

Modellierung, Simulation und Regelung von Prozessen zur Herstellung dünner organischer Schichten

Dipl.-Ing. Martin Steinberger



Technische Universität
Graz



Institut für Regelungs- und
Automatisierungstechnik

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der technischen Wissenschaften

an der Fakultät für Elektrotechnik
Technische Universität Graz

Betreuer: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Martin Horn

Graz, im Mai 2011

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

STATUTORY DECLARATION

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

Graz,

.....

(Unterschrift/signature)

Für Stefanie, meine Eltern und meinen Bruder Peter

Kurzfassung

Der wesentliche Prozess-Schritt bei der Herstellung organischer elektronischer Bauelemente (z.B. Dünnschichttransistoren, Leuchtdioden und Solarzellen) besteht in der gezielten Aufbringung der organischen Halbleiterschichten. Dies geschieht meist durch thermisches Verdampfen aus einer Effusionszelle im Hochvakuum.

Die Schichten sollen hierbei mit einer vorgegebenen Aufdampftrate, d.h. einer vorgegebenen zeitlichen Änderung der Schichtdicke während des Verdampfungs Vorganges, erzeugt werden. Die Aufdampftrate stellt neben der Temperatur die wesentliche Einflussgröße auf die Qualität der erzeugten Schichten dar.

Im ersten Teil dieser Arbeit wird ein mathematisches Modell der verwendeten Effusionszelle erstellt. Dieses bildet sowohl das instationäre Verdampfungsverhalten als auch die in der Zelle auftretenden Wärmeflüsse nach.

Basierend auf dem entwickelten Modell wird im zweiten Teil eine flachheitsbasierte Folgeregelung entworfen. Diese Regelung wird abschließend an der realen Beschichtungsanlage implementiert und für zwei, in Hinblick auf ihr Verdampfungsverhalten sehr unterschiedliche, Verdampfungsmaterialien erprobt.

Abstract

The most crucial step in manufacturing organic electronic devices such as thin film transistors, light emitting diodes and solar cells is the deposition of the active organic layers. This deposition is mostly done by thermal evaporation out of an evaporation cell in a high vacuum environment.

The major goal is to produce a thin layer with a well-defined deposition rate, i.e. the derivative of the layer thickness with respect to time during the evaporation process. Beside the temperature, the deposition rate has the most significant impact on the layer's quality.

In the first part of this work a mathematical model of the evaporation cell is developed. This model covers the transient evaporation effects as well as the thermal behaviour of the cell.

Using this model a flatness based controller is designed in the second part of the work. Finally this controller is tested on a real high vacuum system using two different evaporation materials.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
I	Mathematische Modellierung einer Beschichtungsanlage	5
2	Beschichtungsanlage	9
2.1	Prinzipieller Aufbau	9
2.2	Funktionsprinzip	11
2.3	Erweiterungen der Anlage	12
2.3.1	Temperatursensoren im Bereich der Probe	12
2.3.2	Temperatursensoren im Bereich der Effusionszelle	13
2.3.3	Sonstige Erweiterungen	14
2.3.4	Kommunikation	15
3	Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle	17
3.1	Stellglied	18
3.2	Temperatur-Regler	19
4	Effusionszelle	23
4.1	Wärmeleitung	25
4.2	Wärmestrahlung	29
4.3	Verdampfungsverhalten	33
4.3.1	Stationäres Verdampfungsverhalten	33
4.3.2	Bestimmung der Verdampfungstemperatur	35
4.3.3	Instationäres Verdampfungsverhalten	42
4.4	Modellierung der Zelle mit Material	45
5	Übertragungsweg	53
5.1	Schichtdickenverteilung an der Probe	53
5.2	Modell des Übertragungsweges	56
6	Schichtenwachstum	59
6.1	Physikalische Grundlagen	59
6.2	Schichtdickenmessung	61

7	Gesamtmodell	65
7.1	Struktur des Gesamtmodells	65
7.2	Identifikation der Parameter des Verdampfungsverhaltens	67
7.3	Identifikation der Parameter für das thermische Verhalten der Zelle	68
7.4	Ergebnisse der Parameteridentifikation	72
7.5	Zusammenfassung	76
II	Modellbasierter Reglerentwurf	79
8	Einfacher Reglerentwurf	83
8.1	Entwurfsmodell	83
8.2	Reglerentwurf	84
8.3	Ergebnisse	85
9	Exakte Eingangs-Ausgangs-Linearisierung	89
9.1	Entwurfsmodell	89
9.2	Grundlegende Idee der Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung	93
9.3	Anwendung auf die Beschichtungsanlage	94
9.4	Ergebnisse	95
10	Flachheitsbasierte Folgeregelung	99
10.1	Grundlegende Idee der flachheitsbasierten Folgeregelung	99
10.2	Anwendung auf die Beschichtungsanlage	100
10.3	Ergebnisse	103
10.4	Herstellung von organischen Dünnschichttransistoren	105
11	Zusammenfassung und Ausblick	109
A	Maple-Berechnungen zur Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung	111
B	Maple-Berechnungen zur flachheitsbasierten Folgeregelung	115
C	LabView Implementierung	119
	Literaturverzeichnis	121

Kapitel 1

Einleitung und Motivation

In der Elektronik bzw. Optoelektronik ist in den letzten Jahren eine starke Entwicklung in Richtung organischer Bauelemente feststellbar. Dazu zählen unter anderem organische Solarzellen (Abb. 1.1), Dünnschichttransistoren (OTFTs) und Leuchtdioden (OLEDs).

Bei einer Solarzelle tritt das einfallende Licht durch einen Glasträger und die transparente Deckelektrode (z.B. Indiumzinnoxid) auf die aktive Schicht aus organischem Material (z.B. Pentazen). Bei der Absorption des Lichtes werden zunächst Elektronen-

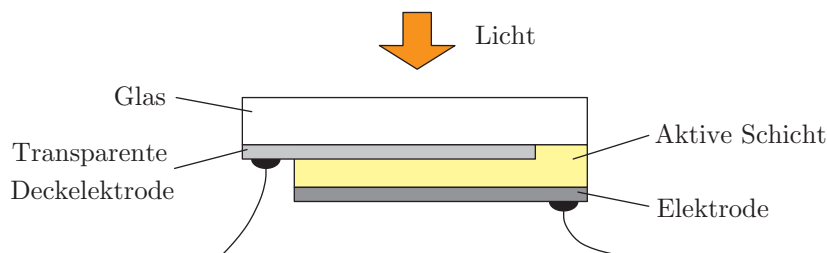


Abbildung 1.1: Schematischer Aufbau einer Solarzelle

Loch-Paare (Exzitonen) gebildet. Diese diffundieren zu den Grenzflächen, werden dort voneinander getrennt und über die Elektroden abtransportiert.

Das Ziel bei der Herstellung besteht in der Erzeugung von Bauelementen mit geringem Gewicht, die kostengünstig und im Vergleich zu konventionellen anorganischen Bauelementen relativ einfach herstellbar sind. Wird anstelle von Glas eine Folie als Trägermaterial verwendet, sind auch mechanisch flexible Strukturen einfach zu erzeugen.

Der zentrale Prozess-Schritt bei der Fertigung ist das Aufbringen der organischen Schichten (z.B. aktive Schicht in Abb. 1.1) mit Dicken von nur wenigen Nanometern durch thermisches Verdampfen im Hochvakuum. Dazu wird zunächst das zu verdampfende Material, das meistens in Pulverform vorliegt, in den Tiegel einer Verdampferzelle (Effusionszelle) gefüllt. Der den Tiegel umschließende Heizdraht wird von einem elektrischen Strom durchflossen und erwärmt somit die gesamte Zelle. Ist die erzielte Temperatur ausreichend hoch, verdampft das Material, gelangt durch die Öffnung der Effusionszelle zur Probe, welche sich direkt darüber befindet, und schlägt sich dort nieder. Typische Verdampfungstemperaturen liegen im Bereich zwischen 100°C und

500 °C. Die Ausbreitung der Teilchen (verdampfende Atome bzw. Moleküle) erfolgt durch das Hochvakuum (Drücke im Bereich von 10^{-7} mbar) annähernd geradlinig, d.h. es gibt nur sehr wenige Kollisionen mit Fremdatomen in der Gasphase. Zusätzlich kann eine Strukturierung der Schicht durch eine Schattenmaske, aber auch durch Photolithographie erfolgen.

Wie Untersuchungen zeigen (z.B. [3, 17, 21]), ist neben der Oberflächenrauigkeit der Probe und deren Temperatur vor allem die zeitliche Änderung der Schichtdicke während des Aufdampfprozesses – die so genannte Aufdampfrate – die wesentliche Einflussgröße auf die Qualität der sich ausbildenden Schicht. Grund dafür ist die von der Aufdampfrate abhängige Schichtmorphologie und die damit verbundenen elektrischen Transporteigenschaften. Bei der Herstellung von Schichten *vorgegebener* Dicke (10 bis 100 Nanometer) ist somit eine *vorgegebene* Aufdampfrate (0.03 bis 4 Angström pro Sekunde) möglichst gut einzuhalten.

In den meisten Fällen erfolgt diese Aufdampfratenregelung manuell, d.h. zur Erreichung der gewünschten Aufdampfrate wird die Zelltemperatur vom Anlagenbenutzer händisch verstellt. Dieser Vorgang ist äußerst zeitintensiv (Dauer bis zu drei Stunden!) und darüber hinaus fehlerträchtig.

Dies verdeutlichen die Abbildungen 1.2 und 1.3, die händisch erzielte Verläufe der Aufdampfrate R in Abhängigkeit der Zeit t zeigen. Bei der Verdampfung von Pentazen

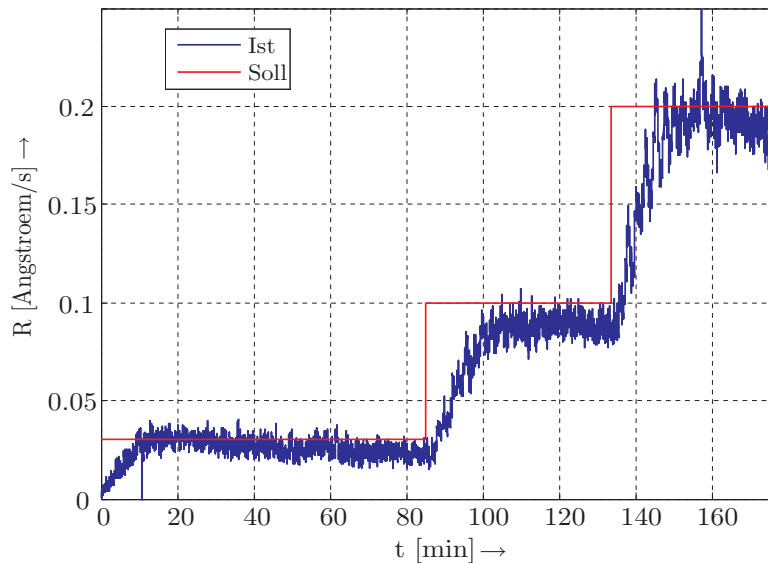


Abbildung 1.2: Händische Einstellung der Aufdampfrate von Pentazen

($C_{22}H_{12}$) werden typischerweise sehr niedrige Aufdampfraten über lange Zeit vorgegeben (Abb. 1.2). Im Gegensatz dazu sind die Wunschraten bei der Verdampfung von Alq_3 ¹ rund 10 mal größer (Abb. 1.3). Das Einstellen der Aufdampfrate ist hier aufgrund des – im Vergleich zu Pentazen – sehr „unangenehmen“ Verdampfungsverhaltens händisch kaum möglich.

¹Aluminium-tris(8-hydroxychinolin)

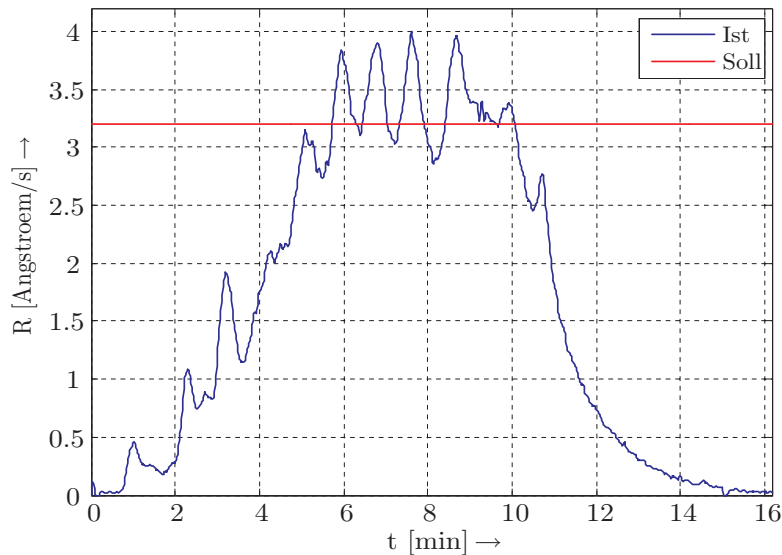


Abbildung 1.3: Händische Einstellung der Aufdampfrate von Alq3

Für die Verdampfung metallischer Materialien wurde der Einsatz von PID-Reglern (Proportional-Integral-Differential-Reglern) vorgeschlagen [5, 16]. Bei der Anwendung auf organische Materialien erweist sich allerdings die Ermittlung geeigneter Reglerparameter als äußerst schwierig. Die Reglerauslegung erfolgt auf experimenteller Basis und ist zudem stark materialabhängig, eine systematische Vorgangsweise ist hierbei nicht erkennbar.

Der in dieser Arbeit vorgeschlagene modellbasierte Ansatz zielt darauf ab, die oben erwähnten Probleme bei der Aufdampfatenregelung *systematisch* zu beseitigen.

Zunächst wird nach einer Beschreibung der verwendeten Beschichtungsanlage (Kapitel 2) ein mathematisches Modell der Anlage erarbeitet, um alle wesentlichen Effekte des gesamten Prozesses der Schichtaufbringung nachzubilden. Das Gesamtsystem kann in mehrere Teilsysteme aufgespalten werden:

- Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle (Kapitel 3)
- Effusionszelle (Kapitel 4)
- Übertragungswege zwischen der Zelle und der Probe bzw. der Zelle und den Schichtdickensensoren (Kapitel 5)
- Schichtenwachstum an der Probe und an den Schichtdickensensoren (Kapitel 6)

Der zentrale Punkt ist die Nachbildung der Effusionszelle und des Verdampfungsverhaltens der organischen Materialien. Bei der Verwendung organischer Materialien, die im Allgemeinen weniger „gutmütige“ Verdampfungseigenschaften als z.B. Silber oder Gallium aufweisen, ist auch deren instationäres Verhalten zu berücksichtigen. Das Gesamtmodell (Kapitel 7) soll dennoch möglichst einfach strukturiert sein, um den anschließenden Reglerentwurf zu erleichtern.

Im zweiten Teil der Arbeit erfolgt zuerst ein einfacher Reglerentwurf, der auf einem Modell der stationären Verdampfung beruht (Kapitel 8). Anschließend wird mit Hilfe der

Methode der Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung (Kapitel 9) eine dynamische Folgeregelung für die Beschichtungsanlage entworfen. Um die dafür notwendigen Temperatursensoren aus der Effusionszelle entfernen zu können, erfolgt die Erweiterung auf eine flachheitsbasierte Folgeregelung (Kapitel 10). Die Leistungsfähigkeit dieser Methode wird am Beispiel der Herstellung organischer Dünnschichttransistoren gezeigt.

Zuletzt werden die mit den eingesetzten Regelstrategien erzielten Ergebnisse diskutiert und eine Zusammenfassung sowie ein Ausblick auf mögliche Erweiterungen gegeben (Kapitel 11).

Teil I

Mathematische Modellierung einer Beschichtungsanlage

Kapitel 2: Beschichtungsanlage

Es wird die Beschichtungsanlage vorgestellt, deren Funktion erläutert und die Erweiterungen der Anlage beschrieben.

Kapitel 3: Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle

Das Stellglied und der Temperaturregler der Effusionszelle werden untersucht und mathematisch nachgebildet.

Kapitel 4: Effusionszelle

Als zentraler Punkt bei der Modellierung wird hier das instationäre Verdampfungsverhalten der verwendeten organischen Halbleiter sowie das thermische Verhalten der Effusionszelle untersucht. Es wird sich zeigen, dass die Beschreibung des Verdampfungsverhaltens mit Hilfe der Gleichgewichts-Thermodynamik möglich ist.

Kapitel 5: Übertragungsweg

Das Übertragungsverhalten zwischen der Effusionszelle und der Probe kann aufgrund der rotierenden Probe einfach modelliert werden.

Kapitel 6: Schichtenwachstum

Nach Untersuchung des Schichtenwachstums an der Probe wird die Sensordynamik bei der Messung der Schichtdicke und Aufdampftrate analysiert und mathematisch beschrieben.

Kapitel 7: Gesamtmodell

Die Teilmodelle aus den vorigen Kapiteln werden zusammengefasst und die Identifikation der Parameter beschrieben. Wie Vergleiche zwischen Simulationen und Messungen zeigen, kann die Beschichtungsanlage durch das entwickelte Modell gut nachgebildet werden.

Kapitel 2

Beschichtungsanlage

In diesem Kapitel wird zunächst die verwendete Anlage vorgestellt und deren Funktionsweise beschrieben. Anschließend werden Erweiterungen der Anlage erläutert und auf die Problematik, die durch die Anbindung an den Rechner entsteht, hingewiesen.

2.1 Prinzipieller Aufbau

Um die gewünschten Schichten aufzubringen, wird eine Mehrkammer-Hochvakuum-Anlage der Firma Oerlikon Leybold Vakuum¹ verwendet (Abb. 2.1). Sie besteht im

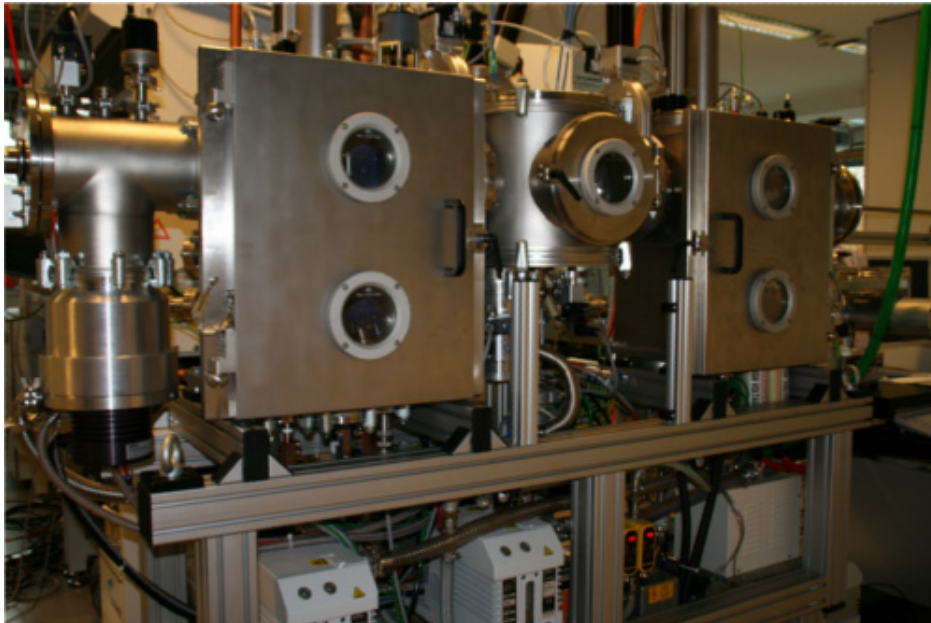


Abbildung 2.1: Mehrkammer-Hochvakuum-Anlage

Wesentlichen aus drei Kammern, die durch Plattenventile voneinander getrennt werden können und mit eigenen Pumpsystemen ausgestattet sind. Zunächst wird jeweils mit einer Drehschieberpumpe ein Vorvakuum erzeugt und anschließend mit einer Turbomolekularpumpe der Druck weiter bis in den Bereich des Hochvakuums verringert.

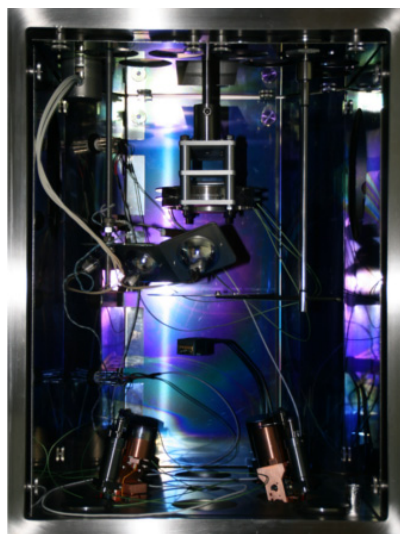
¹<http://www.oerlikon.com/leyboldvacuum/de/> (aufgerufen am 10.12.2010)

Die erste Kammer (links in Abb. 2.1) dient der thermischen Verdampfung organischer Materialien wie z.B. Pentazen, α -NPD² und Alq₃. In der dritten Kammer (rechts in Abb. 2.1) können mit Hilfe thermischer Verdampfung, Kathodenzerstäubens (Sputtern) oder Elektronenstrahlverdampfens metallische Schichten aufgebracht werden. Zwischen den beiden Kammern befindet sich die kleinere Transferkammer, die einerseits zum Austausch der Proben (Substrate mit eventuell aufgetragenen Schichten) zwischen den beiden Kammern dient und andererseits die Verbindung zum dahinterliegenden Handschuhkasten (Glove-Box) herstellt.

Im Handschuhkasten herrscht eine Argon-Atmosphäre mit leichtem Überdruck, um eine möglichst geringe Wechselwirkung der Umgebung mit den Proben zu erreichen. Nach der Vorreinigung der Substrate kann hier z.B. eine transparente Deckelektrode durch Rotationsbeschichtung (Spin-Coating) aufgebracht werden. Anschließend werden die Proben über die Transferkammer in das Hochvakuum-System eingeschleust, wo je nach Wunsch verschiedene Schichten aus metallischen und/oder organischen Materialien aufgebracht werden können.

Durch die Verwendung verschiedenster Schattenmasken kann die Struktur der sich ausbildenden Schichten vorgegeben werden. Nach diesem Prozess-Schritt werden die Proben über die Transferkammer wieder in den Handschuhkasten geschleust, wo sie elektrisch vermessen und gelagert werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wird ausschließlich die erste Kammer (Organik-Kammer, Abb. 2.2(a)) betrachtet. Im oberen Drittel befindet sich der Probenhalter, auf dem



(a) Offene Kammer mit vier Zellen



(b) Effusionszelle

Abbildung 2.2: Organik-Kammer

die Probe mit der Schattenmaske abgelegt wird. Um die Eigenschaften der entstehenden Schichten zu verbessern, kann die Probe durch eine Strahlungsheizung auf die gewünschte Temperatur gebracht werden. Die Verdampferquellen (Effusionszellen) sind an der Unterseite der Kammer kreisförmig angeordnet. Im Endausbau sollen hier sechs Effusionszellen des gleichen Typs (Abb. 2.2(b)) zur Verfügung stehen.

²N,N'-Di-[(1-naphthalenyl)-N,N'-diphenyl]-1,1'-biphenyl-4,4'-diamine

2.2 Funktionsprinzip

Zu Beginn der Schichtaufbringung wird der Probenhalter in die unterste Position gefahren, um den Übertragungsweg zwischen Zelle und Probe während des gesamten Beschichtungsprozesses möglichst gering zu halten. Die Proben-Blende wird geschlossen und die Heizung, wenn vom Anwender gewünscht, aktiviert (Abb. 2.3). Die Effusions-

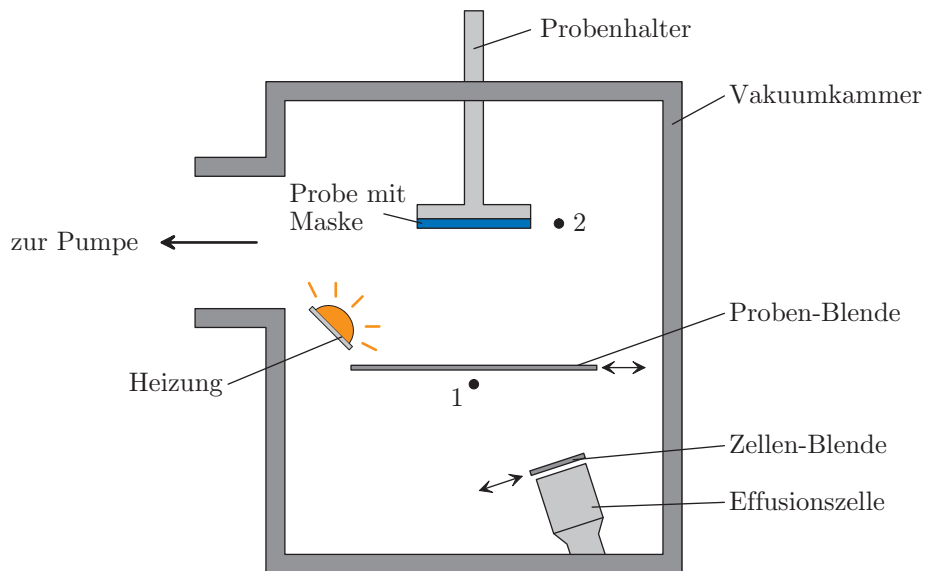


Abbildung 2.3: Vorbereitungen zur Schichtaufbringung

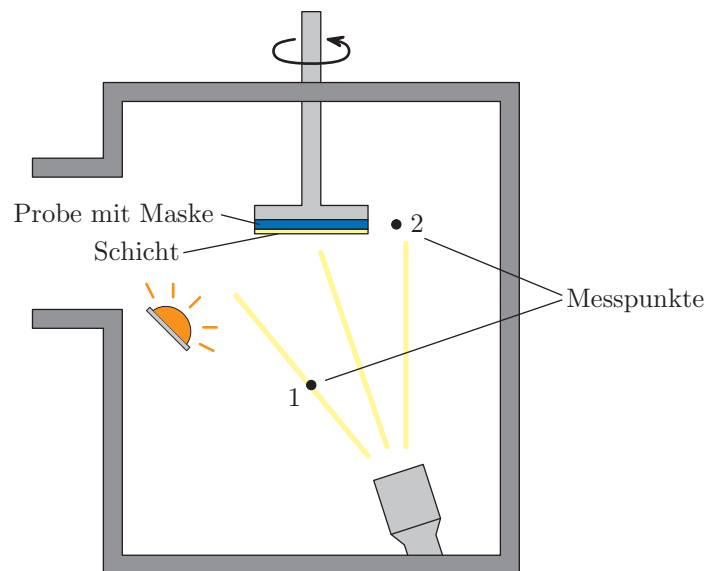


Abbildung 2.4: Schichtaufbringung

zelle, die genau auf die Mitte der Probe ausgerichtet ist, wird durch eine Heizwendel auf die gewünschte Temperatur gebracht. Ist die Blende der Zelle geöffnet und die Temperatur ausreichend hoch, so wird das verdampfende Material aus der Zelle emittiert. Besitzt die im Messpunkt 1 ermittelte Aufdampftrate den gewünschten Wert, wird

die Proben-Blende geöffnet und das Material gelangt zur Probe, wo sich die Schicht ausbildet (Abb. 2.4).

Zur Verbesserung der Schichthomogenität kann der Probenhalter zusätzlich in Rotation versetzt werden. Der zweite Messpunkt für die Aufdampftrate dient zur Regelung der Rate auf Probenhöhe während der Schichtherstellung.

2.3 Erweiterungen der Anlage

Erstes Ziel ist die Anbindung der verschiedenen Teilsysteme der Anlage an einen Rechner und die Erweiterung um zusätzliche Sensoren, damit genügend Mess-Signale für die anschließende Modellierung zur Verfügung stehen.

2.3.1 Temperatursensoren im Bereich der Probe

Zur Messung der Probentemperatur wurde vom Anlagenbauer ein in Kupfer vergossener Pt100 Temperatursensor vorgesehen (Messpunkt 3 in Abb. 2.5(b)). Dieser befindet sich jedoch viel näher an der Heizung als die Probe und wird von allen Seiten angestrahlt, sodass ein erheblicher Unterschied zwischen der gemessenen Heiztemperatur und der tatsächlichen Probentemperatur zu erwarten ist. Um die genauen Temperatu-

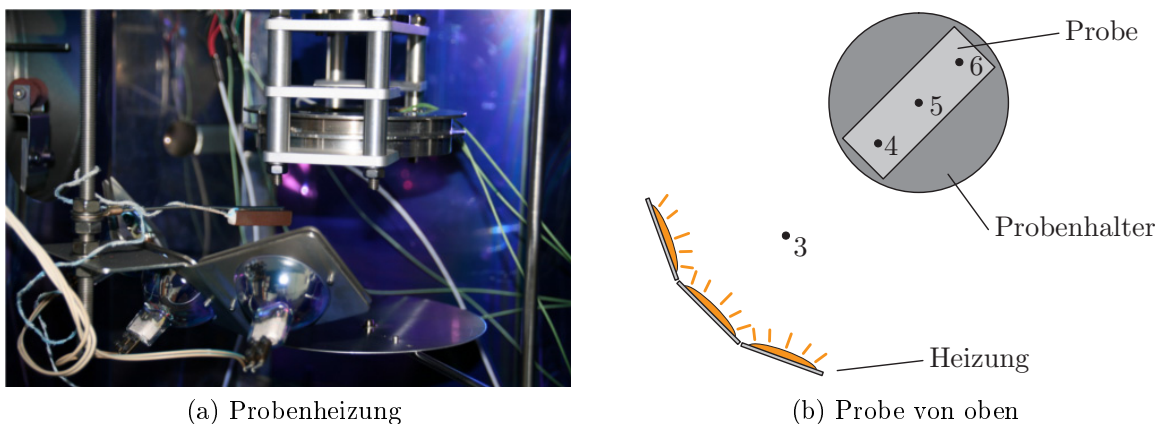


Abbildung 2.5: Anordnung der Temperatursensoren an Heizung und Probe

ren an der Probe zu bestimmen wird ein Glassubstrat mit dahinterliegender Blechplatte in den Probenhalter eingelegt. Am Blech sind in verschiedenen Abständen zur Heizung Typ-K Thermoelemente (Messpunkte 4, 5 und 6 in Abb. 2.5(b)) und zusätzlich in der Mitte (Messpunkt 5) ein Pt100-Temperatursensor angebracht.

Die Herstellung des thermischen Überganges zum Pt100-Sensor stellt im Vakuum eine große Herausforderung dar, da die sonst verwendeten Wärmeleitpasten und Kleber hier keine Anwendung finden können. Der Grund dafür liegt in ihrer starken Ausgasung, d.h. der großen Freisetzung von Teilchen aus dem Inneren des Materials, die sich negativ auf die herzustellende Schicht auswirken und zusätzlich den erreichbaren Enddruck des Vakuumsystems beschränken. Infolge der hohen Temperaturen in der Verdampferzelle würde sich die Ausgasung noch stärker als bei Raumtemperatur bemerkbar machen. Um den Pt100-Sensor zu befestigen wurde eine kleine Öse am Blech angeschweißt, in die der Sensor eingeschoben ist. Die Montage der Typ-K Thermoelemente hingegen stellt

kein Problem dar - sie können durch Punktschweißen direkt mit dem Blech verbunden werden.

2.3.2 Temperatursensoren im Bereich der Effusionszelle

Für die Verdampfung des Materials ist das gesamte thermische Verhalten der Effusionszelle entscheidend. In Abb. 2.6 ist der interne Aufbau einer Zelle schematisch dargestellt. Kernstück ist der Tiegel aus gut wärmeleitfähigem Material, in den das

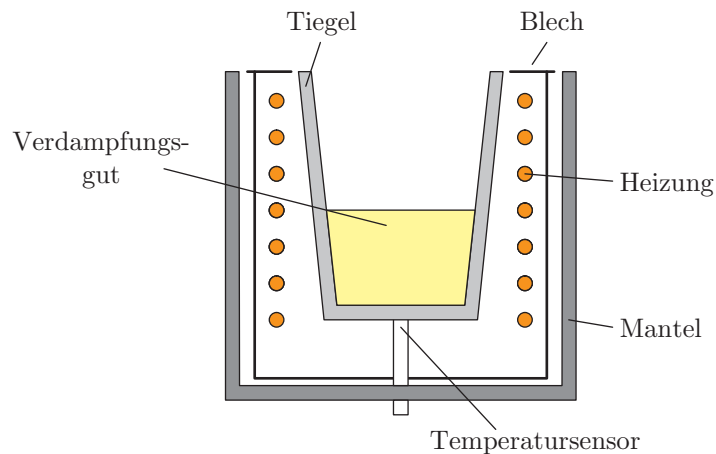


Abbildung 2.6: Interner Aufbau der Zelle

Verdampfungsgut gefüllt wird. Er besitzt an der Unterseite eine kleine Vertiefung, mit der er auf dem serienmäßig eingebauten Temperatursensor (Typ-K Thermoelement) abgestellt wird. Eine Heizung aus Wolfram-Draht (Abb. 2.7(b)) umschließt den Tiegel.

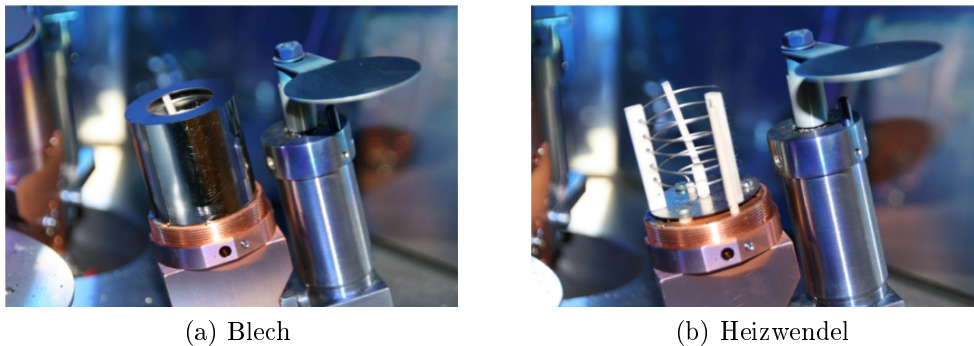


Abbildung 2.7: Aufbau der Effusionszelle

Zur Abschirmung der Wärme nach außen ist ein sehr dünnes, aber gut reflektierendes Blech vorgesehen (Abb. 2.7(a)). Umschlossen wird der Aufbau durch einen massiven Mantel aus Kupfer, der indirekt durch Wasser gekühlt wird.

Es gibt keine feste Verbindung zwischen Tiegel und Temperatursensor, sodass der Tiegel leicht ausgetauscht und befüllt werden kann. Diese fehlende feste Verbindung führt zu einem Wärmeübergang mit geringer Wärmeleitfähigkeit. Mit Hilfe zusätzlicher Temperatursensoren soll eine bessere Abschätzung der tatsächlich in der Effusionszelle herrschenden Temperaturen vorgenommen werden.

Um die Temperatur des Mantels T_M laut Abb. 2.8 zu messen, wird dieser mit einem Blechband, auf dem ein Thermoelement befestigt ist, umschlossen. Das Thermoelement

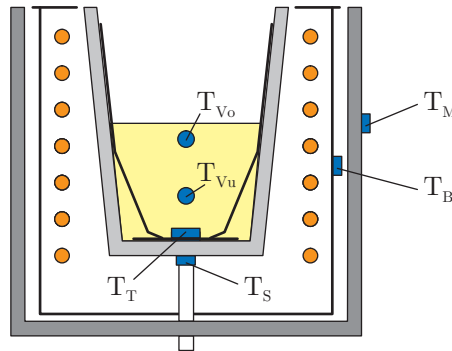


Abbildung 2.8: Anordnung der Temperatursensoren im Verdampfungsgut

zur Messung der Blechtemperatur T_B kann ebenfalls direkt angeschweißt werden. Da die Isolierungen der Zuleitungen für auftretende Temperaturen von bis zu 600°C geeignet sein müssen, wurden Typ-K Thermoelemente mit einer Isolierung aus Glasseide eingebaut.

Infolge des einseitigen Abführens des Wärmestromes durch den Sensor des Anlagenbauers und den unterschiedlichen Abständen zwischen Heizwendel und Tiegel herrschen über die Tiegeloberfläche unterschiedliche Temperaturen. Die mittlere Tiegeltemperatur T_T in den bodennahen Bereichen wird dazu über eine spezielle Blechkonstruktion (Abb. 2.8) ermittelt.

Die messtechnische Bestimmung der Temperatur des verdampfenden Materials ist etwas diffiziler. Zum einen ist für die Verdampfung die Temperatur an der Oberfläche des Materials entscheidend, zum anderen findet aber eine Durchmischung des Verdampfungsgutes statt, da dieses meist in Pulverform vorliegt. Ein Sensor zur Messung der Temperatur T_{Vo} wird in der Nähe der Oberfläche platziert, von der das Material verdampft bzw. sublimiert, ein weiterer Sensor zur Erfassung der Temperatur T_{Vu} etwas weiter unten im Verdampfungsmaterial.

Bei der Führung der Messleitungen für die Thermoelemente aus der Vakuumkammer ist darauf zu achten, dass spezielle Vakuumdurchführungen verwendet werden, um die Mess-Signale nicht negativ zu beeinflussen. Da ein großer Temperaturbereich richtig abzubilden ist, erfolgt das Umrechnen der gemessenen Spannungswerte in die dazugehörigen Temperaturen über eine nichtlineare Kennlinie und eine Referenzmessung der Umgebungstemperatur.

2.3.3 Sonstige Erweiterungen

Wie bereits zu Beginn des Kapitels erwähnt, wurde ein zusätzlicher Sensor zur Bestimmung der Aufdampftrate auf Höhe der Probe eingebaut. Die Auswertung der Sensordaten erfolgt in einem separaten Gerät, um die Unabhängigkeit dieser Messung von der zweiten Ratenmessung zu gewährleisten.

An einer Zelle wurde eine Spannungs- und Strommessung realisiert, um die elektrisch eingebrachte Leistung zu bestimmen. Weiters ist eine Umschaltung der Zellen imple-

mentiert, da für die sechs im Endausbau vorhandenen Effusionszellen nur zwei Verstärker zur Bereitstellung der elektrischen Leistung zur Verfügung stehen.

2.3.4 Kommunikation

Die Kommunikation zwischen der Anlagensteuerung (Siemens³ Simatic S7) und dem Rechner erfolgt über einen OPC-Server und eine serielle Schnittstelle. Auch die meisten anderen Geräte wie die Schichtdickenmessung, Ampere- und Voltmeter werden über ihre seriellen Schnittstellen angesprochen. Nur die Temperaturmessung und die Umschaltung der Zellen sind über ein CompactDAQ-System von National Instruments⁴ mit Thermoelement-, Pt100- und Relais-Modulen realisiert. Abbildung 2.9 zeigt die Zu-

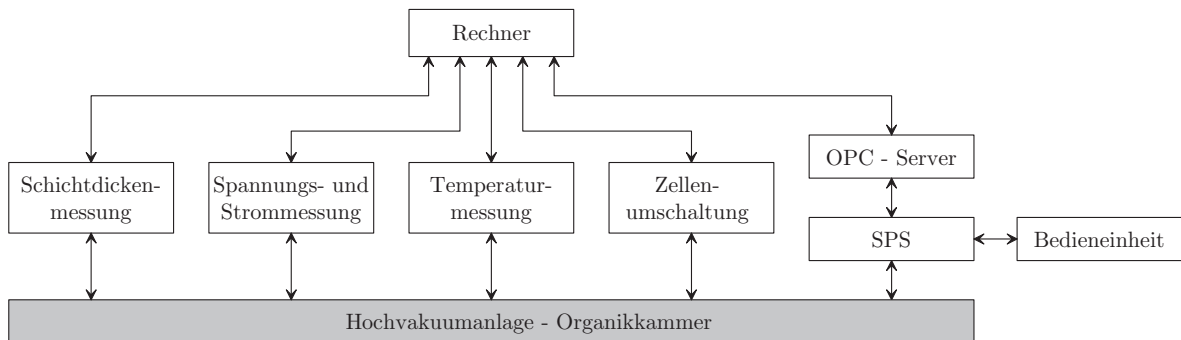


Abbildung 2.9: Kommunikation zwischen den Geräten

sammenschaltung der einzelnen Teilsysteme. Informationen zu den Geräten bzw. zur Programmierung der einzelnen Protokolle, die hier in LabView vorgenommen wurde, sind den jeweiligen Handbüchern und Anhang C zu entnehmen.

³<http://www.automation.siemens.com/> (aufgerufen am 10.12.2010)

⁴<http://www.ni.com/de/> (aufgerufen am 10.12.2010)

Kapitel 3

Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle

Der Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle besteht aus einem Temperatur-Regler, dem Stellglied und der Effusionszelle. Die Temperatur des Verdampfungsmaterials T_V

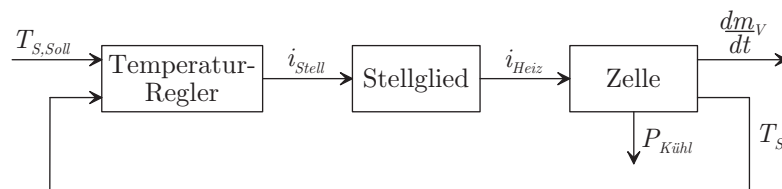


Abbildung 3.1: Blockschaltbild des Temperatur-Regelkreises der Effusionszelle

kann mit Hilfe der herstellerseitigen Konfiguration nicht direkt gemessen werden - es steht ausschließlich die Temperatur des eingebauten Sensors T_S zur Verfügung (Abb. 2.8 und Abb. 3.1).

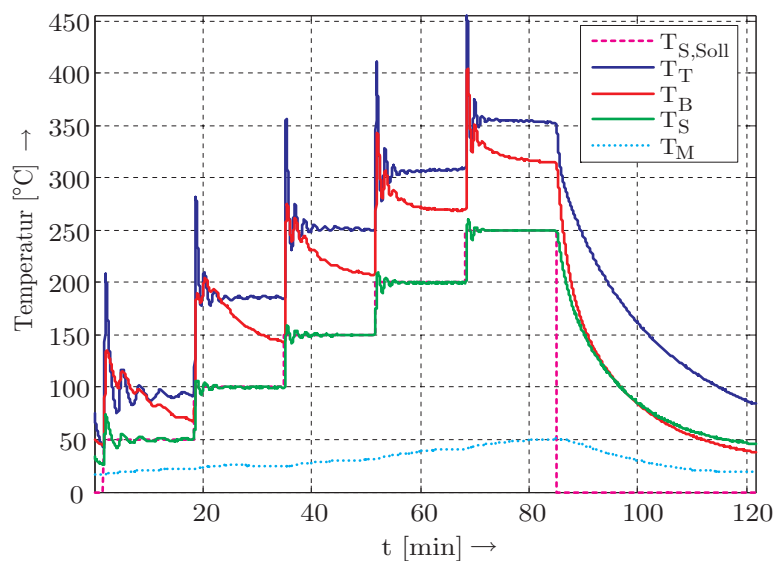


Abbildung 3.2: Typische Temperaturverläufe in der Zelle

Zusätzlich kann indirekt über die Aufdampfrate R (Kapitel 6) die zeitliche Änderung der verdampfenden Masse m_V berechnet werden. Die Solltemperatur $T_{S,\text{Soll}}$ entspricht der Eingangsgröße des Regelkreises, als Ausgangsgröße wird die Sensortemperatur T_S festgelegt.

Abbildung 3.2 zeigt typische Temperaturverläufe der einzelnen Teile der Effusionszelle bei offener Zellen-Blende und leerem Tiegel. Nach sprungförmiger Erhöhung der Solltemperatur folgt die Sensortemperatur der vorgegebenen Temperatur.

Das Problem hierbei ist, dass diese Temperatur nicht mit der tatsächlichen Tiegeltemperatur und der sich daraus ergebenden Temperatur des Verdampfungsgutes übereinstimmt. In den stationären Zuständen ergeben sich bereits Abweichungen von über $100\text{ }^\circ\text{C}$. Bei raschen Sollwertänderungen treten noch größere Abweichungen auf.

Zurückzuführen ist dieses Verhalten auf den schlechten Wärmeübergang zwischen Tiegel und Temperatursensor und die Ableitung der Wärme über den Sensor zum gekühlten Mantel. Der Zusammenhang zwischen gemessener und tatsächlicher Temperatur im Tiegel ist in Abbildung 3.3 blau, das ideale Verhältnis rot, dargestellt. Die erhal-

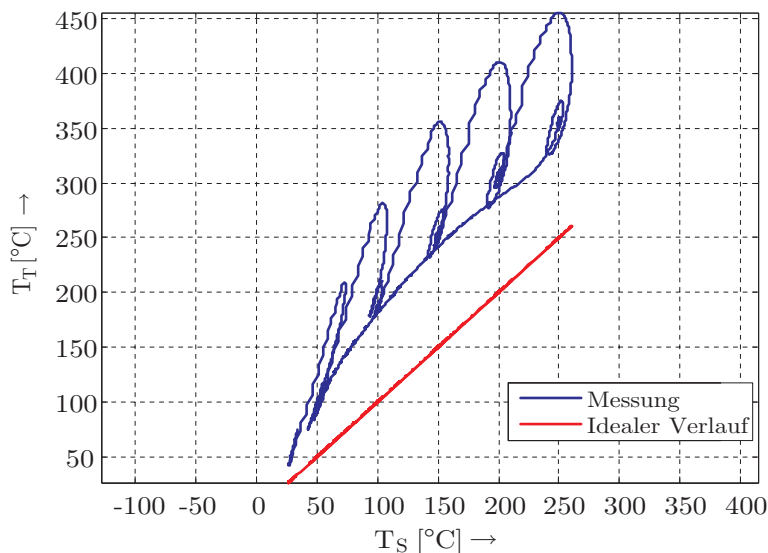


Abbildung 3.3: Zusammenhang zwischen Tiegel- und Sensortemperatur

tene Funktion lässt sich nicht durch eine statische Nichtlinearität nachbilden - eine Modellierung des dynamischen Verhaltens ist somit unbedingt notwendig, um auf die für die Verdampfung entscheidende Temperatur T_V schließen zu können (siehe hierzu Kapitel 4).

3.1 Stellglied

Als erstes Teilelement des Temperatur-Regelkreises wird das Stellglied (Abb. 3.4) nachgebildet, das aus einem Chassis der Firma Creaphys¹ und einem Eurotherm² PID-Temperatur-Regler besteht. Die Eingangsgröße i_{stell} wird im Bereich $0 - 20\text{ mA}$ vorge-

¹<http://www.creaphys.com/> (aufgerufen am 10.12.2010)

²<http://www.eurotherm.de/> (aufgerufen am 10.12.2010)



Abbildung 3.4: Blockschaltbild des Stellgliedes

geben, die Ausgangsgröße entspricht dem Heizstrom i_{Heiz} der Verdampferzelle.

Durch Versuche mit verschiedenen Einstellungen des PID-Temperatur-Reglers lassen sich keine unterschiedlichen Ergebnisse erzielen, d.h. alle Reglerfunktionen sind deaktiviert, sodass der Regler als einfaches Stellglied ohne Dynamik arbeitet. Sein konstanter Verstärkungsfaktor V_S kann nach der messtechnischen Bestimmung des maximalen Heizstromes $i_{\text{Stell,max}}$ berechnet werden:

$$V_S = \frac{i_{\text{Heiz,max}}}{i_{\text{Stell,max}}}$$

Wie der Vergleich zwischen Simulation und Messung zeigt (Abb. 3.5), liefert die Mo-

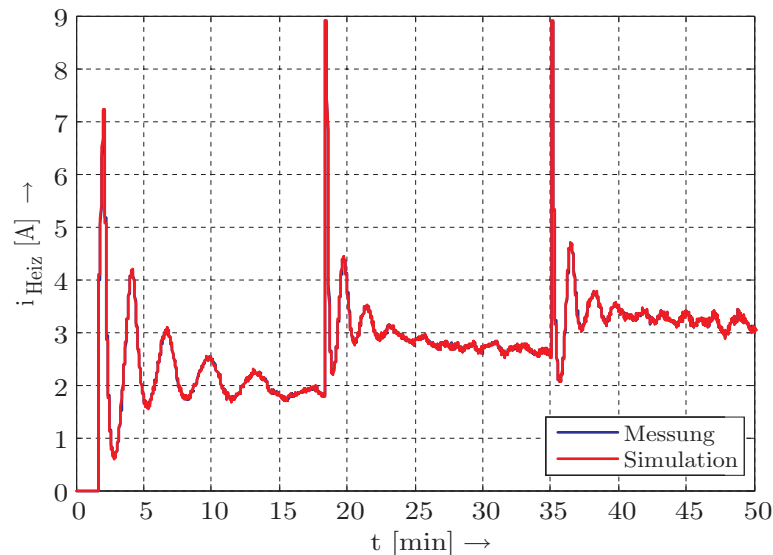


Abbildung 3.5: Vergleich Simulation/Messung (Stellglied)

dellierung mit einem konstanten Verstärkungsfaktor sehr gute, nahezu deckungsgleiche Ergebnisse.

Der Verstärkungsfaktor kann auch unter Zuhilfenahme von numerischen Optimierungsmethoden und Verwendung eines quadratischen Gütekriteriums ermittelt werden. Je nach Messdaten schwankt der so bestimmte Verstärkungsfaktor um den theoretisch bestimmten Wert.

3.2 Temperatur-Regler

Das zweite Teilelement im Temperatur-Regelkreis der Effusionszelle ist der Temperatur-Regler (Abb. 3.6), der als Programm in der zentralen Anlagensteuerung implementiert ist. Die interne Struktur des Reglers (Abb. 3.7) entspricht einem PI-Regler, bei dem



Abbildung 3.6: Blockschaltbild des Temperatur-Reglers

nach der Differenzbildung zwischen Soll- und Isttemperatur zunächst eine Skalierung auf einen Bereich von -100% bis $+100\%$ erfolgt. Anschließend werden Proportional- und Integralanteil berechnet und wieder in Werte des Stellstromes i_{Stell} umgerechnet. Besonders auffällig ist, dass eine „Sättigung“ für den I-Anteil und eine für die Summe aus P- und I-Anteil vorgesehen ist. In der Beschreibung des Herstellers werden keine

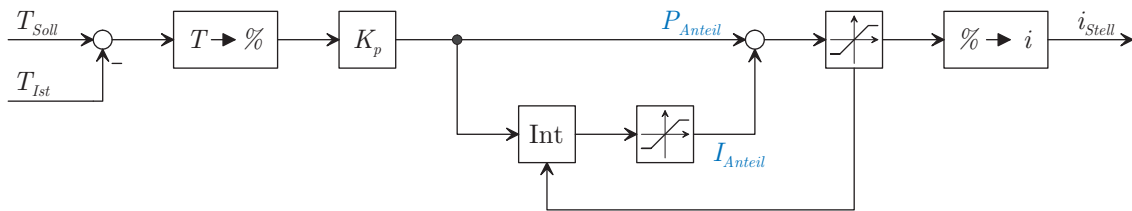


Abbildung 3.7: Interne Struktur des Temperatur-Reglers

Informationen zu eventuell implementierten Anti-Windup-Maßnahmen gegeben. Diese verhindern ein „Aufwickeln“ des I-Anteils beim Erreichen der Stellgrößenbegrenzung. Folgende Verfahren wurden untersucht:

1. Direktes Anhalten des I-Anteils über einen Umschalter
2. Direktes Anhalten des I-Anteils über eine Funktion, damit der I-Anteil genau an die Grenze geht
3. Klassisches Anti-Windup, wobei die Konstante in der Rückführung durch numerische Optimierungsalgorithmen bestimmt wurde

Als Ergebnis wird festgestellt, dass bei der vorliegenden Implementierung der I-Anteil angehalten wird, wenn die Summe aus P- und I-Anteil in die Sättigung geht (in Abbildung 3.7 bereits eingezeichnet). Dieses Anhalten erfolgt jedoch nicht sofort sondern erst einen Zeitschritt später. Der Unterschied zwischen den ersten beiden Methoden ist sehr gering, da die Abtastzeit mit $T_a = 0.5\text{ s}$ viel geringer als die Zeitkonstanten des Systems gewählt wurde. Benutzt man als Integrationsmethode die Trapezregel, stimmen Simulation und Messung der Stellgröße sehr gut überein (Abb. 3.8).

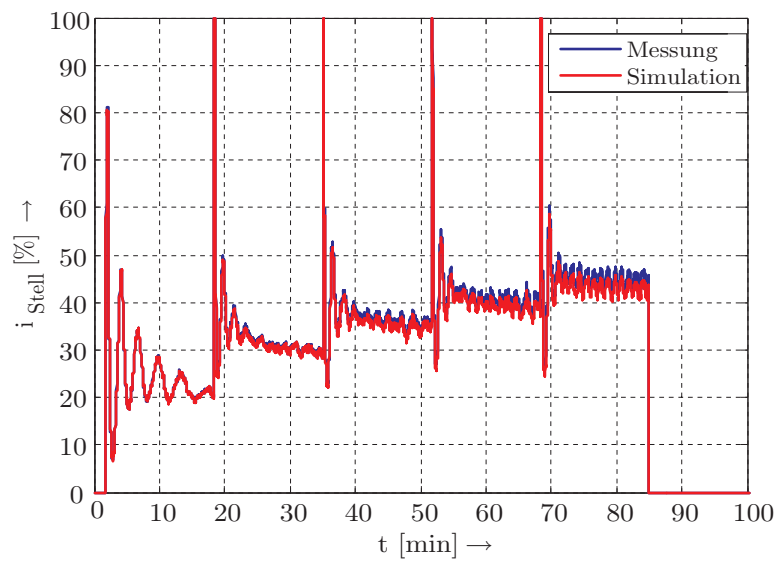


Abbildung 3.8: Vergleich Simulation/Messung (Temperatur-Regler)

Kapitel 4

Effusionszelle

Die Effusionszelle stellt den zentralen Teil der Beschichtungsanlage dar. Als Eingangsgröße wird der Heizstrom i_{Heiz} , als Ausgangsgröße die zeitliche Änderung der verdampfenden Masse m_V aufgefasst (Abb. 4.1). Durch die indirekte Wasserkühlung des Mantels

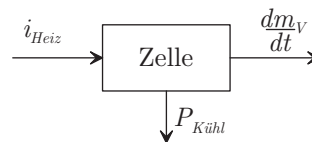


Abbildung 4.1: Blockschaltbild der Effusionszelle

der Effusionszelle wird die Kühlleistung $P_{\text{Kühl}}$ abgeführt. Für die Modellierung der Zelle mit eingefülltem Verdampfungsgut werden zunächst alle Arten der Wärmeübertragung in Betracht gezogen:

- Konvektion
- Wärmeleitung über das Vakuum
- Wärmeleitung über die mechanischen Verbindungen
- Wärmestrahlung

In der Vakuum-Kammer ist bei einem Druck von wenigen 10^{-7} mbar die mittlere freie Weglänge, d.h. der mittlere zurückgelegte Weg zwischen zwei Teilchen-Teilchen-Stößen der Restgasteilchen, im Vergleich zur Kammerabmessung bereits sehr groß. Häufiger tritt in diesem Druckbereich eine Wechselwirkung der Teilchen mit den Wänden der Kammer und den einzelnen Teilen von Effusionszelle, Probenhalter und Probe auf. In diesem so genannten molekularen Strömungsbereich kann der Einfluss der Konvektion und der Wärmeleitung über die Restgasteilchen vernachlässigt werden.

Um abzuschätzen, wie stark die Wärmestrahlung zu den Wärmeflüssen beiträgt, wird versuchsweise der Tiegel der Effusionszelle mit Aluminiumfolie umwickelt um so einen Großteil der Strahlung vom Tiegel fernzuhalten und in Richtung Heizung und Blech zu reflektieren. In Abbildung 4.2 ist die dadurch im Vergleich zum Versuch ohne Abschirmung erhöhte Blechtemperatur grün dargestellt. Die viel geringere, durch die Aluminiumfolie in den Tiegel transmittierte, Wärmestrahlung resultiert in einer viel kleineren

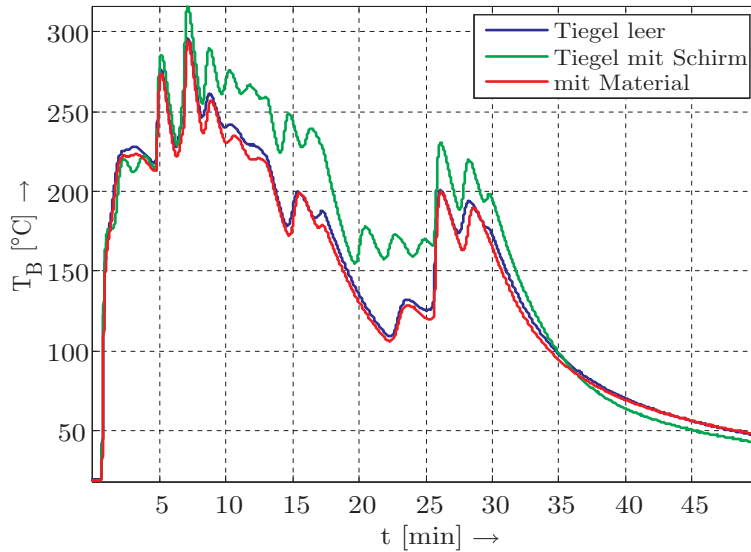


Abbildung 4.2: Blechtemperaturen mit und ohne Schirmung des Tiegels

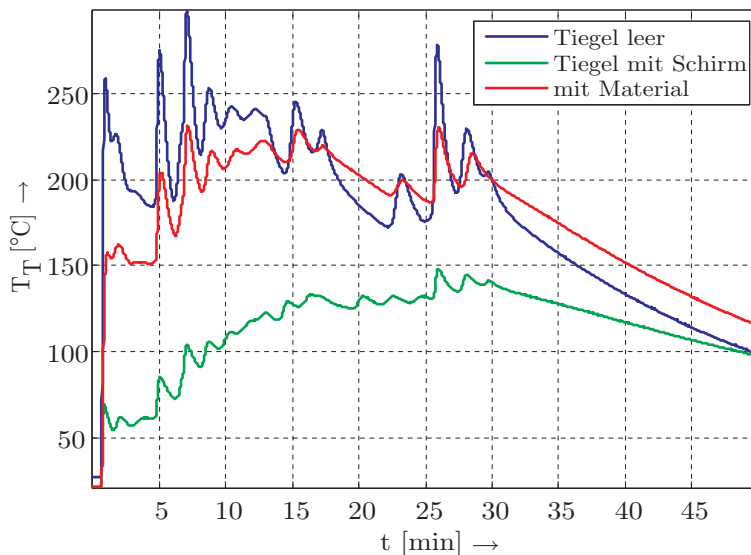


Abbildung 4.3: Tiegeltemperaturen mit und ohne Schirmung des Tiegels

Tiegeltemperatur (Abb. 4.3). Weiters ist aus den Versuchen die Änderung der Temperaturverläufe bei Verwendung von Verdampfungsmaterial (hier z.B. Pentazen) ersichtlich, bei der aufgrund der Wärmespeicherfähigkeit des Materials geringere Spitzen in den Verläufen der Blech- und Tiegeltemperatur auftreten.

Der Wärmeübertrag durch Strahlung (siehe Kapitel 4.2) liefert den wesentlichen Beitrag zur Nachbildung des thermischen Verhaltens der Effusionszelle und muss daher neben der Wärmeleitung in der Zelle (siehe Kapitel 4.1) genauer untersucht werden.

4.1 Wärmeleitung

Der Gradient des Temperaturfeldes $\vartheta(\mathbf{x}, t)$ stellt die Ursache des Energietransports durch Wärmeleitung in einem Material dar [2], wobei die Temperatur

$$\vartheta = T - T_0$$

der Differenz aus der thermodynamischen Temperatur T und einer Bezugstemperatur T_0 entspricht. Die Wärmestromdichte $\frac{d\mathbf{q}}{dt}$ ist über die materialabhängige Wärmeleitfähigkeit λ proportional dem Gradienten dieses Temperaturfeldes, d.h.

$$\frac{d\mathbf{q}}{dt} = -\lambda \operatorname{grad} \vartheta(\mathbf{x}, t) . \quad (4.1)$$

Im einfachsten Fall der stationären eindimensionalen Wärmeleitung zwischen zwei parallelen Oberflächen mit den Temperaturen ϑ_1 und ϑ_2 folgt aus Gleichung (4.1) für den Wärmestrom

$$\frac{dq}{dt} = \frac{\lambda_m A_m}{\delta} (\vartheta_2 - \vartheta_1) .$$

Dabei sind λ_m die mittlere Wärmeleitfähigkeit, A_m die mittlere Fläche des Überganges und δ der Abstand der beiden Oberflächen.

Für die Modellierung der Wärmeleitung in der Effusionszelle reicht diese einfache Beschreibung nicht aus. Bereits bei einfachen Versuchen an der realen Anlage zeigt sich ein verzögerter Wärmeübertrag z.B. zwischen Tiegel und Verdampfungsgut - eine Beschreibung der instationären Vorgänge bei der Wärmeleitung ist also unbedingt notwendig.

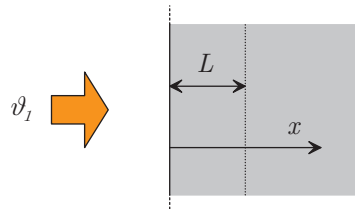


Abbildung 4.4: instationäre Wärmeleitung (Halbraum)

Im einfachsten Fall des von *einer* Seite bestrahlten, unendlich ausgedehnten Halbraums (Abb. 4.4) ergibt sich eine von nur *einer* Ortskoordinate abhängige Temperaturverteilung $\vartheta(x, t)$. Aus Gleichung (4.1) folgt die dazugehörige partielle Differentialgleichung

$$\frac{\partial \vartheta}{\partial t} = a \frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} \quad (4.2)$$

mit

$$a = \frac{\lambda}{c\rho} ,$$

wobei die Wärmeleitfähigkeit λ , die spezifische Wärmekapazität c und die Dichte ρ des Übertragungsmediums als konstant angenommen wurden.

Die Differentialgleichung (4.2) besitzt unter der Annahme der Anfangsbedingung

$$\vartheta(x, 0) = 0$$

im Bildbereich die allgemeine Lösung

$$\theta(x, s) = C_1 e^{-\sqrt{\frac{s}{a}}x} + C_2 e^{\sqrt{\frac{s}{a}}x}$$

mit

$$\theta(x, s) \quad \bullet \text{---} \circ \quad \vartheta(x, t) .$$

Berücksichtigt man auch die Randbedingungen

$$\vartheta(0, t) = \vartheta_1 = \text{konst.} \quad \circ \text{---} \bullet \quad \theta(0, s) = \frac{\vartheta_1}{s}$$

und

$$\lim_{x \rightarrow \infty} \vartheta(x, t) < \infty \quad \circ \text{---} \bullet \quad \lim_{x \rightarrow \infty} \theta(x, s) < \infty ,$$

folgt für $x = L$ die spezielle Lösung im Bildbereich

$$\theta(L, s) = e^{-\sqrt{\frac{s}{a}}L} \frac{\vartheta_1}{s} . \quad (4.3)$$

Fasst man $\vartheta(x = 0, t)$ als Eingangsgröße und $\vartheta(x = L, t)$ als Ausgangsgröße auf, entspricht der Ausdruck

$$G_{\text{HR}}(s) = e^{-\sqrt{\frac{s}{a}}L}$$

der transzendenten Übertragungsfunktion der instationären Wärmeleitung in einem Halbraum (HR). Abbildung 4.5 zeigt die Temperaturverläufe an einer Stelle $L = 1$ im Materialinneren für verschiedene Werte des Parameters a . Bei Definition der Wärme-

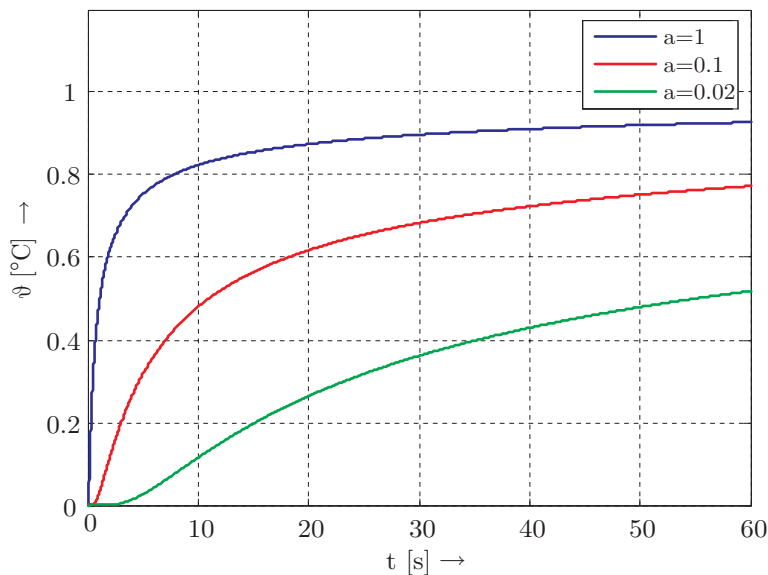


Abbildung 4.5: Temperaturverläufe (Halbraum)

stromdichte $\dot{q}(x = L, t)$ als Ausgangsgröße ergibt sich die Übertragungsfunktion

$$G_{\text{HR}, \dot{q}}(s) = \frac{\lambda}{\sqrt{a}} \sqrt{s} e^{-\sqrt{\frac{s}{a}}L} .$$

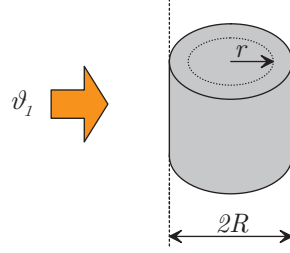


Abbildung 4.6: instationäre Wärmeleitung (Zylinder)

Für die Beschreibung der rotationssymmetrischen Effusionszelle ist der Fall des unendlich ausgedehnten Rotationszylinder mit Radius R von Bedeutung (Abb. 4.6). Den Ausgangspunkt für die Berechnung des Temperaturverlaufes $\vartheta(r, t)$ bildet die partielle Wärmeleitungs-Differentialgleichung (4.1) in Zylinder-Koordinaten, wobei aufgrund der unendlichen Ausdehnung nur die radiale Komponente zu berücksichtigen ist:

$$\frac{\partial \vartheta}{\partial t} = a \left(\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \vartheta}{\partial r} \right) .$$

Mit Hilfe des Produktansatzes [2, 18]

$$\vartheta(r, t) = F(r) G(t)$$

folgt

$$F(r) \frac{dG(t)}{dt} = a \left(\frac{d^2 F(r)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dF(r)}{dr} \right) G(t)$$

bzw.

$$\frac{1}{G(t)} \frac{dG(t)}{dt} = \frac{a}{F(r)} \left(\frac{d^2 F(r)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dF(r)}{dr} \right) . \quad (4.4)$$

Die linke Seite von Relation (4.4) ist nur von der Zeit t abhängig, die rechte Seite nur vom Radius r . Eine Gleichheit kann nur dann erreicht werden, wenn beide Seiten einer Konstanten entsprechen. Wird diese Konstante gleich $-\mu^2$ gewählt, zerfällt Relation (4.4) in eine gewöhnliche Differentialgleichung 1.Ordnung für die Zeitfunktion $G(t)$

$$\frac{dG(t)}{dt} + \mu^2 G(t) = 0 \quad (4.5)$$

und eine Bessel-Differentialgleichung

$$\frac{d^2 F(r)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dF(r)}{dr} + \frac{\mu^2}{a} F(r) = 0 \quad (4.6)$$

für die Ortsfunktion $F(r)$. Die allgemeine Lösung $\vartheta(r, t)$ setzt sich aus der Lösung von Differentialgleichung (4.5)

$$G(t) = \bar{C}_1 e^{-\mu^2 t}$$

und der Lösung von Differentialgleichung (4.6)

$$F(r) = \bar{C}_2 J_0 \left(\frac{\mu r}{\sqrt{a}} \right) + \bar{C}_3 Y_0 \left(\frac{\mu r}{\sqrt{a}} \right)$$

zusammen:

$$\vartheta(r, t) = \left[C_1 J_0\left(\frac{\mu r}{\sqrt{a}}\right) + C_2 Y_0\left(\frac{\mu r}{\sqrt{a}}\right) \right] e^{-\mu^2 t} .$$

Hierbei stellen J_0 die Besselfunktion 1. Art und Y_0 die Besselfunktion 2. Art dar (Definitionen siehe [18]). Die Konstanten C_1 und C_2 müssen im nächsten Schritt mit Hilfe der Randbedingungen ermittelt werden.

Durch die Forderung einer endlichen Temperatur bei $r = 0$ muss Y_0 verschwinden, darum folgt

$$C_2 = 0 .$$

Die erste Randbedingung

$$\vartheta(R, t) = 0$$

liefert die Relation

$$J_0\left(\frac{\mu r}{\sqrt{a}}\right) = 0 ,$$

die aufgrund der Besselfunktion 1. Art (J_0) unendlich viele Lösungen μ_i ($i = 1, 2, \dots, \infty$) besitzt. Die hier automatisch erfüllte, zweite Randbedingung

$$\left. \frac{\partial \vartheta}{\partial r} \right|_{r=0} = 0$$

folgt aus der Tatsache, dass durch die Zylindersymmetrie der Wärmefluss bei $r = 0$ verschwinden muss.

Die Konstanten C_i der speziellen Lösung

$$\vartheta(r, t) = \sum_{i=1}^{\infty} C_i J_0\left(\frac{\mu_i r}{\sqrt{a}}\right) e^{-\mu_i^2 t}$$

werden unter Zuhilfenahme der Anfangsbedingung

$$\vartheta(r, 0) = \vartheta_0 = 1$$

bestimmt:

$$C_i = \frac{2 \sqrt{a}}{\mu_i R J_1\left(\frac{\mu_i R}{\sqrt{a}}\right)} .$$

In Abbildung 4.7 sind die Temperaturverläufe bei $r = r_1 = R/2$ und verschiedenen Werten des Parameters a dargestellt. Die Antwort des Systems „unendlich ausgedehnter Zylinder“ mit der Ausgangsgröße $\vartheta(r = r_1, t)$ auf eine sprunghafte Änderung der Eingangsgröße $\vartheta(r = R, t)$ vom Wert $\vartheta = 0$ auf $\vartheta = 1^\circ C$ ist mit

$$\vartheta(r_1, t) = 1 - \sum_{i=1}^{\infty} C_i J_0\left(\frac{\mu_i r}{\sqrt{a}}\right) e^{-\mu_i^2 t} \quad (4.7)$$

gegeben.

Bei der realen Effusionszelle kann, je nachdem welches Teilstück betrachtet wird, näherungsweise die Beschreibung der instationären Wärmeleitung im Halbraum oder im Zylinder zur mathematischen Nachbildung verwendet werden.

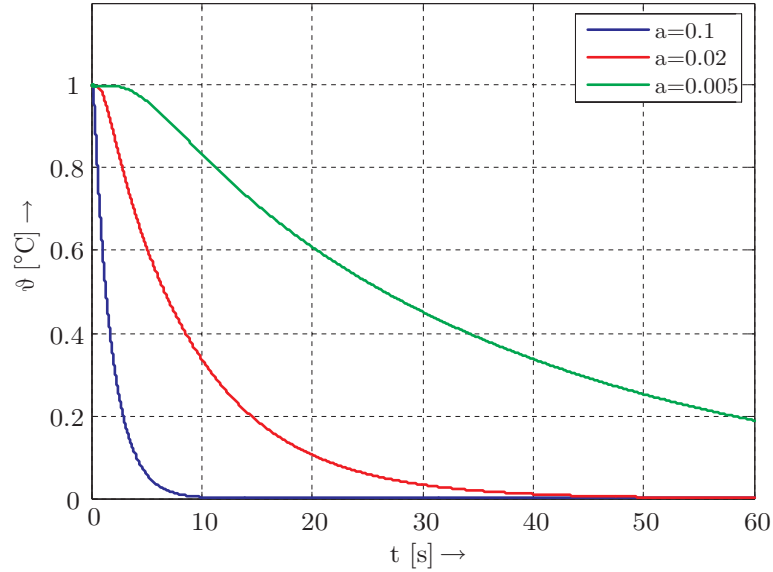


Abbildung 4.7: Temperaturverläufe (Zylinder)

4.2 Wärmestrahlung

Im Folgenden wird die für die vorliegende Aufgabenstellung relevante Theorie der Wärmestrahlung zusammengefasst [2, 24, 25]. Ausgangspunkt ist ein Flächenelement dA einer Oberfläche, das den Strahlungsfluss (Strahlungsleistung, Wärmestrom) $d\Phi$ in einen Halbraum emittiert. Die spezifische Ausstrahlung

$$M = \frac{d\Phi}{dA}$$

wird durch Integration der gerichteten spektralen Strahldichte $L(\lambda, \vartheta, \varphi, T)$ über den gesamten Halbraum (HR) bestimmt. Die Ausbreitungsrichtung r der Strahlung kann mit Hilfe der Winkel ϑ und φ beschrieben werden (Abb. 4.8). Die in den Halbraum

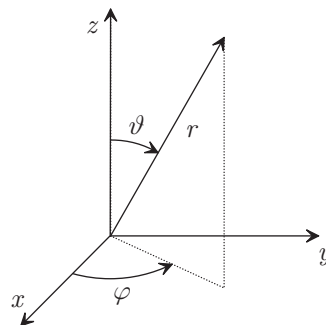


Abbildung 4.8: Kugelkoordinaten

austretende spektrale spezifische Strahlung

$$M_\lambda(\lambda, T) = \int_{\text{HR}} L_\lambda(\lambda, \vartheta, \varphi, T) \cos(\vartheta) d\Omega$$

ist eine Funktion der Wellenlänge λ der ausgesandten Strahlung und der thermodynamischen Temperatur T des Strahlers. Der Faktor $\cos(\vartheta)$ folgt aus der Definition der Spektraldichte bezogen auf die Projektion der Fläche dA senkrecht zur Strahlrichtung, mit $d\Omega$ wird der Raumwinkel bezeichnet. Eine weitere Integration über den gesamten Wellenlängenbereich liefert die spezifische Ausstrahlung $M(T)$.

Wenn die spektrale Strahldichte $L(\lambda, T)$ nicht von der Richtung abhängt, so bezeichnet man den Strahler als diffusen Strahler bzw. Lambert-Strahler. Die Strahlstärke, d.h. die Strahlungsleistung bezogen auf die abstrahlende Fläche und den Raumwinkel, ist somit abhängig von $\cos(\vartheta)$ (Kosinus-Verteilung).

Analog dazu kann die Bestrahlstärke bzw. Bestrahldichte für ein Flächenelement dA angegeben werden. Beide Größen hängen nur mehr vom Einfallswinkel und der Wellenlänge der eingestrahlten Wärme ab - die Temperatur der bestrahlten Fläche spielt keine Rolle.

Der gerichtete spektrale Absorptionsgrad $a(\lambda, \vartheta, \varphi, T)$ beschreibt den von der Fläche absorbierten Bruchteil der einfallenden Strahlung, der gerichtete spektrale Reflexionsgrad

$$r(\lambda, \vartheta, \varphi, T) = 1 - a(\lambda, \vartheta, \varphi, T)$$

den reflektierten Anteil.

Gilt für den Absorptionsgrad $a(\lambda, \vartheta, \varphi, T) = 1$ für alle Einfallswinkel und Wellenlängen, so spricht man von einem schwarzen Körper. Steigt die Temperatur, so verschiebt sich das Maximum der spektralen Ausstrahlung nach dem Wien'schen Gesetz in Richtung kleinerer Wellenlängen. Für die spezifische Ausstrahlung des schwarzen Körpers $M_S(T)$ folgt mit der Stefan-Boltzmann-Konstante σ :

$$M_S(T) = \sigma T^4$$

Bei realen, nicht schwarzen Körpern ist die spezifische Ausstrahlung um den Emissionsgrad $\epsilon(T)$ herabgesetzt, d.h. es gilt

$$M(T) = \epsilon(T) M_S(T) = \epsilon(T) \sigma T^4 .$$

Der gerichtete spektrale Absorptionsgrad stimmt dennoch mit dem gerichteten spektralen Emissionsgrad überein, also

$$a(\lambda, \vartheta, \varphi, T) = \epsilon(\lambda, \vartheta, \varphi, T) .$$

Da die Emissionsgrade vom Material, alle Absorptionsgrade aber von der einfallenden Strahlung abhängen, gelten die folgenden Relationen nur unter besonderen Bedingungen:

- bei diffus strahlenden Oberflächen sind spektraler Absorptions- und Emissionsgrad gleich (richtungsunabhängig)
- bei grau strahlenden Oberflächen sind gerichteter Absorptions- und Emissionsgrad gleich (wellenlängenunabhängig)
- bei diffus und grau strahlenden Oberflächen sind gesamter Absorptions- und gesamter Emissionsgrad gleich (richtungs- und wellenlängenunabhängig)

Ein Wärmeübertrag durch Strahlung entspricht im Gegensatz zur Wärmeleitung einem Energieaustausch zwischen einer wärmeren und einer kälteren Fläche und umgekehrt. Zur Beschreibung des Wärmeaustausches werden die so genannten Sichtfaktoren benötigt. Diese geben an, inwieweit eine Fläche von einer anderen aus gesehen werden kann, bzw. wie viel des von einer Fläche ausgehenden Strahlungsflusses auf die andere Fläche fällt. Abbildung 4.9 zeigt die Anordnung zweier Flächen zur Berechnung der Sichtfak-

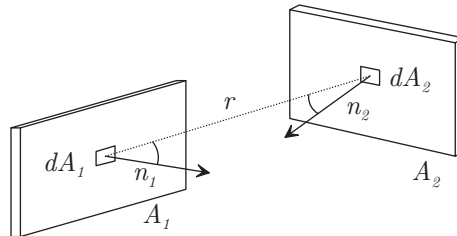


Abbildung 4.9: Berechnung der Sichtfaktoren

toren. Wenn die Flächen diffus strahlen, eine über die Fläche gleichmäßige Temperatur besitzen und entlang der Fläche gleiche Strahlungseigenschaften vorliegen, folgt für den Sichtfaktor F_{12} zwischen den Flächen A_1 und A_2 :

$$F_{12} = \frac{1}{\pi A_1} \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos(\vartheta_1) \cos(\vartheta_2)}{r^2} dA_1 dA_2$$

Aus der Symmetrie der mathematischen Beziehungen folgt die Reziprozitätsbedingung der Sichtfaktoren F_{ij} , d.h.

$$A_1 F_{12} = A_2 F_{21} .$$

Tauschen beispielsweise zwei schwarze Flächen ihre Strahlungsenergie aus, stellt sich der Nettofluss

$$\Phi = \Phi_{12} - \Phi_{21} = A_1 F_{12} \sigma (T_1^4 - T_2^4)$$

ein, wobei Φ_{12} den von Fläche A_1 auf Fläche A_2 treffenden Wärmefluss darstellt. Bilden

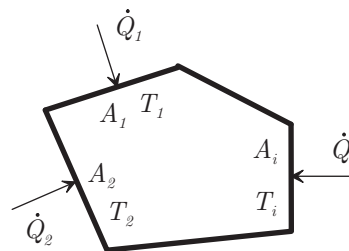


Abbildung 4.10: Geschlossener Hohlraum

N Oberflächen einen geschlossenen Hohlraum (Abb. 4.10) muss die Summe der Sichtfaktoren gleich eins sein.

$$\sum_{j=1}^N F_{ij} = 1$$

Für jedes Flächenelement i gilt unter Ausnützung der Reziprozitätsbeziehung die Energiebilanz

$$\dot{Q}_i := \frac{dQ_i}{dt} = A_i \sigma \sum_{j=1}^N F_{ij} (T_i^4 - T_j^4) \quad \text{mit} \quad i = 1, 2, \dots, N .$$

Wird nicht ständig von außen der Wärmestrom \dot{Q}_i zugeführt, erfolgt ein Ausgleich zwischen den Temperaturen der einzelnen Flächenelemente. Eine Öffnung im Hohlraum wird durch eine schwarz strahlende Fläche ersetzt. Die Temperatur dieser fiktiven Fläche ist durch die Temperatur der von außen eintretenden Strahlung gegeben.

Wenn die Flächen nicht als schwarz angesehen werden können, sondern nur grauen Lambert-Strahlern entsprechen, müssen auch die auftretenden Reflexionen berücksichtigt werden. Da bei grauen Lambert-Strahlern der Gesamt-Absorptionsgrad gleich dem Gesamt-Emissionsgrad ϵ_i ist, gilt für den Reflexionsgrad der Fläche i

$$r_i = 1 - \epsilon_i .$$

Zur Formulierung der Bilanzgleichungen wird mit der spezifischen Ausstrahlung M_i und dem reflektierten Anteil der Bestrahlungsstärke E_i die Helligkeit

$$H_i = M_i + r_i E_i$$

definiert, die dem gesamten von der Fläche ausgehenden Wärmestrom gleicht. Wie in

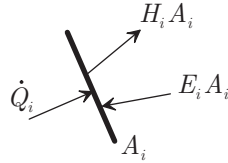


Abbildung 4.11: Energiebilanz an der Fläche A_i

Abbildung 4.11 dargestellt, lautet die Energiebilanz:

$$\dot{Q}_i = A_i (H_i - E_i)$$

Nach Elimination der Bestrahlungsstärke E_i gilt für den Wärmestrom in Abhängigkeit der noch unbekanntenen Helligkeiten H_i :

$$\dot{Q}_i = \frac{A_i \epsilon_i}{1 - \epsilon_i} (\sigma T_i^4 - H_i) \quad (4.8)$$

Aufgrund weiterer N Gleichungen aus dem Strahlungsaustausch zwischen den Oberflächen

$$\dot{Q}_i = A_i \sum_{j=1}^N F_{ij} (H_i - H_j) \quad (4.9)$$

stehen $2N$ Gleichungen (4.8) und (4.9) für die gesuchten N Helligkeiten und N Temperaturen bzw. Wärmeströme zur Verfügung. Die Berechnung des Strahlungsaustausches einer beliebigen geometrischen Anordnung grauer Lambert-Strahler ist hiermit möglich, solange die vorhandene Anordnung durch einzelne Flächen jeweils gleicher Temperatur approximiert werden kann.

4.3 Verdampfungsverhalten

Das Verdampfungsverhalten des in die Effusionszelle gefüllten Materials spielt die zentrale Rolle bei der Modellierung der gesamten Beschichtungsanlage. Die gesuchte Aufdampfrate ist dabei eine Funktion der Temperatur des Verdampfungsgutes T_V .

4.3.1 Stationäres Verdampfungsverhalten

Gemäß dem Harte-Kugel-Modell [14] der kinetischen Gastheorie besitzt jedes Gasteilchen in einem abgeschlossenen Volumen V die gleiche Ausdehnung, die sich auch bei einem Stoß mit der Behälterwand oder einem anderen Teilchen nicht verändert. Nach Maxwell und Boltzmann [14] stellt sich im Volumen eine definierte Geschwindigkeitsverteilung der Teilchen ein, wobei für die mittlere Geschwindigkeit

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m_T}} \quad (4.10)$$

gilt. Hierbei stellt k die Boltzmann-Konstante, T die thermodynamische Temperatur (in Kelvin) und m_T die Teilchenmasse dar. In Abhängigkeit dieser mittleren Geschwindigkeit und der Teilchendichte n kann die Flächenstoßrate (Wandstromdichte)

$$j_A = \frac{N}{At} = \frac{n\bar{c}}{4} \quad (4.11)$$

angegeben werden, die der Anzahl der Wandstöße N pro Wandfläche A und Zeit t entspricht [14].

Befindet sich nicht nur die gasförmige, sondern auch die kondensierte Phase des Aufdampfgutes im abgeschlossenen Raum, so wird nach hinreichend langer Zeit ein stationäres Gleichgewicht zwischen verdampfenden Teilchen und wieder kondensierenden Teilchen erreicht. Die Teilchenstromdichte j_K der kondensierenden Teilchen kann analog zu Beziehung (4.11) ermittelt werden. Der im Gleichgewichtszustand herrschende Druck ist der so genannte Sättigungsdampfdruck p_S , die entsprechende Teilchendichte wird mit n_S bezeichnet. Unter Berücksichtigung der Wahrscheinlichkeit σ_K , mit der ein Teilchen wieder kondensiert, ergibt sich somit

$$j_K = \sigma_K \frac{n_S \bar{c}}{4} .$$

Weiters stimmt im stationären Zustand die Teilchenstromdichte j_V der verdampfenden Teilchen mit j_K überein, d.h.

$$j_V = j_K .$$

Mit Hilfe der Zustandsgleichung idealer Gase

$$p_S = n_S k T$$

und Gleichung (4.10) folgt für die Verdampfungsstromdichte

$$j_V = \sigma_k \frac{p_S}{\sqrt{2\pi k m_T T_V}} ,$$

wobei T_V die Verdampfungstemperatur darstellt. Herrscht in einer Vakuumkammer der Druck p , so kann die erzielte Netto-Verdampfungsrate j_N mit Hilfe der Beziehung von Hertz und Knudsen [10] ermittelt werden:

$$j_N = \sigma_k \frac{p_S - p}{\sqrt{2\pi k m_T T_V}} \quad (4.12)$$

Der Sättigungsdampfdruck p_S ist eine Funktion der Temperatur und Materialeigenschaften des Verdampfungsguts. Für seine zeitliche Änderung gilt gemäß der Clausius-Clapeyron-Gleichung

$$\frac{dp_S}{dt} = \frac{\Delta h}{\Delta v} \frac{1}{T_V}.$$

Unter den Annahmen

- Das spezifische Volumen Δv (Volumen pro Masse) sei im flüssigen bzw. festen Zustand gegenüber dem spezifischen Volumen in der Gasphase vernachlässigbar klein.
- Im gasförmigen Zustand sei das spezifische Volumen durch die spezifische Gaskonstante R_S und die ideale Zustandsgleichung

$$p_S \Delta v = R_S T_V$$

gegeben.

- Die spezifische Verdampfungswärme Δh sei unabhängig von der Temperatur.

kann p_S mit Hilfe der Formel

$$p_S = p_1 e^{\frac{\Delta h}{R_S} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_V} \right)} \quad (4.13)$$

berechnet werden. Hierbei wird vorausgesetzt, dass ein Punkt, charakterisiert durch die Temperatur T_1 und den Druck p_1 , bekannt ist (z.B. Siedetemperatur T_{Siede} bei Normaldruck p_n).

Wie Abbildung 4.12 verdeutlicht, kann mit Hilfe von Beziehung (4.13) die reale Dampfdruckkurve des verwendeten Materials (hier Pentazen [19]) ausreichend genau nachgebildet werden.

Mit Hilfe der Relationen (4.12) und (4.13) kann die zeitliche Änderung der verdampfenden Masse

$$\frac{dm_V}{dt} = \sigma_k \frac{p_1 e^{\frac{\Delta h}{R_S} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_V} \right)} - p}{\sqrt{2\pi k m_T T_V}} m_T A \quad (4.14)$$

beschrieben werden, wobei A die Verdampfungsfläche repräsentiert. Zusätzlich liegt der Druck p in der Vakuumkammer im Bereich von 10^{-7} mbar (10^{-5} Pa) und ist hiermit gegenüber dem Sättigungsdampfdruck des Verdampfungsmaterials p_S vernachlässigbar.

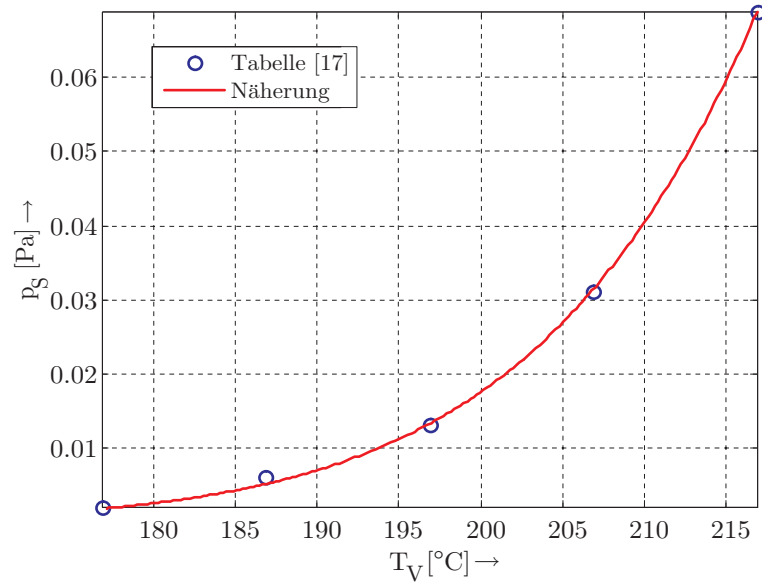


Abbildung 4.12: Dampfdruck von Pentazen

4.3.2 Bestimmung der Verdampfungstemperatur

Die Messung der Verdampfungstemperatur T_V stellt eine große Herausforderung dar, da das Material in Pulverform vorliegt und somit die direkte Messung an der Oberfläche des Verdampfungsgutes erschwert. Es wurden mehrere Umbauten an der Beschichtungsanlage vorgenommen um auf die Verdampfungstemperatur und damit auf das Verdampfungsverhalten schließen zu können (Abb. 4.13):

- (a) Direkte Positionierung zweier Temperatursensoren im Verdampfungsgut
- (b) Abdecken der Mitte des Tiegels mit einem Blech, Temperaturmessung auf dem Blech und im Verdampfungsgut
- (c) Verwendung eines kleinen Blechringes, Temperaturmessung auf zwei gegenüberliegenden Seiten des Blechringes im Verdampfungsgut

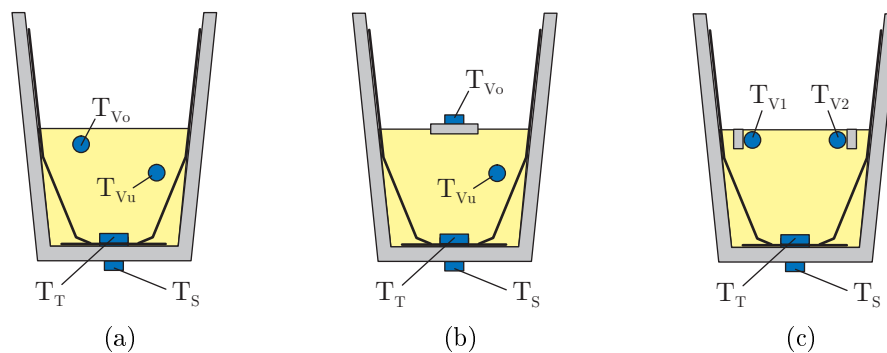


Abbildung 4.13: Anordnung der Temperatursensoren im Verdampfungsgut

Um die Anordnungen und die damit gemessenen Temperaturen vergleichen zu können wird ein Standardversuch zur Verdampfung von Pentazen definiert:

1. Vorheizen des Materials mit 30% des maximalen Heizstromes bis die Temperaturen in der Effusionszelle annähernd stationär sind
2. Erster Teilversuch: Sprungförmige Änderungen des Heizstromes auf 50%, 30% und 0% des Maximalwertes
3. Vorheizen des Materials mit 30% des maximalen Heizstromes
4. Zweiter Teilversuch: Sprungförmige Änderungen des Heizstromes auf 90%, 30% und 0% des Maximalwertes

Für die einzelnen Anordnungen der Sensoren wird nun jeweils die Abhängigkeit der Aufdampfrate R von der Verdampfungstemperatur T_V betrachtet.

Die stationäre Verdampfung kann, wie vorhin gezeigt, mit der Beziehung von Hertz und Knudsen (4.12) unter der Annahme einer exponentiellen Sättigungsdampfdruckkurve (4.13) mathematisch nachgebildet werden. Zusammen mit dem Verhalten des Übertragungsweges zwischen Zelle und Probe (Kapitel 5), sowie dem Verhalten des Aufdampfpratsensors (Kapitel 6) folgt für die stationäre Aufdampfrate R_0 der exponentielle Verlauf

$$R_0(T_V) = c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{T_V}}}{\sqrt{T_V}} \quad (4.15)$$

mit den konstanten Größen c_1 und c_2 . Abbildungen 4.14 und 4.15 zeigen die Resultate bei direkter Positionierung der Temperatursensoren im Verdampfungsgut. Die Tempe-

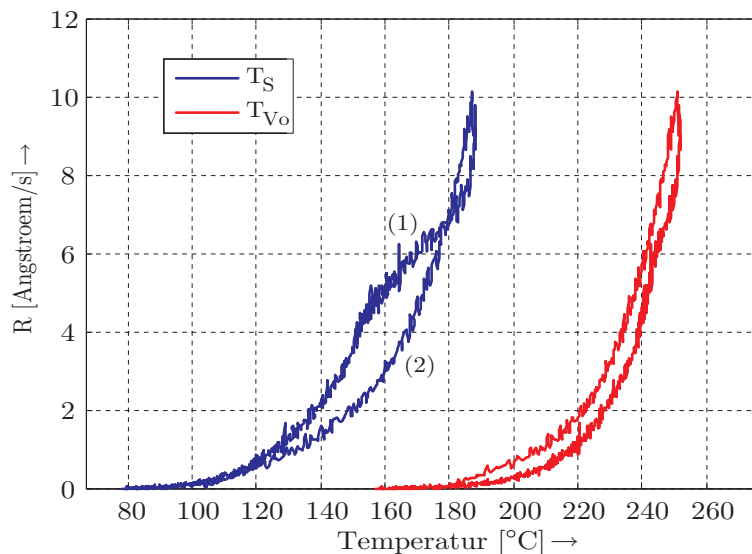


Abbildung 4.14: direkte Messungen (1. Teilversuch)

ratur des Verdampfungsgutes nahe der Oberfläche T_{V_0} weicht erheblich von der Temperatur T_S des vom Anlagenbauer vorgesehenen Temperatursensors ab. Beim Hochheizen wird Zweig (1) durchlaufen, bis die maximale Rate erreicht wird - nach dem Abschalten sinkt die Aufdampfrate R nach Zweig (2).

Dieses Verhalten ist auch im Verlauf der Temperatur T_{V_0} zu erkennen, die sich ausbildende Hysterese ist aber deutlich schmaler. Somit kann die Verdampfungskurve besser

mit dem, aus den stationären Betrachtungen gewonnenen, exponentiellen Verlauf approximiert werden. Eine starke Änderung des Heizstromes (2. Teilversuch, Abb. 4.15 und

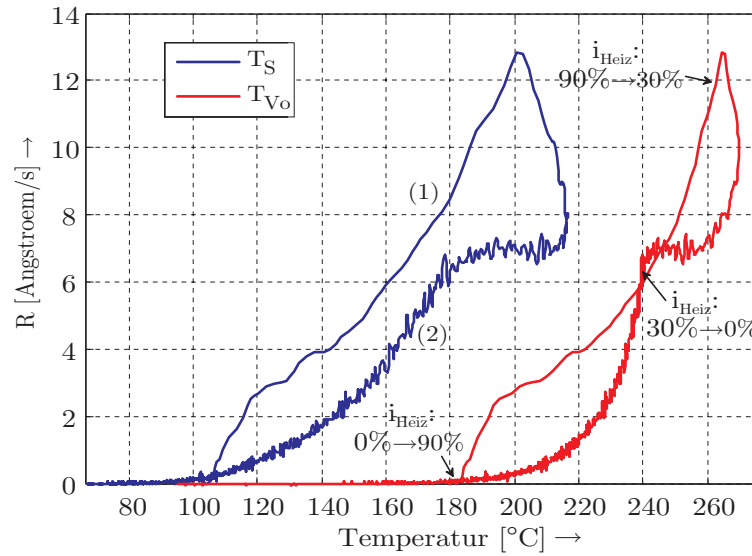


Abbildung 4.15: direkte Messungen (2. Teilversuch)

4.16) resultiert in einer Vergrößerung der Hysterese. Obwohl die Hysterese der Temperatur T_{Vo} im Vergleich der Hysterese der Temperatur T_S wieder schmaler ausgeprägt ist, lässt sich der Verlauf nicht mehr durch die exponentielle Funktion approximieren.

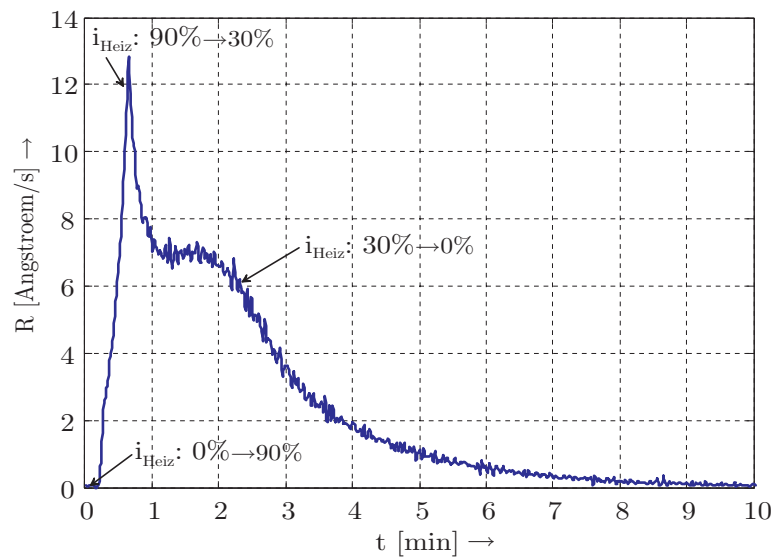


Abbildung 4.16: Zeitlicher Verlauf der Aufdampfrate (2. Teilversuch)

Besonders auffällig ist auch der eigentümliche Verlauf beim Abkühlen (kurz vor dem Umschalten zwischen $i_{Heiz} = 30\%$ und $i_{Heiz} = 0\%$ in Abb. 4.15), der vor allem auf den sehr schlechten Wärmeübergang zwischen dem Sensor und dem pulverförmigen Verdampfungsgut zurückzuführen ist.

Abhilfe soll eine verbesserte Anordnung des Sensors T_{Vo} (Abb. 4.13(b)) schaffen, bei der eine sehr dünne Blechscheibe auf die Oberfläche des Verdampfungsgutes gelegt wird.

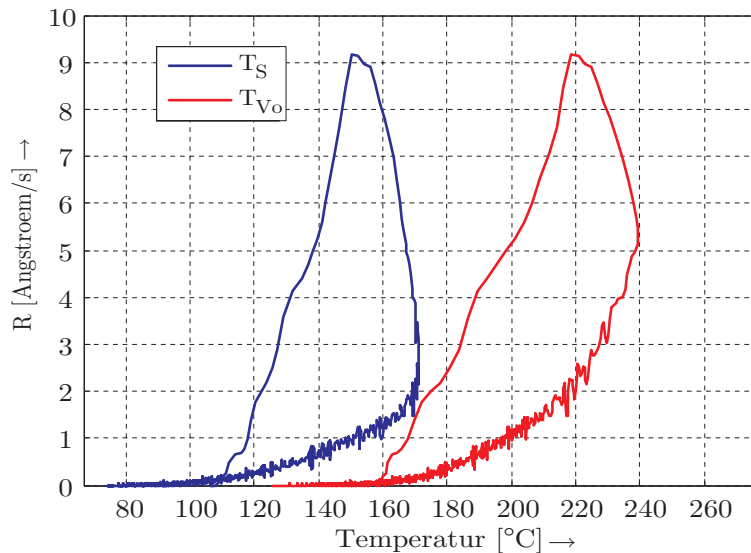


Abbildung 4.17: Messungen mit Blech (2. Teilversuch)

Dadurch erfolgt sowohl eine Mittelung der Verdampfungstemperatur über die abgedeckte Oberfläche, als auch ein besserer Wärmekontakt zum Temperatursensor. Die hiermit durchgeführten Versuche (Abb. 4.17) weisen gleichmäßigere Verdampfungskurven auf.

Abbildung 4.18 verdeutlicht den Einfluss des gewählten Blechdurchmessers auf die aufgedampften Schichtdicke D , die bei Verwendung eines Bleches mit 4 mm Durchmesser

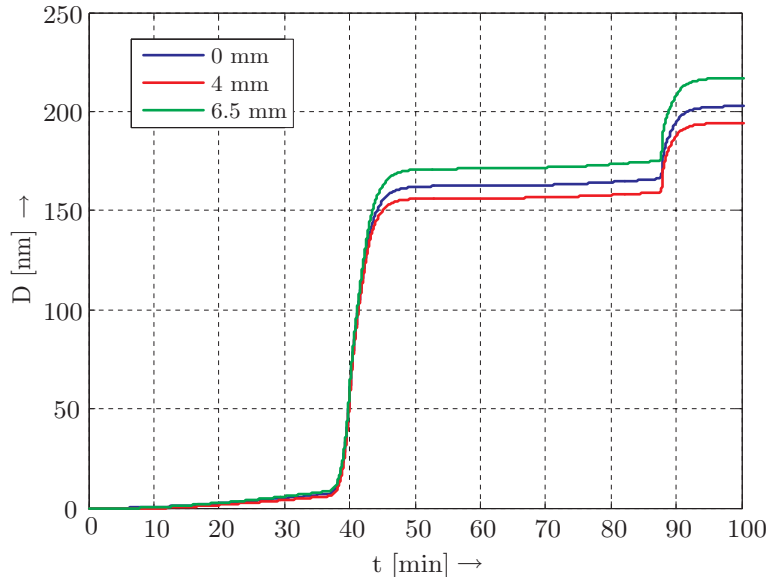


Abbildung 4.18: Dickenvergleich bei verschiedenen Blechen

nur eine etwas geringere Schichtdicke im Vergleich zum Versuch ohne Blech zeigt. Eine weitere Vergrößerung des Blechdurchmessers resultiert in einer höheren (!) Schichtdicke, da aufgrund

- des viel geringeren Emissionsgrades des Bleches und

- der, im Vergleich zur unebenen Oberfläche des Pulvers, viel kleineren Blechoberfläche

weniger Wärme abgestrahlt wird und dadurch höhere Verdampfungstemperaturen und Aufdampfzeiten auftreten.

Die Versuchsreihe mit verschiedenen Blechdurchmessern legt die Vermutung nahe, dass der Großteil des Verdampfungsgutes aus den randnahen Bereichen des Tiegels verdampft. Um dies zu untermauern wird eine weitere Anordnung (Abb. 4.19) betrachtet, bei der die verdampfenden Teilchen nur durch einen schmalen Spalt am Tiegelrand austreten können. Die so erhaltenen Verdampfungskurven für den 2. Teilversuch weisen

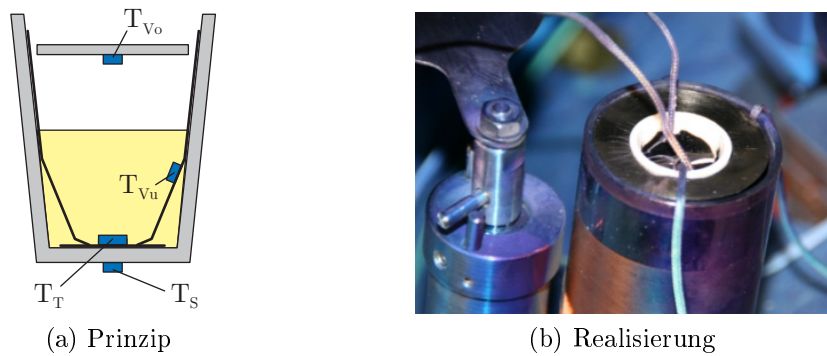


Abbildung 4.19: Abdeckung der Tiegelöffnung

starke Verformungen der Hysterese auf, die aufgedampfte Dicke (Abb. 4.20) hingegen ist trotz der vorhandenen Abdeckung der Tiegelöffnung um nur ca. 25% geringer als beim Versuch ohne Abdeckung.

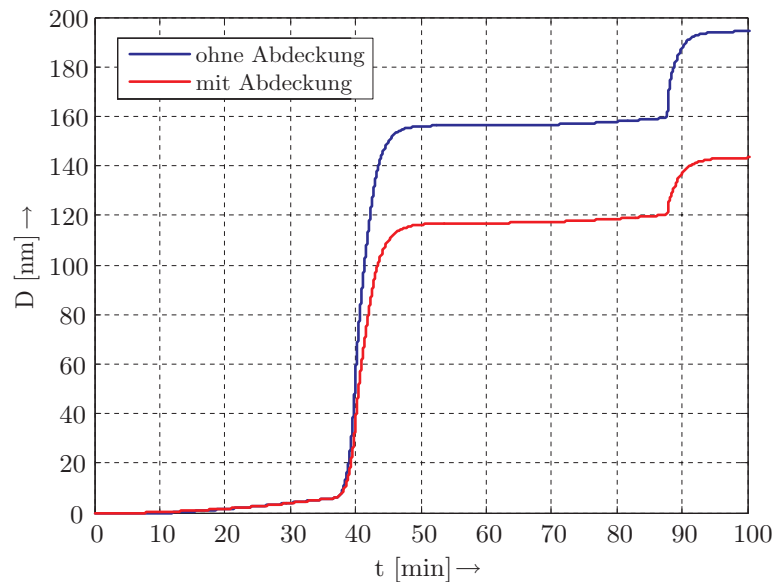


Abbildung 4.20: Messungen mit Abdeckung (2. Teilversuch)

Zusätzlich wird der durch die Öffnung austretende Massenstrom infolge des Dampfdruckes zwischen der Oberfläche des Verdampfungsgutes und der Abdeckung herabgesetzt,

wodurch sich schnelle Temperaturänderungen nicht sofort auf die Rate auswirken.

In dieser Arbeit soll der Aufbau der Effusionszelle nicht verändert werden - der vorgestellte Aufbau mit Abdeckung der Tiegelöffnung kann aber den Ausgangspunkt für die Entwicklung einer völlig neuen Zellengeometrie bilden.

Die genaue Temperaturverteilung über die Oberfläche des Verdampfungsgutes kann mit Hilfe einer Wärmebildkamera aufgenommen werden. Hierzu erfolgt die Messung bei offener Vakuumkammer, da die Sichtfenster der Kammer für die Wärmestrahlung undurchlässig sind. Zusätzlich wird ein Silberspiegel zur Umlenkung der Strahlung verwendet, sodass der gesamte Innenbereich des Tiegels sichtbar ist und zugleich durch den Spiegel keine wellenlängenabhängige Veränderung der Wärmestrahlung auftritt. Die Abbildungen 4.21(a) bis (d) zeigen typische Wärmeverteilungen zu verschiedenen Zeitpunkten t während eines Aufheizversuches. Der obere Tiegelrand befindet sich in

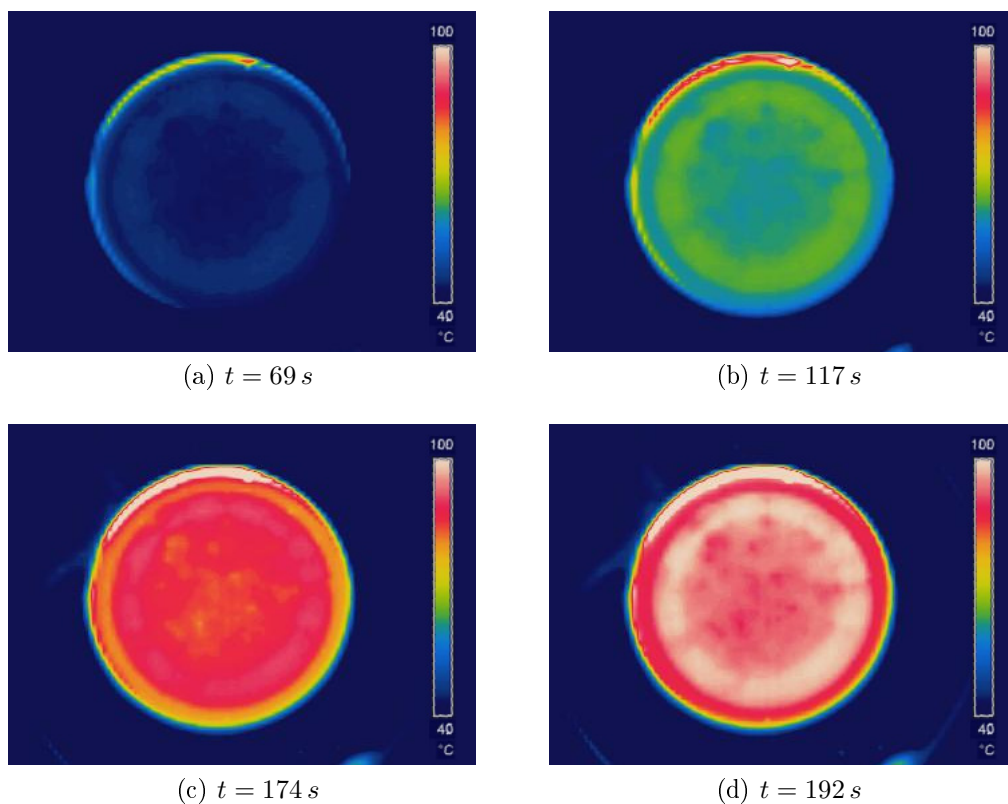


Abbildung 4.21: Wärmebilder

Abbildung 4.21(a) im hellblauen, in Abbildung 4.21(c) im orange-gelben Außenbereich. Das Verdampfungsgut wird in den randnahen Bereichen deutlich heißer (in diesem Versuch bis zu 20°C) als in der Mitte des Tiegels. Beim Übergang zwischen diesen beiden Bereichen ist der, durch die pulverförmige Gestalt des Verdampfungsmaterials „gekörnte“ Temperaturverlauf, ersichtlich. Die Wärmebildaufnahmen verdeutlichen die relativen Änderungen der Temperatur entlang der Verdampfungsoberfläche im Temperaturbereich $40 - 100^\circ\text{C}$.

Es ist zu erwarten, dass diese ungleiche Temperaturverteilung sich beim Betrieb der Zelle im Vakuum noch stärker ausbildet, zumal dann die hier auftretende Wärmelei-

tung über die Luft sowie die Konvektion vernachlässigbar ist.

Da die Temperatur in den randnahen Bereichen des Tiegels immer höher als im Inneren ist, verdampft von hier aus der Großteil des Materials. Zur messtechnischen Erfassung dieser Verdampfungstemperatur wird ein mit zwei Sensoren T_{V1} bzw. T_{V2} bestückter Blechring eingesetzt (Abb. 4.13(c) und 4.22). Dieser Ring wird in das Ver-

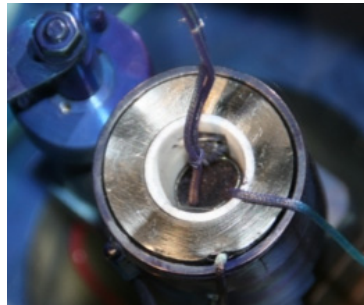


Abbildung 4.22: Realisierung der Messung mit Blechring

dampfungsmaterial versenkt, um das Verdampfungsverhalten möglichst wenig zu beeinflussen und die tatsächliche Temperatur an der Verdampfungsfläche zu ermitteln. Typische Zusammenhänge zwischen Verdampfungstemperatur und Aufdampfprate sind in den Abbildungen 4.23 und 4.24 angegeben.

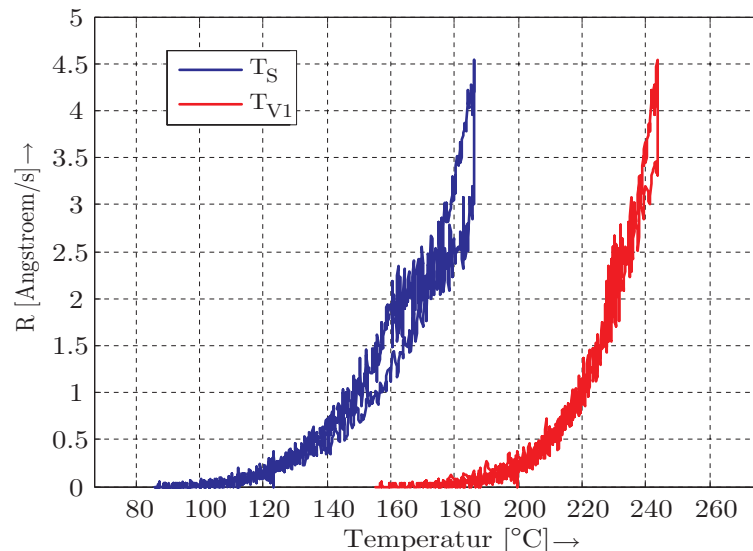


Abbildung 4.23: Messungen mit Ring (1. Teilversuch)

Treten nur kleinere Änderungen der Heizleistung auf (1. Teilversuch) folgt eine Verdampfungskurve mit sehr schmaler, im Messrauschen untergehender Hysterese, die somit eine einfache Nachbildung der Aufdampfprate mit dem exponentiellen Verlauf laut Gleichung (4.15) erlaubt.

Ändert sich die Heizleistung sehr stark (2. Teilversuch), ist die Annahme stationärer Verhältnisse nicht mehr gerechtfertigt und aufgrund der Hysterese auch nicht als grobe Näherung sinnvoll (Abb. 4.24). Aus messtechnischer Sicht stellt die Anordnung mit

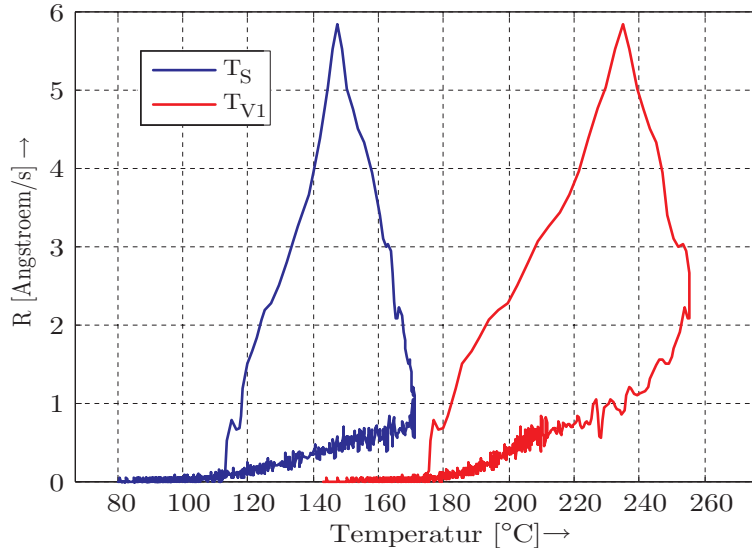


Abbildung 4.24: Messungen mit Ring (2. Teilversuch)

Blechring aber die Beste zur Erfassung der Verdampfungstemperatur dar, der Hystereeffekt muss im Rahmen der Untersuchung des instationären Verdampfungsverhaltens nachgebildet werden.

4.3.3 Instationäres Verdampfungsverhalten

Auf eine physikalisch exakte Modellbildung des instationären Verdampfungsverhaltens mit Hilfe der Nichtgleichgewichts-Thermodynamik wird hier verzichtet, da dies zu komplexen mathematischen Ausdrücken führt und einen nachfolgenden Reglerentwurf erheblich erschwert. Überdies ist die Beschreibung des Verhaltens des Pulvers (Durchmischung, Wärmeleitung, ...) und die Bestimmung der dazugehörigen Parameter problematisch. Trotz des Verzichts auf Methoden der Nichtgleichgewichts-Thermodynamik kann, wie in diesem Abschnitt gezeigt, das instationäre Verdampfungsverhalten hinreichend genau beschrieben werden.

Als Alternativlösung soll hier eine rein formale Erweiterung der aus den stationären Betrachtungen gewonnenen Funktion $R_0(T_V)$ (siehe Gleichung (4.15)) erfolgen. Dazu werden zunächst für die nachfolgenden Betrachtungen die Messergebnisse für Verdampfungstemperatur T_V und Aufdampftrate R durch zweimal stetig differenzierbare Splines approximiert, um auch für die Ableitungen dieser Funktionen zuverlässige Verläufe zu erhalten.

Die exponentielle Näherung laut Gleichung (4.15) ist zur Nachbildung der Rate ausreichend, solange sich nicht allzu starke Änderungen der Verdampfungstemperatur ergeben (siehe Approximation des 1. Teilversuches in Abb. 4.25). Bei stärkeren Änderungen (2. Teilversuch in Abb. 4.25) liegt beim Hochheizen, d.h. für

$$\frac{dT_V}{dt} > 0,$$

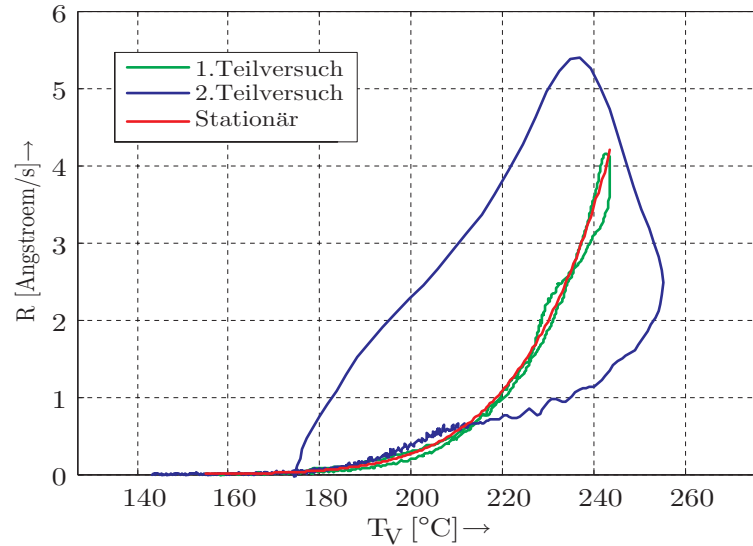


Abbildung 4.25: Approximation (stationär)

die Verdampfungskurve oberhalb der stationären Näherung, beim Abkühlen

$$\frac{dT_V}{dt} < 0$$

darunter. Als Ansatz wird demgemäß

$$R(T_V) = R_0(T_V) + c_3 \frac{dT_V}{dt} \Psi\left(T_V, \frac{dT_V}{dt}\right)$$

gewählt, wobei für die Funktion Ψ verschiedene einfache Potenzreihenansätze bzw. Ansätze mit Exponentialfunktionen gewählt werden. Die zusätzlichen freien Parameter

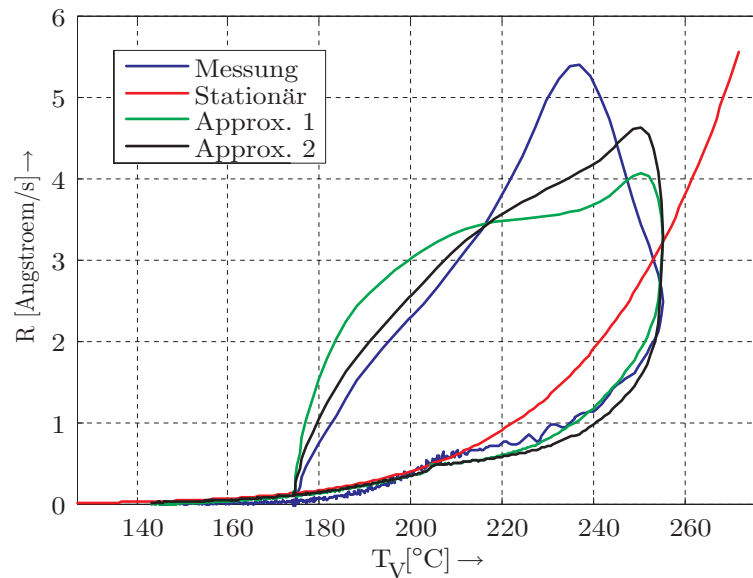


Abbildung 4.26: Approximation (erweiterte Ansätze)

(z.B. c_3) werden mit Hilfe numerischer Optimierungsmethoden unter Minimierung eines quadratischen Gütekriteriums aus den Messdaten bestimmt.

Für alle gewählten Ansätze verlaufen die Verdampfungskurven in der Nähe einer der in Abbildung 4.26 grün und schwarz dargestellten Verläufe. Mit keiner der gewählten Funktionen lässt sich das, in den gemessenen Kurven auftretende Charakteristikum einer negativen Steigung über einen größeren Temperaturbereich nach Erreichen des Ratenmaximums abbilden. Das instationäre Verhalten des Verdampfungsgutes kann somit nicht mit einem erweiterten Ansatz für die Verdampfung aus der am Blechring gemessenen Temperatur berechnet werden.

Die beobachtete negative Steigung nach Erreichen des Ratenmaximums kann aber dadurch erklärt werden, dass die mit dem Blechring gemessene Temperatur $T_{V,\text{mess}}$ nicht der „tatsächlichen“ Verdampfungstemperatur T_V entspricht.

Wie die in den Wärmebildaufnahmen (Abb. 4.21) dargestellten Temperaturverläufe über die Oberfläche verdeutlichen, tritt die entscheidende Verdampfungstemperatur in den randnahen Bereichen des Tiegels auf. Aufgrund des konstruktiven Aufbaues des Tiegels und der Blechkonstruktion zur Befestigung der Temperatursensoren ist aber eine noch weitere Annäherung der Sensoren an den Tiegelrand nicht möglich, ohne einen thermischen Kontakt zum Tiegel herzustellen.

Die „tatsächliche“ Verdampfungstemperatur, die zwischen dem Blechring und dem Tiegelrand auftritt, muss daher auf rechnerischem Wege aus der gemessenen Temperatur $T_{V,\text{mess}}$ berechnet werden. Dazu wird die instationäre Wärmeleitung in diesem annähernd zylindersymmetrischen Aufbau untersucht. Laut Kapitel 4.1 gilt für die Sprungantwort solch eines Systems

$$h(t) = 1 - \sum_{i=1}^{\infty} C_i J_0\left(\frac{\mu_i r}{\sqrt{a}}\right) e^{-\mu_i^2 t} .$$

Sie lässt sich näherungsweise durch die Sprungantwort eines Systems mit gebrochener rationaler Übertragungsfunktion und Totzeit ζ_3 der Form

$$G_{Zy1}(s) = \frac{\zeta_1}{\left(\frac{s}{\zeta_2} + 1\right)} e^{-\zeta_3 s} \quad (4.16)$$

beschreiben (Abb. 4.27). Für dieses System können die Parameter der Wärmeleitung leichter bestimmt und Simulationen einfacher durchgeführt werden. Die Parameter ζ_1 und ζ_2 der instationären Wärmeleitung zwischen T_V und $T_{V,\text{mess}}$ werden mit numerischen Optimierungsmethoden unter Benutzung eines quadratischen Gütekriteriums, jeweils für verschiedene Werte der Totzeit ζ_3 , ermittelt. Die so bestimmten Parameter werden zum Umrechnen von $T_{V,\text{mess}}$ in T_V verwendet. Wie in Abbildung 4.28 gezeigt, verkleinert sich durch Verwendung dieser berechneten Verdampfungstemperatur die Hysterese der Verdampfungskurve erheblich.

Das instationäre Verdampfungsverhalten der hier verwendeten organischen Materialien kann daher mit Hilfe der aus den stationären Betrachtungen gewonnenen exponentiellen Näherung beschrieben werden, sofern nur die „tatsächliche“ Verdampfungstemperatur verwendet wird [28]. Methoden aus dem Bereich der Nichtgleichgewichts-Thermodynamik sind hier nicht notwendig!

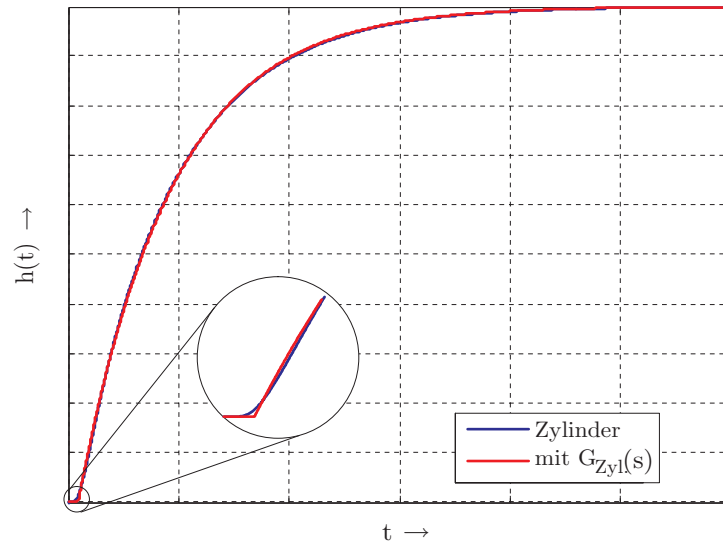


Abbildung 4.27: Approximation der Sprungantwort (zylindersymmetrische Anordnung)

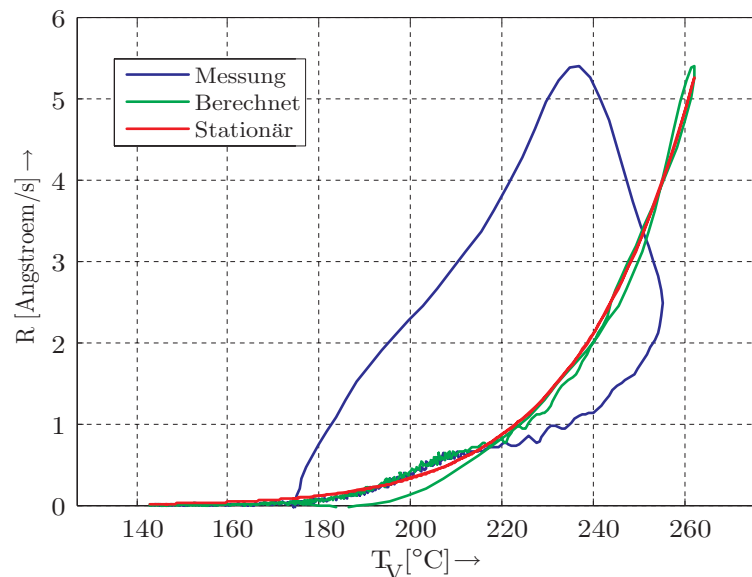


Abbildung 4.28: Approximation (Umrechnung von T_V)

4.4 Modellierung der Zelle mit Material

Den Ausgangspunkt bei der Modellerstellung bildet die Betrachtung der beteiligten Wärmeflüsse zwischen den einzelnen Teilen der Effusionszelle (Abb. 4.29), dem Verdampfungsgut und der Vakuumkammer. Als Eingangsgröße wird der Heizstrom i_{Heiz} , als Ausgangsgröße die zeitliche Änderung der verdampfenden Masse m_V aufgefasst. Im Inneren der Effusionszelle sind folgende Wärmeflüsse zu berücksichtigen (Abb. 4.30):

- Wärmestrahlung im Inneren der Zelle (zwischen Heizung, Tiegel, Blech und Sensor) $\dot{q}_{\text{Str,innen}}$
- Wärmestrahlung zwischen Blech und Mantel $\dot{q}_{\text{Str,BM}}$

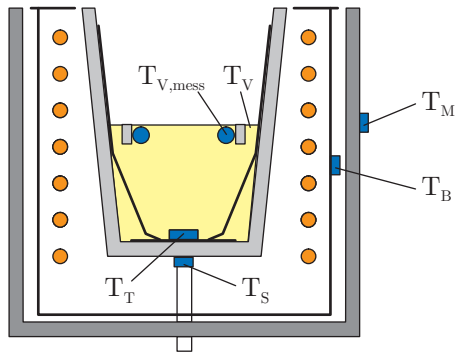


Abbildung 4.29: Effusionszelle mit Sensoren

- Wärmestrahlung zwischen Mantel und Kammer $\dot{q}_{Str,MK}$
- Wärmestrahlung außerhalb der Zelle (zwischen Tiegel, Verdampfungsmaterial und Kammer) $\dot{q}_{Str,außen}$
- Wärmeleitung zwischen Tiegel und Verdampfungsgut $\dot{q}_{L,TV}$
- Wärmeleitung zwischen Tiegel und Sensor $\dot{q}_{L,TS}$

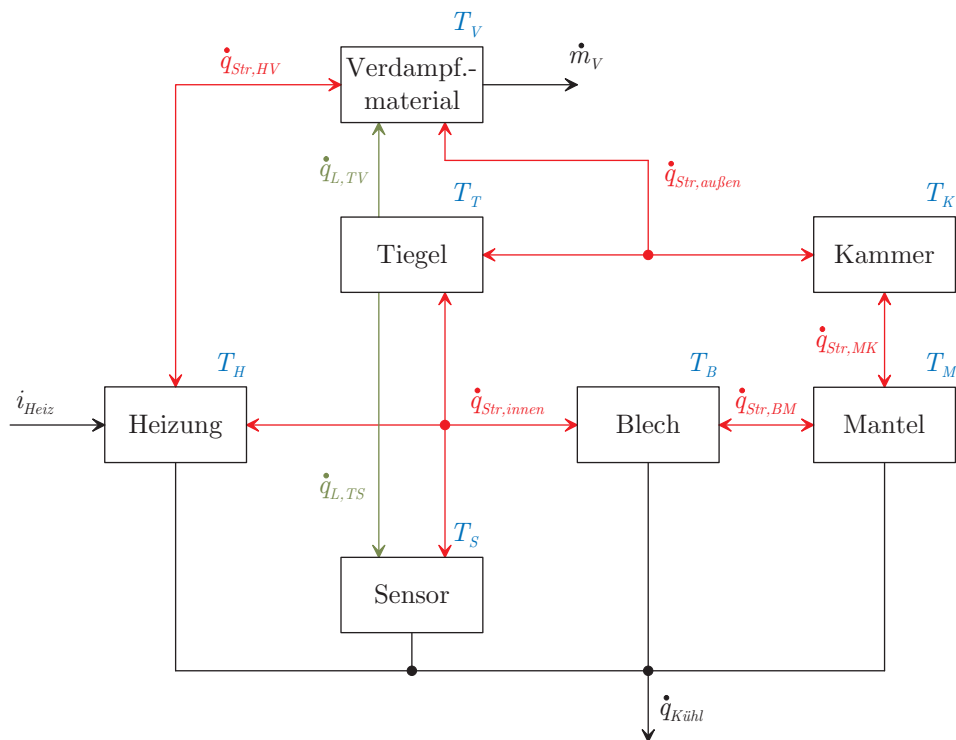


Abbildung 4.30: Wärmeflüsse in der Zelle

Zusätzlich erfolgt ein Wärmeverlust durch

- die verdampfende Masse \dot{m}_V und
- die indirekte Wasserkühlung von Sensor, Blech, Mantel und Heizung $\dot{q}_{Kühl}$.

Zusätzlich erfolgt ein Wärmeeintrag durch die elektrische Heizung mit der Heizleistung

$$P_{el} = i_{\text{Heiz}}^2 R_H(T_H) ,$$

wobei R_H den nichtlinearen elektrischen Widerstand

$$R_H(T_H) = R_{\text{Zuleit}} + R_0 [1 + \alpha_W (T_H - T_0) + \beta_W (T_H - T_0)^2]$$

symbolisiert. R_{Zuleit} entspricht dem Widerstand der Zuleitung zur Zelle, R_0 dem Widerstand der Wolfram-Heizwendel bei Temperatur T_0 (z.B. Raumtemperatur), α_W und β_W dem linearen bzw. quadratischen Temperaturkoeffizienten von Wolfram.

Schlussendlich ist noch ein direkter Wärmefluss zwischen der Heizung und dem Verdampfungsgut zu berücksichtigen, da der aus Aluminiumoxid gefertigte Tiegel für die einfallende Strahlung teilweise transparent ist. Ein Teil der eingestrahnten Heizleistung tritt durch den Tiegel und gelangt so direkt zum Verdampfungsgut im Inneren der Zelle. Aufgrund der pulverförmigen Gestalt des Verdampfungsgutes und der damit verbundenen sehr großen Oberfläche wird hier in erster Näherung die gesamte Strahlung absorbiert. Umgekehrt wird auch ein Teil der vom Verdampfungsgut ausgesandten Wärmestrahlung durch den Tiegel nach außen transmittiert. Im Modell wird dieser gesamte Effekt vereinfacht durch den Wärmestrom $\dot{q}_{\text{Str,HV}}$ (Abb. 4.30) berücksichtigt und als unabhängig von der Verdampfungstemperatur T_V angenommen. Die eingebrachte Heizleistung P_{el} teilt sich somit auf

- die abgeführte Kühlleistung $\delta_1 P_{el}$,
- die ins Verdampfungsmaterial transmittierte Leistung $\delta_2 P_{el}$ und
- die ins Innere der Effusionszelle eingestrahlte Leistung $\delta_3 P_{el}$

auf. Für die Koeffizienten δ_i ($i = 1 \dots 3$) gilt

$$\delta_1 + \delta_2 + \delta_3 = 1 .$$

Alle weiteren Wärmeflüsse im Inneren der Zelle, wie z.B. die Wärmeleitung über den schmalen Kontakt zwischen Tiegel und Blech, werden hier vernachlässigt.

Ausgehend von den Wärmeflüssen in der Effusionszelle laut Abbildung 4.30 werden zusätzliche Annahmen über die einzelnen Teilsysteme bzw. deren Interaktion getroffen. In Abbildung 4.31 sind alle beteiligten Wärmeflüsse eingezeichnet, wobei die Richtungen der instationären Wärmeleitungsterme für einen Aufheizvorgang festgelegt wurden.

1. Die ins Innere der Zelle abgestrahlte Heizleistung $\delta_3 P_{el}$ wird durch eine einfache abstrahlende Fläche mit der Temperatur T_H ersetzt.
2. Da die Sensortemperatur T_S und die Blechtemperatur T_B im laufenden Betrieb zur Verfügung stehen, werden Sensor und Blech durch Messpunkte ersetzt, die aufgrund der instationären Wärmeleitung (blau in Abb. 4.31) an den jeweiligen Oberflächen die Temperaturen T_{Si} und T_{Bi} hervorrufen.

Eine Modellierung von Blech- und Sensortemperatur ist aufgrund der unbekanntenen Kühlleistung nicht sinnvoll. Diese wird durch eine zentrale Kühlanlage geliefert und schwankt sehr stark in Abhängigkeit der Belastung des gesamten Kühlsystems.

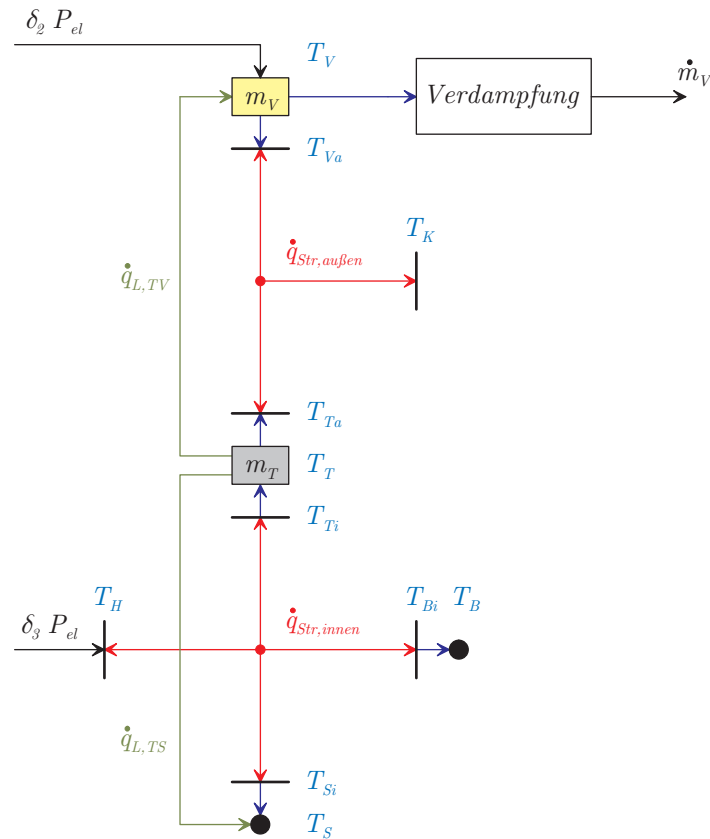


Abbildung 4.31: Modell der Zelle

3. Der Tiegel wird mit Hilfe zweier strahlender Flächen mit den Temperaturen T_{Ti} und T_{Ta} , die über instationäre Wärmeleitung mit der Tiegelmasse m_T in Verbindung stehen modelliert.
4. Die Temperatur der Vakuumkammer T_K wird als konstant angenommen.
5. Das Verdampfungsmaterial wird durch die Masse m_V mit der Temperatur T_V und einer Fläche mit der Temperatur T_{Va} , die durch instationäre Wärmeleitung mit der Masse in Verbindung steht, beschrieben.
6. Die Verdampfungstemperatur T_V bestimmt über die stationäre Beziehung (4.14) die zeitliche Änderung der verdampfenden Masse m_V .
7. Der Wärmeübertrag zwischen der Tiegelmasse m_T , der Masse des Verdampfungsgutes m_V , sowie zwischen der Tiegelmasse und dem Sensor erfolgt ebenfalls über instationäre Wärmeleitung (grün in Abb. 4.31).

Alle strahlenden (reflektierenden) Oberflächen werden als graue diffuse Strahler mit temperaturunabhängigen Kenndaten modelliert. Die Wärmestrahlung im Außenbereich der Effusionszelle $\dot{q}_{Str,außen}$ zwischen Tiegelfläche A_{Ta} , Verdampfungsgutoberfläche A_{Va} und Vakuumkammer (Abb. 4.32) wird laut Kapitel 4.2 durch folgende Gleichungen

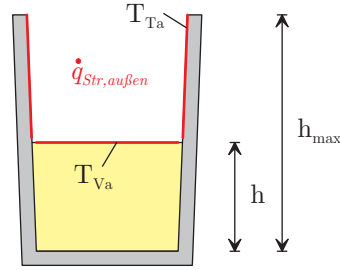


Abbildung 4.32: Strahlung außerhalb der Zelle

beschrieben:

$$\dot{q}_{Str,Ta} = \frac{A_{Ta}\epsilon_T}{1 - \epsilon_T} (\sigma T_{Ta}^4 - H_{Ta}) ,$$

$$\dot{q}_{Str,Va} = \frac{A_{Va}\epsilon_V}{1 - \epsilon_V} (\sigma T_{Va}^4 - H_{Va}) ,$$

$$\dot{q}_{Str,Ta} = A_{Ta} (H_{Ta} - F_{TaTa}H_{Ta} - F_{TaVa}H_{Va} - F_{TaK}H_K) ,$$

$$\dot{q}_{Str,Va} = A_{Va} (H_{Va} - F_{VaTa}H_{Ta} - F_{VaVa}H_{Va} - F_{VaK}H_K) .$$

Die Helligkeiten an den jeweiligen Oberflächen, die über die Sichtfaktoren F_{ij} miteinander in Verbindung stehen, werden durch H_i repräsentiert. Der Emissionsgrad des Tiegelmateriale wird mit ϵ_T , der Emissionsgrad des Verdampfungsgutes mit ϵ_V bezeichnet.

Im Vergleich zur Effusionszelle besitzt die Vakuumkammer viel größere Abmessungen und zusätzlich eine viel geringere Temperatur, sodass sie als schwarzer Strahler nachgebildet werden kann. Die Helligkeit an der Eintrittsöffnung der Effusionszelle ist demnach mit

$$H_K = \sigma T_K^4$$

gegeben. Aufgrund der Geometrie in der Zelle verschwindet der Sichtfaktor F_{VaVa} , die restlichen Sichtfaktoren ändern sich mit der Füllhöhe h des Verdampfungsgutes im Tiegel. Die angegebenen Gleichungen liefern somit Beziehungen für den Wärmeaustausch durch Strahlung als Funktion der Temperaturen T_{Ta} , T_{Va} , T_K :

$$\dot{q}_{Str,Ta} = \alpha_1 T_{Ta}^4 + \alpha_2 T_{Va}^4 + \alpha_3 T_K^4 ,$$

$$\dot{q}_{Str,Va} = \alpha_4 T_{Ta}^4 + \alpha_5 T_{Va}^4 + \alpha_6 T_K^4 .$$

Die Parameter α_i ($i = 1 \dots 6$) sind hierbei von der Füllhöhe h abhängig.

Für die Wärmestrahlung zwischen den in Abbildung 4.33 dargestellten Flächen des Innenbereiches der Zelle folgt

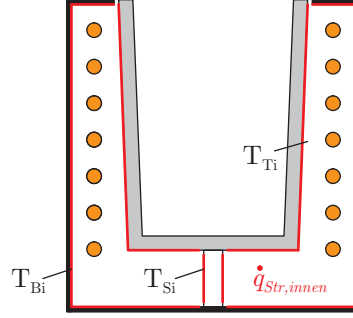


Abbildung 4.33: Strahlung innerhalb der Zelle

$$\begin{aligned}\dot{q}_{\text{Str},Ti} &= \frac{A_T \epsilon_T}{1 - \epsilon_T} (\sigma T_{Ti}^4 - H_{Ti}) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Si} &= \frac{A_S \epsilon_S}{1 - \epsilon_S} (\sigma T_{Si}^4 - H_{Si}) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Bi} &= \frac{A_B \epsilon_B}{1 - \epsilon_B} (\sigma T_{Bi}^4 - H_{Bi}) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},H} &= \frac{A_H \epsilon_H}{1 - \epsilon_H} (\sigma T_H^4 - H_H) = \delta_3 P_{el}\end{aligned}$$

und

$$\begin{aligned}\dot{q}_{\text{Str},Ti} &= A_{Ti} (H_{Ti} - F_{TiTi}H_{Ti} - F_{TiSi}H_{Si} - F_{TiBi}H_{Bi} - F_{TiH}H_H) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Si} &= A_{Si} (H_{Si} - F_{SiTi}H_{Ti} - F_{SiSi}H_{Si} - F_{SiBi}H_{Bi} - F_{SiH}H_H) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Bi} &= A_{Bi} (H_{Bi} - F_{BiTi}H_{Ti} - F_{BiSi}H_{Si} - F_{BiBi}H_{Bi} - F_{BiH}H_H) \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},H} &= A_H (H_H - F_{HTi}H_{Ti} - F_{HSi}H_{Si} - F_{HBi}H_{Bi} - F_{HH}H_H) \ ,\end{aligned}$$

mit $F_{TiTi} = 0$ und $F_{SiSi} = 0$. Die Relationen für die gesuchten Größen T_{Ti} , T_{Si} , T_{Bi} und P_{el} lauten mit den Konstanten β_i ($i = 1 \dots 16$):

$$\begin{aligned}\dot{q}_{\text{Str},Ti} &= \beta_1 P_{el} + \beta_2 T_{Ti}^4 + \beta_3 T_{Si}^4 + \beta_4 T_{Bi}^4 \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Si} &= \beta_5 P_{el} + \beta_6 T_{Ti}^4 + \beta_7 T_{Si}^4 + \beta_8 T_{Bi}^4 \ , \\ \dot{q}_{\text{Str},Bi} &= \beta_9 P_{el} + \beta_{10} T_{Ti}^4 + \beta_{11} T_{Si}^4 + \beta_{12} T_{Bi}^4 \ , \\ T_H &= \beta_{13} P_{el} + \beta_{14} T_{Ti}^4 + \beta_{15} T_{Si}^4 + \beta_{16} T_{Bi}^4 \ .\end{aligned}$$

Für den Tiegel mit der Masse m_T gilt die Differentialgleichung

$$c_{p,T} m_T \frac{dT_T}{dt} = WL\{\dot{q}_{\text{Str},Ti}\} + WL\{\dot{q}_{\text{Str},Ta}\} - \dot{q}_{L,TV} - \dot{q}_{L,TS} \ , \quad (4.17)$$

wobei die spezifische Wärmekapazität des Tiegels bei konstantem Druck $c_{p,T}$ als temperaturunabhängig angenommen wird. Der Ausdruck $WL\{\cdot\}$ stellt eine allgemeine, noch zu spezifizierende Funktion zur Nachbildung der Wärmeleitung dar. So symbolisiert z.B. $WL\{\dot{q}_{\text{Str},Ti}\}$ die Wärmeleistung, die zunächst auf die Tiegelninnenseite trifft und durch Wärmeleitung an die Masse m_T weitergegeben wird. Für die Wärmeleitung zwischen Verdampfungsgut und Tiegelmaterail bzw. zwischen Tiegelmaterail und Sensor gilt:

$$\dot{q}_{L,TV} = WL\{T_T, T_V\} \quad \text{bzw.} \quad \dot{q}_{L,TS} = WL\{T_T, T_S\}$$

Zur weiteren Vereinfachung von Differentialgleichung (4.17) werden folgende Annahmen getroffen:

- der elektrische Widerstand der Heizung R_H ist konstant (d.h. unabhängig von der Heiztemperatur T_H)
- die Wärmeleitung zwischen Tiegelinnen-, Tiegelaußenseiten und der Masse m_T ist gegenüber der Wärmeleitung zwischen Verdampfungsgut und Tiegelmateriale $WL\{T_T, T_V\}$ bzw. zwischen Tiegelmateriale und Sensor $WL\{T_T, T_S\}$ vernachlässigbar. Somit gilt:

$$T_{Ti} = T_{Ta} = T_T$$

- die instationäre Wärmeleitung zwischen Verdampfungsgut und Tiegelmateriale bzw. zwischen Tiegelmateriale und Sensor entspricht einer Überlagerung der Wärmeleitung in einem Halbraum laut Beziehung (4.3) und der Wärmeleitung in einem Zylinder laut Beziehung (4.7). Sie wird stark vereinfacht durch die Totzeit τ_1 und die Konstante p_1 bzw. durch die Totzeit τ_2 und die Konstante p_2 modelliert, es gilt

$$\begin{aligned}\dot{q}_{L,TV}(t) &= p_1 [T_T(t - \tau_1) - T_V(t - \tau_1)] , \\ \dot{q}_{L,TS}(t) &= p_2 [T_T(t - \tau_2) - T_S(t - \tau_2)] .\end{aligned}$$

Die Differentialgleichung zur Berechnung der Tiegeltemperatur lautet in ihrer endgültigen Form:

$$\begin{aligned}\frac{dT_T}{dt} &= a_1 i_{\text{Heiz}}^2 + a_2 T_T^4 + a_3 T_S^4 + a_4 T_V^4 + a_5 T_B^4 + a_6 T_K^4 + \\ &+ a_7 [T_T(t - \tau_1) - T_V(t - \tau_1)] + a_8 [T_T(t - \tau_2) - T_S(t - \tau_2)]\end{aligned}\quad (4.18)$$

Für die thermischen Verhältnisse des Verdampfungsguts folgt aus Abbildung 4.31 die Differentialgleichung

$$c_{p,V} \left(m_V \frac{dT_V}{dt} + \frac{dm_V}{dt} T_V \right) = \delta_2 P_{el} + WL\{\dot{q}_{\text{Str},Va}\} + \dot{q}_{L,TV} - \dot{q}_V , \quad (4.19)$$

wobei aber der zweite Summand auf der linken Seite der Differentialgleichung gegenüber dem ersten Summanden vernachlässigbar klein ist. Der Wärmeverlust

$$\dot{q}_V = p_3 \frac{dm_V}{dt}$$

ist proportional zur Änderung der verdampfenden Masse laut Beziehung 4.14 bei der Temperatur T_V , p_3 ist konstant. Auch hier werden wieder vereinfachende Annahmen getroffen:

- der elektrische Widerstand der Heizung R_H ist konstant (siehe oben)
- die Temperatur T_{Va} entspricht der Verdampfungstemperatur T_V

- die instationäre Wärmeleitung zwischen Verdampfungsgut und Tiegelmaterial wird, im Gegensatz zu vorher, durch die Totzeiten τ_3 , τ_4 und die Konstanten p_4 , p_5 in folgender Form nachgebildet:

$$\dot{q}_{L,TV}(t) = p_4 T_T (t - \tau_3) + p_5 T_V (t - \tau_4)$$

Aus Differentialgleichung (4.19) folgt:

$$\begin{aligned} \frac{dT_V}{dt} = & b_1 i_{\text{Heiz}}^2 + b_2 T_T^4 + b_3 T_V^4 + b_4 T_K^4 + b_5 T_T (t - \tau_3) + b_6 T_V (t - \tau_4) + \\ & + b_7 \frac{dm_V}{dt} \end{aligned} \quad (4.20)$$

Mit den beiden angegebenen Differentialgleichungen (4.18) und (4.20) ist das thermische Verhalten der Effusionszelle mathematisch beschrieben. Die Parameter a_i ($i = 1, \dots, 8$) und b_j ($j = 1, \dots, 7$) sind konstant, wenn der Einfluss des Befüllungsgrades (und damit der Füllhöhe h) vernachlässigt wird. Zusätzlich können Bedingungen für die Vorzeichen der Parameter der Wärmeleitungsterme und der eingebrachten Wärmeleistung angegeben werden. Wegen den auftretenden Reflexionen der Wärmestrahlung ist keine Aussage über das Vorzeichen der Strahlungsterme möglich.

Die Identifikation der Parameter a_i und b_j erfolgt gemeinsam mit der Identifikation der Parameter c_1 und c_2 der Verdampfung, sowie den Parametern von Übertragungsweg und Schichtenwachstum laut Kapitel 7.2 und 7.3.

Kapitel 5

Übertragungsweg

Der nächste zu modellierende Teil der Anlage ist der Übertragungsweg zwischen der Effusionszelle und der Probe bzw. den beiden Schichtdickensensoren (1 und 2 in Abb. 5.1). Die Effusionszelle ist auf die Mitte der Probe ausgerichtet, ein Schichtdickensensor be-

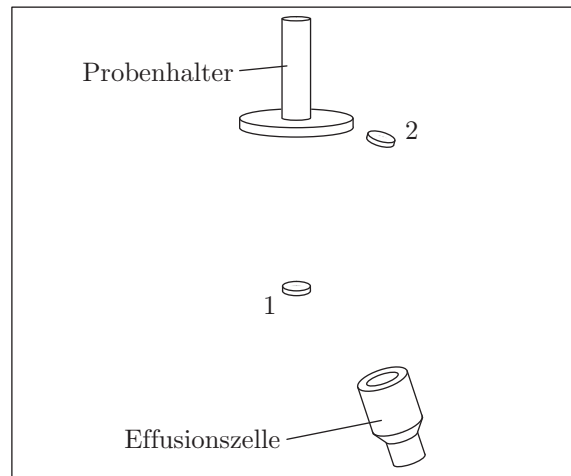


Abbildung 5.1: Anordnung der Schichtdickensensoren

findet sich in etwa auf halbem Weg zur Probe, ein weiterer seitlich auf Probenhöhe.

5.1 Schichtdickenverteilung an der Probe

Zunächst wird ein kleines ebenes Quellenelement betrachtet, dessen Masse m nur in einen Halbraum emittiert werden kann. Äquivalent zum Lambert'schen Gesetz der Optik (siehe [4] bzw. Kapitel 4.2) kann die räumliche Verteilung der Masse durch eine Kosinus-Verteilung beschrieben werden [10]:

$$\frac{dm}{d\Omega} = \frac{m}{\pi} \cos(\vartheta)$$

Die emittierte Masse dm bezogen auf den Raumwinkel $d\Omega$ ist proportional dem Kosinus des Winkels ϑ zur Flächennormalen (Abb. 5.2). Auf das relativ zur Ausbreitungsrich-

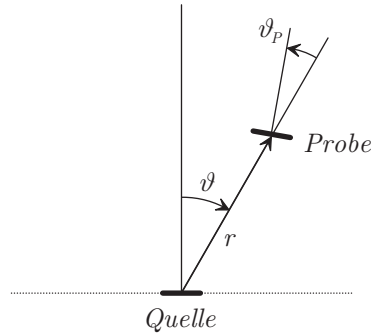


Abbildung 5.2: Geometrie zwischen Quellen- und Probenelement

tung um den Winkel ϑ_P geneigte Probenelement mit der Fläche dA_P trifft die Masse

$$dm_P = \frac{dm}{d\Omega} d\Omega_P .$$

Mit dem vom Probenelement bedeckten Raumwinkel

$$d\Omega_P = \frac{dA_P \cos(\vartheta_P)}{r^2}$$

folgt die Beziehung zur Bestimmung des Massenbelages

$$\bar{m}_P = \frac{dm_P}{dA_P} = \frac{m}{\pi} \frac{\cos(\vartheta) \cos(\vartheta_P)}{r^2}$$

in Abhängigkeit der angegebenen Winkel und des Abstandes r zwischen Quellen- und Probenelement.

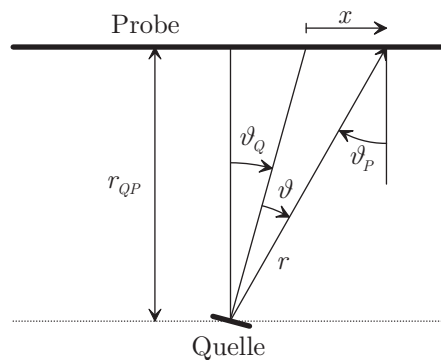


Abbildung 5.3: Unendlich ausgedehnte ebene Probe relativ zur Quelle gedreht

Bei einer unendlich ausgedehnten, ebenen Probe, die sich im Abstand r_{QP} zur Quelle befindet (Abb. 5.3) ergeben sich je nach Neigungswinkel der Quelle ϑ_Q die in Abbildung 5.4 dargestellten Verläufe. Auf der quellenzugewandten Seite erfolgt bei geneigter Quelle ein steilerer Anstieg im Massenbelag, auf der quellenabgewandten Seite ein langsames Abfallen - die Masseverteilung ist nicht mehr symmetrisch.

Die Verteilung der auf die Probenoberfläche treffenden Masse kann durch die Überlagerung der Einflüsse einzelner kleiner ebener Verdampferquellen, wie zuvor geschildert, in

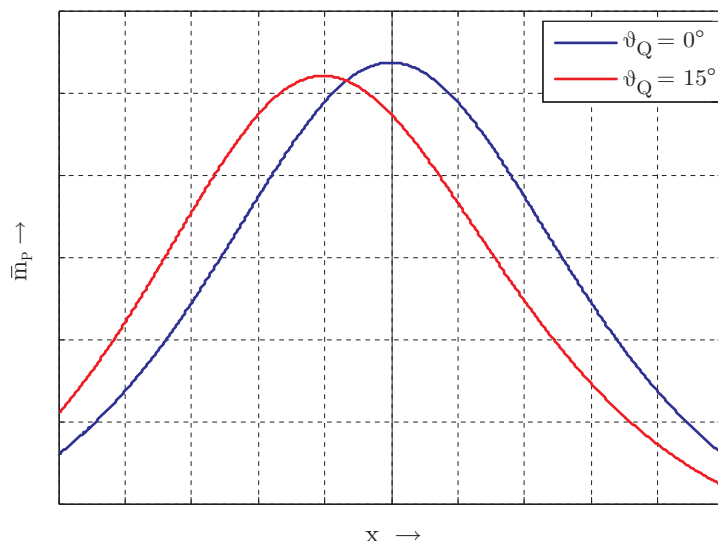
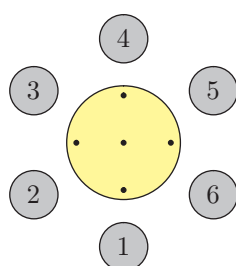


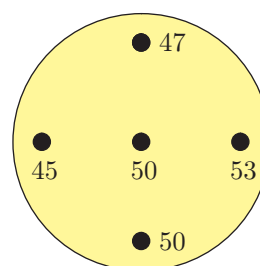
Abbildung 5.4: Massenbelag bei Verdrehung der Zelle

der Effusionszelle bestimmt werden. Da sich diese jedoch auf der tatsächlichen Oberfläche des Verdampfungsgutes im Inneren der Effusionszelle befinden, ist auch der Einfluss des Tiegelbefüllungsgrades zu berücksichtigen. Bei sinkendem Füllstand wird die Länge des „Verdampfungskanals“ von der Verdampfungsfläche zur Öffnung der Zelle immer größer. Die damit verbundene Verringerung der Durchtrittswahrscheinlichkeit der Teilchen führt zu einem kleineren Massenbelag an der Probe. Die genaue Berechnung der Schichtdickenverteilung an der Probe kann z.B. basierend auf der Methode der Finiten Elemente (FEM) erfolgen.

Zur Beurteilung der Schichthomogenität auf messtechnischem Wege wurde Kupferphthalocyanin (CuPc) aus Zelle 6 (Abb. 5.5(a)) verdampft und die Dicke der erzeugten Schicht mit Hilfe der Ellipsometrie [1, 23] an mehreren Punkten an der Probe gemessen (Abb. 5.5(b)). Der Durchmesser der Probe beträgt ca. 10 cm, der Abstand zwischen



(a) Anordnung der Zellen um die Probe



(b) Schichtdicke in Nanometer

Abbildung 5.5: Schichtdickenmessung an der Probe

der Effusionszelle und der Probe ca. 25 cm.

Kupferphthalocyanin eignet sich besonders gut für die Bestimmung der Schichtdicken, da die optischen Konstanten dieses Materials gut bekannt sind. Weiters bilden sich bei Aufdampfraten von ca. sechs Angström pro Sekunde sehr glatte Schichten, die sich gut reproduzierbar auswerten lassen. Wie aus den theoretischen Überlegungen zu erwarten,

ist die Dicke auf der, der Zelle zugewandten Seite am größten, die Abweichungen der Schichtdicke bezogen auf den Mittelpunkt betragen -10% bis $+6\%$.

Versetzt man die Probe beim Aufdampfen zusätzlich in Rotation, so weichen die äußeren Messpunkte nur mehr um bis zu -2.5% von der Dicke in der Mitte ab. Diese sehr geringe Variation der Dicke über die Probenoberfläche kann für die nachfolgende Modellierung vernachlässigt werden, da sie im Bereich der Messunsicherheit der verwendeten Schichtdickenmessung liegt. Gleiches gilt für die Änderung der Massenverteilung an der Probe in Abhängigkeit des sich während des Aufdampfvorganges verringernden Füllstandes des Verdampfungsmaterials im Tiegel der Zelle.

5.2 Modell des Übertragungsweges

Das mathematische Modell des Übertragungsweges beschreibt den Zusammenhang zwischen der zeitlichen Änderung der verdampfenden Masse m_V in der Effusionszelle und der zeitlichen Änderung des auf die Probe treffenden Massenbelages \bar{m}_P (Abb. 5.6). Wie

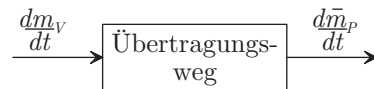


Abbildung 5.6: Blockschaltbild des Übertragungsweges

in Kapitel 5.1 gezeigt kann eine gleichmäßige Masseverteilung entlang der Probenoberfläche angenommen werden - ein konstanter Faktor K_W der die „Abschwächung“ durch den Übertragungsweg beschreibt ist zur Modellierung ausreichend.

Im laufenden Aufdampfvorgang ist die Messung der Schichtdicke nur an den beiden Schichtdickensensoren (1 und 2 in Abb. 5.1) möglich. Da diese aber ortsfest montiert sind kann über das Einstellen sogenannter Anpassungs-Faktoren („Tooling-Faktoren“) in den Auswerteeinheiten der Schichtdickensensoren auf die tatsächliche Schichtdicke an der Probe geschlossen werden. Die Bestimmung der Anpassungs-Faktoren erfolgt in drei Schritten:

1. Einstellen der Anpassungs-Faktoren in allen Auswerteeinheiten auf 100% .
2. Verdampfung von z.B. CuPc, bis bei dem in der Mitte der Zellen liegenden Sensor 1 (Abb. 5.1) 100 nm angezeigt werden.
3. Die Anpassungs-Faktoren für die beiden Sensoren AF_1 und AF_2 entsprechen den Quotienten aus tatsächlich in der Mitte der Probe gemessener Schichtdicke D_{Mitte} und angezeigter Schichtdicke D_1 bzw. D_2 :

$$AF_i = \frac{D_{\text{Mitte}}}{D_i} 100\% \quad i = 1, 2$$

Der gesamte Übertragungsweg kann mit

$$\frac{d\bar{m}_P}{dt} = K_W \frac{dm_V}{dt} \quad (5.1)$$

beschrieben werden, wobei die Anpassungs-Faktoren in den Auswerteeinheiten der Schichtdickensensoren richtig eingestellt sein müssen. Ansonsten ist eine zusätzliche Umrechnung der Messwerte über diese Faktoren erforderlich.

Kapitel 6

Schichtenwachstum

Bei der Nachbildung des Schichtenwachstums an der Probe wird die zeitliche Änderung des auf diese Fläche treffenden Massenbelages \bar{m}_P als Eingangsgröße aufgefasst. Als Ausgangsgröße wird die Aufdampftrate R festgelegt (Abb. 6.1).



Abbildung 6.1: Blockschaltbild der sich ausbildenden Schicht

Zunächst werden die wesentlichen physikalischen Effekte beim Schichtenwachstum betrachtet und ein darauf basierendes einfaches Modell angegeben. Anschließend wird die Dynamik der verwendeten Auswerteeinheiten der Schichtdickensensoren untersucht und mathematisch nachgebildet.

6.1 Physikalische Grundlagen

Die auf die Oberfläche treffenden Teilchen werden entweder sofort wieder reflektiert oder lose an die Fläche gebunden [10]. Abhängig von ihrer kinetischen Energie, der Oberflächentemperatur und der Wechselwirkung zwischen Teilchen und Oberfläche diffundieren diese entlang der Fläche bis sie wieder desorbieren, als Einzelatom bzw. Einzelmolekül an die Oberfläche gebunden werden oder als stabiler Keim kondensieren. Auch eine Anlagerung an bereits bestehende Keime oder Störstellen (z.B. Kanten an der Oberfläche) ist dabei möglich. Durch das Kondensieren weiterer Teilchen wachsen diese Keime zu immer größeren Inseln und weiter zu ganzen Schichten zusammen.

Dieses Anfangswachstum, d.h. das Ausbilden der ersten Monolagen, kann prinzipiell auf drei verschiedene Arten erfolgen (Abb. 6.2). Beim Wachstum nach Frank und Van der Merwe [8] sind die Teilchen stärker an die Oberfläche als untereinander gebunden, es bilden sich nacheinander vollständige Monolagen (ML). Der Bedeckungsgrad Θ ist dabei der Quotient aus der Flächenanzahldichte der aufgebrauchten Teilchen und der Flächenanzahldichte einer Monolage.

Die zweite mögliche Art des Schichtenwachstums ist das Inselwachstum nach Volmer und Weber [30]. Wenn die auftreffenden Teilchen untereinander stärker gebunden sind

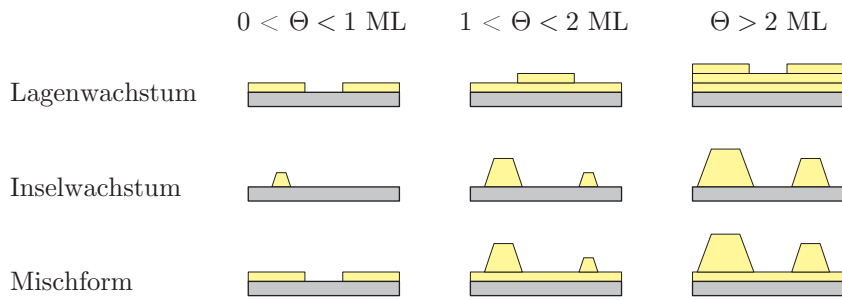


Abbildung 6.2: Wachstumsmoden

als an die Oberfläche bilden sich zunächst separate Inseln, die immer größer werden, bis sie schließlich zu einer Schicht zusammenwachsen.

Eine Mischform aus den zuvor angegebenen Varianten stellt das Wachstum nach Stanski und Krastanov [27] dar. Bei diesem bilden sich anfangs einige wenige Monolagen und anschließend, wenn dies energetisch günstiger ist, Inseln auf den bereits bestehenden Monolagen aus.

Die Wachstumsdynamik der hier verwendeten Materialien (z.B. vakuumverdampftes Pentazen) wird durch diese Mischform des Schichtenwachstums beschrieben [21]. Ab-

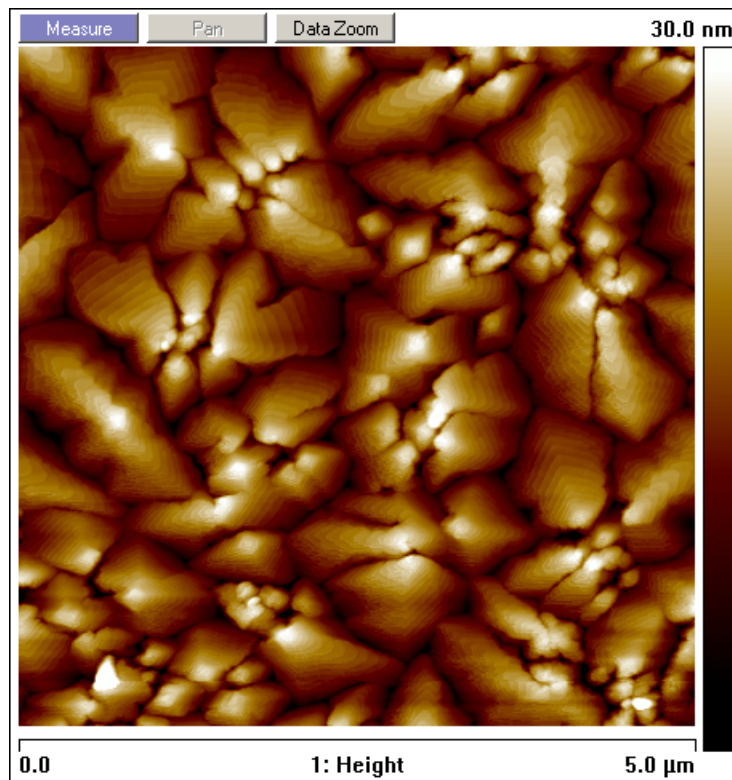


Abbildung 6.3: Pentazen auf Siliziumoxid

Abbildung 6.3 zeigt eine Aufnahme eines Rasterkraftmikroskops (Atomic Force Microscope) einer mit der vorliegenden Beschichtungsanlage aufgedampften Pentazenschicht über eine Fläche von $5.0 \times 5.0 \mu\text{m}$. Die Höheninformation ist hierbei durch die angegebene Farbskala (schwarz entspricht 0 nm , weiß 30 nm) dargestellt.

Die Schicht wurde mit einer durchschnittlichen Rate von 0.1 Angström pro Sekunde auf einem Silizium-Substrat mit einer 1.9 nm dicken Deckschicht aus Siliziumoxid hergestellt. Auf der Aufnahme sind die terrassenförmig gewachsenen Schichten der einzelnen Keime gut erkennbar.

6.2 Schichtdickenmessung

Die Messung der Schichtdicke während des Aufdampfens geschieht mit Hilfe von sogenannten Schwingquarz-Mikrowaagen. Das Kernstück eines solchen Sensors ist ein Quarzplättchen, das durch Anlegen einer Spannung in Schwingung versetzt wird. Zusätzlich aufgedampfte Teilchen führen zu einer Änderung der Frequenz der Schwingung, die proportional zum aufgebrauchten Massenbelag ist. Bei den hier verwendeten Schwingquarz-Mikrowaagen beträgt die Auflösung 0.375 ng cm^{-2} [20].

Bedingt durch dieses Messprinzip ist nur die Messung eines mittleren Massenbelages \bar{m}_P (d.h. dem Integral über $\frac{d\bar{m}_P}{dt}$) möglich, unabhängig von der tatsächlich vorherrschenden Art des Schichtenwachstums. Unter der Annahme einer konstanten Dichte ρ des abgeschiedenen Materials folgt für die Schichtdicke

$$D = \frac{\bar{m}_P}{\rho} \quad (6.1)$$

und für die dazugehörige Aufdampftrate

$$R = \frac{dD}{dt} = \frac{1}{\rho} \frac{d\bar{m}_P}{dt} . \quad (6.2)$$

Die von der Auswerteeinheit des Schichtdickensensors gelieferte Rate stimmt jedoch nicht mit der direkt aus der Dicke berechneten Aufdampftrate überein.

Um die interne Sensordynamik nachzubilden, werden während eines Beschichtungsprozesses der mittlere Massenbelag \bar{m}_P , sowie die Aufdampftrate R und die Schichtdicke D aufgezeichnet. Die so erhaltenen Messdaten liegen nun zu diskreten, äquidistanten Zeitpunkten $t = iT_a$ ($i = 1, \dots, N$) vor, wobei T_a die Abtastzeit symbolisiert.

Zur Identifikation der Dynamik des Schichtdickensensors wird die Struktur nach Abbildung 6.4 angesetzt.

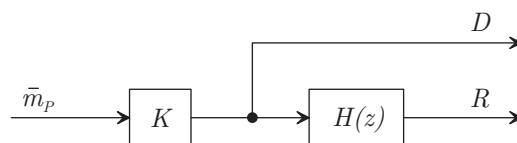


Abbildung 6.4: Nachbildung der internen Sensordynamik

Hier gilt für den konstanten Verstärkungsfaktor

$$K = \frac{1}{\rho} ,$$

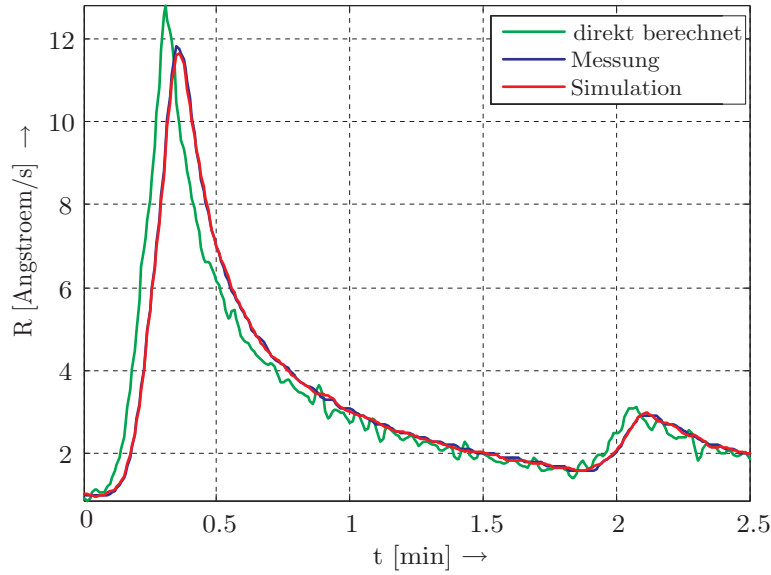


Abbildung 6.5: Vergleich Simulation/Messung (Ratenberechnung)

die zeitdiskrete Übertragungsfunktion $H(z)$ wird mit Hilfe der Methode der kleinsten Fehlerquadrate aus den Messdaten identifiziert.

Eine ausreichend genaue Modellierung (Abb. 6.5) wird dabei für ein sprungfähiges System dritter Ordnung der Form

$$H(z) = \frac{g_3 z^3 + g_2 z^2 + g_1 z + g_0}{z^3 + h_2 z^2 + h_1 z + h_0} \quad (6.3)$$

mit den identifizierten Parametern laut Tabelle 6.1 erreicht. Besser ist die Dynamik

g_0	-0.2025	h_0	-0.4080
g_1	0.4944	h_1	1.5143
g_2	-0.5086	h_2	-2.0430
g_3	0.2167		

Tabelle 6.1: Parameter der Übertragungsfunktion $H(z)$

der Schichtdickenmessung anhand der faktorisierten Darstellung

$$H(z) = k \frac{(z - n_1)(z - n_2)(z - n_3)}{(z - p_1)(z - p_2)(z - p_3)} \quad (6.4)$$

mit den Parametern laut Tabelle 6.2 erkennbar. Die Struktur der Übertragungsfunktion

n_1	1	p_1	0.7470	k	0.2167
n_2	$0.6733 + j 0.6937$	p_2	$0.6480 + j 0.3553$		
n_3	$0.6733 - j 0.6937$	p_3	$0.6480 - j 0.3553$		

Tabelle 6.2: Parameter der faktorisierten Übertragungsfunktion $H(z)$

entspricht einem Differenzierer (Nullstelle bei $z = 1$) mit nachgeschalteter Signalfilterung. Die an der Auswerteeinheit angezeigte Rate weicht vor allem bei starken Ratenänderungen erheblich von der tatsächlichen Aufdampftrate (grün in Abb. 6.5) ab, kann aber durch das erstellte mathematische Modell sehr gut nachgebildet werden.

Kapitel 7

Gesamtmodell

In diesem Kapitel werden zunächst die Ergebnisse aus den Kapiteln 4 bis 6 zusammengefasst. Anschließend wird die Identifikation der Modellparameter beschrieben und die Ergebnisse der Simulationen mit den Messergebnissen verglichen.

7.1 Struktur des Gesamtmodells

In Abbildung 7.1 ist das Blockschaltbild des Gesamtmodells, bestehend aus der Effusionzelle, dem Übertragungsweg zwischen Zelle und Probe sowie dem Schichtenwachstum ersichtlich.

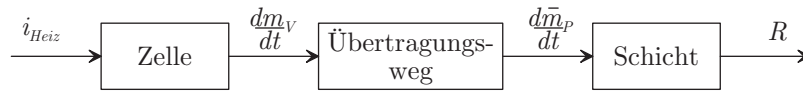


Abbildung 7.1: Blockschaltbild des Gesamtmodells

Laut Kapitel 4 wird die Zelle durch eine Differentialgleichung für die Tiegeltemperatur T_T (Gl. (4.18))

$$\begin{aligned} \frac{dT_T}{dt} = & a_1 i_{\text{Heiz}}^2 + a_2 T_T^4 + a_3 T_S^4 + a_4 T_V^4 + a_5 T_B^4 + a_6 T_K^4 + \\ & + a_7 [T_T(t - \tau_1) - T_V(t - \tau_1)] + a_8 [T_T(t - \tau_2) - T_S(t - \tau_2)] \end{aligned} \quad (7.1)$$

und eine Differentialgleichung für die Temperatur des Verdampfungsgutes T_V (Gl. (4.20))

$$\begin{aligned} \frac{dT_V}{dt} = & b_1 i_{\text{Heiz}}^2 + b_2 T_T^4 + b_3 T_V^4 + b_4 T_K^4 + b_5 T_T(t - \tau_3) + b_6 T_V(t - \tau_4) + \\ & + b_7 \frac{dm_V}{dt} \end{aligned} \quad (7.2)$$

modelliert. Für die zeitliche Ableitung der verdampfenden Masse m_V gilt laut Kapitel 4 der statische, nichtlineare Zusammenhang

$$\frac{dm_V}{dt} = \sigma_k \frac{p_1 e^{\frac{\Delta h}{R_S} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_V} \right)}}{\sqrt{2\pi k m_T T_V}} m_T A .$$

Mit der Beschreibung des Übertragungsweges zwischen der Effusionszelle und der Probe (Kapitel 5)

$$\frac{d\bar{m}_P}{dt} = K_W \frac{dm_V}{dt}$$

und der einfachen Modellierung des Schichtenwachstums folgt aus dem Massenbelag an der Probe \bar{m}_P die aufgedampfte Schichtdicke

$$D = \frac{\bar{m}_P}{\rho}$$

und die dazugehörige Aufdampftrate

$$R = \frac{dD}{dt} = c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{T_V}}}{\sqrt{T_V}} \quad (7.3)$$

laut Kapitel 6. Für die konstanten Koeffizienten c_1 und c_2 gilt

$$c_1 = \frac{K_W \sigma_k}{\rho} \frac{p_1 e^{\frac{c_2}{T_1}}}{\sqrt{2\pi k m_T T_V}} m_T A \quad \text{bzw.} \quad c_2 = \frac{\Delta h}{R_S} .$$

Die Tiegeltemperatur T_T und die Verdampfungstemperatur T_V stellen Zustandsgrößen des Gesamtsystems dar und bilden den Zustandsvektor

$$\mathbf{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_T \\ T_V \end{bmatrix} .$$

Im Eingangsvektor

$$\mathbf{u} = \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \\ u_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} i_{\text{Heiz}}^2 \\ T_S \\ T_K^4 \\ T_B^4 \end{bmatrix}$$

werden das Quadrat des Heizstromes, die Sensortemperatur, sowie die vierten Potenzen von Kammer- und Blechtemperatur zusammengefasst. Sensor-, Kammer- und Blechtemperatur stellen hierbei fiktive Eingangsgrößen dar. Die Ausgangsgröße entspricht der Aufdampftrate

$$y = R .$$

Aus den Beziehungen (7.1), (7.2) und (7.3) folgt das *Gesamtmodell* der Form

$$\frac{d\mathbf{x}}{dt} = \mathbf{f}(\mathbf{x}) + \mathbf{g}(\mathbf{u}) , \quad (7.4)$$

$$y = c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \quad (7.5)$$

Die rechte Seite der Differentialgleichung (7.4) besteht aus der Summe einer Funktion

$$\mathbf{f}(\mathbf{x}) = \begin{bmatrix} f_1(\mathbf{x}) \\ f_2(\mathbf{x}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_1 x_1^4 + \alpha_2 x_2^4 + \alpha_3 [x_1(t - \tau_1) - x_2(t - \tau_1)] + \alpha_4 x_1(t - \tau_2) \\ \beta_1 x_1^4 + \beta_2 x_2^4 + \beta_3 x_1(t - \tau_3) + \beta_4 x_2(t - \tau_4) + \beta_5 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \end{bmatrix}$$

der Zustandsvariablen \mathbf{x} und einer Funktion

$$\mathbf{g}(\mathbf{u}) = \begin{bmatrix} g_1(\mathbf{u}) \\ g_2(\mathbf{u}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_5 u_1 + \alpha_6 u_2^4 + \alpha_7 u_3 + \alpha_8 u_4 - \alpha_4 u_2 (t - \tau_2) \\ \beta_6 u_1 + \beta_7 u_3 \end{bmatrix}$$

der Eingangsgrößen \mathbf{u} . Für die Konstanten gilt:

$$\begin{array}{ll} \alpha_1 := a_2 & \beta_1 := b_2 \\ \alpha_2 := a_4 & \beta_2 := b_3 \\ \alpha_3 := a_7 & \beta_3 := b_5 \\ \alpha_4 := a_8 & \beta_4 := b_6 \\ \alpha_5 := a_1 & \beta_5 := b_7 \frac{\rho}{K_W} c_1 \\ \alpha_6 := a_3 & \beta_6 := b_1 \\ \alpha_7 := a_6 & \beta_7 := b_4 \\ \alpha_8 := a_5 & \end{array}$$

Im nächsten Abschnitt sollen nun alle unbekannt konstanten Parameter, inklusive der Totzeiten, identifiziert werden. Dies geschieht in zwei Schritten. Zuerst werden die beiden Parameter für die stationäre Verdampfung ermittelt und anschließend im zweiten Schritt die Parameter für die Beschreibung des thermischen Verhaltens identifiziert.

7.2 Identifikation der Parameter des Verdampfungsverhaltens

Zur Ermittlung der Parameter für die stationäre Verdampfung muss zunächst die „tatsächliche“ Verdampfungstemperatur T_V aus der gemessenen Verdampfungstemperatur $T_{V,\text{mess}}$ berechnet werden. Laut Gleichung (4.16) gilt zwischen den beiden Temperaturen im Bildbereich näherungsweise der Zusammenhang

$$\frac{T_{V,\text{mess}}(s)}{T_V(s)} = G_{Zyl}(s) = \frac{\zeta_1}{\left(\frac{s}{\zeta_2} + 1\right)} e^{-\zeta_3 s} .$$

Hierbei muss für $\zeta_1 = 1$ gelten, um die Gleichheit beider Temperaturen im stationären Zustand zu sichern. Die so berechnete Temperatur T_V bestimmt über die Relation

$$R = c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{T_V}}}{\sqrt{T_V}} \quad (7.6)$$

die Aufdampfrate R . Für die Parameterbestimmung werden zunächst die Konstanten ζ_2 und ζ_3 gewählt und folgende Berechnungsschritte (Abb. 7.2) ausgeführt:

1. Verschiebung des geglätteten Verlaufs von $T_{V,\text{mess}}$ um die Totzeit ζ_3 nach „links“. Anschließend Berechnung der „tatsächlichen“ Verdampfungstemperatur

$$T_V = T_{V,\text{mess}} + \zeta_2 \frac{T_{V,\text{mess}}}{dt} .$$

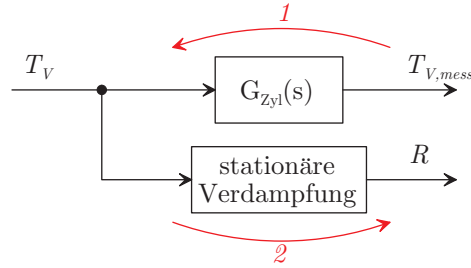


Abbildung 7.2: Blockschaltbild zur Bestimmung von c_1 und c_2

- Bestimmung der Parameter c_1 und c_2 durch Benutzung numerischer Optimierungsalgorithmen. Als Zielfunktion wird die Summe der Fehlerquadrate zwischen dem aus den Messdaten bestimmten Ratenverlauf und dem berechneten Ratenverlauf verwendet.

Diese Berechnungsschritte werden für den gesamten zulässigen Bereich der Parameter ζ_2 und ζ_3 und einige repräsentative Versuche ausgeführt. Schließlich werden die Parameter ζ_2 , ζ_3 , c_1 und c_2 ausgewählt, die zum geringsten Wert der Zielfunktion führen.

Für die nachfolgende Identifikation der Parameter der Differentialgleichungen für T_T bzw. T_V muss die Verdampfungstemperatur für alle betrachteten Messungen über die soeben festgelegten Parameter c_1 und c_2 bestimmt werden. Aus dem gemessenen Massenbelag \bar{m}_P wird dazu der Ratenverlauf berechnet und anschließend über ein Kennlinienfeld (inverse Funktion zu Relation (7.6)) in die „tatsächliche“ Verdampfungstemperatur T_V umgerechnet.

7.3 Identifikation der Parameter für das thermische Verhalten der Zelle

Die Identifikation der Parameter der Differentialgleichungen des Gesamtsystems (7.4) erfolgt in mehreren Berechnungsschritten:

- Wahl der konstanten Totzeiten τ_1 , τ_2 , τ_3 und τ_4 .
- Getrennte Lösung eines Optimierungsproblems für die Differentialgleichung der ersten Zustandsvariable x_1 (Tiegeltemperatur T_T) bzw. der zweiten Zustandsvariable x_2 (Verdampfungstemperatur T_V).
- Simulation der Aufdampftrate R_{sim} laut Abbildung 7.3 bei Verwendung der konstanten Abtastzeit T_a .
- Wiederholung der Schritte 1 bis 3 für alle möglichen Kombinationen der Totzeiten τ_1 , τ_2 , τ_3 und τ_4 (Vielfache der Abtastzeit T_a) aus einem gegebenen Bereich (z.B. $0, T_a, 2T_a, \dots, 50T_a$) sowie für verschiedene repräsentative Versuche.
- Wahl des Parametersatzes, der über alle Abtastzeitpunkte i und alle Messungen M zur kleinsten Zielfunktion

$$z = \sum_M \sum_i (R_{i,\text{sim}} - R_{i,\text{mess}})^2$$

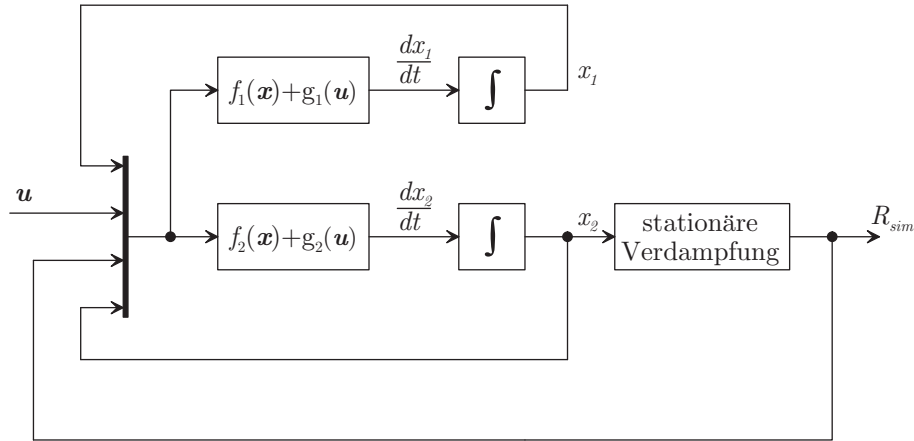


Abbildung 7.3: Struktur der Simulation des Gesamtsystems

führt.

6. Einschränkung der Parameter bis ein Parametersatz für alle Messungen gefunden wird.

Am Beispiel der ersten Differentialgleichung des Gesamtsystems (7.4)

$$\begin{aligned} \frac{dx_1}{dt} = & \alpha_1 x_1^4 + \alpha_2 x_2^4 + \alpha_3 [x_1(t - \tau_1) - x_2(t - \tau_1)] + \alpha_4 [x_1(t - \tau_2) - u_2(t - \tau_2)] + \\ & + \alpha_5 u_1 + \alpha_6 u_2^4 + \alpha_7 u_3 + \alpha_8 u_4 \end{aligned} \quad (7.7)$$

soll ein Optimierungsproblem zur Bestimmung der Parameter α_j ($j = 1, \dots, 8$) formuliert werden. Da die Zustandsgrößen x_1 und x_2 sowie alle Eingangsgrößen u_1 bis u_4 zu den Zeitpunkten $t = iT_a$ bekannte Größen darstellen, ist die rechte Seite von Differentialgleichung (7.7) linear in den gesuchten Parametern α_j . Ihre linke Seite wird mit Hilfe eines Differenzenquotienten der Form

$$\frac{dx_{1,i}}{dt} \approx \frac{1}{T_a} (x_{1,i+1} - x_{1,i}) \quad \text{mit} \quad x_{1,i} := x_1(t = iT_a)$$

approximiert. Werden N (Mess-)Größen erfasst, so kann die Differentiation als Multiplikation des Vektors

$$\mathbf{x}_1 := \begin{bmatrix} x_{1,1} \\ x_{1,2} \\ \vdots \\ x_{1,N} \end{bmatrix} \quad (7.8)$$

mit einer $(N - 1, N)$ -Matrix

$$\mathbf{M} := \frac{1}{T_a} \begin{bmatrix} -1 & 1 & 0 & 0 & \dots & \dots & \dots & 0 \\ 0 & -1 & 1 & 0 & & & & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 1 & \ddots & & & 0 \\ \vdots & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & \vdots \\ 0 & & & \ddots & -1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & & & & 0 & -1 & 1 & 0 \\ 0 & \dots & \dots & \dots & 0 & 0 & -1 & 1 \end{bmatrix}$$

dargestellt werden. Analog zur Definition des Vektors \mathbf{x}_1 werden auch für die zweite Zustandsgröße und die Eingangsgrößen Vektoren aus den Mess-Signalen erzeugt. Nach Definition der Matrix

$$\mathbf{A} := \begin{bmatrix} \mathbf{x}_1^4 & \mathbf{x}_2^4 & [\mathbf{x}_1(t - \tau_1) - \mathbf{x}_2(t - \tau_1)] & [\mathbf{x}_1(t - \tau_2) - \mathbf{u}_2(t - \tau_2)] \dots \\ \dots & \mathbf{u}_1 & \mathbf{u}_2^4 & \mathbf{u}_3 & \mathbf{u}_4 \end{bmatrix}$$

und des Vektors

$$\alpha := [\alpha_1 \ \alpha_2 \ \alpha_3 \ \alpha_4 \ \alpha_5 \ \alpha_6 \ \alpha_7 \ \alpha_8]^T$$

folgt als Ersatz für die Differentialgleichung (7.7) nun das Gleichungssystem

$$\mathbf{M} \mathbf{x}_1 = \mathbf{A} \alpha . \quad (7.9)$$

Gesucht sind die Parameterwerte α so, dass Gleichung (7.9) „möglichst gut“ erfüllt wird. Hierzu wird zunächst der naheliegende Ansatz für einen Fehlervektor

$$\epsilon := -\mathbf{M} \mathbf{x}_1 + \mathbf{A} \alpha \quad (7.10)$$

betrachtet. Diese Fehlerdefinition betrifft jedoch nur die erste zeitliche Ableitung von \mathbf{x}_1 . Um nun den Fehler der Zustandsgröße \mathbf{x}_1 beschreiben zu können, wird die Definition

$$\epsilon := \mathbf{M} \mathbf{e} = -\mathbf{M} \mathbf{x}_1 + \mathbf{A} \alpha \quad (7.11)$$

für den Fehlervektor verwendet, die zur Relation

$$\mathbf{M} (\mathbf{x}_1 + \mathbf{e}) = \mathbf{A} \alpha$$

führt. Als Zielfunktion für eine Parameteroptimierung wurde hier die Summe der Fehlerquadrate

$$\sum_i e_i^2 = \mathbf{e}^T \mathbf{e}$$

gewählt. Wird als Zielfunktion die Summe der Absolutbeträge der Fehler oder der Absolutbetrag des maximalen Fehlers gewählt, so ergibt sich eine schlechtere Übereinstimmung zwischen simulierten und gemessenen Signalverläufen. Das Optimierungsproblem mit der quadratischen Zielfunktion und den Optimierungsvariablen

$$\mathbf{w} = \begin{bmatrix} \alpha \\ \mathbf{e} \end{bmatrix}$$

lautet

$$\min_{\mathbf{w}} \mathbf{e}^T \mathbf{e}$$

unter den Bedingungen

$$\bar{\mathbf{A}} \mathbf{w} = \mathbf{b} \quad \text{und} \quad \mathbf{w}_U \leq \mathbf{w} \leq \mathbf{w}_O .$$

Mit \mathbf{w}_U bzw. \mathbf{w}_O werden die untere bzw. obere Grenze des Vektors der Optimierungsvariablen bezeichnet. Fordert man zusätzlich die exakte Übereinstimmung von Simulation

und Messung zum Zeitpunkt $t = 0$ lauten die Matrizen der Gleichungsnebenbedingungen

$$\bar{\mathbf{A}} = \begin{bmatrix} \tilde{\mathbf{A}} & -\mathbf{M} \\ \mathbf{0}^T & \mathbf{e}_1^T \end{bmatrix} \quad \text{und} \quad \mathbf{b} = \begin{bmatrix} \mathbf{M} \mathbf{x}_1 \\ \mathbf{0} \end{bmatrix} .$$

Hier symbolisiert $\tilde{\mathbf{A}}$ die ersten $(N - 1)$ Zeilen der Matrix \mathbf{A} , \mathbf{e}_1^T den transponierten Einheitsvektor für die erste Komponente von \mathbf{e} .

Die Identifikation der Parameter β_j ($j = 1, \dots, 7$) der Differentialgleichung für x_2 erfolgt analog zur Identifikation der Parameter α_j ($j = 1, \dots, 8$), da die für die Verdampfung ausschlaggebenden Konstanten c_1 und c_2 bereits zuvor festgelegt wurden.

Für jeden Identifikationsschritt mit einer gewählten Parametereinschränkung muss pro Versuch, wie oben beschrieben, jeweils ein Optimierungsproblem für die Tiegeltemperatur bzw. die Verdampfungstemperatur gelöst werden.

Verwendet man hier beispielsweise die in den Abbildungen 7.5 (Versuch 1) und 7.7 (Versuch 2) dargestellten Verläufe müssen zwei Optimierungsprobleme mit rund 2600 Optimierungsvariablen, 2500 Nebenbedingungen und 2600 Beschränkungen sowie zwei Optimierungsprobleme mit rund 1300 Optimierungsvariablen, 1200 Nebenbedingungen und 1300 Beschränkungen gelöst werden. Zur numerischen Lösung wird die „Optimization Subroutine Library“ [13] der Firma IBM verwendet.

Auf einem Rechner mit Intel Core 2 Duo 2.66 GHz Prozessor, 3 GB Arbeitsspeicher und Microsoft Windows XP (32 bit) als Betriebssystem nimmt solch ein Berechnungsschritt ca. 15 Stunden in Anspruch.

7.4 Ergebnisse der Parameteridentifikation

Die Abbildungen 7.4 und 7.5 zeigen die erzielten Simulationsergebnisse für das Material Pentazen bei langsamen Ratenänderungen (Versuch 1). Die simulierte Aufdampfrate, Tiegel- und Verdampfungstemperatur stimmen sehr gut mit den Messungen überein.

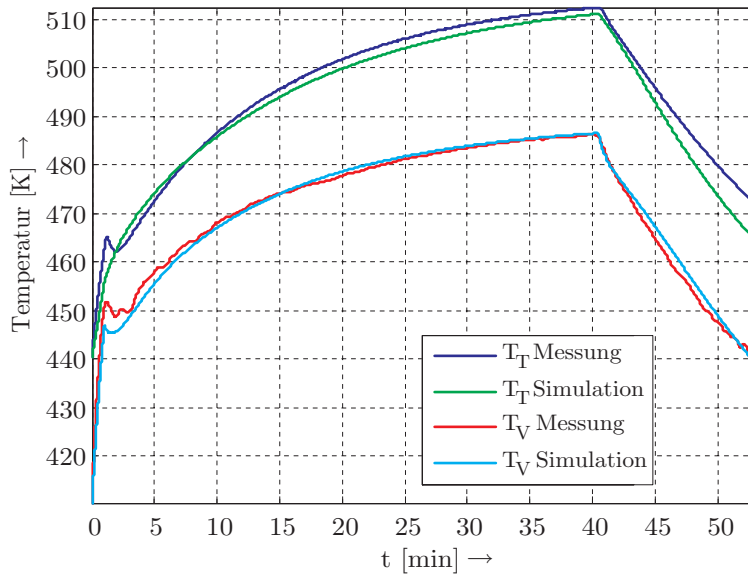


Abbildung 7.4: Temperaturen bei Verdampfung von Pentazen (Versuch 1)

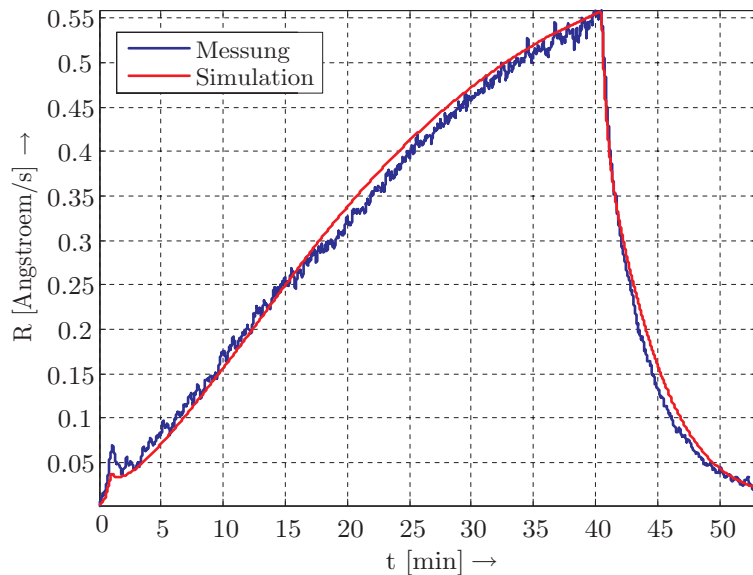


Abbildung 7.5: Aufdampfrate bei Verdampfung von Pentazen (Versuch 1)

Bei schnelleren Änderungen (Versuch 2, Abb. 7.6 und 7.7) der Aufdampfrate werden die Abweichungen etwas größer, die Simulationsergebnisse bilden aber die Messungen immer noch ausreichend gut nach.

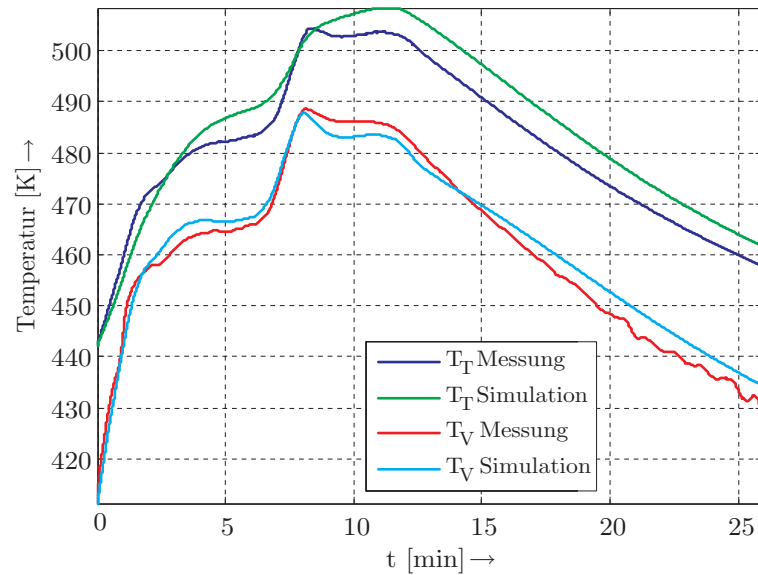


Abbildung 7.6: Temperaturen bei Verdampfung von Pentazen (Versuch 2)

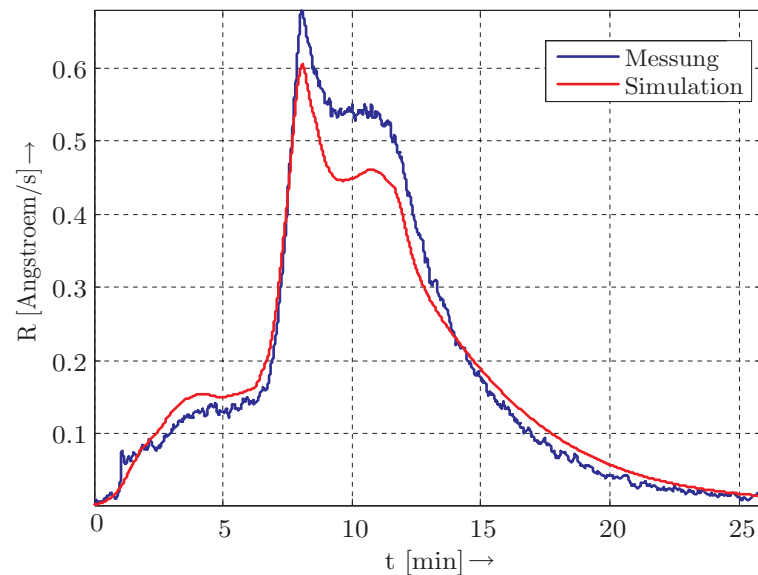


Abbildung 7.7: Aufdampfrate bei Verdampfung von Pentazen (Versuch 2)

In Abbildungen 7.10 und 7.11 sind die Simulationsergebnisse für das Material Alq3 dargestellt (Versuch 1, langsame Änderungen). Auch hier stimmen Simulation und Messung gut überein.

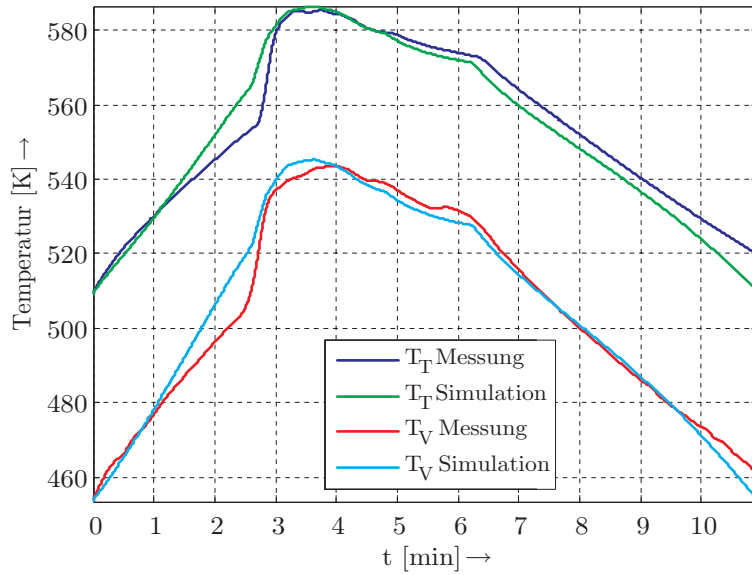


Abbildung 7.8: Temperaturen bei Verdampfung von Alq3 (Versuch 1)

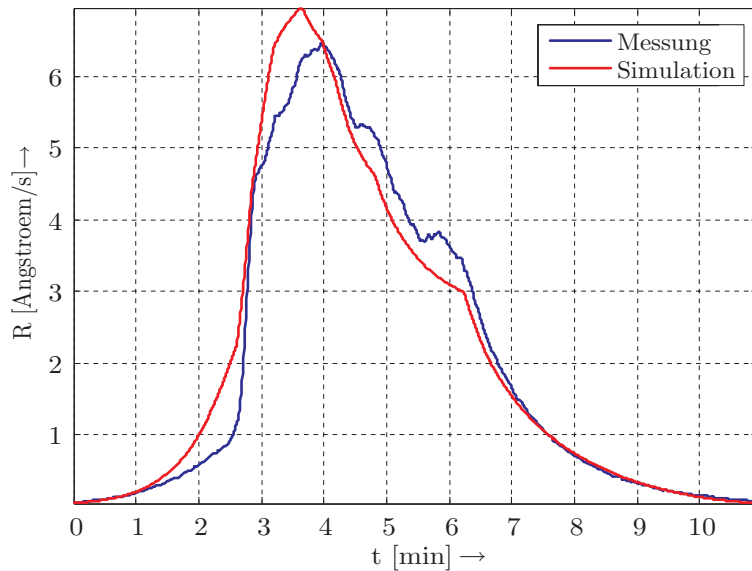


Abbildung 7.9: Aufdampfprate bei Verdampfung von Alq3 (Versuch 1)

Werden wieder schnellere Änderungen der Aufdampfrate vorgegeben, treten größere Abweichungen auf (Versuch 2, Abb. 7.8 und 7.9). Vor allem kann hier die Tiegeltemperatur weniger gut nachgebildet werden.

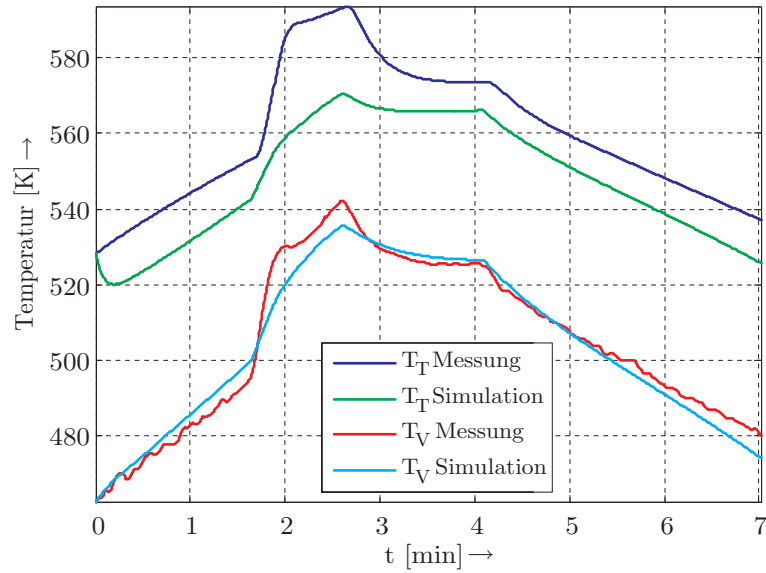


Abbildung 7.10: Temperaturen bei Verdampfung von Alq3 (Versuch 2)

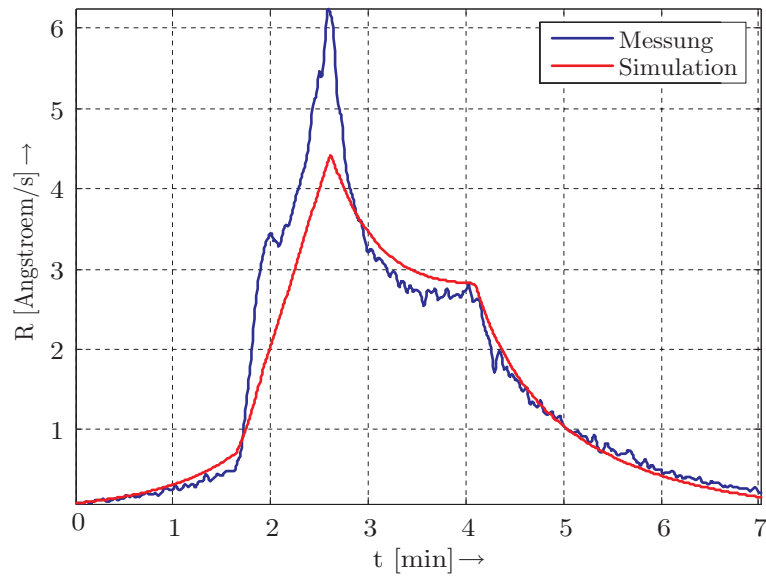


Abbildung 7.11: Aufdampfrate bei Verdampfung von Alq3 (Versuch 2)

7.5 Zusammenfassung

Die Ergebnisse der Parameteridentifikation nach Kapitel 7.2 und 7.3 zeigen, dass alle Totzeiten τ_1 , τ_2 , τ_3 und τ_4 zu Null gewählt werden können. Dies bedeutet, dass die zwischen den einzelnen Teilen der Effusionszelle auftretende Wärmeleitung durch stationäre Zusammenhänge modelliert werden kann. Die instationären Anteile sind gegenüber den restlichen Effekten in der Zelle vernachlässigbar klein. Einzig die instationäre Wärmeleitung innerhalb des Pulvers ist zur Umrechnung der gemessenen Verdampfungstemperatur in die „tatsächliche“ Verdampfungstemperatur zu berücksichtigen.

Das Gesamtmodell der Beschichtungsanlage lautet somit

$$\begin{aligned} \frac{d\mathbf{x}}{dt} &= \mathbf{f}(\mathbf{x}) + \mathbf{g}(\mathbf{u}) \ , \\ y &= c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \end{aligned} \quad (7.12)$$

mit

$$\mathbf{f}(\mathbf{x}) = \begin{bmatrix} f_1(\mathbf{x}) \\ f_2(\mathbf{x}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_1 x_1^4 + \alpha_2 x_2^4 + \alpha_3 (x_1 - x_2) + \alpha_4 x_1 \\ \beta_1 x_1^4 + \beta_2 x_2^4 + \beta_3 x_1 + \beta_4 x_2 + \beta_5 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \end{bmatrix}$$

und

$$\mathbf{g}(\mathbf{u}) = \begin{bmatrix} g_1(\mathbf{u}) \\ g_2(\mathbf{u}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_5 u_1 + \alpha_6 u_2^4 + \alpha_7 u_3 + \alpha_8 u_4 - \alpha_4 u_2 \\ \beta_6 u_1 + \beta_7 u_3 \end{bmatrix} .$$

Für den Zustandsvektor gilt

$$\mathbf{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_T \\ T_V \end{bmatrix} ,$$

für den Eingangsvektor

$$\mathbf{u} = \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \\ u_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} i_{\text{Heiz}}^2 \\ T_S \\ T_K^4 \\ T_B^4 \end{bmatrix} .$$

Die identifizierten Parameter für Pentazen und Alq3 sind in Tabelle 7.1 angegeben.

Die Temperaturen von Verdampfungsgut, Tiegel, Blech und vom eingebauten Sensor liegen während eines Verdampfungs Vorganges in einem Bereich zwischen 150°C und 330°C . Im Gegensatz dazu ändert sich die Kammertemperatur $T_K = u_3$ im Vergleich zu den übrigen gemessenen Temperaturen nur wenig. Sie liegt immer im Bereich der Raumtemperatur und wird für alle weiteren Berechnungen mit $T_K = 23^\circ\text{C}$ festgelegt.

Die identifizierten Parameter laut Tabelle 7.1 besitzen sehr unterschiedliche Größenordnungen. So liegt z.B. der Parameter β_2 im Bereich von $1 \cdot 10^{-11}$, β_5 hingegen im Bereich von $1 \cdot 10^{13}$. Trotzdem ist eine Vernachlässigung des Terms mit β_2 nicht angebracht, da durch die Multiplikation mit x_2^4 ein nicht zu vernachlässigender Beitrag zu $\frac{dx_2}{dt}$ entsteht.

Auch alle weiteren Terme mit kleinen Parameter liefern wesentliche Beiträge zu den zeitlichen Ableitungen der Zustandsgrößen. Bei der Lösung der Optimierungsprobleme

	Pentazen	Alq3
α_1	$1.4 \cdot 10^{-11}$	$-1.2 \cdot 10^{-10}$
α_2	$2.5 \cdot 10^{-12}$	$1.3 \cdot 10^{-10}$
α_3	$-3.2 \cdot 10^{-4}$	$-8.2 \cdot 10^{-2}$
α_4	$-1.0 \cdot 10^{-2}$	$-2.5 \cdot 10^{-2}$
α_5	$1.5 \cdot 10^{-2}$	$3.2 \cdot 10^{-2}$
α_6	$-2.8 \cdot 10^{-11}$	$-2.2 \cdot 10^{-11}$
α_7	$7.8 \cdot 10^{-11}$	$1.4 \cdot 10^{-9}$
α_8	$-1.3 \cdot 10^{-12}$	$-3.0 \cdot 10^{-11}$

	Pentazen	Alq3
β_1	$4.0 \cdot 10^{-11}$	$3.9 \cdot 10^{-11}$
β_2	$-2.9 \cdot 10^{-11}$	$-1.5 \cdot 10^{-11}$
β_3	$1.23 \cdot 10^{-3}$	$1.0 \cdot 10^{-3}$
β_4	$-6.2 \cdot 10^{-3}$	$-8.0 \cdot 10^{-3}$
β_5	$-1.44 \cdot 10^{13}$	$-3.66 \cdot 10^{12}$
β_6	$5.7 \cdot 10^{-2}$	$3.6 \cdot 10^{-2}$
β_7	$1.3 \cdot 10^{-10}$	$1.01 \cdot 10^{-10}$

	Pentazen	Alq3
c_1	$3.0 \cdot 10^4$	$2.29 \cdot 10^3$
c_2	$1.5 \cdot 10^4$	$1.4 \cdot 10^4$

Tabelle 7.1: Parameter für Pentazen und Alq3

ist, aufgrund dieser unterschiedlichen Größenordnungen der zu bestimmenden Parameter, eine Normierung der Spalten der Gleichungsnebenbedingungen erforderlich.

Teil II

Modellbasierter Reglerentwurf

Kapitel 8: Einfacher Reglerentwurf

Es wird ein Reglerentwurf vorgestellt, bei dem die Gleichheit der Verdampfungstemperatur mit der vom herstellerseitig eingebauten Temperatursensor gelieferte Temperatur angenommen wird. Diese starke Vereinfachung führt zu einem sehr einfachen Reglerentwurf, die erzielten Resultate sind aber nicht für alle verwendeten Verdampfungsmaterialien zufriedenstellend.

Kapitel 9: Exakte Eingangs-Ausgangs-Linearisierung

Nach der Vereinfachung des Gesamtmodells aus Kapitel 7 wird mit der exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung eine nichtlineare Kompensation für die Beschichtungsanlage entwickelt. Die Regelung der Aufdampftrate mit Hilfe der Kompensation in Verbindung mit einem PI-Regler liefert sehr gute Resultate für alle verwendeten Verdampfungsmaterialien. Sie besitzt allerdings den Nachteil, dass alle Zustandsvariablen gemessen werden müssen.

Kapitel 10: Flachheitsbasierte Folgeregelung

Als drittes Regelungskonzept wird eine flachheitsbasierte Folgeregelung entworfen und erprobt. Zur Realisierung des Konzeptes müssen hier nur mehr der Heizstrom und die Aufdampftrate bekannt sein, beide sind einfach messtechnisch erfassbar.

Wie abschließend gezeigt wird, resultiert die mit der flachheitsbasierte Folgeregelung hervorragende Regelung der Aufdampftrate ebenfalls in einer Verbesserung der Eigenschaften der hergestellten organischen Dünnschichttransistoren.

Kapitel 8

Einfacher Reglerentwurf

In diesem Kapitel wird ein einfacher Reglerentwurf vorgestellt, der auf einem Modell beruht, welches das stationäre Verdampfungsverhalten beschreibt [29].

8.1 Entwurfsmodell

Ein stark vereinfachtes Modell folgt aus dem Gesamtmodell (7.12), wenn im stationären Zustand die annähernde Gleichheit der vom Sensor gemessenen Zelltemperatur T_S und der tatsächlichen Verdampfungstemperatur T_V angenommen wird, d.h.

$$T_V \approx T_S .$$

Eine Berechnung der Verdampfungstemperatur über die entsprechenden Zustandsdifferentialgleichungen für die Tiegel- und Verdampfungstemperatur kann damit entfallen. Durch diese grobe Approximation folgt

$$R(T_S) = \bar{c}_1 \frac{e^{-\frac{\bar{c}_2}{T_S}}}{\sqrt{T_S}} \quad (8.1)$$

zur Beschreibung der Aufdampfrate R als Funktion der Sensortemperatur T_S . Zur Identifikation der Parameter \bar{c}_1 und \bar{c}_2 werden Versuche mit verschiedenen konstanten Verdampfungstemperaturen $T_{S,1}$ und $T_{S,2}$ durchgeführt und die zugehörigen Änderungen der Schichtdicke

$$\frac{dD}{dt} = \bar{c}_1 \frac{e^{-\frac{\bar{c}_2}{T_S}}}{\sqrt{T_S}} \quad (8.2)$$

betrachtet. Durch Integration von Beziehung (8.2) über die Zeitintervalle $[0, t_1]$ bzw. $[0, t_2]$ folgt

$$\Delta D_i = D_i(t_i) - D_i(0) = \bar{c}_1 \frac{e^{-\frac{\bar{c}_2}{T_{S,i}}}}{\sqrt{T_{S,i}}} t_i \quad \text{mit} \quad i = 1, 2 .$$

Gilt darüber hinaus $t_1 = t_2$, so folgen aus dem Quotienten $\Delta D_1/\Delta D_2$ die Konstanten

$$\bar{c}_1 = \frac{\Delta D_1}{t_1} \rho \sqrt{T_{S,1}} e^{-\frac{\bar{c}_2}{T_{V,1}}}$$

und

$$\bar{c}_2 = \frac{\ln \left(\frac{\Delta D_1 \sqrt{T_{S,1}}}{\Delta D_2 \sqrt{T_{S,2}}} \right)}{\frac{1}{T_{S,2}} - \frac{1}{T_{S,1}}}.$$

Die so ermittelten Parameter führen im stationären Zustand zu einer guten Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation. In Abbildung 8.1 ist der zeitliche Verlauf der Aufdampfprate von Pentazen für einen stückweise konstanten Temperaturverlauf dargestellt.

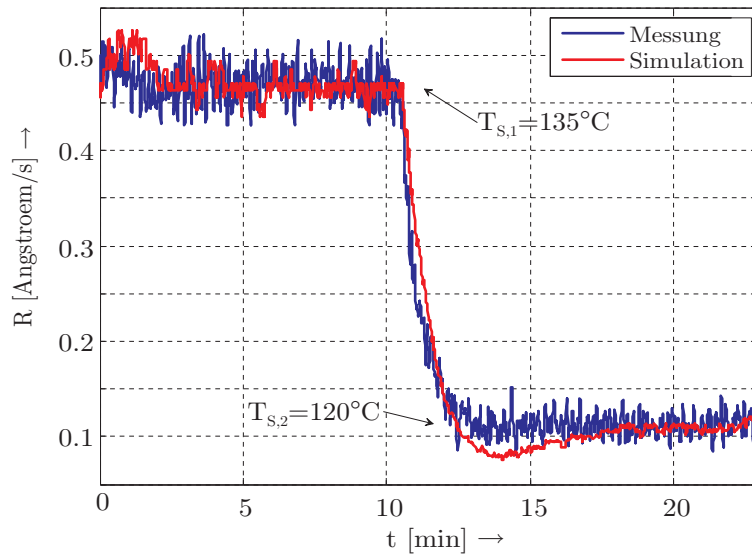


Abbildung 8.1: Vergleich Simulation/Messung (Pentazen)

Für den im folgenden Abschnitt durchgeführten Reglerentwurf dient das Modell (8.1) als Streckenmodell.

8.2 Reglerentwurf

Im ersten Schritt des Reglerentwurfs wird die statische Nichtlinearität (8.1) durch ihre inverse Funktion kompensiert. Da dies analytisch nicht möglich ist, werden die Werte der inversen Funktion vorab numerisch berechnet und in einer Tabelle abgelegt. Die

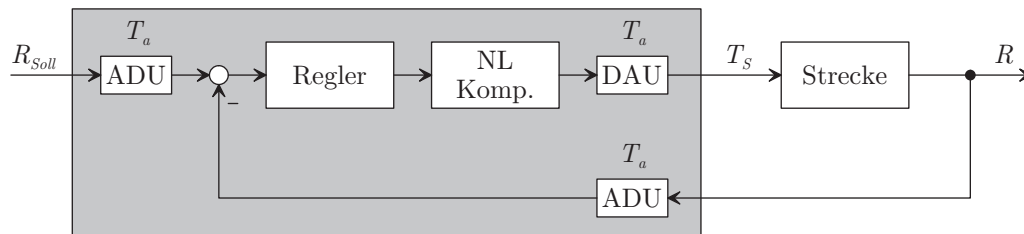


Abbildung 8.2: Abtastregelkreis

Hintereinanderschaltung von Kompensation und Strecke besitzt annähernd „ideales“

Übertragungsverhalten und ermöglicht somit den geradlinigen Entwurf eines linearen zeitinvarianten Reglers. Abbildung 8.2 zeigt den Abtastregelkreis, der an der Versuchsanlage realisiert wurde. ADU steht hier für Analog-Digital-Umsetzer, DAU für Digital-Analog-Umsetzer (Auflösung 12 *bit*).

Das dynamische Verhalten des Regelkreises soll einem System mit dominantem Polpaar [12] entsprechen, dessen Sprungantwort durch die Anstiegszeit $t_r \approx 500 \text{ s}$ und das prozentuale Überschwingen $\ddot{u} \approx 0\%$ charakterisiert ist. Für eine Abtastzeit $T_a = 5 \text{ s}$ ergibt sich aus obigen Spezifikationen die gewünschte zeitdiskrete Führungsübertragungsfunktion

$$T(z) = \frac{3.39 \cdot 10^{-4} (z + 0.98)}{(z - 0.9785 + j 0.0145) (z - 0.9785 - j 0.0145)}. \quad (8.3)$$

Daraus kann unmittelbar die gesuchte Reglerübertragungsfunktion gemäß

$$C(z) = \frac{T(z)}{1 - T(z)} = \frac{3.39 \cdot 10^{-4} (z + 0.98)}{(z - 1) (z - 0.96)} \quad (8.4)$$

berechnet werden.

8.3 Ergebnisse

Die Schichtherstellung erfolgt prinzipiell in mehreren Phasen:

1. Schließen der Proben-Blende und Öffnen der Zellen-Blende (Abb. 2.3)
2. Vorheizen der Effusionszelle bei einer Temperatur, bei der sich eventuell vorhandene Verunreinigungen im Verdampfungsgut verflüchtigen, das Verdampfungsgut selbst jedoch nicht verdampft.
3. Regelung der Aufdampfrate entsprechend Abbildung 8.2
4. Öffnen der Proben-Blende, wenn die Aufdampfrate im gewünschten Bereich¹ liegt
5. Schließen der Proben-Blende, sobald die gewünschte Schichtdicke erreicht wurde

Abbildung 8.3 zeigt den Vergleich zwischen einem gemessenen und einem simulierten Verlauf der Aufdampfrate bei Verwendung der zuvor beschriebenen Regelstrategie für die Verdampfung des Materials Pentazen.

Man beachte, dass die Abbildung lediglich die Phasen 3 und 4 der Schichtherstellung, ausgehend von der Vorheiztemperatur von 80°C darstellt. Obwohl das mathematische Modell aus stationären Betrachtungen gewonnen wurde, stimmen Messung und Simulation sehr gut überein.

Die in Abbildung 8.3 gezeigten sehr zufriedenstellende Ergebnisse können allerdings nicht mit beliebigen organischen Materialien erzielt werden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Annahme gleicher Verdampfungs- und Sensortemperatur eine sehr starke Vereinfachung darstellt und somit das Verdampfungsverhalten nicht ausreichend genau beschrieben wird.

¹Darunter ist zu verstehen, dass die Differenz zwischen Soll- und Istrate hinreichend klein ist.

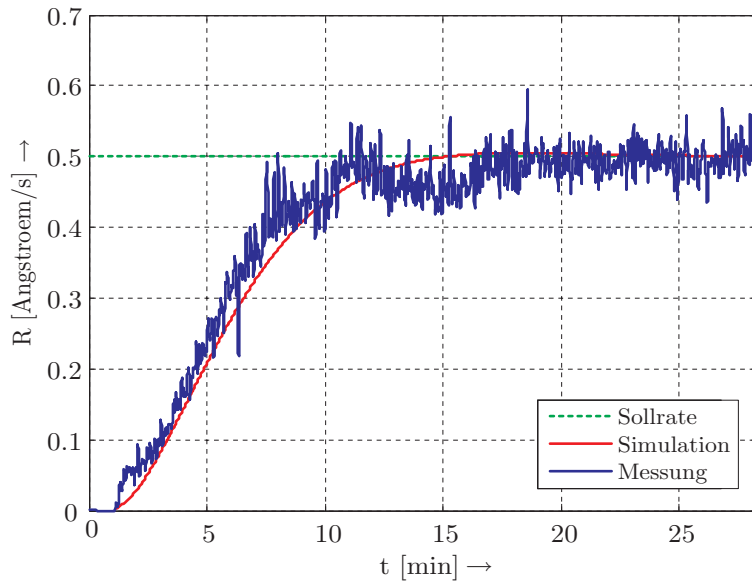


Abbildung 8.3: Regelung für Pentazen

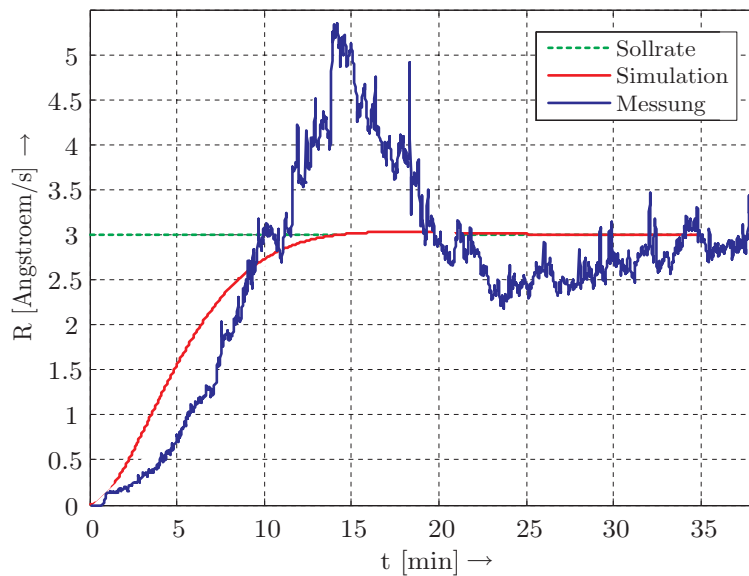


Abbildung 8.4: Regelung für Alq3

Ein Material mit „unangenehmem“ Verdampfungsverhalten ist beispielsweise Alq3. Abbildung 8.4 verdeutlicht, dass die Aufdampftrate nicht mehr dem vorgegebenen Wunschverlauf folgt. Dies wirkt sich negativ auf die Qualität der erzeugten Schicht aus. Das stark vereinfachte mathematische Modell (8.1) erweist sich in diesem Fall als nicht adäquat - es muss das vollständige mathematische Modell der Beschichtungsanlage verwendet werden.

Fazit

Für bestimmte Materialien (z.B. Pentazen, α -NPD) können mit dem vorgestellten Ansatz gute Resultate erzielt werden. Diese einfache Regelung des Verdampfungsverhal-

tens ist für dynamische Vorgaben der Aufdampftrate nur bedingt geeignet. Die Identifikation der Parameter, die für *alle* Messungen zufriedenstellende Ergebnisse liefern, ist zum einen äußerst schwierig, da diese vom Einbau des Tiegels und vom Befüllungsgrad anhängen. Zum anderen ist die Parameterbestimmung sehr zeitaufwändig, da jeweils das Auftreten stationärer Zustände abgewartet werden muss.

Kapitel 9

Exakte

Eingangs-Ausgangs-Linearisierung

In diesem Kapitel wird zunächst das Gesamtmodell aus Kapitel 7 auf ein Entwurfsmodell vereinfacht. Anschließend wird kurz die Idee der exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung beschrieben, mit deren Hilfe dann eine nichtlineare Kompensation für die Beschichtungsanlage bestimmt wird. Schließlich werden die Ergebnisse für die Regelung der Aufdampftrate vorgestellt.

9.1 Entwurfsmodell

Um den nachfolgenden Reglerentwurf zu erleichtern wird zunächst das Gesamtmodell (9.1)

$$\begin{aligned} \frac{d\mathbf{x}}{dt} &= \mathbf{f}(\mathbf{x}) + \mathbf{g}(\mathbf{u}) \ , \\ y &= c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \end{aligned} \quad (9.1)$$

aus Kapitel 7 vereinfacht. Für die nichtlinearen Funktionen $\mathbf{f}(\mathbf{x})$ und $\mathbf{g}(\mathbf{u})$ gilt

$$\mathbf{f}(\mathbf{x}) = \begin{bmatrix} f_1(\mathbf{x}) \\ f_2(\mathbf{x}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_1 x_1^4 + \alpha_2 x_2^4 + \alpha_3 (x_1 - x_2) + \alpha_4 x_1 \\ \beta_1 x_1^4 + \beta_2 x_2^4 + \beta_3 x_1 + \beta_4 x_2 + \beta_5 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \end{bmatrix} \quad (9.2)$$

bzw.

$$\mathbf{g}(\mathbf{u}) = \begin{bmatrix} g_1(\mathbf{u}) \\ g_2(\mathbf{u}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_5 u_1 + \alpha_6 u_2^4 + \alpha_7 u_3 + \alpha_8 u_4 - \alpha_4 u_2 \\ \beta_6 u_1 + \beta_7 u_3 \end{bmatrix} . \quad (9.3)$$

Die in (9.3) rot markierten Größen stellen die messtechnisch erfassbaren, fiktiven Eingangsgrößen dar. Infolge der in Kapitel 4 dargelegten Gründe werden diese nicht mathematisch nachgebildet und sollen jetzt aus der Modellbeschreibung entfernt werden. Dazu werden folgende stark vereinfachenden Annahmen getroffen:

- Die Temperatur des herstellerseitig eingebauten Sensors T_S entspricht der Verdampfungstemperatur T_V , d.h. es gilt

$$T_S \approx T_V \quad \text{bzw.} \quad u_2 \approx x_2 . \quad (9.4)$$

- Die Kammertemperatur T_K ist konstant. Somit folgt

$$u_3 = T_K^4 = \textit{konstant} . \quad (9.5)$$

- Die Blechtemperatur T_B entspricht der Tiegeltemperatur T_T , d.h. es gilt

$$T_B \approx T_T \quad \text{bzw.} \quad u_4 \approx x_1^4 \quad (9.6)$$

Unter Berücksichtigung der Annahmen (9.4) bis (9.6) können die Einflüsse der fiktiven Eingangsgrößen in die Funktion $\mathbf{f}(\mathbf{x})$ (9.2) aufgenommen werden. Das *vereinfachte Modell* mit der Eingangsgröße

$$u := u_1$$

lautet dann:

$$\begin{aligned} \frac{dx_1}{dt} &= \gamma_1 x_1^4 + \gamma_2 x_2^4 + \gamma_3 x_1 + \gamma_4 x_2 + \gamma_5 u + \gamma_6 \\ \frac{dx_2}{dt} &= \delta_1 x_1^4 + \delta_2 x_2^4 + \delta_3 x_1 + \delta_4 x_2 + \delta_5 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} + \delta_6 u + \delta_7 \\ y &= c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} . \end{aligned} \quad (9.7)$$

Die Parameter γ_i ($i = 1, \dots, 6$) und δ_j ($j = 1, \dots, 7$) werden wieder mit dem in Kapitel 7 beschriebenen Verfahren identifiziert, die Parameter für die Verdampfung c_1 und c_2 bleiben unverändert. Tabelle 9.1 listet die erhaltenen Parameterwerte für das vereinfachte Modell (im Folgenden Entwurfsmodell genannt) und die Materialien Pentazen und Alq3 auf.

	Pentazen	Alq3		Pentazen	Alq3
γ_2	$1.64 \cdot 10^{-11}$	$-1.1 \cdot 10^{-10}$	δ_2	$5.2 \cdot 10^{-11}$	$3.2 \cdot 10^{-11}$
γ_3	0	$-2.5 \cdot 10^{-11}$	δ_3	$-5.1 \cdot 10^{-11}$	$-2.0 \cdot 10^{-11}$
γ_5	$-1.0 \cdot 10^{-2}$	$-1.1 \cdot 10^{-1}$	δ_5	$7.8 \cdot 10^{-4}$	$2.2 \cdot 10^{-3}$
γ_6	$1.33 \cdot 10^{-3}$	$1.6 \cdot 10^{-1}$	δ_6	0	$-2.5 \cdot 10^{-3}$
γ_1	$2.1 \cdot 10^{-2}$	$4.3 \cdot 10^{-3}$	δ_7	$-8.48 \cdot 10^9$	$-1.6 \cdot 10^9$
γ_4	3.15	-7.69	δ_1	$6.3 \cdot 10^{-2}$	$3.7 \cdot 10^{-2}$
			δ_4	-1.31	-1.77

	Pentazen	Alq3
c_1	$3.0 \cdot 10^4$	$2.29 \cdot 10^3$
c_2	$1.5 \cdot 10^4$	$1.4 \cdot 10^4$

Tabelle 9.1: Parameter für Pentazen und Alq3 (Entwurfsmodell)

Ein Vergleich zwischen den Simulationsergebnissen bei Verwendung des Gesamtmodells bzw. des Entwurfsmodells ist in den Abbildungen 9.1 und 9.2 für Pentazen ersichtlich. Bei langsamen Änderungen der Rate (Versuch 1) treten nur geringe Unterschiede auf, bei schnelleren Änderungen (Versuch 2) ist ein größerer Unterschied zu erkennen. Die prinzipielle Charakteristik des Verlaufes der Aufdampfrate wird aber dennoch zufriedenstellend nachgebildet.

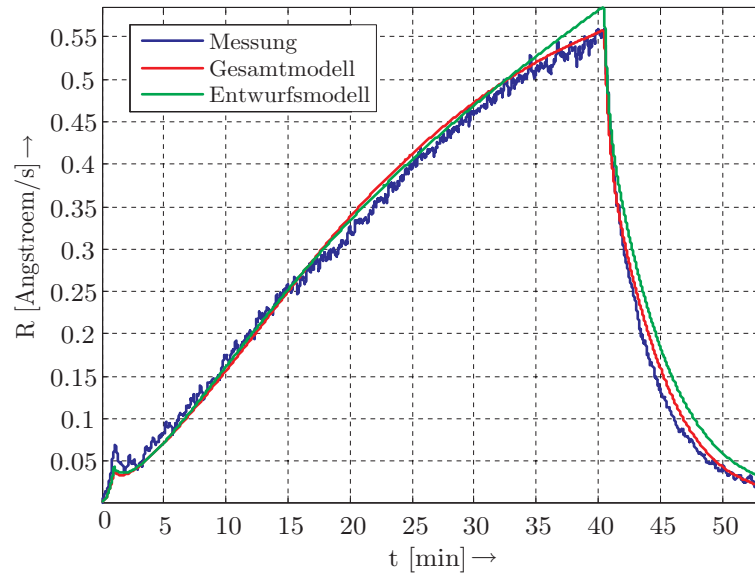


Abbildung 9.1: Vergleich zwischen Gesamt- und Entwurfsmodell (Pentazen, Versuch 1)

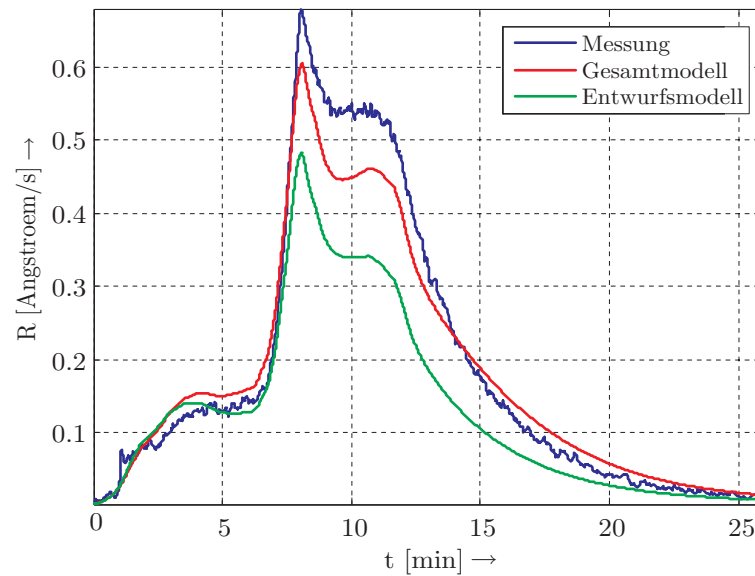


Abbildung 9.2: Vergleich zwischen Gesamt- und Entwurfsmodell (Pentazen, Versuch 2)

Abbildungen 9.3 und 9.4 zeigen den Vergleich zwischen dem Gesamt- und dem Entwurfsmodell für Alq₃. Auch hier ist die Übereinstimmung bei langsamen Änderungen

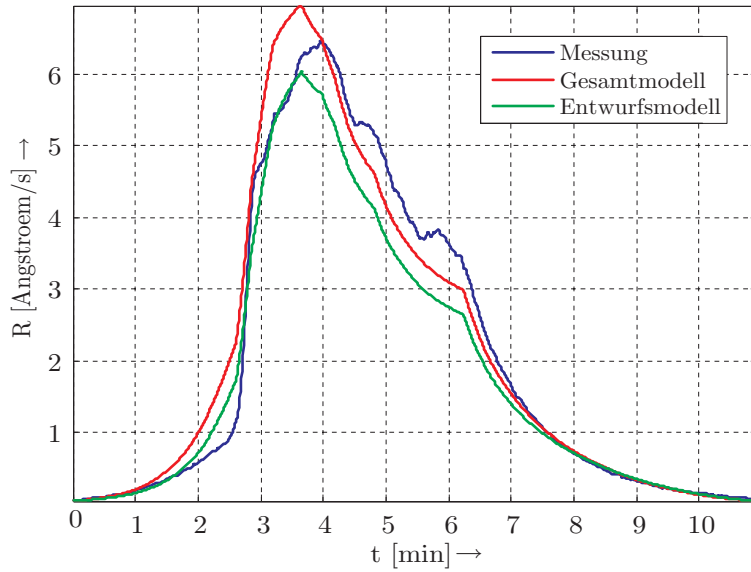


Abbildung 9.3: Vergleich zwischen Gesamt- und Entwurfsmodell (Alq3, Versuch 1)

(Versuch 1) der Aufdampfrate deutlich besser als bei schnelleren Änderungen (Versuch 2). Obwohl bei der Reduktion des Gesamtmodells erhebliche Vereinfachungen getroffen wurden, wird in allen Fällen der prinzipielle Verlauf der Aufdampfrate zufriedenstellend nachgebildet.

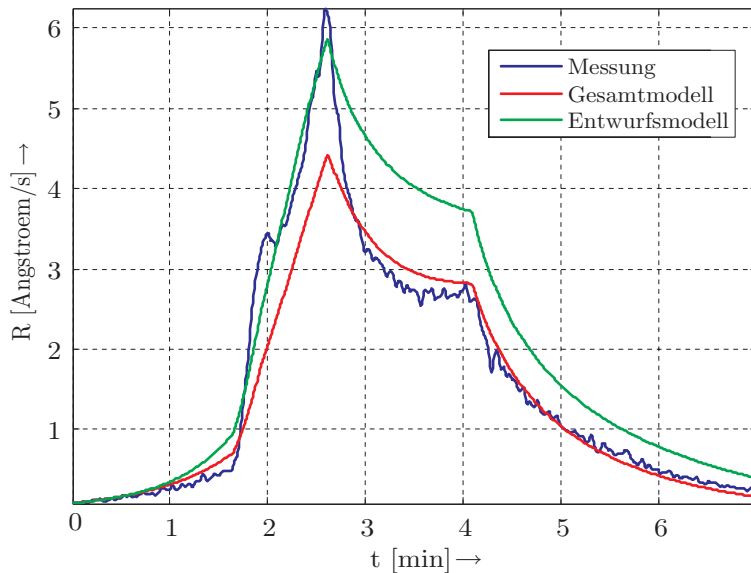


Abbildung 9.4: Vergleich zwischen Gesamt- und Entwurfsmodell (Alq3, Versuch 2)

9.2 Grundlegende Idee der Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung

Die grundlegende Idee der Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung [15, 26] soll hier am Beispiel eines eingangsaffinen Systems der Ordnung n mit dem Zustandsvektor \mathbf{x} , einer skalaren Eingangsgröße u und einer skalaren Ausgangsgröße y kurz erläutert werden. Die Vorgangsweise ist prinzipiell auch auf allgemeinere nichtlineare Systeme erweiterbar.

Von der Regelstrecke

$$\begin{aligned}\frac{d\mathbf{x}}{dt} &= \mathbf{a}(\mathbf{x}) + \mathbf{b}(\mathbf{x}) u \\ y &= c(\mathbf{x})\end{aligned}$$

wird angenommen, dass sie den relativen Grad ρ besitzt. Das bedeutet, dass in der ρ -ten zeitlichen Ableitung der Ausgangsgröße y die Eingangsgröße u erstmals explizit auftritt. Unter der Verwendung der sogenannten Lie-Ableitung

$$L_{\mathbf{a}} c(\mathbf{x}) = \frac{\partial c}{\partial \mathbf{x}} \mathbf{a}(\mathbf{x}) \quad (9.8)$$

und der k -ten Lie-Ableitung

$$L_{\mathbf{a}}^k c(\mathbf{x}) = L_{\mathbf{a}} (L_{\mathbf{a}}^{k-1} c(\mathbf{x})) \quad \text{mit} \quad L_{\mathbf{a}}^0 c(\mathbf{x}) = c(\mathbf{x}) \quad (9.9)$$

gilt

$$\frac{d^\rho y}{dt^\rho} = L_{\mathbf{a}}^\rho c(\mathbf{x}) + L_{\mathbf{b}} (L_{\mathbf{a}}^{\rho-1} c(\mathbf{x})) u .$$

Mit der Wahl

$$\frac{d^\rho y}{dt^\rho} \stackrel{!}{=} v$$

folgt für die Eingangsgröße des nichtlinearen Systems

$$u = \frac{1}{L_{\mathbf{b}} (L_{\mathbf{a}}^{\rho-1} c(\mathbf{x}))} (-L_{\mathbf{a}}^\rho c(\mathbf{x}) + v) .$$

Die neue Größe v stellt die Eingangsgröße der Strecke mit Kompensation („kompensierte Strecke“) dar. Das Eingangs-Ausgangs-Verhalten der kompensierten Strecke lautet

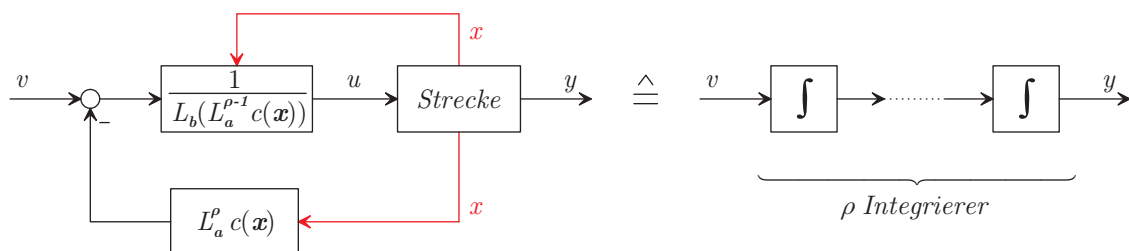


Abbildung 9.5: Strecke mit Kompensation (kompensierte Strecke)

Abbildung 9.5 entspricht einer Integratorkette mit ρ Integrierern. Für die Berechnung der Kompensation ist offensichtlich die Kenntnis des Zustandsvektors \mathbf{x} erforderlich.

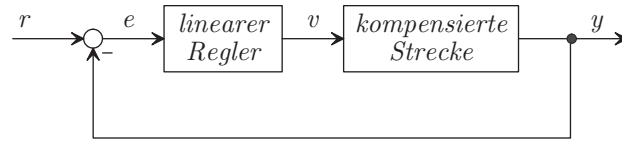


Abbildung 9.6: Regelkreis mit kompensierter Strecke

Zur Regelung des so entstandenen linearen Systems mit der Eingangsgröße v und der Ausgangsgröße y kann im vorliegenden Fall ein PI-Regler nach Abbildung 9.6 verwendet werden. Dieser Regler gewährleistet die robuste stationäre Genauigkeit des Regelkreises.

9.3 Anwendung auf die Beschichtungsanlage

Die Ausgangsgröße der Beschichtungsanlage ist mit

$$y = c_1 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} \quad (9.10)$$

gegeben. Bereits in der ersten zeitlichen Ableitung, also

$$\frac{dy}{dt} = -\frac{c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2}} (-2c_2 + x_2)}{2x_2^{\frac{5}{2}}} \left(\delta_1 x_1^4 + \delta_2 x_2^4 + \delta_3 x_1 + \delta_4 x_2 + \delta_5 \frac{e^{-\frac{c_2}{x_2}}}{\sqrt{x_2}} + \delta_6 u + \delta_7 \right)$$

tritt die Eingangsgröße u explizit auf, der relativer Grad ist somit $\rho = 1$. Aus der Forderung

$$\frac{dy}{dt} \stackrel{!}{=} v$$

erhält man die mathematische Vorschrift zur Berechnung von u (siehe \mathbf{y}_p und \mathbf{U} in Anhang A).

Die interne Dynamik der kompensierten Strecke besitzt die Ordnung $n - \rho = 1$ und muss nun weiter untersucht werden. Dazu wird zunächst die Nulldynamik bestimmt („Ausgangsnullung“, d.h. $y = 0$ und $\frac{dy}{dt} = 0$ gefordert. Infolgedessen muss laut Beziehung (9.10) die zweite Zustandsgröße verschwinden. Für die Nulldynamik folgt laut Anhang A

$$\delta_6 \frac{dx_1}{dt} = (\gamma_3 \delta_6 - \gamma_5 \delta_3) x_1 + (\gamma_1 \delta_6 - \gamma_5 \delta_1) x_1^4 + (\gamma_6 \delta_6 - \gamma_5 \delta_7) \quad (9.11)$$

Nach Berechnung der Ruhelagen von (9.11) und anschließender Variablen-Transformation

$$x_1 = x_{RL} + \Delta x_1$$

folgt eine Differentialgleichung für die Auslenkungen Δx_1 aus der Ruhelage x_{RL} (siehe NulldynamikRL0 in Anhang A). Bei Ansatz einer quadratischen Ljapunov-Funktion

$$V(\Delta x_1) = \frac{1}{2} \Delta x_1^2$$

ergibt sich die in Abbildung 9.7 dargestellte zeitliche Ableitung $\frac{dV}{dt}$. Die Nulldynamik ist somit asymptotisch stabil.

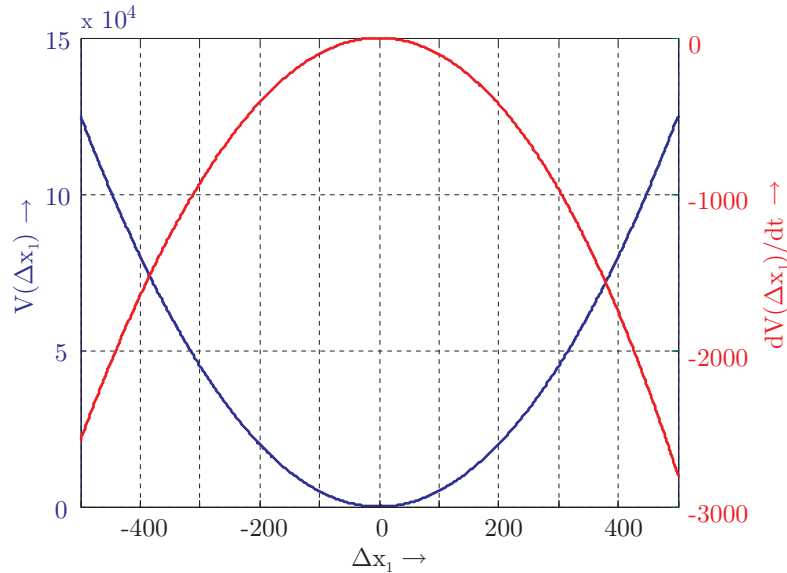


Abbildung 9.7: Ljapunov-Funktion zur Nulldynamik

9.4 Ergebnisse

Für die Regelung der Aufdampfrate, d.h. $y = R$, wird die oben angegebene nichtlineare Kompensation und ein linearer Regler (hier ein PI-Regler) verwendet. Die Parameter des PI-Reglers mit der Übertragungsfunktion

$$C(s) = K_P + \frac{K_I}{s} \quad (9.12)$$

wurden durch Simulationen so bestimmt, dass die Stellgröße nur kurzzeitig in die Begrenzung geht, wenn typische Verläufe der Aufdampfrate vorgegeben werden. Die so erhaltenen Reglerparameter sind in Tabelle 9.2 angegeben. An der Beschichtungsanlage

	Pentazen	Alq3
K_P	$5 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$
K_I	$2 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$

Tabelle 9.2: Reglerparameter (EA-Linearisierung)

wurde die zeitdiskrete Realisierung

$$u_i = u_{i-1} + K_P e_i + (K_I T_a - K_P) e_{i-1}$$

der Übertragungsfunktion (9.12) implementiert, wobei T_a die Abtastzeit, u_i die Stellgröße und e_i den Regelfehler zum Zeitpunkt $t = iT_a$ symbolisierten [9]. Als Anti-Windup-Maßnahme wird der Integralanteil bei Erreichen des Stellgrößenmaximums angehalten.

Zur Generierung der Solltrajektorie für die Ausgangsgröße werden bereits in Hinblick auf die flachheitsbasierte Folgeregelung (Kapitel 10) spezielle Funktionsverläufe gewählt. Bei einem Wechsel des Arbeitspunktes von $y(t=0) = y_0$ zu $y(t=t_1) = y_1$ wird

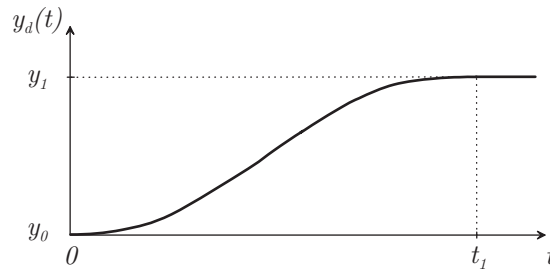


Abbildung 9.8: Solltrajektorie für die Ausgangsgröße y

eine k -mal stetig differenzierbare Funktion (Solltrajektorie y_d) vorgegeben. Hierbei symbolisiert t_1 die Übergangszeit zwischen den beiden Arbeitspunkten. Die einfachste Form solch einer Funktion repräsentiert der Polynomansatz [31]

$$y_d(t) = y_0 + (y_1 - y_0) \sum_{i=k+1}^{2k+1} p_i \left(\frac{t}{t_1} \right)^i . \quad (9.13)$$

Damit die Solltrajektorie den in Abbildung 9.8 dargestellten glatten Verlauf aufweist, müssen die Parameter p_i so bestimmt werden, dass die ersten k Ableitungen von y_d an den Zeitpunkten $t = 0$ und $t = t_1$ verschwinden. Die Variable k wird hier gleich der Systemordnung $n = 2$ gesetzt.

Wie die Ergebnisse für Pentazen (Abb. 9.9) und Alq3 (Abb. 9.10) zeigen, kann mit Hilfe der Eingangs-Ausgangs-Linearisierung für beide Materialien ein sehr gutes Regelverhalten erzielt werden.

Fazit

Im Vergleich zur händischen Einstellung der Aufdampfrate (Abb. 1.2 und 1.3) führt bereits die einfache Regelung laut Kapitel 8 zu viel besseren Ergebnissen (Abb. 8.3 und 8.4). Die vereinfachende Annahme stationärer Verhältnisse resultiert aber z.B. für Alq3 in einem unzulänglichen dynamischen Verhalten.

Im Gegensatz dazu ist die exakte Eingangs-Ausgangs-Linearisierung sehr gut geeignet, eine Regelung zu entwerfen, mit der auch dynamische Vorgaben der Aufdampfrate erfüllt werden können. Auch die Verdampfung von Alq3 stellt kein Problem dar.

Der Nachteil dieser Methode besteht in der notwendigen Kenntnis der Zustandsvariablen x_1 und x_2 , die durch zusätzliche Sensoren in der Zelle messtechnisch erfasst werden. In den zurzeit am Markt befindlichen „Seriengeräten“ ist jedoch solch eine Sensorik nicht enthalten.

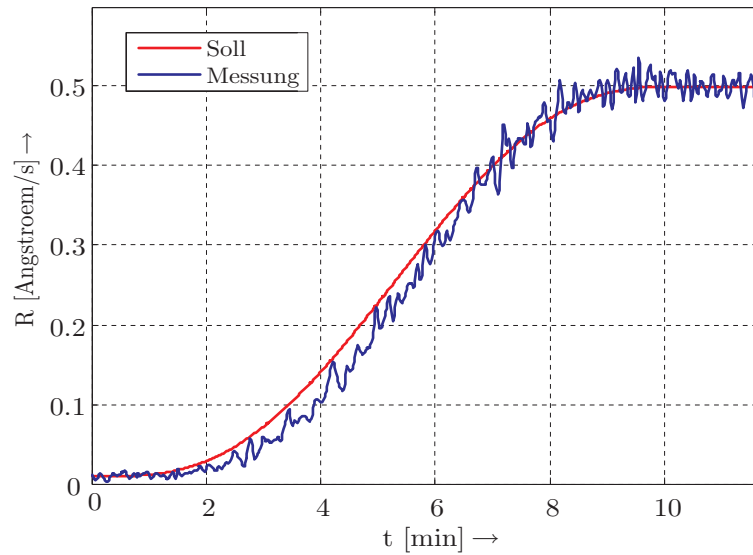


Abbildung 9.9: Ergebnisse EA-Linearisierung (Pentazen)

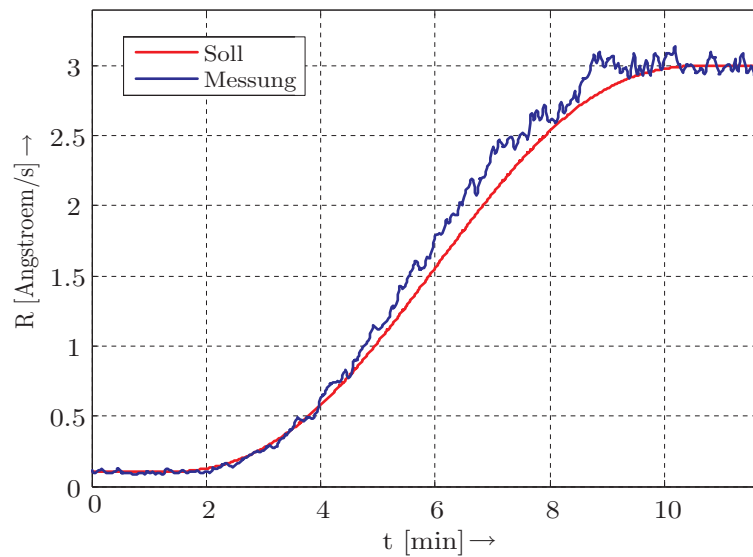


Abbildung 9.10: Ergebnisse EA-Linearisierung (Alq3)

Im folgenden Kapitel 10 wird mit dem Entwurf einer flachheitsbasierten Folgeregelung eine Methode angegeben und erprobt, bei der die Kenntnis der Zustandsvariablen nicht mehr nötig ist.

Kapitel 10

Flachheitsbasierte Folgeregelung

Für den Entwurf der flachheitsbasierten Folgeregelung wird wieder das Entwurfsmodell aus Kapitel 9.1 verwendet. Nach der kurzen Beschreibung der grundlegenden Idee der flachheitsbasierten Folgeregelung erfolgt die Anwendung auf das Modell der Beschichtungsanlage.

10.1 Grundlegende Idee der flachheitsbasierten Folgeregelung

Als Regelstrecke wird ein nichtlineares Modell der Ordnung n mit dem Zustandsvektor \mathbf{x} , der skalaren Eingangsgröße u und der skalaren Ausgangsgröße y der Form

$$\begin{aligned}\frac{d\mathbf{x}}{dt} &= \mathbf{f}(\mathbf{x}, u) , \\ y &= h(\mathbf{x}, u)\end{aligned}\tag{10.1}$$

betrachtet. Das Modell (10.1) heißt differentiell flach, wenn es einen (fiktiven) Ausgang z gibt, sodass für den dazugehörigen relativen Grad $\rho_z = n$ gilt [6, 7, 11, 22]. Mit Hilfe des flachen Ausgangs können alle Zustandsgrößen \mathbf{x} , der reale Ausgang y und der Eingang u differenziell parametrisiert, d.h. nur aus dem flachen Ausgang und dessen zeitlichen Ableitungen gebildet, werden. Die Parametrierung der Zustandsgrößen benötigt im Allgemeinen die ersten $n - 1$ zeitlichen Ableitungen

$$\mathbf{x} = \Psi_x(z, \dot{z}, \ddot{z}, \dots, z^{(n-1)}) ,$$

die Parametrierung der Eingangsgröße die ersten n zeitlichen Ableitungen

$$u = \Psi_u(z, \dot{z}, \ddot{z}, \dots, z^{(n)})$$

und die Parametrierung der Ausgangsgröße die ersten $n - \rho$ zeitlichen Ableitungen des flachen Ausgangs z

$$y = \Psi_y(z, \dot{z}, \ddot{z}, \dots, z^{(n-\rho)}) ,$$

wobei ρ der relative Grad bei Annahme der Ausgangsgröße y ist. Alle mathematischen Berechnungsvorschriften Ψ_x , Ψ_u und Ψ_y werden nur aus den Ableitungen des flachen Ausgangs z und den Systemdaten \mathbf{f} und h gebildet.

Nach der Vorgabe einer glatten Solltrajektorie z_d für den flachen Ausgang wie in Kapitel 9.4 beschrieben, kann über die Parametrierung der Eingangsgröße Ψ_u die Eingangsgröße u_d für eine Vorsteuerung berechnet werden. Da die Anfangswerte der Strecke nicht bekannt sind und externe Störungen auf die Regelstrecke wirken, ist die Erweiterung zur flachheitsbasierten Folgeregelung mit Vorsteuerung laut Abbildung 10.1 sinnvoll. Zusätzlich treten beim realen Betrieb der Strecke nur mit der Vorsteuerung

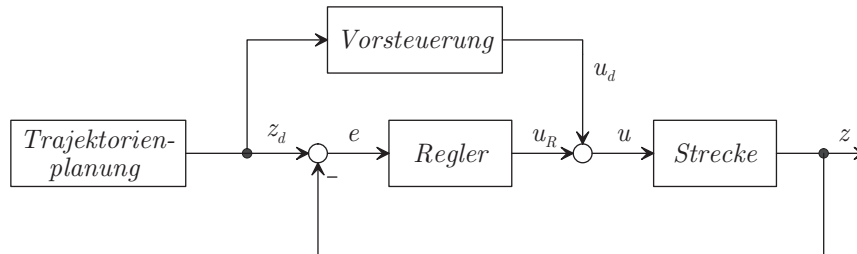


Abbildung 10.1: Flachheitsbasierte Folgeregelung mit Vorsteuerung

Abweichungen durch Modellunsicherheiten und nicht modellierte Effekte auf. Für die Regelung wird nur der flache Ausgang z verwendet, die messtechnische Erfassung der Zustandsgrößen ist nicht erforderlich. Soll dennoch der Zustandsvektor \mathbf{x} zur Regelung verwendet werden, ist eine zusätzliche Umrechnung der Solltrajektorie für den flachen Ausgang z_d in die Solltrajektorien der Zustandsgrößen \mathbf{x}_d über die Zustandsparametrierung Ψ_x erforderlich.

10.2 Anwendung auf die Beschichtungsanlage

Die Ausgangsgröße y der Beschichtungsanlage entspricht keinem flachen Ausgang, da schon nach der ersten zeitlichen Ableitung die Stellgröße u auftritt (siehe Kapitel 9), für den relativen Grad gilt

$$\rho = 1 < n = 2 .$$

Im vorliegenden Fall darf in $\frac{dz}{dt}$ die Größe u nicht erscheinen. Aus diesem Grund ist folgender Ansatz für einen flachen Ausgang z naheliegend:

$$z := \delta_6 x_1 - \gamma_5 x_2 . \quad (10.2)$$

Da erst bei der zweiten zeitlichen Ableitung von z die Eingangsgröße u explizit aufscheint (siehe Anhang B), entspricht z einer flachen (fiktiven) Ausgangsgröße.

Nach der Vorgabe einer glatten Solltrajektorie y_d für die reale Ausgangsgröße kann über die interne Dynamik die dazugehörige Solltrajektorie für den flachen Ausgang berechnet werden. Aus dieser folgt über die Eingangsparametrierung Ψ_u der Sollverlauf für die Stellgröße u_d (Vorsteuerung, Abb. 10.2). Die Vorsteuerung wird um eine zusätzliche Regelung der realen Ausgangsgröße y ergänzt, die die zusätzliche Stellgröße u_R liefert.

Die praktische Realisierung dieser Regelstrategie ist jedoch nicht nach dem eben vorgestellten geradlinigen Weg möglich, da die Parametrierungen der Zustandsgrößen durch

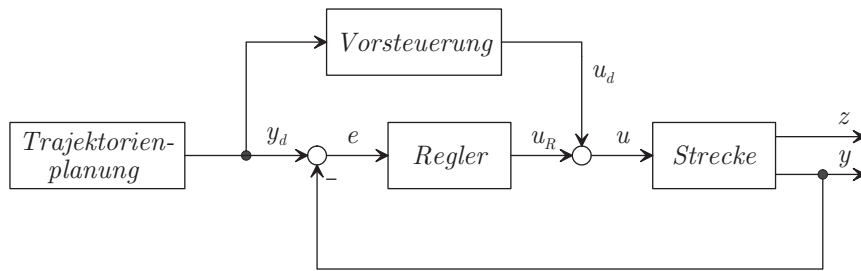


Abbildung 10.2: Flachheitsbasierte Folgeregelung für y mit Vorsteuerung

implizite Gleichungen gegeben sind. Es gilt

$$0 = \Psi_x(z, x_1, x_2) ,$$

$$u = \Psi_u(\ddot{z}, x_1, x_2) , \tag{10.3}$$

$$0 = \Psi_y(z, \dot{z}, x_2, y) \tag{10.4}$$

laut Anhang B. Die Berechnung der Stellgröße u_d erfolgt somit in mehreren Schritten:

1. Vorgabe einer glatten Solltrajektorie y_d für die Ausgangsgröße
2. Berechnung der Solltrajektorie $x_{2,d}$ für die zweite Zustandsvariable aus der Ausgangsgleichung (9.10)
3. Berechnung der Solltrajektorie z_d für den flachen Ausgang über die aus Beziehung (10.4) folgende Differentialgleichung für z
4. Berechnung der ersten Zustandsvariable aus Definition (10.2) des flachen Ausgangs
5. Berechnung des Sollverlaufes u_d der Stellgröße mit Hilfe von Relation (10.3)

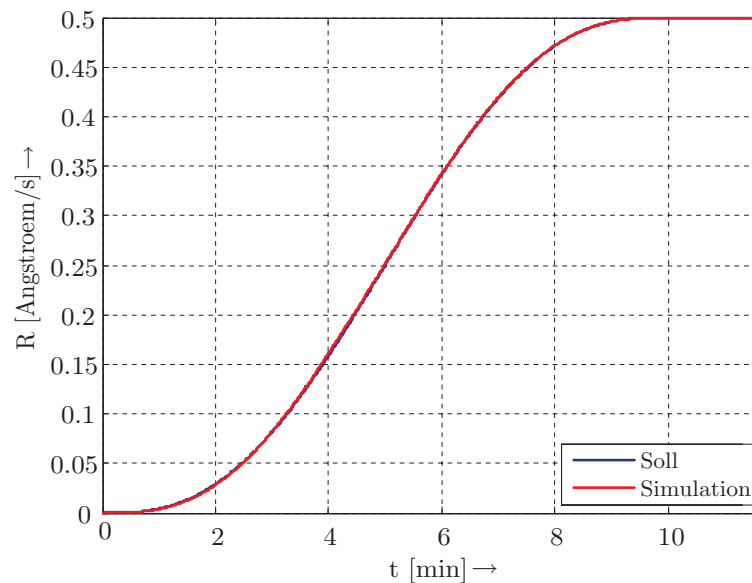


Abbildung 10.3: Vergleich Vorgabe/Simulation der Ausgangsgröße y (Pentazen)

Abbildung 10.3 zeigt den Vergleich zwischen dem vorgegebenen und dem simulierten, nahezu deckungsgleichen Verlauf für die Ausgangsgröße y bei geeigneter Wahl der Anfangszustände.

Zur Dimensionierung des hier verwendeten PI-Reglers wird zuerst die Regelstrecke um eine typische Solltrajektorie, wie exemplarisch in Abbildung 10.3 dargestellt, linearisiert und das jeweils dazugehörige Bode-Diagramm gezeichnet (Abb. 10.4).

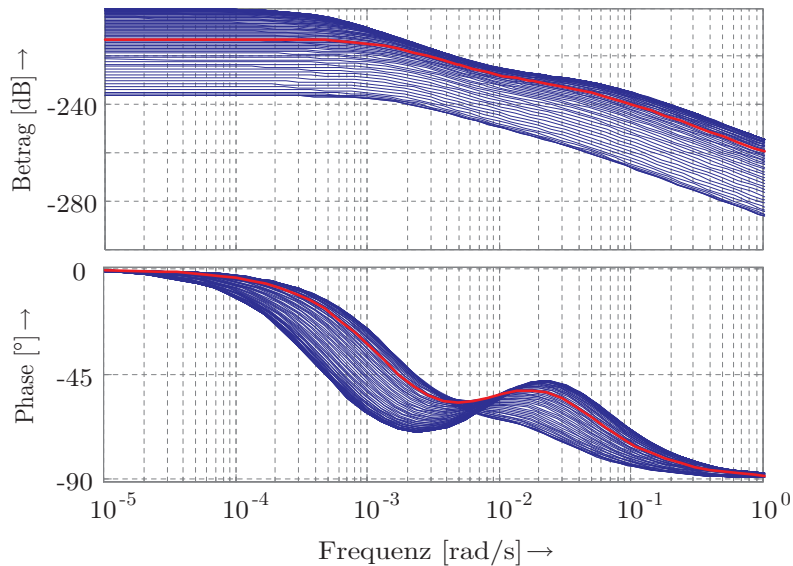


Abbildung 10.4: Bode-Diagramm der linearisierten Regelstrecke (Pentazen)

Aus all den gezeichneten Bode-Diagrammen wird ein „repräsentativer mittlerer“ Verlauf entnommen (rot in Abb. 10.4). Für Pentazen folgt die Übertragungsfunktion

$$G_{\text{Pentazen}}(s) = \frac{1.0614 \cdot 10^{-13} (s + 0.0107)}{(s + 0.001274)(s + 0.03704)} ,$$

für Alq3

$$G_{\text{Alq3}}(s) = \frac{7.0363 \cdot 10^{-13} (s + 0.1976)}{(s + 0.217)(s + 0.02251)} .$$

Der PI-Regler mit der Übertragungsfunktion (9.12) wird nun mit dem Frequenzkennlinienverfahren so entworfen, dass das dynamische Verhalten des Regelkreises, dem eines Systems mit dominantem Polpaar entspricht [12]. Die Sprungantwort soll hierbei die Anstiegszeit $t_r \approx 50 \text{ s}$ und ein prozentuales Überschwingen $\ddot{u} \approx 0\%$ aufweisen. Die zeitdiskrete Reglerrealisierung erfolgt wie in Kapitel 9.4 mit den Parametern laut Tabelle 10.1.

	Pentazen	Alq3
K_P	24.9	3.13
K_I	1.03	0.15

Tabelle 10.1: Reglerparameter (flachheitsbasierte Regelung)

10.3 Ergebnisse

Abbildungen 10.5 bis 10.6 zeigen die mit der flachheitsbasierten Folgeregelung erzielten Verläufe der Aufdampfrate $R = y$ bei Verwendung von Pentazen. Die erzielten Verläufe stimmen mit den vorgegebenen Verläufen sehr gut überein.

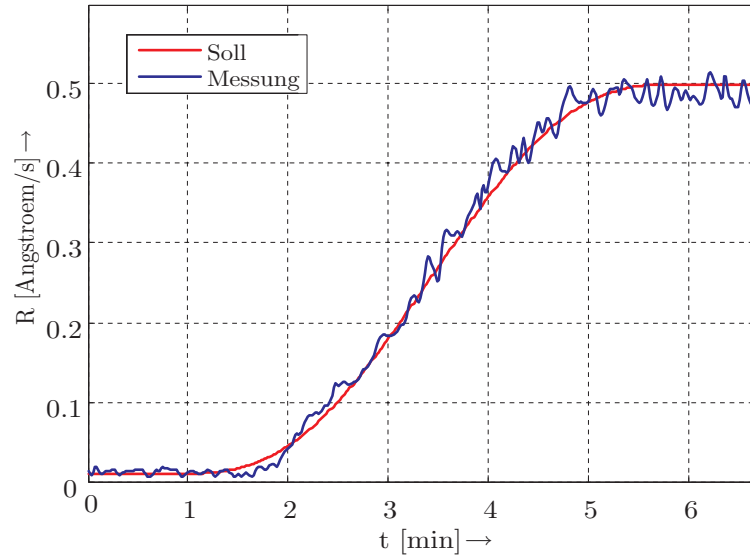


Abbildung 10.5: Ergebnisse flachheitsbasierte Folgeregelung (Pentazen)

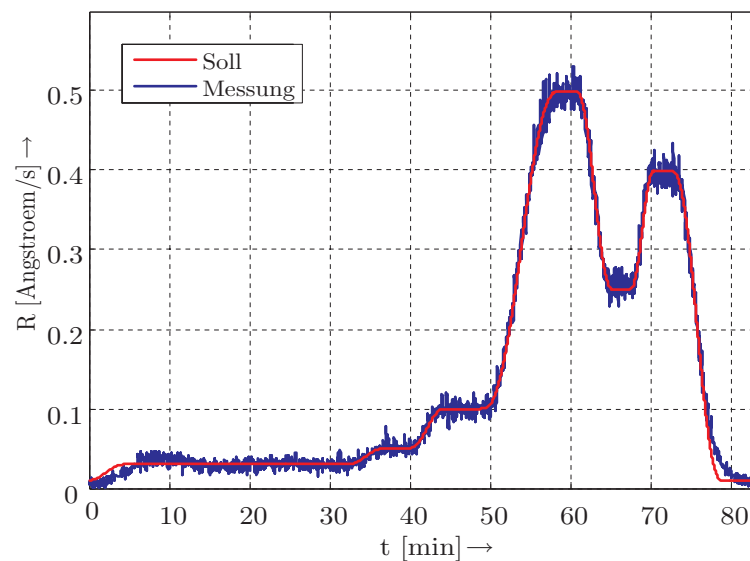


Abbildung 10.6: Ergebnisse flachheitsbasierte Folgeregelung (Pentazen)

Wird Alq3 verwendet, treten bei kleinen Aufdampfraten etwas größere Abweichungen zwischen den gewünschten und tatsächlichen Verläufen auf (Abb. 10.7). Dies liegt zum einen an der Wahl einer sehr kleinen Transitionszeit (hier 300 s) zwischen den Arbeitspunkten. Zum anderen wurde das Entwurfsmodell so bestimmt, dass die Aufdampfrate im Bereich zwischen 2 bis 5 Angström pro Sekunde gut durch das mathematische Modell nachgebildet werden kann. Im Bereich kleinerer Raten ist die Nachbildung etwas

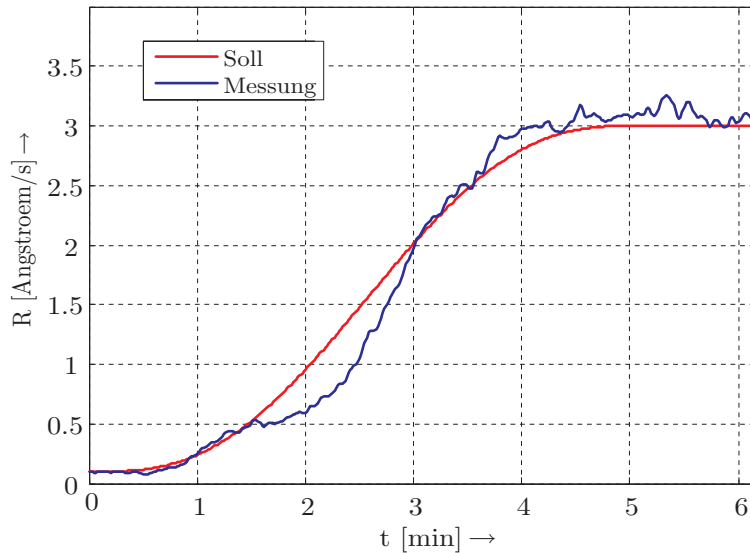


Abbildung 10.7: Ergebnisse flachheitsbasierte Folgeregelung (Alq3)

schlechter. Dies verdeutlicht auch Abbildung 10.8, in der ein „terrassenförmiger“ Ver-

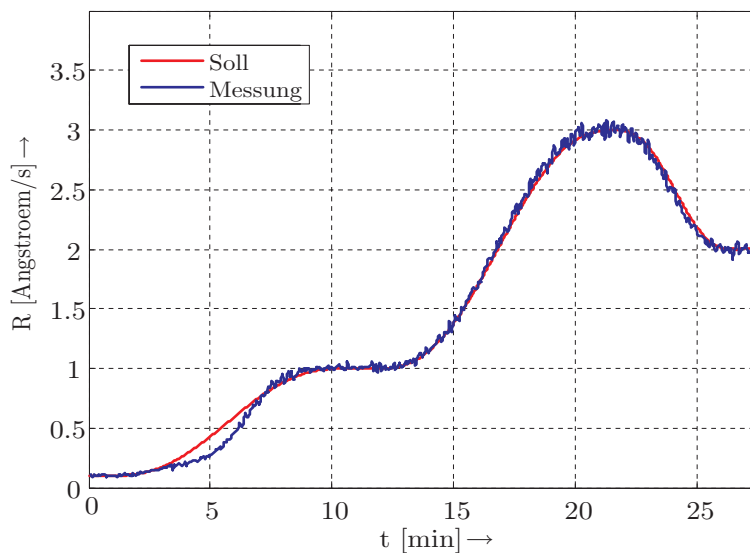


Abbildung 10.8: Ergebnisse flachheitsbasierte Folgeregelung (Alq3)

lauf für die Aufdampfrate vorgegeben wurde. Nur bei – für die Verdampfung von Alq3 – kleinen Aufdampfraten ist kurzzeitig eine etwas größere Abweichung vom Sollverlauf ersichtlich. Bei höheren Aufdampfraten ist die Übereinstimmung zwischen der Vorgabe und dem erhaltenen Verlauf wieder sehr gut.

Fazit

Die hier vorgestellte flachheitsbasierte Folgeregelung ist für die Regelung der Aufdampfrate hervorragend geeignet. Sie liefert im Vergleich mit dem händischen Betrieb der Anlage sowie den anderen hier vorgestellten Regelungsmethoden mit Abstand die besten Ergebnisse. Zur Realisierung der Regelung ist keine zusätzliche Messung der Tiegeltemperatur $T_T = x_1$ bzw. der Temperatur des Verdampfungsgutes $T_V = x_2$ erforderlich. Als einzige Systemgröße müssen der Heizstrom $i_{\text{Heiz}} = \sqrt{u}$ und die Aufdampfrate $R = y$ messtechnisch erfasst werden. Alle restlichen Systemgrößen werden mit Hilfe des entwickelten mathematischen Modells berechnet.

Als Nachteil dieser Methode ist der hohe Rechenaufwand zur Bestimmung des Sollverlaufes für die Stellgröße u_d zu nennen. Die Implementierung in LabView stellt kein Problem dar, für eine Realisierung direkt in der Anlagensteuerung müssten aber die Berechnungsvorschriften noch weiter vereinfacht werden.

10.4 Herstellung von organischen Dünnschichttransistoren

Die Herstellung von organischen Dünnschichttransistoren (OTFTs) stellt einen Anwendungsfall für die entworfene flachheitsbasierte Folgeregelung der Aufdampfrate dar. Für die Transistoren wird hier die „bottom gate, top contact“-Bauweise laut Abbildung 10.9 verwendet. Die Gate-Elektrode wird durch das Silizium-Substrat (Si) gebildet, das Di-

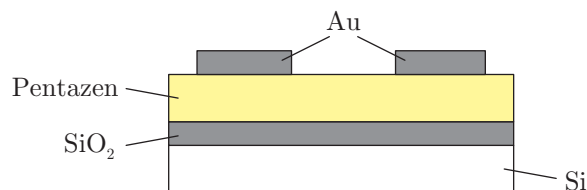


Abbildung 10.9: Struktur eines organischen Dünnschichttransistors

elektrikum für den Transistor besteht aus Siliziumdioxid (SiO_2). Die ersten 10 nm der Pentazen-Schicht werden mit einer Rate von 0.03 \AA/s aufgebracht, anschließend wird die Rate auf 0.1 bzw. 0.2 \AA/s gesteigert. Mit Hilfe der Elektronenstrahlverdampfung wird abschließend zur Herstellung der Source- und Drain-Elektrode Gold (Au) durch eine Schattenmaske aufgedampft.

Zum Aufbringen dieser Schicht wurden zwei unterschiedliche Vorgangsweisen gewählt:

1. Probe: händisches Einstellen der Aufdampfrate
2. Probe: Aufdampfen mit dem vorgestellten Regelungskonzept

Abbildung 10.10 zeigt Aufnahmen eines Rasterkraftmikroskops der Pentazen-Schichten. Da sich die Ladungsträger zwischen Source- und Drain-Elektrode quer durch die Schichten bewegen, ist eine geringe Anzahl von Korngrenzen, d.h. große Keime im Bild des Rasterkraftmikroskops, wünschenswert.

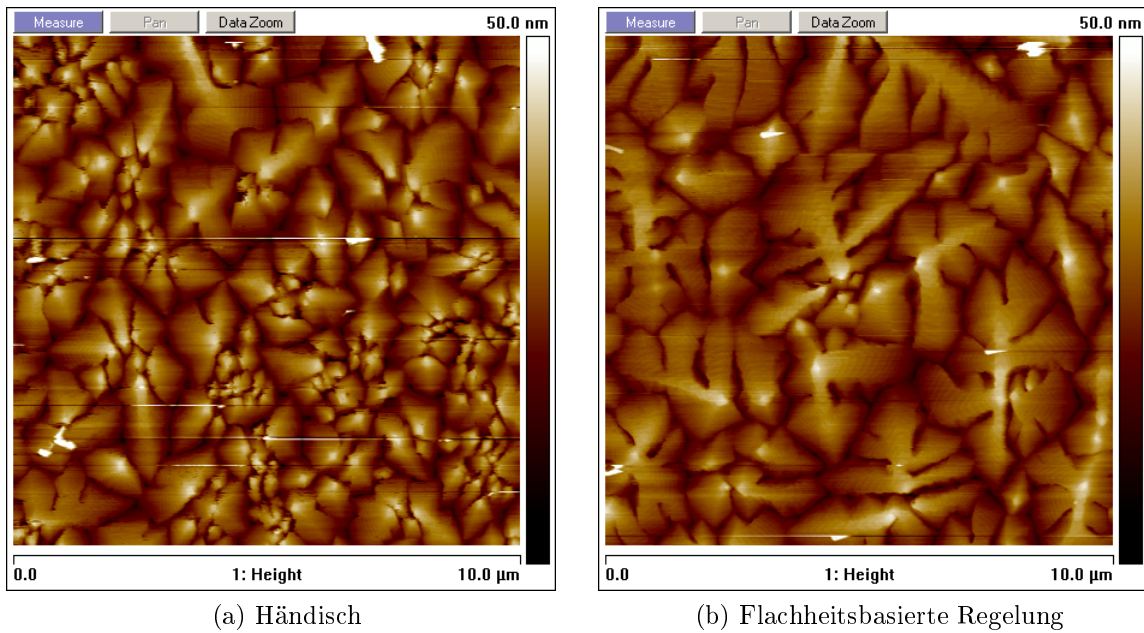


Abbildung 10.10: Pentazen auf Siliziumoxid

Probe 1 weist eine, im Vergleich zur Probe 2 wesentlich größere Anzahl kleiner Keime auf. Diese entstehen aufgrund der beim händischen Einstellen stärker schwankenden Aufdampfrate während der Schichtherstellung.

Zum weiteren Qualitätsnachweis der „geregelt“ hergestellten Schicht (2.Probe) sind in Abbildung 10.11 die Ausgangskennlinien der beiden Transistoren angegeben.

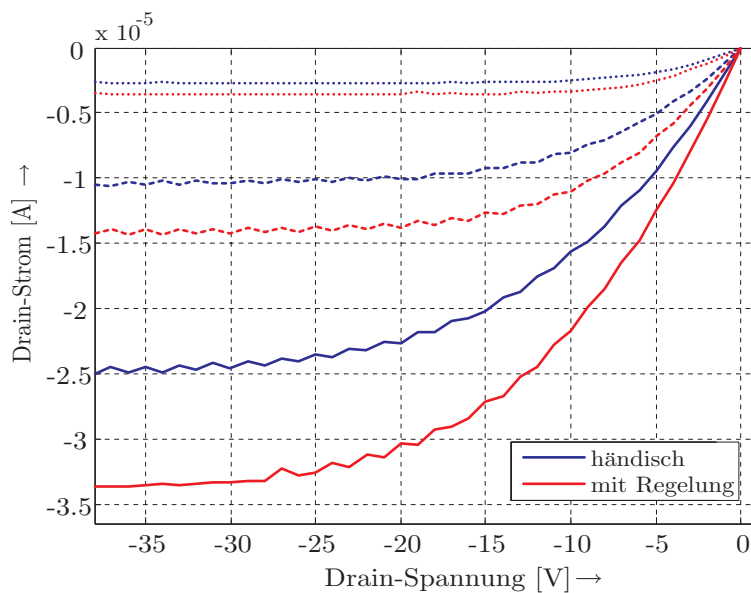


Abbildung 10.11: Vergleich der Ausgangskennlinienfelder

Die Kennlinien der händisch hergestellten Transistoren sind in Abbildung 10.11 blau dargestellt, die Kennlinien der mit der flachheitsbasierten Regelung gefertigten Transistoren (2.Probe) rot. Die Drain-Ströme sind jeweils für drei verschiedene Gate-Span-

nungen (durchgezogene, strichlierte und gepunktete Kurven) aufgetragen. Probe 2 weist deutlich höhere Source-Drain-Strom und damit ein besseres Übertragungsverhalten auf. In Abbildung 10.12 ist der Logarithmus des Drain-Stroms über der Gate-Spannung aufgetragen, um das Einschaltverhalten beider Transistoren zu vergleichen. Beim „ge-

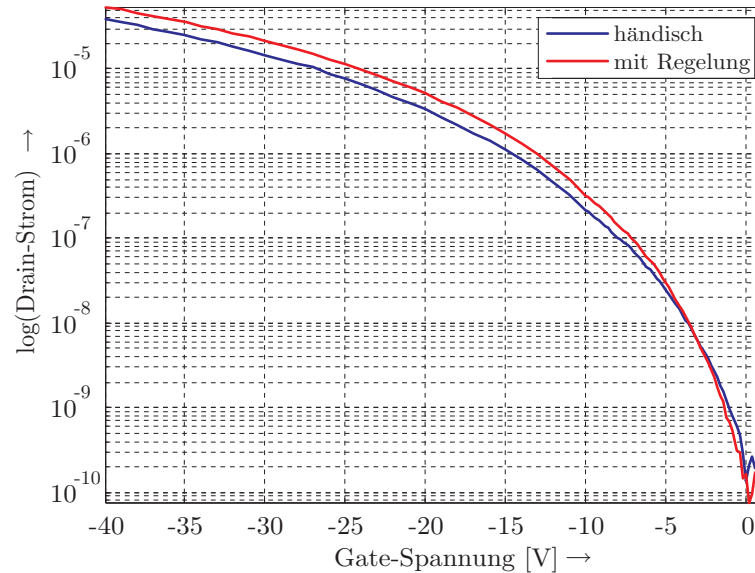


Abbildung 10.12: Vergleich des Einschaltverhaltens

regelt“ hergestellten Transistor ist für Gate-Spannung zwischen 0 V und -5 V eine größere Steigung ersichtlich, die zu einem schnelleren Schaltverhalten führt. Zusätzlich wird bei der 2. Probe eine höhere Ladungsträgerbeweglichkeit (Driftgeschwindigkeit der Ladungsträger in einem elektrischen Feld) erzielt.

Kapitel 11

Zusammenfassung und Ausblick

Im ersten Teil dieser Arbeit wurde ein mathematisches Modell einer Beschichtungsanlage entwickelt. Dazu wurde zunächst die bestehende Anlage analysiert und mit zusätzlichen Sensoren bestückt, um auch die internen Systemgrößen (z.B. die Temperatur des Tiegels der Effusionszelle) messtechnisch zu erfassen.

Einen zentralen Punkt bei der Modellierung der Beschichtungsanlage stellte die Untersuchung des Verdampfungsverhaltens der organischen Halbleiter im Hochvakuum dar. Es konnte durch Versuche und Simulationen gezeigt werden, dass die instationäre Verdampfung durch eine algebraische, nichtlineare Funktion beschrieben werden kann (Beziehung von Hertz und Knudsen). Eine Nachbildung des instationären Verhaltens mit Hilfe der Nichtgleichgewichts-Thermodynamik ist hierzu nicht erforderlich!

Grundvoraussetzung für diese einfache Nachbildung ist die Verwendung der „tatsächlichen“ Verdampfungstemperatur des Verdampfungsgutes. Wie die Untersuchungen an der Effusionszelle zeigen, treten sehr unterschiedliche Temperaturen im Verdampfungsgut auf. Als die für die Verdampfung entscheidende Temperatur wurde die Temperatur in den randnahen Bereichen des Tiegels der Zelle identifiziert.

Ein weiterer wichtiger Punkt war die mathematische Nachbildung des thermischen Verhaltens der Effusionszelle. Die Wärmestrahlung, vor allem zwischen den einzelnen Teilen der Zelle wurden betrachtet, wobei auch das Auftreten von Reflexionen berücksichtigt wurde.

Zusammen mit dem Modell des Übertragungsweges zwischen der Effusionszelle und der Probe sowie dem stark vereinfachten Modell des Schichtenwachstums an der Probe folgte ein Gesamtmodell der Beschichtungsanlage. Dieses besteht aus zwei gewöhnlichen, nichtlinearen Differentialgleichungen erster Ordnung mit konstanten Koeffizienten. Die Identifikation der Parameter erfolgte zuerst für das Verdampfungsverhalten und anschließend für das thermische Verhalten der Zelle. Hierfür wurden jeweils repräsentative Messungen bei Verwendung der sehr unterschiedlichen Materialien Pentazen und Alq_3 verwendet.

Den zweiten Teil dieser Arbeit bilden der Entwurf und die Erprobung dreier modellbasierter Reglerentwurfsverfahren. Das erste Verfahren stellt einen einfachen Reglerentwurf zur Beeinflussung des stationären Verhaltens der Anlage dar. Die sehr stark vereinfachende Annahme der Gleichheit der gemessenen Zelltemperatur mit der Verdampfungstemperatur führt zu einem stark vereinfachten Modell in Form einer nicht-

linearen Gleichung. Nach der Kompensation dieser nichtlinearen Funktion wurde zusätzlich ein linearer Regler entworfen und an den Verdampfungsmaterialien erprobt. Besonders konnten für die sehr langsame Verdampfung von Pentazen zufriedenstellende Resultate erreicht werden, für die Verdampfung von Alq₃ ist diese Methode nicht geeignet.

Anschließend wurde mit Hilfe der Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung eine nichtlineare Kompensation für ein vereinfachtes Entwurfsmodell bestimmt. Dieses reduzierte Entwurfsmodell geht aus dem allgemeinen mathematischen Modell der Beschichtungsanlage hervor und besteht ebenfalls aus zwei gewöhnlichen nichtlinearen Differentialgleichungen erster Ordnung. Es ist noch ausreichend genau, um die wesentlichen thermischen Effekte in der Zelle zu beschreiben.

Für die kompensierte Strecke wurde über die Einstellung eines PI-Reglers eine asymptotisch stabile Fehlerdynamik für den geschlossenen Regelkreis vorgegeben. Wie die Ergebnisse zeigen, ist die Methode auf Basis der exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung sehr gut geeignet, um eine Regelung für die Beschichtungsanlage zu entwerfen.

Da die für die Eingangs-Ausgangs-Linearisierung benötigten Zustandsvariablen mit marktüblichen Anlagen nicht gemessen werden können, wurde abschließend eine flachheitsbasierte Folgeregelung inklusive Vorsteuerung entworfen. Diese Methode liefert für Pentazen und Alq₃ hervorragende Resultate bei der Regelung der Aufdampfrate und wird daher bei der Beschichtungsanlage zurzeit eingesetzt. Sie übertrifft alle bisher bekannten Methoden zur Regelung des Verdampfungsverhaltens organischer Halbleiter im Hochvakuum.

Weitere Arbeiten werden sich mit der Reduktion der mathematischen Ausdrücke für die Berechnung des Sollverlaufes für die Stellgröße beschäftigen, um die Realisierung der Regelstrategie zu vereinfachen. Auch ist ein einfacheres Verfahren zur Identifikation der Parameter des Entwurfsmodells für andere Materialien, sowie eine Übertragung der Regelungsstrategie auf ähnliche Anlagen wünschenswert.

Zu guter Letzt erlauben die durchgeführten Untersuchungen über das instationäre Verdampfungsverhalten und die Temperaturverteilungen in der Effusionszelle den Entwurf völlig neuer Geometrien von Verdampfungsquellen.

Anhang A

Maple-Berechnungen zur Exakten Eingangs-Ausgangs-Linearisierung

Maple,¹ Version 12

```
restart:  
y := c[1]*exp(-c[2]/x[2](t))/sqrt(x[2](t))
```

$$c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1}$$

```
yp := simplify(diff(y,t))
```

$$-1/2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\frac{d}{dt} x_2(t) \right) (-2 c_2 + x_2(t)) (x_2(t))^{-5/2}$$

```
dx[2] := delta[1]*x[1](t)^4+delta[2]*x[2](t)^4+delta[3]*x[1](t)+  
delta[4]*x[2](t)+delta[5]*exp(-c[2]/x[2](t))/sqrt(x[2](t))+  
delta[6]*u(t)+delta[7]
```

$$\delta_1 (x_1(t))^4 + \delta_2 (x_2(t))^4 + \delta_3 x_1(t) + \delta_4 x_2(t) + \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1} + \delta_6 u(t) + \delta_7$$

```
yp := simplify(subs(diff(x[2](t),t) = dx[2], yp))
```

¹<http://www.maplesoft.com/products/maple/> (aufgerufen am 10.12.2010)

$$-1/2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} + \delta_2 (x_2(t))^{9/2} + \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} + \delta_4 (x_2(t))^{3/2} + \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + \delta_6 u(t) \sqrt{x_2(t)} + \delta_7 \sqrt{x_2(t)} \right) (-2 c_2 + x_2(t)) (x_2(t))^{-3}$$

U := simplify(solve(yp = v, u(t)))

$$\begin{aligned} & - \left(-2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} c_2 + c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^{3/2} - \right. \\ & 2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_2 (x_2(t))^{9/2} c_2 + c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_2 (x_2(t))^{11/2} - 2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} c_2 + \\ & c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_3 x_1(t) (x_2(t))^{3/2} - 2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_4 (x_2(t))^{3/2} c_2 + c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_4 (x_2(t))^{5/2} - \\ & \left. 2 c_1 e^{-2 \frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_5 c_2 + c_1 e^{-2 \frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_5 x_2(t) - 2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_7 \sqrt{x_2(t)} c_2 + c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_7 (x_2(t))^{3/2} + \right. \\ & \left. 2 v (x_2(t))^3 \right) e^{\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1} \delta_6^{-1} c_1^{-1} (-2 c_2 + x_2(t))^{-1} \end{aligned}$$

dx[1] := gamma[1]*x[1](t)^4+gamma[2]*x[2](t)^4+gamma[3]*x[1](t)+
gamma[4]*x[2](t)+gamma[5]*u(t)+gamma[6]

$$\gamma_1 (x_1(t))^4 + \gamma_2 (x_2(t))^4 + \gamma_3 x_1(t) + \gamma_4 x_2(t) + \gamma_5 u(t) + \gamma_6$$

simplify(subs(u(t) = U, yp))

v

X2 := simplify(subs(u(t) = U, dx[2]))

$$-2 e^{\frac{c_2}{x_2(t)}} v (x_2(t))^{5/2} c_1^{-1} (-2 c_2 + x_2(t))^{-1}$$

InterneDynamik := simplify(subs(u(t) = U, dx[1]))

$$\begin{aligned}
& - \left(2 \gamma_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 + 2 \gamma_2 (x_2(t))^{9/2} \delta_6 c_1 c_2 - \right. \\
& \quad \gamma_2 (x_2(t))^{11/2} \delta_6 c_1 + 2 \gamma_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_3 x_1(t) (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 + \\
& \quad 2 \gamma_4 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_4 (x_2(t))^{5/2} \delta_6 c_1 - 2 \gamma_5 c_1 \delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} c_2 + \\
& \quad \gamma_5 c_1 \delta_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^{3/2} - 2 \gamma_5 c_1 \delta_2 (x_2(t))^{9/2} c_2 + \gamma_5 c_1 \delta_2 (x_2(t))^{11/2} - \\
& \quad 2 \gamma_5 c_1 \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} c_2 + \gamma_5 c_1 \delta_3 x_1(t) (x_2(t))^{3/2} - 2 \gamma_5 c_1 \delta_4 (x_2(t))^{3/2} c_2 + \\
& \quad \gamma_5 c_1 \delta_4 (x_2(t))^{5/2} - 2 \gamma_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} c_1 \delta_5 c_2 + \gamma_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} c_1 \delta_5 x_2(t) - 2 \gamma_5 c_1 \delta_7 \sqrt{x_2(t)} c_2 + \\
& \quad \left. \gamma_5 c_1 \delta_7 (x_2(t))^{3/2} + 2 \gamma_5 e^{\frac{c_2}{x_2(t)}} v (x_2(t))^3 + 2 \gamma_6 \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_6 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 \right) \\
& \quad \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1} \delta_6^{-1} c_1^{-1} (-2 c_2 + x_2(t))^{-1}
\end{aligned}$$

InterneDynamik := subs(exp(-c[2]/x[2](t)) = Y*sqrt(x[2](t))/
c[1], InterneDynamik)

$$\begin{aligned}
& - \left(2 \gamma_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 + 2 \gamma_2 (x_2(t))^{9/2} \delta_6 c_1 c_2 - \right. \\
& \quad \gamma_2 (x_2(t))^{11/2} \delta_6 c_1 + 2 \gamma_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_3 x_1(t) (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 + \\
& \quad 2 \gamma_4 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_4 (x_2(t))^{5/2} \delta_6 c_1 - 2 \gamma_5 c_1 \delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} c_2 + \\
& \quad \gamma_5 c_1 \delta_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^{3/2} - 2 \gamma_5 c_1 \delta_2 (x_2(t))^{9/2} c_2 + \gamma_5 c_1 \delta_2 (x_2(t))^{11/2} - \\
& \quad 2 \gamma_5 c_1 \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} c_2 + \gamma_5 c_1 \delta_3 x_1(t) (x_2(t))^{3/2} - 2 \gamma_5 c_1 \delta_4 (x_2(t))^{3/2} c_2 + \\
& \quad \gamma_5 c_1 \delta_4 (x_2(t))^{5/2} - 2 \gamma_5 Y \sqrt{x_2(t)} \delta_5 c_2 + \gamma_5 Y (x_2(t))^{3/2} \delta_5 - 2 \gamma_5 c_1 \delta_7 \sqrt{x_2(t)} c_2 + \\
& \quad \left. \gamma_5 c_1 \delta_7 (x_2(t))^{3/2} + 2 \gamma_5 e^{\frac{c_2}{x_2(t)}} v (x_2(t))^3 + 2 \gamma_6 \sqrt{x_2(t)} \delta_6 c_1 c_2 - \gamma_6 (x_2(t))^{3/2} \delta_6 c_1 \right) \\
& \quad \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1} \delta_6^{-1} c_1^{-1} (-2 c_2 + x_2(t))^{-1}
\end{aligned}$$

Y := 0; v := 0;

NullDynamik := limit(subs({x[1](t) = x1, x[2](t) = x2},
InterneDynamik), x2 = 0)

$$\frac{\gamma_1 x_1^4 \delta_6 + \gamma_6 \delta_6 - \gamma_5 \delta_1 x_1^4 + \gamma_3 x_1 \delta_6 - \gamma_5 \delta_3 x_1 - \gamma_5 \delta_7}{\delta_6}$$

NullDynamikRLO := simplify(subs(x1 = x[RL]+Dx[1], NullDynamik))

$$\begin{aligned}
& - \left(-\gamma_1 \delta_6 x_{RL}^4 - 4 \gamma_1 \delta_6 x_{RL}^3 Dx_1 - 6 \gamma_1 \delta_6 x_{RL}^2 Dx_1^2 - 4 \gamma_1 \delta_6 x_{RL} Dx_1^3 - \gamma_1 \delta_6 Dx_1^4 - \right. \\
& \gamma_6 \delta_6 + \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^4 + 4 \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^3 Dx_1 + 6 \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^2 Dx_1^2 + 4 \gamma_5 \delta_1 x_{RL} Dx_1^3 + \gamma_5 \delta_1 Dx_1^4 - \\
& \left. \gamma_3 \delta_6 x_{RL} - \gamma_3 \delta_6 Dx_1 + \gamma_5 \delta_3 x_{RL} + \gamma_5 \delta_3 Dx_1 + \gamma_5 \delta_7 \right) (\delta_6^{-1})
\end{aligned}$$

$$V := (1/2) * Dx[1] \wedge 2$$

$$1/2 Dx_1^2$$

$$Vp := \text{simplify}((\text{diff}(V, Dx[1])) * \text{NullodynamikRL0})$$

$$\begin{aligned}
& - \left(Dx_1 \left(-\gamma_1 \delta_6 x_{RL}^4 - 4 \gamma_1 \delta_6 x_{RL}^3 Dx_1 - 6 \gamma_1 \delta_6 x_{RL}^2 Dx_1^2 - 4 \gamma_1 \delta_6 x_{RL} Dx_1^3 - \gamma_1 \delta_6 Dx_1^4 - \right. \right. \\
& \left. \gamma_6 \delta_6 + \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^4 + 4 \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^3 Dx_1 + 6 \gamma_5 \delta_1 x_{RL}^2 Dx_1^2 + 4 \gamma_5 \delta_1 x_{RL} Dx_1^3 + \gamma_5 \delta_1 Dx_1^4 - \right. \\
& \left. \left. \gamma_3 \delta_6 x_{RL} - \gamma_3 \delta_6 Dx_1 + \gamma_5 \delta_3 x_{RL} + \gamma_5 \delta_3 Dx_1 + \gamma_5 \delta_7 \right) \right) (\delta_6^{-1})
\end{aligned}$$

Anhang B

Maple-Berechnungen zur flachheitsbasierten Folgeregelung

restart:

```
y := c[1]*exp(-c[2]/x[2](t))/sqrt(x[2](t))
```

$$c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1}$$

```
dx[1] := gamma[1]*x[1](t)^4+gamma[2]*x[2](t)^4+gamma[3]*x[1](t)+  
gamma[4]*x[2](t)+gamma[5]*u(t)+gamma[6]
```

$$\gamma_1 (x_1(t))^4 + \gamma_2 (x_2(t))^4 + \gamma_3 x_1(t) + \gamma_4 x_2(t) + \gamma_5 u(t) + \gamma_6$$

```
dx[2] := delta[1]*x[1](t)^4+delta[2]*x[2](t)^4+delta[3]*x[1](t)+  
delta[4]*x[2](t)+delta[5]*exp(-c[2]/x[2](t))/sqrt(x[2](t))+  
delta[6]*u(t)+delta[7]
```

$$\delta_1 (x_1(t))^4 + \delta_2 (x_2(t))^4 + \delta_3 x_1(t) + \delta_4 x_2(t) + \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1} + \delta_6 u(t) + \delta_7$$

```
z := delta[6]*x[1](t)-gamma[5]*x[2](t)
```

$$\delta_6 x_1(t) - \gamma_5 x_2(t)$$

```
zp := diff(z,t):
```

```
zp := simplify(subs({diff(x[1](t),t)=dx[1],diff(x[2](t),t)=dx[2]}),zp))
```

$$\begin{aligned}
& - \left(-\delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_1 (x_1(t))^4 - \delta_6 (x_2(t))^{9/2} \gamma_2 - \delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_3 x_1(t) - \delta_6 (x_2(t))^{3/2} \gamma_4 - \right. \\
& \quad \delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_6 + \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} + \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^{9/2} + \gamma_5 \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} + \\
& \quad \left. \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^{3/2} + \gamma_5 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + \gamma_5 \delta_7 \sqrt{x_2(t)} \right) \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1}
\end{aligned}$$

zpp := diff(zp,t):

zpp := simplify(subs({diff(x[1](t),t)=dx[1],diff(x[2](t),t)=dx[2]},zpp))

$$\begin{aligned}
& 1/2 \left(-2 \gamma_5 \delta_4^2 (x_2(t))^4 - 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \sqrt{x_2(t)} \delta_3 x_1(t) - \right. \\
& \quad 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \sqrt{x_2(t)} \delta_1 (x_1(t))^4 - 7 \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^{11/2} \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} - \\
& \quad 8 \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^7 (x_2(t))^3 \gamma_1 - \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^{5/2} \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} - 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \sqrt{x_2(t)} \delta_7 - \\
& \quad 8 \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^6 \delta_1 (x_1(t))^4 - 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \sqrt{x_2(t)} \delta_6 u(t) + 8 \delta_6 (x_2(t))^{11/2} \gamma_2 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + \\
& \quad x_2(t) \gamma_5 \delta_5^2 e^{-2 \frac{c_2}{x_2(t)}} - 2 \gamma_5 \delta_5^2 c_2 e^{-2 \frac{c_2}{x_2(t)}} - 8 \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^3 (x_2(t))^3 \gamma_6 + \\
& \quad (x_2(t))^{3/2} \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^4 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} - 8 \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^6 \delta_6 u(t) - \\
& \quad 2 \gamma_5 \delta_3 (x_2(t))^3 \gamma_1 (x_1(t))^4 - 2 \gamma_5 \delta_3 (x_2(t))^3 \gamma_3 x_1(t) + (x_2(t))^{3/2} \gamma_5 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \delta_6 u(t) - \\
& \quad 8 \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^6 \delta_3 x_1(t) + (x_2(t))^{3/2} \gamma_5 \delta_3 x_1(t) \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} - 2 \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^3 \delta_1 (x_1(t))^4 - \\
& \quad 2 \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^3 \delta_3 x_1(t) - 2 \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^3 \delta_6 u(t) - 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} (x_2(t))^{9/2} \delta_2 + \\
& \quad 8 \delta_6 (x_2(t))^7 \gamma_1 (x_1(t))^3 \gamma_2 - 8 \gamma_5 \delta_2^2 (x_2(t))^{10} + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_3^2 x_1(t) + \\
& \quad 8 \delta_6^2 (x_2(t))^6 \gamma_2 u(t) + 8 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_1^2 (x_1(t))^7 + 2 \delta_6^2 (x_2(t))^3 \gamma_4 u(t) - \\
& \quad 2 \gamma_5^2 \delta_3 (x_2(t))^3 u(t) - 2 \gamma_5 \delta_3 (x_2(t))^7 \gamma_2 - 10 \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^7 \delta_2 + 2 \delta_6 (x_2(t))^7 \gamma_3 \gamma_2 + \\
& \quad 2 \delta_6 (x_2(t))^7 \gamma_4 \delta_2 + 2 \delta_6 (x_2(t))^4 \gamma_3 \gamma_4 + 8 \delta_6 (x_2(t))^6 \gamma_2 \delta_7 + 2 \delta_6 (x_2(t))^4 \gamma_4 \delta_4 - \\
& \quad 2 \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^3 \delta_7 + 8 \delta_6 (x_2(t))^7 \gamma_2 \delta_4 + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_3 \gamma_6 + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_4 \delta_7 - \\
& \quad 8 \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^6 \delta_7 - 2 \gamma_5 \delta_3 (x_2(t))^4 \gamma_4 - 2 \gamma_5 \delta_3 (x_2(t))^3 \gamma_6 + 8 \delta_6 (x_2(t))^{10} \gamma_2 \delta_2 - \\
& \quad 2 \gamma_5 \delta_5 c_2 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} (x_2(t))^{3/2} \delta_4 + 8 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_1 (x_1(t))^3 \gamma_5 u(t) + 8 \delta_6 (x_2(t))^6 \gamma_2 \delta_1 (x_1(t))^4 + \\
& \quad 8 \delta_6 (x_2(t))^6 \gamma_2 \delta_3 x_1(t) + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_3 \gamma_5 u(t) + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_4 \delta_3 x_1(t) + \\
& \quad 2 \delta_6 (x_2(t))^{5/2} \gamma_4 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + 8 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_1 (x_1(t))^3 \gamma_6 - 8 \gamma_5^2 \delta_1 (x_1(t))^3 (x_2(t))^3 u(t) + \\
& \quad 8 \delta_6 (x_2(t))^4 \gamma_1 (x_1(t))^3 \gamma_4 + (x_2(t))^{3/2} \gamma_5 \delta_7 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + 2 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_4 \delta_1 (x_1(t))^4 + \\
& \quad 10 \delta_6 (x_2(t))^3 \gamma_1 (x_1(t))^4 \gamma_3 - 8 \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^4 (x_2(t))^3 \gamma_3 - \\
& \quad 8 \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^3 (x_2(t))^7 \gamma_2 - 8 \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^3 (x_2(t))^4 \gamma_4 (x_2(t))^{-3}
\end{aligned}$$

z1 := y:

z2 := z:

z1p := simplify(subs(diff(x[2](t),t)=dx[2],diff(z1,t)))

$$-1/2 c_1 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} \left(\delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} + \delta_2 (x_2(t))^{9/2} + \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} + \delta_4 (x_2(t))^{3/2} + \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + \delta_6 u(t) \sqrt{x_2(t)} + \delta_7 \sqrt{x_2(t)} \right) (-2 c_2 + x_2(t)) (x_2(t))^{-3}$$

z2p := simplify(zp):

InterneDynamik := simplify(subs(exp(-c[2]/x[2](t))=Y*sqrt(x[1](t))/
c[1], z2p))

$$- \left(-\delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_1 (x_1(t))^4 - \delta_6 (x_2(t))^{9/2} \gamma_2 - \delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_3 x_1(t) - \delta_6 (x_2(t))^{3/2} \gamma_4 - \delta_6 \sqrt{x_2(t)} \gamma_6 + \gamma_5 \delta_1 (x_1(t))^4 \sqrt{x_2(t)} + \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^{9/2} + \gamma_5 \delta_3 x_1(t) \sqrt{x_2(t)} + \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^{3/2} + \gamma_5 \delta_5 e^{-\frac{c_2}{x_2(t)}} + \gamma_5 \delta_7 \sqrt{x_2(t)} \right) \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1}$$

NullDynamik := simplify(subs({Y = 0, x[1](t)=x1, x[2](t)=x2},
InterneDynamik)):

Nulldynamik := limit(NullDynamik, x2=0)

$$\delta_6 \gamma_1 x_1^4 + \delta_6 \gamma_3 x_1 + \delta_6 \gamma_6 - \gamma_5 \delta_1 x_1^4 - \gamma_5 \delta_3 x_1 - \gamma_5 \delta_7$$

InterneDynamik := simplify(subs(x[1](t)=solve(z2=Z2, x[1](t)),
InterneDynamik))

$$- \left(- (x_2(t))^{9/2} \gamma_1 c_1 \delta_6 \gamma_5^4 - 4 (x_2(t))^{7/2} \gamma_1 c_1 \delta_6 \gamma_5^3 Z_2 - 6 (x_2(t))^{5/2} \gamma_1 c_1 \delta_6 \gamma_5^2 Z_2^2 - 4 (x_2(t))^{3/2} \gamma_1 c_1 \delta_6 \gamma_5 Z_2^3 - \sqrt{x_2(t)} \gamma_1 c_1 \delta_6 Z_2^4 - \delta_6^5 (x_2(t))^{9/2} \gamma_2 c_1 - (x_2(t))^{3/2} \gamma_3 c_1 \delta_6^4 \gamma_5 - \sqrt{x_2(t)} \gamma_3 c_1 \delta_6^4 Z_2 - \delta_6^5 (x_2(t))^{3/2} \gamma_4 c_1 - \delta_6^5 \sqrt{x_2(t)} \gamma_6 c_1 + \gamma_5^5 \delta_1 (x_2(t))^{9/2} c_1 + 4 \gamma_5^4 \delta_1 (x_2(t))^{7/2} c_1 Z_2 + 6 \gamma_5^3 \delta_1 (x_2(t))^{5/2} c_1 Z_2^2 + 4 \gamma_5^2 \delta_1 (x_2(t))^{3/2} c_1 Z_2^3 + \gamma_5 \delta_1 \sqrt{x_2(t)} c_1 Z_2^4 + \gamma_5 \delta_2 (x_2(t))^{9/2} c_1 \delta_6^4 + \gamma_5^2 \delta_3 (x_2(t))^{3/2} c_1 \delta_6^3 + \gamma_5 \delta_3 \sqrt{x_2(t)} c_1 \delta_6^3 Z_2 + \gamma_5 \delta_4 (x_2(t))^{3/2} c_1 \delta_6^4 + \gamma_5 \delta_5 Y \sqrt{\frac{\gamma_5 x_2(t) + Z_2}{\delta_6}} \delta_6^4 + \gamma_5 \delta_7 \sqrt{x_2(t)} c_1 \delta_6^4 \right) \delta_6^{-4} c_1^{-1} \left(\sqrt{x_2(t)} \right)^{-1}$$

Anhang C

LabView Implementierung

Die gesamte Hardwareanbindung der externen Geräte der Beschichtungsanlage Univex 350 der Firma Oerlikon Leybold Vakuum¹ sowie die vorgestellten Verfahren wurden im Rahmen dieser Arbeit mit LabView 8.5 der Firma National Instruments² implementiert. Die Hardwareanbindung besteht aus folgenden Modulen:

- Abbildung der Anlagensteuerung (Siemens³ Simatic S7) über einen OPC-Server der Firma National Instruments (z.B. Druck im Inneren der Vakuumkammer, vorgegebener Heizstrom, Zellentemperatur, Stellungen aller Blenden)
- Anbindung der beiden Schichtdickensensoren (Maxtek-Inficon [20]) über deren serielle Schnittstellen (z.B. Schichtdicke, Aufdampftrate, Massenbelag)
- Anbindung der laut Kapitel 2 und 4.3.2 zusätzlich eingebauten Temperatursensoren über ein CompactDAQ-System der Firma National Instruments (z.B. Tiegeltemperatur, Verdampfungstemperatur, Proben­temperatur)
- Realisierung der Umschaltung zwischen den einzelnen Effusionszellen über Relaismodule im CompactDAQ-System
- Anbindung der direkt an einer Zelle vorgenommenen Strom- und Spannungsmessung über serielle Schnittstellen

Für die Untersuchung der in dieser Arbeit vorgestellten Methoden wurden folgende Module implementiert:

- Trajektorienplanung für die gewünschte Aufdampftrate
- Nichtlineare Kompensation für die exakte Eingangs-Ausgangs-Linearisierung
- Berechnung der Solltrajektorien der Zustandsvariablen und der Stellgröße für die flachheitsbasierte Folgeregelung mit Vorsteuerung. Die Lösung der impliziten Gleichungen ist hier besonders zeitaufwändig, die gewählte Abtastzeit von $T_a = 1$ s kann aber dennoch eingehalten werden.

¹<http://www.oerlikon.com/leyboldvacuum/de/> (aufgerufen am 10.12.2010)

²<http://www.ni.com/de/> (aufgerufen am 10.12.2010)

³<http://www.automation.siemens.com/> (aufgerufen am 10.12.2010)

- Lineare Regler für alle drei Ansätze

Zusätzlich zu den Modulen der Hardwareanbindung und Regelung wurden weitere allgemeine Module programmiert:

- Hauptmodul zur Eingabe der Vorgaben des Anlagenbenutzers, Betätigung des Not-Aus-Mechanismus, graphische Darstellung von vorgegebenen und gemessenen Signalen (z.B. Aufdampftrate, Heizstrom)
- Berechnung der Systemgrößen über das Gesamt- und Entwurfsmodell zur Überwachung des Systems (z.B. automatische Abschaltung bei zu hoher Verdampfungstemperatur)
- Messdatenverarbeitung und Speicherung der Messdaten

Zusammen ergibt dies für die Implementierung der flachheitsbasierten Folgeregelung rund 2500 Knoten (d.h. Blöcke mit Eingängen und/oder Ausgängen) und 115 Strukturen (z.B. Schleifen). Das Programm mit 72 Benutzer-VIs besitzt einen Speicherbedarf von ca. 1.5 MB.

Literaturverzeichnis

- [1] AZZAM, R.M.A. ; BASHARA, N.M.: *Ellipsometry and Polarized Light*. North Holland, 1988
- [2] BAEHR, H.D. ; STEPHAN, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*. Springer, 2006
- [3] DI CARLO, A. ; PIACENTA, F. ; BOLOGNESI, A. ; STADLOBER, B. ; MARESCH, H.: Influence of Grain Sizes on the Mobility of Organic Thin-Film Transistors. In: *Applied Physics Letters* 86 263501 (2005), S. 1–3
- [4] EICHLER, H.-J. ; KRISTEK, M. ; RAUCH, H. ; WEBER, H. ; NIEDRIG, H. (Hrsg.): *Bergmann - Schaefer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 3: Optik*. de Gruyter, 1993
- [5] EVANS, D. ; HALL, B. ; MORRIS, J.E.: Microcomputer Control of Thin Film Deposition Rate. In: *Journal of Physics E: Scientific Instruments* 16 (1983), S. 544–548
- [6] FLIESS, M. ; LEVINE, J. ; MARTIN, P. ; ROUCHON, P.: On differentially flat nonlinear systems. In: *M. Fliess (Editor), Nonlinear Control Systems Design* (1992), S. 408–412
- [7] FLIESS, M. ; LEVINE, J. ; MARTIN, P. ; ROUCHON, P.: Flatness and defect of nonlinear systems: Introductory theory and examples. In: *International Journal of Control* 61 (1995), S. 1327–1361
- [8] FRANK, F.C. ; VAN DER MERWE, J.H.: One-dimensional dislocations. I. Static theory. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 198 (1949), S. 205–216
- [9] GAUSCH, F. ; HOFER, A. ; SCHLACHER, K.: *Digitale Regelkreise*. Oldenbourg, 1993
- [10] HAEFER, R.A.: *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie, Teil I: Beschichtungen von Oberflächen*. Springer, 1987
- [11] HAGENMEYER, V. ; ZEITZ, M.: Internal Dynamics of Flat Nonlinear SISO Systems with Respect to a Non-Flat Output. In: *Systems and Control Letters* 52 (2004), S. 323–327
- [12] HORN, M. ; DOURDOUMAS, N.: *Regelungstechnik - Rechnerunterstützter Entwurf zeitkontinuierlicher und zeitdiskreter Regelkreise*. Pearson Studium, 2004

- [13] IBM CORPORATION: *IBM Optimization Subroutine Library - Guide and Reference*. Release 2.1, 1995
- [14] JOUSTEN, K. (Hrsg.): *Wutz Handbuch Vakuumtechnik, Theorie und Praxis*. Vieweg, 2006
- [15] KHALIL, H.K.: *Nonlinear Systems*. Prentice Hall, 2002
- [16] KLOKOV, A.Y. ; GALKINA, T.I.: System for Stabilization of Film-Deposition Rate in Thermal Evaporation. In: *Instruments and Experimental Techniques* 34(5) (1991), S. 1194–1197
- [17] KNIPP, D. ; STREET, R.A. ; VÖLKELE, A. ; HO, J.: Pentacene Thin Film Transistors on Inorganic Dielectrics: Morphology, Structural Properties and Electronic Transport. In: *Journal of Applied Physics* 93(1) (2003), S. 347–355
- [18] KREYSZIG, Erwin: *Advanced Engineering Mathematics*. Wiley, 1999
- [19] LIDE, D.R. (Hrsg.): *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, 2008
- [20] MAXTEK-INFICON CORPORATION: *TM-400 Multi-Film-Deposition-Monitor*. Operation and Service Manual, 2005
- [21] PRATONTEP, S. ; BRINKMANN, M. ; NÜESCH, F. ; ZUPPIROLI, L.: Correlated Growth in Ultrathin Pentacene Films on Silicon Oxide: Effect of Deposition Rate. In: *Physical Review B* 69 (2004), S. 165201–1–7
- [22] ROTHFUSS, R. ; RUDOLPH, J. ; ZEITZ, M.: Flachheit: Ein neuer Zugang zur Steuerung und Regelung nichtlinearer Systeme. In: *Automatisierungstechnik* 45 (97), S. 517–525
- [23] RÖSELER, A.: *Infrared Spectroscopy Ellipsometry*. Akademie-Verlag, 1990
- [24] SIEGEL, R. ; HOWELL, J.R. ; LOHRENGEL, J.: *Wärmeübertragung durch Strahlung, Teil 1: Grundlagen und Materialeigenschaften*. Springer, 1988
- [25] SIEGEL, R. ; HOWELL, J.R. ; LOHRENGEL, J.: *Wärmeübertragung durch Strahlung, Teil 2: Strahlungsaustausch zwischen Oberflächen und in Umhüllungen*. Springer, 1991
- [26] SLOTINE, J-J.E. ; LI, W.: *Applied Nonlinear Control*. Prentice Hall, 1991
- [27] STANSKI, I.N. ; KRASTANOV, L.: Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander. In: *Monatshefte für Chemie* 71 (1937), S. 351–364
- [28] STEINBERGER, M. ; FIAN, A. ; HORN, M. ; JAKOPIC, G.: Investigations on the thermal behaviour of evaporation cells for small molecule organic semiconductors. In: *International Conference on Organic Electronics*, 2010
- [29] STEINBERGER, M. ; HORN, M. ; FIAN, A. ; JAKOPIC, G.: Ein einfacher modellbasierter Ansatz zur Regelung der stationären Verdampfung organischer Halbleiter im Hochvakuum. In: *International Journal Automation Austria* 19 (1) (2011), S. 15–24

- [30] VOLMER, M. ; WEBER, A.: Keimbildung in übersättigten Lösungen. In: *Zeitschrift für Physikalische Chemie - Stöchiometrie und Verwandtschaftslehre* 119 (1926), S. 277–301
- [31] ZEITZ, M.: Differenzielle Flachheit: Eine nützliche Methodik auch für lineare SISO-Systeme. In: *Automatisierungstechnik* 58 (2010), S. 5–13