



Dissertation

Frank Schmaljohann

Gesputterte, elektrisch isolierende Schichten für Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern



ISSN 0179-0609
ISBN 978-3-95606-233-9



Dissertation

Frank Schmaljohann

Gesputterte, elektrisch isolierende Schichten für Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern



ISSN 0179-0609
ISBN 978-3-95606-233-9

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Fertigungsmesstechnik

PTB-F-56

Braunschweig, Dezember 2015

Frank Schmaljohann

Gesputterte, elektrisch isolierende Schichten für Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

Gesputterte, elektrisch isolierende Schichten für Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen
Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der
Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Frank Schmaljohann

Berichter: Prof. Dr.-Ing. Frank Löffler

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin

Tag der mündlichen Prüfung: 02. November 2015

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Fachbereich „Wissenschaftlicher Gerätebau“ der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Frank Löffler für die Stellung des Themas und der ausgezeichneten Betreuung, verbunden mit dem in mich gesetzten Vertrauen. Ebenso danke ich Frau Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin für das Interesse an dieser Arbeit sowie den sehr hilfreichen Diskussionen und Hinweisen im Verlauf der Erarbeitung. Ich danke Herrn Prof. Dr.-Ing. Uwe Reisgen für die Übernahme des Pflichtbeisitzes, wie auch Herrn Prof. Dr.-Ing. Kai-Uwe Schröder für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Darüber hinaus gilt mein Dank Herrn Dr. rer. nat. Daniel Hagedorn, der durch viele Diskussionen und gezielte Fragestellungen zum Fortgang dieser Arbeit einen wesentlichen Beitrag geleistet hat. Zu danken habe ich auch Herrn Dipl.-Min. Alexander Ruhz für die unzähligen Stunden am REM, seinen Ansichten zu den Ergebnissen und der äußerst angenehmen Zusammenarbeit.

Ebenso geht mein Dank an alle beteiligten und nicht namentlich benannten Kolleginnen und Kollegen der Arbeitsgruppe Oberflächentechnik wie auch des gesamten Wissenschaftlichen Gerätebaus. Ohne ihren Rat und Tat, sowie der Bereitschaft, meinem Bitten um schnelle Ausführung der Arbeiten nachzukommen, hätte diese Arbeit in dieser Form nicht entstehen können. Herrn Dipl.-Ing. André Felgner habe ich für die Erstellung der diversen Aufnahmen mit dem Laser-Konfokalmikroskop zu danken.

Bei den Mitarbeitenden des Instituts für Oberflächentechnik der RWTH Aachen bedanke ich mich für die freundliche Aufnahme in den Freitags-Seminaren, welche für mich immer mit sehr konstruktiven Fragestellungen verbunden waren.

Ganz entscheidende Faktoren zum Gelingen dieser Arbeit waren vor allem der Rückhalt und die Unterstützung meiner Familie, wie ich sie schon mein ganzes Leben lang erfahren darf. In außerordentlicher Weise habe ich meiner Frau Wiebke zu danken: Ihre unermüdliche Hilfe und Entlastung in verschiedensten Belangen, die Motivation in schlechten Phasen wie auch ihre Geduld bei gelegentlichen Launen sind einfach unbeschreiblich wichtig gewesen.

Meinen Eltern
&
Wiebke

Kurzfassung

In fast allen Bereichen des täglichen Lebens werden heutzutage Sensoren eingesetzt. Neben der stark wachsenden Verbreitung von Messtechnik im industriellen und privaten Umfeld ist die Verwendung für metrologische Anwendungen im Bereich des gesetzlichen Messwesens zu nennen. Eine ständige Weiterentwicklung der Sensortechnologie ist notwendig, um etwa an kleinsten Strukturen auftretende Kräfte oder Temperaturunterschiede messen zu können und gleichzeitig die Messunsicherheit zu verringern. Ein großes Potential diesen und weiteren Anforderungen zu begegnen, hat die Verwendung von sogenannten Dünnschichtsensoren.

Schichten von wenigen hundert Nanometern Dicke werden dafür auf Bauteilen aufgebracht und strukturiert, so dass diese einen physikalischen Effekt, wie eine Verformung oder Erwärmung des Bauteils, in ein elektrisches Signal umwandeln können. Neben der Applikation von dekorativen Schichten oder Korrosions- und Verschleißschutzschichten eignen sich Plasma-Beschichtungsverfahren wie das Physical Vapor Deposition (PVD)-Verfahren auch für die Aufbringung sensorischer Schichten. In dieser Arbeit wird im speziellen das Magnetron Sputtern verwendet.

Um elektrisch leitende, sensorische Schichten auch direkt auf einem metallischen Bauteil aufbringen zu können, wird eine elektrische Isolation zwischen dem Bauteil und der Schicht benötigt. Diese elektrisch isolierenden Schichten sind jedoch häufig fehlerhaft, wodurch ein Kurzschluss zwischen Bauteil und Sensor auftreten kann. Die möglichen Gründe für diese Schichtdefekte im Mikro- oder Nanometerbereich, die sogenannten Pinholes, sind vielfältig und nur unzureichend untersucht. Die vorliegende Arbeit soll daher einen Beitrag zur Applikation defektfreier Schichten auf typischen metallischen Werkstoffen als Grundkörper leisten.

Mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung wurden zunächst die Haupteinflüsse auf das System aus Schicht und Substrat identifiziert. Die Ergebnisse mit Siliziumoxid als Schichtmaterial ermöglichten eine Detaillierung der Untersuchungen bei der zusätzlich Aluminiumoxid als Schichtmaterial zur Anwendung kommt. Die metallischen Grundkörper wurden aus einem Wälzlagerstahl, einer Titan-, sowie einer Aluminiumlegierung mit jeweils gedrehter und polierter Oberfläche gefertigt und beschichtet.

Die Schichtuntersuchungen schließen mit einer Optimierung des Beschichtungsprozesses unter Verwendung der HiPIMS-Technologie ab. Insgesamt konnte gezeigt werden, welche Einflüsse und Parameter für die Applikation einer defektfreien elektrischen Isolationschicht auf den verwendeten Metallen relevant sind.

Zusätzlich wird die Herstellung und das Potential eines Kraftsensors in Dünnschichttechnik für eine Nennlast von 1 N vorgestellt.

Abstract

„Sputtered, electrically insulating layers for thin film sensors on metallic substrates“

The use of sensors is part of today's everyday life. Alongside industrial or private usage, measurement technology in applications for legal metrology have to be termed. Constant advancements in sensor technology are necessary, for example, when measuring applied forces or temperature differences on smallest structures and, likewise, reduce the measurement uncertainty. The utilization of thin film sensors for these and broader applications is very promising.

Layers with a thickness of only a few hundred nanometer are deposited onto parts, structured in such a way that physical effects like deformation or heating can be converted to an electrical signal. Besides decorative, anticorrosive or wear protective coatings, plasma based techniques like the physical vapor deposition (PVD) are suited for sensor layers also. In this work, a magnetron sputtering system is used.

For the deposition of a functional sensor layer directly onto metallic components, an electrically insulating layer between the part and the sensor layer is mandatory. Using engineering type materials, such as steel or titanium alloy, these electrically insulating layers are often defective, resulting in a fatal short-circuit between the part and the sensor. Manifold reasons can be named for the defects in the micro- or nanometre regime, the so-called pinholes, but still, these are not sufficiently examined. Therefore, the present work contributes to the application of defect-free layers on metallic material typically used.

Initially, the main effects on the system of substrate and layer were identified by means of the design of experiment (DoE). The results obtained with siliconoxide as layermaterial facilitated a detailing of the examinations at which aluminumoxide was used additionally. The metallic substrates used were out of a bearing steel, a titanium and an aluminum alloy, with both a turned and a polished surface each.

The layer tests are completed with an optimization of the coating process by using HiPIMS technology. In total, it was possible to show which influences and parameter are relevant for the application of defect-free electrically insulating layers on the materials used.

In addition, the fabrication and the capability of a force sensor in thin film technology for a nominal load of 1 N is presented.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Sensoren in Dünnschichttechnik | 5 |
| 2.1 | Grundlagen und Stand der Technik | 5 |
| 2.1.1 | Technologische Grundlagen | 5 |
| 2.1.2 | Beispiele für die Verwendung von Dünnschichtsensoren | 8 |
| 2.2 | Charakteristische Eigenschaften der Dünnschichtsensorik | 12 |
| 2.3 | Motivation dieser Arbeit | 15 |
| 2.3.1 | Technologische Bedeutung und Anwendungsmöglichkeiten in der Metrologie | 15 |
| 2.3.2 | Applikation von Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern | 17 |
| 2.3.2.1 | Fehlerhafte elektrische Isolation dünner Schichten | 19 |
| 2.3.2.2 | Zielstellung dieser Arbeit | 20 |
| 3 | Abscheidung elektrisch isolierender Schichten | 23 |
| 3.1 | Abscheidungsverfahren für dielektrische Dünnschichten | 23 |
| 3.1.1 | CVD-Verfahren | 24 |
| 3.1.2 | PVD-Verfahren | 25 |
| 3.1.2.1 | Varianten zur Abscheidung von Oxid-Schichten | 26 |
| 3.1.3 | Verwendete Beschichtungstechnologien in dieser Arbeit | 28 |
| 3.2 | Elektrisch isolierende Schichtmaterialien: Einsatzgebiete, Kenntnisse und Auswahl | 28 |
| 3.2.1 | Auswahl der zu untersuchenden Schichtmaterialien | 30 |
| 3.2.2 | Weitere Anwendungsbereiche der relevanten Schichtmaterialien | 30 |
| 3.3 | Dünne und elektrisch isolierende Schichten auf Metallen – Ein aktueller Stand | 31 |
| 3.3.1 | Beispiele verwendeter Substrate und applizierter Schichten | 31 |
| 3.3.2 | Potentielle Einflüsse auf die Isolationsschicht | 32 |
| 3.4 | Zusammenfassung | 35 |
| 4 | Experimentelle Untersuchungen am Schicht-Substrat-System | 37 |
| 4.1 | Charakterisierung der Isolationsschichten | 37 |
| 4.1.1 | Bestimmung der elektrischen Isolation | 37 |
| 4.1.2 | Messen der Schichtdicke | 41 |
| 4.1.3 | Weitere Analysemethoden | 42 |
| 4.2 | Substratauswahl: Werkstoff, Präparation und Charakterisierung | 42 |
| 4.2.1 | Geometrie der Probekörper und der Messpunkte | 45 |
| 4.2.2 | Oberflächenbearbeitung der Probekörper | 46 |
| 4.3 | Auswahl der Versuchsparameter | 48 |
| 4.4 | Parameterscreening mittels der statistischen Versuchsplanung | 50 |
| 4.4.1 | Kurze Einführung in die statistische Versuchsplanung | 50 |
| 4.4.2 | Aufbau und Durchführung der Screening-Versuche | 52 |

| | | |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 4.4.3 | Verifikation des Versuchsplans | 55 |
| 4.4.4 | Ermittlung der Haupteinflüsse auf elektrisch isolierende Schichten | 57 |
| 4.5 | Detaillierung der Screening-Versuche | 59 |
| 4.5.1 | Versuchsreihen zur Untersuchung des Einflusses von Schichtdicke, Substratmaterial und dessen Oberfläche | 60 |
| 4.5.2 | Oberflächenanalyse der Substratmaterialien | 65 |
| 4.5.2.1 | Lichtoptische Analyse mittels Laser-Konfokalmikroskopie | 65 |
| 4.5.2.2 | Analyse der Oberflächenbestandteile mittels EDX | 69 |
| 4.6 | Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse | 72 |
| 5 | Optimierung des Abscheidungsprozesses durch Anwendung hochionisierter Plasmen | 75 |
| 5.1 | Einführung in die HiPIMS-Technologie | 76 |
| 5.1.1 | Abscheidung dielektrischer Schichten | 77 |
| 5.2 | Untersuchungen zur Abscheidung von Aluminiumoxid-Schichten mittels HiPIMS | 79 |
| 5.2.1 | Versuchsaufbau und -durchführung | 79 |
| 5.2.2 | Isolationseigenschaften der HiPIMS-Schichten | 80 |
| 6 | Analyse und Vergleich der abgeschiedenen Schichten | 83 |
| 6.1 | Stöchiometrie der Schichten | 84 |
| 6.2 | Analyse der Bruchflächen | 84 |
| 6.3 | Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse | 90 |
| 7 | Dünnschichtensensoren für die Metrologie am Beispiel der Kraftsensorik | 93 |
| 7.1 | Strukturierung der Sensorschicht | 94 |
| 7.1.1 | Vorstellung verschiedener Strukturierungsverfahren | 94 |
| 7.1.2 | Entwicklung einer Laserbelichtungsanlage | 97 |
| 7.2 | Entwicklung des Verformungskörpers und der Dehnungssensorik | 101 |
| 7.2.1 | Entwurf im CAD | 102 |
| 7.2.2 | Auslegung mittels FEM | 103 |
| 7.2.3 | Auslegung des Sensors | 104 |
| 7.2.4 | Sensorfertigung | 107 |
| 7.3 | Charakterisierung des Kraftsensors | 110 |
| 7.3.1 | Aufbau und Durchführung der Messung | 110 |
| 7.3.2 | Ergebnisse und Bewertung | 112 |
| 7.4 | Zusammenfassung | 116 |
| 8 | Zusammenfassung und Ausblick | 117 |
| | Literatur | 123 |

1 Einleitung

Die Applikation dünner Schichten mit einer Dicke im Mikro- oder Nanometerbereich hat eine hohe Marktdurchdringung erlangt. Neben einem sehr großen Marktanteil im Bereich der dekorativen Anwendungen, kommen unterschiedlichste Schichtsysteme vor allem in technischen Bereichen zum Einsatz. Nur noch selten kann ein einziger Werkstoff für das Produkt eingesetzt werden, häufig ist es erst die Kombination verschiedener Materialien, die eine besondere Eigenschaft oder die Funktion eines Bauteils gewährleistet. Beschichtungen spielen hierbei eine ganz entscheidende Rolle um etwa den Korrosionsschutz zu erhöhen oder mit Hilfe einer Verschleißschicht die Haltbarkeit von Werkzeugen und Bauteilen deutlich zu verlängern.

Eine Erweiterung dieser Anwendungsgebiete der Dünnschichttechnik stellt die funktionale Nutzung der Schichten als mikroelektronische Systeme dar. Eine Verwendung von elektrischen Dünnschichtsystemen, wie für die Mikroelektronik beziehungsweise die Halbleitertechnologie, welche in der Regel auf Silizium als Grundmaterial aufbauen, ist die Grundlage für das derzeitige, digitale Zeitalter.

Im Speziellen können diese Schichten aber auch als Sensorsysteme direkt auf Bauteilen für eine industrielle oder messtechnische Anwendung aufgebracht werden. Die Vorteile bestehen einerseits darin, die vorhandene Funktion des zumeist metallischen Bauteils nicht zu verändern oder gar einzuschränken, diese aber zeitgleich – durch einen aufgetragenen Dünnschichtsensor – deutlich zu erweitern. Zum anderen können sensorische Schichtsysteme durch ihre direkte Verbindung zum Bauteil und die spezielle, miniaturisierbare Bauweise einen Beitrag zur Weiterentwicklung der Metrologie leisten.

Die im Folgenden vorgestellten Marktanalysen, Trends und Anforderungen zeigen exemplarisch die Notwendigkeit für weitergehende Entwicklungs- und Forschungsarbeit in diesem Bereich.

So zeigt die vom AMA Verband für Sensorik und Messtechnik e.V. veröffentlichte Branchenstatistik 2014 ein durchschnittliches Wachstum im Bereich der Sensor- und Messtechnik von über 6 % p.a. seit dem Jahr 2005. Schröder berichtet im Jahr 2012 von einer jährlichen Wachstumsrate von 7,9 % zwischen 2006 und 2011 und geht sogar von 9 % bis zum Jahr 2016 aus [Sch12c].

Dies ist unter anderem darin begründet, dass die Nutzung von Sensoren und der Messtechnik im Allgemeinen, in sämtlichen industriellen Bereichen unumgänglich geworden ist, um die aktuellen, hohen Standards in der Fertigung zu halten, zu prüfen und die Prozesse zu automatisieren.

Den größten Anteil mit fast einem Drittel nehmen dabei Sensoren ein, welche mechanische Eigenschaften messen können [Sch12c]. Des Weiteren wird ein steigender Bedarf an drahtlos kommunizierenden Sensoren und Sensorik für raue Umgebungsbedingungen wie in Prozessindustrien sowie im allgemeinen Maschinenbau hervorgehoben. Hierfür seien jedoch „innovative Lösungen“ notwendig [Sch12c].

Als wichtigste Trends der Sensorik werden vor allem eine weitere Miniaturisierung, verringerte Messunsicherheit sowie eine erhöhte Langzeitstabilität genannt [AMA14].

Die Roadmap „Fertigungsmesstechnik 2020“ bescheinigt der Fertigungsmesstechnik „eine Schlüsseltechnologie für die prozesssichere und wirtschaftliche Produktion und [...] damit einen wesentlichen Beitrag zur Entwicklung des Standorts Deutschland“ [Sch11c]. Dies wird unter anderem gerechtfertigt durch den Bedarf an lückenloser Dokumentation und einer Verringerung der Losgrößen, so dass mit Hilfe der entsprechenden Messtechnik, Produktionsanläufe und Vorserien verkürzt werden sollen. Hierzu bedarf es Messsysteme, die eine hohe Genauigkeit erreichen und gleichzeitig direkt in die Fertigung integriert sind, das heißt dezentral und fertigungsnah eingesetzt werden können [Sch11c; Imk12].

Für die genannten Anforderungen kann und wird es keine allgemeine Lösung geben. Neben den bekannten Lösungsansätzen wie optischen Messverfahren oder der Analyse der Maschinenschwingungen können Dünnschichtsensoren dazu einen Beitrag leisten, wenn diese auf metallischen Bauteilen appliziert werden.

Ein Dünnschichtsensor besteht dabei aus mindestens einer sensorischen Schicht, die eine Umwandlung eines physikalischen Effektes in ein elektrisches Signal ermöglicht. Diese Schicht muss auf einem Grundkörper, dem Substrat, aufgebracht werden, wobei entweder dessen Eigenschaftsänderung selbst oder eine dazu in Kontakt stehende, veränderliche Eigenschaft gemessen wird. Besteht das Substrat aus einem elektrisch leitfähigen Material wie einem Metall, so wird eine Trennung zur sensorischen Schicht benötigt – eine elektrisch isolierende Schicht. Dieser typische Aufbau eines Dünnschichtensors ist in Abbildung 1.1 dargestellt.

Obwohl schon seit vielen Jahrzehnten an der Dünnschichtsensorik gearbeitet wird, ist das Thema auch heute noch hochaktuell, da neue Einsatzszenarien eine Weiterentwicklung der Technologie erfordern. Beispielhaft seien hierfür die Entwicklung energieautarker Systeme, Windenergieanlagen sowie Anwendungen in mikrotechnischen Systemen genannt. Während bei der Mikrotechnik vor allem der Bedarf für miniaturisierte Sensoren gegeben ist,

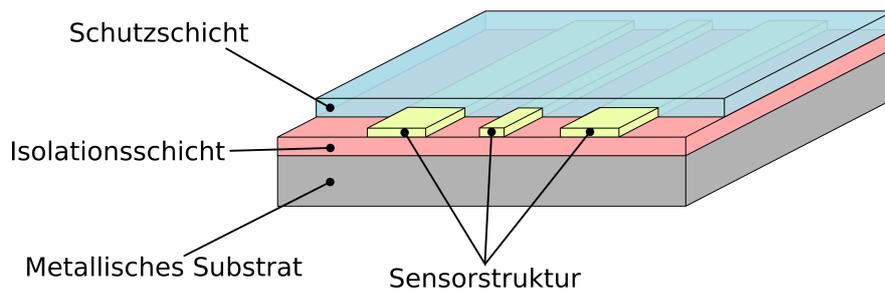


Abbildung 1.1: Typischer Schichtaufbau eines Dünnschichtensors auf Basis einer elektrischen Isolationsschicht

die direkt auf Bauteilstrukturen wie etwa Mikrogreifern appliziert werden können, so steht bei Windenergieanlagen die Entwicklung von Sensoren für raue Umgebungsbedingungen im Fokus. Energieautarke Systeme wiederum benötigen Sensoren, welche einen äußerst geringen Energieverbrauch haben.

Alle diese Eigenschaften können Dünnschichtsensoren durch ihre besondere Bauweise erfüllen. Neben der direkten Applikation auf den vorhandenen Bauteilstrukturen ist eine Miniaturisierung der Sensorik möglich und es können, durch besonders dünne Schichten und kleine Strukturbreiten, hochhohe Sensoren hergestellt werden, die einen dementsprechend geringen Energiebedarf haben.

Neben diesen Anwendungsgebieten wird in den bereits oben angesprochenen „Sensor-Trends“ des AMA Verbands für weitere Entwicklungen an erster Stelle das „Heranführen der Sensoren an die Messgröße“ genannt [AMA14]. Hierdurch können Rückwirkungen auf die Messgröße und eine Verfälschung der Ergebnisse vermieden werden [AMA14]. Dünnschichtsensoren bieten sich an, um direkt am Ort des physikalischen Ereignisses appliziert zu werden und sind somit eine sehr gute Möglichkeit dieses Ziel zu erreichen.

Hierzu müssen die Sensoren vor allem auf den wohl meist verbreiteten Werkstoffen in der Industrie und insbesondere dem Maschinenbau – den Metallen – aufgebracht werden können. Eine sichere Abscheidung einer möglichst dünnen, elektrischen Isolationsschicht auf beliebig geformten Metallen ist daher notwendig. Das Auftreten kleinster Fehlstellen in diesen Schichten, wie den sogenannten Pinholes, ist jedoch häufig zu beobachten, so dass Kurzschlüsse zum Substrat entstehen. Bisher werden daher entweder sehr dicke Schichten von einigen zehn Mikrometern verwendet oder aufwändige Vorbehandlungs-, Bearbeitungs- und Beschichtungsprozesse an einzelne Substratwerkstoffe angepasst. Eine allgemein gültige Lösung für eine Vielzahl gebräuchlicher Metalle und insbesondere eine Untersuchung der Ursachen sind nicht zu erkennen.

Die vorliegende Arbeit soll hierzu einen Beitrag leisten, indem Einflussfaktoren, Ursachen und Lösungen aufgezeigt werden, wie defektfreie, elektrische Isolationsschichten

auf Metallen abgeschieden werden können, um darauf sensorische Schichten aufzubringen.

Zunächst wird im folgenden Kapitel ein Ausschnitt der bereits erfolgten Arbeiten im Bereich der Dünnschichtsensorik vorgestellt und die Motivation dieser Arbeit konkretisiert. Daran schließt sich ein Überblick über die verschiedenen Abscheideverfahren elektrisch isolierender Schichten an. Hierbei werden auch die in dieser Arbeit untersuchten Schichtmaterialien Silizium- und Aluminiumoxid eingeführt und die Ergebnisse aus der vorhandenen Literatur zu Isolationsschichten auf Metallen vorgestellt.

Die experimentellen Untersuchungen in Kapitel 4 beginnen mit der Identifikation der Haupteinflüsse auf das Schicht-Substrat-System mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung. Die daraus erhaltenen Ergebnisse fließen in eine stärkere Detaillierung der Ergebnisse und eine Erweiterung der Schicht- und Substratmaterialien ein.

In Kapitel 5 wird die Verwendung von hochionisierten Plasmen zur Abscheidung von Aluminiumoxid beschrieben und die daraus erhaltenen Ergebnisse präsentiert. Den Abschluss der Untersuchungen bietet eine Analyse der abgeschiedenen Isolationsschichten sowie eine Bewertung der erreichten elektrischen Isolation der Metalle.

Anschließend wird das Potential der Dünnschichtsensorik und ihre Herstellung auf metallischen Substraten am Beispiel eines Kraftsensors für kleine Kräfte demonstriert, bevor eine Zusammenfassung der gesamten Arbeit und ein Ausblick auf zukünftige Entwicklungen gegeben wird.

2 Sensoren in Dünnschichttechnik

Zu Beginn dieses Kapitels werden die technologischen Grundlagen der Dünnschichtsensorik erläutert, sowie einige Beispiele bereits vorhandener Sensoren gegeben. Im Anschluss werden die charakteristischen Eigenschaften dieses Sensortyps und die Besonderheiten für die weitere Arbeit zusammen getragen. Abschließend wird anhand der Anwendungsmöglichkeiten der Technologie und der Bedeutung für die Metrologie, sowie den unzureichenden Ergebnissen zur Isolation metallischer Substrate, die Motivation und Zielstellung dieser Arbeit konkretisiert.

2.1 Grundlagen und Stand der Technik

2.1.1 Technologische Grundlagen

Für die Herstellung eines Dünnschichtensors ist grundsätzlich ein Grundkörper notwendig, auf dem die Schichten appliziert werden können, so wie es in der Einleitung in Abbildung 1.1 dargestellt ist. Die als Substrat typischerweise verwendeten Werkstoffe können wie folgt eingeteilt werden:

- Dielektrische Materialien
 - Glas
 - diverse Keramiken
 - Polymere
- Halbleitende Materialien
 - Siliziumwafer
- Elektrisch leitende Materialien
 - Metalle und ihre Legierungen

Besonders verbreitet sind hierbei Sensoren, welche auf Glas oder Siliziumwafern aufgebracht sind. Vor allem auf letzteren werden diese im Bereich der Mikroelektronik beziehungsweise der Halbleitertechnologie in großen Stückzahlen und für alle Bereiche des täglichen Lebens hergestellt.

Der Vorteil von beiden Materialien ist die sehr homogene Oberfläche, die geringe Rauheit, sowie deren gute Verfügbarkeit. Bei einem nichtleitenden Material wie Glas muss selbstverständlich keine Isolation der Sensorschicht zum Substrat erfolgen. Siliziumwafer wiederum können standardmäßig mit einer hochwertigen elektrischen Isolation durch thermisch gewachsenes Siliziumoxid erworben werden. Dementsprechend weit entwickelt und standardisiert ist die Applikation von Schichtsystemen auf diesen Substraten.

Neben dem Bereich der angesprochenen Mikroelektronik wurden Sensoren auf Silizium auch für den industriellen Einsatz in Werkzeugmaschinen untersucht. Zur Erfassung der Temperaturen im Schleifprozess verwendet beispielsweise Seedorf einen verschleißenden Temperatursensor auf Siliziumbasis [See08]. Im Einsatz zeigt sich aber auch ein grundsätzlicher Nachteil, sowohl von Silizium als auch von Glas: Aufgrund ihrer spröden Eigenschaft können sie in einer Fertigungsumgebung oder ähnlich rauen Umweltbedingungen nur bedingt eingesetzt werden.

Andere dielektrische Materialien werden ebenfalls häufig verwendet, da die sensorische, elektrisch leitende Schicht ohne weiteres direkt aufgebracht werden kann. So ist in [Löf00] die Beschichtung einer Al_2O_3 Keramik mit einer Schicht aus Platin zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit eines Elektrolyten beschrieben. Darüber hinaus sind auch keramische Wendeschneidplatten zu nennen, auf denen beispielsweise Temperatursensoren aufgebracht wurden [Til10].

Für Anwendungen im Low-Cost Sektor sind Polymere eine gute Alternative. In [Zei11] werden zwei flexible Polymerfolien auf ihre Eignung für kapazitive Dehnungsmessstreifen (DMS) als drahtloses System untersucht. Grundsätzlich werden herkömmliche DMS in der Regel auf einem Trägermaterial aus Epoxidharz beschichtet und strukturiert bevor sie auf dem zu vermessenden Körper aufgeklebt werden können.

Das Material mit dem vermutlich größten Verbreitungsgrad sind Metalle und ihre Legierungen. Wie im weiteren gezeigt wird, sind diverse Arbeiten im Bereich der Forschung und Entwicklung zur Applikation von Dünnschichtsensoren auf diesem Material zu verzeichnen. Aufgrund der elektrischen Leitfähigkeit der Metalle muss jedoch eine elektrische Trennung zur Sensorschicht erfolgen oder – alternativ – das Bauteil in das sensorische System mit einbezogen werden.

Dies geschieht, sobald die Trennschicht – anstatt der elektrischen Isolation – eine sensorische Aufgabe übernimmt und das Bauteil selbst zur Kontaktierung des Sensors verwendet wird. Der Schichtaufbau eines solchen Systems ist in Abbildung 2.1 skizziert. Exemplarisch sei hier die Verwendung von piezoresistiven Kohlenwasserstoffschichten genannt, wie in [Bie10a] umfangreich dargestellt. Der Vollständigkeit halber ist noch anzumerken, dass piezoresistive Materialien nicht nur als Trennschicht fungieren, sondern ebenso für die Sensorschicht verwendet werden können.

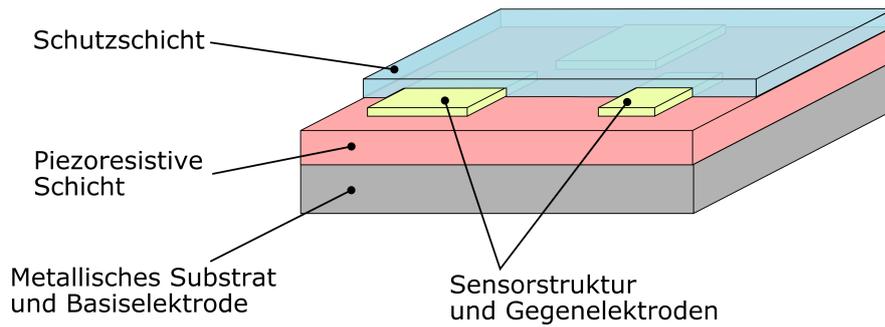


Abbildung 2.1: Schichtaufbau eines Dünnschichtensors auf Basis einer piezoresistiven Schicht

Grundsätzlich kann eine Vielzahl von Materialien mittels Dünnschichttechnik abgeschieden und somit auch als Sensorschicht verwendet werden. Bereits 1964 beschäftigen sich beispielsweise Bray und Plassa mit dem Aufdampfen von Materialkombinationen zur Verwendung als dehnungssensitive Schicht [Bra64]. Insbesondere metallische Schichtwerkstoffe sind verbreitet, um resistive, kapazitive oder auch thermoelektrische Sensoren zu realisieren. Typische Materialien, welche dafür zum Einsatz kommen, sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Darüber hinaus können auch Halbleiter verwendet werden. Der Vorteil liegt in ihrer deutlich höheren Empfindlichkeit, jedoch einhergehend mit einem nur begrenzt linearen Widerstandsverhalten sowie einer hohen Temperaturabhängigkeit. Die Anwendungsmöglichkeit in der Präzisionsmessung von Dehnungen und Kräften ist somit begrenzt [Bet81].

Aktuell werden daher auch neuartige Materialkombinationen aus Halbleitern und Metallen untersucht, um die hohe Temperaturabhängigkeit auf ein Minimum zu verringern [Hec09]. Exemplarisch für diese Entwicklung seien Nickel-Kohlenstoffschichten genannt, wie sie von Schultes et al. beschrieben werden [Sch11d]. Die Dehnungsempfindlichkeit wird dabei

| Bezeichnung | typische Anwendung oder Besonderheiten |
|--------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Au, Cr, Cu, Fe, Ni | resistive Sensoren, Thermoelemente sowie Leiterbahnen, Kontakte |
| Nickel-Chrom | resistive Sensoren in Verbindung mit Ni als Thermoelement |
| CuNi (Konstantan) | Dehnungssensoren niedriger Temperaturkoeffizient |
| Platin | Widerstandsthermometer |

Tabelle 2.1: Typische Metalle für Sensorschichten

um einen Faktor 10–15 gesteigert, gleichzeitig kann aber der Temperaturkoeffizient des Widerstands um Null eingestellt werden.

Der nächste Abschnitt stellt ausgewählte Beispiele der Dünnschichtsensorik aus der Literatur dar und zeigt die vielfältigen Möglichkeiten und den breiten Einsatzbereich der Technologie.

2.1.2 Beispiele für die Verwendung von Dünnschichtsensoren

Die grundsätzliche, technologische Idee zur Verwendung dünner Schichten als Sensoren in industriellen Anwendungen ist bereits relativ alt. So beschreiben Harris und Johnson bereits im Jahr 1934 die Herstellung von Sensoren durch die Abscheidung dünner Schichten. Durch das dabei angewandte Sputterverfahren wurden Thermoelemente aus den Elementen Bismut, Antimon und Tellur auf Zellstoffen hergestellt [Har34].

Verschiedene und aktuellere messtechnische Anwendungen der im vorherigen Abschnitt benannten Substrat- und Schichtwerkstoffe werden auf Basis der vorhandenen Literatur im Folgenden dargestellt.

Kraftsensorik Die Bestimmung der Kraft ist das klassische Einsatzgebiet von Dehnungsmessstreifen (DMS). Durch das Aufbringen einer Kraft auf eine definierte Bauteil-Geometrie wird diese bewusst verformt. Bei der Verformung des Bauteils entsteht eine Dehnung an der Oberfläche, die wiederum eine Widerstandsänderung im DMS hervorruft.

Die Fortschritte in der Halbleitertechnologie wurden auch für das Aufdampfen von Dehnungssensoren genutzt. So beschreiben Watanabe und Shioda im Jahr 1967 die Untersuchungen an Germanium-Schichten für die Dehnungsmessung [Wat67]. Als Trägermaterial werden dabei nur nichtleitende Materialien verwendet.

Eine Übersicht über die bis 1974 geleisteten Arbeiten zu Dehnungsmessstreifen (DMS) mittels Dünnschichttechnologie gibt Witt in [Wit74]. Die Geometrien der Sensorstrukturen sind dabei noch sehr einfach gehalten, das heißt, dass entweder nur einzelne gerade Leiterbahnen verwendet oder einfache Mäander mit gleichbleibender Strukturbreite aufgebracht wurden. Neben der Beschichtung von Glas-Substraten, werden auch elektrisch isolierende Schichten auf Metallen als Forschungs- und Entwicklungsaufgabe genannt.

In der Arbeit von Bethe und Schön werden diverse Anwendungen von Dünnschicht-DMS präsentiert [Bet81]. Die Sensoren werden zum Teil auch auf Metallen, insbesondere aus Edelstahl, aufgebracht.

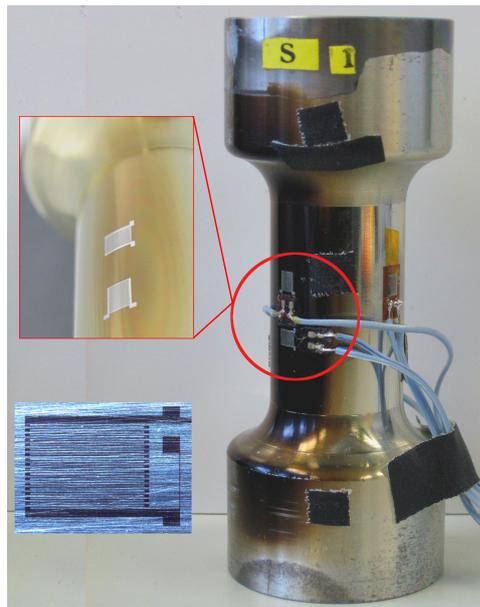


Abbildung 2.2: Dünnschicht-DMS aus Konstantan im direkten Vergleich mit einem konventionellen DMS, aufgebracht auf einem Verformungskörper für Kräfte bis 10 kN (aus [Sch12a])

Darüber hinaus beschreiben Karaus und Paul die Entwicklung eines Kraftaufnehmers für den Bereich von 0,5 N bis 50 N aus CrSi auf dünnen Metallblechen in [Kar92].

Größere Kräfte bis 10 kN wurden mit Dünnschichtsensoren aus Konstantan auf massiven Verformungskörpern gemessen und direkt mit konventionellen Folien-DMS verglichen [Buß08]. Die verwendete Technologie ermöglichte die Aufbringung der Sensoren auf einer nicht ebenen Oberfläche, wie in Abbildung 2.2 zu sehen.

Zur Messung von Kräften in schlecht erreichbaren Maschinenteilen wurde ein Sensor aus Manganin auf einem Lagerbolzen entwickelt und die technische Machbarkeit bewiesen [Löf03].

Auf Grund des steifen Aufbaus des Grundkörpers entstehen hierbei nur sehr geringe Verformungen. Um dennoch ein großes Ausgangssignal zu erhalten, verwenden Biehl et al. piezoelektrische Schichten für ihre Dünnschicht-Kraftsensoren. Hierfür werden die sensorischen Eigenschaften von wasserstoffhaltigen, amorphen Kohlenstoffschichten (a-C:H) ausgenutzt um einen Belastungsbereich von 400 N bis 1400 N erfassen zu können [Bie06].

Ein weiterer Ansatz ist die Verwendung eines kapazitiven Sensors zur Dehnungsmessung. Mit diesem Sensorprinzip wurden Dehnungssensoren auf Polymerfolien hergestellt, welche eine sehr geringe Leistungsaufnahme zeigen und für eine drahtlose Datenübertragung geeignet sind [Zei11].

Wägezellen Bei Wägezellen wird, analog zur Kraftsensorik, die Verformung eines Körpers gemessen, welche in diesem Fall durch das auf die Waage aufgelegte Gewicht entsteht. Die dadurch eingebrachte Gewichtskraft kann somit durch den Sensor bestimmt werden. Wägezellen sind dementsprechend eine Sonderform von Kraftaufnehmern, bei denen die sensorischen und mechanischen Eigenschaften auf das Wiegen von Massen optimiert sind. So müssen diese beispielsweise eine gute Langzeitstabilität aufweisen oder eine unsymmetrische Belastung der Auflagefläche für die Gewichte tolerieren.

Beispielhaft sei hierfür eine hochgenaue Wägezelle aus einem Silizium-Einkristall Federkörper genannt. Der Sensor wurde dabei in Dünnschichttechnik auf dem Bauteil aufgebracht. Die erreichte Reproduzierbarkeit der Messwerte sowie das Hystereseverhalten waren insgesamt besser als die konventioneller DMS-Wägezellen [Mäu09].

Drucksensorik Im Bereich der Drucksensorik sind diverse Arbeiten zur Verwendung von Dünnschichtsensoren zu verzeichnen.

Die Firma „Sensor-Technik Wiedemann GmbH“ bietet Drucksensoren für den Messbereich von 25 bar bis 3000 bar und für die Anwendung in aggressiven Medien an. Die Sensorschichten werden aus Nickel-Chrom (NiCr) oder Titanoxinitrid (TiON) auf einem planaren Edelstahl-Substrat hergestellt, welches vorher mittels einem speziell angepassten CVD-Verfahren (Chemical Vapour Deposition, siehe Abschnitt 3.1.1) isoliert wurde [STW10; Sie11].

Weitere Beispiele und Ansätze können für die Messung des Druckes bei hohen Temperaturen [Fri10a], der Bestimmung des Öldrucks [Mih95; Mih03] sowie der Kontaktdruckmessung von Getriebezahnradern [Owa11] der genannten Literatur entnommen werden.

Temperatursensorik Für die Temperaturmessung werden Thermoelemente oder auch temperatursensitive Widerstandsbahnen in Dünnschicht-Technologie eingesetzt.

Ein möglicher Einsatzbereich sind hohe Temperaturen, wie sie etwa in Gasturbinen vorkommen, bei denen auch die Montage konventioneller Sensoren nicht realisierbar ist. Eine geeignete thermoelektrische Kombination für diesen Temperaturbereich ist Pt-PtRh welches dementsprechend untersucht wurde [Bud86].

In der zerspanenden Fertigung ermöglicht der kleine Gesamtaufbau der Dünnschichtsensoren die Messung der Temperatur nahe an der Bearbeitungszone. Hierzu wird beispielsweise ein Ni-NiCr Thermoelement eingesetzt [Til10].

In [Jia07] wird mit Hilfe einer numerischen Analyse des Wärmetransports die Abhängigkeit der Empfindlichkeit und Reaktionszeit des Sensors von dessen geometrischen Parametern,

darunter die Schichtdicke, untersucht. Der Temperatursensor ist dabei auf einer Glasscheibe aufgebracht. Die Ergebnisse zeigen, dass eine Abhängigkeit zwischen der Schichtdicke und der Genauigkeit eines Sensors gegeben ist – dünnere Schichten ermöglichen demnach ein präziseres Messergebnis.

Eine berührungslose Methode zur Messung der Temperatur wird in [Pfl09] verfolgt. Die aufgebraute keramische Schicht verhält sich temperaturabhängig phosphoreszierend, wenn diese durch eine optische Strahlungsquelle angeregt wird. Durch die Auswertung des Lichtspektrums wird die Temperatur der Schicht und damit des Bauteils bestimmt. Durch diese Messmethode könnten neben der Analyse von Wärmeübertragungsproblemen auch Oberflächentemperaturmessungen von zerfallenden Materialien durchgeführt werden [Pfl09].

Schadenserkennung / Verschleißmessung Neben der Messung der tatsächlich auftretenden Kräfte kann aus der Belastung im Rollkontakt eines Wälzlagers auch der Verschleiß des Selbigen frühzeitig erkannt werden. In [Win11] werden Dehnungsmessstreifen-Strukturen auf der Wellenscheibe eines Axiallagers appliziert, womit eine „hohe räumliche und zeitliche Auflösung“ der Last und möglicher Veränderungen im Lager ermöglicht wird.

Mit Hilfe einer piezoelektrischen Dünnschicht aus ZnO auf einer Wendeschneidplatte aus Wolframcarbid können die Resonanzen der Werkzeugmaschine beziehungsweise des Zerspanprozesses erfasst werden. Die Schwingungen werden im Bereich von 100 kHz bis 500 kHz als Indikator für den Werkzeugverschleiß ausgewertet [Rob88].

Eine direkte Verschleißmessung an der Wendeschneidplatte kann ebenfalls mit Dünnschichtsensoren dargestellt werden. Parallel zur Schneidkante verlaufende Leiterbahnen, werden durch den Zerspanungsprozess sukzessive durchtrennt. Die dadurch auftretende, sprunghafte Widerstandsänderung gibt eine Information über den tatsächlichen Werkzeugverschleiß [Sch11b].

Weitere Anwendungsmöglichkeiten Neben den bisher benannten Messverfahren, gibt es noch eine ganze Reihe weiterer Anwendungsmöglichkeiten für die Dünnschichtsensorik, von denen im Folgenden noch zwei weitere benannt werden.

Um die Entwicklung von Prototypen für Tiefziehwerkzeuge zu beschleunigen, sowie den Ausschuss in der Produktion zu verringern, wurde ein piezoresistives Dünnschichtsystem entwickelt [Stu09]. Der Widerstand der einzelnen auf dem Schichtsystem aufgebrauchten Kontakte hängt sowohl vom Druck als auch von der Temperatur ab. Somit kann während des Umformens die Position des sich über die Kontaktpunkte bewegenden Bleches detektiert werden.

Für low-cost Anwendungen soll sich der in [Yos07] beschriebene Sensor zur Wasserstoffdetektion eignen. Der Sensor wird auf einem Glas-Substrat aufgebracht und besteht aus einer Palladium-Schicht sowie einer Schicht aus einer Magnesium-Palladium-Verbindung.

2.2 Charakteristische Eigenschaften der Dünnschichtsensorik

Wie der vorherige Abschnitt gezeigt hat, besteht ein breites Anwendungsfeld, sowie größtes Interesse an einer weiteren Entwicklung der Dünnschichtsensorik. Dies basiert unter anderem auf den diversen technologischen Vorteilen gegenüber herkömmlichen, nicht direkt auf dem Bauteil applizierter Sensoren. Dennoch erschweren verschiedene Nachteile bisher die weite Verbreitung, vor allem in Anwendungsbereichen wo konventionelle Lösungen, wie beispielsweise der Folien-DMS, eine Markt dominierende Rolle eingenommen haben. Der folgende Abschnitt wird die charakteristischen Eigenschaften der Technologie darstellen.

Für alle hier vorgestellten Sensoren gilt gleichermaßen, dass nicht immer eine für den Einsatzzweck geeignete Kontaktierung verfügbar ist, um die genannten Vorteile der Technologie vollumfänglich nutzen zu können. Dementsprechend ist der Dünnschichtsensor auszulegen und eine passende Verbindungstechnik auszuwählen.

Von primärer Bedeutung ist die kompakte Bauweise von Dünnschichtsensoren sowie die sehr flexiblen Anpassungsmöglichkeiten an vorhandene Bauteilgeometrien. So können die Abmessungen der Sensoren bis in den Mikro- und auch Nanometerbereich verringert werden. Die Sensoren können somit nicht nur an kleinen Bauteilen appliziert werden, sondern ermöglichen erst durch ihre Miniaturisierbarkeit die Vermessung von Parametern, welche mit konventioneller Sensorik aufgrund ihrer Größe nicht erfasst werden können.

Fahlbusch beschreibt die Entwicklung eines Mikrogreifers, dessen Greifarme eine Breite von 3 mm haben müssen „um den DMS aufnehmen zu können, obwohl eine geringere Breite mglw. vorteilhaft wäre“ [Fah08]. Mit Hilfe der Dünnschichtsensorik wären kleinere Breiten ohne Weiteres realisierbar. Vor allem für die Messung von kleinen Kräften und Drücken und die damit einhergehende kleine Größe der Verformungskörper eignet sich die Technologie (vgl. auch [Bet81]).

Die Gesamtdicke des Sensors beläuft sich in den meisten Anwendungen auf deutlich unter 10 μm . Die Schichtdicke ist daher häufig innerhalb der Fertigungstoleranzen der Bauteile und hat demnach keinen effektiven Einfluss auf die Bauteilgeometrie. Dies ist vor allem von Bedeutung, wenn Sensoren innerhalb von Maschinen oder an eingepassten Bauteilen eingesetzt werden sollen. So ist eine Temperaturmessung an Gas-Turbinenschaufeln

mittels konventioneller Thermoelemente etwa nicht möglich, da strukturelle und aerodynamische Probleme entstehen würden [Bud86]. Diese Strukturschwächung und Veränderung der Aerodynamik wäre bei der Verwendung von Dünnschichtsensoren vermeidbar.

Darüber hinaus sind die Sensoren auf beliebigen, dreidimensionalen Konturen applizierbar. Die unter anderem in [Loh12] benannte Verschlechterung des Messergebnisses von Berührungsthermometern an konkaven oder konvexen Oberflächen wäre somit nicht vorhanden. Ein mögliches Verfahren zur Beschichtung und Strukturierung von gekrümmten Oberflächen ist in [Hag07] dargestellt.

Durch die kompakte Bauweise können die Sensoren nahe am Wirkpunkt der zu messenden Größe oder – optimalerweise – genau an dem Ort des maximalen Wertes platziert werden. Auch in diesem Fall sind Berechnungen notwendig um das Sensorsignal und die zu messende physikalische Größe zu verknüpfen. Es kann jedoch die notwendige Anpassung des Messwertes durch Näherungsrechnungen vermieden werden, wie es bei der indirekten Messung und einer größeren Distanz zwischen Wirkpunkt und Sensorik der Fall ist. Beispielhaft seien hier tribologische Kontakte, etwa in Wälzlagern oder Schrauben genannt [Bie06; Win11], sowie Temperaturmessungen in Spanprozessen, welche in-situ durchgeführt werden können [Til10].

Neben der direkten, ortsnahen Messung durch die geringen Abmessungen können noch weitere Störgrößen auf das Messergebnis ausgeschlossen werden. In [Loh12] werden verschiedene Fehlerquellen für die Temperaturmessung genannt, welche grundsätzlich auch auf andere Messaufgaben übertragbar sind:

- Limitierter Wärmestrom zwischen Sensor und Messobjekt
- Masse des Sensors erhöht den Wärmeableitfehler
- Rauigkeit oder Unebenheit erzeugen einen großen Wärmeübergangswiderstand

Diese Fehler können zum einen durch den direkten, atomaren Kontakt, welchen der Dünnschichtsensor mit dem Werkstück eingeht, ausgeschlossen werden, zum anderen ist die Masse des Sensors am Messpunkt in der Regel vernachlässigbar klein.

Am Beispiel der Dehnungsmessung kann der Vorteil des direkten Kontaktes ebenfalls dargestellt werden. Herkömmliche Dehnungssensoren werden auf den Grundkörper aufgeklebt. Zum einen limitiert dieser Kleber den maximalen Dehnungsgrad und zum anderen auch die Temperaturbereiche in denen der Sensor eingesetzt werden kann [Wit74]. Diese Nachteile können prinzipbedingt durch den Verzicht auf die Klebeschicht, für Dünnschichtsensoren nicht auftreten. Zudem ist der Kriechanteil, wie er bei geklebten DMS auftritt, bei gesputterten DMS nicht zu beobachten [Buß08].

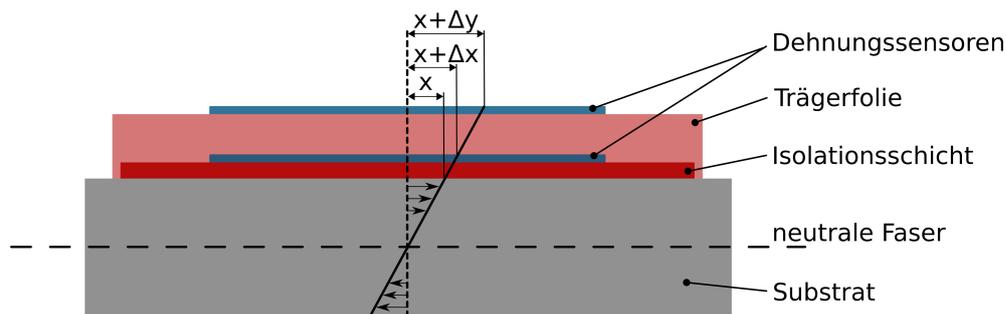


Abbildung 2.3: Einfluss des Abstands der Messstruktur auf den Messwert und die tatsächliche Dehnung

Konventionelle DMS werden auf einer Trägerfolie appliziert, bei der eine Dicke von etwa $100\ \mu\text{m}$ angenommen werden kann [Hof]. Diese Trägerfolie hat insbesondere bei sehr dünnen Verformungsbereichen einen signifikanten Einfluss auf das Messergebnis. Wie Abbildung 2.3 zeigt, wird durch die Erhöhung des Abstands der Messstruktur von der neutralen Faser und der zu vermessenden Oberfläche die tatsächlichen Dehnung überhöht dargestellt.

Dieser Einfluss kann nur bedingt im Kalibrierprozess berücksichtigt und somit verringert werden, da die oben gezeigte Abhängigkeit nur stark vereinfacht als linear bezeichnet werden kann. Tatsächlich entsteht durch die Kombination der unterschiedlichen Werkstoffe bei Verwendung herkömmlicher DMS (metallisches Bauteil, Klebeschicht, Trägerfolie) eine nicht-lineare Abhängigkeit, der nicht durch Kalibrierung begegnet werden kann.

Gleichzeitig reagiert die Folie auf Veränderung der Feuchtigkeit, wodurch eine scheinbare Dehnung entsteht [Kar92]. Dünnschichtsensoren sind dagegen vergleichsweise unempfindlich auf diverse Umwelteinflüsse. Je nach gewähltem Schichtmaterial, können die Sensoren auch unter nicht idealen Bedingungen eingesetzt werden. Hierbei sind neben der Umgebungfeuchte auch hohe sowie sehr niedrige Temperaturen denkbar, welche zudem extrem schnell wechseln können. Genauso ist ein Einsatz unter starken Vibrationen und in aggressiver Umgebung möglich (vgl. hierzu [Fri09; Bet81]).

Beispielhaft für eine besondere Herausforderung an die Sensorik, bei denen starke Vibrationen, große Temperaturschwankungen sowie eine feuchte, aggressive Umgebung (Meerluft) auftreten sind Windenergieanlagen – vor allem im Off-Shore-Einsatz [Sch11a].

Mittels der Verwendung sehr dünner Schichten, können zudem hochohmige und damit energiesparende sensorische Aufbauten erreicht werden. Für drahtlose und insbesondere energieautarke Sensoren sind energieeffizient arbeitende Sensoren eine zwingende Voraussetzung [Fre11].

Neben den bisher beschriebenen, direkten Vorteilen in Bezug auf die Genauigkeit des Messergebnisses sowie die Möglichkeit der Applikation des Sensors an unterschiedlichsten Bauteilen und Installationsumgebungen ist eine Fertigung in großen Stückzahlen einfach realisierbar. Die meisten Beschichtungs- und Strukturierungsprozesse sind durchweg für eine batchfähige Massenfertigung geeignet.

Jedoch zeigt sich hier auch ein Nachteil der Dünnschichtsensorik: Insbesondere wird spezielle Anlagentechnik benötigt (Beschichtungsanlagen, Strukturierungsmöglichkeiten, Testumgebungen), welche, wenn nicht schon für andere Anwendungen verfügbar, hohe Investitionskosten darstellen. Zudem wirken sich die Abpumpzeiten zum Erreichen des Vakuums und auch die Beschichtungszeiten auf die Fertigungskosten aus. Für Einzelstücke oder individuell angepasste Sensoren sind diese Kosten nochmals deutlich erhöht.

Dieser Umstand hat bisher sicherlich eine weitere, kommerzielle Verbreitung limitiert, zumal auch ein hoher Aufwand für die Entwicklung in Betracht gezogen werden muss. Neben der Entwicklung der Fertigungsprozesse und Lösungen für die elektrische Kontaktierung benötigt die Ausarbeitung angepasster Sensordesigns entsprechende Entwicklungszeit, zumal hier auf keine Standards in Bezug auf Normung o.ä. zurückgegriffen werden kann, beispielsweise im Vergleich zur Verwendung herkömmlicher Folien-DMS [Hof].

Abschließend ist auch auf eine limitierte Bauteilgröße hinzuweisen, welche durch die Kammergrößen der meisten Beschichtungsanlagen begrenzt wird. Ebenso kann die verwendete Strukturierungstechnologie in der Regel nur für einen eher kleinen Bauteilbereich eingesetzt werden.

2.3 Motivation dieser Arbeit

2.3.1 Technologische Bedeutung und Anwendungsmöglichkeiten in der Metrologie

Die Metrologie ist die Kernkompetenz der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, bei der diese Arbeit entstanden ist. Für ein nationales Metrologieinstitut wie die PTB ist die Grundlagenforschung und die Entwicklung der Messtechnik die Voraussetzung, um eine international akzeptierte und leistungsfähige messtechnische Infrastruktur bereitzustellen.

Dabei ist festzuhalten, dass die Sicherstellung einer hochentwickelten messtechnischen Infrastruktur essentiell für eine exportorientierte Wirtschaft ist. Darüber hinaus ist es Aufgabe

der PTB, gesetzlich geregelte Aufgaben für die Gesellschaft, wie die Bauartzulassung beziehungsweise Baumusterprüfungen von Messgeräten, durchzuführen. Hierzu bedarf es einer metrologischen Kenntnis und Ausstattung, die eine präzisere Messung ermöglichen muss als die zu überprüfenden Geräte. Die Weiterentwicklung der vorhandenen Messtechnik ist daher eine der Hauptaufgaben.

Die Messung der Temperatur ist, wie es der vorherige Abschnitt 2.2 bereits angedeutet hat, ein gutes Beispiel für eine potentielle Verbesserung der Messergebnisse durch die Verwendung von Dünnschichtsensorik. Tegeler beschreibt, dass die folgenden Punkte unter anderem einen Beitrag zur Messunsicherheit von Berührungsthermometern leisten [Teg04]:

- Die thermische Ankopplung des Temperatursensors an das Objekt der Temperaturmessung kann das ursprüngliche Temperaturfeld stören und somit eine Änderung der Oberflächentemperatur an der Aufsatzstelle bedingen
- Der Sensor kann nur näherungsweise die Temperatur der Oberfläche annehmen
- Die Unsicherheiten auf Grund unbekannter Wärmeankopplung, Änderung der Sensoreigenschaften und der Leitungstechnik dominieren

Vor allem in den Bereichen der optimalen Anbindung an die Oberfläche und der Veränderung der Oberflächentemperatur verspricht der Dünnschichtsensor Vorteile. Durch den direkten, atomaren Kontakt sind geringere Übergangsverluste zu erwarten, wie sie sonst durch den schlechteren Wärmeübergang zwischen zwei Flächen mit einer vorhandenen Oberflächenrauheit (Sensor und Messobjekt) gegeben sind. Der Sensor sollte außerdem auf Grund seiner äußerst geringen Masse die tatsächliche Temperatur der Oberfläche annehmen, eine Störung des Temperaturfeldes der Oberfläche ist, wenn überhaupt, nur minimal.

Eine sehr kurze Reaktionszeit auf eine Veränderung der Temperatur ist ebenfalls durch die geringe Masse und der somit geringen spezifischen Wärmekapazität des Sensors zu erwarten. Zum anderen kann der Dünnschichtsensor nah am Wirkpunkt appliziert werden, also an dem Ort, an dem ein maximaler Temperaturgradient auftritt.

Dementsprechend ist für die Temperaturmessung nicht nur eine präzisere und schnellere Messung denkbar, es wird vor allem auch der Einfluss auf das Objekt und die zu ermittelnde Messgröße verringert. Somit können die bisher durch die Bauweise der Thermometer vorhandenen Messabweichungen konstruktiv vermieden werden.

Ein weiteres, für die Metrologie relevantes Nutzungsfeld, ist die Kraftmessung. Die Trägerfolie von konventionellen Folien-DMS ist eine potentielle Fehlerquelle für präzise Messungen, wie es bereits in der Abbildung 2.3 auf Seite 14 dargelegt wurde. Vor allem bei kleinen Kräften kann eine Verbesserung erwartet werden. Die Gründe hierfür sind die Vermeidung von

Kraftnebenschlüssen, eine bessere Temperaturbeständigkeit sowie eine verringerte Empfindlichkeit gegenüber Feuchte im Vergleich zur Polymerfolie. Eine bessere Langzeitstabilität konnte somit ebenfalls erreicht werden (vgl. dazu auch [Buß08]).

Der Bedarf für Sensoren in kleinen Kraftbereichen mit der gleichzeitigen Möglichkeit zur Miniaturisierung wird in [Fah08] deutlich benannt. Durch den kompakten Aufbau können Messwerte an Orten ermittelt werden, welche mit konventioneller Sensorik nicht zugänglich sind und an denen bisher nur Abschätzungen durch Modellierung möglich sind.

An Hand dieser zwei Applikationsbeispiele wurden die Möglichkeiten zur Verbesserung der Messgenauigkeit dargelegt: Die konstruktive Verringerung von Einflüssen auf das Messergebnis durch den direkten und atomaren Kontakt des Sensors an das Bauteil sowie die hohe Ortsauflösung der Sensorik.

Des Weiteren zeichnen sich auch neue Anwendungsbereiche für die Metrologie ab, da die Anforderungen an die Messtechnik und damit gleichzeitig an hochkomplexe Systemaufbauten stetig steigen. Neben besonders kleinen, miniaturisierten Aufbauten an denen Sensorik benötigt wird, gibt es eine hohe Nachfrage an Messsystemen, welche für eine Verwendung im Vakuum oder Ultra-Hochvakuum geeignet sind.

Das Ziel, immer genauere Messergebnisse zu erreichen sowie die aktuellen Forschungsarbeiten zur Bestimmung der SI-Einheiten erfordern eine Sensorik, welche nur einen minimalen Einfluss auf das eigentliche Messsystem beziehungsweise das zu vermessende Objekt erlauben. Einen potentiellen Ansatz zur Bewältigung dieser Aufgabe stellt die Dünnschichtsensorik dar.

2.3.2 Applikation von Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern

Bei der Verwendung von metallischen und damit elektrisch leitfähigen Grundkörpern, ist eine Trennung zur Sensorschicht mit einer dichten elektrischen Isolationsschicht zwingend notwendig (vgl. Abbildung 1.1).

Ein Großteil der bisher benannten Vorteile von Dünnschichtsensoren sind insbesondere bei der Applikation des Sensors auf dem vorhandenen und möglichst unverändertem Bauteil gegeben. Metalle und ihre Legierungen sind der Standard-Werkstoff im Maschinenbau, der Automobilindustrie und natürlich auch in der Metrologie. Ihre weite Verbreitung ist vor allem auf die mechanischen Eigenschaften in Verbindung mit vergleichsweise geringen Kosten und der Flexibilität in der geometrischen Gestalt durch diverse Bearbeitungsverfahren zurückzuführen. Die folgenden Grundkörper seien beispielhaft für mögliche Einsatzgebiete der Sensoren auf metallischen Werkstoffen genannt:

- Bearbeitungswerkzeuge (Wendeschneidplatten, Fräser, Bohrer, Trennschleifblätter)
- Wälzlager (Lagerringe, Linearführungen)
- Wellen
- Zahnräder
- Behälter/Gehäuse (für Getriebe, Maschinen, Flüssigkeiten)
- Vakuumkammern
- Verformungskörper für die Kraftsensorik oder Wägezellen

Hinzu kommt vor allem, dass im Bereich des gesetzlichen Messwesens bestimmte Werkstoffe gefordert werden oder nur in einem aufwändigen Verfahren verändert werden können. Internationale Normen und die Rückführbarkeit der Messwerte machen diesen Schritt teilweise unumgänglich, zumal bestimmte Eigenschaften der bereits verwendeten Werkstoffe durchaus gewünscht oder notwendig sind. Zu nennen ist hier etwa der E-Modul und die daraus resultierende Größe der Verformung des Bauteils unter Krafteinfluss, auf welche vorhandene und rückgeführte Messgeräte ausgelegt sind. Des Weiteren geht die Temperatur in fast jede Unsicherheitsbilanz einer Messung ein. Dementsprechend werden an Messsystemen häufig entweder Materialien mit einem sehr geringen Ausdehnungskoeffizienten wie etwa Invar eingesetzt oder aber die hervorragende thermische Leitfähigkeit von Gold ausgenutzt. Eine Anpassung der Materialien an eine gute Eignung für die Aufbringung einer Isolationsschicht ist selten möglich.

Anstatt der Isolationsschicht wäre grundsätzlich auch die Verwendung einer piezoelektrischen Schicht möglich (vgl. Abbildung 2.1). Zwar ist die Empfindlichkeit auf Grund des Materials gegenüber metallischen Sensorschichten deutlich höher, jedoch zeigt sich ein exponentielles, nicht lineares Verhalten insbesondere unter Temperatureinfluss [Bie10b]. Für Anwendungen in der Metrologie ist dieses Verhalten unerwünscht oder müsste aufwändig korrigiert werden. Zumal das Substrat als Gegenelektrode dienen muss, was nicht in allen Fällen möglich ist – Elektrostatische Aufladungen, galvanische, induktive oder kapazitive Kopplungen können hierbei die Signalqualität verschlechtern.

Es kann daher abgeleitet werden, dass elektrische Isolationsschichten für eine Vielzahl von Anwendungen der Dünnschichtsensorik, vor allem in der Metrologie, zu präferieren oder gar notwendig sind. Als Konsequenz daraus ist festzuhalten, dass eine fehlerfreie Abscheidung der Schicht für die Sensorfunktion essentiell ist.

2.3.2.1 Fehlerhafte elektrische Isolation dünner Schichten

Wie die Ergebnisse von durchgeführten Untersuchungen im Vorfeld dieser Arbeit zeigten, wird eine fehlerfreie elektrische Isolationsschicht bisher jedoch kaum erreicht. In diversen Literaturquellen wird ebenfalls von sogenannten Pinholes berichtet. Pinholes sind kleine Löcher in der elektrischen Isolationsschicht, die unter anderem entstehen können, wenn die Schicht auf einem metallischen Substrat abgeschieden wird (vgl. [Vuo92; Kel00; Her02; Sch05; Li11]).

Mögliche Ursachen dafür sind ebenfalls benannt. So werden Staubpartikel, welche sich im Labor befinden und auf das Substrat gelangen können als Möglichkeit herangezogen [Dav66]. In [Kha85] werden Gaseinschlüsse aus dem Beschichtungsverfahren als potentieller Grund beschrieben. Eine systematische Untersuchung der Ursachen, vor allem für die Applikation auf Metallen, ist jedoch nicht bekannt.

Die Vermeidung von Pinholes kann laut [Kar92] mit Hilfe von „Sandwich Strukturen“, also mehreren unterschiedlichen Schichtmaterialien erfolgen. Genaue Untersuchungen dazu wurden jedoch nicht präsentiert. Um eine ausreichende Isolation zu erhalten, wird alternativ auf Dickschicht-Technologien mit Schichtdicken von mehreren 10 μm zurückgegriffen [Zha12; Ars94].

Die sich aus dickeren Schichten ergebenden Nachteile, wie der Abstand zur neutralen Faser und eine Verringerung der Empfindlichkeit wird auch in [Ars94] beschrieben. So ist eine vergleichbare Sensorstruktur, welche direkt auf eine Glasoberfläche appliziert wurde, deutlich sensitiver als diejenige welche mit einer Dickschicht von einem Edelstahl-Substrat isoliert wurde. Die Dünnschichttechnik für die Isolation wird dabei explizit als Möglichkeit der Verbesserung genannt.

Die guten Isolationseigenschaften von dicken Schichten werden auch in [Her02] unterstrichen. Gleichzeitig wird jedoch auch darauf hingewiesen, dass diese eine hohe Rauheit sowie eine geringere Flexibilität aufweisen und deshalb zu einer Rissbildung neigen. In der vorliegenden Arbeit werden daher ausschließlich dünne Schichten von wenigen Mikrometern Dicke untersucht, um möglichst präzise messende Sensoren herstellen zu können.

Typische Schichtmaterialien für die Isolationsschicht wie SiO_2 oder Al_2O_3 wurden hauptsächlich in den Bereichen der Mikroelektronik und für Verschleiß- und Korrosionsschutzschichten untersucht [Vuo92; Voi09]. Auf den ersten Blick verfolgt die Mikroelektronik die gleiche Anwendung, der elektrischen Trennung zu nachfolgend aufgetragenen Schichten, und damit auch das gleiche Ziel: eine dichte und pinhole-freie Schicht zu erhalten [Pli68].

Dennoch wird in der Mikroelektronik von ganz anderen Einsatzbereichen und Voraussetzungen ausgegangen. So verlagern sich die Entwicklungen in diesem Gebiet immer weiter in die hochfrequenten Anwendungsbereiche von Transistoren und MOSFETs [Suy89; Suy87; Voi09]. Die gewünschten und auch erreichten Schichtdicken liegen dabei unterhalb von 100 nm, zum Teil werden sogar nur noch einzelne Atomlagen abgeschieden. Sie sind somit nochmals deutlich dünner als die zu erwartenden Schichtdicken für funktionsfähige Isolationsschichten auf Metallen.

Das dominierende Substratmaterial für die Einsatzbereiche und Anforderungen in der Mikroelektronik ist Silizium. Silizium Wafer zeichnen sich durch eine definierte und polierte Oberfläche mit geringster Rauheit aus. Durch die Kristallstruktur, vor allem bei monokristallinem Silizium, ist eine perfekte Homogenität gegeben. Die in der vorliegenden Arbeit zu untersuchenden, metallischen Substrate, zeigen keine dieser Merkmale.

Es ist daher davon auszugehen, dass die Ergebnisse im Wachstum der Schicht auf Silizium und die darauf optimierten Beschichtungsparameter nicht auf Metalloberflächen übertragbar sind. Es ist anzunehmen, dass neben den Legierungsbestandteilen der Substrate, auch die Art und Güte ihrer Oberflächenbearbeitung einen relevanten Einfluss auf das Ergebnis haben.

Die möglichen Einflüsse auf das zu betrachtende Gesamtsystem von metallischem Substrat und einer Isolationsschicht sind allerdings nicht ausreichend bekannt. Für ein optimales Ergebnis sollte daher zum einen das Interaktionsfeld von Substrat, Oberfläche und Schicht untersucht und zum anderen der Einfluss einzelner Beschichtungsparameter identifiziert werden.

2.3.2.2 Zielstellung dieser Arbeit

Die Basis für funktionale und hochgenaue Dünnschichtsensoren auf metallischen Bauteilen ist die funktionierende Isolationsschicht. Die Schicht muss defektfrei abgeschieden werden, so dass keine Kurzschlüsse zum Substrat auftreten und damit keine Beeinträchtigung der Sensorik durch zu geringe Übergangswiderstände zu erwarten ist.

Um diese Zielstellung zu erarbeiten, müssen zunächst die relevanten Einflussparameter identifiziert werden. Hierbei ist neben dem Substratmaterial und dessen Oberflächenbearbeitung auch das Schichtmaterial und insbesondere dessen Abscheidung zu untersuchen. Dementsprechend sind die geeigneten Beschichtungsparameter für ein vorhandenes Beschichtungsverfahren zu ermitteln.

Kern der Arbeit ist daher die Fragestellung, durch welche Schritte eine Isolationsschicht mit den folgenden Eigenschaften erreicht werden kann:

1. Ausreichende elektrische Isolation für den Einsatz in der Dünnschichtsensorik
2. Möglichst geringe Schichtdicke zur Minimierung des Einflusses auf das Messergebnis der Sensorik bei nahezu unveränderter Oberflächentopographie
3. Gute Haftung auf dem metallischen Substrat

3 Abscheidung elektrisch isolierender Schichten

Ziel dieser Arbeit ist die Applikation von Dünnschichtsensoren auf Metallen mit einer Gesamtschichtdicke von deutlich unterhalb $5\ \mu\text{m}$. Die elektrische Trennung zwischen einem leitfähigen Substrat und einer ebenso leitfähigen Schicht kann, wie bereits erläutert, mittels dünner Isolationsschichten erfolgen. Eine Beeinflussung auf das Messergebnis soll somit minimiert werden.

Zur Abscheidung dünner Schichten können unterschiedlichste Methoden genutzt werden. Zunächst wird daher ein kurzer Überblick über die Beschichtungsverfahren gegeben sowie das in dieser Arbeit verwendete Sputtern (Zerstäuben) näher erläutert.

Im Weiteren werden typische Isolationsschichtwerkstoffe vorgestellt und ihre Verwendung skizziert. Hierbei werden auch die aus der Literatur bekannten und umfangreichen Untersuchungen, etwa im Bereich des Verschleiß- oder Korrosionsschutzes, kurz dargelegt und auf Vergleichbarkeit geprüft.

Der Hauptteil dieses Kapitels behandelt die Applikation von Isolationsschichten auf Metallen. Auf Basis von Ergebnissen aus der Literatur zu diversen beschichteten Substraten werden die Problemstellungen sowie typische Eigenschaften der Schichtapplikation analysiert. Im Anschluss werden anhand dessen die möglichen Einflüsse auf die Isolation von Metallen mittels Dünnschichttechnik diskutiert.

3.1 Abscheidungsverfahren für dielektrische Dünnschichten

Die Vielfalt und die jeweiligen Variationen der einzelnen Beschichtungsverfahren sind sehr umfangreich, sodass in dieser Arbeit nur ein sehr kleiner Ausschnitt gegeben wird. Zu den jeweils kurz vorgestellten Verfahren werden die relevanten Literaturquellen genannt, in denen weitere Informationen und Erläuterungen zugänglich sind. Gute Übersichten sind darüber hinaus den Quellen [Kou06] und [Erk10] zu entnehmen.

Allgemein können die Technologien zur Applikation von isolierenden Schichten in Prozesse zur Abscheidung aus der chemischen Gasphase (CVD – Chemical Vapour Deposition), aus der physikalischen Gasphase (PVD – Physical Vapour Deposition), sowie in Kunststoffbasierte-Verfahren, beispielsweise Belackung unterteilt werden.

Bei letzteren werden die Materialien häufig durch Rotationsbeschichtung (auch Spin-On Verfahren genannt) aufgebracht oder aufgesprüht. In [Bra92] werden beispielsweise Isolationsschichten aus einem Polyimid gegen CVD-Beschichtungen verglichen. Zwar zeigen die Polyimid-Schichten sehr akzeptable Isolationsergebnisse, die Autoren weisen aber ebenso darauf hin, dass durch die tendenziell dickeren Beschichtungen aus Kunststoffen, in den für die Messtechnik relevanten Bereichen (wie etwa Hysterese oder Kriechen), schlechtere Ergebnisse zu erwarten sind. Zudem ist ihr sehr begrenzter Einsatzbereich bei hohen oder tiefen Temperaturen und die meist geringe chemische Beständigkeit zu nennen. Aufgrund der vielen limitierenden Faktoren wird diese Art der Beschichtung hier nicht weiter verfolgt.

3.1.1 CVD-Verfahren

Bei der chemischen Gasphasenabscheidung wird das Substrat in einer Kammer erhitzt, so dass sich die in die Kammer strömenden Gase auf dessen Oberfläche anlagern, reagieren und ein Teil als Festkörper auf dem Substrat abgeschieden wird. Für die Abscheidung von Siliziumdioxid wird beispielsweise Monosilan (SiH_4) verwendet [Ung91]. Von besonderem Vorteil gegenüber anderen Beschichtungsverfahren ist, dass eine gleichmäßige Bedeckung auch an Kanten und komplexen Bauteilgeometrien erreicht werden kann. Das Prinzip dieses Beschichtungsverfahrens ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

Die Temperaturen bei der CVD-Beschichtung sind in der Regel sehr hoch (im Bereich von 1000°C), womit die Abscheidung der Schicht nur auf wenigen Metallen überhaupt möglich ist ohne die Eigenschaften wie das Gefüge zu verändern. Eine Alternative dazu stellt das PECVD (Plasma Enhanced CVD) Verfahren dar, mit dem die Substrattemperaturen deutlich auf etwa 100°C bis 650°C gesenkt werden können (vgl. [Kyr03; Bra92; Des96]). Dies wird erreicht, in dem ein Plasma in Substratnähe gezündet wird, um die Aufspaltung des Gases zu erreichen. Jedoch berichten Pecora et al., dass die Isolationseigenschaften von SiO_2 bei geringeren Abscheidungstemperaturen schlechter sind als bei dem herkömmlichen CVD-Verfahren [Pec05].

Als weiterführende Literatur seien [Ung91; Cho03; Kou06; Pfl09] empfohlen.

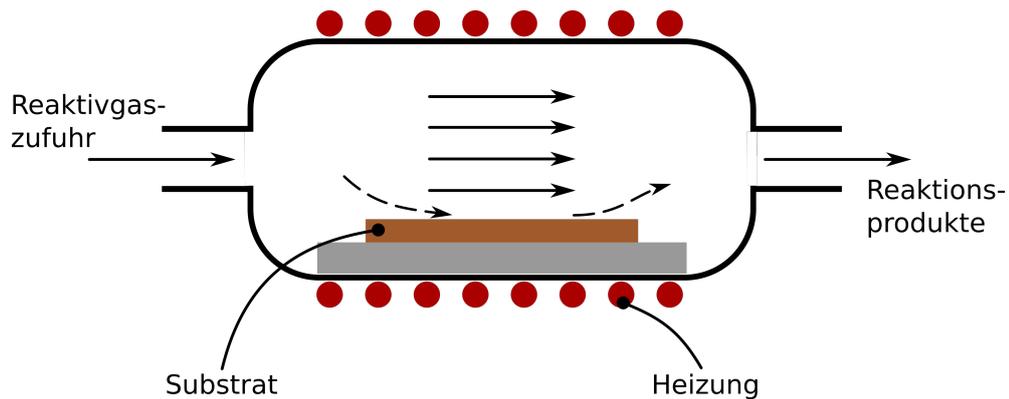


Abbildung 3.1: Prinzipskizze des CVD-Verfahrens

3.1.2 PVD-Verfahren

Im Gegensatz zu den CVD-Verfahren wird bei der PVD-Technologie das abzuscheidende Material mittels physikalischer Verfahren in die Gasphase überführt, sodass dieses dann auf dem Substrat kondensiert. Zu den PVD-Verfahren gehört neben verschiedener Verdampfungsverfahren (thermisches Verdampfen, Arc-V., Elektronenstrahl-V., Laserstrahl-V., uvm.) und dem Ionenplattieren auch das Sputter-Verfahren [Kie93; Mer01; Kou06].

Im Folgenden wird genauer auf das Sputtern, insbesondere das Magnetron-Sputterverfahren, eingegangen. Sputtern ist ein weit verbreitetes und anerkanntes Beschichtungsverfahren für eine Vielzahl von industriellen Anwendungen. Die hohe Flexibilität und Vielfalt in der Wahl der Schichtmaterialien ermöglicht die Abscheidung von harten Verschleißschutzschichten, Korrosionsschutzschichten, dekorativen Beschichtungen oder auch Schichten mit besonderen optischen, elektrischen oder tribologischen Eigenschaften [Han09; Gro09; Kel00]. Desweiteren wird bei einer vergleichsweise geringen Temperatur eine sehr homogene und dichte Schicht mit gleichzeitig hoher Festigkeit und Haftung erreicht. Auf Grund der vielen vorteilhaften Eigenschaften des Verfahrens wurde dieses auch in dieser Arbeit verwendet.

Beim Sputtern wird zunächst ein inertes Prozessgas (in der Regel ist dies Argon) in die Vakuumkammer eingebracht. Durch eine negative Spannung welche an der Kathode angelegt wird, entsteht eine Potentialdifferenz, wodurch ein Plasma gezündet wird. Die ionisierten Gasatome werden im Sputterprozess auf die Targetoberfläche beschleunigt, sodass diese durch ihre kinetische Energie Atome oder auch Moleküle aus dem Target herauslösen. Die herausgelösten Teilchen werden dann in Richtung des Substrats beschleunigt und tragen so zur Schichtbildung bei.

Beim Magnetronsputtern wird die Abscheiderate erhöht, indem hinter dem Target ein Permanentmagnet installiert ist, sodass dessen Magnetfeldlinien senkrecht auf dem Tar-

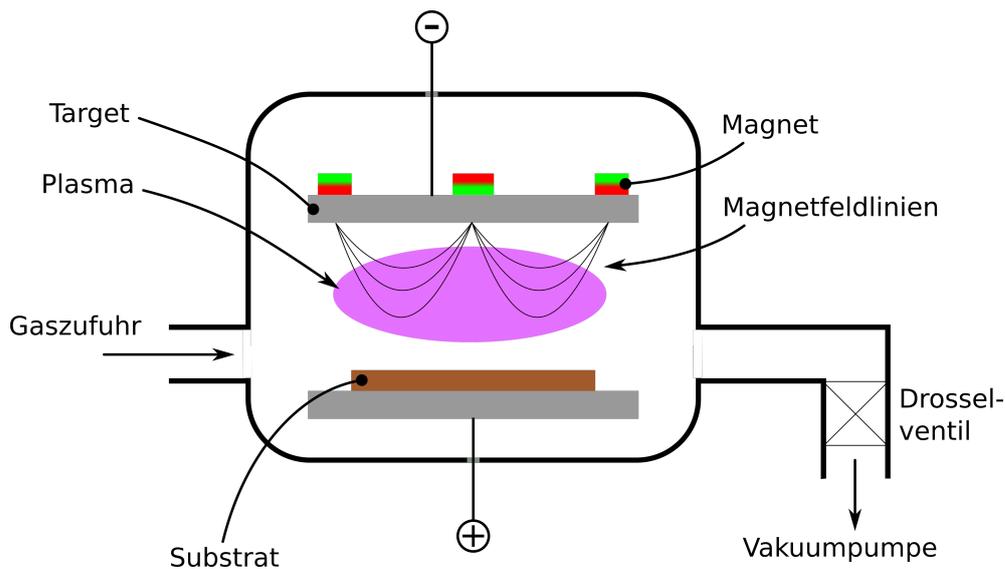


Abbildung 3.2: Prinzipskizze des Magnetron-Sputterns

get stehen. Durch die Lorentz- und die Coulombkraft werden die Elektronen auf eine Zykloidenbahn gezwungen, womit durch den verlängerten Weg der Elektronen die Wahrscheinlichkeit einer Ionisation der Inertgasatome erhöht wird. Durch die höhere Ionisation wird auch die Beschleunigung der Atome, welche auf das Target treffen, vergrößert, sodass vermehrt Material abgetragen wird.

Der Aufbau einer Magnetron-Sputteranlage und das Funktionsprinzip sind in Abbildung 3.2 dargestellt.

Der Prozess kann zur Reinigung der Substratoberfläche auch umgekehrt werden. Hierbei wird die negative Spannung an das Substrat angelegt, um ein Inertgas-Plasma zu zünden. Der Schritt zur Reinigung der Oberfläche mit den auftreffenden Teilchen aus dem energiereichen Gas ist die sogenannte Plasmareinigung beziehungsweise das Plasmaätzen.

3.1.2.1 Varianten zur Abscheidung von Oxid-Schichten

Zunächst ist bei der Abscheidung von oxidischen Schichten zwischen der reaktiven und der nicht-reaktiven Abscheidung zu unterscheiden. Es werden sowohl nicht-reaktiv als auch reaktiv abgeschiedene Schichten in dieser Arbeit hergestellt und untersucht.

Reaktive Abscheidung Bei der reaktiven Abscheidung wird zu dem inerten Prozessgas noch ein Anteil eines Reaktivgases zugemischt; bei der Abscheidung von Aluminiumoxid

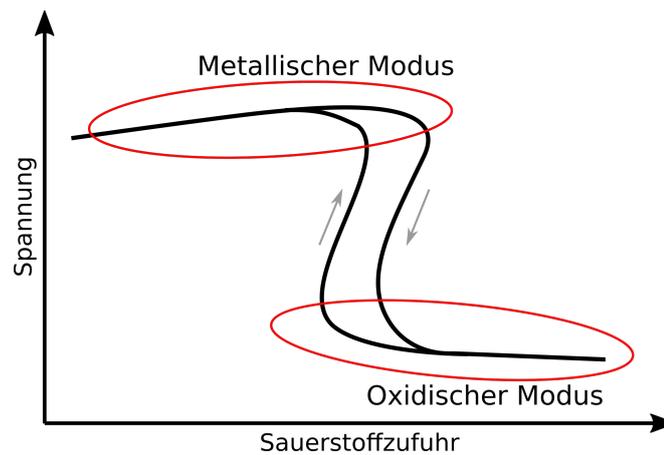


Abbildung 3.3: Hysterese beim reaktiven Magnetron-Sputterprozess

beispielsweise ist dies Sauerstoff. Durch die Einbringung des Reaktivgases reagieren die Metallatome mit den Sauerstoffatomen welche auf der Oberfläche des Substrats abgeschieden werden. Der Sauerstoff lagert sich jedoch ebenfalls auf der Oberfläche des Targets an, was zu einer Hysterese im reaktiven Sputterprozess führt, wie sie in Abbildung 3.3 schematisch dargestellt ist.

So lange der Gasfluss niedrig ist und damit die Targetbedeckung mit Sauerstoff noch keinen kritischen Wert erreicht hat, bleibt auch die Beschichtungsrate hoch. Die entstehenden Schichten sind dementsprechend metallisch und unterstöchiometrisch. Ab einem gewissen Gasfluss stellt sich ein hoher Targetbedeckungsgrad mit hohem Sauerstoffanteil und deutlich geringerer Beschichtungsrate ein – der sogenannte oxidische Modus. Wird der Gasfluss wieder reduziert, steigt die Beschichtungsrate zunächst nur leicht bevor sie dann wieder sprunghaft in den metallischen Modus zurück wechselt.

Problematisch kann hierbei die Beschichtung im oxidischen Modus sein, wenn vermehrte elektrische Überschläge durch die isolierende Bedeckung des Targets entstehen. Das sogenannte Arcing kann zu einer Verschlechterung der Schichteigenschaften führen.

Verschiedene Verfahren werden zur Vermeidung des Arcens und zum Erhalt hoher Beschichtungsraten bei der Abscheidung von Oxiden verwendet. Hierbei sei auf Verfahren mit gepulsten Sputterquellen (vgl. [Sch93; Bob10]) und auf das sogenannte Dual-Magnetronsputtern (vgl. [Bel02]) verwiesen. Des Weiteren kann mit einer schnellen Prozessgasregelung ein stabiler Prozess im Übergangsbereich erreicht werden, um stöchiometrische Schichten bei einer guten Schichtrate zu erhalten.

Ein weiteres Verfahren zur Steuerung der reaktiven Abscheidung mit sehr geringem technologischen Aufwand ist in [Kos98] und [Kos99] beschrieben. Hierbei wird ein spannungsgeregelter Beschichtungsprozess genutzt, bei dem die Leistung durch die Menge des Sau-

erstoffflusses geregelt wird. Der Prozess ist zum einen weitgehend stabil und bietet zum anderen eine vergleichsweise hohe Abscheidungsrate.

Nicht-Reaktive Abscheidung Bei der nicht reaktiven Abscheidung besteht das Target direkt aus dem abzuscheidenden Material, wie etwa Aluminiumoxid. Durch das elektrisch isolierende Targetmaterial kann bei einfachem Anlegen einer negativen Gleichspannung an das Target keine Potentialdifferenz entstehen, bei dem ein Plasma gezündet wird.

1966 stellte Davidse ein Sputterverfahren vor, mit dem Isolatoren direkt gesputtert werden können [Dav66]. Hierbei wechselt die Spannung im Hochfrequenz-Bereich womit Schichten von hervorragender Qualität in einem vollkommen stabilen Prozess hergestellt werden können [Pli68]. Die meist verwendete Frequenz von 13,56 MHz wurde dabei nicht aus physikalischen Gründen gewählt, sondern um eine freie Funkfrequenz zu nutzen.

3.1.3 Verwendete Beschichtungstechnologien in dieser Arbeit

Die Ergebnisse in der vorliegenden Arbeit wurden mittels Magnetron-Sputtern erzielt. Dazu wurde eine Beschichtungsanlage vom Typ „LS 320S“ der Firma von Ardenne verwendet. Der Targetdurchmesser der zwei installierten Sputterquellen beträgt jeweils 4 Zoll womit Substrate mit einem Durchmesser von maximal 3 Zoll beschichtet werden können. Die Sputterquellen sind an eine Hochfrequenz- (HF) sowie an eine Gleichstromquelle (DC) angeschlossen.

Der HF-Generator „PFG 600 RF“ der Firma Hüttinger arbeitet mit einer Frequenz von 13,56 MHz und einer Leistung von maximal 600 W. Der DC-Generator „HiP3“ der Firma Solvix stellt in Kombination mit den vorhandenen Sputterquellen eine Leistung von bis zu 1000 W zur Verfügung.

Dieser Generator ermöglicht neben der reinen DC-Anwendung auch die Verwendung eines gepulsten Betriebs, besser bekannt als High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS). Die Dauer der Pulse kann hierbei in einem Bereich von 10 μ s bis 500 μ s und die Frequenz von 50 Hz bis 1000 Hz eingestellt werden.

3.2 Elektrisch isolierende Schichtmaterialien: Einsatzgebiete, Kenntnisse und Auswahl

Die typischen Schichtmaterialien für die elektrische Isolation in der Mikroelektronik aber auch in diversen anderen Bereichen sind Siliziumoxid und Aluminiumoxid. Die Einsatz-

gebiete sind dabei vielfältig und stetig zunehmend. Nur beispielhaft seien daher die Verwendung in Kondensatoren, Transistoren oder im Bereich der Photovoltaik genannt. Beide Schichtmaterialien werden nicht immer perfekt stöchiometrisch abgeschieden, so dass die Materialien im Folgenden meist mit SiO_x oder Al_xO_y bezeichnet werden, falls die genaue Zusammensetzung nicht bekannt ist.

Siliziumoxid zeichnet sich durch eine sehr geringe Defektdichte und eine besonders stabile Verbindung zu Siliziumsubstraten aus. Es ist daher weit verbreitet für Anwendungen als MOS (Metal-Oxide-Semiconductor) und für Anwendungen in denen eine besonders hohe Dielektrizitätszahl benötigt wird [Huf04]. Die Schichten von meist 300 nm bis 500 nm Dicke werden entweder thermisch aufgewachsen oder durch Sputtern aufgebracht [Thi75]. Wenn es die Anwendung ermöglicht, werden jedoch wesentlich dünnere Schichten verwendet. So untersuchten Suyama et al. Schichten mit einer Dicke von 8 nm bis 100 nm [Suy87]. In einer aktuelleren Arbeit von Marathe et al. werden ultra-dünne Schichten mit gerade einmal 3,5 nm auf ihre Eignung für die Verwendung in Schaltkreisen untersucht [Mar06].

Aluminiumoxid ist in der Mikroelektronik im Vergleich dazu seltener vertreten. Dennoch wird es in diesem Bereich ebenfalls für Kondensatoren, als MOS oder für Passivationschichten verwendet [Kou06]. Ein besonderer Vorteil von Aluminiumoxid ist seine chemische Beständigkeit, etwa als Ätzstopp, sowie die hohe Härte. Daher wird es besonders häufig im Bereich von Verschleiß- und Korrosionsschutzschichten sowie Hochtemperaturanwendungen eingesetzt [Bob06; Ewe12]. Hinzu kommt noch die Verwendung in Schichtsystemen auf optischen Linsen.

Weitere Schichtmaterialien für Isolatoren sind unter anderem Siliziumnitrid, Yttriumoxid, Tantaloxid, Titanoxid oder Aluminiumnitrid. Diese Aufzählung stellt nurmehr einen kleinen Teil der möglichen Materialien dar. Hierzu sei auf die entsprechende Literatur wie etwa [Kou06; Huf04] verwiesen. Die Verbreitung dieser Materialien ist jedoch deutlich geringer als bei Silizium- und Aluminiumoxid, zumal diese vor allem für spezielle Anwendungsgebiete erforscht und entwickelt werden.

Zu den bisher genannten Schichtmaterialien kommen auch noch weitere Verbindungen wie etwa SiONC Schichten hinzu [Oul07]. Genauso wie die Verwendung von sogenannten Multilayerschichten, bei denen entweder das Schichtwachstum immer wieder unterbrochen wird oder aber unterschiedliche Schichtmaterialien kombiniert werden. So verwenden Bethe und Schön ein „Sandwich aus AlO und MgO“ [Bet81]. In [Li12] wird zudem eine Verbindung aus einer TaO_x und einer SiO_x Schicht untersucht.

3.2.1 Auswahl der zu untersuchenden Schichtmaterialien

Wie gezeigt, stehen diverse Schichtmaterialien und Verbindungen für die elektrische Isolation zur Verfügung. Eine Untersuchung aller potentieller Materialien und Kombinationen ist daher im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich.

Aufgrund der großen Verbreitung und Anwendbarkeit der Ergebnisse wird sich die Arbeit nur mit den beiden gebräuchlichsten Isolationsschichtmaterialien Siliziumoxid und Aluminiumoxid beschäftigen. Die Schichtabscheidung und die Isolationseigenschaften beider Materialien sind bekannt, wenn auf Substraten aus Silizium abgeschieden wird. Folglich ist die eigentliche Funktion der Schicht, die elektrische Isolation, schon mehrfach nachgewiesen worden.

Das vorrangige Interesse dieser Arbeit besteht daher in den Einflussfaktoren auf die Funktionsfähigkeit der Isolation bei der Abscheidung dünner, dielektrischer Schichten auf metallischen Substraten. Von daher sind beide Materialien besonders geeignet, die Veränderungen in der Isolationswirkung auf Metallen zu dokumentieren, zu untersuchen und anhand dessen zu verbessern.

Eine Untersuchung der bereits benannten „Sandwich-Schichten“ aus zwei unterschiedlichen Schichtwerkstoffen wird kein Bestandteil dieser Arbeit sein. Die direkten Vorteile oder Notwendigkeiten, wie sie beispielsweise in der Optik gegeben sind, um bestimmte Brechungsindizes zu erreichen, finden hier keine Anwendung. Die elektrische Trennung vom Substrat mit nur einem Schichtwerkstoff ist hier von Vorteil, da dies deutlich einfacher und kostengünstiger herstellbar ist. Es wird daher zunächst das Ziel verfolgt, mit Hilfe einer Konzentration auf die Einflüsse und Beschichtungsparameter eines einzelnen Werkstoffes – und keiner Kombination – die gewünschte Isolationswirkung zu erreichen.

3.2.2 Weitere Anwendungsbereiche der relevanten Schichtmaterialien

Siliziumoxid und vor allem auch Aluminiumoxid werden als Schichtmaterial ebenso für andere Einsatzbereiche verwendet.

Für Siliziumoxid seien Permeationsbarrieren auf der Innenseite von PET-Flaschen genannt. Hierbei ist ebenfalls eine möglichst dichte Abscheidung gewünscht, um die in den Flaschen befindlichen Getränke möglichst lange haltbar zu machen. Verwendet wird hierzu eine spezielle Anlage mit einem gepulsten Mikrowellen-Plasma mit dem eine besonders hohe Abscheiderate erzielt wird [Dei08a; Dei08b]. Die Anforderungen an Schichten für die elektrische Isolation sind wegen der darauf nachträglich abgeschiedenen Sensorschicht

jedoch deutlich höher, zumal in Frage zu stellen ist, in wie weit die Ergebnisse bei einer Abscheidung auf Metallen übertragbar sind.

Des Weiteren werden sowohl Siliziumoxid als auch Aluminiumoxid für optische Komponenten eingesetzt. Hierbei wird entweder eine gezielte Veränderung des Brechungsindex oder ein Schutz vor Verschleiß verfolgt [Des82; Kle93]. Aufgrund der nicht vergleichbaren Substratmaterialien und anderer Voraussetzungen an die Schicht und deren Herstellung, ist die Übertragbarkeit auf die Isolationsbeschichtung von Metallen jedoch nicht gegeben.

Ein weiteres, sehr großes Anwendungsgebiet für Aluminiumoxid sind Verschleißschichten für Zerspanwerkzeuge. So wird bereits 1985 Al_2O_3 auf seine Eignung für den Verschleißschutz von Werkzeugschneiden untersucht [Ley85]. Astrand et al. berichten von mehr als doppelt so langen Schnittzeiten von Wendschneidplatten mit Al_2O_3 -Beschichtung im Vergleich zu unbeschichteten [Ast04]. Die Entwicklungen werden damit nun schon seit mehreren Jahrzehnten mit dem Ziel immer hochleistungsfähigerer Schutzschichten vorangetrieben.

Vorrangig geht es dabei um die Entwicklung von besonders harten und hochtemperaturstabilen Schichten aus kristallinem Aluminiumoxid [Fri09; Bob10; Ewe12]. Die Schichten werden dabei vor allem auf metallische Substrate abgeschieden, wobei die Schichten für den genannten Einsatzzweck optimiert wurden. Die Wirkung auf die Güte der elektrischen Isolation ist in diesem Fall jedoch nicht relevant und wurde nicht untersucht.

3.3 Dünne und elektrisch isolierende Schichten auf Metallen – Ein aktueller Stand

Wie in der Motivation in Abschnitt 2.3.2.1 auf Seite 19 erläutert, werden sogenannte Pinholes, also kleine Löcher in der Isolationschicht, als Grund für das Versagen der Schicht gesehen. Um die potentiellen Einflüsse auf die Abscheidung einer defektbehafteten Isolationschicht zu erkennen, sollen zunächst die bereits in anderen Forschungsarbeiten verwendeten Substratmaterialien und die darauf applizierten Schichten näher erläutert werden.

3.3.1 Beispiele verwendeter Substrate und applizierter Schichten

In der Literatur sind nur wenige direkte Untersuchungen der Isolationsfähigkeit von dünnen Schichten auf Metallen zu finden. Häufig werden zwar die Schichten selbst und deren

Wachstum analysiert, als Substrat jedoch wiederum Silizium oder Glas verwendet oder aber abweichende Schichteigenschaften charakterisiert.

So wird beispielsweise in [Kön83] zwar die Abscheidung von isolierenden Schichten auf Metallen beschrieben, die Untersuchungen beschränken sich jedoch auf Belastungsversuche. Die in [Vuo91] dargestellten Untersuchungen zu unterschiedlichen Varianten der Schichtabscheidung von Aluminiumoxid weisen ebenfalls keine Isolationswiderstände aus.

In [Kha85] hingegen werden die Widerstandswerte von SiO_2 -Schichten gemessen. Bei einer Schichtdicke von $3\ \mu\text{m}$ erreichen diese einen sehr hohen Isolationswiderstand von mehr als $1000\ \text{M}\Omega$. Zwar werden Metalle als Substrat genannt, der tatsächlich verwendete Werkstoff für die Versuche ist jedoch nicht erläutert.

Intensivere Untersuchungen können für Edelstähle als Substratwerkstoff beobachtet werden. Garcia-Alonso et al. beschreiben etwa die Beschichtung eines nichtrostenden Chrom-Nickel-Stahls (Werkstoffnummer 1.4542) mit SiO_2 [Gar93a]. Dabei werden Isolationswiderstände von bis zu $5\ \text{G}\Omega$ gemessen.

Edelstahl dient auch als Substratmaterial bei den kommerziellen Dünnschichtsensoren aus [STW10] und den Untersuchungen von Aluminiumoxid-Schichten in [Seg01].

In aktuelleren Arbeiten werden vor allem Metallfolien beschichtet und die Isolationswirkung der Schichten untersucht. Der Ansatz hat das Ziel, die Metalle als Rückseite für flexible Photovoltaik-Module zu nutzen. Sowohl Schichten aus SiO_x als auch Al_xO_y werden dafür verwendet. In [Her02] und in [Li11] werden die besten Isolationswerte mit SiO_x -Schichten erreicht, welche mittels Plasma-CVD abgeschieden wurden. Die Autoren in [Fra08] beschreiben ebenfalls die Beschichtung von Metallfolien, eine Isolation wird jedoch schon bei einem vergleichsweise geringen Messwert von größer $1\ \text{k}\Omega$ als gegeben angesehen.

3.3.2 Potentielle Einflüsse auf die Isolationsschicht

Die im vorherigen Abschnitt gezeigten Beispiele geben eine erste Zusammenfassung der großen Anzahl möglicher Einflüsse auf die Leistungsfähigkeit der Isolationsschicht. Im Folgenden werden daher die häufigst genannten Gründe in der Literatur und deren Lösungsansätze vorgestellt.

Substratmaterial und Oberfläche Das Substratmaterial zeigt etwa in [Her02] einen Einfluss auf die Isolationseigenschaften. So werden die dort abgeschiedenen SiO_x - und Sol-Gel-Schichten auf Cr-Stahl als „gut“, die auf Titan und Kovar (eine Eisen-Nickel-Cobalt Legierung) jedoch als „schlechter“ beschrieben.

Neben dem Substratmaterial ist dessen Oberfläche ein wesentlich häufiger benannter Faktor. Diverse Literaturquellen nennen hochglanzpolierte beziehungsweise hochglanzpolierbare Substrate als zwingende Voraussetzung für die Abscheidung einer hochwertigen elektrischen Isolationsschicht.

In [Wit74] wird vorgegeben, dass die Rauheit des Substrats mindestens einen Faktor 10 besser sein muss als die Dicke der Schicht. Dies wird damit begründet, dass dadurch „Metallspitzen“ verhindert werden, die zu einem elektrischen Durchschlag führen könnten. Das Substrat wird daher immer mittels Diamantpolierens für die Beschichtung vorbereitet. Ein Faktor für die minimale Schichtdicke je nach Rauheit der Oberfläche wird auch in [Kha85] genannt.

Fricke et al. nehmen an, dass „Kratzer und Inhomogenitäten der Oberfläche eine Konzentration der elektrischen Felder bedingen, sodass diese Störungen der Auslöser für Fehler im Kristallgitter sein könnten“. Dementsprechend wurden die Substrate auf einen R_a Wert von etwa 28 nm gebracht. [Fri10b]

In [Gar93b] beschreiben die Autoren einen gesamten Prozess zur Vorbereitung der Oberfläche eines Edelstahl-Substrats. Nach dem Polieren der Oberfläche wird diese entfettet, nochmals in einem alkalischen Bad gereinigt und anschließend passiviert. Damit soll verhindert werden, dass „Chloride (mit Alkalimetallen und Schwefel)“ auf der Oberfläche die Isolationsschicht verschlechtern. Die Ergebnisse zeigen auch eine Verbesserung der Isolation mit geringerer Oberflächenrauheit.

Die Defekte in den Schichten werden ebenso auf eine unzureichende Reinigung oder Staubpartikel in der Luft und eine daher verunreinigte Oberfläche zurückgeführt [Sch05].

Die bereits in Abschnitt 2.1.2 auf Seite 10 genannten, kommerziell erhältlichen Dünnschicht-Drucksensoren nutzen ebenfalls eine polierte Oberfläche des Edelstahl-Substrats. Weitere Untersuchungen bei denen polierte Substrate verwendet werden sind in [Bet81; Kön83; Bud86; Vuo91; Bie06; Li11; Win11] zu finden. Nähere Begründungen für die Notwendigkeit des Polierprozesses oder direkte Vergleiche zu unpolierten Substraten werden jedoch nicht angegeben.

Beschichtung Neben den unterschiedlichsten Beschichtungstechnologien, auf deren Vergleich in dieser Arbeit nicht eingegangen wird, können drei weitere Einflüsse beziehungsweise Lösungsansätze der Literatur entnommen werden:

- Multilayer Schichtaufbau
- Morphologie der Schicht
- Stöchiometrie

Sowohl in [Her02] als auch in [Löf03] wird beschrieben, dass die Autoren davon ausgehen, mit einer Unterbrechung im Schichtwachstum das Auftreten von Pinholes in der Schicht zu verringern. Hierbei wird der Beschichtungsvorgang mehrmals unterbrochen und ein Plasmaätzen durchgeführt, womit die gesamte Schicht aus mehreren Einzelschichten besteht. Mit dieser Maßnahme soll die Nukleation und damit das Wachstum der darauf folgenden Schicht verändert werden um mögliche Schwachstellen in den Schichten zu bedecken.

Laut den Autoren in [Li12] ermöglichen auch zwei unterschiedliche Schichtmaterialien (TaO_x und SiO_x) eine deutliche Verbesserung der Schicht. Die Ergebnisse müssen jedoch vor dem Hintergrund interpretiert werden, dass die beschichteten Punkte für die Isolationsbestimmung gerade einmal einen Durchmesser von 1 mm haben und dass die gemessenen Isolationswiderstände im Bereich von nur $1 \text{ M}\Omega$ bis $10 \text{ M}\Omega$ liegen.

Vuoristo et al. zeigen die verschiedenen Einflüsse auf die Morphologie von Aluminiumoxid-Schichten [Vuo91; Vuo92]. Dabei wird zum einen festgestellt, dass Schichten auf unbeheizten Substraten tendenziell dichter aufzuwachsen scheinen als bei beheizten Substraten. Des Weiteren wird allgemein von kugelförmigen Defekten in der Schicht berichtet, von denen angenommen wird, dass diese die Schwachstellen in der Isolationsschicht darstellen.

Aussagen zum Einfluss der Stöchiometrie auf den Isolationswiderstand von Aluminiumoxid werden in [Voi09] gegeben. Demnach haben Schichten mit höherem Aluminiumanteil (Verhältnis O zu Al von 1,34 bis 1,44) und Schichten mit der geringsten Konzentration von Wasserstoff, welches ungewollt aus dem Restgasanteil in die Schicht eingebaut wird, die besten Isolationswerte. Die Autoren mutmaßen darüber hinaus, dass der elektrische Durchschlag durch eingebaute Hydroxylgruppen erfolgt. Die Arbeiten wurden jedoch nicht auf einem Metall sondern auf einem mit Indiumzinnoxid beschichteten Glas durchgeführt [Voi09].

Schichtdicke Einen deutlichen Einfluss auf die Güte der Isolationsschicht wird der Dicke der abgeschiedenen Schicht zugeschrieben. In [Hat82] wird bei der Beschichtung mittels HF-Magnetronspütern von SiO_2 sogar von einer „exponentiellen Verringerung“ der Pinhole

Anzahl gesprochen. Auch bei den in [Kha85] abgeschiedenen Al_2O_3 -Schichten wird eine dickere Schicht von etwa $5\ \mu\text{m}$ als Voraussetzung für einen hohen Isolationswiderstand genannt.

Beide Literaturquellen verwenden jedoch keine herkömmlichen Metalle als Substrat wie es für die Dünnschichtsensoren in dieser Arbeit von Relevanz ist. In [Hat82] wird darüber hinaus zwischen den beiden Elektroden und der Isolationsschicht noch eine amorphe Kohlenstoffschicht eingebracht, deren Einfluss auf das Messergebnis nicht bekannt ist.

Temperaturbehandlung Eine Nachbehandlung der applizierten Schichten durch Tempern ist eine Möglichkeit um mechanische Spannungen zu verringern oder aber das Gefüge zu verändern. Dem Autor sind für die gezielte Verbesserung der Isolationsschicht nur die Ergebnisse aus [Seg01] bekannt, bei denen eine Erhöhung der Durchschlagfeldstärke von bis zu 40 % angegeben wird.

Darüber hinaus werden Temperaturzyklen abgefahren um die Festigkeit im Hochtemperaturbereich zu untersuchen. Hierbei tritt jedoch häufig eine Schädigung der Schicht durch Risse oder Abplatzungen auf (vgl. [Vuo92; Fri10a]).

3.4 Zusammenfassung

Das Kapitel hat zunächst verschiedene Technologien für die Abscheidung von elektrisch isolierenden Schichten vorgestellt und vor allem das Sputtern oxidischer Schichten näher erläutert. Anschließend wurden mögliche Schichtmaterialien ausgewählt und typische Anwendungen dieser Schichten für die elektrische Isolation oder für den Verschleißschutz dargelegt. Im letzten Abschnitt wurden die vorhandenen Literaturquellen analysiert, um die Besonderheiten von Metallen als Substrat für elektrische Isolationsschichten zusammenzutragen.

Die gezeigten Ergebnisse machen deutlich, dass die Abscheidung von dünnen Isolationsschichten auf Metallen ein breites Forschungs- und Entwicklungsfeld darstellt. Zwar werden diverse mögliche Ursachen und Lösungsansätze für defektfreie Schichten benannt, viele Ergebnisse sind jedoch für den hier vorliegenden Anwendungsfall nicht hinreichend beschrieben oder basieren auf Schichten, welche nicht auf Metallen sondern auf Silizium oder Glas abgeschieden wurden. Die einfache Übertragung der Ergebnisse auf metallische Substrate und ihre ganz eigene Beschaffenheit der Oberfläche ist, wie dargelegt, nicht möglich.

Zudem sind direkte Vergleiche der Einflüsse unterschiedlicher Schicht- und Substratwerkstoffe, der Oberflächenbearbeitung und der Beschichtungsparameter nicht vorhanden. Die Lösungen beschränken sich größtenteils auf einzelne, spezielle Kombinationen dieser Einflüsse; die tatsächlichen Ursachen und allgemeingültige Lösungsansätze sind nicht erkennbar.

Im weiteren Verlauf der Arbeit soll daher ein Verfahren gefunden werden, mit dem eine umfassende Untersuchung des Parameterraumes möglich ist, um basierend auf diesen Ergebnissen eine Detaillierung zu erarbeiten.

4 Experimentelle Untersuchungen am Schicht-Substrat-System

Zu Beginn des Kapitels werden die Möglichkeiten und die verwendeten Verfahren zur Untersuchung der Isolationsschichten vorgestellt und diskutiert. Im Anschluss werden die zu beschichtenden Substratmaterialien ausgewählt, sowie die Präparation der Probekörper und deren Oberfläche beschrieben.

Nach dem Prinzip der statistischen Versuchsplanung werden die zuvor ausgewählten Parameter auf die Haupteinflussfaktoren der elektrischen Isolationsschicht auf Metallsubstraten reduziert. Eine eingehende Untersuchung dieser Faktoren schließt sich diesem Abschnitt an, bevor abschließend eine Zusammenfassung und Diskussion der Versuchsergebnisse erfolgt.

4.1 Charakterisierung der Isolationsschichten

Vorrangige Bedeutung bei der Charakterisierung der Isolationsschichten hat die Bestimmung der elektrischen Isolationswirkung. Es werden daher zunächst verschiedene Mess- und Kontaktierungsvarianten vorgestellt und auf ihre Verwendbarkeit geprüft. Für die nähere Bestimmung der abgeschiedenen Schichten und deren Eignung werden weitere Analyseverfahren verwendet, um die Gründe für fehlerfreie oder fehlerbehaftete Schichten zu ermitteln. Ein weiterer Abschnitt widmet sich daher den eingesetzten Verfahren zur Schichtdickenmessung sowie der Analyse der Schichtmorphologie.

4.1.1 Bestimmung der elektrischen Isolation

Für die Bestimmung der elektrischen Isolationswirkung ist zunächst das Einsatzszenario entscheidend und damit einhergehend, wie eine „defektfreie Schicht“ definiert wird. Die folgenden Einschränkungen sind daher bei der Auswahl eines geeigneten Messverfahrens zu beachten.

Im Gegensatz zur Mikroelektronik und der Halbleitertechnologie, bei denen die Frequenzen der anliegenden Spannung im Mega- oder Gigahertz-Bereich liegen, werden Sensoren in

der Regel unter Gleichspannung oder in wesentlich kleineren Frequenzbereichen betrieben. Die Untersuchung der Schichteigenschaften im MHz oder GHz-Bereich sind daher für diese Arbeit nicht relevant, stattdessen müssen Messmethoden unter Gleichspannungsbedingungen zur Anwendung gebracht werden. Des Weiteren liegt die Betriebsspannung meist unterhalb von 10 V, so dass ein Vergleich zu anderen Isolationskörpern nicht zielführend wäre, bei denen beispielsweise eine Durchschlagsfestigkeit im Kilovolt-Bereich benötigt wird.

Verwendbare Messverfahren

Auf eher ungewöhnliche Messmethoden wie die Detektion von Pinholes durch Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) wie in [Hat82] soll an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden. Vielmehr sollen typische und geeignete Verfahren vorgestellt und auf ihre Eignung überprüft werden.

Eine Methode aus den 1970er-Jahren bestimmt die Pinhole-Dichte durch nasschemisches Ätzen der mit einer Isolationsschicht abgedeckten Oberfläche [Thi75]. Das Verfahren ermöglicht somit keine Bestimmung elektrischer Parameter der Schicht, allerdings werden die Anzahl und die Verteilung möglicher Fehlstellen sichtbar gemacht. Die Anwendbarkeit wird auch in aktuelleren Literaturquellen demonstriert [Pec05; Sch05].

Eine häufig angewandte Überprüfung von Isolatoren ist die sogenannte Durchschlagsprüfung. Hierbei wird die Spannung an zwei gegenüberliegenden Elektroden, welche durch den Isolator getrennt werden, soweit erhöht, bis ein sprunghafter Anstieg, der Durchbruch, detektiert wird.

Ein weiteres, sehr einfaches Verfahren ist die Messung des Widerstands der Schicht durch eine definierte Fläche, wie es in Abbildung 4.1 schematisch dargestellt ist. Das Verfahren ist mit einem handelsüblichen Labor-Multimeter durchführbar und wurde beispielsweise in [Her02] verwendet. Die Grenze der Widerstandsmessung ist vorrangig durch das Multimeter gegeben, in der Regel können aber ohne größeren Aufwand Widerstände von etwa 100 M Ω gemessen werden, was für den vorliegenden Fall eine ausreichende Größe darstellt.

Anstatt der Widerstandsbestimmung kann in einem gleichen Aufbau auch der Leckstrom gemessen werden (z.B. in [Gar93a]). Dieses Verfahren wird häufig zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit eines Materials angewendet. Da die Ströme vor allem bei Isolatoren jedoch sehr klein sind, werden spezielle, sehr hoch auflösende Strommessgeräte benötigt.

Eine in gewisser Weise aus dem vorherigen Verfahren erweiterte Variante ist die Aufnahme einer Strom-Spannungs-Kennlinie. Sie beschreibt den Zusammenhang zwischen dem

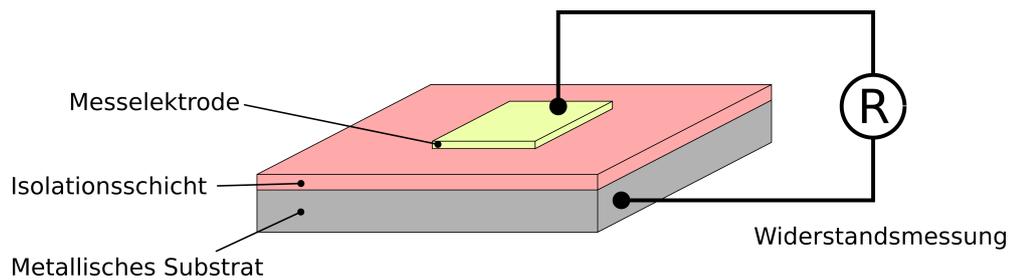


Abbildung 4.1: Prinzipskizze zur Messung des Schichtwiderstands über eine Gegenelektrode

Stromfluss und der an zwei Elektroden angelegten Spannung. Die Elektroden sind dabei wiederum durch einen Isolator beziehungsweise einem gegebenen Widerstand, Halbleiter, o.ä. getrennt. Vor allem im Bereich der Halbleitertechnik (z.B. Dioden, Solarzellen) ist die Kennlinie von Interesse, um das Verhalten in Sperr- oder Durchlassrichtung, das heißt sowohl bei positiver als auch negativer Spannung, zu ermitteln [Yuw01].

Aus den benannten Möglichkeiten ist das für diese Arbeit am besten geeignete Verfahren die einfache Widerstandsmessung der Isolationsschichten. Es ermöglicht vergleichbare elektrische Eigenschaften der Schichten, eine einfache Handhabung und ein für die Aufgabe ausreichendes Messergebnis.

Hierzu wird ein Labor-Multimeter vom Typ „34405A“ der Firma „Agilent“ eingesetzt, welches einen Widerstand von bis zu $120\text{ M}\Omega$ messen kann. Dieser Widerstandswert wird für eine Isolation im Bereich der Dünnschichtsensorik als ausreichend angesehen. Eine Vier-Leiter-Messung ist wegen der hohen Widerstandswerte nicht notwendig.

Kontaktierungsmöglichkeiten

Bei der Majorität der vorgestellten Messverfahren wird das eingesetzte Substrat als Basis-elektrode genutzt. Es wird daher eine geeignete Kontaktierung auf der offenen Schichtseite benötigt.

Die einfachste Variante dafür ist die Kontaktierung der Schicht mit einer herkömmlichen Messspitze eines Multimeters. Allerdings können mit dieser Methode keine Defekte in der Schicht detektiert werden, sie eignet sich nur als schneller Test, ob eine Schicht überhaupt isolierende Eigenschaften zeigt.

Besser ist hierfür die Verwendung eines elektrisch leitfähigen Mediums (Elektrolyt), in den die beschichtete Fläche eingetaucht und somit vom Elektrolyten benetzt wird [Ger12; Thi75]. Neben den oben genannten Verfahren wie der Widerstands- oder Strommessung

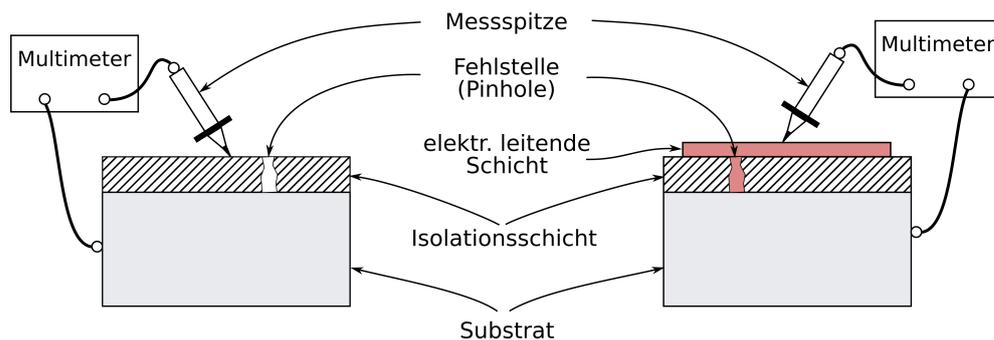


Abbildung 4.2: Vergleich der Widerstandsmessung einer Isolationsschicht ohne (links) und mit (rechts) aufgebrachtener Messelektroden

können auch Änderungen am Elektrolyten beispielsweise durch Wasserstoffblasen auf Defekte in der Schicht hinweisen (vgl. [Wen89]).

Elektroden mittels Sputtern direkt auf der Isolationsschicht aufzubringen ist das für die vorliegende Arbeit am besten geeignete und daher auch verwendete Verfahren. Vorrangig bildet diese Methode die spätere Applikation von Dünnschichtsensoren auf der Isolationsschicht ab, wodurch eine Übereinstimmung der ermittelten Messwerte mit der künftigen Anwendung gegeben ist.

Ein weiterer, essentieller Vorteil der direkten Beschichtung der Messpunkte besteht in der Detektion von kleinsten Fehlern in der Isolationsschicht. Die Bedeutung einer aufgetragenen, elektrisch leitfähigen Schicht um diese Fehlstellen detektieren zu können ist in Abbildung 4.2 visualisiert.

Wird die elektrisch leitfähige Schicht darüber hinaus durch eine Maske abgeschieden, so können mehrere Messwerte pro Probe erreicht werden. Nicht zuletzt ist dies ein gängiges Verfahren, womit eine Vergleichbarkeit zu vorhandenen Ergebnissen gegeben ist (vgl. [Dav66; Gar93a; Her02; Li11]).

Die Kontaktierung der einzelnen Messpunkte kann durch die Messspitzen eines Multimeters erfolgen. Noch besser eignet sich jedoch die Verwendung eines sogenannten Wafer-Probers, bei dem ein Messarm mit einer Messspitze auf der Kontaktfläche abgesetzt werden kann. Die Antastkraft kann definiert eingestellt werden und ist dadurch bei den einzelnen Proben vergleichbar. Der verwendete Aufbau ist in Abbildung 4.3 exemplarisch dargestellt.

4.1.2 Messen der Schichtdicke

Als Verfahren zur Schichtdickenbestimmung der optisch transparenten Aluminium- und Siliziumoxid-Schichten wurde die Reflektometrie verwendet. Eine Lichtquelle wird durch

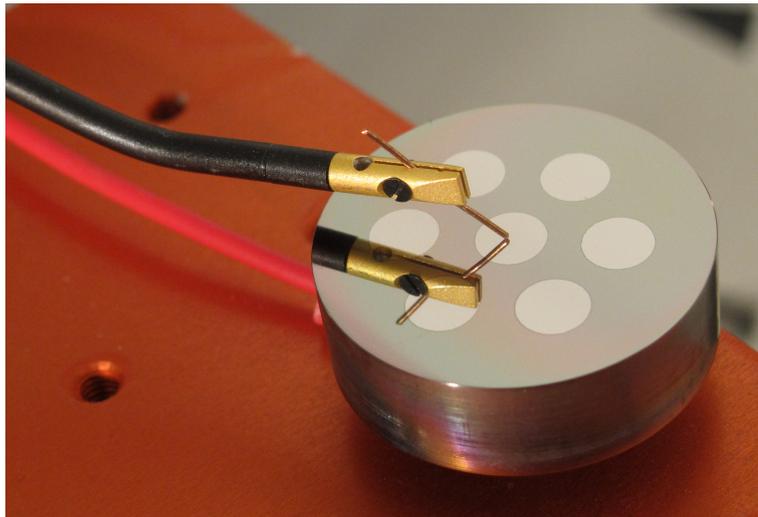


Abbildung 4.3: Antasten der Elektrode auf einer Isolationsschicht durch die Messspitze am Messarm eines Wafer-Probers

die Substratoberfläche reflektiert und passiert dabei zweimal die transparente Schicht. Die Schichtdicke wird anhand des Brechungsindex des durchleuchteten Materials und der gemessenen Veränderung des Spektrums errechnet.

Das Verfahren zeichnet sich durch die vergleichsweise präzise Absolutwertmessung aber auch durch die einfache und schnelle Bedienung aus. Zudem ist keine besondere Vorbereitung der Proben notwendig, so dass die gleichen Proben für die Isolations- und die Schichtdickenmessung verwendet werden können. Das zur Schichtdickenmessung verwendete Reflektometersystem ist das „NanoCalc-VIS“ der Firma „Ocean Optics“.

Die Dicken der elektrisch leitfähigen Schichten der Messpunkte, beziehungsweise der Sensorschicht, werden zur Kontrolle mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) ermittelt. Bei der RFA wird das zu messende Material mittels Röntgenstrahlen angeregt. Beim Rückfall von Elektronen aus höheren Energieniveaus wird durch die freiwerdende Energie eine elementspezifische Fluoreszenzstrahlung abgegeben. Diese wird von einem Strahlungsdetektor gemessen, so dass durch die Elementtypen, deren Zusammensetzung und mathematische Berechnungen die Schichtdicke bestimmt werden kann.

Verwendet wird das Modell „x.ray XDAL 237“ der Firma „Fischer“. Bei dieser Anlage können Elemente ab der Ordnungszahl von Calcium nachgewiesen werden, womit es sich allerdings nicht für die Untersuchung der oxidischen Schichten eignet.

4.1.3 Weitere Analysemethoden

Zur weiteren Analyse der Schichten wurde noch die Rasterelektronenmikroskopie (REM) und die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) verwendet.

Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird ein gebündelter Elektronenstrahl über einen vergrößert abzubildenden Bereich geführt. Mittels eines Detektors können die vom Objekt emittierten Elektronen genutzt werden, um ein Bild der Oberfläche mit einer starken Vergrößerung zu erhalten. Mit Hilfe des REM der Firma „Zeiss“ vom Modell „DSM960“ und auch „Evo MA25“ wurden die abgeschiedenen Schichten in Bezug auf ihre Homogenität, Abplatzungen oder ähnliche Veränderungen untersucht. Darüber hinaus wurden Beobachtungen der Oberfläche auf offensichtliche Fehlstellen oder Abnormalitäten durchgeführt, sowie die Schichtstrukturen an der Oberfläche und an der Seite durch einen Bruch der Schicht analysiert. Ebenfalls wurden mit dem REM auch die Substratoberflächen nach unterschiedlichen Bearbeitungsschritten eingehend untersucht.

Mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) können beispielsweise die Elementverteilung der Schicht- und Substratoberfläche, sowie gezielt das Elementvorkommen bei auffälligen Stellen der Probe ermittelt werden. Die Methode eignet sich dabei vor allem für vergleichende Messungen. Dazu werden die Atome mit einem Elektronenstrahl angeregt, wodurch diese eine für das Element charakteristische Röntgenstrahlung ausstrahlen. Der Detektor der Firma „Bruker“ misst diese Energie, so dass ein sogenanntes EDX-Spektrum aufgezeichnet und anschließend ausgewertet wird.

4.2 Substratauswahl: Werkstoff, Präparation und Charakterisierung

Vorrangiges Ziel bei der Auswahl der zu untersuchenden Substrate war die Wahl gängiger Werkstoffe welche für typische Anwendungsgebiete im Maschinenbau, der Automobilindustrie oder ähnlichen Bereichen eingesetzt werden. Es wurde bewusst keine Veränderung eines Standardmaterials oder die Suche nach dem für elektrische Isolationsschichten am besten geeigneten Material verfolgt.

Um gleichfalls deutlich voneinander unterscheidbare Materialien zu untersuchen, fiel die Auswahl auf einen Vergütungsstahl, eine Aluminium- und eine Titanlegierung. Die Bezeichnungen der Werkstoffe sind in Tabelle 4.1 aufgelistet.

Die drei Werkstoffe und ihre Anwendungsgebiete werden nachfolgend kurz vorgestellt. Die chemischen Zusammensetzungen der Werkstoffe sind Tabelle 4.2 zu entnehmen, ihre technischen Eigenschaften sind darüber hinaus in Tabelle 4.3 aufgeführt.

| Werkstoff-Nr. | Kurzname | EN-Bezeichnung |
|----------------------|-----------------|-----------------------|
| 1.3505 | 100Cr6 | 100Cr6 |
| 3.1645 | AlCuMgPb | EN AW-2007 |
| 3.7164 | Ti6Al4V | Titan Grade 5 |

Tabelle 4.1: Verwendete Werkstoffe und ihre Bezeichnungen

| | Stahl 1.3505 | Aluminium 3.1645 | Titan 3.7164 |
|-----------|-------------------------|-----------------------------|-------------------------|
| Al | - | Rest | 5,5 – 6,75 |
| C | 0,93 – 1,05 | - | - |
| Cu | - | 3,3 – 4,6 | - |
| Cr | 1,35 – 1,60 | 0,10 | - |
| Fe | Rest | 0,8 | 0 – 0,30 |
| Mg | - | 0,40 – 1,8 | - |
| Mn | 0,25 – 0,45 | 0,50 – 1,0 | - |
| Ni | - | 0,20 | - |
| Pb | - | 0,8 – 1,5 | - |
| Si | 0,15 – 0,35 | 0,8 | - |
| Ti | - | 0,20 | Rest |
| V | - | - | 3,50 – 4,50 |
| Zn | - | 0,8 | - |

Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzungen der verwendeten Substratmaterialien in Massen-% (vgl. [DIN EN ISO 683-17; DIN EN 573-3; DIN 17862])

| | Stahl 1.3505 | Aluminium 3.1645 | Titan 3.7164 |
|------------------------------------------------------|-------------------------|-----------------------------|-------------------------------|
| Kristallgitter | krz | kfz | α : hdp, β : krz |
| E-Modul in GPa | 210 | 70 | 110 |
| Zugfestigkeit in MPa | 750 | 380 | 1000 |
| Wärmeausdehnung in 10^{-6} pro K | ~ 13 | ~ 23 | ~ 9 |
| Typ. Einsatztemperaturen | bis 200 °C | bis 200 °C | bis 400 °C |

Tabelle 4.3: Eigenschaften der verwendeten Substratmaterialien (vgl. [Pin00])

Substratmaterial – Stahl 1.3505

Der Werkstoff 1.3505 oder auch 100Cr6 ist ein weit verbreiteter Vergütungsstahl mit einem Kohlenstoffanteil von etwa 1 % und einem Chrom Anteil um 1,5 %. Der härtbare Stahl zeigt eine verminderte Zähigkeit, eine geringe Korrosionsbeständigkeit und ist nicht schweißbar [Ber06].

Als Werkstoff eignet er sich besonders für den Einsatz in Wälzlagern (für Kugeln, Zylinderrollen und Lagerringe) sowie für Präzisionswellen und von starkem Verschleiß beanspruchte Bauteile.

Substratmaterial – Aluminiumlegierung 3.1645

Der Werkstoff 3.1645, welcher mit sehr ähnlicher Zusammensetzung auch bekannt ist unter dem Markennamen „Dural“, ist eine Aluminium-Knetlegierung mit bester Spanbarkeit. Hauptsächlich hervorgerufen wird dies durch Blei als spanbrechenden Legierungsanteil [Huf83].

Als Automatenlegierung sind die Hauptanwendungsgebiete jegliche Bohr-, Fräs- und Drehteile. Die Legierung kann die Festigkeit mancher Stähle erreichen und wird daher häufig für den Leichtbau verwendet.

Die Korrosionsbeständigkeit ist im Vergleich zu Reinaluminium oder anderen Aluminiumlegierungen schlechter, jedoch wesentlich höher als im Vergleich zu Stahl. Das Material ist schlecht schweißbar und nicht gut eloxierbar.

Substratmaterial – Titanlegierung 3.7164

Der Werkstoff 3.7164 ist die am meisten verbreitete Titanlegierung und setzt sich aus der sogenannten α -Phase (hexagonal dichteste Packung) und β -Phase (kubisch raum-zentriert) zusammen [Zwi74; Lüt07].

Durch ihre charakteristischen Eigenschaften wie geringem Gewicht, aber hoher Festigkeit, Duktilität und Korrosionsbeständigkeit, sowie einer guten Verarbeit- und Schweißbarkeit wird ein weites Anwendungsgebiet erschlossen. Nachteilig ist jedoch der vergleichsweise hohe Preis, weshalb das Material nur bei hochwertigen Anwendungen verwendet wird. Typische Einsatzgebiete sind (aus [Lüt07]):

- Luft- und Raumfahrttechnik – Turbinen und Strukturteile (besondere Beanspruchung aber leicht)

- Automobiltechnologie – Turboladerschaufeln, Pleuel (Einsatz auf Grund der Kosten selten)
- Sport- und Outdoorartikel – Fahrräder, Uhren, Golfschläger, etc.
- Medizintechnik – Implantate, Schrauben, Stents, uvm. (siehe auch [Ste02])

4.2.1 Geometrie der Probekörper und der Messpunkte

Die verwendeten Substrate werden aus Stangenmaterial der oben genannten Werkstoffe hergestellt und haben einen Durchmesser von 30 mm. Es können somit in der vorhandenen Beschichtungsanlage drei Probekörper simultan beschichtet werden.

Wie in Abschnitt 4.1.1 beschrieben, sollen Messpunkte zur Kontaktierung auf der Isolationschicht abgeschieden werden. Für diese Kontaktierungspunkte wird eine CuNi-Legierung mit einem Kupferanteil von etwa 55 % und einem entsprechenden Nickelanteil von 45 % verwendet. Diese Legierung ist vergleichbar zu der unter dem Markennamen „Konstantan“ bekannten Legierung.

Zur Strukturierung wird eine Maske aus Edelstahl verwendet, so dass sieben Messpunkte mit jeweils 5 mm Durchmesser aufgebracht werden. Die Probekörper sind mit Halterung und Maske in Abbildung 4.4 exemplarisch dargestellt.



Abbildung 4.4: Untersuchte Probekörper in ihrer Halterung und Maske für die Beschichtung der einzelnen Messpunkte

4.2.2 Oberflächenbearbeitung der Probekörper

Um vergleichbare und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, wurden für alle Substratmaterialien ähnliche Bearbeitungsqualitäten und -schritte eingehalten. Die Entwicklung einer speziellen Bearbeitungsstrategie, welche sich besonders für die Abscheidung defektfreier Isolationsschichten eignet, ist kein primäres Ziel dieser Arbeit. Die Anwendbarkeit der Ergebnisse sollte mit Standardmethoden in der Fertigung beziehungsweise der Oberflächenbearbeitung gegeben sein. Für die nachfolgenden Versuche wurden sowohl gedrehte wie auch polierte Proben verwendet.

Bei der Bearbeitung der gedrehten Oberflächen erfolgte ein Plandrehen der Stirnseite des Stangenmaterials. Hierbei wurde versucht mittels herkömmlicher Drehwerkzeuge eine möglichst hohe Oberflächengüte zu erzielen. Je nach Material sind die dabei erreichten Rauheiten unterschiedlich gering.

Durch die Drehriefen entsteht eine systematische Abweichung von einer ideal glatten Oberfläche. Gleichzeitig treten aber auch stochastische Abweichungen auf, beispielsweise durch Ausrisse, wie sie beim Drehen entstehen können.

Bei den polierten Oberflächen sollte eine möglichst geringe Rauheit und Homogenität der Oberfläche erreicht werden. Das Polierverfahren besteht dabei aus handelsüblichen Schleif- und Poliermitteln.

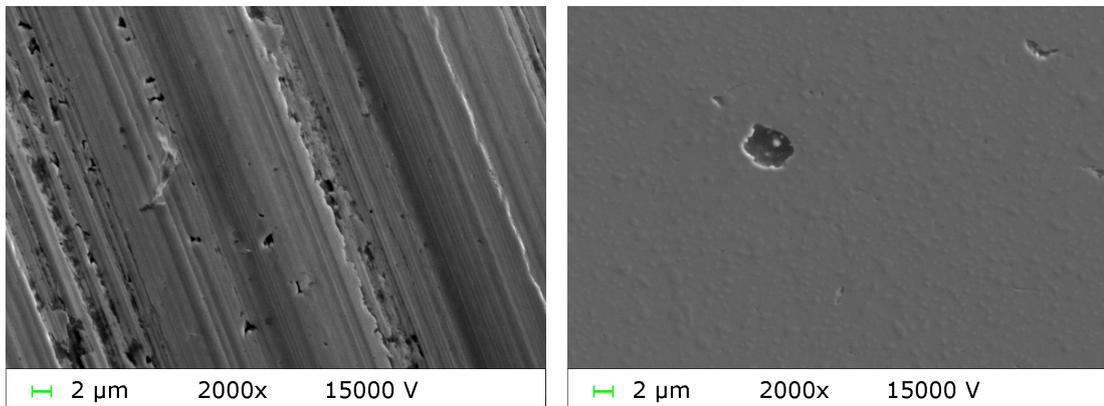
Zunächst wurden die gedrehten Proben mit einer Schleifscheibe mit 800er Körnung aus SiC plan geschliffen. Anschließend erfolgte ein Feinschliff mit einer 9 µm Diamantsuspension auf einer Feinschleifscheibe. Die abschließende Bearbeitung erfolgte auf einem synthetischen Kunstfasertuch mit einer kolloidalen Siliziumdioxidsuspension (Teilchengröße: 0,04 µm).

Die Oberflächenrauheit der bearbeiteten Flächen wurde mit einem Profilometer der Firma Mahr gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.4 hinterlegt.

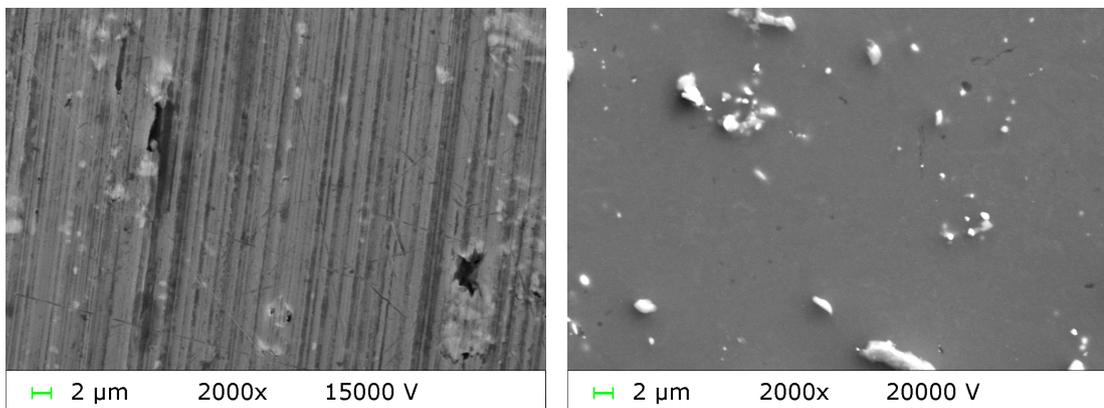
REM-Aufnahmen der Oberflächen der unterschiedlichen Substratwerkstoffe nach den jeweiligen Bearbeitungsschritten sind in den Abbildungen 4.5 a–c zu sehen.

| | gedreht | | poliert | |
|---------------------------|---------|---------|---------|--------|
| | R_a | R_z | R_a | R_z |
| Stahl (1.3505) | 600 nm | 2,75 µm | 12 nm | 90 nm |
| Aluminium (3.1645) | 540 nm | 2,75 µm | 28 nm | 344 nm |
| Titan (3.7164) | 200 nm | 1,05 µm | 10 nm | 75 nm |

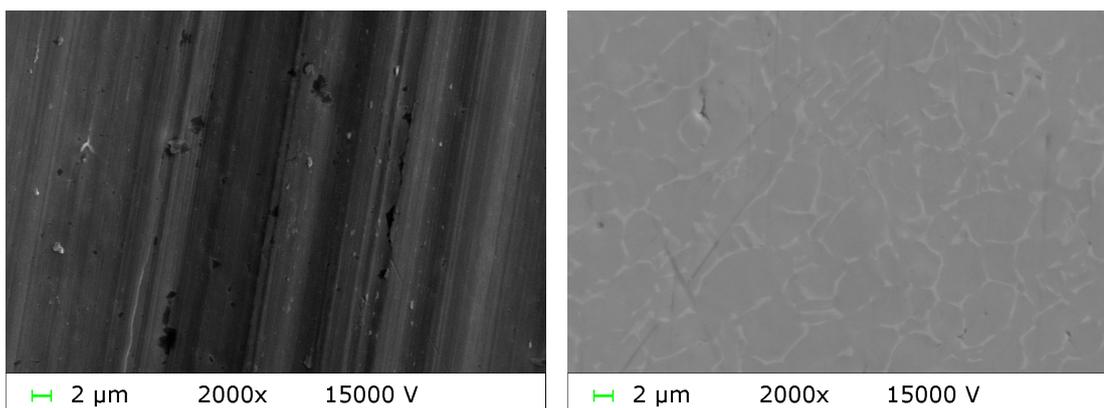
Tabelle 4.4: Typische Rauheit R_a und R_z nach dem jeweiligen Bearbeitungsschritt der verwendeten Substratmaterialien



(a) Oberflächen des Stahls 1.3505



(b) Oberflächen der Aluminiumlegierung 3.1645



(c) Oberflächen der Titanlegierung 3.7164

Abbildung 4.5: REM-Aufnahmen der gedrehten (links) und polierten (rechts) Oberflächen der untersuchten Substratmaterialien

4.3 Auswahl der Versuchsparameter

Bei eingehender Betrachtung des Systems aus Substrat, Schicht, Messmethodik und deren Einfluss auf die elektrische Isolationsschicht, wird schnell die Größe des möglichen Parameterfelds deutlich. Einen Eindruck davon vermittelt Abbildung 4.6, in der ein großer Teil der potentiellen Einflussfaktoren grafisch zusammengefasst wurde.

Neben den bereits vorgestellten Punkten wie dem Substrat, der Oberflächenbearbeitung, dem Schichtmaterial und dem gewählten Beschichtungsprozess aber auch der Art der Kontaktierung und Messung, sind noch diverse weitere Punkte in die Betrachtung mit einzubeziehen. Hierbei sei die Art der Vorbehandlung des Substrats genannt, das heißt welche Reinigungs- und möglicherweise Trocknungsschritte für die Proben angewendet werden. Der Sputterprozess an sich bietet etwa durch Plasmaätzverfahren, Beschichtungsdauer, Leistung, Druck und Reaktivgase einen weiteren, großen und veränderbaren Wertebereich.

Es ist daher offensichtlich, dass die Parameter für die Versuche auf eine geringere Anzahl reduziert werden müssen. Die nachfolgend erläuterten Parameter wurden daher für die weiteren Untersuchungen ausgewählt:

- | | |
|-------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Substratmaterial: | Einfluss des metallischen Grundwerkstoffes auf das Ergebnis der Isolation (vgl. Abschnitt 4.2). |
| Oberflächenbearbeitung: | Einfluss der Rauheit der Substratoberfläche (vgl. Abschnitt 4.2.2). |
| Vortrocknung: | Ausheizen der Probekörper im Vakuum und nochmalige Reinigung – durch die Bearbeitung in die Oberfläche eingebrachtes Wasser oder Kühlschmierstoffe sollen so entfernt werden. |
| Targetabstand: | Der Abstand zum Target kann das Schichtwachstum beeinflussen. |
| Sputterzeit: | Beeinflusst vorrangig die Schichtdicke um dessen Einfluss zu untersuchen. Zudem stellt sich eine stabile Temperatur im Beschichtungsprozess erst nach einer gewissen Zeit ein. |
| Mehrfachbeschichtung: | Multilayer-Schichterzeugung durch Unterbrechung des Prozesses, Abkühlungsphase und Zwischenätzen (vgl. auch Abschnitt 3.3.2). |
| Sputterleistung: | Eine Modifikation der Sputterleistung bedingt eine Veränderung der Abscheidungstemperatur und vor allem der kinetischen Energie der abgeschiedenen Teilchen. |

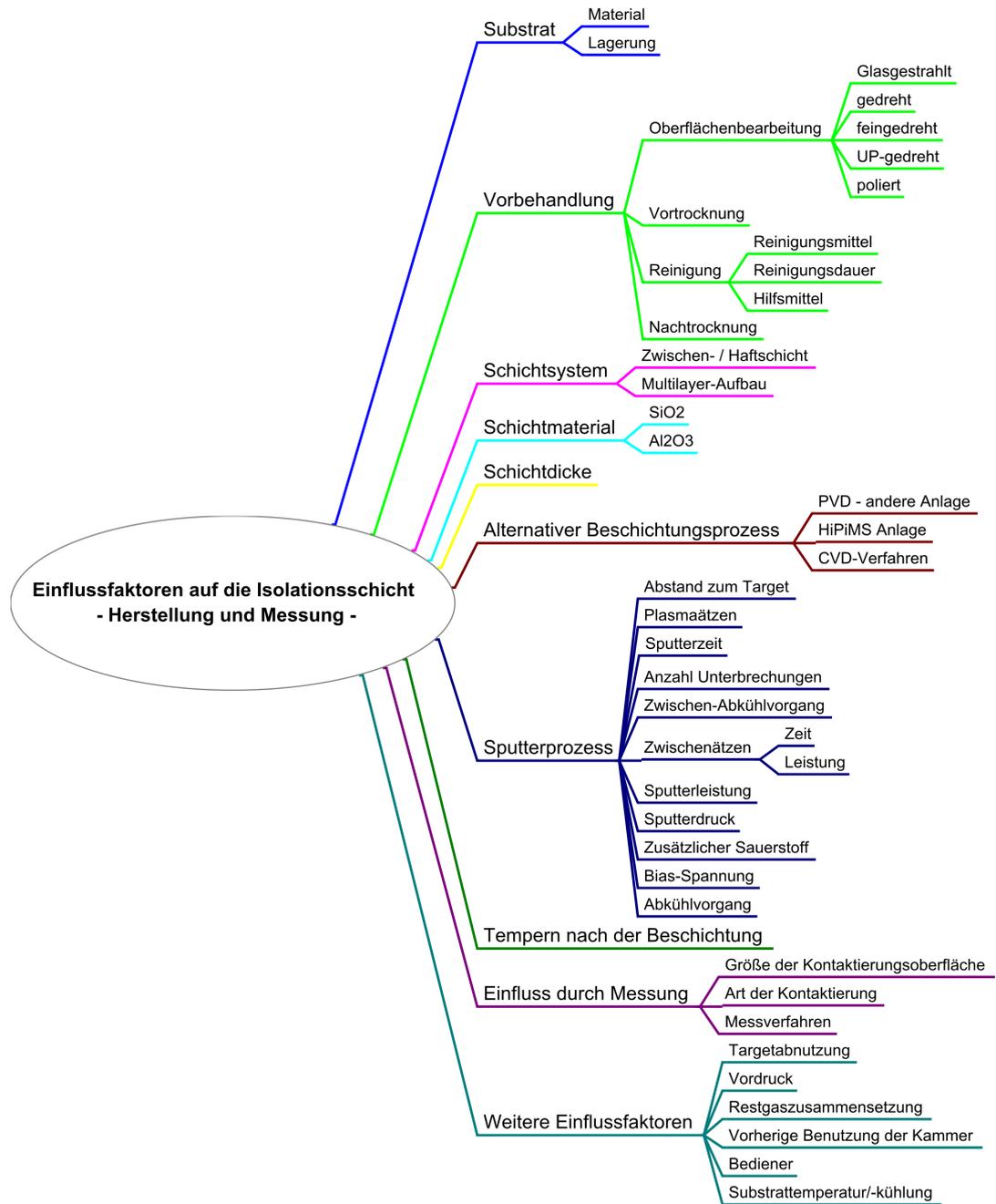


Abbildung 4.6: Auswahl potentieller Einflussfaktoren auf das Schicht-Substrat-System bei Isolationsschichten, sowie durch die Messmethodik

| | |
|----------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Sputterdruck: | Der Druck hat Einfluss auf die intrinsischen Spannungen der abgeschiedenen Schicht und somit auf die Haftung und ggf. auch auf die Isolation. |
| Sauerstoffzuführung: | Durch zusätzliches Einbringen von Sauerstoff entsteht ein reaktiver Abscheidungsprozess der auf Morphologie und Schichtzusammensetzung Einfluss zeigt. |
| Bias-Spannung: | Das Anlegen einer Bias-Spannung an das Substrat kann ebenfalls die Schichteigenschaften deutlich verändern. |

In der Versuchsdurchführung wird prinzipiell zwischen den Verfahren „Best Guess“, „One-factor-at-a-time (OFAT)“ und „Design of Experiment (DoE)“ unterschieden. Bei der ersten Methode, dem intuitiven Abschätzen der vermutlich besten Parameter, sollte eine genaue Vorkenntnis über das Verhalten des Systems bestehen, um zu einem guten Ergebnis zu gelangen – oder man hat Glück.

Am häufigsten angewandt wird das zweite Verfahren, die Veränderung nur eines Parameters pro Versuchsdurchlauf. Nimmt man an, dass nur zwei Eigenschaften pro Parameter geändert und untersucht werden sollen, ergeben sich bei den oben genannten zehn Parametern eine Versuchsanzahl von $2^{10} = 1024$ Versuche. Ohne eine weitere Reduktion der Parameterzahl ist diese Variante kaum anwendbar.

Im Gegensatz dazu werden bei der statistischen Versuchsplanung (SVP, im englischen DoE) pro Versuchsreihe mehrere Parameter gleichzeitig verändert. Die systematische Variation der Parameter wird dann wiederum bei der Auswertung berücksichtigt um die zu ermittelnden Effekte zu berechnen.

Diese Art der Versuchsdurchführung eignet sich demnach insbesondere für die gleichzeitige Untersuchung einer Vielzahl von Parametern. Der nächste Abschnitt wird daher neben einer kurzen Einführung in die SVP auch die Anwendung und Ergebnisse von Versuchsreihen abgeschiedener Isolationsschichten zeigen.

4.4 Parameterscreening mittels der statistischen Versuchsplanung

4.4.1 Kurze Einführung in die statistische Versuchsplanung

Die statistische Versuchsplanung beschreibt ein methodisches Vorgehen zur Parametervariation in einem Versuchsfeld. Die Untersuchung aller Kombinationsmöglichkeiten der zu untersuchenden Faktoren wird dabei als Vollfaktorplan bezeichnet. Mit Hilfe der SVP ist es nun unter gewissen Voraussetzungen auch möglich teilfaktorielle Pläne zu bilden, um die Anzahl der Versuche zu verringern.

Es soll also mit minimalem Versuchsaufwand ein möglichst hoher Informationsgehalt erreicht werden. Die Wahl eines geeigneten Modells der statistischen Versuchsplanung ist dabei abhängig vom verfolgten Ziel der Untersuchungen. Hierzu müssen jedoch die Vor- und Nachteile der voll- und teilfaktoriellen Pläne berücksichtigt werden.

Vorteil der vollfaktoriellen Pläne ist, dass sämtliche Wechselwirkungen zwischen den Faktoren erkannt werden können, die Versuchsanzahl aber weiterhin maximal ist. Womit der Nachteil der teilfaktoriellen Pläne durch die Reduktion der Versuchsläufe ebenfalls offensichtlich wird: Mögliche Wechselwirkungen können sowohl mit den Haupteffekten oder auch anderen Wechselwirkungen vermengt werden [Hof11].

Darüber hinaus gibt es noch diverse weitere Versuchspläne die hier jedoch nicht näher erläutert werden sollen.

Eine Voraussetzung für die Nutzung eines teilfaktoriellen Versuchsplans besteht daher in der Annahme, dass vermutlich keine oder nur vernachlässigbar kleine Wechselwirkungen zwischen den gewählten Hauptfaktoren auftreten. Diese Teilfaktorpläne werden allgemein auch als 2^{k-p} Pläne bezeichnet, wobei k die Anzahl der Einflussfaktoren und p die Größe der Reduktion des Versuchsumfangs angibt.

Zur vollständigen Darstellung des Versuchsplans gehört ebenso die Angabe der Auflösung des selbigen in römischen Ziffern. Diese Auflösung wird durch den Einfluss der Wechselwirkungen auf die Hauptfaktoren bestimmt. Bei einem Versuchsplan mit der Auflösung IV kann nur die Wechselwirkung von drei Faktoren untereinander einen Einfluss auf das Ergebnis eines Hauptfaktors haben. Bei der Auflösung III ist der Einfluss der Wechselwirkungen also höher, da bereits die Wechselwirkung von zwei Faktoren einen Einfluss auf den Hauptfaktor haben können [Sie10; NIS15].

Im vorliegenden Fall ist das primäre Ziel den oder die Haupteinflüsse auf die elektrische Isolation mit möglichst geringer Anzahl von Versuchen zu ermitteln. Hierzu eignen sich die sogenannten „Screening-Versuche“, mit denen zunächst das Parameterfeld auf signifikante Einflüsse eingegrenzt werden soll. Auf Basis dieser Untersuchungen können dann weitergehende Versuchsläufe mit einer geringeren Parameteranzahl durchgeführt werden.

Im folgenden Abschnitt wird daher auf einen teilfaktoriellen Versuchsplan zurückgegriffen, der das Screening-Verfahren anwendet.

Der Einsatz von teilfaktoriellen Versuchsplänen für die Bestimmung von Einflussfaktoren auf die Schichteigenschaften wird darüber hinaus auch in [Kna95] beschrieben. Für grundlegende Begriffe, Prinzipien und Validierungsanalysen sei auf die Quellen [Sie10], [NIS15] und [Hof11] verwiesen.

4.4.2 Aufbau und Durchführung der Screening-Versuche

Bei Screening-Versuchen wird in der Regel ein Versuchsplan mit der Auflösung III verwendet. Zudem wird die Variation jedes Faktors auf zwei Werte begrenzt (ein Standard- und ein Alternativ-Wert).

Bei einer Untersuchung der in Abschnitt 4.3 benannten zehn Faktoren kann ein minimaler Versuchsplan mit der Bezeichnung 2_{III}^{10-6} verwendet werden. Damit werden aus den 1024 Versuchen im vollfaktoriellen Plan nur noch $2^{10-6} = 2^4 = 16$ Versuchsläufe.

Die dabei verwendeten Einflussfaktoren und deren zugehörige Parameter sind in Tabelle 4.5 hinterlegt. Der zu befolgende Versuchsplan und die einzustellenden Parameter je Versuchslauf können Tabelle 4.6 entnommen werden.

| Einflussfaktoren | | zugehörige Parameter | |
|------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| X01 | Substratmaterial | +1 | Stahl (1.3505) |
| | | -1 | Titan (3.7164) |
| X02 | Oberflächenbearbeitung | +1 | poliert |
| | | -1 | gedreht |
| X03 | Vortrocknung | +1 | ja |
| | | -1 | nein |
| X04 | Targetabstand | +1 | 40 mm |
| | | -1 | 60 mm |
| X05 | Sputterzeit | +1 | 4 Stunden |
| | | -1 | 2 Stunden |
| X06 | Mehrfachbeschichtung | +1 | 2 Unterbrechungen |
| | | -1 | keine Unterbrechung |
| X07 | Sputterleistung | +1 | 200 W |
| | | -1 | 150 W |
| X08 | Sputterdruck | +1 | 1,0 Pa |
| | | -1 | 0,8 Pa |
| X09 | Sauerstoffzuführung | +1 | ja, 3 sccm |
| | | -1 | nein |
| X10 | Bias-Spannung | +1 | 50 V |
| | | -1 | keine |

Tabelle 4.5: Einflussfaktoren und ihre Parameter in den Screening-Versuchen

| | | Einflussfaktoren | | | | | | | | | |
|----------------|-----|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | X01 | X02 | X03 | X04 | X05 | X06 | X07 | X08 | X09 | X10 |
| Versuchsnummer | V01 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | +1 | +1 |
| | V02 | +1 | -1 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 | +1 | -1 | -1 |
| | V03 | -1 | +1 | -1 | -1 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 |
| | V04 | +1 | +1 | -1 | -1 | -1 | +1 | +1 | -1 | +1 | +1 |
| | V05 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 |
| | V06 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 | +1 | -1 |
| | V07 | -1 | +1 | +1 | -1 | -1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 |
| | V08 | +1 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | -1 | -1 | +1 |
| | V09 | -1 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | +1 |
| | V10 | +1 | -1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 | -1 |
| | V11 | -1 | +1 | -1 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | +1 | -1 |
| | V12 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 |
| | V13 | -1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 | +1 | +1 |
| | V14 | +1 | -1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 | -1 | -1 | -1 |
| | V15 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| | V16 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 |

Tabelle 4.6: Versuchsplan vom Typ 2_{III}^{10-6} für die Screening-Versuche

Die im Anschluss an die Beschichtung zu untersuchenden „Zielgrößen“ sind die Schichtdicke und der Durchgangswiderstand.

Schichtdicke Die Schichtdicke wird mit dem Reflektometer bestimmt. Die Messung erfolgt dabei an fünf unterschiedlichen Positionen des Probekörpers: in der Mitte sowie an vier gleich verteilten Punkten im Randbereich. Anschließend wird das arithmetische Mittel aus den Messwerten gebildet:

$$d_{avg} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i \quad , \text{ mit } n = 5 \quad (4.1)$$

Durchgangswiderstand Der Widerstand der sieben aufgebrauchten Messelektroden zum Substrat (vgl. Abschnitt 4.1.1) wird gemessen. Der jeweils kleinste und der größte Messwert pro Probe wird verworfen um den Einfluss von Ausreißern auf das Messergebnissen zu verringern. Aus den fünf verbleibenden Messwerten wird wieder das arithmetische Mittel gebildet:

$$R_{avg} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R_i \quad , \text{ mit } n = 5 \quad (4.2)$$

Wie in Abschnitt 3.1.3 beschrieben, können pro Durchgang bis zu drei Probekörper gleichzeitig beschichtet werden. Laut Versuchsplan wird derzeit nur ein Probekörper beschichtet. Um die Anlage auszunutzen und vor allem die Validität der Versuche zu erhöhen, wurden die freien Plätze mit weiteren Probekörpern aufgefüllt.

Zusammengefasst stellt sich der Ablauf eines vollständigen Versuchsdurchlaufs wie folgt dar:

1. Fertigung des Probekörpers (drehen)
2. ggf. polieren des Probekörpers (bei X02: +1)
3. Reinigung der Körper, jeweils 10 Min. in Aceton und anschließend Isopropanol. Beide Durchgänge im Ultraschallbad.
4. ggf. Probekörper einer Vortrocknung im Vakuum unterziehen (bei X03: +1) und nochmalige Reinigung im Anschluss
5. Beschichten der Probekörper mit SiO₂ nach den Vorgaben in X04 – X10
6. ausreichende Abkühlzeit einhalten und Entnahme der Probekörper
7. Messen der Schichtdicke
8. Maskierblech vor der Probe positionieren

9. Sputtern der Kontaktierungspunkte

10. Messen der einzelnen Durchgangswiderstände

Die Untersuchung der Haupteinflussfaktoren wurde zunächst nur mit SiO₂ als Schichtmaterial durchgeführt. Nach der Verifikation und Analyse der Ergebnisse werden die weiteren Untersuchungsschritte auf dieser Basis, und auch unter Berücksichtigung von Al₂O₃ als Schichtmaterial, angepasst.

4.4.3 Verifikation des Versuchsplans

Wie in der Einführung in die statistische Versuchsplanung in Abschnitt 4.4.1 bereits angesprochen, können die Haupteinflüsse durch Wechselwirkungen der Faktoren überlagert werden. Des Weiteren wird eine Berechnungsmethode benötigt, womit der sogenannte Effekt, also der Anteil eines Einflussfaktors auf den Wert der Zielgröße, ermittelt werden kann.

Diese Punkte führen zu der Notwendigkeit, eine Verifikation des aufgestellten Versuchsplanes und der Ergebnisse durchzuführen. Hierzu werden im Folgenden die Anteile der Einflussfaktoren auf die Zielgröße „Schichtdicke“ berechnet und analysiert. Die Verifikation des Versuchsplans erfolgt dann mittels des Vergleichs von Erfahrungswerten sowie Literaturquellen zu den dominierenden Einflussfaktoren auf die Schichtdicke.

Zunächst muss für jeden Einflussfaktor X und jedem zugehörigen Parameter y ('+1' und '-1') der Durchschnitt der Schichtdicke $d_{avg,X,y}$ über die Anzahl der Versuche m gebildet werden:

$$d_{avg,X,y} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m d_{X,y,i} \quad (4.3)$$

Für jeden Parameter ('+1' und '-1') pro Einflussfaktor X01 bis X10 erhält man somit ein Ergebnis, demnach insgesamt also 20 Durchschnittswerte.

Um den Einfluss der einzelnen Faktoren auf die Schichtdicke zu erhalten, bildet man die Differenz aus den Ergebnisse der beiden Parameter eines Einflussfaktors:

$$E_{d,X} = d_{avg,X,+1} - d_{avg,X,-1} \quad (4.4)$$

Der Wert $E_{d,X}$ wird auch der Effekt oder der relative Einfluss des Faktors X , hier auf die Schichtdicke d , genannt.

Die Ergebnisse aus diesen Berechnungen sind im Diagramm der Abbildung 4.7 dargestellt. Hierbei werden die beiden Parameter direkt und die Einflussfaktoren betragsmäßig untereinander verglichen.

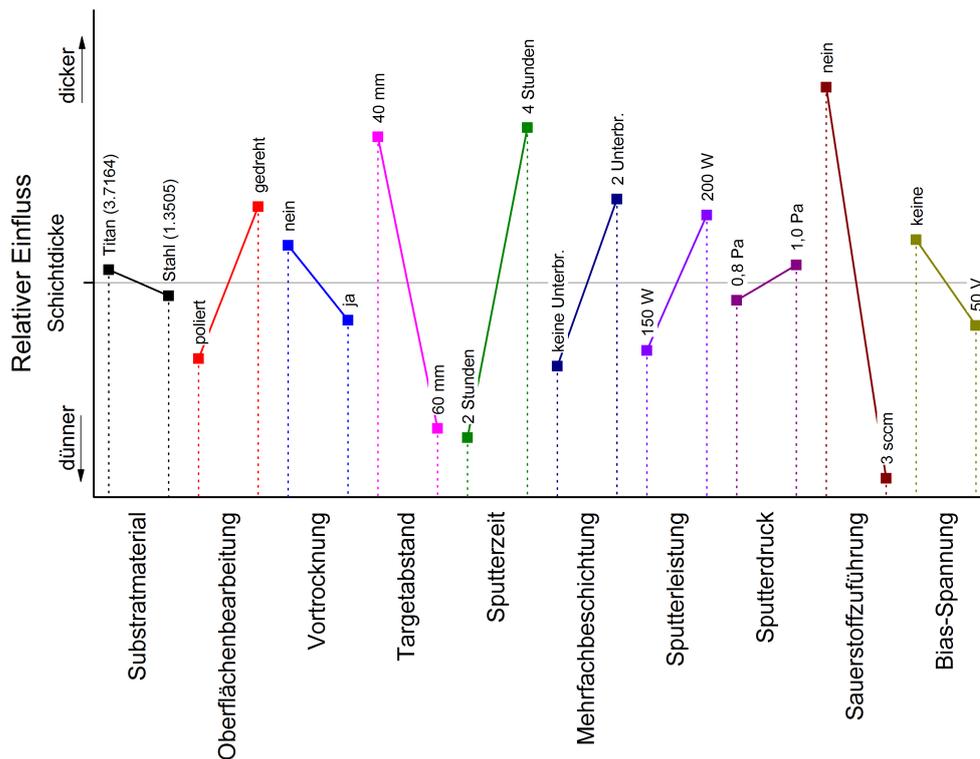


Abbildung 4.7: Relativer Einfluss der einzelnen Faktoren und ihrer Parameter auf die Schichtdicke im Screening-Versuch

Den signifikantesten Einfluss auf die Schichtdicke zeigt hierbei die zusätzliche Sauerstoffzuführung, was am größten Differenzwert erkennbar ist. Die Schicht wird deutlich dünner, das heißt es zeigt sich ein geringeres Schichtwachstum, wenn sich zusätzlicher Sauerstoff als Reaktivgas mit in der Kammer befindet.

Den zweitgrößten Einfluss zeigt die Sputterzeit, mit einer dickeren Schicht bei längerer Abscheidungsdauer. Als dritter Einflussfaktor ist noch der Targetabstand zu nennen, bei dem ein höherer Abstand wiederum zu einem geringeren Wachstum führt.

Alle drei Faktoren sind sowohl in ihrer Richtung entsprechend der jeweiligen Parameter als auch in ihrer Magnitude der Einflussfaktoren sinnvoll und nachvollziehbar. Zum einen können die Werte aus der eigenen Beobachtung der Wachstumsraten bestätigt werden, zum anderen haben diverse Autoren vergleichbare Ergebnisse präsentiert.

So wird vor allem der Sauerstoffeinfluss auf die Beschichtungsrate immer wieder als beachtlich hervorgehoben (vgl. dazu [Dav66; Vuo91; Des82; Seg01; Vuo92]). Gleiches gilt für den Targetabstand. Die aus dem Target herausgelösten Atome müssen bei größerem Abstand zum Substrat einen weiteren Weg zurück legen, so dass die Teilchen in nur noch verminderter Anzahl auf der Substratoberfläche kondensieren. Diese Beobachtung wurde auch in [Seg01] gemacht. Dass die Sputterzeit einen Einfluss hat, ist zu erwarten und

selbstverständlich.

Abschließend ist aus den Ergebnissen zur Untersuchung des Schichtdickeneinflusses zu resümieren, dass der gewählte Versuchsplan die Haupteinflussfaktoren auf eine abhängige Zielgröße, in diesem Fall der Schichtdicke, korrekt darstellt. Eine Verifikation des Versuchsplans wurde somit anhand der durchgeführten Versuche und der Untersuchung der Schichtdicke erbracht. Mit diesem Wissen können nun die Einflüsse auf die Isolations-schicht analysiert werden.

4.4.4 Ermittlung der Haupteinflüsse auf elektrisch isolierende Schichten

Analog zu den Berechnungen in Abschnitt 4.4.3, werden die Durchschnittswerte $R_{avg,X,y}$ für die gemessenen Widerstände $R_{X,y,i}$ je Einflussfaktor X und Parameter y sowie der Anzahl der Versuche m errechnet:

$$R_{avg,X,y} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m R_{X,y,i} \quad (4.5)$$

Anschließend wird wiederum der Effekt E errechnet, diesmal jedoch für den Einfluss auf den Widerstand:

$$E_{R,X} = R_{avg,X,+1} - R_{avg,X,-1} \quad (4.6)$$

Das Ergebnis dieser Berechnungen ist im Diagramm der Abbildung 4.8 dargestellt.

Besonders deutlich hebt sich hierbei der Einfluss des Substratmaterials hervor. Isolations-schichten, welche auf der Titanlegierung 3.7164 abgeschieden wurden, sind signifikant besser isolierend als die Schichten auf dem Stahl 1.3505.

Bei den weiteren Einflussfaktoren ist kein weiterer, vergleichbar deutlicher Effekt zu erkennen. Dies wäre für eine eindeutige Zuordnung bei einem Screening-Versuch jedoch notwendig gewesen.

Allerdings kann durch die Effekte der Faktoren Sputterzeit, -leistung, Sauerstoffzufuhr und Bias-Spannung eine Abhängigkeit der Isolation zur Schichtdicke vermutet werden. Diese Faktoren wirken sich alle deutlich auf die Beschichtungsrate aus, so dass eine weitere, detailliertere Untersuchung des Schichtdickeneinflusses vorgenommen werden sollte.

Überraschend ist das Ergebnis des Effekts der Oberflächenbearbeitung. Wie in Abschnitt 3.3 bereits ausführlich dargestellt, gehen die bisherigen Arbeiten zu Isolationsschichten auf Metallen davon aus, dass die Oberfläche möglichst optimal, also grundsätzlich poliert sein

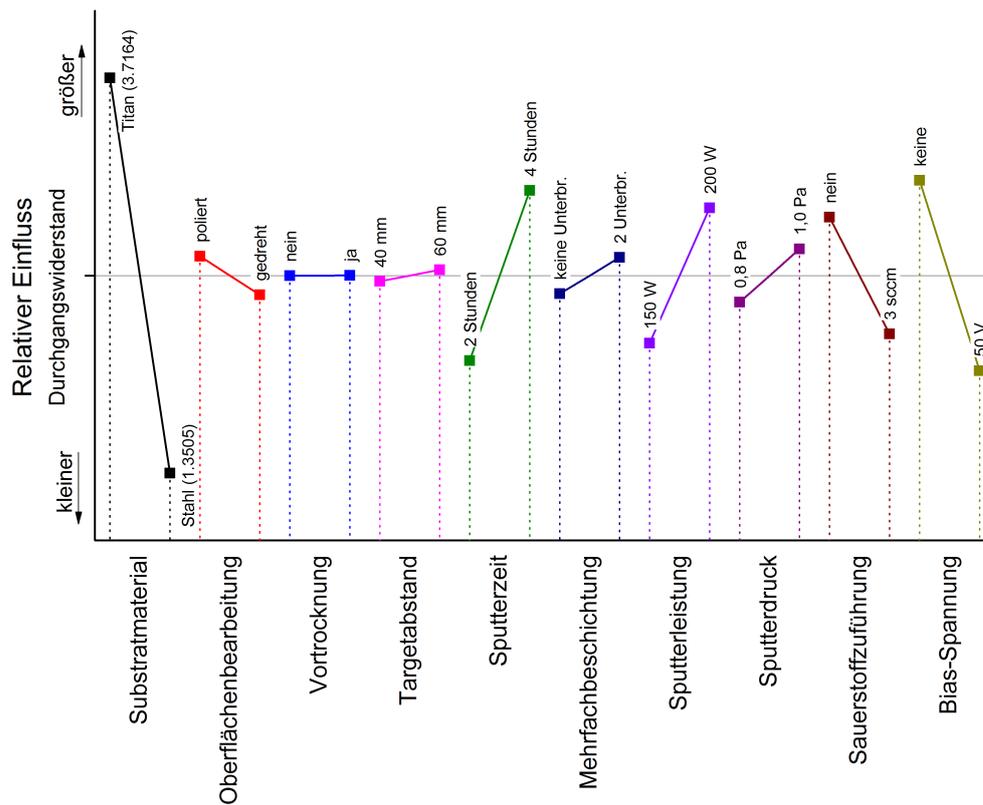


Abbildung 4.8: Relativer Einfluss der einzelnen Faktoren und ihrer Parameter auf die elektrische Isolationsschicht im Screening-Versuch

sollte. Allerdings kann aus dem errechneten Effekt für die Oberflächenbearbeitung der vorliegenden Versuche kein Einfluss auf die Isolation abgeleitet werden.

Betrachtet man jedoch die Widerstands-Messwerte der einzelnen Probekörper unabhängig von der Versuchsplanung und nur mit dem Fokus auf den Einfluss der Oberflächenbearbeitung, muss ein gänzlich anderes Fazit gezogen werden: Laut dieser Werte hat die Oberfläche ohne weiteres einen signifikanten Einfluss auf die Güte der Isolationsschicht.

So zeigen im Falle der Titanlegierung die Schichten auf den polierten Probekörpern die mit Abstand besten Isolationswerte. Im Gegensatz dazu ist bei den Schichten auf den polierten Probekörpern aus Stahl die schlechteste Isolation zu verzeichnen. Bemerkenswert ist hier ebenfalls, dass die gedrehten Oberflächen sogar erkennbar besser isoliert wurden. Die Tabelle 4.7 zeigt beispielhaft die Messwerte des Durchgangswiderstands bei vergleichbaren Abscheideparametern.

Der sehr geringe Widerstandswert von nur $3,6 \Omega$ bei der polierten Stahloberfläche macht deutlich, dass hier nicht der Widerstand der dielektrischen Schicht gemessen wurde, sondern dass hier Schichtdefekte aufgetreten sind, welche von der elektrisch leitenden Schicht

| Substratmaterial | Oberfläche | Schichtdicke | Durchgangswiderstand |
|-----------------------|------------|--------------|----------------------|
| Stahl (1.3505) | poliert | 1120 nm | 3,6 Ω |
| | gedreht | 1945 nm | 83 M Ω |
| Titan (3.7164) | poliert | 1024 nm | \gg 120 M Ω |
| | gedreht | 1794 nm | \gg 120 M Ω |

Tabelle 4.7: Beispiel für die deutlichen Unterschiede der Durchgangswiderstände im direkten Vergleich der Substratmaterialien und der Oberflächenbearbeitung

aufgefüllt wurden. Somit ist an dieser Stelle ein Kurzschluss zum Substrat entstanden.

Auf Grund dieser sehr gegensätzlichen Ergebnisse – gute Isolation der polierten Oberflächen der Titanlegierung und schlechte Werte für die polierten Stahlproben – ist auch der nicht erkennbare Effekt in Abbildung 4.8 zu erklären. Der Einfluss der Oberflächenbearbeitung hebt sich in diesem Fall gegenseitig auf und kann nicht mit den Methoden der SVP detektiert werden.

Die Methoden der statistischen Versuchsplanung bieten eine sehr gute Möglichkeit mit deutlich verringertem Versuchsaufwand zu vergleichbaren Ergebnissen zu gelangen. Insbesondere bei einer hohen Zahl von potentiellen Einflüssen bietet sich das Screening-Verfahren an, um eine erste Sondierung der Haupteinflüsse durchzuführen. Dennoch zeigen die vorliegenden Ergebnisse auch deutliche Grenzen des Verfahrens. So ist eine genaue Analyse und Deutung der Ergebnisse unabdingbar, wobei Fehler nicht ausgeschlossen sind. Nichtlineare Abhängigkeiten werden möglicherweise durch eine unpassende Wahl der Faktoren schlecht bis gar nicht erkannt.

Die erfolgreiche Identifizierung der Haupteinflüsse ermöglicht nun auf dieser Basis eine Detaillierung der Untersuchungen. So können die in diesem Abschnitt ermittelten Faktoren genutzt werden, um die weiteren Versuche mit einer reduzierten Parameterzahl durchzuführen. Dadurch verringert sich der Versuchsaufwand beträchtlich, so dass die statistische Versuchsplanung nicht mehr angewandt werden muss.

4.5 Detaillierung der Screening-Versuche

Die Versuche in Abschnitt 4.4 haben gezeigt, dass die Haupteinflussfaktoren auf die elektrische Isolation das Substratmaterial, die Oberflächenbearbeitung und auch die Schichtdicke sind. Eine Detaillierung der relativ gering aufgelösten Screening-Versuche ist jedoch unabdingbar, um ein vollständiges Ergebnis zu erhalten.

Hierzu werden in diesem Abschnitt zunächst die dafür notwendigen Versuchsreihen beschrieben und die Ergebnisse daraus dokumentiert. Anschließend erfolgt eine eingehende Analyse der Oberflächen aller untersuchten Substratmaterialien.

4.5.1 Versuchsreihen zur Untersuchung des Einflusses von Schichtdicke, Substratmaterial und dessen Oberfläche

Die erweiterten Versuchsreihen und auch die Verifikation der Ergebnisse aus Abschnitt 4.4.4 erfolgt über die am häufigsten verwendete Untersuchungsmethode, der Veränderung nur eines Faktors pro Versuchslauf. Die untersuchten Einflussfaktoren werden dazu neu bestimmt und bestehen aus:

- Substratmaterial: Die Anzahl der Schichtmaterialien wird erweitert. Es werden nun alle in Abschnitt 4.2 vorgestellten Substrate beschichtet und somit ein Stahl (1.3505), eine Aluminiumlegierung (3.1645) sowie eine Titanlegierung (3.7164) verwendet.
- Oberflächenbearbeitung: Die untersuchten Oberflächen bestehen weiterhin aus gedrehten und polierten Oberflächen (vgl. Abschnitt 4.2.2).
- Schichtdicke: Die Schichtdicke wird bei den Versuchen durch die Veränderung der Beschichtungszeit variiert, um Dicken im Bereich von einigen 100 nm bis höchstens 4000 nm zu erhalten.
- Isolationsschicht: Die Versuche werden wie in den bisherigen Versuchen mit Siliziumoxid durchgeführt. Zusätzlich wird der Versuchsraum noch mit Aluminiumoxid als Isolationsschicht erweitert.

Von jeder der oben genannten Kombination aus Schichtmaterial, Substratmaterial und Oberflächenbearbeitung wurden wenigstens 6 Proben mit aufsteigender Schichtdicke beschichtet. Die Abscheidung erfolgte wie gehabt mittels HF-Sputtern in einem nicht reaktiven Prozess mit drei Probekörpern pro Versuchscharge. Die gewählten Sputterparameter für die Beschichtung von Silizium- und Aluminiumoxid sind in Tabelle 4.8 dargestellt.

Die Versuchsdurchführung entsprach dem folgenden Ablauf, der zu dem aus Abschnitt 4.4.2 vergleichbar ist:

1. Beschichtung der Probekörper mit der Isolationsschicht
2. Messen der Schichtdicke
3. Maskierblech vor der Probe positionieren
4. Sputtern der Kontaktierungspunkte

5. Messen der einzelnen Durchgangswiderstände

Zusätzlich zu den Durchgangswiderständen wurde auch die Standardabweichung S_R der Messwerte der einzelnen Messpunkte pro Probekörper abgeschätzt:

$$S_R = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (R_i - R_{avg})^2} \quad , \text{ mit } n = 5 \quad (4.7)$$

Nach Durchführung der Versuche wurden die berechneten Widerstandswerte über der Schichtdicke in einem Diagramm aufgetragen. Bei den Werten für den Durchgangswiderstand muss beachtet werden, dass 120 M Ω der größte Widerstandswert ist, den das Labor-Multimeter messen kann. Daher ist dies auch der maximale Durchgangswiderstand, der in den Versuchen und damit auch im Diagramm erreicht werden kann. Wie bereits in Abschnitt 4.1.1 erwähnt, ist dieser Wert für die Isolation eines Dünnschichtensors zum Substrat hinreichend groß.

Die Ergebnisse der Versuche mit Siliziumoxid sind in der Abbildung 4.9a für gedrehte und in 4.9b für polierte Oberflächen dargestellt. Die Abscheiderate für Siliziumoxid betrug etwa 35 nm/min.

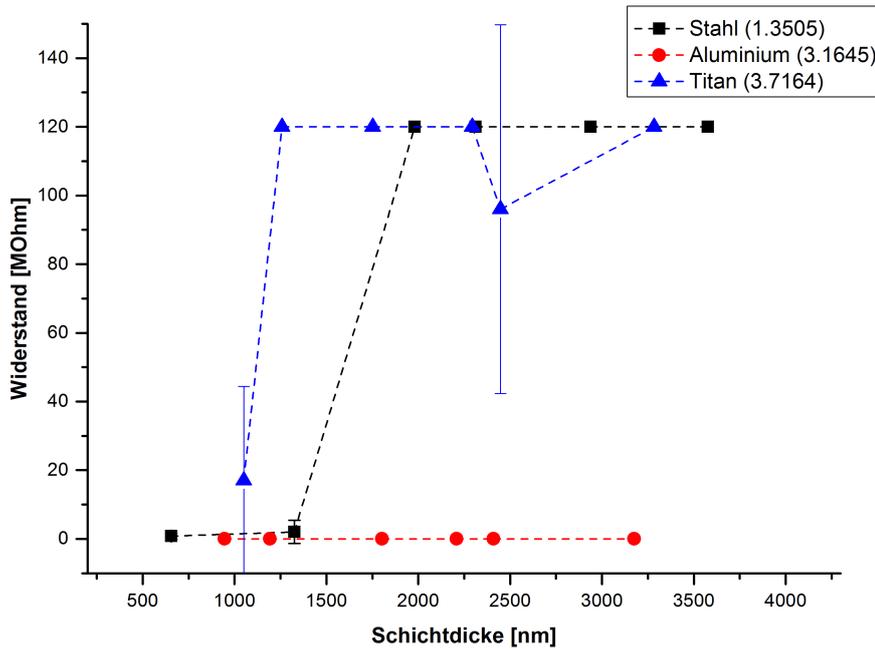
Die detektierten Einflüsse in den vorangehenden Screening-Versuchen werden grundsätzlich bestätigt. Die Abhängigkeit der Isolation von der Schichtdicke ist zudem sehr deutlich erkennbar.

Wie in den vorherigen Versuchen sind die Widerstandswerte der Titanlegierung 3.7164 im Vergleich am größten und zeigen bei polierter Oberfläche bereits bei einer Schichtdicke unterhalb von 1 μm eine gute Isolationswirkung. Auch die gedrehten Titanoberflächen zeigen sehr gute Isolationswerte ab einer Schichtdicke von etwa 1,2 μm .

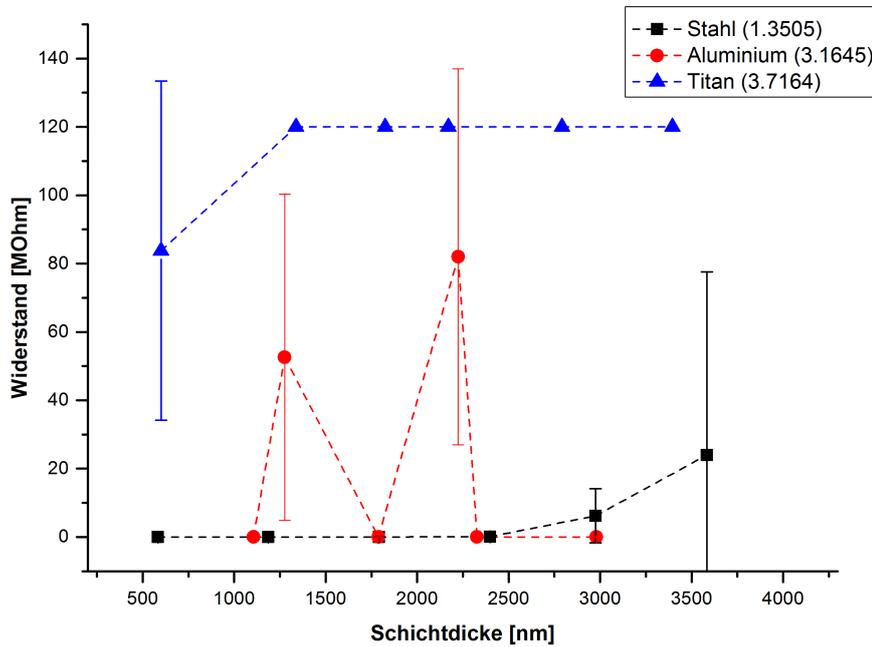
Die vergleichsweise guten Ergebnisse der gedrehten Stahloberflächen zeigen sich auch in dieser Versuchsreihe, genauso wie die mangelhafte Isolation der polierten Oberflächen. Bei

| | SiO_x | Al_xO_y |
|-------------------------|------------------------|------------------------------------|
| Leistung | 300 W | 400 W |
| Druck | 0,8 Pa | 0,8 Pa |
| Sauerstoffzufuhr | 0 sccm | 0 sccm |
| Bias-Spannung | 0 V | 0 V |
| Target-Abstand | 40 mm | 40 mm |
| Unterbrechung | nein | nein |

Tabelle 4.8: Gewählte Sputterparameter für die Versuchsreihen



(a) SiO_x – Gedrehte Oberflächen



(b) SiO_x – Polierte Oberflächen

Abbildung 4.9: Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von HF-gesputterten Siliziumoxid-Schichten und Standardabweichungen der Proben

den gedrehten Stahloberflächen kann ab etwa $2\ \mu\text{m}$ Schichtdicke von einer guten Isolation ausgegangen werden. Bei den polierten Probekörpern ist selbst bei einer Dicke über $3,5\ \mu\text{m}$ keine gesicherte Isolation des Substrats gewährleistet.

Deutlich geringere und daher mangelhafte Widerstandswerte sind bei den neu hinzu gekommenen Probekörpern aus der Aluminiumlegierung 3.1645 zu beobachten. Zwar zeigen die polierten Oberflächen etwas bessere Werte als die gedrehten Proben, eine vollständige und sichere Isolation kann jedoch auch bei dicken Schichten nicht festgestellt werden. Noch dickere Schichten wurden nicht untersucht und sind, aufgrund des negativen Einflusses auf die Dünnschichtsensorik, nicht von Relevanz für die Arbeit.

Zusätzlich wurden die Versuche auch mit Aluminiumoxid-Schichten durchgeführt, wobei eine Abscheiderate von etwa $30\ \text{nm}/\text{min}$ ermittelt wurde. Die Ergebnisse sind den Abbildungen 4.10a und 4.10b zu entnehmen.

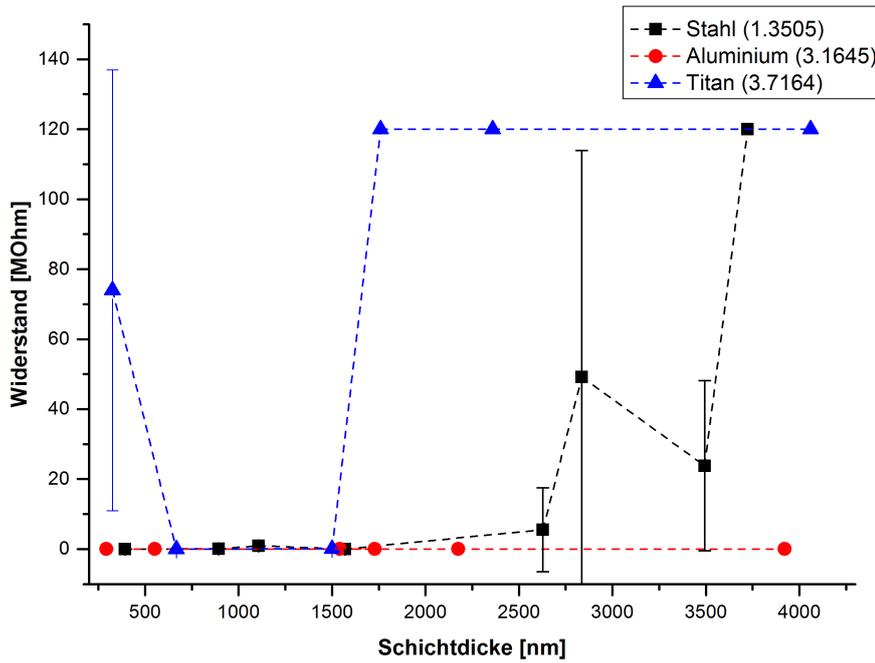
Die Veränderungen im Vergleich zu den mit Siliziumoxid beschichteten Proben sind nur marginal. Insgesamt ist eher eine dickere Schicht notwendig, um ein vergleichbares Ergebnis zu erhalten.

So kann bei der Titanlegierung erst ab einer Schichtdicke von etwa $1,5\ \mu\text{m}$ bis $2\ \mu\text{m}$ von einer sicheren Isolation gesprochen werden. Die Stahllegierung kann wieder nur mit gedrehter Oberfläche vollständig isoliert werden, wobei hier eine Schichtdicke von mehr als $3,5\ \mu\text{m}$ benötigt wurde. Die Proben aus Aluminium zeigten bei jeglicher Schichtdicke mangelhafte Widerstandswerte.

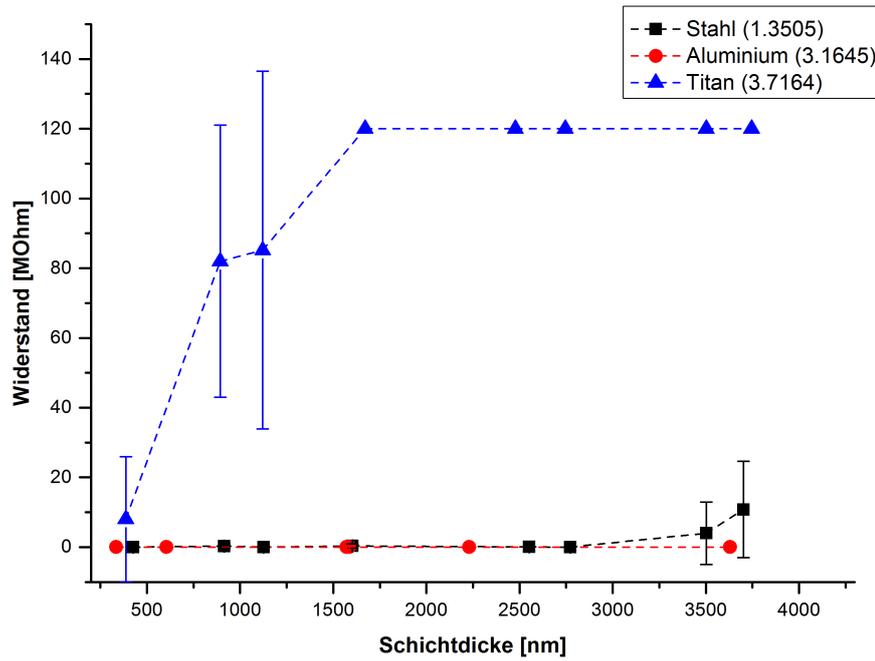
Die Tabelle 4.9 fasst die Schichtdicken zusammen, ab denen mittels nicht-reaktivem HF-Sputtern eine für die Dünnschichtsensorik hinreichende elektrische Isolation möglich ist. Die Probekörper sollen dafür den Maximalwert von $R_{avg} \geq 120\ \text{M}\Omega$ erreichen. Es ist zudem angegeben, bei welchen Kombinationen eine nur mangelhafte Isolation gemessen wurde.

| Substratmaterial | Oberfläche | Schichtdicke | |
|--------------------|------------|-------------------------|-------------------------|
| | | SiO_x | Al_xO_y |
| Stahl (1.3505) | gedreht | $\geq 2,0\ \mu\text{m}$ | $\geq 3,5\ \mu\text{m}$ |
| | poliert | $\gg 3,5\ \mu\text{m}$ | nicht isol. |
| Aluminium (3.1645) | gedreht | nicht isol. | nicht isol. |
| | poliert | nicht isol. | nicht isol. |
| Titan (3.7164) | gedreht | $\geq 1,2\ \mu\text{m}$ | $\geq 1,5\ \mu\text{m}$ |
| | poliert | $\geq 1,0\ \mu\text{m}$ | $\geq 1,5\ \mu\text{m}$ |

Tabelle 4.9: Notwendige Schichtdicken für die vollständige elektrische Isolation der Probekörper ($R_{avg} \geq 120\ \text{M}\Omega$)



(a) Al_xO_y – Gedrehte Oberflächen



(b) Al_xO_y – Polierte Oberflächen

Abbildung 4.10: Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von HF-gesputterten Aluminiumoxid-Schichten und Standardabweichungen der Proben

Die bisher vorgestellten Versuchsergebnisse müssen daher wie folgt rekapituliert werden:

1. Die Durchgangswiderstände zeigen eine deutliche Abhängigkeit von der Schichtdicke
2. Die Isolation eines metallischen Substrats durch eine elektrische Isolationsschicht ist zudem abhängig von der substratspezifischen Oberflächenbeschaffenheit
3. Es gibt Substratmaterialien, beziehungsweise Substratoberflächen, bei denen keine elektrische Isolation oder nur eine Isolation im Ansatz möglich war. Dazu gehören:
 - Die Aluminiumlegierung 3.1645 in gedrehter als auch polierter Ausführung
 - Der Stahl 1.3505, vor allem mit polierter Oberfläche

Die Ergebnisse legen die Vermutung nahe, dass die Mikrostruktur der Substratoberfläche, welche nicht durch einfache Messung der Rauheitskennwerte darstellbar ist, einen bedeutenden Einfluss auf die Isolationsschicht hat. Als Konsequenz aus diesem Ergebnis muss daher eine genauere Untersuchung der verschiedenen Substratoberflächen erfolgen. Der folgende Abschnitt wird daher zwei Analysemethoden beschreiben, welche an den Oberflächen der verwendeten Metalle durchgeführt wurden.

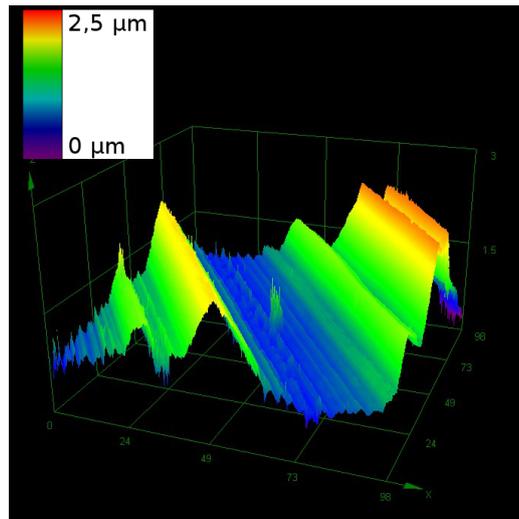
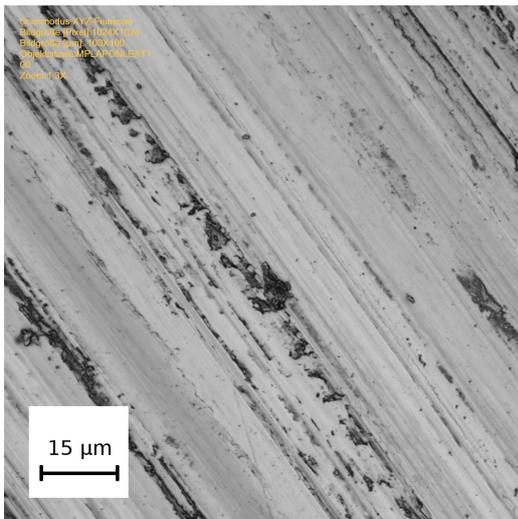
4.5.2 Oberflächenanalyse der Substratmaterialien

4.5.2.1 Lichtoptische Analyse mittels Laser-Konfokalmikroskopie

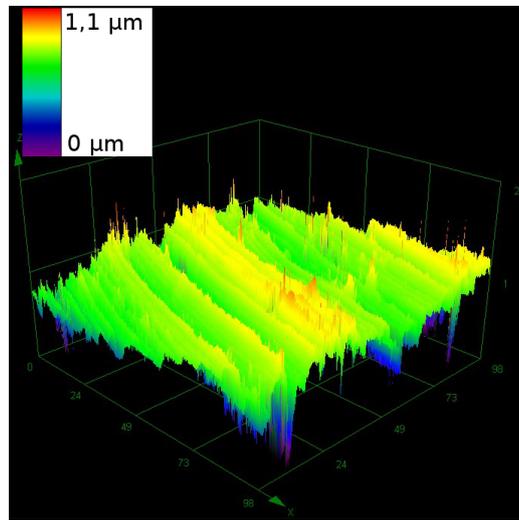
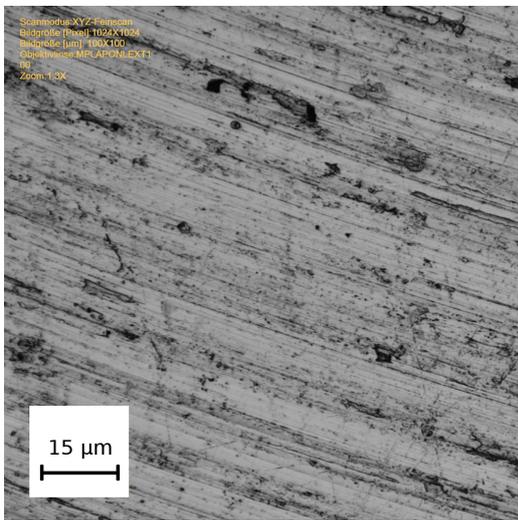
Für die lichtoptische Analyse wurde ein konfokales Lasermikroskop vom Typ „LEXT OLS 4000“ der Firma Olympus verwendet. Hierbei wird ein Laserstrahl auf der Oberfläche fokussiert und rastert diese in einem vorgegebenen Bereich Punkt für Punkt ab. Durch die Auswertung des von der Oberfläche reflektierten Lichts wird ein dreidimensionales Gesamtbild errechnet.

Von allen drei Substratmaterialien wurden Aufnahmen der gedrehten als auch der polierten Oberfläche gemacht. Anschließend wurden die Bilder verglichen und auf spezifische Besonderheiten der Oberflächen untersucht.

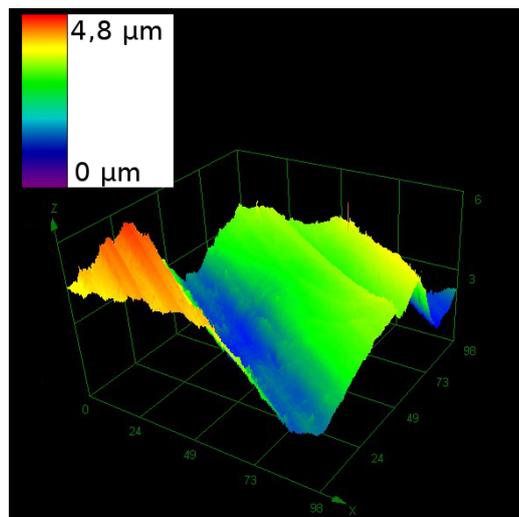
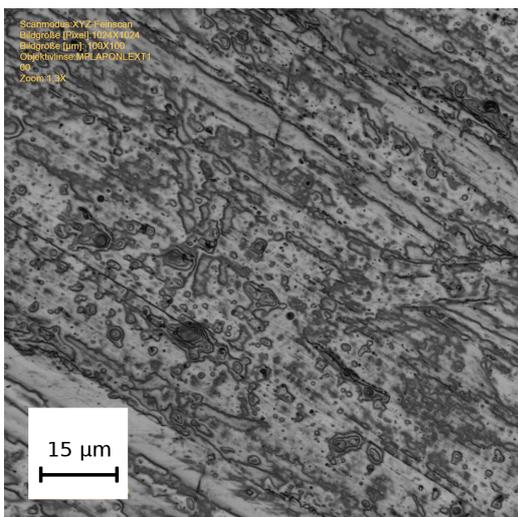
Zwei- als auch dreidimensionale Aufnahmen der gedrehten Oberflächen sind in den Abbildungen 4.11a bis c dargestellt. Zunächst fällt die Oberflächenstruktur der Aluminiumlegierung 3.1645 auf, da diese deutlich kleinere Abstände zwischen den einzelnen Drehriefen aufweist als bei den anderen beiden Proben. Hierdurch ergibt sich ein eher unruhiges Bild mit vielen, dicht aufeinander folgenden, spitzen Bergen und Tälern des Profils. Die gedrehten Oberflächen des Stahls und der Titanlegierung hingegen zeigen eine deutlich gleichmäßigere und weichere Ausformung des Oberflächenprofils nach der Drehbearbeitung.



(a) Gedrehte Oberfläche des Stahls 1.3505



(b) Gedrehte Oberfläche der Aluminiumlegierung 3.1645



(c) Gedrehte Oberfläche der Titanlegierung 3.7164

Abbildung 4.11: Aufnahmen der gedrehten Oberflächen mit dem Konfokalmikroskop: Zwei-dimensional (links) und Dreidimensional (rechts)

Vergleicht man die Beobachtungen der Oberflächen mit den Widerstandswerten im vorherigen Abschnitt 4.5.1, dann könnte die unruhige und scharfkantige Oberfläche der Aluminiumlegierung eine Erklärung für die mangelhafte Isolationsleistung im Vergleich zu den anderen Substratmaterialien sein.

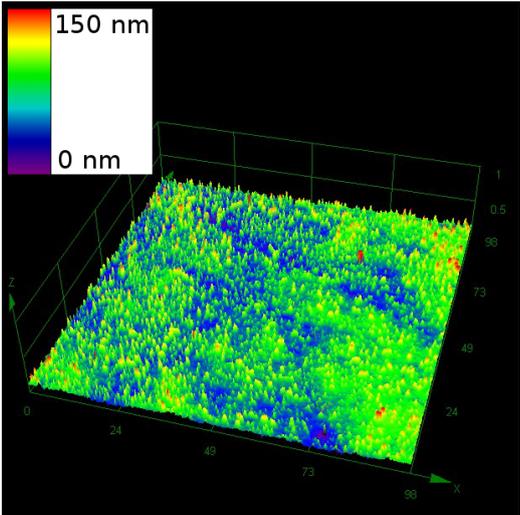
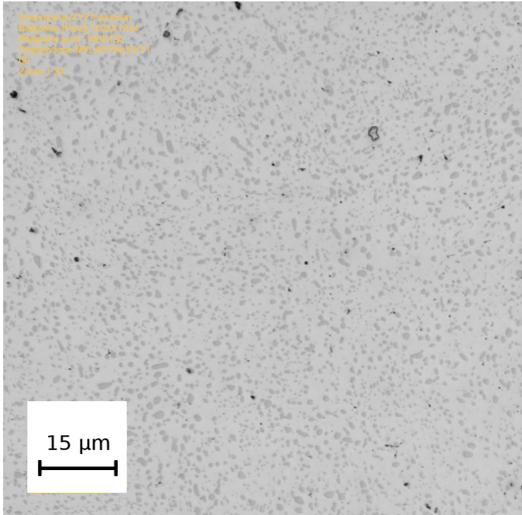
Die Unterschiede der gedrehten Oberflächen sind dabei nicht nur aufgrund des Substratmaterials selbst zu erklären, sondern insbesondere auch durch die verwendeten Bearbeitungsparameter. Jedes Material wurde mit den hierfür optimalen Schnittparametern bearbeitet, welche auf jahrelangen Erfahrungswerten beruhen. Eine Anpassung der Bearbeitung, ggf. zu einem mehrstufigen Prozess, um eine Optimierung der Oberfläche für die Beschichtung zu erreichen ist jedoch nicht erfolgt, da dies nicht Ziel dieser Arbeit ist. Vielmehr soll eine elektrische Isolation von Standardmaterialien erreicht werden, die insbesondere durch herkömmliche Bearbeitungsprozesse hergestellt wurden. Nur so kann auch eine industrielle Anwendung und Weiterverwendung auf den unterschiedlichen und teils vorgegebenen Oberflächentopographien gewährleistet werden.

Noch deutlicher wird diese mögliche Erklärung – Einfluss der unruhigen Oberflächenstrukturen auf die elektrische Isolation – bei Betrachtung der Aufnahmen der polierten Oberflächen aus den Abbildungen 4.12a bis c. Die polierte Oberfläche der Titanlegierung zeigt wiederum eine sehr homogene Oberfläche mit weichen Übergängen bei vorhandenen Höhenunterschieden.

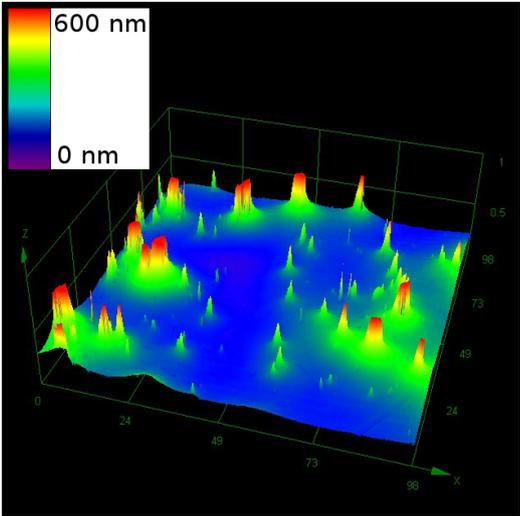
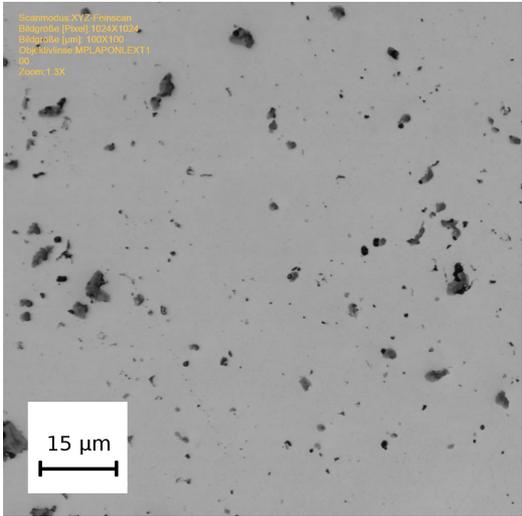
Bei der Stahloberfläche zeigt sich eine sehr feinkörnige und unruhige Struktur, bei der sehr kleine, lokale Bereiche mit einer Höhe von bis zu 150 nm aus der Oberfläche herausstehen. Die Aluminiumlegierung wiederum zeigt eine sehr glatte Grundoberfläche, welche aber ebenfalls durch einzelne Säulen mit einer Höhe von etwa 500 nm die aus der Oberfläche hinaus zu wachsen scheinen, unterbrochen wird.

Zieht man hierzu die Ergebnisse der Versuche aus Abschnitt 4.5.1 als Vergleich heran, kann auch bei den polierten Proben eine Abhängigkeit zwischen den beschriebenen Charakteristiken der Oberflächen und den Widerstandswerten erkannt werden. Die oben benannten, unruhigen Oberflächen des Stahls und der Aluminiumlegierung zeigen durchweg keine ausreichenden Durchgangswiderstände. Auch durch Schichten, welche um ein vielfaches dicker sind als die Höhe der Oberflächenspitzen, konnte dieser Effekt nicht kompensiert werden. Im Gegensatz dazu weist die vergleichsweise homogene Oberfläche der Titanlegierung bereits mit relativ dünnen Schichten exzellente Isolationswerte auf.

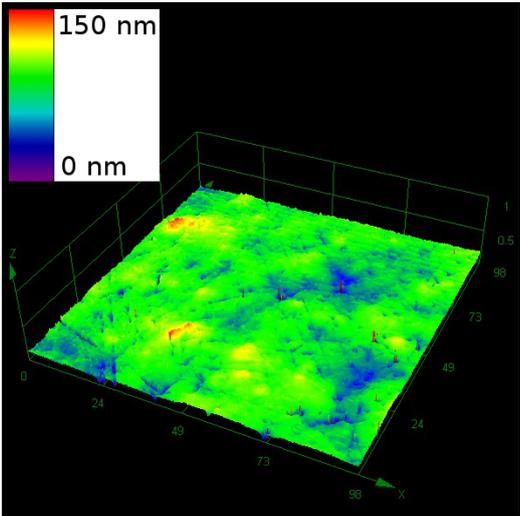
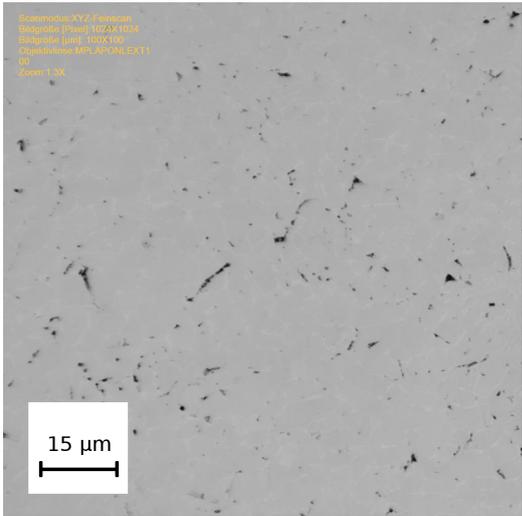
An dieser Stelle sei auch noch einmal auf die ermittelten Rauheitswerte der Proben hingewiesen, welche in der Tabelle 4.4 auf Seite 46 bereits genannt wurden. Trotz der durchweg guten Rauheitswerte der Proben und der Verwendung geeigneter Polierverfahren, ist ein negativer Einfluss durch die Bearbeitung dennoch nicht auszuschließen. Ebenso kann



(a) Polierte Oberfläche des Stahls 1.3505



(b) Polierte Oberfläche der Aluminiumlegierung 3.1645



(c) Polierte Oberfläche der Titanlegierung 3.7164

Abbildung 4.12: Aufnahmen der polierten Oberflächen mit dem Konfokalmikroskop: Zweidimensional (links) und Dreidimensional (rechts)

die Ursache jedoch auch in der vorhandenen Kombination der einzelnen Werkstoffe vermutet werden. Im folgenden Abschnitt werden daher die Oberflächenbestandteile der untersuchten Proben intensiver betrachtet.

4.5.2.2 Analyse der Oberflächenbestandteile mittels EDX

Die Unterschiede der Oberflächenstruktur sind insbesondere bei den polierten Probekörpern deutlich und durch den Einfluss auf die Güte der Isolation von hohem Interesse.

Für den Stahl (1.3505) konnte in [Ber06] eine mögliche Ursache der Unregelmäßigkeiten gefunden werden. Dort wird ein Karbid Durchmesser von $0,8\ \mu\text{m}$ bis $1\ \mu\text{m}$ genannt – die gefundenen Spitzen weisen eine vergleichbare Größe auf. Die Karbide sind möglicherweise in der Oberfläche sichtbar geworden, da sie eine höhere Härte besitzen und somit heraus poliert wurden.

Für die Aluminiumlegierung (3.1645) konnte zunächst keine Begründung gefunden werden. Möglicherweise wurden auch hier durch das Polieren bestimmte Anteile der Legierung hervorgehoben.

Die Oberfläche der Titanlegierung (3.7164) zeigt die typischen Strukturen einer α - β -Titanlegierung mit deutlich sichtbaren Korngrenzen zwischen den Gefügebestandteilen. Vergleichbare Aufnahmen sind beispielsweise in [Lüt07] zu finden.

Um eine weitergehende Beschreibung der im vorherigen Abschnitt gezeigten Eigenschaften der Oberflächen, sowie eine Bestätigung der genannten Hypothesen zu erhalten, wurden die Proben im REM betrachtet und mittels EDX analysiert.

Die Abbildung 4.13 zeigt das Ergebnis eines sogenannten Line-Scans mittels EDX eines Probekörpers aus der Titanlegierung (3.7164). Hierbei werden die Elemente dargestellt, welche bei der gezeigten Linie im unteren Bildabschnitt vorkommen. Die x-Achse beschreibt dabei den Anteil des jeweiligen Elements. In diesem Fall zeigt sich eine recht gleichmäßige Verteilung der Elemente Titan, Vanadium und Aluminium, also den Hauptbestandteilen der Legierung. Wie in der lichtoptischen Analyse sind auch hier keine Auffälligkeiten bei diesem Material festzustellen.

Bei der Untersuchung der Stahloberfläche wurde versucht, die Veränderungen an den kleinen Erhebungen zu scannen, um eine Aussage über deren Zusammensetzung zu erhalten. Daraus ergibt sich der in Abbildung 4.14 dargestellte Verlauf der Elemente. Selbstverständlich ist das Element Eisen dominierend über die gesamte Linie. Darüber hinaus wurden noch die typischen Legierungsanteile Chrom und Kohlenstoff gefunden. Wie das Ergebnis

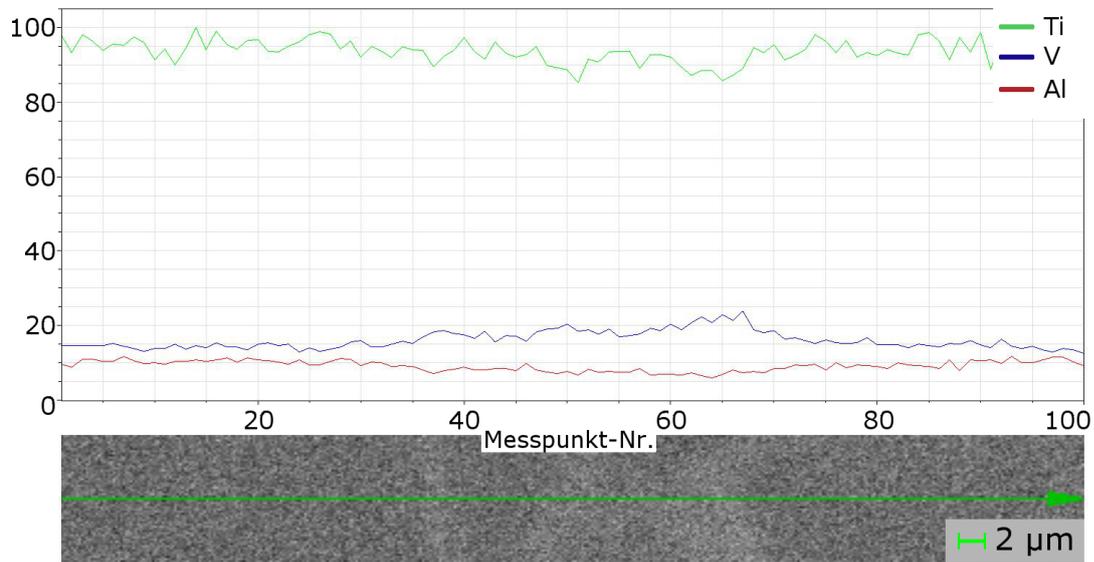


Abbildung 4.13: Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche der Titanlegierung 3.7164

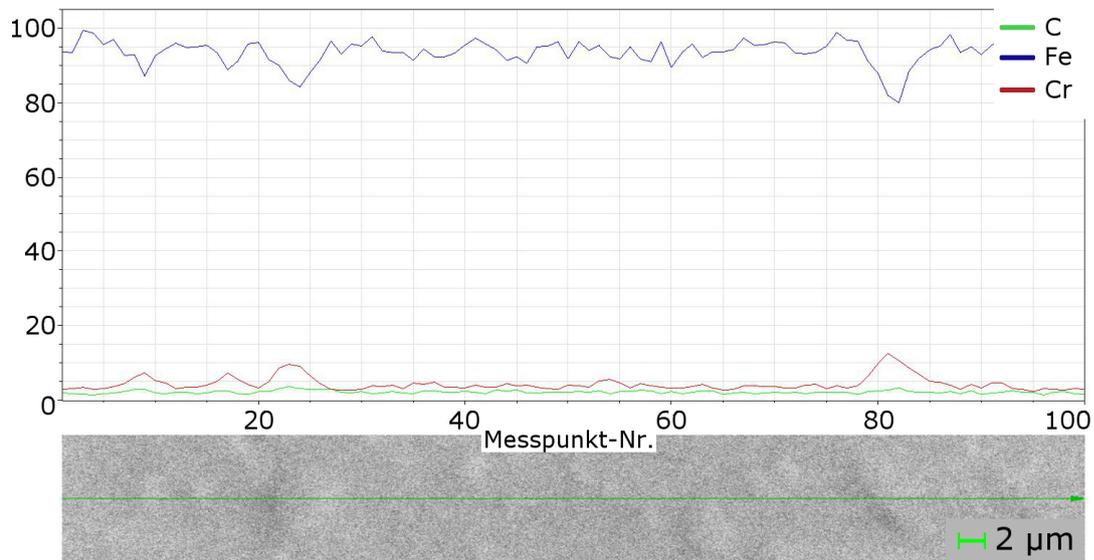


Abbildung 4.14: Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche des Stahls 1.3505

zeigt, konnten bei den Erhöhungen erhöhte Werte für Chrom detektiert werden. Die am Anfang des Abschnitts getroffene Vermutung, dass Chromkarbide der Auslöser für die relativ unregelmäßige Oberfläche sein könnten, wurde somit bestätigt.

Außerdem zeigt die Stahloberfläche auch einzelne, kugelförmige Ausrisse. In Abbildung 4.15a ist die Aufnahme eines solchen Defektes im REM zu sehen. Die flächige Analyse der Kohlenstoff-Verteilung mit dem EDX aus Abbildung 4.15b, zeigt eine Erhöhung der Kohlenstoff-Konzentration an dieser und an vergleichbaren Stellen. Diese Erhöhung des Kohlenstoffanteils könnte eine lokale Versprödung bedingen, wodurch diese Bereiche der Proben im Schleif- und Polierprozess leichter heraus gerissen werden können.

Im Falle der Aluminiumlegierung 3.1645 zeigten sich im vorherigen Abschnitt einzelne, heraus stehende Inseln auf der Oberfläche. Auch hier wurde ein Line-Scan durchgeführt, dessen Ergebnis in Abbildung 4.16 dargestellt ist. Die Verringerung des Aluminiumanteils an den Erhebungen ist sehr deutlich zu erkennen. Neben erhöhten Anteilen von Kupfer, konnte auch Magnesium, Mangan und Silizium an diesen Stellen detektiert werden.

Es kann daher davon ausgegangen werden, dass diese Cluster durch die im Herstellungsprozess durchgeführte Ausscheidungshärtung entstanden sind. Im Polierprozess werden diese härteren Bestandteile freigelegt und stehen aus der Grundfläche hervor. Sie könnten aber auch bei der Drehbearbeitung herausgerissen oder mitgezogen werden, was ebenfalls zu deutlichen Unregelmäßigkeiten in der Oberfläche führen würde.

Die Ergebnisse aus den Betrachtungen der Oberfläche mit dem Konfokalmikroskop haben sehr deutliche Unterschiede in den Oberflächen der Probekörper gezeigt. Mit Hilfe der EDX-Analyse konnten nun auch die Ursachen für diese Unterschiede visualisiert und belegt werden.

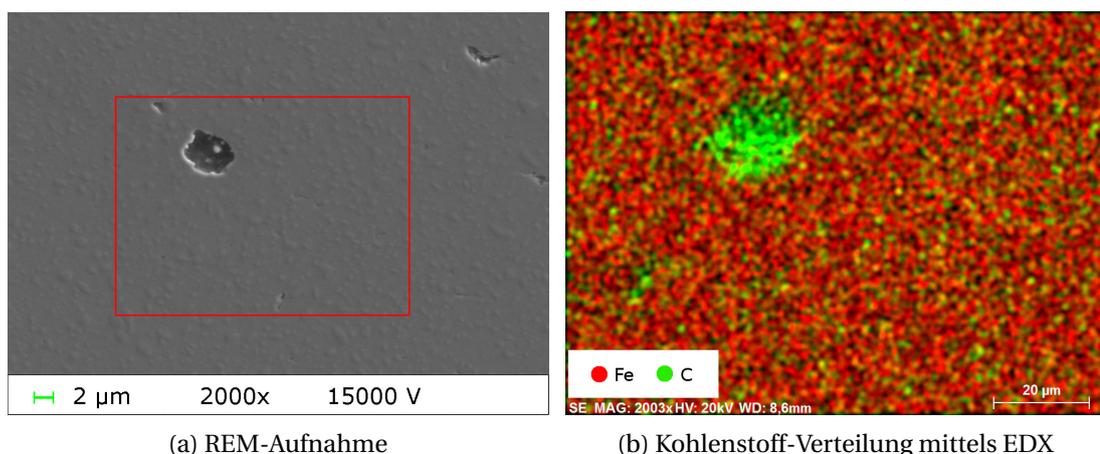


Abbildung 4.15: Analyse eines Oberflächendefekts an einer polierten Probe des Stahls 1.3505

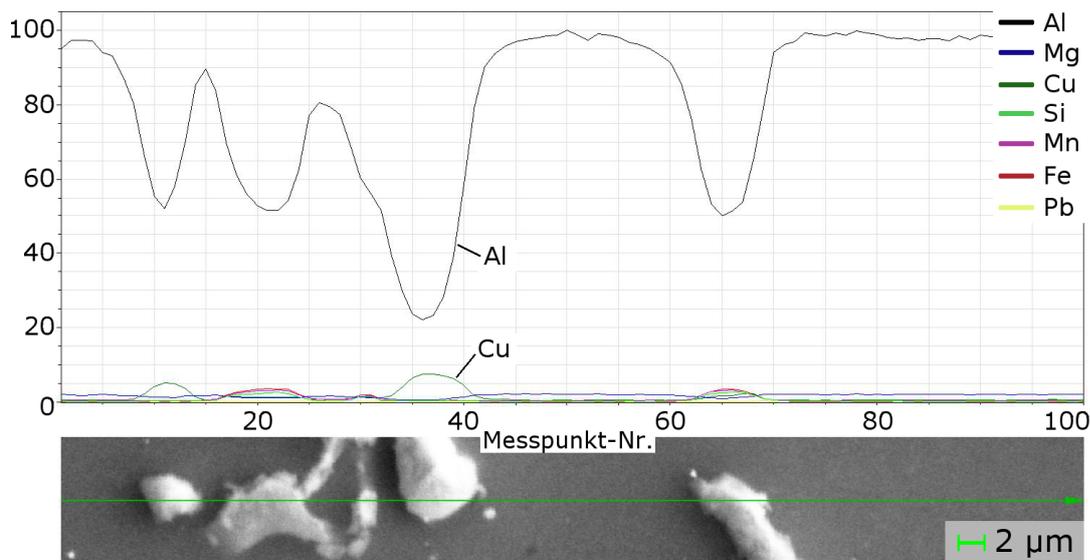


Abbildung 4.16: Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche der Aluminiumlegierung 3.1645

4.6 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Zu Beginn dieses Kapitels wurden zunächst die Methoden zur Charakterisierung der Isolationsschichten beschrieben. Hierbei ist als Auswertungsverfahren die Kontaktierung über gesputterte Messpunkte sowie die Messung des Isolationswiderstands der Schicht zur Anwendung gekommen. Zusätzlich wurden die Verfahren zur Schichtdickenmessung und weitere Analysemethoden wie REM und EDX kurz erläutert. Im Anschluss wurden die untersuchten Substratmaterialien und die Präparation der Probekörper für die Versuche vorgestellt. Durch die Wahl von drei sehr unterschiedlichen Werkstoffen mit großem Anwendungsgebiet ist ein möglichst breites Untersuchungsfeld verfolgt worden.

Für die Versuche musste die große Menge an potentiellen Einflussfaktoren auf die Isolationsschicht reduziert werden, sodass zehn Faktoren mit der größten Wahrscheinlichkeit auf eine Einflussnahme ausgewählt wurden. Aus diesen zehn Faktoren konnten die Hauptinflüsse dann mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung ermittelt werden. Es sind das Substratmaterial, die Oberflächenbearbeitung und die Schichtdicke.

In einer deutlich erweiterten Versuchsreihe wurden daher diese Faktoren mit allen drei Werkstoffen sowie Siliziumoxid als auch Aluminiumoxid als Isolationsschichtmaterial untersucht. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse – eine zufriedenstellende Isolation konnte nicht für alle Kombinationen erreicht werden – führten schließlich zu einer Mikrostrukturanalyse der Oberflächen der Substrate.

Schichtdicke

Die durchgeführten Versuche haben durchweg eine Abhängigkeit der Güte der elektrischen Isolation zur Schichtdicke gezeigt. Die Ergebnisse unterstreichen somit den auch in verschiedenen Literaturquellen benannten Einfluss auf die elektrische Isoaltonsschicht (vgl. [Li12; Hat82; Her02; Li11; Her03; Gar93b]).

So wurden Mindestschichtdicken von 1,0 μm bis 3,5 μm für eine elektrische Isolation der Probekörper identifiziert. Allerdings muss vermerkt werden, dass nicht mit jeder Kombination aus metallischem Substrat und Oberflächenbearbeitung eine sichere elektrische Isolation bei einer Schichtdicke unter 4 μm erreicht werden konnte. Dieser Zusammenhang ist in Tabelle 4.9 aus Abschnitt 4.5.1 deutlich erkennbar. Demnach konnte auch mit vergleichsweise dicken Schichten keine elektrische Isolation auf den Probekörpern der Aluminiumlegierung 3.1645 erreicht werden.

Substratmaterial und Oberflächenbearbeitung

Wie die Tabelle 4.9 ebenfalls zeigt, ist eine starke Abhängigkeit der Isolationsfähigkeit der dünnen Schicht vom gewählten Material und dessen Oberflächenbearbeitung gegeben. Daraufhin wurden Untersuchungen an der Mikrostruktur der Proben vorgenommen um den Grund für die Schwächen in den Isolationswerten zu ermitteln. Mit Hilfe der Analysen im Laser-Konfokalmikroskop und auch durch das EDX konnten diverse Besonderheiten bezüglich der Substratoberflächen festgestellt werden.

Die problematischen Werkstoffe 1.3505 (100Cr6 Stahl) und 3.1645 (Aluminiumlegierung AlCuMgPb) weisen im Vergleich zu der sehr homogenen Oberfläche des 3.7164 (Titanlegierung Ti6Al4V) deutliche Unregelmäßigkeiten auf. Hierbei sind vor allem die polierten Probekörper zu nennen, bei denen in beiden Fällen einzelne Spitzen aus der Grundoberfläche hervor stehen. Im Falle des Stahls wird hier von Chromkarbiden und bei der Aluminiumlegierung von Rückständen aus der Ausscheidungshärtung ausgegangen, welche durch den Poliervorgang herauspoliert wurden. Zudem konnten Ausrisse sichtbar gemacht werden, die vermutlich auch beim Drehen in großer Menge auftreten.

Da die gedrehten Proben – vor allem beim Stahl – tendenziell besser als die polierten Proben waren, ist davon auszugehen, dass nicht die Ausbrüche sondern, wie auch bei der Aluminiumlegierung, vor allem die zurück gebliebenen Spitzen für die Defekte in den Isolationsschichten verantwortlich sind.

Diskussion

Mit den bisher verwendeten Verfahren und Schichtdicken konnte nicht in allen Fällen eine gute elektrische Isolationsschicht erzielt werden. Wie gezeigt, haben die oben beschriebenen Oberflächeneigenschaften einen sehr bedeutenden Einfluss auf die Isolation.

Eine Möglichkeit die Isolation zu verbessern, wäre die Entwicklung eines angepassten, möglicherweise mehrstufigen Dreh-, oder Polierprozesses oder die Verwendung alternativer Bearbeitungsmethoden wie Schleifen, Läppen oder Strahlen. Die Entwicklung einer solchen Fertigungsstrategie ist jedoch nicht Ziel dieser Arbeit. Die Isolationsschichten sollen auf herkömmlichen Metallen funktionieren, welche zudem durch Standardverfahren bearbeitet wurden.

Der zweite Lösungsansatz besteht in der Applikation noch dickerer Schichten auf den problematischen Materialien. Die Überdeckung der gefundenen Spitzen in der Oberfläche könnte so gegebenenfalls ab einer gewissen Schichtdicke ermöglicht werden. Das Ziel dieser Arbeit ist jedoch, möglichst dünne Schichten abzuschleiden um so den Einfluss auf die Sensorik und den Abstand zur Bauteiloberfläche zu minimieren.

Da wie gezeigt, die Isolation von Substraten mit Unregelmäßigkeiten der Substratoberflächen im Bereich von 150 nm bis 500 nm durch Schichten mit einer Dicke von bis zu 4 μm nicht möglich ist, so ist anzunehmen, dass ein Einfluss auf die Schichtmorphologie besteht. Dieser Einfluss scheint an diesen Spitzen ein dichtes, homogenes Schichtwachstum oder die Haftung zu behindern, womit die Ursache im Schichtwachstumsprozess an der Oberfläche begründet wäre. Es gilt daher die Schicht beziehungsweise den Abscheidungsprozess zu optimieren. Eine höhere Energie kann die genannten Punkte Dichte, Homogenität und Haftung der Schicht positiv beeinflussen, weshalb dieser Ansatz im folgenden Kapitel verfolgt wird.

5 Optimierung des Abscheidungsprozesses durch Anwendung hochionisierter Plasmen

Die Beobachtungen des Schichtwachstums fußen auf den grundsätzlichen Untersuchungen von Thornton und Messier [Tho74; Mes84]. Der Schichtbildungsprozess wird darüber hinaus auch in den Quellen [Han09; Gro09; Ven94] ausreichend beschrieben. Es wird daher nur auf die Eigenschaften eingegangen, die für diesen Fall von Relevanz sind.

In [Kie93] heißt es: „Der Weg, den ein kondensierendes Teilchen auf der Substratoberfläche zurücklegt, bis ein vollständiger Energieaustausch mit den Substrat- bzw. Schichtbausteinen stattgefunden hat, ist von ausschlaggebender Bedeutung für den Schichtbildungsprozess“. Demnach sind die adsorbierten Atome bei geringerer kinetischer Energie eher an einen Ort gebunden und streuen erst bei höherer Energie auf der Oberfläche, das heißt zeigen eine erhöhte Mobilität. Möchte man kompakte und dichte Schichten erhalten, wie im hier vorliegenden Fall, sollten die Teilchen vor dem Kondensieren auf der Substratoberfläche also eine möglichst hohe Beschleunigung erfahren und einen kurzen Weg zurückgelegt haben.

Wie in [Han09] erläutert, ist die Struktur einer Schicht sowie deren Keimbildung und Wachstum eng mit der eingebrachten Energie verbunden. Eine höhere Sputterleistung und ein damit verbundenes, verstärktes Ionen-Bombardement der aufwachsenden Schichten kann zu einer Verdichtung derselben führen [Fri10b]. Dennoch ist auch die Obergrenze zu berücksichtigen, bei der wiederum ein Sputtern der Substratoberfläche eintritt.

Neben der reinen Leistungserhöhung, welche durch die Sputteranlage begrenzt ist, wird beim sogenannten High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) eine deutlich höhere Ionisierung erreicht, ohne die durchschnittliche Leistung am Target zu erhöhen. Eine Einführung in diese Technologie sowie die Untersuchung der Hypothese, ob durch eine höhere Ionisierung im Beschichtungsverfahren auch dichtere und demnach defektfreie, elektrische Isolationsschichten auf den bereits identifizierten, problematischen Oberflächenstrukturen abgeschieden werden können, wird dieses Kapitel geben.

5.1 Einführung in die HiPIMS-Technologie

Das High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) ist eine Abwandlung des herkömmlichen Gleichspannungs-Magnetronspütern (DC-MS). Anstatt einer gleichmäßig anliegenden Spannung werden beim HiPIMS-Verfahren sehr kurze Pulse verwendet womit eine hohe Leistungsdichte und somit eine hohe Ionisierung der Metalle im Plasma erreicht wird.

Die Technologie geht auf die Veröffentlichung von Kouznetsov et al. im Jahre 1999 zurück [Kou99]. Darin wird eine neuartige Technologie beschrieben, welche die bereits genannte hohe Leistungsdichte am Target verwendet und somit eine höhere Ausnutzung des Targetmaterials aber insbesondere auch verbesserte Schichteigenschaften im Vergleich zum DC-MS erreicht.

Durch die geringe Leistungsdichte im herkömmlichen Magnetron-Sputterprozess wird nur ein sehr kleiner Teil des zerstäubten Materials ionisiert. Erhöht man die Leistungsdichte im DC-Prozess würde neben der Plasmadichte auch der Anteil der Ionisierung steigen. Allerdings kann das Target nur eine maximale Leistung tragen, bevor es, abhängig von Leistung und Dauer, zu schmelzen beginnt. Im HiPIMS Prozess wird diese hohe Leistung jedoch nur in sehr kurzen (im μs - bis ms -Bereich), sich wiederholenden Pulsen an das Target abgegeben, wodurch die mittlere Leistung gegenüber dem DC-Prozess nicht höher ist und die Temperaturen am Target nicht signifikant steigen [Ehi02; Lun10].

Der Zusammenhang zwischen Leistungsdichte, Einschaltdauer und einer möglichen Beschädigung des Targets ist in Abbildung 5.1 noch einmal dargestellt. Hierbei wird neben dem reinen DC-MS auch das gepulste DC-MS sowie der Übergangsbereich zum HiPIMS, das Modulated Pulse Power Magnetron Sputtern (MPP-MS) eingeordnet. Das gepulste DC-MS und das MPP-MS werden in dieser Arbeit nicht weiter verfolgt, nähere Erläuterungen können beispielsweise [Lin09] und [Gud12] entnommen werden.

Grundsätzlich kann eine herkömmliche DC-Magnetron-Sputteranlage einfach auf eine HiPIMS-Anlage umgebaut werden. Hierzu wird entweder nur eine Puls-Einheit zwischen dem vorhandenen Generator und dem Target angeschlossen oder es wird ein Generator mit einer kombinierten DC-Leistungsversorgung und Puls-Steuerung verwendet. Der weitere Anlagenaufbau kann in der Regel bestehen bleiben.

Die typischen Spannungs- und Stromkurven einer HiPIMS-Entladung sowie die Begriffe Pulsdauer und Pulsabstand sind in der Abbildung 5.2 dargestellt. Die Spannung liegt im Vergleich zum DC-MS nur sehr kurz an, so dass in der t_{on} -Zeit der Strom kurzzeitig ansteigt und wieder abfällt. Diese Pulsdauer kann mit dem in dieser Arbeit verwendeten Generator eine Länge t_{on} von $10 \mu\text{s}$ bis $500 \mu\text{s}$ haben. Der zeitliche Abstand der Pulse und damit die Frequenz f_{pulse} ist in einem Bereich von 50 Hz bis 1000 Hz einstellbar.

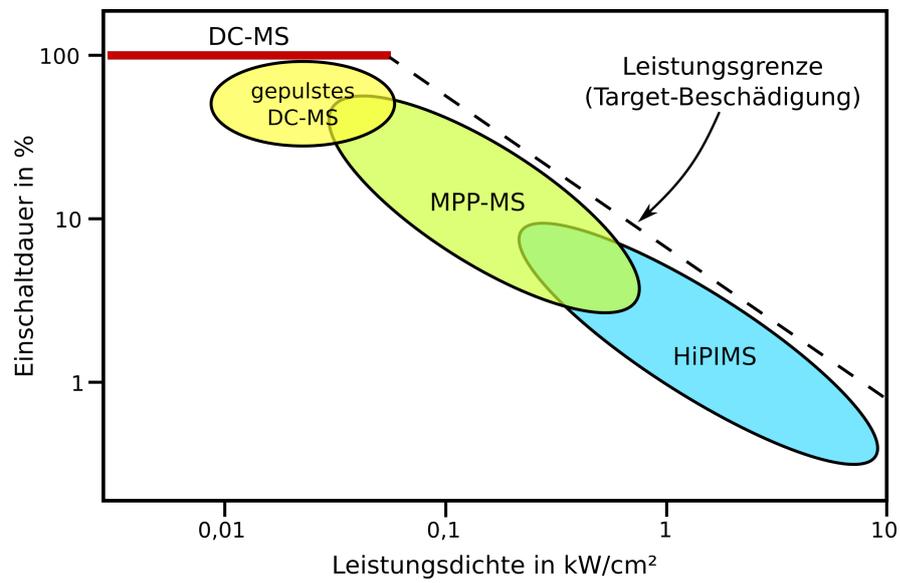


Abbildung 5.1: Zusammenhang zwischen der Leistungsdichte, der Einschaltdauer und einer möglichen Targetbeschädigung im DC- und HiPIMS-Sputterprozess (angelehnt an [Gud12])

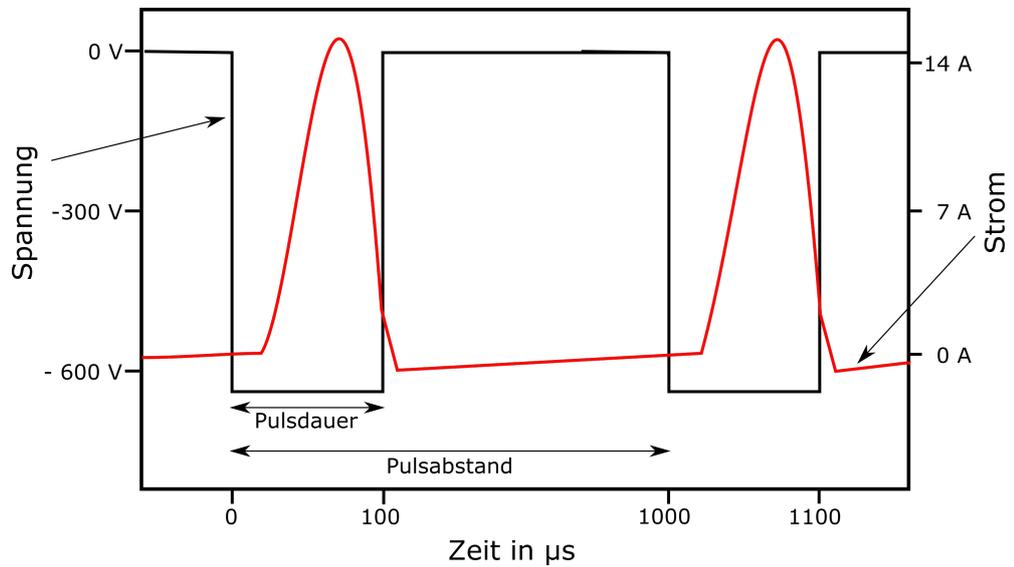


Abbildung 5.2: Typische Entladung und die verwendeten Bezeichnungen für den HiPIMS-Sputterprozess

Die Vorteile im Schichtwachstum, eine deutliche Erhöhung der Schichthaftung und der Dichte der Schichten, bei dieser Technologie werden, wie bereits erwähnt, durch eine hohe Ionisierung im Plasma erreicht. Verschiedene, deutlich glattere und dichtere metallische Schichten werden auch in [Ala05], [Lun10] und [Str11] präsentiert. Der hohe Ionisierungsgrad ermöglicht zudem ein verbessertes Aspektverhältnis, etwa bei der Beschichtung von Löchern und Gräben, wie die Ergebnisse beispielsweise in [Kou99] und [Ala05] zeigen.

Der größte Nachteil der HiPIMS-Technologie ist neben den höheren Kosten für gepulste Generatoren vor allem die geringere Abscheidungsrate von metallischen Schichten im Vergleich zum DC-MS.

5.1.1 Abscheidung dielektrischer Schichten

Die Abscheidung dielektrischer Schichten erfolgt analog zum DC-Magnetronspütern in einem reaktiven Abscheidungsprozess. Für die Versuche mit HiPIMS wurde Aluminiumoxid als elektrische Isolationsschicht untersucht. Aluminiumoxid zeigte im vorherigen Kapitel durchweg schlechtere Isolationswerte auf den Probekörpern als Siliziumoxid (vgl. Tabelle 4.9). Um einen deutlichen Unterschied in den Abscheidetechnologien zu identifizieren, bietet sich die Verwendung von Aluminiumoxid daher an.

Die im DC-Prozess auftretende Hysterese bei der Einleitung des Reaktivgases in die Sputterkammer (vgl. Abschnitt 3.1.2.1) ist im HiPIMS-Prozess deutlich verringert [Wal08; Lun10; Gud12]. Wallin und Helmersson berichten sogar von einem hysteresefreien Prozess der Aluminiumoxidabscheidung, Hala et al. zeigen dieses Phänomen für Nioboxid [Wal08; Hal12]. Ein Absinken der Beschichtungsrate ab einer bestimmten Reaktivgaskonzentration wird in den Quellen jedoch weiterhin beobachtet.

Allerdings können signifikant höhere Abscheideraten im Vergleich zum DC-MS und ohne die Verwendung einer schnellen Prozessgasregelung erreicht werden [Hal12]. Die Gründe für die genannten Eigenschaften sind an Hand der zur Verfügung stehenden Literatur noch nicht vollständig erklärbar [Lun10; Gud12]. Als Möglichkeit wird eine höhere Erosionsrate während der Pulsdauer und die damit verbundene Reinigung des Targets genannt.

Bei der Abscheidung von Aluminiumoxid mittels HiPIMS konnte in dieser Arbeit eine ähnliche Prozesscharakteristik beobachtet werden. Die Hysterese ist zwar noch vorhanden, wenn doch deutlich verringert. Es zeigte sich allerdings ab einem bestimmten Sauerstofffluss ein sehr abrupter Wechsel in einen instabilen, vergifteten Modus. Sind die passenden Prozessparameter jedoch gefunden, konnte eine im Vergleich zum nicht-reaktiven HF-

sowie reaktiven DC-Prozess hohe Abscheiderate erreicht werden, wie die Ergebnisse im folgenden Abschnitt zeigen werden.

5.2 Untersuchungen zur Abscheidung von Aluminiumoxid-Schichten mittels HiPIMS

Die Versuche sollen die Eignung von Aluminiumoxidschichten für die elektrische Isolation metallischer Substrate untersuchen, welche mittels HiPIMS abgeschieden werden. Hierzu wird ein Vergleich zu den bisherigen Ergebnissen der Schichten mittels HF-Sputtern gezogen.

5.2.1 Versuchsaufbau und -durchführung

Der für die Versuche verwendete Generator sowie dessen Leistungsdaten und Einstellparameter wurden bereits in Abschnitt 3.1.3 und 5.1 beschrieben. Um den Beschichtungsprozess ohne weitere Modifikationen der Anlage stabil durchführen zu können, wurde die Pulsdauer auf einen Wert von 100 μ s und die Frequenz auf 1000 Hz eingestellt. Die weiteren Einflüsse von Pulsdauer sowie der Frequenz wurden bei den folgenden Versuchen nicht eingehend untersucht.

Die Werkstoffe und die Oberflächenbearbeitung, sowie die Aufnahme in der Sputterkammer sind wie in den bisher beschriebenen Versuchen ausgeführt und demnach nicht verändert. Die Schichtdicken und die Durchgangswiderstände wurden ebenfalls wie im Abschnitt 4.1 analysiert.

Die Abscheidung erfolgt in einem reaktiven Prozess mittels eines Aluminiumtargets und der Einleitung von Sauerstoff in die Prozesskammer. Zur Einstellung der Prozessparameter für die reaktive Abscheidung wurde zunächst eine konstante Leistung eingestellt und durch Variation der Sauerstoffzufuhr der Übergang in den vergifteten Bereich ermittelt. Auf Basis dieser Werte konnte die Targetspannung ausgewählt werden. Die Sauerstoffzufuhr wurde dann so weit erhöht, dass eine Leistung von etwa 200 Watt am Target erreicht wird. Eine höhere Leistung konnte nicht stabil aufrecht erhalten werden.

Grundsätzlich konnte kein überschlagsfreier (Arc-freier) Prozess beobachtet werden, wenn Schichten mit einem ausreichenden Sauerstoffgehalt abgeschieden wurden. Ab einem Sauerstofffluss von etwa 1,4 sccm wurde jedoch ein schlagartiger Wechsel in einen instabilen Bereich beobachtet.

Eine vollständige Auflistung der verwendeten Parameter ist in Tabelle 5.1 hinterlegt.

| | Al_xO_y (HiPIMS) |
|-------------------------|----------------------------------|
| Spannung | 420 V |
| Pulsdauer | 100 μs |
| Pulsfrequenz | 1000 Hz |
| Druck | 0,8 Pa |
| Sauerstoffzufuhr | 1,2 sccm |
| Res. Leistung | 200 W |
| Bias-Spannung | 0 V |
| Target-Abstand | 40 mm |

Tabelle 5.1: Gewählte Sputterparameter für die HiPIMS-Versuche

Um eine Vergleichbarkeit zu den bisher erarbeiteten Ergebnissen herzustellen, wurden wiederum Schichten mit einer Dicke von wenigen 100 nm bis zu 4000 nm abgeschieden. Die Variation der Dicke wurde über die Beschichtungsdauer vorgenommen.

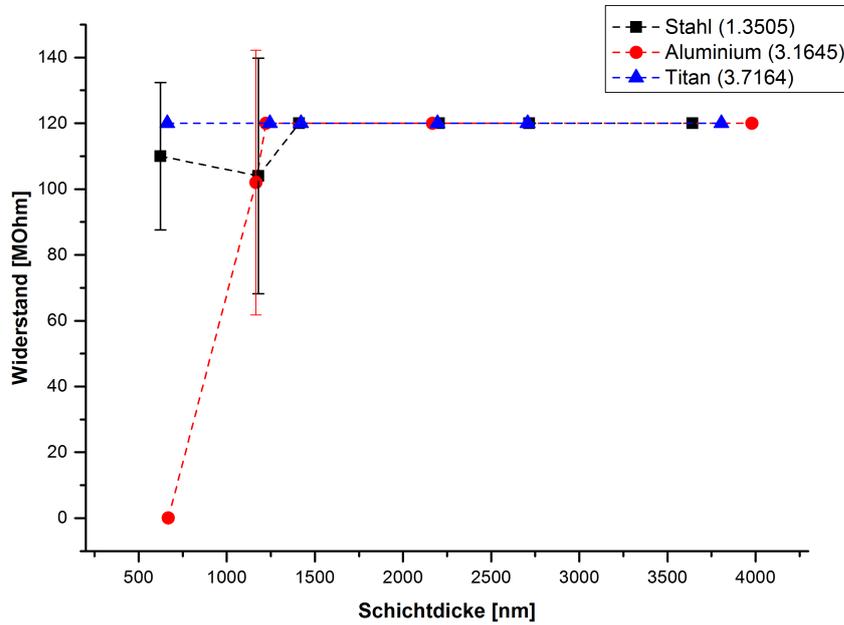
Die festgestellten Abscheideraten betragen dabei bis zu 55 nm/min und sind damit deutlich höher als die in Abschnitt 4.5.1 ermittelten Werte der HF-Abscheidung von Al_xO_y (ca. 30 nm/min) und von SiO_x (ca. 35 nm/min). Dies ist insofern beachtlich, da zum einen die zusätzliche Sauerstoffzufuhr bei der reaktiven Abscheidung die Schichtraten bisher deutlich verringert hat und zum anderen, eine um bis zu 50% geringere Sputterleistung verwendet wurde.

5.2.2 Isolationseigenschaften der HiPIMS-Schichten

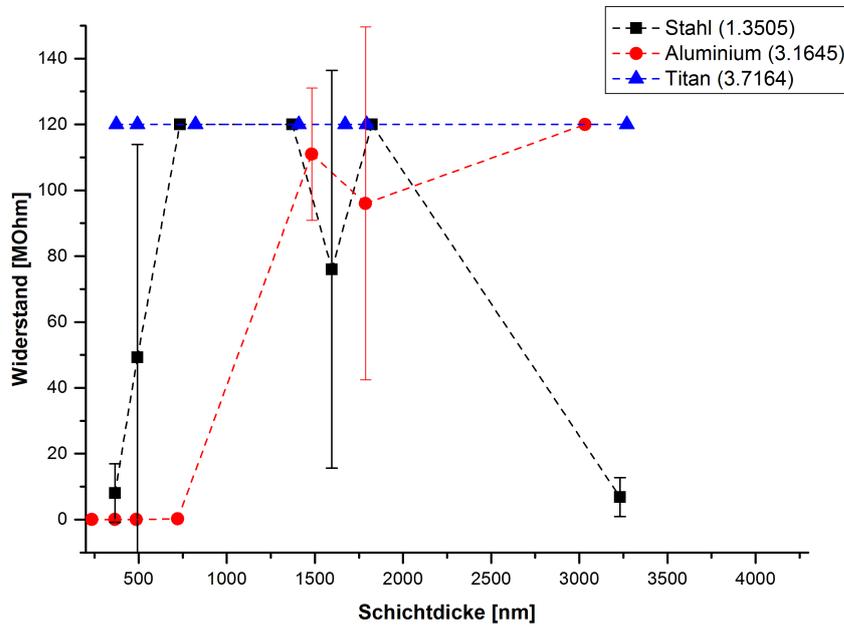
Im Folgenden werden die Ergebnisse zur Isolation der Aluminiumoxidschichten dargestellt, welche im HiPIMS-Verfahren abgeschieden wurden.

Die gemittelten Durchgangswiderstände und die Standardabweichung der einzelnen Schichten auf den Probekörpern wurden über der Schichtdicke aufgetragen. Die Berechnung der Werte erfolgte analog zu den Berechnungen in Abschnitt 4.5.1. Die Ergebnisse für die gedrehten Proben sind im Diagramm der Abbildung 5.3a, die der polierten Proben im Diagramm der Abbildung 5.3b dargestellt.

Wiederum zeigen die Aluminiumoxid-Schichten auf den Probekörpern der Titanlegierung (3.7164) die besten Isolationseigenschaften. Kein Probekörper dieser Kombination, ob gedreht oder poliert, zeigte einen Durchgangswiderstand unterhalb der Messschwelle von 120 M Ω . Auch bei Schichtdicken kleiner als 500 nm konnten die Probekörper hinreichend isoliert werden.



(a) Al_xO_y – Gedrehte Oberflächen



(b) Al_xO_y – Polierte Oberflächen

Abbildung 5.3: Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von Aluminiumoxid-Schichten, abgeschieden mittels HiPIMS

Die Schichten auf den Stahl-Probekörpern (1.3505) zeigen ebenfalls sehr gute Widerstandswerte. So konnten bei den gedrehten Probekörpern mit Schichtdicken unter 1500 nm noch einzelne Messpunkte nachgewiesen werden, die vermutlich noch kleine Fehlstellen in der Schicht aufweisen. Bei den polierten Oberflächen scheint diese Grenze weiter zu dünneren Schichten verschoben zu sein. Bis auf einen Ausreißer bei etwa 1600 nm zeigen die Schichten bereits ab einer Dicke von etwa 750 nm hohe Isolationswerte.

Der dritte untersuchte Substratwerkstoff, die Aluminiumlegierung 3.1645, zeigt, wie auch in den Versuchen im vorigen Kapitel, die im Vergleich schlechtesten Widerstandswerte der abgeschiedenen Schichten. Dennoch wurde insbesondere bei den gedrehten Oberflächen bereits ab etwa 1250 nm ein Durchgangswiderstand über 120 M Ω ermittelt. Bei den polierten Oberflächen ist bei dünneren Schichten zunächst kein ausreichender Widerstand festzustellen. Zwar schwankt der Wert bei Schichtdicken von 1500 nm bis 2000 nm noch im Bereich um 80 M Ω bis 100 M Ω , eine vollständige Isolation der Probekörper kann jedoch ab einer Dicke von etwa 2500 nm beobachtet werden.

In Tabelle 5.2 sind die Ergebnisse der HiPIMS-Abscheidung noch einmal zusammengefasst.

| Substratmaterial | Oberfläche | Schichtdicke Al _x O _y (HiPIMS) |
|---------------------------|------------|---------------------------------------------------------|
| Stahl (1.3505) | gedreht | $\geq 1,2 \mu\text{m}$ |
| | poliert | $\geq 0,75 \mu\text{m}$ |
| Aluminium (3.1645) | gedreht | $\geq 1,2 \mu\text{m}$ |
| | poliert | $\geq 2,0 \mu\text{m}$ |
| Titan (3.7164) | gedreht | $\geq 0,5 \mu\text{m}$ |
| | poliert | $\geq 0,3 \mu\text{m}$ |

Tabelle 5.2: Notwendige Schichtdicken für die vollständige elektrische Isolation der Probekörper mittels HiPIMS ($R_{avg} \geq 120 \text{ M}\Omega$)

6 Analyse und Vergleich der abgeschiedenen Schichten

In diesem Kapitel werden zunächst die Ergebnisse der elektrischen Isolationsschichten gegenübergestellt. Darauf folgt eine Untersuchung der Schichtstöchiometrie, um einen möglichen Einfluss auf die unterschiedlichen Isolationswerte der Abscheidungsvarianten ableiten zu können. Anschließend werden die Bruchflächen der unterschiedlichen Schichten aus Siliziumoxid und Aluminiumoxid vorgestellt und miteinander verglichen.

In Tabelle 6.1 sind die Ergebnisse aus den Kapiteln 4 und 5 zur notwendigen Schichtdicke für eine Isolation der Probekörper noch einmal zusammengefasst und gegenübergestellt.

Vergleicht man die Ergebnisse der Schichten aus der HiPIMS-Abscheidung mit der nicht reaktiven HF-Abscheidung aus Abschnitt 4.5.1, so können die folgenden Punkte konstatiert werden:

1. Die bereits sehr guten Werte zur elektrischen Isolation der Titanlegierung (3.7164) sind mit den Schichten, welche im hochionisierten Plasma abgeschieden wurden, nochmals verbessert. Das heißt, dass die notwendige Schichtdicke weiter verringert werden konnte.
2. Geringere Schichtdicken für die Isolation können auch bei den gedrehten Stahl-Probekörpern (1.3505) beobachtet werden. Ganz wesentlich haben sich zudem die Ergebnisse der polierten Proben dieses Werkstoffs verbessert, bei denen eine sehr gute Isolation überhaupt erst mit der alternativen Beschichtungstechnologie erreicht wurde.
3. Die HiPIMS-Schichten erreichen auch bei der Aluminiumlegierung (3.1645) eine entscheidende Veränderung. Unabhängig von der Oberflächenbearbeitung wird – zwar erst bei vergleichsweise dickeren Schichten – eine elektrische Isolation des Grundkörpers erreicht, was mit der HF-Abscheidung nicht gelungen ist.

Die Ergebnisse zeigen somit einen sehr deutlichen Unterschied zu den Isolationswerten der konventionell im HF-Prozess abgeschiedenen Schichten. Um die möglicherweise dafür ursächlichen Unterschiede im Schichtwachstum analysieren zu können, werden in

| Substratmaterial | Oberfläche | notwendige Schichtdicke | | |
|---------------------|------------|-------------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|
| | | SiO _x | Al _x O _y | Al _x O _y (HiPIMS) |
| Stahl (1.3505) | gedreht | ≥ 2,0 μm | ≥ 3,5 μm | ≥ 1,2 μm |
| | poliert | ≥ 3,5 μm | nicht isol. | ≥ 0,75 μm |
| Aluminium (3.1645) | gedreht | nicht isol. | nicht isol. | ≥ 1,2 μm |
| | poliert | nicht isol. | nicht isol. | ≥ 2,0 μm |
| Titan (3.7164) | gedreht | ≥ 1,2 μm | ≥ 1,5 μm | ≥ 0,5 μm |
| | poliert | ≥ 1,0 μm | ≥ 1,5 μm | ≥ 0,3 μm |
| Schichtraten | | 35 nm/min | 30 nm/min | 55 nm/min |

Tabelle 6.1: Vergleich der Ergebnisse mittels HF und HiPIMS abgeschiedener Schichten für die vollständige Isolation der Probekörper

den folgenden Abschnitten Untersuchungen der Stöchiometrie und des Schichtaufbaus durchgeführt.

6.1 Stöchiometrie der Schichten

Zur Untersuchung der Stöchiometrie der Schichten wurde mit dem EDX eine Elementanalyse der Schichtoberflächen durchgeführt und zwar sowohl an den HF-gesputterten Siliziumoxid- und Aluminiumoxidschichten als auch an den Aluminiumoxidschichten aus der HiPIMS-Abscheidung.

Die nicht-reaktiv abgeschiedene Siliziumoxidschicht ist dabei mit einem Verhältnis von 2,15 O zu Si als nur leicht überstöchiometrisch zu bewerten. Ein gering überstöchiometrischer Wert von 1,51 O zu Al konnte auch bei der ebenfalls im HF-Prozess abgeschiedenen Aluminiumoxidschicht nachgewiesen werden.

Die reaktiv abgeschiedene Schicht im HiPIMS-Prozess zeigte einen stöchiometrischen Aufbau mit einem Anteil von 1,50 O zu Al. Alle Schichten enthalten zusätzlich noch sehr geringe Mengen des Prozessgases Argon (< 1,5 %). Somit konnte bei keiner der Schichten eine deutliche Abweichung von der Stöchiometrie nachgewiesen werden.

6.2 Analyse der Bruchflächen

Es ist zunächst festzuhalten, dass bei der Abscheidung mit dem HF-Generator in der verwendeten Anlage vermutlich amorphe Schichten abgeschieden wurden. Wie die Zusam-

menfassung verschiedener Abscheidungsvarianten von Aluminiumoxid in [Ewe12] zeigt, können sich kristalline Schichten mit der hier verwendeten Technologie erst ab deutlich höheren Substrattemperaturen entwickeln. Eine Einstellung der Substrattemperatur konnte im vorliegenden Fall jedoch nicht vorgenommen werden. Das Wachstum von amorphen Schichten ist geprägt durch eine, im Gegensatz zum kristallinen Aufbau, nur begrenzte Nahordnung ohne Fernordnung [Ley85]. Grundsätzlich können dadurch kleinste Fehlstellen im Gitter auch durch andere Atome „aufgefüllt“ werden, was sich evtl. positiv auf die elektrische Isolation auswirken könnte.

Die Bruchflächen können nur eine lokal begrenzte Aussage über das Schichtwachstum geben, die Veränderungen über die Probenoberfläche können jedoch als minimal angenommen werden. Sie eignen sich daher sehr gut als Vergleich der einzelnen Schichten untereinander. Hierbei werden die Aufnahmen der nicht-reaktiv abgeschiedenen Schichten mittels HF-Sputtern zunächst mit Schichten verglichen, bei denen zusätzlicher Sauerstoff in die Prozesskammer eingelassen wurde. Im Anschluss daran werden die Bruchflächen der Schichten aus der HiPIMS-Abscheidung untersucht und den oben benannten Aufnahmen gegenübergestellt.

Die Bruchflächen sollten von Schichten aufgenommen werden, welche auf den bisher untersuchten Metallen und keinem Alternativmaterial abgeschieden wurden. Da die verwendeten Substratmaterialien nicht spröde sind, konnte kein einfacher Bruch der Probe hergestellt werden. Es wurde daher ein Segment der Probe mittels Drahterodieren abgetrennt, da so die mechanische Belastung, wie etwa Verformung, vermieden werden konnte. Die Schnittkanten beim Drahterodieren zeichnen sich zudem durch eine sehr hohe Oberflächengüte aus. Ein solches Segment ist in Abbildung 6.1 dargestellt.

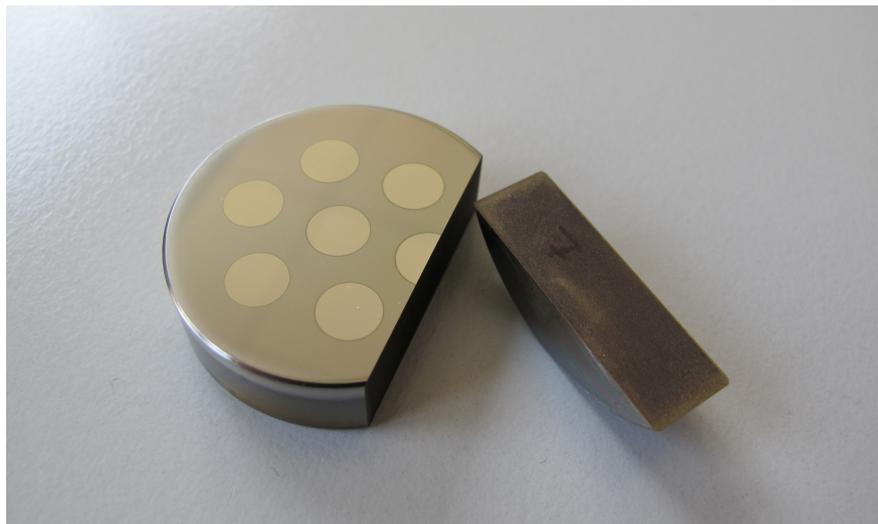
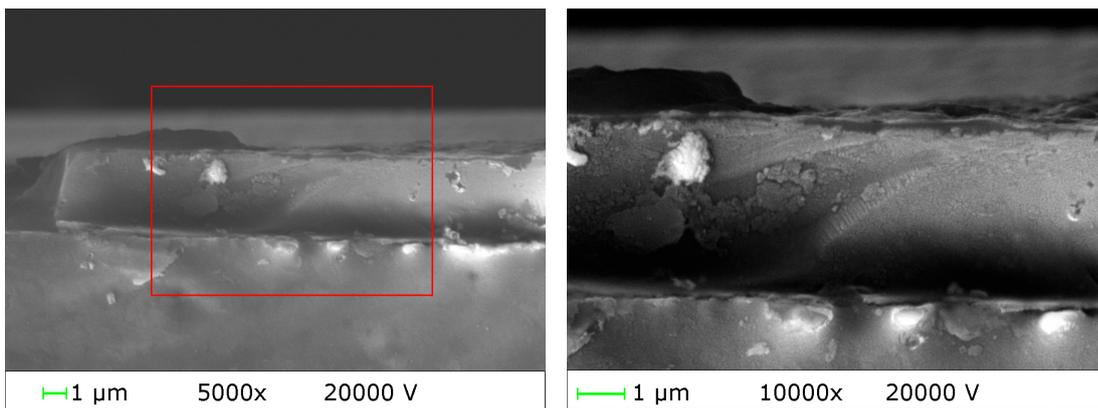


Abbildung 6.1: Ein mittels Drahterodieren abgetrenntes Segment eines Probekörpers zur Aufnahme einer Bruchfläche der Schicht

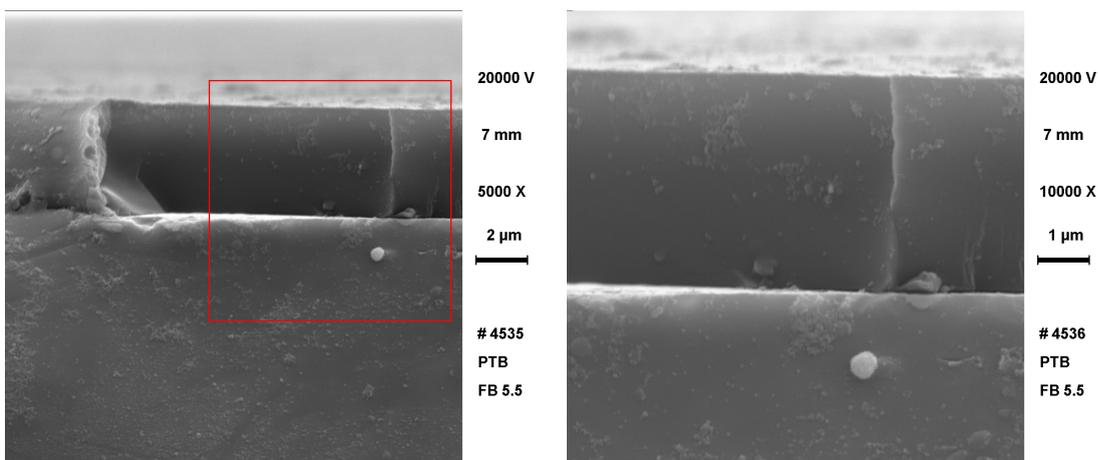
Bedingt durch das Verfahren zeigten sich jedoch auch diverse Aufschmelzungen des Substratmaterials, welche eine REM-Aufnahme der tatsächlichen Struktur der Schicht behindern. Allerdings konnten bei allen Proben einzelne Bruchflächen gefunden werden, welche durch ein lokales Abplatzen der Schicht entstanden sind. Um die massiven Aufladungseffekte der Schicht im REM zu minimieren, wurden die Schnittflächen mit einer sehr dünnen Schicht aus Gold bedampft.

Die REM-Aufnahmen in Abbildung 6.2a zeigen die mittels HF-Abscheidung erhaltene Schicht auf einem Probekörper aus Stahl. Es ist ein glasartiger, glatter Bruch zu erkennen, der einen kompakten Schichtaufbau ohne nennenswerte Unregelmäßigkeiten aufweist. Die Schicht an sich ist nahezu strukturlos.

Ein vergleichbares Bild der Aluminiumoxid-Schicht ist in Abbildung 6.2b zu sehen. Auch hier kann ein gleichmäßiges, strukturloses Wachstum der Schicht erkannt werden. Ob tatsächlich das vermutete amorphe oder eher ein sehr feinkristallines Schichtwachstum vorliegt,



(a) SiO₂ Schicht auf Stahl (1.3505)



(b) Al₂O₃ Schicht auf Stahl (1.3505)

Abbildung 6.2: Bruchflächen HF-gesputterter Isolationsschichten

konnte anhand dieser Aufnahmen nicht abschließend ermittelt werden, was für die Bewertung der elektrischen Isolationswirkung jedoch nicht relevant ist.

Beide Schichten sind nah an der Schnittkante gebrochen und zeigen lokale, jedoch keine weiträumigen Abplatzungen oder ein großflächiges Ablösen der Schicht, was auf eine gute Haftung hinweist.

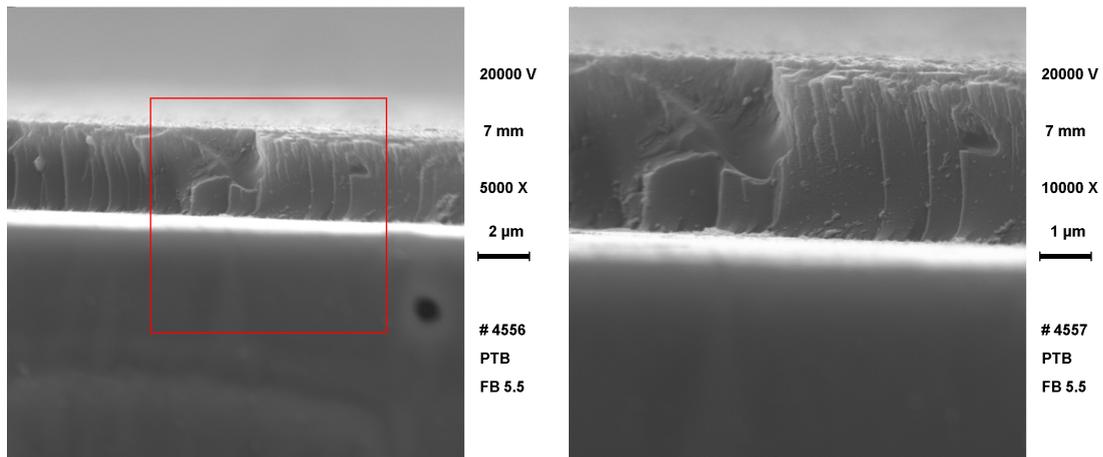
Die Abbildungen 6.3a und b zeigen die Bruchflächen von Schichten mit zusätzlichem Sauerstoff in der Prozesskammer im nicht-reaktiven als auch im reaktiven Sputterprozess.

Wie in Abbildung 6.3a zu erkennen, führt eine zusätzliche Sauerstoffzufuhr bei der HF-Abscheidung von einem Aluminiumoxid-Target zu einer deutlichen Veränderung des Schichtaufbaus, gekennzeichnet durch eine teils stängelige Struktur. Es ist zudem keine glatte Bruchkante mehr vorhanden und es sind Bruchstellen innerhalb der Schicht und parallel zur Substratoberfläche erkennbar – die Schicht ist in sich weniger kompakt. Dies fällt insbesondere im direkten Vergleich zu der Abscheidung ohne Reaktivgaszufuhr wie in Abbildung 6.2b auf.

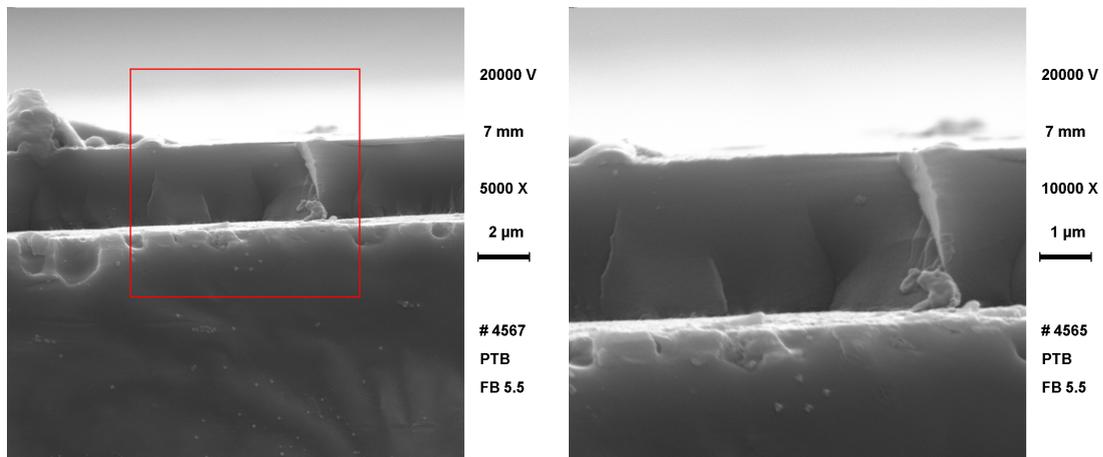
Ein so deutlicher Unterschied kann bei der reaktiven Abscheidung von einem Metalltarget aus Aluminium nicht festgestellt werden (vgl. Abbildung 6.3b). Im Gegenteil, auch hier ist wieder eine sehr kompakte und glasartige Schicht ohne ersichtliche Struktur festzustellen, welche vollständig vergleichbar mit der nicht-reaktiven Abscheidung aus Abbildung 6.2b ist.

Die Eigenschaften der Bruchflächen sind kongruent zu den Ergebnissen der Durchgangswiderstände. So zeigen die mittels HF-Sputtern aus dem Aluminiumoxid-Target abgeschiedenen Schichten ohne Sauerstoffzufuhr bessere elektrische Isolationswerte als diejenigen mit zusätzlichem Sauerstoff. Die Bruchfläche der reaktiv abgeschiedenen Schicht, welche die gleiche Morphologie aufweist wie die nicht-reaktiv abgeschiedenen Schichten, zeigt vergleichbare, hohe Isolationswerte, wenn auch bei einer deutlich verminderten Schichtdicke.

Aufgrund der sehr guten Ergebnisse in Bezug auf die elektrische Isolation der Aluminiumoxid-Schichten aus der HiPIMS-Abscheidung, ist hier ein sehr dichtes Schichtwachstum zu erwarten. Die Aufnahmen in den Abbildungen 6.4a und b bestätigen diese Erwartung. Die Schichten sind äußerst kompakt und, wie vor allem in der Abbildung 6.4b ersichtlich, vollkommen strukturlos. Auffällig ist zudem, dass die Topografie des Substrats sehr genau auf die Oberflächenstruktur der Schicht abgebildet wird. Lokale Abplatzungen oder Ausbrüche, wie sie bei den mittels HF abgeschiedenen Schichten zu beobachten waren, konnten bei diesen Schichten nicht gefunden werden.

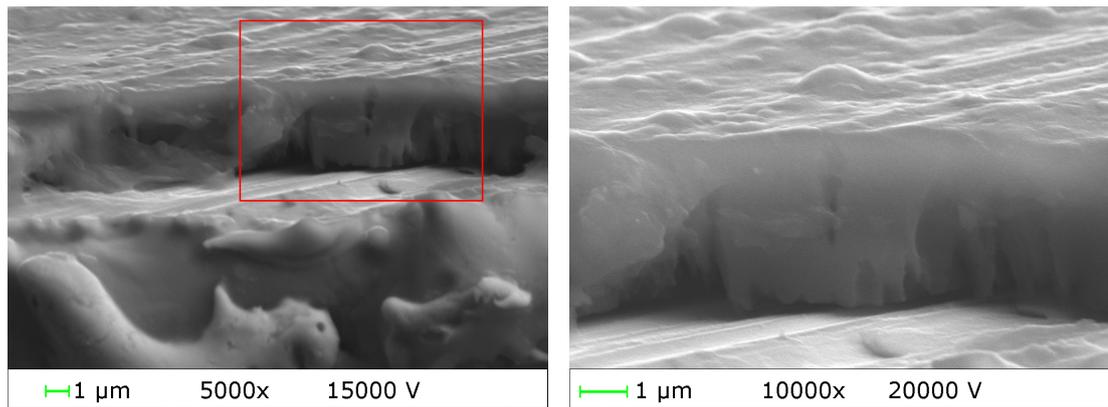


(a) Al_2O_3 -Schicht auf Titan (3.7164): Aluminiumoxidtarget und 1 sccm O_2

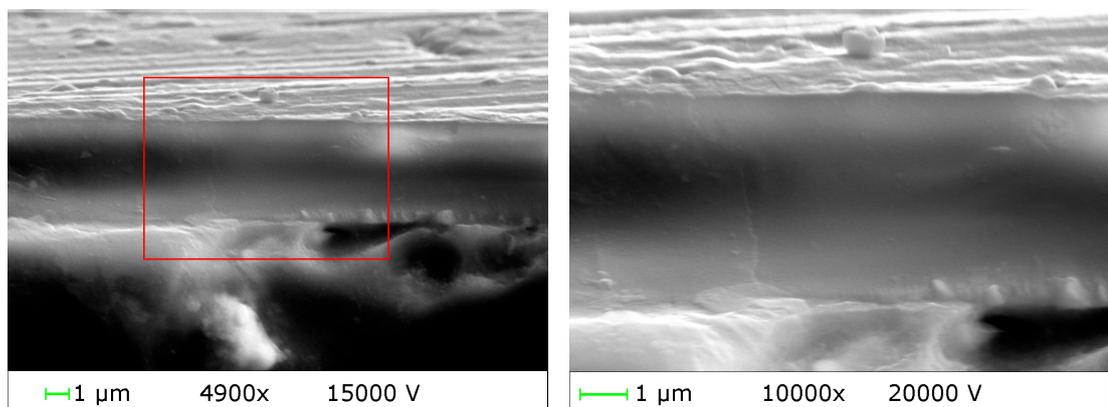


(b) Al_2O_3 -Schicht auf Titan (3.7164): Aluminiumtarget und 1 sccm O_2

Abbildung 6.3: Bruchflächen HF-gespunterter Isolationsschichten unter Sauerstoffeinfluss, nicht-reaktive und reaktive Abscheidung



(a) Al₂O₃-Schicht auf Stahl (1.3505)



(b) Al₂O₃-Schicht auf Aluminium (3.1645)

Abbildung 6.4: Bruchflächen von HiPIMS Isolationsschichten, reaktive Abscheidung

6.3 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Vergleichbar zu den Schichtuntersuchungen der HF-Abscheidung in Abschnitt 4.5.1 wurden in Abschnitt 5.2 die durch HiPIMS abgeschiedenen Schichten untersucht. Erneut wurden die Durchgangswiderstände bei unterschiedlichen Schichtdicken auf den drei bekannten Metalllegierungen mit polierten, sowie gedrehten Oberflächen bestimmt. Wie die Ergebnisse zeigen, konnte mit der reaktiven Abscheidung von Aluminiumoxidschichten in hochionisierten Plasmen auf allen Kombinationen aus Substrat und Oberflächenbearbeitung eine sehr gute elektrische Isolation erzielt werden.

Trotz einer niedrigeren, durchschnittlichen Leistung am Target im Vergleich zur HF-Abscheidung wurde eine deutlich höhere Schichtrate festgestellt. Somit konnten mit dem Verfahren mit der höchsten Schichtrate auch die besten Isolationsergebnisse erreicht werden. Eine EDX-Analyse hat zudem nachgewiesen, dass mittels HiPIMS stöchiometrische Aluminiumoxid-Schichten abgeschieden wurden. Im Vergleich zeigten die HF-gesputterten Schichten einen nur leicht überstöchiometrischen Sauerstoffanteil. Die Stöchiometrie ist demnach, wenn überhaupt, nur ein untergeordneter Faktor für die deutlichen Unterschiede in der Isolation.

Des Weiteren haben die Versuche ergeben, dass auch bei der HiPIMS-Abscheidung eine Mindestschichtdicke benötigt wird, um eine vollständige Isolation zu erreichen. Die notwendigen Schichtdicken bei dieser Sputtertechnologie sind jedoch durchweg geringer als bei der HF-Abscheidung.

Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen der Schichten haben vor allem Unterschiede zwischen den nicht-reaktiv abgeschiedenen Schichten mit und ohne Sauerstoffeinfluss gezeigt, wobei der zusätzliche Sauerstoff zu poröseren und weniger kompakten Schichten geführt hat. Besonders kompakte, strukturelose Bruchflächen konnten bei den Schichten festgestellt werden, welche mittels HiPIMS abgeschieden wurden. Die Unterschiede zu den mittels HF-Sputtern abgeschiedenen Schichten sind jedoch nur marginal. Die Gründe für die deutlich besseren Isolationswerte konnten durch die Aufnahmen nicht direkt nachgewiesen werden.

Wie aus der Literatur bekannt, ist davon auszugehen, dass die deutlich erhöhte Ionisierung im HiPIMS-Verfahren für eine Verbesserung der Schichteigenschaften ursächlich ist. Durch die hohe Ionisierung wird eine Veränderung des Schichtwachstums und eine höhere Mobilität der auftreffenden Teilchen erreicht [Mül87; Han09]. Dementsprechend werden die in Abschnitt 4.5.2 gefundenen Störstellen der Probekörper, vor allem jene der polierten Oberflächen der Aluminiumlegierung und des Stahls, durch das vorliegende Abscheidungsverfahren besser abgedeckt, beziehungsweise die Behinderung des Schichtwachstums an diesen Stellen aufgehoben.

Ähnliche Beobachtungen wurden bei der HiPIMS-Abscheidung bereits bei anderen Schichtmaterialien und definierten Störungen der Oberfläche, wie etwa durch Löcher oder Gräben, gemacht. So ist ein Aufwachsen der Schicht, im Gegensatz zum herkömmlichen Magnetronspütern, auch bei hohem Aspektverhältnis noch gegeben [Kou99; Ala05; Slo10].

Wie die weiter verbesserten Durchgangswiderstände der Schichten auf der Titanlegierung zeigen, kann jedoch nicht allein die Bedeckung etwaiger Störstellen, welche durch die Bearbeitung der Oberfläche hervorgerufen wurden, als Grund angeführt werden. Ein in sich dichteres, und vor allem defektfreies Wachstum der mittels HiPIMS abgeschiedenen Schichten ist als ein weiterer, bedeutender Faktor anzusehen, welches vermutlich durch das stärkere Ionenbombardement der Schichtoberfläche hervorgerufen wird.

Eine Abscheidung von Siliziumoxid-Schichten mittels HiPIMS wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Aufgrund der sehr guten Ergebnisse mit den Aluminiumoxid-Schichten ist jedoch davon auszugehen, dass auch bei diesem Schichtmaterial die hohe Ionisierung Vorteile bei der Abscheidung von Isolationsschichten auf Metallen haben wird.

7 Dünnschichtsensoren für die Metrologie am Beispiel der Kraftsensorik

In den Kapiteln 4 und 5 wurde die Grundlage erarbeitet, welche für eine Applikation von Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern notwendig ist: die Abscheidung einer fehlerfreien elektrischen Isolationsschicht. Es wurde gezeigt, dass nicht jede Kombination aus Substratmaterial und Oberflächenbearbeitung optimal dafür geeignet ist. Dennoch wurden Lösungen gefunden, mit denen auch auf problematischen Materialien und deren Oberflächen mittels Sputtern eine dichte Isolationsschicht erreicht werden kann.

Dieses Kapitel wird nun ein Beispiel für die Dünnschichtsensorik zur Anwendung in der Metrologie geben. Hierzu wird ein Kraftsensor entwickelt, der für die Messung kleiner Kräfte bis 1 N geeignet ist. Kräfte größer als 1 N bis in den MN-Bereich können von der herkömmlichen Sensorik bereits sehr gut und präzise rückgeführt gemessen werden. Für deutlich kleinere Kräfte im mN- bis in den nN-Bereich werden typischerweise Kraftsensoren aus dem Halbleiterbereich (z.B. piezoresistive Sensoren) oder kapazitive und optische Sensoren verwendet. Somit besteht ein Interesse, kleine Kräfte von bis zu 1 N verlässlich und genau messen zu können.

Die Verwendung herkömmlicher Dehnungsmessstreifen (DMS), welche auf einer flexiblen Polymerfolie oder einem ähnlichen Trägermaterial aufgebracht sind, ist für diesen Kraftbereich nur eingeschränkt möglich. Möchte man eine ausreichende Dehnung am Verformungskörper für die Messung erhalten, so müssen die Verformungsbereiche aufgrund der geringen Kräfte hinreichend klein sein. Dieser Forderung kann jedoch bei konventionellen DMS durch ihre Breite von meist mehreren Millimetern nur begrenzt begegnet werden. Besonders bei kleinen Kräften tritt ein Kraftnebenschluss zum Folien-DMS auf und die Krafteinleitung ist durch die Dicke des Trägermaterials gestört (vgl. dazu auch Abschnitt 2.2 und die Abbildung 2.3). Die Feuchteempfindlichkeit und der Nachteil des benötigten Klebers wurden ebenfalls in diesem Abschnitt benannt.

Die Verwendung der Dünnschichtsensorik mit einem gesputterten Dehnungssensor auf einer dünnen, elektrischen Isolationsschicht des Verformungskörpers bietet sich daher

an, da diverse der oben benannten Nachteile prinzipbedingt nicht auftreten. Es ist demnach eine vielversprechende Alternative für die präzise Messung von kleinen Kräften.

Im folgenden Abschnitt werden zunächst verschiedene Verfahren zur Strukturierung der Sensorschicht vorgestellt, sowie die Entwicklung einer dafür verwendeten Laserbelichtungsanlage beschrieben. Im Anschluss wird die Entwicklung und Fertigung eines passenden Verformungskörpers sowie eines Dehnungssensors für den Kraftbereich bis 1 N erläutert. Das Kapitel schließt mit einer Charakterisierung des Kraftsensors anhand von Messergebnissen und einer Bewertung seiner Eignung für die Metrologie ab.

7.1 Strukturierung der Sensorschicht

7.1.1 Vorstellung verschiedener Strukturierungsverfahren

Die Sensorschicht besteht je nach gewünschter sensorischer Funktion aus einzelnen Leiterbahnen und Kontaktflächen. Die Strukturierung dieser Schicht kann mit diversen Methoden erreicht werden, welche in mechanische und in fotolithografische Verfahren aufgeteilt werden können.

Mechanische Strukturierungsverfahren

Eine sehr einfache und vor allem kostengünstige Methode zur Strukturierung einer Schicht ist die Verwendung einer mechanischen Maske, etwa aus einem Metall oder einer Polymerfolie, welche auf das zu beschichtende Bauteil aufgelegt wird. Dieses Verfahren wurde auch für die Applikation der Kontaktierungspunkte in Abschnitt 4.1.1 verwendet.

Es werden zuvor die benötigten Bereiche mechanisch aus der Maske entfernt, so dass an diesen Stellen das elektrisch leitfähige Material auf dem Substrat abgeschieden werden kann. Die minimalen Strukturbreiten sind dementsprechend durch das Bearbeitungsverfahren der Maske begrenzt. Bedingt durch die Dicke der Maske und dem unumgänglichen, kleinen Abstand der Maske zur Oberflächen entstehen keine scharfen Kanten bei den abgeschiedenen Strukturen.

Ein weiteres quasi-mechanisches Verfahren ist die Laserablation, bei dem das zuvor vollflächig aufgebrachte Schichtmaterial durch einen Laser wieder abgetragen wird. Diese Art der Bearbeitung ist aufgrund der eingesetzten Laser sehr kostenintensiv. In der Regel werden hierfür ultrakurz gepulste Laserstrahlquellen (im Bereich von Femtosekunden) verwendet, um sowohl die thermische Belastung während der Bearbeitung möglichst gering zu halten, als auch die darunter liegenden Schichten und das Substrat nicht zu beschädigen

[Zop08]. Von Vorteil ist jedoch, dass Strukturen im Mikrometer-Maßstab erreicht, sowie Änderungen im Sensordesign vergleichsweise einfach und schnell umgesetzt werden können. Mit der entsprechenden Kinematik kann auch eine Bearbeitung von dreidimensionalen Oberflächen erfolgen.

Die dritte mechanische Variante ist die Zerspanung der Sensorschicht. Hierzu können Mikro-Fertigungsmaschinen eingesetzt werden, welche mit einem Werkzeugdurchmesser unter $20\ \mu\text{m}$ und einer Positioniergenauigkeit kleiner $0,1\ \mu\text{m}$ ausgerüstet sind [Aur10]. Ohne die darunter liegende Isolationsschicht oder das Substrat zu schädigen ist die Verwendung jedoch auf perfekt flache und glatte Bauteiloberflächen limitiert.

Fotolithografische Verfahren

Bei der Fotolithografie wird zunächst ein lichtsensitiver Lack (Fotolack) auf dem zu strukturierenden Bauteil möglichst homogen aufgetragen. Dies kann durch Spin-On (Aufschleudern, v.a. bei Siliziumwafern), Tauchlackierung oder durch Sprühbelackung erfolgen. Bei den beiden letzteren Verfahren können auch dreidimensionale Werkstückgeometrien lackiert werden (vgl. auch [Hag07]).

Nach der Belackung wird der Lack selektiv belichtet. Je nachdem ob ein Positiv- oder Negativlack verwendet wurde, bleiben die belichteten Bereiche im nachfolgenden Entwicklungsschritt stehen oder werden entfernt. Die Sensorschicht wird nach der Entwicklung nasschemisch oder mittels eines Plasmaverfahrens geätzt, so dass nach dem Ablösen des verbleibenden Fotolacks nur noch die gewünschten Strukturen erhalten bleiben. Fotolithografische Verfahren ermöglichen kleinste Strukturbreiten bis in den Nanometerbereich mit sehr scharfen Kanten und sind der Standard in der Mikro- und Halbleitertechnologie. Die einzelnen Verfahrensschritte sind in Abbildung 7.1 noch einmal grafisch dargestellt.

Zur selektiven Belichtung der Bereiche bieten sich das masken- oder das laserbasierte Verfahren an. Beim maskenbasierten Verfahren wird entweder mechanisch oder ebenfalls durch lithografische Schritte eine Maske hergestellt, durch die der Fotolack mit einer Leuchtquelle belichtet wird. Die Lichtwellenlänge der Leuchtquelle wird dabei passend zu den sensitiven Wellenlängenbereichen des Fotolacks ausgewählt, meist die g- (436 nm), h- (405 nm) und i-Linien (365 nm) des Spektrums der Quecksilberdampflampe.

Man spricht von der Kontakt- oder Abstandsbelichtung, wenn die Maske nah am oder direkt auf dem Fotolack positioniert wird. Bei der Projektionsbelichtung erfolgt in der Regel eine optische Verkleinerung der Maske, in dem diese zwischen einer Kondensor- und einer Projektionslinse positioniert wird. Die maskenbasierten Verfahren eignen sich am besten für planare Oberflächen und große Stückzahlen.

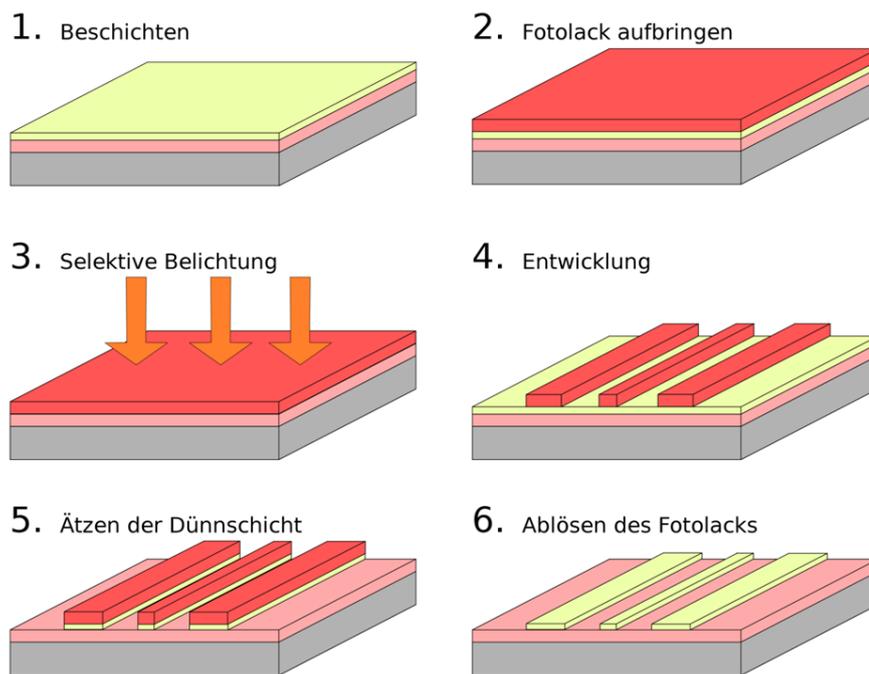


Abbildung 7.1: Verfahrensschritte bei der fotolithografischen Strukturierung einer Schicht

Weitgehend unabhängig von der Geometrie der Oberfläche ist das laserbasierte Verfahren zur Belichtung des Fotolacks. Ein Laser mit passender Wellenlänge (z.B. ein UV-Laser) wird auf die Oberfläche fokussiert und entsprechend der gewünschten Struktur verfahren. Da keine Masken benötigt werden, ist die Technologie sehr flexibel in Bezug auf Änderungen des Sensordesigns und damit insbesondere in der Einzelfertigung und der Prototypenentwicklung von Vorteil [Sch12b]. Nachteilig sind die vergleichsweise hohen Investitionskosten, vor allem wenn Strukturbreiten wie bei maskenbasierten Verfahren erreicht werden sollen und daher Laser mit Spotgrößen im einstelligen Mikrometer-Bereich oder darunter benötigt werden.

Auswahl des Strukturierungsverfahrens

Die in dieser Arbeit entwickelte Technologie wird vorrangig für Einzelstücke oder im Prototypenbau eingesetzt. Daher sind eine hohe Flexibilität, einfache Veränderungen der Sensorgeometrie und der Schichtmaterialien unabdingbar. Ein weiteres Ziel ist die Möglichkeit auch zweieinhalb- bis dreidimensionale Werkstücke beschichten und strukturieren zu können.

Auf Basis dieser Anforderungen wird das fotolithografische Verfahren mit Sprühbelackung und einer Belichtung mit einem Laser gewählt. Die dazu verwendete und eigens entwickelte Laserbelichtungsanlage wird im folgenden Abschnitt vorgestellt.

7.1.2 Entwicklung einer Laserbelichtungsanlage

Wie im vorherigen Abschnitt erläutert, können Laser zur selektiven Belichtung des Fotolacks eingesetzt werden. Da kommerziell verfügbare Systeme sehr hohe Investitionskosten verursachen und zum Teil eher für die Bearbeitung anstatt Belichtung der Oberflächen geeignet sind, wurde eine eigene Lösung entwickelt [Sch13].

Für die vorliegende Anwendung wurden die folgenden Anforderungen an eine Laserbelichtungsanlage gestellt:

- Minimale Strukturbreiten von wenigen zehn Mikrometern sollen erreicht werden
- Positioniergenauigkeit im Mikrometer-Bereich
- Hohe Flexibilität in Bezug auf das Design der Strukturen
- Computerbasierter Entwurf der Strukturen
- Werkstückhalterung und kinematischer Aufbau flexibel anpassbar an verschiedene Größen und Formen der zu belichtenden Bauteile
- Die Verwendung von rotationssymmetrischen Bauteilgeometrien soll gegeben sein (2,5D-Bearbeitung)
- Optische Einrichtung und Kontrolle der Belichtung
- Verwendung möglichst kostengünstiger Technologien

Zu Beginn der Entwicklung wurde nach einem für die Anwendung geeigneten Laser gesucht. Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung einer BlueRay-Laserdiode herausgestellt. Der Laser hat eine Wellenlänge von $\lambda = 405 \text{ nm}$ und ist daher sehr gut geeignet für die Belichtung der meisten Fotolacke. Des Weiteren kostet eine Laserdiode mit Ansteuerung unter 100 Euro, die zusätzlich benötigten optischen Komponenten sind ebenfalls für nur wenige hundert Euro erhältlich.

Um einen runden Laserspot mit einem Durchmesser von wenigen zehn Mikrometern zu erhalten, wird der Laserstrahl durch ein optisches Linsensystem in eine optische Faser mit einem Durchmesser von $10 \mu\text{m}$ eingekoppelt. Eine Abbildungsoptik bildet diese Faser dann wiederum auf der zu belichtenden Oberfläche ab. Der Aufbau mit Laserdiode und Einkopplungssystem ist in Abbildung 7.2 dargestellt.

Die verwendete Laserdiode hat eine Nennleistung von 100 mW. Diese Leistung ist mehr als ausreichend für die Belichtung des Fotolacks, so dass sich Leistungsverluste durch den optischen Aufbau nicht als problematisch erweisen.

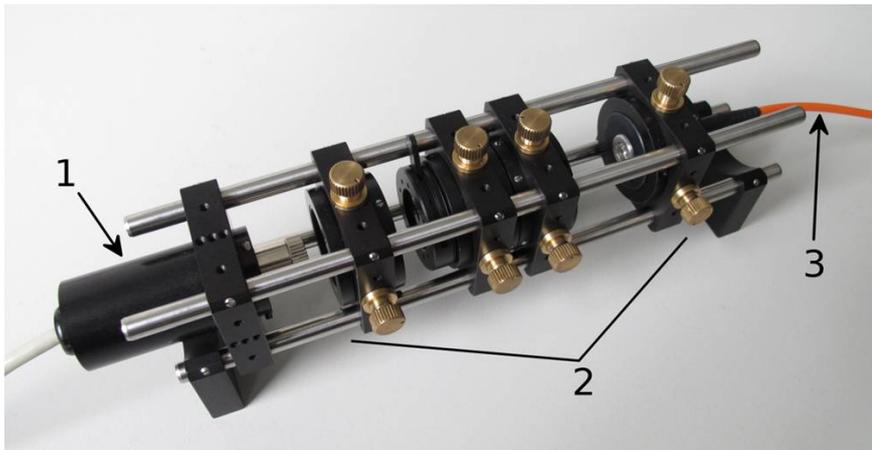


Abbildung 7.2: Aufbau des Lasersystems: Der Laserstrahl der Laserdiode (1) wird durch den optischen Aufbau (2) in eine optische Faser (3) eingekoppelt

Im nächsten Schritt wurde der kinematische Aufbau anhand eines CAD-Modells (Computer-aided Design) entworfen. Um die Forderung nach der Bearbeitung rotationssymmetrischer Bauteile zu erfüllen, wurde ein kartesischer Aufbau aus drei Linear- und einer Rotationsachse gewählt. Der Platzbedarf des Aufbaus wurde dabei minimiert, um die Anlage auch in einer Flowbox betreiben zu können. Das CAD-Modell ist in Abbildung 7.3 dargestellt.

Die Linearachsen haben einen Verfahrweg in X- und Y-Richtung von jeweils 100 mm, in Z-Richtung von 50 mm. Die Werkstücke können über ein Gewinde mit einem präzisen, konischen Endanschlag befestigt werden. Somit wurde eine, in Bezug auf die Bauteilgeometrie, sehr flexible Werkstückaufnahme erreicht, welche dennoch eine reproduzierbare Positionierung ermöglicht.

Die Einrichtung der Position des Lasers zum Werkstück erfolgt über zwei Kameras an denen qualitativ hochwertige Makro-Objektive angebracht sind. Alle drei optischen Achsen – Laserstrahl und die beiden Bildachsen – treffen sich im Fokuspunkt des Lasers, was eine präzise dreidimensionale Positionierung erlaubt (vgl. Abbildung 7.4).

Die Anlage ist zudem mit einer Möglichkeit zur Messung der relativen Position des Laserspots sowie der Laserleistung ausgestattet, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Der gesamte Aufbau ist modular gestaltet und vergleichsweise kostengünstig.

Mit Hilfe einer computerbasierten, grafischen Oberfläche und der zugehörigen Hardware können die Achsen manuell angesteuert werden (Hard- und Software heißen „CNC-USB-Controller“). Die Einschaltdauer und Leistung des Lasers kann durch ein eigens entwickeltes Erweiterungssetup der Hard- und Software ebenfalls mit diesem System geregelt werden. Darüber hinaus ist eine vollautomatische Ablaufsteuerung möglich und zur korrekten Belichtung notwendig, da der Laser eine konstante Bahngeschwindigkeit halten muss. Zur

Steuerung des Systems wird auf den aus der zerspanenden Fertigung bekannten G-Code Befehle zurückgegriffen.

Bei der Steuerung der Achsen und damit der Verfahrenswege zur Belichtung der Sensorstrukturen wurde auf einen konsistenten Arbeitsablauf geachtet. So können die zu belichtenden Strukturen im CAD entworfen und der benötigte G-Code mittels CAM (Computer-aided Manufacturing) erzeugt werden. Die oben genannte Software setzt die G-Code-Befehle dann in die hardwareseitige Ansteuerung der Achsen und des Lasers um. Der fertiggestellte Aufbau der BlueRay-Laserbelichtungsanlage ist in Abbildung 7.5 dargestellt.

Mit der Anlage wurden Strukturbreiten von etwa $30\ \mu\text{m}$ erreicht, sowie die geforderte Positioniergenauigkeit unter einem Mikrometer eingehalten. Ein Beispiel einer Struktur aus einer CuNi-Schicht mit einer Breite von $50\ \mu\text{m}$ ist in Abbildung 7.6 dargestellt.

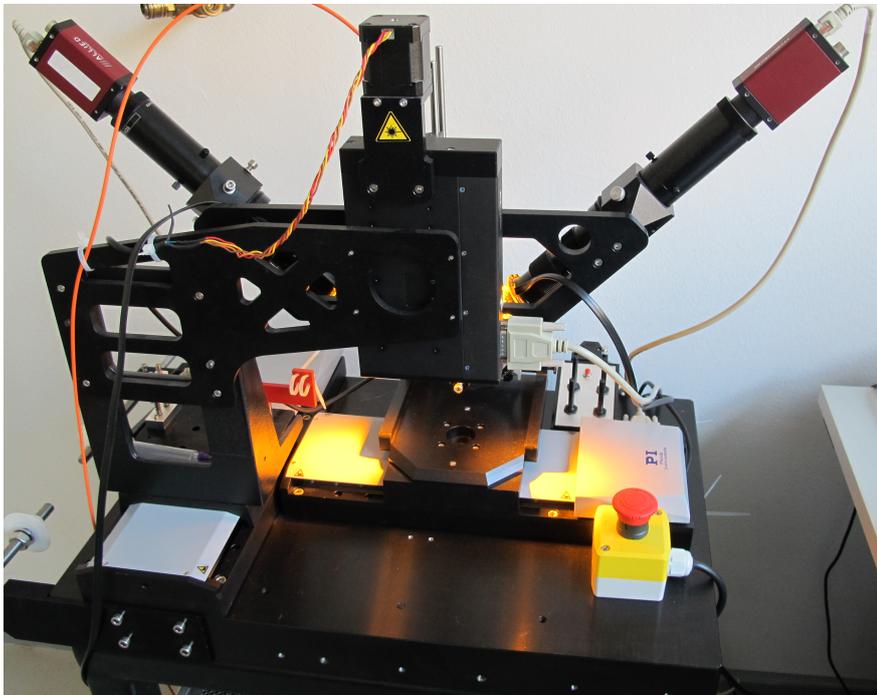


Abbildung 7.5: Gesamtaufbau der Laserbelichtungs-Anlage

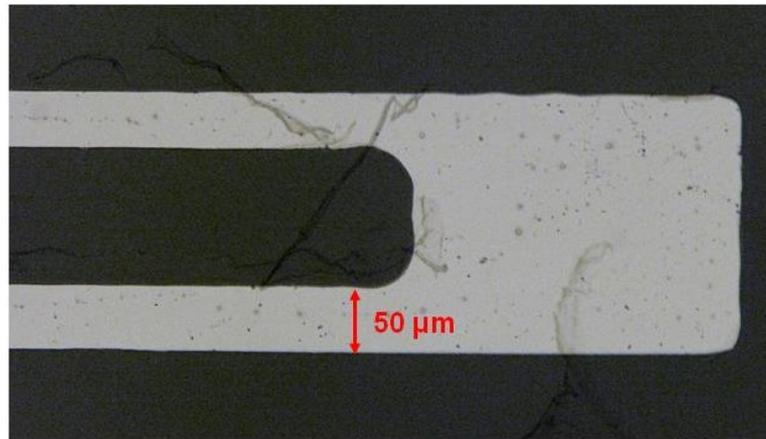


Abbildung 7.6: Strukturierte Schicht aus Konstantan mit einer Strukturbreite von 50 µm

7.2 Entwicklung des Verformungskörpers und der Dehnungssensorik

Zur Messung der angreifenden Kraft an einem Bauteil, wird meist die Verformung des Bauteils unter einer Last bestimmt. Die eingebrachte Kraft F führt zu einer mechanischen Spannung σ , die abhängig vom Querschnitt A des Bauteils ist:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (7.1)$$

Diese Spannung führt wiederum zu einer Dehnung ϵ des Bauteils in Abhängigkeit seines E-Moduls:

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E} \quad (7.2)$$

Die Dehnung beschreibt dabei die Änderung der Länge Δl im Vergleich zur Ausgangslänge l_0 :

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (7.3)$$

Zusammengefasst kann die Kraft daher wie folgt dargestellt werden:

$$F = E \cdot A \cdot \frac{\Delta l}{l_0} \quad (7.4)$$

Diese Gleichung, welche allerdings nur für den linear-elastischen Bereich gilt, ist auch als das Hookesche Gesetz bekannt. Sind der E-Modul, die Querschnittsfläche A und die Länge l_0 bekannt, so kann die Kraft F über die Änderung der Länge Δl bestimmt werden.

Dieser Zusammenhang wird bei der Kraftmessung mittels Dehnungsmessstreifen genutzt. Die Leiterbahn eines DMS besitzt einen elektrischen Widerstand R , der berechnet werden

kann aus dem materialspezifischen Widerstand ρ , der Länge der Leiterbahn l_{DMS} und dem Querschnitt des Leiters A_{DMS} :

$$R = \rho \cdot \frac{l_{DMS}}{A_{DMS}} \quad (7.5)$$

Im vorliegenden Fall wird nur die Veränderung der Länge l_{DMS} berücksichtigt. Die Einflüsse anderer Größen (Querkontraktion von A_{DMS} , spezifischer Widerstand ρ , ...) sind bei geringer Dehnung sehr klein und werden hier vernachlässigt. Eine Änderung der Länge l_{DMS} wirkt sich demnach linear auf den Widerstand R aus, womit ein Rückschluss auf die Dehnung an der Stelle der Leiterbahn getroffen werden kann. Durch Anwendung der Gleichung 7.4 kann somit, nach einer Kalibrierung, die eingeleitete Kraft bestimmt werden.

Hierzu muss die dehnungssensitive Leiterbahn (der DMS) also auf einem Verformungskörper aufgebracht werden, bei dem eine definierte, messbare Dehnung an der Oberfläche bei einer gegebenen Kraft auftritt. Der Entwurf eines passenden Verformungskörpers für die Kraftmessung bis 1 N wird daher im folgenden Abschnitt erläutert.

7.2.1 Entwurf im CAD

Der zu entwickelnde Verformungskörper benötigt, neben einer Befestigungsmöglichkeit und einem Krafteinleitungspunkt, vier definierte Verformungsbereiche, auf denen die Sensorstrukturen appliziert werden können. Die Anzahl der Verformungsbereiche ergibt sich aus dem Bedarf einer sogenannten Vollbrückenschaltung (Wheatstonesche Brücke) der Dehnungssensoren. Hierfür werden zwei Bereiche benötigt, bei denen unter Lasteinwirkung eine positive Dehnung erfolgt, sowie zwei Bereiche mit einer negativen Dehnung (Stauchung). Neben einem erhöhten Ausgangssignal ermöglicht die Vollbrücke beispielsweise auch die Kompensation von Temperatureinflüssen auf den Kraftaufnehmer. Für weitere Hintergründe und Informationen zum DMS und seiner Verschaltung sei auf die Literatur verwiesen (vgl. [Hof; Fah08]).

Beim Entwurf wurde auf eine kompakte Bauweise Wert gelegt. Für die Aufbringung der Dünnschichtsensorik ist es wünschenswert, dass sich alle Sensoren auf nur einer Oberfläche befinden und somit nur diese beschichtet und strukturiert werden muss. Eine zentrale Krafteinleitung ist vorteilhaft, um eine gleichmäßige Belastung der Verformungsbereiche zu erhalten. Diese Verformungsbereiche bestehen aus einer definierten Verringerung des Bauteilquerschnitts an den dafür geeigneten Bereichen.

Das anhand der Anforderungen entworfene CAD-Modell des Verformungskörpers ist in Abbildung 7.7 dargestellt. Im linken Bereich kann dieser an den zwei Löchern durch Schrauben fixiert werden. Der Krafteinleitungspunkt befindet sich mittig, die vier Verformungsbereiche

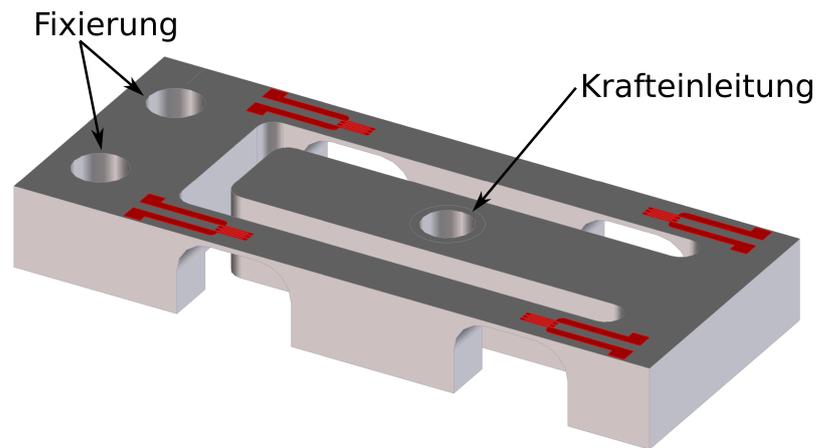


Abbildung 7.7: CAD-Entwurf eines Verformungskörpers für die Kraftmessung bis 1 N

mit vermindertem Querschnitt sind gut erkennbar, auf denen bereits die Sensorstrukturen skizziert sind.

7.2.2 Auslegung mittels FEM

Die Finite-Elemente-Methode (FEM) ist ein numerisches Verfahren zur Lösung von Differentialgleichungen, mit dem unter anderem das Verhalten eines Festkörpers simuliert werden kann. Hierzu wird das Modell in eine Anzahl von Elementen unterteilt, es entsteht ein sogenanntes Netz. Je kleiner diese Elemente sind, umso höher aufgelöst ist das Ergebnis; genauso steigen jedoch auch die Anforderungen an die Rechenleistung.

Für die Simulation werden weiterhin diverse Randbedingungen benötigt, wie etwa Fixpunkte oder Materialkonstanten, sowie der E-Modul. Des Weiteren werden Lastfälle angegeben, beispielsweise Drücke, Flächenlasten oder Punktkräfte.

Im vorliegenden Fall soll das im Abschnitt 7.2.1 vorgestellte Modell dimensioniert und ausgelegt werden. Demnach soll sich bei einer Kraft von 1 N am Kraftereinleitungspunkt eine Dehnung an den Verformungsbereichen von etwa $1000 \mu\text{m}/\text{m}$ an der Oberfläche einstellen. Ein Wert von 1 ‰ wird standardmäßig bei der Auslegung von Kraftaufnehmern verwendet. Die Auslegung erfolgte für eine im Aufnehmerbau typischerweise verwendete Aluminiumlegierung 3.1355 (EN AW2024).

Bei der Auslegung können die Länge, Breite und Dicke der Verformungsbereiche sowie die Gesamtlänge des Verformungskörpers variiert werden. Bei der Veränderung der Gesamtlänge und einer weiterhin zentralen Kraftereinleitung verändern sich lediglich die Hebelverhältnisse. Durch die Variation der Abmessungen der Verformungsbereiche jedoch können die

Bereiche der maximalen Spannung beziehungsweise Dehnung und deren Betrag verändert werden.

Um die geforderte Dehnung von $1000 \mu\text{m}/\text{m}$ an den Oberflächen der Verformungsbereiche einhalten zu können, mussten diese auf eine Breite von nur 3 mm bei einer Dicke von 0,3 mm verringert werden. Die Gesamtabmessung des Verformungskörpers entspricht einer Länge von 39 mm bei einer Breite von 16 mm.

Wie das Simulationsergebnis in Abbildung 7.8 zeigt, wird die gewünschte Dehnung von $1000 \mu\text{m}/\text{m}$ im mittleren Bereich der Querschnittsverringering erreicht (gekennzeichnet durch einen hell-orangen Farbton). Gleichzeitig sind weitaus höhere Dehnungen an den Randbereichen zu erkennen, welche möglicherweise nur in der Simulation durch fehlende lokale Randbedingungen auftreten. Da jedoch nicht gänzlich ausgeschlossen werden kann, dass auch eine tatsächliche Spannungsüberhöhung in den Randbereichen zu den ermittelten Dehnungswerten führt, muss dies bei der nachfolgenden Sensorauslegung berücksichtigt werden.

7.2.3 Auslegung des Sensors

Die Dimensionierung des Sensors orientiert sich zunächst an den Ergebnissen der FE-Analyse des vorherigen Abschnitts. So muss der Bereich, in dem der Sensor eine Dehnung messen soll, genau ausgewählt werden.

Die Möglichkeit des Auftretens einer Spannungsüberhöhung an den Rändern der Verformungsbereiche zwingt zu einer Reduktion der Breite der verfügbaren Messfläche. Die Breite

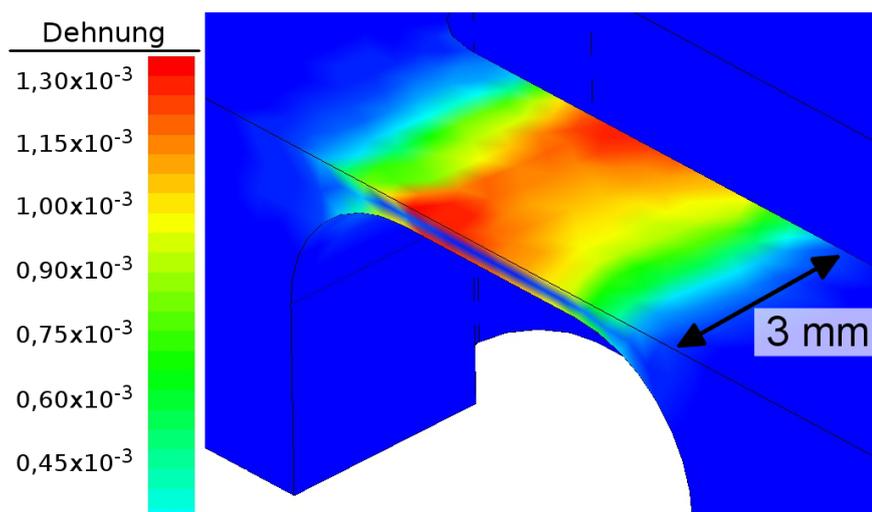


Abbildung 7.8: Finite-Elemente-Analyse eines Verformungsbereichs bei der Nennlast des Kraftaufnehmers von 1 N

wird daher auf einen Wert von maximal 0,8 mm begrenzt.

Die Länge muss je nach Anforderung frei gewählt werden, da dies einen deutlichen Einfluss auf das Messergebnis hat. Aus einer langen Messfläche resultiert eine starke Mittelung der Messwerte, da geringere Dehnungsbereiche an der Oberfläche ebenso in das Ergebnis mit einfließen. Ein zu kurzer Bereich könnte wiederum nur lokale Minima oder Maxima der Dehnung erfassen und somit einen verfälschten Messwert liefern. Aufgrund der Simulationsergebnisse und um eine ausreichende aber dennoch begrenzte Mittelwertbildung der Dehnung zu erhalten, wurde eine Länge von 1,5 mm gewählt.

Eine parallele Anordnung mehrerer Leiterbahnen auf der verfügbaren Fläche hat den Vorteil, dass sich die Längenänderung und damit auch die Änderung des Widerstands durch deren Anzahl erhöht. Somit wird ein größeres Ausgangssignal erreicht. Eine Strukturbreite von $50\ \mu\text{m}$ ist mit der vorgestellten Belichtungsanlage präzise und reproduzierbar zu fertigen. Legt man nun einen Abstand von $100\ \mu\text{m}$ zwischen den Leiterbahnen zu Grunde, so können auf der zur Verfügung stehenden Gesamtbreite von 0,8 mm sechs Leiterbahnen parallel aufgebracht werden. Die Querverbindungen zwischen den einzelnen Leiterbahnen wurden dabei bewusst dicker ausgeführt, um die Querempfindlichkeit des Sensors gering zu halten. Das dadurch entstandene Messgitter und die verwendeten Bezeichnungen zeigt die Abbildung 7.9.

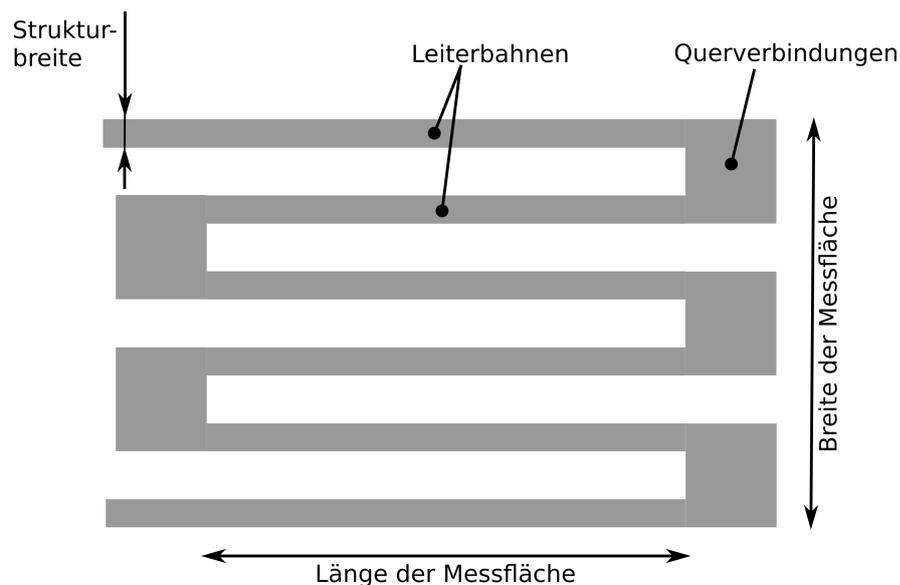


Abbildung 7.9: Aufbau des verwendeten Dehnungssensors

Wie aus Gleichung 7.5 ersichtlich, ist der Widerstand eines Leiters von seiner Länge und seinem Querschnitt abhängig. In die Bestimmung des Sensorwiderstands geht daher die Gesamtlänge der Leiterbahnen des Messgitters aus deren Anzahl a und der Messgitterlänge l_{mess} ein:

$$l_{gesamt} = a \cdot l_{mess} = 6 \cdot 1,5 \text{ mm} = 9 \text{ mm} \quad (7.6)$$

Der Querschnitt A berechnet sich aus der Strukturbreite b und der Schichtdicke d :

$$A = b \cdot d = 50 \mu\text{m} \cdot d \quad (7.7)$$

Für den Sensor wird die gleiche CuNi-Legierung wie für die Messpunkte in Abschnitt 4.2.1 verwendet. Mit ihrem Kupferanteil von etwa 55% und einem entsprechenden Nickelanteil von 45% zeichnet sie sich durch einen sehr geringen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands aus und ist somit für den Einsatz als Dehnungssensor sehr gut geeignet. Der spezifische elektrische Widerstand des Vollmaterials beträgt $\rho = 0,49 \Omega \text{ mm}^2/\text{m}$.

Zusammengefasst ergibt sich der Widerstand des Sensors in Abhängigkeit von der Schichtdicke daher zu:

$$R = \rho \cdot \frac{l_{gesamt}}{b \cdot d} = 0,49 \Omega \text{ mm}^2/\text{m} \cdot \frac{9 \text{ mm}}{50 \mu\text{m} \cdot d} = 88,2 \Omega \mu\text{m} \cdot \frac{1}{d} \quad (7.8)$$

Der Widerstand kann demnach durch die Dicke der Schicht angepasst werden. So wird rechnerisch beispielsweise ein Widerstand von 882Ω bei einer Schichtdicke von 100 nm erreicht. Aufgrund der Rauheit der Substratoberfläche und eines erhöhten elektrischen Widerstands dünner Schichten im Vergleich zum Bulk-Material kann der oben genannte Wert jedoch nur eine Näherung darstellen und ersetzt nicht die empirische Ermittlung des korrekten Wertes.

Im Vergleich zu herkömmlichen Dehnungssensoren kann somit ein vergleichsweise hoher Widerstandswert eingestellt werden. Folien-DMS, welche die größte Verbreitung haben, werden meist mit Widerstandswerte von 120Ω oder 300Ω verwendet. Für diese Werte gibt es jedoch keine technische Begründung, sie sind eher als die gebräuchlichsten Werte zu verstehen. Grundsätzlich sind höhere Widerstandswerte, wie sie bei Dünnschichtsensoren leicht eingestellt werden können, durchaus von Vorteil. So ist der Energiebedarf geringer, was vor allem bei Anwendungen in der Funksensorik oder bei energieautarken Systemen gefordert wird und den Wärmeeintrag in den Aufnehmer minimiert. Letzteres ist vor allem bei filigranen Bauteilen wichtig um eine Verfälschung des Messwertes zu vermeiden. Des Weiteren steigt die Empfindlichkeit des Sensors, da der Absolutwert der Widerstandsänderung größer wird. Es wird daher ein höherer elektrischer Widerstand für die zu fertigenden Sensoren angestrebt.

Um die Sensoren kontaktieren zu können, wird eine passende Fläche benötigt. Es wurden daher jeweils zwei Kontaktflächen mit einer Größe von jeweils 1 mm^2 in einigen Millimetern Abstand zum Messgitter vorgesehen. In diesem Bereich tritt keine Dehnung des Verformungskörpers auf, sodass der Einfluss der angelöteten Leitungen auf das Messergebnis minimiert wird. Die Verbindungen zu den Kontaktflächen wurden deutlich breiter ausgeführt als die Leiterbahnen im Messgitter, um einen geringen Widerstand und somit einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Messung sicherzustellen.

Der vollständige Entwurf des Dehnungssensors, angepasst an den in Abschnitt 7.2.2 ausgelegten Verformungskörper für eine Nennlast von 1 N ist in Abbildung 7.10 dargestellt.

7.2.4 Sensorfertigung

Bevor die einzelnen Beschichtungs- und Strukturierungsschritte am Kraftaufnehmer erfolgen können, muss zunächst der Verformungskörper gefertigt werden. Alle Abmessungen lassen eine Herstellung durch konventionelle Fräsbearbeitung zu. Für den Prototypen wurde alternativ zu der in der Simulation verwendeten Aluminiumlegierung 3.1355 die in ihren Eigenschaften durchaus vergleichbare und bereits in dieser Arbeit verwendete Aluminiumlegierung 3.1645 gewählt. Eine Übertragung der Ergebnisse ist somit gegeben.

Zunächst wird auf der Oberseite des Verformungskörpers die elektrisch isolierende Schicht abgeschieden. Hierfür eignen sich insbesondere die per HiPIMS abgeschieden Aluminium-

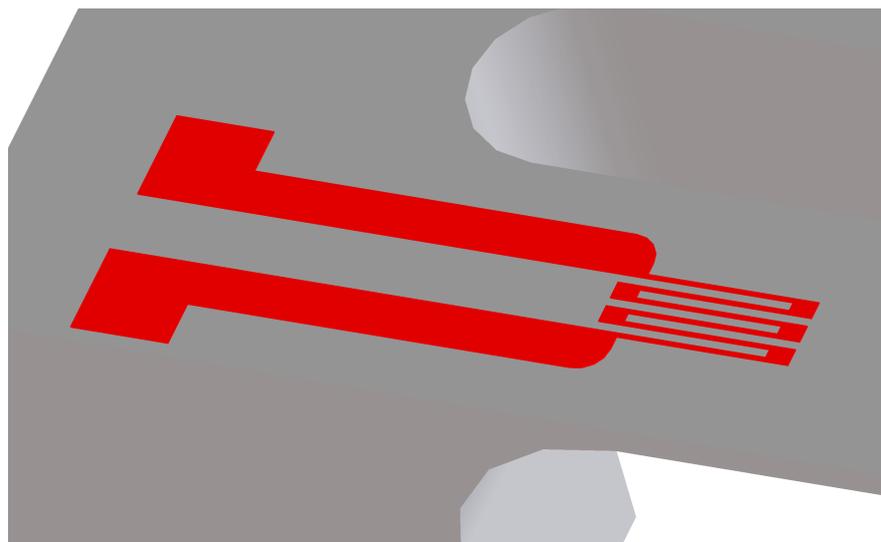


Abbildung 7.10: Vollständiger Entwurf des Dehnungssensors mit Messgitter und Kontaktflächen

oxid-Schichten, wie in Abschnitt 5.2.2 belegt. Demnach wird eine Schichtdicke von 2 μm bis 2,5 μm zur vollständigen Isolation benötigt und auch verwendet.

Direkt auf der Isolationsschicht wird die elektrisch leitende Sensorschicht aus der in Abschnitt 4.2.1 beschriebenen CuNi-Legierung vollflächig abgeschieden. Im vorliegenden Fall beträgt die Schichtdicke zwischen 150 nm bis 200 nm.

Die dritte Schicht besteht aus dem Fotolack „Ti-Spray“ der Firma Microchemicals. Der Lack gehört zu den sogenannten Umkehrlacken, mit dem sowohl eine Positiv- als auch eine Negativ-Entwicklung möglich ist. Er ist bereits in seiner Viskosität für die hier verwendete Sprühbelackung passend eingestellt und reagiert hinreichend selektiv auf die Wellenlänge der vorgestellten BlueRay-Laserbelichtungsanlage, womit er sich sehr gut für diese Anwendung eignet. Der verwendete Aufbau zur Sprühbelackung ermöglicht die Variation verschiedener Parameter, wie der Überfahrgeschwindigkeit des Sprühkopfes, dem Sprühdruck sowie der Anzahl der Überfahrten um eine Schichtdicke des Fotolacks von etwa 3 μm bis 4 μm einzustellen.

Im Anschluss an die Belackung wird ein Softbake im Ofen bei 95 °C durchgeführt. Hierdurch wird, neben dem Verdampfen der enthaltenen Lösemittel, die Lackhaftung verbessert und der Abtrag der Dunkelbereiche, also der nicht belichteten Bereiche, erhöht.

Nach Abkühlung kann mit der selektiven Belichtung des Fotolacks begonnen werden. Hierzu wird die Laserbelichtungsanlage aus Abschnitt 7.1.2 verwendet. Da die Lackumkehr angewandt wird, werden genau die Bereiche vom Laser belichtet, das heißt abgefahren, die die spätere Sensorstruktur darstellen. Anderenfalls hätte bei diesem Fotolack die gesamte Fläche, bis auf die Sensorstruktur, belichtet werden müssen. Um die genaue Ausrichtung des Bauteils und die Position des Laserspots festzulegen, werden einzelne Referenzpunkte angefahren und das System über die installierten Kameras optisch eingerichtet.

Nach der Laserbelichtung erfolgt eine weitere Wärmebehandlung, sowie eine Flutbelichtung zur Umkehr der Löslichkeit des Fotolacks. Das Bauteil wird dafür nochmals in den Ofen bei einer Temperatur von 115 °C gelegt. Im Anschluss daran erfolgt die Flutbelichtung der gesamten Oberfläche unter UV-Licht mit hoher Intensität. Durch diese beiden Schritte wurden die zuvor löslichen Bereiche (die vom Laser belichtete Struktur) vernetzt und der unbelichtete Bereich ist für den Entwickler löslich geworden.

Für den Entwicklungsschritt wird der Entwickler „AZ 400K“ der Firma Clariant mit deionisiertem Wasser im Verhältnis 1:2 bis 1:3 verdünnt. Nach dem Eintauchen des Bauteils in die Flüssigkeit ist der Entwicklungsprozess und damit die Entfernung der nicht belichteten Bereiche sehr gut visuell kontrollierbar. Abbildung 7.11 zeigt einmal den gesamten Körper sowie eine einzelne Struktur nach der Entwicklung. Gut zu erkennen ist die durch die Bearbeitung entstandene Rauheit der Substratoberfläche, welche nicht aufwändig

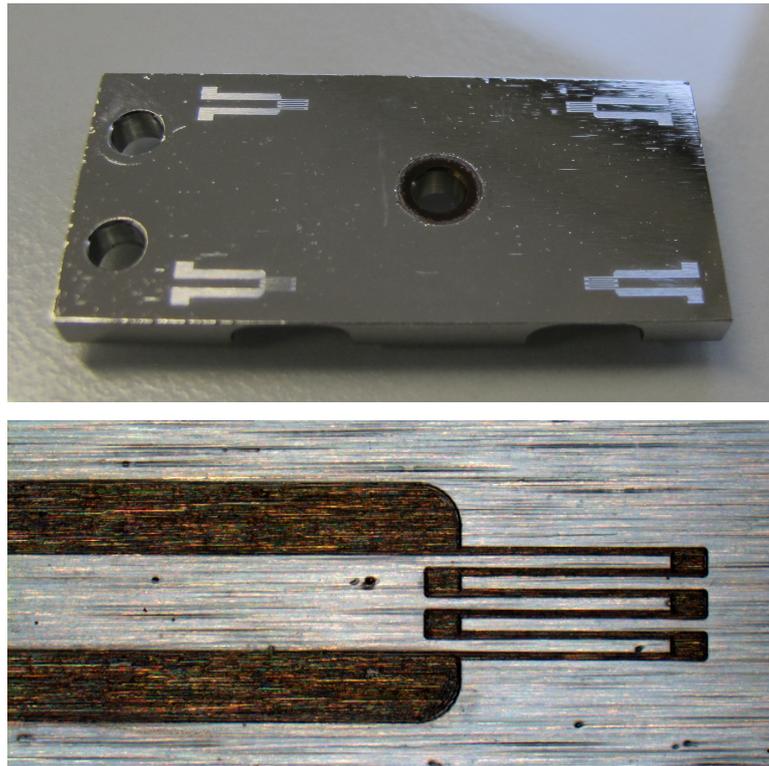


Abbildung 7.11: Fertig entwickelte Fotolack-Strukturen auf einem Verformungs-Probekörper (oben) und Detail einer Struktur (unten)

nachbearbeitet wurde. Ebenfalls gut sichtbar sind die klaren Kanten der Ränder des Fotolacks.

Ist die Entwicklung des Fotolacks beendet, wird der freiliegende Teil der Sensorschicht mit dem entsprechenden Ätzmittel entfernt. Das verwendete Schichtmaterial wird beispielsweise mit einer Ätzlösung auf Natriumperoxodisulfat-Basis geätzt. Auch hier ermöglicht eine einfache visuelle Kontrolle die Vollendung des Ätzvorgangs. Danach erfolgt ein Ablösen des noch vorhandenen Fotolacks auf den gewünschten Strukturen mit Aceton oder einem vergleichbaren Lösemittel. Nach Beendigung dieses Fertigungsschrittes erhält man die in Abbildung 7.12 gezeigten Strukturen auf dem Verformungskörper.

Der Verformungskörper ist nun mit insgesamt vier Dehnungssensoren an den zuvor mittels FEM ermittelten Positionen bestückt. Die Kontaktierung der Sensoren erfolgt über Lackdrähte, welche durch Löten an die Sensorschicht angebunden werden.

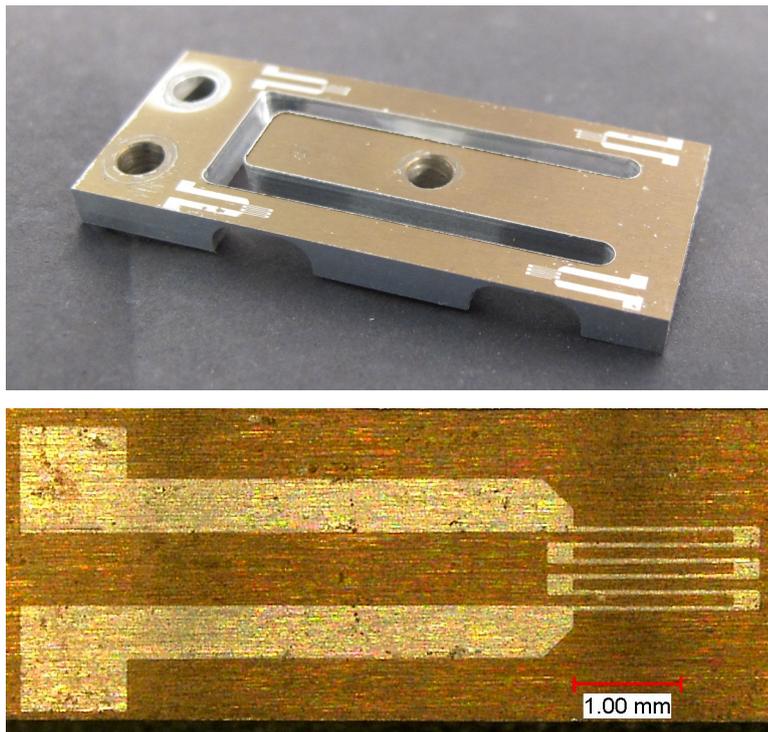


Abbildung 7.12: Verformungskörper fertig beschichtet und strukturiert (oben) und Detail einer Struktur (unten)

7.3 Charakterisierung des Kraftsensors

Um die Funktionsfähigkeit zu prüfen und eine Übereinstimmung zu den modellierten Werten aus dem vorherigen Abschnitt zu bestätigen, wurden praktische Untersuchungen am Kraftaufnehmer durchgeführt. Der nächste Abschnitt beschreibt zunächst den verwendeten Messaufbau und den Ablauf der Messungen. Im Anschluss werden die erzielten Messergebnisse dargestellt und bewertet [Sch15].

7.3.1 Aufbau und Durchführung der Messung

Der beschichtete und verdrahtete Kraftaufnehmer wird für die Messungen mit zwei Schrauben durch die Befestigungslöcher an einer passenden Aufnahme befestigt. Es entsteht eine axiale Kraftbelastung durch manuelles Auflegen von kalibrierten Einzelgewichten, direkt am zentralen Krafteinleitungspunkt. Die Befestigung des Kraftaufnehmers und die Verdrahtung sind in Abbildung 7.13 dargestellt.

Die Widerstands- beziehungsweise die Spannungsänderung wird mit einem Messverstärker „MX440A“ der Firma HBM gemessen und protokolliert. Es können sowohl einzelne Dehnungssensoren (Messung des elektrischen Widerstands) oder auch Viertel-, Halb-

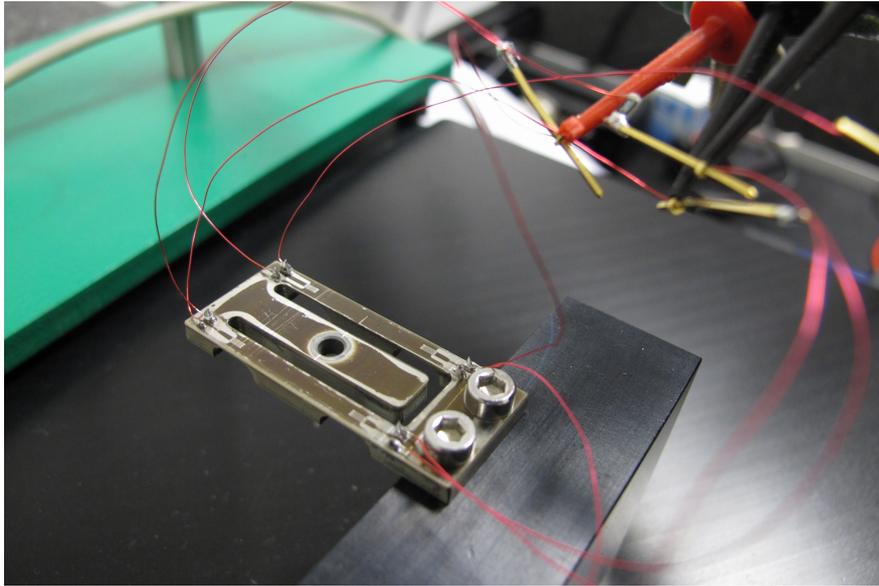


Abbildung 7.13: Messaufbau mit beschichtetem und verdrahtetem Kraftaufnehmer

oder Vollbrücken (Messung der elektrischen Spannungsänderung) angeschlossen werden.

Der Ablauf der Messung orientiert sich an der DIN EN ISO 376 „Metallische Werkstoffe – Kalibrierung der Kraftmessgeräte für die Prüfung von Prüfmaschinen mit einachsiger Beanspruchung“ [DIN EN ISO 376]. Es werden daher zwei Messreihen mit je acht Kraftstufen durchgeführt, welche über den gesamten Messbereich verteilt sind. Eine Messreihe besteht dabei aus den folgenden Punkten:

1. Verbinden der Sensorik zum Messverstärker und mindestens 30 min eingeschaltet, aber im Ruhezustand belassen
2. Messen des Nullwertes (ohne Last) für 30 s bei einem Intervall von 1 Hz
3. Auflegen der ersten Last und 30 s warten
4. Messwerte für 30 s bei einem Intervall von 1 Hz aufzeichnen, danach entlasten
5. Auflegen der nächsthöheren Last, wiederum 30 s warten
6. Messwerte für 30 s bei einem Intervall von 1 Hz aufzeichnen
7. Wiederholen der Schritte 5 und 6 bis die Höchstlast erreicht ist (in diesem Fall eine Masse von 100 g)
8. Entfernen der Masse, Wartezeit von 3 min
9. Beginn der zweiten Messreihe ab Punkt 2

Durch das Messintervall von 1 Hz erhält man pro Laststufe 30 Messwerte $R_{x,i}$ aus denen das arithmetische Mittel $R_{x,avg}$ gebildet wird:

$$R_{x,avg} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R_{x,i} \quad , \text{ mit } n = 30 \quad (7.9)$$

Die Standardabweichung $S_{R_{x,avg}}$ wird abgeschätzt durch:

$$S_{R_{x,avg}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (R_{x,i} - R_{x,avg})^2} \quad , \text{ mit } n = 30 \quad (7.10)$$

Die Raumtemperatur betrug bei allen Messungen konstant 22 °C.

Zunächst wurde nur die Widerstandsänderung eines einzelnen Sensors unter Belastung des Kraftaufnehmers gemessen. Im Anschluss wurden vier Sensoren eines Kraftaufnehmers zu einer Vollbrücke verschaltet. Diese Vorgehensweise ermöglichte das Verhalten eines Einzelsensors zu analysieren und mit den Messergebnissen der Vollbrücke zu vergleichen.

Fertigungsbedingt sind geringe Abweichungen von bis zu 10% zwischen den vier Sensorwiderständen auf einem Verformungskörper zu beobachten. Die Gründe dafür sind geringe Unterschiede in den Leiterbahnbreiten nach dem Nassätzschritt, sowie der Schichtdicke. Aber auch die Rauheit des Substrats und Übergangswiderstände an den Lötstellen können einen Einfluss haben. Für die Verschaltung der Sensoren zu einer Vollbrücke mussten diese daher über Präzisionswiderstände abgeglichen werden.

Tabelle 7.1 zeigt beispielhaft die vier Widerstandswerte der einzelnen Dehnungssensoren auf einem Verformungskörper. Der höchste Widerstand wurde hierbei als Referenz verwendet, während die anderen drei Sensoren auf diesen Wert angepasst wurden. Nach Anpassung der Widerstände verbleibt eine maximale Differenz von 0,04 Ω, ein für die Messung hinreichend kleiner Wert.

Die gewählte Speisespannung für die Vollbrückenmessung betrug $U_S = 5 \text{ V}$.

7.3.2 Ergebnisse und Bewertung

Wie im vorigen Abschnitt bereits erläutert, wurde zunächst nur die Messung an einem einzelnen Dehnungssensor durchgeführt. Das Ergebnis aus den zwei Messreihen wie in Abschnitt 7.3.1 beschrieben, ist in Abbildung 7.14 dargestellt. Im Diagramm wurde der gemessene Widerstand in Ohm über der aufgetragenen Last in Gramm aufgetragen.

| | R_{DMS} vor Anpassung | Differenz | R_{DMS} nach Anpassung |
|--------------|----------------------------|----------------|-----------------------------|
| DMS 1 | 449,99 Ω | 21,31 Ω | 471,30 Ω |
| DMS 2 | 417,16 Ω | 54,14 Ω | 471,27 Ω |
| DMS 3 | 471,30 Ω | Referenz | 471,30 Ω |
| DMS 4 | 440,80 Ω | 30,50 Ω | 471,31 Ω |

Tabelle 7.1: Widerstände der einzelnen Dehnungssensoren vor und nach der Widerstands-anpassung

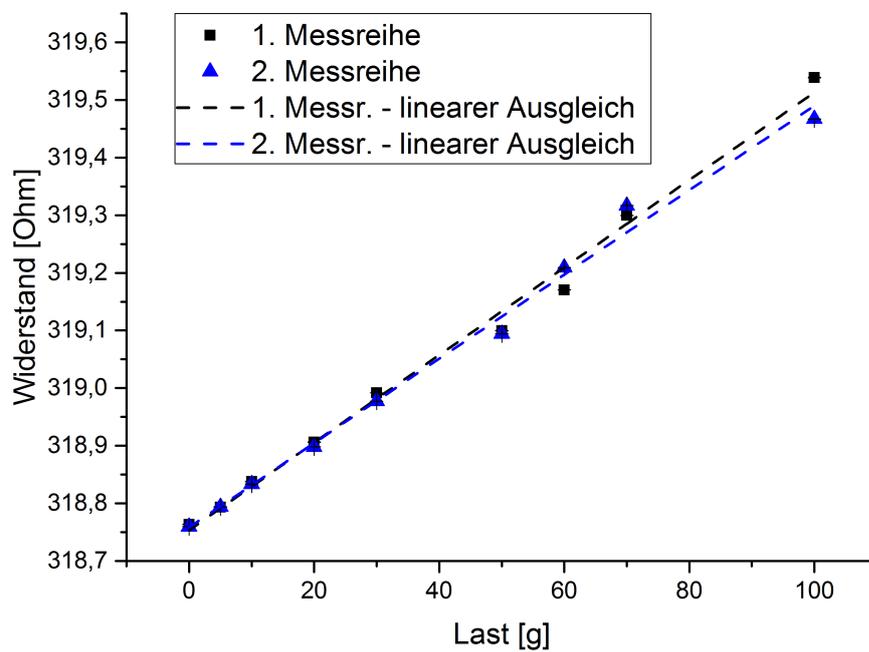


Abbildung 7.14: Gemessener Widerstand eines einzelnen Dünnschichtensors über der aufgetragenen Last

Neben den Einzelwerten aus den Messreihen wurden noch die entsprechenden linearen Ausgleichsgeraden in das Diagramm eingefügt. Die ermittelte Standardabweichung liegt bei allen Messwerten unterhalb von $0,6 \text{ m}\Omega$ und ist daher nicht im Diagramm sichtbar.

Der Dünnschichtsensor ist im gesamten, geforderten Lastbereich einsetzbar und zeigt die berechnete Widerstandsänderung. Die Messreihen zeigen darüber hinaus das gewünschte, lineare Verhalten des Dünnschichtensors.

Die Unterschiede der jeweiligen Messwerte aus den beiden Messreihen sind bis zu einer Last von 50 g nur marginal. Ab dieser Last ist eine Schwankung der Messwerte um die Ausgleichsgerade festzustellen. Auch die gemessenen Widerstandswerte weichen nun deutlich voneinander ab.

Durch das manuelle Auflegen der Gewichte kann es zu ungleichmäßigen Belastungen der einzelnen Verformungsbereiche kommen, wodurch die Unterschiede in den Messreihen erklärbar sind. Auch Temperaturschwankungen durch Luftzug o.ä. können sich bei der Verwendung eines einzelnen Sensors sehr deutlich auf den Messwert auswirken.

Durch die Verwendung einer Vollbrücke ist es grundsätzlich möglich, diese Effekte in Grenzen zu kompensieren. Die Messergebnisse der Messreihen mit Vollbrücke werden im Folgenden präsentiert. Sie wurde wieder durch den in Abschnitt 7.3.1 beschriebenen Ablauf vermessen.

Da die Vollbrücke als Wheatstonesche Brücke verschaltet ist, wird in diesem Fall die Differenzspannung U_D zur Speisespannung U_S gemessen. Die Dehnung ist wiederum über den sogenannten k-Faktor des DMS mit dem Verhältnis aus U_D und U_S verbunden. Für eine Vollbrücke folgt daher:

$$\frac{U_D}{U_S} = k \cdot \epsilon \quad (7.11)$$

Der k-Faktor ist ein materialabhängiger Wert und entspricht für Konstantan (und damit näherungsweise auch für die vorliegende CuNi-Legierung) einem Wert von ca. $2,05$.

Die gemessenen elektrischen Spannungsänderungen und das somit errechnete Ergebnis für die Dehnung wurde über der aufgebrachten Last im Diagramm in der Abbildung 7.15 aufgetragen. Neben den Werten zu den entsprechenden Gewichten aus den Messreihen wurden wiederum die entsprechenden linearen Ausgleichsgeraden in das Diagramm eingefügt. Die ermittelte Standardabweichung liegt für die jeweiligen Messwerte der Vollbrücke bei unterhalb von $0,05 \mu\text{m}/\text{m}$, was auf eine hohe Stabilität der Einzelmessungen hindeutet.

Wie bei der Messung des Einzelsensors ist ein sehr lineares Verhalten des Kraftaufnehmers erkennbar. Vielmehr noch ist eine außerordentlich gute Übereinstimmung der Messwerte

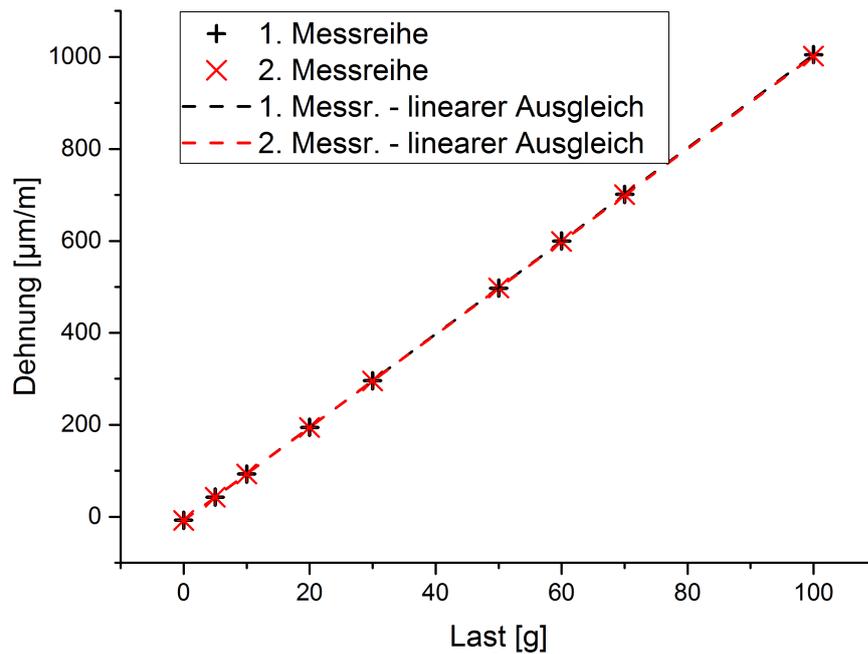


Abbildung 7.15: Ermittelte Dehnung der aufgetragenen Last des Kraftaufnehmers mit Vollbrückenschaltung

der jeweiligen Lastzustände bei den zwei Messreihen zu erkennen. Der Kraftaufnehmer erreicht eine Dehnung von etwa $1003,3 \mu\text{m/m}$ bei einer Last von 100 g. Dies entspricht somit fast perfekt der errechneten Dehnung von $1000 \mu\text{m/m}$ in Abschnitt 7.2.2 bei der geforderten Nennlast von 1 N.

Die bei den Messreihen des Einzelsensors aufgetretenen Abweichungen konnten bei der Vollbrücke im Rahmen des Notwendigen nicht gemessen werden. Beim Auflegen der einzelnen Gewichte zeigte der Sensor zudem sehr kurze Reaktionszeiten und ein gutes Dämpfungsverhalten beim Lastwechsel.

7.4 Zusammenfassung

Das Kapitel hat gezeigt, wie die elektrischen Isolationsschichten für Dünnschichtsensoren in der Metrologie eingesetzt werden können. Es wurde dargelegt, wie ein Kraftaufnehmer für eine Nennlast von 1 N hergestellt werden kann.

Dazu wurden zunächst verschiedene Strukturierungsverfahren vorgestellt und die Fotolithografie als geeignetes Verfahren identifiziert. Um eine kostengünstige Belichtung des Fotolacks auf dreidimensionalen Oberflächen zu ermöglichen, wurde zudem die Entwicklung einer Laserbelichtungsanlage unter Verwendung einer BlueRay-Laserdiode vorgestellt.

Für den Kraftaufnehmer wurde ein Verformungskörper mittels CAD entworfen und mit Hilfe der Finite Elemente Analyse auf den zu messenden Kraftbereich dimensioniert. Somit konnten die sensorischen Strukturen an die Verformungsbereiche angepasst und das Schichtmaterial ausgewählt werden. Ein weiterer Abschnitt beschreibt die vollständige Sensorfertigung, insbesondere der notwendigen Schritte zur Strukturierung.

Die Dehnungssensoren mit einer minimalen Strukturbreite von 50 μm zeigen ein lineares Verhalten über den gesamten Messbereich. Die korrekte theoretische Auslegung mittels FEM wurde durch die praktischen Versuche belegt.

Der Kraftaufnehmer in Dünnschichttechnik ist für Kräfte bis 1 N voll funktionstüchtig. Die gemessenen Abweichungen in der Größenordnung von $5 \cdot 10^{-5}$ sind, für das Prototypenstadium in dem sich der Sensor befindet, ein vielversprechender Wert. Es ist davon auszugehen, dass bei einer Messung unter optimalen Bedingungen noch deutlich bessere Werte erreichbar sind.

Leider ist eine Messung in einer Kraft-Normalmessenrichtung derzeit nicht für diesen Kraftbereich verfügbar. Die Konstruktion einer Kraft-Normalmessenrichtung bis zu einer Kraft von 200 mN wird in [Sch10] beschrieben, war aber zurzeit nicht für Versuche verfügbar. Die Validierung der sehr positiven Messergebnisse an diesem oder einem vergleichbaren Messsystem wird daher weiterhin angestrebt, um eine vollständige Abschätzung der Messunsicherheit durchführen zu können und damit eine Verbesserung zu bestehenden Systemen nachweisen zu können.

8 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden Untersuchungen an elektrisch isolierenden Schichten durchgeführt, welche mittels Magnetronspüterns auf Metallen aufgebracht wurden. Diese Schichten sollen geeignet sein um für die Dünnschichtsensorik als Trennschicht zwischen der elektrisch leitfähigen Sensorschicht und dem Substrat zu dienen.

Zielstellung der Arbeit ist daher eine für den beschriebenen Einsatzzweck hinreichende elektrische Isolation sowie eine gute Haftung zu erzielen, bei einer gleichzeitig möglichst geringen Schichtdicke, um den Einfluss auf das Messergebnis der Sensoren zu minimieren.

Zur Erarbeitung dieser Zielstellung und der Motivation für diese Arbeit wurde zunächst eine Einführung in die vorhandene Literatur und den Entwicklungsstand der Dünnschichtsensorik, auch auf alternativen, nicht-metallischen Substraten, gegeben. Somit konnte das Auftreten von Fehlstellen in den elektrisch isolierenden Schichten auf Metallen und der daraus resultierende Kurzschluss des Sensors zum Substrat als Kernproblem identifiziert werden.

Eine Analyse der vorhandenen Literatur zu verschiedenen Isolationsschichten hat verdeutlicht, dass es verschiedene Ansätze gegeben hat, dichte isolierende Schichten auch auf Metallen herzustellen. Jedoch zeigte sich, dass keine grundsätzliche Untersuchung zu diesem Thema und demnach auch keine allgemeingültige Lösung für eine Vielzahl metallischer Werkstoffe verfügbar ist. Es wird vielmehr auf einzelne Anwendungsgebiete und Einzelmaterialien eingegangen, für die spezielle Bearbeitungs- oder Beschichtungsverfahren beschrieben werden. Insbesondere werden hochglanzpolierte Oberflächen, Multilayer-Schichten oder Schichten mit einer Dicke über $5\ \mu\text{m}$ als Notwendigkeit für eine isolierende Schicht genannt.

Für diese Arbeit wurden bewusst zwei Schichtmaterialien, Silizium- und Aluminiumoxid, verwendet, da diese bereits eine große Verbreitung für die Verwendung als Isolationsschicht erlangt haben. Beide werden standardmäßig in der Halbleiterindustrie eingesetzt und sind für die Isolation von Metallen, auch in den bereits vorhandenen Untersuchungen, häufig verwendet worden.

Als Substratmaterialien wurden der Vergütungsstahl 1.3505 (100Cr6), die Titanlegierung 3.7164 (Ti6Al4V) und die Aluminiumlegierung 3.1645 (AlCuMgPb) verwendet. Durch die breite Streuung der Materialien aber auch deren jeweils große Verbreitung soll eine Übertragbarkeit der erzielten Ergebnisse auf weitere Werkstoffen sichergestellt werden.

Zur Evaluierung von insgesamt zehn Parametern und deren Einfluss auf das System aus Schicht und Substrat, bei gleichzeitig begrenzter Versuchsanzahl, wurde die statistische Versuchsplanung als Methode angewandt. Die Abscheidung der Schichten erfolgte mittels hochfrequentem Magnetronspütern in einem nicht-reaktiven Prozess. Die Isolation der Schichten wurde durch Messung des Durchgangswiderstands vom Substrat zu einzelnen Messpunkten bestimmt, welche auf der Isolationsschicht abgeschieden wurden. Den größten Einfluss auf die Isolation zeigten dabei das verwendete Substratmaterial, dessen Oberflächenbearbeitung und, als Verbindung aus mehreren Faktoren, die Schichtdicke.

Auf der Basis dieses Ergebnisses wurden detailliertere Untersuchungen durchgeführt, indem Probekörper aus allen drei genannten Werkstoffen mit gedrehten sowie polierten Oberflächen mit Silizium- und Aluminiumoxid beschichtet wurden. Hierbei wurden Schichtdicken im Bereich von 300 nm bis 4000 nm untersucht. Die in den oben genannten Versuchen identifizierten Einflüsse haben sich auch hier bestätigt. So hat die Schichtdicke einen relevanten Einfluss auf die elektrische Isolation der metallischen Probekörper, es zeigt sich aber insbesondere auch eine sehr starke Abhängigkeit in Bezug auf das Substrat und dessen Oberfläche.

Mit der verwendeten Beschichtungstechnologie konnten jedoch nicht alle untersuchten Kombinationen aus Substrat und Oberflächenbearbeitung mit der maximalen Schichtdicke sicher isoliert werden. Entgegen der bisherigen Vermutung zeigten zudem die polierten Oberflächen der Aluminiumlegierung und der Stahl-Probekörper keine besseren, sondern schlechtere Isolationswerte als die Schichten auf gedrehten Oberflächen.

Eine daran angeschlossene, eingehende Untersuchung der unterschiedlichen Oberflächen hat ergeben, dass die schlecht zu isolierenden Probekörper eine unregelmäßige bis unruhige Mikrostruktur der Oberfläche aufweisen. An Hand der vorliegenden Daten wird dies durch die Bestandteile der jeweiligen Legierungen und dem anschließenden Polierprozess hervorgerufen. Es ist davon auszugehen, dass die Spitzen welche aus der Oberfläche heraus treten, ein dichtes Schichtwachstum und damit eine vollständige Isolierung behindern. Dies tritt auch bei Schichten auf, die deutlich dicker als die ermittelten Erhöhungen der Oberflächen sind.

Um den Einfluss eines veränderten Schichtwachstums zu analysieren wurden im weiteren Aluminiumoxid-Schichten mittels eines hochionisierten Plasmas abgeschieden (HiPIMS). Laut Literatur soll die höhere Ionisierung zu einer größeren Mobilität der abgeschiedenen

Teilchen und somit zu einem dichteren Schichtwachstum, auch an Fehlstellen der Substratoberfläche, führen. Die erzielten Ergebnisse der reaktiv abgeschiedenen elektrischen Isolationsschichten zeigen ein ähnliches Bild. So führte die Verwendung der HiPIMS-Technologie zu einer deutlich verbesserten Isolation auf allen Substraten und Oberflächen, bei gleichzeitig erhöhter Schichtrate.

Eine Analyse der Stöchiometrie der abgeschiedenen Schichten zeigte nur sehr gering überstöchiometrische Schichten bei der HF-Abscheidung und stöchiometrische Aluminiumoxid-Schichten bei der HiPIMS-Abscheidung. Die Beobachtungen des Schichtwachstums an Bruchflächen der Schichten korrelierten mit den ermittelten Durchgangswiderständen. Die gut isolierenden Schichten zeigten einen sehr kompakten Aufbau mit einem amorphen, möglicherweise auch sehr feinkristallinen Schichtwachstum. Insbesondere die HiPIMS-Schichten zeigten eine nochmals verbesserte Haftung zum Substrat.

Die Ergebnisse haben somit gezeigt, dass mittels Magnetronspütern dichte elektrische Isolationsschichten für die Anwendung der Dünnschichtsensorik abgeschieden werden können. Die dafür entscheidenden Einflussparameter wurden identifiziert und eine dafür funktionale Beschichtungstechnologie angewandt. Es zeigte sich zudem, dass nicht alle Metalle gleichermaßen für die Applikation einer Isolationsschicht geeignet sind. Das oftmals aufwändige Polieren der Oberfläche ist, nach den vorliegenden Erkenntnissen mit einem Standard-Poliervorgang, nicht zwingend notwendig. Dieser zusätzliche Fertigungsschritt kann zu einer Verbesserung der Isolation führen – er bewirkt bei manchen Werkstoffen jedoch, wie nachgewiesen, den genau gegenteiligen Effekt.

Einen deutlichen Unterschied macht hingegen eine hohe Ionisierung im Abscheidungsprozess, mit dem ein dichtes Schichtwachstum und eine regelmäßige Verbesserung der Isolation erreicht wurde. Für alle untersuchten Kombinationen aus metallischem Substrat und Oberflächenbearbeitung konnten Schichtdicken unter $2\ \mu\text{m}$ für eine vollständige elektrische Isolation ermittelt werden. Die geringste Schichtdicke für die elektrische Isolation wurde bei den polierten Probekörpern der Titanlegierung (3.7164) mit einer Schichtdicke von etwa 300 nm erreicht.

Die Arbeit schließt mit der Vorstellung einer Anwendung dünner, elektrisch isolierender Schichten für Dünnschichtsensoren zur Messung kleiner Kräfte bis 1 N ab. Wie die Auslegung des Kraftaufnehmers zeigt, sind insbesondere Dünnschichtsensoren aufgrund ihrer Miniaturisierbarkeit für die Verwendung bei kleinen Kräften und den dabei schmalen Verformungsbereichen von Vorteil. Neben den einzelnen Bearbeitungsschritten wurde eine, für die fotolithographische Strukturierung der Sensoren entwickelte, BlueRay-Laserbelichtungsanlage vorgestellt.

Mit vier applizierten und strukturierten Dehnungssensoren auf einem Verformungskörper konnten für einen Prototypen sehr gute Ergebnisse erzielt werden. So zeigte der Sen-

sor ein ausgesprochen lineares Verhalten und erreichte die berechnete Dehnung von ca. $1000 \mu\text{m}/\text{m}$, bei einer Abweichung in der Größenordnung von $5 \cdot 10^{-5}$. Es konnte zudem ein gutes Dämpfungs- und schnelles Ansprechverhalten beobachtet werden.

In zukünftigen Arbeiten könnten weitere Schichtmaterialien zur elektrischen Isolation im Hinblick auf noch geringere Schichtdicken untersucht werden. So zeigten beispielsweise die Siliziumoxid-Schichten im HF-Prozess bessere Werte als die Aluminiumoxid-Schichten. Ob dies auch für die Abscheidung im HiPIMS-Prozess zutrifft, wurde in dieser Arbeit nicht analysiert. Eine weitere Möglichkeit stellt die Abscheidung von Multilayer-Schichtsystemen dar.

Mit dem hier erarbeiteten Wissen zu den Abhängigkeiten der elektrischen Isolation der Schicht von der Mikrostruktur des Substratmaterials und dessen Bearbeitung, kann eine Weiterentwicklung der Fertigungstechnologien angestrebt werden. Eine Anpassung der Dreh- oder Polierparameter ist eine potentielle Variante zur Vermeidung von Fehlstellen in der Schicht. Auch alternative Bearbeitungstechnologien wie etwa das Elektropolieren könnten angewandt werden um unerwünschte Spitzen auf den Substratoberflächen zu glätten. Hierfür würde sich unter anderem die Verwendung von Edelstählen anbieten.

Neben den bereits beschriebenen weiteren Entwicklungsvarianten sind zudem Untersuchungen notwendig, ob die Schichten in dieser Qualität und mit den beschriebenen Maßnahmen auch in großen Beschichtungsanlagen für industrielle Anwendungen abgeschieden werden können.

Um den Einfluss von Veränderungen der Materialstruktur und der Oberflächenbeschaffenheit der Metalle unter Temperatureinfluss und dadurch möglicherweise ausgelöste Schädigungen der Schicht auszuschließen, sollten Tests zur Langzeitstabilität der Schichten ausgeführt werden. Diese Versuche können zudem erweitert werden, um die Haltbarkeit und Robustheit der Schichten bei äußerer Lasteinwirkung und abrasivem Verschleiß zu ermitteln.

Im Bereich der Dünnschichtsensorik müssen die bereits vielversprechenden Messergebnisse noch untermauert werden. Hierfür bieten sich, wenn möglich, direkte Vergleiche mit konventionell verwendeten Sensoren an. Eine Verifikation der vorgestellten Ergebnisse des Kraftsensors für kleine Kräfte an einer Kraft-Normalmeseinrichtung oder einer alternativen, rückgeführten Anlage steht ebenfalls aus. Ebenso ist eine fundierte Untersuchung des dynamischen Verhaltens des Sensors wünschenswert.

Bisher nicht untersucht wurde der tatsächliche Einfluss der Schichtdicke der Isolations-schicht auf das Messergebnis hochpräziser Dünnschichtsensoren. Daraus könnte eine

maximale Schichtdicke für eine bestimmte Genauigkeitsklasse des Sensors abgeleitet werden.

Die weiteren Anwendungsmöglichkeiten im Bereich der Metrologie sind fast unbegrenzt. Zwei Beispiele sollen dennoch an dieser Stelle genannt werden. Erstens können die Sensoren in besonderer Weise auch auf dreidimensional gekrümmten Oberflächen aufgebracht werden, was insbesondere durch den direkten, atomaren Kontakt des Sensors zum Bauteil zu ganz neuen Messszenarien führen kann. So könnten tatsächliche Verformungen in Bereichen gemessen werden, an denen bisher numerische Abschätzungen vorgenommen wurden, wie etwa an kleinen Festkörpergelenken. Auch die Vorhersage eines vorzeitigen Bruchs und damit Ausfalls des Gelenks oder einer vergleichbaren Anwendung könnte so getroffen werden. Zweitens verspricht die Verwendung als Temperatursensor durch seine direkte Anbindung, die minimale Veränderung der Oberfläche und die äußerst geringe Masse eine optimale Annäherung des Messwertes an die tatsächliche Temperatur der Oberfläche.

Die hier vorgestellten Ergebnisse zu elektrischen Isolationsschichten auf metallischen Substraten bieten die Grundlage für die weiteren Forschungs- und Entwicklungsarbeiten.

Literatur

- [Ala05] J. Alami, P. O. A. Persson, D. Music, J. T. Gudmundsson, J. Bohlmark und U. Helmersson. „Ion-assisted physical vapor deposition for enhanced film properties on nonflat surfaces“. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 23 (2005), S. 278. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.1861049. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1861049>.
- [AMA14] AMA Fachverband für Sensorik e.V. *Sensor-Trends 2014 – Trends in zukunftsorientierten Sensortechnologien*. 2014.
- [Ars94] K. Arshak, F. Ansari, D. Collins und R. Perrem. „Characterisation of a thin-film/thick-film strain gauge sensor on stainless steel“. *Materials Science and Engineering: B*, 26 (Aug. 1994), S. 13–17. ISSN: 0921-5107. DOI: 10.1016/0921-5107(94)90180-5. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0921-5107\(94\)90180-5](http://dx.doi.org/10.1016/0921-5107(94)90180-5).
- [Ast04] M. Astrand, T. Selinder, F. Fietzke und H. Klostermann. „PVD-Al₂O₃-coated cemented carbide cutting tools“. *Surface and Coatings Technology*, 188-189, (Nov. 2004), S. 186–192. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.08.021. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.08.021>.
- [Aur10] J. C. Aurich. „Strukturgrößen unter 10 µm wirtschaftlich fertigen“. *Maschinenmarkt*, 26, (2010), S. 28–31.
- [Bel02] A. Belkind, W. Song, G. McDonough und R. Scholl. „Biased Dual Magnetron Sputter Deposition of Alumina“. *45th Annual Technical Conference Proceedings*. Society of Vacuum Coaters, 2002, S. 184–189.
- [Ber06] H. Berns und W. Theisen. *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen*. 3., vollst. neu bearb. u. erw. Aufl. Springer, Juni 2006. ISBN: 9783540297925.
- [Bet81] K. Bethe und D. Schön. „Meßaufnehmer mit Dünnschicht-Dehnungsmeßstreifen“. *Philips technische Rundschau*, 39 (1980/81), S. 117–125.
- [Bie06] S. Biehl, H. Lüthje, R. Bandorf und J.-H. Sick. „Multifunctional thin film sensors based on amorphous diamond-like carbon for use in tribological applications“. *Thin Solid Films*, 515 (Nov. 2006), S. 1171–1175. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2006.07.143. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2006.07.143>.
- [Bie10a] S. Biehl. „Entwicklung von Dünnschichtsensoren auf Basis piezoresistiver Kohlenwasserstoffschichten“. Diss. TU Braunschweig, 2010.

- [Bie10b] S. Biehl. „Piezoresistive Dünnschichtsensorik auf Basis amorpher Kohlenwasserstoffschichten und ihr Anwendungspotenzial“. *Jahrbuch Oberflächentechnik*. Hrsg. von R. Suchentrunk. Bd. 66. Leuze Verlag, 2010, S. 324–330.
- [Bob06] K. Bobzin, E. Lugscheider, M. Maes und C. Pinero. „Relation of hardness and oxygen flow of Al₂O₃ coatings deposited by reactive bipolar pulsed magnetron sputtering“. *Thin Solid Films*, 494 (Jan. 2006), S. 255–262. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2005.08.162. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2005.08.162>.
- [Bob10] K. Bobzin, N. Bagcivan und M. Ewering. „Influence of different pulse parameters on the deposition of Al₂O₃. Einfluss verschiedener Pulsparameter auf die Abscheidung von Al₂O₃“. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 41 (Juli 2010), S. 670–674. ISSN: 0933-5137. DOI: 10.1002/mawe.201000653. URL: <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.201000653>.
- [Bra64] A. Bray und M. Plassa. „The strain sensitivity of Ge and Cr-Si thin films deposited under vacuum“. *ACTA IMEKO 194*. 1964.
- [Bra92] T. Bravo, A. Tersalvi und A. Tosi. „Comparison of SiO_x and polyimide as a dielectric layer on stainless steel in thin-film pressure sensor manufacture“. *Sensors and Actuators A: Physical*, 32 (Apr. 1992), S. 611–615. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(92)80052-5. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247\(92\)80052-5](http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247(92)80052-5).
- [Bud86] R. C. Budhani, S. Prakash und R. F. Bunshah. „Thin-film temperature sensors for gas turbine engines: Problems and prospects“. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 4 (Nov. 1986), S. 2609. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.573735. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.573735>.
- [Buß08] A. Buß, J. Illemann, R. Kumme, D. Hagedorn, R. Meeß und F. Löffler. „Entwicklung und Untersuchung von Kraftaufnehmern zur hochgenauen Messung statischer und dynamischer Kräfte“. *Sensoren und Messsysteme 2008*. VDI-Berichte 2011. 2008.
- [Cho03] K. Choy. „Chemical vapour deposition of coatings“. *Progress in Materials Science*, 48 (2003), S. 57–170. ISSN: 0079-6425. DOI: 10.1016/S0079-6425(01)00009-3. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425\(01\)00009-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425(01)00009-3).
- [Dav66] P. D. Davidse. „Dielectric Thin Films through rf Sputtering“. *Journal of Applied Physics*, 37 (1966), S. 574. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.1708218. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1708218>.
- [Dei08a] M. Deilmann. „Silicon oxide permeation barrier coating and sterilization of PET bottles by pulsed low-pressure microwave plasmas“. Diss. Ruhr-Universität Bochum, 2008.
- [Dei08b] M. Deilmann, S. Theiß und P. Awakowicz. „Pulsed microwave plasma polymerization of silicon oxide films: Application of efficient permeation barriers on polyethylene terephthalate“. *Surface and Coatings Technology*, 202 (Feb. 2008), S. 1911–1917. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2007.08.034. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.08.034>.

- [Des82] C. Deshpandey und L. Holland. „Preparation and properties of Al₂O₃ films by d.c. and r.f. magnetron sputtering“. *Thin Solid Films*, 96 (Okt. 1982), S. 265–270. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(82)90251-6. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(82\)90251-6](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(82)90251-6).
- [Des96] S. C. Deshmukh. „Investigation of low temperature SiO₂ plasma enhanced chemical vapor deposition“. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 14 (März 1996), S. 738. DOI: 10.1116/1.588707. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.588707>.
- [DIN 17862] *DIN 17862: Stangen aus Titan und Titanlegierungen - Technische Lieferbedingungen*. Norm. März 2012.
- [DIN EN 573-3] *DIN EN 573-3: Aluminium und Aluminiumlegierungen – Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug – Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen*. Norm. Aug. 2009.
- [DIN EN ISO 376] *DIN EN ISO 376: Metallische Werkstoffe – Kalibrierung der Kraftmessgeräte für die Prüfung von Prüfmaschinen mit einachsiger Beanspruchung*. Norm. Sep. 2011.
- [DIN EN ISO 683-17] *DIN EN ISO 683-17: Für eine Wärmebehandlung bestimmte Stähle, legierte Stähle und Automatenstähle – Teil 17: Wälzlagerstähle*. Norm. Apr. 2000.
- [Ehi02] A. Ehiasarian, R. New, W.-D. Münz, L. Hultman, U. Helmersson und V. Kouznetsov. „Influence of high power densities on the composition of pulsed magnetron plasmas“. *Vacuum*, 65 (Apr. 2002), S. 147–154. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/S0042-207X(01)00475-4. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X\(01\)00475-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X(01)00475-4).
- [Erk10] G. Erkens, J. Vetter, J. Müller, T. auf dem Brinke, M. Fromme und A. Mohnfeld. *Plasmagestützte Oberflächenbeschichtung: Verfahren, Anlagen, Prozesse und Anwendungen*. Bd. 329. Die Bibliothek der Technik. Landsberg/Lech: Verl. Moderne Industrie, 2010. ISBN: 978-3-86236-007-9.
- [Ewe12] M. Ewering. „Synthese, thermische Stabilität und tribologisches Verhalten nanokristalliner γ -Al₂O₃-Schichten für die Zerspanung“. Diss. RWTH Aachen, 2012.
- [Fah08] S. Fahlbusch. „Entwicklung integrierbarer Mikrokraftsensoren für die roboterbasierte Mikro- und Nanohandhabung“. Diss. Universität Oldenburg, 2008.
- [Fra08] P. Frach, H. Bartzsch, D. Glöß, M. Fahland und F. Händel. „Electrically insulating Al₂O₃ and SiO₂ films for sensor and photovoltaic applications deposited by reactive pulse magnetron sputtering, hollow cathode arc activated deposition and magnetron-PECVD“. *Surface and Coatings Technology*, 202 (Aug. 2008), S. 5680–5683. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2008.06.043. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.06.043>.

- [Fre11] A. Frey, X. Li, T. Hehn, M. Thewes, D. Wagner, J. Seidel, M. Schreiter, M. Schienle, Y. Manoli, G. Scholl und I. Kühne. „Energieautarke Mikrosysteme für automobiler Anwendungen“. *MikroSystemTechnik Kongress 2011: Proceedings*. VDE-Verlag, 2011, S. 297–300.
- [Fri09] S. Fricke, A. Friedberger und U. Schmid. „The influence of plasma power on the temperature-dependant conductivity and on the wet chemical etch rate of sputter-deposited alumina thin films“. *Surface and Coatings Technology*, 203 (Juni 2009), S. 2830–2834. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2008.12.030. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.12.030>.
- [Fri10a] S. Fricke. *Funktionale Dünnschichten und deren Anwendung in Hochtemperatur-Drucksensoren*. Aachen: Shaker, 2010. ISBN: 9783832291891.
- [Fri10b] S. Fricke, A. Friedberger, G. Müller, W. Brode, H. Seidel und U. Schmid. „Electrical Performance of Alumina Thin Films for High-Temperature Pressure Cells With a Metallic Body“. *IEEE Sensors J.* 10 (Mai 2010), S. 918–923. ISSN: 1558-1748. DOI: 10.1109/jsen.2009.2036447. URL: <http://dx.doi.org/10.1109/JSEN.2009.2036447>.
- [Gar93a] A. Garcia-Alonso, J. Artazcoz, E. Castano, I. Obieta und F. Gracia. „Mechanical and electrical properties of SiO₂ thin films r.f. sputtered on non-silicon substrates for mechanical sensors“. *Sensors and Actuators A: Physical*, 37-38, (Juni 1993), S. 57–60. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(93)80012-6. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247\(93\)80012-6](http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247(93)80012-6).
- [Gar93b] A. Garcia-Alonso, X. Huizti, E. Castano, I. Obieta und F. Gracia. „An optimized preparation process of stainless-steel substrates and their application to thin-film high pressure sensors“. *Sensors and Actuators A: Physical*, 37-38, (Juni 1993), S. 703–707. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(93)80119-2. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247\(93\)80119-2](http://dx.doi.org/10.1016/0924-4247(93)80119-2).
- [Ger12] H. Gerdes, R. Bandorf, D. Loch und G. Bräuer. „Reactive Sputter Deposition of Alumina Coatings“. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 39, (Sep. 2012), S. 012009. ISSN: 1757-899X. DOI: 10.1088/1757-899X/39/1/012009. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899X/39/1/012009>.
- [Gro09] J. Großmann. „Einfluß von Plasmabehandlungen auf die Haftfestigkeit vakuumtechnisch hergestellter Polymer-Metall-Verbunde“. Diss. Technische Universität Erlangen und Nürnberg, 2009.
- [Gud12] J. T. Gudmundsson, N. Brenning, D. Lundin und U. Helmersson. „High power impulse magnetron sputtering discharge“. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 30 (2012), S. 030801. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.3691832. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.3691832>.
- [Hag07] D. Hagedorn, R. Meeß und F. Löffler. „Fabrication of Sputtered Resistance Strain Gauges on Curved Surfaces“. *Proceedings of the 7th euspen International Conference – Bremen - May 2007*. 2007.

- [Hal12] M. Hala, J. Capek, O. Zabeida, J. E. Klemberg-Sapieha und L. Martinu. „Hysteresis-free deposition of niobium oxide films by HiPIMS using different pulse management strategies“. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 45 (Jan. 2012), S. 055204. ISSN: 1361-6463. DOI: 10.1088/0022-3727/45/5/055204. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/45/5/055204>.
- [Han09] J. G. Han. „Recent progress in thin film processing by magnetron sputtering with plasma diagnostics“. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 42 (Jan. 2009), S. 043001. ISSN: 1361-6463. DOI: 10.1088/0022-3727/42/4/043001. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/42/4/043001>.
- [Har34] L. Harris und E. A. Johnson. „The Technique of Sputtering Sensitive Thermocouples“. *Review of Scientific Instruments*, 5 (1934), S. 153. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.1751817. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1751817>.
- [Hat82] T. Hattori, Y. Utsugi und H. Yamauchi. „Detection of pinholes in R.F.-diode-sputtered SiO₂ films“. *Thin Solid Films*, 97 (Nov. 1982), S. 231–235. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(82)90457-6. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(82\)90457-6](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(82)90457-6).
- [Hec09] U. Heckmann, R. Bandorf, H. Gerdes, M. Lübke, S. Schnabel und G. Bräuer. „New materials for sputtered strain gauges“. *Procedia Chemistry*, 1 (Sep. 2009), S. 64–67. ISSN: 1876-6196. DOI: 10.1016/j.proche.2009.07.016. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.proche.2009.07.016>.
- [Her02] K. Herz, F. Kessler, R. Wächter, M. Powalla, J. Schneider, A. Schulz und U. Schumacher. „Dielectric barriers for flexible CIGS solar modules“. *Thin Solid Films*, 403-404, (Feb. 2002), S. 384–389. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/S0040-6090(01)01516-4. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090\(01\)01516-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090(01)01516-4).
- [Her03] K. Herz, A. Eicke, F. Kessler, R. Wächter und M. Powalla. „Diffusion barriers for CIGS solar cells on metallic substrates“. *Thin Solid Films*, 431-432, (Mai 2003), S. 392–397. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/S0040-6090(03)00259-1. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090\(03\)00259-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090(03)00259-1).
- [Hof] K. Hoffmann. *Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmessstreifen*.
- [Hof11] M. Hofmann. „Entwicklung und Validierung eines Bewertungsmodells für Projekte der statischen Versuchsplanung“. Diss. Technische Universität Berlin, 2011.
- [Huf04] H. Huff und D. Gilmer, Hrsg. *High Dielectric Constant Materials: VLSI MOSFET Applications (Springer Series in Advanced Microelectronics)*. 2005. Aufl. Springer, Dez. 2004. ISBN: 9783540210818. URL: <http://amazon.com/o/ASIN/3540210814/>.
- [Huf83] W. Hufnagel, Hrsg. *Aluminium-Taschenbuch*. 14. Aluminium-Zentrale, Düsseldorf, 1983.

- [Imk12] D. Imkamp, R. Schmitt und J. Berthold. „Blick in die Zukunft der Fertigungsmesstechnik“. *tm - Technisches Messen*, 79 (Okt. 2012), S. 433–439. DOI: 10.1524/teme.2012.0251. URL: <http://dx.doi.org/10.1524/teme.2012.0251>.
- [Jia07] Y. Jia und G. Araya. „Numerical analysis of the design parameters on the performance of thin film temperature sensors“. *Measurement Science and Technology*, 18 (Juni 2007), S. 2268–2274. ISSN: 1361-6501. DOI: 10.1088/0957-0233/18/7/062. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/18/7/062>.
- [Kar92] A. Karaus und H. Paul. „Load cells with small nominal load based on strain gauges using thin-film techniques“. *Measurement*, 10 (Juli 1992), S. 133–139. ISSN: 0263-2241. DOI: 10.1016/0263-2241(92)90009-s. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0263-2241\(92\)90009-s](http://dx.doi.org/10.1016/0263-2241(92)90009-s).
- [Kel00] P. Kelly und R. Arnell. „Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications“. *Vacuum*, 56 (März 2000), S. 159–172. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/S0042-207X(99)00189-x. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X\(99\)00189-x](http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X(99)00189-x).
- [Kha85] M. Khan. „Sputter deposition of dielectric films using a magnetic field for protection from high energy electrons“. *Thin Solid Films*, 124 (Feb. 1985), S. 55–58. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(85)90028-8. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(85\)90028-8](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(85)90028-8).
- [Kie93] G. Kienel, Hrsg. *Vakuumbeschichtung 4: Anwendungen. Teil I*. VDI Verlag, 1993.
- [Kle93] G. Kleer und W. Döll. „Untersuchungen zum Einfluß von Schichtherstellparametern auf Hochtemperatur- und Verschleißverhalten von PVD-Schichten“. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 24 (März 1993), S. 80–85. ISSN: 1521-4052. DOI: 10.1002/mawe.19930240305. URL: <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.19930240305>.
- [Kna95] S. Knappe, C. Elster und C. Aßmann. *Einsatz von Methoden der Versuchsplanung am Beispiel der Herstellung von Niob-Dünnschichten*. PTB-Berichte EW-7. Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 1995.
- [Kön83] M. Königer, G. Reithmeier und M. Simon. „Ion beam sputter deposition of thin insulating layers for applications in highly loaded contacts“. *Thin Solid Films*, 109 (Nov. 1983), S. 19–25. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(83)90027-5. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(83\)90027-5](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(83)90027-5).
- [Kos98] K. Koski, J. Hölsä und P. Juliet. „Voltage controlled reactive sputtering process for aluminium oxide thin films“. *Thin Solid Films*, 326 (Aug. 1998), S. 189–193. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/S0040-6090(98)00546-x. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090\(98\)00546-x](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090(98)00546-x).
- [Kos99] K. Koski, J. Hölsä und P. Juliet. „Deposition of aluminium oxide thin films by reactive magnetron sputtering“. *Surface and Coatings Technology*, 116-119, (Sep. 1999), S. 716–720. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/S0257-8972(99)00087-0. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00087-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00087-0).

- [Kou06] „Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials“. Hrsg. von C. Koughia, S. Kasap und P. Capper. 2007. Aufl. Springer, Okt. 2006. Kap. 28, S. 625–657. ISBN: 9780130210289.
- [Kou99] V. Kouznetsov, K. Macak, J. M. Schneider, U. Helmersson und I. Petrov. „A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities“. *Surface and Coatings Technology*, 122 (Dez. 1999), S. 290–293. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/S0257-8972(99)00292-3. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00292-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00292-3).
- [Kyr03] O. Kyrlyov, R. Cremer und D. Neuschütz. „Deposition of alumina hard coatings by bipolar pulsed PECVD“. *Surface and Coatings Technology*, 163-164, (Jan. 2003), S. 203–207. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00482-6. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00482-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00482-6).
- [Ley85] T. Leyendecker. „Über neuartige Schneidwerkzeugbeschichtungen auf Titan- und Aluminiumbasis“. Diss. RWTH Aachen, 1985.
- [Li11] Y.-q. Li, Z.-n. Yu, J. Leng, D.-p. Zhang, S. Chen und G. Jin. „Electrical insulation and bending properties of SiO_x barrier layers prepared on flexible stainless steel foils by different preparing methods“. *Thin Solid Films*, 519 (Apr. 2011), S. 4234–4238. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2011.02.075. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2011.02.075>.
- [Li12] Y.-q. Li, Z.-n. Yu, J. Leng, H.-q. Wang, S. Chen, Y.-h. Dong und G. Jin. „Dielectric properties and resistance to fatigue failure of different barrier layers prepared on flexible stainless-steel foils by ion-beam assisted deposition“. *Thin Solid Films*, 520 (Aug. 2012), S. 6556–6560. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.06.073. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2012.06.073>.
- [Lin09] J. Lin, J. Moore, W. Sproul, B. Mishra, J. Rees, Z. Wu, R. Chistyakov und B. Abraham. „Ion energy and mass distributions of the plasma during modulated pulse power magnetron sputtering“. *Surface and Coatings Technology*, 203 (2009), S. 3676–3685. ISSN: 0257-8972. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.05.048>. URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897209004897>.
- [Löf00] F. Löffler. „Functional metal-based coatings on ceramic substrates“. *Surface and Coatings Technology*, 132 (Okt. 2000), S. 222–227. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/S0257-8972(00)00868-9. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00868-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00868-9).
- [Löf03] F. Löffler, C. Siewert und C. Ascher. „Manganin thin film sensor for force sensing“. *Surface and Coatings Technology*, 174-175, (Sep. 2003), S. 1287–1292. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00461-4. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00461-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00461-4).
- [Loh12] R. Lohrer. „Das Gesamtpaket muss stimmen! Bei der Oberflächentemperaturmessung liegt die Tücke im Detail“. *Sensor Magazin*, 1, (2012), S. 9–10.

- [Lun10] D. Lundin. „The HiPIMS Process“. Diss. Linköping University, 2010.
- [Lüt07] G. Lütjering und J. C. Williams. *Titanium (Engineering Materials and Processes)*. 2nd. Springer, Juni 2007. ISBN: 9783540713975. URL: <http://amazon.com/o/ASIN/3540713972/>.
- [Mar06] V. G. Marathe, Y. Stefanov, U. Schwalke und N. DasGupta. „Study of pinholes in ultrathin SiO₂ by C-AFM technique“. *Thin Solid Films*, 504 (Mai 2006), S. 11–14. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2005.09.019. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2005.09.019>.
- [Mäu09] S. Mäuselein. *Untersuchungen an Silizium-Verformungskörpern für die Anwendung in der Präzisions-Kraftmess- und Wägetechnik*. Bremerhaven: Wirtschaftsverl. N. W., Verl. für neue Wiss, 2009. ISBN: 9783865099945.
- [Mer01] K. W. Mertz und H. A. Jehn. *Praxishandbuch moderne Beschichtungen. Advanced Surface Coatings*. Fachbuchverlag Leipzig, Juni 2001. ISBN: 9783446216778.
- [Mes84] R. Messier. „Revised structure zone model for thin film physical structure“. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2 (1984), S. 500. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.572604. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.572604>.
- [Mih03] Y. Mihara, K. Sekine und T. Someya. „Study on the development of a thin-film sensor for measuring oil-film pressure in engine bearing and piston pin-boss“. *Tribological Research and Design for Engineering Systems Proceedings of the 29th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*. Hrsg. von G. D. D. Dowson M. Priest und A. Lubrecht. Bd. 41. Tribology Series. Elsevier, 2003, S. 391–401. DOI: 10.1016/S0167-8922(03)80152-9. URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167892203801529>.
- [Mih95] Y. Mihara. „Development of measuring method for oil film pressure of engine main bearing by thin film sensor“. *JSAE Review*, 16 (Apr. 1995), S. 125–130. ISSN: 0389-4304. DOI: 10.1016/0389-4304(95)00006-s. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0389-4304\(95\)00006-S](http://dx.doi.org/10.1016/0389-4304(95)00006-S).
- [Mül87] K.-H. Müller. „Ion-beam-induced epitaxial vapor-phase growth: A molecular-dynamics study“. *Phys. Rev. B*, 35 (Mai 1987), S. 7906–7913. ISSN: 0163-1829. DOI: 10.1103/physrevb.35.7906. URL: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.35.7906>.
- [NIS15] NIST/SEMATECH. *e-Handbook of Statistical Methods*, 21.03.2015. 2015. URL: <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>.
- [Oul07] E. H. Oulachgar, C. Aktik, M. Scarlete, S. Dostie, R. Sowerby und S. Gujrathi. „Electrical and optical characterization of SiONC dielectric thin film deposited by polymer-source chemical vapor deposition“. *Journal of Applied Physics*, 101 (2007), S. 084107. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.2717607. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2717607>.

- [Owa11] M. Owashi und Y. Mihara. „Development of a Measurement Method of Contact Pressure between Gear Teeth Using a Thin-Film Sensor“. *TRANSACTIONS OF THE JAPAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS Series C*, 77 (2011), S. 3938–3950. ISSN: 1884-8354. DOI: 10.1299/kikaic.77.3938. URL: <http://dx.doi.org/10.1299/kikaic.77.3938>.
- [Pec05] A. Pecora, L. Maiolo, A. Bonfiglietti, M. Cuscuna, F. Mecarini, L. Mariucci, G. Fortunato und N. Young. „Silicon dioxide deposited by ECR-PECVD for low-temperature Si devices processing“. *Microelectronics Reliability*, 45 (Mai 2005), S. 879–882. ISSN: 0026-2714. DOI: 10.1016/j.microrel.2004.09.012. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.microrel.2004.09.012>.
- [Pfl09] C. Pflitsch. „Funktionelle Beschichtungen hergestellt mit CVD- und Sol-Gel-Technik - neue Konzepte für die Oberflächentemperaturanalyse“. Diss. Universität Duisburg-Essen, 2009.
- [Pin00] T. Pintat, K. Wellinger und P. Gimmel. *Werkstofftabellen der Metalle*. Kröner, 2000. ISBN: 3520902087.
- [Pli68] W. Pliskin. „The evaluation of thin film insulators“. *Thin Solid Films*, 2 (Juli 1968), S. 1–26. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(68)90010-2. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(68\)90010-2](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(68)90010-2).
- [Rob88] W. Robbins, B. Bischoff und S. Ramalingen. „Insert-mounted thin film sensors for real-time monitoring of tool conditions“. *Thin Solid Films*, 166, (Dez. 1988), S. 387–395. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(88)90401-4. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(88\)90401-4](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(88)90401-4).
- [Sch05] A. Schulz, D. Herrmann, F. Kessler, J. Schneider, M. Walker und U. Schumacher. „Detection and identification of pinholes in plasma-polymerised thin film barrier coatings on metal foils“. *Surface and Coatings Technology*, 200 (Okt. 2005), S. 213–217. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.02.125. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.02.125>.
- [Sch10] C. Schlegel, O. Slanina, G. Haucke und R. Kumme. „Construction of a Standard Force Machine for the Range of 100 μ N – 200 mN“. *IMEKO 2010 TC3, TC5 and TC22 Conferences*. 2010.
- [Sch11a] A. Schäfer. „Windenergieanlagen - eine neue Herausforderung für die Sensorik und die Messtechnik“. *mpa*, 6, (2011), S. 8–10.
- [Sch11b] F. Schmaljohann, D. Hagedorn, A. Buß, R. Kumme und F. Löffler. „Entwicklung von Dünnschichtsensoren mit kleiner Strukturbreite auf dünnen isolierenden Schichten“. *MikroSystemTechnik Kongress 2011: Proceedings*. VDE-Verlag, 2011, S. 764–767.
- [Sch11c] R. Schmitt und D. Imkamp. „Die Fertigungsmesstechnik der Zukunft: schneller, sicherer, genauer, flexibler“. *atp edition*, 6, (2011), S. 12–13.

- [Sch11d] G. Schultes, H. Schmid-Engel, A. Probst, S. Uhlig, D. Göttel, J. Bock, J. Bambauer, T. Speicher, M. Lambert, R. Koppert, U. Werner, S. Berger und K. Zohar. „Nickel-Kohlenstoffsichten für Druck- und Kraftsensoren“. *MikroSystemTechnik Kongress 2011*. VDE Verlag GmbH, 2011, S. 321–323.
- [Sch12a] F. Schmaljohann. *Messen mit (hauch)dünnen Schichten*. PTB-News 3. ISSN 1611-1621. Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 2012.
- [Sch12b] F. Schmaljohann, D. Hagedorn, A. Buß, R. Kumme und F. Löffler. „Thin-film sensors with small structure size on flat and curved surfaces“. *Measurement Science and Technology*, 23 (Juni 2012), S. 074019. ISSN: 1361-6501. DOI: 10.1088/0957-0233/23/7/074019. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/23/7/074019>.
- [Sch12c] N. Schröder. „Sensor Märkte bis 2016“. *Sensor Magazin*, 1, (2012), S. 6–8.
- [Sch13] F. Schmaljohann, D. Hagedorn, R. Meeß und F. Löffler. „Blu-ray laser system for light exposure of photoresists on three dimensional surfaces“. *Proceedings of the 13th euspen International Conference – Berlin*. 2013, S. 344–347.
- [Sch15] F. Schmaljohann, D. Hagedorn und F. Löffler. „Thin film sensors for measuring small forces“. *Journal of Sensors and Sensor Systems*, 4 (2015), S. 91–95. DOI: 10.5194/jsss-4-91-2015. URL: <http://www.j-sens-sens-syst.net/4/91/2015/>.
- [Sch93] S. Schiller, K. Goedicke, J. Reschke, V. Kirchhoff, S. Schneider und F. Milde. „Pulsed magnetron sputter technology“. *Surface and Coatings Technology*, 61 (Dez. 1993), S. 331–337. ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/0257-8972(93)90248-m. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0257-8972\(93\)90248-M](http://dx.doi.org/10.1016/0257-8972(93)90248-M).
- [See08] T. Seedorf. „Mikrotechnische Sensoren zur Erfassung thermischer und mechanischer Gren in einem Schleifwerkzeug“. Diss. Universität Bremen, 2008.
- [Seg01] B. Segda, M. Jacquet und J. Besse. „Elaboration, characterization and dielectric properties study of amorphous alumina thin films deposited by r.f. magnetron sputtering“. *Vacuum*, 62 (Mai 2001), S. 27–38. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/S0042-207X(01)00114-2. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X\(01\)00114-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X(01)00114-2).
- [Sie10] K. Siebertz, D. van Bebber und T. Hochkirchen. *Statistische Versuchsplanung*. Springer Science + Business Media, 2010. DOI: 10.1007/978-3-642-05493-8. URL: <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-05493-8>.
- [Sie11] M. Sieber. „Drucktransmitter für den Einsatz in der Mobilhydraulik“. *mpa*, 6, (2011), S. 46–48.

- [Slo10] E. M. Slomski, H. Scheerer, T. Troßmann und C. Berger. „Einfluss der HiPIMS-Parameter beim PVD-Verfahren“. *Vakuum in Forschung und Praxis*, 22 (Juli 2010), S. 22–25. ISSN: 0947-076X. DOI: 10.1002/vipr.201000428. URL: <http://dx.doi.org/10.1002/vipr.201000428>.
- [Ste02] U. Steinbauer. „Phasenbildung und Oberflächeneigenschaften von ionenimplantierten, biokompatiblen Titanlegierungen unterschiedlicher Zusammensetzung“. Diss. Technische Universität Darmstadt, 2002.
- [Str11] V. Stranak. „On High Power Impulse Magnetron Sputtering“. Diss. University of South Bohemia, 2011.
- [Stu09] B. Stumpp. „Ins Werkzeug hineinfühlen“. *Blech*, 5, (2009), S. 44–47.
- [STW10] STW. „Dünnschichtsensoren: Anwendung von Plasmaoberflächentechnik in der Sensorproduktion“. *Magazin für Oberflächentechnik*, 64 (2010), S. 19–21.
- [Suy87] S. Suyama, A. Okamoto, T. Serikawa und H. Tanigawa. „Electrical conduction and dielectric breakdown in sputter-deposited silicon dioxide films on silicon“. *Journal of Applied Physics*, 62 (1987), S. 2360. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.339495. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.339495>.
- [Suy89] S. Suyama, A. Okamoto und T. Serikawa. „Electrical conduction mechanism and breakdown property in sputter-deposited silicon dioxide films on polycrystalline silicon“. *Journal of Applied Physics*, 65 (1989), S. 210. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.342573. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.342573>.
- [Teg04] E. Tegeler. „Berührungsthermometer und ihre Messunsicherheiten in industriellen Anwendungen (Contact Thermometers and their Uncertainties in Industrial Applications)“. *tm - Technisches Messen*, 71 (Feb. 2004), S. 113–121. ISSN: 0171-8096. DOI: 10.1524/teme.71.2.113.27066. URL: <http://dx.doi.org/10.1524/teme.71.2.113.27066>.
- [Thi75] K. Thiemt und R. Kaltofen. „Bestimmung der Pinhole-Dichte von Isolatorschichten durch chemisches Ätzen (I). Das System Silizium-Siliziumdioxid“. *Krist. Techn.* 10 (1975), S. 305–312. ISSN: 1521-4079. DOI: 10.1002/crat.19750100310. URL: <http://dx.doi.org/10.1002/crat.19750100310>.
- [Tho74] J. A. Thornton. „Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings“. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11 (Juli 1974), S. 666. ISSN: 0022-5355. DOI: 10.1116/1.1312732. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1312732>.
- [Til10] W. Tillmann, E. Vogli, J. Herper, D. Biermann und K. Pantke. „Development of temperature sensor thin films to monitor turning processes“. *Journal of Materials Processing Technology*, 210 (März 2010), S. 819–823. ISSN: 0924-0136. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2010.01.013. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.01.013>.

- [Ung91] E. Unger. „Die Erzeugung dünner Schichten. Das PECVD-Verfahren: Gasphasenabscheidung in einem Plasma“. *Chemie in unserer Zeit*, 25 (Juni 1991), S. 148–158. ISSN: 1521-3781. DOI: 10.1002/ciuz.19910250306. URL: <http://dx.doi.org/10.1002/ciuz.19910250306>.
- [Ven94] J. A. Venables. „Atomic processes in crystal growth“. *Surface Science*, 299-300, (Jan. 1994), S. 798–817. ISSN: 0039-6028. DOI: 10.1016/0039-6028(94)90698-x. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0039-6028\(94\)90698-X](http://dx.doi.org/10.1016/0039-6028(94)90698-X).
- [Voi09] M. Voigt, A. Bergmaier, G. Dollinger und M. Sokolowski. „Correlation of chemical composition and electrical properties of rf sputtered alumina films“. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 27 (2009), S. 234. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.3065978. URL: <http://dx.doi.org/10.1116/1.3065978>.
- [Vuo91] P. Vuoristo, T. Mäntylä, P. Kettunen und R. Lappalainen. „Stoichiometry and impurities in sputtered alumina films on copper“. *Thin Solid Films*, 204 (Okt. 1991), S. 297–311. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(91)90071-5. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(91\)90071-5](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(91)90071-5).
- [Vuo92] P. Vuoristo, T. Mäntylä und P. Kettunen. „Properties of magnetron-sputtered electrically insulating Al₂O₃ coatings on copper“. *J Mater Sci*, 27 (1992), S. 4985–4996. ISSN: 1573-4803. DOI: 10.1007/bf01105264. URL: <http://dx.doi.org/10.1007/BF01105264>.
- [Wal08] E. Wallin und U. Helmersson. „Hysteresis-free reactive high power impulse magnetron sputtering“. *Thin Solid Films*, 516 (Juli 2008), S. 6398–6401. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/j.tsf.2007.08.123. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2007.08.123>.
- [Wat67] O. Watanabe und K. Shioda. „Meßtechnische Eigenschaften von Dünnsfilm-Halbleiter-Dehnungsmeßstreifen“. *Materialprüf.* 9 (Juni 1967), S. 223–227.
- [Wen89] H. Wendt, H. Cerva, V. Lehmann und W. Pamler. „Impact of copper contamination on the quality of silicon oxides“. *Journal of Applied Physics*, 65 (1989), S. 2402. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.342808. URL: <http://dx.doi.org/10.1063/1.342808>.
- [Win11] C. Winkelmann, O. Woitschach, E.-M. Meyer und W. Lang. „Entwicklung eines mechanisch hoch belastbaren Sensors für Rollkontaktbeanspruchung“. *MikroSystemTechnik Kongress 2011*. VDE Verlag GmbH, 2011, S. 209–212.
- [Wit74] G. Witt. „The electromechanical properties of thin films and the thin film strain gauge“. *Thin Solid Films*, 22 (Juni 1974), S. 133–156. ISSN: 0040-6090. DOI: 10.1016/0040-6090(74)90001-7. URL: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(74\)90001-7](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(74)90001-7).

- [Yos07] K. Yoshimura, S. Nakano, S. Uchinashi, S. Yamaura, H. Kimura und A. Inoue. „A hydrogen sensor based on Mg-Pd alloy thin film“. *Measurement Science and Technology*, 18 (Sep. 2007), S. 3335–3338. ISSN: 1361-6501. DOI: 10.1088/0957-0233/18/11/011. URL: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/18/11/011>.
- [Yuw01] B. Yuwono. „Elektrische Charakterisierungen und Zuverlässigkeitsuntersuchungen sehr dünner Oxid-/Nitrid-Dielektrika“. Diss. Technische Universität Berlin, 2001.
- [Zei11] R. Zeiser, T. Jörger, T. Fellner und J. Wilde. „Entwicklung von kapazitiven Dehnungsmessstreifen in Dünnschichttechnologie für drahtlose, intelligente Systeme“. *MikroSystemTechnik Kongress 2011*. VDE Verlag GmbH, 2011, S. 201–204.
- [Zha12] Z. Zhang, M. Jin und S. Liu. „Thick film resistors on stainless steel as sensing elements for strain sensor applications“. *Sensors and Actuators A: Physical*, 179, (Juni 2012), S. 50–55. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2012.03.012. URL: <http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2012.03.012>.
- [Zop08] S. Zoppel. „Mikrostrukturierung von Dielektrika und Halbleitern mit ultrakurzen Laserpulsen“. 2008.
- [Zwi74] U. Zwicker. *Titan und Titanlegierungen*. Hrsg. von W. Köster. Springer-Verlag, 1974.

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.1 | Typischer Schichtaufbau eines Dünnschichtensors auf Basis einer elektrischen Isolationsschicht | 3 |
| 2.1 | Schichtaufbau eines Dünnschichtensors auf Basis einer piezoresistiven Schicht | 7 |
| 2.2 | Dünnschicht-DMS aus Konstantan im direkten Vergleich mit einem konventionellen DMS, aufgebracht auf einem Verformungskörper für Kräfte bis 10 kN (aus [Sch12a]) | 9 |
| 2.3 | Einfluss des Abstands der Messstruktur auf den Messwert und die tatsächliche Dehnung | 14 |
| 3.1 | Prinzipskizze des CVD-Verfahrens | 25 |
| 3.2 | Prinzipskizze des Magnetron-Sputterns | 26 |
| 3.3 | Hysterese beim reaktiven Magnetron-Sputterprozess | 27 |
| 4.1 | Prinzipskizze zur Messung des Schichtwiderstands über eine Gegenelektrode | 39 |
| 4.2 | Vergleich der Widerstandsmessung einer Isolationsschicht ohne (links) und mit (rechts) aufgebrachtener Messelektroden | 40 |
| 4.3 | Antasten der Elektrode auf einer Isolationsschicht durch die Messspitze am Messarm eines Wafer-Probers | 41 |
| 4.4 | Untersuchte Probekörper in ihrer Halterung und Maske für die Beschichtung der einzelnen Messpunkte | 45 |
| 4.5 | REM-Aufnahmen der gedrehten und polierten Oberflächen der untersuchten Substratmaterialien | 47 |
| 4.6 | Auswahl potentieller Einflussfaktoren auf das Schicht-Substrat-System bei Isolationsschichten, sowie durch die Messmethodik | 49 |
| 4.7 | Relativer Einfluss der einzelnen Faktoren und ihrer Parameter auf die Schichtdicke im Screening-Versuch | 56 |
| 4.8 | Relativer Einfluss der einzelnen Faktoren und ihrer Parameter auf die elektrische Isolationsschicht im Screening-Versuch | 58 |
| 4.9 | Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von HF-gesputterten Siliziumoxid-Schichten und Standardabweichungen der Proben | 62 |
| 4.10 | Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von HF-gesputterten Aluminiumoxid-Schichten und Standardabweichungen der Proben | 64 |
| 4.11 | Aufnahmen der gedrehten Oberflächen mit dem Konfokalmikroskop: Zweidimensional (links) und Dreidimensional (rechts) | 66 |
| 4.12 | Aufnahmen der polierten Oberflächen mit dem Konfokalmikroskop: Zweidimensional (links) und Dreidimensional (rechts) | 68 |
| 4.13 | Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche der Titanlegierung 3.7164 | 70 |
| 4.14 | Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche des Stahls 1.3505 | 70 |
| 4.15 | Analyse eines Oberflächendefekts an einer polierten Probe des Stahls 1.3505 | 71 |

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.16 Line-Scan mittels EDX einer polierten Oberfläche der Aluminiumlegierung 3.1645 | 72 |
| 5.1 Zusammenhang zwischen der Leistungsdichte, der Einschaltdauer und einer möglichen Targetbeschädigung im DC- und HiPIMS-Sputterprozess (angelehnt an [Gud12]) | 77 |
| 5.2 Typische Entladung und die verwendeten Bezeichnungen für den HiPIMS-Sputterprozess | 78 |
| 5.3 Durchgangswiderstand über der Schichtdicke von Aluminiumoxid-Schichten, abgeschieden mittels HiPIMS | 81 |
| 6.1 Ein mittels Drahtrodieren abgetrenntes Segment eines Probekörpers zur Aufnahme einer Bruchfläche der Schicht | 85 |
| 6.2 Bruchflächen HF-gesputterter Isolationsschichten | 86 |
| 6.3 Bruchflächen HF-gesputterter Isolationsschichten unter Sauerstoffeinfluss, nicht-reaktive und reaktive Abscheidung | 88 |
| 6.4 Bruchflächen von HiPIMS Isolationsschichten, reaktive Abscheidung | 89 |
| 7.1 Verfahrensschritte bei der fotolithografischen Strukturierung einer Schicht | 96 |
| 7.2 Aufbau des Lasersystems | 98 |
| 7.3 CAD Modell des Aufbaus der Laserbelichtungsanlage | 99 |
| 7.4 Lage der optischen Achsen der beiden Kameras und des Laserspots | 99 |
| 7.5 Gesamtaufbau der Laserbelichtungs-Anlage | 100 |
| 7.6 Strukturierte Schicht aus Konstantan mit einer Strukturbreite von 50 μm | 101 |
| 7.7 CAD-Entwurf eines Verformungskörpers für die Kraftmessung bis 1 N | 103 |
| 7.8 Finite-Elemente-Analyse eines Verformungsbereichs bei der Nennlast des Kraftaufnehmers von 1 N | 104 |
| 7.9 Aufbau des verwendeten Dehnungssensors | 105 |
| 7.10 Vollständiger Entwurf des Dehnungssensors mit Messgitter und Kontaktflächen | 107 |
| 7.11 Fertig entwickelte Fotolack-Strukturen auf einem Verformungs-Probekörper (oben) und Detail einer Struktur (unten) | 109 |
| 7.12 Verformungskörper fertig beschichtet und strukturiert (oben) und Detail einer Struktur (unten) | 110 |
| 7.13 Messaufbau mit beschichtetem und verdrahtetem Kraftaufnehmer | 111 |
| 7.14 Gemessener Widerstand eines einzelnen Dünnschichtssensors über der aufgebrauchten Last | 113 |
| 7.15 Ermittelte Dehnung der aufgebrauchten Last des Kraftaufnehmers mit Vollbrückenschaltung | 115 |

Tabellenverzeichnis

| | | |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.1 | Typische Metalle für Sensorschichten | 7 |
| 4.1 | Verwendete Werkstoffe und ihre Bezeichnungen | 43 |
| 4.2 | Chemische Zusammensetzungen der verwendeten Substratmaterialien in Massen-% (vgl. [DIN EN ISO 683-17; DIN EN 573-3; DIN 17862]) | 43 |
| 4.3 | Eigenschaften der verwendeten Substratmaterialien (vgl. [Pin00]) | 43 |
| 4.4 | Typische Rauheit R_a und R_z nach dem jeweiligen Bearbeitungsschritt der verwendeten Substratmaterialien | 46 |
| 4.5 | Einflussfaktoren und ihre Parameter in den Screening-Versuchen | 52 |
| 4.6 | Versuchsplan vom Typ 2_{III}^{10-6} für die Screening-Versuche | 53 |
| 4.7 | Beispiel für die deutlichen Unterschiede der Durchgangswiderstände im direkten Vergleich der Substratmaterialien und der Oberflächenbearbeitung | 59 |
| 4.8 | Gewählte Sputterparameter für die Versuchsreihen | 61 |
| 4.9 | Notwendige Schichtdicken für die vollständige elektrische Isolation der Probekörper ($R_{avg} \geq 120 \text{ M}\Omega$) | 63 |
| 5.1 | Gewählte Sputterparameter für die HiPIMS-Versuche | 80 |
| 5.2 | Notwendige Schichtdicken für die vollständige elektrische Isolation der Probekörper mittels HiPIMS ($R_{avg} \geq 120 \text{ M}\Omega$) | 82 |
| 6.1 | Vergleich der Ergebnisse mittels HF und HiPIMS abgeschiedener Schichten für die vollständige Isolation der Probekörper | 84 |
| 7.1 | Widerstände der einzelnen Dehnungssensoren vor und nach der Widerstandsanpassung | 113 |



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21
Telefax: (05 31) 592-92 92
www.ptb.de

Vertrieb:

Fachverlag NW in der
Carl Schünemann Verlag GmbH

Zweite Schlachtpforte 7
28195 Bremen

Telefon: (04 21) 369 03-0
Telefax: (04 21) 369 03-63
www.schuenemann-verlag.de



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21
Telefax: (05 31) 592-92 92
www.ptb.de

Vertrieb:

Fachverlag NW in der
Carl Schünemann Verlag GmbH

Zweite Schlachtpforte 7
28195 Bremen

Telefon: (04 21) 369 03-0
Telefax: (04 21) 369 03-63
www.schuenemann-verlag.de