

Hochempfindliche Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen auf technischen Bauteilen

Ralf Bandorf, Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST, Bienroder Weg 54 E,
38108 Braunschweig, Tel.-Nr. +49 531 2155-602, ralf.bandorf@ist.fraunhofer.de

Holger Gerdes, Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST, Bienroder Weg 54 E,
38108 Braunschweig, Tel.-Nr. +49 531 2155-576, holger.gerdes@ist.fraunhofer.de

Ulrike Heckmann, Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST, Bienroder Weg 54 E,
38108 Braunschweig, Tel.-Nr. +49 531 2155-581, ulrike.heckmann@ist.fraunhofer.de

Mirjana Petersen, Technische Universität Braunschweig, Institut für Oberflächentechnik, Bienroder Weg 54 E,
38108 Braunschweig, Tel.-Nr. +49 531 2155-684, mirjana.petersen@tu-braunschweig.de

Günter Bräuer, Fraunhofer-Institut IST und Technische Universität Braunschweig IOT, Bienroder Weg 54 E,
38108 Braunschweig, Tel.-Nr. +49 531 2155-501, guenter.braeuer@ist.fraunhofer.de

1. Einleitung

Gesputterte Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen (DMS) besitzen eine Vielzahl von Vorteilen gegenüber konventionellen Folien-DMS. Sie können z. B. mit einem sehr hohen Automatisierungsgrad und hoher Positionsgenauigkeit aufgebracht werden. Zudem befindet sich zwischen Dünnschichtsensor und Bauteil nur eine wenige Mikrometer dicke keramische Isolationsschicht, anstatt einer aufgeklebten elastischen Trägerfolie, woraus eine erhöhte Messgenauigkeit resultiert. Aus den genannten Gründen werden gesputterte Dehnungsmessstreifen bereits heute in kommerziellen Drucksensoren in einer Vielzahl von Produkten zur Messung von statischen oder dynamischen Drücken eingesetzt.

Allerdings ist die maximale Empfindlichkeit der Sensoren, neben der eingesetzten Elektronik, durch die verfügbaren dehnungsempfindlichen Materialien begrenzt. Die üblicherweise eingesetzten Legierungen, wie z. B. Nickel-Chrom, besitzen eine metalltypische Dehnungsempfindlichkeit mit einem k-Faktor von ca. 2. Sie werden insbesondere aufgrund ihres weitgehend temperaturunabhängigen Widerstands (mit einem Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands TK_R nahe 0 ppm/K) eingesetzt, wodurch eine temperaturkompensierte Dehnungsmessung ermöglicht wird.

Neuartige piezoresistive Schichten erlauben eine deutliche Steigerung der Dehnungsempfindlichkeit im Vergleich zu konventionellen Materialien. Die piezoresistiven Materialien für die Sensorschicht bestehen idealerweise aus einer halbleitenden Matrix mit eingelagerten metallischen Nanopartikeln. Interessante Nanokomposit-Schichten sind z. B. nickelhaltige diamantähnliche Kohlenwasserstoffschichten (Ni-DLC). Der elektrische Widerstand der DLC-Matrix hat einen negativen Temperaturkoeffizienten, die metallischen Partikel dagegen einen positiven Temperaturkoeffizienten. Das unterschiedliche Temperaturverhalten führt bei geeignetem Materialverhältnis zu einem temperaturunabhängigen elektrischen Widerstand. Darüber hinaus ist der Widerstand der Schichten abhängig vom Abstand der elektrisch leitfähigen Partikel untereinander und ändert sich somit deutlich stärker unter Dehnung als bei reinen Metallschichten. Mit Ni-DLC, welches auch unter weiteren Bezeichnungen, wie Ni:a-C:H, a-C:H:Ni oder NanoNi@C, bekannt ist, können k-Faktoren mit Werten um die 20 bei gleichzeitig sehr niedrigen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands ($TK_R < \pm 100$ ppm/K) [Ban09, Pet11, Kop9, Kop10] erzielt werden.

Die sensorische Nutzung des piezoresistiven Verhaltens von metallhaltigen und reinen DLC-Schichten ist seit längerem bekannt und geschützt [Lue99]. Reine DLC-Schichten weisen mit k-Faktoren bis über 1000 noch weit höhere Dehnungsempfindlichkeiten auf als metallhaltige DLC-Schichten [Tib06, Bie06, Pet12]. In Abhängigkeit von den Beschichtungsparametern sind die DLC-Schichten sowohl als Drucksensoren im direkten Kraftschluss (Diaforce[®]) sowie auch als Dehnungsmessstreifen einsetzbar. Auf Grund der hohen Temperaturabhängigkeit ist jedoch eine hochempfindliche Temperaturkompensation zu berücksichtigen. Einfacher ist die mikrotechnologische Anwendung von reinen DLC-Sensoren, wenn durch entsprechende Randbedingungen eine weitgehende Temperaturhomogenität im Sensorbereich gewährleistet wird.

Eine wichtige Voraussetzung für funktionsfähige Dünnschicht-DMS auf metallischen Bauteilen ist eine zuverlässige Isolationsschicht zwischen Bauteil und der Sensorschicht. Hierfür stehen verschiedene Verfahren und Materialkombinationen zur Verfügung. Etabliert haben sich unter anderem Al_2O_3 - und SiO_2 -Schichten [Fru05]. Während SiO_2 -Schichten, die mittels thermischer CVD-Verfahren abgeschieden

werden, Prozesstemperaturen von über 500 °C benötigen [Mar91], bietet das HF-Sputtern von Al_2O_3 vom keramischen Target zuverlässige Isolation bei Temperaturen unterhalb von 300 °C. Noch weiter reduziert wird die Prozesstemperatur bei der plasmaunterstützten CVD-Abscheidung (PACVD) von SiO_2 .

Die Strukturierung der Leiterbahnen, auch auf komplexen Oberflächen, sowie das Trimmen der Widerstände ist mittels moderner Lasertechnik möglich [Due11]. Alternativ kann die Strukturierung auch mittels klassischen Verfahren aus der Mikrotechnologie (photolithographisch und nasschemisch) oder mit Hilfe von Plasmaätzen erfolgen.

2. Herstellung der Dehnungsmesstreifen auf technischen Bauteilen

Zur Herstellung der Dehnungsmesstreifen auf dreidimensionalen technischen Bauteilen sind mindestens vier aufeinanderfolgende Prozessschritte erforderlich:

1. Bauteilvorbehandlung
2. Isolationsschichtabscheidung im Fall eines elektrisch leitfähigen Bauteils
3. Sensorschichtabscheidung
4. Strukturierung

Hinzu kommen die Qualitätskontrolle und das Trimmen des Widerstands der Dehnungsmesstreifen. Häufig werden die Kontaktbereiche vergoldet, um einen sicheren Löt- bzw. Bondprozess für die Anschlüsse zu ermöglichen. Je nach Anwendungsbereich ist auch eine Versiegelung des Sensors erforderlich. In Abbildung 1 ist der prinzipielle Aufbau eines Dünnschicht-Dehnungsmesstreifen auf einem technischen Bauteil dargestellt. Abbildung 2 zeigt zwei verschiedene Demonstratoren.

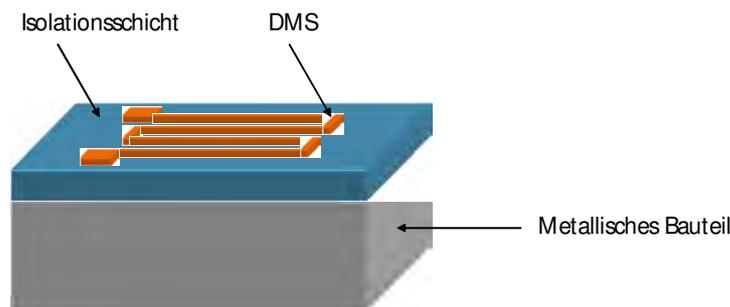


Abbildung 1: Schichtaufbau eines direktapplizierten Dünnschicht-Dehnungsmesstreifen auf einem metallischen Bauteil.



Abbildung 2: Beispiele von gesputterten Dünnschicht-Dehnungsmesstreifen auf technischen Bauteilen. Links: DMS auf Basis einer NiCr-Legierung auf einem LKW-Pleuel, rechts: vergleichbare DMS mit großen Strukturen zur Demonstration auf einem Lagerring.

2.1. Bauteilvorbehandlung

Für eine zuverlässige Funktion des Sensorsystems wird der Dünnschichtsensor auf eine möglichst glatte Oberfläche aufgebracht. Hierfür müssen die metallischen Bauteile vor der Beschichtung gegebenenfalls nachpoliert werden. Um eine ausreichende Barrierewirkung der Isolationschicht zu gewährleisten, ist es notwendig, dass die Bauteiloberfläche eine geringe Rauheit (mit niedrigen R_z -Werten im Bereich der Schichtdicke der Sensorschicht) aufweist. Eine geringe Oberflächenrauheit ist bei Dünnschicht-Dehnungsmesstreifen zudem auch Voraussetzung für eine reproduzierbare Dehnungsmessung und somit für eine hohe Messgenauigkeit, da hierdurch Störungen aufgrund topografischer Effekte vermieden werden.

Unmittelbar vor der Beschichtung erfolgt eine Reinigung in wässriger Lösung, da nur auf sauberen Oberflächen die dauerhafte Funktion der isolierenden und elektrischen Schichten gewährleistet werden kann [Mat10]. Die wässrige Reinigung deckt ein breites Reinigungsspektrum von der Grobreinigung bis zur Feinstreinigung ab, dabei erfüllt sie eine Reihe komplexer Anforderungen:

- Intensive, aber schonende Reinigung verschiedener Werkstoffe, wie Metall, Keramik, Glas oder Kunststoff.
- Vollständige Entfernung diverser Verunreinigungen, z. B. Öle, Kühlschmierstoffe, Späne, Rost, Salze oder Schleifreste.
- Aktivierung oder Passivierung von Werkstoffoberflächen und Vorbereitung für die nachfolgende Bearbeitung.
- Korrosionsschutz während und nach der wässrigen Reinigung.

Im Anschluss an die wässrige Reinigung erfolgt die aktive Trocknung in einem kombinierten Umluft- und Vakuumtrocknungs-System (WETex[®]), das auch mit Schutzgas betrieben werden kann und somit auch für korrosionsempfindliche Werkstoffe geeignet ist.

2.2. Beschichtungstechnik

Bei den verwendeten Verfahren handelt es sich um Vakuum-Beschichtungsverfahren mittels Plasmatechnologie im Hochvakuum. In der Prozesskammer wird zwischen Kathode und Anode (meist Kammerwand) mit Hilfe eines Prozessgases und einer hohen elektrischen Spannung ein Plasma gezündet. Das Plasma trägt je nach Prozess dazu bei die Kathode zu zerstäuben (Sputtern), damit die herausgeschlagenen Atome sich auf dem Substrat niederschlagen können. Alternativ oder ergänzend kann ein Reaktivgas im Plasma angeregt werden und zur Schichtbildung beitragen [Cha80].

Zur Beschichtung der Bauteile stehen am Fraunhofer IST verschiedene Hochvakuum-Beschichtungsanlagen zur Dünnschicht-Abscheidung zur Verfügung. Für die hier vorgestellten Prozesse werden drei verschiedene Anlagentypen verwendet. Häufig eingesetzt wird ein Box-Coater (BAS 450, Balzers) mit vier vertikal angeordneten Sputtertarget-Stationen der Größe 250 x 125 mm². In dieser Prozesskammer können sowohl flache als auch dreidimensionale Bauteile (\varnothing_{MAX} : 300 mm, H: ca. 250 mm) mit Hilfe von Substratrotation und Substrat-Bias-Spannung gleichmäßig beschichtet werden. Neben dem Box-Coater, der für jeden Substratwechsel belüftet und wieder evakuiert werden muss, stehen auch eine In-Line-Anlage (SV 470, FHR Anlagenbau) und eine Kurztakt-Anlage (IC 300, Impact Coatings) zur Verfügung. Diese beiden Anlagen sind mit einer Schleuse ausgestattet und ermöglichen die Beschichtung großer Stückzahlen von Substraten ohne Belüftung der Prozesskammer. Die In-Line-Anlage ist eine Entwicklungsanlage mit verschiedensten vertikal angeordneten Sputter-Kathoden bis zu einer Länge von 470 mm. Sie ist in der Lage bewegte und rotierende Substrate bis zu einer Fläche von ca. 300 x 300 mm², bzw. einem Durchmesser von 120 mm und einer Höhe von 300 mm zu beschichten. Die Kurztaktanlage, die sowohl für eine Beschichtung von oben nach unten als auch von unten nach oben geeignet ist, ist dagegen für kleinere Substrate bis maximal ca. 100 x 200 x 40 mm³ ausgelegt. Sie ist vom Grundkonzept her eine industrielle Produktionsanlage und ermöglicht durch kurze Abpumpzeiten der Schleuse einen sehr hohen Durchsatz.

Allgemein müssen alle nutzbaren Vakuumbeschichtungsanlagen über entsprechende Sputter-Stationen und idealerweise über eine Vorbehandlungsstation zum Ätzen oder Beglimmen des Substrats verfügen. Voraussetzung ist ein Vakuumzustand, der in der Regel aus Vorpumpe und Turbomolekularpumpe besteht. Sinnvoll ist ein Basisdruck im Bereich unterhalb von 10^{-5} mbar (10^{-3} Pa), der Arbeitsdruck liegt dagegen häufig zwischen 0,5 und 2 Pa. Die Prozessgasströme werden mit Hilfe von

Massendurchflussreglern gesteuert. Ein Prozesstransfer auf vorhandene Anlagen bei Industrieunternehmen ist generell möglich. Notwendig ist dabei eine spezifische Anpassung der einzelnen Prozessschritte durch Fachpersonal.

2.3. Isolationsschichten

Eine wesentliche Voraussetzung für eine ausreichende elektrische Barriere zwischen dem auf einem elektrischen Widerstand basierenden Dehnungsmessstreifen und dem metallischen Bauteil ist eine zuverlässige Isolationsschicht. Diese Isolationsschicht sollte einen ausreichend hohen elektrischen Widerstand ohne Löcher oder Risse aufweisen, damit im Betrieb ein elektrischer Kurzschluss zwischen Bauteil und Sensor vermieden werden kann.

2.3.1. Partikelminimierung

Vor der eigentlichen Abscheidung der Isolationsschicht ist es notwendig die Partikelanzahl auf dem Substrat zu minimieren. Hierdurch können kleine Löcher (sogenannte „pinholes“) vermieden werden, die durch Partikel auf dem Substrat entstehen. Die Partikel werden bei der Abscheidung der Isolationsschicht ebenfalls beschichtet und können anschließend zum lokalen Abplatzen der Schicht in diesen Bereichen führen [Glo11]. Hauptverursacher für Partikel auf dem Substrat sind unzureichende Reinigung und unsachgemäßes „Handling“ der Substrate, weiterhin lässt es sich nicht vermeiden, dass sich in der Beschichtungskammer Partikel bilden, die sich beim Evakuieren, Beschichten (insbesondere bei der Beschichtung von oben nach unten oder beim „Arcing“) und Belüften auf das Substrat gelangen können. Durch Schulung des Personals und eine Reinraumumgebung im Bereich der Anlagenbestückung kann ein Großteil der Partikel vermieden werden. Darüber hinaus kann mit Hilfe geeigneter Maßnahmen die Partikelbelastung in der Beschichtungskammer signifikant reduziert werden.

In Abbildung 3 ist eine Partikelzählung auf Si-Wafern mittels mikroskopischer Charakterisierung und angepasster Bildverarbeitung in Abhängigkeit des Anlagenzustands und der In-situ-Substratvorbehandlung dargestellt. Gezählt wurden Partikel mit einem Durchmesser unterhalb von $3\ \mu\text{m}$. Größere Partikel traten nur vereinzelt auf. Bei der gewählten Auswertung handelt es sich bei den angegebenen Partikelzahlen, aufgrund von nicht vermeidbaren Pixel Fehlern, um eine „Abschätzung nach oben“. Im Box-Coater ist ein deutlicher Anstieg der Partikelanzahl bei Nutzung der rotierenden Substrathalterung zu beobachten, die Partikelanzahl lässt sich mit Hilfe einer kontrollierten, d. h. in diesem Fall „sanfteren“, Evakuierung und Belüftung der Kammer auf ca. 25 % reduzieren, jedoch erübrigt sich das kontrollierte Be- und Entlüften der Prozesskammer bei Nutzung eines Plasma-Ätzprozesses vor der eigentlichen Beschichtung. Die Anzahl der Partikel pro cm^2 bleibt dennoch im Bereich von ca. 500. In der In-Line-Anlage wurde eine drastische Partikelminimierung durch die Reinigung der Schleusenammer nachgewiesen. Durch das Einfahren in die Prozesskammer kommt es zu einer weiteren Partikelbelastung. Mit Hilfe eines speziellen Ätzprozesses lässt die Anzahl der Partikel pro cm^2 jedoch auf unter 100 reduzieren. Die niedrigere Partikelanzahl in der In-Line-Anlage beruht im Wesentlichen darauf, dass nicht die Prozesskammer, sondern nur die Schleuse belüftet wird. Um die geringe Partikelbelastung dauerhaft zu gewährleisten, ist eine regelmäßige Anlagenreinigung erforderlich.

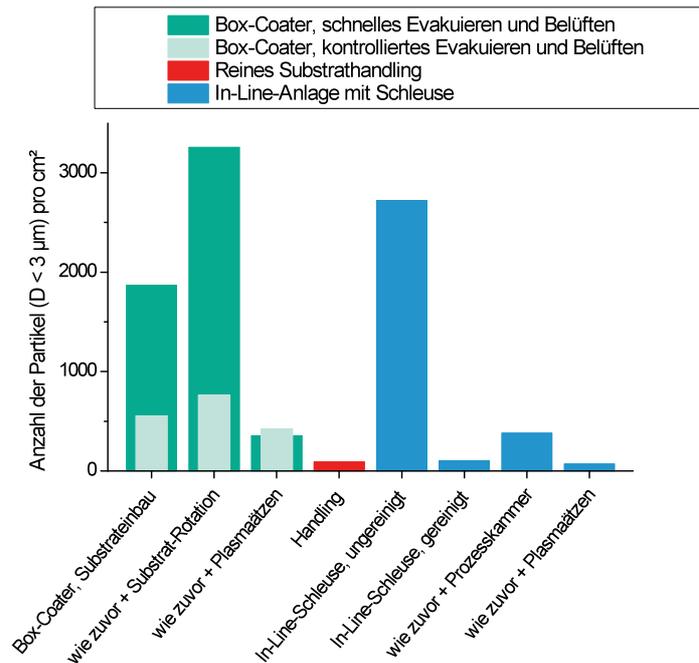


Abbildung 3: Partikelanzahl pro cm^2 auf Testsubstraten nach verschiedenen Prozessschritten, die der Abscheidung der Isolationsschicht vorangehen. Optimal ist die Nutzung einer gereinigten Schleuse.

2.3.2. Charakterisierung der Isolationswirkung

Zur Charakterisierung der Isolationsschichten wird eine Durchschlagsfestigkeitsprüfung mit einem Hochspannungsmessgerät (ELABO TYP 91-1A) durchgeführt. Für die Prüfung werden die Isolationsschichten auf einem $2 \text{ cm} \times 6 \text{ cm}$ großen Edelstahlsubstrat großflächig metallisiert (z. B. mit Chrom/Gold). Die Metallschicht wird mit einer Prüfnadel kontaktiert. Zwischen Nadel und leitfähigem Substrat wird eine Prüfspannung angelegt und stufenweise auf 1 kV erhöht, wobei bei einer Spannung von $0,05 \text{ kV}$, $0,1 \text{ kV}$ und $0,5 \text{ kV}$ die jeweilige Spannung 10 s und bei einer Spannung von 1 kV die Spannung 30 s gehalten wird. Die Messung wird beendet, sobald ein elektrischer Strom mit einer Stärke von $0,5 \text{ mA}$ fließt, d. h. ein elektrischer Durchschlag vorliegt. Die Durchschlagsspannung U_D ist die Spannung, die erforderlich ist, um einen Strom von $0,5 \text{ mA}$ fließen zu lassen.

2.3.3. Herstellung und Eigenschaften verschiedener Isolationsschichten

Aluminiumoxid (Al_2O_3)

Reaktive Sputterprozesse zur Herstellung von Metalloxidschichten, wie z. B. Al_2O_3 , sind seit langer Zeit bekannt und die Prozessregelung wird zunehmend verbessert [Kel96, Sch97, Bar02]. Nicht zuletzt durch die ermutigenden Ergebnisse aus der jüngsten Entwicklung im Bereich der Sputtertechnologie, dem Hochleistungsimpuls-Magnetronputtern, kann davon ausgegangen werden, dass diese Art der Isolationsschichtherstellung sich zukünftig auch im industriellen Maßstab durchsetzen wird [Wal08, Aie11, Ver11]. Aktuell wird jedoch auf metallischen Bauteilen mit dem klassischen HF-Sputterprozess vom keramischen Al_2O_3 -Target nach wie vor die zuverlässigste Isolationswirkung erzielt. Am Fraunhofer IST erfolgt die Beschichtung im bereits beschriebenen Box-Coater. Hierfür werden die gereinigten Proben auf einem rotierendem Substrathalter befestigt und anschließend wird die Prozesskammer evakuiert. Zur Substratvorbehandlung folgen ein Plasmaätz-Prozess und die Abscheidung einer Titan-Haftvermittlerschicht. Die Abscheidung der $4\text{--}5 \mu\text{m}$ dicken Al_2O_3 -Schicht erfolgt bei einem Arbeitsdruck von $0,5 \text{ Pa}$ und einer HF-Leistung am Target von bis zu $2,5 \text{ kW}$. So kann bei geeigneter Prozessführung eine Durchschlagsspannung von über $0,5 \text{ kV}$ reproduzierbar erreicht werden. Nachteilig ist die geringe Abscheiderate (ca. 280 nm/h) und die daraus resultierende Prozessdauer sowie die verhältnismäßig hohe Prozesstemperatur (T_{SUB} : ca. $210 \text{ }^\circ\text{C}$). Zudem ist die Aufskalierung der HF-Sputterprozess auf große Industriekathoden sehr kostenintensiv. Hier werden zukünftig die reaktiven Sputterprozesse eine attraktive Alternative darstellen.

Siliziumdioxid (SiO₂)

Eine Isolationsschicht aus SiO₂, die mit Hilfe eines PACVD-Prozesses hergestellt wird, bietet sich alternativ zum HF-gesputterten Al₂O₃ sowie zum SiO₂ aus thermischen CVD-Prozessen an. Am Fraunhofer IST befindet sich dieser Prozess aktuell in der Erprobungsphase. Abbildung 4 zeigt SiO_x-Schichten nach einer Variation des Mischungsverhältnisses der Prozessgase Sauerstoff (O₂) und Tetramethylsilan (TMS) auf Testsubstraten. Vorteilhaft ist insbesondere die niedrige Substrattemperatur. Die Isolationsschicht kann bei unter 150 °C auch auf temperaturempfindliche Substrate aufgebracht werden. Darüber hinaus kann die Prozesszeit erheblich reduziert werden. Zurzeit können 5 µm dicke SiO₂-Schichten mit Abscheideraten von ca. 20 nm/min in gut 4 Stunden hergestellt werden. Bei der Schichtherstellung wird am Substrat eine Bias-Spannung im Bereich von -400 bis -500 V angelegt. Die Prozessgase O₂ und TMS werden mit einem Gasfluss im Bereich 100 bis 200 sccm in die Prozesskammer des Box-Coaters eingelassen, der Prozessdruck liegt idealerweise im Bereich 0,5 bis 1 Pa. Die mit den angegebenen Parametern hergestellten Isolationsschichten erreichen bereits teilweise die angestrebte Durchschlagsspannungen von über 0,5 kV, jedoch noch nicht mit der gleichen Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit wie bei den zuvor beschriebenen HF-Al₂O₃-Schichten.

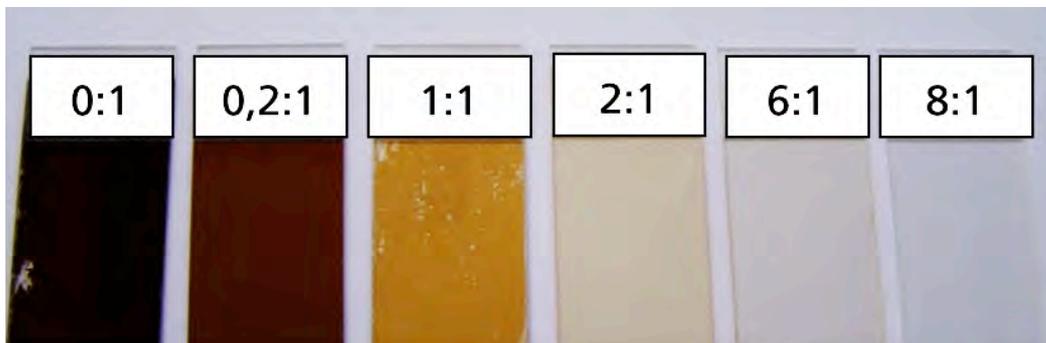


Abbildung 4: SiO_x auf Glassubstraten – Änderungen im Prozessgas-Mischungsverhältnis O₂:TMS führen zur stöchiometrischen Abscheidung und damit zu transparenten SiO₂-Schichten.

2.4. Sensorschichten für Dehnungsmessstreifen

Sensorschichten für Dehnungsmessstreifen sind in erster Linie Widerstandsschichten, da die Dehnungsmessung auf der Widerstandsänderung einer Leiterbahn unter Dehnung oder Stauchung beruht. Der sogenannte k-Faktor ist als Proportionalitätsfaktor zwischen relativer Längenänderung bzw.

Dehnung $\left(\frac{\Delta L}{L}\right)$ und relativer Widerstandsänderung $\left(\frac{\Delta R}{R}\right)$ das Maß für die Dehnungsempfindlichkeit des Materials:

$$\frac{\Delta R}{R} = k \cdot \frac{\Delta L}{L}$$

Der k-Faktor ist eine materialabhängige Größe. Wie von Parker und Krinsky [Par 63] gezeigt, besteht er für kleine Längenänderungen aus zwei Termen:

$$k = \left(\frac{dR/R}{dL/L}\right) = (1 + 2\sigma) + \left(\frac{d\rho/\rho}{dL/L}\right)$$

Der „geometrische“ Term $(1 + 2\sigma)$ enthält die materialabhängige Poissonzahl σ , die bei den meisten Metallen im Bereich von 0,3 bis 0,45 liegt und maximal gleich 0,5 ist, so dass der geometrische Term des

k-Faktors maximal den Wert von 2 annehmen kann. Der „physikalische“ Term $\left(\frac{d\rho/\rho}{dL/L}\right)$ ist bei den meisten Metallen zu vernachlässigen, da sich deren spezifischer Widerstand ρ unter Dehnung nicht

verändert. Materialien mit einer hohen Dehnungsempfindlichkeit (k -Faktor > 2) müssen darum Materialien sein, deren spezifischer Widerstand eine dehnungsabhängige Größe ist. Dies trifft z. B. auf Halbleiter zu. Hohe k -Faktoren von Silizium und Germanium sind seit den 50er Jahren des vergangenen Jahrhunderts bekannt [Smi54] und auch von diamantähnlichen Kohlenstoffen (DLC) wurden bereits hohe k -Faktoren veröffentlicht [Tib06]. Da Halbleiter aber einen hohen negativen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands ($TK_R < 0$) aufweisen, sind sie auch bei Verwendung von Brückenschaltungen meist nur mit hohem elektronischen Kompensationsaufwand als Dehnungssensoren einsetzbar. Abhilfe können heterogen zusammengesetzte Schichten bieten. Mit Nanokompositen, bestehend aus einer halbleitenden Matrix ($TK_R < 0$) und metallischen Partikeln ($TK_R > 0$), können bei geeigneter Zusammensetzung k -Faktoren größer 2 in Kombination mit einem TK_R nahe Null erzielt werden.

Für die Herstellung von Dehnungsmessstreifen auf dreidimensionalen metallischen Werkstücken, die sich für industrielle Anwendungen eignen, ist ein TK_R nahe Null neben der Stabilität die wichtigste Voraussetzung für eine kostengünstige, zuverlässige und reproduzierbare Signalmessung.

2.4.1. Charakterisierungsmethoden

Zur Charakterisierung der untersuchten Sensormaterialien stehen am Fraunhofer IST, neben der taktilen Schichtdickenmessung, der Vierspitzenmessung für den Schichtwiderstand und der Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EPMA - zur chemischen Zusammensetzungsanalyse), verschiedene Messplätze zur Bestimmung des k -Faktors, des Temperaturkoeffizienten und der Widerstandsdrift bei Raumtemperatur und bei erhöhter Temperatur zur Verfügung. Zur Materialcharakterisierung werden Sensorschichten mit einer Dicke von 150 bis 1500 nm auf Substrate mit den Abmaßen: $2 \times 6 \text{ cm}^2$ abgeschieden. Als Substratmaterialien wird Aluminiumoxidkeramik (Dicke: 0,38 mm) und Glas (Dicke: 0,7 mm) verwendet. Die Substrate werden während der Beschichtung mit einer Schattenmaske abgedeckt, die eine einfache Teststruktur ohne nachträglichen Strukturierungsaufwand ermöglichen (siehe Abbildung 5). Teilweise wird die Querstruktur und der Kontaktbereich vergoldet.

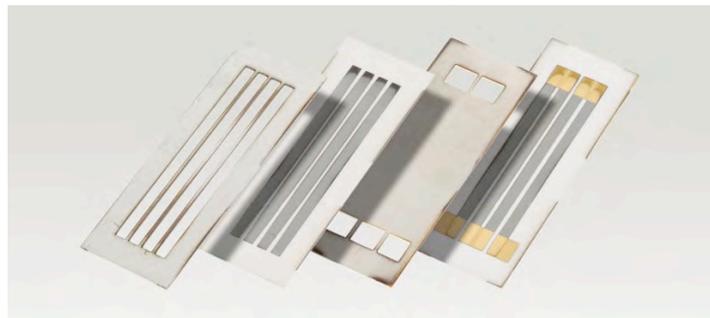


Abbildung 5: Herstellung einfacher Teststrukturen mit Hilfe von Schattenmasken.

k -Faktor

Die Bestimmung der Dehnungsempfindlichkeit erfolgt bei der Dehnung der Testsubstrate auf einen festen Radius von 750 mm. Der elektrische Widerstand der Mäanderbahn wird im ungedehnten und gedehnten

Zustand gemessen. Die erzielte Dehnung $\varepsilon = \Delta L / L$ ist von der Dicke des verwendeten Substratmaterials abhängig ($\varepsilon = 0,3 \text{ ‰}$ für die verwendeten Keramiksubstrate und $\varepsilon = 0,5 \text{ ‰}$ für die verwendeten Glassubstrate). Die Messung und Auswertung erfolgt bei Raumtemperatur automatisiert und kann in einem klimatisierten Labor auch für Langzeitmessungen eingesetzt werden. Nach dem gleichen Prinzip erfolgt auch die Messung unter höheren Temperaturen. Hierfür kann eine Aufnahme aus keramischen Materialien in einem Hochtemperaturofen genutzt werden (siehe Abbildung 6). Aufnahme, Messdrähte und Ofen sind für Temperaturen bis 1200 °C ausgelegt und auch eine k -Faktor-Bestimmung ist grundsätzlich bis zu dieser Temperatur möglich.

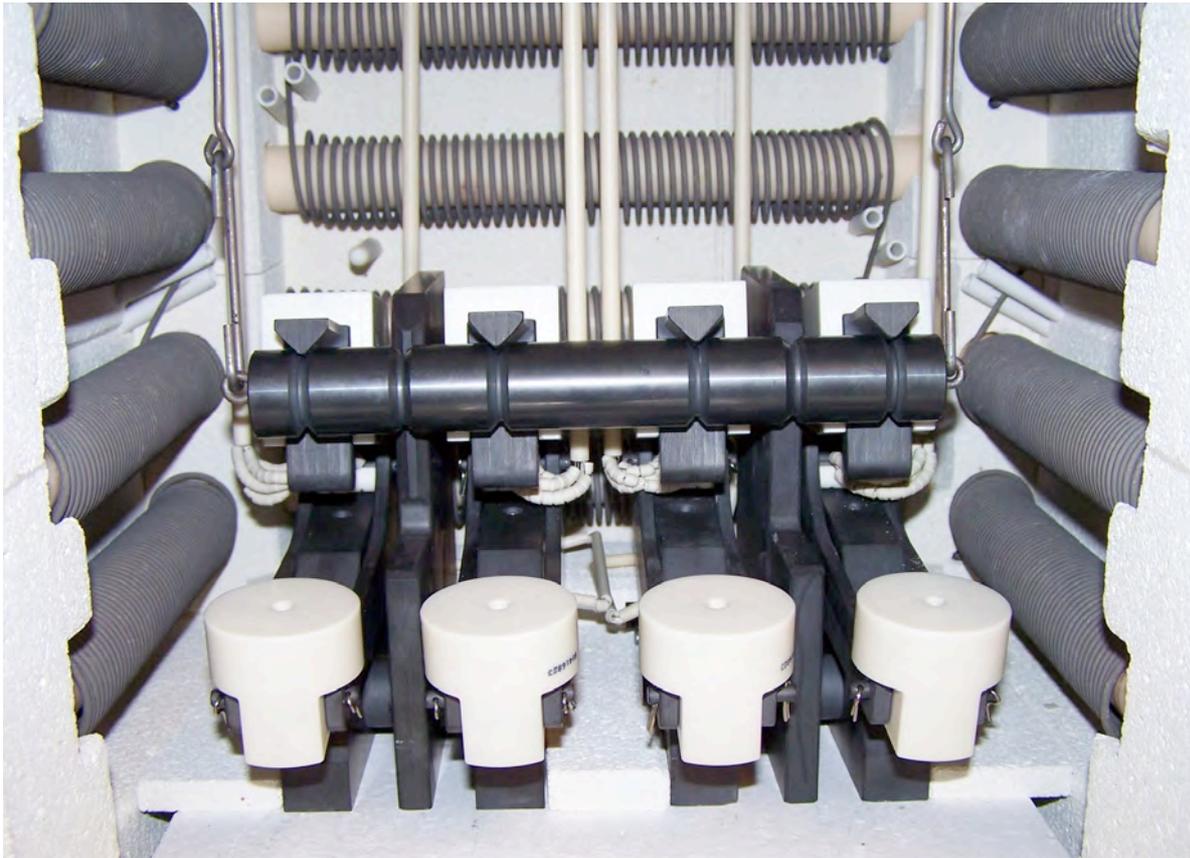


Abbildung 6: Blick in einen Hochtemperaturofen mit vier integrierten Messeinrichtungen zur automatisierten Bestimmung von k -Faktor und TCR.

TK_R -Bestimmung

Für den Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands wird das Testsubstrat in der Regel eine halbe Stunde bei einer Temperatur von 160 °C gehalten. Während des anschließenden Abkühlvorgangs wird die Temperaturabhängigkeit des Widerstands gemessen und nach dem bekannten Zusammenhang ausgewertet:

$$TK_R(T_{Ref}) = \frac{1}{R(T_{Ref})} \cdot \left. \frac{dR(T)}{dT} \right|_{T=T_{Ref}}$$

Auch im Anschluss an eine Hochtemperaturbehandlung ist je nach $R(T)$ -Verlauf die Bestimmung des TK_R möglich.

Widerstandsdrift

Aufgrund der guten Temperaturstabilität eignet sich der Hochtemperaturmessplatz ideal zur Prüfung des Langzeitverhaltens des elektrischen Widerstands der Sensorschichten. Ausgehend vom Anfangswert wird die relative Widerstandsänderung in ppm/h in Abhängigkeit von der jeweiligen Umgebungstemperatur angegeben.

2.4.2. Sensormaterialien und Herstellungsmethoden

Konventionell werden temperaturkompensierte Legierungen auf der Basis von Nickel-Chrom-Legierungen (NiCr) oder Konstantan als Material für Dehnungsmesstreifen verwendet. Für gesputterte Dünnschicht-Dehnungsmesstreifen haben sich die sehr korrosionsbeständigen NiCr-Legierungen durchgesetzt. Diese Legierungen lassen sich durch geeignete Zusammensetzung der Legierungsmaterialien, Abscheidebedingungen und Temperschritte so auf das jeweilige Substrat abstimmen, dass der TK_R nur

wenige ppm/K beträgt. Für hohe Dehnungsempfindlichkeiten besitzt aktuell Nickel-DLC das höchste Potenzial im Anwendungsbereich von Raumtemperatur bis ca. 150 °C. Es wird mit dem zuvorbeschriebenen reaktiven Sputterprozess hergestellt. Zusätzlich zum HF-Sputter-Prozess vom Nickel-Target in Argon-Atmosphäre wird ein reaktives kohlenstoffhaltiges Prozessgas in die Prozesskammer eingelassen (z. B. C₂H₂). Bei geeigneter Wahl der Prozessparameter scheidet sich auf dem Substrat eine amorphe Kohlenwasserstoffschicht mit eingelagerten Nickelpartikeln und vielversprechenden sensorischen Eigenschaften ab.

2.4.3. Parametervariation und Ergebnisse

Nickel-Chrom-Legierungen als DMS-Material

Der Herstellungsprozess für NiCr-Dünnschicht-DMS ist ein klassischer DC- bzw. HF-Sputterprozess in Argon-Atmosphäre. Als Sputter-Kathode wird ein Komposit-Target mit einer Zusammensetzung von beispielsweise 80 Gew.-% Ni und 20 Gew.-% Cr oder 40 Gew.-% Ni und 60 Gew.-% Cr verwendet. Mit Hilfe einer Substratrotation können dreidimensionale Bauteile homogen beschichtet werden. Nach einem Temperschnitt bei ca. 300 °C werden die Dünnschichtwiderstände kommerziell bei Temperaturen bis ca. 150 °C mit niedrigen TK_R-Werten, sehr geringer Drift und einem k-Faktor von ca. 2 eingesetzt. Verschiedene Hersteller verwenden niedrige Al- oder Si-Zulegierungen, wodurch die Dehnungsempfindlichkeit und jedoch nicht beeinflusst wird.

Nickel-DLC als DMS-Material

Ni-DLC wird zurzeit noch nicht kommerziell eingesetzt. Es existieren jedoch bereits Rezepte für reproduzierbare Prozesse, die bei einem Prozessdruck von 1–2 Pa und einer niedrigen Bias-Spannung am Substrat - ohne große Parameteroptimierungen und zusätzlicher Substratheizung - im statischen und dynamischen Beschichtungsprozess zu k-Faktoren > 10 in Kombination mit einem Temperaturkoeffizienten < +/- 100 ppm/K führen. Diese Prozesse benötigen aktuell aber noch eine im HF-Mode betriebene Nickel-Kathode, welche industriell jedoch selten Verwendung findet. Abbildung 7 zeigt die in erster Näherung lineare Abhängigkeit des TK_R vom Nickelgehalt in der Ni-DLC-Schicht. In Abbildung 8 ist der k-Faktor von Ni-DLC-Schichten dargestellt, die bei nicht optimierten Prozessparametern auf statischen und rotierenden Substraten abgeschieden wurden. Obwohl der k-Faktor der statischen Schichten im Mittel höher ist als der k-Faktor der rotierenden Schichten, sind die Maximalwerte im k-Faktor bei gut 55 At.-% Nickel mit Werten um die 10 jedoch vergleichbar. Abbildung 9 zeigt das Potenzial der Ni-DLC-Schichten, mit k-Faktoren im Bereich von 17 bei optimiertem Prozessdruck und z. T. zusätzlicher Substratheizung.

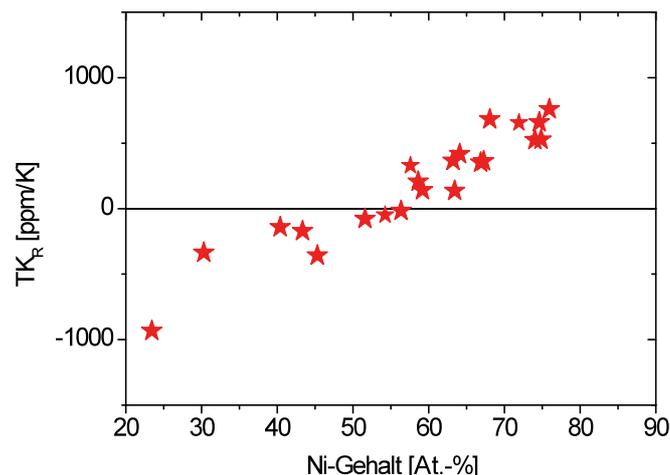


Abbildung 7: Der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands (TK_R) von verschiedensten Ni-DLC-Schichten. Der TK_R ist mit Hilfe des Nickelgehalts auf Werte nahe Null einstellbar.

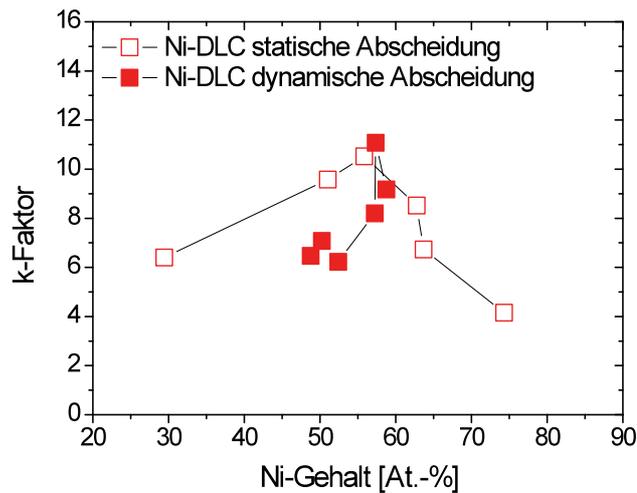


Abbildung 8: Dehnungsempfindlichkeit (k -Faktor) von Ni-DLC mit nicht optimierten Prozessparametern auf statischen und rotierenden (dynamischen) Substraten.

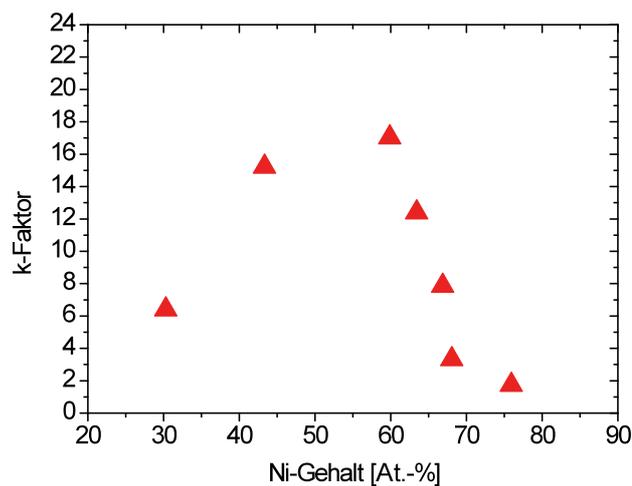


Abbildung 9: Dehnungsempfindlichkeit von optimierten Ni-DLC-Schichten in Abhängigkeit vom Ni-Gehalt.

Abbildung 10 zeigt die Widerstandsdrift verschiedener Ni-Cr-Legierungen über 250 Stunden bei 100 bzw. 150 °C vor und nach dem etwa 10-stündigen Tempern bei gut 300 °C. Deutlich zu erkennen ist, dass die im ungetemperten Zustand deutlich instabilere NiCr40/60-Legierung nach dem Tempersschritt eine ebenso geringe Widerstandsdrift (ca. 0,2–0,3 ppm/h) zeigt wie die NiCr80/20-Legierung. Erste Ergebnisse mit Ni-DLC zeigen eine mit 3,9 ppm/h ebenfalls geringe Drift bei 100 °C.

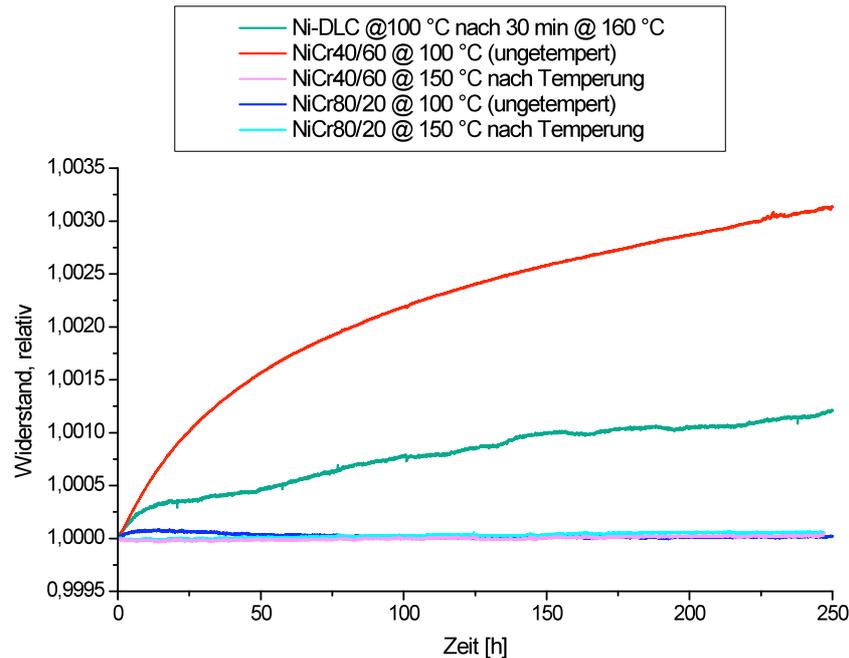


Abbildung 10: Widerstandsdrift unter Umgebungsbedingungen von 100 und 150 °C von Ni-DLC- und verschiedenen NiCr-Schichten auf Testsubstraten.

3. Strukturierung

Während üblicherweise metallische Sensorschichten mittels Photolithographie strukturiert und nasschemisch geätzt werden, muss für Ni-DLC ein alternativer Prozess entwickelt werden. Da DLC chemisch inert ist, kann z. B. auf Plasmaätzen zurückgegriffen werden. Die Strukturierung erfolgt mit etablierter Photolithographie, wobei die Lackdicken an die Selektivität des Prozesses angepasst werden müssen. Für die Strukturierung werden anschließend verschiedene Ätzgasmischungen (primär Ar/O₂-Gasmische) betrachtet. Alternativ kann auch eine zusätzliche metallische Maskierung erfolgen, die nach dem Plasmaätzen nasschemisch entfernt wird. Aber auch die Strukturierung mit dem Pikosekunden-Laser, die sich bereits bei der Strukturierung von NiCr-DMS auf Al₂O₃-Isolationsschicht und dreidimensionalem metallischen Substraten bewährt hat [Sut11], ist eine mögliche Option zur Strukturierung von Dehnungsmessstreifen auf der Basis von Ni-DLC.

4. Zusammenfassung

Kommerzielle Drucksensoren auf Dünnschichtbasis werden in einer Vielzahl von Produkten zur Messung von statischen oder dynamischen Drücken eingesetzt. Die moderne Beschichtungstechnik kann zur Erhöhung der Messgenauigkeit beitragen, indem die Sensorschicht direkt auf die Oberfläche des Bauteils aufgebracht wird. Anstelle der Klebeschicht und der ca. 50 µm starken Trägerfolie eines herkömmlichen Folien-DMS wird eine nur 5 µm dünne Isolationskeramikschiicht benötigt, um die gewünschte Durchschlagsspannung von mehr als 500 V zwischen Sensor und Bauteil zu erreichen. Voraussetzung ist die möglichst weitgehende Vermeidung von Partikeln auf der zu beschichtenden Substratoberfläche, welches durch geeignete Konstruktion der Beschichtungsanlage zuverlässig realisiert werden kann. Weiter gesteigert wird die Messgenauigkeit der Sensoren auf DMS-Basis durch eine erhöhte Dehnungsempfindlichkeit der Sensorschicht. Hier bietet insbesondere Ni-DLC mit einer 5- bis 10-fach erhöhten Dehnungsempfindlichkeit bei gleichzeitiger Temperaturkompensation und niedriger Widerstandsdrift ein hohes Potenzial. Die aus der Mikrotechnologie bekannten Strukturierungsmethoden wie Lithographie (inkl. Lift-off-Technik) und Laserstrukturierung mit dem Pikosekundenlaser komplettieren die Prozesskette zur Herstellung von hochempfindlichen (Druck-)Sensoren in Dünnschichttechnik.

5. Literatur

- [Aie11] Aiempanakit, M.;Kubart, T.;Larsson, P.; Sarakinos, K.; Jensen, J.; Helmersson, U.: Hysteresis and process stability in reactive high power impulse magnetron sputtering of metal oxides. In: Thin Solid Films, Vol. 519, 22 (2011) S. 7779-7784.
- [Ban09] Bandorf, R.; Heckmann, U.; Lübke, M.; Schnabel, S.; Bräuer, G.: Development of Me-DLC Films for Strain Gauge Application. In: SVC Proc., 52nd Annual Technical Conference (2009) S. 26-30.
- [Bar02] Bartzsch, H.;Frach, P.;Goedicke, K.; Böcher, B.;Gottfried, Chr.: Ensuring long-term stability of process and film parameters during target lifetime in reactive magnetron sputtering. In: Surface and Coatings Technology, Vol. 150, 1 (2002) S. 88-94.
- [Bie06] Biehl, S.; Lüthje, H.; Bandorf, R.; Sick,J.-H.: Multifunctional thin film sensors based on amorphous diamond-like carbon for use in tribological applications. In: Thin Solid Films, Vol. 515 (2006) S. 1171-1175.
- [Cha80] Chapman, B.: Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching. New York: John Wiley & Sons, 1980.
- [Due11] Duesing, J.F.; Suttmann, O.;Bandorf, R.;Gerdes,H.:Oberflächen-Dünnschichtsensorik erschließt neue Anwendungen. In: Laser Magazin, Ausgabe 3 (2011) S. 11-12.
- [Fru05] Joachim Frühauf: Werkstoffe der Mikrotechnik, München: Carl Hanser Verlag, 2005.
- [Glo11] GlobischS. (Hrsg.): Lehrbuch Mikrotechnologie, München: Carl Hanser Verlag, 2011.
- [Kel96] Kelly, P.J.; Abu-Zeid,O.A.;Arnell, R.D.; Tong, J.:The deposition of aluminium oxide coatings by reactive unbalanced magnetron sputtering. In: Surface and Coatings Technology, Vol. 86–87, 1 (1996) S. 28-32.
- [Kop09] Koppert, R.; Göttel, D.; Freitag-Weber, O.;Schultes, G.: Nickel containing diamond like carbon thin films. In: Solid State SciencesVol. 11, 10 (2009) S. 1797-1800.
- [Kop10] Koppert, R.;Göttel, D.;Schultes, G.;Werner, U.: NanoNi@C: Hochempfindliche Funktionsschicht für Druck- und Kraftsensoren. In: Technisches Messen 77, 12 (2010) S. 631-637.
- [Lue99] Lüthje, H.; Brand,J.: Sensor zur Zustandsbestimmung von Kenngrößen an mechanischen Komponenten, DE 199 54 164 A1, 1999.
- [Mar91] Maruyama, T; Nakai, T.: Aluminum oxide thin films prepared by chemical vapor deposition from aluminum 2-ethylhexanoate. In: Applied Physics Letters, Vol. 58, 19 (1991) S. 2079-2080.
- [Mat10] Mattox, D. M. (Hrsg.): Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, 2nd Edition, Elsevier, 2010.
- [Par63] Parker, R. L.; Krinsky, A.: Electrical Resistance-Strain Characteristics of Thin Evaporated Metal Films. In: Journal of Applied Physics, Vol.34, 9 (1963) S.2700-2708.
- [Pet11] Petersen, M.;Heckmann, U.; Bandorf, R.; Gwozdz, V.;Schnabel, S.;Bräuer, G.;Klages,C.-P.: Me-DLC films as material for highly sensitive temperature compensated strain gauges. In: Diamond and Related Materials,Vol. 20, 5–6 (2011) S. 814-818.
- [Pet12] Petersen, M.; Bandorf, R.; Bräuer, G.; Klages C.-P.: Diamond-like carbon films as piezoresistors in highly sensitive force sensors. In: Diamond and Related Materials, eingereicht(vermutl. 2012).
- [Sch97] Schneider, J.M.;Sproul, W.D.; Chia, R.W.J.;Wong, M.-S.; Matthews, A.: Very-high-rate reactive sputtering of alumina hard coatings. In: Surface and Coatings Technology, Vol. 96, 2–3 (1997) S. 262-266.
- [Smi54] Smith, C.S.: Piezoresistanceeffekt in germanium and silicon. In: Physical Review, Vol. 94, 1 (1954) S. 42-49.
- [Sut11] Suttmann, O.; Duesing, J. F.; Klug, U.; Kling, R.: Patterning of NiCr(80/20) on Al₂O₃ Using Pico-second Laser Pulses: In:Journal of Laser Micro/Nanoengineering, Vol. 6, 1 (2011) S. 31-36.
- [Tib06] Tibrewala, A.; Peiner, E.; Bandorf, R.; Biehl, S.; Lüthje, H.: Transport and optical properties of amorphous carbon and hydrogenated amorphous carbon films. In:Applied Surface Science, Vol. 252, 15 (2006) S. 5387-5390.
- [Ver11] Vergöhl, M.; Bandorf, R.; Bräuer, G.; Bruns, S., Werner, O.: Reactive HiPIMS of Oxides for Optical Coatings.In: SVC Proc., 54th Annual Technical Conference (2011) S.121-130.
- [Wal08] Wallin, E.; Helmersson, U.: Hysteresis-free reactive high power impulse magnetron sputtering. In: Thin Solid Films, Vol. 516, 18 (2008) S. 6398-6401.