

Charakterisierung der Prozessgüte und Verbesserung der Herstellung periodischer Strukturen mit dem LIGA-Verfahren

**Herstellung von Gitterstrukturen für die
gitterbasierte multimodale Röntgenbildgebung mit
Aspektverhältnis 100 und mehr bei hohen
Schichtdicken**

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften

der Fakultät für Maschinenbau
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte
DISSERTATION

von

Dipl.-Ing. Marco Walter

Datum der mündlichen Prüfung: 27. Juli 2016
Referent: Prof. Dr. Manfred Kohl
Korreferent: Prof. Dr. Jost Göttert



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung –
Weitergabe unter gleichen Bedingungen 3.0 Deutschland Lizenz
(CC BY-SA 3.0 DE): <http://creativecommons.org/licenses/by-sa/3.0/de/>

“The 1143-year-long war had begun on false pretenses and only because the two races were unable to communicate. Once they could talk, the first question was ‘Why did you start this thing?’ and the answer was ‘Me’ ?”

Joe Haldemann, *The Forever War*

Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, sowie die wörtlich und inhaltlich übernommenen Stellen als solche kenntlich gemacht und die Satzung der Universität Karlsruhe (TH) zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis in der jeweils gültigen Fassung beachtet habe.

Marco Walter

Karlsruhe, den 9. September 2016

Danksagung

Ich möchte die Gelegenheit nutzen, mich bei den Menschen zu bedanken, die jeder auf ihre oder seine besondere Art und Weise zur Entstehung dieser Arbeit beigetragen haben. Prof. Dr. Volker Saile hat meine Arbeiten begleitet und letztlich auch den Erfolg dieser Promotion ermöglicht. Ich danke Prof. Dr. Manfred Kohl und Prof. Dr. Jost Göttert für die Übernahme des Referats und der maßgeblichen Unterstützung. Herzlichen Dank für die Bereitschaft eine externe Promotion zu begleiten und zum Erfolg zu führen.

Dieser Erfolg wäre mir nicht möglich gewesen ohne die Unterstützung und die Toleranz für viele in unserer Freizeit verbrachte Stunden am Schreibtisch, die mir meine Frau entgegenbrachte. Danke Dir liebe Jule, Du bist das Beste was mir jemals passiert ist!

Joachim Schulz ermöglichte es mir, parallel zu meiner Tätigkeit bei microworks an meiner Dissertation zu arbeiten. Ohne diese Bereitschaft und seine tatkräftige Unterstützung wäre diese Arbeit eine Idee geblieben. Außerdem danke ich Jürgen Mohr für die langjährige Zusammenarbeit. In diesen Jahren konnte ich sehr viel lernen, vieles davon essentiell für die vorliegende Arbeit. Danke auch für die Aufnahme als Gast in Ihre Arbeitsgruppe, Herr Mohr!

Ohne den Austausch mit meinen Kollegen wäre meine Arbeit nicht denkbar gewesen, ebenso ohne deren Unterstützung. Bei microworks waren dies: Thomas Duttonhofer, Konradin Kaiser, Isabelle Kempf und Ilka Lauber. Rainer Fettig, nicht ganz bei microworks, hatte einen nicht ganz kleinen Einfluss.

Pascal Meyer hat mein Verständnis für die Lithographie und die französische Sprache geprägt, merci beaucoup! Danays Kunka hatte immer ein offenes Ohr für Probleme mit dem Resist.

An IMT, TU München und anderen Orten sind noch einige Personen zu nennen, die einen Einfluss auf diese Arbeit genommen haben:

Frieder Koch, Jan Meiser, Thomas Grund, Tobias Schröter, Johannes Kenntner, Heike Fornasier, Alexandra Moritz, Julia Wolf, Christin Strauß, Marie-Christin Nees, Alexandra Karbacher, Uwe Köhler, Barbara Matthis, Birgit Hübner, Lothar Hahn, Guiseppa Papagno, Stefan Hengsbach, Franz-Josef Pantenburg, Manuel Berger, Martin Bech, Julia Herzen, Arne Tapfer, Marian Willner, Adrian Sarapata und Franz Pfeiffer.

Kurzzusammenfassung

In der multimodalen Röntgenbildgebung werden Gitter mit hohen Aspektverhältnissen und hoher Absorption benötigt. Um kompakte Experimente für Photonenenergien größer als 50 keV aufbauen zu können, müssen die Gitter Perioden von ca. 5 μm aufweisen und eine Goldschichtdicke von mindestens 200 μm bis 250 μm besitzen. Das LIGA-Verfahren konnte bereits die Herstellung von Gittern mit einem solchen Aspektverhältnis von ca. 100 zeigen, allerdings bei einer Periode von 2,4 μm und Schichtdicken mit maximal 120 μm Gold (30).

Die Begrenzung der Schichtdicke ist begründet in der Nutzung der Beamline Litho 1 als Lithographiequelle. Dort vorhandene Photonen dringen nicht tief genug in den Resist ein. Die vorliegende Arbeit untersucht die Möglichkeit die Beamline Litho 2 als Lichtquelle für die Herstellung von Gittern mit oben genannten Anforderungen zu verwenden.

Der Wechsel der Beamline macht eine erneute Charakterisierung der Belichtungsbedingungen in Bezug zu den Strukturen erforderlich. Die höhere Eindringtiefe der Photonen an Litho 2 in den Resist gegenüber Litho 1 ist mit einem anderen Energiebereich verbunden: an Litho 1 kommen Photonen mit Energien von 2,2 keV bis 3,2 keV vor, an Litho 2 erstreckt sich der Energiebereich von 2,2 keV bis 15 keV.

Um die notwendigen Änderungen der Belichtungsstrategie zu erschließen, führt die vorliegende Arbeit eine Methode zur Charakterisierung der Gitter ein. Mittels einer Testmaske können Gitter mit Perioden zwischen 4 μm und 8,6 μm in Testbelichtungen strukturiert werden. Maßabweichungen zwischen Testmaske und Kopie sowie der Zustand der Gitteroberfläche dienen als quantitative Kriterien für die Bewertung der Prozessänderungen.

Es kann nachgewiesen werden, dass Gitter mit Perioden kleiner als 5 μm nur durch die Verwendung eines Nickelfilters an Litho 2 herstellbar sind. Dieser Nickelfilter absorbiert Photonen mit Energien größer als 8,3 keV stärker als solche mit niedrigeren Energien. Weiterhin wird ein Zusammenhang zwischen Resistcharge und der Auflösung nachgewiesen. Es kann gezeigt werden, dass die Auflösung mit der applizierten Oberflächendosis, damit mit dem Top-Bottom-Verhältnis und letztlich der Schichtdicke zusammenhängt. Eine Rückseitenbelichtung auf einem Kohlenstoffsubstrat verbessert die Auflösung.

Die üblicherweise verwendeten Substrate, Silizium-Wafer mit einer dünnen Titan-Titanoxidschicht als Startschicht für die Galvanik, sorgen an Litho 2 für Probleme. Eine Versuchsreihe mit Variation der Titanschichtdicke und der Verwendung von

Silizium als Substrat kann nachweisen, dass Fluoreszenz aus der Titanschicht an Litho 2 zur Bildung von Resistresten an der Startschicht führt, die teilweise nicht entfernbar sind. Dieses Problem kann durch die Einführung von Graphit als Substrat gelöst werden. Kohlenstoff emittiert unter dem Spektrum von Litho 2 keine Fluoreszenz, Resistreste bleiben aus. Aufgrund der intrinsischen Leitfähigkeit des Kohlenstoffs wird eine Startschicht auf den Substraten unnötig. Es wird gezeigt, dass eine Reinigung vor der Galvanik bei Gittern auf Kohlenstoffsubstraten unterbleiben kann.

Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit führen dazu, dass Gitter mit Goldschichtdicken größer als 200 μm durch das LIGA-Verfahren herstellbar sind. Die Untersuchung der durch Sekundäreffekte verursachten Probleme zeigt die Grenzen der Strukturierungsmöglichkeiten auf. Gleichzeitig ermöglicht die Anwendung der vorliegenden Ergebnisse eine Verbesserung der Auflösung und insgesamt eine Vergrößerung des Prozessfensters.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Grundlagen	3
2.1	Wechselwirkungen von Röntgenstrahlung und Materie	3
2.1.1	Absorption von Röntgenstrahlung	4
2.1.2	Sekundäreffekte: Photoelektronen	4
2.1.3	Sekundäreffekte: Fluoreszenz	5
2.1.4	Streuung und Phasenschub	6
2.2	Gitterbasierte Röntgenbildgebung	7
2.3	Röntgentiefenlithographie	9
2.4	Resiste in der Röntgenlithographie	12
2.5	Masken für die Röntgentiefenlithographie	13
2.5.1	Herstellung von Masken aus einer Polyimidmembran	15
2.5.2	Arbeitsmasken aus Silizium	15
2.6	Sekundäreffekte bei der Röntgenlithographie und deren Einfluss auf die Strukturqualität	16
2.6.1	Resttransmission durch die Maskenabsorber	16
2.6.2	Fluoreszenz aus der Startschicht	17
2.6.3	Photoelektronen aus dem Resist	18
2.6.4	Photoelektronen aus der Startschicht	21
2.6.5	Thermische Einflüsse bei der Belichtung	22
2.6.6	Divergenz der Synchrotronstrahlung	23
2.6.7	Überlagerung der Effekte	23
3	Stand der Technik	25
3.1	Gitterherstellung mit Röntgenlithographie	25
3.2	Mikrostrukturierung an der Beamline Litho 2	26
3.2.1	Kantenfilter zur Optimierung des Spektrums	30
4	Methoden und experimentelle Bedingungen	32
4.1	Prozess zur Gitterherstellung	32
4.2	Methode zur Charakterisierung der Gitterqualität	34
4.2.1	Vorüberlegungen	34
4.2.2	Änderung der Linienbreite	35
4.2.3	Vernetzungsgrad des Resists an der Oberfläche	36
4.2.4	Maskenarchitektur und experimentelle Durchführung	39

5	Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen	41
5.1	Einfluss der Resistcharge	41
5.2	Einflüsse bei der Belichtung	46
5.2.1	Nutzung eines Nickelfilters zur Verbesserung der Belichtung	46
5.2.2	Einfluss der verwendeten Maske	50
5.2.3	Einfluss der Maskenorientierung	55
5.2.4	Einfluss der genutzten Beamline auf die Linienbreiten . . .	59
5.3	Strukturen mit unterschiedlicher Höhe	60
5.4	Strukturierung an Litho 2	64
5.4.1	Erste Ergebnisse der Strukturierung an Litho 2	64
5.4.2	Diskussion der Litho 2-Ergebnisse	66
5.4.3	Herstellung von Gittern auf alternativen Substraten	67
5.4.4	Rückseitenbelichtung zur Verbesserung der Auflösung . . .	75
6	Zusammenfassung und Ausblick	82
	Abbildungsverzeichnis	85
	Tabellenverzeichnis	90
	Literaturverzeichnis	91
	Anhang	97
	Kontrastkurven der verwendeten Resistchargen	98

1 Einleitung und Motivation

Die erste Anwendung von Röntgenstrahlung nach ihrer Entdeckung durch W.C. Röntgen war die Bildgebung (47). Heute, fast 120 Jahre später, ist die Röntgenbildgebung immer noch eines der wichtigsten Anwendungsgebiete der „neuen Art von Strahlen“ (47). Vorherrschende Kontrastmethode ist hierbei der sogenannte Absorptionskontrast, der schon von Röntgen verwendet wurde: die Probe im Strahl dämpft die einfallende Strahlung je nach Material und Dichte unterschiedlich stark, dadurch entsteht auf dem Photopapier, oder heutzutage dem Detektor, ein Bild mit unterschiedlichen Grauwerten (7).

Gut darstellbar mit dem Absorptionskontrast sind beispielsweise Knochen oder metallische Körper. Schwieriger bis gar nicht darstellbar sind Weichgewebe oder Kunststoffe. Hier setzt eine neuartige Methode der Röntgenbildgebung an, die der Absorption zwei weitere Kontrastmechanismen zur Seite stellt: Phasen- und Dunkelfeldkontrast (8). Die Phasenkontrastbildgebung liefert Aussagen über die Phasenschiebung in einer Probe, das Dunkelfeld ist sensitiv auf die Streuung in der Probe. Dies ist analog zur Phasenkontrast- und Dunkelfeldbildgebung in der Lichtmikroskopie (59).

Die Erweiterung der Röntgenbildgebung auf drei Kontrastmoden hat ein hohes Potential, die Anwendung zu revolutionieren. In der Radiologie ist es beispielsweise möglich, Tumore von gesundem Gewebe besser zu unterscheiden als dies bisher der Fall ist. In der Materialprüfung können Risse in Kohlefaserverbundwerkstoffen besser detektiert werden (25).

Grundlage der sogenannten gitterbasierten Bildgebung bildet ein aus drei Gittern aufgebautes Interferometer (45). Die Phasenkontrastbildgebung mit Röntgenstrahlung an Synchrotronquellen ist schon länger bekannt. Pfeiffer et al. (45) reduzieren die notwendigen Kohärenzbedingungen auf das Vorhandensein transversaler Kohärenz. Diese kann durch einen hinreichend kleinen Quellpunkt erreicht werden. In der Praxis werden dafür sogenannte Quellgitter genutzt.

Kernelement dieser Interferometer sind die Gitter. Eines der drei Gitter, das sogenannte G₂- oder Absorptionsgitter ist der Fokus der vorliegenden Arbeit. Dieses G₂-Gitter hat die Aufgabe, auf dem Detektor einen möglichst vollständigen Hell-Dunkel-Kontrast zu erzeugen. Um diese Aufgabe erfüllen zu können, muss das Gitter eine der genutzten Photonenenergie angepasste Schichtdicke eines absorbierenden Materials aufweisen (8; 30). Üblicherweise wird Gold als Absorber verwendet. Die Gitterperioden sind sehr klein, in der Regel zwischen zwei und zehn Mikrometern.

1 Einleitung und Motivation

Mit dem LIGA-Verfahren steht eine Technologie der Mikrofertigung zur Verfügung, deren Alleinstellungsmerkmal die Herstellung von kleinen Strukturen mit extremen Aspektverhältnissen ist (41). Tatsächlich können bisher mit LIGA Absorptionsgitter mit Schichtdicken bis zu $120\ \mu\text{m}$ bei Gitterperioden von $2,4\ \mu\text{m}$ hergestellt werden (12; 30). Allerdings sind diese Gitter aufgrund der niedrigen Goldschichten lediglich für Anwendungen mit niedriger Photonenenergie bis zu ca. $40\ \text{keV}$ verwendbar: bei der Mammographie oder bei der Kleintier-Computertomographie (CT). In der medizinischen Bildgebung werden Energien zwischen $60\ \text{keV}$ und $120\ \text{keV}$ genutzt. Eine Goldschichtdicke von $120\ \mu\text{m}$ ist damit nicht ausreichend, hier sind eher Schichtdicken zwischen $200\ \mu\text{m}$ und $250\ \mu\text{m}$ Gold notwendig, perspektivisch $400\ \mu\text{m}$. Die Gitterperiode kann nicht beliebig vergrößert werden: um eine in der Praxis verwendbare Aufbaugesamtlänge und hinreichende Sensitivität zu erhalten, sind gleichzeitig Gitterperioden von höchstens $5\ \mu\text{m}$ notwendig.

Um eine Etablierung der gitterbasierten Phasenkontrastbildung in der Humanmedizin zu erreichen, müssen diese Anforderungen erfüllt werden. Die Herstellung der Gitter im LIGA-Verfahren ist zu optimieren, und zwar dahingehend, dass es möglich wird Gitterstrukturen mit einer Periode von $5\ \mu\text{m}$ oder kleiner röntgenlithographisch in Schichtdicken von mindestens $200\ \mu\text{m}$, besser $250\ \mu\text{m}$ zu strukturieren.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit besteht folglich in der Beantwortung der Frage, ob Gitter mit einer Periode um $5\ \mu\text{m}$ in einer Schichtdicke von mehr als $200\ \mu\text{m}$ herstellbar sind. Etablierte Prozesse (30) zur Herstellung von Gittern versagen bei einer Schichtdicke von mehr als $150\ \mu\text{m}$. In Kapitel 3 findet eine Auseinandersetzung mit der Frage statt, warum dieses Versagen eintritt. Als Folge daraus wird in Abschnitt 3.2 die Möglichkeit zur Herstellung von Gitterstrukturen an der Beamline Litho 2 als Alternative zur bisher verwendeten Beamline Litho 1 hergeleitet.

Die Ergebnisse lithographischer Strukturierungen sind bestimmt durch das Zusammenwirken der genutzten Materialien, Prozessparameter und der verwendeten Anlagen. Ein Wechsel der Lithographiequelle lässt demnach eine Änderung in den Resultaten der Strukturierung erwarten. Es ist daher von Interesse eine Möglichkeit zu finden die Qualität der Gitterstrukturen in Abhängigkeit von den Prozessparametern zu charakterisieren. Außerdem ist ein Bezug zwischen den Prozessparametern und der herstellbaren Gitterperiode zu finden. Eine der denkbaren Methoden ist in Kapitel 4.2 beschrieben.

Mittels dieser vorgestellten Methode soll der Einfluss einzelner Prozessparameter auf die Gitterqualität untersucht werden. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse sollen schließlich zur Herstellung von Gitterstrukturen an Litho 2 angewendet werden. Kapitel 5 stellt die Ergebnisse der Charakterisierung vor. Dort werden außerdem die Resultate der optimierten Prozesse gezeigt.

2 Grundlagen

Auf den folgenden Seiten soll ein Überblick über die Grundlagen der vorliegenden Arbeit vermittelt werden. Die Wechselwirkungen zwischen Röntgenstrahlung und Materie sind sowohl für die Technologie LIGA, als auch für die Anwendung der Strukturen in der multimodalen Röntgenbildgebung von Bedeutung. Außerdem werden die Grundlagen der Röntgenlithographie und der Maskenherstellung erläutert. Auf Basistechnologien wie beispielsweise Spin-Coating oder Plasmaprozesse wird nicht weiter eingegangen. Dem interessierten Leser seien die Werke von Madou (36) bzw. Menz, Mohr und Paul (37) zu den Grundlagen der Mikrotechnik empfohlen. Detaillierte Grundlagen der Lithographie finden sich außerdem „Principles of lithography“ von Levinson (35). Einen hervorragenden Überblick über die Technologie des LIGA-Verfahrens bietet „LIGA and its Applications“ (48).

2.1 Wechselwirkungen von Röntgenstrahlung und Materie

Der Begriff der Röntgenstrahlung bezeichnet einen Bereich des elektromagnetischen Spektrums zwischen den Wellenlängen 10^{-8} m bis 10^{-12} m, beziehungsweise einer Photonenenergie zwischen 100 eV und einigen MeV. Der Bereich der hochenergetischen Röntgenstrahlung überlagert sich mit dem der γ -Strahlung, die Unterscheidung geschieht hier anhand der Herkunft: Röntgenstrahlung entsteht in Atomhüllen oder durch die Ablenkung relativistischer Elektronen, während die γ -Strahlung in der Regel Atomkernen entstammt (7).

Röntgenstrahlung ist in zweierlei Hinsicht für die vorliegende Arbeit von Bedeutung: zum Einen wird die lithographische Herstellung der Strukturen nur durch die Verwendung von niederenergetischer Röntgenstrahlung aus einem Synchrotron möglich, siehe Abschnitt 2.3. Zum Anderen sind die herzustellenden Strukturen optische Bauelemente, die für die Verwendung in Röntgenspektren ausgelegt sind. Daher erfolgt in den kommenden Abschnitten ein kurzer Überblick über die für diese Arbeit relevanten Interaktionsmechanismen von Röntgenstrahlung mit Materie.

2.1.1 Absorption von Röntgenstrahlung

Durchdringt Röntgenstrahlung Materie, so erfährt sie wie jede Form elektromagnetischer Strahlung, eine Dämpfung. Diese kann durch den linearen Absorptionskoeffizienten μ beschrieben werden. Für die Intensität der Strahlung $I(z)$ nach Durchdringen des Weges z gilt:

$$-dI = I(z)\mu dz \quad (2.1)$$

mit μdz als Absorption in der infinitesimal dünnen Scheibe dz . Dies kann als Differentialgleichung formuliert werden:

$$\frac{dI}{I(z)} = -\mu dz \quad (2.2)$$

Unter der Randbedingung, dass die Strahlungsintensität $I(z = 0)$ an der Oberfläche des Materials $z = 0$ gleich der Intensität des einfallenden Strahls I_0 ist, führt dies zum Lambert-Beer'schen Gesetz (7):

$$I(z) = I_0 e^{-\mu z} \quad (2.3)$$

Das Lambert-Beer'sche Gesetz bezeichnet Absorption der einfallenden Strahlung, ohne die im Material vorkommenden Absorptionsmechanismen zu berücksichtigen. Für einfache Aufgaben, wie beispielsweise der Dimensionierung eines Vorfilters in der Röntgenlithographie, ist dies bereits ausreichend. In der Praxis wird für μ vielfach auf tabellierte Werte, wie zum Beispiel aus dem *X-Ray Data Booklet* (56) zurückgegriffen.

2.1.2 Sekundäreffekte: Photoelektronen

Ein wesentlicher Bestandteil der Absorption wird durch den Photoeffekt verursacht: die einfallende elektromagnetische Strahlung löst Elektronen aus dem bestrahlten Material heraus. Bei dem Einsatz von Röntgenstrahlung in der Lithographie hat dieser Effekt einen Einfluss auf die erreichbare Strukturauflösung (19; 22; 43).

Bei der Absorption eines Photons kommt es zu einem Energietransfer auf ein Kernelektron eines Resistatoms (19). Die kinetische Energie wird bestimmt aus der Differenz zwischen der Photonenenergie und der Bindungsenergie des Elektrons. Diese Elektronen bewegen sich in alle Raumrichtungen fort und verlieren ihre kinetische Energie durch Wechselwirkungen mit den Molekülen des umliegenden Materials: inelastische Stöße mit Elektronen und elastische Stöße mit Atomkernen. In der Regel erfolgt die Abschätzung der Elektronenreichweiten im Material durch Monte-Carlo-Simulationen (32) oder durch die *continuous slowing*

2 Grundlagen

down approximation (CSDA, engl. für kontinuierliche Verlangsamungs-Näherung) (56). Letztere geht von einer kontinuierlichen Energieabgabe entlang des Wegs durch das umgebende Material aus. Eine empirische Herangehensweise liefert Cole (15), der aus Messdaten eine Näherungsformel für die Reichweiten von Photoelektronen in Kunststoffen und Luft liefert:

$$R = 0,0431(E + 0,367)^{1,77} - 0,007 \quad (2.4)$$

mit R als der Reichweite der Elektronen in der Einheit $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ¹, E als Energie zwischen 20 eV und 100 keV. Die Reichweite R berücksichtigt hier die Dichte des Materials. Diese Beziehung findet im späteren Verlauf der Arbeit Anwendung zur Abschätzung von Elektronenreichweiten.

In den Abschnitten 2.6.3 und 2.6.4 werden die Auswirkungen von Photoelektronen bei der Herstellung von periodischen Strukturen mit Röntgenlithographie detaillierter betrachtet.

2.1.3 Sekundäreffekte: Fluoreszenz

Neben der Erzeugung von Photoelektronen in belichteten Materialien ist die Entstehung von Fluoreszenzstrahlung von Bedeutung für die Röntgenlithographie. Betrachtet man die Absorption eines Materials als Funktion der Photonenenergie E , dann ist folgendes Verhalten zu beobachten: die Absorption sinkt mit $1/E^3$, wodurch die Absorption mit zunehmender Energie abnimmt, bis eine charakteristische Energie erreicht wird, bei der ein Photon in der Lage ist ein Elektron aus einer der inneren Schalen (z.B. der K-Schale) zu lösen. Dies führt zu einem sprunghaften Anstieg der Absorption, der sogenannten K_α -Kante. Um das entstandene Loch in der K-Schale zu füllen, springt ein Elektron aus einer höheren Schale in die K-Schale, wobei ein Photon mit einer charakteristischen Energie emittiert wird. Ein aus der L-Schale stammendes Elektron erzeugt K_α -Strahlung, oder Fluoreszenz, ein der M-Schale entstammendes Elektron K_β -Strahlung. Einen experimentellen Zusammenhang zwischen der Ordnungszahl und der Energie liefert Moseley (7):

$$E_{K_\alpha}[\text{keV}] \approx 1,017 * 10^{-2}(Z - 1)^2 \quad (2.5)$$

Die Lage dieser K_α -Kante ist eine charakteristische Materialeigenschaft und wird beispielsweise in der Materialanalyse zur Bestimmung von Stoffen verwendet (21). Wird ein Material durch Partikel mit hinreichender Energie bestrahlt, beispielsweise durch Elektronen, so entsteht ebenfalls die charakteristische Strahlung. Technische Anwendung findet dies in Röntgenröhren. Neben der K-Schale können auch Elektronensprünge in die L- oder M-Schale zur Fluoreszenzemission führen.

¹Reichweite in Mikrometern z.B. für PMMA (Dichte $\rho = 1.18 \text{ g}/\text{cm}^3$): $r[\mu\text{m}] = R/\rho [10^{-6}\text{m}]$

Die bei der Absorption entstehende Fluoreszenzstrahlung wird ungerichtet in alle Raumrichtungen abgestrahlt. Nicht jegliche Absorption eines Photons führt unweigerlich zu einem Elektronensprung in die betreffende Schale. In Abhängigkeit der Kernladungszahl Z steigt diese Fluoreszenzwahrscheinlichkeit mit zunehmender Kernladung an (56). Die Fluoreszenzwahrscheinlichkeit bezeichnet die Häufigkeit an Strahlung emittierenden Lochfüllungsprozessen, die restlichen durch Absorption entstandenen Löcher werden zum Beispiel über den Auger-Effekt gefüllt (7).

Für die Röntgenlithographie stellt die Fluoreszenz von Masken und Startschichten aus Titan ein wesentliches Problem dar, wie es beispielsweise Griffiths et al. (24) sowie Pantenburg et al. (43) darlegen. In Abschnitt 2.6.2 folgt eine detailliertere Diskussion des Einflusses der Titan-Fluoreszenz auf die Qualität von periodischen Strukturen, und in Abschnitt 5.4.3 werden Möglichkeiten zur Umgehung dieses Effekts untersucht.

2.1.4 Streuung und Phasenschub

Neben den Absorptionsprozessen sind zwei weitere Effekte im Kontext dieser Arbeit von Bedeutung: die Streuung von Photonen an Atomen und Elektronen, sowie der Phasenschub. Elektromagnetische Wellen werden beim Durchdringen einer Grenzschicht zwischen Medien unterschiedlicher optischer Dichte gebrochen. Für ein Medium ist der komplexe Brechungsindex n folgendermaßen definiert:

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (2.6)$$

Im sichtbaren Spektrum der elektromagnetischen Wellen unterscheidet sich n in der Regel deutlich von 1, was beispielsweise die Konstruktion von Sammellinsen ermöglicht. Im Bereich der Röntgenstrahlung ist der Unterschied zu 1 typischerweise deutlich kleiner, etwa im Bereich von 10^{-5} (7).

Der Realteil von Gleichung 2.6 bezeichnet den Gangunterschied, den eine Welle beim Durchdringen eines Materials im Vergleich zu einer im Vakuum verlaufenden Welle erfährt. Letzlich bestimmen die unterschiedlichen Lichtgeschwindigkeiten in den jeweiligen Materialien den Phasenschub. Die Phasenschiebung ist wiederum abhängig von der Wellenlänge und der Elektronendichte des Mediums (7). Der Imaginärteil von Gleichung 2.6 beschreibt die Dämpfung der Welle, also die Absorption. Die beiden Bestandteile des komplexen Brechungsindex lassen sich auch als Funktion der Photonenenergie darstellen:

$$\delta = \frac{\rho r_0}{2\pi h^2 c^2} * E^2 \quad (2.7)$$

$$\beta = \frac{1}{4\pi} \frac{\mu}{hc} * E \quad (2.8)$$

Mit ρ als der Elektronendichte, r_0 als der Streuungsamplitude pro Elektron und μ als dem linearen Absorptionskoeffizienten (7).

Die differentielle Phasenkontrastbildung im Röntgenbereich (vgl. hierzu Abschnitt 2.2) nutzt die unterschiedlichen Brechungsindizes für Röntgenstrahlung verschiedener Materialien um einen Kontrast in der Bildgebung zu erzeugen.

Neben der Brechung ist die Streuung von Röntgenstrahlung von Bedeutung. Bei der Streuung ist zwischen kohärenter Thompson- und inkohärenter Comptonstreuung zu unterscheiden. Bei ersterem Mechanismus kommt es an periodischen Strukturen, wie beispielsweise einem Kristallgitter, mit dem Abstand der Gitterebenen mit Abstand d , zu einer konstruktiven Interferenz wenn die Bedingung des Bragg'schen Gesetzes

$$m\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (2.9)$$

erfüllt ist (7). Die unter dem Winkel θ einfallenden Photonen werden elastisch an den Kristallebenen gestreut. Im Gegensatz dazu ist die Comptonstreuung ein inelastischer Prozess, bei dem vereinfacht ein Photon mit dem Impuls $p = \hbar k$ einen Teil seiner Energie an ein ruhendes Elektron mit der Energie mc^2 überträgt, und ein neues Photon mit der Energie $p' = \hbar k'$ entsteht. Das vormals ruhende Elektron erhält den Impuls $\hbar q' = \hbar(k - k')$. Das neu entstandene Photon wird unter dem Winkel ψ gestreut. Da der Comptoneffekt an beliebigen Elektronen stattfinden kann, ist im Gegensatz zur Thompsonstreuung keine Ordnung in der Emission der neuen Photonen gegeben, wodurch der Comptoneffekt als inkohärent bezeichnet wird.

In der Lithographie kann Streuung zu Ungenauigkeiten in der Strukturabbildung führen, ein Effekt der bei Lithographiemasken aus Kohlenstoff beschrieben wurde (50). Bei der multimodalen Röntgenbildgebung mittels Gitterinterferometer führt Streuung zu einer Degradation des Signals (8). Das Maß der Signaldegradation kann allerdings als Maß für die Streuung und damit für die Mikrostruktur der Probe betrachtet werden.

2.2 Gitterbasierte Röntgenbildgebung

Seit der Entdeckung der Röntgenstrahlung im Jahre 1895 hat die Nutzung dieser Strahlung für die Bildgebung kontinuierlich an Bedeutung gewonnen. Sowohl medizinische Anwendungen wie Radio-, Mammo- und Computertomographie, als auch Methoden der Materialprüfung und der Sicherheitstechnik wenden zu meist die Dämpfung der Strahlungsintensität beim Durchdringen von Materie, also die Absorption, als Kontrastmechanismus.

In der optischen Mikroskopie konnte mit dem Phasenkontrast durch Zernicke (59) die Bildgebung um den Modus des Phasenkontrasts erweitert werden: durch diese Methode wird es möglich, schwach absorbierende, aber unterschiedlich

2 Grundlagen

stark brechende optische Materialien zu unterscheiden. Im Bereich der Röntgenstrahlung ermöglichen unter anderem die Kristallinterferometrie nach Bonse-Hart (11), das Propagation-Based-Imaging (54) oder die analytator-basierte Bildgebung (26) die Darstellung der Phasenschiebung eines Materials. Eine Spezialform der analytator-basierten Bildgebung stellt die gitterbasierte Röntgenbildgebung mit einem Talbot-Laue-Interferometer dar (14; 16; 45).

Die gitterbasierte Bildgebung (*engl.: grating-based Imaging, GBI*) nutzt den Talbot-Effekt (55) der Selbstabbildung eines Gitters unter einer transversal kohärenten Beleuchtung. Das Gitterinterferometer erzeugt zunächst ein Referenzbild ohne Probe, anschließend wird ein Bild mit Probe aufgenommen. Das Selbstbild des Gitters erfährt eine Veränderung, die mit der Brechung in der Probe zusammenhängt (8). Über diesen Zusammenhang lässt sich eine Aussage über die Phasenschiebung in der Probe treffen. Weiterhin kommt es in der Probe zu Streuung, die den Hell-Dunkel-Kontrast des Selbstbildes verringert. Die GBI-Methode nutzt diese Signaldegradation als sogenanntes Dunkelfeldbild, um beispielsweise Aussagen über die Mikrostruktur von Proben machen zu können (8).

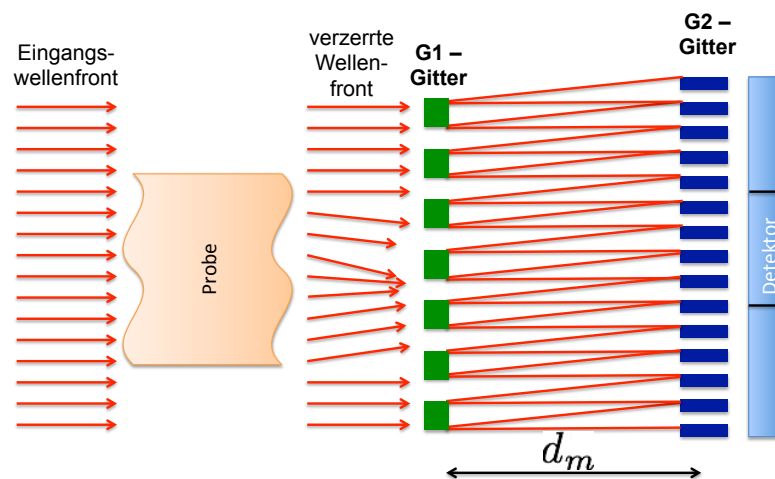


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau eines Talbot-Interferometers. Eine planare Wellenfront aus Röntgenstrahlung propagiert durch die Probe und erfährt dabei eine Verzerrung. Dadurch wird das Selbstabbild des G1-Gitters im G2-Gitter im Talbotabstand d_m ebenfalls verzerrt. (7)

Abbildung 2.1 zeigt den schematischen Aufbau eines Talbot-Interferometers: Röntgenstrahlung der Wellenlänge λ wird in einer Quelle erzeugt und passiert die Probe. In dem Phasengitter (G1), einer Gitterstruktur mit einer Schichtdicke, die bei der Designenergie des Interferometers einem Phasenschub von π oder $\pi/2$ entspricht, wird der eingehenden Wellenfront ein Phasenschub mit der Periode p_1 aufgeprägt. Wegen des Talbot-Effekts kommt es zur Selbstabbildung des Phasengitters in den Talbot-Abständen d_m (8):

2 Grundlagen

$$d_m = m \cdot \frac{p_1^2}{8\lambda} \quad (2.10)$$

mit $m = 1, 2, 3, \dots$. Die Selbstabbildung wird auf das G2-Gitter, oder Absorptionsgitter, und den Detektor projiziert. Ein derartiges Gitter ist notwendig, da bei praktikablen Wellenlängen die Gitterperioden p_1 , und damit die Perioden des Abbilds auf dem Detektor, kleiner sind als die üblicherweise verfügbaren Pixelgrößen von Röntgendetektoren (8; 30). Bei dem sogenannten *Phase-Stepping* wird durch ein schrittweises Verschieben des G2-Gitters das Talbot-Bild des Phasengitters abgetastet (45), siehe auch Abbildung 2.2. Aus der entstehenden *Stepping-Curve* kann die Intensitätsverteilung des Talbot-Bilds im Detektor bestimmt werden.

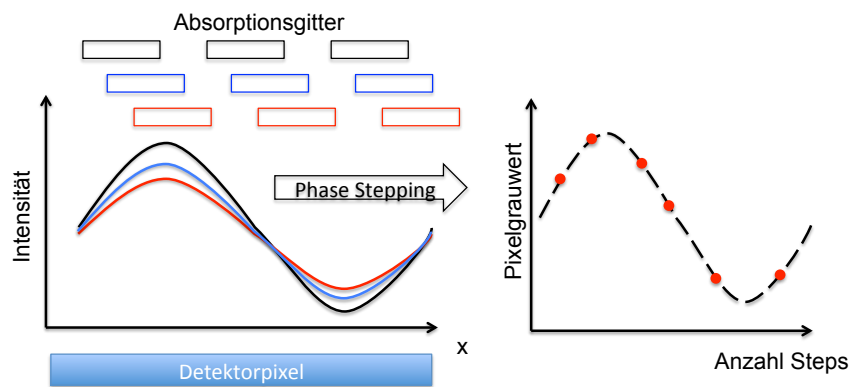


Abbildung 2.2: Phase-Stepping zur Abtastung des Intensitätsmusters auf dem Detektor. Das Talbot-Bild des G1-Gitters kann vom Detektor nicht aufgelöst werden. Durch schrittweises Verschieben des G2-Gitters in Schritten kleiner als der Periode ändert sich der Grauwert des Detektorpixels in Abhängigkeit des Ortes des G2-Gitters. Dadurch ist es möglich das Talbot-Bild zu rekonstruieren.

Aus Gleichung 2.10 ergibt sich ein direkter Zusammenhang zwischen der Wellenlänge der genutzten Strahlung, der Gitterperiode und den Talbot-Abständen. Bei höheren Photonenenergien werden demnach entweder größere Abstände zwischen den Gittern verlangt oder die Gitterperiode muss verkleinert werden. Das G2-Gitter soll einen möglichst guten Hell-Dunkel-Kontrast durch Absorption auf dem Detektor erzeugen. Ist dies nicht der Fall, so sinkt der Unterschied zwischen den Minima und Maxima der Stepping-Curve, die sogenannte *Visibility*.

2.3 Röntgentiefenlithographie

Die Röntgentiefenlithographie (RTL), oder Röntgenlithographie, zur Herstellung metallischer Mikrostrukturen wurde erstmals 1986 von E.W. Becker (9) im Rahmen des LIGA-Verfahrens beschrieben. Die ursprüngliche Anwendung bestand

2 Grundlagen

in der Herstellung von Trenndüsen für die Urananreicherung. Das Trenndüsenverfahren benötigte Strukturdetails mit kleinen lateralen Abmessungen im Mikrometerbereich bei gleichzeitig hohen Schichtdicken.

Diese hohen Aspektverhältnisse können durch die Verwendung von Röntgenstrahlung einer Synchrotronquelle erreicht werden. Im Vergleich zu der bei konventioneller Lithographie verwendeten UV-Strahlung, besitzt die Röntgenstrahlung eine höhere Eindringtiefe in die Photoresiste. Gleichzeitig ist wegen der kleineren Wellenlänge die Strukturauflösung der Schattenprojektion verbessert.

Die Notwendigkeit der Nutzung einer Synchrotronquelle ergibt sich nach Feiertag (18) durch die hohe Intensität der dort vorhandenen Strahlung, dem kontinuierlichen Spektrum und vor allem der geringen Divergenz der Strahlung. Insbesondere die geringe Divergenz sorgt für die Erreichbarkeit der extremen Vertikalitäten, wie sie kennzeichnend für das LIGA-Verfahren sind (41). Die Herstellung von für Röntgenlithographie geeigneten Masken wird in Abschnitt 2.5 separat diskutiert.

Wie bei der optischen Lithographie, dient bei der Röntgenlithographie elektromagnetische Strahlung zur Übertragung der Maskeninformationen in den Resist. Im Resist wird hierbei durch Absorption von Photonen Energie deponiert, die genutzt wird, um im Resist eine Reaktion auszulösen. Bei einem Positiv-Resist, wie z.B. PMMA, werden Kettenbrüche des Polymers induziert, das Molekulargewicht sinkt und die Löslichkeit in der Entwicklerlösung steigt (37).

Für die erfolgreiche Lithographie bedeutsame Faktoren bestehen aus der deponierten Dosis an der Oberfläche und in der Tiefe des Resists, der kritischen Dosis des Resistsystems und der Strahlungsleistung der Beamline. Wegen der Absorption der einfallenden Strahlung im Resist kommt es zu einem Unterschied in der an der Resistoberfläche deponierten Dosis zu der in der Tiefe, dem sogenannten Top-Bottom-Verhältnis. In verschiedenen Arbeiten (34; 46) wird auf die Notwendigkeit einer Minimierung dieses Verhältnisses hingewiesen. Die Intensität der einfallenden Strahlung, also die Leistung der Beamline, kann negativen Einfluss auf die Strukturqualität nehmen, beispielsweise indem sich die Maske stark erwärmt und dies zu thermischen Verzügen in den Absorberstrukturen führt (6). Gleichzeitig kann die Erwärmung des Resists die ablaufenden strahlenchemischen Reaktionen beeinflussen.

Neben der Fehlerquelle thermischer Verzüge aus zu hohen Leistungen, treten noch weitere negative Effekte bei der Röntgenlithographie auf. Bei der Absorption im Resist entstehen isotrop verteilte Photoelektronen mit Reichweiten, die von der Photonenenergie abhängen. Bei hohen Photonenenergien wird daher eine unerwünschte Dosis in unbelichtete Bereiche eingebracht, die die Auflösung reduziert (22; 39). Als Substrat für die Röntgenlithographie kommen üblicherweise mit einer metallischen Startschicht versehene Silizium-Wafer zur Anwendung. Die Startschicht dient dazu, die metallischen Mikrostrukturen galvanisch abscheiden zu können. Besitzen Maske oder Startschicht eine Absorptionskante im genutzten Spektrum, so entsteht an diesen Stellen Fluoreszenzstrahlung,

die ebenfalls für unerwünschte Dosiserträge sorgt (24). Eine ausführliche Diskussion dieser Effekte bei der Verwendung von Litho 2 zur Herstellung periodischer Strukturen mit hohen Aspektverhältnissen und Schichtdicken findet in Kapitel 2.6 statt.

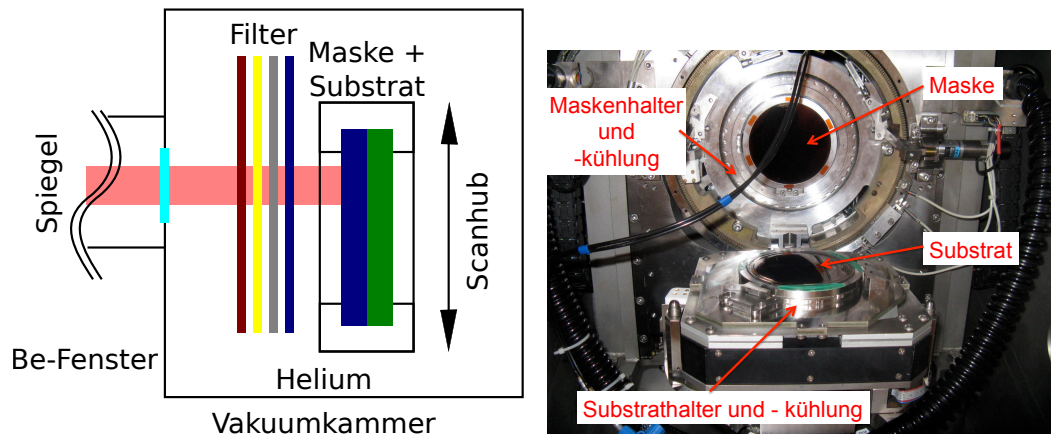


Abbildung 2.3: Links ein schematischer Aufbau eines Scanners für die Röntgentiefenlithographie, rechts ein Bild des geöffneten Scanners der Beamlinie Litho 1

Die Belichtung der Resistschicht erfolgt in einer geeigneten Bestrahlungseinrichtung, dem sogenannten Scanner. Die Strahlungskeule des Ablenkmagneten weist in vertikaler Richtung nur eine geringe Breite auf (10). Soll eine großflächige Belichtung erfolgen, ist es meist notwendig, Maske und Substrat in vertikaler Richtung über den Strahl zu scannen. In Abbildung 2.3 ist der prinzipielle Aufbau eines Lithographie-Scanners und ein Bild des Litho 1-Scanners dargestellt. Röntgenstrahlung erzeugt mit Luftsauerstoff Ozon, dieses kann Substrat, Maske oder Scanner beschädigen, daher werden Belichtungen in einer Heliumatmosphäre durchgeführt. Helium ist außerdem wegen der geringen Absorption der Strahlung von Vorteil, zusätzlich finden die Belichtungen unter einem reduzierten Druck von 100 mbar statt. Dies dient auch der Kühlung der Maske.

Um ein Substrat mit einer definierten Dosis zu belichten, sind üblicherweise mehrere Scanhübe notwendig. Die Berechnung der notwendigen Belichtungszeit, beziehungsweise der Anzahl der Hübe, erfolgt in der Software *DoseSim* (40). Der sogenannte Belichtungsaufwand, angegeben in $[mA \min cm^{-1}]$, wird aus dem Verhältnis der Tiefendosis in $[J cm^{-3}]$ und der Dosisrate an der Oberfläche des Resists in $[W cm^{-2} mA^{-1}]$ berechnet. Zur Bestimmung der Dosisrate nutzt *DoseSim* eine numerische Berechnung des Synchrotronspektrums und der Absorption in Filtern, Maske und Resist.

2.4 Resiste in der Röntgenlithographie

Für die optische Lithographie existiert mittlerweile eine Vielzahl an hoch spezialisierten Resisten. Für die Röntgenlithographie kommen im Wesentlichen zwei Resiste zum Einsatz: PMMA und SU-8, beziehungsweise SU-8-ähnliche Resiste. Die Motivation, SU-8 zu verwenden, gründet in der höheren Empfindlichkeit gegenüber PMMA, das etwa um einen Faktor 50 bis 100 höhere Belichtungs-dosen benötigt (34). Einen weiteren Vorteil stellt die hohe Chemikalienbeständigkeit von vernetztem SU-8 dar. Die Entwicklungszeit ist nicht wie bei PMMA oder AZ-Lack durch einen hohen Dunkelabtrag nach oben begrenzt. Außerdem kommt es bei den Strukturen während der galvanischen Abscheidung nicht zum Quellen (30). Del Campo und Greiner (13) geben einen sehr guten Überblick über die Verwendung von SU-8-Lacken in der UV-Lithographie, teilweise sind die Ergebnisse auch auf die Röntgenlithographie übertragbar.

Für die später vorgestellten Untersuchungen wird die im Rahmen des BMBF-geförderten *INNOLIGA*-Projekts entwickelte Resistformulierung *mr-X* verwendet (57). Im Vergleich zu den etablierten SU-8-Resisten zeichnet sich *mr-X* durch eine geringe Chargenschwankung, sowie eine reduzierte Empfindlichkeit aus (34). Die Entwicklung der Resistformulierung wird von Lemke (34) ausführlich beschrieben, der Resist ist kommerziell bei dem Unternehmen *MicroResistTechnologies* verfügbar. Parameter zur Prozessierung, wie Spinkurven, Trocknungs- und Temperschritte wurden zusammen mit dem KIT erarbeitet und in dieser Arbeit verwendet. Einen Überblick über die Festlegung der Parameter gibt Kenntner (30). Eine ausführliche Charakterisierung des experimentellen *mr-X* Resists wird von Kunka et al. in (33) vorgestellt.

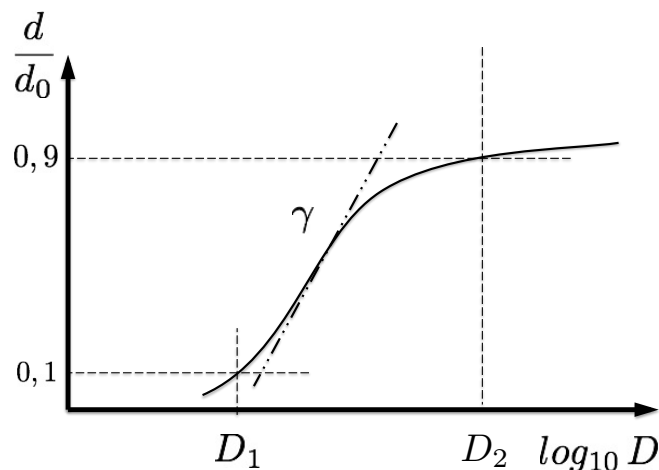


Abbildung 2.4: Prinzipielle Darstellung einer Kontrastkurve für einen Negativresist.

Zur Charakterisierung unterschiedlicher Resistchargen verwenden Kunka et al. (33) eine sogenannte Kontrastkurve. Diese wird wie folgt ermittelt: eine dünne

Lackschicht (etwa $10\ \mu\text{m}$) des zu untersuchenden Lacks wird auf einen Silizium-Wafer aufgebracht. Eine spezielle Maske erlaubt die Belichtung des Substrats mit einer Dosisvariation. Es entstehen Paare von Feldern, von denen jeweils eines mit der zu untersuchenden Dosis, das andere mit einer äußerst hohen, über das Substrat konstanten Dosis belichtet ist. Die Dosisvariation erfolgt über den Einbau von Filtern in das Testfeld der Maske.

Bei der Auswertung wird der Höhenunterschied zwischen der Resistoberfläche und dem Substrat gemessen. Die Schichtdicke wird hierbei in der Form d/d_0 normiert, d. h. dass die gemessene Schichtdicke im Testfeld auf die Schichtdicke des Referenzfeldes bezogen wird. Durch diese Normierung entfällt der Schrumpf des Resists als Einflussgröße auf die Messung der Restschichtdicke. Die normierte Restschichtdicke wird über dem Logarithmus der Dosis in die sogenannte Kontrastkurve eingetragen, in Abbildung 2.4 exemplarisch für einen Negativresist dargestellt (35).

Von Bedeutung sind die die Dosiswerte D_1 und D_2 : Die Dosis D_1 bezeichnet den Dosiswert, bei dem gerade noch 10% der ursprünglichen Resistdicke nach der Entwicklung vorhanden sind. D_2 beschreibt die Dosis, bei der nach der Entwicklung noch 90% der Resisthöhe vorhanden sind. Aus den beiden Werten lässt sich der Kontrast γ des Resists angeben (33):

$$\gamma = \left(\log_{10} \left(\frac{D_1}{D_2} \right) \right)^{-1} \quad (2.11)$$

Verallgemeinernd lässt sich sagen, dass sich höhere Kontraste positiv auf das Verhalten von Resisten in der Röntgenlithographie auswirken. Derartige Resiste zeigen geringere Empfindlichkeiten gegenüber Sekundäreffekten (Fluoreszenz, Photoelektronen) und erzeugen steilere Seitenwände als solche mit niedrigen Kontrasten (33).

2.5 Masken für die Röntgentiefenlithographie

Wie bei konventionellen Lithographieansätzen ist bei der Röntgenlithographie die für die Strukturierung relevante Information in der lateralen Gestalt der Absorberstrukturen auf der Maske enthalten (37). Im Gegensatz zu konventioneller Lithographie erfordert das verwendete Röntgenlicht Anpassungen bei den Absorbern und dem Maskensubstrat: Auch weiche Röntgenstrahlung durchdringt $0,1\ \mu\text{m}$ dicke Chromschichten, wie sie auf UV-Masken als Absorber verwendet werden. Gleichzeitig sind Maskensubstrate aus bis zu zwei Millimeter dickem Quarz-Glas nicht mehr röntgentransparent (37). Eine detaillierte Betrachtung des Stands der Technik von Röntgenmasken geben Göttert und Desta in „LIGA and Its Applications“ (17).

2 Grundlagen

Die Resttransmission durch die Absorberstrukturen bestimmt den Kontrast der Maske. Als Absorber wird in der Regel Gold verwendet (37), dessen hohe Atommasse für eine geringe Transparenz sorgt, und demnach nur in geringen Schichtdicken verwendet wird. Alternative Ansätze verwenden Wolfram (17; 28). Im Rahmen dieser Arbeit kommen im Wesentlichen Arbeitsmasken zum Einsatz, deren Goldabsorberdicke für die Verwendung an Litho 2 mindestens $15\ \mu\text{m}$ beträgt.

Es ist hier noch notwendig, eine Unterscheidung von Zwischen- und Arbeitsmasken zu treffen. Zwischenmasken werden lediglich mit sehr weichen Spektren verwendet, zum Beispiel an Litho 1. Wegen des weichen Spektrums sind zwei bis drei Mikrometer Gold als Absorber ausreichend (37). Steigt jedoch die zu strukturierende Resistdicke an, muss ein härteres Spektrum, wie das von Litho 2 verwendet werden. Da die direkte Strukturierung einer entsprechend dicken Goldschicht nahezu unmöglich ist (37), wird zunächst eine Zwischenmaske mit einem hochauflösenden Verfahren strukturiert. Diese Zwischenmaske wird dann in einem weichen Röntgenspektrum in eine Resiststruktur kopiert. Da mit der Röntgenlithographie hohe Aspektverhältnisse erzeugt werden können, ist es so möglich, eine Arbeitsmaske mit kleinen Strukturdetails herzustellen.

Zur Strukturierung der Absorber werden unterschiedliche Technologien verwendet: Für hochauflösende Zwischenmasken mit Details im Nanometerbereich wird in der Regel Elektronenstrahlolithographie verwendet (37), direkt schreibende Laserlithographie erreicht für Zwischenmasken Auflösungen von ein bis zwei Mikrometern (29). Zur Herstellung von Arbeitsmasken wird entweder eine Röntgenkopie einer Zwischenmaske angefertigt, oder, falls die Anforderungen an die Strukturgenauigkeit geringer sind, die Maske direkt durch UV-Lithographie strukturiert (50; 17).

Ebenfalls abhängig vom Einsatzzweck der Maske ist das mögliche Maskensubstrat. Zwischenmasken werden häufig aus einer $2,7\ \mu\text{m}$ dicken, durch Sputtern hergestellten Titanmembran hergestellt (52). Als Alternative konnten in der Vergangenheit Maskenmembranen aus Nickel (58) und Polyimid (5) entwickelt werden, beide sind für weiche Röntgenspektren geeignet. Für Arbeitsmasken kann ebenfalls eine Titanmembran verwendet werden (37), außerdem ist die Verwendung von Beryllium (37), Kohlenstoff (50), Glaskohlenstoff (27) sowie Silizium möglich.

Für die vorliegende Arbeit werden als Zwischenmasken vorwiegend durch Elektronenstrahlolithographie hergestellte Masken auf Titan-Basis genutzt. Die Zwischenmaske zur Gittercharakterisierung in Kapitel 4.2 wird mittels direkt schreibender Laserlithographie auf Basis einer Polyimid-Membran hergestellt. Als Membran für Arbeitsmasken werden Silizium und Nickel verwendet, im Fall der Auflösungsstests außerdem Polyimid, das allerdings durch Silizium ergänzt wird.

2 Grundlagen

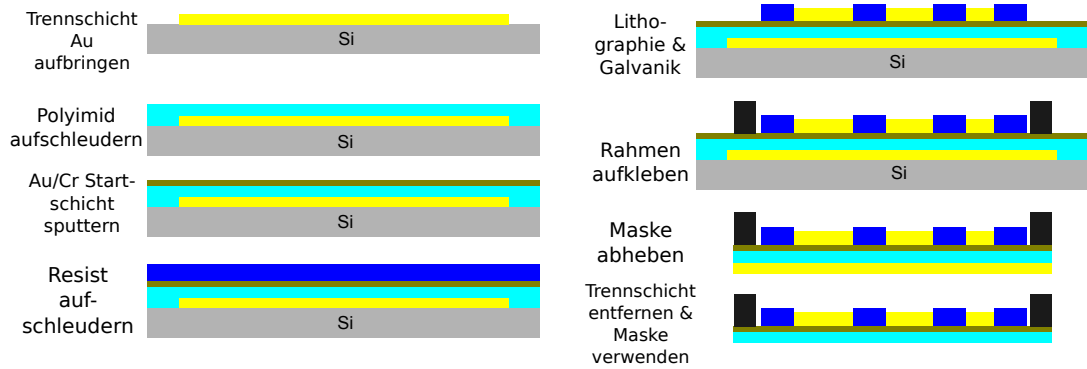


Abbildung 2.5: Prozessfolge zur Herstellung einer Polyimidmaske.

2.5.1 Herstellung von Masken aus einer Polyimidmembran

Die Herstellung von Polyimidmasken erfolgt analog zur Herstellung einer Titanmaske (37): Aufbringen einer Trennschicht auf ein Substrat, Aufbringen der Maskenmembran, der Startschicht und des Resists. Nach erfolgter lithographischer Strukturierung und Entwicklung werden Goldabsorber in die Strukturen galvanisch abgeschieden und die Maske abgehoben. Der Prozesslauf ist in Abbildung 2.5 dargestellt.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Masken auf Kaptonbasis im wesentlichen als Zwischenmasken an Litho 1 eingesetzt. Die lithographische Strukturierung erfolgte in der Regel mit direkt schreibender Laserlithographie.

2.5.2 Arbeitsmasken aus Silizium

Um Belichtungen an Beamlines mit hohen Bestrahlungsleistungen durchzuführen, sind Masken aus dünnen Metall- oder Kunststofffolien nur bedingt geeignet (6). Für die später durchgeführten Untersuchungen an Litho 2 wurden Masken aus dünnen Siliziumwafern verwendet.

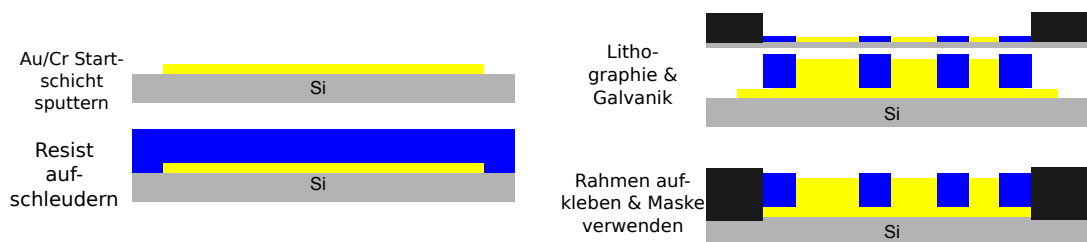


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung des Prozesses zur Herstellung einer Arbeitsmaske aus dünnem Silizium durch Kopie einer Röntgenzwischenmaske.

Abbildung 2.6 zeigt die Herstellung einer Siliziumarbeitsmaske durch die Kopie einer Röntgenzwischenmaske an Litho 1. Die etwa 100 µm dicken Siliziumwafer

können direkt prozessiert werden. Das Sputtern der Chrom-Gold-Startschicht, das Spin-Coating, die Belichtung, Entwicklung und Galvanik erfolgen in den üblichen Anlagen und Vorrichtungen. Der Herstellungsprozess endet mit dem Aufkleben eines stabilisierenden Maskenrahmens aus Edelstahl auf den Siliziumwafer.

Alternativ zu der Kopie einer Zwischenmaske kann auch eine dicke Resistschicht durch direktes Laserschreiben strukturiert werden. Dieses Verfahren eignet sich zur direkten Herstellung von Arbeitsmasken für Strukturen mit geringeren Anforderungen an die Strukturtreue, z.B. Zahnräder. Für die Herstellung von Gitterstrukturen mit Perioden kleiner als $10\ \mu\text{m}$ ist dieses Vorgehen nicht geeignet.

2.6 Sekundäreffekte bei der Röntgenlithographie und deren Einfluss auf die Strukturqualität

Die in Abschnitt 2.1 eingeführten Interaktionsmechanismen zwischen Röntgenstrahlung und Materie sind in der Röntgenlithographie von Bedeutung für die erzielbaren Strukturqualitäten und Auflösungen. In den folgenden Abschnitten erfolgt eine Betrachtung verschiedener Einflussgrößen auf die Ergebnisse von röntgenlithographischer Mikrostrukturierung in Bezug zur Herstellung periodischer Gitterstrukturen mit extremen Aspektverhältnissen durch LIGA. Diese Betrachtung ist rein qualitativer Natur.

2.6.1 Resttransmission durch die Maskenabsorber

Die Dicke der Absorber einer Röntgenmaske ist endlich, je nach Herstellungsverfahren auf Schichtdicken zwischen $3\ \mu\text{m}$ und $50\ \mu\text{m}$ beschränkt (37). Eine vollständige Absorption der Röntgenstrahlung ist nicht möglich, es kommt immer zu einer Resttransmission.

Griffiths et al. (23) liefern einen Zusammenhang zwischen der erreichbaren Seitenwandtoleranz im LIGA-Verfahren und der Absorberdicke auf der Röntgenmaske. Göttert und Desta (17) liefern für PMMA und SU-8 charakteristische Kontrastkurven, die spezifisch für eine Resistdicke, ein Top-Bottom-Verhältnis und einer Beamline eine optimale Golddicke für Maskenabsorber angeben.

In unbelichtete Bereiche wird eine Dosis durch Resttransmission eingebracht. Diese ist von der Beamline, den genutzten Filtern, der Absorberdicke und der Belichtungszeit abhängig, eine Berechnung kann beispielsweise mit DoseSim (40) erfolgen. Als einzelner Effekt ist die Dosis aus Resttransmission unkritisch. Allerdings wird diese Dosis mit weiteren Einflüssen überlagert, dadurch kann lokal die Vernetzungsdosis des Resists überschritten werden. Beispielsweise zeigen

Pantenburg und Mohr (43), dass Strahlung die nicht in den Maskenabsorbern absorbiert wird, in der Lage ist in den abgeschatteten Bereichen Sekundäreffekte aus der Startschicht auszulösen.

2.6.2 Fluoreszenz aus der Startschicht

In Kapitel 2.1 wurde die Entstehung von Fluoreszenzstrahlung aus einem bestrahlten Material bereits besprochen. Von Interesse für diese Arbeit ist das Verhalten der Titanstartschicht bei Belichtungen an Litho 2 (42). Da nahezu das gesamte Spektrum der Beamline über der K_α -Kante von Titan liegt, emittiert die Startschicht Fluoreszenzphotonen.

Nach Griffiths und Ting (24) lässt sich folgender Zusammenhang zwischen der Intensität von Fluoreszenzemission $Y(x', y', z')$ der an der Stelle (x', y', z') in der Startschicht absorbierten Intensität $q(x', y', z')$ herstellen:

$$Y(x', y', z') = \phi_K \omega_K \sum_{j \geq K} q_j(x', y', z') \frac{E_K}{E_j} \delta E_j \quad (2.12)$$

mit den Parametern:

- ϕ_K als Wahrscheinlichkeit für eine Leerstelle der K-Schale
- ω_K als Fluoreszenzwahrscheinlichkeit
- E_K der charakteristischen Energie der Fluoreszenzstrahlung
- E_j der Photonenenergie im Spektrum
- δE_j der halben Bandbreite des zur Integration verwendeten Energieintervalls

Für dünne Startschichten, deren Dicke d_S kleiner ist als die Eindringtiefe λ_K der charakteristischen Strahlung, kann davon ausgegangen werden, dass nur eine geringe Abschwächung der Fluoreszenz innerhalb der Schicht erfolgt. Daher lässt sich obiger Ausdruck vereinfachen zu:

$$Y(d_S) = \phi_K \omega_K I_{abs,Sub}(d_S) \quad (2.13)$$

und liefert damit den Zusammenhang zwischen Emission $Y(d_S)$ und der in der Schicht absorbierten Intensität $I_{abs,Sub}(d_S)$ in einer Schicht der Dicke d_S . Die absorbierte Intensität berechnet sich aus der Summe der Intensitäten der Photonenenergien mit $E_j \geq E_K$.

Die entstehende Strahlung wird in alle Richtungen emittiert und im Resist absorbiert. Aufgrund der isotropen Form der Emission kommt es zu einer Abschwächung der Intensität nach dem Abstandsquadratgesetz, zusätzlich zu einer

2 Grundlagen

Dämpfung nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz durch Absorption. Bei Vernachlässigung der Dämpfung in der Startschicht, lässt sich dies folgendermaßen als Dämpfungsfunktion ausdrücken:

$$f(x, y, z, x', y', z') = \frac{1}{4\pi r^2} \times e^{-\frac{r}{\lambda_K}} \quad (2.14)$$

Wobei r den Abstand des Punktes im Resist (x, y, z) zu dem Ursprungspunkt der Strahlung (x', y', z') beschreibt. Die Koordinate z' beschreibt die Tiefe des Ursprungs in der Startschicht, kann also nach der vorher getroffenen Vereinfachung vernachlässigt werden.

Zur Intensität im Punkt (x, y, z) tragen alle belichteten Bereiche der Startschicht bei, also alle Punkte (x', y') . Die Intensität lässt sich folgendermaßen ausdrücken:

$$I_{Fluo}(x, y, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} Y(d_S) \frac{1}{4\pi r^2} \times e^{-\frac{r}{\lambda_K}} dx' dy' \quad (2.15)$$

Vereinfacht ist die im Resist an der Stelle (x, y, z) deponierte Dosis abhängig vom Abstand dieser Stelle zu den Emissionszentren, also den belichteten Bereichen, und zwar in Form des Terms $\frac{1}{4\pi r^2}$. Die aus den fluoreszierenden Bereichen entstammende Strahlung wird im Resist nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz (7) absorbiert.

Der Einfluss von Fluoreszenz besitzt eine große Reichweite, allerdings nur in kurzen Entfernungen eine hohe Intensität (19). Pantenburg und Mohr (43) zeigen den Einfluss von Fluoreszenz aus einer Titanmaske auf die Strukturqualität von PMMA-Strukturen.

2.6.3 Photoelektronen aus dem Resist

Der Mechanismus für die Entstehung von Photoelektronen ist bereits in Kapitel 2.1 beschrieben. In diesem Abschnitt werden Konsequenzen für die Herstellung von Gitterstrukturen mit Röntgenlithographie diskutiert.

Bei einer vollständig belichteten Fläche wird eine homogene Dosis abgelagert. Die Absorption des Resists kann nicht vernachlässigt werden. Daher ist die Oberflächendosis D_{top} an der Resistoberkante immer größer als die Tiefendosis D_{bottom} . Demnach gilt für das Top-Bottom-Verhältnis: $\frac{D_{top}}{D_{bottom}} > 1$. Die Dosis ist eine Funktion der Tiefe z im Resist: $D = f(z)$, die Dosis aus Photoelektronen D_{photo} ist proportional zu der Primärdosis, also ist auch diese abhängig von der Schichtdicke: $D_{photo} = f(z)$.

Eine Absorberkante definiert einen Sprung in der Dosis, somit gilt $D = f(x, z)$. Wegen den Photoelektronen ist dieser Sprung jedoch nicht unendlich steil (siehe Abbildung 2.7). In Abhängigkeit von der Energie der absorbierten Photonen

2 Grundlagen

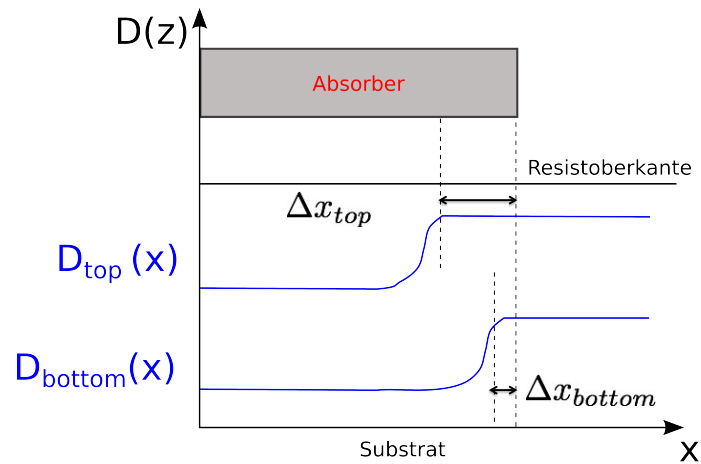


Abbildung 2.7: Skizze zur Verschmierung der Photoelektronendosis D_{photo} an einer Absorberkante. Wegen der höheren Primärdosis an der Resistoberfläche ist hier auch die unter den Absorber eingetragene Sekundärdosis im Vergleich zu tieferen Resistschichten erhöht.

bildet sich eine Verschmierungszone der Breite Δx aus. Der Wert von Δx ist im wesentlichen abhängig von der Energieverteilung der Photoelektronen, bzw. der absorbierten Photonen.

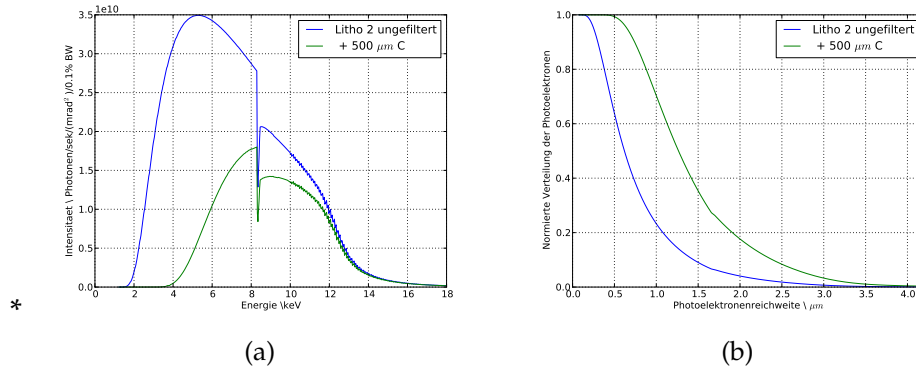


Abbildung 2.8: Spektrum von Litho2 ohne Filterung und mit einem 500 μm dicken Kohlenstofffilter (a). Die Verteilung der Photoelektronenreichweiten (b) verschiebt sich entsprechend der Aufhärtung des Spektrums.

In Abbildung 2.8 ist das Spektrum der Beamline Litho 2 von ANKA ohne Filter gezeigt, außerdem das durch einen 500 μm dicken Kohlenstofffilter modifizierte Spektrum. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Filterung die niederenergetischen Anteile des Spektrums stärker dämpft als die hochenergetischen. Dies spiegelt sich in der Verteilung der normierten Photoelektronenreichweiten in Abbildung 2.8(b) wieder. Beim ungefilterten Spektrum erreichen 50% der Elektronen eine Reichweite von 0,6 μm ; wird ein Filter verwendet so erreichen 50% der Elek-

2 Grundlagen

tronen einen Abstand von $1,27\ \mu\text{m}$ von der Absorberkante. Die Berechnung der Reichweiten erfolgte hier nach Cole (15) (vgl. Abschnitt 2.1.2).

Erweitert man die Betrachtung des Einflusses von Photoelektronen von einer einzelnen Absorberkante auf eine Gitterstruktur mit der Periode p so zeigt sich, dass sich die Effekte aus benachbarten belichteten Bereichen überlagern. Abbildung 2.9 zeigt ein derartiges Gitter. Die Absorber der Breite $p/2$ sind in Abständen einer halben Periode p in x -Richtung angeordnet. Zwischen zwei Absorbern wird demnach ein Bereich der Breite $p/2$ belichtet. Aus diesen Bereichen werden Photoelektronen unter die Absorberkanten emittiert. Ist die Reichweite von Photoelektronen größer als eine viertel Periode, so werden die Emissionen der beiden benachbarten belichteten Bereiche überlagert, und die Sekundärdosen addieren sich.

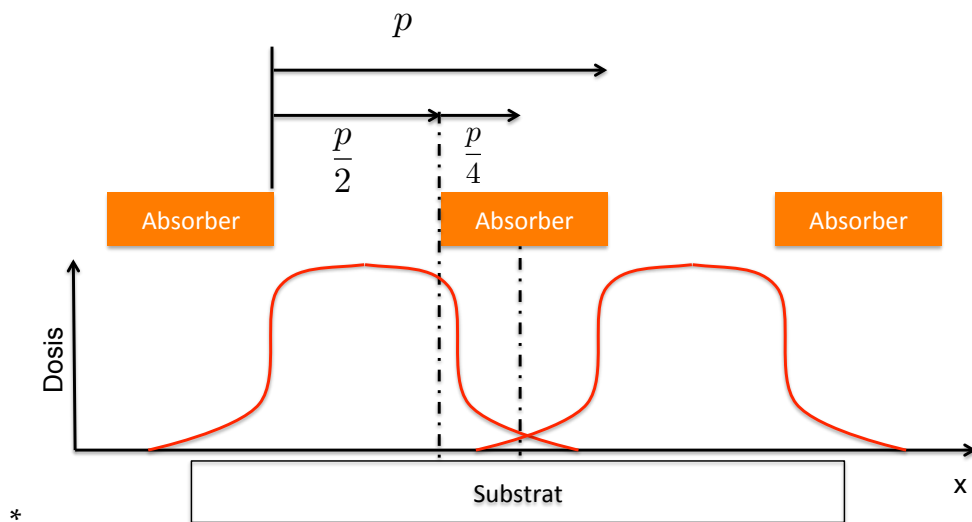


Abbildung 2.9: Einfluss von Photoelektronen aus belichtetem Resist auf die Dosis unter den Absorbern bei einer Gitterstruktur mit der Periode p . Die Einflüsse benachbarter Belichtungszone überlagern sich wenn die Reichweite von entstehenden Photoelektronen größer ist als $p/4$.

Wie sich die Reichweitenverteilung der emittierten Photoelektronen auf mögliche Linienbreitenänderungen oder die Herstellbarkeit von Gitterstrukturen auswirkt ist von den Eigenschaften des verwendeten Resists abhängig. Vereinfacht lässt sich folgende Überlegung anstellen: in der Kontrastkurve beschreibt die Dosis D_1 den Wert der Dosis, bei dem 10% der ursprünglichen Resistschichtdicke nach der Entwicklung auf dem Substrat verbleiben. Wird also durch Sekundäreffekte, hier durch Photoelektronen, im Abstand Δx von einer Absorberkante eine Dosis größer als D_1 eingebracht, entstehen an dieser Stelle nicht mehr entwickelbare Reste. Nimmt man weiter an, dass die Dosis aus Photoelektronen der Reichweitenverteilung nach Cole folgt, dass also wenn zum Beispiel 50% der Elektronen eine Reichweite von einem Mikrometer besitzen, in diesem Abstand eine Dosis von 50% der Primärdosis deponiert wird, so lässt sich eine Abschätzung der Dosis-

verteilung im Resist treffen. Das Verhältnis von D_0 zur Primärdosis D kann dann eine Aussage darüber liefern, in welchem Abstand von der Absorberkante Reste zu erwarten sind. Für den Resist K108 ergibt sich für D/D_1 ein Wert von 0.63, bei einer nominellen Tiefendosis von 60 J/cm^3 . Für die in Abbildung 2.8(b) gezeigten Reichweitenverteilungen ergibt sich damit ein Abstand von ca. $0,51 \mu\text{m}$ für das ungefilterte und $1,13 \mu\text{m}$ für das mit Kohlenstoff gefilterte Spektrum von Litho 2. Bei der Herstellung von Gitterstrukturen ist dementsprechend der Einfluss von zwei benachbarten belichteten Bereichen zu berücksichtigen.

Quantitativ belastbare Aussagen zu dem Einfluss von Photoelektronen erfordern den Einsatz von Monte-Carlo Simulationen (38; 39). Der Fokus der vorliegenden Arbeit liegt auf der Prozessoptimierung, deshalb wurde von derartigen Berechnungen Abstand genommen. Die Betrachtungen dieses Abschnitts lassen jedoch einige Aussagen zu den Einflüssen von Photoelektronen auf die Herstellung von Gitterstrukturen zu: das Spektrum darf nicht zu hart sein, gleichzeitig sind geringe Top/Bottomverhältnisse anzustreben. Dies gilt, da eine notwendige Haftungsdosis als Tiefendosis nicht unterschritten werden kann, gleichzeitig eine zu hohe Oberflächendosis eine Vernetzung in den unbelichteten Bereichen an der Resistoberfläche auslösen würde. Eine reduzierte Primärdosis wird sich positiv auf die kleinsten herstellbaren Strukturen bei einem gegebenen Spektrum auswirken, ebenso die Verwendung eines Resists mit einem hohen Kontrast, beziehungsweise einem hohen Verhältnis von D/D_1 .

2.6.4 Photoelektronen aus der Startschicht

In der Regel werden die Substrate für die Röntgenlithographie mit einer metallischen Startschicht beschichtet. Teilweise dient diese Schicht als Haftvermittler zwischen Resist und Silizium (41). Die wichtigste Funktion besteht aber darin, die galvanische Metallabscheidung zu ermöglichen. Wie im Resist werden auch in der Startschicht Photonen absorbiert. Es kommen fast ausschließlich metallische Startschichten in der Röntgenlithographie zur Anwendung. Deren Absorption ist um ein Vielfaches größer als die Absorption im Resist.

Ebenso wie bei der Absorption im Resist entstehen damit in der Startschicht Photoelektronen, die zumindest teilweise in den Resist emittiert werden. In den belichteten Bereichen nimmt dies keinen negativen Einfluss, an der Absorberkante ist wiederum der Einfluss auf den unbelichteten Bereich zu berücksichtigen. Meyer et al. (38) zeigen, dass die Dosis aus der Startschicht ein Vielfaches der primären Dosis betragen kann.

Folgt man der Argumentation von Meyer et. al, so ist in der Nähe der Absorberkanten mit einem Dosisbeitrag zu rechnen. Dies führt zur Bildung einer Haut am Boden von Strukturen, wie in Abbildung 2.10 dargestellt. Die gezeigte Struktur wurde an Litho 1 hergestellt. Wegen der geringen Reichweiten der Photoelektronen bei diesem Belichtungsspektrum bildet sich lediglich eine dünne Resist-schicht als Haut aus.

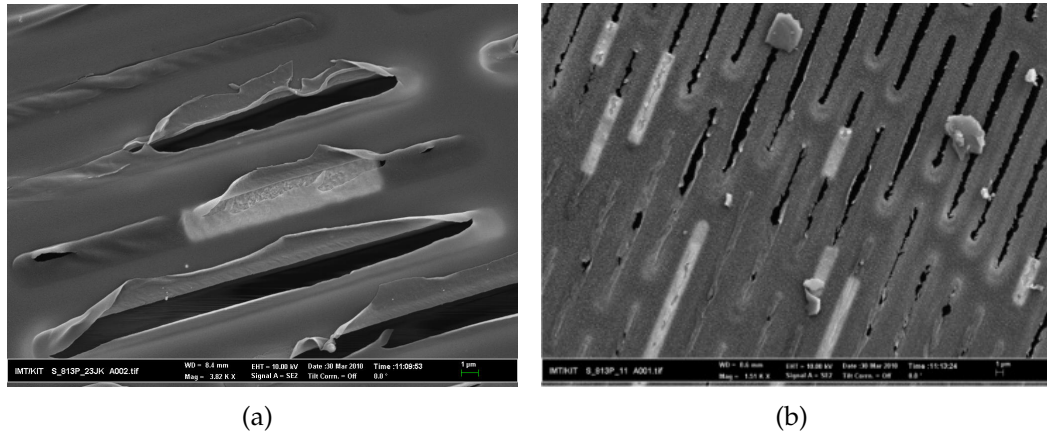


Abbildung 2.10: Unterseite der Resiststrukturen eines Gitters mit Periode $2,4 \mu\text{m}$, hergestellt an Litho 1. Die Kombination von Resttransmission durch die Goldabsorber und die Emission von Photoelektronen aus der Startschicht führt zur Bildung einer dünnen Haut.

Der Einfluss der Startschicht-Photoelektronen ist im Gegensatz zu den Photoelektronen aus dem Resist auf die unmittelbare Nähe zur Startschicht beschränkt. Bei einer metallischen Startschicht ist die Ausbildung einer Haut nicht zu verhindern.

2.6.5 Thermische Einflüsse bei der Belichtung

Bei Belichtungen in der Röntgenlithographie wird ein Teil der einfallenden Strahlung in den Maskenabsorbern und der Maskenmembran absorbiert. Die absorbierte Energie führt zu einer thermischen Last auf die Maske. Feiertag et al. (20) zeigen diesen Einfluss mit Hilfe von Simulationen und Experimenten am Beispiel von Masken aus Diamant, Titan und Beryllium. Da Maske und Substrat über den Strahl gescannt werden und die Strahlbreite kleiner als die Maskenbreite ist, ergibt sich ein Sägezahnprofil der Temperatur über der Zeit. Shareef et al. (53) zeigen die Einflüsse thermischer Deformation auf die Übertragungsgenauigkeit von Mikrostrukturen in der Röntgenlithographie. Hier wird ebenfalls gezeigt, dass eine Belichtung unter einer Helium-Atmosphäre eine geringere Erwärmung der Maske zur Folge hat als eine Belichtung unter Vakuum. Simulationen von Achenbach et al. (6) zeigen thermische Deformationen von $0,74 \mu\text{m}$ für Titanmasken und $0,03 \mu\text{m}$ für Berylliummasken.

Bei dem in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Wechsel von der Beamline Litho 1 zu Litho 2 ist zu erwarten, dass thermische Effekte einen Einfluss auf die Strukturqualität nehmen. Die Bestrahlungsleistung von Litho 2 ist etwa um den Faktor 65 größer als die von Litho 1. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit die Bestrahlungsleistung von Litho 2 zu reduzieren.

2.6.6 Divergenz der Synchrotronstrahlung

Obwohl Synchrotronstrahlung annähernd parallel ist, existiert eine gewisse Divergenz. Feiertag et al. (19) berechnen für eine Divergenz von 0,2 mrad zusammen mit der Fresnel-Beugung die Dosisverteilung in Resist unter Absorberkanten. Dabei zeigt sich, dass der Einfluss der Divergenz im Vergleich zur Beugung sehr klein ist.

Falls bei der Herstellung ein Einfluss der Strahldivergenz auf die Strukturqualität vorliegen sollte, so ist wegen der Anisotropie der Strukturen eine starke Abhängigkeit des Effekts von der Ausrichtung der Strukturen relativ zum Synchrotronstrahl zu erwarten.

2.6.7 Überlagerung der Effekte

Die vorigen Abschnitte behandeln qualitativ die unterschiedlichen bei einer Röntgenbelichtung auftretenden physikalischen Sekundäreffekte, die einen Einfluss auf die Strukturqualität nehmen. In der Literatur liefern Simulationen und experimentelle Untersuchungen quantitative Zusammenhänge zwischen einzelnen (38; 39) oder mehreren (19; 22) Sekundäreffekten und den erzielbaren Strukturqualitäten und Seitenwandsteilheiten. Für die vorliegende Arbeit werden diese Effekte herangezogen, um die verlangte Prozessoptimierung durchzuführen.

In Abbildung 2.11 sind die Verhältnisse bei der Belichtung noch einmal zusammengefasst. Die Absorberkanten werden durch die Fresnel-Beugung und die Strahldivergenz verschmiert. In den belichteten Resistbereichen entstehen Photo- und Augerelektronen, diese tragen ebenfalls eine Dosis in die Resistbereiche unter den Absorbern ein. Wie in Abschnitt 2.6.3 ausgeführt, ist bei dem Spektrum von Litho 2 darum mit einem Einfluss der Photoelektronen auf die darstellbare Gitterperiode zu rechnen.

Die Maske erfährt bei der Belichtung eine thermische Belastung, gleichzeitig kann sie, entsprechendes Material der Membran vorausgesetzt, eine Quelle von Fluoreszenzstrahlung sein. In der vorliegenden Arbeit wird auf den Einsatz von Titan-Masken an Litho 2 verzichtet. Daher kann diese Fluoreszenz vernachlässigt werden. Im Gegensatz dazu ist davon auszugehen, dass die Fluoreszenz aus der Titan-Startschicht einen Einfluss auf die Strukturqualität nehmen wird.

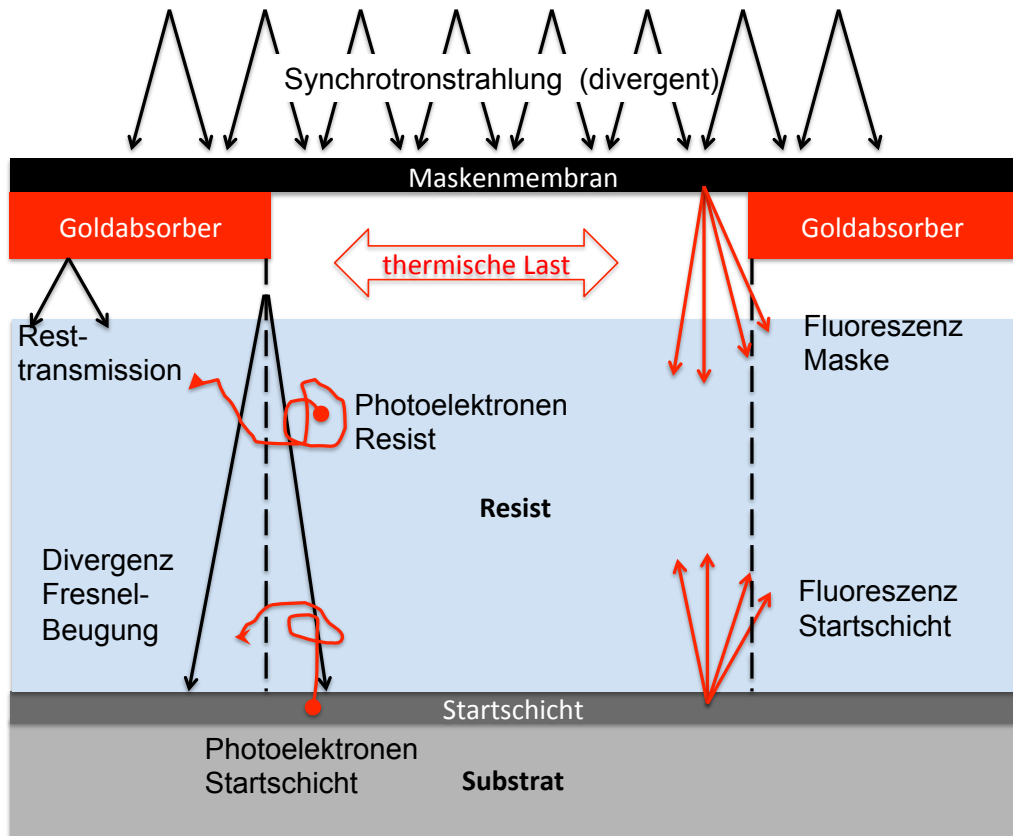


Abbildung 2.11: Zusammenwirken physikalischer Effekte bei einer Röntgenbelichtung

3 Stand der Technik

Das LIGA-Verfahren ist wegen der erreichbaren hohen Aspektverhältnisse geeignet, Gitterstrukturen herzustellen (12; 30; 46). Die folgenden Abschnitte beschäftigen sich mit dem Stand der Gitterherstellung durch Röntgenlithographie. Ziel dieser Arbeit ist es, den aktuellen Stand der Technik bezüglich der Gitterdicke zu übertreffen. Abschnitt 3.2 beschäftigt sich deshalb mit den Belichtungsbedingungen an der Beamline Litho 2 von ANKA.

3.1 Gitterherstellung mit Röntgenlithographie

Die Herstellung von Gittern für die multimodale Röntgenbildgebung mittels Röntgenlithographie ist in den Arbeiten von Kenntner (30) und Reznikova (46) bereits grundlegend beschrieben. Börner et al. (12) weisen auf Gestaltungsregeln für Gitterstrukturen hin.

Die vorgestellten Prozesse erreichen im Extremfall Aspektverhältnisse von bis zu 100 bei Schichtdicken zwischen 100 μm und 120 μm . Unter stabilen Prozessbedingungen werden Aspektverhältnisse von 70 regelmäßig erreicht (33).

Der Herstellungsprozess für die Gitter entspricht den Schritten des LIGA Verfahrens (37): lithographische Erzeugung der Gitter in einer Resistmatrix und galvanisches Füllen der entwickelten Strukturen mit Gold. Die Lithographie erfolgt beispielsweise an der Beamline Litho 1 des Elektronensynchrotrons ANKA. Das durch einen Spiegel modifizierte Spektrum besitzt eine maximale Energie von 3,2 keV. Gleichzeitig ist die Leistung der Beamline gegenüber der ursprünglichen Strahlungsleistung des Ablenkmagneten reduziert. Die Parameter von Litho 1 sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

Litho 1 ist gut geeignet zur Herstellung von Strukturen mit kleinen lateralen Abmessungen: bei der kurzen Wellenlänge können kleine Strukturen mit hoher Präzision gefertigt werden. Zwischenmasken sind mittels direkter E-Beam-Lithographie herstellbar. Die geringe Leistung wirkt sich durch einen geringen Wärmeeintrag in Maske und Resist positiv auf die Übertragungsgenauigkeit der Strukturen aus. Wärmebedingte Verzüge in den Strukturen wie von Achenbach et al. (6) beschrieben sind nicht erkennbar. Fluoreszenzeffekte aus Titan-Startschichten oder Masken sind nicht zu erwarten, da das gesamte Spektrum von Litho 1 unterhalb der K_{α} -Kante von Titan liegt.

Energiebereich	2,2 keV bis 3,2 keV
Quelle	1,5 T Bending Magnet, Radius: 5,556 m
Berylliumfenster	175 μm
Spiegel	Si + 200 nm Chrom, Winkel 15,4 mrad
Abstand Quelle - Maske	14,84 m
Abstand Quelle - Spiegel	8,61 m
Öffnung des Be-Fensters	20 mm x 110 mm (vertikal x horizontal)
Strahlbreite	108 mm
Bestrahlungsbedingungen	JenOptik Dex02 X-ray Scanner Belichtung unter 100 mbar Helium

Tabelle 3.1: Kennwerte der LIGA Beamline Litho 1 an ANKA (3)

Aus vorherigen Arbeiten lassen sich die Grenzen der Fertigung von Gitterstrukturen an Litho 1 ableiten (30): als maximal strukturierbare Schichtdicke ergibt sich ca. 120 μm Resist, bedingt durch die Eindringtiefe der Strahlung in den Resist. Wie in Abbildung 3.1 zu erkennen, steigt das Top/Bottom-Verhältnis der Dosis auf Werte größer 6 für Schichtdicken größer 100 μm bei Belichtungen ohne Vorfilter. Werden Vorfilter verwendet (üblicherweise solche aus dünnen Kaptonfolien), sinkt das Top/Bottom-Verhältnis, allerdings steigen die Belichtungszeiten stark an. Das Top/Bottom-Verhältnis sollte nach Reznikova (46) nicht größer als drei sein.

In Abbildung 3.2 ist der Einfluss von verschiedenen Kaptonfiltern auf das Spektrum von Litho 1 gezeigt. Mit zunehmender Filterdicke verschiebt sich der Schwerpunkt des Spektrums zu höheren Energien, gleichzeitig wird die Leistung stark reduziert. Die Leistungsreduzierung führt zu einer verlängerten Belichtungsdauer, kritischer ist jedoch die Aufhärtung des Spektrums. In Abbildung 3.2 ist dies daran zu erkennen, dass niederenergetische Photonen mit zunehmender Vorfilterdicke stärker absorbiert werden.

Die hohen Top/Bottom-Verhältnisse bei Belichtungen von 200 μm dicken Schichten lassen keine guten Ergebnisse bei der Gitterherstellung erwarten. Um die Ziele der Arbeit zu erreichen ist ein Wechsel zu einer Beamline mit höheren Photonenenergien und damit höheren Eindringtiefen notwendig.

3.2 Mikrostrukturierung an der Beamline Litho 2

Als Alternative zur Beamline Litho 1 steht bei ANKA die Beamline Litho 2 zur Verfügung (4). Im Gegensatz zu Litho 1 ist diese Beamline für die röntgenlithographische Strukturierung von Schichten mit Dicken zwischen 100 μm und 500 μm ausgelegt. Die Parameter von Litho 2 sind in Tabelle 3.2 angegeben.

In Abbildung 3.3 sind die Spektren der LIGA Beamlines Litho 1 und Litho 2 dargestellt. Im direkten Vergleich sind folgende Eigenschaften auffällig: Das Spek-

3 Stand der Technik

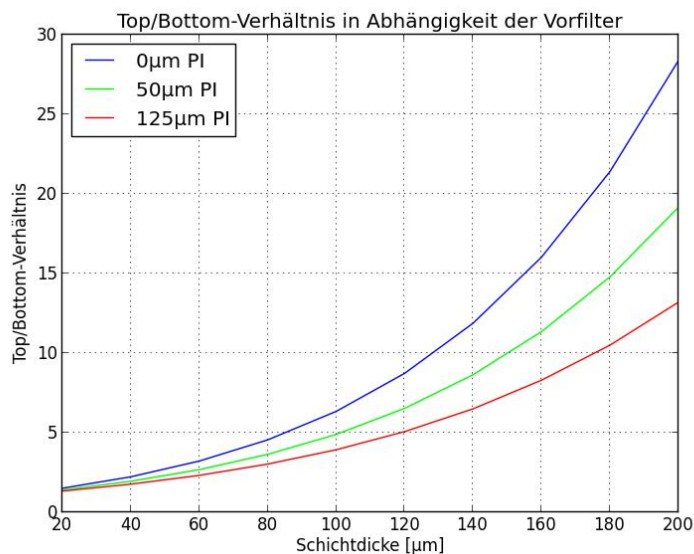


Abbildung 3.1: Darstellung der Abhängigkeit zwischen Top/Bottom-Verhältnis und zu belichtender Schichtdicke bei verschiedenen Vorfiltern. Maske 2,7 μm Titan, 7,5 μm Kapton (PI) zwischen Maske und Resist, Tiefendosis 120 J/cm³; Berechnung mit DoseSim (40)

trum von Litho 2 ist wesentlich breiter als das von Litho 1, Energien von 2 keV bis mehr als 15 keV sind vorhanden. Der Schwerpunkt des Spektrums liegt zwischen 6 keV und 8 keV. Gleichzeitig ist die Leistung von Litho 2 um etwa 65 mal größer als die von Litho 1.

Die Unterschiede zwischen Litho 1 und Litho 2 haben Konsequenzen für die Gitterfertigung. Das härtere Spektrum von Litho 2 wird zu größeren Photoelektronenreichweiten führen, die die Auflösung verschlechtern (43). Da der Hauptteil des Spektrums oberhalb der K_{α} -Kante von Titan liegt, werden Fluoreszenzeffekte aus Maske und Startschicht einen Einfluss auf die Strukturqualität haben (24).

Bei der Herstellung von Strukturen mit Abmessungen im Mikrometerbereich und hohen Anforderungen an die Periodizität ist die Empfindlichkeit gegenüber thermischen Verzügen, wie von Achenbach et al.(6) beschrieben, signifikant. Das macht es notwendig, die Bestrahlungsleistung zu reduzieren. Um die Reichweiten von Photoelektronen nicht übermäßig zu erhöhen, sollte dies möglichst ohne Aufhärtung des Spektrums geschehen.

Zur Leistungsbeeinflussung stehen verschiedene Methoden zur Wahl. Eine Modifikation der Synchrotronparameter oder des Spiegelwinkels sind zwar denkbar, jedoch mit hohem organisatorischen und experimentellen Aufwand verbunden. Daher bleiben diese Optionen unberücksichtigt. Alternativ bieten sich die Ver-

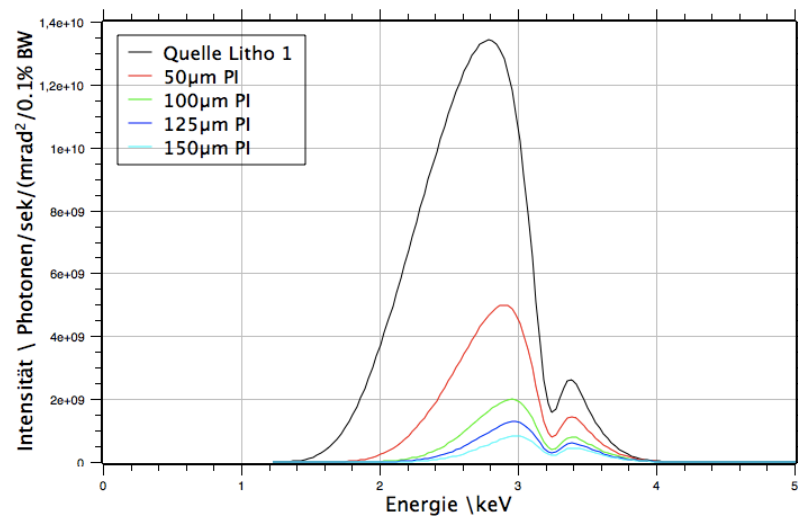


Abbildung 3.2: Spektren der Beamline Litho 1 mit Kaptonvorfiltern zwischen 50 und 150 µm Dicke. Deutlich ist die Verschiebung hin zu höheren Energien erkennbar, allerdings auch die damit einhergehende Leistungsreduzierung

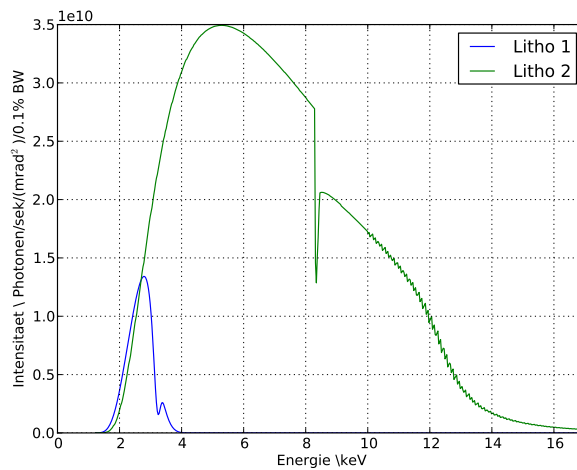


Abbildung 3.3: Spektren der LIGA-Beamlines Litho 1 und Litho 2 an ANKA. Beide Spektren werden durch Spiegel modifiziert. Als Folge der Spiegel ändert sich die Intensitätsverteilung, außerdem kommt es zu einer Veränderung der Leistung. Spektren berechnet mit DoseSim (40)

3 Stand der Technik

Energiebereich	2,2 keV bis 15 keV
Quelle	1,5 T Bending Magnet, Radius: 5,556 m
Berylliumfenster	175 μm
Spiegel	Si + 200 nm Nickel, Winkel 4,85 mrad
Abstand Spiegel - Scanner	5,532 m
Abstand Quelle - Spiegel	9,198 m
Öffnung des Be-Fensters	20 mm x 110 mm (vertikal x horizontal)
Strahlbreite	108 mm
Bestrahlungsbedingungen	JenOptik DexKFK X-ray Scanner Belichtung unter 100 mbar Helium

Tabelle 3.2: Kennwerte der LIGA Beamline Litho 2 an ANKA (4)

wendung eines zentralen Beamstops, die Filterung des Spektrums oder die Verwendung eines Choppers an.

In einem Synchrotronstrahl sind die spektralen Anteile nicht gleichmäßig über den Strahl in vertikaler Richtung verteilt. Hohe Energien finden sich eher in der Mitte des Strahls, niedrigere Energien am oberen und unteren Rand. Ein Metallblock, ein sogenannter Beamstop, der zentral in den Strahl eingebracht wird, kann unerwünschte, hochenergetische Anteile des Spektrums ausblenden (44). Da die exakte Lage des Beamstops im Strahl sich stark auf das Spektrum auswirkt, ist eine exakte Justage des Beamstops auf die Strahllage notwendig, außerdem ist sicherzustellen dass die im Beamstop absorbierte Leistung nicht zu einer thermischen Deformation desselben führt. Um eine möglichst einfache und vor allem reproduzierbare Fertigung zu realisieren, wurde auf diese Methode verzichtet.

Ebenfalls verzichtet wurde auf die Verwendung eines Choppers, da dieser lediglich die Bestrahlungsleistung reduziert, jedoch keine Änderung des Spektrums vornimmt. Es ist allerdings wünschenswert, die harten Anteile des Spektrums zu reduzieren. Hier liegt eine Stärke von Filtern. Wird als Filter ein Material mit einer Absorptionskante im Spektrum gewählt, sogenannte Kantenfilter, kann der Schwerpunkt des Spektrums modifiziert werden. Hierzu findet in Abschnitt 3.2.1 eine weiterführende Diskussion statt.

Ein Unterschied zu bestehenden Gitterherstellungsprozessen wird bei den genutzten Masken deutlich. Wegen des härteren Spektrums ist es notwendig die Goldabsorberdicke zu erhöhen. Soll die Dosis unter den Absorbern auf ca. 1% der nominellen Dosis reduziert werden, so sind nach Rechnungen mit DoseSim (40) mindesten 15 μm dicke Goldabsorber notwendig. Normale Masken bestehen aus einer Titanmembran, diese erzeugt aber an Litho 2 unerwünschte Fluoreszenzstrahlung (43). Als Alternative werden Masken aus 100 μm dickem Silizium oder dünnen Kaptonfolien verwendet. Als Substrate werden zunächst die etablierten Siliziumwafer mit einer Titan-Titanoxid-Startschicht verwendet (41). Ob

alternative Substrate nutzbar gemacht werden können wird in Kapitel 5.4.3 untersucht.

3.2.1 Kantenfilter zur Optimierung des Spektrums

Die Bedingungen an der Beamline Litho 2 sind nur bedingt für die Herstellung von Gitterstrukturen geeignet. Die hohe Bestrahlungsleistung ist zu reduzieren, um thermische Verzüge wegen zu hohem Wärmeeintrag in die Maske zu verhindern, siehe Abschnitt 2.6.5. Gleichzeitig ist eine möglichst geringe Aufhärtung des Spektrums anzustreben, da ansonsten die hohen Reichweiten entstehender Photoelektronen das Auflösen von Gitterstrukturen erschweren könnten, siehe Abschnitt 2.6.3. Neben den bereits in Abschnitt 3.2 verworfenen Optionen (Chopper, Beamstop, Änderung des Spiegelwinkels oder der Synchrotronparameter), besteht die Möglichkeit einen Kantenfilter zur Reduzierung der Leistung zu verwenden.

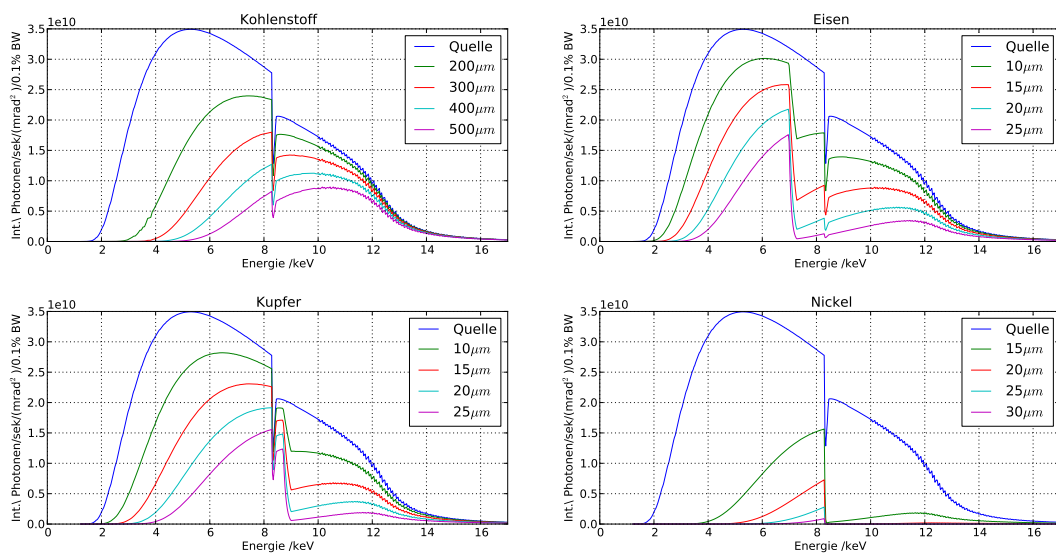


Abbildung 3.4: Filterung an Litho 2 mit unterschiedlichen Filtern. Kohlenstoff wirkt als kontinuierlicher Filter; Eisen, Kupfer und Nickel besitzen eine Kante im Spektralbereich von Litho 2. Bei den Kantenfiltern kommt es zu einer stärkeren Dämpfung der Energien oberhalb der jeweiligen Kante. Nickelfilter sind an Litho 2 besonders effizient, da der Spiegel ebenfalls auf Nickel besteht.

In Abbildung 3.4 sind mit unterschiedlichen Dicken von Kohlenstoff, Eisen, Kupfer und Nickel gefilterten Spektren von Litho 2 dargestellt. Kohlenstoff besitzt keine Absorptionskante im Spektrum von Litho 2, daher liegt eine kontinuierliche Filtercharakteristik vor: niederenergetische Anteile des Spektrums werden stärker, höherenergetische schwächer gedämpft. Die weiteren untersuchten Materialien besitzen eine Absorptionskante im Spektrum: Eisen bei 7,11 keV, Kupfer

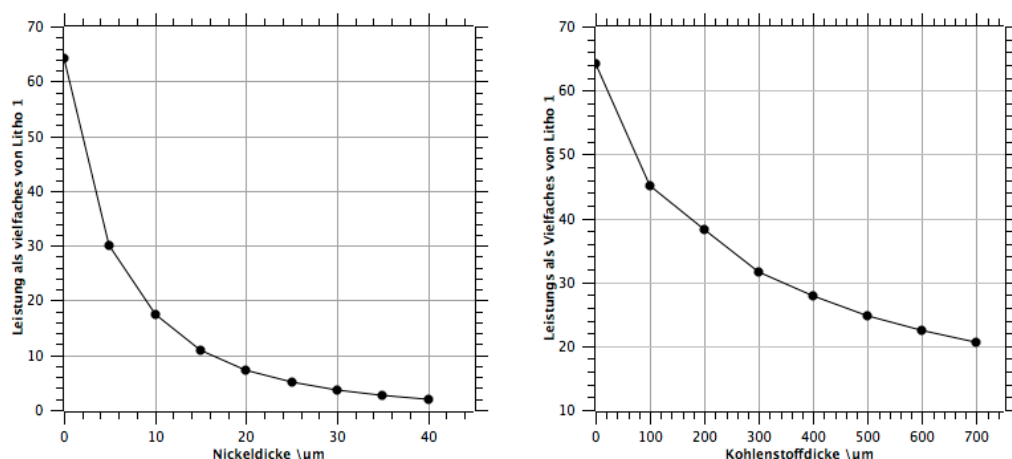


Abbildung 3.5: Vergleich der Leistung unterschiedlicher Dicken von Nickel- und Kohlenstofffiltern bei der Verwendung zur Leistungsreduzierung an Litho 2

bei 8,98 keV und Nickel bei 8,33 keV. Energien größer als die Absorptionskante werden stark gedämpft, kleinere Energien weniger stark. Nickel ist gleichzeitig das Material aus dem der Röntgenspiegel von Litho 2 hergestellt ist. Das kontinuierliche Spektrum des Ablenkmagneten wird demnach schon im Spiegel durch Nickel gefiltert. Daher ist die Verwendung von Nickel besonders effektiv.

Betrachtet man in den Abbildungen 3.4 den Anteil von Energien mit mehr als 8 keV am gesamten Spektrum, so ist festzustellen, dass eine Filterung mit Nickel die höchste Effizienz hinsichtlich der Begrenzung hoher Photonenenergien hat. Nickel erscheint daher als geeigneter Kandidat um die Leistung von Litho 2 zu modifizieren ohne eine zu starke Aufhärtung des Spektrums zu verursachen.

Ein Vergleich der Bestrahlungsleistung zwischen der Filterung mit Nickel und Kohlenstoff ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Litho 2 besitzt ungefiltert ca. die 65-fache Leistung von Litho 1. Bereits 10 μm Nickel reduzieren dies auf den Faktor 30. Um eine vergleichbare Leistungsreduzierung mit Kohlenstofffiltern zu erreichen, wären zwischen 300 μm und 400 μm Kohlenstoff im Strahl notwendig. Um einen Kompromiss zwischen Aufhärtung und Leistungsreduktion zu erzielen wurden für die folgenden Abschnitte Nickelfilter von 25 μm Dicke verwendet. Diese reduzieren die Leistung von Litho 2 auf etwa das 3,95-fache von Litho 1.

4 Methoden und experimentelle Bedingungen

4.1 Prozess zur Gitterherstellung

Die angestrebte Vergrößerung der erreichbaren Schichtdicke von Gitterstrukturen mit Perioden um $5\ \mu\text{m}$ ist durch eine Weiterentwicklung des bestehenden Herstellungsprozesses zu erreichen. Dieser ist in Abbildung 4.1 dargestellt und basiert im wesentlichen auf den Arbeiten von Kenntner (30), Reznikova (46) und Börner (12).



Abbildung 4.1: Prinzipieller Prozess zur röntgenlithographischen Herstellung von Gitterstrukturen. Die roten Pfeile markieren die beiden Teilprozesse, die in der vorliegenden Arbeit als Startpunkte für die Optimierung des Gesamtprozesses genutzt werden: Wahl des Substrats und die lithographische Strukturierung.

4 Methoden und experimentelle Bedingungen

Die Gitterherstellung beginnt mit der Auswahl des Substrats. Üblicherweise wird ein Silizium-Wafer mit einer Titan-Titanoxid (TiO_x) - Schicht als Start- und Haftschicht verwendet. Dies ist auch der erste Ansatzpunkt für die spätere Prozessoptimierung. Da beim Wechsel der Beamline von Litho 1 zu Litho 2 Photonen mit Energien größer als der K-Kante von Titan im Spektrum enthalten sind wird die Startschicht Fluoreszenzphotonen emittieren. Die Untersuchung bezüglich dieses Effekts findet in Abschnitt 5.4.3 statt.

Die Substrate werden vor der Belackung mit einem Sauerstoffplasma gereinigt. Das Aufbringen der Lackschicht erfolgt über ein Spin-Coating, dabei wird gleichzeitig die Schichtdicke eingestellt. Abhängig von verwendetem Lack und zu erreichender Schichtdicke sind die Parameter für den Soft-Bake. Ziel dieses Prozessschrittes ist es, das Lösungsmittel aus dem Lack zu entfernen. Der Soft-Bake erfolgt auf einer Hotplate mit Temperaturregelung, die es ermöglicht Heiz- und Abkühlvorgänge zu kontrollieren. Im Anschluss daran erfolgt eine Messung der Schichtdicke mittels eines Mikroskops.

Die belackten Substrate werden dann zusammen mit der Maske in eine Halterung eingebaut und an der Beamline Litho 2 von ANKA belichtet. Da für die Gitterherstellung ein SU8-basierter Resist verwendet wird, ist es notwendig, die Substrate nach der Belichtung einem Post-Exposure-Bake zu unterziehen. Dabei werden die belichteten Bereiche des Resists vernetzt. Die unbelichteten Bereiche erfahren keine derartige Vernetzungsreaktion und können bei der Entwicklung im Becherglas durch ein geeignetes Lösungsmittel entfernt werden.

Nach einer Inspektion im Lichtmikroskop erfolgt eine Reinigung der Strukturen mittels reaktivem Ionenätzen (RIE). Auf die RIE-Reinigung wird hierbei zurück gegriffen, da sich gezeigt hat, dass ein ungerichtetes Plasma nicht zur Reinigung ausreicht. Es wird davon ausgegangen (30), dass die durch Photoelektronen entstehenden Häutchen an der Startschicht (vgl. Abschnitt 2.6.4) einen Galvanikstart erschweren bzw. verhindern. Wegen des hohen Aspektverhältnisses erreicht ein ungerichtetes Sauerstoffplasma nicht den Boden der Gitterstrukturen. Mittels einer RIE-Reinigung gelingt dies und die galvanische Abscheidung von Goldabsorbieren in die Gitterstrukturen wird möglich.

Der zweite Ansatzpunkt für die Optimierung der Gitterherstellung stellt die Lithographie dar. In den vorigen Abschnitten wurde dargelegt, dass eine weitere Optimierung der Herstellung an Litho 1 praktisch nicht möglich ist. Wahl des Resists und der Parameter für den Soft- und insbesondere für den Post-Exposure-Bake beeinflussen die Qualität der Strukturierung maßgeblich (13; 34). Diese Parameter werden für die folgenden Untersuchungen im Vergleich zu Kenntner (30) nicht modifiziert. In Abschnitt 5.1 wird zunächst der Einfluss von Chargenschwankungen des Resists auf die erzielbare Strukturqualität untersucht. Eine Vergrößerung der Schichtdicke im angestrebten Maß ist aber nur durch den Wechsel der Beamline erreichbar. Die folgenden Untersuchungen konzentrieren sich daher auf die Charakterisierung des Einflusses von Sekundäreffekten die sich aus dem härteren Spektrum von Litho 2 ergeben.

4.2 Methode zur Charakterisierung der Gitterqualität

Es ist zu erwarten, dass die in Abschnitt 2.6 eingeführten Sekundäreffekte bei der Strukturierung an Litho 2 einen größeren Einfluss auf die Qualität von Gitterstrukturen nehmen, als dies bei Belichtungen an Litho 1 der Fall ist. Um diese Einflüsse charakterisieren zu können, wird in den folgenden Abschnitten eine Methode eingeführt, die es ermöglicht anhand von zwei quantitativen Größen eine Aussage zur Gitterqualität zu treffen. In den Kapiteln 5.1 bis 5.3 wird diese Methode genutzt um den Einfluss von Prozessparametern wie Resistcharge, genutztem Spektrum oder der genutzten Maske auf die Gitterqualität zu charakterisieren.

4.2.1 Vorüberlegungen

Ein üblicher Weg, Aussagen zur Qualität von Gitterstrukturen zu treffen, besteht in der Charakterisierung dieser Strukturen in einem Gitterinterferometer (30; 33). Dabei kann beispielsweise die Visibility des gesamten Interferometers gemessen werden. Problematisch ist hierbei die Tatsache, dass für diese Messungen komplett prozessierte Gitter verwendet werden müssen. Außerdem ist durch die Wahl der Parameter des Interferometers die Gitterperiode festgelegt. Eine Aussage, wie klein die Gitterperiode mit akzeptabler Güte an Litho 2 herstellbar ist, lässt sich damit nur mit einer Vielzahl an Experimenten an unterschiedlichen Interferometern treffen. Weiterhin wirken sich Effekte aus allen drei Gittern des Experiments auf die Visibility aus, ebenso wie Ungenauigkeiten in der Justage sowie eingekoppelte mechanische Schwingungen. Für die Charakterisierung von Einflüssen der Lithographie auf die Gitterqualität erscheint dieser Weg daher ungeeignet. Es ist allerdings vorstellbar, diese Methode zur Endkontrolle der Gitter zu nutzen.

Lemke (34) nutzt einen Fasertaster zur geometrischen Charakterisierung von Zahnrädern aus Resist und Metall. Derart ermittelte Maßabweichungen können in Bezug zu Prozessparametern gesetzt werden. Leider ist die Tastspitze des Fasertasters zu ungenau für die Gitterstrukturen, bzw. der Fasertaster zu groß für die geometrischen Abmessungen der Gitter. Für die Vermessung von Gitterstrukturen mit Perioden zwischen $2\ \mu\text{m}$ und $10\ \mu\text{m}$ bietet sich die Nutzung eines Rasterelektronenmikroskops an. Hierbei kann an einem Bild die Änderung der Resistlinienbreite zwischen einer Referenz und der bestrahlten Probe gemessen werden. Damit wird an der Resistoberfläche der Einfluss der in Abschnitt 2.6 eingeführten Sekundäreffekte erfasst. Problematisch ist allerdings die Tatsache dass nur ein relativ kleiner Ausschnitt der Resistoberfläche erfasst werden kann.

Um eine größere Fläche messtechnisch zu erfassen wird die Oberflächenqualität der Gitter bewertet. Idealerweise entstehen an der Resistoberfläche keine Ver-

schmutzungen, sondern alle Gitterlamellen sind geöffnet. Mit einem Übersichtsbild kann dies schnell beurteilt werden. In Abschnitt 4.2.3 wird mittels digitaler Bildverarbeitung der Anteil an geschlossenen Lamellen an der Resistoberfläche ermittelt. Die beiden vorgestellten Varianten der Strukturcharakterisierung erlauben es eine quantitative Aussage über die Änderung der Linienbreite, also der Mikrostruktur, und einem Ausschnitt der Substratoberfläche, also der Makrostruktur, zu treffen.

Auswirkungen von Prozessparametern auf die Gitterqualität sollen auch in Bezug zur Gitterperiode erfasst werden. Es soll möglich sein bei einem vorgegebenen Parametersatz von Resist, Schichtdicke und Belichtungsbedingungen die herstellbare Periode zu ermitteln. Wird eine Reihe von Gitterstrukturen mit unterschiedlichen Perioden auf einer Maske angeordnet, so ist es möglich mit einer einzigen Belichtung den Einfluss der oben genannten Parametern auf die realisierbare Gitterperiode zu erfassen. Eine solche Maske wird für die Untersuchungen in Kapitel 5 genutzt. Die Beschreibung der Maske erfolgt in Abschnitt 4.2.4.

4.2.2 Änderung der Linienbreite

Als erster Parameter für die Gitterqualität wird die Änderung der Linienbreite der Resiststrukturen bei der Kopie erfasst. In der gitterbasierten Phasenkontrastbildung wird als Gitterparameter üblicherweise der sogenannte Duty-Cycle (DC) verwendet, welcher die Breite der Goldabsorber lb_{Au} auf die Periode P bezieht:

$$DC = \frac{lb_{Au}}{P} \quad (4.1)$$

Für die hier relevanten Absorptionsgitter ist ein Duty-Cycle von 0,5 oder größer anzustreben, üblicherweise werden DC-Werte zwischen 0,5 und 0,6 toleriert. In den folgenden Abschnitten ist der absolute Duty-Cycle nicht von Interesse, vielmehr wird ein Vergleich zwischen dem Duty-Cycle der Arbeitsmaske und dem von Kopien an Litho 2 vorgenommen.

Die Bestimmung des Duty-Cycle erfolgt mit Hilfe von REM-Aufnahmen der Gitterstrukturen. Dazu wird in der Software ImageJ (51) in der Aufnahme eine Region-of-Interest(ROI) markiert. Die ROI sollte folgenden Bedingungen genügen: es sollten mehrere Perioden abgedeckt werden, Anfang und Ende der ROI sollten in den Gitterlamellen liegen, also in einem dunklen Bildbereich mit einem Grauwert von Null. Um den DC zu bestimmen werden nun über alle Bildzeilen Mittelwerte des Grauwerts von Spalten ermittelt. Diese Mittelwerte werden in einem Grauwertprofil geplottet. In Abbildung 4.2 ist die REM-Aufnahme mit der markierten ROI sowie das geplottete Grauwertprofil gezeigt. In dem Profil werden die Flanken markiert, diese stellen die Kanten der Strukturen dar. Aus den Abständen der gemessenen Punkte lassen sich die Breiten von Lamelle $lb_{Lamelle}$ und Resist lb_{Resist} in der Einheit von Pixeln ablesen.

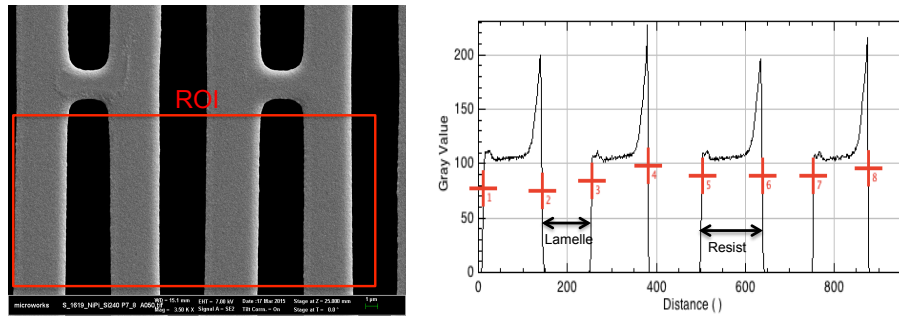


Abbildung 4.2: Vorgehen zur Bestimmung des Gitter-Duty-Cycle. In einem REM-Bild wird eine ROI definiert, innerhalb dieser wird der Mittelwert der Pixelspalten berechnet und geplottet. Aus dem sich ergebenden Profil können die Flanken markiert und die relative Breite des Resists bestimmt werden.

Die Summe aus Lamellenbreite und Resistbreite beschreibt die Gitterperiode:

$$P = lb_{Resist} + lb_{Lamelle} \quad (4.2)$$

bzw. als Duty-Cycle ausgedrückt:

$$DC = \frac{lb_{Lamelle}}{lb_{Resist} + lb_{Lamelle}} \quad (4.3)$$

Falls notwendig, können über die Gitterperiode die jeweiligen Linienbreiten in Mikrometern bestimmt werden, für die geplanten Vergleiche ist dies nicht notwendig. Die derartig ermittelten Werte liefern eine Aussage über den Einfluss der untersuchten Parameter auf die Änderung der Linienbreite der Gitterstrukturen in Bezug zur Maske. Es lässt sich für einen vorgegebenen Satz von Prozessparametern, wie beispielsweise Resistcharge, Belichtungsspektrum und Schichtdicke die voraussichtliche Abweichung zwischen der Arbeitsmaske und dem strukturierten Gitter in Abhängigkeit von der Gitterperiode angeben. Soll ein Gitter mit einer bestimmten Periode gefertigt werden, lässt sich mit Hilfe der ermittelten Werte vorhersagen, welche Designvorhalte für die Linienbreite angewendet werden müssen um einen bestimmten DC-Wert zu erreichen.

4.2.3 Vernetzungsgrad des Resists an der Oberfläche

Die Messung des lokalen Duty-Cycle liefert einen sehr genauen Wert einer möglichen Linienbreitenänderung des untersuchten Gitters relativ zum Maskendesign. Bedingt durch die kleinen Breiten der Gitterlinien im Bereich zwischen $2\ \mu\text{m}$ und $5\ \mu\text{m}$ sind für eine genaue Messung hohe Vergrößerungen im Rasterelektronenmikroskop einzustellen. Einen Überblick über das Erscheinungsbild eines Gitters liefert die Messung des Duty-Cycle demnach nicht.

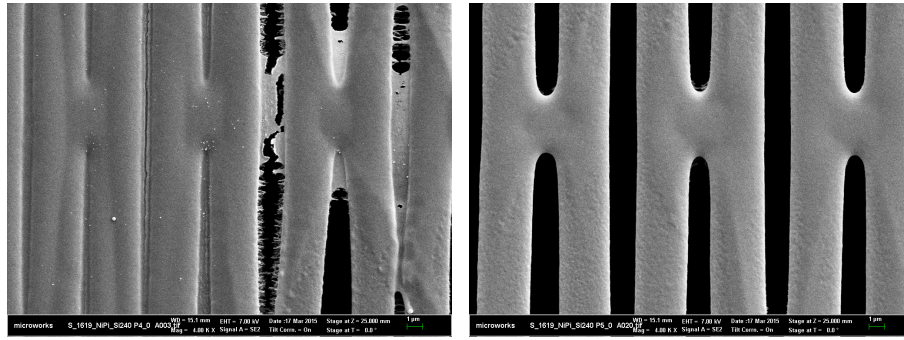


Abbildung 4.3: Gitterstrukturen in hoher Vergrößerung zur Messung des Duty-Cycle. Die starke Restebildung an der Resistoberfläche verhindert eine exakte Messung bei dem linken Gitter. Die rechte Struktur kann vermessen werden.

Weiterhin kann die Vernetzung von Lamellen an der Resistoberfläche die Messung des Duty-Cycle erschweren oder unmöglich machen, wie in Abbildung 4.3 zu erkennen ist. In dem linken Bild ist ein stark vernetztes Gitter gezeigt, im rechten eine gute Struktur. Bei der stark vernetzten Struktur ist eine Messung des Duty-Cycle nicht mehr möglich, da die Kanten der Resiststrukturen nicht mehr eindeutig zu identifizieren sind.

Soll eine Aussage über die Qualität eines Gitters gemacht werden, dann wäre das linke Gitter aus Abbildung 4.3 ein sehr schlechtes, das rechte Gitter ein zunächst akzeptables. Dies ist der Fall, da an dem akzeptablen Gitter keine Reste zu erkennen sind, alle Lamellen des Gitters frei entwickelt werden konnten und daher eine gleichmäßiges Ergebnis der Goldgalvanik zu erwarten ist. Für die Arbeiten zur Prozesscharakterisierung ist es erstrebenswert, die qualitative Unterscheidung zwischen guten und schlechten Strukturen quantitativ zu untermauern.

Betrachtet man eine Übersichtsaufnahme der beiden Gitter aus Abbildung 4.3, ist wiederum ein deutlicher Unterschied zwischen den Gittern erkennbar. Abbildung 4.4 zeigt, dass bei dem schlechten Gitter nahezu die gesamte Oberfläche des Gitters geschlossen ist, nur wenige Lamellen sind geöffnet. In diesen Lamellen kommt es teilweise zu Verzügen. Das Gitter mit guter Qualität zeigt nahezu keine Reste, nur wenige Lamellen sind partiell geschlossen.

In Abbildung 4.3 wurde ein Gitter als gut bewertet, da in der hohen Vergrößerung keine Reste zu erkennen sind. In der Übersichtsaufnahme in Abbildung 4.4 werden solche Reste jedoch sichtbar. Es ist daher eine Möglichkeit der Bewertung anzustreben, die eine große Gitterfläche erfassen kann. Diese Möglichkeit bietet die Auswertung von Übersichtsbildern mit der Funktion *Analyze Particles* der Software ImageJ (51).

Abbildung 4.5 zeigt die Funktionsweise dieser Methode. Hierfür wird zunächst eine Übersichtsaufnahme des zu untersuchenden Gitters binarisiert. Üblicher-

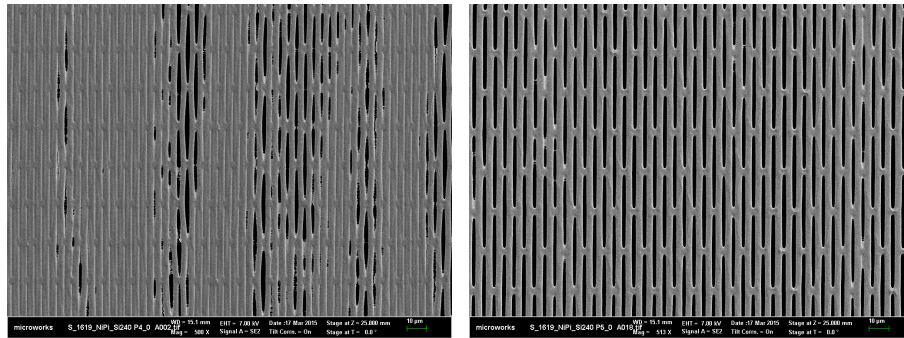


Abbildung 4.4: Gitterstrukturen in schlechter (linkes Bild) und guter (rechtes Bild) Qualität. Das Gitter mit guter Qualität zeichnet sich durch wenige sichtbare Reste in den Strukturen aus, außerdem sind keine Verzüge wie in dem linken Bild erkennbar.

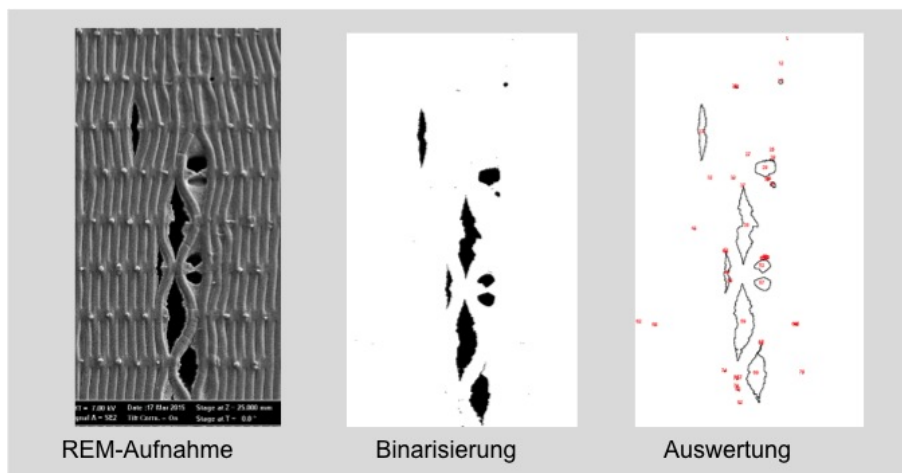


Abbildung 4.5: Funktionsweise der Funktion *Analyze Particles* von ImageJ angewendet auf Gitterstrukturen zur Ermittlung des Anteils an vernetzter Oberfläche. Eine Übersichtsaufnahme des Gitters wird binarisiert und mittels Kantendetektion werden offene Flächen detektiert. Deren Anteil an der Fläche des Bildausschnitts wird berechnet und dient im folgenden zur Bewertung der Gitterqualität.

weise liegen REM-Aufnahmen in Grauwerten vor. Eine Binarisierung bedeutet, dass alle Pixel, deren Grauwert einen Schwellwert (engl. *threshold*) überschreitet, den Wert Eins erhalten. In Abbildung 4.5 sind diese Pixel als weiße Pixel dargestellt. Der Threshold wird so gewählt, dass alle Pixel des Bildes die als Resist interpretiert werden derart behandelt werden. Die geöffneten Lamellen im Bild bleiben dann schwarz. Im nächsten Schritt bestimmt ImageJ die Grenzen der Lamellen und misst die Größe der geöffneten Flächen. Die Werte der einzelnen Öffnungen werden addiert und der Anteil der geschlossenen Resistfläche an der gesamten untersuchten Resistfläche wird bestimmt. Dieser Wert, im folgenden Vernetzungsgrad genannt, dient als Qualitätskriterium für die Bewertung von Gitterstrukturen.

Aus dem Design der Gitterstrukturen ergibt sich, dass bei einem Duty-Cycle von 0,5 ein Anteil von 55% der Fläche eines Gitters aus Resist besteht. Es ist davon auszugehen, dass bei einem Vernetzungsgrad von 75% oder mehr, also wenn jede zweite Gitterlamelle geschlossen ist, die Gitterstrukturen keine annehmbare Qualität mehr aufweisen. Das Gelingen der galvanischen Abscheidung erscheint zweifelhaft, außerdem würde ein derart reduzierter Bedeckungsgrad in der Anwendung zu drastischen Qualitätseinbußen führen.

4.2.4 Maskenarchitektur und experimentelle Durchführung

Die Charakterisierung des Einflusses von Prozessparametern auf die Gitterqualität soll in Abhängigkeit von der Gitterperiode erfolgen. Es ist daher sinnvoll eine Maske mit unterschiedlichen Perioden zu gestalten. Damit kann sichergestellt werden, dass bei der Untersuchung eines Parametersatzes für die Herstellung aller Perioden identische Bedingungen herrschen. Dies gilt allerdings nur, wenn davon ausgegangen wird, dass die Bestrahlungsbedingungen an jeder Stelle einer Maske identisch sind, was für die folgenden Untersuchungen berücksichtigt wird.

In Abbildung 4.6 ist das Design der Testmaske dargestellt. Die zu untersuchenden Gitter sind in einer 4×5-Matrix auf der Maske angeordnet. Jedes der Testgitter besitzt eine Fläche von 10×10 mm². Es sind insgesamt 15 Testgitter auf der Maske enthalten.

Die Gitterperioden wurden folgendermaßen ausgewählt: die in Abschnitt 2.6 beschriebenen Sekundäreffekte, insbesondere die hohen Reichweiten von Photoelektronen an Litho 2 im Vergleich zu Litho 1 lassen die Herstellung von Strukturen mit weniger als 4 µm unrealistisch erscheinen. Daher ist 4 µm die kleinste untersuchte Periode. Als Schritt zur Vergrößerung der Periode wurden 400 nm gewählt, mit Ausnahme der Perioden um 5 µm herum (4,6 µm, 4,8 µm, 5,0 µm, 5,2 µm und 5,4 µm). Hier wurde die Schrittweite auf 200 nm reduziert, um eine höhere Empfindlichkeit im für diese Arbeit relevanten Bereich zu erzielen. Ab einer Periode von 5,4 µm wurde die Schrittweite wieder auf 400 nm erhöht. Die größte untersuchte Periode ist 8,6 µm.

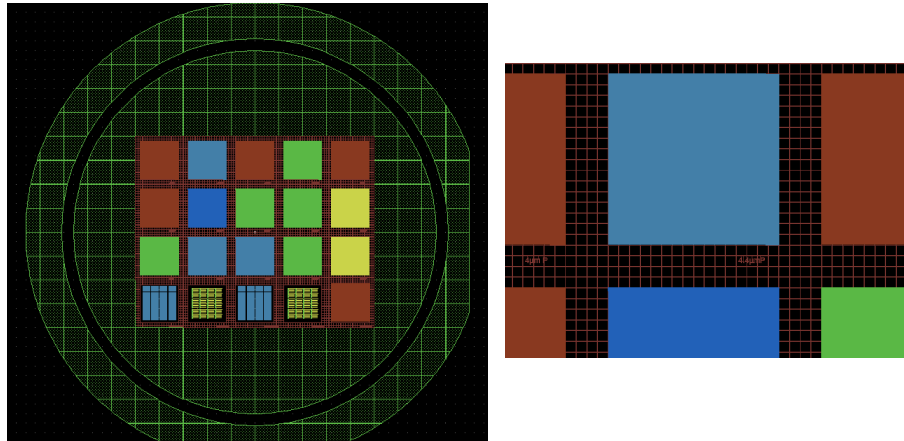


Abbildung 4.6: Design der Testmaske. In einer 4×5 Matrix sind 20 Felder mit einer Fläche von je 10 mm^2 angeordnet. 15 Felder enthalten die unterschiedlichen Gitter zwischen $4,0 \mu\text{m}$ und $8,6 \mu\text{m}$ Periode die Gegenstand der Untersuchung sind.

Die Herstellung der Maske erfolgt mittels direkt schreibender Laserlithographie (1; 29) auf einer Polyimid-Membran. Die Maske wurde als Zwischenmaske für die Verwendung an Litho 1 hergestellt. Für den Einsatz an Litho 2 wurde eine Arbeitsmaske aus einer $7 \mu\text{m}$ dicken Polyimidmembran durch Kopie der Zwischenmaske an Litho 1 gefertigt. Die Dicke der Goldabsorber dieser Maske beträgt $25 \mu\text{m}$.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

In den folgenden Abschnitten wird zunächst der Einfluss verschiedener Parameter auf die Güte von Gitterstrukturen anhand der in Abschnitt 4.2 eingeführten Methode untersucht. Von Interesse ist der Einfluss der genutzten Resistcharge, der genutzten Filter und Maske, sowie der Einfluss der Strukturhöhe auf die kleinste lithographisch herstellbare Periode an Litho 2.

Das Ergebnis dieser Charakterisierung führt zu der Möglichkeit Gitterstrukturen an Litho 2 herzustellen. Die zugehörigen Resultate sind in Abschnitt 5.4.1 dargestellt. Bei der Fertigung an Litho 2 zeigt sich der negative Einfluss von Fluoreszenzmissionen aus der Titanstartschicht. In Abschnitt 5.4.3 werden Möglichkeiten zur Vermeidung dieses Einflusses diskutiert. Eine Belichtungsstrategie, die die erreichbare Auflösung verbessert, wird in ihren Grundsätzen in Abschnitt 5.4.4 vorgestellt.

5.1 Einfluss der Resistcharge

Das Ergebnis einer lithographischen Belichtung wird maßgeblich von den Eigenschaften des genutzten Photoresists bestimmt (35; 37). Für die folgenden Untersuchungen wird der Lack mr-X des Herstellers *Micro Resist Technology* (2) genutzt. Dieser Lack stellt eine Weiterentwicklung des bekannten SU8-Resist dar (34). Bei der Entwicklung eines Herstellungsprozesses für Gitter mit Schichtdicken um $100\ \mu\text{m}$ (30; 46) konnte dieser Lack qualifiziert werden. Hierbei gemachte empirische Erfahrungen deuten jedoch auf eine Chargenschwankung des Resistkontrasts hin. Damit ist die Verwendbarkeit einzelner Resistchargen individuell zu untersuchen.

Zur Charakterisierung der Resists wird in der Regel eine Kontrastkurve erstellt (33). Diese liefert einen Wert für den Resistkontrast und weitere für die Prozessführung wichtige Kennzahlen, sagt aber wenig über die Herstellbarkeit spezifischer Strukturen aus. Deshalb wird die in Abschnitt 4.2 eingeführte Methode zur Ermittlung der herstellbaren Gitterperiode auf vier Resistchargen angewendet.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

Resiste der Chargen K100, K105, K108 und K109 wurden mit der von Kunka et al. (33) vorgestellten Methode charakterisiert und erste Testbelichtungen durchgeführt. Tabelle 5.1 zeigt einige Kennwerte der untersuchten Resiste, die entsprechenden Kontrastkurven sind dem Anhang zu entnehmen.

- **K100:** Aus der Fertigung als schlechteste untersuchte Resistcharge ausgewählt, es konnten keine Gitter mit dieser Resistcharge hergestellt werden.
- **K105:** Verbesserte Charge im Vergleich zu K100, allerdings noch keine optimalen Ergebnisse erreicht.
- **K108:** Im Rahmen dieser Arbeiten die beste Charge.
- **K109:** Laut Kontrastkurven ähnlich gute Ergebnisse wie K108, zum Zeitpunkt der Untersuchungen keine Fertigungserfahrungen vorhanden.

Resist	$D_1 [J/cm^3]$	$D_2 [J/cm^3]$	Kontrast
K100	24,78	42,35	4,3
K105	28,35	60,17	3,06
K108	37,52	54,84	6,07
K109	31,99	45,19	6,67

Tabelle 5.1: Kennwerte aus den Kontrastkurven der untersuchten Resiste. Werte: Danays Kunka

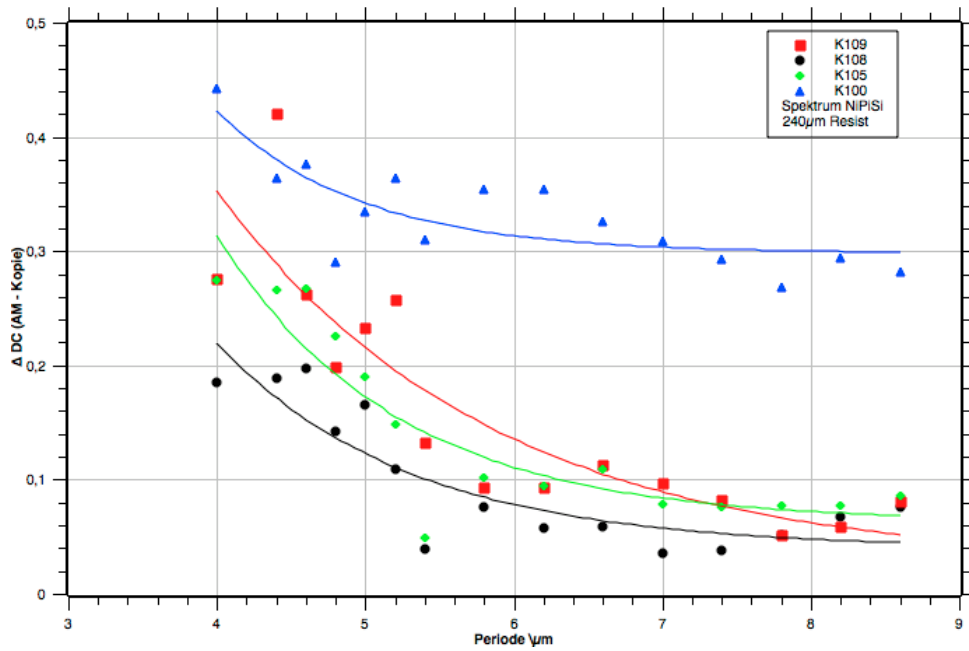
Für die Auflösungs tests werden Schichten mit einer Dicke von ca. 100 μm hergestellt. Die Belichtung wird mit einem NiPiSi-Spektrum, wie unter Abschnitt 5.2.1 beschrieben, durchgeführt. Durch Anpassung des Bestrahlungsaufwands wurde die Oberflächendosis äquivalent zu der bei einer Schichtdicke von 240 μm Resist eingestellt.

Die Betrachtung der DC-Änderungen in Abbildung 5.1(a) bestätigt die Erfahrungen aus der Fertigung. Die geringsten Abweichungen im Duty-Cycle zeigt der Resist K108. Sowohl bei Charge K109 als auch K105 treten stärkere Abweichungen schon bei den großen Perioden ab 7 μm auf. Gänzlich ungeeignet für die Herstellung ist der Resist K100. Die minimale Abweichung im Duty-Cycle beträgt 0,3 zwischen Maske und Kopie, was bei einer Periode von 8,2 μm einer Linienbreitendifferenz von 2,46 μm entspricht.

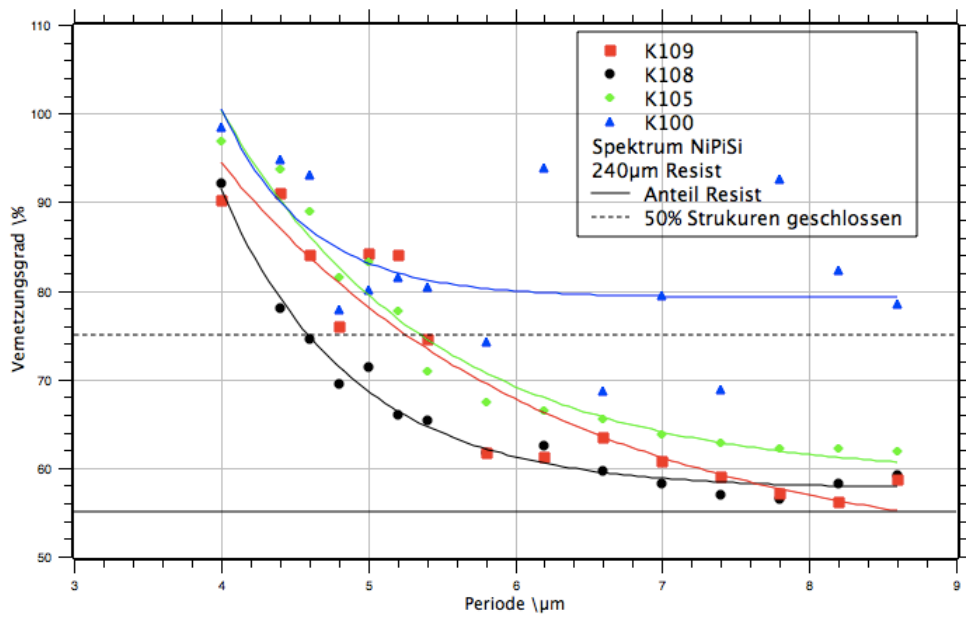
Ähnliches ist in Abbildung 5.1(b) zu beobachten: die Vernetzung an der Resistoroberfläche weist bei Charge K100 eine äußerst starke Schwankung auf. Für Perioden größer als 5 μm weisen alle anderen Resiste einen deutlich geringeren Vernetzungsgrad auf. Dabei schneidet Charge K105 etwas schlechter ab als Charge K109. Beste Ergebnisse liefert Charge K109, hier liegt der Vernetzungsgrad bei einer Periode von 4,8 μm noch knapp unter 70%, was bedeutet, dass zwei von fünf Lamellen durch Restablagerungen unbrauchbar sind.

Die gemachten Beobachtungen sind eine treffende Beschreibung der in der Fertigung erzielten Ergebnisse mit den Resistchargen. Berücksichtigt man weiterhin

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen



(a) DC-Änderung



(b) Vernetzungsgrad

Abbildung 5.1: Abhängigkeit der Periode von DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) für verschiedene Resistchargen. Die Ergebnisse des Auflösungstests spiegeln die Erfahrungen aus der Fertigung mit den Resistchargen: K100 nicht verwendbar, K105 und K109 liefern ordentliche, K108 gute Ergebnisse.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

die Kennwerte der Resiste aus Tabelle 5.1, so lässt sich ebenfalls ein Zusammenhang erkennen. Die Resistchargen mit ungenügender Qualität, nämlich K100 und K105, weisen eine hohe Empfindlichkeit und einen geringen Kontrast auf.

Resist	Dosisverhältnis D_1/D
K100	0,41
K105	0,47
K108	0,63
K109	0,53

Tabelle 5.2: Verhältnis von D_1 zur Primärdosis D für die untersuchten Resiste

Bei Betrachtung der Ergebnisse ist zu berücksichtigen, dass für alle Versuche eine Primärdosis D von 60 J/cm^2 als Wert für die Tiefendosis eingestellt wurde. Die jeweiligen Empfindlichkeiten, manifestiert in der Dosis D_1 , bei der 10% der Resistschichtdicke nach der Entwicklung verbleiben, unterscheiden sich bei den Resisten deutlich. Tabelle 5.2 ist das Verhältnis von D_1 zu D zu entnehmen.

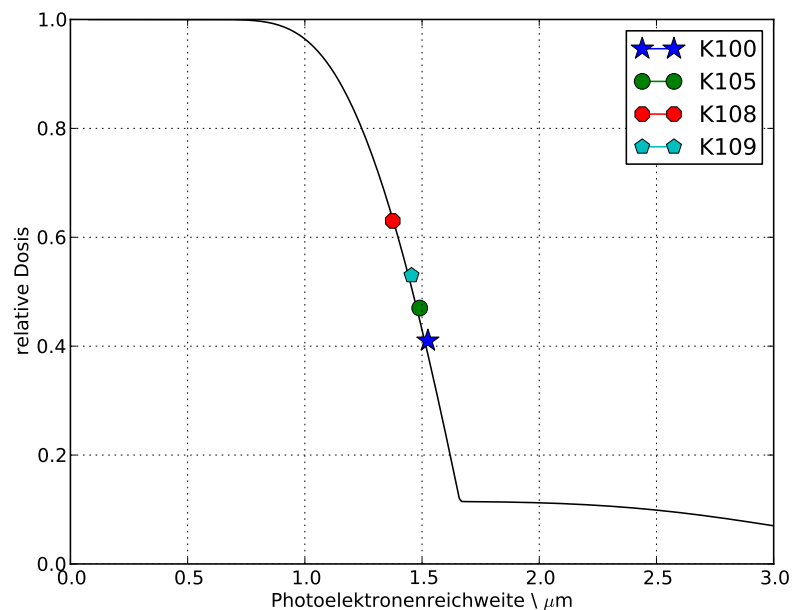


Abbildung 5.2: Verteilung der Photoelektronenreichweiten in Bezug zum Resistverhalten. Über der Elektronenreichweite ist das Verhältnis von D_1 zur Belichtungsdosis eingetragen. Die Reichweitenverteilung des Spektrums lässt dann die Entfernung von einer Absorberkante erwarten, bei der 10% der ursprünglichen Resistdicke als Rest erhalten bleiben.

Abbildung 5.2 zeigt die Verteilung der Photoelektronenreichweiten des genutzten Spektrums NiPiSi (vgl. Abschnitt 5.2.1), zusätzlich sind die jeweiligen Verhältnisse von D_1 zu D in den Plot eingetragen. Entsprechend den Ausführungen in

Abschnitt 2.6.3 wird angenommen, dass die in die unbelichteten Bereiche durch Photoelektronen transportierte Dosis durch die Reichweitenverteilung der Elektronen bestimmt werden. Beispielsweise erreichen im vorliegenden Spektrum ca. 40% der Photoelektronen den Resist im Abstand von $1,5\ \mu\text{m}$ von einer Absorberkante. Für die folgenden Ausführungen wird davon ausgegangen das dadurch 40% der Primärdosis in dieser Entfernung deponiert werden. Für den Resist K108 bedeutet dies beispielsweise, dass in einem Abstand von etwa $1,37\ \mu\text{m}$ von der Absorberkante noch soviel Dosis in den Resist durch Photoelektronen eingebracht wird, dass 10% der ursprünglichen Schichtdicke nach der Entwicklung erhalten bleiben, da die D_1 -Dosis überschritten wird. Charge K100 erreicht mit etwa $1,53\ \mu\text{m}$ den größten Wert, K105 erreicht eine Reichweite von $1,49\ \mu\text{m}$ und K109 eine Reichweite von $1,46\ \mu\text{m}$.

Die Betrachtung der Kontrastkurven lässt die Ergebnisse aus Abbildung 5.1 plausibel erscheinen. Allerdings ist die tatsächliche Auflösung deutlich besser als die Erwartete aus den Photoelektronenreichweiten: bei einer Periode von $4\ \mu\text{m}$ weist die Charge K108 eine Linienbreitenänderung von ca. $800\ \text{nm}$ pro Kante auf, laut der Schätzung nach Cole (15) (vgl. Abschnitt 2.1.2) sollten es $1,37\ \mu\text{m}$ sein.

Die durchgeführten Strukturierungsuntersuchungen zeigen mit den Kontrastkurven im Wesentlichen übereinstimmende Ergebnisse. Mit Resisten mit hohen Kontrastwerten (K108 und K109) und einem hohen Verhältnis zwischen D_1 und D lassen sich deutlich kleinere Gitter herstellen als mit Resisten die ungünstigere Werte aufweisen.

5.2 Einflüsse bei der Belichtung

5.2.1 Nutzung eines Nickelfilters zur Verbesserung der Belichtung

In Kapitel 3 ist gezeigt worden, dass eine Leistungsreduzierung von Litho 2 mittels Filtern am besten mit Nickel als Filtermaterial geschieht. Begründet ist dies in der Tatsache, dass der Spiegel von Litho 2 ebenfalls eine Nickeloberfläche besitzt, dort also ebenfalls mit dem für Nickel charakteristischen Spektrum gefiltert wird. Das Zusammenfallen der Filterkante mit der Spiegelkante sorgt für eine überproportional hohe Absorption von Photonen mit Energien größer als 8,33 keV.

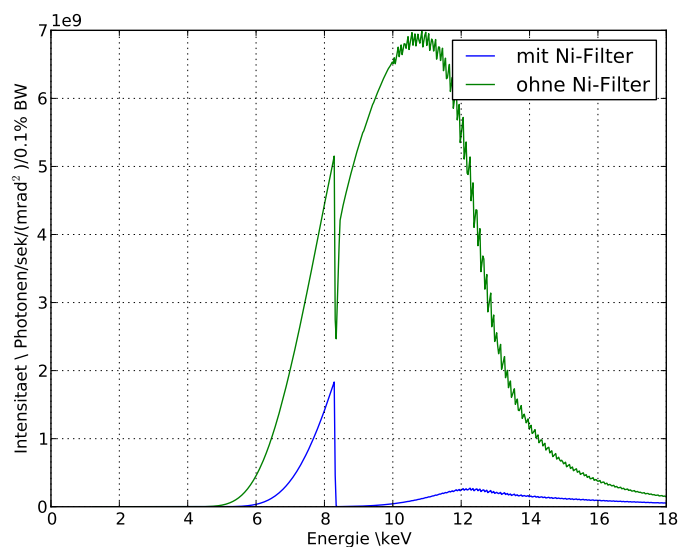


Abbildung 5.3: Vergleich von Litho 2-Spektren mit und ohne Nickelfilter. Beide Spektren gefiltert mit 40 μm Kohlenstoff, 175 μm Polyimid und 117 μm Silizium. Dicke des Ni-Filters: 26,9 μm

Um den Einfluss zu charakterisieren, den ein Nickel-Filter auf die Herstellbarkeit von Gitterstrukturen an Litho 2 nimmt, wird die in Abschnitt 4.2 entwickelte Methode angewendet und ein Vergleich mit einem nicht durch Nickel gefilterten Spektrum durchgeführt. Wegen der zu erwartenden thermischen Last wird die Testarbeitsmaske mit einem Vorfilter aus 113 μm Silizium versehen, weiterhin sind 40 μm Kohlenstoff und insgesamt 175 μm Polyimid im Strahl. Als Nickel-Filter wird eine Folie der Dicke 26,9 μm genutzt. Für die Bestrahlung wird eine Tiefendosis von 60 J/cm³ eingestellt, der Resist entstammt Charge K108. Um eine Vergleichbarkeit zwischen den Experimenten zu gewährleisten wird im Falle der Nickel-Belichtung ebenfalls ein Silizium-Filter verwendet. Die resultierenden Spektren sind in Abbildung 5.3 dargestellt.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

Die REM-Aufnahmen in Abbildung 5.4 zeigen exemplarisch an den Perioden $4,0\ \mu\text{m}$, $4,8\ \mu\text{m}$ und $5,8\ \mu\text{m}$ welchen Effekt die Verwendung eines Nickelfilters auf die Qualität der Gitterstrukturen nimmt. Unabhängig vom verwendeten Spektrum ist ein Gitter in $4\ \mu\text{m}$ Periode nicht in guter Qualität herstellbar. Es besteht jedoch ein Unterschied zwischen den beiden Ergebnissen: bei dem Substrat ohne Nickelfilter sind nahezu alle Lamellen geschlossen. Wird Nickel als Filter verwendet entstehen einige geöffnete Lamellen. Bei einer Gitterperiode von $4,8\ \mu\text{m}$ ist das mit Ni-Filter hergestellte Gitter optisch fehlerfrei, während das andere Gitter eine Vielzahl von Defekten aufweist. Die Gitter mit $5,8\ \mu\text{m}$ Periode können mit beiden Spektren belichtet werden. Bei der Belichtung ohne Nickelfilter scheint bei dieser Periode allerdings ein größerer Duty-Cycle zu entstehen.

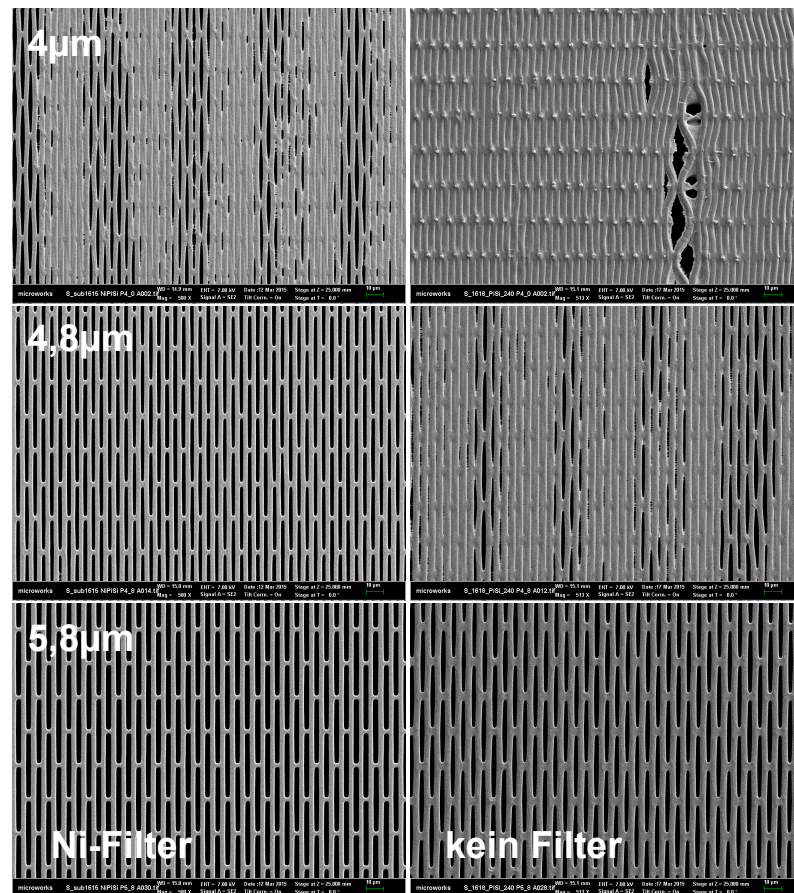


Abbildung 5.4: REM-Aufnahmen von Gitterstrukturen mit $4,0\ \mu\text{m}$, $4,8\ \mu\text{m}$ und $5,8\ \mu\text{m}$ Periode.

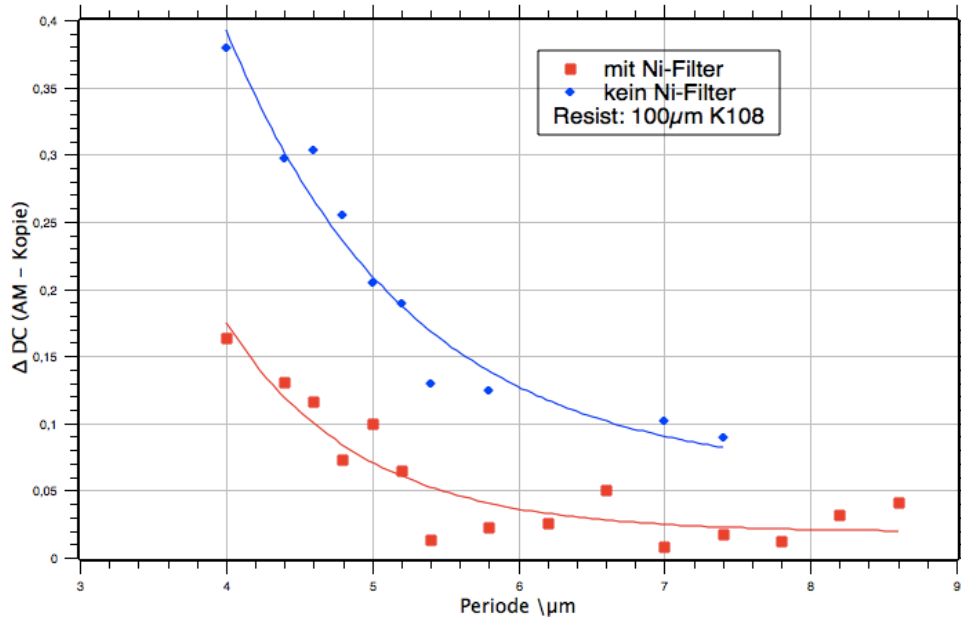
Die an den REM-Bildern gemachten Beobachtungen lassen sich bei der Betrachtung der gemessenen Duty-Cycle-Änderungen und Vernetzungsgraden in Abbildung 5.5 bestätigen. Bei Perioden größer als $5,4\ \mu\text{m}$ kommt es bei Verwendung eines Nickel-Filters zu einer DC-Abweichung von ca. 0,05 oder weniger. Bei kleineren Perioden steigt die Abweichung langsam von 0,07 bei $5,2\ \mu\text{m}$ Periode zu 0,16 bei $4\ \mu\text{m}$ Periode an. Im Gegensatz dazu liegen die kleinsten gemessenen Abweichungen der ungefilterten Belichtung bei ca. 0,09 bei $7,4\ \mu\text{m}$ Periode. Teilwei-

se kann keine Messung erfolgen, da die entsprechenden Gitter (Perioden $6,2\ \mu\text{m}$, $6,6\ \mu\text{m}$, $7,8\ \mu\text{m}$ und $8,2\ \mu\text{m}$) sich bei der Entwicklung vom Substrat ablösen. Kleinere Perioden weisen eine deutlich größere Abweichung auf als die korrespondierenden Perioden aus der gefilterten Belichtung, z.B. bei $5\ \mu\text{m}$ Periode eine Abweichung von 0,1 mit Nickel-Filter und 0,20 ohne Nickel.

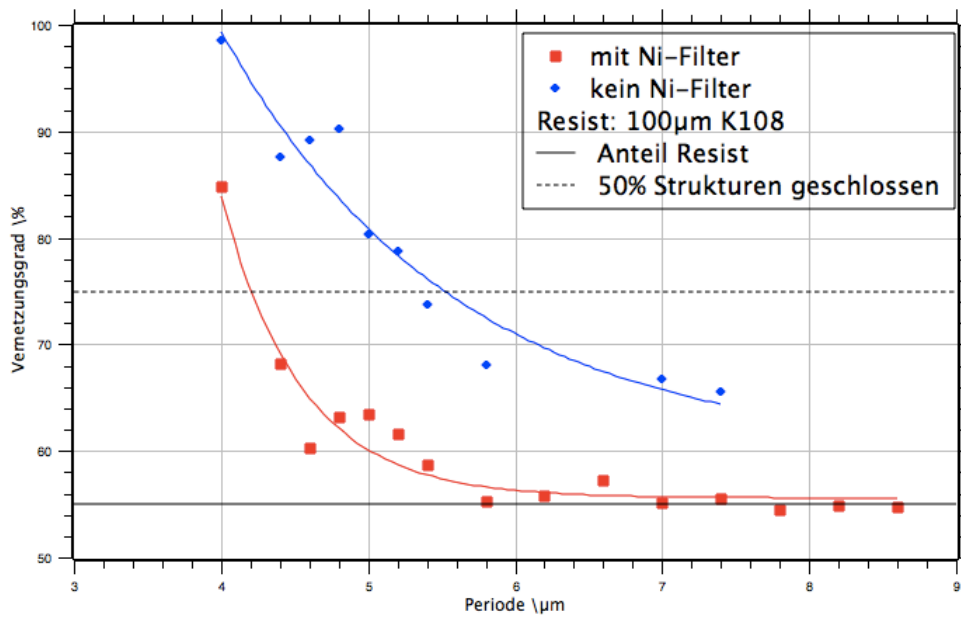
Ein vergleichbares Bild ergibt sich bei der Analyse des Vernetzungsgrads an der Resistoberfläche. Bei $4\ \mu\text{m}$ Periode sind in beiden Fällen nur wenige Lamellen geöffnet. Betrachtet man allerdings das Gitter mit $4,4\ \mu\text{m}$ Periode, so zeigt sich, dass mit Nickel-Filter die Oberflächenvernetzung auf ca. 68% fällt. Dies bedeutet, dass schon mehr als die Hälfte aller Lamellen geöffnet sind. Verzichtet man auf einen Ni-Filter, so sind bei dieser Gitterperiode etwa 86% der Oberfläche vernetzt. Ab $5,4\ \mu\text{m}$ Periode sinkt bei den gefilterten Belichtungen die Oberflächenvernetzung auf weniger als 60%, liegt bei etwa 56% ab $5,8\ \mu\text{m}$ Periode, was dem Resist mit den Stabilisierungsbrücken bei einem Duty-Cycle von 0,5 nahe kommt. Die ungefilterten Belichtungen zeigen ein deutlich schlechteres Verhalten, erst ab einer Gitterperiode von $5,8\ \mu\text{m}$ sinkt die Vernetzung an der Resistoberfläche unter einen Wert von 70%. Bei $7,4\ \mu\text{m}$ Periode liegt die Vernetzung immer noch bei ca. 66%.

Sowohl bei der visuellen Inspektion, als auch bei der Vermessung der Duty-Cycle-Änderung und des Vernetzungsgrads an der Resistoberfläche liefert das mit Nickel gefilterte Spektrum bessere Ergebnisse. Die Erklärung hierzu ist in der unterschiedlichen Verteilung der Photoelektronenreichweiten der beiden Spektren zu finden. Abbildung 5.6 zeigt die Verteilung der nach Cole (15) (vgl. Abschnitt 2.1.2) berechneten Reichweiten von Photoelektronen. Wird das Spektrum mit Nickel gefiltert, so erreichen nur ca. 11% der Photoelektronen eine Reichweite von $2\ \mu\text{m}$ oder mehr im Resist. Ohne die Filterung mit Nickel sind es nahezu 40%. Eine breitere Verteilung der Photoelektronen, bzw. eine größere Reichweite in den unbelichteten Resist, sorgt für eine Zunahme der Linienbreite. Dies passt zu den experimentellen Ergebnissen: bei allen Perioden ist die DC-Änderung bei der ungefilterten Belichtung größer als bei der gefilterten. Die starke Vernetzung an der Resistoberfläche erklärt sich teilweise durch diese Zunahme der Resistbreite, wie z.B. bei den Gittern mit $5,8\ \mu\text{m}$ Periode aus Abbildung 5.4. Insbesondere bei kleineren Perioden, bei denen die Abstände zwischen den belichteten Bereichen immer kleiner werden, treten bei dem ungefilterten Spektrum zunehmend verschlossene Lamellen auf. Es ist anzunehmen, dass der Dosis eintrag in die unbelichteten Bereiche durch Photoelektronen bei diesen Gittern hoch genug ist, um eine Vernetzungsreaktion des Resists auszulösen.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass die Herstellung von Gittern an Litho 2 mit Perioden um $5\ \mu\text{m}$ möglich ist, wenn es gelingt den Anteil hochenergetischer Photonen im Spektrum zu reduzieren. Hierfür kann ein Nickel-Filter genutzt werden, wie die vorliegende Untersuchung zeigt. Mit dieser Konfiguration ist es möglich, in Kombination mit einem geeigneten Resist (vgl. Abschnitt 5.1), Gitter mit Perioden kleiner als $5\ \mu\text{m}$ an Litho 2 herzustellen. Beide Plots in Abbildung 5.5 zeigen eine ausgezeichnete Strukturierbarkeit für Gitter die mit einem



(a) DC-Änderung



(b) Vernetzungsgrad

Abbildung 5.5: Änderung des Gitter-Duty-Cycle zwischen Maske und Kopie sowie Grad der Vernetzung an der Resistoberfläche für Bestrahlungen mit und ohne Verwendung eines Nickel-Kantenfilters. Bei Verzicht auf die Filterung von Litho 2 mit Nickel wirkt sich das härtere Spektrum negativ auf die Qualität von Gitterstrukturen aus: Die Abweichung des Duty-Cycle steigt an, außerdem entstehen schon bei größeren Perioden vernetzte Lamellen an der Resistoberfläche.

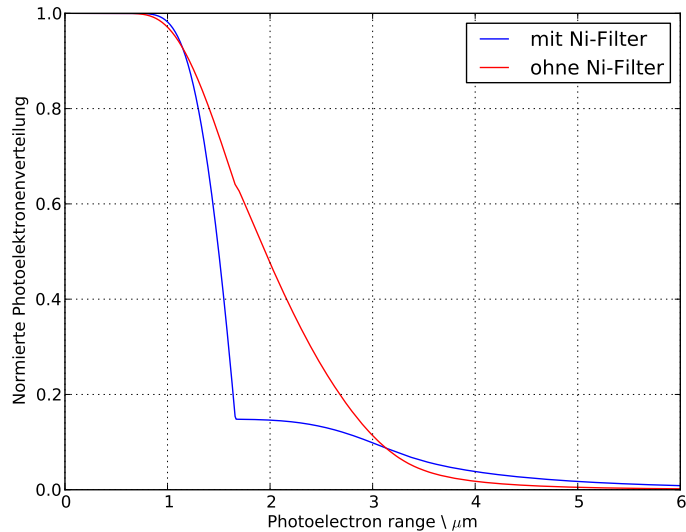


Abbildung 5.6: Reichweitenverteilung der Photoelektronen bei Belichtungen mit und ohne Nickel-Filter. Der Verzicht auf einen Nickelfilter führt zu einem hohen Anteil an Photonen mit Energien größer als 8 keV. Dies bedeutet auch einen größeren Anteil an Photoelektronen mit hohen Reichweiten. Ein negativer Einfluss auf die Strukturqualität im Vergleich zu einem Nickel-gefiltertem Spektrum ist zu erwarten.

mit Nickel gefilterten Spektrum hergestellt wurden. Erst bei einer Periode von $4,6 \mu\text{m}$ kommt es zu einem Anstieg in der DC-Änderung sowie der Vernetzung an der Oberfläche. Dieses Verhalten deutet darauf hin, dass an diesem Punkt eine prinzipielle Grenze des Prozesses erreicht ist.

5.2.2 Einfluss der verwendeten Maske

Die Verlagerung der Gitterherstellung von Litho 1 zu Litho 2 ermöglicht es, alternative Materialien für die Herstellung von Arbeitsmasken zu verwenden. An Litho 1 kommen vorwiegend Masken aus Titan-, Nickel oder Polyimidmembranen zum Einsatz (vgl. Abschnitt 2.5), und zwar zumeist in dünnen Schichtdicken, um eine geringe Absorption in der Maskenmembran zu gewährleisten. Das härtere Spektrum an Litho 2 kann aber beispielsweise auch Masken aus Beryllium, Graphit oder Silizium nutzen. Der Vorteil dieser Arbeitsmasken mit hohen Substratdicken besteht vor allem in der höheren mechanischen und thermischen Stabilität gegenüber den dünnen Metall- und Polymermembranen.

Anhand des Vergleichs zwischen den Ergebnissen die mit einer Polyimidmaske sowie einer Kombination von Polyimidmaske mit einem Siliziumfilter erzielt

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

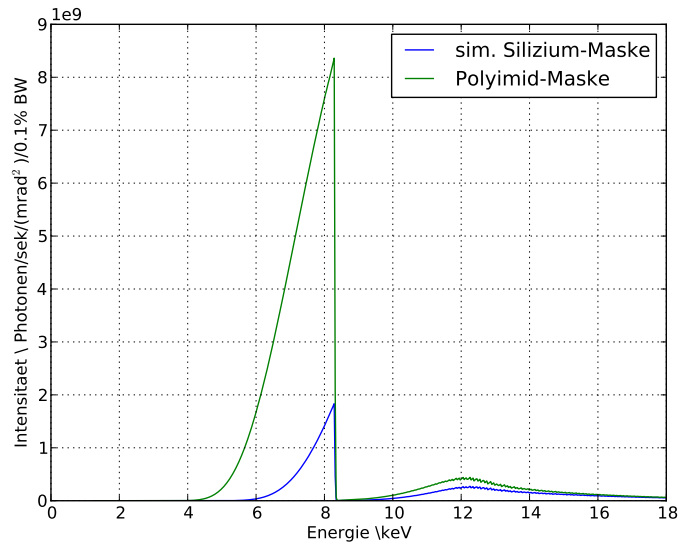


Abbildung 5.7: Spektren von Litho2 mit 26,9 µm Nickel-, 40 µm Kohlenstoff- und 175 µm Polyimid-Vorfiltern bei der Verwendung einer Polyimidmaske (7 µm Dicke) bzw. einer (simulierten) Siliziummaske (113 µm Dicke).

werden, soll untersucht werden, ob die Verwendung von Silizium als Maskenmembran möglich ist. In Abschnitt 5.2.1 konnte der Nutzen eines Nickel-Filters beim Strukturieren von Gittern bereits nachgewiesen werden, daher wird für die folgenden Versuche ebenfalls ein Nickel-Filter mit 26,9 µm Dicke in den Strahl eingebracht. Weiterhin werden 40 µm Kohlenstoff und 175 µm Polyimid als Filter verwendet. Die Bestrahlungen erfolgen mit der Testarbeitsmaske aus einer 7 µm dicken Polyimid-Membran, die Siliziummaske wird durch zusätzlichen Einsatz eines Siliziumfilters von 113 µm Dicke simuliert. Bei beiden Bestrahlungen werden 100 µm Resist der Charge K108 mit einer Tiefendosis von 60 J/cm³ belichtet.

Die beiden resultierenden Spektren sind in Abbildung 5.7 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass bei Verwendung einer simulierten Siliziummaske ein großer Teil der Photonen mit Energien kleiner als 8 keV in der Maske absorbiert wird. Oberhalb der Nickelkante sind sich die Spektren ähnlich. Es ist zu erwarten, dass durch den höheren Anteil an weicher Strahlung im Polyimid-Spektrum bessere lithographische Ergebnisse erzielt werden.

Einige der hergestellten Gitterstrukturen sind in Abbildung 5.8 dargestellt. Wie zu erwarten, zeigen die mit der Polyimid-Maske hergestellten Strukturen mit 4 µm Periode eine bessere Qualität als die Strukturen aus Belichtungen mit der simulierten Siliziummaske, manifestiert in einer geringeren Anzahl an vernetzten Gitterlamellen. Bei 4,8 µm und 5,8 µm ist zwischen den mit den beiden unterschiedlichen Masken hergestellten Strukturen rein optisch kein Unterschied zu erkennen.

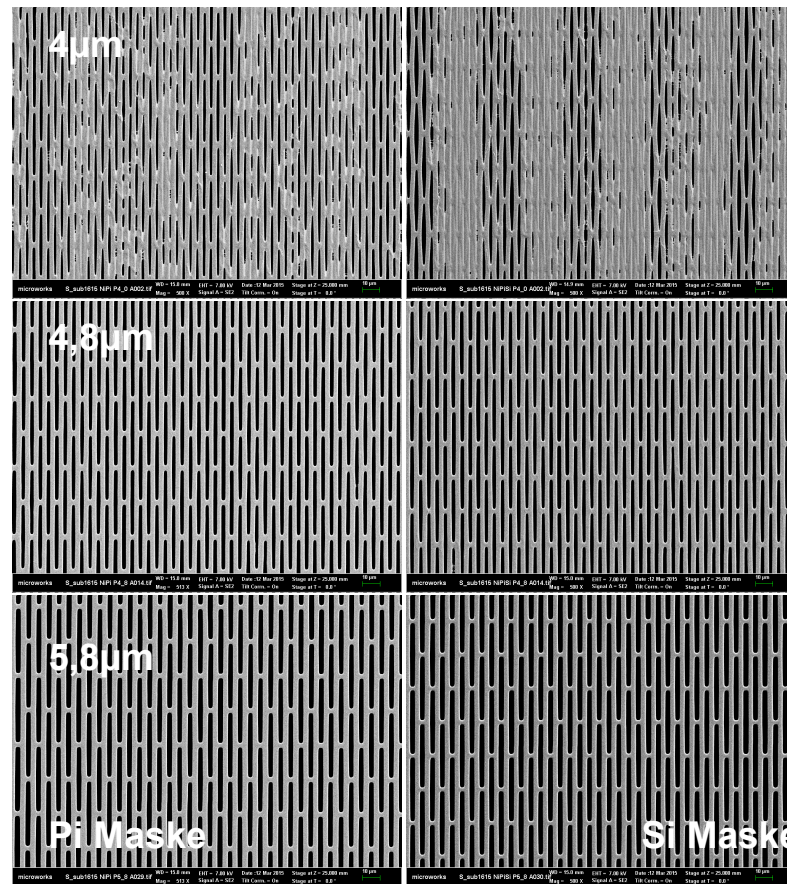
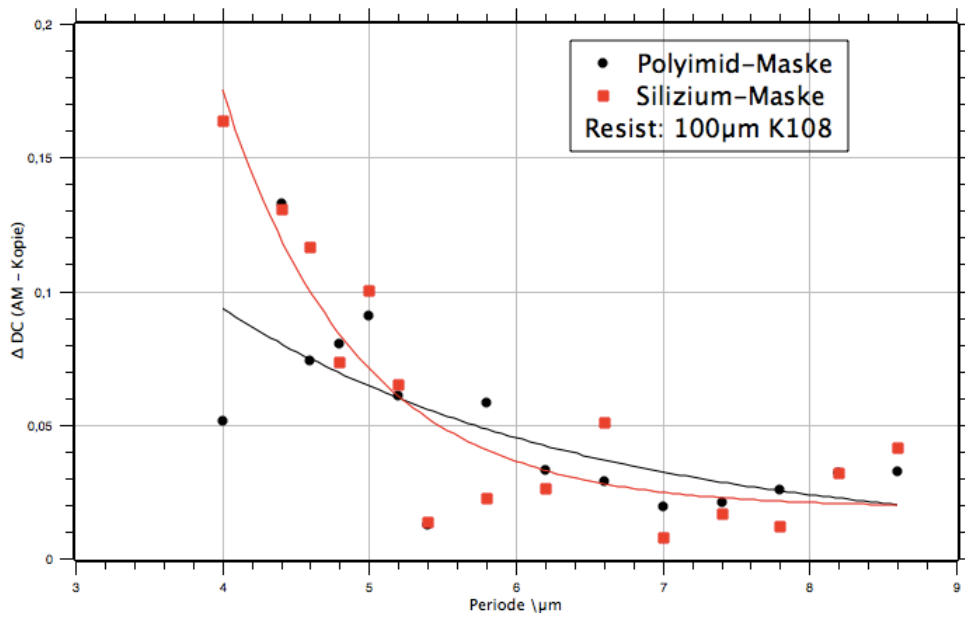


Abbildung 5.8: Vergleich der Ergebnisse der Belichtung eines 100 µm dicken Resists (Charge K108, Tiefendosis 60 J/cm³, Filterung mit Nickel) einer Polyimid-Maske mit denen einer (durch Filter simulierten) Siliziummaske. Perioden: 4,0 µm, 4,8 µm und 5,8 µm.

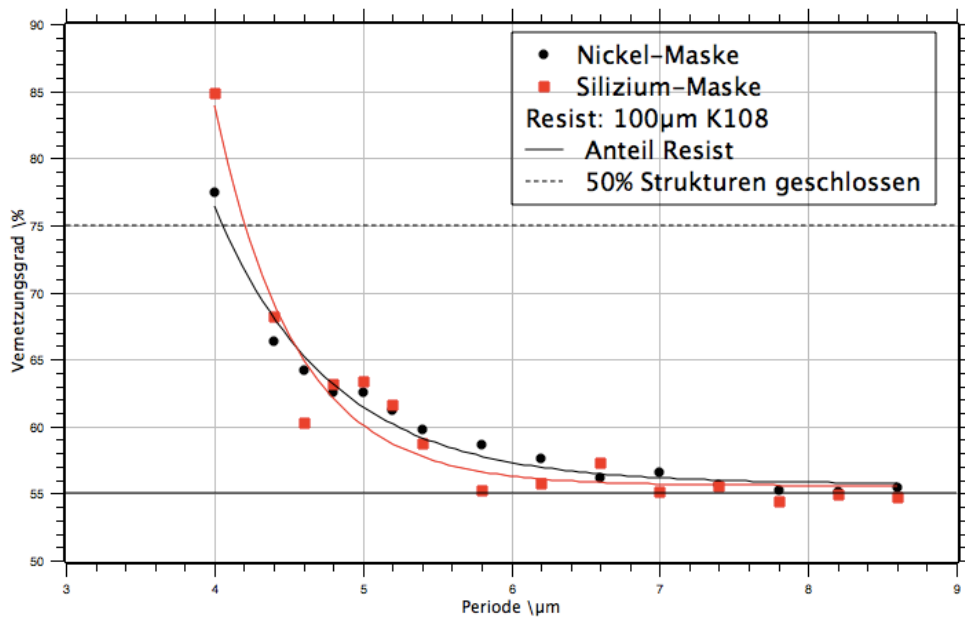
Bei Betrachtung der Duty-Cycle-Änderungen in Abbildung 5.9(a) ist auffällig, dass die Strukturen, die mit der simulierten Siliziummaske belichtet wurden, bei Perioden größer als $5,4\ \mu\text{m}$ zumeist geringere Abweichungen als Gitter aus der Polyimid-Maske aufweisen. Bei beiden sind die Abweichungen jedoch kleiner als 0,05. Kleinere Perioden scheinen empfindlicher auf das härtere Spektrum einer simulierten Siliziummaske zu reagieren. Bei diesen steigt die Änderung stärker an als bei solchen, die mit der Polyimid-Maske belichtet wurden. Ein vergleichbares Bild ergibt sich bei der Betrachtung der Vernetzungsgrade in Abbildung 5.9(b): Strukturen, die mit einer simulierten Siliziummaske belichtet wurden, zeigen bis zu einer Periode von ca. $5\ \mu\text{m}$ eine geringere Vernetzung. Bei kleineren Perioden steigt in beiden Fällen der Vernetzungsgrad an, bei Silizium erscheint der Anstieg ausgeprägter.

Eine Erklärung liefert die Betrachtung des Top-Bottomverhältnisses der Dosis. Bei der Siliziummaske beträgt dieses 1,25, bei Einsatz der Polyimidmaske 1,35. Bei der applizierten Tiefendosis von $60\ \text{J}/\text{cm}^3$ bedeutet dies, dass die Resistoberfläche beim Einsatz der simulierten Siliziummaske einer Dosis von $75\ \text{J}/\text{cm}^3$, beim Einsatz der Polyimidmaske jedoch einer Dosis von $81\ \text{J}/\text{cm}^3$, ausgesetzt war. Bei hinreichend großen Perioden erscheint der Effekt der geringeren Oberflächendosis bei Nutzung einer simulierten Siliziummaske stärker ausgeprägt als der Einfluss der damit einhergehenden größeren Photoelektronenreichweiten. Wird eine Grenzperiode unterschritten, bei dem verwendeten Resist liegt sie bei ca. $5\ \mu\text{m}$ Periode, nimmt die Strukturqualität stark ab.

Die durchgeführten Experimente zeigen, dass es möglich ist mit einer simulierten Siliziummaske Gitterstrukturen mit $5\ \mu\text{m}$ Periode an Litho 2 herzustellen. Der Vergleich mit Strukturen, die mit einer Polyimidmaske hergestellt wurden, deutet darauf hin, dass sich das härtere Spektrum bei Belichtungen mit Masken aus Silizium geringfügig positiv auf die Herstellbarkeit von Gitterstrukturen mit großen Perioden auswirkt.



(a) DC-Änderung



(b) Vernetzungsgrad

Abbildung 5.9: Vergleich der Strukturierungsergebnisse bei Belichtungen mit einer Polyimid- und einer Siliziummaske. Bei Duty-Cycle-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) ergeben sich bei Perioden größer als $5 \mu\text{m}$ leichte Vorteile beim Einbringen von Silizium als Filter, bzw. als Maskenmembran.

5.2.3 Einfluss der Maskenorientierung

In Kapitel 2.6.5 sowie Abschnitt 2.6.6 wurden thermische und geometrische Einflüsse auf die Abbildungsgenauigkeit in der Röntgenlithographie diskutiert. In der Gitterfertigung besteht ein Unterschied der Qualität von Strukturen aus zwei unterschiedlichen Masken, die sich in der Orientierung der Gitterlamellen zum Synchrotronstrahl unterscheiden. Dieser Effekt wird im folgenden charakterisiert. Dazu werden Gitterstrukturen aus einer Standardbelichtung mit Strukturen verglichen, bei denen Maske und Substrat um 90° relativ zum Strahl rotiert werden. Die Skizze in Abbildung 5.10 stellt die Verhältnisse bei der Bestrahlung dar.

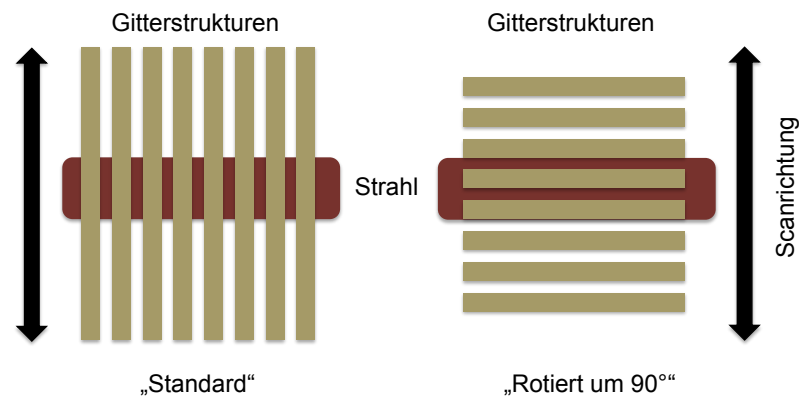


Abbildung 5.10: Ausrichtung der Gitterstrukturen zum Synchrotronstrahl. Als Standard werden die Gitterlamellen parallel zur Scanrichtung orientiert.

Die Belichtungen erfolgen mit einem Filterset aus $40\ \mu\text{m}$ Kohlenstoff, $26,9\ \mu\text{m}$ Nickel und $175\ \mu\text{m}$ Kapton. Die Testarbeitsmaske besteht aus $7\ \mu\text{m}$ Polyimid, für den Versuch wird durch den Einbau eines Siliziumfilters das Spektrum einer Siliziummaske simuliert. Der verwendete Resist entstammt der Charge K109, für die Belichtung wird eine Tiefendosis von $60\text{J}/\text{cm}^3$ bei einer Schichtdicke von $240\ \mu\text{m}$ Resist eingestellt. Der Bestrahlungsaufwand beträgt $777\ \text{mAmin}/\text{cm}$, das Top/Bottom-Verhältnis 1,25.

Die REM-Bilder der Gitter in Abbildung 5.11 zeigen einen deutlichen Unterschied in der Strukturqualität, insbesondere bei kleinen Perioden. Die Standardbelichtung erzeugt stark vernetzte Strukturen mit Periode $4\ \mu\text{m}$, auch bei einer Periode von $4,6\ \mu\text{m}$ ist noch ein hoher Anteil der Lamellen an der Oberfläche verschlossen. Die rotierte Belichtung erzeugt bei $5,4\ \mu\text{m}$ Periode nahezu alle Lamellen ohne Reste an der Oberfläche. Bei $4\ \mu\text{m}$ und $4,6\ \mu\text{m}$ sind jeweils deutlich weniger Lamellen verschlossen als bei der Standardbelichtung.

Die Messungen von Duty-Cycle-Änderung und Vernetzungsgrad an der Resistoberfläche in Abbildung 5.12 bestätigen dieses Verhalten ebenfalls. Gitterstrukturen, die um 90° rotiert belichtet werden, zeigen kleinere Abweichungen im

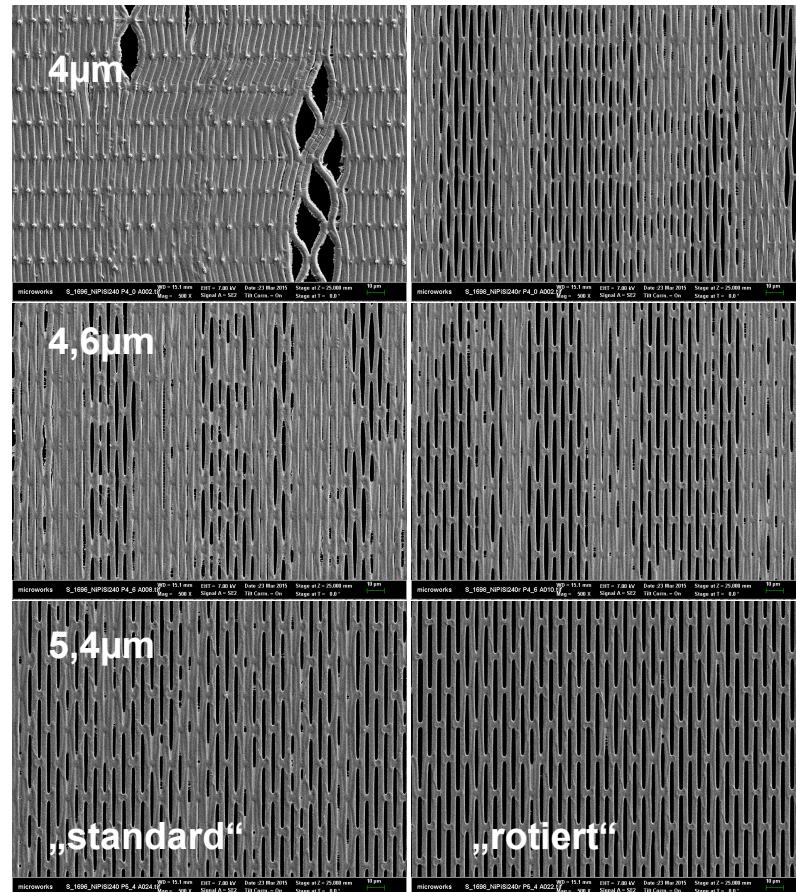
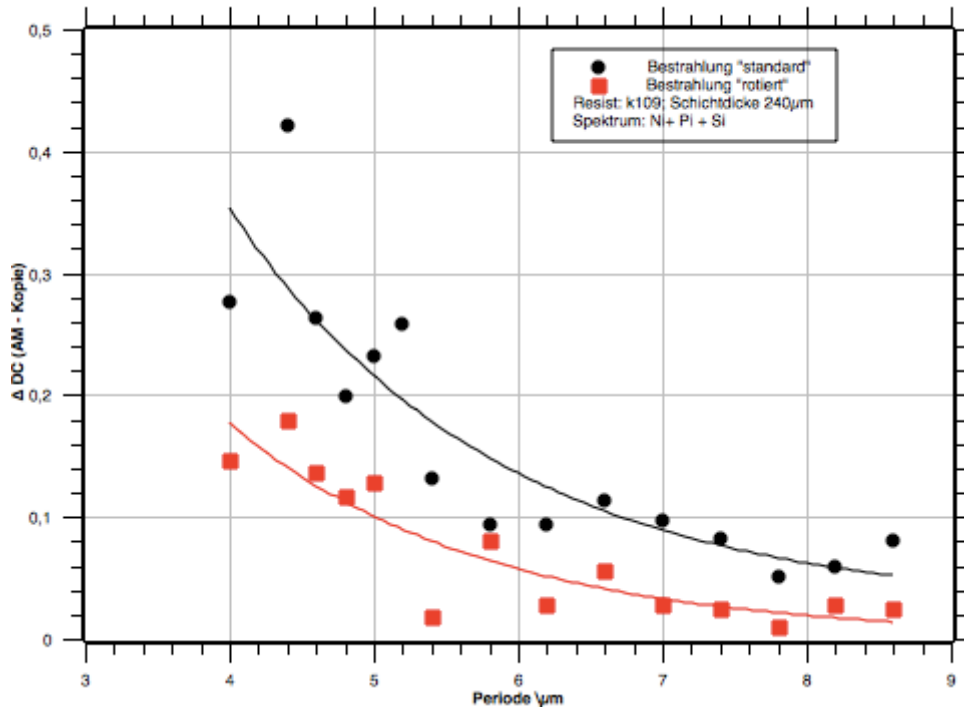
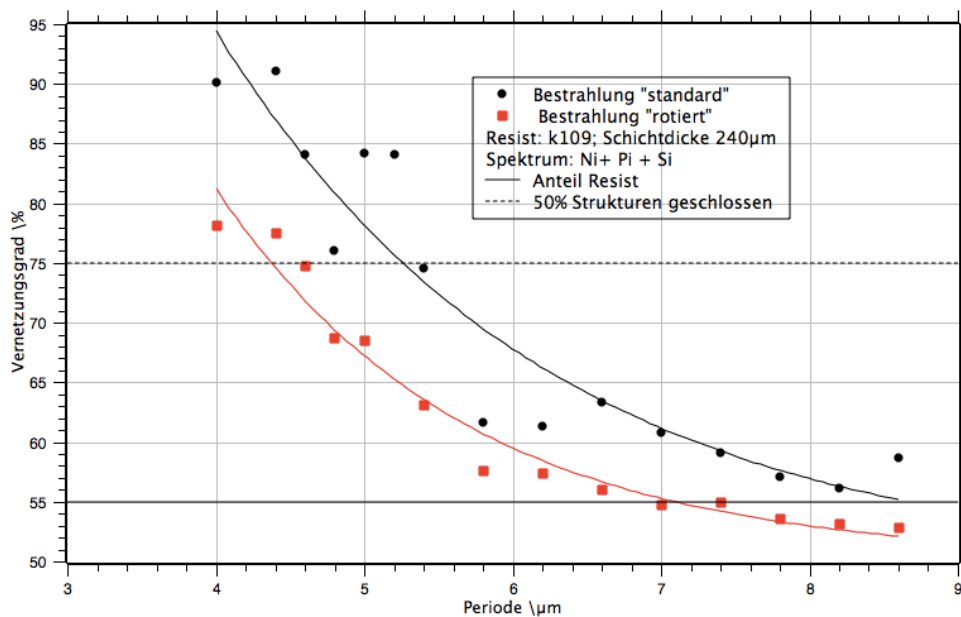


Abbildung 5.11: Vergleich von Gitterstrukturen mit den Perioden $4,0 \mu\text{m}$, $4,6 \mu\text{m}$ und $5,4 \mu\text{m}$ bei denen Maske und Substrat um 90° relativ zum Synchrotronstrahl rotiert wurden. Bei allen Perioden ist eine signifikante Verringerung der Anzahl der geschlossenen Lamellen zu erkennen.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen



(a) DC-Änderung



(b) Vernetzungsgrad

Abbildung 5.12: Abhängigkeit zwischen DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) und der Ausrichtung der Gitterstruktur zur Scanrichtung bzw. dem Synchrotronstrahl bei der Belichtung. Sind die Gitterlamellen senkrecht zur Scanrichtung, also parallel zur horizontalen Ausbreitung des Synchrotronstrahls ausgerichtet, verbessert sich die Strukturqualität.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

Duty-Cycle als die Strukturen aus der Standardbestrahlung. Allerdings ist zu bemerken, dass die DC-Abweichungen der Gitter aus der Standardbelichtung eine starke Streuung aufweisen. Dies ist in der starken Vernetzung der Lamellen, und den teilweise vorhandenen Verzügen begründet, die eine exakte Messung der Resistlinienbreite erschwert. Da die REM-Aufnahmen bei der Ermittlung des Vernetzungsgrads eine größere Fläche abbilden (Vergrößerung 500 im Gegensatz zu 4000), nehmen solche lokalen Defekten nur einen kleinen Einfluss auf die Messung. Bei der Betrachtung des Vernetzungsgrads ist wiederum festzustellen, dass die rotierte Belichtung bessere Ergebnisse als die Standardbelichtung liefert.

5.2.4 Einfluss der genutzten Beamline auf die Linienbreiten

In den vorangegangenen Abschnitten wurden die Einflüsse unterschiedlicher Prozessparameter auf die Gitterqualität charakterisiert. Damit konnte der Prozess zur Gitterherstellung von Litho 1 nach Litho 2 übertragen werden. Der wesentliche Vorteil der Nutzung von Litho 2 besteht in der Möglichkeit, Strukturen mit höheren Schichtdicken herzustellen als dies an Litho 1 möglich ist. Die Untersuchungen zur Prozessoptimierung haben jedoch einen signifikanten Einfluss des Belichtungsspektrums auf die Maßabweichung zwischen Maske und Kopie an Litho 2 aufgezeigt. Dieser Sachverhalt lässt erwarten, dass zwischen Kopien an Litho 1 und Litho 2 ebenfalls ein Unterschied in der Maßhaltigkeit besteht.

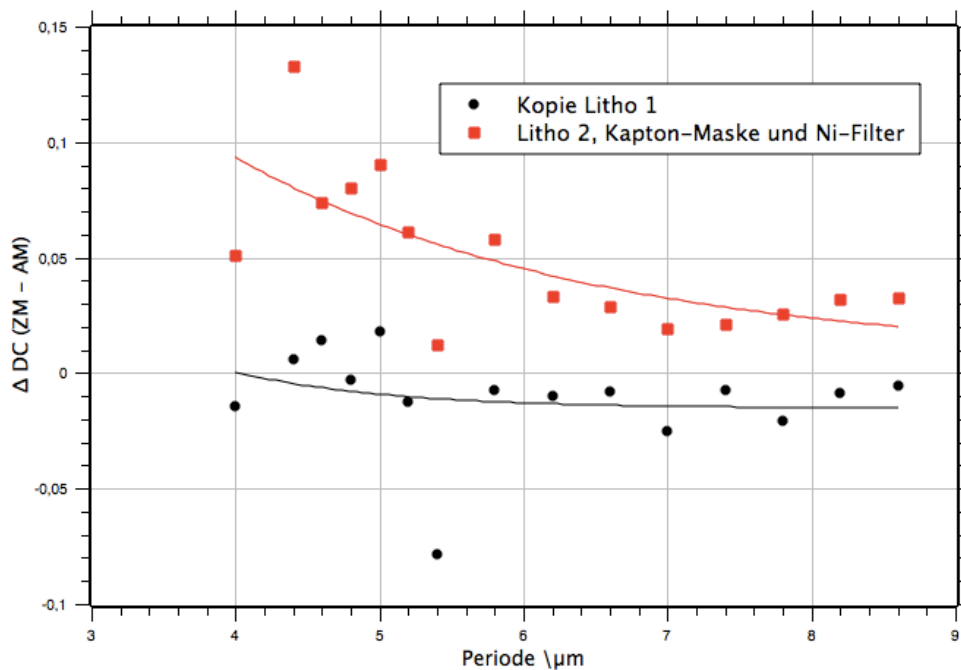


Abbildung 5.13: DC-Änderung zwischen Maske und Kopie. Bei Litho 1 zeigen sich nahezu keine Änderungen im Duty-Cycle, während bei der Verwendung von Litho 2 ein deutlicher Unterschied auftritt.

Der Vergleich der DC-Änderung zwischen Maske und Kopie an den beiden Beamlines ist in Abbildung 5.13 dargestellt. Die Änderungen an Litho 1 wurden durch Messungen an der Zwischen- sowie der Arbeitsmaske ermittelt. Zum Vergleich wurden die Werte der bereits diskutierten Belichtungen an Litho 2 mit Polyimidmaske und Nickelfilter (vgl. Abschnitt 5.2.2) sowie mit Siliziummaske ohne weiteren Filter (vgl. Abschnitt 5.2.1) genutzt. Generell ist zu bemerken, dass die an Litho 1 hergestellten Gitter im Vergleich zu den an Litho 2 belichteten eine äußerst geringe Veränderung des Duty-Cycle aufweisen. Außerdem scheint die Abweichung bei Kopien an Litho 1 nicht mit der Periode anzusteigen, wie es insbesondere bei den an Litho 2 ohne Nickelfilter belichteten Strukturen der Fall ist.

Der hier angestellte Vergleich, sowie die Ergebnisse der vorangegangenen Abschnitte lassen die Folgerung zu, dass die Herstellung von Gittern mit Perioden um $5\ \mu\text{m}$ an Litho 2 möglich ist, allerdings mit größeren Maßabweichungen als dies an Litho 1 der Fall wäre.

5.3 Strukturen mit unterschiedlicher Höhe

Bei der Röntgentiefenlithographie besteht ein Zusammenhang zwischen der zu belichtenden Schichtdicke und der notwendigen Belichtungs-dosis. Um eine definierte Tiefendosis bei unterschiedlichen Resistdicken zu erreichen, ist eine mit der Schichtdicke steigende Belichtungs-dosis an der Oberfläche zu akzeptieren. Aufgrund des proportionalen Zusammenhangs zwischen primärer Dosis und Dosis aus Sekundäreffekten ist damit eine höhere Dosis mit einer verschlechterten Auflösung verbunden (vgl. Abschnitt 2.6.3). Es ist zu erwarten, dass eine Erhöhung der Schichtdicke, durch die damit verbundene erhöhte Oberflächendosis zu einer schlechteren Strukturqualität, also mehr geschlossenen Lamellen an der Oberfläche führt.

Im Folgenden werden die Oberflächendosen betrachtet. Einerseits sind die Effekte an der Resistoberfläche gut beobachtbar, es ist kein zusätzlicher Präparationsaufwand (wie Trennung der Strukturen vom Substrat) notwendig, wodurch potentielle Fehlerquellen, z.B. aus mechanischer Krafteinwirkung beim Ablösen, vermieden werden. Zum Anderen ist an der Oberfläche der Effekt der Dosis am wenigsten durch weitere Effekte, beispielsweise aus dem Substrat beeinflusst. Drittens stellt die Oberflächendosis den Worst-Case bei der Belichtung dar: an der Resistoberfläche wird die höchste Dosis abgelagert. Entstehen an der Oberfläche keine negativen Effekte, so ist anzunehmen, dass dies auch im restlichen Resistvolumen nicht geschieht. An der Grenzfläche zwischen Resist und Startschicht kann die lokale Dosis die Oberflächendosis wieder übertreffen, diese Dosis entstammt dann Effekten wie Röntgenfluoreszenz oder Photoelektronenemission aus der Startschicht. Diese sind nicht Gegenstand der aktuellen Untersuchung und werden in Abschnitt 5.4.3 behandelt.

Bei den Belichtungen an Litho 2 wird Resist aus der Charge K109 verwendet. Die Filterung erfolgt durch $40\ \mu\text{m}$ Kohlenstoff, $26,9\ \mu\text{m}$ Nickel und $175\ \mu\text{m}$ Kohlenstoff. Die Maske besteht aus einer $7\ \mu\text{m}$ dicken Polyimidmembran, soll die Belichtung mit einer Silizium-Maske simuliert werden, so wird zusätzlich ein Filter aus $113\ \mu\text{m}$ dickem Silizium in den Strahl eingebracht.

Als Tiefendosis wurden jeweils $60\ \text{J}/\text{cm}^3$ verwendet. Bei der Belichtung mit einer Polyimidmaske (NiPi-Spektrum) führt dies bei $100\ \mu\text{m}$ Resist zu einer Oberflächendosis von $68,5\ \text{J}/\text{cm}^3$ (Top/Bottom 1,14), bei $240\ \mu\text{m}$ Resist zu $81,3\ \text{J}/\text{cm}^3$ an der Oberfläche (Top/Bottom 1,36). Bei der Siliziummaske (NiPiSi-Spektrum) werden an der Resistoberfläche $75\ \text{J}/\text{cm}^3$ abgelagert, bei einer Schichtdicke von $240\ \mu\text{m}$ (Top/Bottom 1,25).

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

REM-Aufnahmen ausgewählter Testgitter sind in Abbildung 5.14 zu sehen. Bei $4\ \mu\text{m}$ Gitterperiode sind alle Strukturen stark vernetzt. Die beiden hohen Strukturen zeigen zusätzlich noch Deformationen, welche bei den $100\ \mu\text{m}$ dicken Strukturen nicht auftreten. Vergleicht man die Ergebnisse der Belichtung mit der Siliziummaske ($75\ \text{J}/\text{cm}^3$ an der Oberfläche) und der Polyimidmaske ($81\ \text{J}/\text{cm}^3$ an der Oberfläche) so treten bei Strukturen mit höheren Dosen stärkere Deformationen auf. Gitter mit $4,8\ \mu\text{m}$ Periode, die in $100\ \mu\text{m}$ Schichtdicke hergestellt wurden (Oberflächendosis $68,5\ \text{J}/\text{cm}^3$) zeigen weniger vernetzte Lamellen als beiden Gitter, die in einer Schichtdicke von $240\ \mu\text{m}$ hergestellt wurden ($75\ \text{J}/\text{cm}^3$ NiPiSi, bzw. $81\ \text{J}/\text{cm}^3$ NiPi).

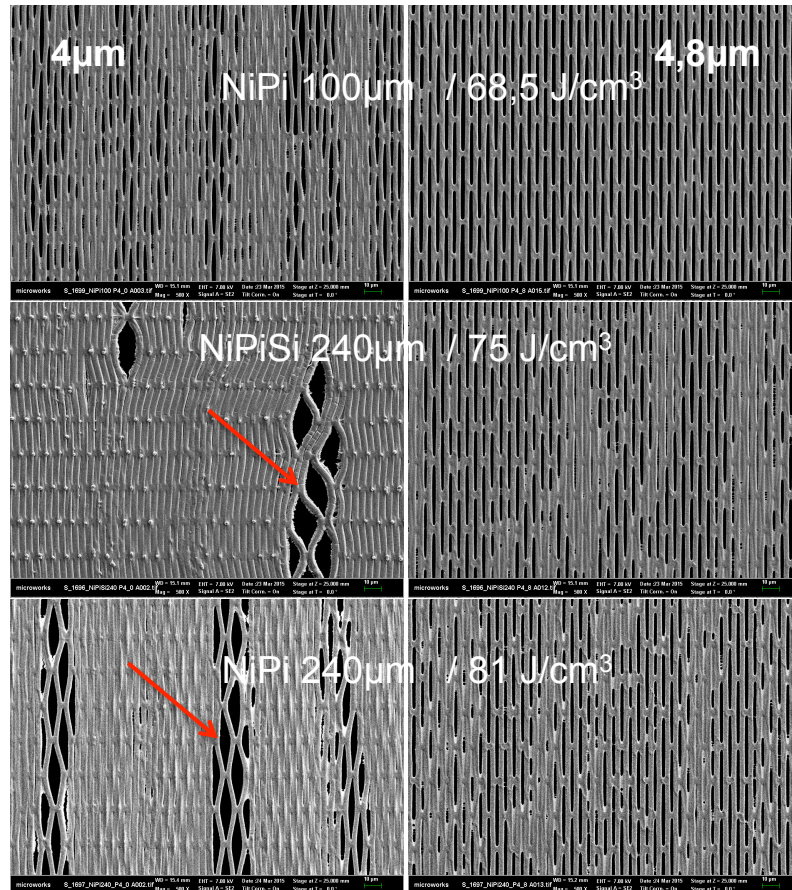


Abbildung 5.14: Gitterstrukturen der Perioden $4\ \mu\text{m}$ und $4,8\ \mu\text{m}$ hergestellt mit unterschiedlichen Oberflächen Dosen. Mit zunehmender Oberflächen Dosis zeigt sich eine Zunahme der geschlossenen Lamellen, außerdem werden Deformationen sichtbar (rote Pfeilmarkierungen).

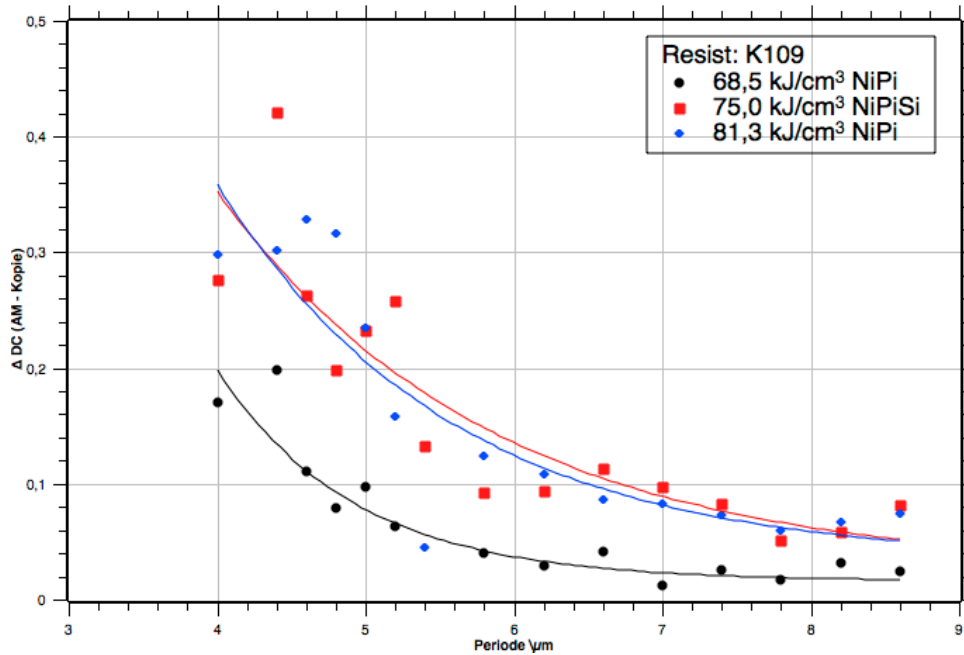
Sowohl in der DC-Änderung in Abbildung 5.15(a) als auch bei Messung der Oberflächenvernetzung in Abbildung 5.15(b) bestätigt sich der Eindruck aus den REM-Bildern. Bei der Dosis von $68,5\ \text{J}/\text{cm}^3$, bzw. $100\ \mu\text{m}$ dickem Resist, entstehen in dieser Versuchsreihe die Strukturen mit den kleinsten Abweichungen im Duty-Cycle. Die höheren Schichtdicken liefern deutlich schlechtere Werte. Bei einer

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

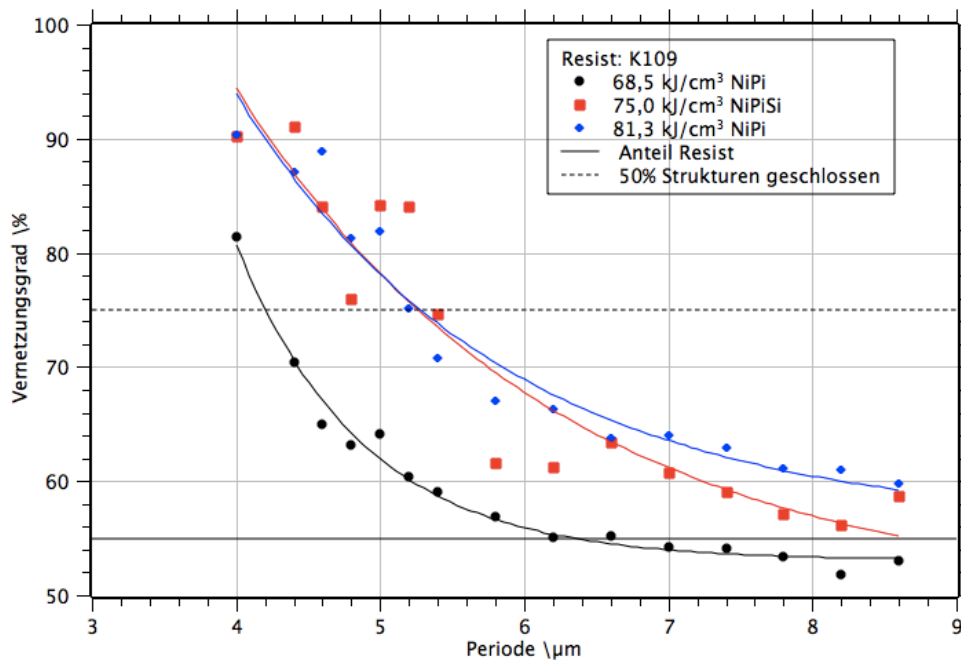
Oberflächendosis von 75 J/cm^3 bei Nutzung der Silizium-Maske wären bessere Strukturen zu erwarten als bei Nutzung der Polyimidmaske, bei der $81,3 \text{ J/cm}^3$ an der Resistoberfläche abgelagert werden. Dies ist jedoch nicht der Fall. Es ist daher anzunehmen, dass der Einfluss des Spektrums nicht vom Einfluss der Belichtungsdosis trennbar ist.

Die in Abbildung 5.15 dargestellten Ergebnisse zeigen Korrelation von Dosis und erreichbarer Strukturauflösung. Für die Gitterherstellung impliziert dies eine Beschränkung der erzielbaren Schichtdicke bei einer festgelegten Periode. Die Oberflächendosis wächst mit steigender Schichtdicke, die minimal herstellbare Periode steigt damit ebenfalls an. Bei gleichbleibender Tiefendosis wird es notwendig, einen Resist mit besserem Kontrast zu verwenden oder eine geringere Tiefendosis zu verwenden. Ein weiterer Ansatz zur Lösung dieses Problems wird in Abschnitt 5.4.4 vorgestellt.

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen



(a) DC-Änderung



(b) Vernetzungsgrad

Abbildung 5.15: Abhängigkeit zwischen DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) und der Belichtungs-dosis an der Resistoberfläche

5.4 Strukturierung an Litho 2

5.4.1 Erste Ergebnisse der Strukturierung an Litho 2

Mit den in den vorigen Abschnitten erzielten Ergebnissen können Gitterstrukturen an Litho 2 hergestellt werden. Entsprechend Abschnitt 5.2.1 wird die Nutzung eines Nickelfilters mit $26,9 \mu\text{m}$ Dicke als notwendig erachtet, weiterhin werden $40 \mu\text{m}$ Kohlenstoff und $175 \mu\text{m}$ Kapton als Filter verwendet. Die im weiteren gezeigten Strukturen werden mit Masken auf Basis von Nickelmembranen (ca. $2 \mu\text{m}$ Dicke), Polyimidmembranen (ca. $7 \mu\text{m}$ Dicke) und Siliziumwafern (ca. $100 \mu\text{m}$ bis $120 \mu\text{m}$ Dicke) hergestellt. Durch Anpassung des Bestrahlungsaufwandes wird die Tiefendosis auf 60 J/cm^3 eingestellt. Belackungs-, Back- und Entwicklungsschritte sind an die geänderten Schichtdicken angepasst.

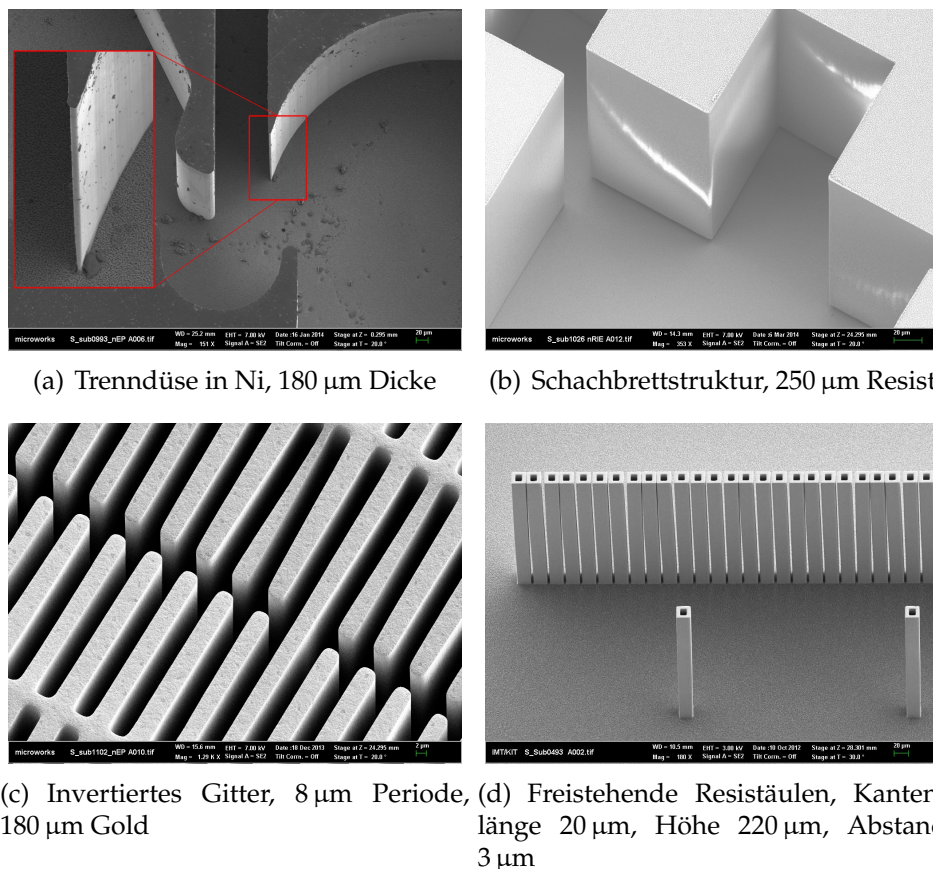


Abbildung 5.16: Verschiedene an Litho 2 hergestellte Strukturen. Die Trenndüse in Abbildung 5.16(a) sowie das Gitter in Abb. 5.16(c) zeigen die metallischen Mikrostrukturen nach der Galvanik, die beiden anderen Bilder zeigen Resiststrukturen.

In Abbildung 5.16 sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen einiger Mikrostrukturen aus Metall und Resist dargestellt. Trenndüsen (Abb. 5.16(a)), eine

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

Schachbrettstruktur (Abb. 5.16(b)), ein Gitter (Abb. 5.16(c)) und freistehende Resistsäulen (Abb. 5.16(d)) sind hier stellvertretend für eine Vielzahl von Strukturen gezeigt, deren Herstellung mit dem vorgestellten Filtersatz gelingt.

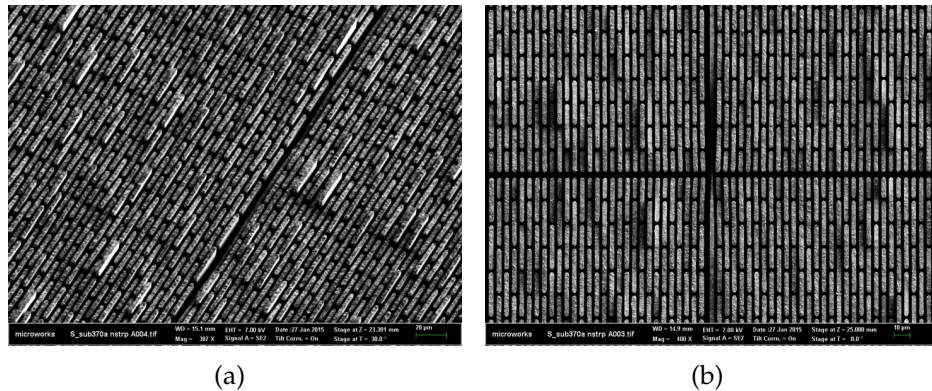


Abbildung 5.17: An Litho 2 mit Nickelfiltersatz hergestelltes Gitter mit Periode $4,8\ \mu\text{m}$. Nach der Entwicklung wurden $220\ \mu\text{m}$ Gold in die Strukturen abgeschieden. Die Bilder zeigen die Goldstrukturen nach partieller Entfernung des Resists.

Im Fokus der vorliegenden Arbeit steht die Herstellung von Gitterstrukturen mit Perioden um $5\ \mu\text{m}$ und Schichtdicken größer als $200\ \mu\text{m}$. Auch diese Art von Strukturen kann mit der eingeführten Optimierung hergestellt werden. In Abbildung 5.17 ist ein derartiges Gitter gezeigt. Die Performance eines derartigen Gitters konnte bereits erfolgreich an der TU München getestet werden (49).

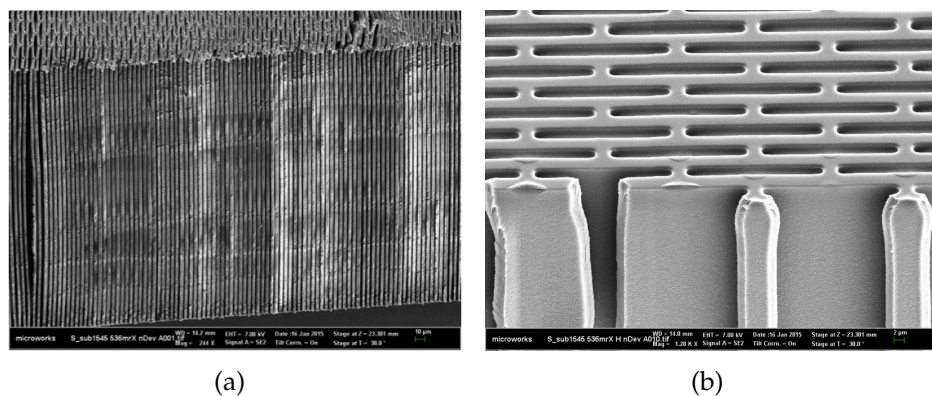


Abbildung 5.18: Gitter in $4,8\ \mu\text{m}$ Periode und einer Resistdicke von $560\ \mu\text{m}$. Belichtung an Litho 2 mit einer Siliziummaske und Nickelfiltern.

Versuchsweise wurde auch eine Gitterstruktur auf Silizium in $560\ \mu\text{m}$ Schichtdicke belichtet, ohne dass eine galvanische Goldabscheidung geplant war. Die Periode des Gitters beträgt $4,8\ \mu\text{m}$, demnach ergibt sich in der Resiststruktur ein Aspektverhältnis von 230. Abbildung 5.18 zeigt REM-Aufnahmen dieses Gitters.

5.4.2 Diskussion der Litho 2-Ergebnisse

Dass die Strukturierung von Gittern mit Aspektverhältnis 100 bei einer Gitterperiode von $4,8\ \mu\text{m}$ gelingt ist positiv zu bewerten. Ebenso die Tatsache, dass zumindest die Resiststrukturen für ein Gitter mit Periode $4,8\ \mu\text{m}$ in Aspektverhältnis 230 hergestellt werden können.

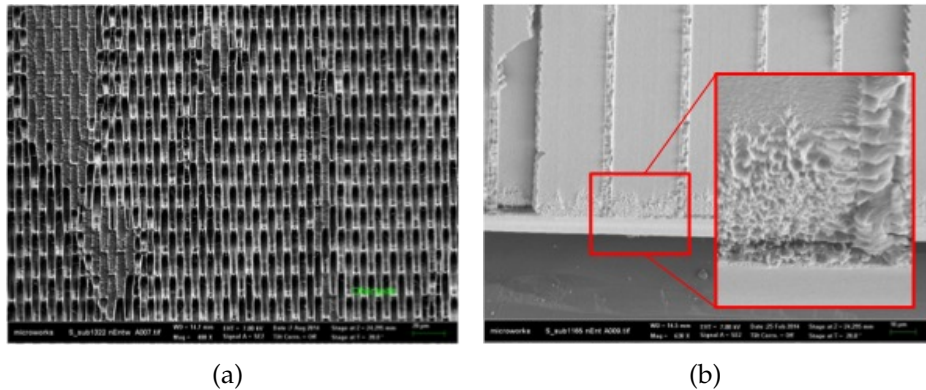


Abbildung 5.19: Die zwei Hauptversagensmechanismen bei Belichtungen an Litho 2: massiv quervernetzte Gitterlamellen durch Photoelektronen (a) und starke Restbildung aufgrund von Fluoreszenz an der Grenzschicht zwischen Resist und Titanstartschicht (b).

Allerdings ist die Ausbeute bei der Gitterherstellung begrenzt, insbesondere bei Resistdicken größer als $200\ \mu\text{m}$ sinkt die Ausbeute stark. Hier zeigen sich die bereits diskutierten Einflüsse: mit steigender Schichtdicke nimmt die Oberflächendosis zu, dies führt zu einem höheren Anteil an quervernetzten Gitterlamellen (vgl. Abschnitt 5.3). Eine derartige Struktur ist in Abbildung 5.19(a) dargestellt. Wie aus den Ergebnissen von Abschnitt 5.1 zu erwarten, ist das Auftreten dieses Effekts außerdem stark an die genutzte Resistcharge gebunden. Unter ansonsten identischen Bedingungen liefern zwei unterschiedliche Resistchargen unterschiedlich verwendbare Gitter.

Ein weiterer Versagensmechanismus ist im Wesentlichen von der Resistcharge unabhängig. Wie in Abbildung 5.19(b) zu erkennen, bildet sich an der Grenze zwischen Startschicht und Resist eine Zone mit Rückständen aus. Wegen dieser Verunreinigungen ist es notwendig eine RIE-Reinigung vor der Galvanik der Gitter durchzuführen. Ist das Aspektverhältnis zu hoch, erreichen die reaktiven Ionen die Verschmutzungszone nicht mehr, wodurch sich ungünstige Startbedingungen für die Galvanik ergeben. Entsprechend den Ausführungen in Abschnitt 2.6.2 ist anzunehmen, dass Fluoreszenz aus der Titan-Startschicht die Ursache für diesen Effekt ist. Im folgenden Abschnitt wird diese Hypothese weiter untersucht und der Versuch unternommen, Gitter auf einem nicht fluoreszierenden Substrat herzustellen.

5.4.3 Herstellung von Gittern auf alternativen Substraten

Reduzierte Titandicke

Eine Möglichkeit, die Intensität der Fluoreszenzstrahlung aus der Titanschicht zu reduzieren besteht darin, die Schichtdicke der Startschicht zu verringern. Bei einer Fluoreszenzwahrscheinlichkeit des Titan von 0,22 werden 22% der im Titan absorbierten Photonen wieder als Fluoreszenzstrahlung mit den charakteristischen Energien emittiert (ca. 4,6 keV und 4,8 keV). Bei einer Reduzierung der Ti-Schichtdicke werden weniger Photonen in der Schicht absorbiert, demnach also auch weniger Fluoreszenzphotonen emittiert.

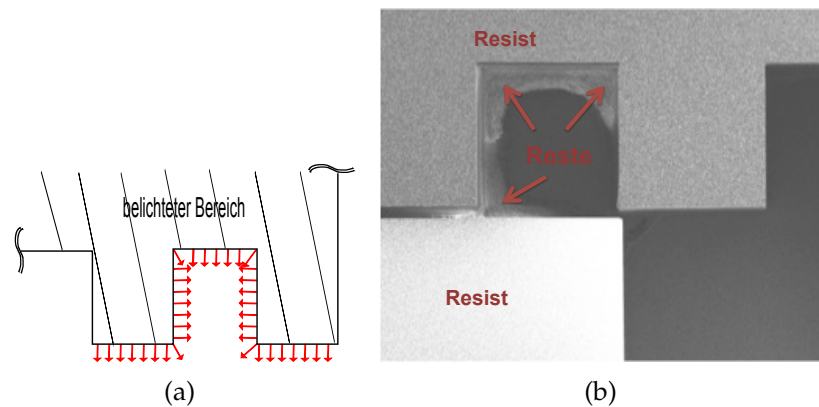


Abbildung 5.20: Teststruktur zur Demonstration des Einflusses der Titanschichtdicke und der Geometrie auf die Restebildung an der Startschicht. Abbildung (a) zeigt die Skizze der Struktur mit der Emission der Fluoreszenz. In den Ecken kommt es zu einer Überlagerung der Einflüsse aus unterschiedlichen Richtungen, welche zu den in Abbildung (b) sichtbaren Resten führen.

Der Zusammenhang zwischen der Titanschichtdicke und dem Ausmaß der Rückstände wird mittels der in Abbildung 5.20(a) gezeigten Schachbrettstruktur untersucht. Bei dieser Struktur kommt es in den belichteten Bereichen zur Emission von Fluoreszenzphotonen, in den Ecken des Schachbretts überlagern sich die Emissionen unterschiedlicher Quellen. Daher kommt es an diesen Stellen vermehrt zur Bildung von Resten, wie in Abbildung 5.20(b) zu erkennen. Die hier gezeigte Struktur ist mit einer Dosis von 60 J/cm^3 auf $2,5 \mu\text{m}$ Ti-TiO₂ belichtet.

Eine weitere Aufnahme der Schachbrettstruktur in Abbildung 5.21(a) zeigt die nach der RIE-Reinigung bleibenden Resistreste in den Ecken. Im Gegensatz dazu verschwinden die Reste mit einer Verringerung der Titandicke auf $1 \mu\text{m}$. In Abbildung 5.21(b) ist eine Teststruktur auf $1 \mu\text{m}$ Titan direkt nach der Entwicklung gezeigt. Die Reste sind verschwunden.

Allerdings geht die reduzierte Titandicke auch mit einer verminderten Haftung des Resists auf der Startschicht einher. Die Untersuchungen auf $1 \mu\text{m}$ dicken Ti-

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

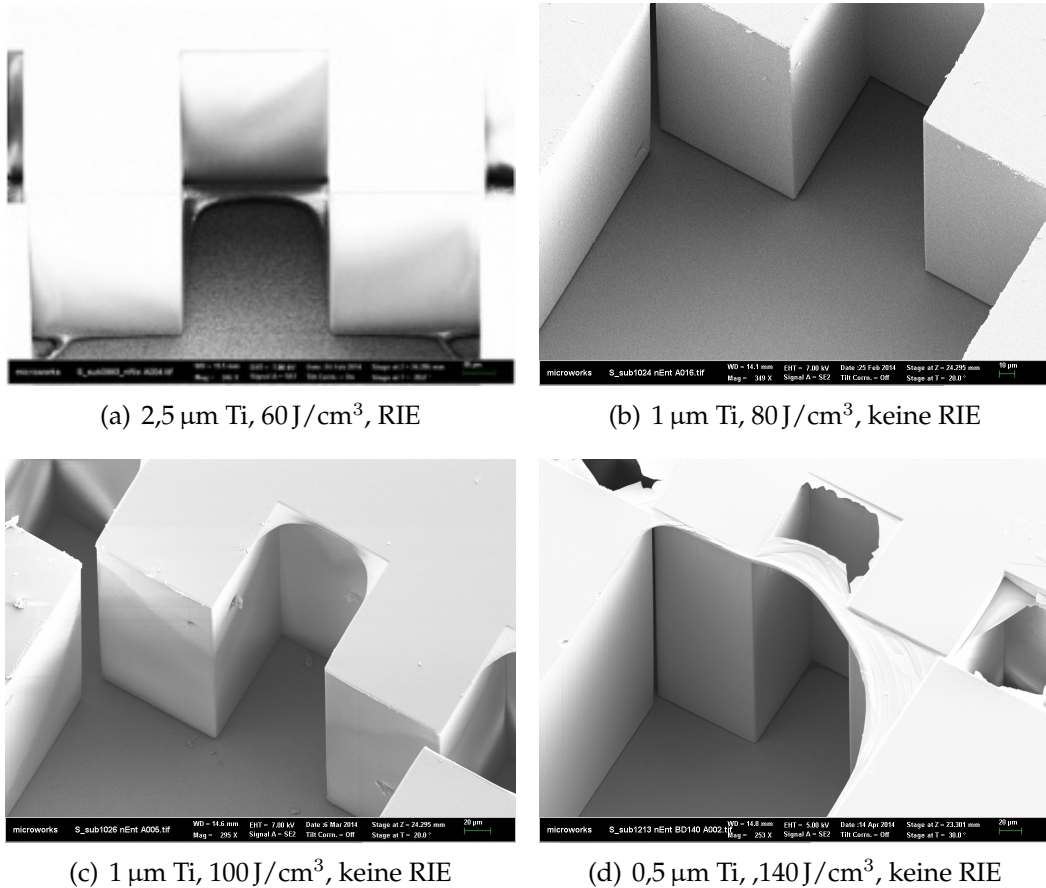


Abbildung 5.21: Ergebnisse der Belichtungen auf Titanschichten unterschiedlicher Dicke. Die Standardschicht (a) mit 2,5 µm Dicke zeigt auch nach der RIE deutliche Reste. Schichten mit 1 µm Dicke zeigten nur bei erhöhten Dosen eine ausreichende Haftung (b + c), jedoch direkt nach der Entwicklung keine Reste. Gleiches gilt für die Reduzierung der Titandicke auf 0,5 µm (d).

tanschichten werden als Dosisvariation mit den Werten 60 J/cm³, 80 J/cm³ und 100 J/cm³ durchgeführt. Bei der kleinsten Dosis fallen die Strukturen noch während der Entwicklung vom Substrat, bei 80 J/cm³ kommt es zu ausgeprägten Ablösungen. Erst ab 100 J/cm³ erscheinen die Strukturen hinreichend stabil für eine galvanische Abscheidung, ohne dass dabei Reste auftreten (Abbildung 5.21(c)). Die Ergebnisse der Untersuchung des Verhaltens einer 500 µm dicken Titanschicht sind in Abbildung 5.21(d) dargestellt: hier sind am Boden der Strukturen keine Reste zu erkennen, die sich an der Oberfläche bildenden Häutchen werden durch die erhöhte Dosis von 140 J/cm³ verursacht.

Mit den vorgestellten Untersuchungen kann ein Zusammenhang zwischen der Dicke der Titanschicht und dem Ausmaß der Verunreinigungen festgestellt werden. Eine Reduzierung der Dicke der Startschicht auf einen Mikrometer würde eine deutliche Verbesserung in der Gitterherstellung erwarten lassen, eventuell

wäre sogar die RIE-Reinigung überflüssig. Allerdings zeigen die Untersuchungen noch eine zweite Korrelation auf: die Haftung nimmt mit sinkender Titandicke ab, was durch eine erhöhte Dosis kompensiert werden muss.

Als Erklärung für dieses Verhalten kann die Titan-Fluoreszenz dienen: Durch die Rückstreuung im belichteten Bereich wird hier die absolute Belichtungsdosis erhöht, und dadurch die Haftung verbessert. Wird jetzt durch eine verringerte Schichtdicke die Rückstrahlung vermindert, nimmt die Haftung zwischen Resist und Startschicht ab.

Während diese zweite Korrelation für die meisten Anwendungen der Röntgenlithographie unkritisch ist, wird sich die notwendige Erhöhung der Oberflächendosis bei einer verringerten Titanschichtdicke äußerst ungünstig auf die erreichbaren Auflösungen in der Gitterherstellung auswirken. Wie in Abschnitt 5.3 nachgewiesen, besteht ein direkter Zusammenhang zwischen der Belichtungsdosis und der kleinsten auflösbaren Gitterperiode. Um Verbesserungen in der Gitterherstellung zu erreichen, ist die Verwendung dünnerer Titanstartschichten demnach nur bedingt geeignet. Eine Kombination aus reduzierter Titandicke und erhöhter Dosis könnte für geringe Restebildung mit gleichzeitig ausreichend guter Haftung sorgen. Dies verkleinert das Prozessfenster zur Herstellung gut galvanisierbarer Strukturen. Da einige Einflussgrößen, insbesondere jedoch die Qualität des Resists, siehe Kapitel 5.1, Schwankungen unterliegen, ist ein möglichst großes Prozessfenster anzustreben. Die Verwendung dünner Titanschichten verbietet sich damit nicht, ist im Sinne erhöhter Prozessstabilität jedoch nicht zu empfehlen.

Silizium als Substrat

Die Fluoreszenzwahrscheinlichkeit von Titan beträgt 0,22, die von Silizium 0,05 (24). Darüber hinaus ist die Absorption in einer Siliziumschicht geringer als in einer Titanschicht. Silizium ist als Substrat für die Röntgenlithographie nutzbar, erfordert aber besondere Maßnahmen um eine galvanische Abscheidung zu ermöglichen. Im Vergleich zur Verwendung einer Titanschicht als Start- und Haftschicht ist eine vorteilhafte Reduzierung der Fluoreszenzemission zu erwarten. In Abschnitt 5.4.3 war bereits eine um das Zweieinhalbfache reduzierte Emission ausreichend, um die Reste in der Nähe der Startschicht zu verhindern.

Zur Beurteilung dieses Sachverhalts wird eine Gitterstruktur mit einer Periode von $4,8 \mu\text{m}$ mit einer Arbeitsmaske in $100 \mu\text{m}$ dicke Resistschichten kopiert. Ausgehend von der Tiefendosis $60 \text{ J}/\text{cm}^3$ wird die Dosis in $20 \text{ J}/\text{cm}^3$ -Schritten erhöht, bis auf einen Maximalwert von $140 \text{ J}/\text{cm}^3$. Als Substrat kommt reines Silizium ohne Startschicht zum Einsatz.

Die Bilder in Abbildung 5.22 zeigen die Ergebnisse der Dosisvariation. Bei keiner der untersuchten Dosen kommt es zu einer vergleichbar starken Restebildung wie bei einer $2,5 \mu\text{m}$ dicken Titanschicht. Allerdings kommt es mit steigender

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

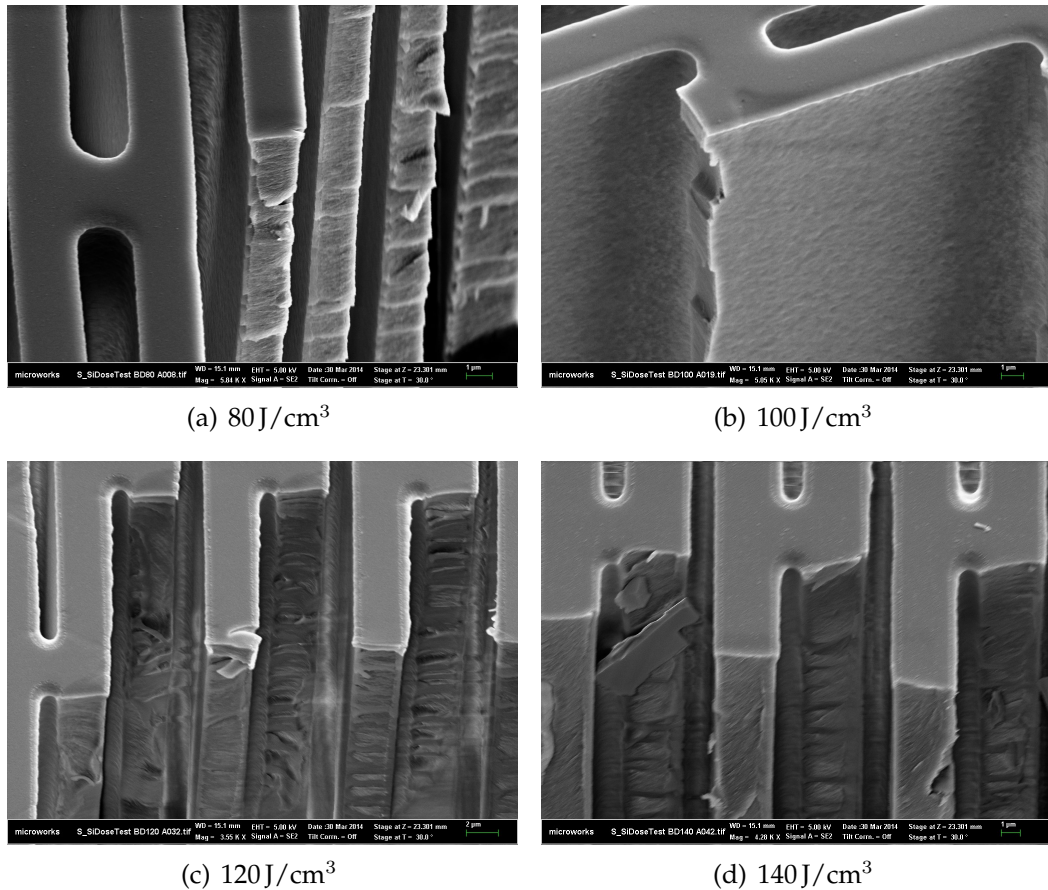


Abbildung 5.22: Dosisvariation auf Silizium, Tiefendosen 80 J/cm³ bis 140 J/cm³ mit einer Schrittweite von 20 J/cm³. Gezeigt ist die vom Substrat abgelöste Unterseite der Strukturen, Rückstände aus Fluoreszenz sind nicht zu erkennen.

Dosis zu einer Zunahme der Resistlinienbreite. Dies ist ein reiner Dosis effekt und substratunabhängig.

Der direkte Vergleich zwischen Titan und Silizium bei der Tiefendosis 120 J/cm³ ist in Abbildung 5.23 dargestellt. Deutlich ist der reduzierte Einfluss der Rückstreuung aus dem Substrat zu erkennen: Die Lamellen des Gitters auf Titan sind beinahe gänzlich mit Resten gefüllt, der Blick auf die Seitenwand der Lamellen zeigt eine ausgeprägte Zone mit hoher Rauheit. Bei dem auf Silizium hergestellten Gitter treten diese Effekte nicht auf, insbesondere die Seitenwand ist bis an die Oberfläche des Substrats glatt. Damit ist festzustellen, dass der Verzicht auf die Titanschicht das Problem der Restebildung am Boden der Lamellen löst. Es zeigen sich keine negativen Effekte aus der Fluoreszenzstrahlung des Siliziums. In Folge der geringeren Fluoreszenzwahrscheinlichkeit des Siliziums ist die Intensität der Rückstreuung zu klein, um noch Reste in den Gitterstrukturen zu erzeugen.

Bei der Verwendung von Silizium als Substrat ist, wie schon bei den reduzierten Titandicken, eine erhöhte Dosis notwendig, um eine gute Haftung der Struktu-

5 Prozessoptimierungen zur Herstellung hoher Gitterstrukturen

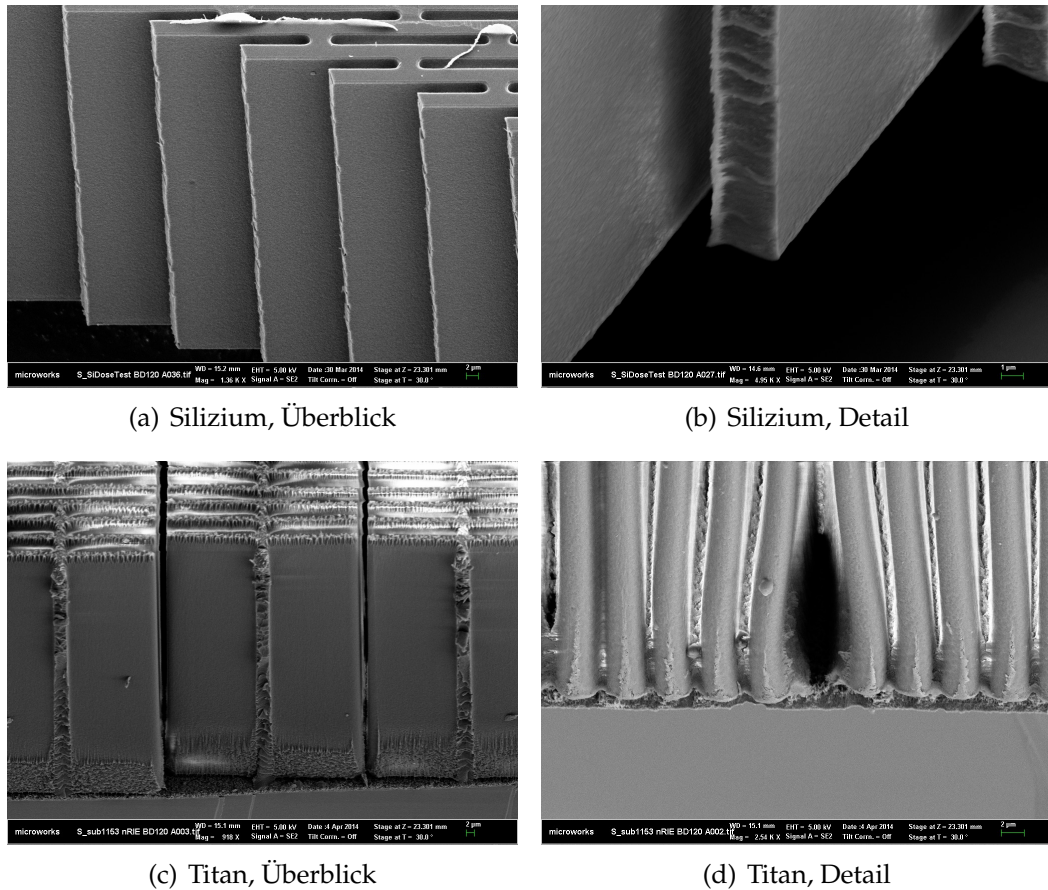


Abbildung 5.23: Direkter Vergleich zwischen Titan und Silizium hinsichtlich der Grenzfläche zwischen Resist und Substrat. Beide Substrate mit Tiefendosis 120 J/cm^3 und direkt nach der Entwicklung. Während bei Titan eine nahezu vollständige Füllung der Strukturen mit Resten auftritt, kommt es bei Silizium lediglich zur Bildung einer kleinen Haut. Die Seitenwände in der Nähe der Grenzschicht sind bei Titan deutlich rauer

ren zu gewährleisten. Ebenso wie bei der Reduzierung der Titanschichtdicke in Abschnitt 5.4.3 führt dies zu dem in Abschnitt 5.3 ermittelten Problem der sich mit steigender Dosis verschlechternden Auflösung. Für die Herstellung von Gitterstrukturen stellt die Verwendung von Silizium als Startschicht zumindest so lange keine Option dar, wie es nicht gelingt, die Haftung zwischen Resist und Substrat weiter zu verbessern. Denkbar wäre hier ein Anätzen des Siliziums, etwa durch einen Trockenätzprozess.

Allerdings bleibt ein weiteres Problem zu lösen: Silizium kann nicht als Galvanikstartschicht dienen, es sei denn, es wird hochdotiertes Silizium verwendet. Bei diesem kann nach Entfernen der natürlichen Oxidschicht (beispielsweise nasschemisch mit Fluorwasserstoff) eine Goldabscheidung erfolgen. Die Beantwortung der Frage, ob ein derartiger Prozess in Strukturen mit derartig hohen

Aspektverhältnissen funktionieren kann und zu sinnvollen Ausbeuten führt, ist eine Fragestellung die in zukünftigen Arbeiten zu untersuchen ist.

Graphit als Substrat

In der Röntgentiefenlithographie findet Graphit bereits Anwendung als Filtermaterial oder zur Herstellung von Masken. Die geringe Absorption, sowie das Fehlen von Absorptionskanten im relevanten Spektralbereich sind als positive Eigenschaften anzusehen (37).

Wird Graphit als Substrat für die Gitterherstellung verwendet, so sollte sich zunächst die fehlende Fluoreszenzemission aus dem Substrat positiv bemerkbar machen. Im Vergleich zu einer metallischen Startschicht ist die Absorption im Graphit vernachlässigbar. Die Belichtung von eigentlich unbelichteten Bereichen durch Photoelektronen aus der Startschicht stellt bei Titan- oder Goldstartschichten ein Problem dar (vgl. Abschnitt 2.6.4). Da in Graphit weniger Photonen absorbiert werden, ist mit einer verringerten Photoelektronenemission aus dem Substrat zu rechnen, und damit auch mit einer Abnahme der Häutchenbildung an der Startschicht.

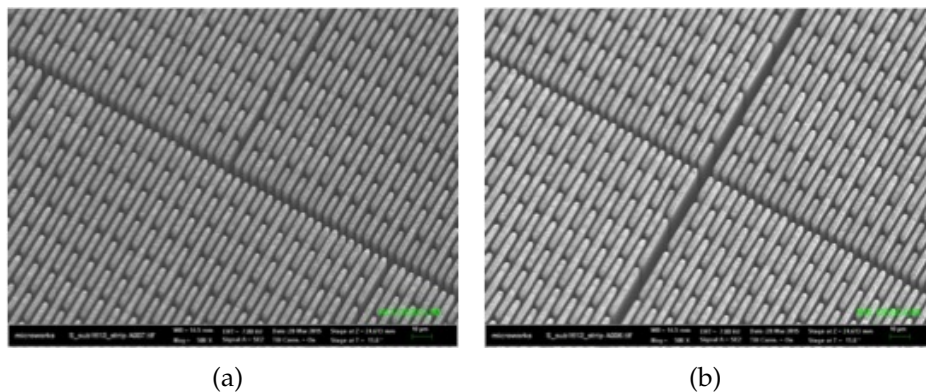
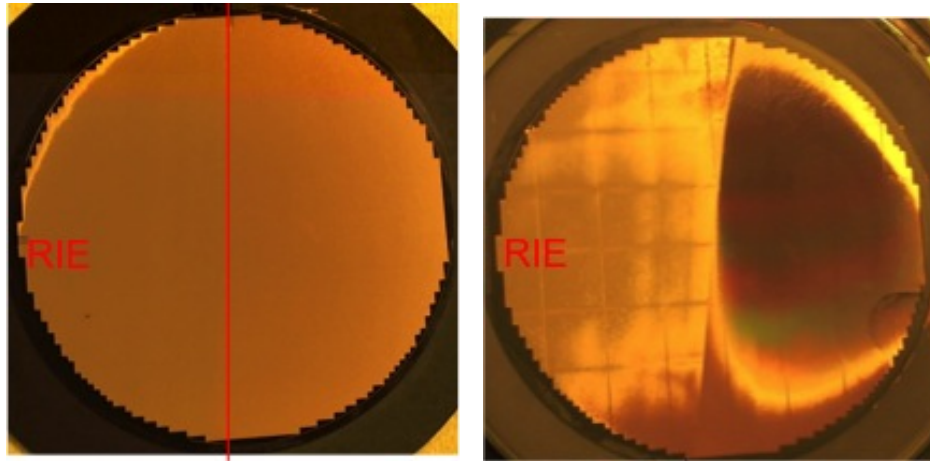


Abbildung 5.24: Gitterstruktur auf Graphit, hergestellt mit einer Tiefendosis von 61 J/cm^3 , nach der Galvanik und partieller Entfernung des Resists. Zwischen der unbehandelten (a) und der mit RIE gereinigten (b) Gitterstruktur zeigen sich keine Unterschiede.

Um die Eignung von Graphit als Substratmaterial für die Gitterherstellung zu untersuchen, wird eine 1 mm dicke, in die Form eines 4-Zoll-Wafers geschnittene, Graphitscheibe mit mr-X belackt. Die eingestellte Schichtdicke beträgt $240 \mu\text{m}$. Mittels einer Nickelmaske wird eine Gitterstruktur mit $4,8 \mu\text{m}$ Periode auf dieses Substrat belichtet. Als Tiefendosis werden 61 J/cm^3 eingestellt, der Bestrahlungsaufwand beträgt 100 mAmincm^{-1} .

Nach der Entwicklung verbleibt der belichtete Bereich auf dem Substrat, es sind keinerlei Anzeichen von Ablösung zu erkennen. Die verwendete Tiefendosis ist ausreichend, um eine gute Haftung des Resists zu erzeugen. In Abbildung 5.24



(a) Graphit nach Galvanik

(b) Titan nach Galvanik

Abbildung 5.25: Vergleich der Gitterhomogenität in Abhängigkeit von Substrat und Reinigung. Jeweils eine Hälfte der Substrate wurde nicht mit RIE gereinigt. Bei einem Graphit-Substrat (a) ist nach der Galvanik kein Unterschied zwischen den beiden Hälften mehr zu erkennen. Wird Titan als Startschicht verwendet (b), ist ein deutlicher Unterschied in der Homogenität der Goldabscheidung zu erkennen.

sind REM-Aufnahmen der Gitterstrukturen nach der Goldabscheidung und dem partiellen Entfernen des Resists gezeigt. Die Bilder zeigen eine regelmäßige Gitterstruktur, die den Erwartungen für ein qualitativ hochwertiges Gitter entspricht.

Um den verbesserten Galvanikstart auf Graphit im Vergleich zu Titan zu demonstrieren, wird ein Galvaniktest durchgeführt. Zu diesem Zweck wird bei der RIE-Reinigung eine Hälfte des Substrats mit Kaptonfolie abgedeckt. Zu Vergleichszwecken wird ein Substrat mit Titanstartschicht unter identischen Bedingungen hergestellt. Beide Substrate wurden nach der RIE-Reinigung galvanisiert. Nach der Galvanik zeigt das Gitter auf Graphit in Abbildung 5.25(a) sowohl in den gereinigten als auch in den abgedeckten Bereichen eine außerordentlich homogene Gitterstruktur. Ein Unterschied zwischen den beiden Hälften ist hier nicht erkennbar.

Im Gegensatz dazu erscheint selbst die mit RIE gereinigte Hälfte des Gitters auf der Titanstartschicht in Abbildung 5.25(b) äußerst inhomogen. Außerdem ist ein Höhenunterschied in den Strukturen erkennbar: der Resist wurde teilweise entfernt, auf der mit RIE behandelten Hälfte ist die obere Resistkante niedriger als die Goldoberfläche. Auf der unbehandelten Seite ist die Goldoberfläche noch unterhalb der Resistkante, was auf einen durch Reste verzögerten Galvanikstart hindeutet. Außerdem ist die Abscheidung weniger homogen, es bilden sich Inseln mit schnell wachsenden Lamellen, die eine höhere Golddicke als die Umgebung aufweisen (Abbildung 5.26).

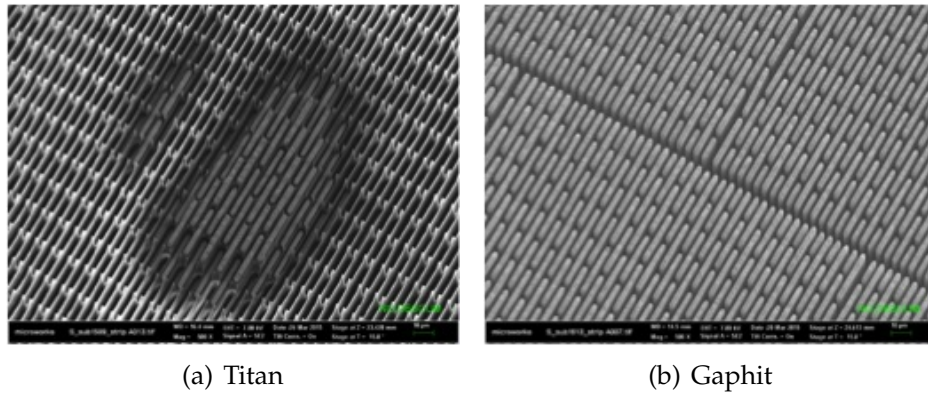


Abbildung 5.26: Homogenität der galvanischen Goldabscheidung ohne RIE-Reinigung einer Titan-Startschicht und eines Graphit-Wafers. Bei dem Graphit zeigen alle Lamellen die gleiche Höhe, während sich bei Titan Inseln schnelleren Wachstums und damit höherer Strukturen ausbilden.

Die gezeigten Ergebnisse belegen, dass sich die verminderte Rückstreuung aus dem Substrat günstig auf die Gitterherstellung auswirkt. Die Notwendigkeit einer RIE-Reinigung vor der Galvanik entfällt, Gitterstrukturen zeigen sehr gute Homogenität in der Goldschicht. Die Verwendung von Graphit als Substrat für die Gitterherstellung kann demnach zu einer Verkürzung der Prozesskette führen, mit den damit verbundenen positiven Auswirkungen auf Ausbeute und Kosten.

Bewertung der Untersuchungen

Neben der Emission von Photoelektronen aus dem belichteten Resistvolumen ist die Restebildung an der Startschicht das kritischste Problem bei der Herstellung von Gittern mit hohen Schichtdicken. In den vorangegangenen Abschnitten konnte nachgewiesen werden, dass die Fluoreszenzemissionen aus der Titan-Startschicht unter den Belichtungsbedingungen von Litho 2 die Ursache für diese Probleme sind.

Eine verminderte Titanschichtdicke führte zu einer geringeren Verunreinigung. Dies ist auch gültig, wenn die Belichtungs-dosis an die veränderten Haftungsbedingungen auf der Oberfläche angepasst wird. Die dafür notwendige Erhöhung der Tiefendosis verursacht jedoch einen Verlust in der Strukturauflösung durch Photoelektronen, der Zusammenhang wurde in Abschnitt 5.3 gezeigt, und letztlich eine Verkleinerung des Prozessfensters. Titan wird für die Zukunft als nicht geeignet zur Gitterherstellung betrachtet.

Als Alternative wurde Silizium als Substrat untersucht. Die Fluoreszenzemission ist, im Vergleich zum Titan, deutlich geringer. Dies konnte in den Untersuchungen in Abschnitt 5.4.3 nachgewiesen werden. Allerdings ist auf unbehandeltem

Silizium die Haftung nicht befriedigend, um die Strukturen zum Haften zu bringen muss die Dosis erhöht werden. Dies führt wiederum, wie bei der verringerten Titanschichtdicke, zu einer verringerten Auflösung. Die Verwendung von Silizium als Substrat führt demnach nicht zu einer Verbesserung des Prozesses.

Eine gute Lösung stellt nach den Ergebnissen in Abschnitt 5.4.3 Graphit dar. Die Gitterherstellung gelingt problemlos, die Haftung der Strukturen ist außerordentlich gut. Der direkte Vergleich zwischen mit RIE gereinigten und ungereinigten Strukturen zeigt, dass die Gitterlamellen am Boden frei sind, und eine Reinigung nicht notwendig ist. Gleichzeitig demonstriert der direkte Vergleich zwischen einem Gitter auf einer Titanstartschicht und einem Gitter auf Graphit die deutlich überlegene Homogenität des Gitters auf Graphit. Das Graphit ist die beste Alternative zur klassischen Titanstartschicht für die Gitterherstellung.

Die Verwendung von Graphit-Wafern als Gittersubstrate birgt außerdem Vorteile aus Sicht der Anwendung: hohe Gitter mit kleinen Perioden werden meist als Absorptionsgitter, also G2-Gitter, zwischen Probe und Detektor in den Aufbau eingebracht. Dies bedeutet, dass jedes Photon, das im Substrat des G2-Gitters absorbiert wird, bereits durch die Probe gelangt ist. Je mehr Strahlung im Gittersubstrat absorbiert wird, desto höher wird die Dosis, die die Probe sieht. Bei Applikationen aus der Materialforschung mag dies vertretbar sein, bei medizinischen Anwendungen mit biologischen Proben verbietet sich dies. Die Verwendung von Graphitsubstraten reduziert die im G2-Gitter absorbierte Dosis, und damit letztlich auch die Patientendosis. Die Anwendbarkeit von Graphit als Gittersubstrat ist von Koch et al. (31) gezeigt worden, allerdings erreichen die dort verwendeten Gitter nicht die hier untersuchten Aspektverhältnisse.

Ein weiterer Vorteil der Graphit-Substrate besteht in ihrer Flexibilität: Talbot-Lau-Interferometer an Röntgenröhren benötigen eigentlich gebogene Gitter. Die Emission der Röntgenstrahlung geht von einer Punktquelle aus, demnach breiten sich die Wellenfronten in Form einer Kugelschale aus. Ein nicht gebogenes Absorptionsgitter mit kleiner Periode, also kleiner Apertur, und hoher Schichtdicke, wirkt hier als Kollimator, ein Großteil der nicht senkrecht auf das Gitter treffenden Photonen wird absorbiert. Ist das Gitter gebogen, und zwar mit dem Abstand zwischen Quelle und Gitter als Radius, so stehen die Gitteraperturen radial zur Wellenfront, eine Abschattung findet nicht mehr statt.

5.4.4 Rückseitenbelichtung zur Verbesserung der Auflösung

Die Ergebnisse der Auflösungs-tests zeigen, dass die Herstellung von Gittern mit 5 μm Periode und Schichtdicken größer als 200 μm möglich ist. In weiteren Verlauf der Arbeit konnte die erfolgreiche Strukturierung von Gittern in dieser Schichtdicke auf Titan-Oxid- sowie auf Graphitsubstraten demonstriert werden (vgl. Abschnitt 5.4.3) Diese Untersuchungen zeigen aber auch, dass ein direkter Zusammenhang zwischen der Oberflächendosis und der Qualität der Gitter hinsichtlich Freiheit von Verunreinigungen und Maßabweichung von der der Maske besteht

(vgl. Abschnitt 5.3). Der vorgestellte Ansatz zeigt eine Möglichkeit auf, die Belichtungsstrategie über die Nutzung von Nickelfiltern hinaus zu verbessern.

Analyse der klassischen Belichtung

In der Regel erfolgen Belichtungen in der Röntgenlithographie in einer festgelegten Aufbaureihenfolge: die Strahlung durchdringt zunächst die Maskenmembran, um dann mit dem Resist zu interagieren. Das Substrat dient während der Belichtung lediglich als Träger für den Resist und zur Dissipation von Wärme aus der gerade bestrahlten Fläche.

Eine wichtige Funktion nimmt die Startschicht auf dem Substrat ein. Neben der Tatsache, dass sie die spätere galvanische Abscheidung metallischer Mikrostrukturen ermöglicht, wird die Grenzschicht zum Resist als Haftschiicht genutzt. Die ausreichende Haftung zwischen Struktur und Startschicht wird üblicherweise durch die Tiefendosis eingestellt. Bei zu geringen Tiefendosen neigen Strukturen aus SU8-basierten Negativresisten dazu, sich vom Substrat abzulösen. Für alle denkbaren Materialien gilt, dass die Dosis an der Oberfläche größer ist als die Tiefendosis. Bei einer unteren Grenze für die Tiefendosis aus der Haftungsbedingung existiert damit ebenfalls eine Limitierung der minimal möglichen Oberflächendosis. Die Emission von Photoelektronen ist jedoch an die eingebrachte Dosis gekoppelt, und darüber, wie in Abschnitt 5.3 gezeigt, existiert die Korrelation von Dosis und Auflösung.

Ausgehend von der niedrigsten Dosis im Resist, der Tiefendosis, steigt die Dosis im Volumen an. Damit verschlechtert sich auch die Auflösung. Die schlechtesten Werte werden an der Resistoberfläche erreicht. Insbesondere beim gemeinsamen Auftreten von hoher Schichtdicke und kleinen lateralen Abmessungen entstehen Reste im Volumen zwischen Oberfläche und Startschicht.

Verbesserte Belichtungsstrategie

Eine Möglichkeit, die Auflösung bei der Kopie einer Gitterstruktur zu verbessern, besteht darin, die Tiefendosis als höchste Dosis im Resistvolumen einzustellen. Um dies zu erreichen muss sich die Grenzschicht von Resist und Startschicht vor dem übrigen Resist im Strahl befinden. Die übliche Einbauweise der Probe muss umgekehrt werden, der Resist zeigt von der Quelle weg, die Belichtung erfolgt durch die Probenrückseite.

Abbildung 5.27(a) zeigt den experimentellen Aufbau für eine derartige Rückseitenbelichtung. In Abbildung 5.27(b) sind die unterschiedlichen Dosisverläufe für die klassische und die Rückseitenbelichtung gezeigt. Die Verringerung der maximalen Dosis auf die notwendige Haftungs-dosis an der Startschicht lässt eine verbesserte Auflösung erwarten.

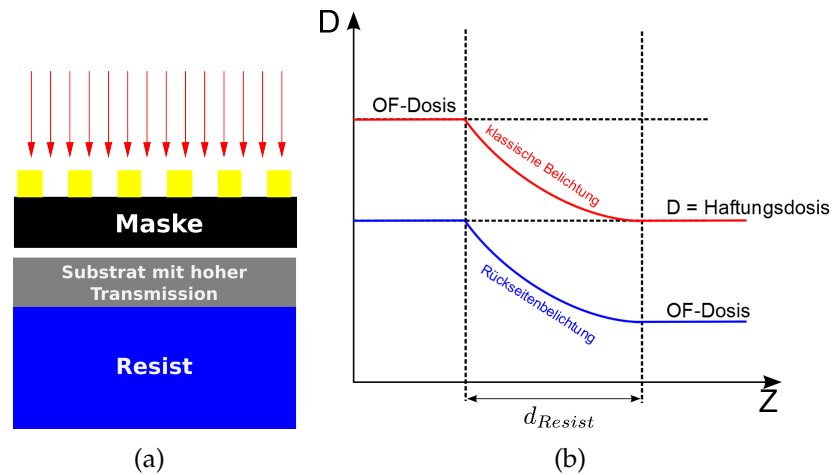


Abbildung 5.27: Schematische Skizzen des Aufbaus (a) bei der Rückseitenbelichtung und des Dosisverlaufs (b) im Resist als Vergleich zwischen der klassischen und der vorgeschlagenen Vorgehensweise. Es ist zu erwarten, dass die Verlagerung der maximalen applizierten Dosis von der Oberfläche an die Startschicht mit einer verbesserten Auflösung einhergeht.

Um eine Aufhärtung des Spektrums und die damit verbundene gesteigerte Photoelektronenemission aus dem belichteten Resist zu verhindern, ist es notwendig, ein Substrat mit geringer Absorption für diese Art der Belichtung zu verwenden. Kann ein Substrat mit intrinsischer Leitfähigkeit genutzt werden, entfällt die Notwendigkeit eine Startschicht aufzubringen. Da die üblichen Startschichten, Chrom-Gold und Titan-Titanoxid, durch Sekundäreffekte zu Verunreinigungen an der Grenzschicht zwischen Resist und Substrat führen (siehe Kapitel 2.6.2 und Kapitel 2.6.4), ist dies anzustreben.

Die Untersuchungen zur Rückseitenbelichtung werden auf Graphit-Substraten mit einer Dicke von 200 μm durchgeführt. Graphit kann als leitfähiges Substrat direkt für das LIGA-Verfahren verwendet werden (50), die Notwendigkeit des Aufbringens einer Startschicht entfällt. Bei Verwendung von Nickel-Vorfiltern sorgen 200 μm Graphit nur für eine geringe Aufhärtung des Spektrums. Für den Erfolg der neuen Belichtungsstrategie sind in diesem Fall zwei weitere Fragestellungen zu klären: wirkt sich der vergrößerte Abstand zwischen Maske und Resist negativ auf die Auflösung aus? Führt die Streuung des Graphits zu einer Verschlechterung der Auflösung? Insbesondere der zweite Punkt erscheint kritisch, da in der Literatur (17) bei der Verwendung von Graphitmasken eine erhöhte Seitenwandrauigkeit beobachtet wurde. Bei Graphitmasken lag diese bei 250 nm Ra, Titan lieferte 30 nm Ra und Siliziumnitrid 60 nm Ra.

Ergebnisse und Bewertung der Rückseitenbelichtung

In Abbildung 5.28 sind Gitterstrukturen aus einer klassischen Belichtung denen einer Rückseitenbelichtung gegenübergestellt. Als Substrat wird ein 200 μm dicker Graphit-Wafer verwendet. Wegen der weiter oben erwähnten Problematik der erhöhten Seitenwandrauigkeit bei Verwendung einer Graphitmaske wird für diese Vortests ein Substrat mit einer Korngröße von 1 μm verwendet. In der Arbeit von Koch et al. (31) konnte für die Phasenkontrastmethode demonstriert werden, dass der Einsatz dieses Graphits keinen negativen Einfluss auf die Interferometerperformance hat.

Die Tiefendosis bei der klassischen Belichtung beträgt 60 J/cm^3 , an der Resistoberfläche werden 69 J/cm^3 abgelagert, was einem Top/Bottom-Verhältnis von 1,15 entspricht. Die Belichtung erfolgt an Litho 2, mit 175 μm Kapton, 27,5 μm Nickel sowie 40 μm Kohlenstoff als Vorfiltern, einer 7 μm dicken Kaptonmasken. Der Bestrahlungsaufwand zum Erreichen der Tiefendosis bei diesen Parametern beträgt 81,3 mAmin/cm. Bei der Rückseitenbelichtung wird für die Berechnung der Dosis zusätzlich ein Filter aus Kohlenstoff von 200 μm Dicke angenommen. Die Dosis an der Grenzfläche zwischen Substrat und Resist bei einem Bestrahlungsaufwand von 98 mAmin/cm beträgt 60 J/cm^3 , an der Resistoberfläche beträgt die deponierte Dosis 54 J/cm^3 . In beiden Fällen wird Resist der Charge K108 genutzt.

Abbildung 5.28 zeigt einen Vergleich von Übersichtsaufnahmen der Perioden 4,0 μm , 4,6 μm sowie 5,4 μm . Bei dem Gitter mit 4,0 μm Periode, das klassisch belichtet wurde, sind Reste in den Lamellen zu erkennen. Bei dem durch das Substrat belichteten Gitter mit gleicher Periode treten diese Reste nicht auf, allerdings sind leichte Verzüge der Gitterstruktur erkennbar. Die restlichen Gitter zeigen mit dieser Betrachtungsweise keine signifikanten Unterschiede. Die mit Rückseitenbelichtung hergestellten Gitter scheinen generell einen geringeren Duty-Cycle aufzuweisen (Messungen: siehe Abbildung 5.29), Verzüge treten nicht mehr auf.

Bei Betrachtung der Auswertung von DC-Abweichung und Oberflächenvernetzung in Abbildung 5.29 wird der positive Einfluss der Rückseitenbelichtung deutlicher erkennbar. Bemerkenswert ist die geringe Abweichung des Duty-Cycle zwischen Maske und Kopie. Teilweise besitzt die Änderung ein negatives Vorzeichen. Dies bedeutet eine im Vergleich zur Maske verkleinerte Resistlinienbreite. Dieser Eindruck bestätigt sich bei der Betrachtung der Vernetzungsgrade: bis zu 4,4 μm Periode liegen diese Werte unter 60%.

Um die Eignung der Rückseitenbelichtung zur Gitterherstellung zu demonstrieren, wird ein Gitter mit Periode 4,8 μm mit dieser Methode hergestellt. Die REM-Aufnahme in Abbildung 5.30 erfolgten nach der galvanischen Abscheidung von ca. 80 μm Gold und der partiellen Entfernung des Resists. Das Gitter entspricht einem hochwertigen Gitter aus einer klassischen Belichtung.

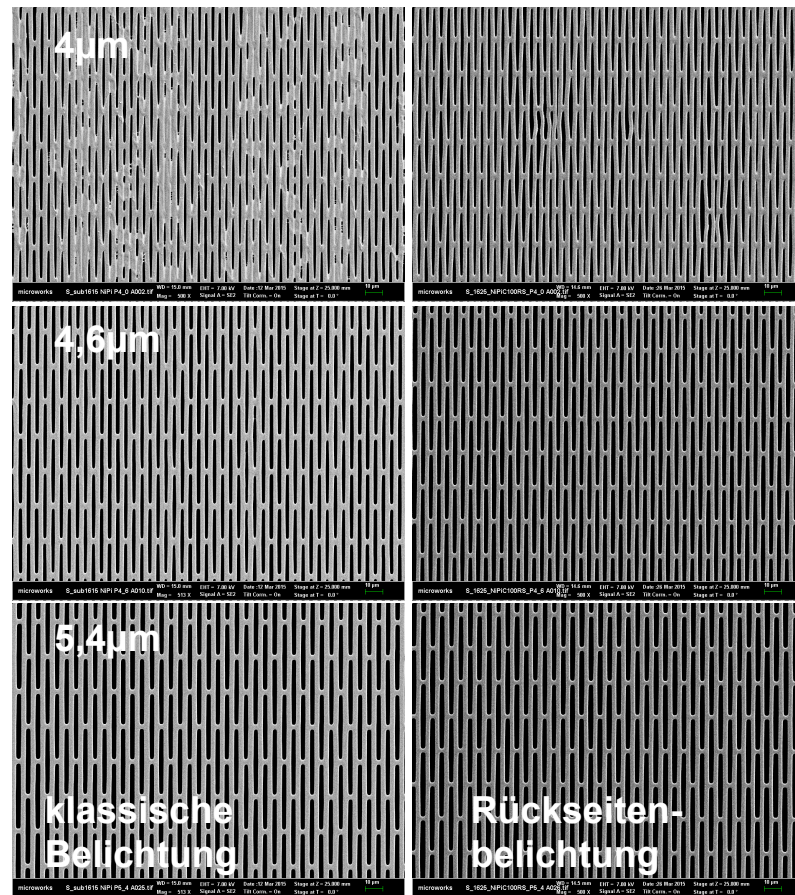
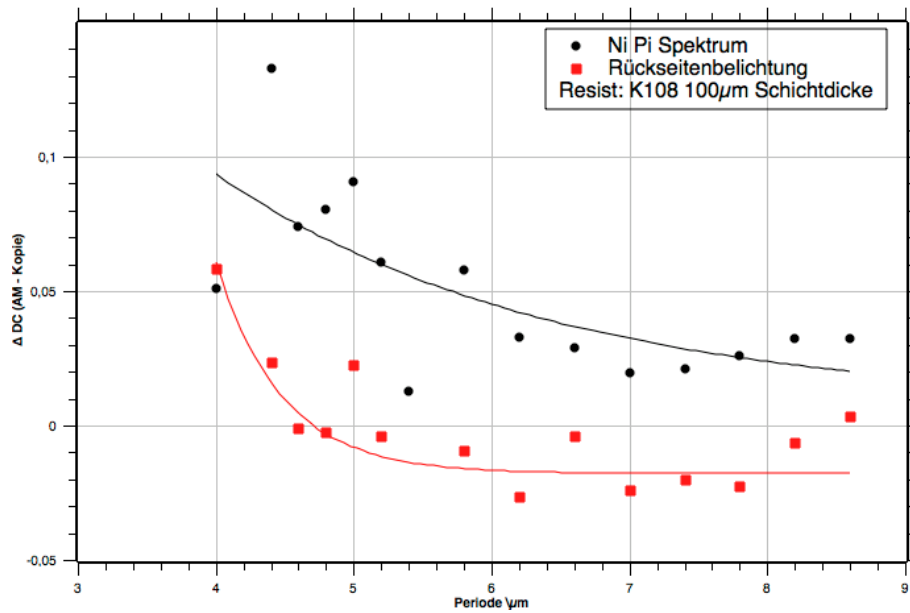


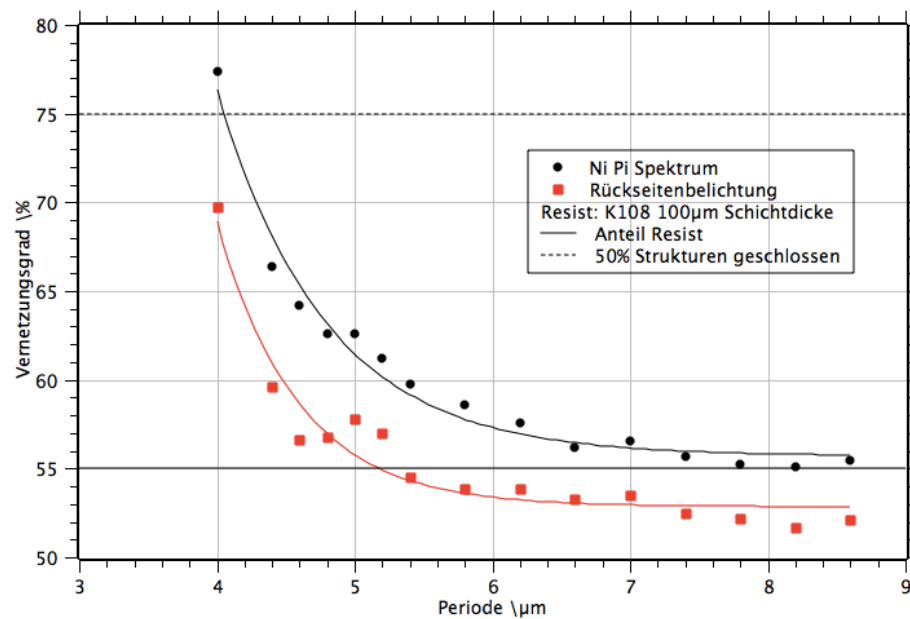
Abbildung 5.28: Gitterstrukturen mit Periode $4\ \mu\text{m}$, $4,6\ \mu\text{m}$ sowie $5,4\ \mu\text{m}$ hergestellt mit der klassischen Belichtung und der Rückseitenbelichtung.

Mit der erfolgreichen Herstellung einer Gitterstruktur ist das Potential der Rückseitenbelichtung als optimierte Belichtungsstrategie nachgewiesen. Die Charakterisierung der Testmaske zeigt deutliche Vorteile der neuen Vorgehensweise in Bezug auf Maßabweichungen in der Kopie. Die Rückseitenbelichtung reduziert die Belichtungs-dosis zur Herstellung von Gittern, damit können kleinere Perioden als mit konventionellen Belichtungen strukturiert werden.

Die Vorgehensweise ist im Vergleich zu konventionellen Belichtungen weder in finanzieller noch in technischer Hinsicht aufwendiger, daher erscheint ein zukünftiger Einsatz in der Gitterherstellung sinnvoll. Allerdings sind noch weitere Untersuchungen hinsichtlich der Eignung für hohe Schichtdicken und der Prozesssicherheit notwendig.



(a)



(b)

Abbildung 5.29: Vergleich der Duty-Cycle-Änderung (a) und des Vernetzungsgrads an der Resistoberfläche (b) bei einer klassischen Belichtung und einer Rückseitenbelichtung. Bemerkenswert ist die geringe Änderung des Duty-Cycle bei Perioden größer als $4,4 \mu\text{m}$. Bei allen untersuchten Perioden ist der Vernetzungsgrad bei der Rückseitenbelichtung deutlich geringer als bei der konventionellen Belichtung.

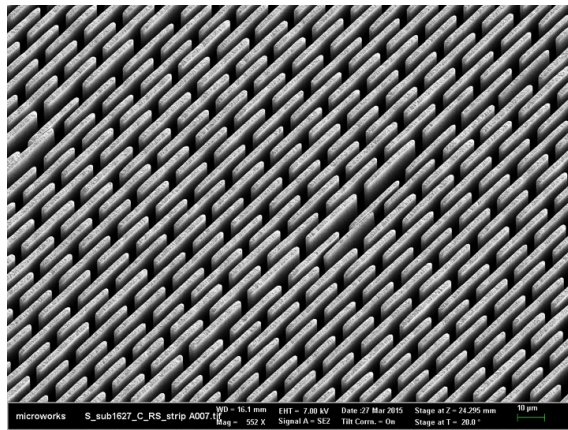


Abbildung 5.30: Durch Rückseitenbelichtung auf 200 μm Graphit hergestellte Gitterstruktur mit Periode 4.8 μm , nach galvanischer Goldabscheidung und teilweiser Entfernung des Resists.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Es ist möglich mittels Röntgenlithographie an der Beamline Litho 2 periodische Strukturen für die gitterbasierte Phasenkontrastbildung herzustellen. Der Wechsel der Lithographiequelle von Litho 1 zu Litho 2 ermöglicht erstmalig Gitter mit Aspektverhältnis 100 in einer Schichtdicke von $240\ \mu\text{m}$ herzustellen. Im Vergleich zu früheren Arbeiten (30) kann damit die Schichtdicke zumindest verdoppelt werden. Dies bezieht sich auf Gitter, die nach der Lithographie mit Gold gefüllt werden. Die lithographische Strukturierung gelingt im Rahmen dieser Arbeit außerdem erstmals für Strukturen mit Periode $4,8\ \mu\text{m}$ in einer Resistdicke von $560\ \mu\text{m}$.

Bereits die Gitter mit $200\ \mu\text{m}$ Schichtdicke können den verwendbaren Energiebereich in der gitterbasierten Röntgenbildung erweitern, wie Sarapata et al. (49) zeigen. Diese Gitter, mit den hier vorgestellten Methoden hergestellt, machen sensitive Gitterinterferometer für Designenergien größer als $40\ \text{keV}$ möglich. Gelingt es, die über $500\ \mu\text{m}$ hohen Strukturen mit Gold zu füllen, erschließen sich für die gitterbasierte Phasenkontrastbildung neue Anwendungsfelder, beispielsweise Materialprüfung an großen Bauteilen oder Ganzkörper-CT-Scans.

Ermöglicht wird das Erreichen dieser Resultate durch eine systematische Untersuchung unterschiedlicher Einflüsse auf die Gitterqualität. Dazu werden in Kapitel 2.6 die aus der Literatur bekannten Sekundäreffekte mit Blick auf die Herstellung periodischer Strukturen an Litho 2 diskutiert. Daraus können in Abschnitt 3.2 erste Annahmen über die Randbedingungen zur Gitterherstellung an Litho 2 getroffen werden. Für die notwendige Prozessoptimierung wird eine Methode zur Charakterisierung der Gitterqualität entwickelt. Die in Kapitel 3.2 beschriebene Vorgehensweise kann die Qualität von Gittern in Abhängigkeit von den Herstellungsprozessen und der Periode quantitativ bewerten.

In Kapitel 5.1 werden vier unterschiedliche Resistchargen auf ihre Verwendbarkeit hin untersucht. Dabei kann Charge K108 als bester Resist identifiziert werden. Gitter mit $4,8\ \mu\text{m}$ Periode entstehen mit diesem Resist mit einer Änderung des Duty-Cycles im Vergleich zur Maske von 0,13. Andere untersuchte Resiste erreichen diesen Wert bei Perioden größer als $5\ \mu\text{m}$. Die Untersuchungen zeigen weiterhin, dass das Spektrum an Litho 2 durch einen Nickelfilter modifiziert werden muss, sofern Gitterstrukturen mit Perioden kleiner als $7\ \mu\text{m}$ hergestellt werden sollen. Unter diesen Bedingungen sind Gitter mit Perioden von $4,6\ \mu\text{m}$ in $240\ \mu\text{m}$ Schichtdicke herstellbar. Abschnitt 5.2.2 vergleicht die Ergebnisse der

Belichtung mit einer durch einen Siliziumfilter simulierten Siliziummaske mit denen einer Polyimidmaske. Die Ergebnisse zeigen, dass, sofern das Spektrum von Litho 2 bereits durch einen Nickelfilter modifiziert ist, beide Masken sehr ähnliche Ergebnisse erzielen.

Diese Anwendung der Charakterisierungsmethode führt zu einem Parametersatz mit dem an Litho 2 Gitter hergestellt werden können. Abgesehen von der Bestimmung der Fertigungsparameter kann die Charakterisierungsmethode auch genutzt werden um Änderungen in den Herstellungsprozessen zu erfassen. Die Untersuchung zum Einfluss der Resistcharge demonstriert, dass Chargenschwankungen im Resist identifiziert werden können. Es ist denkbar, dass künftige Arbeiten das Ziel haben werden, Gitter mit Perioden kleiner als $4\ \mu\text{m}$ an Litho 2 in hohen Schichtdicken herzustellen. Die in der vorliegenden Arbeit erzielten Resultate deuten darauf hin, dass dies nur durch eine weitere Modifikation des Spektrums möglich sein wird. Eine derartige Modifikation, beispielsweise die Verwendung eines zentralen Beamstops, macht eine neue Charakterisierung der Bestrahlungsparameter notwendig. Dies kann die vorgestellte Methode leisten.

Damit ist in der vorliegenden Arbeit ein Werkzeug zur Prozesscharakterisierung in der Gitterherstellung entwickelt worden. Prozessänderungen können damit auf ihre Auswirkung hin untersucht, bestehende Prozesse auf Ihre Stabilität hin kontrolliert werden. Im Vergleich zur Charakterisierung fertiger Gitter in interferometrischen Aufbauten steht der Gitterherstellung hiermit ein in den Fertigungsprozess integrierbares Werkzeug zur Verfügung, das eine direkte Verknüpfung zwischen Fertigungsparameter und Gitterqualität in quantitativer Form liefert.

Die Fluoreszenzstrahlung aus der Titanstartschicht kann in der Gitterherstellung zu Problemen führen, da in der Nähe der Startschicht Verunreinigungen in den Gitterlamellen entstehen. Diese Verunreinigungen können bei Strukturen mit extremen Aspektverhältnissen nicht mehr entfernt werden. Um diesen Effekt zu mindern, wurde zunächst die Dicke der Startschicht verringert. Da aufgrund schlechterer Haftung die Tiefendosis erhöht werden muss, verschlechtert sich die Auflösung. Reduzierte Titandicken lösen das Problem der Restebildung demzufolge nicht. Gleiches gilt für die Verwendung von Silizium als Substrat.

Erfolge konnten mit Graphitsubstraten erzielt werden. Gute Haftung macht eine erhöhte Tiefendosis unnötig. Graphit besitzt im relevanten Spektralbereich keine Absorptionskante, also kommt es nicht zu Fluoreszenz. Wegen der geringen Absorption des Graphits werden nur wenige Photoelektronen aus dem Substrat in den Resist emittiert. Diese Faktoren sorgen dafür, dass keine Verunreinigungen am Boden der Strukturen entstehen. Dies wird durch die Tatsache demonstriert, dass auf die RIE-Reinigung vor der Galvanik, unverzichtbar für die Gitterherstellung auf Titan-Startschichten, bei Graphitsubstraten verzichtet werden kann.

Vorteile ergeben sich durch die Verwendung von Graphit als Gittersubstrat für die Anwendung: das gering absorbierende Material erhöht den Photonenfluss im

6 Zusammenfassung und Ausblick

Detektor. Wird ein Gitter auf Graphit in einem Aufbau als G2-Gitter eingesetzt, so ist davon auszugehen, dass für eine gleich gute Bildqualität kürzere Belichtungszeiten notwendig sind. Für Szenarien medizinischer Anwendung reduziert dies die Patientendosis. Außerdem ermöglicht die hohe mechanische Flexibilität der Graphit-Wafer das Biegen der Gitter. Durch gebogene Gitter kann die Abschattungsproblematik bei Röntgenröhren gelöst werden. Eine Studie hierzu liefert die Arbeit von Koch et al. (31).

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematischer Aufbau eines Talbot-Interferometers. Eine planare Wellenfront aus Röntgenstrahlung propagiert durch die Probe und erfährt dabei eine Verzerrung. Dadurch wird das Selbstabbild des G1-Gitters im G2-Gitter im Talbotabstand d_m ebenfalls verzerrt. (7)	8
2.2	Phase-Stepping zur Abtastung des Intensitätsmusters auf dem Detektor. Das Talbot-Bild des G1-Gitters kann vom Detektor nicht aufgelöst werden. Durch schrittweises Verschieben des G2-Gitters in Schritten kleiner als der Periode ändert sich der Grauwert des Detektorpixels in Abhängigkeit des Ortes des G2-Gitters. Dadurch ist es möglich das Talbot-Bild zu rekonstruieren.	9
2.3	Links ein schematischer Aufbau eines Scanners für die Röntgentiefenlithographie, rechts ein Bild des geöffneten Scanners der Beamline Litho 1	11
2.4	Prinzipielle Darstellung einer Kontrastkurve für einen Negativresist.	12
2.5	Prozessfolge zur Herstellung einer Polyimidmaske.	15
2.6	Schematische Darstellung des Prozesses zur Herstellung einer Arbeitsmaske aus dünnem Silizium durch Kopie einer Röntgenzwischenmaske.	15
2.7	Skizze zur Verschmierung der Photoelektronendosis D_{photo} an einer Absorberkante. Wegen der höheren Primärdosis an der Resistoroberfläche ist hier auch die unter den Absorber eingetragene Sekundärdosis im Vergleich zu tieferen Resistschichten erhöht.	19
2.8	Spektrum von Litho 2 ohne Filterung und mit einem 500 μm dicken Kohlenstofffilter (a). Die Verteilung der Photoelektronenreichweiten (b) verschiebt sich entsprechend der Aufhärtung des Spektrums.	19
2.9	Einfluss von Photoelektronen aus belichtetem Resist auf die Dosis unter den Absorbern bei einer Gitterstruktur mit der Periode p . Die Einflüsse benachbarter Belichtungszone überlagern sich wenn die Reichweite von entstehenden Photoelektronen größer ist als $p/4$	20
2.10	Unterseite der Resiststrukturen eines Gitters mit Periode 2,4 μm , hergestellt an Litho 1. Die Kombination von Resttransmission durch die Goldabsorber und die Emission von Photoelektronen aus der Startschicht führt zur Bildung einer dünnen Haut.	22
2.11	Zusammenwirken physikalischer Effekte bei einer Röntgenbelichtung	24

Abbildungsverzeichnis

3.1	Darstellung der Abhängigkeit zwischen Top/Bottom-Verhältnis und zu belichtender Schichtdicke bei verschiedenen Vorfiltern. Maske 2,7 μm Titan, 7,5 μm Kapton (PI) zwischen Maske und Resist, Tiefendosis 120 J/cm ³ ; Berechnung mit DoseSim (40)	27
3.2	Spektren der Beamline Litho 1 mit Kaptonvorfiltern zwischen 50 und 150 μm Dicke. Deutlich ist die Verschiebung hin zu höheren Energien erkennbar, allerdings auch die damit einhergehende Leistungsreduzierung	28
3.3	Spektren der LIGA-Beamlines Litho 1 und Litho 2 an ANKA. Beide Spektren werden durch Spiegel modifiziert. Als Folge der Spiegel ändert sich die Intensitätsverteilung, außerdem kommt es zu einer Veränderung der Leistung. Spektren berechnet mit DoseSim (40) .	28
3.4	Filterung an Litho 2 mit unterschiedlichen Filtern. Kohlenstoff wirkt als kontinuierlicher Filter; Eisen, Kupfer und Nickel besitzen eine Kante im Spektralbereich von Litho 2. Bei den Kantenfiltern kommt es zu einer stärkeren Dämpfung der Energien oberhalb der jeweiligen Kante. Nickelfilter sind an Litho 2 besonders effizient, da der Spiegel ebenfalls auf Nickel besteht.	30
3.5	Vergleich der Leistung unterschiedlicher Dicken von Nickel- und Kohlenstofffiltern bei der Verwendung zur Leistungsreduzierung an Litho 2	31
4.1	Prinzipieller Prozess zur röntgenlithographischen Herstellung von Gitterstrukturen. Die roten Pfeile markieren die beiden Teilprozesse, die in der vorliegenden Arbeit als Startpunkte für die Optimierung des Gesamtprozesses genutzt werden: Wahl des Substrats und die lithographische Strukturierung.	32
4.2	Vorgehen zur Bestimmung des Gitter-Duty-Cycle. In einem REM-Bild wird eine ROI definiert, innerhalb dieser wird der Mittelwert der Pixelspalten berechnet und geplottet. Aus dem sich ergebenden Profil können die Flanken markiert und die relative Breite des Resists bestimmt werden.	36
4.3	Gitterstrukturen in hoher Vergrößerung zur Messung des Duty-Cycle. Die starke Restebildung an der Resistoberfläche verhindert eine exakte Messung bei dem linken Gitter. Die rechte Struktur kann vermessen werden.	37
4.4	Gitterstrukturen in schlechter (linkes Bild) und guter (rechtes Bild) Qualität. Das Gitter mit guter Qualität zeichnet sich durch wenige sichtbare Reste in den Strukturen aus, außerdem sind keine Verzüge wie in dem linken Bild erkennbar.	38
4.5	Funktionsweise der Funktion <i>Analyze Particles</i> von ImageJ angewendet auf Gitterstrukturen zur Ermittlung des Anteils an vernetzter Oberfläche. Eine Übersichtsaufnahme des Gitters wird binarisiert und mittels Kantendetektion werden offene Flächen detektiert. Deren Anteil an der Fläche des Bildausschnitts wird berechnet und dient im folgenden zur Bewertung der Gitterqualität. .	38

Abbildungsverzeichnis

4.6	Design der Testmaske. In einer 4×5 Matrix sind 20 Felder mit einer Fläche von je 10 mm^2 angeordnet. 15 Felder enthalten die unterschiedlichen Gitter zwischen $4,0 \text{ }\mu\text{m}$ und $8,6 \text{ }\mu\text{m}$ Periode die Gegenstand der Untersuchung sind.	40
5.1	Abhängigkeit der Periode von DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) für verschiedene Resistchargen. Die Ergebnisse des Auflösungstests spiegeln die Erfahrungen aus der Fertigung mit den Resistchargen: K100 nicht verwendbar, K105 und K109 liefern ordentliche, K108 gute Ergebnisse.	43
5.2	Verteilung der Photoelektronenreichweiten in Bezug zum Resistverhalten. Über der Elektronenreichweite ist das Verhältnis von D_1 zur Belichtungsdosis eingetragen. Die Reichweitenverteilung des Spektrums lässt dann die Entfernung von einer Absorberkante erwarten, bei der 10% der ursprünglichen Resistdicke als Rest erhalten bleiben.	44
5.3	Vergleich von Litho 2-Spektren mit und ohne Nickelfilter. Beide Spektren gefiltert mit $40 \text{ }\mu\text{m}$ Kohlenstoff, $175 \text{ }\mu\text{m}$ Polyimid und $117 \text{ }\mu\text{m}$ Silizium. Dicke des Ni-Filters: $26,9 \text{ }\mu\text{m}$	46
5.4	REM-Aufnahmen von Gitterstrukturen mit $4,0 \text{ }\mu\text{m}$, $4,8 \text{ }\mu\text{m}$ und $5,8 \text{ }\mu\text{m}$ Periode.	47
5.5	Änderung des Gitter-Duty-Cycle zwischen Maske und Kopie sowie Grad der Vernetzung an der Resistoberfläche für Bestrahlungen mit und ohne Verwendung eines Nickel-Kantenfilters. Bei Verzicht auf die Filterung von Litho 2 mit Nickel wirkt sich das härtere Spektrum negativ auf die Qualität von Gitterstrukturen aus: Die Abweichung des Duty-Cycle steigt an, außerdem entstehen schon bei größeren Perioden vernetzte Lamellen an der Resistoberfläche.	49
5.6	Reichweitenverteilung der Photoelektronen bei Belichtungen mit und ohne Nickel-Filter. Der Verzicht auf einen Nickelfilter führt zu einem hohen Anteil an Photonen mit Energien größer als 8 keV . Dies bedeutet auch einen größeren Anteil an Photoelektronen mit hohen Reichweiten. Ein negativer Einfluss auf die Strukturqualität im Vergleich zu einem Nickel-gefiltertem Spektrum ist zu erwarten.	50
5.7	Spektren von Litho 2 mit $26,9 \text{ }\mu\text{m}$ Nickel-, $40 \text{ }\mu\text{m}$ Kohlenstoff- und $175 \text{ }\mu\text{m}$ Polyimid-Vorfiltern bei der Verwendung einer Polymidmaske ($7 \text{ }\mu\text{m}$ Dicke) bzw. einer (simulierten) Siliziummaske ($113 \text{ }\mu\text{m}$ Dicke).	51
5.8	Vergleich der Ergebnisse der Belichtung eines $100 \text{ }\mu\text{m}$ dicken Resists (Charge K108, Tiefendosis 60 J/cm^3 , Filterung mit Nickel) einer Polyimid-Maske mit denen einer (durch Filter simulierten) Siliziummaske. Perioden: $4,0 \text{ }\mu\text{m}$, $4,8 \text{ }\mu\text{m}$ und $5,8 \text{ }\mu\text{m}$	52

Abbildungsverzeichnis

- 5.9 Vergleich der Strukturierungsergebnisse bei Belichtungen mit einer Polyimid- und einer Siliziummaske. Bei Duty-Cycle-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) ergeben sich bei Perioden größer als $5\ \mu\text{m}$ leichte Vorteile beim Einbringen von Silizium als Filter, bzw. als Maskenmembran. 54
- 5.10 Ausrichtung der Gitterstrukturen zum Synchrotronstrahl. Als Standard werden die Gitterlamellen parallel zur Scanrichtung orientiert. 55
- 5.11 Vergleich von Gitterstrukturen mit den Perioden $4,0\ \mu\text{m}$, $4,6\ \mu\text{m}$ und $5,4\ \mu\text{m}$ bei denen Maske und Substrat um 90° relativ zum Synchrotronstrahl rotiert wurden. Bei allen Perioden ist eine signifikante Verringerung der Anzahl der geschlossenen Lamellen zu erkennen. 56
- 5.12 Abhängigkeit zwischen DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) und der Ausrichtung der Gitterstruktur zur Scanrichtung bzw. dem Synchrotronstrahl bei der Belichtung. Sind die Gitterlamellen senkrecht zur Scanrichtung, also parallel zur horizontalen Ausbreitung des Synchrotronstrahls ausgerichtet, verbessert sich die Strukturqualität. 57
- 5.13 DC-Änderung zwischen Maske und Kopie. Bei Litho 1 zeigen sich nahezu keine Änderungen im Duty-Cycle, während bei der Verwendung von Litho 2 ein deutlicher Unterschied auftritt. 59
- 5.14 Gitterstrukturen der Perioden $4\ \mu\text{m}$ und $4,8\ \mu\text{m}$ hergestellt mit unterschiedlichen Oberflächendosen. Mit zunehmender Oberflächendosis zeigt sich eine Zunahme der geschlossenen Lamellen, außerdem werden Deformationen sichtbar (rote Pfeilmarkierungen). . . 61
- 5.15 Abhängigkeit zwischen DC-Änderung (a) und Vernetzungsgrad (b) und der Belichtungsdosis an der Resistoberfläche 63
- 5.16 Verschiedene an Litho 2 hergestellte Strukturen. Die Trenndüse in Abbildung 5.16(a) sowie das Gitter in Abb. 5.16(c) zeigen die metallischen Mikrostrukturen nach der Galvanik, die beiden anderen Bilder zeigen Resiststrukturen. 64
- 5.17 An Litho 2 mit Nickelfiltersatz hergestelltes Gitter mit Periode $4,8\ \mu\text{m}$. Nach der Entwicklung wurden $220\ \mu\text{m}$ Gold in die Strukturen abgeschieden. Die Bilder zeigen die Goldstrukturen nach partieller Entfernung des Resists. 65
- 5.18 Gitter in $4,8\ \mu\text{m}$ Periode und einer Resistdicke von $560\ \mu\text{m}$. Belichtung an Litho 2 mit einer Siliziummaske und Nickelfiltern. 65
- 5.19 Die zwei Hauptversagensmechanismen bei Belichtungen an Litho 2: massiv quervernetzte Gitterlamellen durch Photoelektronen (a) und starke Restebildung aufgrund von Fluoreszenz an der Grenzschicht zwischen Resist und Titanstartschicht (b). 66

5.20	Teststruktur zur Demonstration des Einflusses der Titanschichtdicke und der Geometrie auf die Restebildung an der Starschicht. Abbildung (a) zeigt die Skizze der Struktur mit der Emission der Fluoreszenz. In den Ecken kommt es zu einer Überlagerung der Einflüsse aus unterschiedlichen Richtungen, welche zu den in Abbildung (b) sichtbaren Resten führen.	67
5.21	Ergebnisse der Belichtungen auf Titanschichten unterschiedlicher Dicke. Die Standardschicht (a) mit 2,5 µm Dicke zeigt auch nach der RIE deutliche Reste. Schichten mit 1 µm Dicke zeigten nur bei erhöhten Dosen eine ausreichende Haftung (b +c), jedoch direkt nach der Entwicklung keine Reste. Gleiches gilt für die Reduzierung der Titandicke auf 0,5 µm (d).	68
5.22	Dosisvariation auf Silizium, Tiefendosen 80J/cm ³ bis 140J/cm ³ mit einer Schrittweite von 20J/cm ³ . Gezeigt ist die vom Substrat abgelöste Unterseite der Strukturen, Rückstände aus Fluoreszenz sind nicht zu erkennen.	70
5.23	Direkter Vergleich zwischen Titan und Silizium hinsichtlich der Grenzfläche zwischen Resist und Substrat. Beide Substrate mit Tiefendosis 120J/cm ³ und direkt nach der Entwicklung. Während bei Titan eine nahezu vollständige Füllung der Strukturen mit Resten auftritt, kommt es bei Silizium lediglich zur Bildung einer kleinen Haut. Die Seitenwände in der Nähe der Grenzschicht sind bei Titan deutlich rauer	71
5.24	Gitterstruktur auf Graphit, hergestellt mit einer Tiefendosis von 61J/cm ³ , nach der Galvanik und partieller Entfernung des Resists. Zwischen der unbehandelten (a) und der mit RIE gereinigten (b) Gitterstruktur zeigen sich keine Unterschiede.	72
5.25	Vergleich der Gitterhomogenität in Abhängigkeit von Substrat und Reinigung. Jeweils eine Hälfte der Substrate wurde nicht mit RIE gereinigt. Bei einem Graphit-Substrat (a) ist nach der Galvanik kein Unterschied zwischen den beiden Hälften mehr zu erkennen. Wird Titan als Startschicht verwendet (b), ist ein deutlicher Unterschied in der Homogenität der Goldabscheidung zu erkennen.	73
5.26	Homogenität der galvanischen Goldabscheidung ohne RIE-Reinigung einer Titan-Startschicht und eines Graphit-Wafers. Bei dem Graphit zeigen alle Lamellen die gleiche Höhe, während sich bei Titan Inseln schnelleren Wachstums und damit höherer Strukturen ausbilden.	74
5.27	Schematische Skizzen des Aufbaus (a) bei der Rückseitenbelichtung und des Dosisverlaufs (b) im Resist als Vergleich zwischen der klassischen und der vorgeschlagenen Vorgehensweise. Es ist zu erwarten, dass die Verlagerung der maximalen applizierten Dosis von der Oberfläche an die Startschicht mit einer verbesserten Auflösung einhergeht.	77
5.28	Gitterstrukturen mit Periode 4 µm, 4,6 µm sowie 5,4 µm hergestellt mit der klassischen Belichtung und der Rückseitenbelichtung. . . .	79

Abbildungsverzeichnis

5.29	Vergleich der Duty-Cycle-Änderung (a) und des Vernetzungsgrads an der Resistoberfläche (b) bei einer klassischen Belichtung und einer Rückseitenbelichtung. Bemerkenswert ist die geringe Änderung des Duty-Cycle bei Perioden größer als $4,4\ \mu\text{m}$. Bei allen untersuchten Perioden ist der Vernetzungsgrad bei der Rückseitenbelichtung deutlich geringer als bei der konventionellen Belichtung.	80
5.30	Durch Rückseitenbelichtung auf $200\ \mu\text{m}$ Graphit hergestellte Gitterstruktur mit Periode $4.8\ \mu\text{m}$, nach galvanischer Goldabscheidung und teilweiser Entfernung des Resists.	81
1	Resist K100	98
2	Resist K105	98
3	Resist K108e	99
4	Resist K109a	99

Tabellenverzeichnis

3.1	Kennwerte der LIGA Beamline Litho 1 an ANKA (3)	26
3.2	Kennwerte der LIGA Beamline Litho 2 an ANKA (4)	29
5.1	Kennwerte aus den Kontrastkurven der untersuchten Resiste. Werte: Danays Kunka	42
5.2	Verhältnis von D_1 zur Primärdosis D für die untersuchten Resiste .	44

Literaturverzeichnis

- [1] Webseite von KNMF zu direktschreibender Laserlithographie
<https://www.knmf.kit.edu/DLW.php>
- [2] Webseite von micro resist technology GmbH, <http://www.microresist.de/>
- [3] Website von ANKA Litho 1 <https://www.anka.kit.edu/984.php>
- [4] Website von ANKA Litho 2 <https://www.anka.kit.edu/985.php>
- [5] ACHENBACH, S. ; BOERNER, M. ; KINUTA, S. ; BACHER, W. ; MOHR, J. ; SAILE, V. ; SAOTOME, Y.: Structure quality in deep X-ray lithography applying commercial polyimide-based masks. In: *Microsystem Technologies* 13 (2007), Nr. 3-4, S. 349–353
- [6] ACHENBACH, S. ; PANTENBURG, F.-J. ; MOHR, J.: Numerical simulation of thermal distortions in deep and ultra deep X-ray lithography. In: *Microsystem Technologies* 9 (2003), Nr. 3, S. 220–224
- [7] ALS-NIELSEN, J. ; MCMORROW, D.: *Elements of Modern X-ray Physics*. Wiley, 2011
- [8] BECH, M.: *X-ray imaging with a grating interferometer*, The Graduate School of Science, Faculty of Science, Niels Bohr Institute, University of Copenhagen Denmark, Diss., 2009
- [9] BECKER, E. W. ; EHRFELD, W. ; HAGMAN, P. ; MANER, A. ; MÜNCHMEYER, D.: Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic moulding (LIGA process). In: *Microelectronic engineering* 4 (1986), Nr. 1, S. 35–56
- [10] BECKER, E. W. ; EHRFELD, W. ; MÜNCHMEYER, D.: *Untersuchungen zur Abbildungsgenauigkeit der Röntgentiefenlithografie mit Synchrotronstrahlung bei der Herstellung technischer Trenndüsenelemente*, Universität Karlsruhe (TH), Fakultät für Maschinenbau, Diss., 1984
- [11] BONSE, U. ; HART, M.: Principles and design of Laue-case X-Ray interferometers. In: *Zeitschrift für Physik* 188 (1965), Nr. 2, S. 154–164
- [12] BÖRNER, M. ; HEMPEL, E. ; KUMM, H. ; MOHR, J. ; REZNIKOVA, E.: *Gitter mit großem Aspektverhältnis, insbesondere zur Verwendung als röntgenoptisches Gitter in einem CT-System, hergestellt durch ein Lithographieverfahren*, Patent DE102009019595 A1. 2011

- [13] CAMPO, A. del ; GREINER, C.: SU-8: a photoresist for high-aspect-ratio and 3D submicron lithography. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 17 (2007), Nr. 6, S. R81–R95
- [14] CLAUSER, J. F.: *Ultrahigh resolution interferometric x-ray imaging*. 1998. – US Patent 5,812,629
- [15] COLE, A.: Absorption of 20 eV to 50,000 eV Electron Beams in Air and Plastic. In: *Radiation Research* 38 (1969), S. 7–33
- [16] DAVID, C. ; NÖHAMMER, B. ; SOLAK, H.H. ; ZIEGLER, E.: Differential x-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer. In: *Applied Physics Letters* 81 (2002), Nr. 17, S. 3287
- [17] DESTA, Y. ; COETTERT, J.: X-ray Masks for LIGA Microfabrication. In: *LIGA and Its Applications* (2009)
- [18] FEIERTAG, G.: Röntgentiefenlithographische Mikrostrukturfertigung: Genauigkeit der Abbildung und Strukturierung durch Schrägbelichtung. In: *Fortschritt-Berichte* 506 (1996), S. 9
- [19] FEIERTAG, G. ; EHRFELD, W. ; LEHR, H. ; SCHMIDT, A. ; SCHMIDT, M.: Accuracy of structure transfer in deep X-ray lithography. In: *Microelectronic engineering* 35 (1997), Nr. 1, S. 557–560
- [20] FEIERTAG, G. ; SCHMIDT, M. ; SCHMIDT, A.: Thermoelastic deformations of masks for deep X-ray lithography. In: *Microelectronic engineering* 27 (1995), Nr. 1, S. 513–516
- [21] GLOCKER., R. ; SCHREIBER, H.: Quantitative Röntgenspektralanalyse mit Kalterregung des Spektrums. In: *Annalen der Physik* 390 (1928), Nr. 8, S. 1089–1102
- [22] GRIFFITHS, S.K.: Fundamental limitations of LIGA x-ray lithography: sidewall offset, slope and minimum feature size. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 14 (2004), Nr. 7, S. 999
- [23] GRIFFITHS, S.K. ; HRUBY, J.M. ; TING, A.: The influence of feature sidewall tolerance on minimum absorber thickness for LIGA x-ray masks. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 9 (1999), Nr. 4, S. 353
- [24] GRIFFITHS, S.K. ; TING, A.: The influence of X-ray fluorescence on LIGA sidewall tolerances. In: *Microsystem technologies* 8 (2002), Nr. 2-3, S. 120–128
- [25] HERZEN, J.: *A grating interferometer for materials science imaging at a second-generation synchrotron radiation source*, Department Physik der Universität Hamburg, Diss., 2010
- [26] INGAL, V.N. ; BELIAEVSKAYA, E.A.: X-ray plane-wave topography observation of the phase contrast from a non-crystalline object. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 28 (1995), Nr. 11, S. 2314

- [27] JIAN, L. ; LOECHEL, B. ; SCHEUNEMANN, H. ; BEDNARZIK, M. ; FIRSOV, A.: Vitreous Carbon Membrane X-ray Masks for LIGA Process, 2003
- [28] KADEL, K. ; SCHOMBURG, W. K. ; STERN, G.: X-Ray Masks With Tungsten Absorbers for Use in the LIGA Process. In: *Microelectronic Engineering (The Netherlands)* 21 (1993), Nr. 1-4, S. 123–126
- [29] KANG, W.-J.: *Mikrolithographische Verfahren auf der Basis von SU-8-Dicklack zur Realisierung mikrooptischer Komponenten*, Universität Dortmund, Diss., 2005
- [30] KENNTNER, J.: *Herstellung von Gitterstrukturen mit Aspektverhältnis 100 für die Phasenkontrastbildung in einem Talbot-Interferometer*, Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT), Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Diss., 2012
- [31] KOCH, F.J. ; SCHRÖTER, T.J. ; KUNKA, D. ; MEYER, P. ; MEISER, J. ; FAISAL, A. ; KHALIL, M.I. ; BIRNBACHER, L. ; VIERMETZ, M. ; WALTER, M. u. a.: Note: Gratings on low absorbing substrates for x-ray phase contrast imaging. In: *Review of Scientific Instruments* 86 (2015), Nr. 12, S. 126114
- [32] KRAL, V. ; PAVLICEK, M.: Monte Carlo Calculation of Penetration of Electrons into Poly(Methylmethacrylate). In: *Czechoslovak Journal of Physics* 41 (1991), S. 177–183
- [33] KUNKA, D. ; MOHR, J. ; NAZMOV, V. ; MEISER, J. ; MEYER, P. ; AMBERGER, M. ; KOCH, F. ; SCHULZ, J. ; WALTER, M. ; DUTTENHOFER, T. ; VOIGT, A. ; AHRENS, G. ; GRÜTZNER, G.: Characterization method for new resist formulations for HAR patterns made by X-ray lithography. In: *Microsystem Technologies* 20 (2014), Nr. 10-11, S. 2023–2029
- [34] LEMKE, S.: *Charakterisierung modifizierter Negativresiste für die Röntgentiefenlithographie*, Diss., 2011
- [35] LEVINSON, H.J.: *Principles of lithography*. Bellingham, WA : SPIE Pr., 2001. – ISBN 0–8194–4045–0
- [36] MADOU, M.J.: *Fundamentals of Microfabrication: The Science of Miniaturization, Second Edition*. CRC Press, 2002
- [37] MENZ, W. ; MOHR, J. ; PAUL, O.: *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*. Wiley-VCH, 2012
- [38] MEYER, P.: Fast and accurate X-ray lithography simulation enabled by using Monte Carlo method. New version of DoseSim: a software dedicated to deep X-ray lithography (LIGA). In: *Microsystem technologies* 18 (2012), Nr. 12, S. 1971–1980
- [39] MEYER, P. ; PANTENBURG, F.-J.: A Monte Carlo study of the primary absorbed energy redistribution in X-ray lithography. 20 (2014), Nr. 10-11, S. 1881–1889

- [40] MEYER, P. ; SCHULZ, J. ; HAHN, L.: DoseSim: Microsoft-Windows graphical user interface for using synchrotron x-ray exposure and subsequent development in the LIGA process. In: *Review of Scientific Instruments* 74 (2003), Nr. 2, S. 1113
- [41] MOHR, J.: *Analyse der Defektursachen und der Genauigkeit der Strukturübertragung bei der Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung*, Universität Karlsruhe (TH), Fakultät für Maschinenbau, Diss., 1988
- [42] MOHR, J. ; EHRFELD, W. ; MÜNCHMEYER, D.: Requirements on resist layers in deep-etch synchrotron radiation lithography. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 6 (1988), Nr. 6, S. 2264–2267
- [43] PANTENBURG, F.-J. ; MOHR, J.: Influence of secondary effects on the structure quality in deep X-ray lithography. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 97 (1995), Nr. 1, S. 551–556
- [44] PERENNES, A.F. ; PANTENBURG, F.-J.: Adhesion improvement in the deep X-ray lithography process using a central beam-stop. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 174 (2001), Apr, Nr. 3, S. 317–323
- [45] PFEIFFER, F. ; WEITKAMP, T. ; BUNK, O. ; DAVID, C.: Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance X-ray sources. In: *Nature physics* 2 (2006), Nr. 4, S. 258–261
- [46] REZNIKOVA, E. ; MOHR, J. ; BÖRNER, M. ; NAZMOV, V. ; JAKOBS, P.-J.: Soft X-ray lithography of high aspect ratio SU8 submicron structures. In: *Microsystem Technologies* 14 (2008), Nr. 9-11, S. 1683–1688
- [47] ROENTGEN, W.C.: Ueber eine neue Art von Strahlen (Vorläufige Mitteilung). In: *Sonderabdruck aus den Sitzungsberichten der Würzburger Physik-med. Gesellschaft* (1896)
- [48] SAILE, V.: *LIGA and its Applications*. Bd. 7. John Wiley & Sons, 2009
- [49] SARAPATA, A. ; WILLNER, M. ; WALTER, M. ; DUTTENHOFER, T. ; KAISER, K. ; MEYER, P. ; BRAUN, C. ; FINGERLE, A. ; NOËL, P.B. ; PFEIFFER, F. u. a.: Quantitative imaging using high-energy X-ray phase-contrast CT with a 70 kVp polychromatic X-ray spectrum. In: *Optics express* 23 (2015), Nr. 1, S. 523–535
- [50] SCHEUNEMANN, H.-U. ; LÖCHEL, B. ; JIAN, L. ; SCHONDELMAIER, D. ; DESTA, Y.M. ; GÖTTERT, J.: Cost Effective Masks for Deep X-ray Lithography. (2003)
- [51] SCHNEIDER, C.A. ; RASBAND, W.S. ; ELICEIRI, K. W.: NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. In: *Nature methods* 9 (2012), Nr. 7, S. 671–675

- [52] SCHOMBURG, W.K. ; BAVING, H.J. ; BLEY, P.: Ti-and Be-X-ray masks with alignment windows for the LIGA process. In: *Microelectronic Engineering* 13 (1991), Nr. 1, S. 323–326
- [53] SHAREEF, I.A. ; MALDONADO, J.R. ; VLADIMIRSKY, Y. ; KATCOFF, D.L.: Thermoelastic behavior of X-ray lithography masks during irradiation. In: *IBM journal of research and development* 34 (1990), Nr. 5, S. 718–735
- [54] SNIGIREV, A. ; SNIGIREVA, I. ; KOHN, V. ; KUZNETSKOV, S. ; SCHELOKOV, I.: On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation. In: *Review of Scientific Instruments* 66 (1995), Nr. 12, S. 5486–5492
- [55] TALBOT ESQ. F.R.S., H.F.: LXXVI. Facts relating to optical science. No. IV. In: *Philosophical Magazine Series 3* 9 (1836), Nr. 56, S. 401–407
- [56] THOMPSON, A. ; ATTWOOD, D. ; GULLIKSON, E. ; HOWELLS, M. u. a. ; THOMPSON, Albert C. (Hrsg.): X-ray data booklet. 3. ed. Berkeley, Calif. : Lawrence Berkeley National Lab., 2009. – Forschungsbericht
- [57] VOIGT, A. ; HEINRICH, M. ; GRÜTZNER, G. ; KOUBA, J. ; SCHEUNEMANN, H.-U. ; RUDOLPH, I.: A new UV sensitive positive resist for X-ray masks manufacture. In: *Microsystem Technologies* 14 (2008), Nr. 9, S. 1447–1450
- [58] WALTER, M. ; SCHULZ, J.: *Röntgenlithographiemaske aus Nickel oder einer Nickelbasislegierung*. 2011
- [59] ZERNIKE, F.: Phase contrast, a new method for the microscopic observation of transparent objects. In: *Physica* 9 (1942), Nr. 7, S. 686 – 698

Anhang

Kontrastkurven der verwendeten Resistchargen

Die folgenden Kontrastkurven wurden freundlicherweise von Dr. Danays Kunka vom Institut für Mikrostrukturtechnik des KIT für diese Arbeit zur Verfügung gestellt.

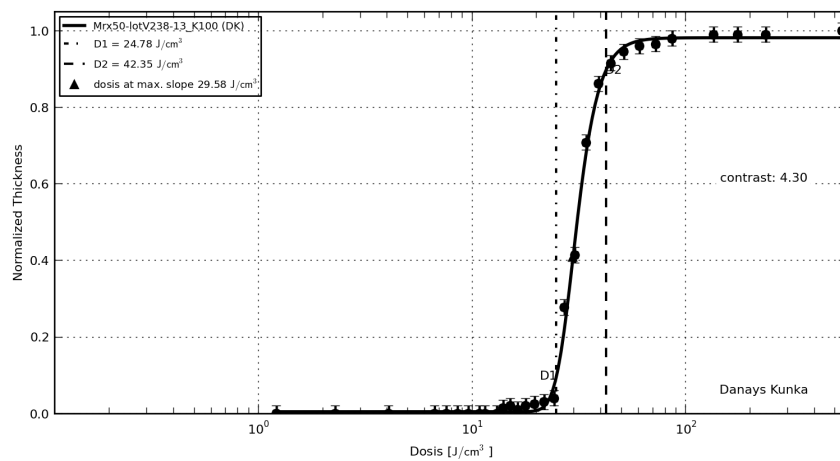


Abbildung 1: Resist K100

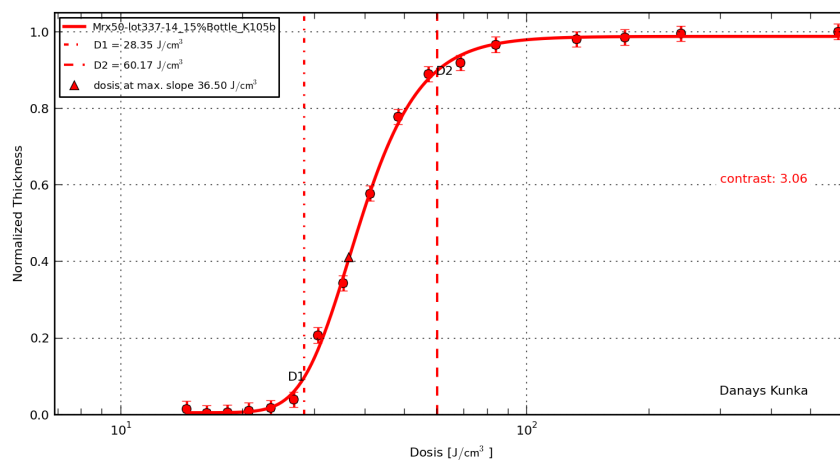


Abbildung 2: Resist K105

Kontrastkurven der verwendeten Resistchargen

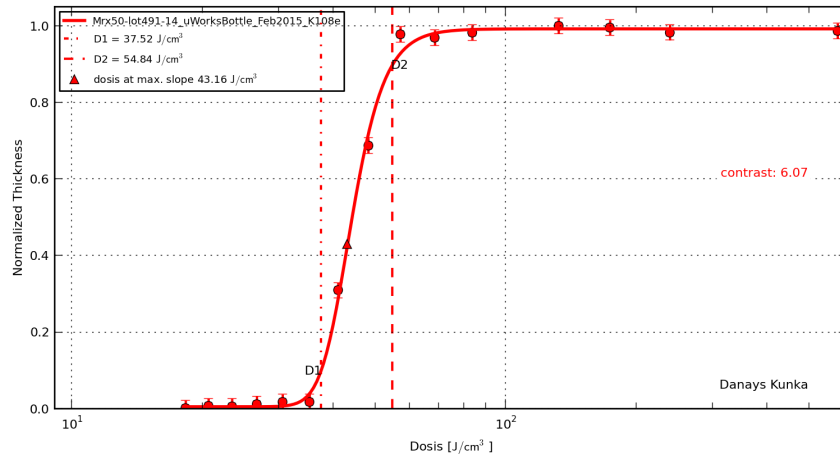


Abbildung 3: Resist K108e

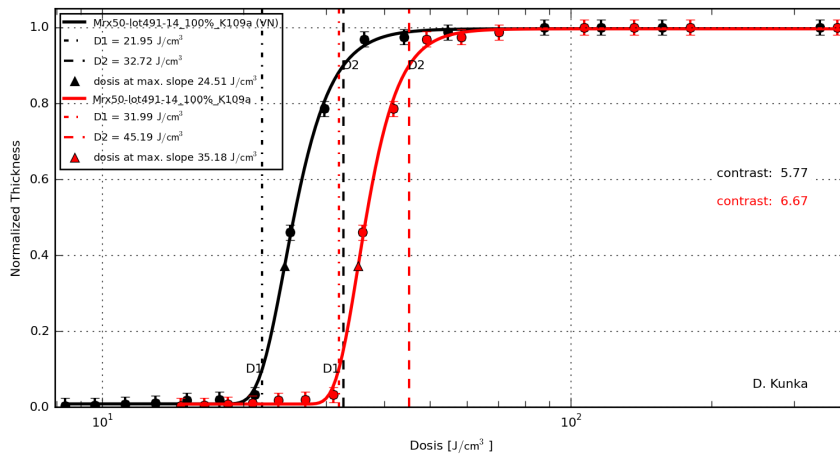


Abbildung 4: Resist K109a