

# Schichtvorbehandlung und Haftung

**Wesentliche Voraussetzungen für einen optimalen Verbund zwischen Schicht und Substrat:**

**Anforderungen an das Substrat:**

- + partikelfrei, staubfrei**
- + fettfrei**
- + trocken**
- + frei von stark adsorbierten Verunreinigungen**

**Anforderungen an die Schicht:**

- + mittlere Teilchenenergien beim Aufprall**
- + weitgehende Spannungsfreiheit**
- + Abschirmung schädlicher Umwelteinflüsse**

# Schichtvorbehandlung: Partikelfreiheit

## Partikel entstehen durch:

- + Sägen
- + Brechen
- + Schleifen/Polieren
- + andere Bearbeitungsmethoden

## Partikelentfernung und Vermeidung durch:

- + Abspülen
- + Wischen
- + Abblasen mit Pressluft oder Kaltgas
- + bearbeiten im Reinraum

## Zu achten ist auf:

- + sorgfältiges Handling (Handschuhe)
- + Partikel von Spülmittel/Wischtüchern
- + Verunreinigungen in Pressluft/Kaltgas

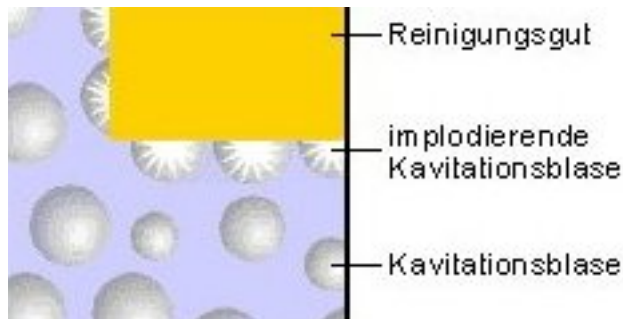
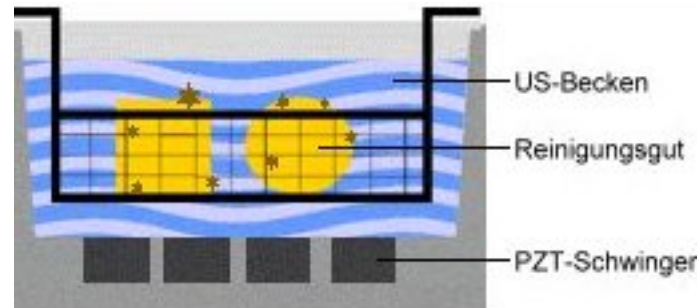
# Schichtvorbehandlung: Entfettung

## Ultraschallreinigung



Ultraschallbad mit  
organischem Lösungsmittel befüllt

## Reinigungsprinzip



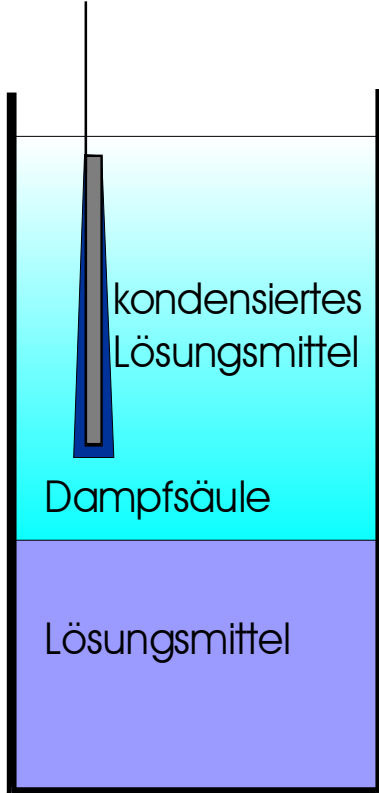
## Kavitation

**Achtung:**  
Ultraschallreinigung  
kann zur Bildung von  
Partikelklumpen führen  
(stehende Wellen!)

# Schichtvorbehandlung: Entfettung, Trocknung

## Dampf- oder Gasphasenreinigung

kaltes Reinigungsgut

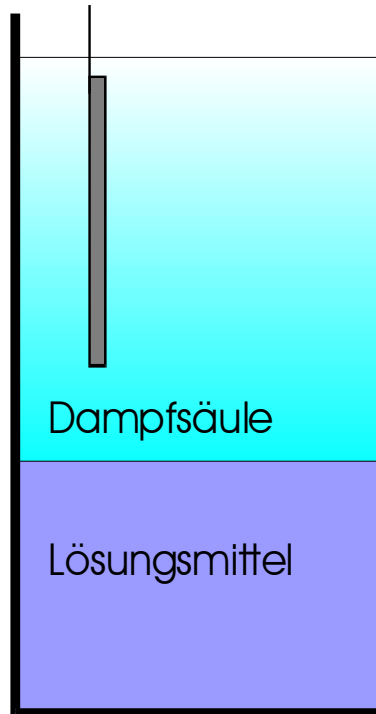


$$T_R < T_{LM}$$

$T_R$  = Temperatur Reinigungsgut

$T_{LM}$  = Temperatur Lösungsmitteldampf

warmes, trockenes  
Reinigungsgut



$$T_R = T_{LM}$$

## Lösungsmittel:

### Aceton

Chem. Formel:



Siedepunkt:

56,5°C

### Ethanol

Chem. Formel:

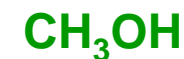


Siedepunkt:

78,5°C

### Methanol

Chem. Formel:



Siedepunkt:

64,7°C

# Schichtvorbehandlung: Trocknung

## Lagerung im Trockenschrank



Bei der Lagerung im Trockenschrank ist zu beachten, dass es bei oxidationsanfälligen Proben nicht zur Bildung von Oxidschichten kommt.

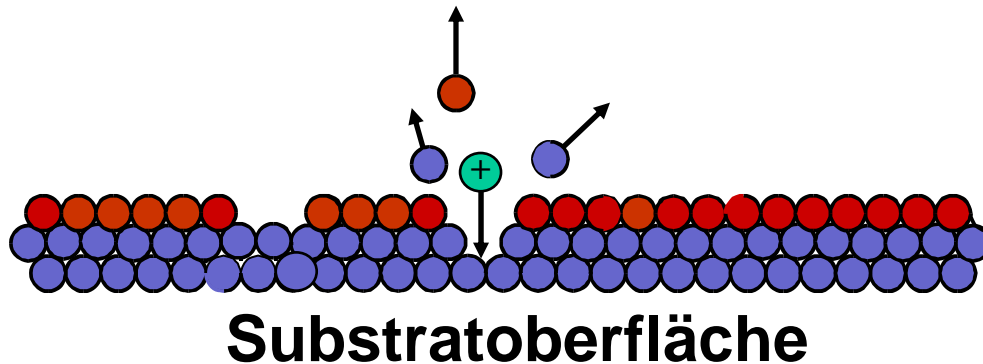
Optimal ist eine Lagerung in der Umgebung des Kochpunktes von Wasser. Das verhindert die Kondensation von Wasser.

# Schichtvorbehandlung im Vakuum

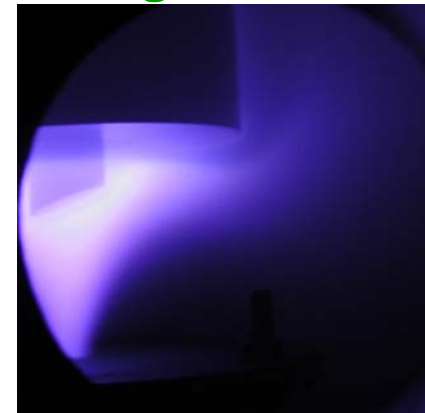
Im Vakuum kann das Substrat endgültig gereinigt werden:

- + Ausheizen
- + Sputterreinigen mit Inertgas
- + Chemische Aktivierung mit Reaktivplasmen

Sputterreinigung:

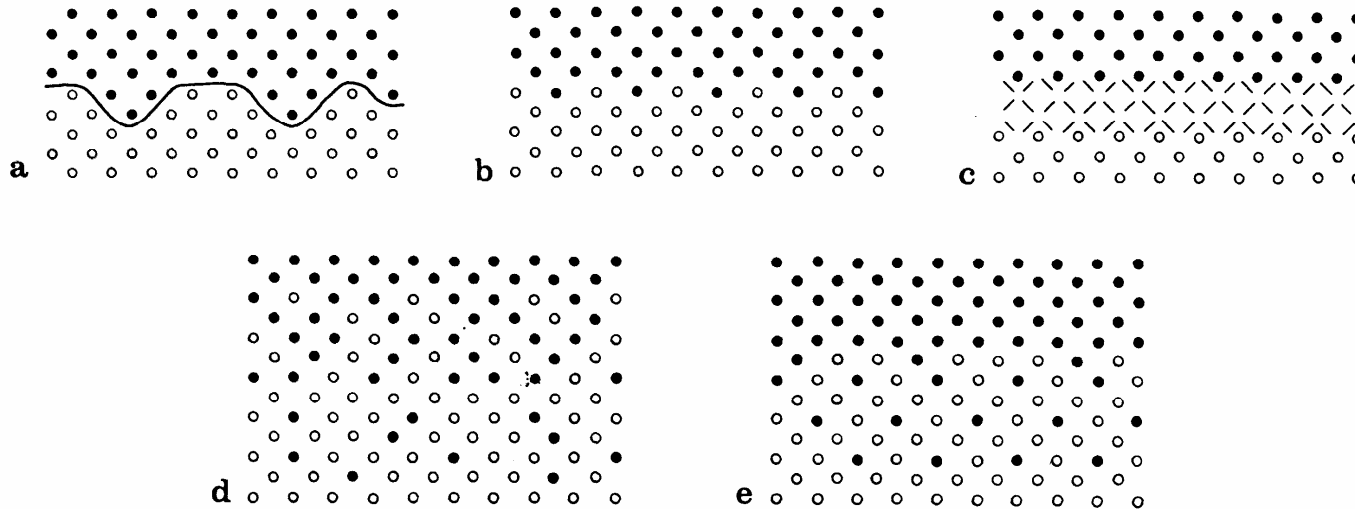


Ionenätzen einer Röntgenanode



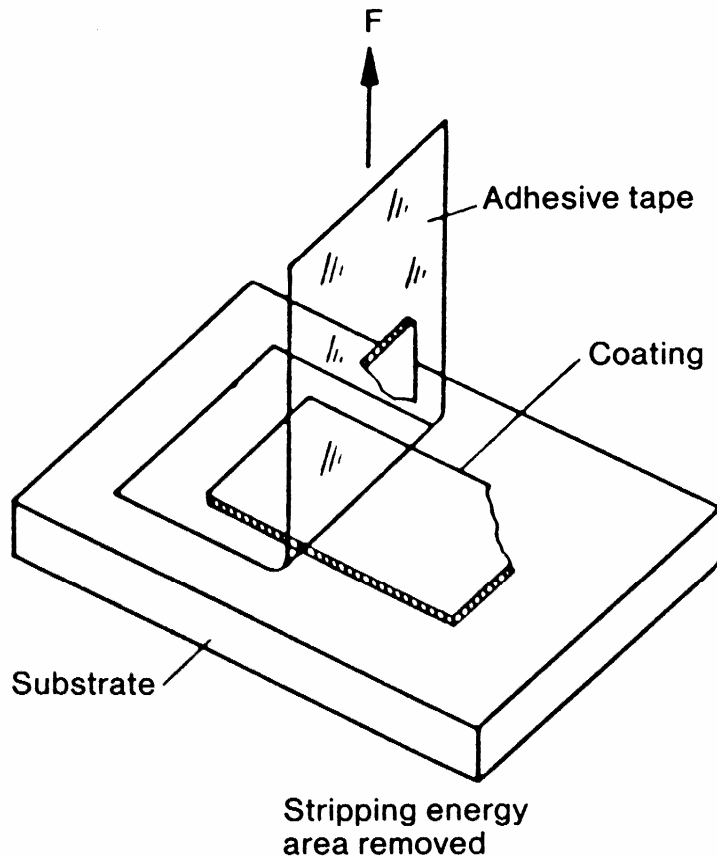
- + Loslösung locker gebundener Verunreinigungen
- + Endgültiges Abtragen adsorbierter Wasserfilme

# Schichthaftungsmechanismen



- a) **Mechanische Verzahnung**
- b) **Monoschicht/Monoschicht**
- c) **Chemische Bindung**
- d) **Diffusion**
- e) **Pseudodiffusion durch erhöhten Energieeintrag**

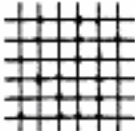
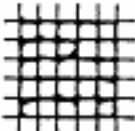


# Haftungs-messung: Klebeband



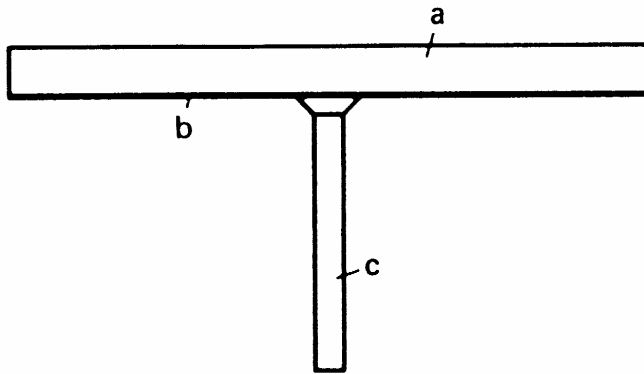
**Beim Klebebandtest ist die Abzugskraft  $F$  genormt. Der selbe Klebebandtyp muss verwendet werden, wenn Ergebnisse für verschiedene Proben verglichen werden sollen.**



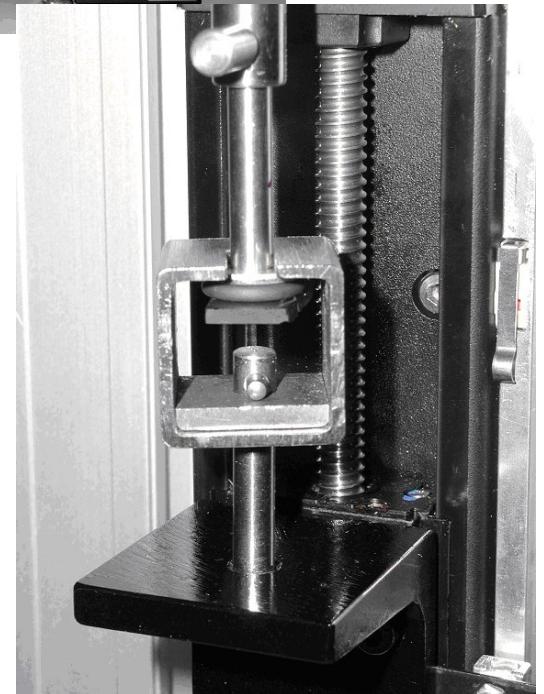
# Haftungsmessung: Gitterschnitt

Gitterschnittkennwert	Beschreibung	Bild
Gt 0	Die Schnitt­ränder sind vollkommen glatt, kein Teilstück des Anstriches ist abgeplatzt.	–
Gt 1	An den Schnittpunkten der Gitterlinien sind kleine Splitter des Anstriches abgeplatzt; abgeplatzte Fläche etwa 5% der Teilstücke.	
Gt 2	Der Anstrich ist längs der Schnitt­ränder und/oder an den Schnittpunkten der Gitterlinien abgeplatzt; abgeplatzte Fläche etwa 15% der Teilstücke.	
Gt 3	Der Anstrich ist längs der Schnitt­ränder teilweise oder ganz in breiten Streifen abgeplatzt und/oder der Anstrich ist von einzelnen Teilstücken ganz oder teilweise abgeplatzt; abgeplatzte Fläche etwa 35% der Teilstücke.	
Gt 4	Der Anstrich ist längs der Schnitt­ränder in breiten Streifen und/oder von einzelnen Teilstücken ganz oder teilweise abgeplatzt; abgeplatzte Fläche etwa 65% der Teilstücke.	
Gt 5	Abgeplatzte Fläche mehr als 65% der Teilstücke.	–

# Haftungs-messung: Abziehtest



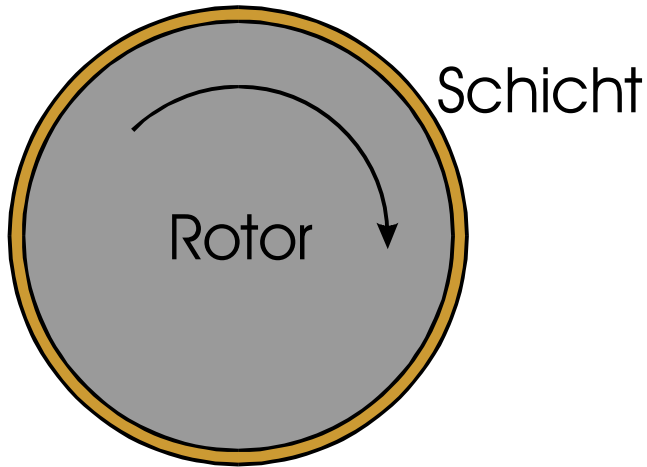
- a) Substrat
- b) Schicht
- c) Aufgeklebter Stempel



**Achtung: folgende Unwägbarkeiten können auftreten:**

- + Reaktion Kleber/Schicht
- + Eindiffusion des Klebers in die Schicht
- + Nach Eindiffusion: Reaktion Kleber/ Substrat
- + Mangelnde Haftung Kleber/Schicht

# Haftungsmessung: Ultrazentrifuge



## Abzugskraft A:

$$A = 4\pi^2 N^2 R \rho d$$

$R$  = Rotorradius

$d$  = Schichtdicke

$N$  = Umdrehungen pro s

$\rho$  = Dichte der Schicht

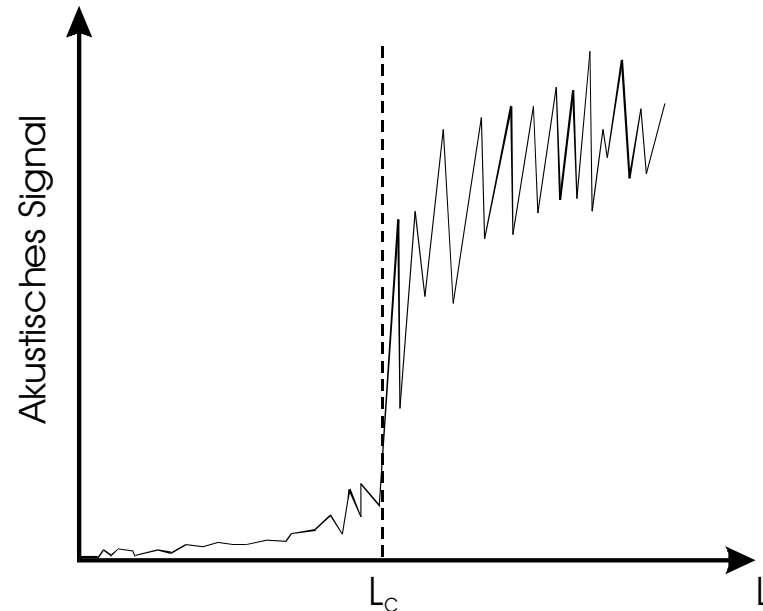
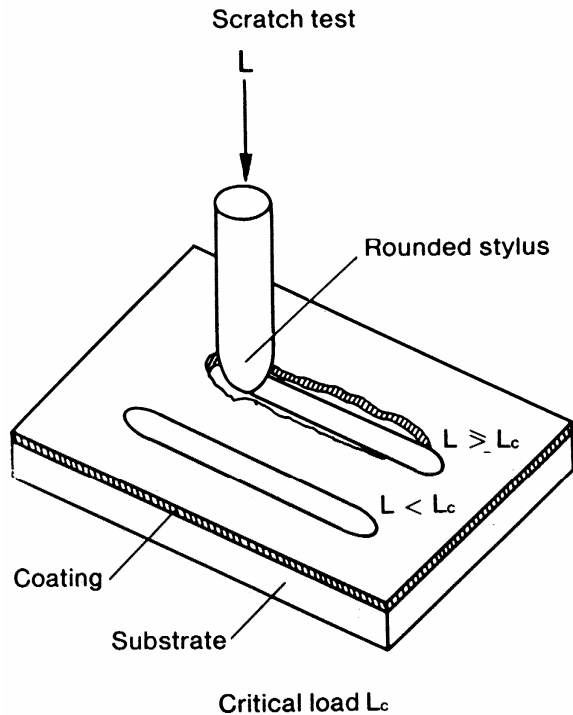
## Vorteile:

- + Quantitative Abzugskräfte
- + Keine Klebungen

## Nachteile:

- + Nur rotationsymmetrische Substrate
- + Übertragbarkeit auf andere Geometrien fraglich
- + Schichtdickengleichmässigkeit fraglich
- + Mechanische Eigenschaften des Grundkörpers nicht frei wählbar

# Haftungsmessung: Scratch Test



## Vorteile:

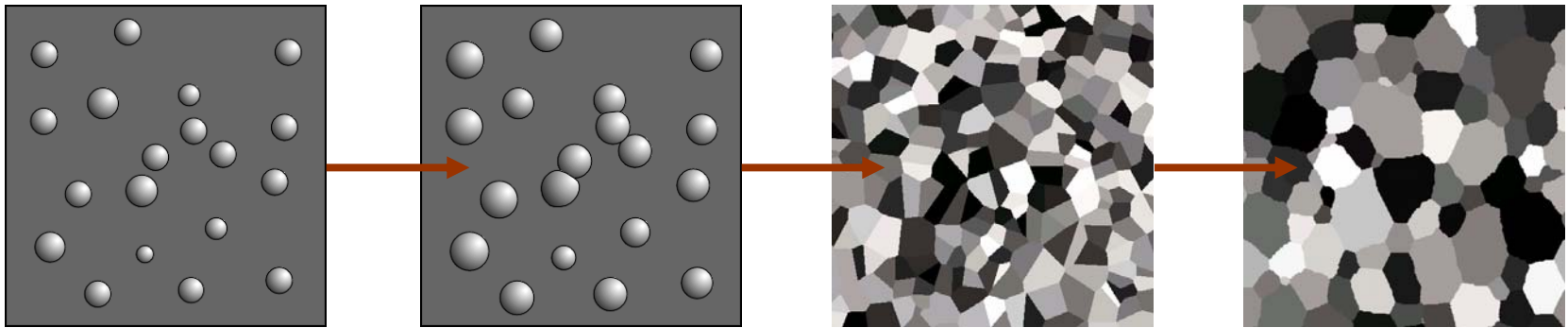
- + Hoher Informationsgehalt
- + Quantitative Werte für  $L_c$

## Nachteile:

- + Nicht zerstörungsfrei
- + Schicht muss spröde sein, um Brüche zu ermöglichen

# Strukturzonenmodelle

## Ergebnis der Wachstumsphasen einer Schicht



Nukleation  
am Substrat

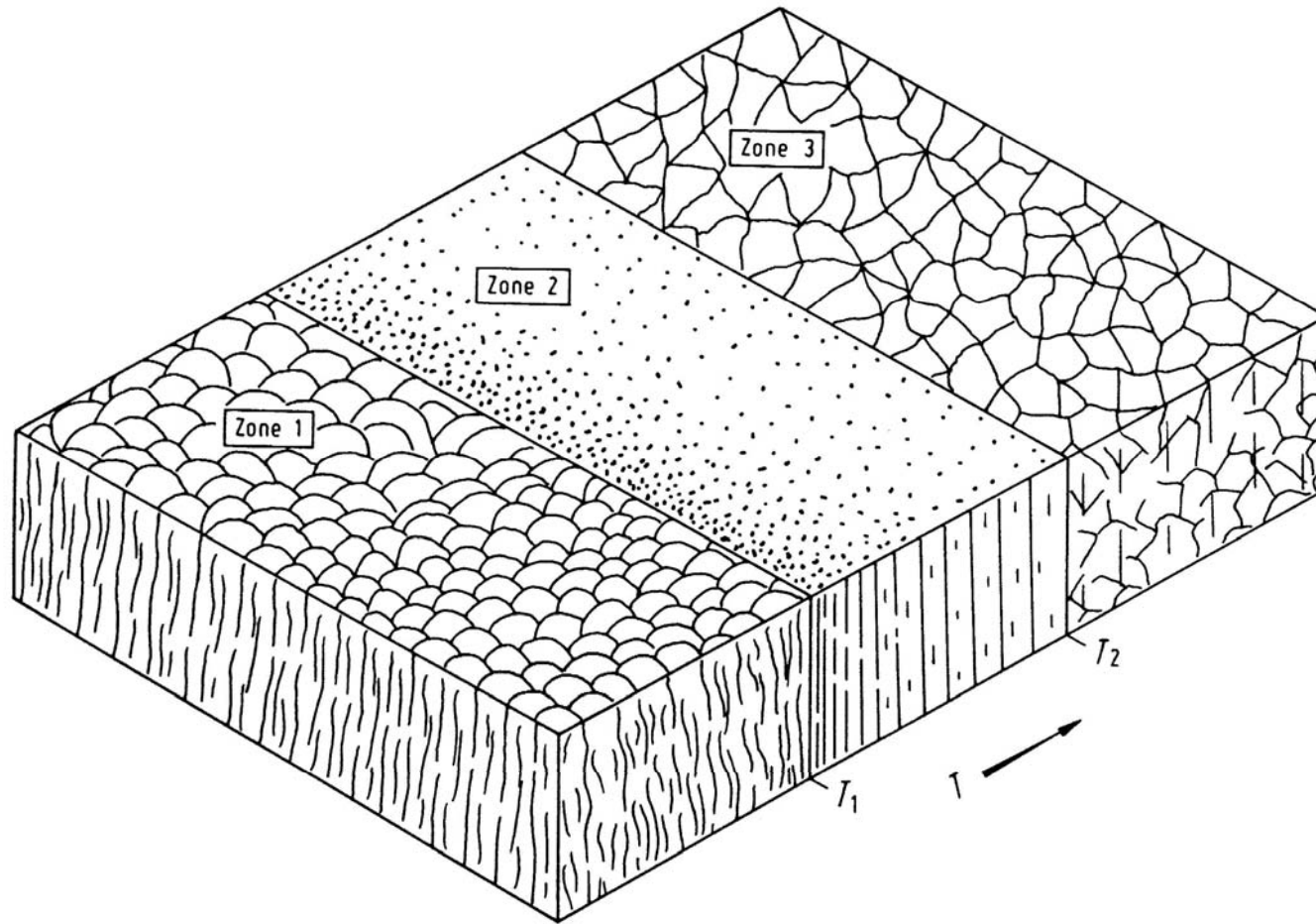
Teilweise  
Koaleszenz  
und Grenzflä-  
chenbildung

Totale  
Koaleszenz  
und Bildung  
eines Poly-  
kristalls

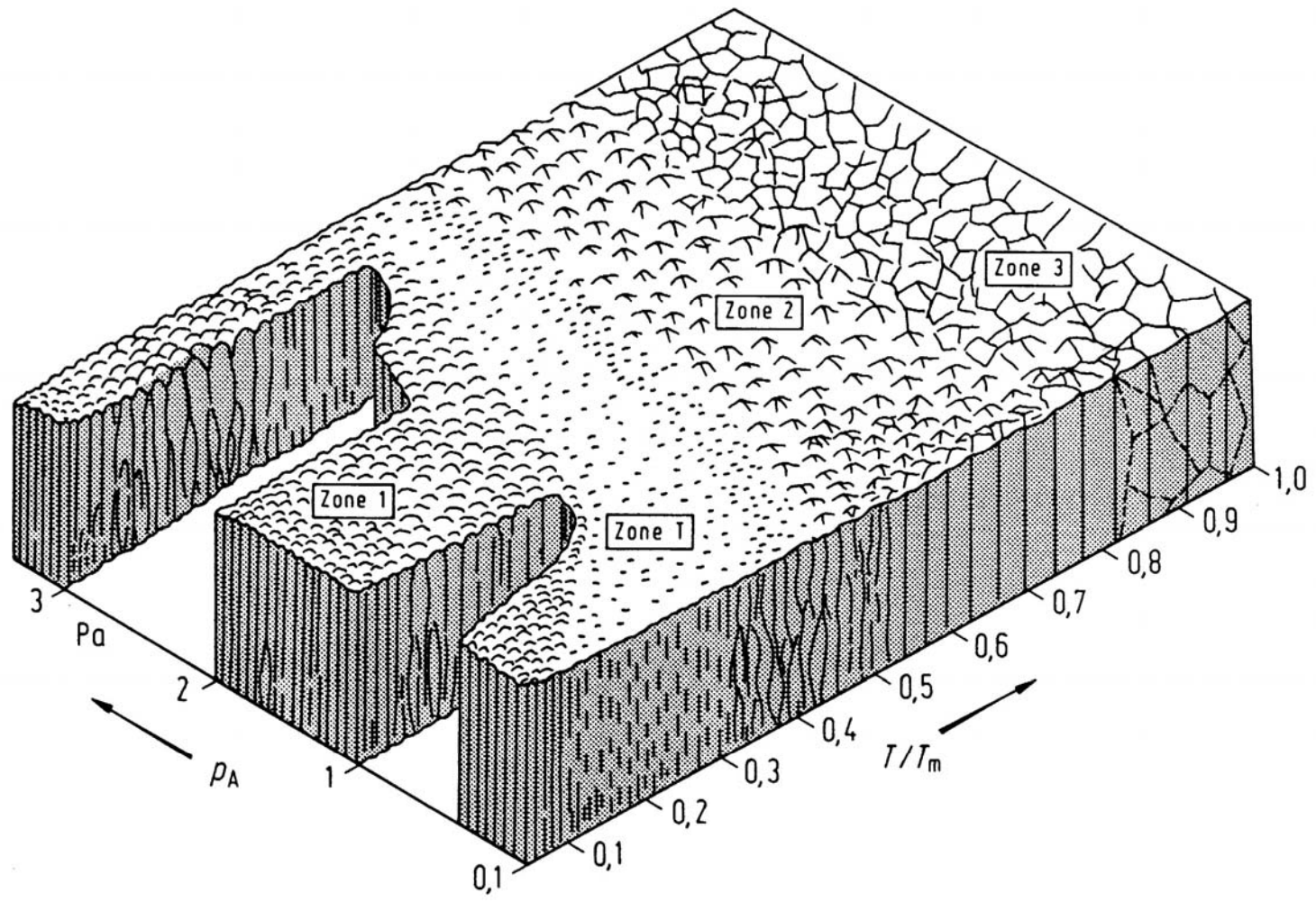
Wachstum der  
Körner des  
Polykristalls

***Strukturzonenmodelle liefern den qualitativen Schichtaufbau in Abhängigkeit von den Beschichtungsparametern.***

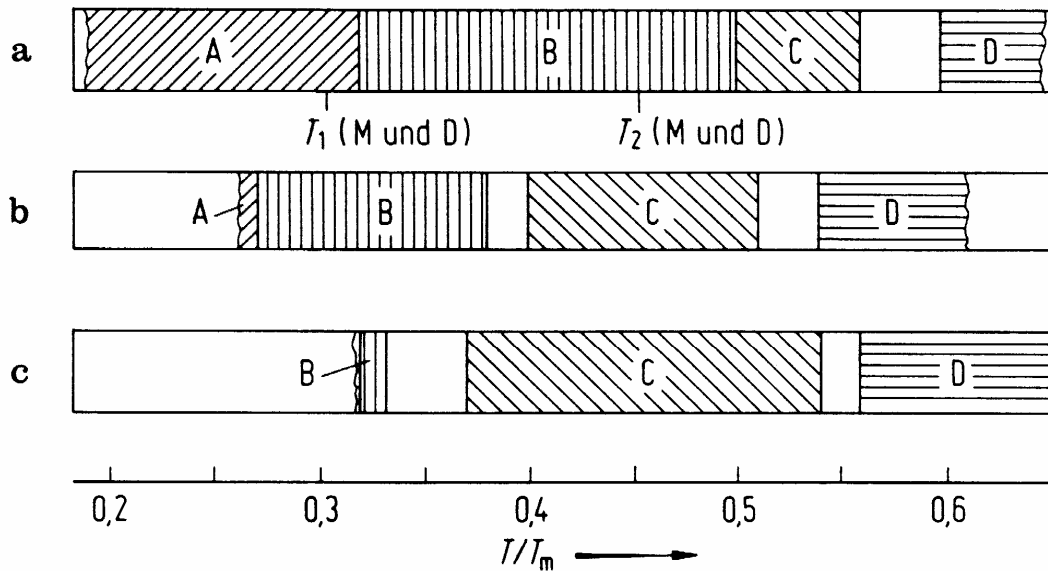
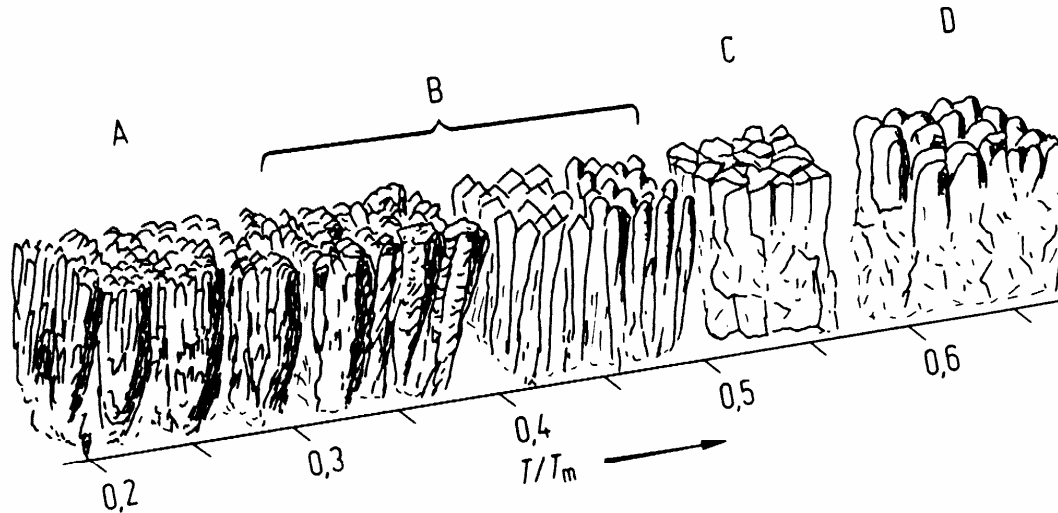
# Movchan-Demchishin: Aufdampfprozesse



# Thornton: Sputterprozesse



# Ionenplattieren





# Zonen und Wachstumsmechanismen

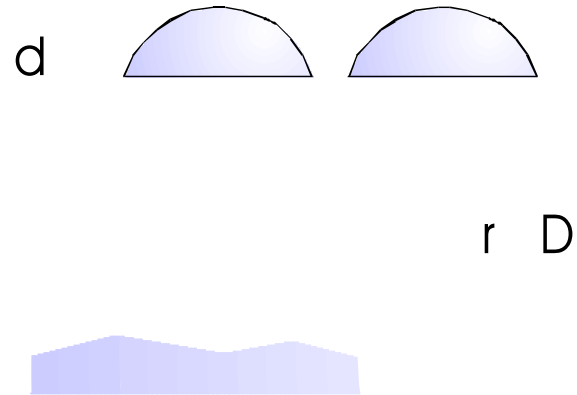
<b>Zone</b>	<b>Mechanismus</b>	<b>Merkmal</b>
<b>1: <math>T/T_M &lt; 0,2</math></b>	<b>Abschattung</b>	<b>Fibern, Poren</b>
<b>T: <math>T/T_M &lt; 0,4</math></b>	<b>Teilchenenergie</b>	<b>Nanokörner</b>
<b>2: <math>T/T_M &lt; 0,8</math></b>	<b>Oberflächendiffusion</b>	<b>Säulige Kristalle</b>
<b>3: <math>T/T_M &gt; 0,8</math></b>	<b>Volumsdiffusion</b>	<b>3d - Körner</b>

# Schichtdicke

**Ideal**



**Real**



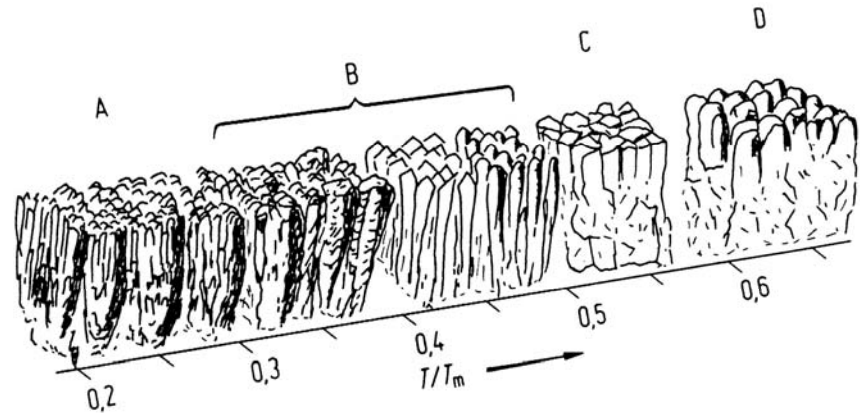
# Schichtdickenmessung: Gravimetrie I

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

**d = Schichtdicke**

**$\rho_S$  = Dichte**

**A = Substratfläche**



**Achtung:**

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

# Schichtdickenmessung: Gravimetrie II

## Methoden der Wägung:

### Konventionelle Waagen

Messgenauigkeit:  $0,1 \mu\text{g} = 10^{-10} \text{ kg}$

Ex-situ-Methodik

Artefaktanfällig (z. B. Oxidation)

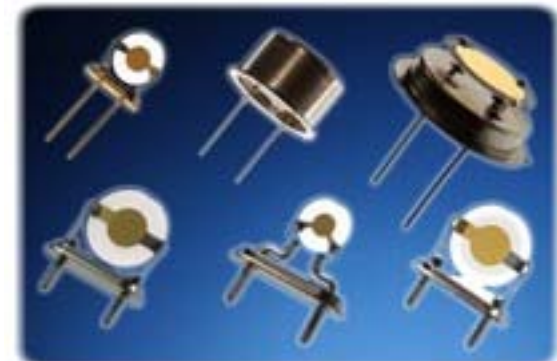


### Schwingquarz-Schichtdickenmessung

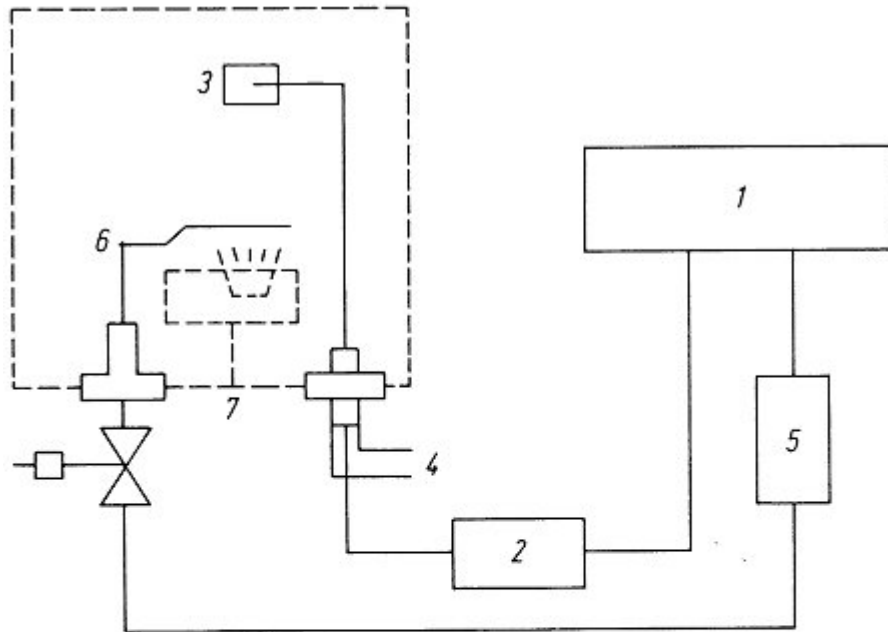
Messgenauigkeit:  $<0.1 \text{ ML}$

In-situ-Methodik

Muss kalibriert werden

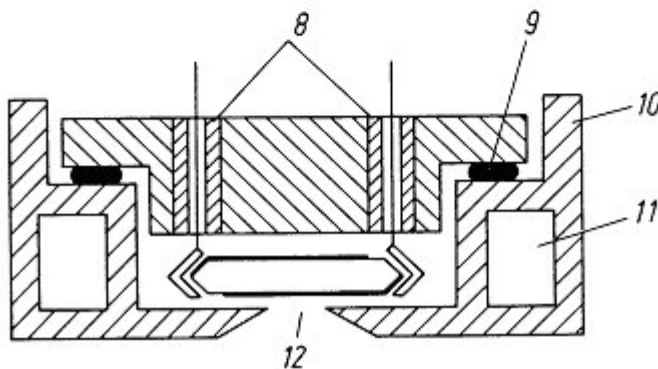


# Schwingquarz - Schema



## Schaltschema

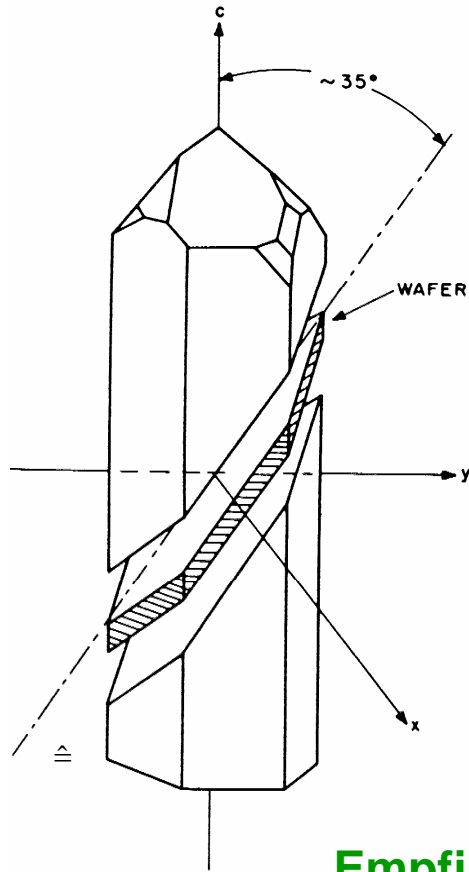
- 1 Steuergerät; DA/AD-Wandler
- 2 Oszillator
- 3 Messkopf
- 4 Wasserkühlung
- 5 Shuttersteuerung
- 6 Shutter
- 7 Aufdampfquelle



## Aufbau des Messkopfes

- 8 Elektrische Zuführungen
- 9 Dichtung
- 10 Wassergekühlter Cu-Block
- 11 Kühlkanal
- 12 Apertur

# Schwingquarz - Temperaturstabilisierung



**A/T-Schnitt von  $\text{SiO}_2$ :**

$$\Delta f = \beta f \Delta t$$

$$\beta = -10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

$$f = 6 \text{ MHz}$$

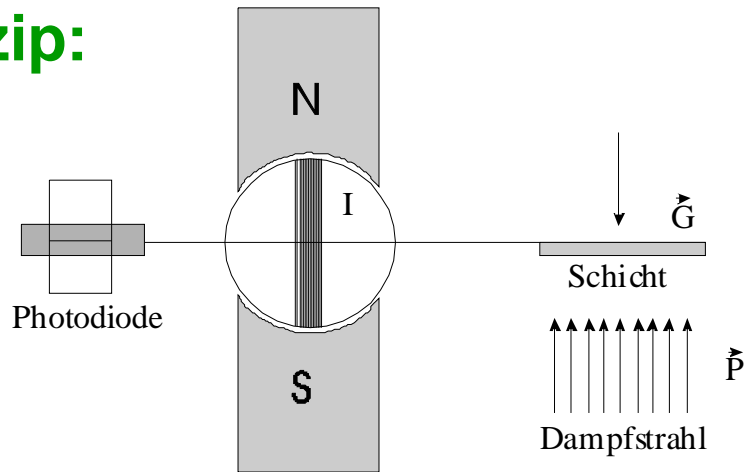
$$\Delta f / \Delta t = -6 \text{ Hz/K}$$

**Empfindlichkeiten im A/T-Schnitt**

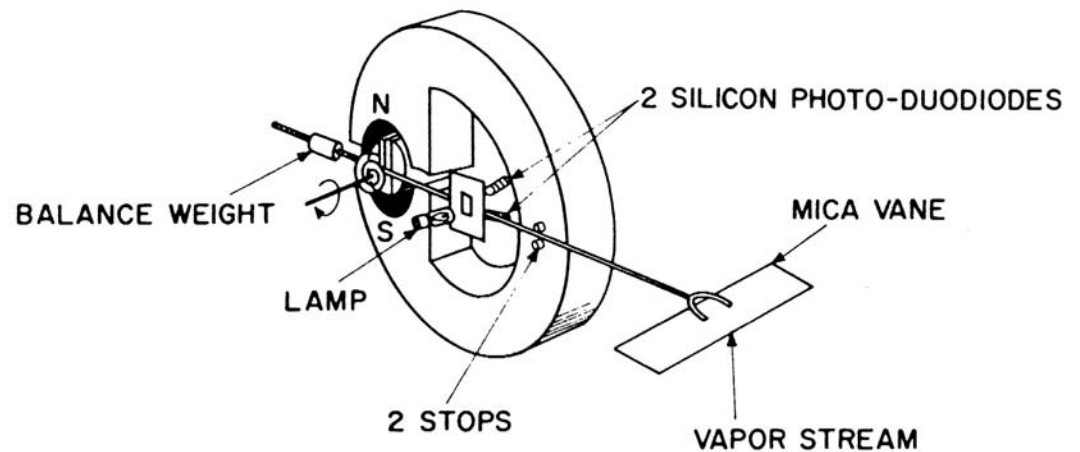
$f_0$ [MHz]	Dicke d. Qu. [mm]	$df/d\mu$ [Hz/ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ]	$df/dD(r=1)$ [Hz/Å]
1	1.67	2.2	0.022
6	0.28 (Grenze)	81.5	0.818

# In-Situ – Mikrowägung I

## Prinzip:

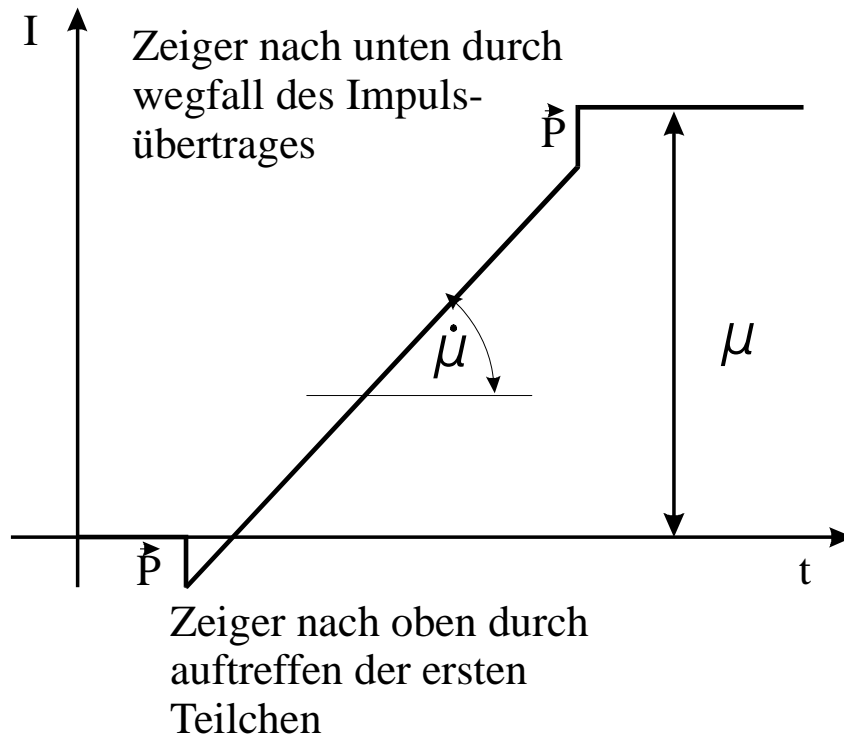


## Realisierung:



# In-Situ – Mikrowägung II

## Messresultat:



$\vec{P}$  ... Impuls

$\dot{\mu}$  ... Rate der Massenbelegung

$\mu$  ... Massenbelegung

## Anwendung:

Kalibrierung anderer Messverfahren, da diese Methode absolute Messwerte liefert. Der Strom erlaubt einen direkten Rückschluss auf die deponierte Masse.



# Dosierte Massenzufuhr

## Konstanter Materialfluss von der Quelle:

$$a = \left( \frac{dm}{dt} \right) / A = \left( \frac{\rho \cdot dD \cdot A}{dt} \right) / A = \rho \left( \frac{dD}{dt} \right) = \text{const.}$$

$$D = \frac{at}{\rho}$$

D...Schichtdicke

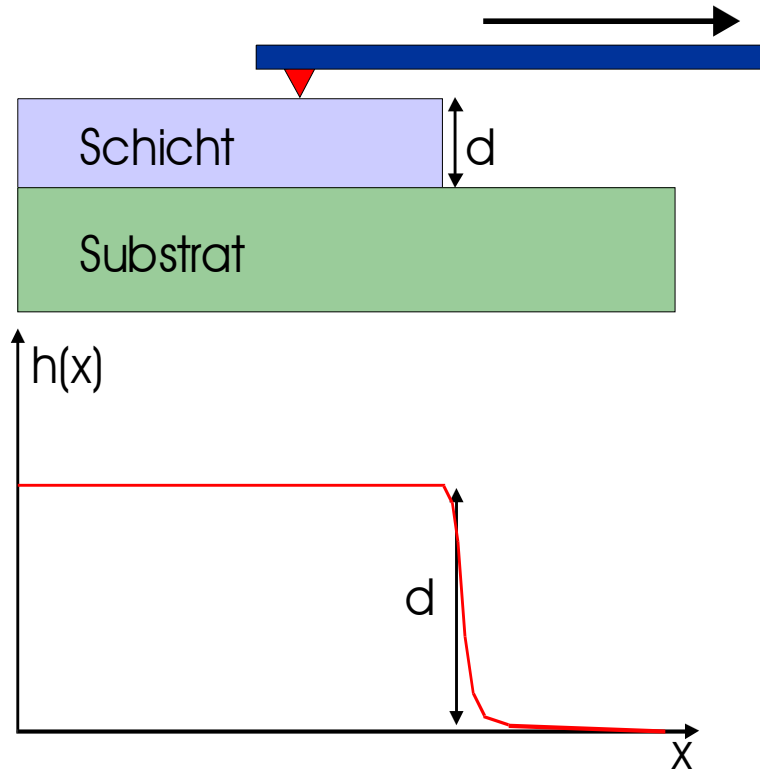
a...Massefluss

$\rho$ ...Dichte der Schicht

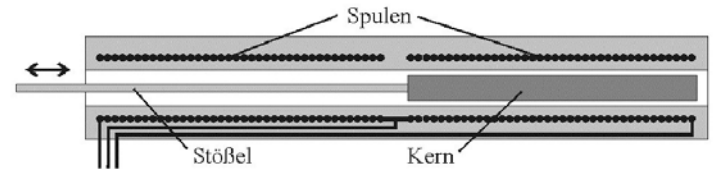
**Die Methode ist nur anwendbar, wenn der Materialabtrag von der Quelle über lange Zeiten konstant ist (z. B. Sputtern).**

# Direkte Methoden I

## Stylus-Profilometer

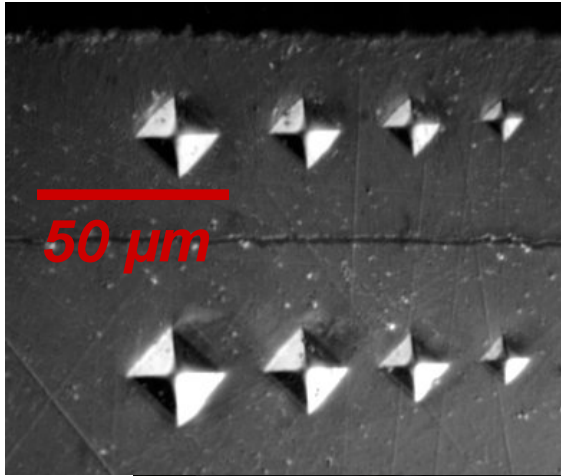


**Messprinzip: induktiver Wegaufnehmer.  
Liefert auch Rauigkeitsschriebe.**

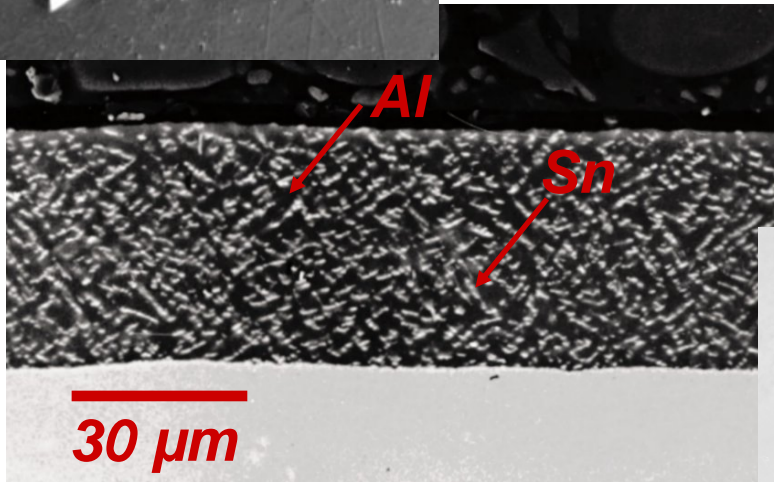


# Direkte Methoden II

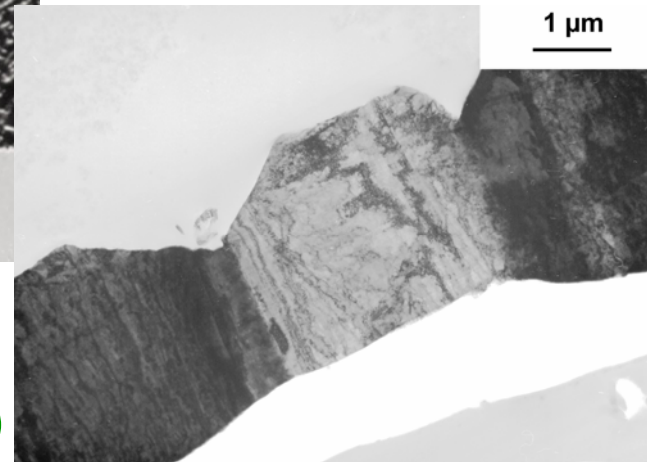
## Licht- und Elektronenmikroskop: Querschnitte



*Sputterschicht:  
Querschliff (Lichtmikroskop)*

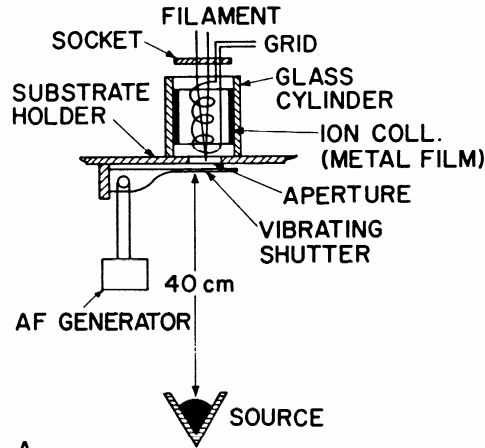


*Sputterschicht:  
Querschliff (REM)*

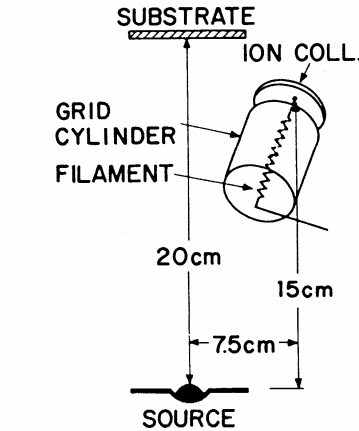


*T-behandelte  
Cu-Schicht (TEM)*

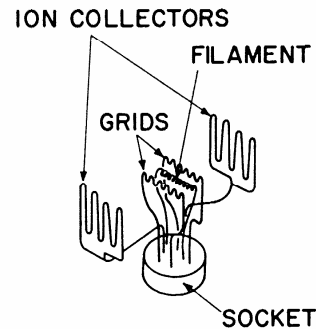
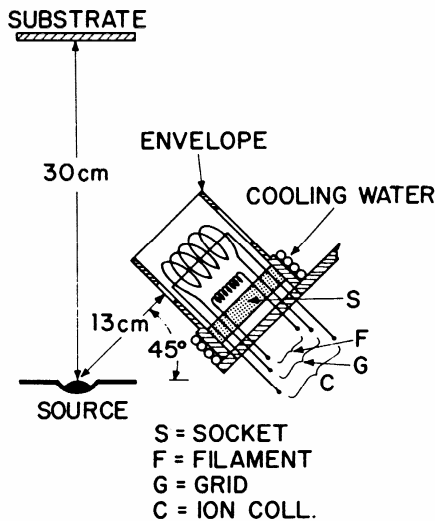
# Ratenmessung mittels Ionisation



A.



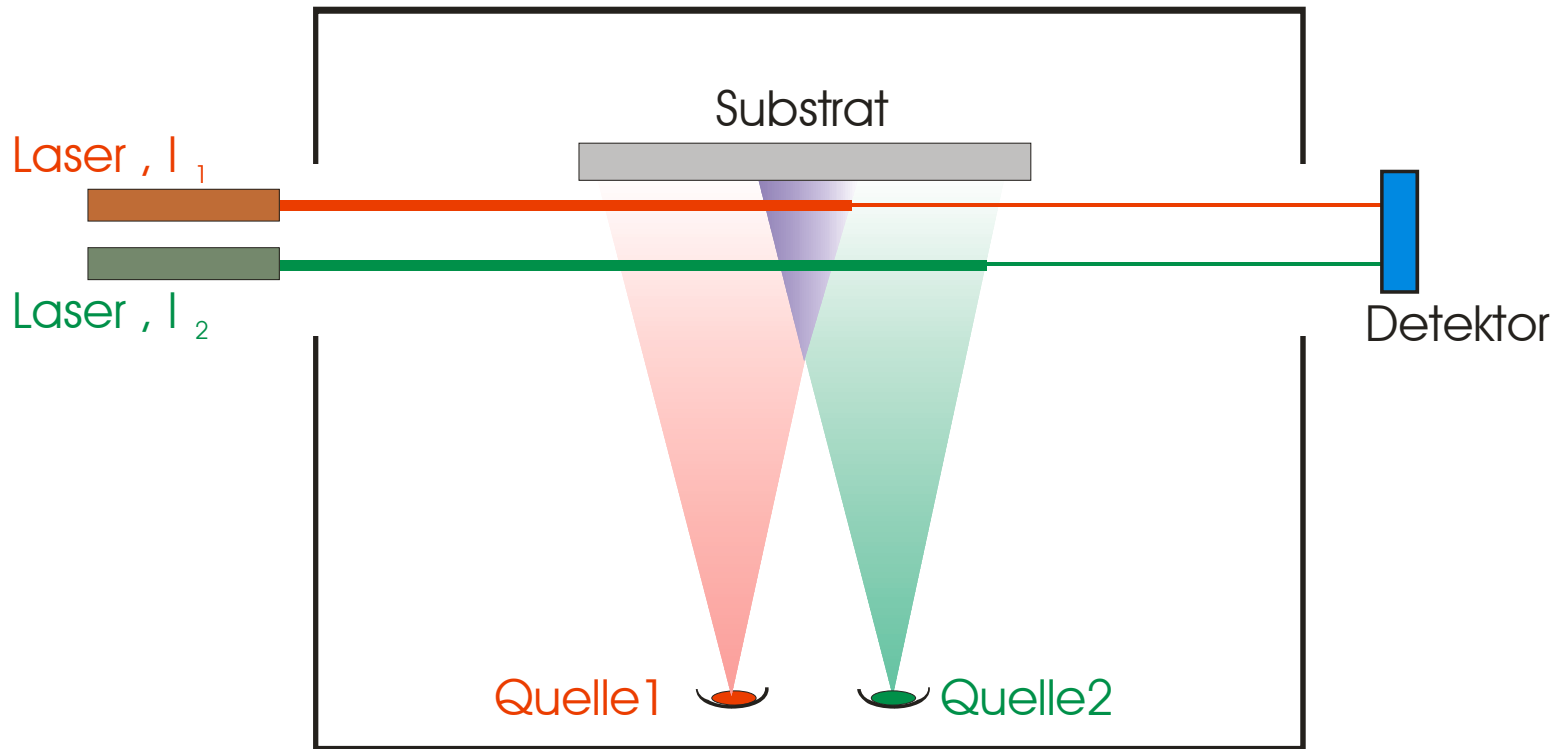
B.



Sehr geringe Teilchen-  
zahlen sind messbar, da  
äusserst geringe Ströme  
detektiert werden  
können.

Der Dampfstrahl wird  
nur geringfügig  
beeinflusst.

# Ratenmessung mittels Laseranregung



**Keine Wechselwirkung mit dem Teilchenstrahl. Messung direkt vor dem Substrat möglich. Bei geeigneten Laserwellenlängen können die Depositionsraten mehrerer Quellen gleichzeitig gemessen werden.**

# Weitere Methoden

## Elektrische Messgrößen

- + Widerstand
- + Kapazität: Substrat/Schicht/Sensor → Kondensator
- + Wirbelstrom

## Magnetismus

## Weitere Methoden

- +  $\beta$ -Elektronen-Rückstreuung
- + Elektronenstrahlschwächung im TEM
- + Röntgen-Fluoreszenz (RFA):  
Qualitätskontrolle (Zerstörungsfrei)
- + Tracer-Methoden