der abhängig von der Magnetfeldstärke, eine obere Grenze nicht überschreiten darf. Eine weitere Heizung des Plasmas wird durch das Einkoppeln von Hochfrequenzleistung (Ionen- oder Elektronenzyklotronresonanz-Heizung) oder durch die Einstrahlung hochenergetischer (keV) Neutralteilchen (*Neutralteilchen-Injektion*) ermöglicht.

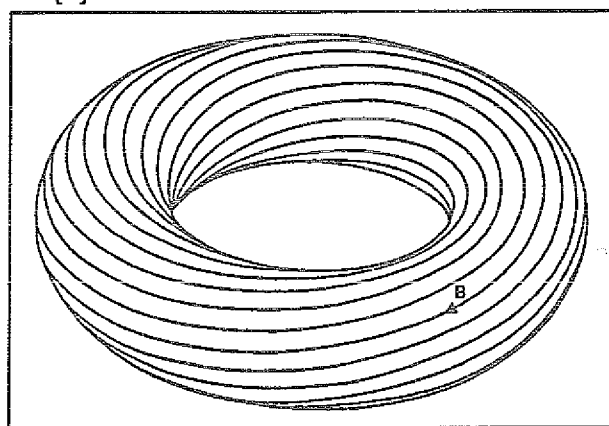


Abb. 2 Verscherung der Magnetfeldlinien in einem Tokamak.

Damit in einem Plasma eine sich selbst erhaltende Fusionsreaktion abläuft, muß die folgende Bedingung erfüllt werden: Die durch die α -Teilchen der Fusionsreaktion (${}^4\text{He}, 3.52\text{MeV}$) im Plasma deponierte Leistung muß die "intrinsischen" Verluste durch Bremsstrahlung und Zyklotronstrahlung der geladenen Teilchen sowie den Leistungsverlust durch Transportprozesse kompensieren.

Ausdrücken läßt sich diese Bedingung durch das als *Einschlußparameter* ($n\tau_E$) bezeichnete Produkt aus Plasmadichte n und der Energieeinschlußzeit τ_E . τ_E stellt dabei ein Maß für die Güte des magnetischen Einschlußes dar. Es ist die charakteristische Zeit, die vergeht, bis ein Plasma seinen Energieinhalt (Wärmeinhalt) durch Wärmetransport verliert. Die Zündbedingung für ein reines Plasma (50% Deuterium, 50% Tritium) bei $T=30\text{keV}$ ist [1]:

$$n\tau_E \geq 1.5 \cdot 10^{20} [\text{m}^{-3}\text{s}]$$

Das Erreichen dieser Zündbedingung wird durch verschiedene Faktoren erschwert:

Da sich auch unter idealen Bedingungen ein vollständiger magnetischer Einschluß ($\tau_E = \infty$) nicht erreichen läßt (Diffusion, Driften, etc.), kommt es zu einer Wechselwirkung des Plasmas mit der Wand und zu einer Kontamination des Plasmas mit Wandmaterial. Die Ionisation dieser Plasmaverunreinigungen und die damit verbundene Abstrahlung von Energie aus dem Plasma durch Rekombinationsstrahlung und Linienstrahlung führt zu einer Erniedrigung der Energieeinschlußzeit. Verunreinigungen mit Atomen mittlerer und hoher Kernladungszahl Z erschweren das Erreichen der Zündbedingung, da die abgestrahlte Energie proportional zu Z^{3-4} ist. Bei den Atomen mit niedriger Kernladungszahl kommt es zu einer Verdünnung des fusionsfähigen Deuterium/Tritium Gemisches, wodurch die Leistungsdichte erniedrigt wird.

Auch die Plasmadichte n und der damit verbundene Plasmadruck p ($p=2nkT$) lassen sich nicht beliebig erhöhen. Das Verhältnis β zwischen Plasmadruck p und Magnetfelddruck $B^2/2\mu_0$

$$\beta = \frac{2\mu_0 p}{B^2}$$

läßt sich nur bis zu einer bestimmten Grenze steigern, der sogenannten β -Grenze (für Tokamaks typischerweise 5-10%). Beim Überschreiten dieser Grenze kommt es zu Instabilitäten, die zu einem Verlust des magnetischen Einschusses und zur Zerstörung des Plasmas (*Disruption*) führen.

In den letzten Jahrzehnten stand bei den Forschungsarbeiten zur kontrollierten Kernfusion das Ziel im Vordergrund, alle zur Zündung eines Fusionsplasmas notwendigen Bedingungen hoher Plasmadichte und Temperatur zu erreichen. Man kann heute davon ausgehen, daß mit dem geplanten internationalen Forschungsreaktor ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) die Zündung eines Fusionsplasmas ("break even") gelingt, und somit erstmalig die Möglichkeit besteht, ein brennendes Plasma zu studieren [3]. Je näher man jedoch diesem Ziel kommt, um so mehr rückt das Gebiet der Plasma-Wand-Wechselwirkung in den Vordergrund. Mit den zunehmenden Leistungsdichten in den größer werdenden Fusionsreaktoren steigt auch die Belastung der das Plasma begrenzenden Wände. Erst das Verständnis und die Beherrschung der Wechselwirkungen, die neben der Plasmakontamination auch die Lebensdauer der Wandkomponenten bestimmen, wird es ermöglichen einen wirtschaftlich arbeitenden Fusionsreaktor zu bauen.

1.1 Die Plasma-Wand-Wechselwirkung

Vor der umgebenden Atmosphäre wird das Plasma durch ein Vakuumgefäß geschützt. Da sich das Plasma magnetisch nicht vollständig einschließen läßt, kommt es zu einem permanenten Teilchen- und Energiefluß aus dem Plasma und somit zu einer Wechselwirkung des Plasmas mit der Wand. Dabei ist der durch Diffusion bedingte Teilchenfluß aus dem Plasma sogar wünschenswert, da sich erst so die Möglichkeit ergibt, das bei der Fusionsreaktion entstehende Helium aus dem Plasma zu entfernen.

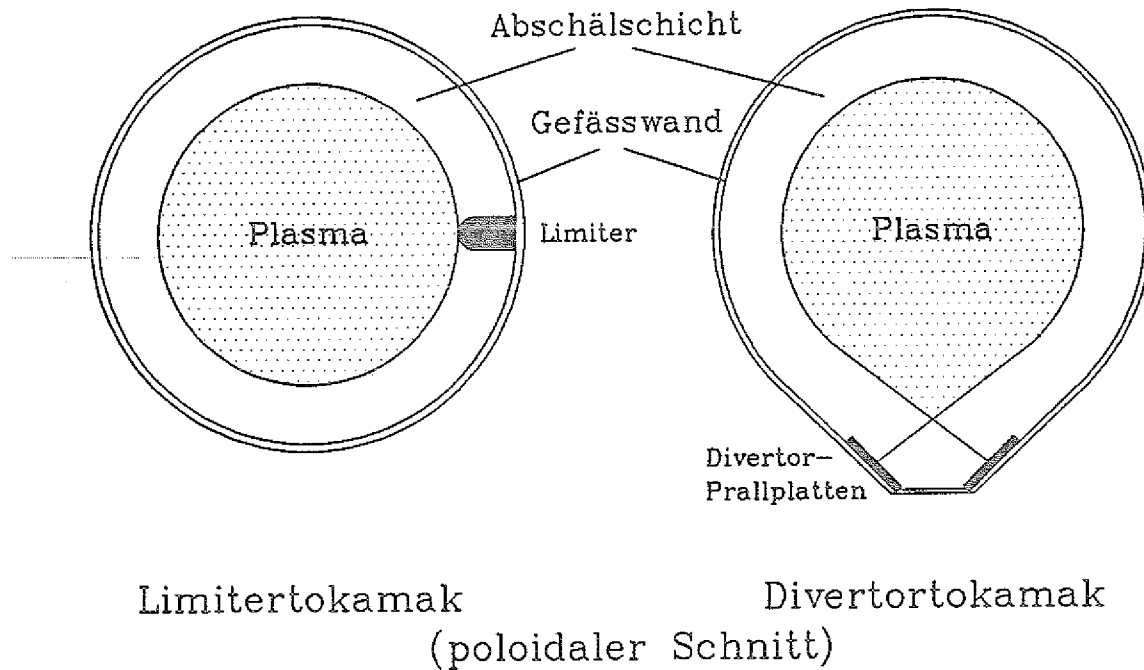


Abb. 3 Limiter oder Divertor als plasmabegrenzende Bauelemente.

Um den Hauptteil der das Plasma umgebenden Gefäßwand vor dem sehr hohen Teilchen- und Wärmefluß aus dem Plasma zu schützen, muß das Plasma durch eine geeignete Maßnahme begrenzt werden.

Die erste Möglichkeit besteht darin, einen *Limiter* zu verwenden (siehe Abb.3). Dies ist ein mechanisches Hindernis, das über die Gefäßwand hinaus in das Plasma ragt und somit den Großteil des Teilchen- und Wärmestroms aufnimmt. Durch die Wahl einer geeigneten Form des Limiters kann zum einen die Wärmelast gleichmäßig auf ihn verteilt werden, zum anderen besteht die Möglichkeit auftreffende Teilchen zu einer Vakuumpumpe zu lenken und somit aus dem Plasmavolumen zu entfernen (Pumplimiter).

Der so entstehende Bereich zwischen Plasmavolumen und Gefäßwand wird als *Abschälschicht* bezeichnet (siehe Abb.3). Die dort verlaufenden magnetischen Flußlinien sind nicht mehr geschlossen, sondern schneiden die Wand beziehungsweise den Limiter. Somit besitzt eine Feldlinie, die an einem Limiter in der Abschälschicht beginnt, eine bestimmte Länge, die als *Verbindungslänge* bezeichnet wird. Die Seiten des Limiters, an der die Feldlinien beginnen, lassen sich dabei anhand der Richtung des Plasmastroms unterscheiden. Dieser wird getragen durch eine entgegengesetzte Driftbewegung der Elektronen und Ionen. Diejenige Fläche, auf die

die Richtung der Ionendrift zeigt, wird als *Ionendriftseite* bezeichnet, die entsprechend entgegengesetzte Richtung als *Elektronendriftseite*. Da die thermische Geschwindigkeit der Ionen und Elektronen um einen Faktor 10^2 bis 10^3 größer ist als deren Driftgeschwindigkeit, besteht kein grundsätzlicher Unterschied bezüglich der Plasmaparameter an beiden Seiten. Unterschiede können sich nur aus unterschiedlichen Verbindungslängen zu den beiden Seiten ergeben. So erhöht sich bei größeren Verbindungslängen der Teilchenfluß auf eine Fläche, da mehr Teilchen vom Plasmarand in die Abschälschicht driften können.

Die zweite Möglichkeit einer Plasmabegrenzung besteht darin, einen Divertor (siehe Abb.3) zu verwenden. Durch zusätzliche Poloidalfeldspulen, den Divertorspulen, werden die Feldlinien am Rande des Plasmas zu Prallplatten geführt. Die erste nicht mehr geschlossene Feldlinie wird dabei als Separatrix bezeichnet. Feldlinien innerhalb der Separatrix sind weiterhin geschlossen, Feldlinien in der Abschälschicht enden auf den Prallplatten.

Durch die Wechselwirkung von Plasmateilchen mit dem Limiter oder Divertor und der Wand kommt es zur Freisetzung (*Erosion*) von Wandmaterial und zu einer Kontamination des Plasmas mit diesen *Verunreinigungen*. Die wesentlichen Prozesse die zur Erosion von Wandmaterial führen sind [4]:

1. Die physikalische Zerstäubung:

Direkte Freisetzung von Oberflächenatomen durch Beaufschlagung der Oberfläche mit hochenergetischen Ionen oder Neutralteilchen. (Diese entstehen in einem Tokamak durch Ladungsaustauschprozesse.) Signifikante Erosionsausbeuten ergeben sich erst für Ionenenergien $> 100\text{eV}$ (für niedrige Massen).

2. Die chemische Zerstäubung:

Atomarer Wasserstoff oder Sauerstoff reagiert mit den Atomen der Wandoberfläche unter Bildung freier Moleküle (CH_4 , CO_2 , CO , H_2O , etc.) und Radikale [5]. Die Ausbeute ist nur schwach von der Temperatur abhängig.

Die dabei auftretenden Zerstäubungsausbeuten sind im starkem Maße von den Plasmaparametern (Dichte, Temperatur, Felder) an den jeweiligen Oberflächen abhängig. So dominiert am Limiter und Divertor, an denen bei hoher Plasmadichte und Temperatur die höchsten Teilchen- und Energieflüsse vorliegen, der Prozess der physikalischen Zerstäubung. An der Gefäßwand, die sich im *Limiter Schatten* befindet, ergibt sich hingegen als wesentlicher Erosionsprozess die chemische Zerstäubung.

Die durch die Erosion freigesetzten Atome und Moleküle unterliegen den verschiedensten Wechselwirkungsprozessen. Durch Stöße mit den Elektronen werden die Atome ionisiert, durch Stöße mit Ionen in ihrer Bewegungsrichtung und Geschwindigkeit verändert. Durch Ladungsaustauschprozesse in der Randschicht des Plasmas können sie wiederum neutralisiert werden. Die Moleküle werden über mehrere Kaskaden dissoziiert sowie ionisiert. Der Grad der Ionisation und der Dissoziation ist wiederum von den jeweils in der Umgebung herrschenden Plasmaparametern abhängig [6]. Ionisierte Teilchen folgen den Magnetfeldlinien, so daß sich in der Abschälschicht als auch im Plasma ein von den Plasmaparametern abhängiger *Verunreinigungsfluß* ergibt. Verunreinigungsatome und Moleküle, die wiederum auf den Limiter, Divertor oder die Wand treffen, lagern sich dort ab, können jedoch bei höheren Energien auch zu einer weiteren Erosion von Wandmaterial beitragen. Die Wiederablagerung von zuvor

erodiertem Material wird als *Deposition* oder *Redeposition* bezeichnet.

Die Prozesse der Erosion und Deposition sind stark miteinander gekoppelt. An allen Komponenten der Wand finden beide Vorgänge in Überlagerung statt. Erst durch das Überwiegen des einen oder anderen Prozesses ergibt sich eine Netto-Erosion oder eine Netto-Deposition von Wandmaterial.

Wie wichtig das Verständnis und die Beherrschung dieser Prozesse für den Betrieb zukünftiger Fusionsreaktoren ist, zeigen Studien, die im Rahmen der Planung des nächsten internationalen Forschungsreaktors ITER durchgeführt wurden [7][8]. Es handelt sich dabei um einen Divertortokamak, dessen gesamte durch Fusion erbrachte Leistung 1000MW überschreiten soll.

Ziel der ersten Phase des Experiments ist es, die Zündung des Plasmas zu erreichen. Wie die Berechnungen der Studie zeigen, ergibt sich in dieser Phase an den höchstbelasteten Stellen der Divertor-Prallplatten (aus Graphit) ein Leistungsfluß von bis zu 5MW/m^2 . Die damit verbundene Erosion wurde zum einen ohne die Annahme von Redeposition, zum anderen mit der Annahme von Redeposition des erodierten Materials errechnet. Das Ergebnis der Berechnungen zeigt Abb.4, wobei die jeweilige Erosion über dem Ort auf der Divertor-Prallplatte aufgetragen ist.

Im ersten Fall, der im oberen Teil der Abb.4(a) dargestellt ist, ergibt sich eine maximale Erosion an den Prallplatten von mehr als 10m pro Jahr [7]. Ein Resultat, das den Betrieb eines solchen Reaktors unmöglich machen würde. Unter der Annahme von Redeposition reduziert sich dieser Wert drastisch, so daß sich eine Netto-Erosion von unter 0.023m pro Jahr ergibt (siehe Abb.4(b)) [8]. Bei den Berechnungen zur Redeposition wurden dabei lediglich Transportprozesse in unmittelbarer Nähe der Prallplatte berücksichtigt. Ein Transport erodierten Kohlenstoffs in der Abschälschicht oder im Plasma wurde nicht mit einbezogen.

Die weitestentwickelten Programme zur Simulation der Vorgänge in der Abschälschicht benutzen ein 2-dimensionales (toroidal symmetrisches) Flüssigkeitsmodell zur Berechnung eines quasineutralen Plasmas im stationären Zustand (z.B. Braams-Code) [9][10]. Ausgehend von den sich zunächst aus diesen Berechnungen ergebenden Plasmaparametern (Dichte, Strömungsprofile, Temperatur) und den daraus berechneten Energie- und Teilchenflüssen auf die Wandelemente, läßt sich anhand von experimentellen Daten und numerischen Simulationen (z.B. TRIM-Code [11]) die Erosion von Wandmaterial bestimmen. Der Transport der von Limiter, Divertor und Wand erodierten Neutralteilchen wird für einen vorgegebenen Plasmahintergrund mit Programmen berechnet, die auf kinetischen Transportmodellen basieren und Monte-Carlo (statistische) Techniken zur Berechnung von Teilchenbahnen benutzen (z.B. EIRENE-Code [12]). Die so erhaltenen Verunreinigungsflüsse müssen, da sie die Teilchen- und insbesondere die Energiebilanz des Plasmas beeinflussen, wiederum in die Berechnungen eines neuen Plasmazustands einbezogen werden. Die wechselseitige Beeinflussung von Plasma und Neutralgas (Verunreinigungen) wird numerisch durch eine iterative Prozedur behandelt. Dies gilt in besonderer Weise für den Bereich vor einem Limiter oder einem Divertor, in dem sich die höchsten Verunreinigungsflüsse und Dichten ergeben.

Neben der Schwierigkeit selbstkonsistente Programme zu finden, die die Flüssigkeits- und kinetischen Modelle der Abschälschicht verbinden, mangelt es auch an experimentellen Ergebnissen, die die theoretischen Ansätze verifizieren und zu deren Verbesserung beitragen können. So existieren bis heute nur wenige indirekte Methoden zur Bestimmung der Erosion und der Deposition an Limiter, Divertor und Wand.

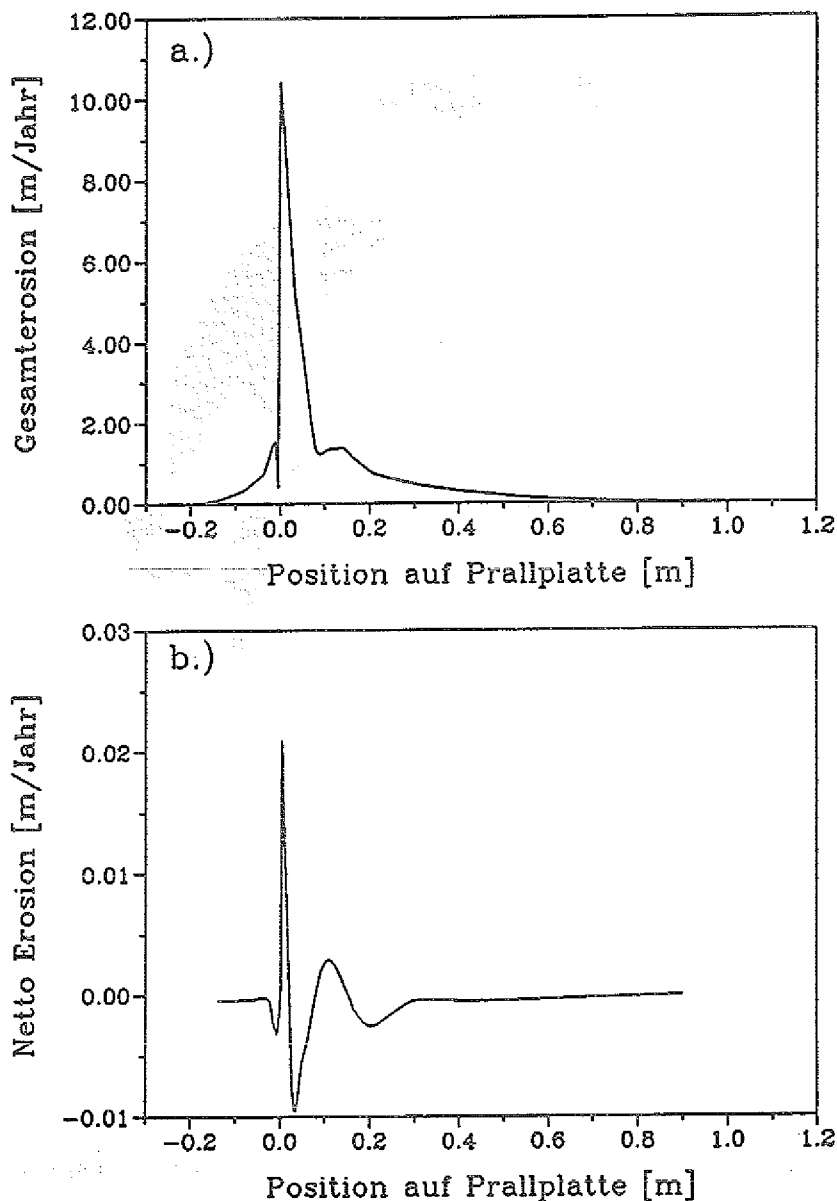


Abb. 4 a.): Gesamterosion als Funktion des Ortes auf dem Divertor ohne Annahme von Redeposition [6]; 4b.): Netto Erosion als Funktion des Ortes mit Annahme von Redeposition [7].

1.2 Der Jülicher Tokamak TEXTOR

Das am Institut für Plasmaphysik aufgebaute Experiment TEXTOR (Toroidal EXperiment for Technology Oriented Research) [13] ist speziell auf die Untersuchungen der Plasma-Wand-Wechselwirkung in einem Tokamak ausgerichtet. Es wurde 1981 in Betrieb genommen und seit diesem Zeitpunkt in mehreren Phasen ausgebaut. Innerhalb des TEXTOR Vakuumgefäßes mit einem Volumen von 17m^3 befindet sich ein innerer Torus, ein sogenannter *Liner*, der aus 1mm dickem Edelstahl besteht (siehe Abb.5). Diese innere Wand besitzt eine dem Plasma zugewandte Oberfläche von etwa 35m^2 . Das Plasma kann durch drei *Limiter*-Systeme begrenzt werden:

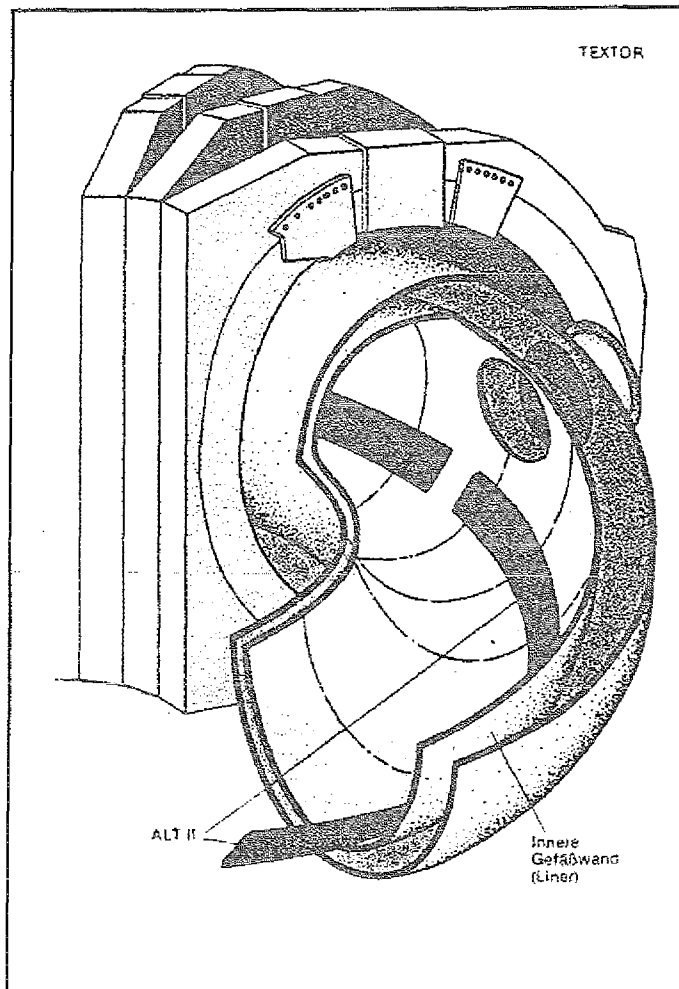


Abb. 5 Der Jülicher Tokamak TEXTOR: Position des ALT-II Limiters und des Liners.

1. Die Hauptlimiter:

Vier in einem poloidalen Schnitt angeordnete Limiter, von denen drei (oben, außen, unten) in ihrer radialen Position verändert werden können. (Sind in Abb.5 nicht dargestellt, ihre toroidale Position ist in Abb.6 eingezeichnet.)

2. Der Pumplimiter ALT-II:

Acht toroidal verlaufende Limiterblätter (siehe Abb.5 und Abb.6), die sich radial zum Plasmazentrum bewegen lassen. Auf ihrer Rückseite sind jeweils Pumpeinheiten installiert [14]. (ALT = Advanced Limiter Test)

3. Der "Bumper"-Limiter:

Armierung der Linerinnenseite (Siehe Abb.6 und Abb.7). Dient dazu bei Instabilitäten der Plasmalage einen direkten Kontakt des Plasmas mit der metallischen Linerinnenseite zu verhindern.

Seit September 1985 sind alle Limiter aus Graphit. Das Vakuumgefäß, der Liner und die Hautlimiter sind auf Temperaturen größer 300°C heizbar. Die wichtigsten allgemeinen Daten des Tokamak TEXTOR zeigt die folgende Tabelle:

Tokamak TEXTOR:

großer Plasmaradius	$R = 1.75 \text{ m}$
kleiner Plasmaradius	$a < 0.48 \text{ m}$
Plasmastrom	$I_p < 600 \text{ kA}$
toroidales Magnetfeld	$B_T < 2.8 \text{ T}$
Flußhub des Transformators	4.7 Vs
Pulslänge	ca. 4 s
Zusatzheizung	Ionen-Zyklotron-Resonanz $< 4 \text{ MW}, < 3 \text{ s}$ Neutraleilchen-Injektion $< 3.2 \text{ MW}, < 3 \text{ s}$

Zur Vermeidung der Kontamination des Plasmas mit Hoch-Z-Material (Fe,Cr,Ni) werden in den meisten heutigen Tokamaks Limiter und Divertoren aus Graphit verwendet (im europäischen Tokamak JET findet Beryllium Anwendung). Die übrigen Wandteile sind nur zum Teil mit Graphit abgedeckt.

Zur Verminderung der Freisetzung von Hoch-Z-Verunreinigungen durch Erosion an der metallischen Gefäßwand wurden an TEXTOR Beschichtungsverfahren entwickelt, die es ermöglichen, die gesamte 1.Wand (Gefäßwand und Limiter) eines Tokamaks mit einer Schicht aus Niedrig-Z-Material zu belegen:

1.Die Karbonisierung:

Abscheidung einer amorphen, wasserstoffhaltigen Kohlenstoffschicht (a-C:D Schicht) mittels einer Glimmentladung in einem Gemisch aus CD_4 und D_2 . Die Beschichtung führt zu einem starken Rückgang der metallischen Verunreinigungen im Plasma. Als Hauptverunreinigungen verbleiben C und O [15].

2.Die Borierung:

Abscheidung einer amorphen wasserstoffhaltigen Bor/Kohlenstoffschicht mittels einer Glimmentladung in einem Gemisch aus B_2D_6 , CD_4 und He. Die Beschichtung führte zu einer weitgehenden Entfernung von O aus dem Plasma. Die Hauptverunreinigungen sind C und B [16][17].

Beide Verfahren werden heute weltweit eingesetzt. Ein weiteres vielversprechendes Verfahren zur Abscheidung siliziumhaltiger Schichten befindet sich derzeit in der Erprobung.

Die bei der Karbonisierung abgeschiedenen a-C:H (oder a-C:D) Schichten sind makroskopisch homogen. Sie sind amorph, was sich am Fehlen von Debye-Scherrer-Ringen in Elektronenbeugungsmessungen zeigt. Man kann sich die Schichten als amorph vernetzte Struktur von sp^3 - und sp^2 -hybridisierten Kohlenstoffatomen vorstellen. Zusätzlich ergeben sich C=C Doppelbindungen und C-H Bindungen. Der Wasserstoff sättigt die freien Valenzen der Kohlenstoffatome ab und fördert so die sp^3 Struktur [15][18].

Die Schichten sind hart, haben einen hohen elektrischen Widerstand und sind chemisch inert. Ihre Dichte liegt zwischen 1.4 und 2.0 g/cm^3 , Das H/C Verhältnis schwankt zwischen 0.3 und 0.5 .

Alle Schichten zeigten unabhängig vom verwendeten Substratmaterial Interferenz-Farben. Durch den Vergleich des experimentell gefundenen Farb-Schichtdicken-Zusammenhangs mit theoretisch

errechneten Farb-Dicken Relationen konnte der Brechungsindex der Schichten bestimmt werden. Unter der Annahme eines Brechungsindex von 2.4, unabhängig von der Wellenlänge, ergab sich die beste Übereinstimmung zwischen dem experimentellen und berechneten Farbeindruck [19]. Die in der Literatur angegebenen Brechungsindices für a-C:H Schichten schwanken zwischen 1.7 und 2.4 [18].

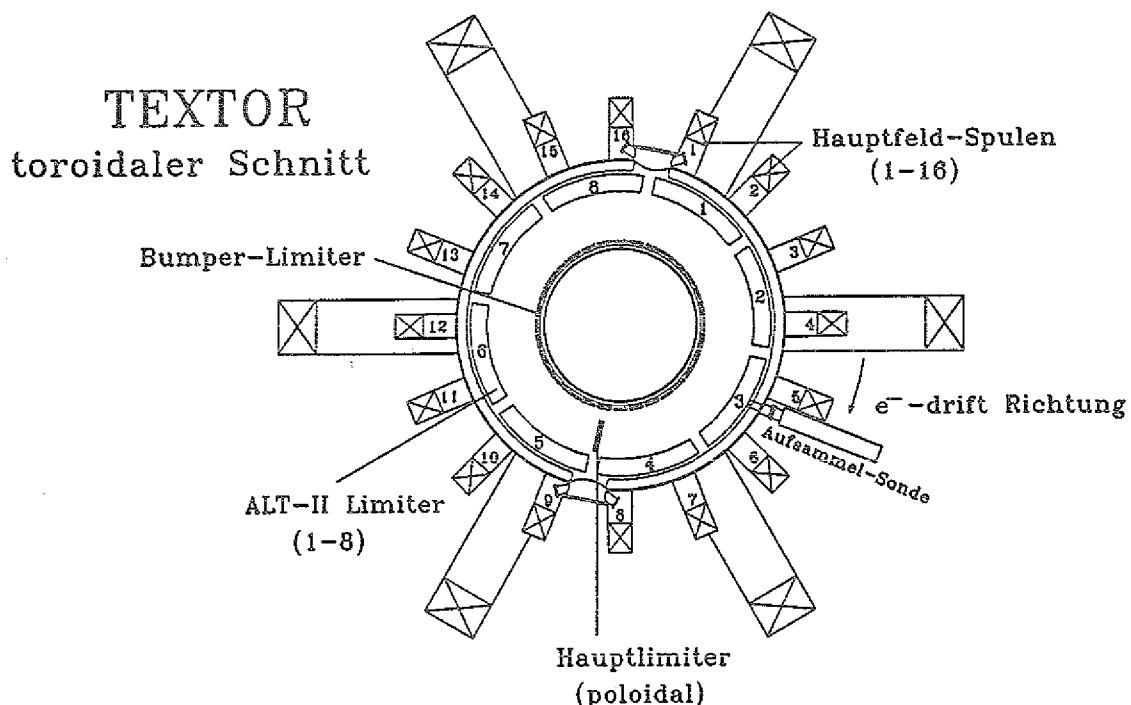


Abb. 6 Toroidaler Schnitt durch TEXTOR mit eingezeichneter Position der Stockholm-TEXTOR-Sonde (Aufsammel-Sonde).

1.3 Messungen der Erosion und Redeposition in Tokamaks

1.3.1 Messungen an TEXTOR

1.3.1.1 Die Stockholm-TEXTOR-Sonde

Seit 1985 wird die Stockholm-TEXTOR-Sonde dazu verwendet die Verunreinigungsflüsse, insbesondere die Kohlenstoffflüsse, im Limiterschatten von TEXTOR zu messen [20]. Dazu können mit der Sonde Proben aus verschiedenen Materialien an bestimmte Positionen in der Abschältschicht gebracht werden. Der durch Erosion am Liner und am Limiter entstehende Kohlenstoff, sowie andere Verunreinigungen, die sich in der Abschältschicht bewegen, treffen auf die Proben und bilden eine Schicht, deren Dicke ein Maß für den Verunreinigungsfluß darstellt.

Diese Art von Sonde wird als Aufsammelsonde bezeichnet. Sie stellt eine gebräuchliche Technik dar und wird in vielen Tokamaks eingesetzt [21-23].

Die Stockholm-TEXTOR-Sonde besteht aus einem Trägerrohr aus Edelstahl, auf dem ein Sondenkopf aus Graphit befestigt ist. Sie ist in horizontaler Lage zwischen den

Toroidalfeldspulen 5 und 6 an TEXTOR angeflanscht (siehe Abb. 6). Der Sondenkopf besteht aus einem Graphit-Gehäuse von 10cm Länge, in dem sich ein Zylinder dreht. Die Zylinderachse steht senkrecht zum Magnetfeld. Das Gehäuse ist mit zwei horizontal verlaufenden Schlitten auf der Elektronen- und Ionendriftseite versehen, so daß bei einer Exposition Teilchen aus der Abschälschicht, die dem Verlauf der Feldlinien folgen, auf die Zylinderoberfläche treffen. Der Zylinder, bestehend aus Graphit oder anderen Materialien, kann dabei selbst als Probe dienen oder kann als Probenhalter verschiedene andere Proben aufnehmen. Er läßt sich über eine Welle, die in der Mitte des Trägerrohres nach außen geführt wird, auch während einer Entladung drehen, um beispielsweise zeitaufgelöste Messungen durchzuführen. Nach einer Exposition kann der Zylinder ausgebaut und die aufgewachsenen Schichten untersucht werden. Eine schematische Darstellung der Situation, die während der Exposition der Sonde in der Abschälschicht vorliegt, zeigt Abb. 7.

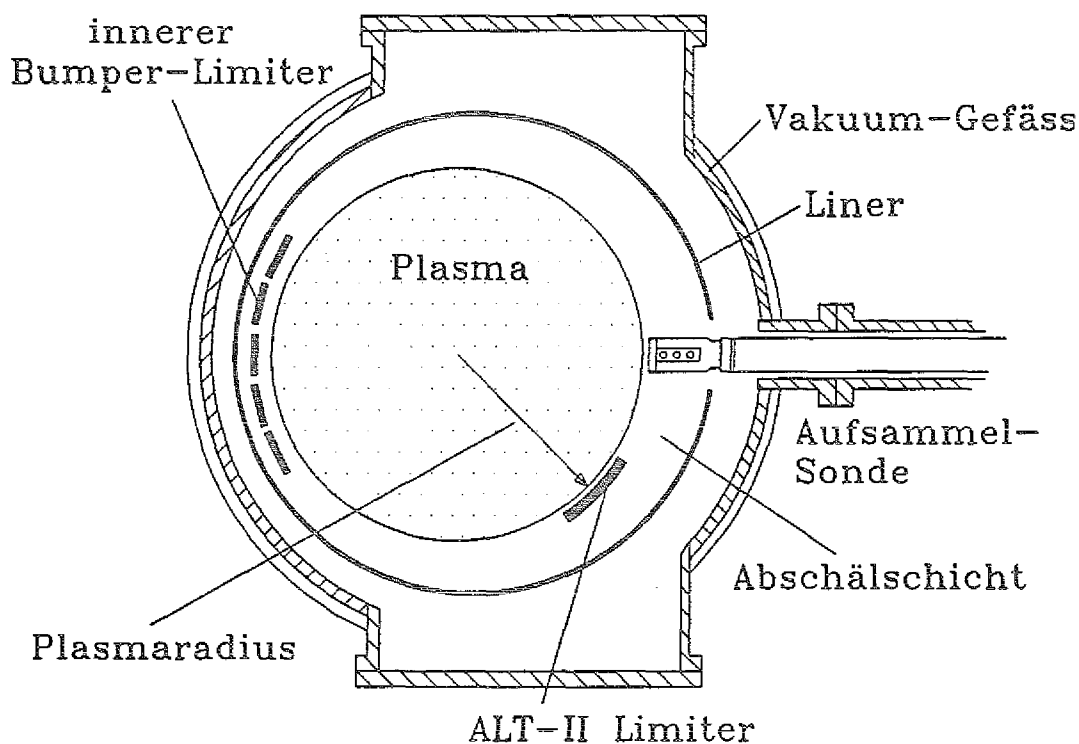


Abb. 7 Poloidaler Schnitt durch TEXTOR: Position der Aufsammler-Sonde bei einer Exposition von Proben in der Abschälschicht.

Die in der Abschälschicht von TEXTOR aufgesammelten Schichten wurden unter anderem mit Ionen-Rückstreumessungen¹ auf ihre Zusammensetzung und mit AES-Messungen² zur Bestimmung der Tiefenprofile untersucht. Im folgenden sollen die wesentlichen Ergebnisse dieser

¹ Ermittlung der C-Flächenbelegung aus Rückstreumessungen mit Protonen (1.75MeV) und der D-Flächenbelegung aus Messungen der $D(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ -Kernreaktion [24]. Beide Messungen werden durchgeführt von MSI Stockholm.

² Langsame Erosion der Probenoberfläche mittels eines 5keV Ar-Ionenstrahl bei gleichzeitiger Messung des Auger-Elektronenspektrums [25].

Untersuchungen zusammengefaßt werden.

Nach der ersten Karbonisierung und der Einführung von Graphit als Limitermaterial zeigte sich bei den redeponierten Schichten ein nahezu gleiches Verhältnis von Wasserstoff oder Deuterium zu Kohlenstoff wie bei den a-C:H Schichten, die zuvor im Labor oder bei der Karbonisierung abgeschieden wurden. Das D/C Verhältnis lag zwischen 0.3 und 0.5 [26]. Dieses Verhältnis änderte sich auch nicht entscheidend nach der Borierung von TEXTOR. Es stellte sich jedoch zusätzlich eine Bordotierung der Schichten mit einem B/C Verhältnis von $\sim 23\%$ ein [27][28].

Abb.8 zeigt ein typisches radiales Profil der Flächenbelegung als Funktion des Abstandes zum Plasmazentrum, wie es sich für eine Schicht auf einer Tantal-Probe ergab [27]. Die Probe wurde nach einer Borierung von TEXTOR für 28 Entladungen in der Abschälschicht exponiert. Der ALT-II Limiter befand sich als plasmabegrenzendes Element auf einem Plasmaradius von 44cm, die dem Plasma am nächsten kommende Kante der Ta-Probe (auf der Elektronendriftseite) befand sich auf einem Plasmaradius von 45.8cm, 1.8cm im Limiterschatten. Die mittlere Plasmadichte wurde zwischen $0.9 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$ und $3.3 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$ variiert.

Das D/C Verhältnis vergrößert sich mit zunehmendem Plasmaradius und nimmt für große Radien eine Maximalwert von ~ 0.5 an, was ein typischer Wert für a-C:H Schichten ist. Diese Zunahme läßt sich durch einen Temperaturgradienten entlang der Probe erklären, der zu einer abnehmenden thermischen Desorption von Deuterium führt.

Es ergibt sich ein über die Probe nahezu konstantes Verhältnis $B/C=0.23$. Ein solch hohes B/C Verhältnis ergibt sich lediglich für Proben, die während der ersten 200-300 Entladungen nach einer Borierung exponiert wurden. Mit einer zunehmenden Anzahl von Entladungen erniedrigt sich dieses Verhältnis. Werte kleiner 0.02 werden nach 2000 Entladungen erreicht [29]. Dieses Verhalten spricht dafür, daß ein wesentlicher Anteil des Kohlenstoff-/Borflusses in der Abschälschicht durch Erosion am Limiter verursacht wird. Unmittelbar nach einer Borierung ist der Limiter mit einer 50 bis 100nm dicken Bor/Kohlenstoff Schicht belegt. Nach einer gewissen Anzahl von Entladungen ist ein Großteil der den Limiter bedeckenden Schicht erodiert, wodurch sich in der Abschälschicht ein geringerer Borfluß ergibt. Der beobachtete Abfall der Depositionsrate mit zunehmendem Radius entspricht dem exponentiell abfallenden Kohlenstoff/Bor-Flußprofil in der Abschälschicht.

Aus den Interferenzfarben und der Farb-Schichtdicken Relation, die für a-C:H Schichten gefunden wurde, läßt sich die Flächenbelegung von Kohlenstoff bestimmen, wenn eine Dichte

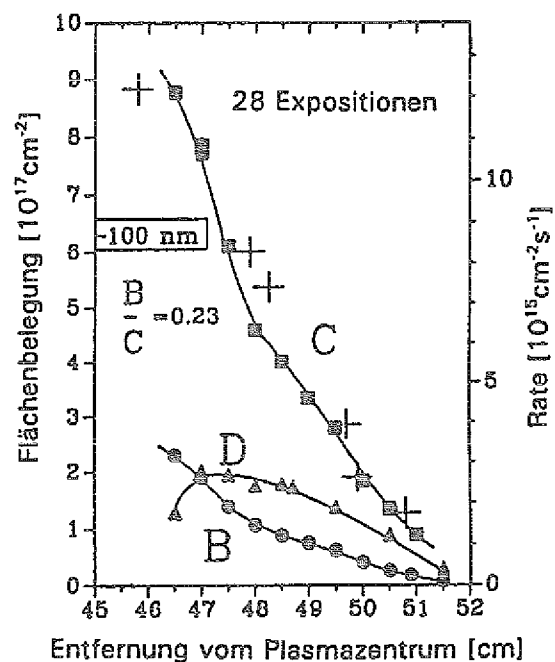


Abb. 8 Radiales Profil der Flächenbelegung einer in der Abschälschicht exponierten Ta-Probe nach einer Borierung von TEXTOR.

$6.3 \times 10^{15} \text{C/cm}^2$ pro nm Schichtdicke angenommen wird. Die so ermittelten Werte sind in Abb.8 als Kreuze eingezeichnet. Es ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den Werten der Rückstreuemessungen [27].

Mit Hilfe der Stockholm-TEXTOR-Sonde wurden auch zeitaufgelöste Messungen des Kohlenstoffflusses in der Abschältschicht von TEXTOR durchgeführt, wobei der Probenzylinder im Sondenkopf synchron zur Plasmaentladung rotierte [30][31]. Über den Ort auf dem Zylinderumfang läßt sich die Flächenbelegung zu einem bestimmten Zeitpunkt der Entladung bestimmen. Als Auffängermaterial wurde eine mit amorphem Silizium (a-Si:H, Dicke: $\sim 200 \text{nm}$) beschichtete Aluminium-Folie verwendet. Die Kollektorfolie wurde während zwei nahezu gleichartiger Entladungen additiv beaufschlagt (n_e = mittlere Elektronendichte im Plasma):

- | | | |
|---------------|---|--------------|
| 1. Entladung: | $n_e = 2.6 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$, | Dauer: 2.6 s |
| 2. Entladung: | $n_e = 2.1 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$, | Dauer: 3.7 s |

Das Ergebnis zeigt Abb.9. Die analysierte Stelle befand sich 2.5cm im Limiterschatten.

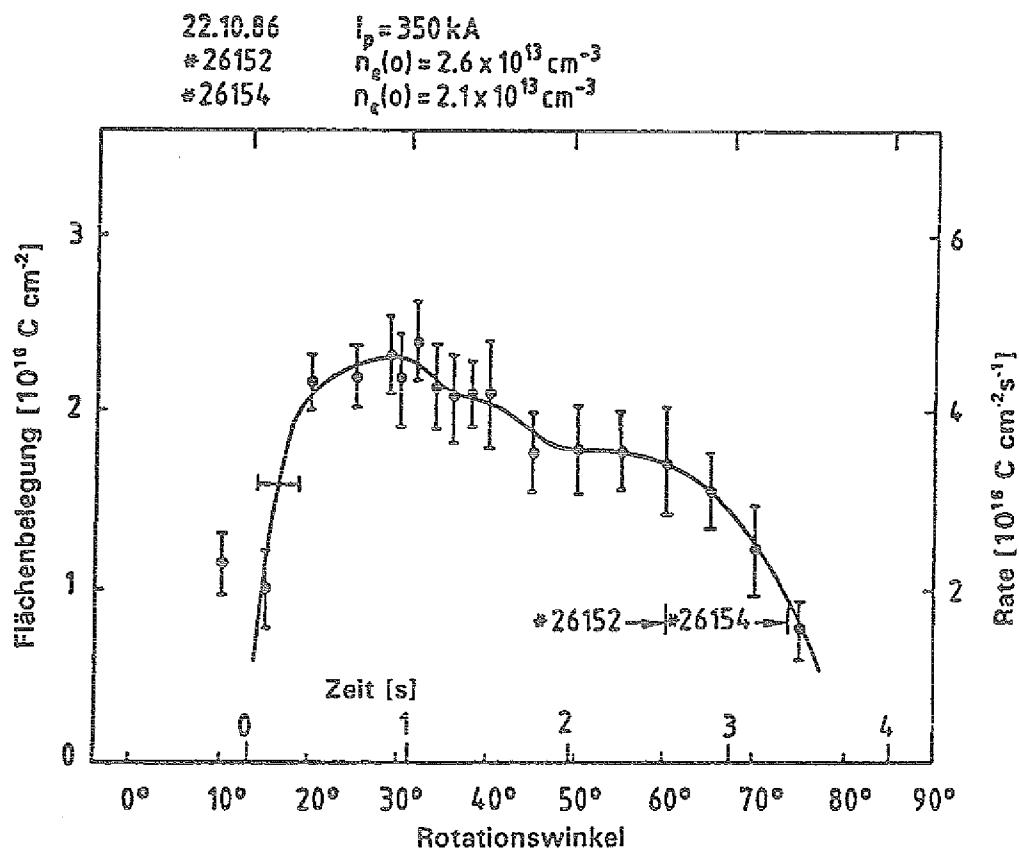


Abb. 9 Aufgesammelte Kohlenstoffmenge (Flächenbelegung) bzw. Kohlenstoffflußdichte als Funktion des Rotationswinkels bzw. der Zeit in der Tokamakentladung. Zwei Entladungen wurden übereinandergelegt.

Nimmt man eine Haftwahrscheinlichkeit von 100% für den auf die Probe treffenden Kohlenstoff an, so läßt sich aus der Flächenbelegung der Probe und der zeitlichen Auflösung ($\sim 250\text{ms}$) eine Kohlenstoffflußdichte berechnen (rechte Skala in Abb.9). Die hohe Haftwahrscheinlichkeit von 100% ist nicht unbegründet. Bei späteren Messungen zeigte sich, daß die Wahrscheinlichkeit für eine Reflektion von Kohlenstoff, der in der Abschälschicht auf die Kollektorprobe trifft, kleiner 15% ist [32][29].

Zum Zeitpunkt von 1s erreicht die Depositionsrate ein Maximum von $4\text{--}5 \times 10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ (entspricht $\sim 7\text{nm/s}$), während der Entladung sinkt der Wert entsprechend der abnehmenden Plasmadichte auf $3.5 \times 10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ und fällt am Ende der Entladung ab. Es zeigt sich, daß der C-Fluß während der gesamten Entladungsdauer anhält.

1.3.1.2 Messung der Deposition metallischer Verunreinigungen auf den Graphitlimitern in TEXTOR

Auch durch Erosion am Liner freigesetzte metallische Teilchen unterliegen dem Transport im Plasma und werden zusammen mit der Hauptverunreinigung Kohlenstoff am Limiter und am Liner redeponiert. Dies führt zu einer mit der Zahl der Entladungen ansteigenden metallischen Belegung von Flächen, die zuvor keine Kontamination von Metallen aufwiesen.

Metallbelegung

- 20–30nm
- ▨ 10–20nm
- 0–10nm

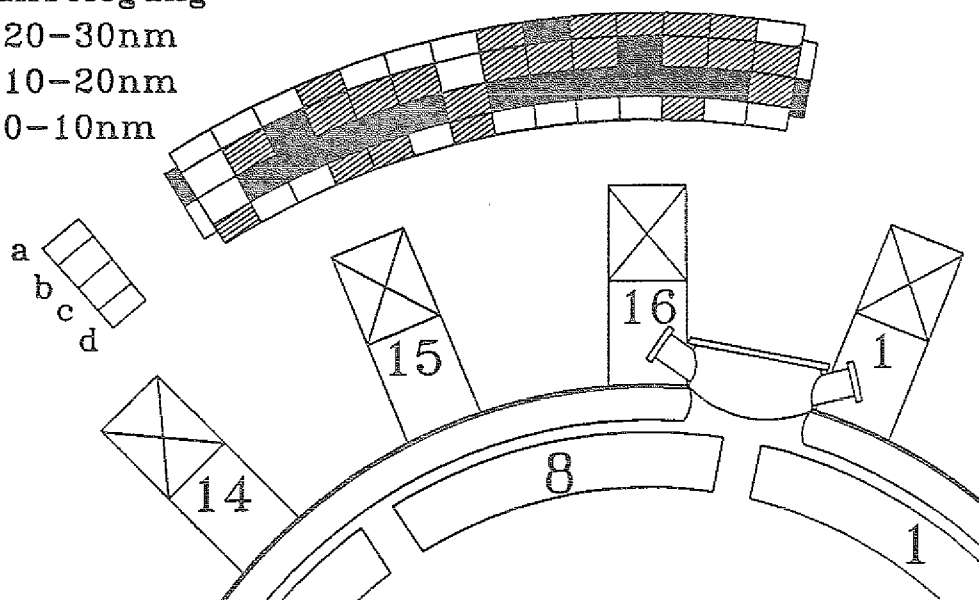


Abb. 10 Metallbelegung auf dem ALT-II Limiterblatt Nr.8 nach einer 10-monatigen Betriebsphase.

Die Verteilung metallischer Verunreinigungen, die sich nach einer 10-monatigen Betriebsphase (September 1988 bis Juni 1989) von TEXTOR auf dem ALT-II Limiter ergab, wurde durch β -Rückstreumessungen bestimmt [33][34]. Während dieser Zeitspanne wurden die meisten Entladungen mit dem ALT-II Limiter als erstes plasmabegrenzendes Element durchgeführt. Die 8 ALT-II Blätter ($1.5\text{m} \times 0.28\text{m}$) wurden an insgesamt 464 Stellen vermessen. Die β -

Rückstreurrate, die sich aufgrund der Reflektion der Elektronen an den in der Oberfläche eingebetteten Metallatomen ergibt, wurde in eine entsprechende Schichtdicke eines die Oberfläche bedeckenden Metallfilms umgerechnet. Zur Kalibrierung wurden Messungen an Nickelschichten auf Graphit herangezogen.

Abb.10 zeigt als representatives Beispiel die Metallbelegung auf Limiterblatt 8. Es lassen sich systematische Variationen der Belegung in poloidaler und toridaler Richtung feststellen. Diese sind Folge eines unterschiedlichen Erosions- und Depositionsverhaltens, verursacht durch ortsabhängige Teilchen- und Energieflüsse auf die Oberfläche.

Sowohl an der Ober- (a) als auch an der Unterkante (d) des Limiterblattes ergibt sich, verglichen mit dem mittleren Bereich des Limiters, eine niedrigere Belegung mit Metallen. Deutlicher zeigt dies Abb.11, in der die poloidale Abhängigkeit der Metallbelegung, gemittelt über den gesamten ALT-II Limiter, dargestellt ist. Bedingt durch die Form des Limiters treten an den Kanten erhöhte Teilchen- und Energieflüsse auf, die zu einer verstärkten Erosion führen. Zusammen mit dem Kohlenstoff des Limiters werden auch zuvor deponierte metallische Verunreinigungen erodiert, wodurch die niedrigere Belegung zu erklären ist.

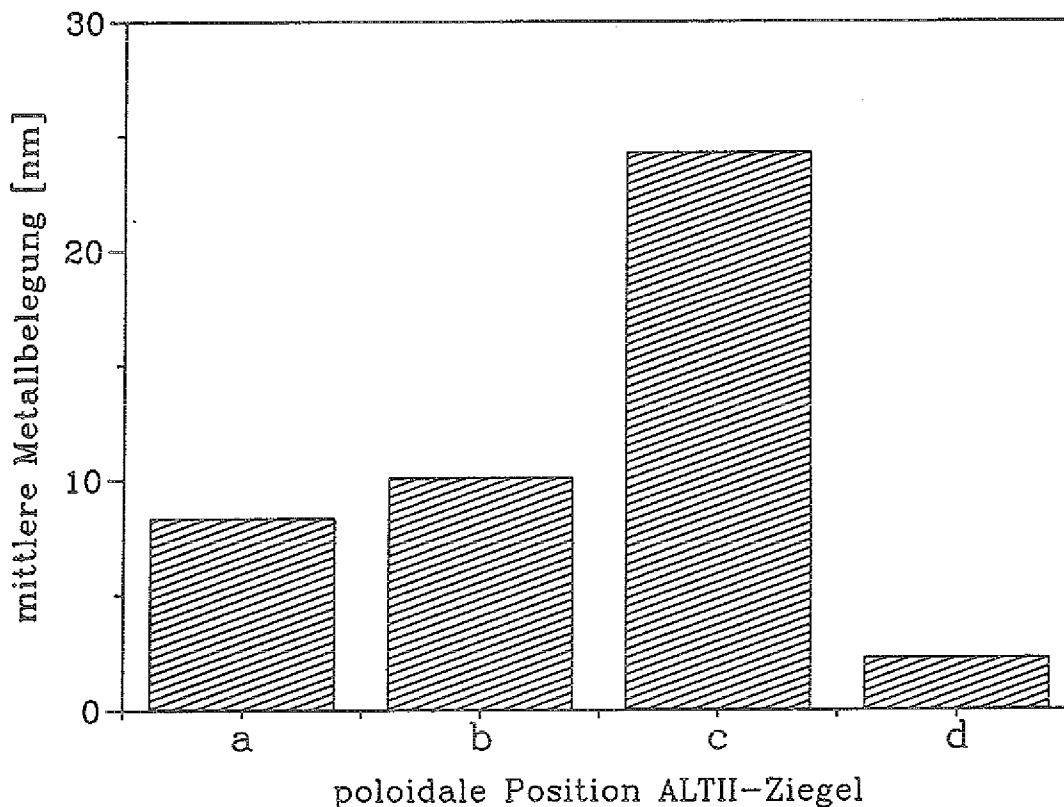


Abb. 11 Mittlere poloidale Metallbelegung des ALT-II Limiters. Die Positionen a (oben), b (Mitte oben), c (Mitte unten) und d (unten) sind in Abb.10 eingezeichnet.

Insbesondere fällt der sehr niedrige Wert an der unteren Kante (d) des Limiters auf. Der Grund dafür liegt in einer Asymmetrie des Teilchen- und Energieflusses auf den ALT-II Limiter in TEXTOR [35] und in einer Dejustierung des Limiters, bedingt durch die thermische Ausdehnung des geheizten Liners [36]. Für ein genau justiertes System ergibt sich bei niedrigen

Plasmadichten ($< 2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$) ein bis zu einem Faktor 3 erhöhter Fluß an der Limiterunterseite. Diese Asymmetrie verschwindet bei höheren Plasmadichten.

Durch die starke Erosion an der Unterkante (d) des Limiterblattes ergibt sich an der poloidal benachbarten Stelle (c) eine erhöhte Redeposition, die sich in einer hohen Metallbelegung niederschlägt.

Ebenfalls auffällig ist die toroidale Variation der Metallbelegung, die durch die Feldinhomogenität zwischen den Magnetfeldspulen (in Abb.10 die Spulen 15 und 16) verursacht wird. Diese führt dazu, daß die Mitte sowie die toroidalen Kanten des Limiters, die jeweils zwischen zwei Spulen liegen, das Plasma zuerst berühren. Ein erhöhter Teilchen- und Energiefluß an diesen Stellen führt zu einer erhöhten Erosion und einer niedrigeren Metallbelegung.

1.3.2 Messungen an JET

Die hier dargestellten Ergebnisse beziehen sich im wesentlichen auf zwei Veröffentlichungen [37][38]. Sie zeigen einen ersten analytischen Ansatz zur Modellierung der Erosions- und Depositionsvorgänge.

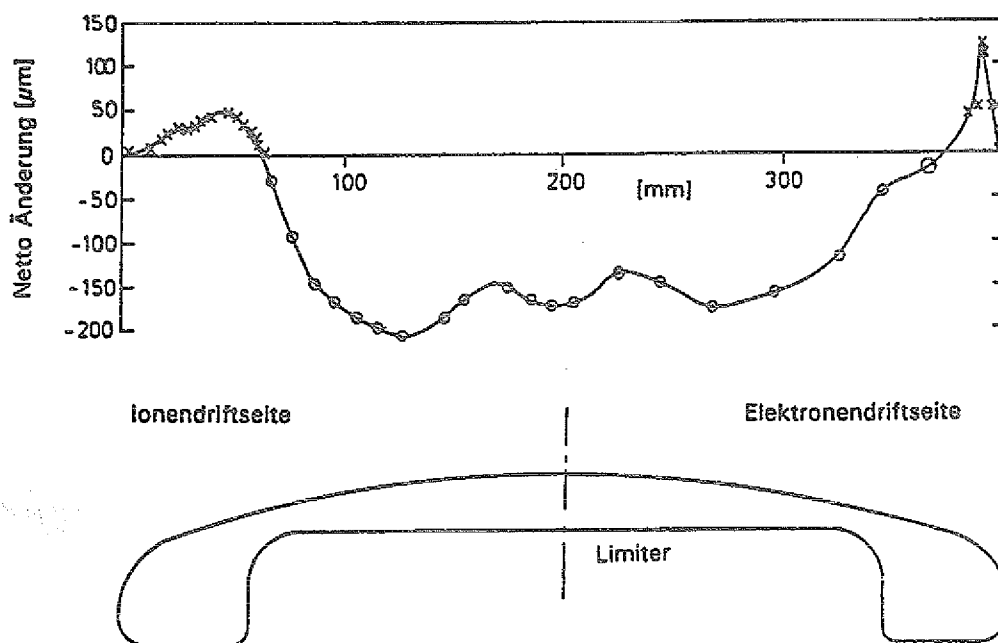


Abb. 12 Messung der Veränderung des JET-Limiters nach 3200 Entladungen (1986).

Zur Bestimmung der Erosion und Redeposition am toroidalen Limiter von JET (Joint European Torus, Abingdon, GB) wurden die einzelnen graphitischen Ziegel des Limiters vor ihrem Einbau mechanisch vermessen. Nach etwa 3200 Entladungen wurden sie ausgebaut und erneut vermessen. Es zeigte sich eine deutliche und leicht zu messende Veränderung der Oberfläche.

Ein repräsentatives Ergebnis gemessen an einem der Ziegel zeigt Abb.12. Mit dargestellt ist ein poloidaler Schnitt durch den Limiter. Die magnetischen Feldlinien verlaufen in der Zeichenebene senkrecht zur Mittelachse des Limiters. Es zeigt sich eine deutliche Erosion in der Mitte des Limiters, die sich am nächsten vom Plasma befand. Mit zunehmendem Abstand zum Plasma nimmt die Erosion ab und geht an den Rändern des Limiters in einen von der Deposition dominierten Bereich über (Erosion ergibt einen negativen Wert, Deposition einen positiven).

Abb.13 zeigt den Vergleich dieser Messung mit einem einfachen Modell. Hierzu wurden die gemessenen Raten auf die von den Feldlinien senkrecht durchgezogene Querschnittsfläche des Limiters bezogen (Kreuze). Für die Berechnung der Modellkurve (durchgezogene Linie) wurden folgende Annahmen gemacht:

Der aus dem Plasma kommende Fluß an Deuterium Γ_D , der in der Abschältschicht auf den Limiter trifft, führt zu einer physikalischen Zerstäubung von Kohlenstoff. Die entsprechende Zerstäubungsausbeute Y_D ist im wesentlichen abhängig von der Plasmatemperatur T . Zusätzlich ergibt sich durch den auf den Limiter treffenden Kohlenstoff (Fluß= Γ_C) eine Eigen-Zerstäubung mit einer Zerstäubungsausbeute Y_C .

Der Kohlenstofffluß Γ_S , der den Limiter verläßt, ist somit gegeben durch

$$\Gamma_S = \Gamma_D Y_D + \Gamma_C Y_C \quad ,$$

womit sich netto eine Erosions/Depositions-Rate Γ_{Dep} von

$$\Gamma_{Dep} = \Gamma_C - \Gamma_S$$

ergibt.

Sowohl Γ_D als auch Γ_C fallen exponentiell mit dem Abstandes x von der Limitermitte (nächster Punkt am Plasma) ab:

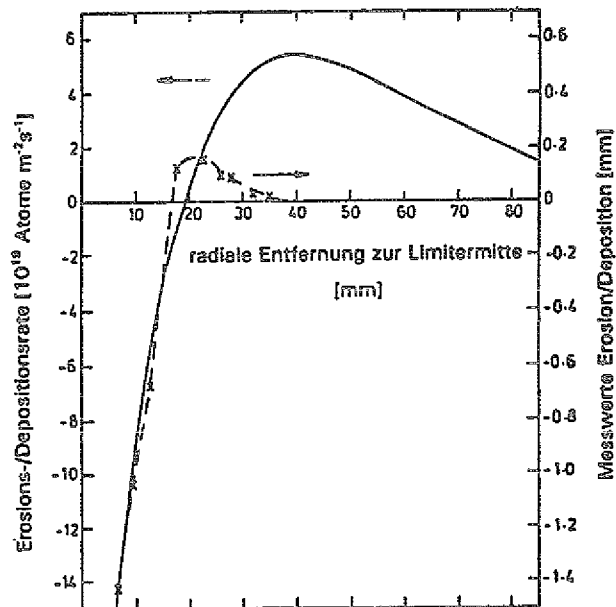


Abb. 13 Vergleich der errechneten Erosions-/Depositionsrate mit den Meßwerten.

$$\Gamma_D = \Gamma_{D0} e^{\frac{-x}{\lambda_D}}$$

$$\Gamma_C = \Gamma_{C0} e^{\frac{-x}{\lambda_C}}$$

Γ_{D0} und Γ_{C0} sind die Deuterium- und Kohlenstoffflüsse an der Limiterkante ($x=0$). Sie hängen von den jeweiligen Plasmadichten und Temperaturen und den Verunreinigungsdichten und Temperaturen ab. Es wurde bei den Rechnungen ein Plasma niedriger Dichte angenommen, so daß die Temperaturen und Dichten der einzelnen Species unabhängig voneinander sind. Die einzige Quelle von Kohlenstoff ist der Limiter selbst. Es wird angenommen, daß der gesamte erodierte Kohlenstoff ionisiert wird und wiederum auf den Limiter trifft.

Als Depositionsrate ergibt sich somit:

$$\Gamma_{DEP} = \Gamma_{D0} \left(\frac{\Gamma_{C0}}{\Gamma_{D0}} (1 - Y_C) e^{\frac{-x}{\lambda_C}} - Y_D e^{\frac{-x}{\lambda_D}} \right)$$

Das Verhältnis der Flüsse Γ_{C0}/Γ_{D0} am Punkt $x=0$ (Limitermitte) ergibt sich aus einer numerischen Integration der Gleichung (1.1) unter Verwendung der analytischen Ausdrücke von Bohdanský [39] für Y_D und Y_C . Der Temperaturverlauf in der Abschälschicht wurde als exponentiell abfallend angenommen.

$$T_i = T_e = T_0 e^{\frac{-x}{\lambda_T}}$$

T_i und T_e ist die Ionen- und Elektronentemperatur, T_0 die Temperatur an der Limiterkante und λ_T die entsprechende Abfalllänge.

Der Angleich der theoretischen Kurve in Abb.13 erfolgte unter Verwendung der folgenden Werte:

$T_0=50\text{eV}$, $\lambda_D=\lambda_C=20\text{mm}$, $\lambda_T=40\text{mm}$, Dichte n_0 bei $x=0$: $n_0=10^{12}\text{cm}^{-3}$. Der Kohlenstoff trifft 4-fach ionisiert auf den Limiter.

Wie sich zeigt, ergibt sich in der Limitermitte ($x=0$) die höchste Erosionsrate, bedingt durch die hohe Temperatur, die damit verbundenen hohen Zerstäubungsausbeuten, sowie durch die hohen Teilchenflüsse. Trotz einer auch an dieser Stelle erfolgenden Deposition überwiegt die Erosion. Mit zunehmendem Abstand x erniedrigen sich die Temperatur, die Zerstäubungsausbeuten, sowie die Flüsse, bis sich an einem Umschlagspunkt x_U die Erosion und die Deposition die Waage halten. Für alle Orte $x > x_U$ überwiegt die Deposition. Der Bereich $x < x_U$ wird als erosionsdominiert, der Bereich $x > x_U$ als depositionsdominiert bezeichnet.

Die theoretische Kurve spiegelt zwar den Verlauf der Meßwerte wieder, eine quantitative Aussage läßt sich jedoch nicht treffen. Eine der Ursachen ist sicher in der sehr komplexen

experimentellen Situation zu sehen, die sich durch die unterschiedlichsten Entladungsparameter während der sehr langen Zeitperiode von über einem Jahr ergibt.

Trotz einer gewissen Übereinstimmung, die mit dem einfachen Modell der Erosion/Redeposition gefunden wurde, stellt sich die Situation im allgemeinen wesentlich komplexer dar:

- Die Zerstäubung durch weitere Verunreinigungen, beispielsweise Sauerstoff, kann einen hohen Einfluß haben oder sogar dominieren.
- Die an der Gefäßwand erfolgenden Erosions- und Depositionsprozesse sowie die Transportprozesse dieser Teilchen in der Abschälschicht müssen mit einbezogen werden.
- Dichtegradienten vor dem Limiter verändern die Teilchen- und Energiebilanz. Es baut sich ein Schichtpotential vor dem Limiter auf, wodurch die Ionen zusätzlich beschleunigt werden und mit einer höheren Energie auf den Limiter treffen.

1.3.3 Messungen an DIII-D

Entsprechend den Messungen an JET wurden am kalifornischen Tokamak DIII-D (San Diego, USA) Ziegel des unteren Divertors bezüglich Erosion und Deposition untersucht. Insgesamt 12 Ziegel wurden vor und nach einer 8-monatigen Betriebsphase mit Hilfe eines Profilometers vermessen. Die Oberflächenveränderung konnte mit einer Genauigkeit von $\pm 1 \mu\text{m}$ bestimmt werden [40].

Die Ziegel waren während der 8-monatigen Betriebsphase unterschiedlichen Entladungsbedingungen ausgesetzt. Neben ohmschen sowie mit Neutralteilchen und Hochfrequenz geheizten Entladungen waren die Ziegel auch Reinigungsglimmentladungen und mehreren Karbonisierungen ausgesetzt. Während rund 1700 Entladungen diente der untere Divertor als plasmabegrenzendes Element. Die gemessene Verteilung der Netto-Erosion wurde verglichen mit den Ergebnissen des REDEP-Programms [41], das eine Erweiterung des in Abschnitt 1.3.2 vorgestellten analytischen Modells darstellt. In Abb.14 sind die Ergebnisse der Messung zusammen mit den Berechnungen dargestellt. Als Parameter für die Modellrechnungen wurden die während der Betriebsphase am häufigsten aufgetretenen Plasmaparameter benutzt.

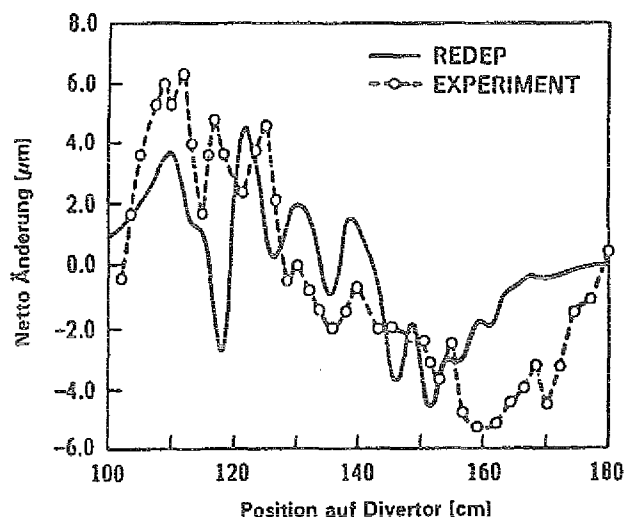


Abb. 14 Erosionsprofil am Divertor des Tokamak DIII-D nach 1700 Entladungen. Vergleich mit den Berechnungen des REDEP Programms.

Wiederum zeigen sich sowohl erosionsdominierte (negative Werte) als auch depositionsdominierte (positive Werte) Bereiche. Die Größenordnung der Nettoerosion stimmt

annähernd zwischen Messung und Rechnung überein. Die Rechnung zeigt dabei, daß die Nettoerosion abhängig vom Ort durch die Redeposition um einen Faktor 3 bis 9 reduziert wird.

1.4 Mögliche in situ Verfahren zur Messung von Erosion und Deposition

In Abschnitt 1.3 wurden die wichtigsten bis heute eingesetzten Verfahren zur Beobachtung von Erosion und Deposition dargestellt. Es handelt sich dabei ausschließlich um ex situ Verfahren, die zeitintegrierend arbeiten und Aussagen zur Veränderung der Plasma-Wand-Wechselwirkung bei Veränderung der Plasmaparameter nur indirekt zulassen. Aus diesem Grund wird die Erarbeitung von in situ Meßverfahren, die die Beobachtung des Materialtransports in der Abschältschicht, die die Beobachtung der Erosion an Limiter und Divertor und die die Beobachtung der Redeposition an den verschiedensten Stellen der Wand ermöglichen, als derzeit eine der vordringlichen Aufgaben in der Fusionsforschung angesehen.

Zieht man Verfahren in Betracht, die bereits außerhalb der Fusionsforschung zur Beobachtung von Materialabtragung oder Schichtwachstum benutzt wurden, so verbleiben unter dem Gesichtspunkt der Einsetzbarkeit an einem Tokamak nur wenige Verfahren, die Aussicht auf Erfolg versprechen.

1.4.1 Verwendung radioaktiver Marker

Isotopische (z.B. ^{13}C) oder radioaktive Marker zur Kennzeichnung bestimmter Bereiche des Limiters oder Divertors wurden bereits bei Untersuchungen zur Erosion und Redeposition eingesetzt [38][40]. Teile der Oberfläche eines Limiters oder Divertors werden vor dem Einbau durch Beimischung isotopischer Bestandteile markiert oder bis zu einer bestimmten Tiefe aktiviert. Bei späteren Untersuchungen der markierten Teile kann anhand der Abnahme der isotopischen Beimischung oder der Aktivierung die Erosion bestimmt werden. Auch der Transport und die Redeposition der Marker kann untersucht werden.

Um eine solche Technik für in situ Messungen nutzbar zu machen ist es notwendig, die Aktivierung einzelner Stellen des Limiters oder Divertors auch während des Betriebs des Fusionsreaktors durchgehend zu messen. Die Detektoren zur Messung der Aktivierung müssen in unmittelbarer Nähe (1-2m) der markierten Stelle angebracht werden, wobei der Vorteil besteht, daß auch durch eine metallische Gefäßwand hindurch gemessen werden kann. Ein möglicher radioaktiver Marker wäre beispielsweise Be^7 (Einsatz bei JET).

Das Verfahren ermöglicht die genaue quantitative Bestimmung der Netto-Erosion, mit einem unteren Auflösungsvermögen von $\sim 0.1\mu\text{m}$. Es ist unempfindlich gegenüber einer Verkipfung der Probe sowie bezüglich Oberflächenrauigkeit. Ein wesentlicher Nachteil der Methode ist, daß nur einzelne Punkte des Divertors markiert werden können, und eine Veränderung der Markierung nachträglich nicht mehr möglich ist. Eine Verfälschung der Ergebnisse verursacht durch wechselnde Betriebsbedingungen (Verschiebung der erosions- und depositionsdominierten Bereiche) ist unvermeidlich [42].

1.4.2 Speckle Interferometrie

Beleuchtet man eine diffus reflektierende Oberfläche mit kohärentem Licht und bildet die beobachtete Fläche mittels einer Linse auf einen Schirm ab, so wird jeder Punkt der Oberfläche,

bedingt durch die Beugung an der Begrenzung der Linse, als Beugungsscheibchen abgebildet. Die Beugungsbilder zweier eng benachbarter Punkte überlappen sich und interferieren. Das Interferenzbild besteht aus statistisch verteilten Objektpunkten, die als *Speckle* bezeichnet werden (Abb.15). Der mittlere Abstand d zweier benachbarter Speckle beträgt [43]:

$$d \approx \frac{\lambda}{N.A.}$$

λ ist die Wellenlänge des eingestrahnten Lichts, N.A. die numerische Apertur der Linse.

Um die Veränderung an einer Probenoberfläche messen zu können, muß die Objektwelle mit einer Referenzwelle überlagert werden. Ein Speckle-Bild des unveränderten Objekts wird beispielsweise durch eine CCD-Kamera mit angeschlossenem Bildspeichersystem aufgenommen. Nach einer Veränderung des Objekts wird ein zweites Bild aufgenommen und dem ersten Bild überlagert, wodurch sich ein Linienmuster entsprechend einem Beugungsbild ergibt. Mit Hilfe dieses Linienmusters läßt sich die Verkipfung oder Verformung der beobachteten Objektoberfläche quantitativ bestimmen.

Zur Vermessung der Form einer Oberfläche unabhängig von deren Veränderung, ist es notwendig, die Speckle-Bilder zweier unterschiedlicher Wellenlängen zu überlagern. Der Abstand Λ der Linien, die sich im resultierenden Bild ergeben, beträgt

$$\Lambda = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{(\lambda_1 - \lambda_2)(1 + \cos \theta)}$$

λ_1 und λ_2 sind die beiden eingestrahnten Wellenlängen, θ ist der Winkel zwischen dem einfallenden Laserstrahl und der Oberflächennormale. Bei einer Verwendung der stärksten Linien eines Argon Lasers (488nm und 514.5nm) ergibt sich unter der Annahme eines Einfallswinkels $\theta = 0^\circ$ ein $\Lambda = 4.7 \mu\text{m}$ [44].

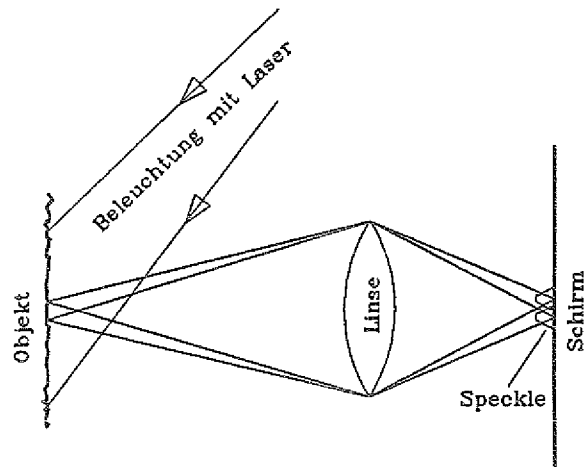


Abb. 15 Entstehung eines Speckle bei der Abbildung einer kohärent beleuchteten Fläche.

Somit bietet die Speckle Interferometrie die Möglichkeit, bei Proben, die eine diffus reflektierende Oberfläche aufweisen, Veränderungen im μm Bereich zu bestimmen. Der Laser und die optischen Komponenten müssen starr auf einem optischen Tisch befestigt werden. Die zu vermessende Probe kann davon unabhängig befestigt sein, da eine Verkipfung der Probe von einer sonstigen Veränderung unterschieden werden kann. Die untere Auflösungsgrenze der Methode beträgt $\sim 1 \mu\text{m}$, die obere Auflösungsgrenze mehrere $100 \mu\text{m}$ [44].

Der Einsatz der Speckle Interferometrie zur Untersuchung der Plasma-Wand-Wechselwirkung erscheint somit insbesondere bei der Beobachtung hochbelasteter Komponenten (Limiter, Divertor) sinnvoll, an denen verstärkt Erosion und Deposition auftritt. Von Vorteil ist dabei die Möglichkeit größere Flächen über eine Distanz von mehreren Metern zu beobachten. Obwohl das Auflösungsvermögens von $1 \mu\text{m}$ für den derzeitigen Einsatz der Methode noch sehr hoch

erscheint, ist die Weiterentwicklung des Verfahrens für einen Einsatz an zukünftigen Fusionsreaktoren (z.B. ITER), bei denen größere Raten zu erwarten sind, durchaus sinnvoll.

1.4.3 Interferenz-Farbanalyse

Wie bereits in Abschnitt 1.3.1.1 dargestellt, zeigen die redeponierten a-C:H Schichten bei einer Beleuchtung mit weißem Licht Interferenzfarben. Mit zunehmender Schichtdicke wechselt die Farbe von unbunt nach gelb, purpur, blau und wiederum nach unbunt (Farben 1. Ordnung). Bei weiter zunehmender Schichtdicke wiederholen sich die Farben in der selben Reihenfolge (Farben 2. und höherer Ordnung), mit der Ausnahme, daß sich ab der 2. Ordnung grün anstelle von unbunt ergibt [19]. Jede Interferenzordnung wird abhängig vom Brechungsindex der Schicht innerhalb eines Schichtdickenintervalls von 100-200nm durchlaufen. Ist der Brechungsindex der Schichten bekannt (beispielsweise durch eine ellipsometrische Messung an einer polierten, beschichteten Probe), so läßt sich ein Farb-Schichtdicken-Zusammenhang berechnen. Mit Hilfe dieses Zusammenhangs lassen sich dann Schichtdickenkartierungen größerer Flächen durchführen [27].

Angewendet wurde diese Technik bereits zur Vermessung der Homogenität der Beschichtung des TEXTOR Liners nach einer Karbonisierung, zur Bestimmung der Schichtdicken redeponierter Schichten sowie zur Messung der Erosion an einem vorbeschichteten Molybdänlimiter [45].

Das Auflösungsvermögen der Methode liegt bei $\sim 20\text{nm}$. Die maximal bestimmbare Schichtdicke liegt zwischen 0.5 und $1\mu\text{m}$, abhängig von der Absorption in der Schicht. Auch mit dieser Technik lassen sich größere Bereiche eines Limiters oder Divertors unabhängig von der Oberflächengeometrie und Rauigkeit über einen Distanz von mehreren Metern vermessen. Die Technik ist insbesondere geeignet den Prozess der Deposition zu beobachten. Eine Messung der Erosion ist nur an vorbeschichteten Proben möglich. Um das Verfahren für in situ Messungen nutzbar zu machen, muß die Probe über eine Farbkamera beobachtet werden. Durch eine genaue elektronische Farbbildanalyse läßt sich ein Auflösungsvermögen von wenigen Nanometern erreichen. Dies ist an TEXTOR in Vorbereitung.

1.4.4 Reflektometrie und Ellipsometrie

Dickenänderungen von mehr als 20nm erfordern immer noch die Überlagerung von mehreren Tokamakentladungen. Zur Beobachtung der Prozesse in der Abschältschicht, in der sich Depositionsraten von weniger als 10nm/s ergeben, ist es deshalb notwendig, Meßverfahren mit einem Auflösungsvermögen von wenigen Nanometern zu entwickeln. In Frage kommen dabei zwei optische Meßmethoden, die eine genaue Vermessung dünner semitransparenter Schichten ermöglichen: die Reflektometrie und die Ellipsometrie¹ [46][47].

Beide Verfahren nutzen die Interferenz einer monochromatischen Welle an der Schicht, zur Bestimmung der Dicke. Während bei der Reflektometrie die an der Schicht reflektierte Intensität zur Bestimmung der Schichtdicke dient, ergibt sich diese bei der Ellipsometrie aus der Polarisationsverschiebung zwischen eingestrahlter und reflektierter Welle. Beide Meßverfahren erfordern eine polierte Probe, die einen spiegelnden Reflex ermöglicht, da ansonsten eine Beobachtung über eine größere Entfernung nicht möglich ist.

¹Beide Methoden werden im Detail in Kapitel 2 und 3 dargestellt.

Im Falle der Reflektometrie, die eine Messung bei senkrechtem Einfall eines Laserstrahls auf die Probenoberfläche ermöglicht, wäre es ausreichend, eine Probe im Tokamak durch ein einzelnes Fenster in der Gefäßwand zu beobachten. Laser und Photodiode könnten an derselben Öffnung untergebracht werden. Im Falle der Ellipsometrie müßten zwei geeignete Beobachtungsfenster in der Gefäßwand vorhanden sein, da zur Messung ein Einfallswinkel zwischen 30° und 70° , gemessen zur Oberflächennormalen, notwendig ist.

Allein diese Anforderungen schränken den Einsatz der beiden Methoden stark ein, da Fenster mit einer freien Sichtlinie nicht immer verfügbar sind. Hinzu kommt eine weitere Schwierigkeit, die sich während des Betriebs eines Tokamaks ergibt: Die meisten Komponenten in einem Tokamak sind während einer Entladung sehr großen mechanischen Belastungen ausgesetzt, so daß es während des Betriebes zu einer Bewegung oder Verkipfung der Probe kommen kann. Auch die Wärmeausdehnung der einzelnen Bauteile spielt dabei eine Rolle. Beobachtet beispielsweise eine Probe über einen Abstand von einem Meter, so würde die Verkipfung der Probe um 2° bereits zu einer Verschiebung des Reflexes um 7cm führen. Bei einer Beobachtung durch ein Fenster mit 10cm Durchmesser (typischerweise ein 100CF Flansch) könnte dies bereits die Messung unmöglich machen. Auch die Verwendung von justierbaren Spiegeln im Tokamak ist nicht möglich, da diese sich ebenfalls mit der Zeit beschichten und eine Messung verfälschen würden. Trotz dieser Schwierigkeiten wird der Einsatz der Ellipsometrie an einem Tokamak vorbereitet [48].

1.5 Zielstellung der neuen Meßmethode

Wie in den letzten Abschnitten dargestellt, boten alle bis zum Beginn dieser Arbeit vorhandenen Meßmethoden nicht die Möglichkeit, in situ Messungen der Deposition in der Abschälschicht eines Tokamak mit einer für ein Experiment wie TEXTOR ausreichenden Auflösung durchzuführen. Ziel dieser Arbeit war es daher, eine Meßmethode zu entwickeln, die die zeitintegrierende Methode der Aufsammlensonden ersetzt und es ermöglicht, die Dicke redeponierter Schichten nach jeder Entladung zu bestimmen.

Die zu entwickelnde Meßmethode sollte dabei die folgenden Anforderungen erfüllen:

- in situ Messung der Dicke redeponierter Schichten
- Dickenauflösung im Bereich von 1-5nm
- Vermeidung längerer Sichtlinien
- Unempfindlichkeit gegen mechanische Erschütterungen, die bei Entladungen auftreten
- Möglichkeit der Positionierung einer Probe an verschiedenen Stellen in der Abschälschicht
- Die Beobachtung sollte auch während einer Entladung möglich sein.

In Kapitel 2 wird die experimentelle Idee des neuen Meßverfahrens, der Reflektometrie mit Lichtleitern, besprochen. Die theoretischen Grundlagen der Reflektometrie werden in Kapitel 3 behandelt, zusammen mit den Grundlagen der Ellipsometrie, die als Methode zur Kalibrierung des neuen Meßverfahrens herangezogen wurde. Die ersten Experimente wurden an einer Plasmakammer im Labor durchgeführt. Die Beschreibung des Versuchsaufbaus und der Ergebnisse erfolgt in Kapitel 4. In Kapitel 5 werden die Vorversuche an TEXTOR, der Einbau der Reflektometrieordnung in die Stockholm-TEXTOR-Sonde, und die Kalibrierung des Systems dargestellt. Die Beschreibung der ersten Messungen an TEXTOR zusammen mit der

Diskussion der Ergebnisse folgt in Kapitel 6. In Kapitel 7 werden die Ergebnisse der Arbeit zusammengefaßt.

2. Reflektometrie mit Lichtleitern

2.1 Experimentelle Grundlagen

Die grundlegende Idee der Reflektometrie mit Lichtleitern besteht darin, die Interferenz an einer Schicht, die auf der Vorderseite einer Glasprobe aufwächst, von der Rückseite der Probe über einen Lichtleiter zu beobachten und zur Bestimmung der Schichtdicke zu nutzen. Über den Lichtleiter (Faserbündel-Lichtleiter) wird dabei monochromatisches Licht auf die Probe eingestrahlt. Die Interferenz zwischen dem Anteil des Lichts, der an der Grenzfläche Glasprobe/Schicht reflektiert wird, und dem Anteil des Lichts, der an der Grenzfläche Schicht/Vakuum reflektiert wird, führt zu einer sich mit der Schichtdicke periodisch verändernden reflektierten Intensität, die über den Lichtleiter zu einer Photodiode geleitet wird und als Meßsignal dient.

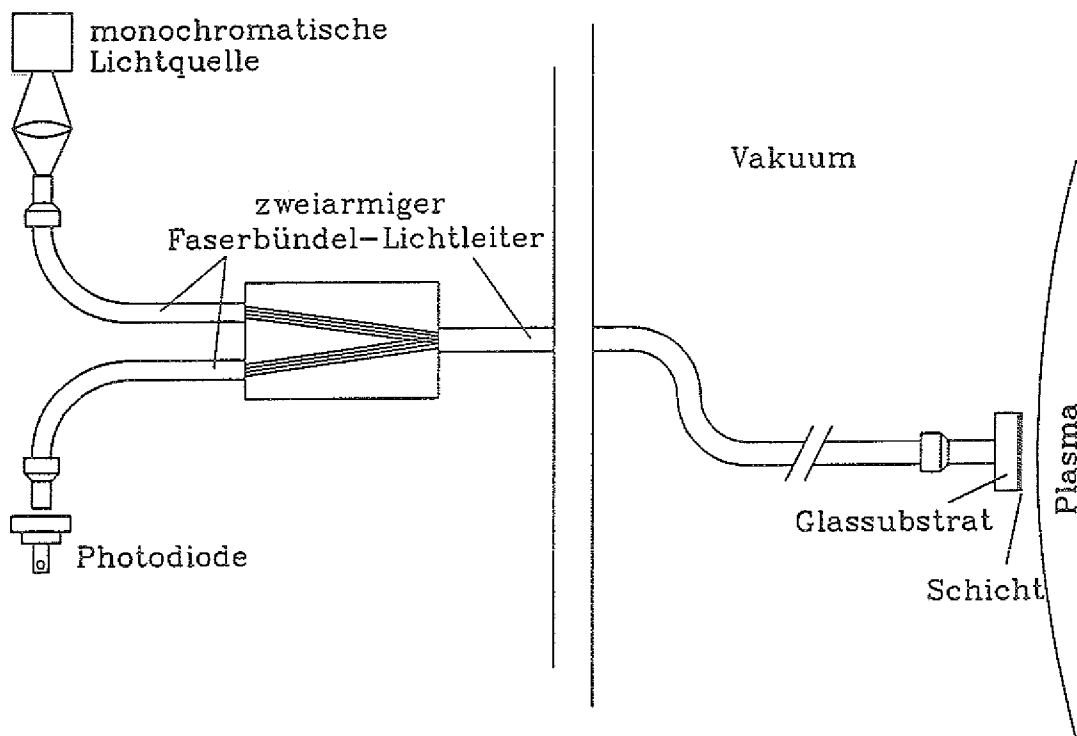


Abb. 16 Prinzip der Reflektometrie mit Lichtleitern.

Abb.16 stellt diese Situation schematisch dar. Als Lichtleiter dient ein zweiarmiger Faserbündellichtleiter¹. Während der eine Teil des Faserbündels dazu dient, monochromatisches Licht von einer Lichtquelle zur Rückseite des Glassubstrats zu leiten, wird die an der Schicht reflektierte Intensität über den anderen Teil des Faserbündels zu einer Photodiode geleitet.

Die wesentlichen Schwierigkeiten, die sich bei einer Beobachtung der Probe in Aufsicht (von vorn) ergeben würden, lassen sich mit dem neuen Meßverfahren vermeiden: Die Lichtquelle und die Photodiode können sich weit außerhalb eines Tokamakgefäßes befinden. Die Verwendung

¹ Lichtleiter, bestehend aus einem Bündel mehrerer hundert einzelner Lichtleitfasern (siehe Kapitel 4).

eines flexiblen Lichtleiters ermöglicht es, Proben mittels einer Sonde an jeder gewünschten Stelle in der Abschälschicht des Tokamak zu exponieren. Ein Fenster zur direkten Beobachtung ist nicht mehr notwendig, da der Lichtleiter über weite Entfernungen geführt werden kann. Auch die Gefahr der Dejustierung durch eine Verkipfung oder Bewegung der Probe läßt sich durch eine feste Ankopplung des Lichtleiters an die Glasprobe vermeiden.

Abb.17 zeigt die Situation, die am Glassubstrat vorliegt. Zur Vereinfachung ist jeweils nur eine Faser der beiden Faserbündel des Lichtleiters dargestellt. Ein Lichtstrahl der Intensität I_0 , eingestrahlt über den Lichtleiter, durchquert zuerst das Medium Glas mit einem Brechungsindex von $n_0=1.5$ und trifft dann auf eine Schicht der Dicke d mit einem Brechungsindex n_1 und einem Extinktionskoeffizienten¹ k_1 . Das die Schicht umgebende Medium ist Vakuum mit $n_2=1$. Es kommt zu einer Interferenz zwischen dem Teil des Lichts, der am Übergang Glas-Schicht reflektiert wird, und dem Teil, der am Übergang Schicht-Vakuum reflektiert wird, was zu einem periodischen Verlauf der reflektierten Intensität I_r als Funktion der Schichtdicke d führt. Der auf die Fasern des zweiten Lichtleiterbündels treffende Anteil von I_r wird durch diese zu einer Photodiode geleitet.

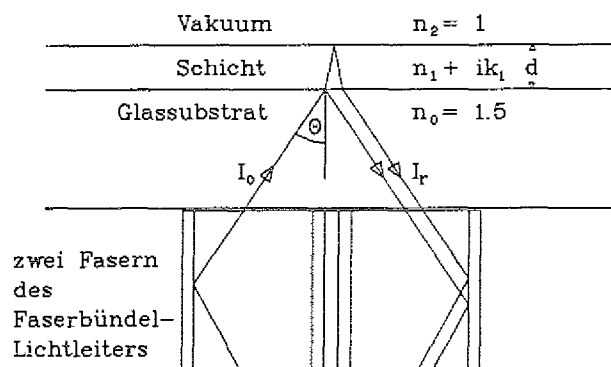


Abb. 17 Schematische Darstellung der Interferenz am Übergang Glassubstrat/Schicht/Vakuum.

Abb.18 zeigt zwei Beispiele des zu erwartenden Effekts. Dargestellt ist die Reflektivität R , die sich durch die Normierung der reflektierten Intensität I_r auf die eingestrahlte Intensität I_0 ergibt ($R=I_r/I_0$), als Funktion der Schichtdicke d . Angenommen wurde als Vakuumwellenlänge des einfallenden Lichts $\lambda_0=632.8\text{nm}$ (rote Linie eines He-Ne Lasers) und als Einfallswinkel $\Theta=0^\circ$. Im Abstand von 10nm ist auf den Kurven jeweils ein Punkt eingezeichnet.

Im Fall (a) wurde als Brechungsindex der Schicht $n=2.2$ angenommen, und es liegt keine Absorption ($k=0$) in der Schicht vor. Die Reflektivität beginnt für $d=0\text{nm}$ mit einem Wert von 4% , bedingt durch den Sprung im Brechungsindex am Übergang Glas-Vakuum, und folgt dann einem periodischen Verlauf von Maxima (konstruktive Interferenz) und Minima (destruktive Interferenz). Der Abstand Δd zwischen Maxima und Minima ergibt sich aus

$$\Delta d = \frac{1}{n_1} \frac{\lambda_0}{4}$$

und ist in diesem Falle $\Delta d=71.9\text{nm}$. Die Höhe der Maxima und Minima bleibt konstant, da keine Absorption in der Schicht vorliegt ($k=0$).

Im zweiten Fall (b) wurde ein niedrigerer Brechungsindex $n_1=2.0$ und eine Absorption in der Schicht (Extinktionskoeffizient $k_1=0.1$) angenommen. Es lassen sich dabei folgende Trends feststellen:

¹Der Extinktionskoeffizient k (Imaginärteil des komplexen Brechungsindex $n+ik$) bestimmt die Absorption in der Schicht (siehe Kapitel 3).

- Mit abnehmendem Brechungsindex vergrößert sich der Abstand zwischen den Maxima und Minima.
- Die Höhe der Maxima sinkt mit abnehmendem Brechungsindex.
- Die Höhe der Maxima nimmt mit zunehmender Schichtdicke d ab, bedingt durch die Absorption ($k > 0$) in der Schicht.

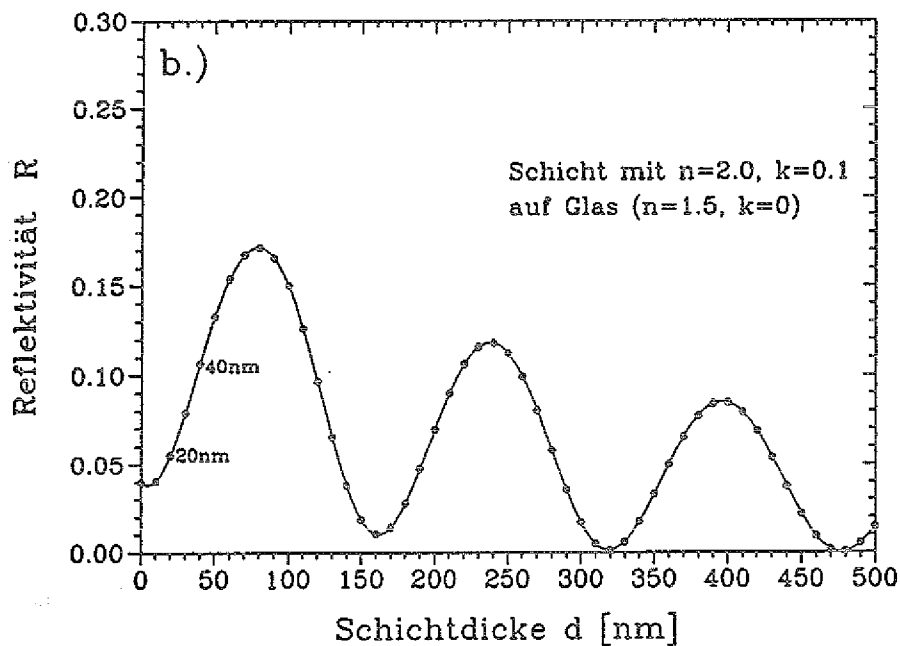
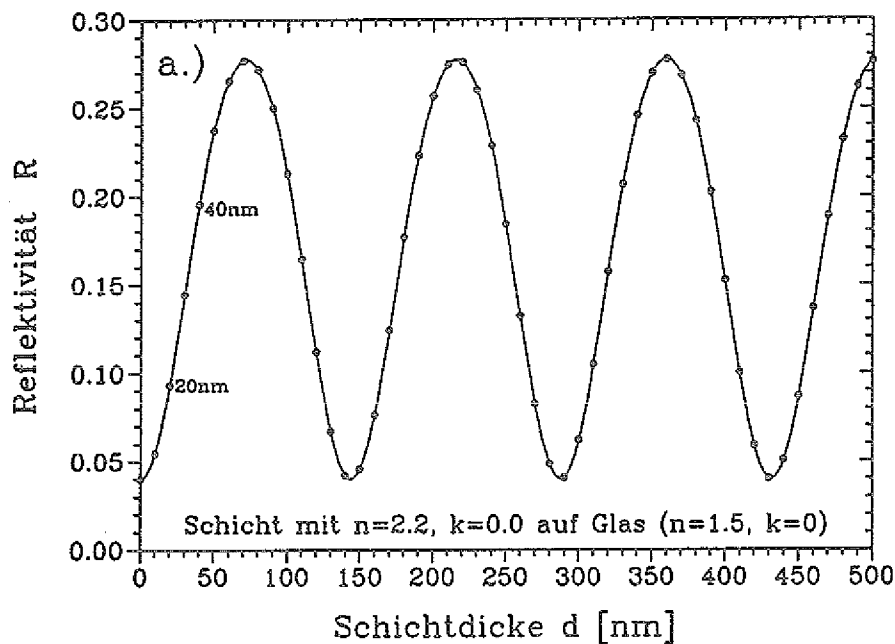


Abb. 18 Reflektivität als Funktion der Schichtdicke: a.) Schicht mit $n=2.2$, $k=0.0$ auf Glas ($n=1.5$, $k=0$); b.) Schicht mit $n=2.0$, $k=0.1$ auf Glas.

Wie die Beispiele verdeutlichen, kann jedem Wertepaar n, k eindeutig ein bestimmter $R(d)$ -Zusammenhang zugeordnet werden. Sind somit die beiden Größen n und k einer Schicht bekannt, so läßt sich anhand des Vergleichs zwischen einer gemessenen Reflektivität $R(t)$, die sich während des Aufwachsens einer Schicht als Funktion der Zeit t ergibt und dem theoretischen $R(d)$ -Zusammenhang die jeweils zu einem bestimmten Zeitpunkt t vorliegende Schichtdicke d bestimmen. Sind die beiden Größen n und k nicht bekannt, so lassen auch sie sich mit Hilfe des gemessenen $R(t)$ -Zusammenhangs bestimmen, und zwar anhand der Höhen der Extrema. Diese Bestimmung ist mit einem um so kleineren Fehler möglich, je mehr Maxima und Minima die Reflektivität $R(t)$ durchlaufen hat. Eine erste genauere Bestimmung kann nach dem Überschreiten des ersten Maximums durchgeführt werden.

Die wesentliche Schwierigkeit, den zeitlichen Verlauf der Reflektivität R zur in situ Bestimmung der Schichtdicke d zu nutzen, besteht nun darin, daß die Intensitäten I_r und I_0 nicht direkt gemessen werden können. Es ist lediglich möglich den Teil der reflektierten Intensität I_r zu messen, der durch den Lichtleiter geleitet auf die Photodiode trifft. Auch von der eingestrahnten Intensität I_0 kann nur der Teil gemessen werden, der vor der Beleuchtung des Lichtleiters als Referenzsignal ausgekoppelt wurde.

Bestünde ein linearer Zusammenhang zwischen den Meßsignalen und den Intensitäten I_r und I_0 , so ließe sich dieser mit Hilfe einer Systemkalibrierung finden und somit die Reflektivität R aus den Meßsignalen bestimmen. Man kann jedoch nicht grundsätzlich von einem solchen linearen Zusammenhang ausgehen. Insbesondere für die in Abb.16 dargestellte Meßanordnung ist zu klären, inwieweit bei der Verwendung eines Lichtleiters zusätzliche Interferenzen auftreten, beispielsweise am Übergang Lichtleiter-Glassubstrat, und diese eine Messung beeinflussen oder verfälschen. Es war daher notwendig, ein unabhängiges Meßverfahren zu besitzen, das es ermöglicht, den Brechungsindex n , den Extinktionskoeffizienten k , und die Dicke d von Schichten zu bestimmen, die zuvor auf einer Glasprobe (entsprechend Abb.16) abgeschieden wurden. Sind diese drei Größen bekannt, so läßt sich ein $R(d)$ -Zusammenhang errechnen und mit einer gemessenen reflektierten Intensität als Funktion der Zeit vergleichen.

Als geeignetes Meßverfahren erweist sich die Ellipsometrie. Parallel zur Entwicklung der Reflektometrie mit Lichtleitern wurde ein Programm entwickelt, mit dessen Hilfe anhand von ellipsometrischen Messungen n , k und d gemeinsam bestimmt werden können. Dies ermöglichte es, neben der Klärung des obigen Sachverhalts auch Fragen hinsichtlich des Abscheideverhaltens auf verschiedenen Substraten und hinsichtlich der Homogenität von Schichten zu klären. Die Ellipsometrie wurde als ex situ Verfahren bei allen Reflektometrie-Messungen zur Überprüfung der Ergebnisse mit eingesetzt. Eine ausführlichere Beschreibung der Ellipsometrie folgt in Kapitel 3.

2.2 Erwartetes Auflösungsvermögen

Da gleiche Schichtdickeninkremente Δd unterschiedliche Änderungen ΔR in der Reflektivität bewirken, hängt auch das Dickenauflösungsvermögen $\Delta R/\Delta d$ vom jeweiligen Ort auf der Kurve ab. Es ist am kleinsten an den Extremstellen und am größten in den Wendepunkten der Kurve $R(d)$. Zur Bestimmung des maximalen Auflösungsvermögens betrachten wir die Kurve in Abb.18a an ihrem ersten Wendepunkt. Es ergibt sich dort eine Steigung der Kurve von $5.29 \times 10^3 \text{ nm}^{-1}$, was einem $\Delta R/\Delta d$ von $1/189 \text{ nm}$ entspricht. Die kleinste noch zu erkennende Dickenänderung δd hängt nun davon ab, welche Änderung δR der Reflektivität noch sicher

gemessen werden kann.

$$\delta d = \delta R \cdot \left(\frac{\Delta R}{\Delta d} \right)^{-1}$$

Für $\delta R = 1\%$ ergibt sich beispielsweise ein $\delta d = 1.89\text{nm}$.

Die sich ergebenden maximalen Auflösungen $\Delta R/\Delta d$ unter der Annahme verschiedener Brechungsindizes sind in der folgenden Tabelle aufgelistet. Es wurde keine Absorption ($k=0$) in den Schichten angenommen.

Brechungsindex n_1	Maximale Auflösung $\Delta R/\Delta d$
2.4	1/133nm
2.2	1/189nm
2.0	1/300nm
1.8	1/589nm
1.6	1/2245nm

Mit abnehmendem Brechungsindex der Schicht (a-C:H Schicht mit Brechungsindex zwischen 1.6 und 2.4) verschlechtert sich das Auflösungsvermögen, da die Höhe der Maxima und damit die Steigung der Kurven abnimmt. Dasselbe gilt auch im Falle einer Absorption in der Schicht. Die Schichtdickenauflösung geht für $k > 0$ mit zunehmender Schichtdicke zurück, die Schichten werden undurchsichtig. Man kann jedoch davon ausgehen, daß bei den bis jetzt bekannten Werten für den Extinktionskoeffizienten k ($k \sim 0.1$) die Schichtdickenbestimmung bis zu Dicken zwischen 500nm und 1µm möglich ist.

3. Theoretische Grundlagen

3.1 Berechnung der Reflektivität

3.1.1 Ebene Wellen in einem geschichteten Medium

Die folgende Herleitung lehnt sich an eine Darstellung aus "Principles of Optics" von M. Born und E. Wolf [49] an. Sie wird hier in knapper Form wiedergegeben, um das Verständnis der späteren Berechnungen zu erleichtern. Die im Rahmen dieser Arbeit erstellten Programme beruhen auf diesen Grundlagen.

Im folgenden wird die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen in einem *geschichteten Medium* angenommen. Dies bedeutet, daß die Eigenschaften des Mediums in allen Ebenen konstant sind, die senkrecht zu einer fest vorgegebenen Richtung stehen. Ist in einem kartesischen Koordinatensystem diese spezielle Richtung die z-Achse, so gilt

$$\varepsilon = \varepsilon(z), \quad \mu = \mu(z)$$

ε ist die Dielektrizitätskonstante, μ ist die Permeabilität.

Die *Einfallsebene* einer ebenen, zeit-harmonischen, elektromagnetischen Welle, die sich in diesem Medium ausbreitet, ist definiert durch die Einfallsrichtung der Welle und die z-Achse. Der *Einfallswinkel* Θ ist der Winkel zwischen der Einfallsrichtung und der z-Achse.

Jede beliebig polarisierte ebene Welle kann in zwei linear polarisierte Wellen, die senkrecht zueinander stehen, zerlegt werden¹ (siehe Abb.19):

1. Eine transversal elektrische (TE) Welle: Der elektrische Vektor $\vec{E}$ steht senkrecht auf der Einfallsebene, der magnetische Vektor $\vec{H}$ liegt in der Einfallsebene.
2. Eine transversal magnetische (TM) Welle: Der magnetische Vektor $\vec{H}$ steht senkrecht auf der Einfallsebene, der elektrische Vektor $\vec{E}$ liegt in der Einfallsebene.

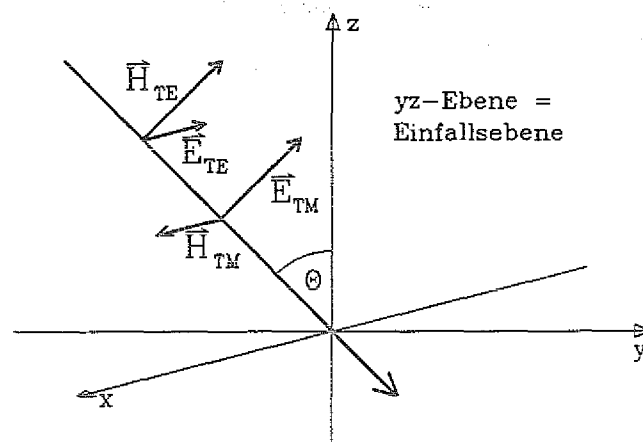


Abb. 19 Lage der elektrischen und magnetischen Vektoren einer TE- und TM-Welle.

Da die Maxwell'schen Gleichungen unverändert bleiben, wenn man gleichzeitig mit $\vec{E}$ und $\vec{H}$ auch ε und $-\mu$ vertauscht, soll die weitere Herleitung nur für eine TE Welle erfolgen. Die

¹ In der Literatur ist auch die Bezeichnung der senkrecht (s) und parallel (p) polarisierten Welle gebräuchlich, wobei dann für eine Größe r die folgende Entsprechung besteht:

$$r_{TE} = r_s, \quad r_{TM} = r_p$$

Ergebnisse für eine TM Welle werden am Ende des Kapitels mit angegeben.

Des weiteren wird für die folgende Herleitung ein dielektrisches Medium angenommen. Die Erweiterungen, die für ein leitendes Medium notwendig sind, werden ebenfalls am Ende angegeben.

Nimmt man als Einfallsebene die yz-Ebene (siehe Abb.19), so ergibt sich für eine TE Welle

$$E_y = E_z = 0 \quad .$$

Die Maxwellschen Gleichungen reduzieren sich damit auf folgende sechs skalare Gleichungen (die Zeitabhängigkeit wird als $e^{-i\omega t}$ angenommen):

$$\frac{\partial H_z}{\partial y} - \frac{\partial H_y}{\partial z} + \frac{i\epsilon\omega}{c} E_x = 0, \quad (1a)$$

$$\frac{\partial H_x}{\partial z} - \frac{\partial H_z}{\partial x} = 0, \quad (1b)$$

$$\frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} = 0, \quad (1c)$$

$$\frac{i\omega\mu}{c} H_x = 0, \quad (1d)$$

$$\frac{\partial E_x}{\partial z} - \frac{i\omega\mu}{c} H_y = 0, \quad (1e)$$

$$\frac{\partial E_x}{\partial y} + \frac{i\omega\mu}{c} H_z = 0, \quad (1f)$$

H_y , H_z und E_x sind dabei Funktionen von y und z . Eliminiert man H_y und H_z aus (1a), (1e) und (1f), so ergibt sich

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 E_x}{\partial z^2} + n^2 k_0^2 E_x = \frac{d(\log \mu)}{dz} \frac{\partial E_x}{\partial z}$$

mit

$$n^2 = \epsilon\mu, \quad k_0 = \frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad .$$

n ist der Brechungsindex des Mediums, c die Lichtgeschwindigkeit, sowie λ_0 die Vakuumwellenlänge. Mit Hilfe des Produktansatzes $E_x(y,z) = U(z)Y(y)$ erhält man

$$E_x = U(z)e^{i(k_0 y - \omega t)}$$

mit

$$\alpha = n \sin \theta = \text{konstant}$$

Unter Verwendung von (1e) und (1f) ergeben sich H_y und H_z in entsprechender Weise.

$$H_y = V(z)e^{i(k_0 y - \omega t)}$$

$$H_z = W(z)e^{i(k_0 y - \omega t)}$$

Das gesamte Verhalten der Welle in z-Richtung, abgesehen von der zeitlichen Variation ($e^{-i\omega t}$), wird dabei durch die Amplitudenfunktionen $U(z)$, $V(z)$ und $W(z)$ beschrieben. Diese sind über die Maxwell'schen Gleichungen (1) miteinander gekoppelt.

Durch Einsetzen der drei Funktionen E_x , H_y und H_z in (1a), (1e) und (1f) und nach der Substitution von $W(z)$ ergibt sich ein Paar Differentialgleichungen erster Ordnung für die im allgemeinen komplexen Funktionen $U(z)$ und $V(z)$:

$$\frac{dU}{dz} = ik_0 \mu V, \quad (2a)$$

$$\frac{dV}{dz} = ik_0 \left(\epsilon - \frac{\alpha^2}{\mu} \right) U. \quad (2b)$$

Es ergeben sich daraus die folgenden Differentialgleichungen 2. Ordnung für $U(z)$ und $V(z)$:

$$\frac{d^2 U}{dz^2} - \frac{d(\log \mu)}{dz} \frac{dU}{dz} + k_0^2 (n^2 - \alpha^2) U = 0 \quad (3a)$$

$$\frac{d^2 V}{dz^2} - \frac{d \left[\log \left(\epsilon - \frac{\alpha^2}{\mu} \right) \right]}{dz} \frac{dV}{dz} + k_0^2 (n^2 - \alpha^2) V = 0 \quad (3b)$$

Die Lösungen $U(z)$ und $V(z)$ dieser Gleichungen lassen sich jeweils als Linearkombinationen zweier partikulärer Lösungen $F(z)$, $f(z)$ und $G(z)$, $g(z)$ ausdrücken,

$$U(z) = F(z)U_0 + f(z)V_0, \quad (4a)$$

$$V(z) = G(z)U_0 + g(z)V_0, \quad (4b)$$

die über die Differentialgleichungen 1. Ordnung (entsprechend 2a und 2b) gekoppelt sind:

$$\begin{aligned}\frac{df}{dz} &= ik_0 \mu g, & \frac{dg}{dz} &= ik_0 \left(\epsilon - \frac{\alpha^2}{\mu} \right) f, \\ \frac{dF}{dz} &= ik_0 \mu G, & \frac{dG}{dz} &= ik_0 \left(\epsilon - \frac{\alpha^2}{\mu} \right) F.\end{aligned}$$

Als Randwerte sind

$$U_0 = U(0) \quad \text{und} \quad V_0 = V(0)$$

vorgegeben, womit sich

$$f(0) = G(0) = 0 \quad \text{und} \quad F(0) = g(0) = 1$$

ergibt.

3.1.2 Charakteristische Matrix

Gleichung (4) läßt sich auch in Matrixschreibweise ausdrücken:

$$Q = NQ_0,$$

$$Q = \begin{bmatrix} U(z) \\ V(z) \end{bmatrix}, \quad Q_0 = \begin{bmatrix} U_0 \\ V_0 \end{bmatrix},$$

$$N = \begin{bmatrix} F(z) & f(z) \\ G(z) & g(z) \end{bmatrix}.$$

Im Allgemeinen ist es gebräuchlicher U_0 und V_0 als Funktionen von $U(z)$ und $V(z)$ auszudrücken:

$$Q_0 = MQ, \quad (5)$$

mit

$$M = \begin{bmatrix} g(z) & -f(z) \\ -G(z) & F(z) \end{bmatrix} = N^{-1}.$$

Die Bedeutung der Matrix M ist folgende: M verbindet die Amplitudenfunktionen des elektrischen und magnetischen Feldes in der Ebene $z=0$ mit den entsprechenden Komponenten in einer beliebigen Ebene $z=\text{constant}$. Um also die Ausbreitung einer ebenen, monochromatischen Welle in einem Medium zu beschreiben, ist es ausreichend, diese Matrix für das Medium zu kennen. Aus diesem Grund wird M die charakteristische Matrix genannt.

Für eine einzelne dielektrische Schicht, beginnend bei $z=0$ und endend bei $z=z_1$, mit einem konstanten Brechungsindex n (ϵ und μ sind konstant), errechnet sich die charakteristische Matrix der Schicht als Lösung der Gleichungen (3a) und (3b) zu:

$$M(z_1) = \begin{bmatrix} \cos(k_0 n z_1 \cos \theta) & -\frac{i}{p} \sin(k_0 n z_1 \cos \theta) \\ -ip \sin(k_0 n z_1 \cos \theta) & \cos(k_0 n z_1 \cos \theta) \end{bmatrix}$$

mit

$$p = \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \cos \theta$$

Für ein geschichtetes Medium der Gesamtdicke z_N , bestehend aus einer Folge von N homogenen Schichten, für deren Grenzflächen z_n $0 \leq z_1 \leq z_2 \leq \dots \leq z_N$ gilt, ergibt sich die charakteristische Matrix durch einfache Matrixmultiplikation.

$$M(z_N) = M_1(z_1) M_2(z_2 - z_1) \dots M_N(z_N - z_{N-1})$$

Die Elemente einer solchen Matrix werden im Folgenden mit m_{ij} bezeichnet (i =Zeilenindex, j =Spaltenindex).

Der Vorteil dieses Formalismus besteht darin, daß bei der Behandlung von Mehrschichtsystemen aus der Kenntnis der optischen Eigenschaften der einzelnen Schichten schnell das Verhalten des gesamten Schichtsystems berechnet werden kann. Auch das Hinzufügen weiterer Schichten zu einem vorhandenen Schichtsystem stellt keine größere Schwierigkeit dar.

3.1.3 Reflektionskoeffizient

Mit Hilfe der charakteristischen Matrix läßt sich der *Reflektionskoeffizient* r eines Schichtsystems berechnen. Er ist definiert, als der Quotient der Amplitudenfunktionen des elektrischen Vektors der einfallenden $A(z)$ und der am Schichtsystem reflektierten Welle $R(z)$.

Dabei geht man von einem Schichtsystem aus, das bei $z=0$ beginnt, bei $z=z_N$ endet und von zwei homogenen Medien umgeben ist. Wird aus dem Medium $z < 0$ eine TE-Welle eingestrahlt, so ergibt sich nur eine x -Komponente des elektrischen Vektors:

$$E_{Ax} = A(z) e^{i(k_0 x y - \omega t)}$$

Die x Komponenten des E-Vektors, der von der Schicht reflektierten (R) sowie der transmittierten (T) Welle ($z > z_N$) sind:

$$E_{Rx} = R(z) e^{i(k_0 a y - \omega t)}$$

$$E_{Tx} = T(z) e^{i(k_0 a y - \omega t)}$$

Aus der Forderung, daß die tangentialen Komponenten des elektrischen und magnetischen Feldes an den Grenzflächen zwischen den umgebenden Medien und der Schicht stetig sind, und unter Berücksichtigung der Beziehung ($\mathbf{a}$ =Einheitsvektor in Richtung der einfallenden Welle)

$$\mathbf{H} = \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \mathbf{a} \times \mathbf{E} ,$$

ergeben sich die folgenden Randbedingungen:

$$U_0 = A(0) + R(0), \quad U(z_N) = T(z_N) ,$$

$$V_0 = p_v(A(0) - R(0)), \quad V(z_N) = p_h T(z_N).$$

Dabei sind die Konstanten p_v , und p_h gegeben durch

$$p_v = \sqrt{\frac{\epsilon_v}{\mu_v}} \cos \theta_v, \quad p_h = \sqrt{\frac{\epsilon_h}{\mu_h}} \cos \theta_h .$$

Die Indices v und h beziehen sich auf das Medium vor ($z < 0$) sowie hinter ($z > z_N$) dem Schichtsystem. Unter Verwendung von Gleichung (5) ergibt sich damit

$$A(0) + R(0) = (m_{11} + m_{12} p_h) T(z_N)$$

$$p_v(A(0) - R(0)) = (m_{21} + m_{22} p_h) T(z_N) ,$$

womit sich der Reflektionskoeffizient r_{TE} für die TE-Welle berechnen läßt:

$$r_{TE} = \frac{R(0)}{A(0)} = \frac{(m_{11} + m_{12} p_h) p_v - (m_{21} + m_{22} p_h)}{(m_{11} + m_{12} p_h) p_v + (m_{21} + m_{22} p_h)}$$

Den entsprechenden Reflektionskoeffizient r_{TM} für eine TM Welle erhält man sofort, indem man die beiden Konstanten p_v und p_h durch

$$q_v = \sqrt{\frac{\mu_v}{\varepsilon_v}} \cos \theta_v, \quad q_h = \sqrt{\frac{\mu_h}{\varepsilon_h}} \cos \theta_h$$

ersetzt. Zusätzlich muß man auch in den jeweiligen charakteristischen Matrizen der Einzelschichten p_i durch ein entsprechendes q_i ersetzen.

Die Reflektivität R einer beliebig polarisierten Welle, also die reflektierte Intensität an einem Schichtsystem bei eingestrahelter Intensität 1, ergibt sich aus dem arithmetischen Mittel der Betragsquadrate von r_{TE} und r_{TM} .

$$R = \frac{1}{2} (|r_{TE}|^2 + |r_{TM}|^2)$$

Da es sich bei den hier untersuchten Schichten um unmagnetische Schichten handelt ($\mu=1$), vereinfachen sich die Gleichungen, indem man in p_i und q_i

$$\sqrt{\varepsilon} = n$$

setzt. n ist der Brechungsindex der Schicht.

Auch die Erweiterung auf absorbierende Medien ist leicht zu vollziehen. In einem leitenden (absorbierenden), unmagnetischen Medium wird die Welle durch die Wechselwirkung mit den Leitungselektronen gedämpft, was formal durch einen imaginären Anteil der Dielektrizitätskonstante ε beschrieben wird.

$$\varepsilon^* = \varepsilon + i 4\pi \frac{\sigma}{\omega}$$

σ ist die Leitfähigkeit der Schicht. Damit ergibt sich auch ein komplexer Brechungsindex n^* . Der Imaginärteil k wird dabei als Extinktionskonstante oder auch als Extinktionskoeffizient bezeichnet.

$$n^* = n + i k$$

k steht in direktem Zusammenhang mit dem Absorptionskoeffizienten χ [49]:

$$\chi = \frac{2\pi k}{\lambda_0}$$

λ_0 ist die Wellenlänge des einfallenden Lichts im Vakuum.

In dieser Arbeit wird der Realteil n des komplexen Brechungsindex n^* als *Brechungsindex* und der Imaginärteil k als *Extinktionskoeffizient* bezeichnet.

3.2 Ellipsometrie

3.2.1 Die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ

Wie im letzten Kapitel hergeleitet, hängt der Reflektionskoeffizient r eines Schichtsystems nicht nur vom Einfallswinkel, der Wellenlänge, den optischen Konstanten und Dicken der Schichten und der umgebenden Medien ab, sondern insbesondere auch von der Polarisation der einfallenden elektromagnetischen Welle. So ergibt sich im allgemeinen für eine transversal magnetische (TM) Welle ein anderer Reflektionskoeffizient r als für eine transversal elektrische (TE) Welle, sobald der Einfallswinkel Θ größer Null ist.

$$\begin{aligned} \Theta = 0^\circ : & \quad r_{TE} = r_{TM} \\ 0^\circ < \Theta < 90^\circ : & \quad r_{TE} \neq r_{TM} \end{aligned}$$

Fällt nun eine beliebig polarisierte ebene Welle unter einem festen Winkel Θ auf ein unbeschichtetes oder nur mit einer Schicht der Dicke d bedecktes Substrat, so läßt sich das Verhalten der Welle (beispielsweise bei Reflektion oder Transmission) vollständig durch das Verhalten der TM und der TE Welle beschreiben. Um nun das unterschiedliche Verhalten der reflektierten Anteile der beiden Wellen zu beschreiben, führte P. Drude 1889 die beiden Winkel Ψ (*PSI*) und Δ (*DELTA*) ein, die durch die folgende Gleichung definiert werden¹ [50][46][47]:

$$\tan \Psi e^{i\Delta} = \frac{r_{TM}}{r_{TE}}$$

¹ Die ursprüngliche Gleichung von Drude, *die fundamentale Gleichung der Ellipsometrie* für Reflektion an einer einzelnen Schicht, verdeutlicht den direkten Zusammenhang zwischen Ψ und Δ mit der Schichtdicke d , dem Brechungsindex n_1 der Schicht, der Wellenlänge λ_0 und dem Einfallswinkel Θ etwas besser und soll deshalb hier kurz angegeben werden [46].

$$\tan \Psi e^{i\Delta} = \frac{(r_{p01} + r_{p12} e^{-2ix})(1 + r_{s01}r_{s12} e^{-2ix})}{(1 + r_{p01}r_{p12} e^{-2ix})(r_{s01} + r_{s12} e^{-2ix})}$$

mit

$$x = \frac{2\pi}{\lambda_0} d (n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \Theta)^{1/2}$$

r_{p01} , r_{s01} und r_{p12} , r_{s12} sind die Fresnelschen Reflektionskoeffizienten [45] für den Übergang Medium-Schicht sowie Schicht-Substrat.

$\tan \Psi$ stellt das Verhältnis zwischen den Amplituden der reflektierten TM- und TE-Welle dar, unter der Voraussetzung, daß die Amplituden der beiden Wellen vor der Reflektion gleich groß waren:

reine TE-Welle ($R_{TM} = 0$):	$\tan \Psi = 0$	$\Rightarrow$	$\Psi = 0^\circ$
reine TM-Welle ($R_{TE} = 0$):	$\tan \Psi = \infty$	$\Rightarrow$	$\Psi = 90^\circ$
zirkular pol. Welle ($R_{TM} = R_{TE}$):	$\tan \Psi = 1$	$\Rightarrow$	$\Psi = 45^\circ$

Somit kann Ψ Werte zwischen 0° und 90° annehmen. Ist $\Psi = 0^\circ$, so ist die reflektierte Welle senkrecht zur Einfallsebene polarisiert (TE-Welle), ist $\Psi = 90^\circ$, so ist die Welle parallel zur Einfallsebene polarisiert (TM-Welle). Bei $\Psi = 45^\circ$ liegt eine zirkulare oder lineare (Phasenverschiebung $\Delta = 0$) Polarisation vor.

Δ stellt die Phasenverschiebung zwischen den beiden reflektierten Wellen dar, unter der Voraussetzung, daß keine Phasenverschiebung vor der Reflektion vorlag. Somit kann Δ Werte zwischen 0° und 360° annehmen.

Ψ und Δ sind Funktionen des Einfallswinkels Θ , der eingestrahlten Wellenlänge λ_0 , der optischen Konstanten des Substrats und des umgebenden Mediums sowie des Brechungsindex n , des Extinktionskoeffizienten k und der Dicke d der Schicht. Die Messung der Winkel Ψ und Δ ermöglicht die Bestimmung von n , k und d .

3.2.2 Messung der Winkel Ψ und Δ

Geht man von einer zeitharmonischen Welle als Überlagerung einer TE- und TM-Welle aus, die sich in z -Richtung ausbreitet, so ergibt sich als resultierender elektrischer Vektor:

$$\begin{aligned} TE: & \quad E_x = a_1 \cos(\tau + \delta_1), \\ TM: & \quad E_y = a_2 \cos(\tau + \delta_2), \\ & \quad E_z = 0. \end{aligned}$$

mit

$$\tau = \omega t - \frac{2\pi}{\lambda} z$$

a_i sind die Amplituden der Wellen, τ beinhaltet Orts- sowie die Zeitabhängigkeit und δ_i ist die Phasenkonstante der jeweiligen Komponente des elektrischen Vektors in einem kartesischen Koordinatensystem.

Eliminiert man τ und führt die Phasenverschiebung δ ein,

$$\delta = \delta_2 - \delta_1$$

so ergibt sich für die Komponenten E_x und E_y die Gleichung einer Ellipse

$$\left(\frac{E_x}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{E_y}{a_2}\right)^2 - 2\frac{E_x}{a_1}\frac{E_y}{a_2}\cos\delta = \sin^2\delta$$

Dies bedeutet, der elektrische Vektor dieser Welle beschreibt in einer Ebene, senkrecht zur z-Achse, eine Ellipse. Die Welle ist elliptisch polarisiert. Abb.20 zeigt eine solche Ellipse. Sie ist einem Rechteck einbeschrieben, dessen Achsen parallel zu den Koordinatenachsen in x- und y-Richtung verlaufen, und deren Länge $2a_1$ und $2a_2$ ist. α ist der Winkel zwischen der Hauptachse der Ellipse und der positiven x-Achse. Die Ellipse berührt die Seiten des Rechtecks an den Punkten $(\pm a_1, \pm a_2 \cos\delta)$ und $(\pm a_1 \cos\delta, \pm a_2)$.

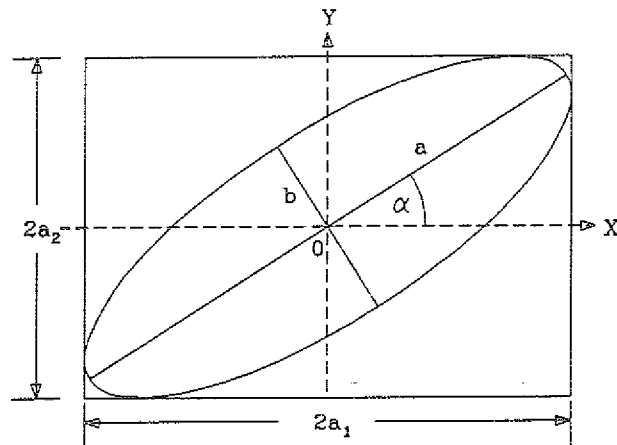


Abb. 20 Elliptisch polarisiertes Licht: Die Ellipse wird beschrieben durch den elektrischen Vektor.

Der formelle Zusammenhang zwischen den drei Größen a_1 , a_2 , und δ mit dem Winkel α und den Hauptachsen a, b der Ellipse ist in den folgenden drei Gleichungen wiedergegeben [47]:

$$a^2 = a_1^2 \cos^2 \alpha + a_2^2 \sin^2 \alpha + 2a_1 a_2 \cos \alpha \sin \alpha \cos \delta,$$

$$b^2 = a_1^2 \sin^2 \alpha + a_2^2 \cos^2 \alpha - 2a_1 a_2 \cos \alpha \sin \alpha \cos \delta,$$

$$\cos \delta = \frac{a_1^2 - a_2^2}{2a_1 a_2} \tan 2\alpha,$$

$$(0 \leq \delta \leq 2\pi), \quad (0 \leq \alpha \leq \pi)$$

Bei der ellipsometrischen Messung wird nun diese Ellipse bestimmt, um daraus die Winkel Ψ und Δ zu berechnen. Die sich für verschiedene Werte von δ ergebenden Ellipsen sind in Abb.21 dargestellt [49]. Bei $\delta=0$ und $\delta=\pi$ ergibt sich dabei eine lineare Polarisation. Wie man sieht, können sich für unterschiedliche Phasenverschiebungen δ durchaus gleiche Ellipsen ergeben (z.B. 2. und 8. Ellipse in Abb.21). Sie lassen sich lediglich anhand der Umlaufrichtung des elektrischen Vektors unterscheiden. Eine Bestimmung der Ellipse muß als so durchgeführt werden, daß auch die Umlaufrichtung des Feldvektors erkannt wird.

Bei der ellipsometrischen Messung, durchgeführt mit einem *Ellipsometer* (Abb.22) wird nun linear polarisiertes Licht einer festen Wellenlänge, dessen E-Vektor 45° gegen die Einfallsebene geneigt ist ($a_1=a_2$, $\delta=0$, $\alpha=\pi/2$) unter einem festen Einfallswinkel ($30^\circ \leq \Theta \leq 70^\circ$) auf die Schicht eingestrahlt. Dies läßt sich technisch durch eine monochromatische Lichtquelle (z.B. Laser) und einen Polarisator realisieren. Das reflektierte Licht wird durch einen sich drehenden Polarisator (Analysator) mit einer dahinter positionierten Photodiode gemessen. Schreibt man das

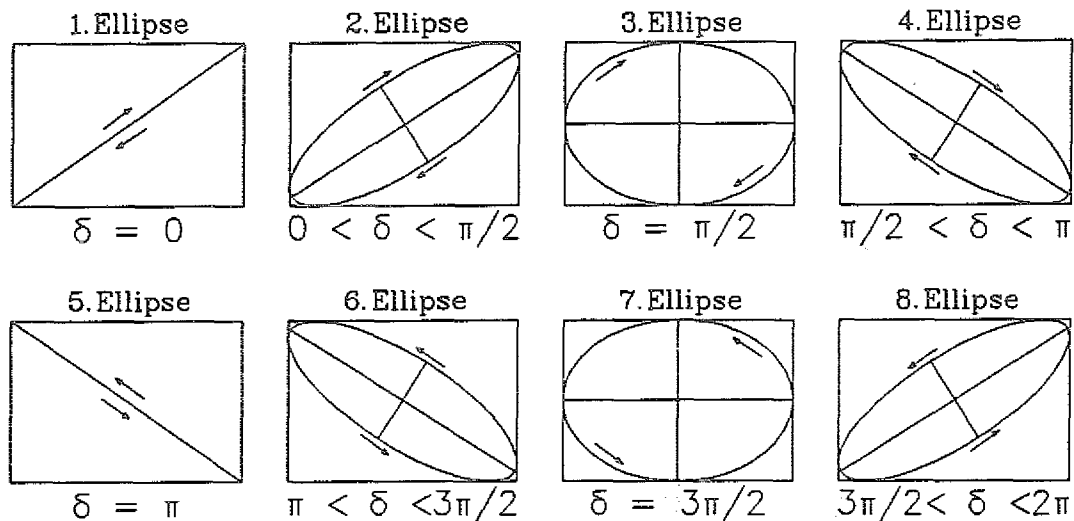


Abb. 21 Elliptische Polarisation bei verschiedenen Werten der Phasenverschiebung δ

Signal der Photodiode während einer Umdrehung des Analysators mit, so lassen sich aus der Lage der Extrema die Halbachsen a und b der Ellipse des reflektierten Lichts bestimmen. Da es zur eindeutigen Festlegung des Winkels α , und damit der Phasenverschiebung δ , notwendig ist, auch die Umlaufrichtung der Ellipse zu kennen, wird eine zweite Messung durchgeführt, bei der die Phasenverschiebung δ des einfallenden Lichts durch Einfügen eines $\lambda/4$ Plättchens um $\pi/2$ verändert wird (zirkular polarisiert). Die Phasenverschiebung δ des reflektierten Lichts verändert sich dadurch ebenfalls um $\pi/2$, und die Ellipse verschiebt sich um zwei Plätze in Abb.21. Anhand der eindeutigen Reihenfolge in der Form der Ellipse bei einer solchen Variation von δ läßt sich dann die Umlaufrichtung eindeutig bestimmen.

Hat man nun auf diese Weise die Größen a , b , α und die Umlaufrichtung der Ellipse bestimmt, so lassen sich auch in eindeutiger Weise die Größen a_1 , a_2 , und δ der reflektierten Welle errechnen. Der ellipsometrische Winkel Δ entspricht dann direkt der Phasenverschiebung δ . Der Winkel Ψ ergibt sich aus dem Arcustangens des Quotienten a_1/a_2 .

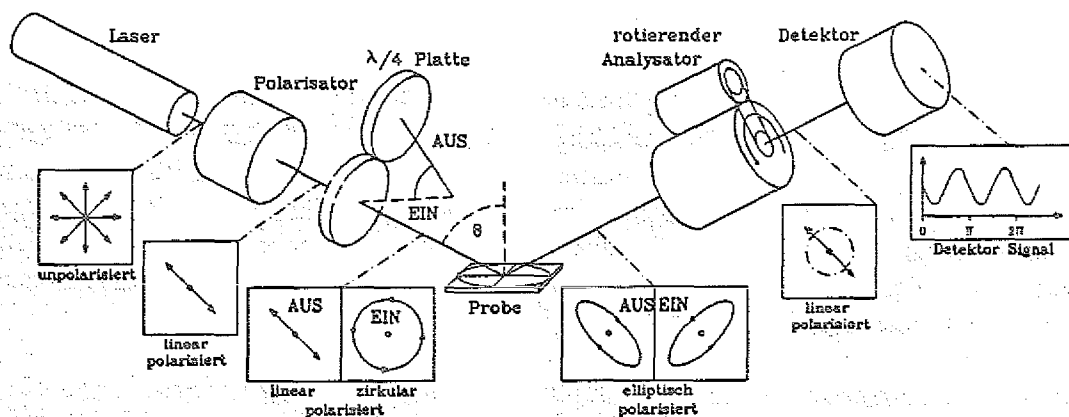


Abb. 22 Ellipsometer mit rotierendem Analysator.

Ein vollständige Beschreibung der technischen Realisierung einer solchen Messung soll hier nicht erfolgen, eine ausführliche Darstellung findet man beispielsweise in dem Buch von R.M.A.Azzam und N.M.Bashara, "Ellipsometry and polarized Light" [46].

Für alle Messungen wurde ein Ellipsometer mit rotierendem Analysator (PLASMOS SD2300, Wellenlänge: 632.8nm) verwendet, mit dem die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ direkt gemessen werden konnten.

3.2.3 Bestimmung der optischen Konstanten n , k und der Dicke d einer Schicht mittels Ellipsometrie

Im folgenden soll nun dargestellt werden, wie für Schichten, die im Rahmen dieser Arbeit hergestellt wurden, der Brechungsindex n , der Extinktionskoeffizient k und deren Schichtdicke d ellipsometrisch bestimmt wurden. Dabei wird vorausgesetzt, daß die optischen Konstanten n und k des Substrats bekannt sind, beziehungsweise ellipsometrisch gemessen wurden. Dies ist in jedem Falle möglich.

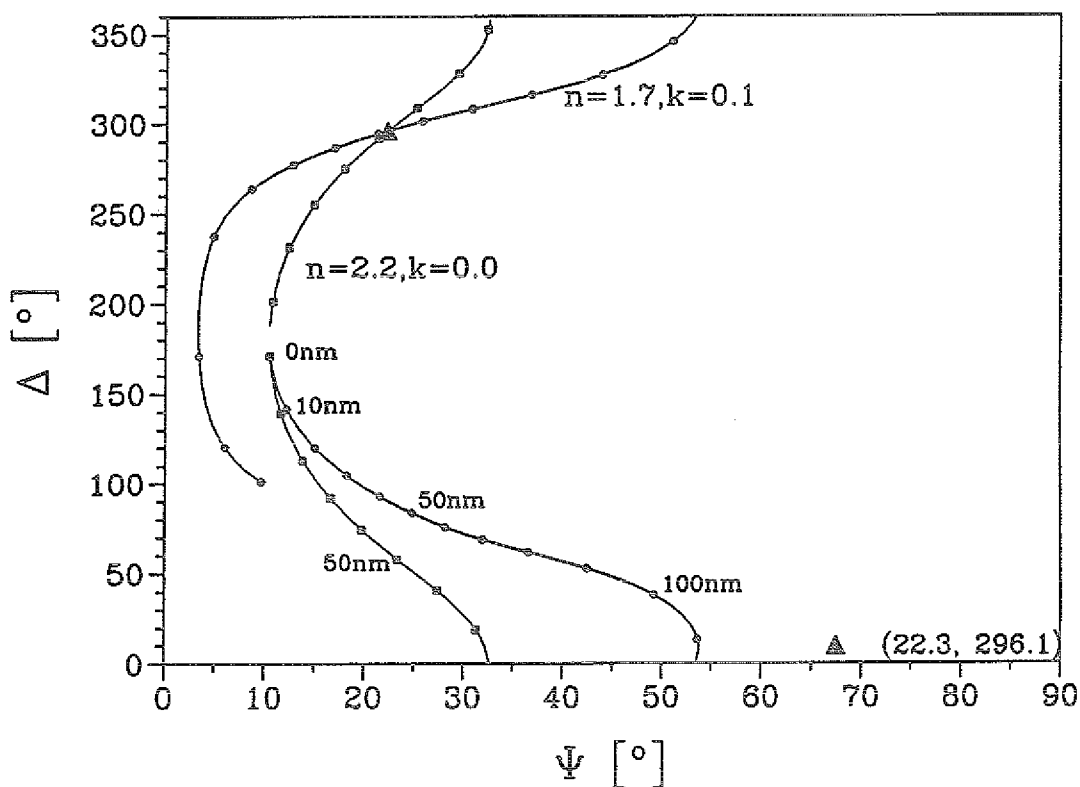


Abb. 23 Ψ, Δ als Funktion der Schichtdicke. Als Substrat wurde Silizium ($n=3.85$, $k=0.2$) angenommen. 1.Schicht: $n=2.2$, $k=0$ (geschnossene Kreise). 2.Schicht: $n=1.7$, $k=0.1$ (geschlossene Quadrate).

Abb.23 zeigt den errechneten Verlauf von Ψ und Δ als Funktion der Schichtdicke d am Beispiel zweier unterschiedlicher Schichten, die auf einem Silizium-Substrat ($n=3.85$, $k=0.2$) aufwachsen. Der Einfallswinkel beträgt 70° und die Wellenlänge 632.8nm:

Beispiel 1: $n=2.2$, $k=0.0$, $d=0-155\text{nm}$
Beispiel 2: $n=1.7$, $k=0.1$, $d=0-240\text{nm}$

In beiden Fällen beginnen die Kurven bei $\Psi=10.5$ und $\Delta=171.1$, den ellipsometrischen Werten, die sich bei Reflektion an einem blanken Silizium-Substrat ($n=3.85$, $k=0.2$) ergeben. Mit zunehmender Schichtdicke nimmt Δ ab und springt beim Erreichen von 0° auf einen Wert von 360° . Liegt keine Absorption ($k=0$) in der Schicht vor (1. Beispiel), so läuft die Kurve zum Ausgangspunkt zurück. Wächst die Schichtdicke weiter, so ergibt sich ein periodischer Verlauf der Kurve (hier mit einer Periodenlänge von 159.05nm). Dies ist bei $k>0$ grundsätzlich nicht der Fall, wie das zweite Beispiel zeigt.

Sind nun die optischen Konstanten n und k einer Schicht bekannt, so läßt sich deren Dicke d eindeutig aus einem Paar der ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ bestimmen. Lediglich im Falle $k=0$ ergibt sich eine periodische Lösung für die Schichtdicke. Sind hingegen die optischen Konstanten sowie die Schichtdicke unbekannt, so ist in den meisten Fällen eine einzelne Messung von Ψ und Δ nicht ausreichend, alle drei Größen n , k und d zu bestimmen. Ein Beispiel für diese Mehrdeutigkeit bietet der in Abb.23 als Dreieck eingezeichnete Schnittpunkt der beiden Kurven.

Es bestehen nun zwei Möglichkeiten die optischen Konstanten dennoch genauer zu bestimmen:

1. Ausnutzung von Inhomogenitäten der Schichtdicke:

In vielen Fällen ist die Dicke einer Schicht nicht homogen über die gesamte Fläche der Probe. Mißt man über die Probe verteilt, ähnlich einem Raster, die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ , so ergibt sich eine Schar von Ψ, Δ -Wertepaaren, an die durch Variation von n und k eine theoretische Kurve angepaßt werden kann. Je weiter dabei die Ψ, Δ -Werte über den möglichen Wertebereich verteilt sind, um so genauer ist die Bestimmung der optischen Konstanten n und k mit Hilfe des Kurvenangleichs möglich. Im Idealfall ergibt sich nur eine einzige theoretische Kurve, die alle Meßpunkte verbindet. Die einzige Voraussetzung dabei ist, daß die optischen Konstanten nicht vom Ort auf der Probe abhängen.

2. Variation des Einfallswinkels:

Eine weitere Möglichkeit Brechungsindex und Extinktionskoeffizient genauer zu bestimmen, besteht darin, an einer Stelle der Probe den Einfallswinkel Θ bei den ellipsometrischen Messungen zu verändern. So ist es bei dem für diese Arbeit verwendeten Ellipsometer möglich, den Winkel Θ zwischen 30° und 70° zu variieren.

Abb.24 zeigt ein Beispiel:

Für den in Abb.23 als Dreieck eingezeichneten Punkt, bei dem eine Unterscheidung der dargestellten Fälle anhand einer einzelnen Messung von Ψ und Δ nicht möglich wäre, wurden für die entsprechenden optischen Konstanten n und k und Schichtdicken d die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ als Funktion des Einfallswinkels Θ berechnet ($30^\circ \leq \Theta \leq 70^\circ$):

- 1. Fall: $n=2.2$, $k=0.0$, $d=107.4$
- 2. Fall: $n=1.7$, $k=0.1$, $d=167.7$

Wie nun zu erkennen ist, unterscheiden sich die ellipsometrischen Winkel beider Fälle, falls $\Theta \neq 70^\circ$. Eine Bestimmung von n , k und d anhand einer winkelabhängigen Messung wäre möglich.

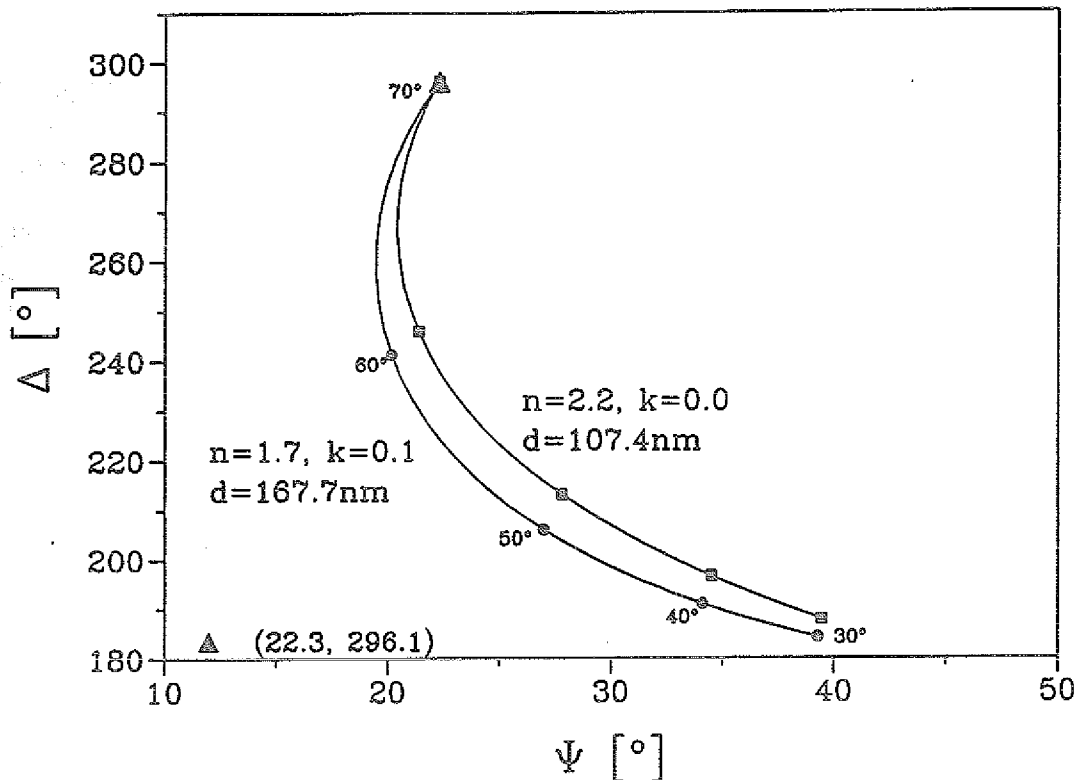


Abb. 24 Ψ, Δ als Funktion des Einfallswinkels Θ ($30^\circ \leq \Theta \leq 70^\circ$). Die optischen Konstanten für Schicht und Substrat entsprechen denen in Abb.23.

Mit Hilfe dieser beiden Möglichkeiten läßt sich in den meisten Fällen der Brechungsindex n , der Extinktionskoeffizient k und somit auch die Dicke d einer Schicht sehr genau bestimmen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Programme zur Auswertung ellipsometrischer Messungen erstellt:

Das erste Programm ermöglicht es, die mit dem Ellipsometer bestimmten Ψ, Δ -Werte zusammen mit einem theoretischen Kurvenverlauf (Ψ, Δ als Funktion von d oder Θ) auf dem Monitor eines Computers darzustellen. Mit Hilfe der Funktions- und Cursortasten lassen sich dabei die drei Größen Brechungsindex n , Extinktionskoeffizient k und Schichtdicke d schrittweise verändern, wodurch eine interaktive Anpassung der theoretischen Kurve an die Meßwerte und somit eine Bestimmung der Größen n , k und d ermöglicht wird. Durch die Variation von n , k und d kann so auch schnell der individuelle Fehlerbereich bestimmt werden, für den der Kurvenangleich noch gültig ist.

Einen anderen Weg beschreitet das zweite Programm. An der zu untersuchenden Stelle der Schicht werden die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ für die Einfallswinkel zwischen 30° und 70° alle 10° gemessen. Diese 5 Wertepaare werden in das Programm eingelesen und mit theoretischen Ψ, Δ Werten verglichen, die sich bei der schrittweisen Variation des Brechungsindex n , des Extinktionskoeffizienten k sowie die Schichtdicke d ergeben. Über die Methode der kleinsten Fehlerquadrate wird dasjenige Wertetripel n, k, d bestimmt, für das sich die theoretischen Werte am wenigsten von den Meßwerten unterscheiden.

3.2.4 Messungen an Mehrschichtsystemen

Eine schwierigere Situation ergibt sich, falls nicht nur eine einzelne Schicht auf einem bekannten Substrat vorliegt, sondern ein Schichtsystem, bestehend aus zwei oder mehr Schichten. Dabei ist es im allgemeinen unmöglich die optischen Konstanten und die Dicken aller Schichten aus einer ellipsometrischen Messung zu bestimmen. Es ist lediglich möglich, diese Größen für eine der Schichten zu bestimmen, falls n , k und d für alle anderen Schichten bekannt sind. Für ein Zweischichtsystem bedeutet dies, daß für eine der Schichten die exakte Dicke und die exakten optischen Konstanten n und k vorliegen müssen, um diese für die zweite Schicht bestimmen zu können. Ermöglichen läßt sich dies jedoch nur durch eine in situ Messung von Ψ und Δ schon während des Aufwachsens der Schichten, oder durch eine Vermessung der Einzelschichten jeweils nach ihrer Abscheidung.

Mit den für die Auswertung der ellipsometrischen Messungen entwickelten Programmen ist es möglich, die ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ als Funktion der Schichtdicke d oder des Einfallswinkels Θ für ein System mit bis zu drei Schichten zu berechnen. Dabei können nicht nur die optischen Konstanten und die Dicken der drei Schichten, sondern auch die optischen Konstanten der beiden die Schichten umgebenden Medien verändert werden.

4. Laborexperimente

4.1 Versuchsaufbau

Als erster Schritt zur Entwicklung der Reflektometrie mit Lichtleitern als Meßmethode wurde ein Laborexperiment mit Lichtleitern an einer Plasmakammer aufgebaut. Es sollte dazu dienen, die Durchführbarkeit der Methode zu demonstrieren, das theoretisch erwartete Verhalten der reflektierten Intensität zu bestätigen und die Grenzen zu ermitteln. Der Aufbau des Experiments ist in Abb.25 dargestellt.

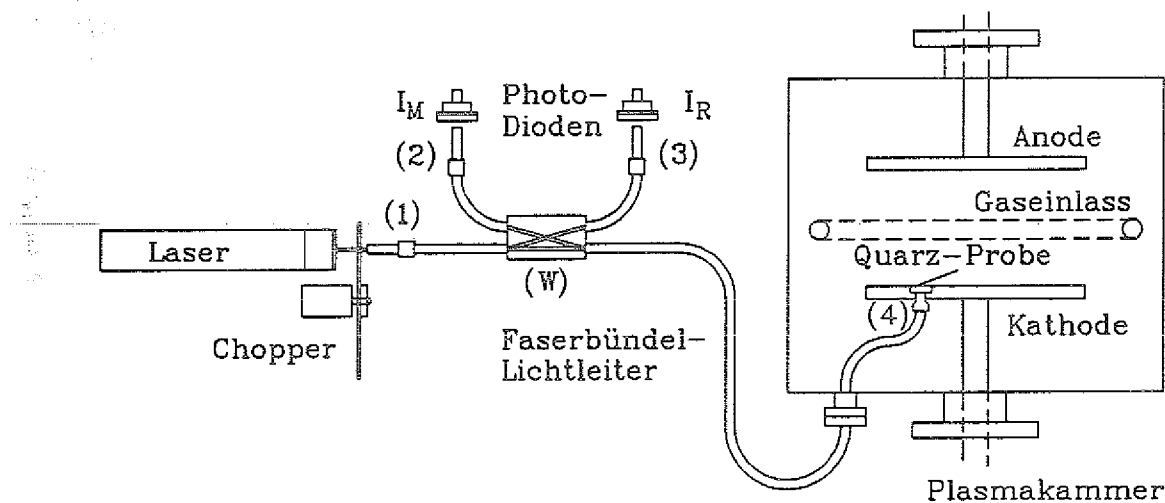


Abb. 25 Aufbau der Meßanordnung mit Lichtleitern an einer Plasmakammer.

4.1.1 Plasmakammer

Bei den in diesem Kapitel beschriebenen Experimenten erfolgte die Schichtabscheidung in einer Plasmakammer durch eine hochfrequenzunterstützte Glimmentladung in Methan. Die Plasmakammer hatte einen Durchmesser von 35cm. Darin befanden sich zwei parallele Elektroden mit je 25 cm Durchmesser und einem Abstand von 6 cm. Kammer und Elektroden waren aus Edelstahl (siehe Abb.25). Die Beschichtung erfolgte im Gasdurchfluß von reinem Methan bei einem Druck von 10^{-2} mbar, wobei das System über eine Turbomolekularpumpe und ein Vorpumpensystem gepumpt wurde. Gezündet und betrieben wurde die Entladung durch eine Hochfrequenz (13.56MHz) mit einer Leistung von maximal 300W. Die Kathode, auf der die Proben befestigt waren, konnte auf ein elektrisches Potential (*Bias-Spannung*) von bis zu -500V gelegt werden. Die Erwärmung der Elektroden durch die Entladung blieb unter 100°C [51].

4.1.2 Lichtleiter

Als Lichtleiter wurde ein *Faserbündel-Lichtleiter* verwendet. Solche Lichtleiter bestehen aus einem Bündel gleichlanger einzelner Glasfasern, die an ihren Enden in einer Hülse verklebt werden. Die Endfläche des Faserbündels wird nach der Verklebung optisch poliert. Gegen ein Abknicken oder eine andere mechanische Zerstörung der Fasern, wird das gesamte Bündel durch einen Hüllschlauch geschützt.

Die einzelne lichtleitende Glasfaser besteht aus einem Kernglas mit hohem Brechungsindex (~ 1.62) und einem Mantelglas mit niedrigem Brechungsindex (~ 1.52). Der Winkel α_0 , bezogen auf die Faserachse, bis zu dem Licht einer bestimmten Wellenlänge in der Faser durch Totalreflektion noch geleitet wird, ist bestimmt durch folgende Gleichung:

$$n_0 \sin \alpha_0 = \sqrt{n_1^2 - n_2^2}$$

n_0 , n_1 und n_2 sind dabei die Brechungsindizes von Vakuum ($n_0=1$), des Kernglases und des Mantelglases. Um die Totalreflektion zu gewährleisten ist Voraussetzung, daß das Mantelglas eine Dicke von mindestens $2\mu\text{m}$ besitzt. Die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Glasfasern (Stufenindexfaser) hatten einem Öffnungswinkel α_0 von 34° und einem Faserdurchmesser von $70\mu\text{m}$ (Firma ELTROTEC Elektro-GmbH, Schorndorf).

Für den Versuchsaufbau an der Plasmakammer wurde ein 4-armiger Lichtleiter verwendet: Ein Drittel des bei (1) beginnenden 1.Faserbündels, das von einem Laser (He-Ne: 632.8nm) über einen Chopper beleuchtet wird, wird im Zwischenstück (W) abgezweigt und zu einer Photodiode (3) geführt. Es dient dazu ein Referenzsignal auszukoppeln. Schwankungen in der Intensität des als Lichtquelle benutzten Lasers werden so berücksichtigt. Die anderen zwei Drittel des 1.Faserbündels werden mit einem 2.Bündel gleichvieler Fasern (2) statistisch vermischt und zur Quarzplatte (4) geführt, die in die Kathode der Plasmakammer eingebaut ist. Das 2.Bündel dient dazu die reflektierte Intensität zu einer zweiten Photodiode (3) zu führen.

Der verwendete Lichtleiter hat eine Gesamtlänge von ca. 2.6m . Der Faserbündel-Durchmesser bei (4) beträgt 2.5mm . Die dort verwendete Endhülse ist aus Edelstahl und in einer Bohrung in der Kathode durch eine Schraube befestigt. Der hier zur Befestigung der Fasern in der Endhülse benutzte Kleber ist ein Zweikomponenten-Epoxidharz Kleber. Er ist bis zu einer Temperatur von 500°C belastbar ohne an Härte zu verlieren. Während der gesamten Versuche zeigte sich keine Störung des Hochvakuums durch ein Ausgasen des Klebers. Außerhalb der Plasmakammer werden die Fasern durch einen PVC-Spezialmantel geschützt, innerhalb der Vakuumkammer durch den Überwurf von Isolationshülsen aus Aluminiumoxid.

Die Vakuumdurchführung der Fasern konnte ohne eine Schnittstelle im Lichtleiter realisiert werden. Hierzu wurden die Fasern in einer Edelstahlhülse von 100mm Länge und einem Durchmesser von 10mm mit einem dünnflüssigen Epoxidharz-Kleber verklebt. Diese Edelstahlhülse wurde dann in einem Flansch mit Quetschverschraubung befestigt. Die Verklebungen sind UHV verträglich und bis zu einer Temperatur von 200°C belastbar.

4.1.3 Glasprobe

Als Proben wurden polierte Quarzglasscheiben (Herasil) mit einem Durchmesser von 10mm verwendet, ihre Dicke betrug 2mm . Sie wurden in einer Vertiefung der Kathode von 2mm auf die Lichtleiterendfläche gelegt und durch eine Plattefeder angedrückt. Abb.26 zeigt die Anordnung.

Zusätzlich zu den Quarzproben wurden bei den Beschichtungen weitere Proben, die auf der Kathode lagen, mitbeschichtet. Es handelte sich dabei um Glasscheiben und um Stücke eines Silizium Wafers. Sie wurden für ellipsometrische Untersuchungen verwendet, um den

Brechungsindex und den Extinktionskoeffizienten der Schichten zu bestimmen und um festzustellen, ob diese vom Substrat abhängen. Alle Substrate wurden vor dem Einbau in einem Ultraschallbad in Methanol gereinigt. Nach dem Einbau wurde zusätzlich eine Glimmreinigung von einer Stunde in Wasserstoff bei einem Druck von 1.7×10^{-2} mbar durchgeführt.

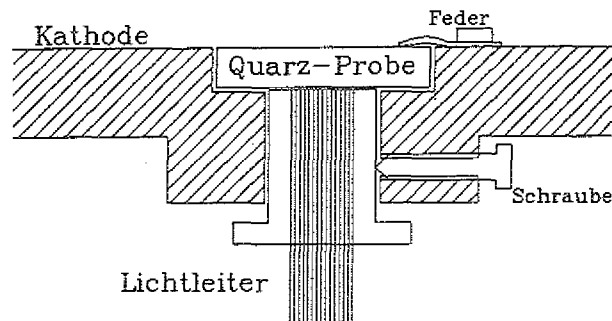


Abb. 26 Einbau der Quarzprobe und des Lichtleiters in die Kathode.

4.1.4 Lichtquelle und Intensitätsmessung

Als Lichtquelle diente ein He-Ne Laser mit einer Wellenlänge von 632.8nm. Die maximale abgestrahlte Leistung betrug 5mW. Der Strahldurchmesser von 0.76mm ($1/e^2$) wurde mit einer Strahlaufweitungsoptik (x5) auf 3.8mm vergrößert, um eine homogene Beleuchtung der Endfläche des Faserbündels zu garantieren. Das Lichtleiterende wurde direkt bestrahlt. Die optimale Justierung ergab sich durch das Auffinden des maximalen Referenz-Signals bei Verschiebung der Lichtleiter-Endhülse.

Das durch die Glimmentladung erzeugte Licht gelangt ebenfalls durch die Quarzplatte über den Lichtleiter zur Photodiode und addiert sich zu der durch die Interferenz erzeugten reflektierten Intensität. Zur Unterscheidung der beiden Intensitäten wurde das eingestrahle Licht durch einen Chopper moduliert. So ergibt sich als reflektierte Intensität die Differenz zwischen minimalem und maximalem Signal. Die Frequenz des Choppers betrug während aller Messungen ca. 2Hz.

Zur Messung der Lichtintensität wurden Silizium-Photodioden mit einer quadratischen empfindlichen Fläche von 100mm^2 verwendet. Sie wurden durch den Lichtleiter ohne Verwendung einer abbildenden Optik direkt beleuchtet. Die Dioden wurden photovoltaisch betrieben. Durch die geeignete Wahl eines Hochpaßfilters ließ sich der Gleichspannungsanteil abziehen und ein Wechselspannungssignal aus Rechteckimpulsen erzeugen. Das vorverstärkte Signal wurde über ein Datenerfassungssystem der Firma Keithley (Analog-Digital Wandler, Rechner, Software) aufgezeichnet. Das im folgenden als *reflektierte Intensität M* bezeichnete Signal ergibt sich wie folgt:

$$M = \frac{I_M}{I_R}$$

I_M ist das Signal der reflektierten Intensität am Lichtleiterende (2), I_R ist das Referenz-Signal der Photodiode am Lichtleiterende (3) (siehe Abb.25).

4.1.5 Einfluß eines Luftspalts an Lichtleiterschnittstellen

Zur Untersuchung des Einflusses von Reflexionen am Übergang Faserbündelende-Quarzprobe auf die Messung der Reflektivität wurde die in Abb.27 dargestellte Meßanordnung, bestehend

aus zwei Y-Lichtleitern, aufgebaut. Da es zur Realisierung der Reflektometrie mit Lichtleitern an TEXTOR notwendig war eine Trennstelle im Lichtleiter einzuführen, wurde mit einer zweiten Meßanordnung (Abb.29) auch der Einfluß dieser Schnittstelle (Übergang Lichtleiter-Lichtleiter) sowie eines möglicherweise auftretenden Spalts an dieser Stelle untersucht.

Die benutzten Y-Lichtleiter bestanden jeweils aus zwei gleichstarken Faserbündeln, die am gemeinsamen Ende statistisch miteinander vermischt waren. Die Länge der Lichtleiter (einzelnen Faserbündel) betrug jeweils 500mm. Der Faserbündeldurchmesser der einzelnen Bündel betrug 2mm, der Durchmesser des gemischten Bündels betrug 2.8mm. Die Einzelfasern hatten einen Durchmesser von $70\mu\text{m}$ und können Licht bis zu einem Öffnungswinkel von 40° zur Faserachse übertragen. Der Einstrahlwinkel des Lichts bestimmt dabei auch in hohem Maße, wie groß der Öffnungswinkel beim Austritt des Lichts aus der Faser ist. Wird parallel oder unter einem sehr kleinen Winkel Licht in den Lichtleiter eingestrahlt, so ergibt sich auch ein sehr kleiner Öffnungswinkel für das austretende Licht.

Alle Faserbündel-Endflächen waren optisch poliert. Zur Beleuchtung wurde ein Laser ($\lambda=632.8\text{nm}$) benutzt.

Die optische Durchlässigkeit kurzer Faserbündel-Lichtleiter (Länge $< 1\text{m}$) wird im wesentlichen bestimmt durch die Verluste bei der Ein- und Auskopplung des Lichts, die Absorption in den Fasern fällt noch nicht ins Gewicht. Die kreisrunden Fasern des Lichtleiters werden in den Endhülsen gebündelt. So entstehen zwischen den Fasern Zwickel, die ebenso wie das Mantelglas der Fasern nicht zur Lichtleitung beitragen. Zusammen mit den Verlusten durch Reflektion beim Ein- und Austritt des Lichts ergibt sich so eine maximale Durchlässigkeit von 66%, das heißt, 34% der einfallenden Intensität werden im Lichtleiter absorbiert.

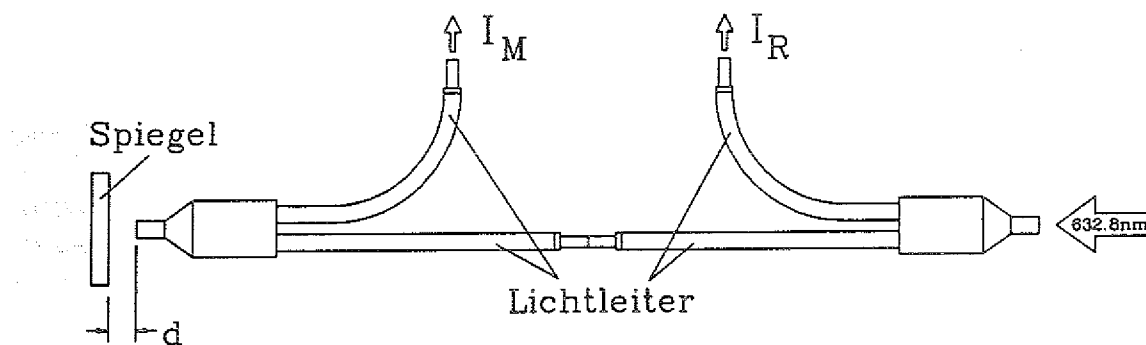


Abb. 27 Meßanordnung zur Untersuchung eines Spaltes an der Schnittstelle Faserbündelende-Probe.

4.1.5.1 Schnittstelle Faserbündel-Quarzprobe

Zur Untersuchung der Schnittstelle Faserbündel-Quarzprobe wurde eine Versuchsanordnung entsprechend Abb.27 aufgebaut. Der erste Y-Lichtleiter wurde dazu benutzt, die Hälfte des eingestrahlt Lichts als Referenz-Signal I_R auszukoppeln. An die Endfläche des zweiten Y-Lichtleiters, in der das gemischte Lichtleiterbündel austritt, wurde ein Oberflächenspiegel (Reflektivität $R=0.985$) herangebracht, dessen Abstand zur Endfläche über eine mechanische Verschiebevorrichtung variiert werden konnte. Dies simuliert die Reflektion an der Rückseite der Quarzprobe und den Einfluß eines Luftspalts. Die Intensität des Lichtes, das durch den Spiegel

in das zweite Faserbündel reflektiert wurde, wurde am Ende des Bündels gemessen (I_M).

Um nun den Anteil R_A der vom Spiegel reflektierten Intensität zu berechnen, der das zweite Lichtleiterbündel trifft, wurden folgende Annahmen gemacht:

Die gemessene Intensität I_R trifft auch auf den ersten Arm des zweiten Y-Lichtleiters. An dieser Schnittstelle werden 34% der Intensität absorbiert. Der restliche Teil tritt am Ende des Lichtleiters aus und trifft auf den Oberflächenspiegel. Nach der Reflektion (98.5%) trifft der Anteil R_A der auf den Spiegel eingestrahlen Intensität das zweite Faserbündel, wobei wiederum an der Schnittstelle 34% der Intensität absorbiert werden.

Somit ergibt sich für die Intensität I_M folgender Wert:

$$I_M = I_R \cdot 0.66 \cdot 0.985 \cdot R_A \cdot 0.66$$

$$R_A = R_A(d)$$

Damit läßt sich R_A direkt aus dem Verhältnis der beiden Intensitäten berechnen:

$$R_A = 2.3306 \frac{I_M}{I_R}$$

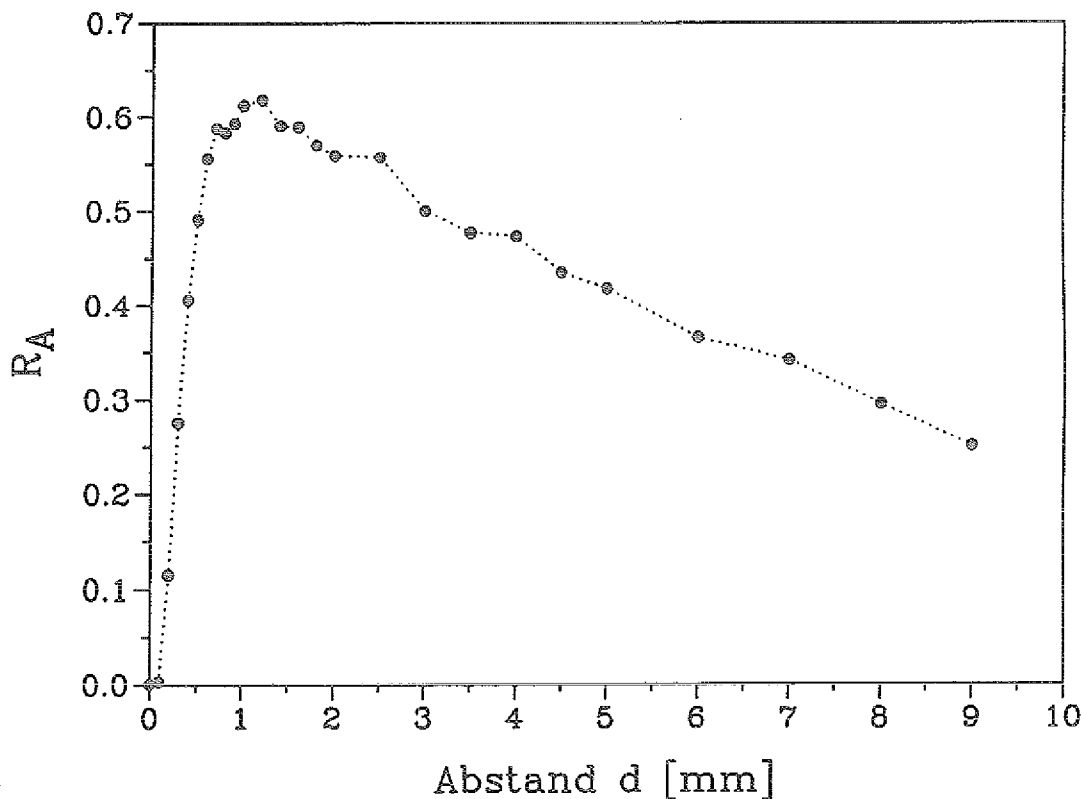


Abb. 28 Anteil R_A der Intensität, der nach der Reflektion am Spiegel das 2. Faserbündel trifft, in Abhängigkeit von der Spaltbreite d.

Beginnend mit dem direkten Kontakt zwischen Spiegel und Lichtleiterende ($d=0$) wurde jetzt der Abstand d in mehreren Schritten vergrößert und die Intensitäten I_R und I_M gemessen. Aus diesen beiden Meßgrößen wurde dann R_A als Funktion von d berechnet. Das Ergebnis ist in Abb.28 dargestellt.

Für einen Abstand $d=0\text{mm}$ ergibt sich ein R_A nahe null. Dieser Wert vergrößert sich nur minimal bei $d=0.1\text{mm}$. Der größte Teil des eingestrahlen Lichts wird noch nicht in die Fasern reflektiert, die zur Photodiode führen. Mit größer werdendem Abstand d nimmt der Anteil der reflektierten Intensität, der das zweite Bündel trifft, stark zu und erreicht bei einem Wert von $d=1.2\text{mm}$ ein Maximum. Die jetzt folgende Abnahme von R_A mit größer werdendem Abstand d wird verursacht durch den zunehmenden Anteil des Lichts, der nach der Reflektion nicht mehr das Faserbündel, sondern den Rand der Endhülse trifft und von den Fasern wegreflektiert wird.

Somit kann davon ausgegangen werden, daß die Reflektion am Übergang Lichtleiterende-Quarzprobe keinen Einfluß auf die Messung der an der Schicht reflektierten Intensität hat, solange kein Spalt $d > 0.1\text{mm}$ entsteht.

4.1.5.2 Schnittstelle zwischen zwei Faserbündel-Lichtleitern

Zur Untersuchung des Einflusses einer Schnittstelle zwischen zwei Faserbündel-Lichtleitern wurde die in Abb.29 dargestellte Versuchsanordnung aufgebaut. Wiederum wurden die beiden zuvor beschriebenen Y-Lichtleiter verwendet. Der Abstand d zwischen den beiden Endflächen der gemischten Faserbündel konnte mechanisch variiert werden. Zur Bestimmung der Intensität, die über die Schnittstelle in den zweiten Y-Lichtleiter gelangt, wurde das Licht am Ende eines der Arme ausgekoppelt und als Intensität I_R gemessen. Am Ende des zweiten Bündels wurde ein Spiegel im Abstand von 2mm angebracht. Dieser Abstand entspricht der Dicke der bei den Meßaufbauten verwendeten Glasproben, auf denen die Schichten aufwachsen. Zur Vermessung der durch die Schnittstelle und durch den Spiegel reflektierten Intensität I_M wurde der zweite Arm des ersten Lichtleiters verwendet.

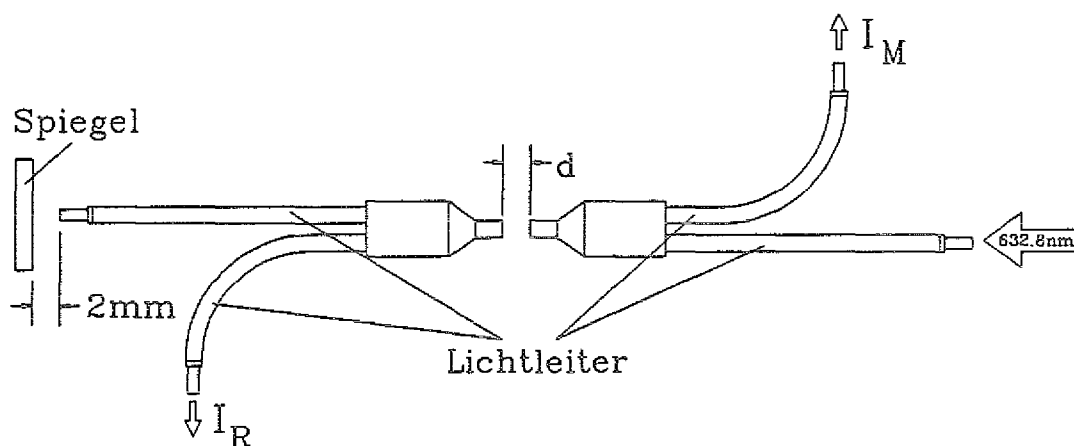


Abb. 29 Meßanordnung zur Untersuchung der Schnittstelle zwischen zwei Faserbündel-Lichtleitern.

Die Intensitäten I_R und I_M wurden als Funktion des Abstandes d zwischen den Lichtleitern einmal mit und einmal ohne Spiegel gemessen. Das Ergebnis zeigen die folgenden Tabellen:

Messung ohne Spiegel

d[mm]	I _R [Volt]	I _M [Volt]
0	11.9	0.42
0.1	11.9	0.455
0.2	11.2	0.63
0.3	11.2	0.70
0.4	11.2	0.70
0.5	11.2	0.77
0.8	10.8	0.77
1.0	10.8	0.80

Messung mit Spiegel

d[mm]	I _R [V]	I _M [V]
0	11.2	1.50
0.1	11.5	1.64
0.2	11.2	1.75
0.3	11.2	1.75
0.4	10.8	1.78
0.5	10.5	1.78
0.8	10.5	1.78
1.0	10.5	1.78

Anhand der Intensität I_R, die bei einem Abstand d=0 gemessen wird, lässt sich die Intensität I₀ berechnen, die vom ersten Lichtleiter an der Schnittstelle eingestrahlt wird. I₀ wird in diesem Lichtleiter um 34% geschwächt und zur Hälfte auf den zweiten Arm (50%) aufgeteilt. Es ergibt sich für die eingestrahlte Intensität I₀ (I_R=11.9Volt):

$$I_0 = \frac{1}{0.66 \cdot 0.5} \cdot 11.9V = 36.1V$$

Diese Intensität bewirkt bei der Messung ohne den Spiegel ein reflektiertes Signal I_M zwischen 0.42V und 0.8V je nach dem Abstand d zwischen den Lichtleitern. Dies entspricht einer reflektierten Intensität (I_M/(0.66x0.5)) von 3.6% und 6.7% von I₀, die allein auf die Reflektion an der Schnittstelle zurückzuführen ist.

Bei der Messung mit Spiegel ergibt sich durch die Reflektion am Spiegel ein um 1.1V vergrößertes Signal I_M bei einem Abstand d=0. Mit zunehmender Spaltbreite wird diese

Differenz kleiner, entsprechend den höheren Verlusten an der Schnittstelle auf dem Hin- als auch auf dem Rückweg des Lichts. Befände sich der Spiegel nicht nur vor 50% der Fasern sondern vor dem gesamten Faserbündel, so ergäbe sich eine etwa doppelt so große reflektierte Intensität I_M (2.2V oder 2.0V). Für eine a-C:H Schicht mit einer Reflektivität von 20% ergäbe sich allerdings nur ein I_M von 0.45 bei $d=0\text{mm}$, also ein Wert, der auch durch die Reflektion an der Schnittstelle verursacht wird.

Dies bedeutet: Eine Schnittstelle in dem zweiarmigen Faserbündel-Lichtleiter verursacht eine zusätzliche Intensität, die in der Größenordnung der durch die Schicht selbst reflektierten Intensität liegt. Durch die Veränderung der Spaltbreite an der Schnittstelle kann sich dieses Untergrundsignal noch bis zu einem Faktor zwei vergrößern. Dies macht eine Unterscheidung der beiden Intensitäten insbesondere dann unmöglich, wenn sich die Spaltbreite während der Messung verändern sollte. Es ist deshalb darauf zu achten, daß sich der Abstand d des Spaltes an der Schnittstelle nicht verändert.

4.2 Ergebnisse

4.2.1 Schichtabscheidung in einer Hochfrequenzentladung mit angelegter Gleichspannung

Die ersten Entladungen in Methan wurden mit einer eingestrahnten Hochfrequenzleistung von 140 Watt bei einem Druck von $2 \times 10^{-2} \text{mbar}$ betrieben. Zusätzlich zur Hochfrequenz wurde an die Kathode eine Gleichspannung von -400V angelegt, womit sich ein Strom von 50mA einstellte. Nach dem Zünden der Entladung wurde alle 5 Sekunden ein Meßwert aufgenommen. Die Entladungsparameter blieben unverändert während der gesamten Entladungsdauer ($7.8 \times 10^3 \text{s}$).

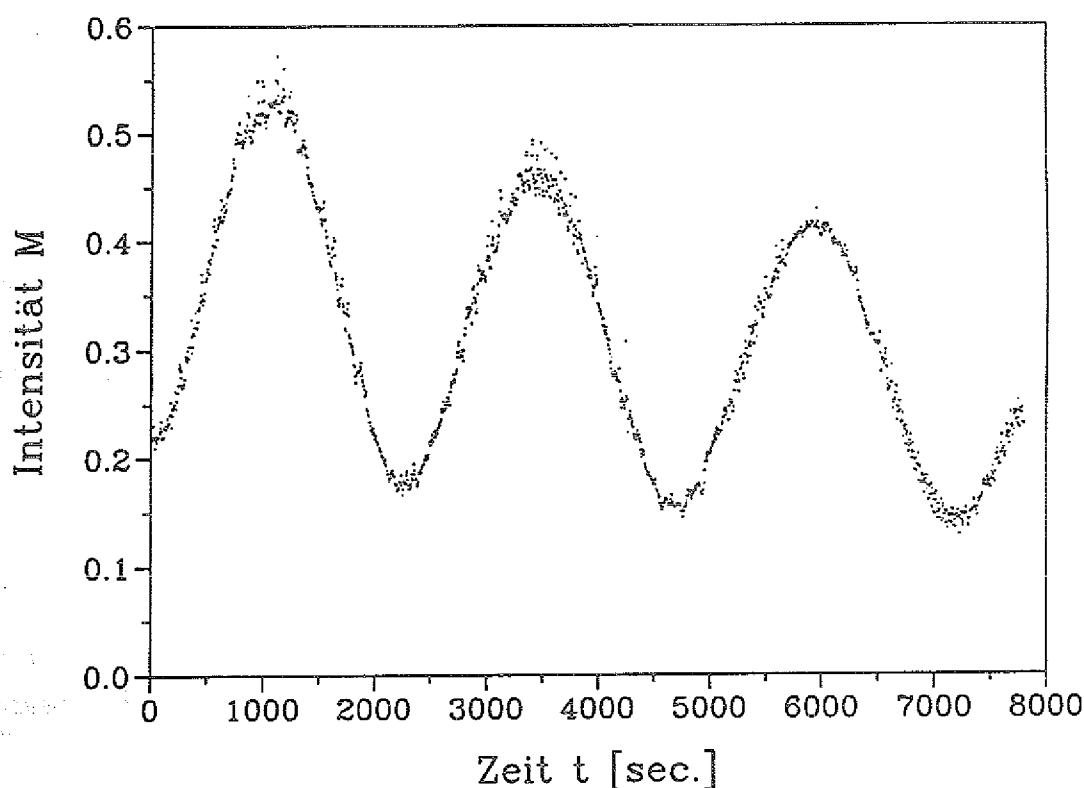


Abb. 30 Reflektierte Intensität M als Funktion der Entladungszeit.

In Abb.30 ist für eines der Experimente die gemessene reflektierte Intensität M als Funktion der Entladungszeit t dargestellt. Ein Vergleich mit Abb.18 zeigt, daß sich der erwartete periodische Verlauf einstellt. Die bei dieser Messung auftretende Streuung der Meßwerte wird im wesentlichen durch eine 50Hz-Störung der Bias-Spannung verursacht, die sich in einer entsprechenden Intensitätsschwankung des Plasmalichts niederschlägt. Nach Abschalten der Gleichspannung verschwand das Rauschen (siehe Abschnitt 4.2.2).

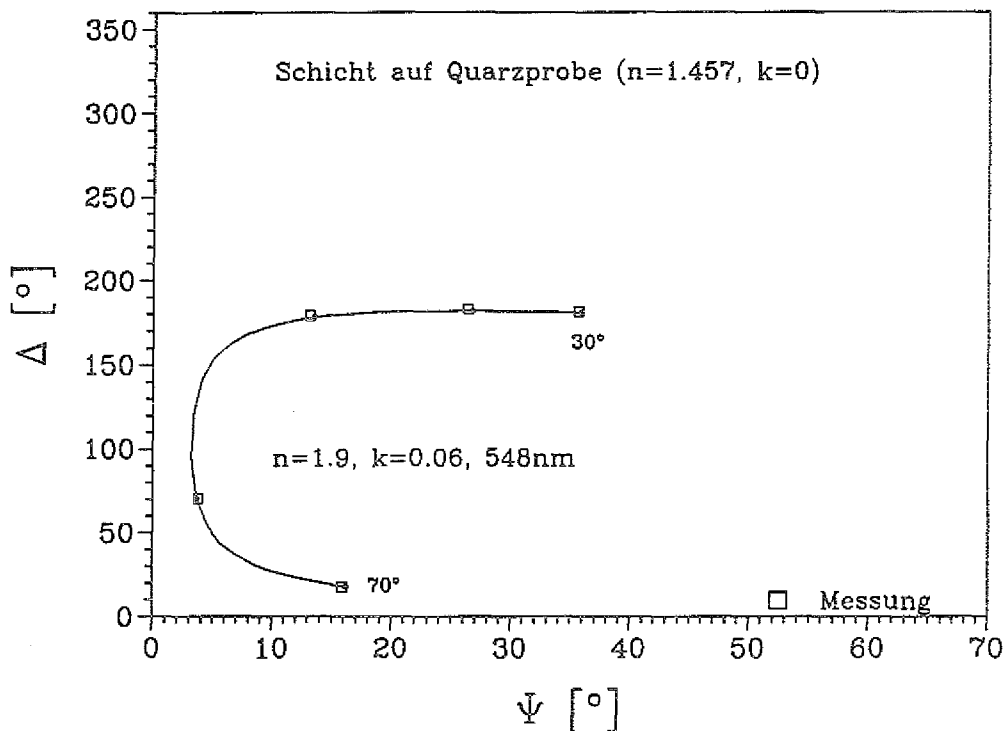


Abb. 31 Ellipsometrische Bestimmung des Brechungsindex n , des Extinktionskoeffizienten k und der Dicke d der Schicht auf der Quarzprobe.

Nach dem Abkühlen der Elektroden wurde die Quarzprobe ausgebaut. Sie war in ihrer Mitte, wo der Lichtleiter endete, mit einer Schicht, die eine einheitlich grüne Interferenzfarbe zeigte, beschichtet. Zur Bestimmung der optischen Konstanten und der Dicke der deponierten Schicht wurde an der Probe eine winkelabhängige ellipsometrische Messung von Ψ und Δ (Probenmitte: $\Theta=30^\circ-70^\circ$, alle 10°) durchgeführt. Mit Hilfe der ellipsometrischen Programme, wurde an die Meßwerte eine theoretische Kurve angeglichen und somit der Brechungsindex n , der Extinktionskoeffizient k und die Dicke d der Schicht bestimmt. Es ergaben sich die folgenden Werte:

Brechungsindex:	$n=1.9$	± 0.025 ,
Extinktionskoeffizient:	$k=0.06$	± 0.005 ,
Schichtdicke:	$d=548\text{nm}$	$\pm 4\text{nm}$

Als Brechungsindex für das Quarzglas Herasil wurde der Literaturwert $n=1.457$ angenommen ($k=0$; die Werte wurden durch eine Messung bestätigt). Abb.31 zeigt die sehr gute Übereinstimmung der theoretischen Rechnung mit den Meßwerten (Quadrate). Die theoretische

Kurve (durchgezogene Linie) wurde dabei zwischen den Einfallswinkeln 30° und 70° berechnet. Die alle 10° eingezeichneten Punkte fallen dabei mit den Meßwerten zusammen.

Mit Hilfe der so gefundenen optischen Konstanten und Schichtdicke wurde jetzt der Angleich der theoretischen Reflektivität $R(d)$ an den gemessenen zeitlichen Verlauf der reflektierten Intensität $M(t)$ vollzogen. Da sich der zeitliche Abstand zwischen den Maxima und den Minima der Meßkurve nicht ändert (ca. 2400s), kann man ein konstantes Schichtwachstum annehmen und eine lineare Beziehung zwischen der Schichtdicke d und der Depositionszeit t ansetzen:

$$t = a d + b$$

a und b sind Konstanten. Nimmt man weiterhin an, daß die reflektierte Intensität M nicht durch eine zusätzliche Interferenz beeinflusst wird, so ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen M und der theoretischen Reflektivität R :

$$M = x R + y$$

x und y sind Konstante.

Mit Hilfe dieser Annahmen erfolgte jetzt der Angleich der theoretischen Kurve an die Meßpunkte. Es ergaben sich folgende Gleichungen:

$$\begin{aligned} M &= 2.69 R + 0.13 \\ t[s] &= 14.5 d[\text{nm}] - 130 \end{aligned}$$

Den Kurvenangleich zeigt Abb.32. Die Meßwerte sind als kleine Punkte eingezeichnet, die errechnete Kurve ist als durchgezogene Linie dargestellt, wobei alle 20nm ein Punkt eingezeichnet wurde. Um den linearen Zusammenhang zwischen der gemessenen reflektierten Intensität M und der theoretischen Reflektivität R zu verdeutlichen, wurde in der Abbildung eine Reflektivitäts-Skala (rechten Achse) mit eingezeichnet. Entsprechend zeigt die obere Skala die jeweilige Schichtdicke d .

Aus dem t - d Zusammenhang ergibt sich direkt die Aufwachsrate von 0.069 nm/s. Die additive Konstante von -130 Sekunden ergab sich nicht nur für diese Messung, sondern mit nur geringen Veränderungen für alle Beschichtungen. Dieses Verhalten läßt auf ein erhöhtes Schichtwachstum während der ersten 130 Sekunden einer Beschichtung schließen. Während dieser Zeit wurde auch ein erhöhter Strom an den Elektroden beobachtet.

Zusammen mit der eingebauten Quarzglasprobe wurden noch eine Glasscheibe (50x50mm, 1mm Dicke) und mehrere Silizium-Stücke, die auf der Kathode lagen, mitbeschichtet. Die Glasprobe wurde dabei teilweise von einem Stück eines Silizium-Wafers abgedeckt. Anhand der Ergebnisse der ellipsometrischen Messungen an diesen Proben wurde der Einfluß unterschiedlicher Substrate und die Schwankungsbreite der optischen Konstanten der Schichten bestimmt.

Die Silizium-Scheiben, die direkt auf der Kathode lagen, zeigten einen nahezu homogenen Interferenzfarbeindruck, sowohl einzeln als auch untereinander. Dies deutet auf einheitliche Schichtdicken und optische Konstanten hin. Bestätigt wird dies durch die ellipsometrischen Messungen, die nur geringe Schwankungen in den Ψ, Δ -Werten auf den verschiedenen Proben ergaben. An zwei Proben wurden winkelabhängige Messungen von Ψ und Δ durchgeführt und

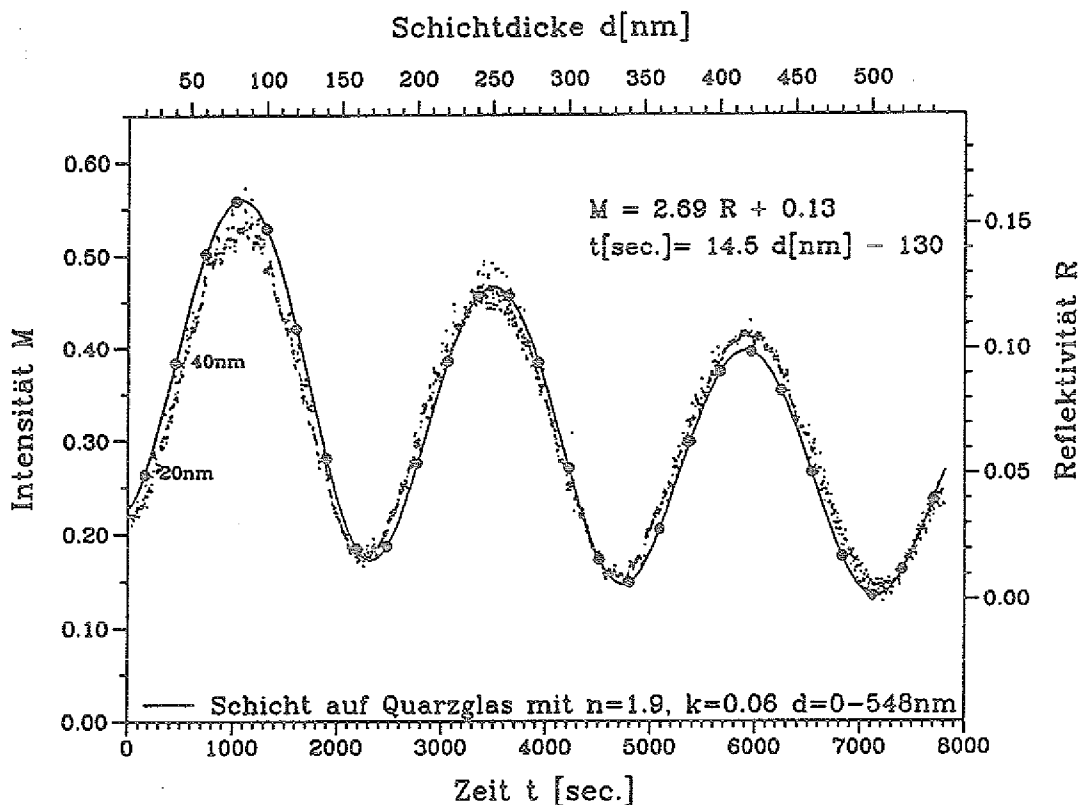


Abb. 32 Angleich der theoretischen Reflektivität $R(d)$ an die gemessene reflektierte Intensität $M(t)$.

die optischen Konstanten und Schichtdicken bestimmt. Für diese und alle folgenden Messungen wurden als optische Konstanten für das Silizium-Substrat $n=3.85$ und $k=0.2$ (beide Werte wurden gemessen) angenommen. Es ergaben sich folgende Werte für die beiden Schichten:

	Probe 1:	Probe 2:
Brechungsindex	$n = 2.25 \pm 0.01$	$n = 2.20 \pm 0.01$
Extinktionskoeff.	$k = 0.13 \pm 0.02$	$k = 0.20 \pm 0.02$
Schichtdicke	$d = 534 \pm 5 \text{ nm}$	$d = 515 \pm 5 \text{ nm}$

Die optischen Konstanten entsprechen den aus der Literatur bekannten Werten für harte a-C:H Schichten. Die Schwankungen in den Werten können als typisch angesehen werden für Schichten, die unter diesen Bedingungen über große Flächen abgeschieden wurden.

Ein anderes Bild ergab sich bei der Messung an der mitbeschichteten Glasscheibe. Bereits die von der Probenmitte zum Rand mehrere Ordnungen durchlaufenden Interferenzfarben deuten auf eine sehr inhomogene Beschichtung hin. Ein entsprechender Farbverlauf ergab sich auch auf dem Silizium-Substrat, das die Glasscheibe teilweise abdeckte.

Die ellipsometrischen Messungen mit konstantem Einfallswinkel an der beschichteten Glasscheibe, und entsprechend an der abdeckenden Siliziumprobe, konnten unter der Annahme

eines festen Brechungsindex und Extinktionskoeffizienten nicht angeglichen werden. Obwohl sich die Ψ, Δ -Werte für diese Messungen über einen weiten Bereich verteilen, war es für keines der beiden Substrate möglich eine einheitliche theoretische Kurve als Funktion der Schichtdicke zu finden, die dem Verlauf der Meßwerte folgt. Dies läßt die Annahme zu, daß die optischen Konstanten ortsabhängig sind. Nachweisen läßt sich diese Vermutung anhand von winkelabhängigen ellipsometrischen Messungen, die in der Mitte und am Rand der Glas- sowie der Siliziumscheibe vorgenommen wurden. Es wurde dabei darauf geachtet, daß die jeweiligen Meßstellen auf den beiden Substraten möglichst nahe beieinander lagen (Abstand ca. 4-5mm).

Die Anpassung der ellipsometrischen Kurven an die Meßwerte sind in Abb.33 und Abb.34 dargestellt und in folgender Tabelle zusammengefaßt:

Mitte Silizium:	$n=1.90$,	$k=0.04$,	$d=573\text{nm}$
Mitte Glas:	$n=1.85$,	$k=0.03$,	$d=535\text{nm}$
Rand Silizium:	$n=1.75$,	$k=0.0$,	$d=472\text{nm}$
Rand Glas:	$n=1.65$,	$k=0.0$,	$d=480\text{nm}$

Vom Rand zur Mitte der beiden Substrate hin nimmt sowohl die Dicke d als auch der Brechungsindex n und der Extinktionskoeffizient k der Schicht zu.

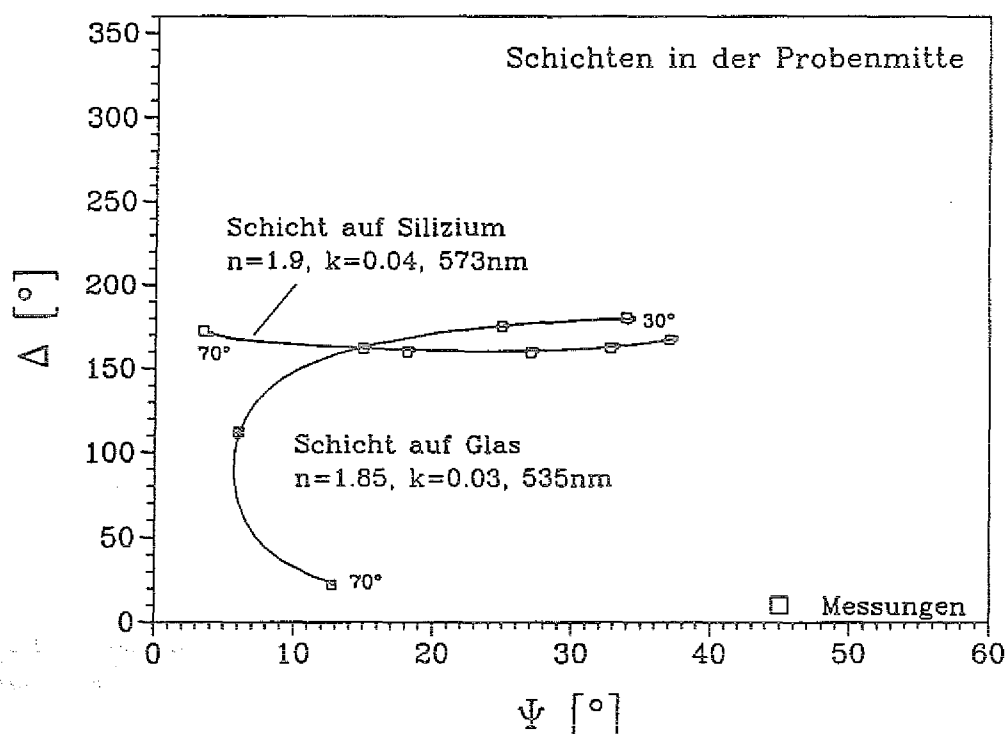


Abb. 33 Ellipsometrische Messungen an den Schichten in der Probenmitte.

Durch das Dielektrikum Glas ergibt sich wahrscheinlich eine Feldverzerrung zwischen den beiden Elektroden. Hierdurch bildet sich über den Glasproben ein inhomogenes Schichtpotential im Plasma aus, was im Vergleich zur unbedeckten oder mit einem Halbleiter bedeckten Kathode zu anderen Auftreffenergien der Ionen oder Kohlenwasserstoff-Radikale führt. Das Verhalten

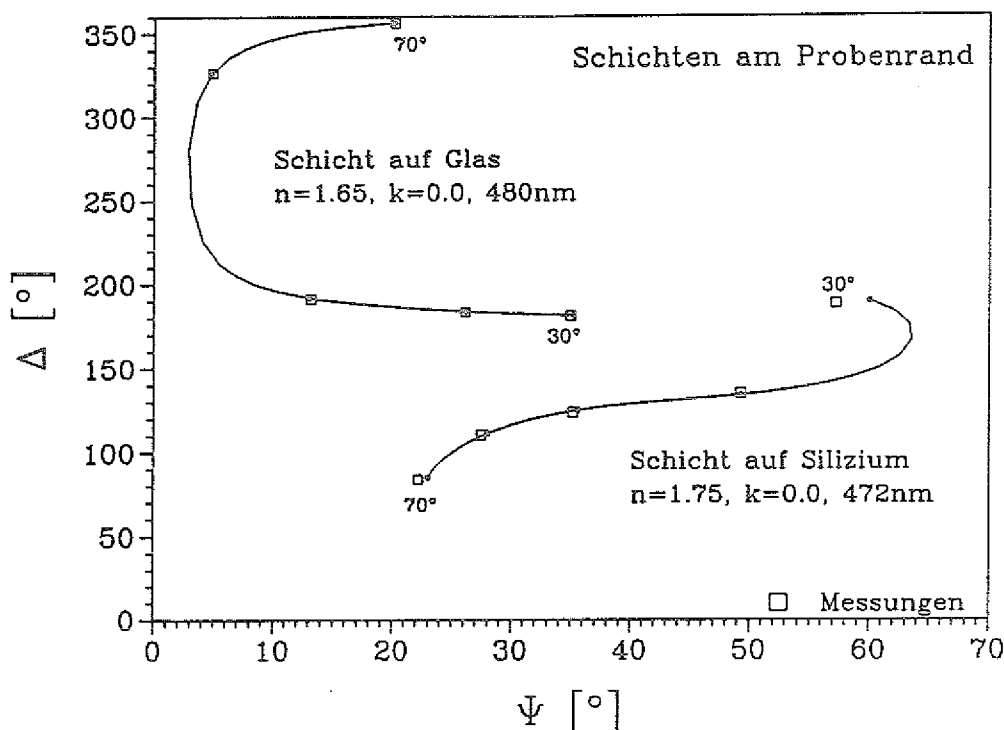


Abb. 34 Ellipsometrische Messungen an den Schichten am Probenrand.

hängt dabei von der angelegten Gleichspannung ab (siehe Abschnitt 4.2.2). Eine genauere Erklärung bedarf einer detaillierteren Untersuchung, die jedoch nicht das Ziel dieser Arbeit war.

Wie die Messungen zeigen, können die optischen Konstanten von den Abscheidebedingungen beeinflusst sein, hängen jedoch nicht oder nur sehr wenig vom verwendeten Substrat ab. Bestätigt wird dieses Ergebnis durch die folgenden Messungen.

4.2.2 Schichtabscheidung in einer reinen Hochfrequenzentladung

Bei einer weiteren Messung zur Schichtabscheidung aus Methan wurde über die Elektroden der Plasmakammer lediglich eine Hochfrequenz eingekoppelt, ohne eine zusätzlich überlagerte Gleichspannung. Die eingebrachte Leistung betrug 100 Watt bei einem Druck von 2×10^{-2} mbar. Die Beschichtungszeit betrug 5.4×10^3 s. Die Entladungsparameter wurden während dieser Zeit konstant gehalten. Abb.35 zeigt die während der Entladung alle 5 Sekunden gemessene reflektierte Intensität M als Funktion der Entladungszeit. Durch das Abschalten der gestörten Gleichspannung ergibt sich nun ein sehr glatter Verlauf der Kurve.

Wiederum wurden auf der Kathode mehrere Silizium-Scheiben und eine mit einem Siliziumstück abgedeckte Glasscheibe mitbeschichtet. Nach der Entladung und dem Abkühlen der Elektroden wurden die Proben entnommen. Die ellipsometrischen Messungen an der beschichteten Quarzprobe ergaben folgende Werte (siehe Abb.37):

Brechungsindex:	$n=1.8$	± 0.05 ,
Extinktionskoeffizient:	$k=0.01$	± 0.01 ,
Schichtdicke:	$d=394\text{nm}$	$\pm 10\text{nm}$

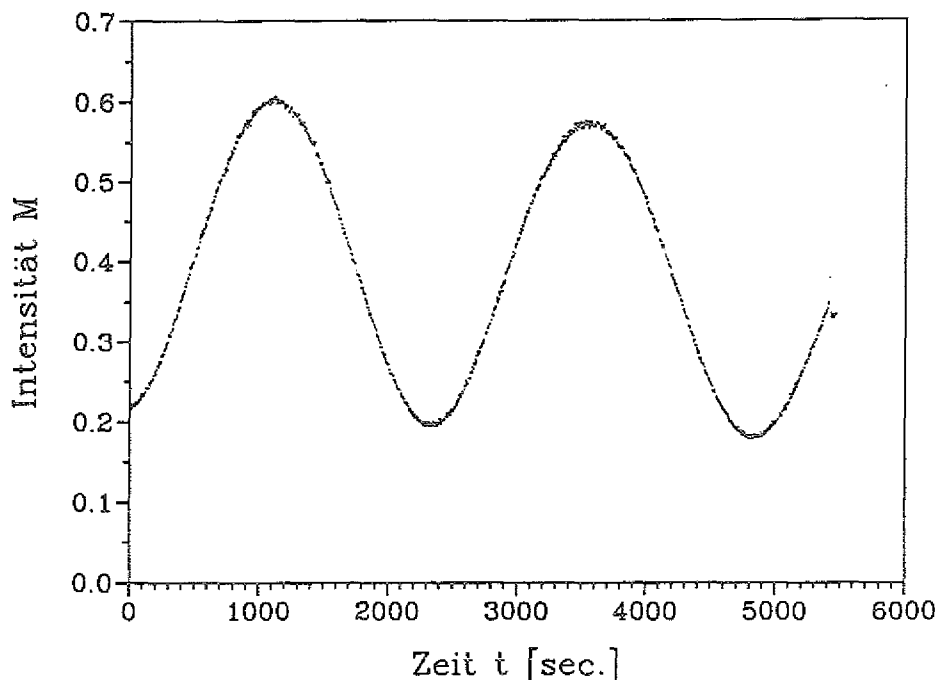


Abb. 35 Reflektierte Intensität M als Funktion der Entladungszeit t..

Mit Hilfe der so gefundenen Werte für n , k und d wurde jetzt die Reflektivität als Funktion der Schichtdicke errechnet und an die Meßkurve angeglichen. Wiederum wurde ein linearer Zusammenhang zwischen der Intensität M und der Reflektivität R , sowie zwischen der Zeit t und der Schichtdicke d angenommen. Es ergaben sich die folgenden Gleichungen:

$$M = 3.67 R + 0.08$$

$$t[s] = 14.1 d[nm] - 130$$

Abb.36 zeigt den Kurvenangleich. Die Meßwerte sind als kleine Punkte eingezeichnet, die errechnete Kurve als durchgezogene Linie, wobei alle 20nm ein Punkt eingezeichnet wurde. Es ergibt sich eine konstante Aufwachsrate von 0.071 nm/sec. An den Wendepunkten der Kurve lassen sich dabei Intensitätsänderungen, die einer Schichtdickenänderung von $\sim 1nm$ entsprechen, noch gut erkennen. Wie bereits bei der ersten Messung ergibt sich auch hier beim Zeit-Schichtdicken-Zusammenhang eine additive Konstante von -130nm, die vermutlich durch eine erhöhte Abscheiderate zu Beginn der Entladung verursacht wird. Der geringe Unterschied im Zusammenhang zwischen M und R , der sich im Vergleich mit der vorigen Messung ergibt, ist vermutlich auf eine kleine Verkipfung der Probe gegenüber der Endfläche des Lichtleiters zurückzuführen. Sie wird verursacht durch die einseitige Fixierung der Quarzprobe (siehe Abb.26), durch die sich zwar eine feste, jedoch keine vollständig reproduzierbare Ankopplung zwischen der Probe und dem Lichtleiterende erreichen läßt.

Die mitbeschichteten Glas- und Siliziumproben zeigten homogene Interferenzfarben. Die Silizium-Substrate, die direkt auf der Kathode lagen, waren ausgehend vom Farbeindruck nicht von dem auf der Glasprobe liegenden Silizium-Substrat zu unterscheiden. Die Homogenität der Schichten wird durch die ellipsometrischen Messungen bestätigt. Die folgende Tabelle faßt die Ergebnisse der Messungen zusammen:

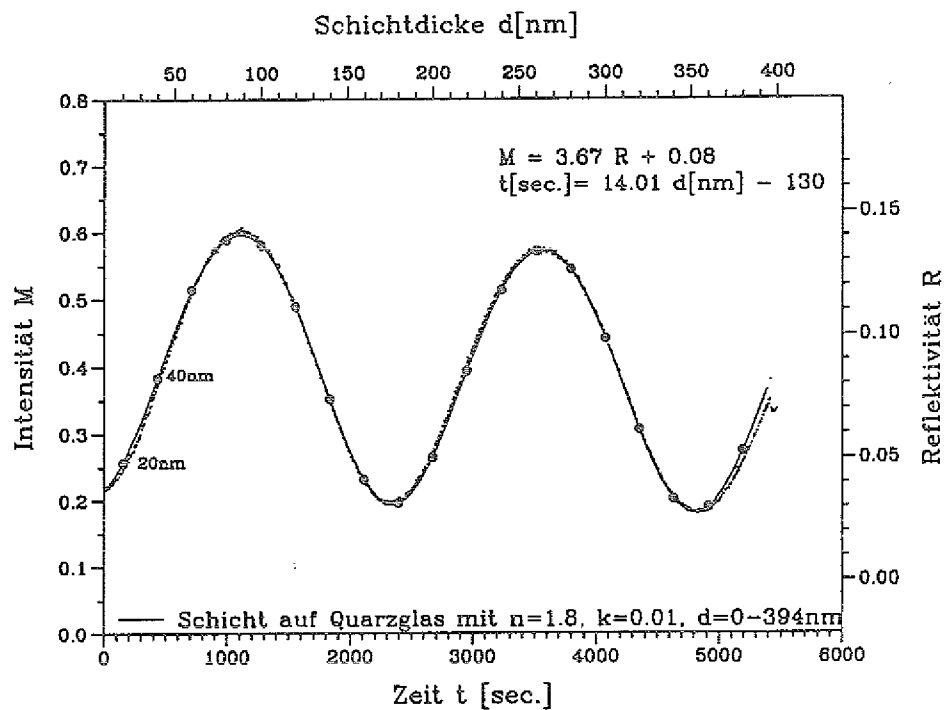


Abb. 36 Angleich der theoretischen Reflektivität $R(d)$ an die gemessene reflektierte Intensität $M(t)$.

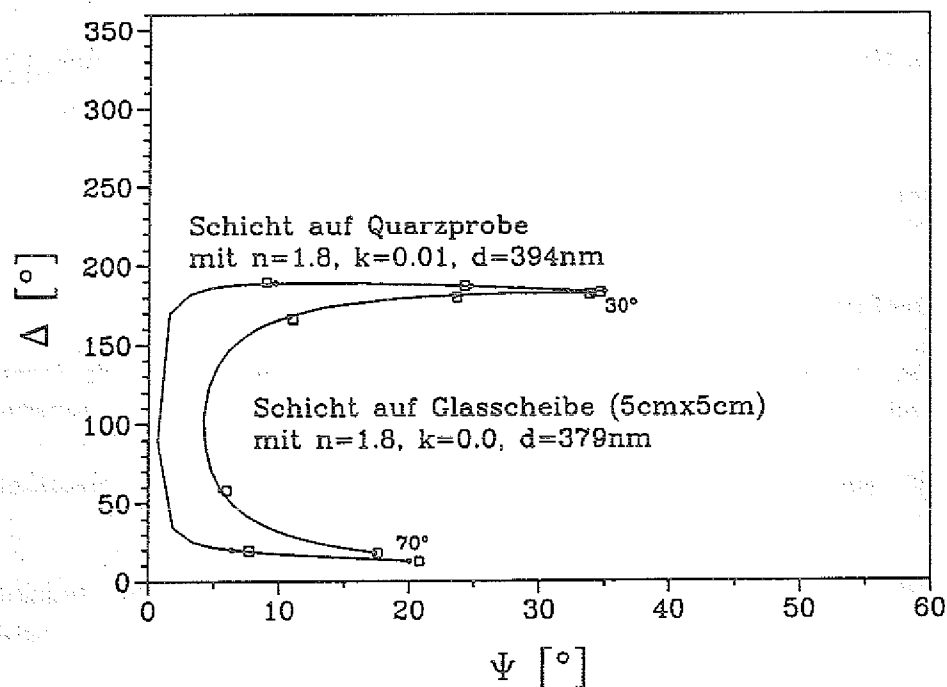


Abb. 37 Ellipsometrische Messungen (Quadrate) an der Glasscheibe und Quarzprobe.

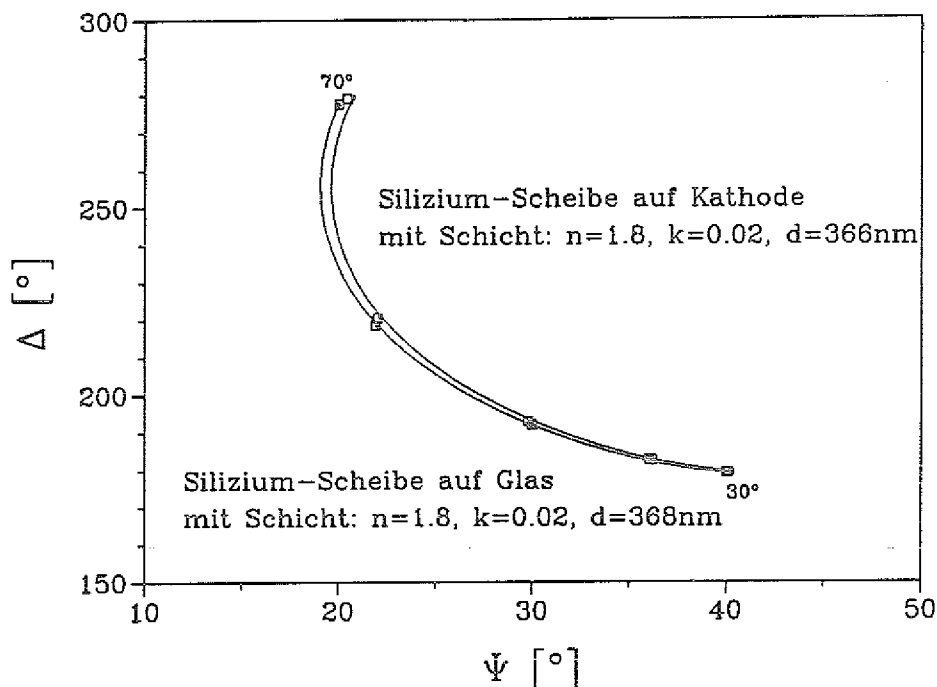


Abb. 38 Ellipsometrische Messungen (Quadrate) an den Siliziumscheiben.

Probe:	n	k	d
Glasscheibe	1.8 ± 0.05	0.0 ± 0.01	$379 \pm 5\text{nm}$
Si-Probe auf Glas	1.8 ± 0.01	0.02 ± 0.01	$368 \pm 5\text{nm}$
Si-Probe auf Kathode	1.8 ± 0.01	0.02 ± 0.01	$366 \pm 5\text{nm}$

In Abb.37 und Abb.38 sind die theoretischen Kurven zusammen mit den in 10° -Schritten gemessenen Ψ, Δ -Werten (Quadrate) dargestellt.

4.3 Zusammenfassung der Laborergebnisse

- Die Ergebnisse der Messungen zeigen, daß die Reflektometrie mit Lichtleitern als Methode zur in situ Beobachtung des Wachstums dünner Schichten einsetzbar ist.
- Die für eine Anwendung am Tokamak TEXTOR erforderliche Schichtdickenauflösung von 1nm kann erreicht werden.
- Die Beobachtung mit Hilfe von Quarzsubstraten bedeutet keine Einschränkung, da die optischen Konstanten und Abscheideraten vom Substrat nahezu unabhängig sind.

5. Realisierung der Meßmethode an TEXTOR

5.1 Vorversuche an TEXTOR

Um zu prüfen inwieweit sich unter TEXTOR-Bedingungen a-C:D-Schichten auf einem Quarzsubstrat abscheiden, wurden mit der Stockholm-TEXTOR-Sonde Quarzproben in der Randschicht von TEXTOR exponiert. Es sollte untersucht werden, ob sich die Schichten in ihren optischen Eigenschaften von denen unterscheiden, die im Labor abgeschieden wurden, und inwieweit sich auch hier gleiche Abscheideraten auf verschiedenen Substraten ergeben.

Die Quarzproben wurden zusammen mit Aluminiumproben in den zylindrischen Auffänger des Sondenkopfes eingebaut und senkrecht zu den toroidalen Feldlinien exponiert. Sie befanden sich in einer kreisförmigen Aussparung der Aluminiumproben, wodurch ein Vergleich unmittelbar benachbarter Stellen auf verschiedenen Substraten ermöglicht wurde. Die Aussparung hatte einen Durchmesser von 5mm und eine Tiefe von 1mm und befand sich während der Exposition auf einer radialen Position von $r=49.2\text{cm}$ auf der Elektronendriftseite und $r=50.5\text{cm}$ auf der Ionendriftseite (ALTIM-Limiter: $r=46\text{cm}$). Sowohl die Quarz-, als auch die Aluminiumproben waren poliert, um nach ihrer Exposition eine ellipsometrische Messung zu ermöglichen.

Neben diesen Proben wurden zusätzlich die Aluminiumproben aus zwei weiteren Experimenten ellipsometrisch untersucht (Experiment Nr. 2 und 3). Die folgende Tabelle zeigt die wichtigsten Plasmaparameter der drei Experimente im Zusammenhang.

Nr.	Anzahl der Entladungen (Expositionszeit)	Plasma-Dichte $n_e(0)$ [10^{13}cm^{-3}]	Zusatzheizung mit NI	Entladung in
1	21 (60.9s)	2.1	-	D_2
2	5 (20s) 7 (28s)	2.4 2.4	- -	D_2 $\text{B}(\text{CD}_3)_3$
3	3 (11.1s) 5 (18.5s) 2 (7.4s)	2.4 2.4 > 2.9	- 1.4MW, 1.5s 2.8MW, 1.5s	D_2 D_2 D_2

(NI = Neutralteilchen-Injektion)

1. Experiment:

Die Aluminiumproben, die auf der Elektronendriftseite exponiert waren, wurden ellipsometrisch über einen Bereich vermessen, der während der Exposition 1.3 bis 6.3cm im Limiterschatten lag (ALTIM-Limiter $r=46\text{cm}$). Die Messung der ellipsometrischen Winkel Ψ und Δ erfolgte unter einem festen Einfallswinkel von $\Theta=50^\circ$.

Abb.39 zeigt den besten Angleich einer berechneten Kurve (Ψ, Δ als Funktion der Schichtdicke) an alle Meßwerte (Quadrate). Hierzu wurden die folgenden optischen Konstanten für die Schicht angenommen:

Schicht auf Aluminium: $n=1.75 \pm 0.05$, $k=0.05 \pm 0.01$

Damit ergab sich als maximale Schichtdicke: $d=488 \pm 15 \text{ nm}$

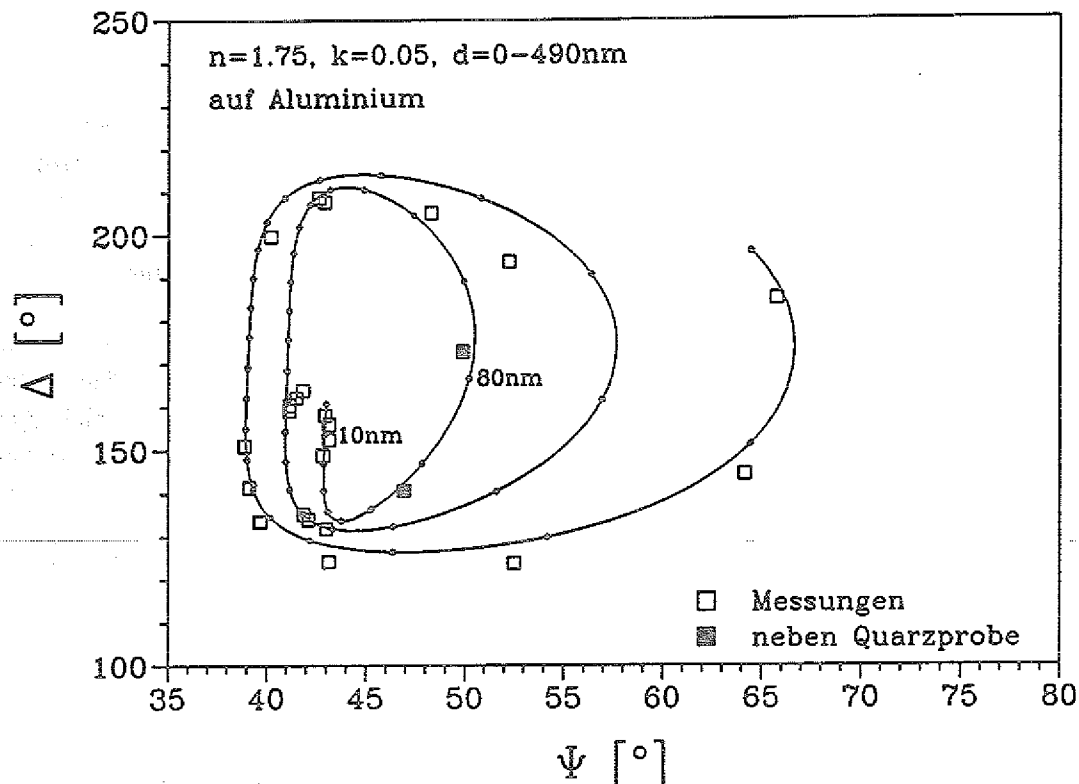


Abb. 39 Ortsabhängige ellipsometrische Messung (Schicht auf Aluminium) und Angleich einer theoretischen Kurve (Ψ, Δ als Funktion der Schichtdicke d) zur Bestimmung von n , k und d .

Die beiden Meßwerte unmittelbar links und rechts neben der Quarzprobe sind als volle Quadrate in Abb.39 eingezeichnet. Sie begrenzen einen Bereich, in dem die Dicke von 66 auf 82nm ansteigt. Das Ergebnis der winkelabhängigen ellipsometrischen Messung an der Quarzprobe ist in Abb.40 dargestellt, zusammen mit dem Ergebnis des Kurvenangleichs. Es ergaben sich folgende Werte:

Schicht auf Quarzprobe: $n=1.68 \pm 0.05$, $k=0.02 \pm 0.04$
 Schichtdicke: $d=67 \pm 10$ nm

Die sich auf der Quarzprobe ergebende Schichtdicke ist nur rund 9% geringer als diejenige, die sich durch Interpolation aus den Schichtdicken der unmittelbar benachbarten Aluminiumproben ergab (ca. 74nm). Die Brechungsindizes der beiden Schichten unterscheiden sich nur um 4%.

Eine weitere ellipsometrische Messung wurde an den Aluminiumproben der Ionendriftseite durchgeführt. Der vermessene Bereich erstreckte sich während der Exposition 3 bis 10cm in den Limiterschatten. Das Ergebnis der Messung mit festem Einfallswinkel ($\Theta=50^\circ$) zeigt Abb.41. Aus dem Kurvenangleich ergaben sich folgende Werte:

Schicht auf Aluminium: $n=1.85 \pm 0.05$, $k=0.03 \pm 0.02$
 maximale Schichtdicke: $d=150 \pm 15$ nm

Aufgrund der geringen Schichtdicke (<20 nm), der auf der Ionenseite mitbeschichteten Quarzprobe, lassen sich deren optische Konstanten und Dicke nicht bestimmen.

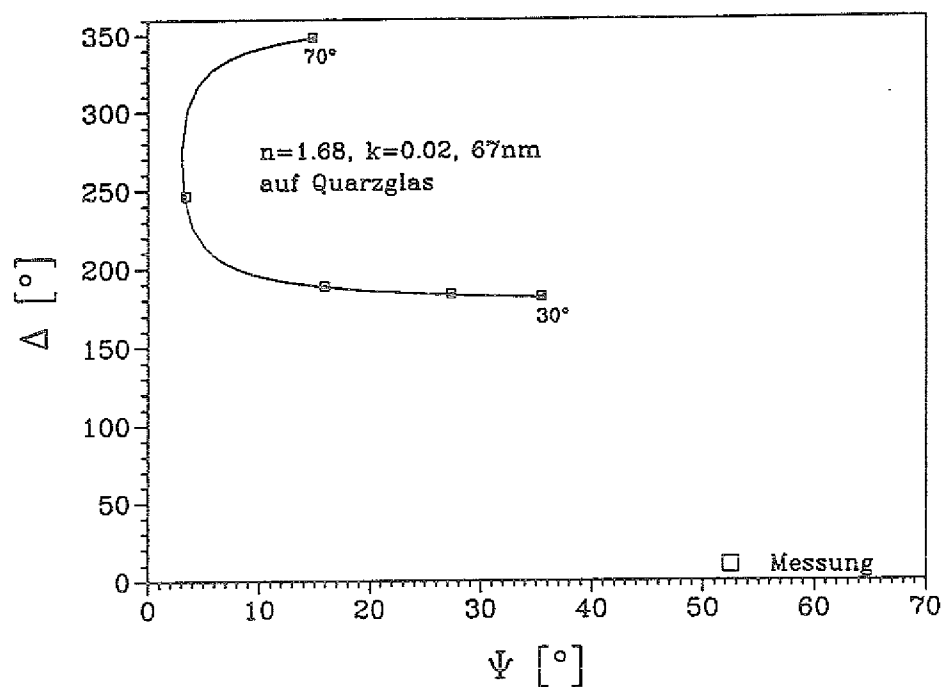


Abb. 40 Winkelabhängige ellipsometrische Messung an der beschichteten Quarzprobe und Kurvenangleich zu Bestimmung von n, k und d .

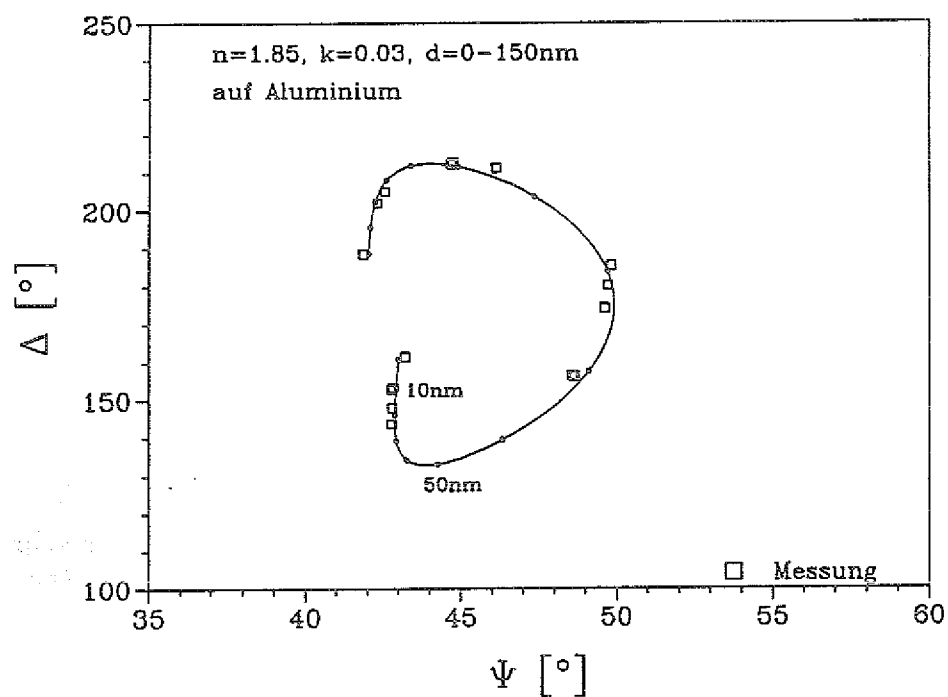


Abb. 41 Ortsabhängige ellipsometrische Messung (Schicht auf Aluminium) und Angleich einer theoretischen Kurve (Ψ, Δ als Funktion der Schichtdicke d) zur Bestimmung von n, k und d .

2. Experiment:

Für die ellipsometrische Messung stand eine auf der Elektronendriftseite exponierte Aluminiumprobe zur Verfügung. Diese befand sich 2 bis 3.5cm im Schatten des ALT-II Limiters ($r=46\text{cm}$). Für diese Probe ergaben sich folgende Werte:

Schicht auf Aluminium: $n=1.6 \pm 0.02$, $k=0.03 \pm 0.01$
maximale Schichtdicke: $d=355 \pm 10 \text{ nm}$

In Abb.42 ist der Angleich der theoretischen Kurve an die Meßwerte (Quadrate) dargestellt ($\Theta=50^\circ$).

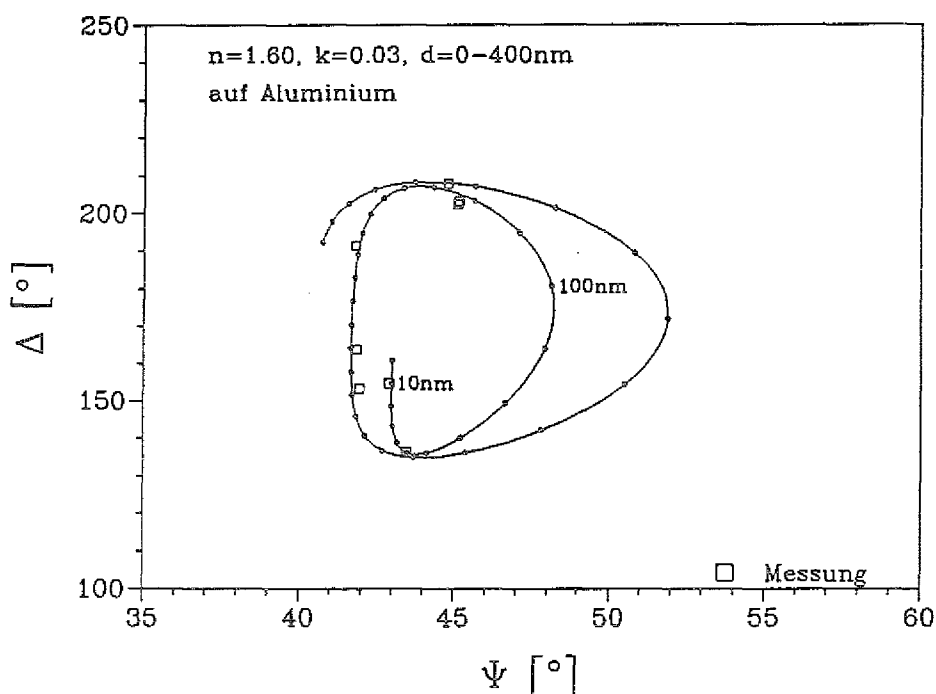


Abb. 42 Ortsabhängige ellipsometrische Messung (Schicht auf Aluminium) und Angleich einer theoretischen Kurve (Ψ, Δ als Funktion der Schichtdicke d) zur Bestimmung von n , k und d .

3. Experiment:

In diesem Versuch wurde das Plasma durch Neutralteilchen-Injektion zusätzlich geheizt. Aus den ellipsometrischen Messungen an den Aluminiumproben, die auf der Ionendriftseite exponiert waren, ergaben sich folgende Werte für die optischen Konstanten:

Schicht auf Aluminium: $n=2.0 \pm 0.1$, $k=0.28 \pm 0.01$

Die auf der Elektronendriftseite exponierten Proben waren durch Hitzeeinwirkung geschwärzt. Es konnte nur $k > 0.24$ festgestellt werden.

In der folgenden Tabelle werden die Ergebnisse der drei Experimente zusammengefaßt:

Nr.	Substrat	Dichte $n_e(0)$ [10^{13}cm^{-3}]	NI	e-Seite		i-Seite	
				n	k	n	k
1	Quarz	2.1		1.68	0.02		
1	Aluminium	2.1		1.75	0.05	1.85	0.03
2	Aluminium	2.4		1.6	0.03		
3	Aluminium	2.4-2.9	●		>0.24	2.0	0.28

Die Experimente zeigen, daß die in TEXTOR aufgewachsenen Schichten nahezu ortsunabhängige optische Konstanten aufweisen. Durch das 1. Experiment werden die Ergebnisse der Laborversuche bestätigt: Die auf verschiedenen Substratmaterialien abgeschiedenen Schichten unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Aufwachsraten und ihrer optischen Konstanten nur geringfügig. Abgesehen von den Schichten, die während der Entladungen mit Neutralteilchen-Injektion aufgewachsen sind, sind die gemessenen Extinktionskoeffizienten k sehr niedrig (0.02-0.05). Die Brechungsindizes variieren zwischen 1.6 und 1.8 und scheinen von den jeweiligen Entladungsbedingungen abzuhängen. Sie sind im Mittel etwas geringer als diejenigen, die im Laborversuch gefunden wurden (1.65-2.25), vermutlich bedingt durch niedrigere Ionenenergien in der Abschälschicht.

5.2 Umbau der Stockholm-TEXTOR-Sonde

Die Stockholm-TEXTOR-Sonde besteht aus zwei Teilen: Einem Trägerrohr und einem darauf befestigten Sondenkopf. Das Trägerrohr aus Edelstahl hat eine Länge von 1592mm und einen Durchmesser von 76mm bei einer Wandstärke von 2mm. Es ist an einem Ende über einen CF-Flansch in einem Hochvakuumssystem befestigt. Dieses System besteht aus einem das Rohr umschließenden Faltenbalg, einer Probenkammer und einer Turbomolekularpumpe mit Vorpumpe und kann, vom TEXTOR-Vakuum durch ein Ventil getrennt, evakuiert werden. Die gesamte Sonde ist in horizontaler Lage zwischen den Toroidalfeldspulen 5 und 6 an TEXTOR angeflanscht (siehe Abb.6). Sie läßt sich mit einem Gesamthub von 1100mm aus dem Tokamak ein- und ausbewegen, wobei jedoch eine horizontale Verkipfung von 11° zur radialen Richtung besteht.

An der TEXTOR zugewandten Seite ist auf das Rohr elektrisch isoliert ein Sondenkopf montiert. Dieser Sondenkopf besteht aus einem Graphit-Gehäuse, in dem ein zylindrischer Auffänger auf einer drehbaren Welle befestigt ist. Die Zylinderachse ist dabei parallel zur Bewegungsrichtung der Sonde. Die Länge des Gehäuses beträgt ca. 100mm. Das Gehäuse ist auf der Elektronendriftseite und Ionendriftseite mit je einem horizontal verlaufenden Schlitz versehen, durch den bei einer Exposition Ionen aus der Abschälschicht auf den Zylinder treffen können. Die Ionen folgen dabei dem Verlauf der magnetischen Feldlinien. Der Zylinder, bestehend aus Graphit oder anderen Materialien, kann dabei selbst als Probe dienen oder kann als Probenhalter verschiedene andere Proben aufnehmen. Der Zylinder läßt sich über eine Welle, die in der Mitte des Trägerrohres nach außen geführt wird, definiert drehen, auch synchron mit einer Entladung, um beispielsweise zeitaufgelöste Expositionen durchzuführen. Zylinder und Welle sind ebenfalls elektrisch gegenüber allen anderen Teilen der Sonde isoliert. Der Zylinder läßt sich nach der Exposition ausbauen und mit verschiedenen Methoden (z.B. Ionenstrahlanalyse) nachuntersuchen.

Um nun den Einsatz der neuen Meßmethode an TEXTOR zu ermöglichen, wurde die Stockholm-

TEXTOR-Sonde umgebaut. Das Trägerrohr der Sonde wurde mit Lichtleitern ausgestattet, und ein neuer Sondenkopf mit Lichtleitern und einer Halterung für die Quarzproben wurde entworfen. Die gesamte Sonde wurde dabei mit zwei unabhängig voneinander arbeitenden Lichtleitersystemen versehen, die eine Beobachtung des Schichtdickenwachstums auf der Ionendrift- und auf der Elektronendriftseite ermöglichen sollten. Da auch weiterhin der Betrieb der Sonde mit einem Zylinder als Probe alternativ möglich sein soll, erwies es sich als notwendig, den Sondenkopf mit Lichtleitern so zu konstruieren, daß er im Austausch mit einem einfachen Sondenkopf ohne Lichtleiter zum Einsatz kommen kann. Dies setzte beispielsweise voraus, daß sich weiterhin die Welle zum Bewegen des Zylinders im Gehäuse befindet und daß dieser Platz nicht für die Lichtleiter zur Verfügung steht. Durch diese Forderung, den Sondenkopf austauschbar zu gestalten, ergab sich die Notwendigkeit, am Übergang Rohrende-Kopf in die Lichtleiter eine Schnittstelle einzubauen.

Neben diesen Anforderungen mußten auch verschiedene andere Bedingungen, die sich insbesondere aus dem Betrieb der Sonde an TEXTOR ergeben, erfüllt werden. Der Sondenkopf mußte aus Graphit gefertigt sein, da er für die Messungen möglicherweise sehr nahe an das Plasma herangeführt werden muß. Alle metallischen Teile im Sondenkopf dürfen keinem direkten Kontakt mit dem Plasma ausgesetzt werden, um eine Verunreinigung des Plasmas zu vermeiden. Da die dem Plasma nahekommenden Teile kurzfristig hohen Wärmebelastungen ausgesetzt sein können, wurden die sich im Sondenkopf befindlichen Teile so gewählt, daß sie auch bei kurzfristigen Wärmebelastungen über 400°C nicht beschädigt werden oder ausgasen können. Trotz der in TEXTOR auftretenden Vibrationen und der hohen Magnetfelder muß gewährleistet sein, daß der Kontakt zwischen Lichtleiterende und Glasplatte nicht verlorengeht. Es darf sich kein veränderlicher Spalt einstellen. Dieselbe Forderung ergibt sich für die Schnittstelle im Lichtleiter am Übergang Rohrende-Sondenkopf.

Bevor die wichtigsten neugestalteten Komponenten der Sonde ausführlich beschrieben werden, soll anhand der schematischen Darstellung in Abb.43 eine Vorstellung über das gesamte System vermittelt werden. Des leichteren Verständnisses wegen wurde in dieser Darstellung nur ein Lichtleitersystem gezeichnet. Der zweite Lichtleiter ist, einschließlich der Photodioden, identisch.

Ein He-Ne Laser dient als Lichtquelle und beleuchtet über einen Strahlteiler (nicht eingezeichnet) die Enden beider Lichtleiter. Ein Chopper dient wie im Laborexperiment dazu, den Lichtstrahl zu zerhacken. Die Verwendung eines Choppers ist im Falle der Anwendung an TEXTOR nicht unbedingt notwendig, da die Entladung nur wenige Sekunden dauert, und die Messungen vorerst zwischen den Entladungen durchgeführt werden. Es ermöglicht jedoch eine einfache Überwachung des Meßsystems, das während der Entladungen hohen Belastungen ausgesetzt ist. Sollte sich an einer der Photodioden kein "gechopptes" Signal ergeben, so muß eine Beschädigung des Systems an der entsprechenden Stelle vorliegen. Auch die Kontrolle der Datenerfassung wird dadurch erleichtert.

Wie im Laborexperiment wird ein Teil der beleuchteten Fasern ausgekoppelt um ein Referenz-Signal zu liefern. Der zweite Anteil des beleuchteten Faserbündels wird dann mit einem gleich starken Bündel vermischt. Das eingestrahle Licht gelangt somit, geleitet durch die Hälfte der Fasern des gemischten Bündels, über eine Vakuumdurchführung, durch das Trägerrohr bis zum Rohrende. Von dort wird es dann durch ein kurzes Lichtleiterstück im Sondenkopf zur Quarzprobe geleitet. Durch die Interferenz an der aufwachsenden Schicht wird ein bestimmter Anteil des eingestrahnten Lichts reflektiert und durch den Lichtleiter zurück zur zweiten

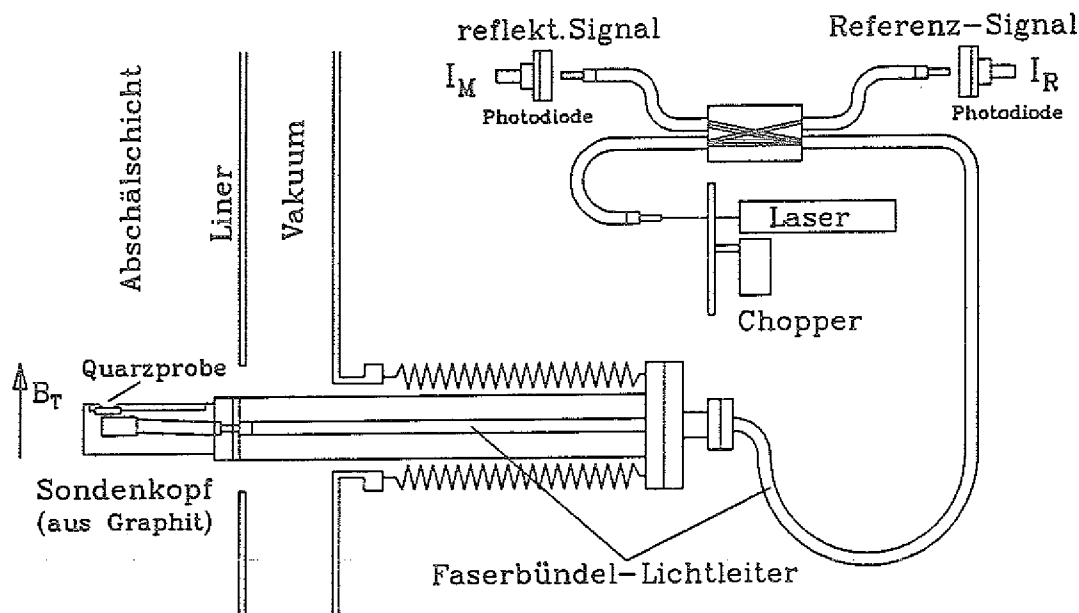


Abb. 43 Schematische Darstellung der Reflektometrie-Sonde mit Lichtleitern am Tokamak TEXTOR.

Photodiode geleitet.

Der verwendete He-Ne Laser liefert bei einer Wellenlänge von 623.8nm eine minimale Ausgangsleistung von 5mW. Die verwendeten Photodioden sind vom gleichen Typ wie die im Laborexperiment verwendeten.

In den folgenden Abschnitten werden die einzelnen, neugestalteten Komponenten des Sondensystems detaillierter beschrieben.

5.2.1 Lichtleiter

Wie oben beschrieben, erwies es sich als notwendig, eine Schnittstelle in die Lichtleiter einzubauen. Es ergeben sich also zwei sehr lange Lichtleiter, die bei der Lichtquelle und den Photodioden beginnen und an der Stirnseite des Trägerrohres enden, und zwei kurze Stücke, die in den Sondenkopf eingebaut werden und an den Glasproben enden. Diese zwei kurzen Lichtleiterstücke werden später zusammen mit dem neuen Sondenkopf beschrieben.

Abb.44 zeigt das gesamte Lichtleitersystem, das in das Trägerrohr eingebaut wurde. Es besteht im wesentlichen aus zwei unabhängigen 4-armigen Lichtleitern, die lediglich durch die gemeinsame Vakuumdurchführung miteinander verbunden sind. Die Länge der Lichtleiter außerhalb der Sonde beträgt 3m. Das Mischungsverhältnis der Fasern ist wie im Laborexperiment 1:2 für den Arm zur Referenzdiode und 1:1 im Hauptstrang. Wiederum wurde als Hüllschlauch ein PVC-Mantel verwendet.

Die einzelne Lichtleitfaser hat einen Durchmesser von $70\mu\text{m}$ und einen Öffnungswinkel von 34° . Das Faserbündel, das am Sondenkopf endet, hat einen Durchmesser von 2.5mm.

Als Vakuumdurchführung wurde ein speziell zu diesem Zweck hergestellter, auf 50mm verlängerter 16CF-Blindflansch verwendet. Die Lichtleiter wurden in zwei Bohrungen im Flansch vakuumdicht verklebt. Als Kleber wurde ein Epoxidharz-Kleber verwendet. An dieser Stelle ist ein solcher Kleber tolerierbar, da sie sich außerhalb des TEXTOR-Vakuumgefäßes befindet und damit keinen Temperaturbelastungen ausgesetzt ist.

Lichtleiter im Vakuum

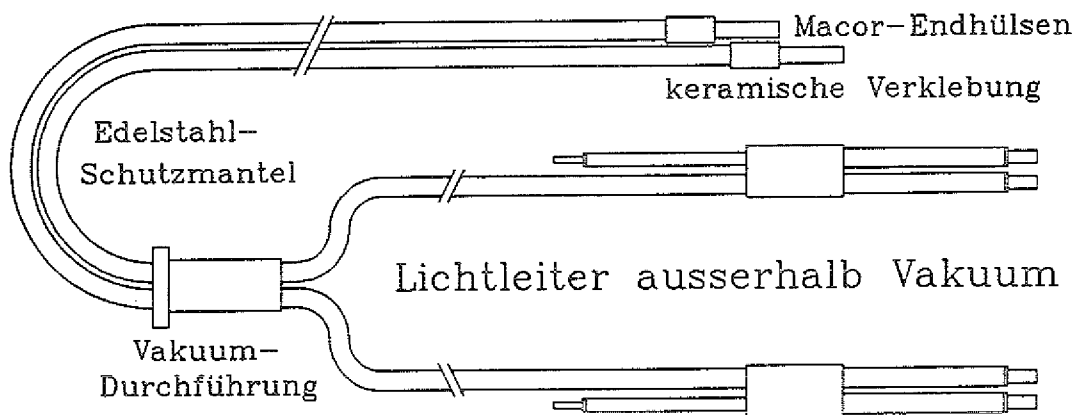


Abb. 44 Gesamtansicht des Lichtleiters, der in das Trägerrohr der Sonde eingebaut wurde.

Die Länge der Lichtleiter im Vakuum (innerhalb des Trägerrohres) betrug 1.8m. Im Gegensatz zum Laborexperiment wurden die Lichtleiter nicht ohne Schutzummantelung eingebaut, da in diesem Fall ein zu hohes Risiko bestand, die Fasern dabei zu beschädigen. Als Alternative wurde deshalb ein Hüllschlauch verwendet, der ausschließlich aus Edelstahl besteht. Die Verwendung eines solchen Edelstahlmantels erfordert jedoch am Ende des Trägerrohres eine nicht leitende keramische Endhülse. Damit kann gewährleistet werden, daß der Sondenkopf elektrisch vom Trägerrohr getrennt bleibt.

Da am Ende des Trägerrohres bereits sehr hohe Temperaturen ($> 150^{\circ}$) auftreten können, aber auch im Hinblick auf die Temperatur- und Vakuumanforderungen, die an die Lichtleiter im Sondenkopf gestellt werden, erwies es sich als notwendig, alternativ zu den organischen Klebern, die üblicherweise zur Verklebung der Fasern in den Endhülsen verwendet werden, einen anorganischen Kleber zu benutzen. Dazu wurden verschiedene keramische Kleber auf ihre Vakuumverträglichkeit bei höheren Temperaturen getestet. Die Kleber bestehen aus einem feinkörnigen Zement, der unter Zugabe von Wasser aushärtet. Nach Angaben der Hersteller sind diese Kleber bis zu Temperaturen über 1000°C belastbar. Wie Versuche zeigten, sind so verklebte Lichtleiter gut vakuumverträglich, wenn die Endhülsen für mehrere Tage bei Temperaturen über 150°C ausgehärtet werden. Dies wurde anhand eines Versuchslichtleiters bis zu Temperaturen von 300°C geprüft. Die Temperaturbeschränkung eines solchen Lichtleiters wird durch die Glasfasern selbst verursacht, die bei Temperaturen größer 700°C ihre gute Transmission verlieren.

5.2.2 Umbau des Trägerrohres

Die beiden im letzten Kapitel beschriebenen Lichtleiter wurden in das Trägerrohr eingebaut. Die wesentliche Modifikation erfolgte dabei an demjenigen Ende, an dem der Sondenkopf befestigt wird. Abb.45 zeigt eine Konstruktions-Skizze dieses Endes. Die wesentlichen Teile sind bezeichnet. In der Mitte des Rohres verläuft die Welle, auf die sonst der Proben-Zylinder aufgesteckt wird. Beide Lichtleiter sind durch Laschen am Rohr befestigt. Die beiden Macorendhülsen enden 1mm außerhalb der umgebenden Endfläche. Sie werden durch den federnden Edelstahlhüllschlauch gegen die festen Lichtleiter im Sondenkopf gedrückt.

Zusätzlich wurden zwei Thermoelement-Drähte isoliert im Rohr verlegt. Sie enden an der Außenseite des Rohres in einem Stecker (in Abb.45 nicht eingezeichnet).

5.2.3 Sondenkopf

Abb.46 zeigt den Sondenkopf. An dem mit Schnittstelle bezeichneten Ende ist der Sondenkopf mit Schrauben am Sondenrohr befestigt. Die hier beginnenden Lichtleiterbündel drücken beim Befestigen des Sondenkopfes am Trägerrohr auf die entsprechenden, federnd gehaltenen Gegenstücke im Trägerrohr. Zur Befestigung der Lichtleiter am Graphitgehäuse wurden auf die an diesem Ende verwendeten Endhülsen Gewinde geschnitten, so daß sie fest mit dem Gehäuse verschraubt werden können. In der vorderen Endhülse der Lichtleiter, hergestellt aus Edelstahl, werden die Glasfasern um 90° gebogen und enden senkrecht an den Quarzproben. Die Endhülse sitzt dabei in einer Aussparung des Graphitgehäuses und wird durch eine Feder an die Quarzprobe gepreßt. Die beiden im Sondenkopf verwendeten Lichtleiter haben eine Länge von 117mm. Die Endhülsen sowie der Hüllschlauch sind aus Edelstahl. Der Durchmesser der Lichtleiterbündel ist 2.5mm. Zur Verklebung der Fasern in den Endhülsen wurde ein keramischer Kleber verwendet.

Der Gehäusedeckel ist entsprechend der Verkipfung der Sondenachse zur radialen Richtung in einem Winkel von 11° abgeschrägt. Somit ist die Endfläche des Gehäusedeckels parallel zu den toroidalen Magnetfeldlinien.

Die Quarzproben (Herasil, 12x22mm, 2mm Dicke) sind schnell und sicher auswechselbar, ohne daß ein Teil des Gehäuses abgebaut werden muß. Sie sitzen hinter einer Graphitblende, mit einem Loch von 8mm Durchmesser. Zusätzlich zu den beiden Quarzproben können in das Gehäuse noch vier weitere Proben gleicher Größe eingesetzt werden. Auch diese sind auswechselbar.

An der Schnittstelle befindet sich (in Abb.46 nicht eingezeichnet) eine Buchse für den am Trägerrohr befestigten Thermoelement-Stecker. Dieser ist verbunden mit zwei isoliert verlaufenden Thermoelementdrähten im Gehäuseinneren. Sie enden nahe der Frontseite des Gehäuses auf Höhe der Quarzproben.

5.3 Meßdatenerfassung und Datenaufbereitung

Es ergeben sich insgesamt fünf Signale, die bei der Durchführung einer Messung erfaßt werden. Dies sind zum einen die Signale der beiden Referenz-Photodioden und der beiden Photodioden, die zur Messung der reflektierten Intensität dienen, zum anderen ist dies das Temperatursignal des Thermoelements. Die vier Photodioden werden photovoltaisch betrieben, und ihre Signale

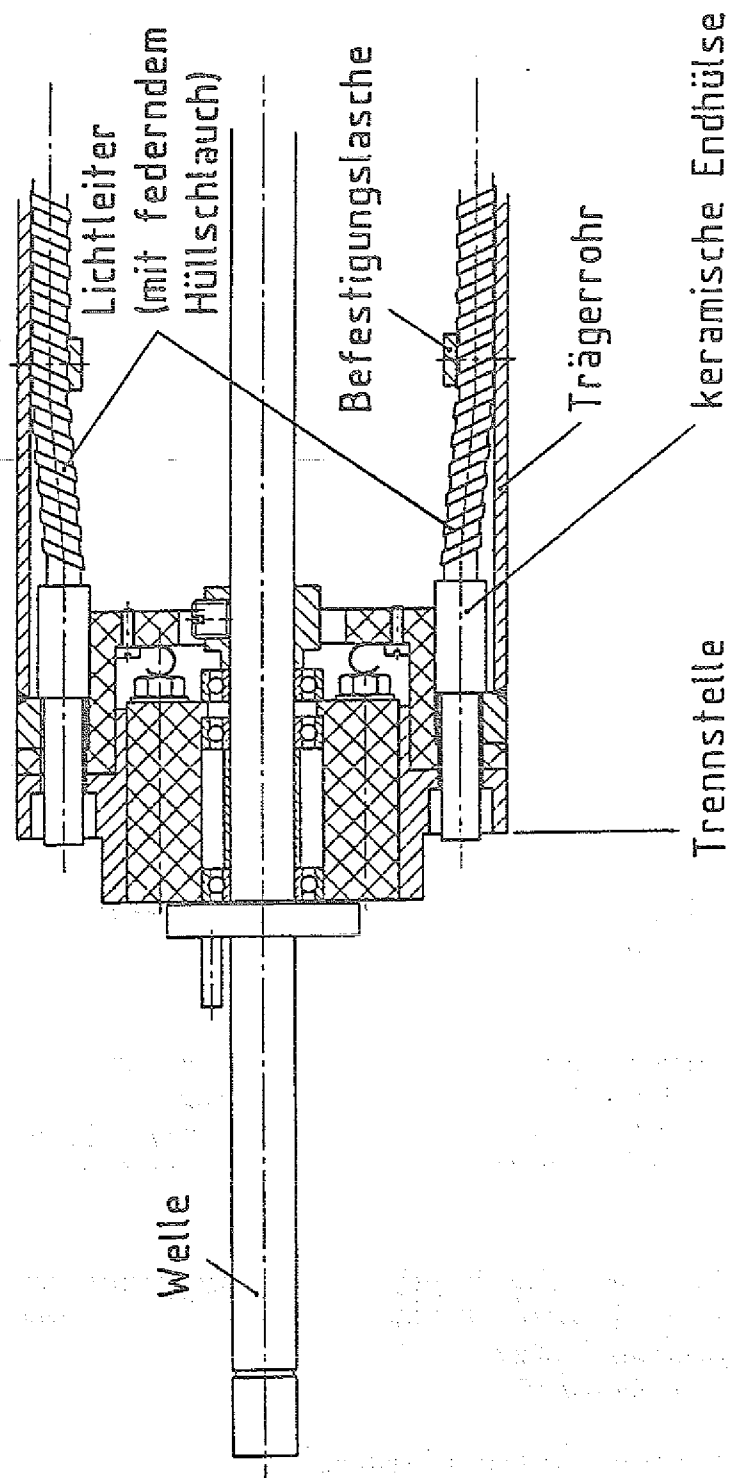


Abb. 45 Konstruktionsskizze zum Einbau des Lichtleiters in das Trägerrohr der Sonde. Dargestellt ist die dem Sondenkopf zugewandte Seite.

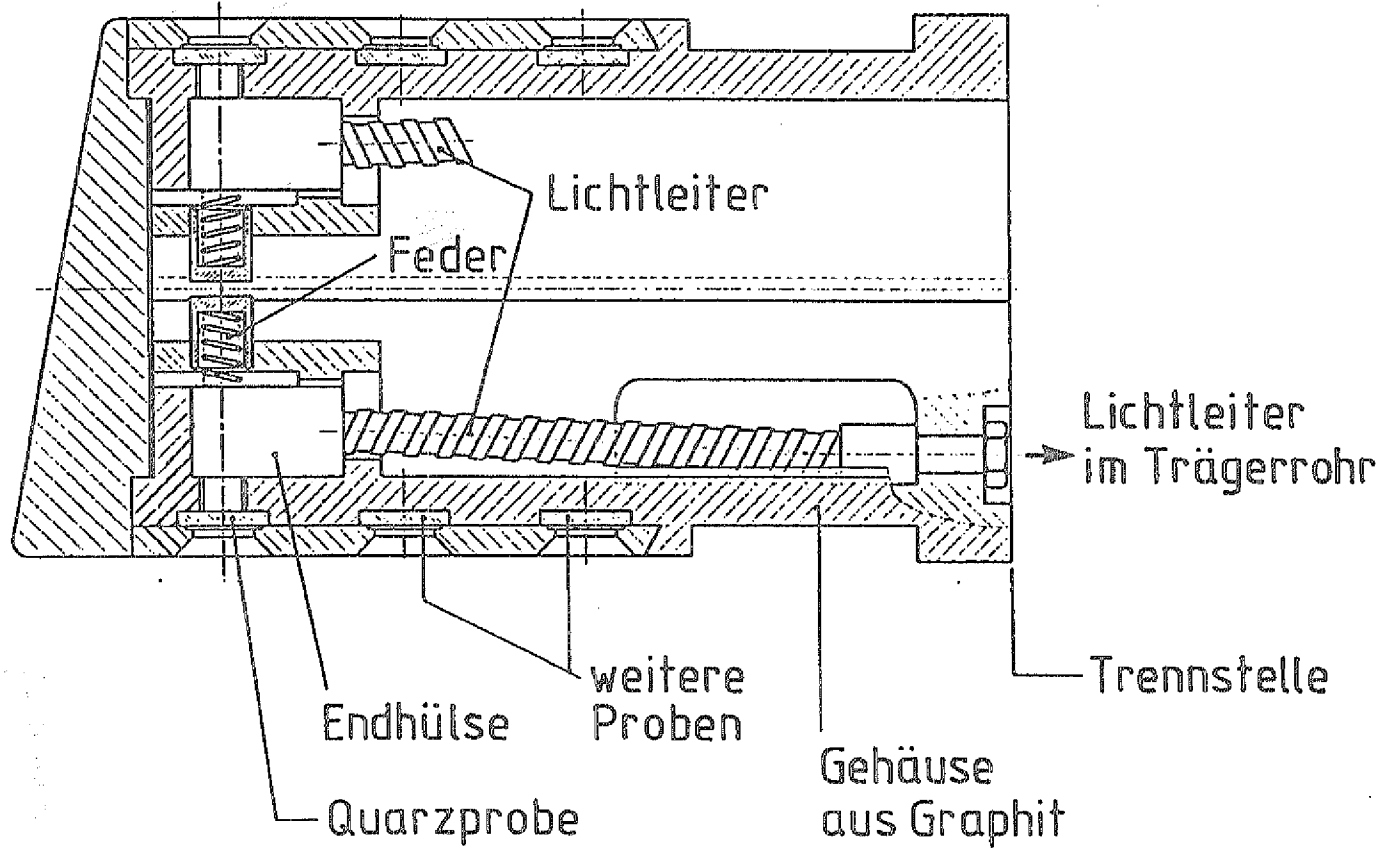


Abb. 46 Schnitt durch den Sondenkopf aus Graphit mit eingebauten Lichtleitern und Quarzproben.

werden vorverstärkt, bevor sie zum TEXTOR Kontrollraum geleitet werden. Die Thermospannung wird direkt an der Sonde in ein linear mit der Temperatur verlaufendes Spannungssignal umgesetzt und dann zur Datenerfassung in den Kontrollraum geleitet.

Im Kontrollraum erfolgt die Aufzeichnung der Meßdaten über einen Datalogger des TEXTOR-Datenerfassungssystems. Dies ermöglicht es, jedes Signal Entladung für Entladung über einen zu wählenden Zeitraum digital aufzuzeichnen. Unabhängig vom gewählten Zeitintervall werden pro Signal 16000 Meßpunkte erfaßt. Das Zeitintervall bestimmt somit die Erfassungsrate. Der Zeitpunkt t , an dem die Erfassung gestartet wird, bezieht sich immer auf den Beginn einer Entladung. Dieser Zeitpunkt ist als $t=0$ Sekunden definiert.

Für alle Messungen, die in dieser Arbeit beschrieben werden, wurden die Meßsignale wie folgt aufgezeichnet. Die Erfassung der Daten erfolgte über ein Zeitintervall von 32 Sekunden, womit sich eine Erfassungsrate von 500Hz (Messung alle 2ms) ergibt. Die Erfassung wurde 16 Sekunden vor Beginn der Entladung ($t=-16s$) gestartet und 16 Sekunden nach der Entladung ($t=16s$) gestoppt. Die Länge einer TEXTOR-Entladung beträgt 3 bis 4 Sekunden.

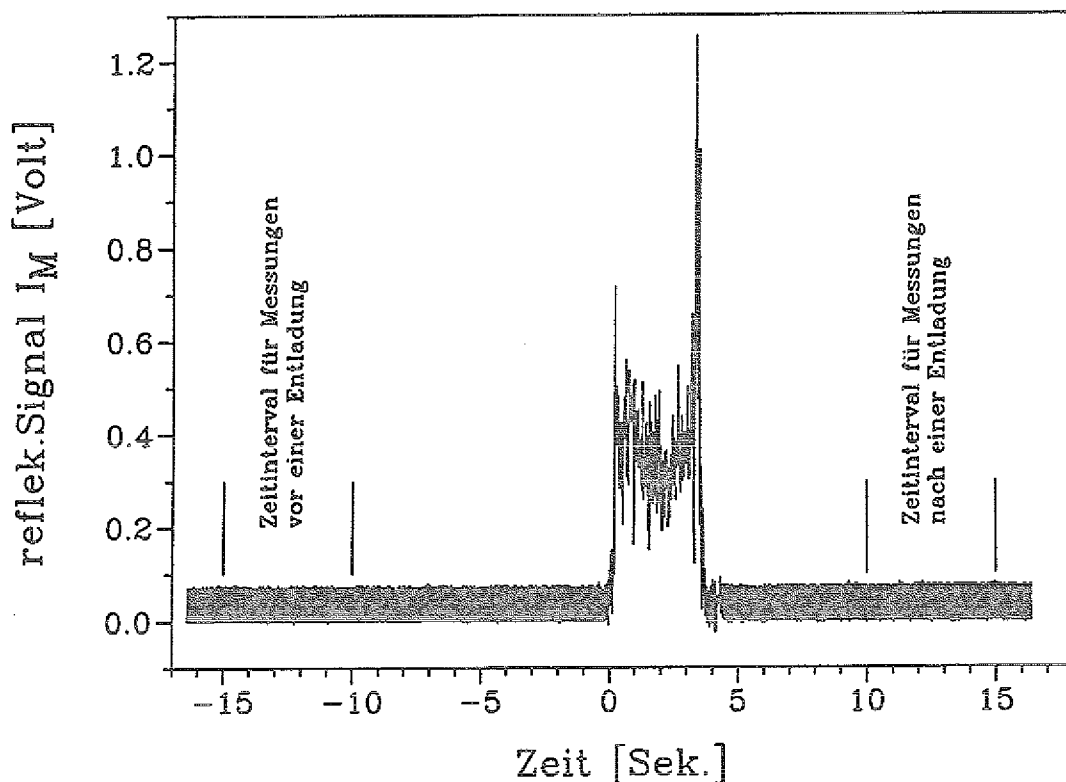


Abb. 47 Signal der Photodiode, die die reflektierte Intensität auf der Elektronendriftseite mißt, dargestellt über den gesamten aufgezeichneten Zeitraum.

Als Beispiel wurde in Abb.47 das Signal der Photodiode, die die reflektierte Intensität auf der Elektronendriftseite mißt, über den gesamten aufgezeichneten Zeitraum dargestellt. Da die Frequenz des Choppers ($\sim 14\text{Hz}$) zu groß ist um auf einer so langen Zeitachse aufgelöst zu werden, zeigt sich das ungestörte Signal als breite Linie. Während der Entladung ($t=0-4\text{sec.}$) wird das Signal stark gestört, wobei sich im Mittel ein wesentlich erhöhtes Signal ergibt.

Verursacht wird diese Signalerhöhung während der Entladung durch die starke Intensität des Lichtes, das aus dem Plasma selbst kommt, und ebenfalls durch die Glasplatte und den Lichtleiter zur Photodiode gelangt. Eine Messung der reflektierten Intensität während einer Entladung ist deshalb im Augenblick noch nicht möglich. Um eine solche Messung zu ermöglichen müßten schmalbandige Filter eingesetzt werden, die lediglich die Wellenlänge des eingestrahlten Lichts passieren lassen.

Wie aus Abb.47 ersichtlich wird das Signal außerhalb des Entladungszeitraumes nicht gestört. Es wurden deshalb sowohl vor als auch nach der Entladung zwei Zeitintervalle mit einer Länge von je 5 Sekunden gewählt. Das erste Zeitintervall liegt zwischen -15 und -10 Sekunden, das zweite Intervall zwischen 10 und 15 Sekunden. In diesen Zeitintervallen wurde dann die mittlere reflektierte Intensität M bestimmt. Die Wahl anderer Zeitintervalle und Anfangszeiten vor und nach einer Entladung ergab keine Veränderung in der reflektierten Intensität, abgesehen von einem zunehmenden statistischen Fehler bei kleiner werdenden Zeitintervallen.

Zwischen den Entladungen an TEXTOR liegen derzeit mindestens 5 Minuten, es kann jedoch auch zu größeren Unterbrechungen kommen. Geht man von einem kontinuierlichen Schichtwachstum und einem ungestörten Meßsystem aus, so würde es genügen, die reflektierte Intensität nach jeder Entladung zu bestimmen. Messungen unmittelbar vor und nach den Entladungen haben jedoch den Vorteil, daß Änderungen der reflektierten Intensität, die durch Schichtwachstum verursacht werden, von Einflüssen durch Langzeitdriften (z.B. Temperaturgang) unterschieden werden können.

Abb.48 zeigt einen kürzeren Ausschnitt der aufgezeichneten Signale der Referenz-Photodiode (Kreuze (x)) sowie der Meß-Photodiode (Signal der reflektierten Intensität, Kreise (o)). Unterbricht der Chopper das eingestrahlte Licht, so ergibt sich an beiden Photodioden ein Signal nahe null Volt. Gibt der Chopper den Weg zwischen Laser und Lichtleiterende frei, so ergibt sich ein Signal größer null Volt. Die Höhe dieses Signals hängt von der Intensität des Lichts ab, das auf die Photodiode fällt, von der Empfindlichkeit der Photodiode, sowie von der Vorverstärkung. Es wurde bei der Messung darauf geachtet, daß die Photodioden in einem linearen Empfindlichkeitsbereich betrieben wurden. Das Signal wurde an der Sonde soweit vorverstärkt, daß die Verluste und Störungen in der Leitung zum Kontrollraum keine wesentliche Beeinträchtigung des Signals bewirken.

Zur Auswertung der aufgezeichneten Daten wurde ein Computerprogramm erstellt, das ähnlich den Labormessungen eine reflektierte Intensität M , den Quotienten aus Meß- und Referenzsignal, für ein bestimmtes Zeitintervall mittelt. Dabei wird für jedes Signal der Mittelwert der hohen Spannungen (S_{M1} , S_{R1} , M =Meß-, R =Referenzsignal) und der niedrigen Spannungen (S_{M0} , S_{R0}) errechnet. Danach wird die Differenz der beiden Mittelwerte bestimmt, wobei sich im Falle des Referenz-Signals die Größe I_R und im Falle des von der Schicht reflektierten Signals die Größe I_M ergibt. Durch die Normierung von I_M auf I_R ergibt sich dann die reflektierte Intensität M als dimensionslose Größe.

$$M = \frac{I_M}{I_R} = \frac{S_{M1} - S_{M0}}{S_{R1} - S_{R0}}$$

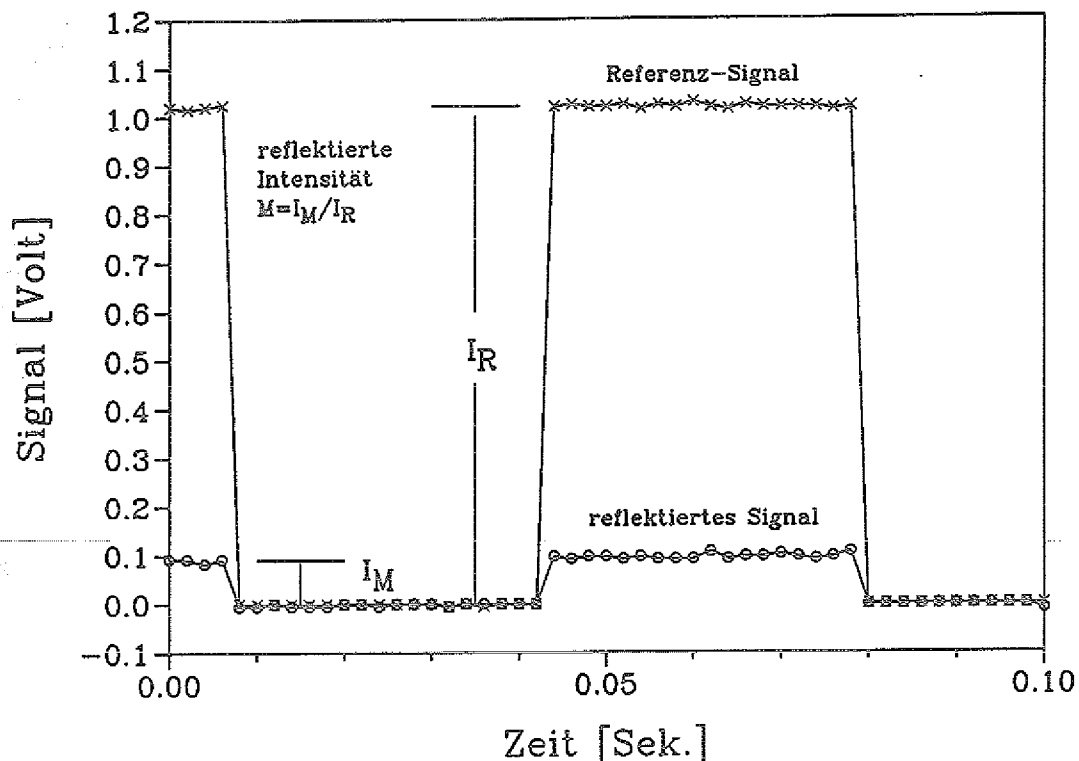


Abb. 48 Signale der Referenz-Photodiode (Kreuze (x)) sowie der Meß-Photodiode (Signal der reflektierten Intensität, Kreise (o)); Berechnung der reflektierten Intensität M.

5.4 Bestimmung des Meßfehlers

Der Meßfehler einer Einzelmessung setzt sich aus zwei Anteilen zusammen. Der erste Anteil ist der Fehler, der sich aus den statistischen Schwankungen des Meßsignals während der Messung selbst ergibt. Da alle zur Errechnung von M verwendeten Signale ein elektronisches Rauschen aufweisen, ergibt sich auch ein statistischer Fehler für M. Der zweite Anteil des Meßfehlers ergibt sich aus den Langzeitinstabilitäten der Komponenten des Meß- und Datenerfassungssystems. Da der zeitliche Abstand von Entladung zu Entladung mindestens 5 Minuten ist, kommt es bei der Durchführung eines Experiments leicht zu Zeitspannen von mehreren Stunden. Der Einfluß der beiden möglichen Fehlerquellen soll nun im einzelnen diskutiert werden.

Der statistische Fehler v_M einer Einzelmessung (Vertrauensbereich) ergibt sich nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz aus dem mittleren quadratischen Fehler der Mittelwerte S [52]. Bedingt durch die große Anzahl von Meßpunkten (> 1000), die sich bei einer Mittelung über ein Zeitintervall von 5s ergeben, ist der statistische Fehler in allen Fällen klein. Die folgende Tabelle zeigt dies anhand zweier Beobachtungen, die Grenzfälle für eine hohe und niedrige Reflektivität darstellen. $M > 0.46$ entspricht dem Fall einer Schicht mit einer hohen Reflektivität $R > 0.86$, $M < 0.18$ ergibt sich im Falle $R < 0.05$:

	Elektronendriftseite	Ionendriftseite
$M > 0.48$	$v_M \approx 0.02\%$	$v_M \approx 0.08\%$
$M < 0.08$	$v_M \approx 0.2\%$	$v_M \approx 0.3\%$

Erniedrigt man das Zeitintervall auf 1 Sekunde, so ergibt sich ein rund 50% höherer Fehler.

Der geringfügig erhöhte Meßfehler auf der Ionenseite wird verursacht durch ein niedrigeres Signal der Referenz-Photodiode dieser Lichtleiterseite. Der Grund dafür liegt vermutlich in einer nicht vollständig identischen Beleuchtung der beiden Lichtleiterenden und in einem möglicherweise geringen Unterschied in der Anzahl der für das Referenz-Signal ausgekoppelten Lichtleitfasern.

Zur Bestimmung des Fehlers, der bedingt wird durch Langzeitinstabilitäten des gesamten Meßsystems, wurde folgende Messung durchgeführt. Es wurden zwei Quarzglasplatten in den Sondenkopf eingesetzt und die Sonde evakuiert. Ohne die Sonde zu bewegen und ohne das Ventil zu TEXTOR zu öffnen, wurde dann 3 Stunden lang (28 TEXTOR Entladungen) die reflektierte Intensität M in gleicher Weise bestimmt wie sonst bei einer Exposition der Sonde (jeweils über ein 5 Sekunden Zeitintervall vor und nach den Entladungen). Somit ergaben sich insgesamt 46 Meßpunkte je Beobachtungsseite, aus denen sich der mittlere quadratische Fehler der Einzelmessung (Standardabweichung) errechnen läßt [52]. Es ergab sich (Mittelwert $\pm$ Standardabweichung):

Elektronenseite:	$M = 9.38 \times 10^{-2}$	$\pm 1.2\%$
Ionenseite:	$M = 18.1 \times 10^{-2}$	$\pm 2.4\%$

Dieser Fehler ist größer als der Fehler, der sich allein durch die statistischen Schwankungen innerhalb der Einzelmessung ergibt. Verursacht wird dieser Fehler durch Langzeitinstabilitäten der verwendeten Elektronik. Abhilfe könnte möglicherweise dadurch geschaffen werden, daß die analogen Signale der Photodioden möglichst direkt an der Sonde in digitale Signale umgewandelt werden, welche dann ohne Störungen zum Kontrollraum übertragen werden könnten.

Bei den im folgenden dargestellten Messungen wird der hier ermittelte Fehler als Fehlerbalken mit angegeben.

5.5 Kalibrierung des Meßsystems

Wie sich anhand der Labormessungen zeigte, kann man für ein solches Meßsystem zur Messung der reflektierten Intensität M über Lichtleiter einen linearen Zusammenhang zwischen der Meßgröße M und der theoretischen Reflektivität R ansetzen.

$$M = a R + b$$

a und b sind dabei apparative Konstanten des Meßsystems. Dies bedeutet, werden weder der Lichtleiter noch der Meßaufbau (einschließlich der gesamten elektronischen Komponenten) verändert, und ist es gleichzeitig möglich die Quarzproben so zu wechseln, daß sich die Ankopplung zum Lichtleiter nicht ändert (kein veränderlicher Spalt), so bleibt auch der lineare Zusammenhang zwischen M und R bestehen. Die Bestimmung der Konstanten a und b stellt somit die Kalibrierung des Systems dar. Sind sie bekannt, läßt sich für einen bestimmten Wert von R jederzeit die entsprechende Meßgröße M ermitteln und umgekehrt.

Die Konstante a beinhaltet alle multiplikativen Faktoren, die bei der Bestimmung von M eingehen. Dies sind: Die Intensitätsverluste des Lichts bei der Ein- und Auskopplung sowie an

Schnittstellen, die Verluste durch die Absorption in den Lichtleitfasern, die Normierung des reflektierten Signals auf ein Referenz-Signal sowie die Empfindlichkeit der Photodioden und die Verstärkungsfaktoren der übrigen Elektronik. Alle diese Größen vereinigen sich in der Größe a.

Hinzu kommt eine additive Konstante b, verursacht durch zwei Schnittstellen im Lichtleiteraufbau, an denen ein Teil des eingestrahnten Lichts bereits vor Erreichen der Schicht reflektiert wird. Die erste Schnittstelle ist die Trennstelle, die zwischen dem langen Lichtleiterbündel im Trägerrohr und dem kurzen Lichtleiter im Sondenkopf besteht. Die zweite Schnittstelle ist der Übergang zwischen dem Lichtleiterende und der Quarzprobe. Die beiden Anteile sind in b zusammengefaßt.

Zur Bestimmung der Konstanten a und b ist es notwendig, an zwei Schichten bekannter Reflektivität R die reflektierte Intensität M zu bestimmen. Dabei ist es günstig, wenn sich die Reflektivität der beiden verschiedenen Schichten stark unterscheidet. Zum einen wurde eine blanke Quarzprobe in den Sondenkopf eingebaut, für die sich eine Reflektivität R von 3.5% ergibt (am Übergang Quarz/Vakuum). Zum anderen wurde eine Quarzprobe mit einer Aluminiumschicht von 150nm bedampft (Reflektivität R=87%), und so in den Sondenkopf eingebaut, daß sich die Aluminiumschicht auf der Seite der Probe befand, auf der sich bei einem Experiment eine a-C/B:H Schicht abscheidet. Die zugehörigen Meßwerte M wurden zur Kalibrierung des Systems jeweils vor und nach einem Experiment gemessen. Im Mittel ergaben sich folgende Werte:

Elektronendriftseite:

Substrat mit Aluminium-Schicht:	R=0.87
Reflektierte Intensität:	M=0.476±0.001
Substrat ohne Schicht:	R=0.035
Reflektierte Intensität:	M=0.091±0.002

Es folgt daraus:

$$M = 0.46 R + 0.075$$

Baut man keine Quarzprobe in den Sondenkopf ein (Lichtleiterende offen), so ergibt sich immer noch eine reflektierte Intensität $M=0.072\pm0.002$. Da an einem offenem Lichtleiterende kein Licht reflektiert werden kann, ist dieser Wert alleine auf die Reflektion an der Schnittstelle in den Lichtleitern am Übergang Trägerrohr/Sondenkopf zurückzuführen. Diese Schnittstelle verursacht somit 96% der additiven Konstante b. Zusätzlich ergibt sich durch die Schnittstelle auch eine höhere Absorption im gesamten Lichtleitersystem.

Kalibrierung der Ionendriftseite:

Substrat mit Aluminium-Schicht:	R=0.87
Reflektierte Intensität:	M=0.456±0.006
Substrat ohne Schicht:	R=0.035
Reflektierte Intensität:	M=0.173±0.004

Damit ergibt sich als Kalibrierung der Ionendriftseite:

$$M = 0.34 R + 0.161$$

Ist kein Substrat im Sondenkopf eingebaut, so ergibt sich eine reflektierte Intensität $M=0.151\pm0.002$. Auch auf dieser Seite trägt also hauptsächlich die Reflektion an der Schnittstelle im Trägerrohr zur additiven Konstante bei.

Die Kalibrierungen sind gültig, solange keine Veränderungen an den Komponenten des Systems vorgenommen werden und sich die Bedingungen an den Schnittstellen während der Messungen nicht verändern.

6. Messung der Depositionsraten in der Randschicht von TEXTOR

Die ersten in situ Messungen der Depositionsraten in der Abschältschicht von TEXTOR waren einbezogen in ein experimentelles Programm, das den Einfluß reaktiver Gase in Tokamakentladungen untersucht.

Die Verwendung verschiedener, chemisch reaktiver Gase (Methan, Diboran, Bortrimethyl) bei der Konditionierung der Innenwände von Tokamaks durch plasmachemische Abscheidung dünner Schichten erwies sich als sehr erfolgreich zur Unterdrückung von Verunreinigungen in den Entladungen [15-17]. Die Karbonisierung und die Borierung führten zu einem nahezu vollständigen Verschwinden von metallischen Verunreinigungen und Sauerstoff in den Entladungen. Dabei zeigt sich die Unterdrückung von Verunreinigungen besonders stark bei Entladungen in einem frisch karbonisierten oder borierten Tokamak. Mit einer zunehmenden Anzahl von Entladungen erhöht sich jedoch die Menge der Verunreinigungen wieder, so daß nach einer gewissen Zeit eine erneute Karbonisierung oder Borierung erforderlich wird.

Ein Nachteil dieser Konditionierungsverfahren ist, daß sie nur zwischen den Tokamakentladungen durchgeführt werden können. Immer länger werdende Entladungen ($ITER > 1000s$) und permanent anstehende Magnetfelder auch zwischen den Entladungen, erzeugt durch supraleitende Spulen, erfordern neue Konditionierungsmethoden, die nach Möglichkeit während der Tokamakentladungen anwendbar sind. Aus diesem Grund wurde an TEXTOR die Möglichkeit untersucht, Plasmen akzeptabler Reinheit ausschließlich aus reaktiven Gasen aufzubauen und aufrechtzuerhalten [53][54]. Basierend auf den guten Erfahrungen, die bei Borierungen mit deuteriertem Bortrimethyl ($B(CD_3)_3$) gemacht wurden [55], wurde dieses Gas auch für die ersten Experimente herangezogen.

Es zeigt sich, daß sich Entladungen in Bortrimethyl ($B(CD_3)_3$) in gleicher Weise aufbauen und aufrechterhalten lassen wie Entladungen in reinem Deuterium (D_2) [54]. Die Elektronendichte im Plasmazentrum wird in beiden Fällen über die Gaseinlaßraten geregelt (feedback System). Aus den auf Moleküle bezogenen Einlaßraten beider Gase, lassen sich die Einlaßmengen der einzelnen Atomsorten errechnen und vergleichen (2 Deuteriumatome im Falle von D_2 , 9 Deuteriumatome, 3 Kohlenstoffatome und 1 Boratom im Falle von $B(CD_3)_3$). Zum Erreichen der selben Elektronendichte ist in beiden Fällen eine identische Anzahl an Deuteriumatomen in der Entladung notwendig. Die im Falle einer Entladung in Bortrimethyl mit in die Entladung eingebrachten B und C Atome zeigen dabei nahezu keinen Einfluß auf die Elektronendichte im Plasmazentrum. Wäre dies doch der Fall, so müßte sich im Falle der Entladung in $B(CD_3)_3$ die Elektronendichte mehr als verdoppeln, falls die B und C Atome vollständig ionisiert das Plasmazentrum erreichen würden. Auch die effektive Kernladungszahl Z_{eff} im Plasmazentrum wird nur unwesentlich durch die Verwendung von Bortrimethyl beeinflusst (D_2 -Plasma: 1.4-1.9, $B(CD_3)_3$ -Plasma: 1.6-2.2, dichteabhängig). Für ein auch im Plasmazentrum vorliegendes Mischungsverhältnis 9:3:1 von D:C:B ergäbe sich ein $Z_{eff}=4.5$ [53].

6.1 Bestimmung der Depositionsraten bei ohmschen Entladungen in Bortrimethyl ($B(CD_3)_3$)

Während folgender experimenteller Situation wurde die Sonde in der Randschicht von TEXTOR exponiert:

$$Z_{eff} = \sum n_i Z_i^2 / n_e$$

n_i = Teilchendichte der Atome mit Kernladungszahl Z_i , n_e = Elektronendichte.

Alle Entladungen waren ohmsche Entladungen. Als Prozeßgas wurde jedoch nicht wie üblich Deuterium (D_2) verwendet, sondern ein Gemisch bestehend aus 66% deuteriertem Bortrimethyl $B(CD_3)_3$ und 34% Deuterium. Sowohl für die Gasfüllung des Tokamaks vor Beginn der Entladungen, als auch für das Nachfüllen von Gas während der Entladung wurde ausschließlich diese Gasmischung verwendet.

Die während aller Entladungen unveränderten Parameter werden im folgenden tabellarisch zusammengefaßt:

Toroidales Magnetfeld	: 2.3 Tesla
mittlerer Plasmastrom	: 357 Kiloampere
mittlere Umfangsspannung	: 1 Volt

Stellung der Limiter:

ALT-II Limiter	: 46cm
Oberer Hauptlimiter	: 46cm
Mittlerer Hauptlimiter	: 50cm
Unterer Hauptlimiter	: 50cm

Temperatur des Vakuumgefäßes	: 198°C
Temperatur des Liners	: 166°C
Temperatur des ALT-II Limiters	: 150°C

Während aller Expositionen befand sich die Frontseite des Sondenkopfes auf einem Plasmaradius von 47cm und damit der beobachtete Teil (Mitte) der Quarzprobe im Sondenkopf auf einem Radius von 48.5cm auf der Elektronendriftseite und von 49.9cm auf der Ionendriftseite. Bei Unterbrechungen befand sich der gesamte Sondenkopf außerhalb des TEXTOR-Gefäßes im Vakuum des SONDENSsystems. Das Ventil zwischen TEXTOR und dem SONDENSsystem war geschlossen.

Als einziger Parameter wurde während der Exposition der Proben die zentrale Plasmadichte in drei Phasen verändert. Als Maß für die Dichte wurde dabei die mittlere Elektronendichte $n_e(0)$ im Plasma genommen (# = Entladungsnummer):

1.Phase: #51568-#51582 : $n_e(0) = 3.2 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$
-Probe bei 12 Entladungen exponiert
-keine Disruption während der Probenexposition
-mittlere Entladungslänge: 3.5 Sekunden

2.Phase: #51583-#51593 : $n_e(0) = 2.4 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$
-Probe bei 11 Entladungen exponiert
-1 Disruption während der Probenexposition
-mittlere Entladungslänge: 3.8 Sekunden

3.Phase: #51594-#51603 : $n_e(0) = 1.2 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$
-Probe bei 10 Entladungen exponiert
-keine Disruption während der Probenexposition
-mittlere Entladungslänge: 3.8 Sekunden

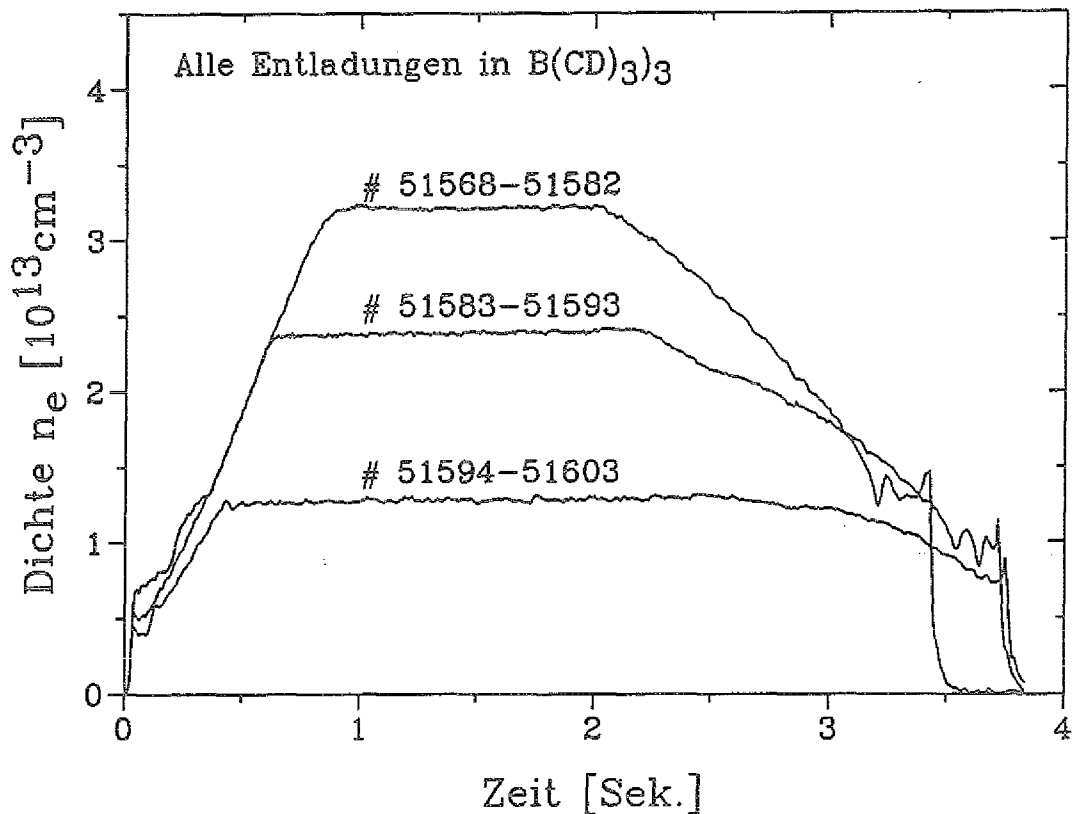


Abb. 49 Verlauf der zentralen Plasmadichte $n_e(0)$ als Funktion der Zeit bei den Entladungen in $B(CD_3)_3$.

In Abb.49 ist der Dichteverlauf als Funktion der Entladungszeit für jede der drei Phasen dargestellt. Nach einer Anstiegsphase von 500ms bis 800ms wird eine Plateau mit konstanter Dichte erreicht (flat-top Phase). Mit zunehmender Dichte verkürzt sich diese Phase von 2.5s auf 1.3s. Danach nimmt die Dichte ab, bis die Entladung abbricht.

Im folgenden werden die Ergebnisse der Messungen auf der Elektronendriftseite beschrieben, die Ergebnisse der Ionendriftseite werden separat in Abschnitt 6.3 dargestellt und diskutiert.

Die reflektierte Intensität sowie die Sondentemperatur wurden während des gesamten Versuchstages mitgeschrieben. Die reflektierte Intensität wurde dabei wie bereits in Kapitel 5 beschrieben jeweils vor und nach jeder Entladung bestimmt. Abb.50 zeigt den Verlauf der reflektierten Intensität als Funktion der Entladungsnummer. Die einzelnen Meßpunkte wurden in ihrer zeitlichen Reihenfolge miteinander verbunden. Die Messungen vor jeder Entladung wurden als Kreise gezeichnet, die Messungen nach den Entladungen als Quadrate.

Die vor der ersten Exposition aufgenommenen Meßpunkte zeigen die statistischen Langzeitschwankungen der reflektierten Intensität. Drei Messungen liegen dabei außerhalb des Fehlerbereichs. Sie wurden nach Entladungen aufgenommen, die disruptiv endeten, wodurch Störungen in der Datenerfassung hervorgerufen wurden. Ab der ersten Exposition (#51568) ändert sich die reflektierte Intensität M in erwarteter Weise. Das Signal erhöht sich während der ersten Entladung (senkrechte Linie zwischen Kreis und Quadrat) und bleibt dann bis zur nächsten

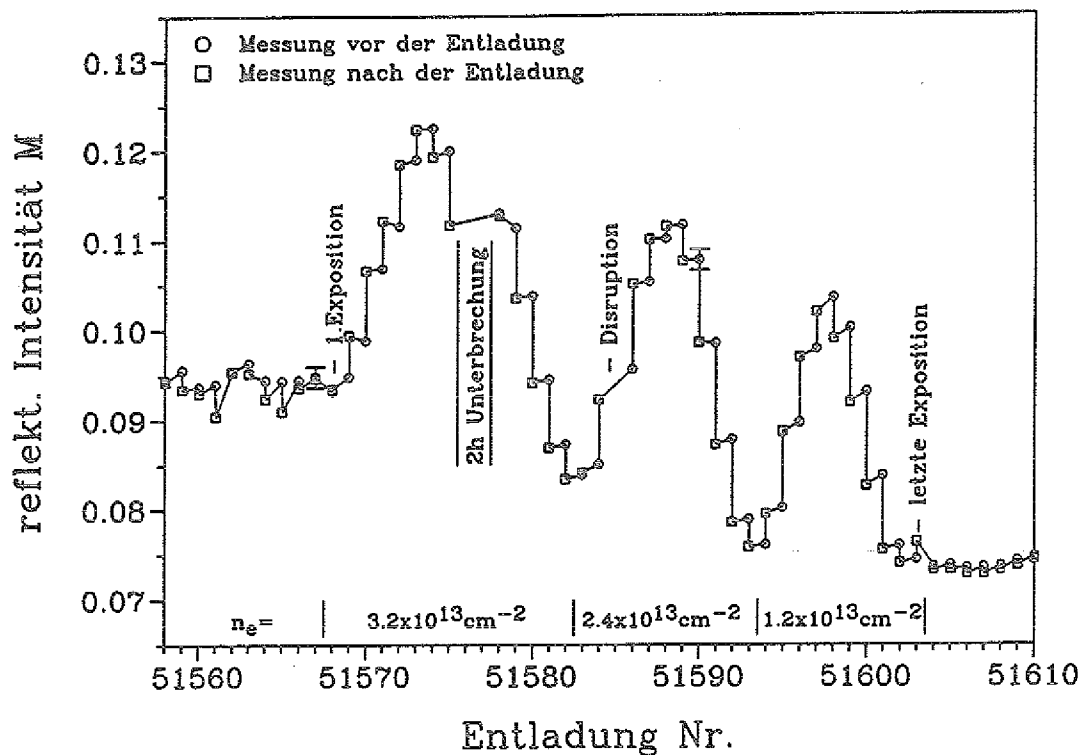


Abb. 50 Verlauf der reflektierten Intensität M als Funktion der Entladungsnummer

Entladung stabil, abgesehen von statistischen Schwankungen. Dies wiederholt sich bei den nächsten Entladungen. Nach dem Erreichen eines Maximums erniedrigt sich das Signal während der Entladungen. Dies entspricht dem erwarteten Verhalten bei schrittweisem Schichtwachstum auf der Quarzprobe. Die Reflektivität des Systems Quarzprobe/Schicht variiert mit zunehmender Schichtdicke.

Der zeitliche Abstand zwischen zwei Entladungen betrug im Normalfall etwa 5 Minuten. Während der Entladungen 51576 bis 51578 war die Sonde zurückgezogen, und bei den ersten beiden dieser drei Entladungen (#51576, #51577) war die Datenerfassung ausgefallen. Obwohl zwischen #51575 und #51578 eine Zeitspanne von 2 Stunden lag, veränderte sich das Signal nur wenig. Die Entladung #51585 endete nach 750 ms disruptiv, und eine Datenerfassung während dieser Entladung war nicht möglich. Nach der letzten Exposition wurde der Sondenkopf zurückgezogen, die reflektierte Intensität aber noch über den Zeitraum mehrerer nachfolgender Entladungen gemessen. Während dieser Zeit kühlte der Sondenkopf ab, die reflektierte Intensität blieb jedoch annähernd konstant.

Abb.51 zeigt den Temperaturverlauf im Sondenkopf als Funktion der Entladungsnummer. Die Temperaturerhöhung ergibt sich zum einen durch die Einwirkung des Plasmas während der Entladungen, zum anderen durch die hohe Umgebungstemperatur (Liner und TEXTOR-Vakuumgefäß). Trotz der starken Abkühlung während der zweistündigen Unterbrechung und nach der letzten Exposition blieb die reflektierte Intensität unverändert. Ein Einfluß des Temperaturverlaufes auf das Meßsignal ist somit bei dieser Messung auszuschließen.

Da man davon ausgehen kann, daß der Kohlenstofffluß und damit auch die Depositionsrate

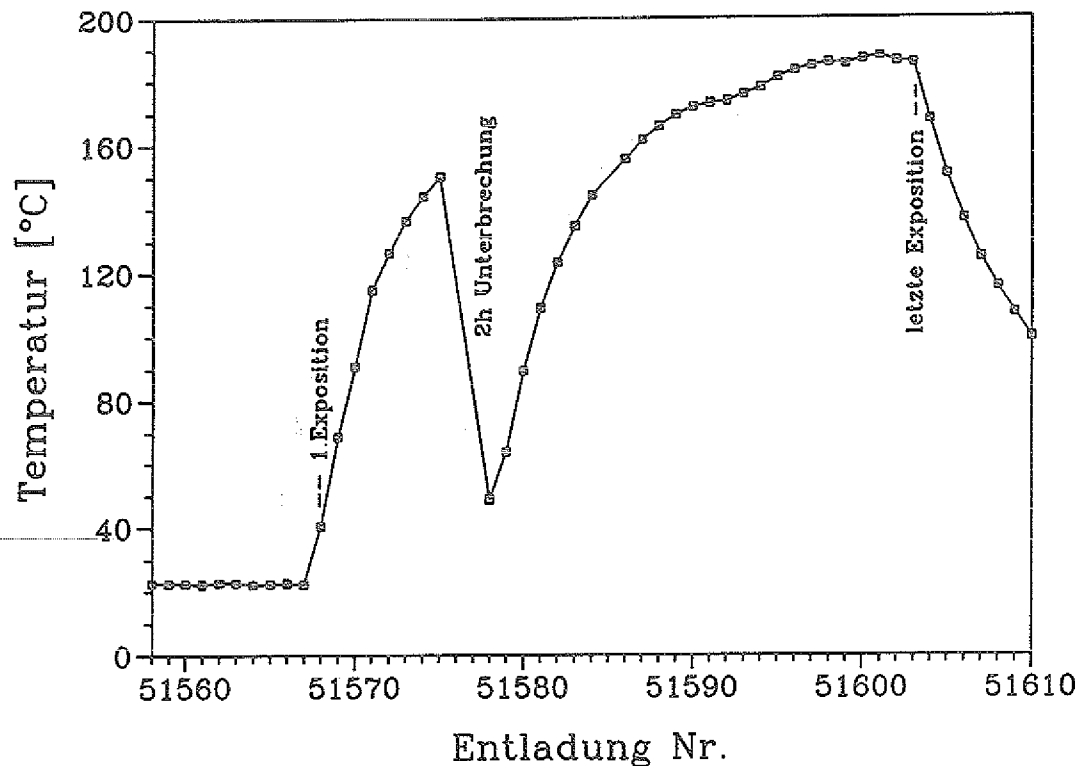


Abb. 51 Temperaturverlauf im Sondenkopf als Funktion der Entladungsnummer.

während der gesamten Entladungsdauer näherungsweise konstant sind (siehe Abb.9), kann man die reflektierte Intensität M als Funktion der Expositionszeit darstellen. Hierzu wurden die zeitlichen Längen der Entladungen aufaddiert, während derer die Sonde in der Plasmarandschicht exponiert war und die reflektierte Intensität M entsprechend zugeordnet. Somit fallen die Messungen nach einer Entladung, zeitlich mit den Messungen vor der nächsten Entladung zusammen. Es ergibt sich das in Abb.52 dargestellte Bild. Die Intensitäten, die jeweils nach einer Entladung gemessen wurden, sind miteinander verbunden. Es zeigt sich nun viel deutlicher der periodische Verlauf der Intensität M , der für kontinuierliches Schichtwachstum erwartet wird.

Geht man im einfachsten Falle davon aus, daß sich die Schicht homogen abscheidet, das heißt, daß sich die optischen Konstanten während der Beschichtung nicht verändern, so muß sich eine theoretische Kurve mit festem Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient k bestimmt lassen, die den Verlauf der Meßpunkte beschreibt. Für verschiedene n und k wurde die Reflektivität R als Funktion der Schichtdicke d berechnet, woraus sich über die Kalibrierung $M=0.46R+0.075$ eine theoretische Intensität M als Funktion von d ergibt. Über die Variation von n und k , läßt sich diejenige Kurve finden, für die die Höhen der Maxima und Minima im Mittel am besten mit den gemessenen Maxima und Minima übereinstimmen. Der beste Angleich an die Meßwerte ergab sich für einen Brechungsindex $n=1.77$ und einen Extinktionskoeffizienten $k=0.08$.

Zum vollständigen Angleich der theoretischen Kurve an die Meßpunkte wurde in einem zweiten Schritt der Zusammenhang zwischen der Zeit t und der Schichtdicke d bestimmt. Da sich für jede der drei Phasen ein unterschiedlicher zeitlicher Abstand zwischen den Minima der

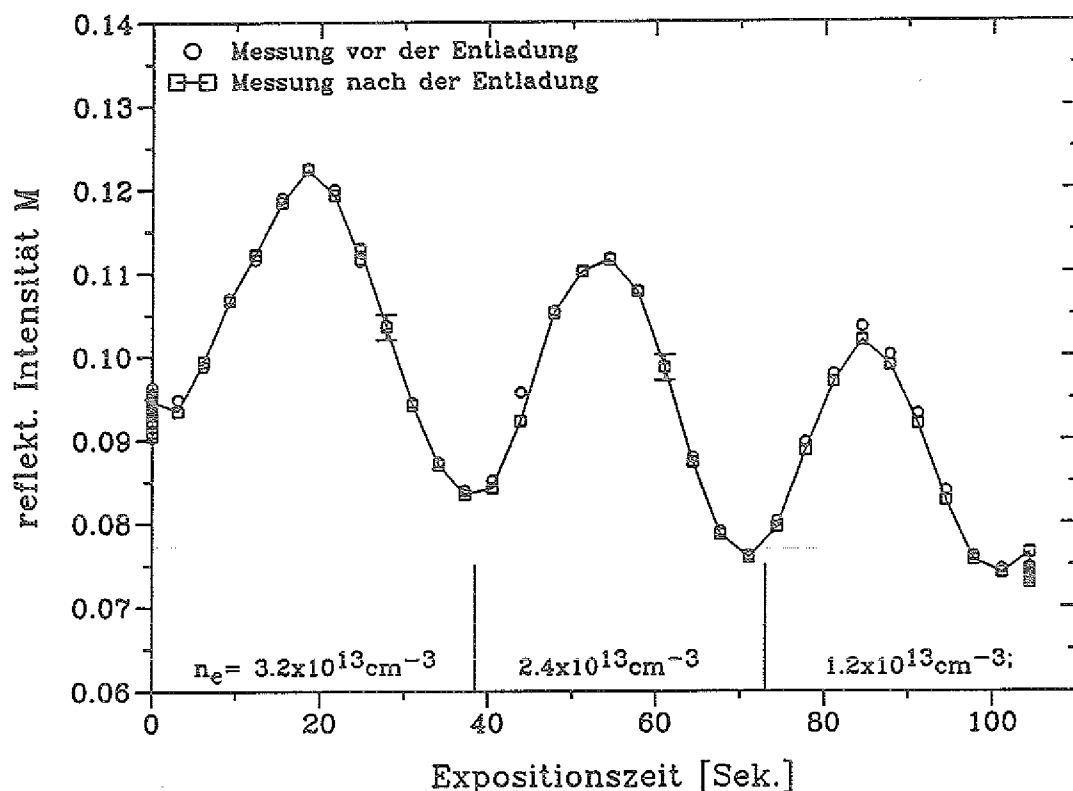


Abb. 52 Reflektierte Intensität als Funktion der Expositionszeit.

Meßkurve ergibt, muß man eine sich mit den Entladungsbedingungen verändernde Depositionsrates annehmen. Das heißt, für jede der drei Entladungsphasen muß ein unabhängiger Zeit-Schichtdicken Zusammenhang durch den Kurvenangleich bestimmt werden. Es ergeben sich folgende Zusammenhänge:

Annahme einer homogenen Schicht mit $n=1.77$, $k=0.08$:

$n_e = 3.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$:	$t = 0.203 d$	$d = 0 - 185 \text{ nm}$
Depositionsrates:	4.93 nm/s	
$n_e = 2.4 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$:	$t = 0.183 d + 37.56$	$d = 0 - 180 \text{ nm}$
Depositionsrates:	5.46 nm/s	
$n_e = 1.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$:	$t = 0.176 d + 70.50$	$d = 0 - 185 \text{ nm}$
Depositionsrates:	5.68 nm/s	

Dicke der gesamten Schicht: 550nm

(Einheit der Schichtdicke d in Nanometer, Einheit der Zeit t in Sekunden)

Abb.53 zeigt den Angleich der theoretischen Kurven an die Meßwerte.

Die hierbei auftretenden additiven Konstanten in der Beziehung zwischen der Zeit t und der Schichtdicke d erklären sich aus der Vorgehensweise beim Kurvenangleich. Ausgehend von einem blanken Substrat wird ein Kurvenzug (M als Funktion von d) für eine Schichtdicke d von 0 bis 185nm berechnet. Dieser läßt sich am besten mit der Beziehung $t=0.203d$ an die

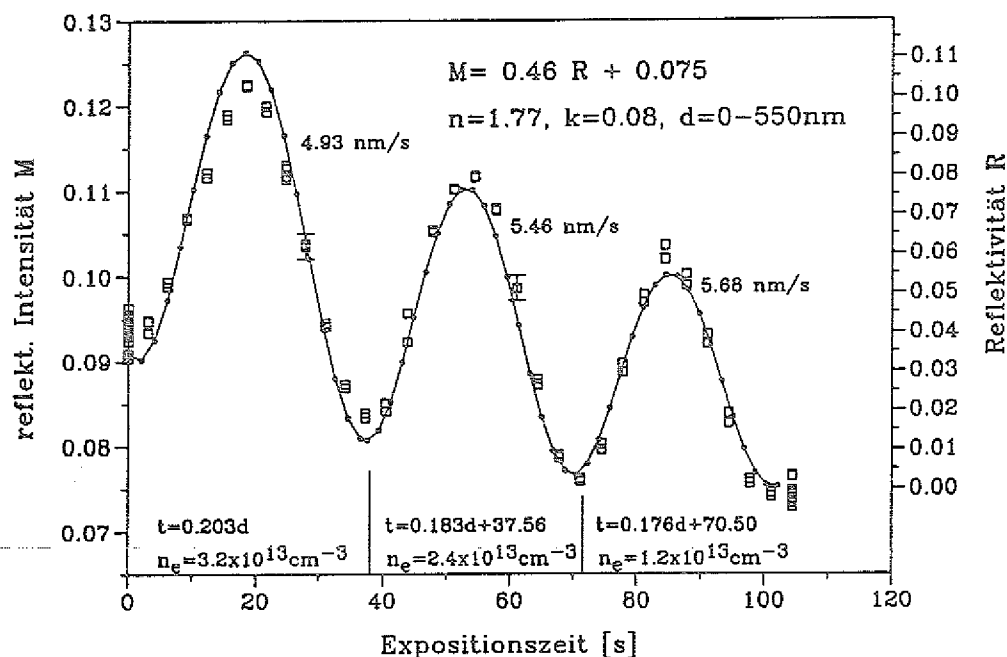


Abb. 53 Angleich einer theoretischen Kurve an die Meßwerte bei Annahme einheitlicher optischer Konstanten n , k . Die rechte Skala zeigt die zugehörige, sich aus der Kalibrierung ergebende Reflektivität.

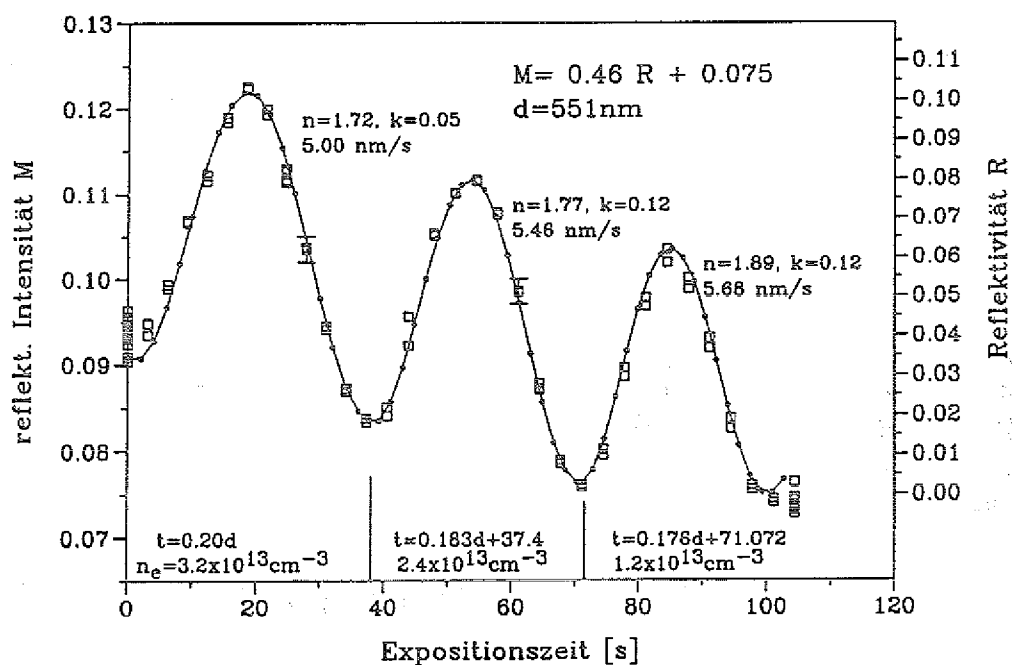


Abb. 54 Kurvenangleich unter Annahme eines 3-Schicht-Systems. Die Gesamtschichtdicke beträgt 551 nm .

Meßwerte angleichen. Die maximale Schichtdicke von 185nm ergibt sich aus dem letzten Meßpunkt der ersten experimentellen Phase, an dem die Kurve endet. Ausgehend von dieser Situation, einer Schicht der Dicke 185nm auf einem Quarzglas-Substrat, wird dann ein zweiter Kurvenzug berechnet, wiederum beginnend mit einer Schichtdicke von 0nm. Diese zweite Kurve wird dann in entsprechender Weise an die Meßpunkte der zweiten Phase angeglichen, wobei sich jetzt bedingt durch die Dicke der ersten Schicht eine zeitliche Konstante ($185\text{nm} \times 0.203\text{s/nm}$) ergibt, die im Zusammenhang zwischen t und d aufaddiert werden muß. Sie entspricht der bereits vorhandenen Schichtdicke. Entsprechend wird der dritte Kurvenzug berechnet und angeglichen. Aus dem Kehrwert der Steigung in der linearen Beziehung zwischen t und d ergibt sich direkt die mittlere Depositionsrate.

Wie Abb.53 zeigt, beschreibt der Verlauf der theoretischen Kurve den Verlauf der Meßpunkte bereits sehr zufriedenstellend, jedoch ergibt sich in den Maxima und Minima noch eine Differenz zwischen der Messung und dem einfachen Angleich. Da es nicht auszuschließen ist, daß sich die optischen Konstanten der Schichten, die in den drei Dichtephase aufwachsen, unterscheiden, wurde für einen zweiten Angleich eine 3-lagige Schicht angenommen.

Durch Variation der Konstanten n und k sowie des Zeit-Schichtdicken Zusammenhangs wurde zuerst nur an die Meßpunkte, die während der ersten Plasmadichte ($n_e = 3.2 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$) aufgenommen wurden, eine theoretische Kurve angeglichen. Aufbauend auf den Werten der ersten Schicht, erfolgte dann, wiederum durch Variation von n , k und dem $t(d)$ -Zusammenhang, der Angleich an die Meßpunkte der zweiten Plasmadichte ($n_e = 2.4 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$). In entsprechender Weise erfolgte der Angleich des dritten Abschnitts. Das Ergebnis des vollständigen Kurvenangleichs ist in Abb.54 dargestellt und wird im folgenden zusammengefaßt (Einheit der Schichtdicke d in Nanometer, Einheit der Zeit t in Sekunden):

$n_e = 3.2 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$:	$n = 1.72 \pm 0.01, k = 0.05 \pm 0.005$	
	$t = 0.20 d$	$d = 0 - 187\text{nm}$
	Depositionsrate:	$5.00 \pm 0.05\text{nm/s}$
$n_e = 2.4 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$:	$n = 1.77 \pm 0.01, k = 0.12 \pm 0.005$	
	$t = 0.183 d + 37.4$	$d = 0 - 184\text{nm}$
	Depositionsrate:	$5.46 \pm 0.05\text{nm/s}$
$n_e = 1.2 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$:	$n = 1.89 \pm 0.04, k = 0.12 \pm 0.06$	
	$t = 0.176 d + 71.072$	$d = 0 - 180\text{nm}$
	Depositionsrate:	$5.68 \pm 0.2\text{nm/s}$

Dicke der gesamten Schicht: 551nm

Es ergibt sich ein wesentlich besserer Angleich. Nahezu alle Meßwerte werden innerhalb der statistischen Schwankungen von der theoretischen Kurve getroffen. Trotz dieser deutlichen Verbesserung gegenüber dem ersten Angleich zeigen sich fast keine Veränderungen bei der Bestimmung der Depositionsraten. Dies zeigt, daß die Bestimmung der Raten auch unter vereinfachten Annahmen annähernd richtig ist und daß Schichtdickenänderungen von wenigen Nanometern sicher bestimmt werden können.

Etwa 24 Stunden nach der letzten Exposition wurden die Proben ausgebaut. Auch während der Belüftung der Sonde wurde die reflektierte Intensität bestimmt, wobei sich keine Veränderung

des Signals zeigte. Es kann somit davon ausgegangen werden, daß sich die optischen Konstanten der Schicht an der Luft nicht wesentlich verändert haben.

Die ausgebaute Probe wurde ellipsometrisch vermessen. Die winkelabhängigen Meßwerte Ψ und Δ sind in Abb.55 als Quadrate eingezeichnet. Berechnet man die ellipsometrischen Winkel unter Annahme der optischen Konstanten und Schichtdicken, die sich für das 3-Schichtsystem der Reflektometrie-Messung ergaben, so ergibt sich die durchgezogene Linie. Alle 10° ist ein Punkt auf der Kurve gezeichnet. Eine nahezu identische ellipsometrische Kurve ergab sich für die Werte, die unter Annahme des 1-Schichtsystems bestimmt wurden.

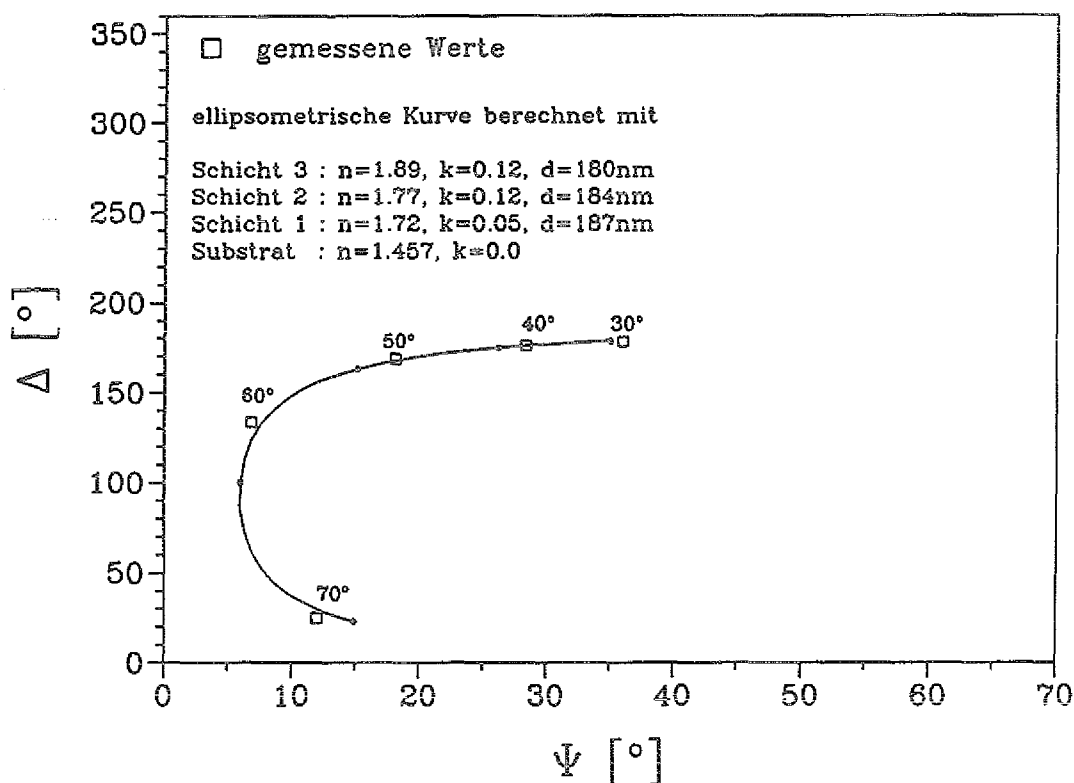


Abb. 55 Ellipsometrische Messung auf der Quarzprobe. Die zur Berechnung der theoretischen Kurve verwendeten optischen Konstanten und Schichtdicken entsprechen den Werten des Kurvenangleichs in Abb.53.

Die Meßwerte und der Verlauf der berechneten Kurve stimmen annähernd überein, wenngleich sich auch größere Abweichungen als in den Laborexperimenten ergeben. Versucht man die optischen Konstanten und die Schichtdicke alleine anhand der ellipsometrischen Messung zu bestimmen, so ist dies nur unter Annahme einer homogenen (einzelnen) Schicht möglich. Der beste ellipsometrische Angleich ergibt sich mit $n=2.05$, $k=0.17$ und einer Schichtdicke von 490nm . Die entsprechende Reflektivität R als Funktion der Schichtdicke zeigt bei diesen Werten jedoch einen wesentlich zu steilen Abfall der Maxima und eine Zunahme der Höhe der Minima, was nicht mit dem beobachteten Verlauf der reflektierten Intensität M übereinstimmt.

Die bestehende Differenz zwischen den errechneten und gemessenen ellipsometrischen Winkeln in Abb.55 läßt sich möglicherweise dadurch erklären, daß sich die optischen Konstanten der einzelnen Schichten während des Abkühlens der Probe oder während des Belüftens doch

geringfügig verändert haben. Eine kleine Veränderung, die sich nur unwesentlich in der reflektierten Intensität niederschlägt, kann bei Schichtdicken größer 500nm leicht zu Unterschieden in den Winkeln Ψ und Δ führen, wie sie hier auftreten. Somit steht die ellipsometrische Messung nicht im Widerspruch zur reflektometrischen Messung. Eine genauere Aussage über die Veränderungen in den Schichten wäre jedoch nur anhand einer ellipsometrischen in situ Messung während des Abkühlens und Belüftens möglich.

Anhand dieser Messung läßt sich eine wichtige Aussage bezüglich der Ellipsometrie als ergänzende Meßmethode treffen:

Da es äußerst schwierig oder gar unmöglich ist, mittels der Ellipsometrie die optischen Konstanten eines Mehrschichtsystems zu bestimmen, falls nicht bereits ein Großteil der optischen Konstanten und Schichtdicken vorher bekannt sind, ist eine ellipsometrische Messung alleine nicht ausreichend, um nach einer Beschichtung unter verschiedenen Plasmabedingungen Aussagen treffen zu können. Sie ist jedoch geeignet, die Ergebnisse der reflektometrischen Messung zu überprüfen und den Bereich der möglichen optischen Konstanten einzuschränken. Dies zeigt auch die folgende Messung.

6.2 Bestimmung der Depositionsraten bei ohmschen Entladungen in Deuterium (D_2)

Zur Untersuchung der Abhängigkeit der Depositionsraten und somit der Randschichtflüsse vom verwendeten Arbeitgas, wurden zwei der im letzten Abschnitt beschriebenen experimentellen Situationen wiederholt, wobei die Entladungen nicht mehr in Bortrimethyl, sondern in Deuterium durchgeführt wurden.

Die Plasma- und Maschinenparameter der Entladungen in Deuterium waren nahezu identisch zu denen in Bortrimethyl:

Toroidales Magnetfeld	: 2.3 Tesla
mittlerer Plasmastrom	: 359 Kiloampere
mittlere Umfangsspannung	: 1 Volt
Stellung der Limiter:	
ALT-II Limiter	: 46cm
Oberer Hauptlimiter	: 46cm
Mittlerer Hauptlimiter	: 50cm (bei 1.Exposition 48cm)
Unterer Hauptlimiter	: 50cm (bei 1.Exposition 48cm)
Temperatur des Vakuumgefäßes	
Temperatur des Liners	: 180-197°C
Temperatur des ALT-II Limiters	: 140-164°C
	: 150°C

Die Frontseite des Sondenkopfes befand sich während der Exposition wiederum auf einem Radius von 47cm, womit sich die Quarzprobe der Elektronendriftseite auf einem Radius von 48.5cm befand, 2.5cm im Limiterschatten.

Die Proben wurden während der folgenden Plasmadichten exponiert:

- 1.Phase: #51852-#51864 : $n_e(0) = 1.5 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$
 - Probe bei 11 Entladungen exponiert
 - 1 Disruption (#51853) während der Probenexposition
 - mittlere Entladungslänge: 3.8 Sekunden
- 2.Phase: #51866-#51877 : $n_e(0) = 3.2 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$
 - Probe bei 12 Entladungen exponiert
 - 1 Disruption während der Probenexposition
 - mittlere Entladungslänge: 3.8 Sekunden

Während der 2.Phase fiel die Datenerfassung während mehrerer Entladungen aus, so daß die reflektierte Intensität nicht direkt vor und nach einer Entladung bestimmt werden konnte. Die Datenerfassung mußte soweit umgestellt werden, daß eine Messung in den 5 Minuten zwischen den Entladungen vorgenommen werden konnte. Trotzdem war eine fast durchgehende Erfassung der Daten möglich.

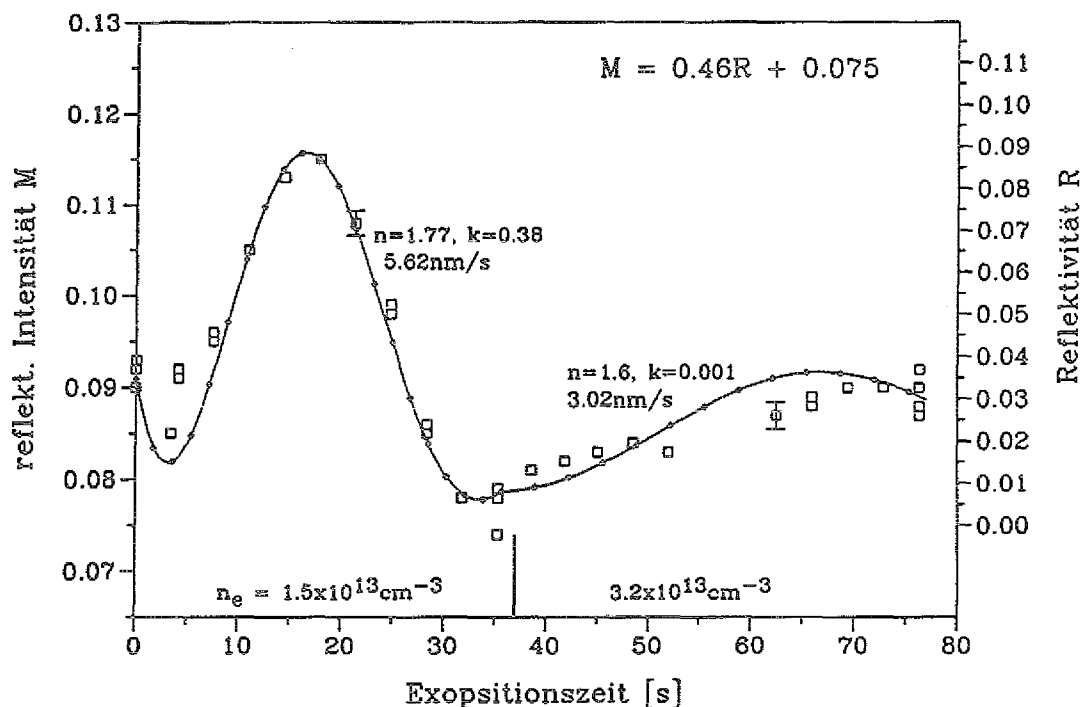


Abb. 56 Kurvenangleich unter Annahme eines 2-Schicht-Systems. Die Gesamtschichtdicke beträgt 325nm.

Abb.56 zeigt die gemessene Intensität M als Funktion der Expositionszeit (Quadrate). Ausgehend von der Kalibrierung des Systems $M=0.46R+0.075$ wurde eine theoretische Kurve an die Meßwerte angeglichen, wobei von Anfang an ein 2-Schichtsystem angenommen wurde. Das Ergebnis des Angleichs wurde in Abb.56 als durchgezogene Linie eingezeichnet. Es soll nun im einzelnen diskutiert werden.

Die reflektierte Intensität M , gemessen in der ersten Phase bei einer Plasmadichte n_e von $1.5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$, durchläuft wie erwartet ein Maximum und endet in einem Minimum. Nach der Erniedrigung der Plasmadichte n_e auf $3.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ergibt sich ein viel langsamerer Anstieg der Intensität M , was bereits auf ein wesentlich langsames Schichtwachstum schließen läßt.

An die Meßwerte der ersten Phase lassen sich in diesem Falle zwei theoretische Kurven angleichen. Die optischen Konstanten und Schichtdicken der beiden Möglichkeiten sind:

$$1.) \quad n = 1.77, \quad k = 0.38, \quad d = 0-200 \text{ nm}$$

$$2.) \quad n = 1.72, \quad k = 0.13, \quad d = 0-200 \text{ nm}$$

Die beiden Brechungsindizes unterscheiden sich dabei nur geringfügig, wohingegen sich ein großer Unterschied der Extinktionskoeffizienten ergibt. Insbesondere der Extinktionskoeffizient des ersten Falls ist sehr hoch, erscheint jedoch, da sich die Färbung der Schicht nach dem Ausbau der Probe als sehr dunkel erweist, plausibel.

Ausgehend von den optischen Konstanten und den Schichtdicken der ersten Schicht ergeben sich auch unterschiedliche optische Konstanten und Schichtdicken für die zweite Schicht:

$$1.) \quad n = 1.60, \quad k = 0.0, \quad d = 0-125 \text{ nm}$$

$$2.) \quad n = 1.56, \quad k = 0.08, \quad d = 0-104 \text{ nm}$$

Bei den hier angegebenen Schichtdicken handelt es sich um Obergrenzen, da nicht entschieden werden kann, ob die reflektierte Intensität M ein zweites Maximum erreicht hat. Es ergibt sich somit einen Fehler von 20-30 nm um den die Schichtdicke kleiner sein könnte. Somit sind die im folgenden angegebenen Depositionsraten der zweiten Phase Obergrenzen.

Wiederum lassen sich aus den Zeit-Schichtdicken-Zusammenhängen die Depositionsraten der beiden Phasen bestimmen. Es ergibt sich für die beiden Fälle das folgende Ergebnis:

1. Fall:

$$\begin{aligned} n_e = 1.5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}: \quad & n = 1.77 \pm 0.01, \quad k = 0.38 \pm 0.005 \\ & t = 0.178 \text{ d} \quad d = 0 - 200 \text{ nm} \\ & \text{Depositionsrate:} \quad 5.62 \pm 0.05 \text{ nm/s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} n_e = 3.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}: \quad & n = 1.60 \pm 0.01, \quad k = 0.001 \pm 0.001 \\ & t = 0.331 \text{ d} + 35.6 \quad d = 0 - 125 \text{ nm} \\ & \text{Depositionsrate:} \quad 3.02 \pm 0.3 \text{ nm/s} \end{aligned}$$

2. Fall:

$$\begin{aligned} n_e = 1.5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}: \quad & n = 1.72 \pm 0.01, \quad k = 0.13 \pm 0.005 \\ & t = 0.178 \text{ d} \quad d = 0 - 200 \text{ nm} \\ & \text{Depositionsrate:} \quad 5.62 \pm 0.05 \text{ nm/s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} n_e = 3.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}: \quad & n = 1.56 \pm 0.05, \quad k = 0.08 \pm 0.05 \\ & t = 0.40 \text{ d} + 35.6 \quad d = 0 - 104 \text{ nm} \\ & \text{Depositionsrate:} \quad 2.5 \pm 0.2 \text{ nm/s} \end{aligned}$$

Es zeigt sich, daß sich die Depositionsraten bei niedriger Plasmadichte in den beiden Fällen nicht unterscheiden. Im Falle der hohen Plasmadichte unterscheiden sie sich um etwa 20%.

Da der Fehler bei der Bestimmung der Depositionsraten nur gering ist, wäre eine ellipsometrische Messung nicht unbedingt erforderlich. Dennoch läßt sich, wie im folgenden

dargestellt, durch diese Messung einer der Fälle ausschließen.

Während der Belüftung der Proben zeigte sich wiederum nur eine Veränderung der reflektierten Intensität M innerhalb des statistischen Fehlers. Nach dem Ausbau wurde die Schicht ellipsometrisch vermessen. Es wurden die Winkel Ψ und Δ als Funktion des Einfallswinkels bestimmt, wobei zwischen 30° und 70° alle 10° eine Messung durchgeführt wurde. Für beide 2-Schicht Systeme wurden dann die ellipsometrischen Kurven berechnet, und mit den Meßwerten verglichen. Es ergab sich das in Abb.57 dargestellte Bild.

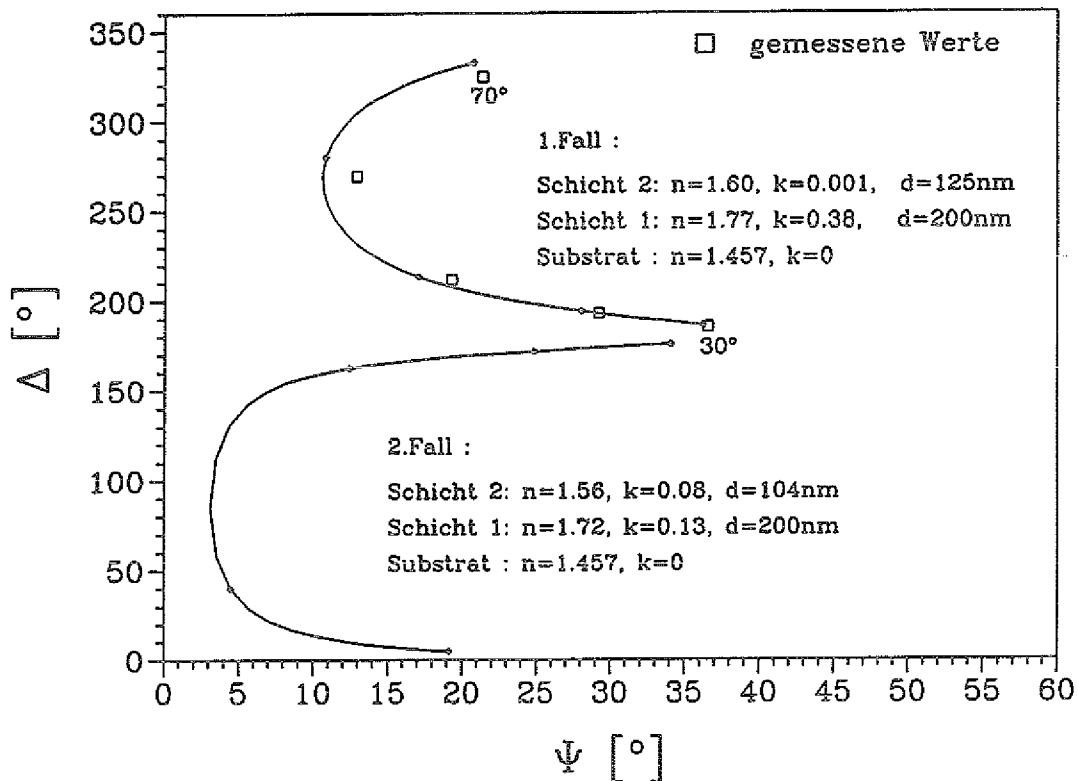


Abb. 57 Vergleich zweier theoretischer Kurven, die sich aus den Reflektometrie-Messungen ergeben mit den ellipsometrischen Meßwerten der Quarzprobe.

Es ist klar zu erkennen, daß lediglich der Verlauf der Kurve des 1.Falls dem Verlauf der Meßpunkte entspricht, der 2.Fall ist auszuschließen. Aus diesem Grund wurde in Abb.56 lediglich der Angleich der Kurven des ersten Falls dargestellt. Es zeigt sich ein guter Angleich der theoretischen Kurve an die Meßpunkte der ersten Phase ($n_e = 1.5 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$). In der zweiten Phase ergeben sich Abweichungen, die sich jedoch auch bei einer Variation der Parameter nicht verkleinern lassen. Inwieweit diese Abweichungen durch die Umstellung der Datenerfassung oder durch eine Änderung der Schicht verursacht werden, läßt sich nicht eindeutig klären. Sicher ist jedoch, daß sich die Depositionsrate in der zweiten Phase wesentlich verringert hat.

Bevor die Ergebnisse der Messungen auf der Elektronendriftseite zusammengefaßt und diskutiert werden, sollen zuerst die Ergebnisse der Ionendriftseite dargestellt werden.

6.3 Beobachtungen auf der Ionendriftseite

Die während der Entladungen in Bortrimethyl auf der Ionendriftseite gemessene reflektierte Intensität M ist in Abb.58 als Funktion der Entladungsnummer dargestellt. Der vollständige Ablauf der Messung wurde bereits weiter oben beschrieben. Entgegen der Erwartung zeigten sich große Veränderungen in der reflektierten Intensität nicht nach einer Entladung, sondern nach den Pausen zwischen den Entladungen. Diese Änderungen sind stark mit der Temperatur korreliert, wie der in Abb.58 mit eingezeichnete Verlauf der Sondentemperatur zeigt (rechte Skala). Sehr gut ist dies zu sehen bei der zweistündigen Unterbrechung der Messung zwischen den Entladungen #51575 und #51578. Der Sondenkopf befand sich während dieser Unterbrechung außerhalb des geheizten TEXTOR Gefäßes und kühlte um etwa 100°C ab. Gleichzeitig zeigte sich im Gegensatz zu den Beobachtungen auf der Elektronendriftseite eine Abnahme in der reflektierten Intensität M um fast 20%. Auch nach der letzten Exposition der Sonde (#51603) ergibt sich eine starke Abnahme der reflektierten Intensität mit abnehmender Temperatur. Ein sehr ähnliches Verhalten ergab sich auch während der Expositionen bei den Entladungen in Deuterium. In beiden Fällen hatte sich eine Schicht auf den ausgebauten Quarzproben abgeschieden.

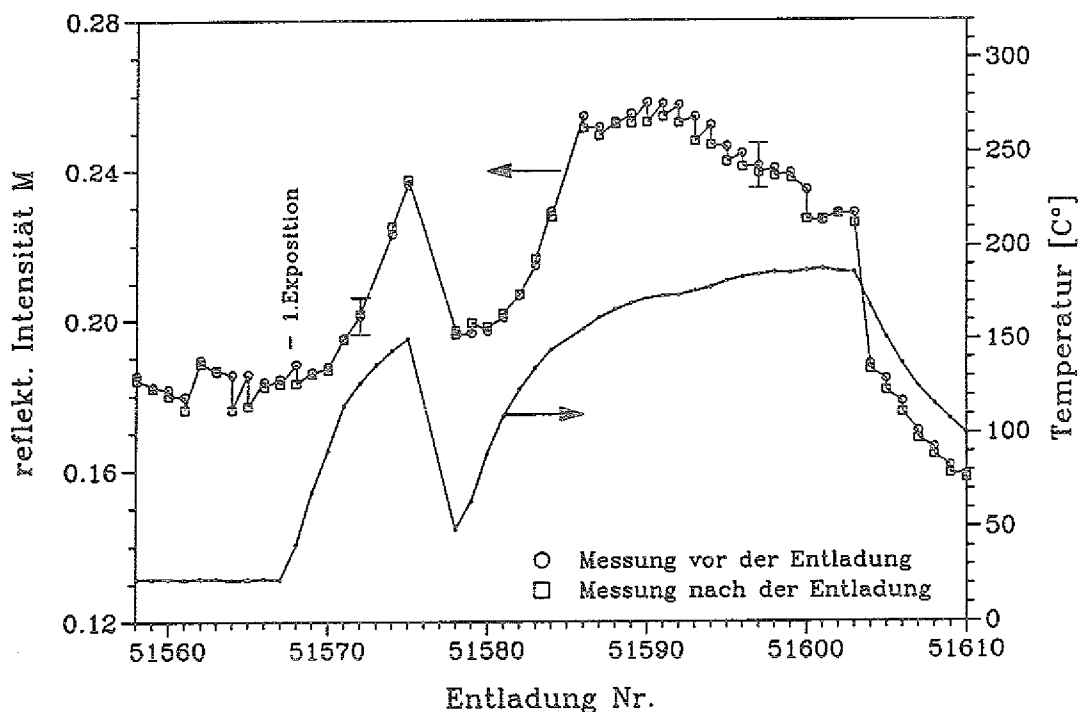


Abb. 58 Gemessene reflektierte Intensität M der Ionendriftseite (linke Skala) als Funktion der Entladungsnummer. Mit dargestellt ist der Verlauf der Temperatur im Sondenkopf (rechte Skala).

Daß die Abnahme der reflektierten Intensität während der zweistündigen Unterbrechung durch eine Veränderung in den optischen Eigenschaften der Schicht verursacht wird, kann man aus den folgenden Gründen ausschließen: Mit Hilfe der Kalibrierung der Ionenseite ($M=0.34R+0.161$) läßt sich aus der Abnahme der reflektierten Intensität von $M=0.238$ auf $M=0.197$ eine entsprechende Reflektivitätsabnahme von $R=0.227$ auf $R=0.106$ berechnen. Eine solche

Abnahme der Reflektivität ließe sich lediglich durch eine Abnahme des Brechungsindex von zwei bis drei Zehnteln oder durch eine Zunahme des Extinktionskoeffizienten der Schicht um mehr als fünf Zehntel erklären. Bei der Erwärmung der Schicht müßte sich der Brechungsindex erhöhen, um den Anstieg der Intensität M zwischen den nachfolgenden Entladungen zu erklären. Ein solches Verhalten steht in völligem Widerspruch zur Literatur [18][56] und zum Verhalten auf der Elektronendriftseite.

Es ist vielmehr wahrscheinlicher, daß eine mechanische Ursache für dieses Verhalten vorliegt. Hierfür kommt insbesondere die empfindlichste Stelle der Sonde, die Schnittstelle im Lichtleiter zwischen Sondenrohr und Sondenkopf in Betracht. Nimmt man die Differenz in der Reflektivität von etwa 22%, die sich bei der Abkühlung um 100°C ergab, und errechnet daraus eine Schwankung der Reflektivität, die sich als Ursache dafür an der Schnittstelle ergeben müßte, so erhält man einen Wert von 4.8%. Verursacht werden kann dies beispielsweise durch die Wärmeausdehnung einer Komponente, die zu einem Spalt zwischen den Lichtleiterenden von 0.1mm führt. Für eine solche Wärmeausdehnung spricht auch die Reproduzierbarkeit des Verhaltens (Erhöhung von M mit zunehmender Temperatur und umgekehrt).

Somit sind die Messungen auf der Ionendriftseite leider unbrauchbar zur Bestimmung des Teilchenflusses. Es läßt sich jedoch aus diesen Beobachtungen die wichtige Schlußfolgerung ziehen, daß Trennstellen im Lichtleiter vermieden werden sollten, es sei denn, die Schnittstelle ist keiner Temperaturschwankung ausgesetzt und sie läßt sich exakt justieren.

6.4 Diskussion der Meßergebnisse

Die reflektometrisch bestimmten Depositionsraten der Elektronendriftseite, gemessen auf einem Plasmaradius von $r=48.5\text{cm}$ (ALT-II: 46cm), sind zusammen mit früheren Meßwerten [27] in der folgenden Tabelle zusammengefaßt und in Abb.59 in Abhängigkeit von der zentralen Plasmadichte $n_e(0)$ dargestellt.

Plasmadichte $n_e(0)$ [10^{13}cm^{-3}]	frühere Meßwerte [27] D_2 [nm/s]	reflektometr. bestimmte Raten	
		D_2 [nm/s]	$B(\text{CD}_3)_3$ [nm/s]
0.6	7.2 ± 1.0		
1.2			5.7 ± 0.2
1.5		5.62 ± 0.05	
1.6	6.4 ± 0.3		
2.4			5.46 ± 0.05
2.8	3.2 ± 0.1		
3.2		3.0 ± 0.3	5.00 ± 0.05

Die früheren Meßwerte wurden mit Hilfe der AES-Tiefenprofilierung an aufgesammelten Schichten gewonnen. Bei diesen Messungen befand sich der ALT-II Limiter auf einem Plasmaradius von 44cm. Die Werte beziehen sich auf eine radiale Position 2.7cm im Schatten des Limiters, sind also mit den hier gemessenen Werten vergleichbar.

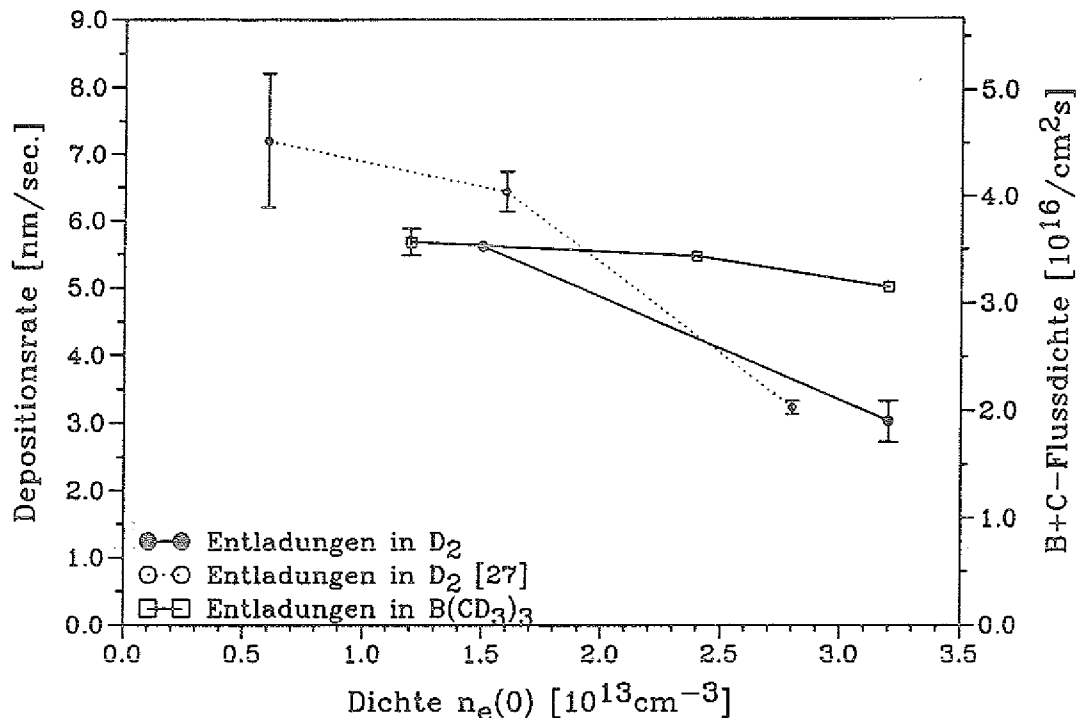


Abb. 59 Depositionsraten und Bor+Kohlenstoffflußdichten bei ohmschen Entladungen als Funktion der zentralen Plasmadichte (Durchgezogene Linie = reflektometrisch bestimmte Werte, gestrichelte Linie = Werte aus AES-Messungen).

Der Fehler der reflektometrisch bestimmten Raten ergibt sich aus der Schwankungsbreite der an die Meßwerte angepaßten theoretischen Kurven bei Variation der optischen Konstanten und der sich damit ergebenden Variation in der Schichtdicke (siehe Abb.53 und Abb.54). Der Fehler in der Ratenbestimmung mit Hilfe der AES-Tiefenprofilierung folgt aus der Unsicherheit in der Bestimmung des Übergangs Schicht/Substrat.

Mit Hilfe der in früheren Messungen ermittelten Kohlenstoffdichte in redeponierten Schichten ($6.3 \times 10^{22} \text{ Atome/cm}^3$ [27]) kann auf die Kohlenstoff+Borflußdichte berechnet werden (Abb.59 rechte Skala), sofern man eine Haftwahrscheinlichkeit von 1 voraussetzt und annimmt, daß die Dichte durch die Dotierung mit Bor nicht verändert wird. Dies ist näherungsweise gültig [27].

Man sieht, daß für die ohmschen Entladungen in Deuterium die hier bestimmten Raten, in Übereinstimmung mit den früheren Beobachtungen, mit zunehmender Schichtdicke stark zurückgehen, wohingegen sie bei den Entladungen in Bortrimethyl (66% $\text{B}(\text{CD}_3)_3$ + 34% D_2) mit der Dichte näherungsweise konstant bleiben. Dieses Ergebnis soll nun zusammen mit anderen Beobachtungen diskutiert werden, die zur gleichen Zeit an TEXTOR mit anderen Diagnostiken gemacht wurden. Diese Beobachtungen sind:

- Spektroskopische Bestimmung der CI-Linienintensität am Limiter
- Spektroskopische Bestimmung der CV-Linienintensität im Plasma
- Bestimmung der Elektronentemperatur in der Abschälschicht
- die Gaseinlaßraten
- effektive Kernladungszahl (Z_{eff}) des Plasmas

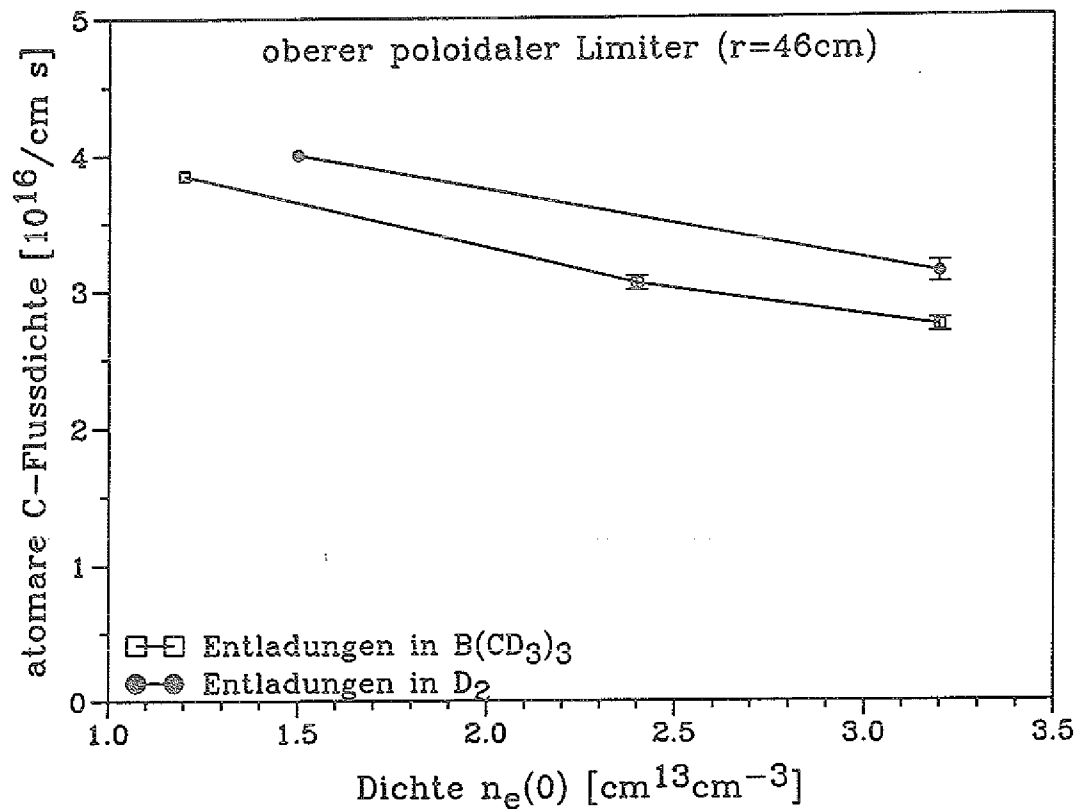


Abb. 60 Dichteabhängiger Kohlenstofffluß vom oberen poloidalen Hauptlimiter ($r=46\text{cm}$), bestimmt aus der CI-Linienintensität.

Abb.60 zeigt den aus spektroskopischen Messungen bestimmten Kohlenstofffluß vom oberen poloidalen Hauptlimiter als Funktion der Elektronendichte im Plasma. Beobachtet wird der Limiter dabei durch einen poloidal begrenzten Spalt über seine toroidale Ausdehnung (wodurch sich die Einheit $1/\text{cm}$ ergibt) [57]. Da die vom Limiter erodierten Kohlenstoffatome innerhalb weniger cm ionisiert werden, ist die charakteristische Linienstrahlung des einfach ionisierten Kohlenstoffs (CI-Linie) und der daraus bestimmte Fluß ein Maß für die Menge des am Limiter erodierten Kohlenstoffs. Kohlenstoff aus dem Plasma ist mehrfach (4- bis 5-fach) ionisiert, so daß die Messung dadurch nicht gestört wird. Wie man sieht, nimmt der atomare Kohlenstofffluß, der den Limiter verläßt, mit der Dichte $n_e(0)$ ab.

Durch eine Messung der Linienintensität des 5-fach ionisierten Kohlenstoffs (CV-Linie) kann dessen relative Konzentration im Kernplasma bestimmt werden [58]. Die Intensität wird über einen poloidalen Schnitt durch das Plasma gemessen und auf die jeweilige Dichte normiert, wodurch sich ein zur Kohlenstoffkonzentration proportionales Verhältnis ergibt (Abb.61). Im Falle der Entladungen in D_2 fällt die Konzentration mit zunehmender Dichte um etwa einen Faktor 2, wohingegen sie wieder ansteigt, wenn die Entladungen mit $\text{B}(\text{CD}_3)_3$ gespeist werden.

Die Elektronentemperatur in der Abschälschicht wurde mit Hilfe der Linienstrahlung thermischer He-Atome bestimmt, die in die Abschälschicht eingestrahlt wurden [59]. Bei Kenntnis der Ionisationsquerschnitte läßt sich anhand des radialen Intensitätsprofils ausgewählter Linien

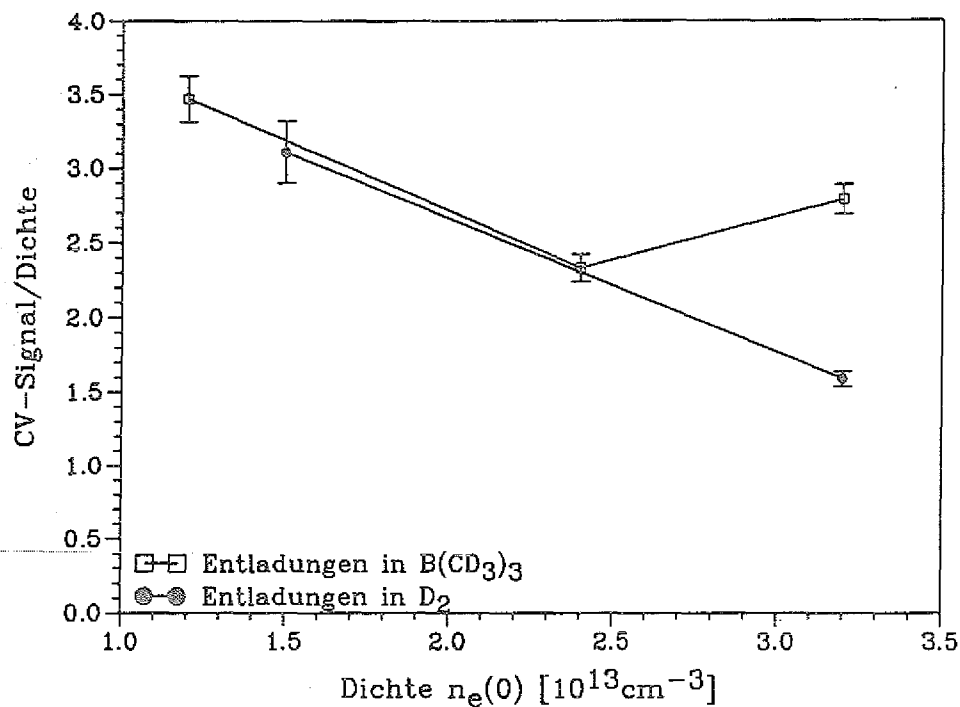


Abb. 61 CV-Linienintensität als Funktion der Dichte, normiert auf die zentrale Plasmadichte (in willkürlichen Einheiten). Stellt ein Maß für die Kohlenstoffkonzentration im Kernplasma dar.

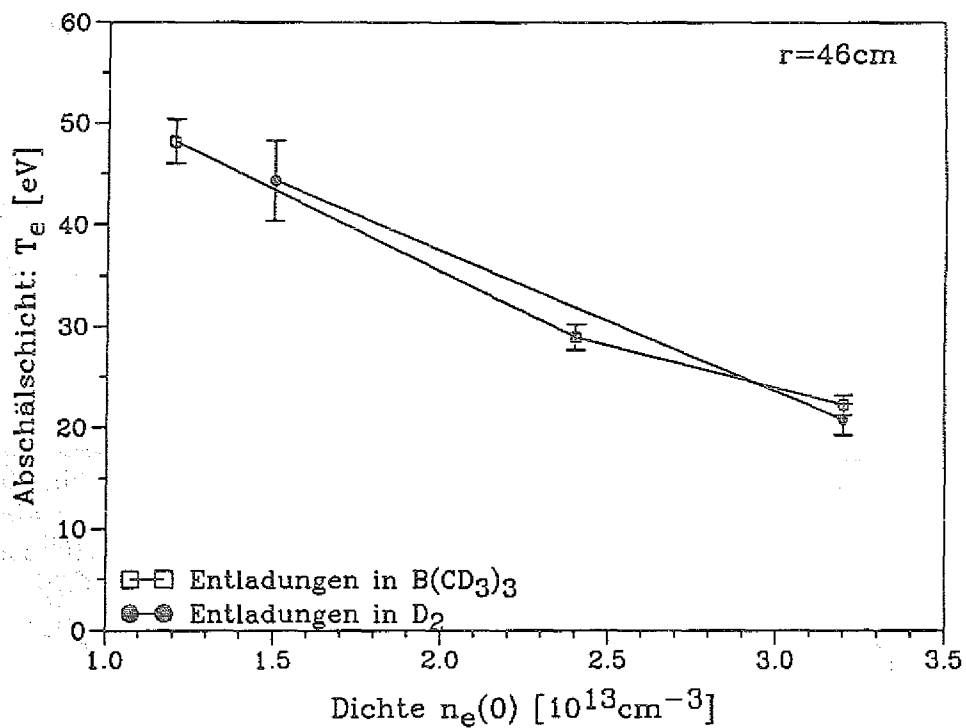


Abb. 62 Elektronentemperatur am Limiter ($r=46 \text{ cm}$) als Funktion der Dichte.

(706.92nm und 728.13nm) ein ortsabhängiger Temperaturverlauf bestimmen. Abb.62 zeigt den dichteabhängigen Elektronentemperaturverlauf am Limiter (46cm).

Die Abnahme der Depositionsrate mit zunehmender Plasmadichte $n_e(0)$ im Falle der Entladungen in Deuterium können anhand dieser Messungen verstanden werden. Wesentlich ist hierbei die Annahme, daß die Depositionsrate und damit auch der Bor+Kohlenstofffluß in der Abschälschicht durch die Erosion am Limiter bestimmt werden. Dieser stellt im Falle der Entladungen in Deuterium die Hauptquelle für Kohlenstoff (und Bor) dar. Die Zerstäubungsausbeute hängt hauptsächlich von der Energie der Wasserstoffionen ab, die auf den Limiter treffen. Der Verlauf der Ionentemperatur ist dabei annähernd gleich dem Verlauf der Elektronentemperatur am Limiter, die in Abb.62 dargestellt ist. Sie ist besonders hoch bei niedrigen Plasmadichten. Mit zunehmender Dichte verbessert sich der Plasmaeinschluß und bewirkt damit abnehmende Ionen- und Elektronentemperaturen in der Abschälschicht. Entsprechend erniedrigt sich auch die Zerstäubung und damit der Kohlenstofffluß vom oberen Hauptlimiter, der sich bei allen Entladungen auf dem selben Plasmaradius wie der ALT-II Limiter (auf 46cm) befand. Da sich der Auffänger (die Quarzprobe) weiter außerhalb in der Abschälschicht befindet (48.5cm) wird das zuvor erodierte Material dort zum Teil deponiert.

Ein ähnliches Verhalten bezüglich der Erosion am Limiter wäre nun auch für die Entladungen in Bortrimethyl zu erwarten. Wie Abb.62 zeigt, ändert sich die Elektronentemperatur bei 46cm nicht bei der Verwendung des reaktiven Gases. Auch der Kohlenstofffluß vom oberen Hauptlimiter (Abb.60) zeigt einen mit der Dichte abfallenden Verlauf, wenn auch die Menge des erodierten Kohlenstoffs im Mittel um etwa 10% geringer ist, als im Falle reiner Deuteriumentladungen. Die Ursache liegt möglicherweise in einer entsprechenden Verringerung der Ionentemperatur. Geht man in beiden Fällen (Entladung in D_2 und in $B(CD_3)_3$) von einem gleichbleibenden Transport des erodierten Kohlenstoffs aus, so ist zunächst entsprechend dem Rückgang der Erosion am Limiter auch ein Rückgang der Depositionsrate von ~10% im Falle der Entladungen in $B(CD_3)_3$ zu erwarten. Anhand der gemessenen Depositionsraten für die Entladungen in D_2 läßt sich somit die durch die Erosion am Limiter zu erwartende B+C-Flußdichte abschätzen. Die Werte sind in Tabelle 6.4 in der 2.Spalte angegeben.

Der Unterschied der abgeschätzten Werte zu den tatsächlich gemessenen Werten (3.Spalte) ist bei höheren Dichten beträchtlich. Die Differenz in der Flußdichte ist in der 4. Spalte angegeben. Sehr wahrscheinlich ist diese Differenz darauf zurückzuführen, daß bei den Entladungen in Bortrimethyl das Arbeitsgas selbst eine zusätzliche Quelle für Bor und Kohlenstoff ist. Der Einfluß dieser Quelle auf die Depositionsrate und somit auf die B+C-Flußdichte in der Abschälschicht scheint dabei stark dichteabhängig zu sein.

$n_e(0)$ [10^{13}cm^{-3}]	Erosion an den Limitern [$10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$]	reflektometr. gemessen [$10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$]	Differenz der 2. und 3. Spalte [$10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$]	abgeschätzt aus den Einlaßraten [$10^{16} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$]
1.2	3.54	3.58	0.04	3.32
2.4	2.43	3.44	1.01	4.17
3.2	1.69	3.15	1.46	4.65

Tabelle 6.4 B+C Flußdichten in der Abschälschicht auf einem Radius $r=48.5\text{cm}$.

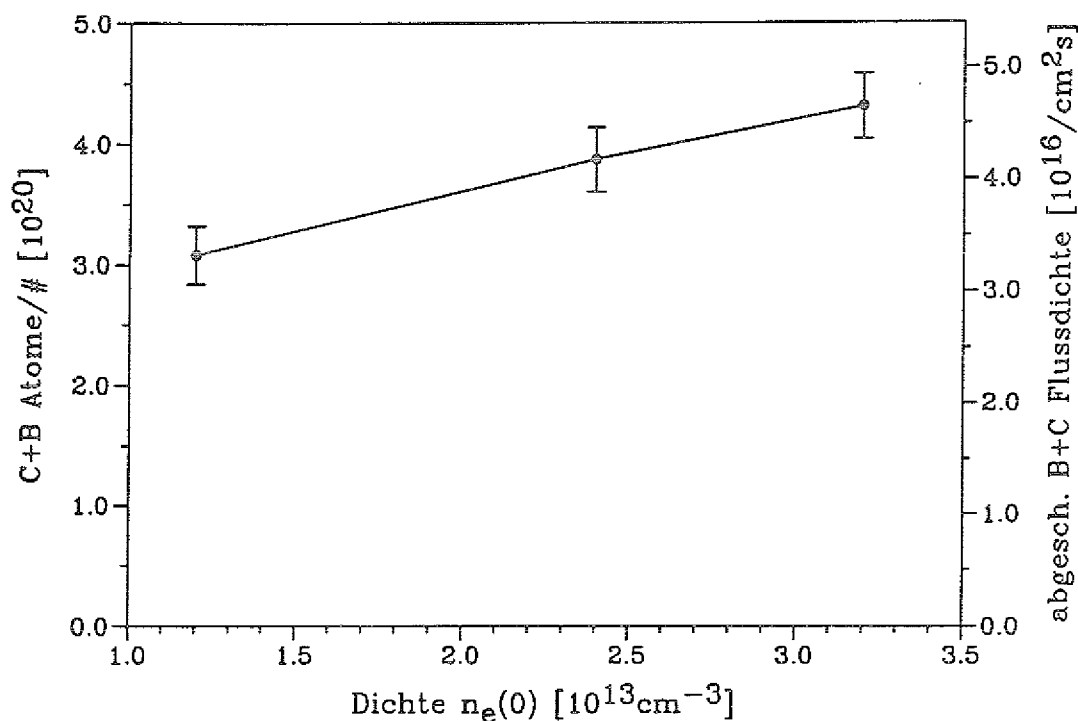


Abb. 63 Entladung in 66% $\text{B}(\text{CD}_3)_3$, 34% D_2 : Anzahl der Bor- und Kohlenstoffatome, die pro Entladung in den Tokamak eingelassen werden.

Abb.63 zeigt die dichteabhängigen Mengen an Bor- und Kohlenstoffatomen, die bei den Entladungen in Bortrimethyl (66% $\text{B}(\text{CD}_3)_3$ und 34% D_2) pro Entladung in den Tokamak eingelassen wurden. Die Mengen steigen an, da zum Erreichen der höheren Plasmadichten $n_e(0)$ eine immer größere Anzahl an Deuteriumatomen notwendig wird. Nimmt man nun stark vereinfachend an, daß sich die eingelassene Menge der Bor- und Kohlenstoffatome gleichmäßig über die gesamte Entladungszeit ($\sim 3.7\text{s}$) verteilen und den poloidalen Schnitt durch die Abschälschicht (2856cm^2) einmal durchsetzen, so läßt sich die Größenordnung der bei $r=48.5\text{cm}$ zu erwartenden Flußdichte abschätzen. Die sich ergebenden Werte sind in Abb.64 an der rechten Skala abzulesen und in Tabelle 6.4 in der 5.Spalte angegeben. Es wurde dabei eine in radialer Richtung exponentiell abfallende Flußdichte in der Abschälschicht (9cm : $r=46\text{-}55\text{cm}$) angenommen, mit einer Abfalllänge von 1.5cm . Bei den so errechneten Werten ist zu bedenken, daß bedingt durch die sehr kurzen Einschlußzeiten ($5\text{-}59\text{ms}$ [53][60]) ein im allgemeinen niedrigerer Fluß zu erwarten ist.

Ergäbe sich nun ein dichteunabhängiger Einfluß des Bortrimethyls auf die gemessene Depositionsrate, so müßte sich die Differenz (4.Spalte) zwischen erosionsbedingter und gemessener Flußdichte aus der abgeschätzten Flußdichte (5.Spalte) durch Multiplikation mit einem dichteunabhängigen Faktor ergeben. Dies ist jedoch nicht der Fall. Vielmehr macht der durch Bortrimethyl bedingte Anteil der Flußdichte (4.Spalte) bei niedrigen Dichten nur 1.2% der abgeschätzten Flußdichte (5.Spalte) aus, wohingegen er bei mittlerer Dichte 24% und bei hoher Dichte 31% ausmacht. Während also die eingelassene Gasmenge zwischen niedriger Dichte ($1.2 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$) und hoher Dichte ($3.2 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$) nur um einen Faktor 1.6 zunimmt, erhöht sich die Differenz (4.Spalte) zwischen erosionsbedingter und gemessener Flußdichte um einen Faktor 26.

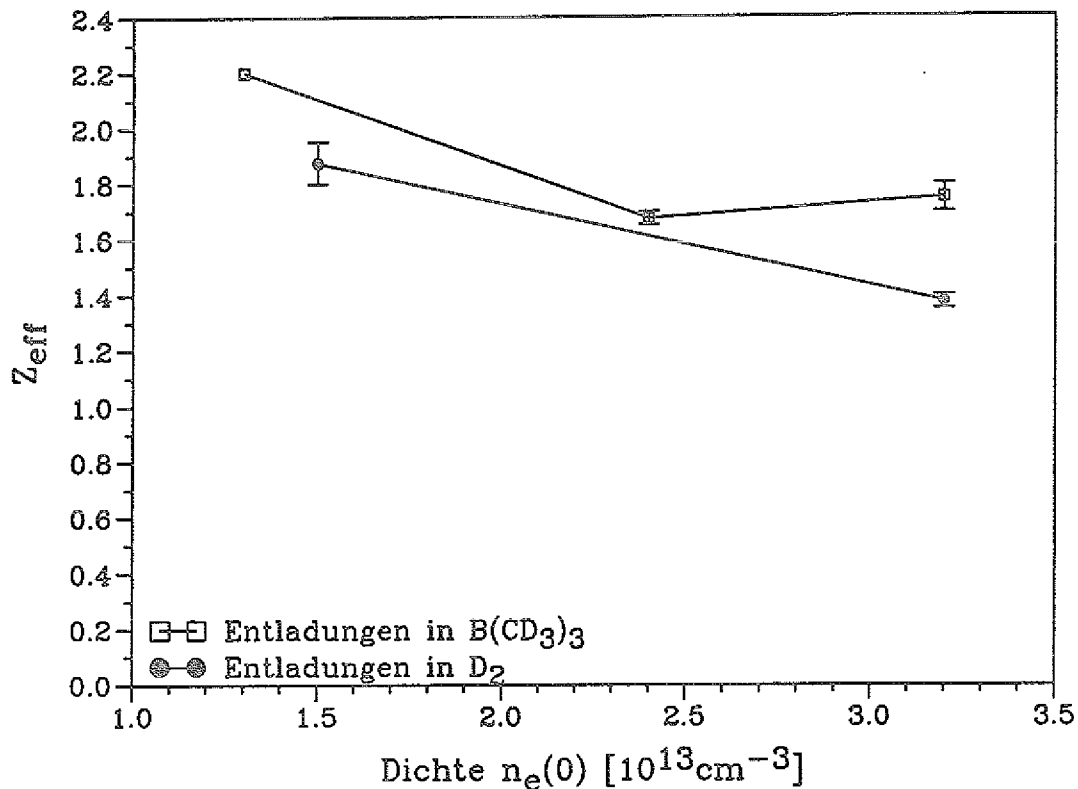


Abb. 64 Effektive Kernladungszahl Z_{eff} als Funktion der Plasmadichte.

Es ergibt sich somit ein dichteabhängiger Einfluß des reaktiven Gases $\text{B(CD}_3)_3$ auf die Depositionsraten in der Randschicht. Insbesondere bei niedrigen Dichten scheint sich ein unterschiedliches Transportverhalten bezüglich der zusätzlich in die Entladung eingebrachten Bor- und Kohlenstoffatome zu ergeben.

Auch bei der gemessenen Kohlenstoffkonzentration im Plasma (CV-Linie), dargestellt in Abb. 61, zeigt sich ein dichteabhängig unterschiedliches Verhalten zwischen den Entladungen in D_2 und in $\text{B(CD}_3)_3$. Die Abnahme der C-Konzentration mit zunehmender Dichte bei den Entladungen in D_2 wird auch hier bedingt durch die Abnahme der Erosion am Limiter. Bei niedriger und mittlerer Dichte ergeben sich die selben Werte bei den Entladungen in $\text{B(CD}_3)_3$. Bei hohen Dichten zeigt sich jedoch ein klarer Anstieg der Kohlenstoffkonzentration im Kernplasma. Mit dieser Beobachtung übereinstimmend, nimmt auch die effektive Kernladungszahl Z_{eff} bei den Entladungen in Bortrimethyl bei einer Dichte von $3.2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ wieder zu (siehe Abb. 64).

Zielsetzung der Versuche mit Bortrimethyl war, eine in situ Konditionierung des Tokamaks zu erreichen, ohne das Deuteriumplasma zu verunreinigen. Wie die Ergebnisse zeigen, sind mittlere Plasmadichten hierzu besonders geeignet. Betrachtet man die Sonde als zu konditionierendes Wanelement, so ist bei niedrigen Dichten kein Einfluß des Bortrimethyls auf die Depositionsraten zu beobachten, eine Konditionierung der Wand findet nicht statt. Auch die Entladung selbst wird durch das reaktive Gas nicht gestört. Mit zunehmender Dichte erhöht sich die Depositionsrate an der Sonde, wobei sich bis zu einer Dichte von $2.4 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ kein Anstieg in der Kohlenstoffkonzentration im Plasma zeigt. Bei dieser Dichte wäre es möglich eine

effektive Wandkonditionierung durch die Verwendung des reaktiven Gases zu erreichen, ohne das Kernplasma zu beeinflussen. Bei hohen Dichten erhöht sich noch einmal die Depositionsrates, jedoch ergibt sich auch eine steigende Kohlenstoffkonzentration im Plasma, was nicht erwünscht ist.

7. Zusammenfassung

Eines der Probleme, die heute bei den Forschungsarbeiten zur kontrollierten Kernfusion im Vordergrund stehen, ist das Verständnis und die Kontrolle der Erosionsprozesse, die an den thermisch am stärksten belasteten Stellen der Gefäßwand eines Fusionsreaktors auftreten. Durch die Wechselwirkung des Plasmas mit den Elementen der Wand, die das Plasma begrenzen (Graphitlimiter oder -divertor), kommt es an diesen Stellen durch physikalische und chemische Zerstäubung zu einer starken Kohlenstofffreisetzung. Wie Modellrechnungen zum geplanten Tokamak ITER zeigen, würden sich, falls man nur den Prozeß der Erosion in Betracht zieht, an dessen Divertor Erosionsraten von $\sim 10\text{m/Jahr}$ ergeben. Ein solch hoher Wert würde den Langzeitbetrieb eines solchen Reaktor unmöglich machen. Da das erodierte Material jedoch durch das Plasma selbst transportiert und an gleicher oder anderer Stelle des Reaktors deponiert wird, kann, wie die Rechnungen zeigen, die Netto-Erosion um mehrere Größenordnungen (10^2 bis 10^3) niedriger liegen. Um das Verständnis und damit die Genauigkeit der Modellierungen dieser Vorgänge zu erhöhen ist es notwendig, Meßverfahren zu entwickeln, die eine direkte (in situ) Messung der Erosions- und Depositionsraten in Abhängigkeit von den Plasmaparametern ermöglichen. Bis heute standen dazu nur indirekte Meßverfahren zu Verfügung.

Mit der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Reflektometrie mit Lichtleitern konnte nun erstmalig das Wachstum (Deposition) dünner amorpher Schichten in der Abschältschicht eines Tokamaks direkt (in situ) beobachtet werden. Die grundlegende Idee der Reflektometrie mit Lichtleitern besteht darin, die Interferenz monochromatischen Lichts an einer Schicht, die auf der Vorderseite einer Quarzprobe aufwächst, von der Rückseite der Probe über einen Lichtleiter zu beobachten und zur Bestimmung der Schichtdicke zu nutzen. Die Reflektivität R , definiert als der Anteil der eingestrahlten Intensität, der von der Schicht reflektiert wird, ist eine Funktion der optischen Konstanten (Brechungsindex, Extinktionskoeffizient), des Einfallswinkels, der Wellenlänge sowie der Schichtdicke. Mit zunehmender Schichtdicke ergibt sich ein periodischer Verlauf der Reflektivität. Ist es möglich, beim Schichtwachstum die Reflektivität kontinuierlich zu messen, so kann zu jedem Zeitpunkt die Schichtdicke und damit die Depositionsrate bestimmt werden. Am Tokamak TEXTOR ergeben sich Raten von wenigen nm/s.

Als Lichtleiter wird ein Faserbündellichtleiter verwendet, der an der Rückseite des Quarzsubstrats endet. Über eine Hälfte der Lichtleitfasern wird die Schicht beleuchtet, die zweite Hälfte der Fasern dient dazu, das an der Schicht reflektierte Licht zu einer Photodiode zu leiten. Ein entscheidender Vorteil dieser Technik ist, daß im Gegensatz zu allen anderen optischen Methoden keine direkte Sichtlinie auf die Probe notwendig ist. So ist eine Dejustierung der Probe durch die während einer Entladung auftretenden Vibrationen oder Wärmebewegung nicht möglich.

Ein erster Versuchsaufbau wurde an einer Laborplasmakammer realisiert. Eine Quarzprobe wurde in die Kathode zusammen mit einem Lichtleitersystem eingebaut. Als Lichtquelle diente ein He-Ne Laser. Die Beschichtung der Probe erfolgte durch eine hochfrequenzunterstützte Glimmentladung in Methan (Abscheidung einer a-C:H Schicht). Zur unabhängigen Bestimmung der optischen Konstanten der abgeschiedenen Schichten wurden später ellipsometrische Messungen durchgeführt. Es wurde ein Computerprogramm erstellt, womit anhand der ellipsometrischen Meßwerte gleichzeitig der Brechungsindex, der Extinktionskoeffizient und die Dicke der Schichten bestimmt werden können.

Die auf den Quarzproben abgeschiedenen a-C:H Schichten hatten einen Brechungsindex von

$n=1.8-1.9$ und einen Extinktionskoeffizienten von $k=0.01-0.06$, womit sich eine maximale Reflektivität von $R=0.14-0.16$ ergab. Der theoretische Verlauf der Reflektivität R konnte durch die Messung nahezu ohne Störungen reproduziert werden. Wie sich herausstellte, bedeutet die Verwendung von Quarz- oder Glasproben keine Einschränkung, da die optischen Konstanten und die Abscheideraten vom Substrat wenig beeinflusst werden. Da das Dickenauflösungsvermögen bei diesen Messungen weniger als 1nm betrug, ist die Reflektometrie mit Lichtleitern als Methode zur in situ Beobachtung des Wachstums dünner Schichten an TEXTOR gut geeignet.

Zur Durchführung erster Messungen am Tokamak TEXTOR wurden in das Trägerrohr der Stockholm-TEXTOR-Sonde zwei Lichtleitersysteme (Gesamtlänge je 4.8m) eingebaut. Ein Sondenkopf aus Graphit zur Aufnahme zweier Quarzproben und zweier kurzer Lichtleiter wurde gefertigt und auf dem Trägerrohr befestigt. Die beiden Proben befanden sich dabei zum einen auf der Ionendriftseite, zum anderen auf der Elektronendriftseite der Sonde. Ihre Oberflächen waren jeweils senkrecht zum toroidalen Magnetfeld orientiert. Das System wurde mit Schichten bekannter Reflektivität kalibriert. Somit war es möglich die Quarzproben während der Entladungen in der Abschälschicht von TEXTOR zu exponieren und die Reflektivität aufwachsender Schichten zu bestimmen.

Die Messung der reflektierten Intensität erfolgte jeweils zwischen den Entladungen (unmittelbar vor und nach jeder Entladung). Während der Entladungen wird die reflektierte Intensität durch das Licht aus dem Plasma so stark gestört, so daß zeitaufgelöste Messungen derzeit noch nicht möglich sind.

In zwei Experimenten mit 33 bzw. 23 Einzelexpositionen wurden Schichten mit einer Gesamtschichtdicke von 550nm und 385nm abgeschieden. An den zeitlichen Verlauf der Meßwerte konnte durch Variation der optischen Konstanten eine theoretische Kurve (Reflektivität) angeglichen und die Depositionsraten (~ 3 bis 5 nm/s) bestimmt werden. Die abgeschiedenen Schichten besaßen nahezu gleiche Brechungsindizes (1.6 bis 1.9), jedoch im Mittel höhere Extinktionskoeffizienten (0 bis 0.38) als die Schichten im Labor. Bedingt durch etwas größere statistischen Schwankungen als bei den Labormessungen ergab sich ein Auflösungsvermögen für Einzelmessungen von $\sim 4-5\text{nm}$. Dieser Wert entspricht einem zeitlichen Auflösungsvermögen von etwa 1 Sekunde. Durch die Wiederholung gleichartiger Entladungen, was einer Mittelung entspricht, konnten die Depositionsraten mit einer Genauigkeit von $\sim 0.3\text{nm/s}$ bestimmt werden. Anhand von ellipsometrischen Messungen konnte auch bei den in TEXTOR abgeschiedenen Schichten kein wesentlicher Unterschied bezüglich der optischen Konstanten und Abscheideraten auf verschiedenen Substraten (Quarzglas-Aluminium) festgestellt werden.

Im ersten Experiment wurde TEXTOR mit ohmschen Entladungen in einem Gemisch aus Bortrimethyl und Deuterium ($66\% \text{B}(\text{CD}_3)_3$, $34\% \text{D}_2$) betrieben. Die Versuche, Entladungen durch das reaktive Gas Bortrimethyl aufzubauen, haben zum Ziel, eine in situ Konditionierung der Gefäßwände (Beschichtung mit Bor und Kohlenstoff) zu erreichen. Es zeigt sich, daß das Plasma weiterhin fast vollständig durch das zu $\sim 70\%$ im Molekül $\text{B}(\text{CD}_3)_3$ enthaltene Deuterium aufgebaut wird, die B- und C-Atome das Kernplasma hingegen kaum verunreinigen. So waren die zusätzlich in die Entladung eingebrachten Kohlenstoffatome anhand von spektroskopischen Messungen bei niedrigen und mittleren Dichten im Plasmazentrum nicht nachzuweisen, erst bei hohen ($3.2 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$) Dichten zeigte sich eine Erhöhung der Kohlenstoffkonzentration.

Die Depositionsraten wurden bei Dichten von 1.2 , 2.4 und $3.2 \times 10^{13}\text{cm}^{-3}$ bestimmt. Sie betrugen

~5.5nm/s und änderten sich nur wenig mit der Dichte. Bei allen Messungen war die Quarzprobe auf einem Plasmaradius von 48.5cm exponiert. Der ALT-II Limiter und der obere Hauptlimiter befanden sich als plasmabegrenzende Elemente auf einem Radius von 46cm.

Im zweiten Experiment wurde TEXTOR mit ohmschen Entladungen in Deuterium bei Dichten von 1.5 und $3.2 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$ betrieben. Bei der niedrigen Dichte wurden nahezu gleich hohe Depositionsraten (5.6nm/s) wie bei den Entladungen in Bortrimethyl gemessen, wohingegen bei der hohen Dichte die Raten erheblich geringer ausfielen (3nm/s). Die starke Dichteabhängigkeit der Raten wurde schon früher mittels Schichtdickenbestimmungen durch AES-Tiefenprofilierung beobachtet. Sie läßt sich mit der Abnahme der Randschichttemperatur des Plasmas und der damit reduzierten Zerstäubung der Kohlenstofflimiter erklären. Auch bei den Entladungen in Bortrimethyl nimmt die Randschichttemperatur mit steigender Dichte ab und sollte mit einer entsprechenden Abnahme der Depositionsrate korreliert sein. Daß die bei mittleren und hohen Dichten beobachtete Depositionsrate dennoch hoch bleibt, zeigt den mit der Dichte zunehmenden Transport des mit dem $\text{B}(\text{CD}_3)_3$ eingebrachten Kohlenstoffs und Bors zum Auffänger und damit auch zu den anderen Wandkomponenten. Optimal erscheint die Konditionierung mit Bortrimethyl bei mittleren Dichten ($2.4 \times 10^{13} \text{cm}^{-3}$), wo eine Beschichtung schon meßbar ist, das Plasma aber noch nicht kontaminiert wird.

Die maximale Schichtdicke, bis zu der ein Schichtdickenzuwachs zu messen ist, hängt von der Absorption in der Schicht und somit vom Extinktionskoeffizienten k der Schicht ab. Bei den gemessenen Werten für k (0-0.38) kann ein Schichtwachstum bis zu einer Schichtdicke zwischen 0.5 - $1.5 \mu\text{m}$ beobachtet werden. Eine weitere Beschränkung der maximalen Schichtdicke ergibt sich aus dem mit zunehmender Schichtdicke verminderten Haftvermögen. Da die Schichten unter hohen Dehnungsspannungen stehen, beginnen sich die Schichten bei größeren Dicken ($> 1 \mu\text{m}$) vom Substrat zu lösen. Bei harten a-C:H Schichten aus Laborplasmen zeigte sich ein Loslösen der Schichten in Falten [15] oder Blasen [61], die ab einer bestimmten Größe abplatzen. Ein ähnliches Verhalten wurde auch bei den Schichten aus TEXTOR, die auf Quarzsubstraten aufgesammelt wurden, beobachtet. Mitverantwortlich dafür ist möglicherweise der starke Temperaturgang der Sonde und die begrenzte Wärmeleitfähigkeit der Quarzprobe. Der Sondenkopf wird während der Expositionen stark aufgeheizt und kühlt je nach Länge der Pausen zwischen den Entladungen wieder ab. Abhilfe könnte ein heizbarer Sondenkopf schaffen, mit dem man die Temperatur quasistationär halten könnte. Um eine höhere Wärmeleitfähigkeit der Probe zu erreichen, wäre es möglich, Saphir anstelle von Quarz als Probenmaterial zu verwenden.

Das räumliche Auflösungsvermögen wird im wesentlichen durch den Durchmesser des Lichtleiterbündels, das an die Quarzglasprobe angekoppelt wird, bestimmt. Lediglich der Ausschnitt der Probe, der direkt über diesem Lichtleiterende liegt, kann durch den Lichtleiter bezüglich der reflektierten Intensität beobachtet werden. Der Durchmesser des Lichtleiterbündels beträgt 2.5mm . Liegt über diese Fläche eine Inhomogenität in der Schichtdicke vor, so wird die reflektierte Intensität darüber gemittelt. Wie sich anhand von ellipsometrischen Messungen zeigte, liegt die Inhomogenität bei einer maximalen Schichtdicke von 550nm unter 5nm .

Die maximale Temperatur, der die Sonde, beziehungsweise der Sondenkopf, ausgesetzt werden kann, ist bestimmt durch die maximal zulässige Wärmebelastung der Lichtleitfasern. Sie liegt bei 700°C . Bei höheren Temperaturen verlieren die Fasern ihre gute Transmission. Alle anderen Komponenten sind bis zu Temperaturen von 1000°C einsetzbar. Da a-C:H Schichten jedoch ihre optischen Eigenschaften bei Erwärmung auf Temperaturen über 400°C verändern, bedeutet dies

die wesentliche Beschränkung einer solchen Technik. Denkt man an den Einsatz einer solchen Meßmethode an hoch belasteten Komponenten, Limitern oder Divertoren in einem Tokamak, so kann es möglicherweise zu einer Veränderung der optischen Eigenschaften der bereits deponierten Schicht kommen, falls es bei einer Entladung und damit verbundenen weiteren Beschichtung der Probe zu einer gleichzeitig sehr hohen Wärmebelastung kommt.

Die Reflektometrie mit Lichtleitern stellt somit ein Verfahren dar, das für sich alleine und in Kombination mit anderen neuen Verfahren, die für einen Einsatz an TEXTOR vorbereitet werden (Interferenz-Farbanalyse, Speckle Interferometrie), zum Verständnis der Erosions/Depositions-Vorgänge beitragen kann. Es können nun die Depositionsraten in Abhängigkeit von den Plasmaparametern Dichte, Zusatzheizung und bei der Verwendung verschiedener reaktiver Gase bestimmt werden. Da die Flußhuberhöhung an TEXTOR Entladungszeiten bis zu 10 Sekunden ermöglichen wird, ist auch ein Umbau der Sonde geplant, der zeitaufgelöste Messungen während der Entladungen ermöglichen soll. Des weiteren ist vorgesehen, Messungen gleichzeitig mit verschiedenen Wellenlängen durchzuführen, um die Messgenauigkeit bei Einzelmessungen zu erhöhen. Zusammen mit der Entwicklung der Meßmethoden wird es nun auch notwendig, eine theoretische Beschreibung der Vorgänge zu finden, die die Meßergebnisse quantitativ erklärt. Es muß geprüft werden, inwieweit dies durch die bereits vorhanden Programme (EIRENE-, B2-Code) möglich ist, oder auch hier Weiterentwicklungen notwendig sind.

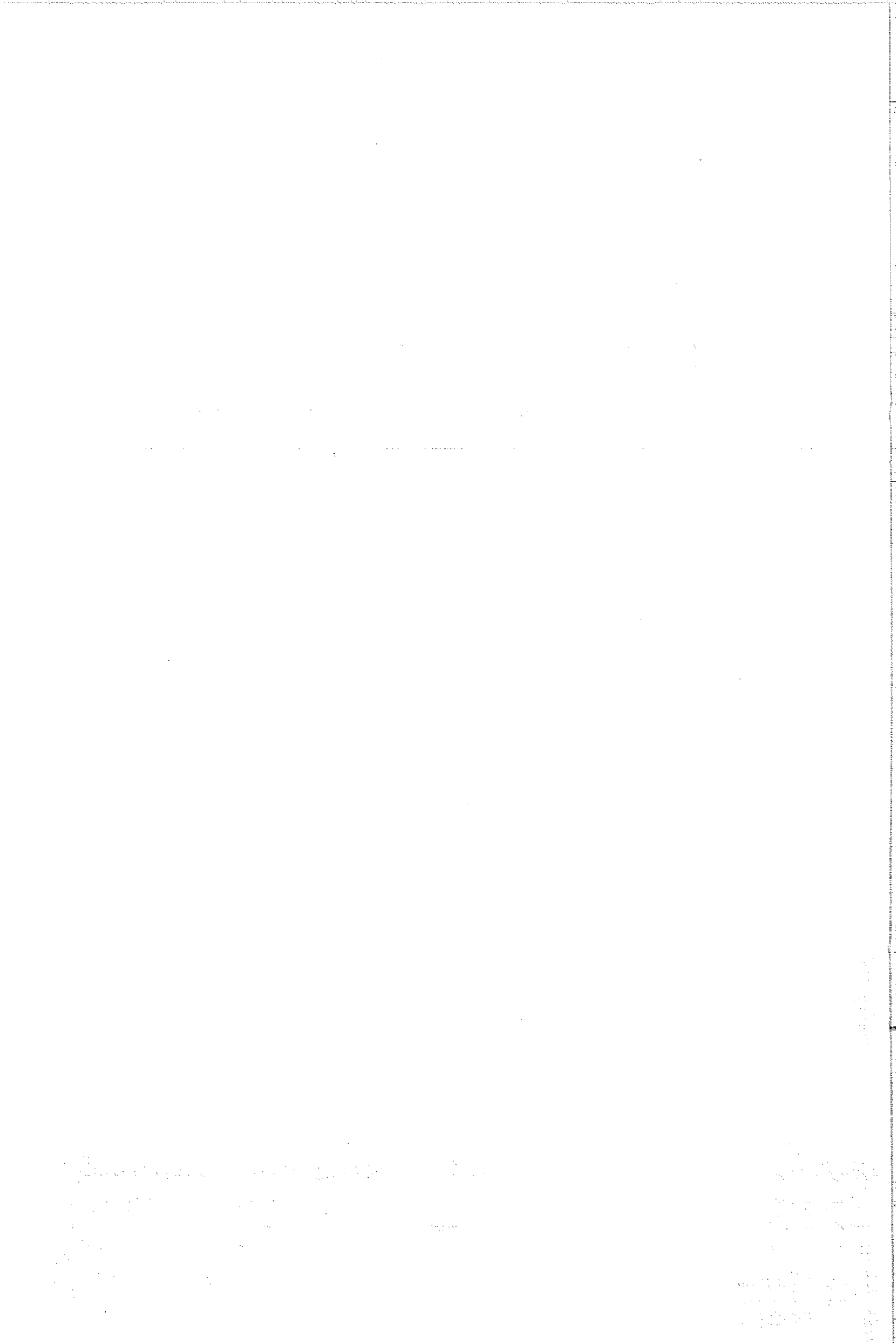
8. Literatur

- [1] J. Wesson, "Tokamaks", Clarendon Press, Oxford, 1987
- [2] Reader et al. "Kontrollierte Kernfusion", B.G.Teubner-Verlag, Stuttgart (1981)
- [3] ITER Conceptual Design Report, ITER Doc. Ser. no.18 (IAEA, Vienna, 1991)
- [4] P.C. Stangeby and G.M. McCracken, Nucl. Fusion, Vol.30, No.7 (1990), 1225-1379
- [5] V. Philipps, E. Vietzke, M. Erdweg and F. Waelbroek, J. Nucl. Mater 162-164 (1989), 520-526
- [6] W.D. Langer, Nuclear Fusion, Vol.22, No.6 (1982)
- [7] M.F.A. Harrison and E.S. Hotston, NET Report EUR-FU/80/90-97, Comm. of the European Communities, Mai 1990
- [8] M.F.A. Harrison, E.S. Hotston and G.P.Maddison, NET Report EUR-FU/80/90-97, Comm. of the European Communities, Feb. 1991
- [9] B.Braams, NET rep. EUR-FU IXII-80-87-68, Comm. of the European Communities (1987)
- [10] D. Reiter, J. Nucl. Mater. 196-198 (1992), 80-89
- [11] J.P. Biersack, L.G. Haggmark, Nucl. Instr. and Methods 174 (1980), 257-269
- [12] D. Reiter, Berichte der Kernforschungsanlage Jülich, JÜL-1947 (1984) sowie Berichte des Forschungszentrums Jülich, JÜL-2599 (1992)
- [13] G.H. Wolf, "TEXTOR: Research Programme on Plasma Wall Interaction", J. Nucl. Mater. 122-123 (1984), 1124-1135
- [14] D.M. Goebel, G.A. Campbell, R.W. Conn et al., Plasma Phys. Contr. Fusion 29 (1987) 473-495
- [15] J. Winter, Report KFA Jülich, Jül-2207 (1988)
- [16] J. Winter, H.G. Esser, L.Könen et al., J. Nucl. Mater. 162-164 (1989), 713-723
- [17] H.G. Esser, V. Philipps, H.B. Reimer, P. Wienhold et al., Nucl. Fusion, Vol.32, No.2 (1992) 278-281
- [18] J. Angus, P. Koidl und S. Domitz in "Plasma Deposited Thin Films", Editor: J. Mort und F. Jansen, CRC, Boca Raton, FL, 1986; Seite 89

- [19] P. Wienhold and U. Littmark, E-MRS Meeting, June 1987, Strasbourg, France, Symp. Proc. Vol.XVII, 441
- [20] H.E. Säterblom, M. Braun, B. Emmoth et al., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A240 (1985) 171-176
- [21] S. Adamson, G. Staudenmaier, E.Taglauer et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 935-940
- [22] J.P. Coad, H. Bergsacker, S. Burch et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 145-149
- [23] D. Hildebrand, H. Wolff, J.Roth et al., J. Nucl. Mater. 196-198 (1992) 436-442
- [24] J.W. Mayer und E. Rimini (Hrsg.) "Ion Beam Handbook for Material Analysis, Academic Press, New York, 1977
- [25] L.E. Davis, N.C. MacDonald, P.W. Palmberg et al. "Handbook of Auger Electron Spectroscopy", Physical Electronics Industries, Inc., Eden Prairie, MN, USA, 1976
- [26] P. Wienhold, F. Waelbroeck, H. Bergsaker, et al., J. Nucl. Mater. 162-164 (1989), 369-375
- [27] P. Wienhold, J. Von Seggern, H.G. Esser et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 150-157
- [28] J. Von Seggern, P. Wienhold, H.G. Esser et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 357-362
- [29] I. Gudowska, H. Bergsaker, B. Emmoth et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 363-369
- [30] Persönliche Mitteilung von P. Wienhold, KFA-Jülich, Inst. f. Plasmaphysik
- [31] P. Wienhold, J. Winter, H.G.Esser et al., J. Nucl. Mater. 145-147 (1987), 642-644
- [32] H. Bergsaker, M. Rubel, B. Emmoth and P. Wienhold, J. Nucl. Mater. 162-164 (1989), 593-597
- [33] R. Doerner, B.E. Mills, E. Wallura et al., J. Nucl. Mater. 176-177 (1990), 954-961
- [34] Persönliche Mitteilung von J. Winter, KFA-Jülich, Inst. f. Plasmaphysik
- [35] K.H. Dippel, K.H. Finken et al. Proc. 10th Int. Conf. on Plasma Phys. and Contr. Nucl. Fusion Research, London, 1984, Vol.1, (IAEA, Vienna, 1985)

- [36] D.M. Goebel, R.W. Conn, W.J. Corbett et al., J. Nucl. Mater. 162-164 (1989) 115-127
- [37] G.M. McCracken, J. Ehrenberg, P.E. Stott et al., J. Nucl. Mater. 145-147 (1987), 621-625
- [38] G.M. McCracken, D.H.J. Goodall, P.C. Stangeby et al., J. Nucl. Mater. 162-164 (1989), 356-362
- [39] J. Bohdansky, in: "Data compendium for Plasma-Surface Interactions", Nucl. Fusion Supplement (1984), 61
- [40] C.P.C. Wong, R.Junge, R.D, Phelps, et al., J. Nucl. Mater. 196-198 (1992), 871-875
- [41] J.N. Brooks, D.K. Brice, A.B. DeWald und R.T. McGrath, J. Nucl. Mater. 162-164 (1989), 363-368
- [42] L. de Kock, "Conclusions of th Erosion/Redeposition Working Group Meeting held at JET on April 23/24 1991", JET, Abingdon, Oxfordshire, OX14 3EA, England
- [43] J.C. Dainty (Editor), "Laser Speckle and Related Phenomena", 2.Edition, Springer-Verlag, Berlin (1984)
- [44] J.P. Coad, L. De Kock, A. Koch, F. Weschenfelder, P. Wienhold, R. Wilhelm, zur Veröffentlichung eingereicht in J. Nucl. Mater.
- [45] J. Winter, P. Wienhold, H.G. Esser et al., 18.th European Conference on Controlled Fusion and Plasma Physics, Berlin 1991, Editors: P.Bachmannn, D.C. Robinson, III 173-176
- [46] R.M.A. Azzam und N.M.Bashara, "Ellipsometry and Polarized Light", North-Holland Physics Publishing, Amsterdam
- [47] F.L. McCrackin, L. Passaglia, R.R. Stromberg and H.L. Steinberg, J. of Research of the National Bureau of Standards-A, Vol.67A, No.4 (1963)
- [48] S.J. Davis, R.D. Monk, J. Nucl. Mater. 196-198 (1992), 184-188
- [49] M.Born und E.Wolf, "Principles of Optics", 6.Edition, Pergamon Press, Oxford
- [50] P. Drude, Ann. Physik 272, (1889), 532; Ann. Physik 272, (1889), 865; Ann. Physik 275, (1890), 481;
- [51] H. Hoffschulz, Diplomarbeit, Physikalisches Institut der Universität Bonn (1990)

- [52] M. Heer, "Fehlerrechnung für den Praktiker", Verlag Gronenberg, Gummersbach (1980)
- [53] H.G. Esser, J. Winter, V. Philipps et al., J. Nucl. Mater. 196-198 (1992), 231-235
- [54] H.G. Esser, Pure & Appl. Chem., Vol.64, No.5 (1992) 745-749
- [55] J. Winter, L. Grobusch, T. Rose et al., Plasma Sources Sci. Technol. 1 (1992), 82-86
- [56] A. Gill, V. Patel, B.S. Meyerson, J. Mater. Res., Vol.5, No.11, (1990), 2531-2537
- [57] U. Samm, P. Bogen, H. Hartwig et al., J. Nucl. Mater. 162-164 (1990), 24-37
- [58] Persönliche Mitteilung von L. Könen, KFA-Jülich, Inst. f. Plasmaphysik
- [59] B. Schweer, G. Mank, A. Pospieszczyk et al., J. Nucl. Mater. 196-198 (1992), 174-178
- [60] G.M. McCracken, U. Samm, B. Bertschinger et al., J. Nucl. Mater. 196-198 (1992) 199-203
- [61] K. Besocke, G. Flentje, U. Littmark et al., J. Nucl. Mater. 145-147 (1987), 651-654



Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Plasmaphysik des Forschungszentrums Jülich angefertigt.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Priv. Doz. Dr. J. Winter für die Themenstellung und die Betreuung der Arbeit. Viele Gespräche und sein stetes Interesse an allen Ergebnissen haben sehr zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Herrn Prof. Dr. J. Uhlenbusch möchte ich danken für die Übernahme des Korreferates.

Mein besonderer Dank gebührt auch Herrn Dr. P. Wienhold für die intensive fachliche Betreuung und die Bereitschaft zur Diskussion aller wissenschaftlicher und technischer Fragen.

Herrn Dr. H. G. Esser danke ich für die Hilfe bei der Durchführung der ersten Messungen an TEXTOR.

Frau M. Freisinger danke ich für die Unterstützung bei allen Problemen und Fragen auf dem Gebiet der Datenverarbeitung.

Mein Dank gilt auch Herrn L. Grobusch für die Hilfe bei der Planung und der Durchführung der Laborexperimente.

Herrn Dipl. Ing. A. Cosler und Herrn E. Kemmereit danke ich für die Hilfe bei der Konstruktion und Fertigung des Sondenkopfes.

Ebenso möchte ich mich sehr bei Herrn H. Korr und bei Herrn J. Hilke bedanken für ihre Mithilfe beim Umbau der Stockholm-TEXTOR-Sonde.

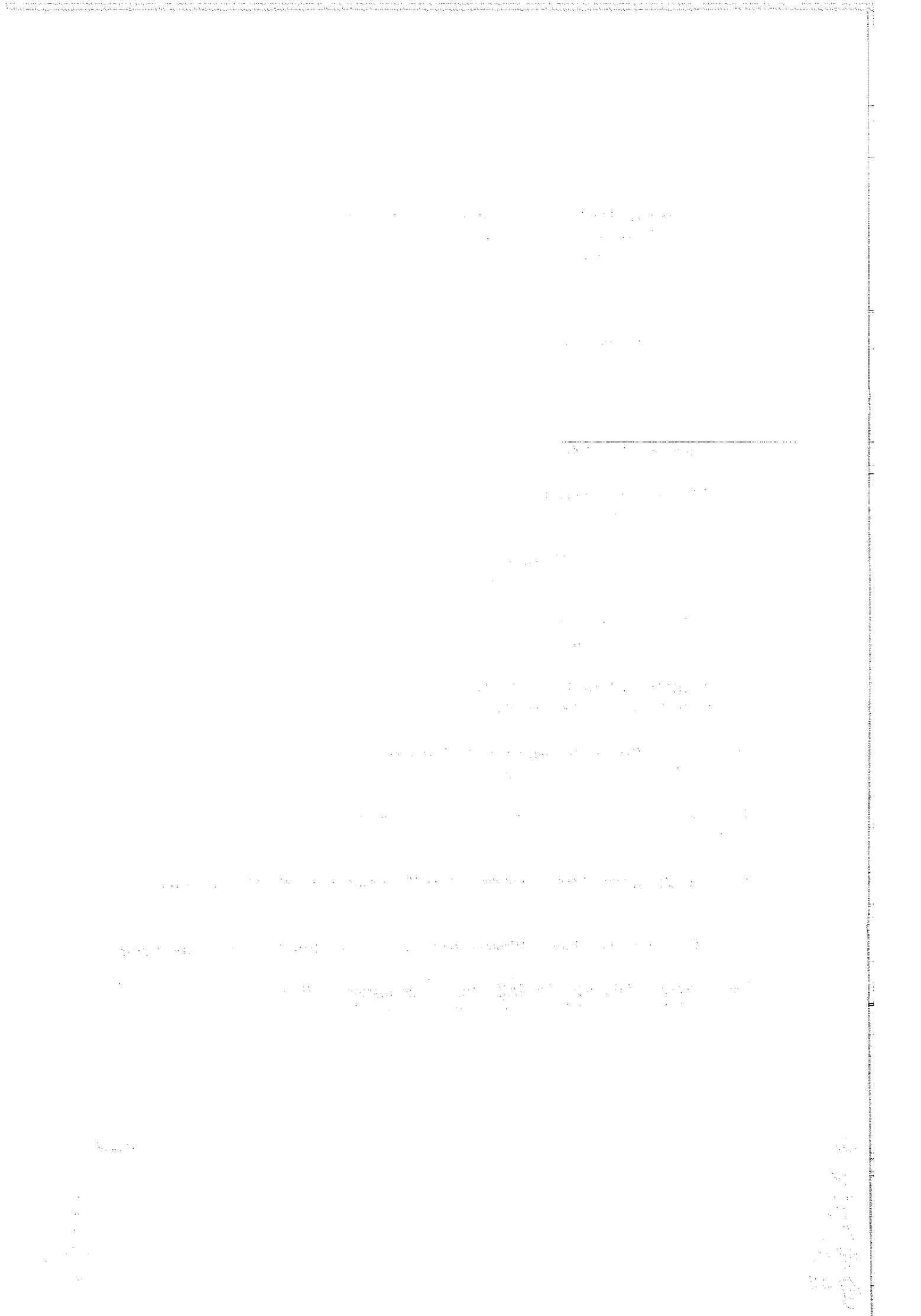
Herrn Dr. T. Rose danke ich für viele Diskussionen, Anregungen und die Bereitschaft, mir bei allen elektronischen Fragen weiterzuhelfen.

Herrn H. Reimer danke ich für die Hilfestellung bei allen technischen Problemen an TEXTOR.

Bei Frau Dr. J. von Seggern möchte ich mich bedanken für die AES-Analysen an einer Reihe von Proben.

Herrn E. Peuser und Frau I. Winters danke ich für die Mithilfe bei Werkstattarbeiten.

Des weiteren danke ich allen Mitarbeitern des Institutes, die mir bei der Durchführung dieser Arbeit behilflich waren. Ihr freundliches Entgegenkommen und ihre Hilfsbereitschaft ließen mir die Arbeit nie zur Last werden.



JÜI-2793

Juli 1993

ISSN 0944-2952