

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 50219/2012
(22) Anmeldetag: 04.06.2012
(43) Veröffentlicht am: 15.12.2013

(51) Int. Cl. : **G01N 1/28** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
GB 2000882 A US 4311725 A
US 5536317 A DE 1023830 B

(73) Patentanmelder:
Leica Microsystems GmbH
1170 Wien (AT)

(72) Erfinder:
Wurzinger Paul
Deutsch Wagram (AT)
Lang Anton
Wien (AT)
Redl Felix
Wien (AT)

(54) **Verfahren zur Beschichtung mit einem Verdampfungsmaterial**

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Abscheiden einer Materialschicht auf einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer, umfassend einen Probenstisch (100) zum Anordnen zumindest einer Probe (103a, 103b, 103c, 103d), eine an eine Stromquelle angeschlossene Verdampfungsquelle (101, 201) für ein fadenförmiges Verdampfungsmaterial (102, 202), einen Schwingquarz (105) zum Messen der abgeschiedenen Materialschichtdicke, und eine dem Schwingquarz (105) zugeordnete Auswerteeinrichtung (113), wobei der Verdampfungsquelle (101, 201) eine Steuerelektronik (112) zugeordnet ist, welche dazu eingerichtet ist, der Verdampfungsquelle (101, 201) den durch die Stromquelle bereitgestellten elektrischen Strom in Form von zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zuzuführen, und dass die Auswerteeinrichtung (113) dazu eingerichtet ist, das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes (105) unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses zum Ableiten der nach jedem Strompuls abgeschiedenen Materialschichtdicke zu berücksichtigen. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren welches mit dieser Vorrichtung durchführbar ist.

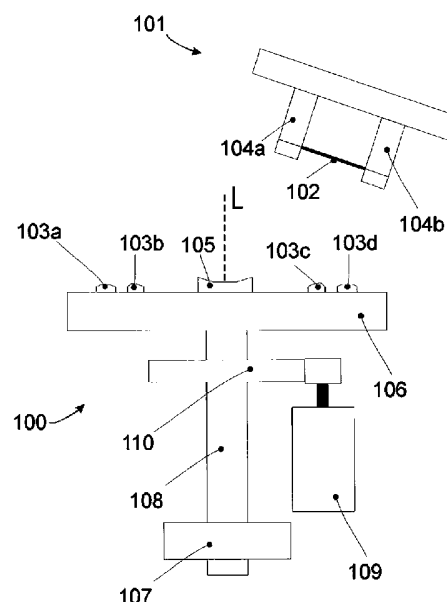


Fig. 1

ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Abscheiden einer Materialschicht auf einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer, umfassend einen Probentisch (100) zum Anordnen zumindest einer Probe (103a, 103b, 103c, 103d), eine an eine Stromquelle angeschlossene Verdampfungsquelle (101, 201) für ein fadenförmiges Verdampfungsmaterial (102, 202), einen Schwingquarz (105) zum Messen der abgeschiedenen Materialschichtdicke, und eine dem Schwingquarz (105) zugeordnete Auswerteeinrichtung (113), wobei der Verdampfungsquelle (101, 201) eine Steuerelektronik (112) zugeordnet ist, welche dazu eingerichtet ist, der Verdampfungsquelle (101, 201) den durch die Stromquelle bereitgestellten elektrischen Strom in Form von zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zuzuführen, und dass die Auswerteeinrichtung (113) dazu eingerichtet ist, das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes (105) unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses zum Ableiten der nach jedem Strompuls abgeschiedenen Materialschichtdicke zu berücksichtigen. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren welches mit dieser Vorrichtung durchführbar ist.

Fig. 1

VERFAHREN ZUR BESCHICHTUNG MIT EINEM VERDAMPFUNGSMATERIAL

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Abscheiden einer Materialschicht auf einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer, umfassend einen Probentisch zum Anordnen zumindest einer Probe, eine an eine Stromquelle angeschlossene Verdampfungsquelle für ein fadenförmiges Verdampfungsmaterial, einen Schwingquarz zum Messen der abgeschiedenen Materialschichtdicke, und eine dem Schwingquarz zugeordnete Auswerteeinrichtung. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren welches mit dieser Vorrichtung durchführbar ist.

Das Verdampfen dünner fadenförmiger Verdampfungsmaterialien durch Erhitzen mit elektrischem Strom in einer Vakuumverdampfungsanordnung wird seit langer Zeit zum Beschichten von elektronenmikroskopischen Substraten und Probenpräparaten verwendet. Vor der Untersuchung in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) werden nicht leitende Proben und Materialien mit einem leitfähigen Material, üblicherweise Gold oder Kohlenstoff, beschichtet. Die bekannte Methode des Kohlefadenverdampfens findet eine breite Anwendung in der Elektronenmikroskopie, insbesondere in der Herstellung von Abdruck- und Verstärkungsfilmen für die Transmissionselektronenmikroskopie und sehr dünner leitender Oberflächenschichten für rasterelektronenmikroskopische Proben. Bei der im REM durchgeführten Röntgenmikroanalyse, umfassend die Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX) und die Wellenlängendispersive Röntgenanalyse (WDX), werden die Proben vorher mit einer sehr dünnen Kohlenstoffschicht bedampft. Ferner wird bei der Methode der Electron Backscatter Diffraction (EBSD), einer in der Rasterelektronenmikroskopie eingesetzten kristallographischen Technik, ebenfalls eine sehr dünne, auf der Probe abgeschiedene Kohlenstoffschicht benötigt.

Vakuumverdampfungsanordnungen zum thermischen Verdampfen fadenförmiger Verdampfungsmaterialien, wie sie aus dem Stand der Technik bekannt sind, umfassen typischerweise eine Vakuumkammer, in welcher eine Probenaufnahme/Probentisch mit der zu bedampfenden Probe und eine an eine Stromquelle angeschlossene Verdampfungsquelle angeordnet sind. Die Proben werden senkrecht oder schräg bedampft, wobei das verdampfte Material unter einem vorgegebenen Winkel gegenüber der horizontalen Ebene auf der Oberfläche der horizontal am Probentisch montierten Probe auftrifft.

Das blitzartige Verdampfen (auch unter „Flash-Methode“ oder „Flash-Verdampfung“ bekannt) eines dünnen Kohlefadens durch Erhitzen mit hohem Stromfluss wird in gängiger Weise zum Beschichten von Präparaten verwendet und zeichnet sich durch einfache Handhabung und geringe thermische Belastung der Probe aus. Das blitzartige Verdampfen führt häufig zum schlagartigen Reißen des Kohlefadenrests. Dabei können unverdampfte Fasern und Partikel auf die Probe gelangen und diese verschmutzen. Darüber hinaus sind die Schichtdicke und die Schichtdickenverteilung durch die geometrischen Verhältnisse zwischen Probe und Verdampfungsquelle sowie die Fadenstärke festgelegt und können durch die Verwendung unterschiedlicher Fadenstärken und die Variation der Distanz zwischen der Verdampfungsquelle und den Proben nur eingeschränkt variiert werden. Ein weiterer Nachteil der Flash-Methode liegt darin, dass der Kohlefaden reißt und durch einen neuen Kohlefaden ersetzt werden muss. Derartige Wechsel sind zeitaufwändig und führen zu einer geringeren Geräteauslastung, geringerem Probendurchlauf und folglich einer geringeren Wirtschaftlichkeit.

In modifizierten Verfahren wird der Stromfluss zeitlich begrenzt (gepulst), so dass während eines Pulses nicht der gesamte Kohlefaden verdampft wird. Die Pulse werden dabei durch kurzes manuelles Schalten oder durch elektronisches Steuern begrenzt. Um den gesamten Kohlenfadenabschnitt zu verdampfen, werden in der Regel mehrere Pulse benötigt. Im gepulsten Verfahren kann das tatsächlich verdampfte Volumen des Kohlefadens stark variieren, da unterschiedliche Fadenabschnitte nach teilweisem Verdampfen unterschiedliche Widerstandswerte entwickeln. Da bei den gepulsten Verfahren der Kohlefaden nicht reißt und auch mechanisch stabil bleibt, ist die abgeschiedene Menge geringer als bei der Flash-Methode. Zudem variiert die abgeschiedene Menge pro Puls, da sich der Kohlefaden mit steigendem Widerstand weniger erhitzt. Werden die Pulse manuell geschaltet, kommt noch die zeitliche Variation der Pulse hinzu. Mit den bislang bekannten auf Strompulsen basierenden Verfahren können daher nur schlecht definierte Schichtdicken erhalten werden.

Die Messung der Schichtdicke einer abgeschiedenen Schicht mit Hilfe eines Schwingquarzes ist ebenfalls seit langem bekannt, wobei vor allem die Empfindlichkeit gegen Umgebungseinflüsse wie Temperatur, Belegung der Oberfläche mit kondensierbaren Substanzen, mechanische Verspannung, ungleichmäßige Erwärmung etc., die Messgenauigkeit beeinträchtigt. Die Schichtdickenmessung mit Schwingquarz wird durch die Strahlung (Licht und Wärme), die während des Verdampfens vom Kohlefaden ausgeht, stark beeinträchtigt

Aufgrund dieser Tatsachen ist die Schichtdickenmessung mittels Schwingquarz in einem Kohleverdampfungsverfahren daher höchstens zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit, aber nicht zur genauen Messung der abgeschiedenen Schichtdicke oder zur Begrenzung des Beschichtungsvorgangs anwendbar.

Die Schichtdicke, die Homogenität und die elektrische Leitfähigkeit einer Kohleschicht sind für elektronenmikroskopische Anwendungen von höchster Wichtigkeit. Für die meisten elektronenmikroskopischen Anwendungen ist es daher wesentlich, dass die auf den elektronenmikroskopischen Substraten und Probenpräparaten aufgedampften Beschichtungen eine vorbestimmte Dicke nicht über- oder unterschreiten dürfen. Eine unzureichend kontrollierte Materialabscheidung und eine daraus resultierende Ungleichmäßigkeit der Schichtdicke wirken sich beträchtlich auf die Qualität des Probenpräparats und folglich auf die Qualität der Bildauflösung aus. Eine reproduzierbare Schichtdicke mit höchster Genauigkeit ist bei den oben genannten EDX/WDX- bzw. EBSD-Analysen in Kombination mit REM besonders wünschenswert.

Es ist daher eine Aufgabe der Erfindung, die oben beschriebenen Methoden der Fadenverdampfung so zu verbessern, dass ihre Vorteile wie die einfache Handhabung und die geringe thermische Belastung der Proben erhalten bleiben, die aus dem Stand der Technik bekannten Nachteile wie Verschmutzungsanfälligkeit und die ungenaue Schichtdickenmessung jedoch beseitigt werden. Es ist eine weitere Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung zum Durchführen des verbesserten Verdampfungsverfahrens bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird mit einer Vorrichtung zum Abscheiden einer Materialschicht auf einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer wie eingangs genannt gelöst, wobei die Vorrichtung erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet ist, dass der Verdampfungsquelle eine Steuerelektronik zugeordnet ist, welche dazu eingerichtet ist, der Verdampfungsquelle den durch die Stromquelle bereitgestellten elektrischen Strom in Form von zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zuzuführen, und dass die Auswerteeinrichtung dazu eingerichtet ist, das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses zum Ableiten der nach jedem Strompuls abgeschiedenen Materialschichtdicke zu berücksichtigen.

Diese Aufgabe wird ferner durch ein Verfahren zum Abscheiden einer Materialschicht auf zumindest einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer gelöst, wobei das Verfahren gekennzeichnet ist durch die Schritte:

- Verdampfen mindestens eines Abschnitts eines fadenförmigen Verdampfungsmaterials durch Erhitzen mittels elektrischem Strom, wobei der Strom dem fadenförmigen Verdampfungsmaterial in zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zugeführt wird, wobei die Strompulse so gewählt sind, dass das fadenförmige Verdampfungsmaterial nicht reißt,
- Messen der nach einem Strompuls abgeschiedenen Schichtdicke mittels eines Schwingquarzes unter Berücksichtigung des transienten Abklingverhaltens des Schwingquarzes unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses.

Dank der Erfindung ist eine wohl definierte Variation der Schichtdicke durch Messung der mit jedem Strompuls abgeschiedenen Schichtdicke des verdampften Materials möglich. Die Beeinflussung des Signals des Messquarzes während des Strompulses durch die Strahlung (Licht und Wärme) wird erfindungsgemäß zur genauen Messung der Schichtdicke berücksichtigt. Auf diese Weise kann die Dicke der während eines Pulses abgeschiedenen Schicht mit hoher Genauigkeit bestimmt und die gewünschte Gesamtschichtdicke eingestellt werden. Mit der Erfindung können Schichten in einem weiten Schichtdickenbereich beginnend bei sehr geringen Schichtdicken von weniger als 1 nm bis zu großen Schichtdicken von 20 nm oder mehr in einem kleinen Toleranzband erhalten werden. Bis zum Beenden des Prozesses bei Erreichen der gewünschten Gesamtschichtdicke werden die ermittelten Dicken der Einzelschichten aufsummiert. Ferner ermöglicht die Erfindung eine bessere Reproduzierbarkeit der Beschichtung.

Da die Strompulse so gewählt sind, dass das fadenförmige Verdampfungsmaterial nicht reißt, kann im Vergleich zur oben beschriebenen Flash-Methode die Gefahr einer Verschmutzung ausgeschlossen werden. Die hierzu gewählten Pulsdaten sind vom verwendeten Fadenmaterial abhängig. Sie können in Abhängigkeit von der pro Puls gewünschten Abscheidedicke durch einfache Routineversuche ermittelt werden. Ein Fachmann auf dem Gebiet wird auch keine Schwierigkeiten haben, Daten, die im aus anderen ähnlichen Verfahren bekannt sind, auf das offenbarte Verfahren umzulegen.

Der Begriff „fadenförmiges Verdampfungsmaterial“ bezieht sich auf alle fadenförmigen Materialien, die zum thermischen Verdampfen in einer Vakuumverdampfungsvorrichtung geeignet und dem einschlägigen Fachmann bekannt sind. Das Verdampfungsmaterial kann beispielsweise Kohlenstoff (Graphit) oder Wolfram sein, aber es kommen alle Materialien, Metalle und Legierungen, die in fester Form einen nennenswerten Dampfdruck entwickeln, (z.B. Silber) in Frage.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die Vorrichtung sind für das Aufbringen einer Kohleschicht mit wohldefinierter Dicke auf ein elektronenmikroskopisches Präparat besonders vorteilhaft, insbesondere für das Aufbringen sehr dünner Kohlenstoffschichten mit einer Genauigkeit von ca. 0,5 nm, so wie sie für die Röntgenmikroanalyse (EDX/WDX) bzw. die EBSD-Analyse in Kombination mit REM notwendig sind. Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung handelt es sich bei dem fadenförmigen Verdampfungsmaterial daher um einen Kohlefaden (Graphitfaden). Es können insbesondere gezwirnte oder geflochtene Kohlefäden mit einer Stärke von 0,2 g/m bis 2 g/m zum Einsatz kommen.

Das Verfahren wird typischerweise unter Vakuum durchgeführt, wobei das Vakuum vorzugsweise besser als 1×10^{-2} mbar sein sollte. Vorzugsweise handelt es sich bei der zumindest einen Probe um ein elektronenmikroskopisches Probenpräparat.

Prinzipiell können unter Verwendung entsprechender und dem einschlägigen Fachmann an sich bekannten Haltevorrichtungen alle für Schichtdickenmessungen gängigen Schwingquarze verwendet werden (z.B. Orientierungsbezeichnungen „AT“, „SC“, „RC“). Vorzugsweise werden Quarze der Orientierung AT verwendet, da sie bei Raumtemperatur das beste Temperaturverhalten aufweisen und nicht auf einer erhöhten Temperatur gehalten werden müssen. Die Quarzplättchen haben vorzugsweise einen Durchmesser von ca. 14mm, eine Dicke von ca. 0,2mm und sind beidseitig metallisiert.

Bei einer bevorzugten Verfahrensvariante erfolgt das Messen der Materialschichtdicke unmittelbar nach Beendigung eines jeden Strompulses. Dies ist besonders bei dünneren Schichtdicken mit hoher Genauigkeit und geringem Toleranzband in der Schichtdickenverteilung von Vorteil.

Bei einer weiteren Verfahrensvariante kann bei der Herstellung dicker Schichten die Schichtdickenmessung auch nach mehreren Pulsen erfolgen, wodurch der Gesamtprozess beschleunigt wird.

Erfindungsgemäß wird das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes nach Beendigung eines Strompulses beim Messen der abgeschiedenen Materialschichtdicke berücksichtigt. Bei einer ersten bevorzugten Ausführungsform wird vor dem Messen der Materialschichtdicke das Abklingen des Signals des Schwingquarzes auf ein Basisniveau abgewartet. Dieses Basisniveau wird üblicherweise 4 bis 5 Sekunden nach Beendigung des Strompulses erreicht. Zweckmäßigerweise wird die Materialschichtdicke aus der Differenz zwischen dem Basisniveau des Schwingquarzsignals vor Abscheiden der Materialschicht und dem Basisniveau des Schwingquarzsignals nach Abscheiden der Materialschicht ermittelt. Typischerweise schwingt ein Schwingquarz mit einer Frequenz von 5 bis 6 MHz. Durch das Abscheiden von Material auf der Schwingquarzoberfläche kommt es zu einer Änderung der Resonanzfrequenz. Die Differenz zwischen dem Basisniveau des Schwingquarzsignals vor Abscheiden der Materialschicht und dem Basisniveau des Schwingquarzsignals nach Abscheiden der Materialschicht liegt im Hz-Bereich, z.B. beträgt die gemessene Differenz für eine 1 nm dicke Kohlenstoffschicht typischerweise ca. 15 Hz.

Alternativ zur oben genannten Ausführungsform, wird bei einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform das abklingende Signal des Schwingquarzes durch eine geeignete Funktion ($\exp^{-1}$ -artig) angepasst („Fitting“) und auf diese Weise eine ausreichend genaue Messung bereits während der Abklingzeit erreicht. Die Materialschichtdicke wird demnach unter Anwendung der folgenden Schritte gemessen:

- Messen des Verlaufs der Frequenz des Schwingquarzes in Abhängigkeit von der Zeit,
- Anpassen einer parametrisierten Funktion, die mit zumindest einem Parameter parametrisiert ist, an diesen Verlauf, und
- Ableiten einer Materialschichtdicke aus dem zumindest einen Parameter.

Der anzupassende Parameter steht mit dem Basisniveau, auf das das transiente Abklingverhalten hinsteuert, in eindeutigen funktionellen Zusammenhang, vorzugsweise ist eine Proportionalität gegeben. Als weiterer Parameter kann die Zeitkonstante des Abklingvorganges angepasst werden.

Die Steuerelektronik schickt Strompulse durch zumindest einen Abschnitt des fadenförmigen Verdampfungsmaterials, um diesen so zu erhitzen, dass das Material vom Faden abdampft und sich als Schicht auf der Probe niederschlägt. Die Strompulse sind dabei so gewählt, dass der Fadenabschnitt nur teilweise verdampft und keinesfalls reißt. Ferner sind die Strompulse so gewählt, dass pro Fadenabschnitt mindestens 2 Strompulse durchgeführt werden können, bevor durch Verdampfen des Verdampfungsmaterials der Widerstand des Fadens so hoch geworden ist, dass der Stromfluss zum weiteren Verdampfen nicht mehr ausreicht. Mit Vorteil beträgt die Pulslänge eines Strompulses 20 ms bis 1 s, vorzugsweise 50 ms bis 500 ms. Die Stromstärke eines Strompulses ist vorteilhafterweise so gewählt, dass sie 6 A bis 50 A beträgt. Dem Fachmann steht eine hinlänglich bekannte Vielfalt an Steuerelektronikeinrichtungen zum Erzeugen von Strompulsen mit den oben genannten Pulsdaten zur Verfügung. Zweckmäßigerweise regelt die Steuerelektronik dabei den Strom durch Strombegrenzung bei Anlegen einer Maximalspannung, durch direkte Stromregelung oder durch adaptive Anpassung der Spannung an den im vorhergehenden Strompuls gemessenen Widerstand.

Die Steuerelektronik ist vorzugsweise in der Lage, den Stromfluss mit Festkörperbauelementen, z.B. Leistungshalbleitertransistoren, auch bei voller Leistung direkt zu messen, zu steuern und/oder zu schalten und kann auf mechanische Schaltelemente, z.B. Leistungsrelais, verzichten.

In einem Aspekt der Erfindung werden die durch die Verdampfungsgeometrie bestimmten Schichtinhomogenitäten durch Wechseln der Positionierung der zumindest einen Probe hinsichtlich ihrer Position zu dem zu verdampfenden fadenförmigen Verdampfungsmaterial, welches in der Verdampfungsquelle aufgenommen ist, ausgeglichen. Besonders vorteilhaft ist dies, wenn sich zwei oder mehr Proben gleichzeitig im Rezipienten befinden und bearbeitet werden. In einem Unteraspekt erfolgt das Wechseln der Positionierung der zumindest einen Probe vorzugsweise zwischen zwei aufeinander folgenden Strompulsen. Damit werden die ein oder mehr Proben für jeden Strompuls so verschoben, dass die durch die Verdampfungsgeometrie bestimmte Schichtverteilung ausgeglichen wird. Dadurch wird auch bei sehr dünnen Beschichtungen eine sehr gleichmäßige und gut definierte Schichtdicke erreicht. Besondere Bedeutung hat dies bei der oben erwähnte Röntgenmikroanalyse (EDX/WDX) sowie der EBSD-Analyse in Kombination mit REM. Darüber hinaus kann bei dieser Verfahrensvariante mehr als eine Probe gleichzeitig mit einer gleichmäßigen Materi-

albeschichtung versehen werden, wodurch eine höhere Effizienz und bessere Geräteauslastung erreicht wird. Um die Schichtdicke exakt zu bestimmen, werden die geometrischen Verhältnisse berücksichtigt und die effektiv auf den Proben abgeschiedene Schicht wird auf Grund der mit dem Schwingquarz gemessenen Schichtdicke berechnet. Dabei wird das Verhältnis der Abstände zwischen Probe und Kohlefaden bzw. Quarzsensord und Kohlefaden (im Wesentlichen quadratisches Abstandsgesetz) sowie die Neigung des Quarzsensors zur Quelle (cos-Gesetz) berücksichtigt. Vorzugsweise findet eine gemessene tabellarische Funktion oder eine für bestimmte Positionen gegenüber den oben angeführten Gesetzen parametrisch korrigierte Funktion, die durch Messung ermittelt wird, Anwendung, da auf diese Weise auch Abschattungs- und Reflexionseffekte berücksichtigt werden können.

Um den oben beschriebenen Aspekt des Ausgleichs der Schichtinhomogenitäten durch Wechseln der Positionierung der zumindest einen Probe hinsichtlich ihrer Position zu dem fadenförmigen Verdampfungsmaterial zu realisieren wird die zumindest eine Probe in der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf einem motorisiert beweglichen Probentisch aufgenommen. In einer Ausführungsform der Vorrichtung ist daher der Probentisch zum Positionieren der zumindest einen Probe in Bezug auf die Position der Verdampfungsquelle als motorisiert beweglicher Wechseltisch ausgeführt. Bei einer Untervariante umfasst der Probentisch eine um eine Drehachse drehbare Drehscheibe, wobei zumindest zwei Proben auf der drehbaren Drehscheibe angeordnet sind. Vorzugsweise sind die Proben um gleiche Winkel zueinander versetzt auf der Drehscheibe angeordnet. Bei einer anderen Variante sind die Proben nur auf einem Segment der Drehscheibe angeordnet. Vorzugsweise ist der Schwingquarz in der Mitte der Drehscheibe angeordnet.

Bei einer Ausführungsform umfasst die Verdampfungsquelle eine zumindest zwei elektrische Durchführungen aufweisende Halterung für das fadenförmige Verdampfungsmaterial. Die elektrischen Durchführungen werden über die Steuerelektronik angesteuert, so dass das fadenförmige Verdampfungsmaterial, das zwischen den elektrischen Durchführungen im Rezipienten aufgenommen ist, durch die freigesetzten Strompulse erhitzt und dadurch verdampft wird. Beim Beschichten mehrerer Proben oder beim Aufbringen von dickeren Schichtdicken kann das nur durch einen Fadenabschnitt abgeschiedene Material zu wenig sein. Um mehr als einen Fadenabschnitt verdampfen zu können, ist es von Vorteil, wenn die Halterung für das fadenförmige Verdampfungsmaterial zumindest drei, vorzugsweise zumindest fünf elektrische Durchführungen umfasst. Mit zumindest fünf elektrischen

Durchführungen können zumindest vier Fadenabschnitte bereitgestellt werden. Die Steuer- elektronik steuert dabei jeweils ein benachbartes Paar der Durchführungen an, so dass jeweils nur der Fadenabschnitt, der zwischen dem Paar der Durchführungen aufgenommen ist, bestromt und verdampft wird. Wenn der Widerstand eines Fadenabschnitts durch Verdampfen des Materials so hoch geworden ist, dass der Stromfluss zum weiteren Ver- dampfen nicht mehr ausreicht, wird der Probestisch typischerweise nachgestellt, um den geometrischen Versatz der beiden Fadenabschnitte zu korrigieren. Alternativ dazu kann auch die Halterung der Verdampfungsquelle verschiebbar im Rezipienten angeordnet sein.

Bevorzugterweise ist zumindest eine der zumindest einen Probe in einer Entfernung von 30 mm bis 100 mm von der Verdampfungsquelle angeordnet. Die zumindest eine Probe ist auf dem Probestisch in einer geeigneten und einem einschlägigen Fachmann an sich bekannten Probenaufnahme aufgenommen.

Im Folgenden wird die Erfindung samt weiteren Vorzügen anhand eines nicht einschrän- kenden Beispiels näher erläutert, das in den beigefügten Zeichnungen dargestellt ist. Die Zeichnungen zeigen in

Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Anordnung mit einem erfindungsgemäßen Vor- richtungen zugeordneten motorisierten Probestisch, welcher exzentrisch zu einer Verdamp- fungsquelle angeordnet ist,

Fig. 2 eine Verdampfungsquelle mit fünf elektrischen Durchführungen für insgesamt vier Kohlenfadenabschnitte,

Fig. 3 eine schematische Darstellung der Anordnung aus Fig. 1 in einem Rezipienten ange- ordnet,

Fig. 4 eine transiente Abklingfunktion eines Schwingquarzes, und

Fig. 5 ein Ablaufdiagramm zur Veranschaulichung eines Prozess-Ablaufs für eine Beschich- tung mittels Kohlefadenverdampfung.

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung einer Anordnung mit einem erfindungsgemäßen Vorrichtungen zugeordneten motorisierten Probestisch 100, welcher exzentrisch zu einer

Verdampfungsquelle 101 für einen Kohlefaden 102 angeordnet ist. Der Probenstisch und die Verdampfungsquelle 101 im Rezipienten 111 (in Fig. 3 dargestellt) können in an sich bekannter Weise mittels einer nicht dargestellten klappbaren Blende („Shutter“) räumlich getrennt voneinander im Rezipienten 111 angeordnet sein, wobei beim Verdampfen des Kohlefadens die klappbare Blende weggeklappt wird. Der Probenstisch 100 und die Verdampfungsquelle 101 sind in einem Rezipienten 111 angeordnet, in welchem nach dessen Evakuierung ein Vakuum von besser als 1×10^{-2} mbar vorherrschen soll. Auf dem Probenstisch 100 sind elektronenmikroskopische Proben/Präparate 103a-d in (nicht näher dargestellten) Probenhalterungen positioniert. Die Proben 103a-d befinden sich in einer Entfernung von 30 mm bis 100 mm von der Verdampfungsquelle 101. Die in Fig. 1 gezeigte Verdampfungsquelle 101 umfasst zwei elektrische Durchführungen 104a, 104b, die über eine Steuerelektronik 112 (siehe Fig. 3) angesteuert werden, so dass der Kohlefaden 102, der zwischen den elektrischen Durchführungen 104a, 104b aufgenommen ist, durch hohen Strom erhitzt und dadurch verdampft werden kann.

In der Fig. 2 ist eine weitere Ausführungsform einer Verdampfungsquelle 201 mit fünf elektrischen Durchführungen 204a-e gezeigt. Die Verdampfungsquelle 201 kann alternativ zu der in Fig. 1 gezeigten Verdampfungsquelle 101 zur Anwendung kommen. Zwischen den elektrischen Durchführungen 204a-e ist ein Kohlefaden 202 durchgefädelt. Dadurch ergeben sich im gezeigten Beispiel insgesamt vier Kohlenfadenabschnitte, wobei die Steuerelektronik jeweils ein benachbartes Paar der Durchführungen 204a-e ansteuert, so dass jeweils nur ein Fadenabschnitt bestromt und verdampft wird. Die Verdampfungsquelle 201 ist dabei vorzugsweise so verschiebbar im Rezipienten angeordnet, dass der jeweilige zu verdampfende Fadenabschnitt im geeigneten Abstand zur Probe in einer Verdampfungsposition positioniert ist. Wenn der Widerstand eines Fadenabschnitts durch Verdampfen des Materials so hoch geworden ist, dass der Stromfluss zum weiteren Verdampfen nicht mehr ausreicht, wird auf einen anderen, noch ungebrauchten Fadenabschnitt gewechselt. In einer vorteilhaften Ausführungsform können dann Quellenhalterung 201 oder Probenstisch 100 motorisiert so verschoben werden, dass der geometrische Versatz der Fadenabschnitte ausgeglichen werden kann.

Zurückkommend auf die Fig. 1, ist in unmittelbarer Umgebung der Proben 103a-d im Zentrum des Probenstisches 100 ein Schwingquarz 105 angeordnet, mit dem die Dicke einer abgeschiedenen Schicht durch Änderung der Resonanzfrequenz bestimmt werden kann. Der

Schwingquarz ist beispielsweise als ein mit einem geeigneten Quarzplättchen bestückter Messkopf realisiert. Vorzugsweise handelt es sich um ein Quarzplättchen mit AT-Orientierung. Der Messkopf kann auch in einer anderen geometrisch günstigen Position angeordnet sein, z.B. unmittelbar neben dem äußeren Umfang des Probenisches, falls das Tischzentrum für die Aufnahme von Proben benötigt wird.

Die Steuerelektronik 112 schickt Strompulse durch den Kohlefaden 102, um diesen so zu erhitzen, dass der Fadenabschnitt nur teilweise verdampft und keinesfalls reißt. Im gezeigten Beispiel sind die Pulsdaten so gewählt, dass pro Fadenabschnitt mindestens 2, vorzugsweise mehr, Strompulse durchgeführt werden können, bevor durch Verdampfen des Verdampfungsmaterials der Widerstand des Fadens so hoch geworden ist, dass der Stromfluss zum weiteren Verdampfen nicht mehr ausreicht. Die Pulsdaten sind vom verwendeten Fadenmaterial abhängig und umfassen Pulslängen von 20 ms bis 1 s, vorzugsweise 50 ms bis 500 ms, und Ströme von 6 A bis 50 A. Die Steuerelektronik 112 kann dabei den Strom durch Strombegrenzung bei Anlegen einer Maximalspannung, durch direkte Stromregelung oder durch adaptive Anpassung der Spannung an den im vorhergehenden Puls gemessenen Widerstand regeln.

Der Probenisch 100 ist als motorisiert beweglicher Wechseltisch ausgeführt und umfasst eine um eine Drehachse L drehbare Drehscheibe 106, die auf einer Achse 108 mittels einer Lagerung 107 im Rezipienten 111 drehbar gelagert ist. Die Proben 103a-d sind vorzugsweise um gleiche Winkel zueinander versetzt auf der Drehscheibe 106 angeordnet, die Funktion des offenbarten Verfahrens ist aber auch bei unregelmäßiger oder stochastischer Anordnung der Proben gewährleistet. Die Drehscheibe 106 ist über eine Antriebsübersetzung 110 mittels eines Motors 109 bewegbar. Durch die Drehbewegung können die Positionierungen der Proben 103a-d in Bezug auf die Verdampfungsquelle 101 gewechselt werden, so dass die durch die Verdampfungsgeometrie bestimmte Schichtverteilung ausgeglichen wird. Auf diese Weise kann eine größere Anzahl an Proben gleichmäßig mit einer Beschichtung wohldefinierter Schichtdicke beschichtet werden. Das Wechseln der Positionierungen erfolgt üblicherweise nach jedem Strompuls. Die Pulsdaten sind zweckmäßigerweise so gewählt, dass pro Fadenabschnitt so viele Strompulse durchgeführt werden, dass jede der auf der Drehscheibe 106 angeordneten Proben durch dieselbe Anzahl an Strompulsen bedampft wird.

Fig. 3 zeigt eine schematische Darstellung der Anordnung aus Fig. 1, wobei der Probestisch 100 und die Verdampfungsquelle 101 in einem Rezipienten 111 angeordnet sind. Die zwei elektrischen Durchführungen 104a, 104b werden über eine Steuerelektronik 112 angesteuert, so dass der Kohlefaden 102, der zwischen den elektrischen Durchführungen 104a, 104b aufgenommen ist, durch hohen Strom erhitzt und dadurch verdampft werden kann. Ferner wird auch der Motor 109 von der Steuerelektronik 112 angesteuert, um die auf dem motorisiert beweglichen Probestisch 101 angeordneten Proben wie oben beschrieben zur Verdampfungsquelle 101 zu positionieren. Die abgeschiedene Materialschichtdicke wird mittels einer Auswerteeinrichtung 113 ermittelt, wobei das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes 105 wie weiter unten in den Fig. 4 und 5 im Detail beschrieben berücksichtigt wird. Die Signalverbindungen zwischen den einzelnen Bauteilen sind als gestrichelte Linien dargestellt. In der Fig. 4 ist eine Abklingfunktion eines Schwingquarzes gezeigt, in welcher die Frequenzabweichung integriert über die Torzeit gegen den Offset (ms) der Torzeit zum Strompuls dargestellt ist. Die in der Fig. 4 gezeigte Abklingfunktion wurde mit einem Schwingquarz mit einer AT-Orientierung aufgezeichnet. Typischerweise schwingt ein Schwingquarz mit einer Frequenz von 5 bis 6 MHz. Durch das Abscheiden von Material, im gezeigten Beispiel Kohlenstoff, kommt es zu einer Änderung der Resonanzfrequenz des Schwingquarzes. Die Differenz zwischen dem vor dem Abscheiden der Kohlenstoffschicht erfassten Basisniveau des Schwingquarzsignals und dem Basisniveau des Schwingquarzsignals nach Abscheiden der Kohlenstoffschicht liegt im Hz-Bereich, z.B. beträgt die gemessene Differenz für eine 1 nm dicke Kohlenstoffschicht typischerweise ca. 15 Hz. Das Signal des Schwingquarzes wird während des Strompulses durch die abgegebene Strahlung (Licht und Wärme) stark beeinflusst und ist in der Fig. 4 als ein steiler Anstieg der Frequenzabweichung zu sehen. Diese Beeinflussung klingt, wie aus der Fig. 4 gut ersichtlich ist, nach ca. 4 bis 5 Sekunden auf ein Basisniveau ab. Dieses Basisniveau wird wiederum mit dem nach dem nächsten Strompuls gemessenen Basisniveau verglichen. Erfindungsgemäß wird diese Beeinflussung für eine genaue Messung der Dicke der abgeschiedenen Schicht berücksichtigt, wobei das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes nach Beendigung eines Strompulses herangezogen wird.

Bei einer ersten Möglichkeit wird vor dem Messen der Materialschichtdicke das Abklingen des Signals des Schwingquarzes auf ein Basisniveau abgewartet. Dieses Basisniveau wird üblicherweise 4 bis 5 Sekunden nach Beendigung des Strompulses erreicht. Zweckmäßigerweise wird die Materialschichtdicke aus der Differenz zwischen dem Basisniveau des

Schwingquarzsignals vor Abscheiden der Materialschicht und dem Basisniveau des Schwingquarzsignals nach Abscheiden der Materialschicht ermittelt.

Alternativ dazu wird bei einer zweiten Möglichkeit der Schichtdickenbestimmung die Schichtdicke durch einen Fit der transienten Abklingfunktion (transiente Messkurve) abgeleitet, wodurch bereits während der Abklingzeit eine ausreichend genaue Messung erreicht wird.

Fig. 5 zeigt ein Ablaufdiagramm zur Veranschaulichung eines Prozess-Ablaufs für eine Beschichtung mittels Kohlefadenverdampfung. Durch die in diesem Prozess-Ablauf dargestellte Vorgangsweise wird eine ideale Gleichverteilung des Verdampfungsmaterials auf allen Probenoberflächen erhalten. Der Prozess läuft wie folgt ab:

- Platzieren, vorteilhaft in gleichmäßiger Verteilung, der Proben am Probenstisch (siehe Probenstisch 100 in Fig. 1) bzw. im gewünschten Probenstisch-Segment.
- Einspannen des Kohlefadens in der Verdampfungsquelle (mindestens ein Fadenabschnitt wie in Fig. 1 oder mehrere, z.B. bis zu vier, Fadenabschnitte wie in Fig. 2 dargestellt).
- Steuerung der Kohlefadenverdampfung wird im Pulse-Modus eingestellt.
- Benutzereingaben:
 - o Gewünschte Schichtdicke
 - o Probenhöhenkorrektur
 - o Tischsegment selektieren (ganzer Tisch, 180° Segment, 90° Segment, ohne Drehung)
- Rezipient schließen und durch Starten der Vakuumpumpe abpumpen, bis das gewünschte Vakuum erreicht wird.
- Automatische Bestimmung der belegten Fadenpositionen und der Fadentype durch Messung des Widerstands, wodurch weitere Prozessparameter festgelegt werden.
- Shutter schließen
- Reinigen der Fadenabschnitte durch Erhitzen auf 400-900 °C (wie an sich bekannt gemäß Vorgabe aus Tabelle je nach gemessenem Widerstand)
- Öffnen des Shutters
- Verdampfen der Kohlefadenabschnitte durch kurze Strompulse:
 - o Spannung je nach Fadentype 12-30 V

- Pulslänge 50-500ms
- Nach jedem Strompuls wird eine Messung der abgeschiedenen Schichtdicke mit Hilfe eines Quarz-Sensors (z.B. konventionell gebräuchliche Schwingquarze, vorzugsweise der Orientierung AT) unter Berücksichtigung des transienten Abklingverhaltens des Schwingquarzes wie oben beschrieben durchgeführt.
- Drehung des Probentisches in vordefinierte Orientierungspositionen um gleichmäßige Abscheidung auf alle Proben zu gewährleisten wie beispielsweise:
 - Für Selektion ganzer Tisch: 9 Positionen im Winkel-Abstand von 40° werden in der Reihenfolge 1 - 4 - 7 - 2 - 5 - 8 - 3 - 6 - 9 zyklisch durchlaufen, solange der Stromfluss Verdampfen des aktuellen Fadenabschnitts erkennen lässt.
 - Für Selektion von Tischsegmenten: Entsprechend weniger / enger zusammenliegende Positionen; Anwahl stets so, dass über das gewählte Segment die Abscheidung zu jedem Zeitpunkt möglichst ausgeglichen ist.
 - Wenn der Widerstand des aktuellen Fadenabschnitts kein weiteres Verdampfen mehr zulässt, erfolgt der Wechsel auf den nächsten Fadenabschnitt, Nachstellen des Tisches, um den geometrischen Versatz der beiden Fäden zu korrigieren, danach Fortsetzung des Verdampfungsverfahrens bis zum Erreichen der angestrebten Schichtdicke und Schichthomogenität.
 - Rechnerische Ermittlung der effektiven gleichverteilten Schichtdicke aus den Dickenmessungen und Beenden des Prozesses bei Erreichen der gewünschten Schichtdicke.
- Optional: Automatisches Belüften der Kammer am Ende des Prozesses, wenn gewünscht.

ANSPRÜCHE

1. Vorrichtung zum Abscheiden einer Materialschicht auf einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer, umfassend einen Probentisch (100) zum Anordnen zumindest einer Probe (103a, 103b, 103c, 103d), eine an eine Stromquelle angeschlossene Verdampfungsquelle (101, 201) für ein fadenförmiges Verdampfungsmaterial (102, 202), einen Schwingquarz (105) zum Messen der abgeschiedenen Materialschichtdicke, und eine dem Schwingquarz (105) zugeordnete Auswerteeinrichtung (113),

dadurch gekennzeichnet, dass

der Verdampfungsquelle (101, 201) eine Steuerelektronik (112) zugeordnet ist, welche dazu eingerichtet ist, der Verdampfungsquelle (101, 201) den durch die Stromquelle bereitgestellten elektrischen Strom in Form von zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zuzuführen, und dass die Auswerteeinrichtung (113) dazu eingerichtet ist, das transiente Abklingverhalten des Schwingquarzes (105) unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses zum Ableiten der nach jedem Strompuls abgeschiedenen Materialschichtdicke zu berücksichtigen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Probentisch (100) zum Positionieren der zumindest einen Probe in Bezug auf die Position der Verdampfungsquelle (101, 201) als motorisiert beweglicher Wechseltisch ausgeführt ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Probentisch (100) eine um eine Drehachse (L) drehbare Drehscheibe (106) umfasst, wobei zumindest zwei Proben (103a, 103b, 103c, 103d), vorzugsweise um gleiche Winkel zueinander versetzt, auf der drehbaren Drehscheibe (106) angeordnet sind.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Schwingquarz (105) in der Mitte der Drehscheibe (106) angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfungsquelle (101, 201) eine zumindest zwei elektrische Durchführungen (104a, 104b, 204a, 204b, 204c, 204 d, 204e) aufweisende Halterung für das fadenförmige Verdampfungsmaterial (102, 202) umfasst.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Halterung für das fadenförmige Verdampfungsmaterial zumindest drei, vorzugsweise zumindest fünf elektrische Durchführungen (204a, 204b, 204c, 204 d, 204e) umfasst.
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine der zumindest einen Probe in einer Entfernung von 30 mm bis 100 mm von der Verdampfungsquelle angeordnet ist.
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem fadenförmigen Verdampfungsmaterial um einen Kohlefaden handelt.
9. Verfahren zum Abscheiden einer Materialschicht auf zumindest einer Probe innerhalb einer Vakuumkammer gekennzeichnet durch die Schritte:
 - Verdampfen mindestens eines Abschnitts eines fadenförmigen Verdampfungsmaterials durch Erhitzen mittels elektrischem Strom, wobei der Strom dem fadenförmigen Verdampfungsmaterial in zumindest zwei Strompulsen mit einer Pulslänge von ≤ 1 s zugeführt wird, wobei die Strompulse so gewählt sind, dass das fadenförmige Verdampfungsmaterial nicht reißt,
 - Messen der nach einem Strompuls abgeschiedenen Materialschichtdicke mittels eines Schwingquarzes unter Berücksichtigung des transienten Abklingverhaltens des Schwingquarzes unmittelbar nach Beendigung eines Strompulses.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Messen der Materialschichtdicke unmittelbar nach Beendigung eines jeden Strompulses erfolgt.
11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass vor dem Messen der Materialschichtdicke das Abklingen des Signals des Schwingquarzes auf ein Basisniveau abgewartet wird.
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Materialschichtdicke aus der Differenz zwischen dem Basisniveau des Schwingquarzsignals vor Abscheiden der Materialschicht und dem Basisniveau des Schwingquarzsignals nach Abscheiden der Materialschicht ermittelt wird.

13. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Messen der Materialschichtdicke die Schritte umfasst:

- Messen des Verlaufs der Frequenz des Schwingquarzes in Abhängigkeit von der Zeit,
- Anpassen einer parametrisierten Funktion, die mit zumindest einem Parameter parametrisiert ist, an diesen Verlauf, und
- Ableiten einer Materialschichtdicke aus dem zumindest einen Parameter.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das fadenförmige Verdampfungsmaterial ein Kohlefaden ist.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Pulslänge eines Strompulses 20 ms bis 1 s, vorzugsweise 50 ms bis 500 ms, beträgt.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Stromstärke eines Strompulses 6 A bis 50 A beträgt.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die durch die Verdampfungsgeometrie bestimmten Schichtinhomogenitäten durch Wechseln der Positionierung der zumindest einen Probe hinsichtlich ihrer Position zu dem zu verdampfenden fadenförmigen Verdampfungsmaterial ausgeglichen werden.

18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass zwei oder mehr Proben gleichzeitig bearbeitet werden.

19. Verfahren nach Anspruch 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, dass das Wechseln der Positionierung der Probe zwischen zwei aufeinander folgenden Strompulsen erfolgt.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass es mit einer Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 durchgeführt wird.

1/4

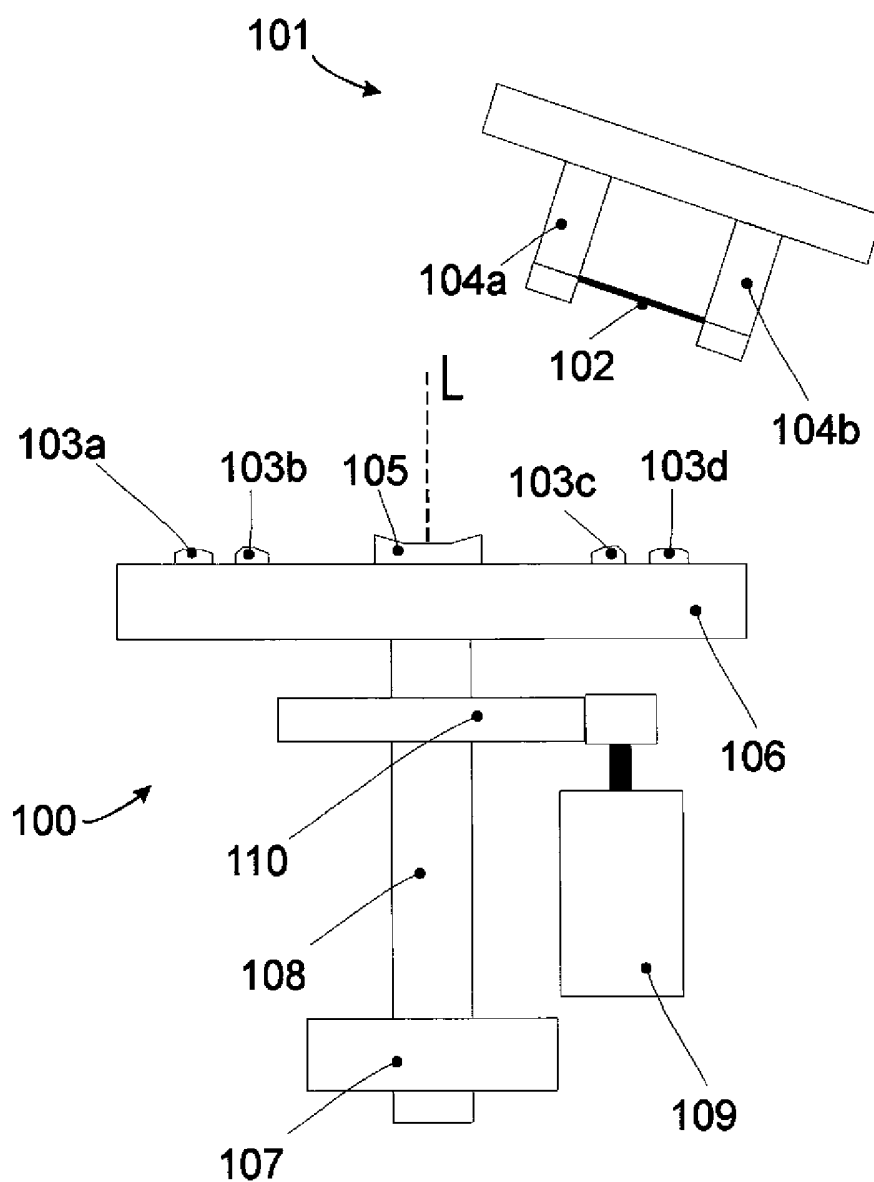


Fig. 1

2/4

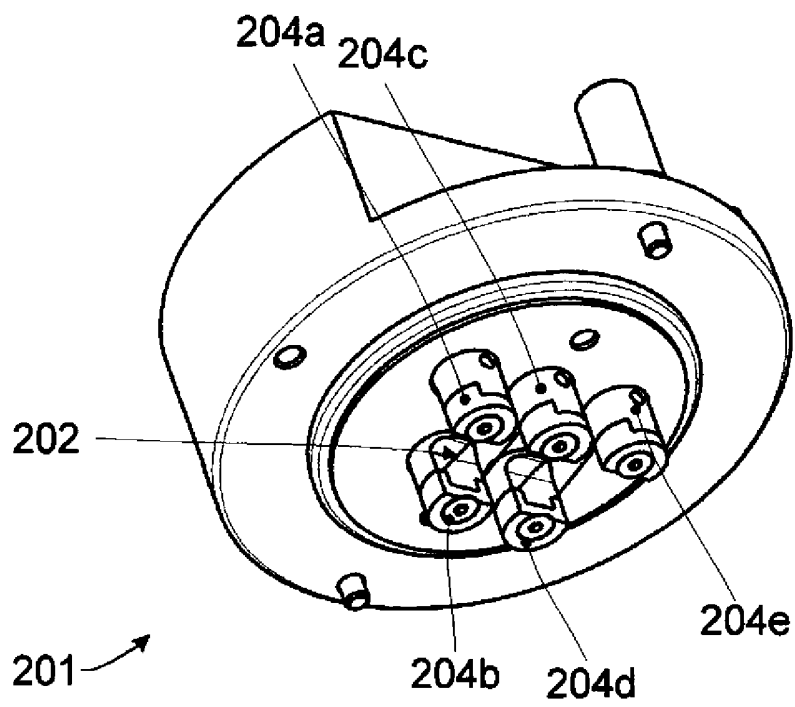


Fig. 2

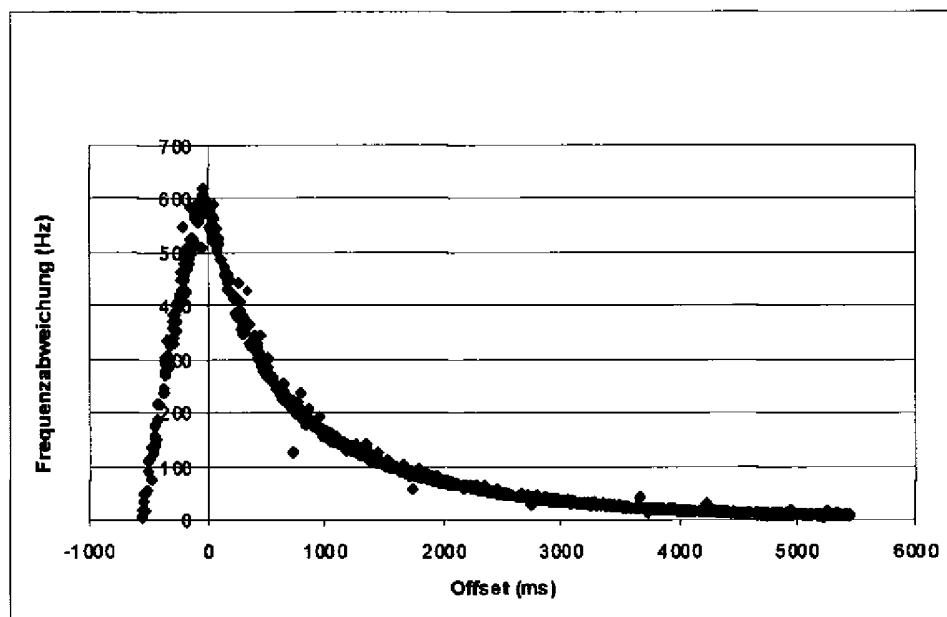


Fig. 4

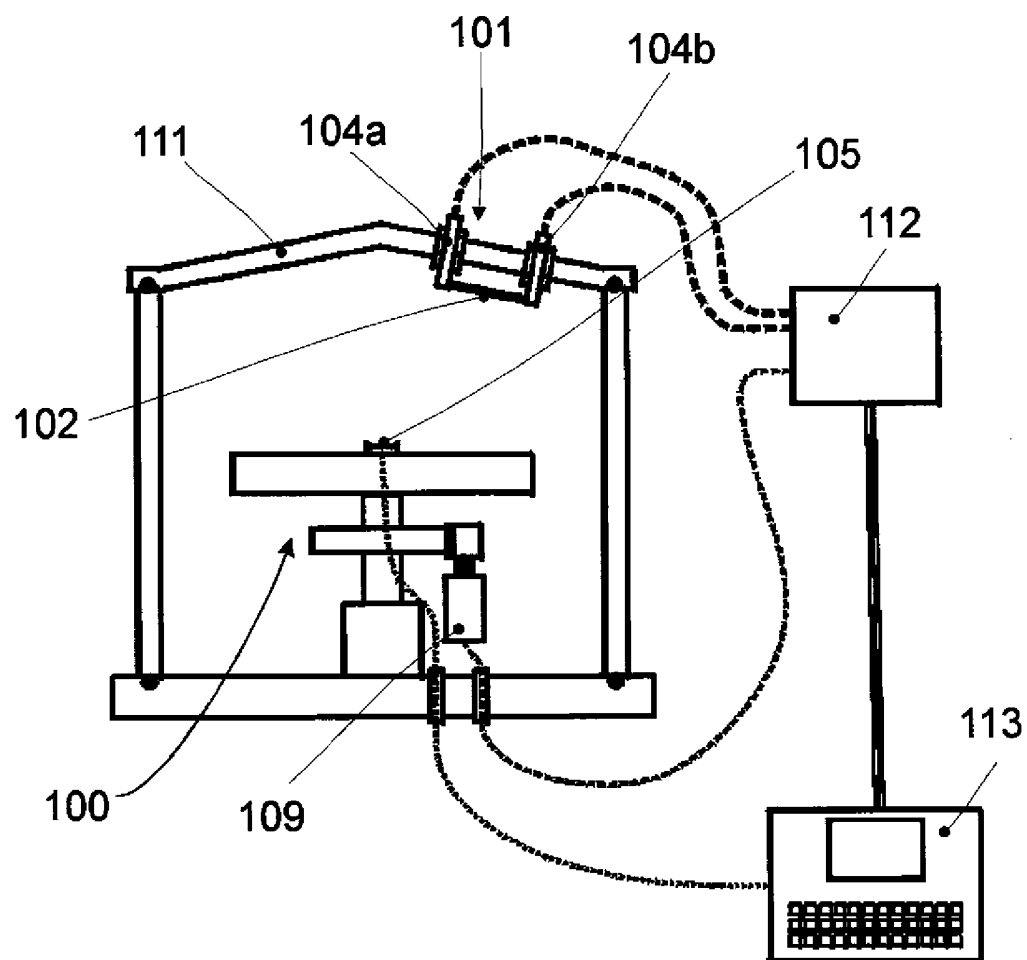


Fig. 3

4/4

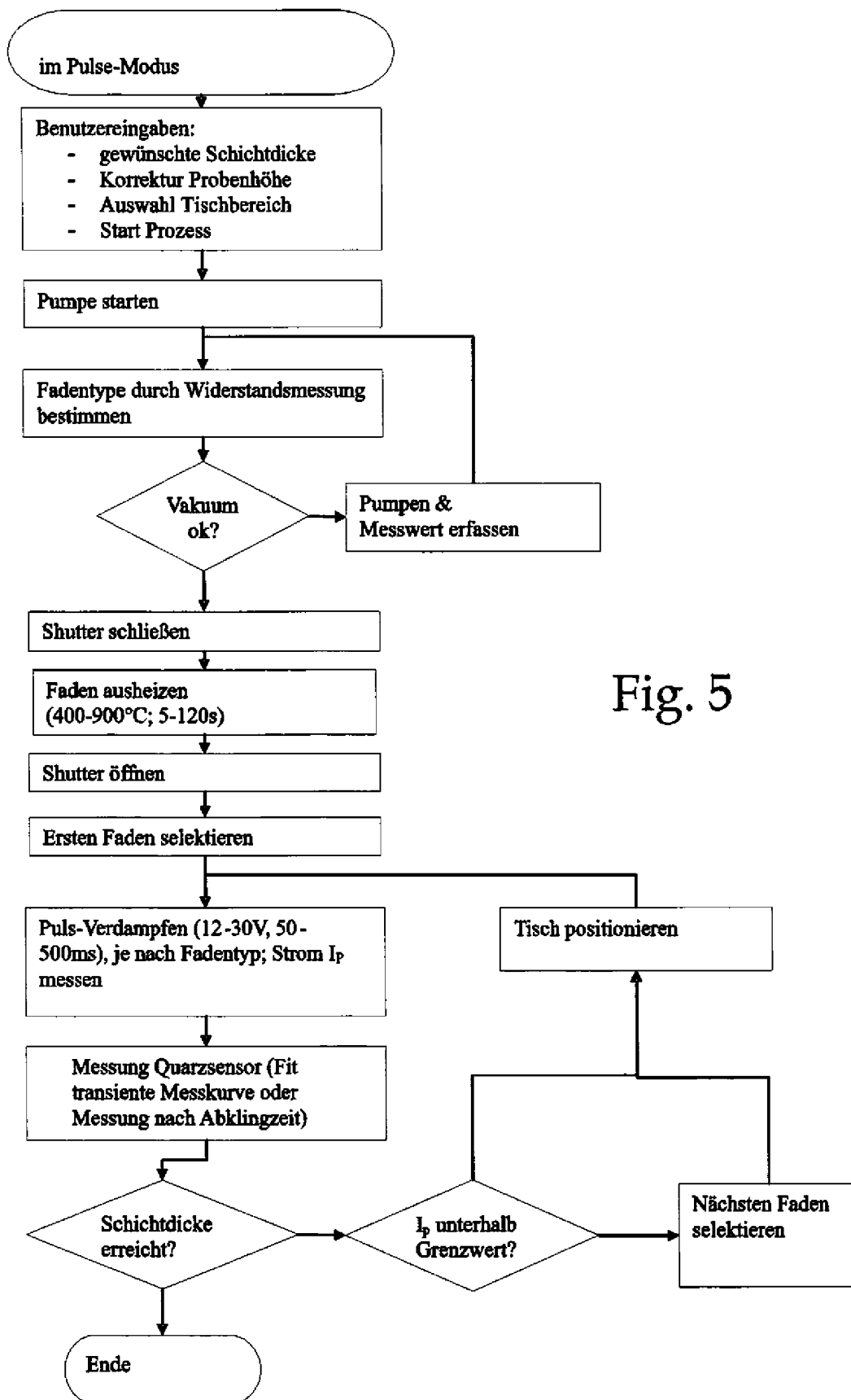


Fig. 5

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC: G01N 1/28 (2006.01)		
Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß ECLA: G01N 1/28; G01N 1/28G		
Recherchierter Prüfstoﬀ (Klassifikation): G01N		
Konsultierte Online-Datenbank: Wpi, Espodoc		
Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 4. Juni 2012 eingereichten Ansprüchen 1-20 erstellt.		
Kategorie ¹	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreﬀend Anspruch
X	GB 2000882 A (HITACHI LTD) 17. Jänner 1979 (17.01.1979) *Seite 3 Zeilen 21-39; Ansprüche; Seite 2 Zeilen 59 ff; Figuren*	1-20
X	US 4311725 A (HOLLAND, LESLIE) 19. Jänner 1982 (19.01.1982) *Ansprüche; Figuren 5, 6; Spalte 1 Zeilen 37-44; Spalte 2 Zeilen 34-63; Spalte 4 Zeilen 40-55; Spalte 5 Zeile 21-31; Spalte 6 Zeilen 37-50; Spalte 7 Zeilen 7-31*	1-20
X	US 5536317 A (CRAIN, KERMIT, WARY, JOHN, OLSON, ROGER A, BEACH, WILLIAM F) 16. Juli 1996 (16.07.1996) *Ansprüche, Figuren 1, 3, 4, 5, 7; Spalte 3 Zeilen 50ff; Spalte 11 Zeilen 16ff*	1-20
A	DE 1023830 B (FA. CARL ZEISS) 06. Februar 1958 (06.02.1958) *Ganzes Dokument*	1-20
Datum der Beendigung der Recherche: 4. Dezember 2012		☐ Fortsetzung siehe Folgeblatt Prüfer(in): GÖRNER W.
¹ Kategorien der angeführten Dokumente: X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: der Anmel- dungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden. Y Veröffentlichung von Bedeutung: der Anmel- dungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist. A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert P Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde. E Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein älteres Recht hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen). & Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.		