

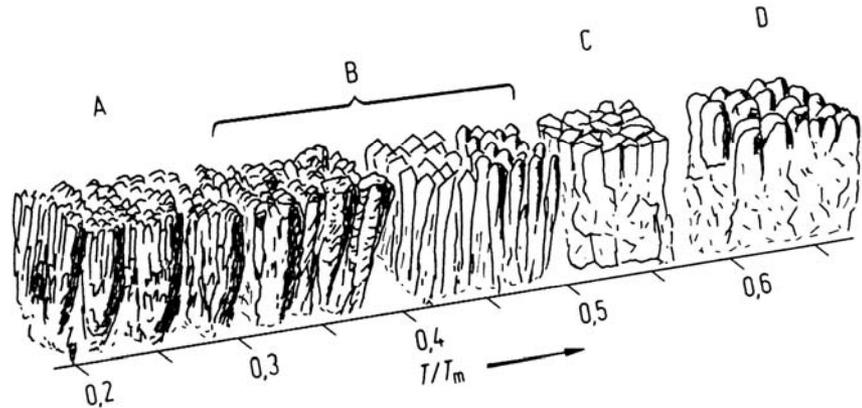
# Wiederholung: Schichtdickenmessung I

$$\langle d \rangle = \frac{m}{\rho_S \cdot A}$$

**d = Schichtdicke**

**$\rho_S$  = Dichte**

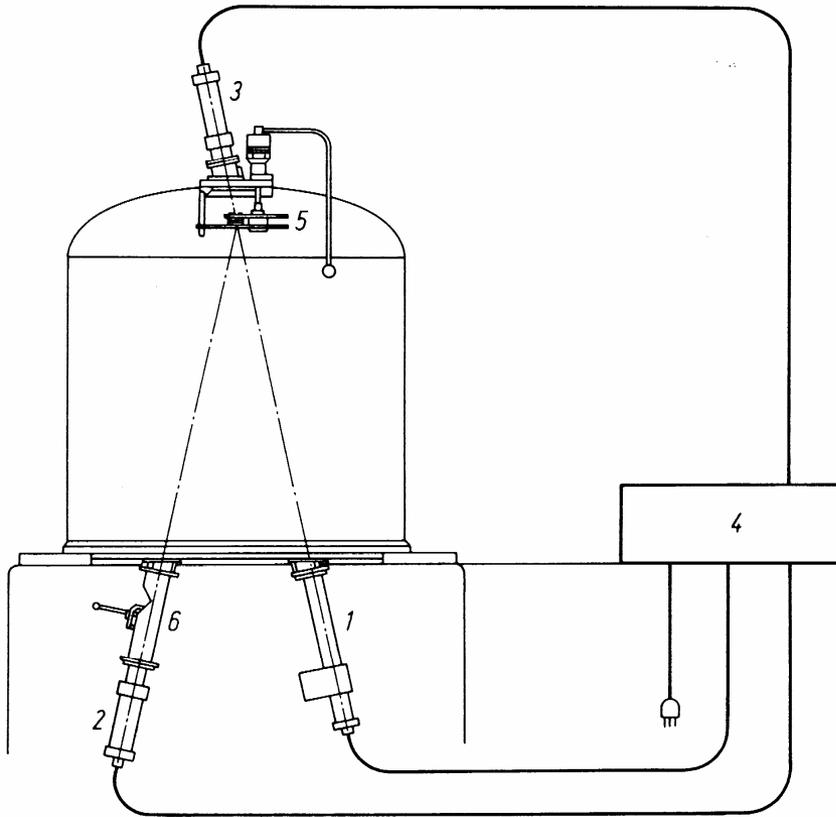
**A = Substratfläche**



**Achtung:**

**Die Dichte der Schicht,  $\rho_S$ , ist meist nicht ident mit der Dichte des Bulkmaterials,  $\rho_D$ .**

# Optische Methoden: Photometer

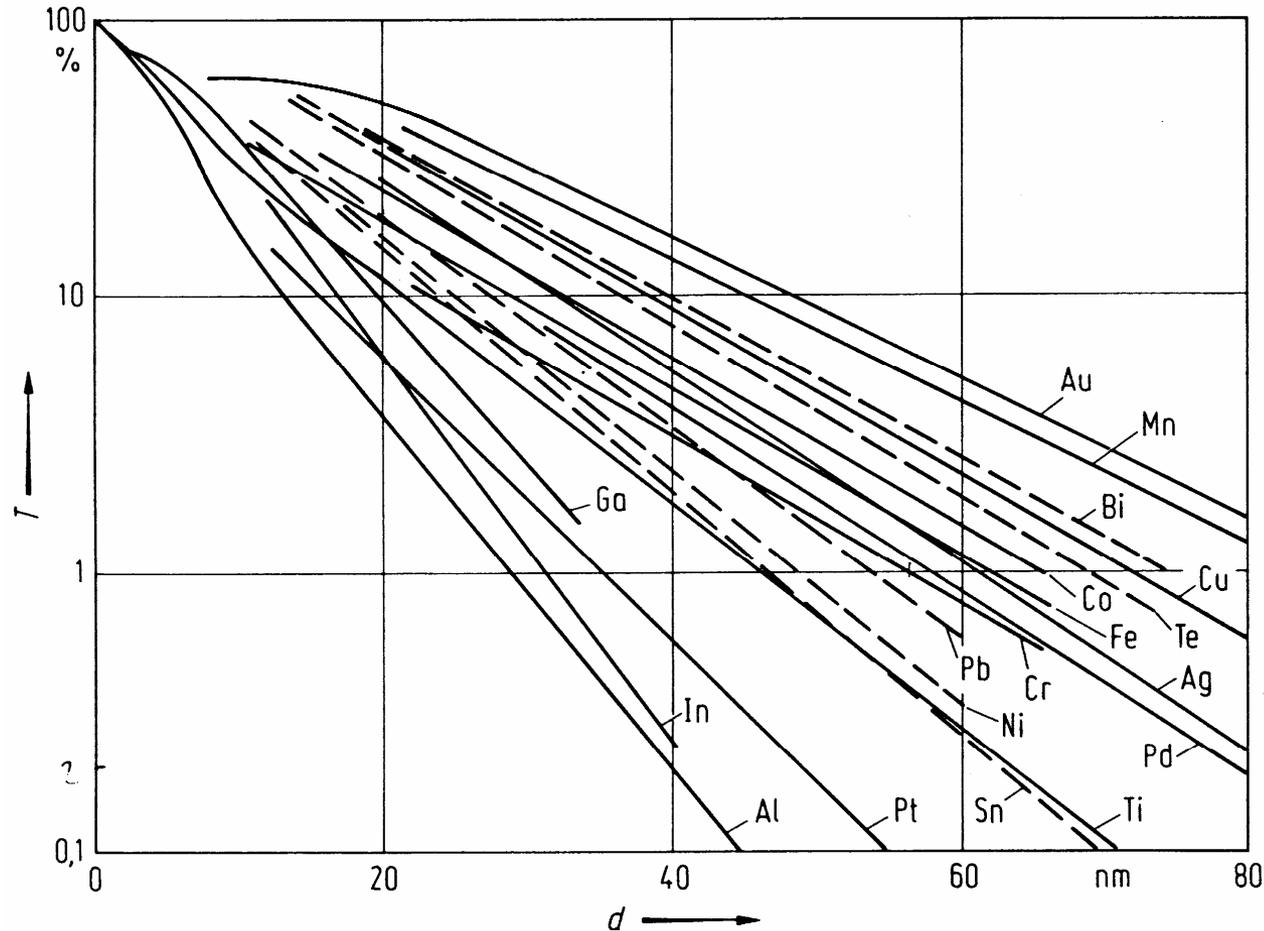


## Arbeitsweise:

- Reflexion
- Transmission

- 1 Modulierte Lichtquelle
- 2 Detektor f. reflektiertes Licht
- 3 Detektor f. transmittiertes Licht
- 4 Steuergerät
- 5 Substrathalter
- 6 Strahlableitung

# Photometer: Transmission von Metallen

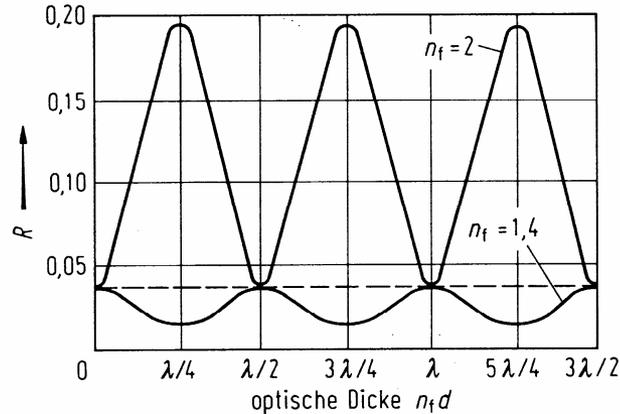
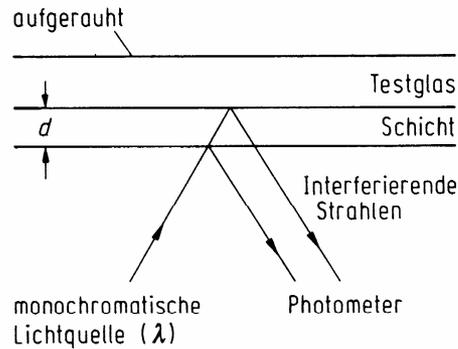


**T ... Transmissionsgrad**

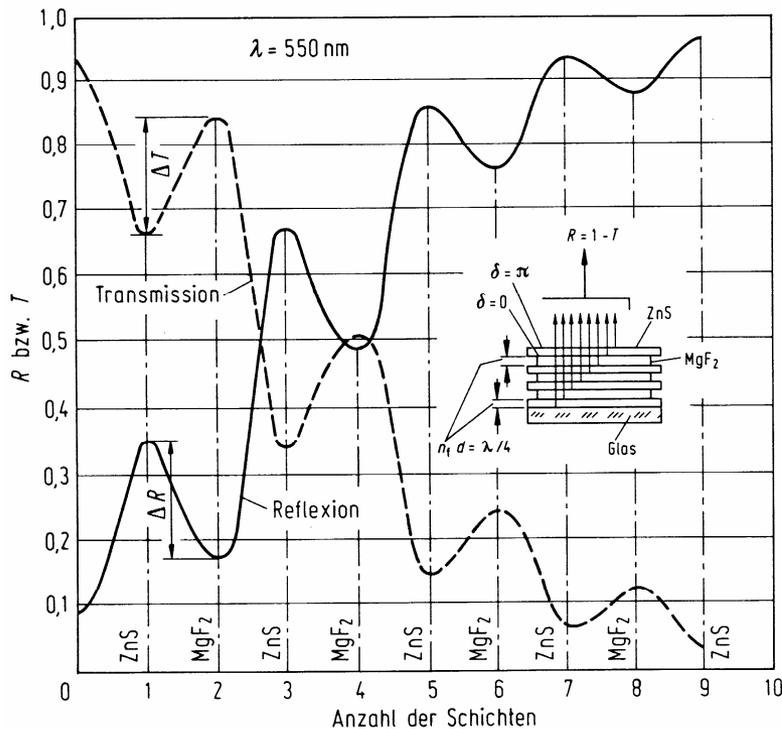
**d ... Schichtdicke**

**$\lambda = 550 \text{ nm}$**

# Photometer: Reflexion



**Prinzip:  
Zweistrahlin-  
interferenz**



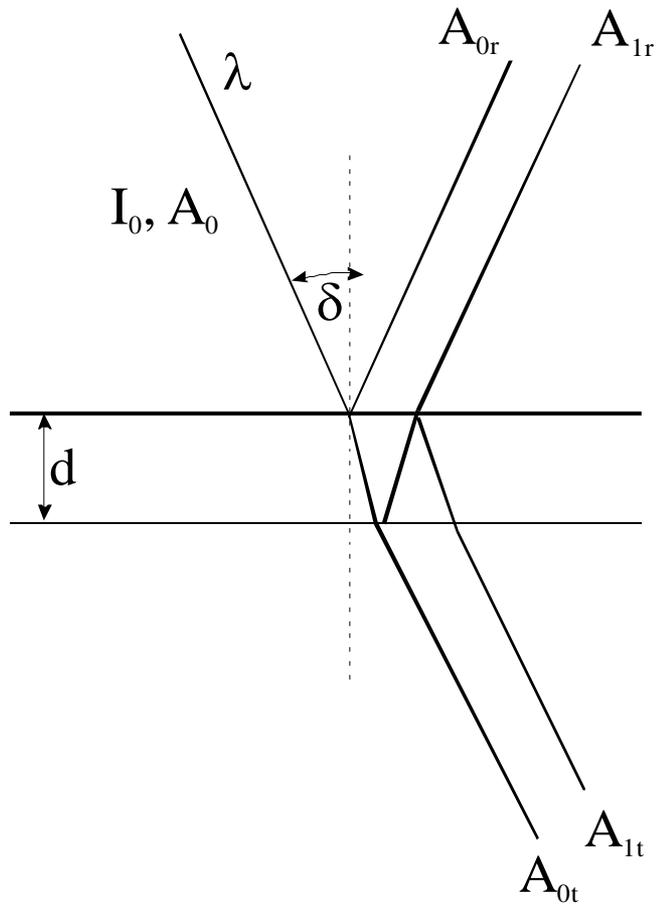
**Beispiel:  
Mehrschichtsystem**

**Optische Dicke:**

$$\lambda \rightarrow \frac{\lambda}{n} \Rightarrow$$

$$d_{\text{Optisch}} = n \cdot d_{\text{Real}}$$

# Interferometer: Vielstrahlinterferenz

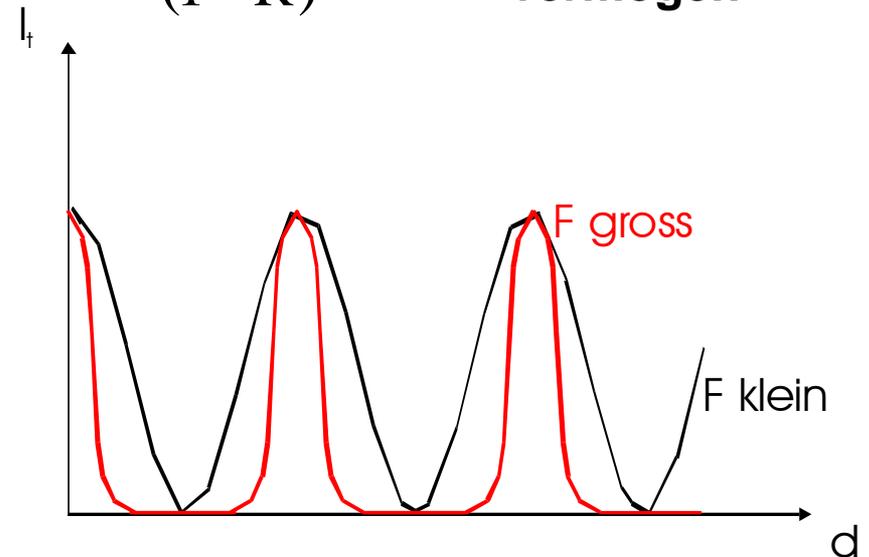


## Transmittierte Intensität $I_t$

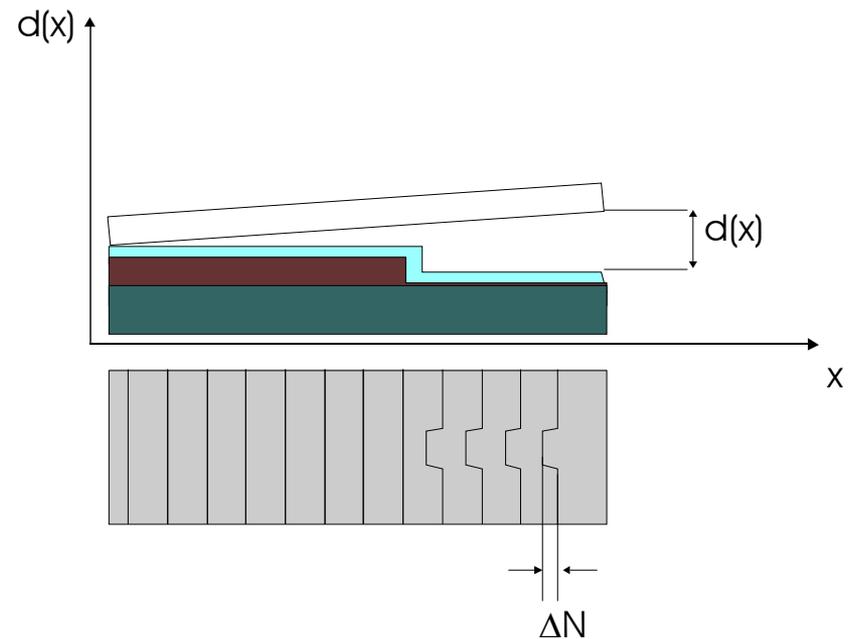
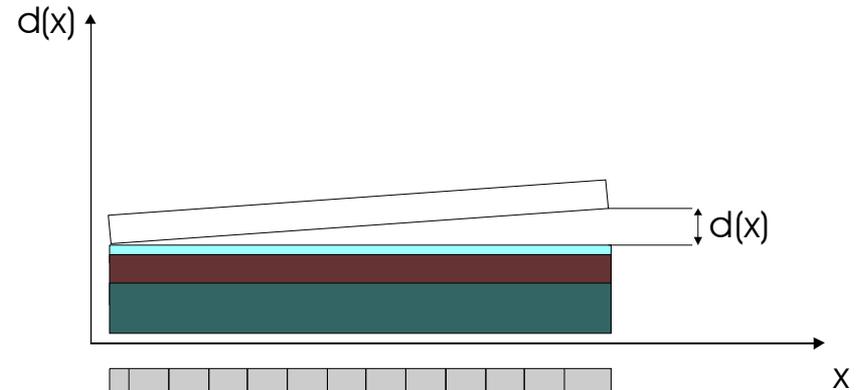
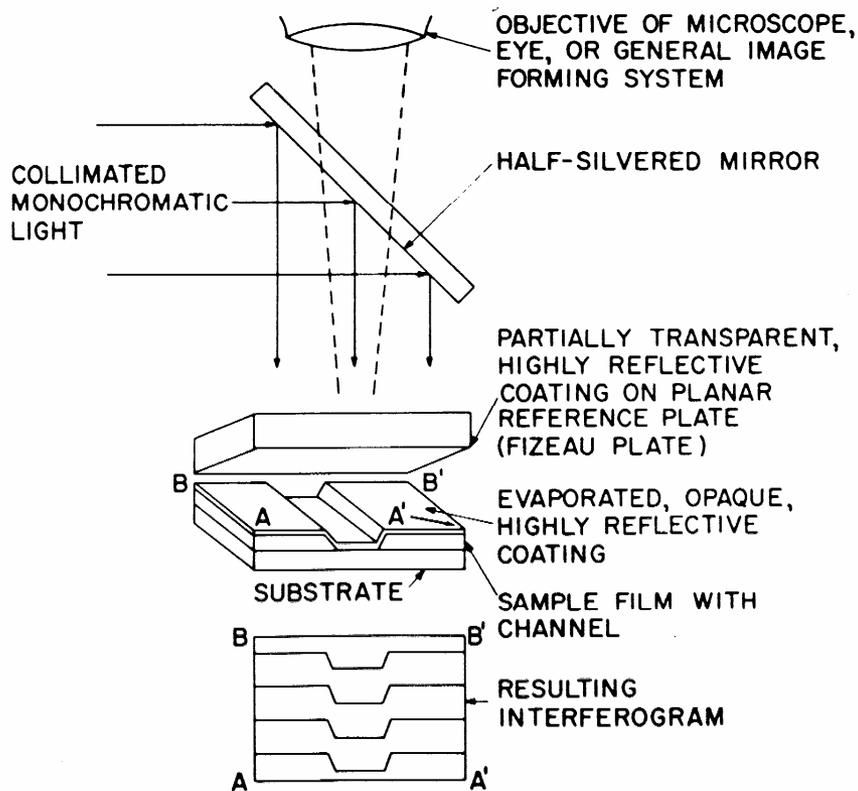
$$I_t = I_0 \cdot \frac{1}{1 + F \sin^2 \left( \frac{2\pi d}{\lambda} \cos \delta \right)}$$

## Fineness $F$

$$F = \frac{4R}{(1-R)^2} \quad \text{R...Reflexions-  
vermögen}$$



# Tolansky-Interferometer: Interferenzkeil



$$D = \Delta N \frac{\lambda}{2}$$

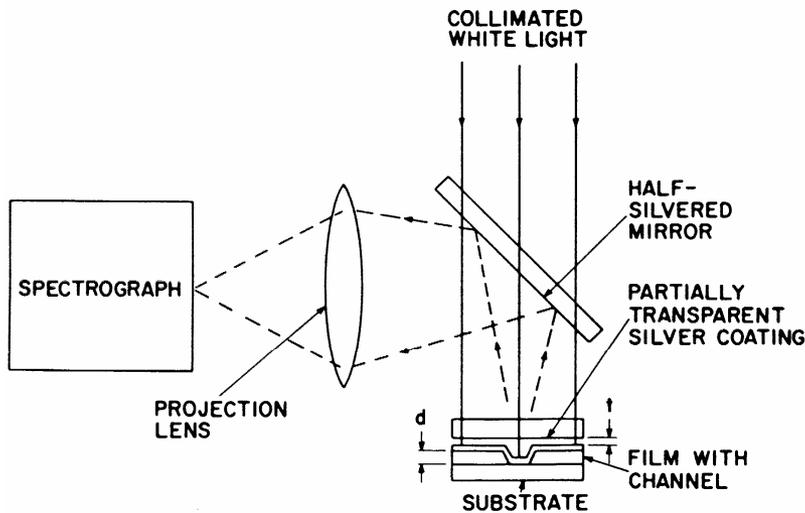
# FECO: Weisslichtinterferometrie

## Fringes of **E**qual **C**hromatic **O**rder

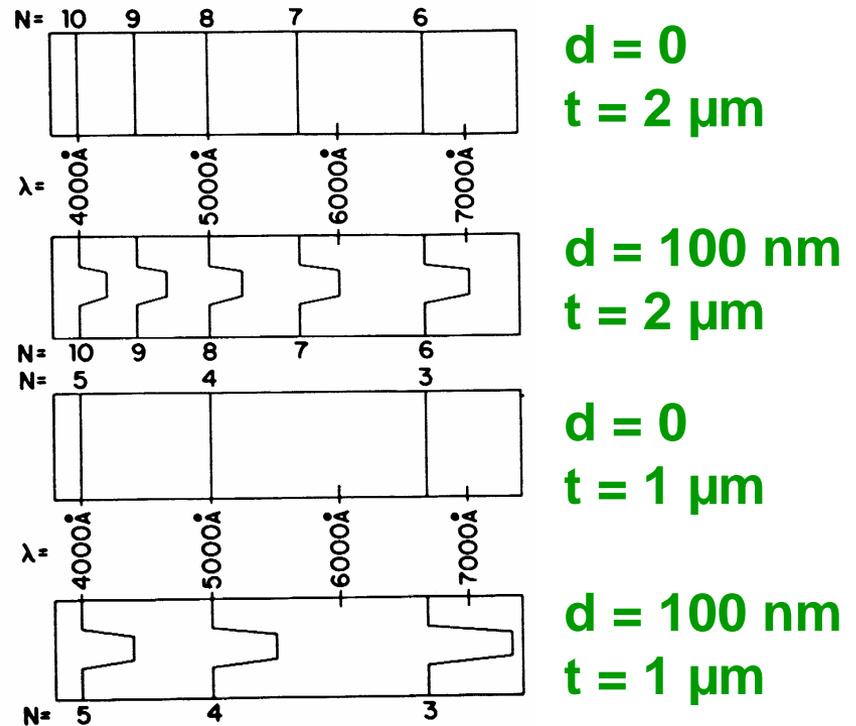
### Prinzip:

$t = \text{const}$  (kein Interferenzkeil)

$\lambda = \text{variabel}$  (Weisslicht)



### Interferogramme:



# Weitere optische Methoden

## Nomarski-Interferometrie

- + Nützt Polarisation und Doppelbrechung
- + Einfach in Lichtmikroskop integrierbar

## VAMFO (Variable Angle Monochromatic Fringe Observation)

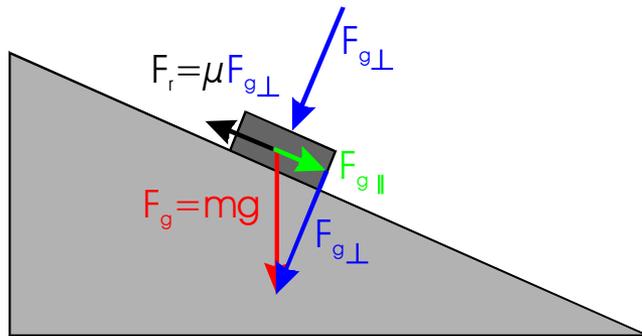
- + Variation des Einfallswinkels
- + Gleichzeitige Bestimmung von  $n$  und  $d$
- + In Situ-Methode

## Ellipsometrie

- + Variation des Einfallswinkels
- + Gleichzeitige Bestimmung von  $n$  und  $d$
- + Rauigkeitsbestimmung
- + In Situ-Methode

# Reibung und Verschleiss

## Reibung: Kein Oberflächenabtrag



$\mu$  = Reibungskoeffizient  
 $0 < \mu < 4 - 5(!)$ ;  $\mu$  ist *nicht* auf  
Werte kleiner 1 beschränkt

$$F_r = \mu F_n$$

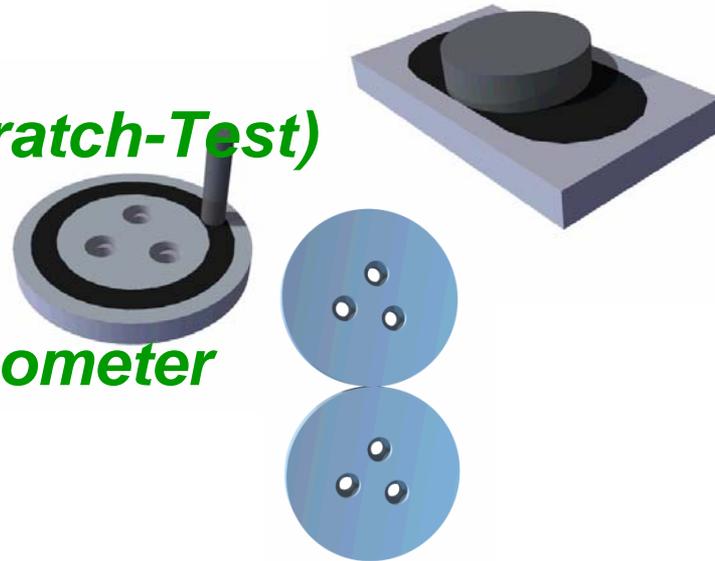
*Keine Abhängigkeit  
von der Auflagefläche!  
=> mikroskopische WW  
ist nicht klar!*

## Verschleiss: Oberflächenabtrag und damit Gewichtsverlust

# Reibung und Verschleiss: Messung

## Reibung:

- + *Lineare Belastung (Scratch-Test)*
- + *Pin on Disc*
- + *Disc on Disc*
- + *Speziell gefertigte Tribometer*



## Verschleiss:

- + *Alle obigen Methoden mit Analyse von Transfer- und Abrasivschichten*
- + *Abrasivmessung mit Schichtdickenkontrolle*
- + *Slurry-Abrasion*
- + *Speziell gefertigte Prüfstände*

# Mikrohärte

Definiert durch die zurückbleibende Verformung in einem Material bei Eindringen eines unverformbaren Prüfkörpers.

## Prüfkörpermaterial:

+ Diamant

## Prüfkörpergeometrien:

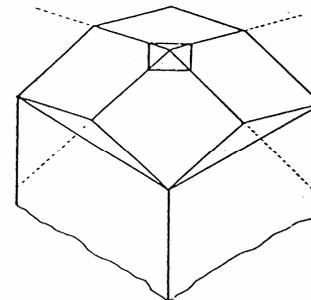
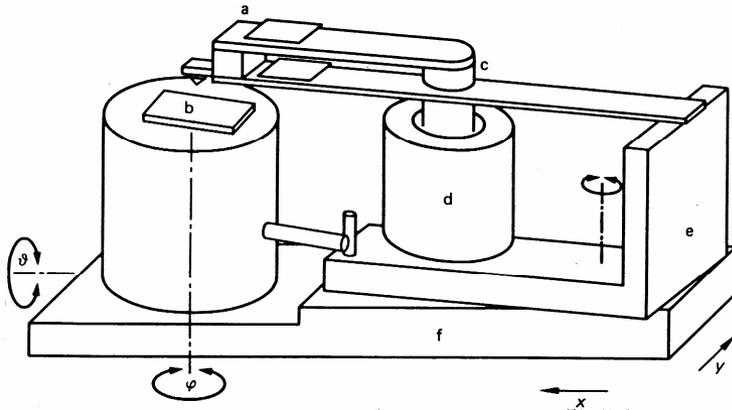
- + Vickers: Pyramide mit Diagonale:Höhe von 1:7
- + Knoop: dreiseitige Pyramide
- + Rockwell: Kugel
- + Langgezogene Schneide

## Prüflasten:

+  $10^{-5}$  – 2 N

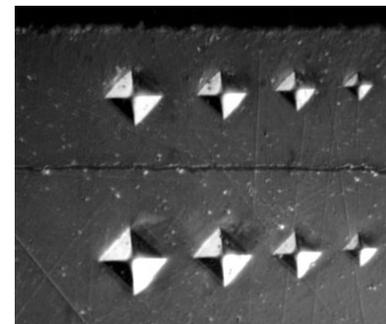
# Mikrohärte: Messaufbau

## Ultramikrohärteprüfer nach Vickers:



Prüfkörper

- a) Dehnungsmesstreifen
- b) Probe
- c) Doppelfeder
- d) Spule
- e) Kupplung
- f) Grundplatte

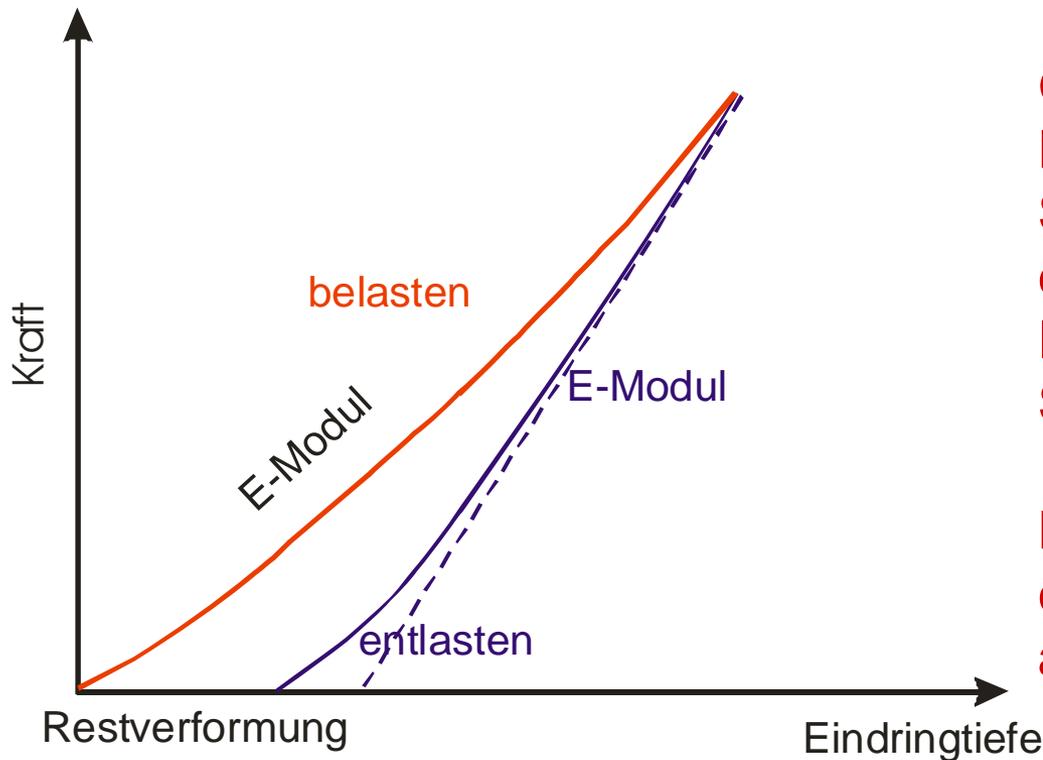


Mikrohärteeindrücke

Ein Härteprüfer dieses Typs kann einfach in ein Lichtmikroskop bzw. REM integriert werden

# Nanoindenter

Der Nanoindenter ermöglicht auch eine Bestimmung der elastischen Verformbarkeit (d. i. des E-Moduls) eines Festkörpers.



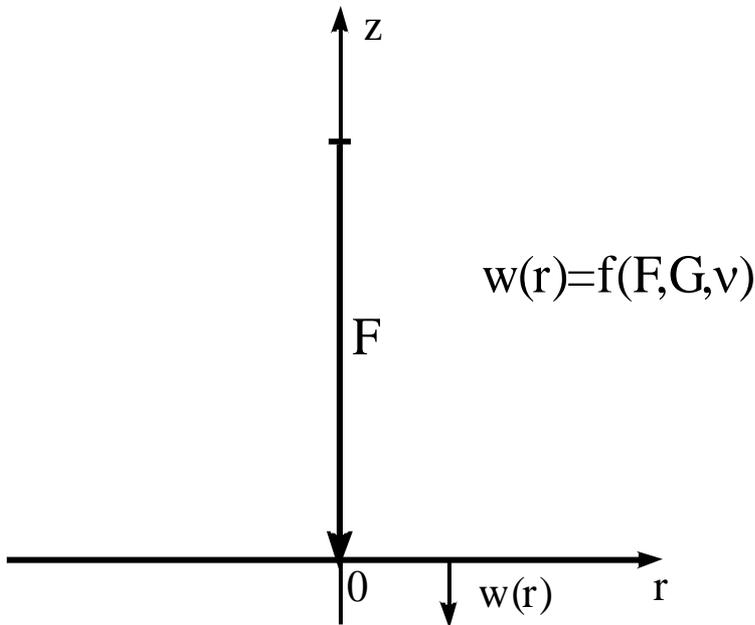
Generell ist bei der Härteprüfung an dünnen Schichten darauf zu achten, dass die Eindringtiefe des Prüfkörpers maximal  $1/3$  der Schichtdicke beträgt.

Nur dann kann ein Einfluss des Substrates ausgeschlossen werden

# Zerstörungsfreie Härtemessung

## Hertz'scher Kontakt:

Wirkung einer Punktkraft auf eine ideal elastische Halbebene:



**G...Schubmodul**

**$\nu$ ...Querkontraktionszahl**

**$w(r)$  entspricht der Eindringtiefe eines Prüfkörpers in den Festkörper.**

**G und  $\nu$  resultieren aus den elastischen Konstanten des Festkörpers:**

$$G = c_{44}$$

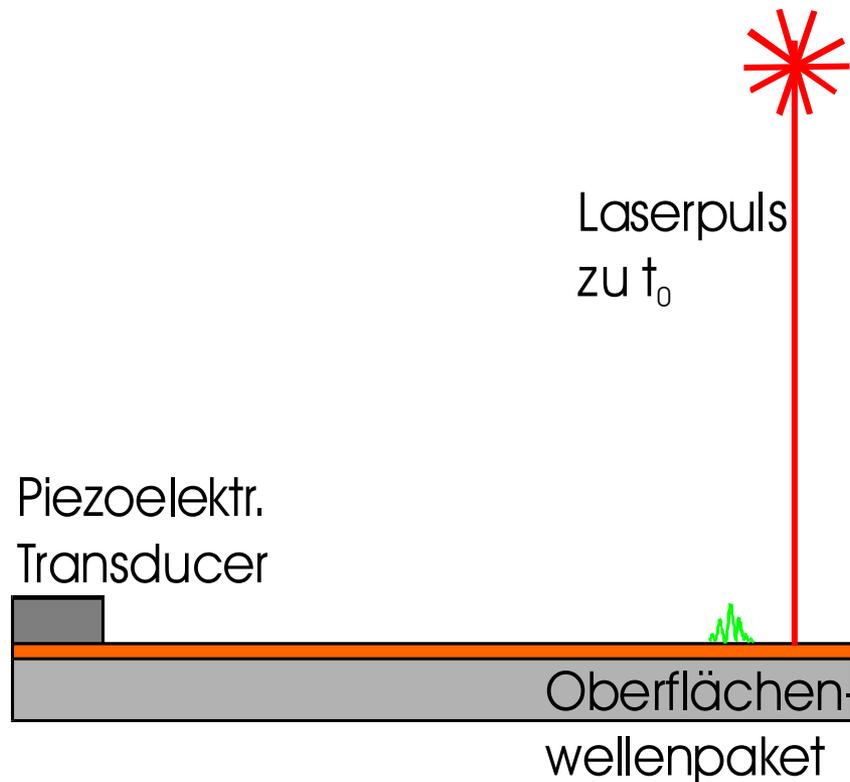
$$\nu = \frac{c_{12}}{2(c_{44} + c_{12})}$$

# Bestimmung elastischer Konstanten

**Elastische Konstanten können durch die Messung der Schallgeschwindigkeit im Festkörper für longitudinale und transversale Schwingungsmoden bestimmt werden.**

# Akustische Oberflächenwellen

Anregung longitudinaler und transversaler Oberflächenmoden durch definierten Laserpuls:



Aus der Laufzeit des Wellenpaketes wird die Schallgeschwindigkeit bestimmt.

Daraus folgen die elastischen Konstanten.

Die Anregung von **Oberflächenwellen** erlaubt die Anwendung des Prinzipes auf dünne Schichten.

# Härte: Einflussgrößen

**Folgende Materialparameter können die Härte beeinflussen:**

- + *Innere Spannungen***
- + *Temperatur***
- + *Korngrösse***
- + *Verunreinigungen***
- + *Verformungsgrad***

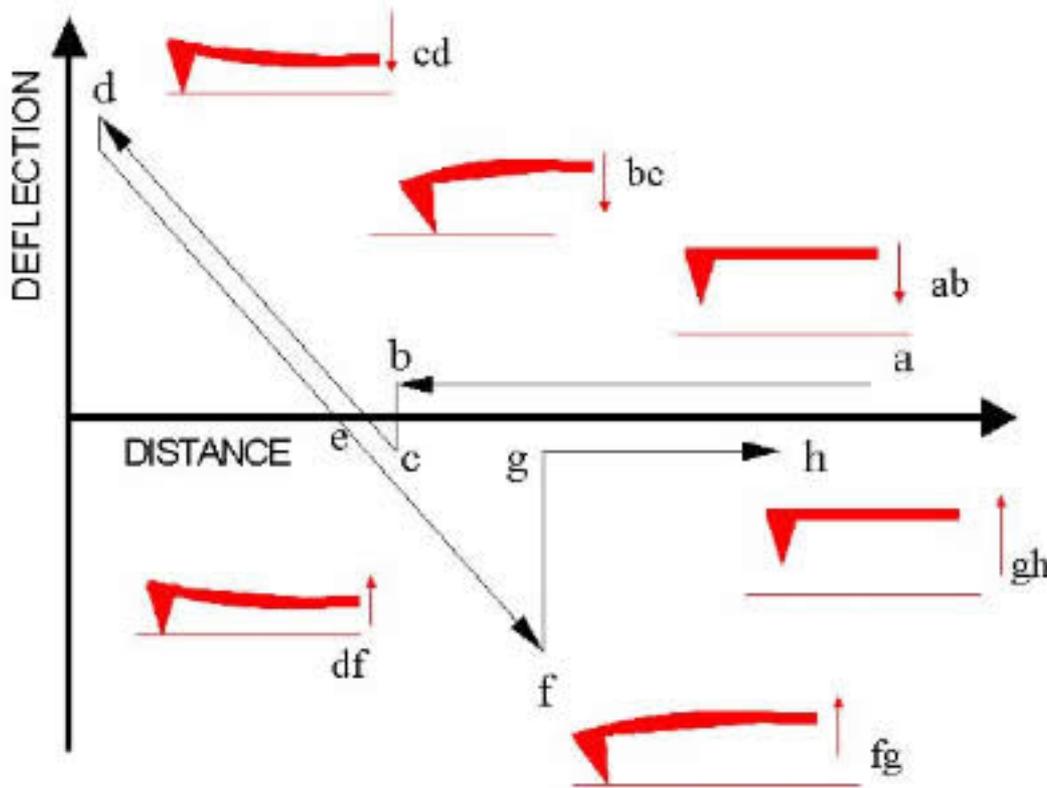
# Mechanische Eigenschaften: Ortsauflösung

Mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie können folgende mechanische (Oberflächen-) Eigenschaften im Nanometerbereich ortsaufgelöst bestimmt werden:

- + *Elastizitätsmodul***
- + *Härte***
- + *Adhäsionskraft***

Dies gelingt mit Hilfe der sogenannten Kraftspektroskopie.

# Kraft-Abstandskurven



**a/b: Annäherung**

**b/c: “Snap-on”**

**c/d: Repulsiver Bereich**

**d/f: Rückzug**

**e: Nulldurchgang**

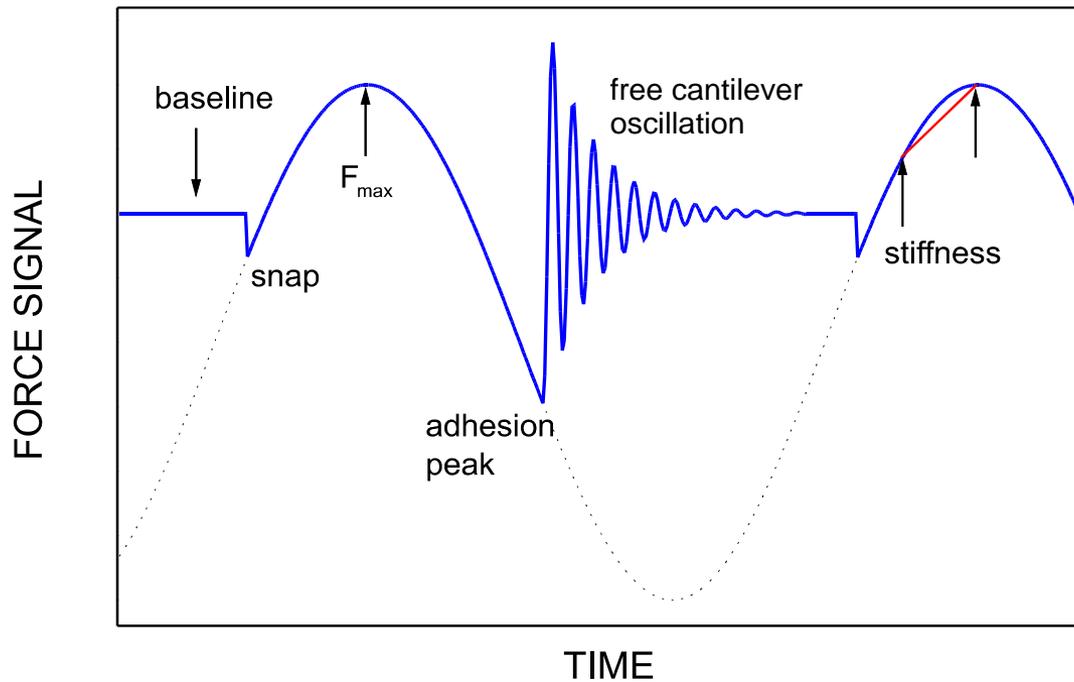
**f/g: Ablösung der Spitze**

**g/h: Kräftefreier Rückzug**

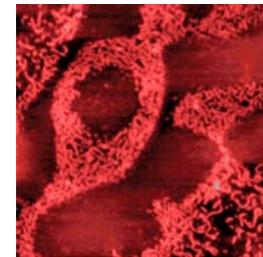
# Pulsed Force Mode

Wiederholte Kraft/Abstandskurven während  
AFM-Scan mit elektronischer Auswertung:

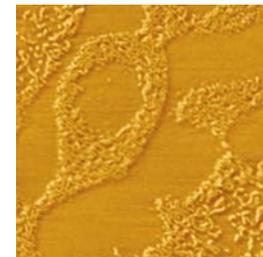
## Kraft-Abstandskurve:



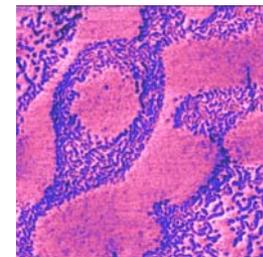
## Polymerketten:



*Topographie*



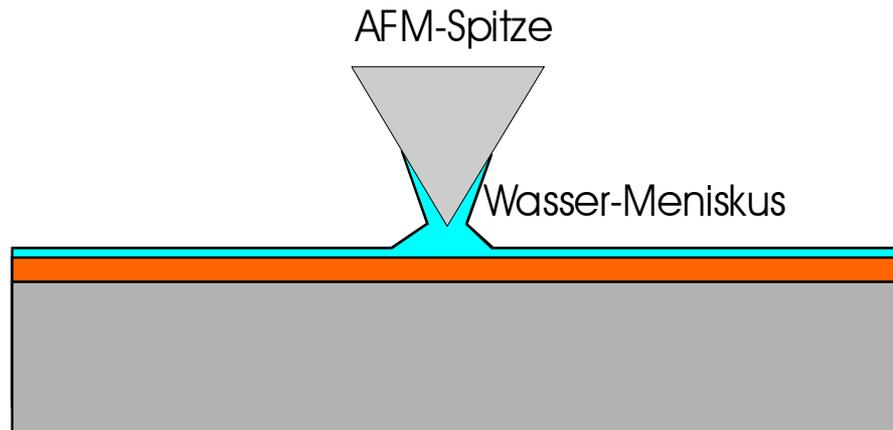
*Adhäsion*



*Steifigkeit*

# Artefakte

**Wesentliches Artefakt in der Kraftspektroskopie:  
Ausbildung eines Wassemeniskus zwischen  
Spitze und Oberfläche unter normalen  
Atmosphärenbedingungen**



**Der Meniskus verfälscht  
aufgrund der hohen  
Oberflächenspannung von  
Wasser insbesondere die  
Werte für die Adhäsion  
Spitze/Oberfläche**

**Vorbeugende Massnahmen:**

- + Arbeiten unter trockenem Stickstoff**
- + Flüssigkeit**
- + Inertgas**
- + Hochvakuum**

# Duktilität

## Bulkmaterial: prozentuale Bruchdehnung $\varepsilon_b$

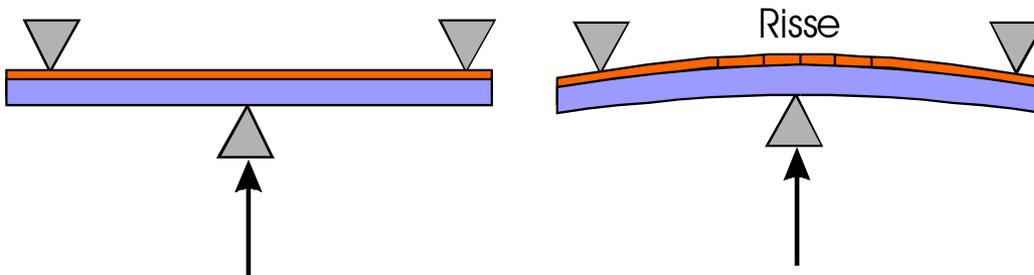
$$\varepsilon_B = \frac{l_Z - l_0}{l_0}$$

$l_Z$  = Länge der Probe nach dem Bruch

$l_0$  = Länge der Probe vor dem Bruch

$\varepsilon_B$  = Bruchdehnung in %

## Dünne Schicht: 3-Punkt-Biegetest



$$\varepsilon_B \approx \frac{100d}{2R + d}$$

$d$  = Schichtdicke

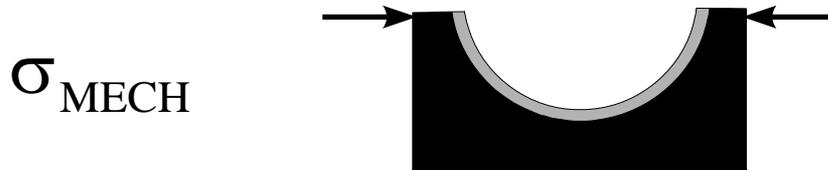
$R$  = Krümmungsradius bei Beginn der Rissbildung

# Spannungen

## Arten von Spannungen:

$$\sigma = \sigma_{\text{MECH}} + \sigma_{\text{T}} + \sigma_{\text{I}}$$

## Mechanische Spannung:



Erzeugt durch Einspannung des Substrates und nachfolgendes entspannen

## Thermische Spannung:

$$\sigma_{\text{T}} = E_{\text{S}} (\alpha_{\text{S}} - \alpha_{\text{U}}) (T_{\text{B}} - T_{\text{M}})$$

$E_{\text{S}}$  ... E-Modul Schicht

$\alpha_{\text{S}}$  ... Ausdehnungskoeff. Schicht

$\alpha_{\text{U}}$  ... Ausdehnungskoeff. Substrat

$T_{\text{B}}$  ... Beschichtungstemperatur

$T_{\text{M}}$  ... Messtemperatur

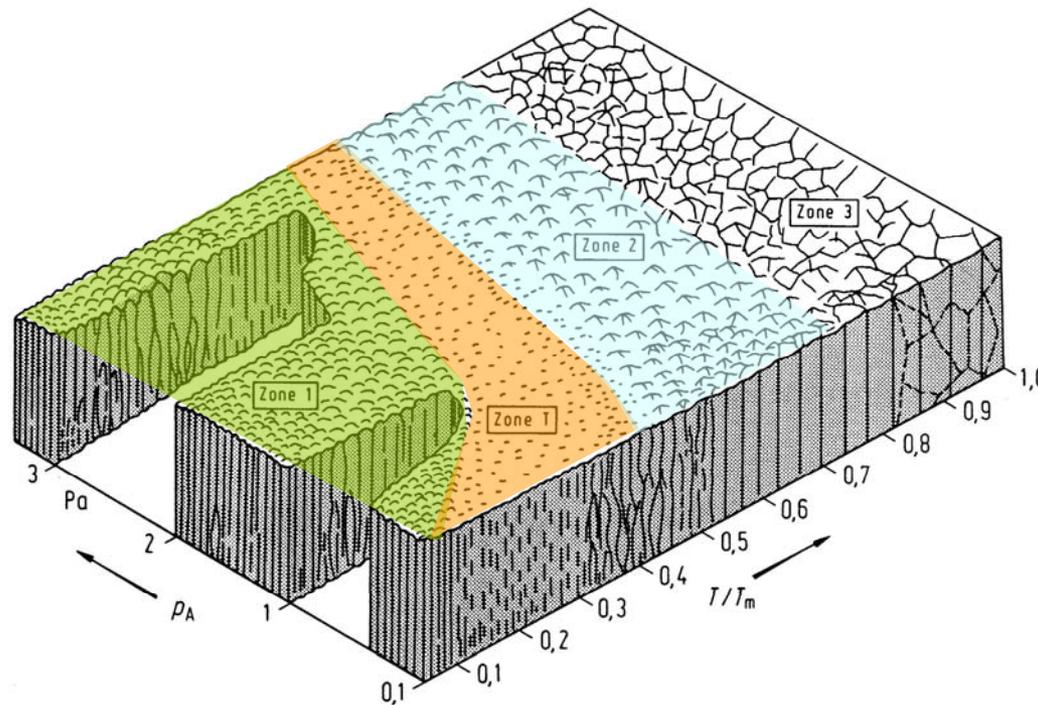
Erzeugt durch verschiedene thermische Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Schicht

# Spannungen und Schichtstruktur

## Intrinsische Spannung:

$\sigma_I$

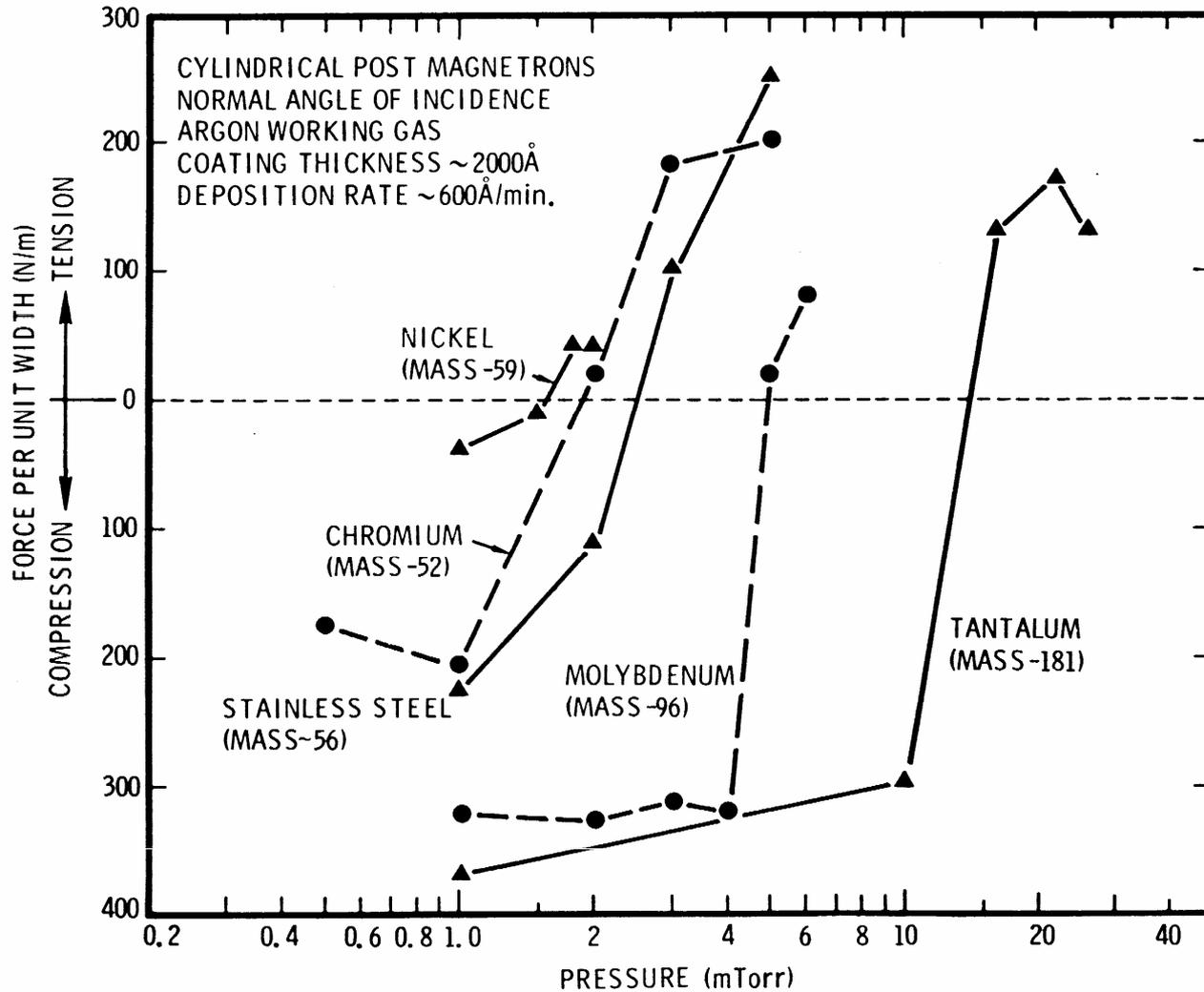
Intrinsische Spannungen sind eine direkte Folge der Schichtstruktur und der Depositionsbedingungen.



- Zugspannung
- Druckspannung
- Variabel



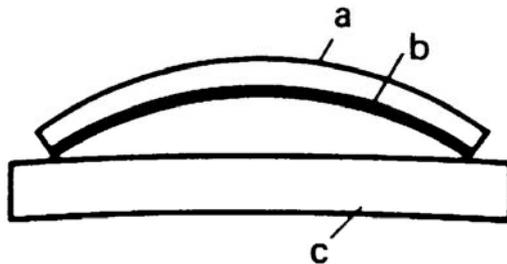
# Intrinsische Sannungen: Sputtern



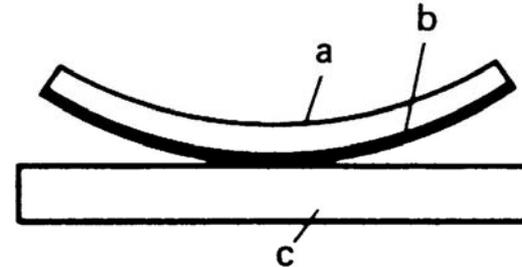
# Spannungsmessung: Grundlagen

## Gekrümmtes Substrat:

Zugspannung



Druckspannung



Gesamtspannung  $\sigma$  einer dünnen Schicht:

$$\sigma = \frac{E_s d_s^2}{6(1 - \nu_s) d_F} \left( \frac{1}{R_{s1}} - \frac{1}{R_{s2}} \right)$$

- a) Substrat
- b) Schicht
- c) Referenzplättchen

$E_s$  ... E-Modul Substrat

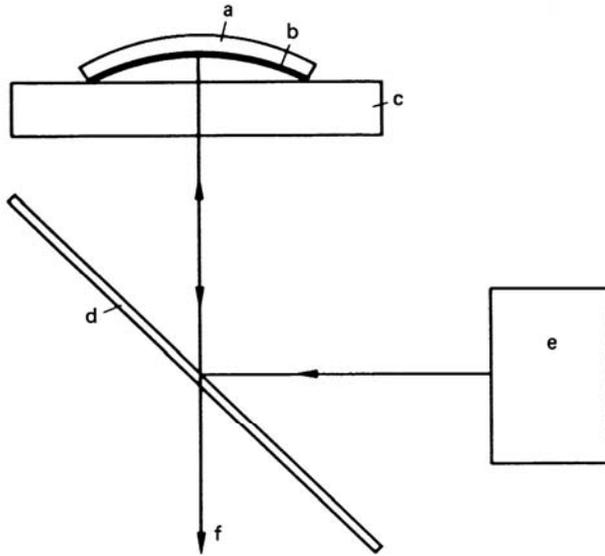
$\nu_s$  ... Poisson-Konstante Substrat

$d_s$  ... Dicke des Substrates

$d_F$  ... Schichtdicke

$R_{s1}, R_{s2}$  ... Krümmungsradius vor bzw. nach der Beschichtung

# Spannungsmessung: Interferenzoptisch



- a) Substrat
- b) Schicht
- c) Referenzplättchen  
(plane Glasplatte)
- d) Strahlteiler
- e) Lichtquelle
- f) zur Aufnahmeoptik

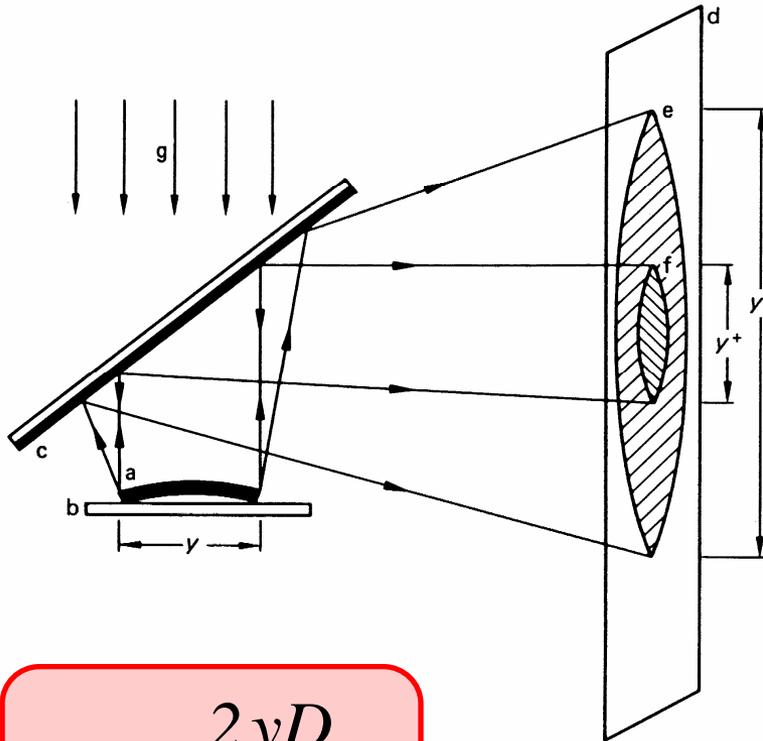
$$R_s = \frac{D_m^2 - D_n^2}{4\lambda(m - n)}$$

$D_M$  ... Durchmesser m-ter Newton-Ring

$D_N$  ... Durchmesser n-ter Newton-Ring

$\lambda$  ... Wellenlänge des eingestrahnten Lichtes

# Spannungsmessung: geometrische Optik



- a) Beschichtetes Substrat
- b) Glasplatte mit reflektierender Schicht
- c) Teildurchlässiger Spiegel
- d) Bildschirm
- e) Bild unbeschichtetes Substrat
- f) Bild beschichtetes Substrat
- g) einfallendes Licht

$$R = \frac{2yD}{y' - y^+}$$

**y ... Durchmesser der Probe**

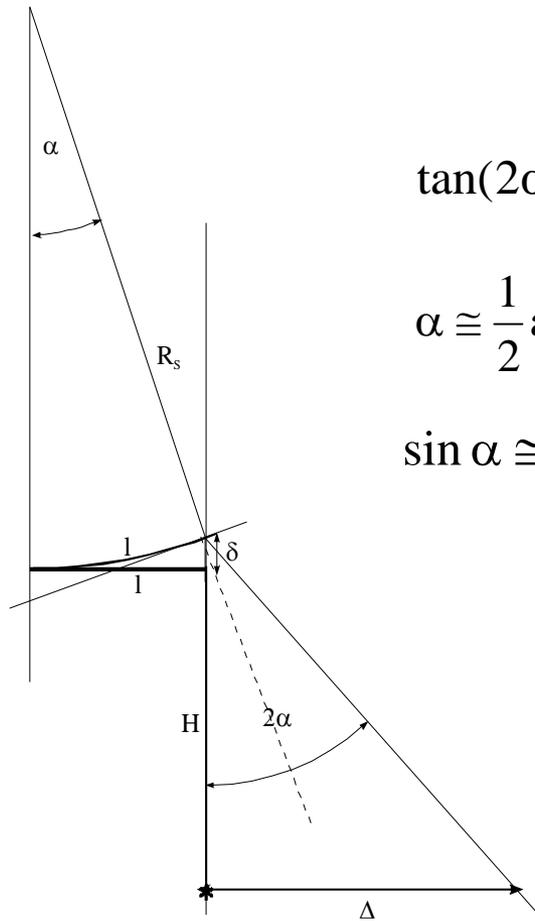
**y<sup>+</sup> ... Durchmesser des Bildes der unbeschichteten Probe**

**y' ... Durchmesser des Bildes der beschichteten Probe**

**D ... Strecke zwischen Probe und Bildschirm**

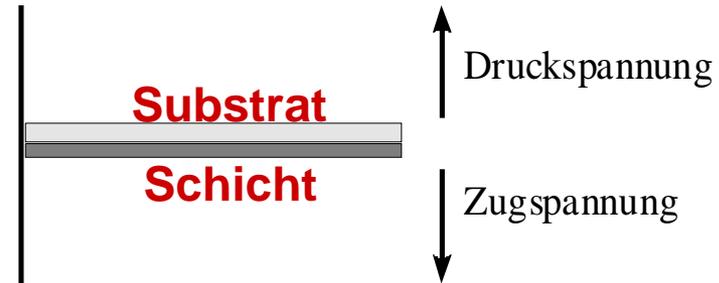
# Spannungsmessung: Biegearm (Cantilever)

## Geometrie:



$$\tan(2\alpha) \cong \frac{\Delta}{H}$$
$$\alpha \cong \frac{1}{2} a \tan\left(\frac{\Delta}{H}\right)$$
$$\sin \alpha \cong \alpha = \frac{1}{R_s}$$

## Prinzip:



$$R_s \cong 2 \frac{1}{a \tan\left(\frac{\Delta}{H}\right)} \cong \frac{2H}{\Delta}$$

## Vernachlässigungen und Voraussetzungen:

- a) laterale Versetzung des Biegebalkens
- b) vertikale Versetzung des Biegebalkens ( $\delta$ )
- c) geringe Verhältnisse  $\Delta/H$

# Röntgenographische Spannungsmessung

## Prinzip:

**Messung der globalen Verzerrung der Elementarzelle durch:**

- + Zwischengitteratome
- + Fehlstellen

## Vorteile:

- + Zerstörungsfrei
- + In Situ möglich

## Nachteile:

**Zahlreiche Einflussgrößen:**

- + Gitterdefekte
- + Versetzungen
- + Verunreinigungen
- + Fremdphasen