



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology



DIPLOMARBEIT

Aufbau und Charakterisierung einer PVD- Beschichtungsanlage zur Beschichtung granularer Materialien

ausgeführt am

Institut für Festkörperphysik

der

Technischen Universität Wien

in Kooperation mit

AIT Austrian Institute of Technology GmbH

unter der Anleitung von

a.o. Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christoph Eisenmenger-Sittner

und

Dipl.-Ing. Dr. techn. Erich Neubauer

durch

Johannes Hell

Weingartgasse 5

3200 Ober-Grafendorf

Matr. Nr. 0026803

Kurzfassung

In modernen industriellen und technischen Prozessen steigen die Anforderungen an die verwendeten Materialien in Bezug auf mechanische Festigkeit, Wärmeleitfähigkeit oder abstimmbare elektrische Eigenschaften stetig. Eine Möglichkeit dieser Entwicklung Rechnung zu tragen, ist der Einsatz sogenannter MMCs (Metal Matrix Composites).

Kupfer-Kohlenstoff MMCs bilden die Basis für neuartige Heat Sink Materialien (Wärmesenken), welche sich durch eine hervorragende Wärmeleitfähigkeit und einen niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizient (CTE, Coefficient of Thermal Expansion) auszeichnen. Kupfer dient hierbei als Matrixmaterial, in welches Kohlenstoff in Form von Fasern, Partikel oder ähnlichem eingebettet wird. Die Verwendung von Diamantpartikel ist aufgrund der ausgezeichneten thermischen Leitfähigkeit und der hohen thermischen Stabilität von Diamanten vorteilhaft.

Die völlige Entnetzung von Kohlenstoff und Kupfer führt zu einem sehr hohen thermischen Kontaktwiderstand (TCR, Thermal Contact Resistance) an der Grenzfläche Kupfer-Kohlenstoff bzw. Diamant, was sich negativ auf die thermische Leitfähigkeit des MMCs auswirkt und eine Interfacemodifikation unumgänglich macht. Diese wird durch Abscheiden einer Zwischschicht auf die Diamantpartikel mittels Kathodenzerstäubung (Sputtern) realisiert.

Aus diesem Grund war es Ziel dieser Arbeit, eine Anlage zu konstruieren, aufzubauen und zu charakterisieren, welche granulare Materialien durchmischt. Implementiert in eine Vakuumkammer hält diese die Partikel während des Abscheideprozesses in Bewegung um eine allseitige, homogene Schicht auf jedem Partikel abscheiden zu können.

Abstract

In many technical and industrial processes the used materials face rising requirements in respect to mechanical strength, thermal conductivity or tunable electrical properties. One option to meet those developments is the application of so called MMCs (Metal Matrix Composites).

Novel heat sink materials may be based on Copper-Carbon MMCs, which are characterized by excellent thermal conductivities and a low Coefficient of Thermal Expansion (CTE). In this case carbon is implemented as reinforcement in terms of particles or fibres into copper, which acts as the matrix material. Due to the excellent thermal conductivity and stability of diamonds, the application of diamond particles as reinforcements is favorable for the creation of heat sink materials.

The total de-wetting of copper and carbon results in a very high Thermal Contact Resistance (TCR) at the copper-carbon interface. Due to this fact an interface modification is necessary in respect of the thermal conductivity of the whole MMC. This modification is realized by depositing a wetting promoting interlayer onto the diamond particles using magnetron sputter deposition.

For this reason the construction, setup and characterization of a particle intermixing device for granular material was the intent of this master thesis. This revolving equipment was implemented in a vacuum chamber and keeps the particles in motion during the deposition process to achieve a homogeneous coating on every single diamond.

Inhalt

1	Einleitung	1
2	Vorversuche	8
3	Aufbau und Konstruktion	13
	3.1 Grundlagen	13
	3.2 Bodenflanschbau atmosphärenseitig	13
	3.3 Bodenflanschbau vakuumseitig	16
	3.3.1 Baugruppe Grundrad	16
	3.3.2 Baugruppe Trägersystem	17
	3.3.3 Baugruppe Schalen	21
	3.3.4 Baugruppe Antrieb	23
4	Versuchsdurchführung und Ergebnisse	31
	4.1 Variation der Schalengeometrie	37
	4.2 Variation der Beschichtungsdauer	50
	4.3 Variation des Schalenanstellwinkels α	59
	4.4 Variation der Drehgeschwindigkeiten Ω und ω	73
	4.5 Variation der Füllmenge	76
	4.6 Bestimmung der Schichtdicke auf Diamantpartikeln	80
	4.7 Kupfer-Kohlenstofffaser-Komposit	86
5	Zusammenfassung und Ausblick	90
6	Literaturverzeichnis	94
7	Bibliography	96
	7.1 Publications in Scientific Journals	96
	7.2 Contributions to Proceedings	96
	7.3 Talks and Poster Presentations	97
8	Danksagung	99
9	Anhang	A
	9.1 Anhang A: Konstruktionspläne der Baugruppe Grundrad	A
	9.2 Anhang B: Konstruktionspläne der Baugruppe Trägersystem	B
	9.3 Anhang C: Konstruktionspläne der Baugruppe Schalen	C
	9.4 Anhang D: Konstruktionspläne der Baugruppe Antrieb	D

1 Einleitung

Die Hochleistungs-Elektronik ist eines der sich in den letzten Jahrzehnten am schnellsten entwickelnden technischen Anwendungsgebiete. Der Trend geht hier in Richtung immer kleinerer Bauteile und immer höherer Leistungen. Hierbei treten aber auch enorme Verlustleistungen auf, die in Form von Wärme frei werden und über entsprechende Kühlkörper abgeführt werden müssen. Diese Kühlkörper sind sogenannte Heat Sinks (Wärmesenken), die eine ausgezeichnete thermische Leitfähigkeit aufweisen müssen. Um jeden möglichen thermischen Widerstand zu vermeiden, ist es vorteilhaft, diese Kühlkörper direkt an den elektronischen Bauteilen anzubringen. Hier beginnt das Hauptproblem solcher Applikationen. Da die metallischen Kühlkörper stark von den halbleitenden elektronischen Bauteilen abweichende thermische Ausdehnungskoeffizienten besitzen, ist eine mechanische Bindung, wenn überhaupt, nur sehr schwer zu realisieren. Es treten oft hohe mechanische Spannungen auf, die entweder zur Ablösung des Kühlkörpers oder im Extremfall zur Zerstörung des gesamten Bauelementes führen.

Da die Elektronikindustrie natürlich auf halbleitende Materialien für Bauteile angewiesen ist, müssen die Heat Sinks aus Materialien mit ähnlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten wie gängige Halbleiter gefertigt werden. Dieses Material soll also eine hohe thermische Leitfähigkeit mit einem geringen CTE (Coefficient of Thermal Expansion, thermischer Ausdehnungskoeffizient) in sich vereinen. Diese Anforderungen sind mit herkömmlichen Metallen und Legierungen nicht zu erfüllen.

Eine Möglichkeit solch ein Material zu realisieren, sind sogenannte MMCs (Metal Matrix Composites), die in einer Matrix aus Metall Einschlüsse bestehend aus Partikeln oder Fasern beinhalten. Ein möglicher MMC wäre Kupfer-Kohlenstoff und, in der optimalsten Form, Kupfer-Diamant, da in diesem Fall beide Komponenten über ausgezeichnete thermische Leitfähigkeiten verfügen. Der Diamant kompensiert aufgrund der sehr geringen thermischen Ausdehnung der Diamantstruktur den hohen CTE des Kupfer. In Tabelle 1.1 sind die thermischen Leitfähigkeiten λ , CTEs und Dichten der wichtigsten Materialien zusammengefasst.

Material	CTE [ppm/K]	λ [W/mK]	ρ [g/cm ³]	Ref.
Cu	16-17	390-400	8,9	[1], [2]
Diamant	1-1,2	1500-2000		[1]
Mo	4,8-5	130-138	10,2	[1], [2]
Si	2,6-4,1	150	2,3	[1], [3]

Tab. 1.1: Thermische und mechanische Eigenschaften einiger Materialien

Die erste Hürde, die bei der Verbindung dieser beiden Komponenten zu einem MMC zu überwinden ist, ist die Tatsache, dass Kupfer und Kohlenstoff keine gemeinsame stabile Phase bilden, sprich vollständig entnetzend sind [4]. Das heißt, eine mechanische Verbindung zwischen diesen beiden Komponenten wird ohne Interfacemodifikation niemals zustande kommen. Abbildung 1.1 zeigt unbehandelte Kohlenstofffasern, die mit Kupfer beschichtet wurden. Aufgrund der völligen Entnetzung von Kupfer und Kohlenstoff löst sich die Beschichtung von der Faser.

Weiters basiert der Wärmeleitungsmechanismus in Kupfer auf der Wärmeleitung durch Elektronen (ähnlich wie beim elektrischen Strom) und im Gegensatz dazu in Diamant, wie in allen elektrischen Isolatoren, auf der Wärmeleitung durch Gitterschwingungen (Phononen). Dies führt zu einem sehr hohen TCR (Thermal Contact Resistance, thermischer Kontaktwiderstand), der die thermische Leitfähigkeit des MMCs unter die von Kupfer senkt. Der Grund hierfür ist, dass die Diamanten aufgrund des hohen TCR nichts zur Wärmeleitfähigkeit beitragen und somit nur als „Löcher“ im Kupfer in Erscheinung treten.

Um gute mechanische Haftung, einen niedrigen TCR und somit gute thermische Leitfähigkeiten zwischen den beiden Komponenten zu erreichen, ist eine Interfacemodifikation, wie bereits erwähnt, unumgänglich. Diese erfolgt durch das Aufbringen einer benetzungsfördernden Schicht (wetting promoting layer), also einer Schicht, die beide Materialien benetzt, sprich eine stabile Phase mit ihnen bildet. Natürlich müssen die TCRs der Interfaces Kupfer-Zwischenschicht und Zwischenschicht-Diamant verschwindend gering sein, da nun zwei Grenzflächen vorhanden sind, wo vorher nur eine war.

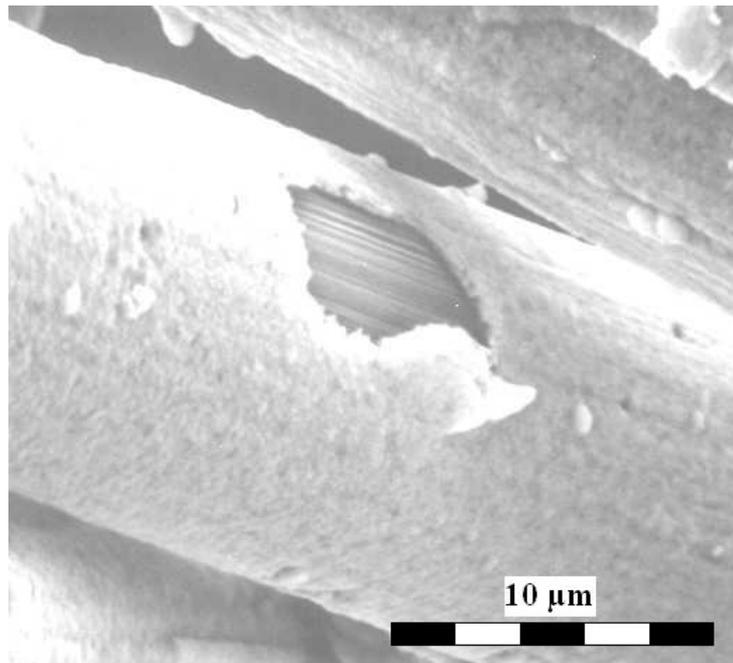


Abb. 1.1: Kohlenstofffaser mit sich lösender Kupferschicht

Ein Sinterprozess stellt de facto die einzige Möglichkeit dar, Kupfer und Diamant zu verbinden. Der Schmelzpunkt von Kupfer liegt bei $1084,87^{\circ}\text{C}$ [4] und somit ist es unmöglich, Diamantpartikel ähnlich einer Legierung in eine Kupferschmelze einzubringen, da Diamant bei etwa 900°C graphitisiert, sprich seine Kristallstruktur ändert und zu Graphit übergeht. Dabei verliert der Diamant auch seine exzellenten thermischen Eigenschaften. Diese Graphitisierungstemperatur gilt für Atmosphärendruck und steigt unter Vakuumbedingungen an. Beim Sinterprozess wird Kupferpulver mit den Diamantpartikeln vermischt und unter relativ hohem Druck auf ca. 800°C aufgeheizt. Ein mittels dieses Verfahrens hergestellter Kupfer-Kohlenstoff-MMC ist in Abbildung 1.2 dargestellt. Somit ist eine weitere Forderung an die Zwischenschicht, unter diesen Bedingungen eine gute mechanische Bindung zwischen der Kupfermatrix und den Diamantpartikeln herzustellen.



Abb. 1.2: Diamantpartikel und versinterter Kupfer-Diamant-MMC

Die bereits erwähnte Zwischenschicht muss natürlich auf die Diamantpartikel aufgebracht werden und sollte möglichst dünn sein, um die thermischen Eigenschaften des MMCs nicht zu verschlechtern. Es gibt viele Möglichkeiten um Beschichtungen auf dreidimensionalen Objekten abzuscheiden [5][6][7]. Die gängigsten Methoden basieren auf nasschemischen, bzw. CVD-Verfahren (Chemical Vapour Deposition). Diese haben allerdings den großen Nachteil, dass nur relativ dicke Schichten (>200 nm) abgeschieden werden können. Aus diesem Grund wurde für die Abscheidung von benetzungsfördernden Schichten auf Diamantpartikeln ein PVD-Verfahren (Physical Vapour Deposition) gewählt, nämlich der Prozess des Kathodenzerstäubens (Sputtering) [8].

Dabei wird in eine Vakuumkammer ein Gas definierten Drucks eingelassen und dieses ionisiert, sprich ein Plasma gezündet. Durch ein Magnetsystem (Magnetron) werden die freien Elektronen des Plasmas auf Spiralbahnen vor dem Target (Kathode, zu zerstäubendes Material) gelenkt, um dort das Plasma zu konzentrieren, bevor sie auf die Anode treffen. Die schwereren Ionen des Plasmas werden im elektrischen Feld zur Kathode (Target) hin beschleunigt und lösen beim Einschlag darauf Stoßkaskaden im Target aus. Dadurch werden aus der Targetoberfläche Atome, Ionen und Cluster abgelöst, welche sich in einer Cosinusverteilung in der Vakuumkammer und somit auch auf dem zu beschichtenden Substrat niederschlagen. Abbildung 1.3 zeigt eine schematische Darstellung des Sputterprozesses und Abb. 1.4 die Abstrahlcharakteristik einer kleinflächigen Quelle (Target).

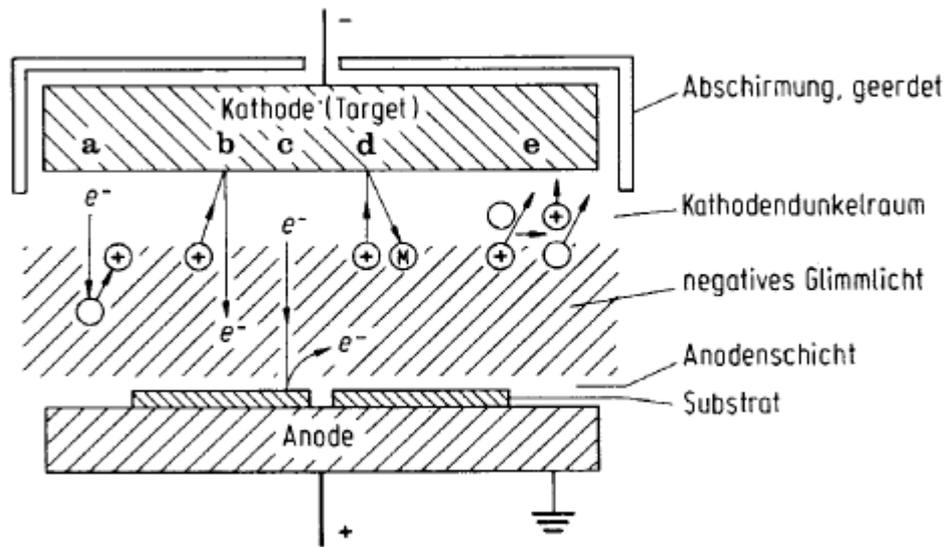


Abb. 1.3: schematische Darstellung des Sputter-Prozesses in Planargeometrie[9]

- a) Ionisation, b) Elektronenemission vom Target,
- c) Elektronenemission von der Anode,
- d) Neutralteilchenemission vom Target, e) Umladung

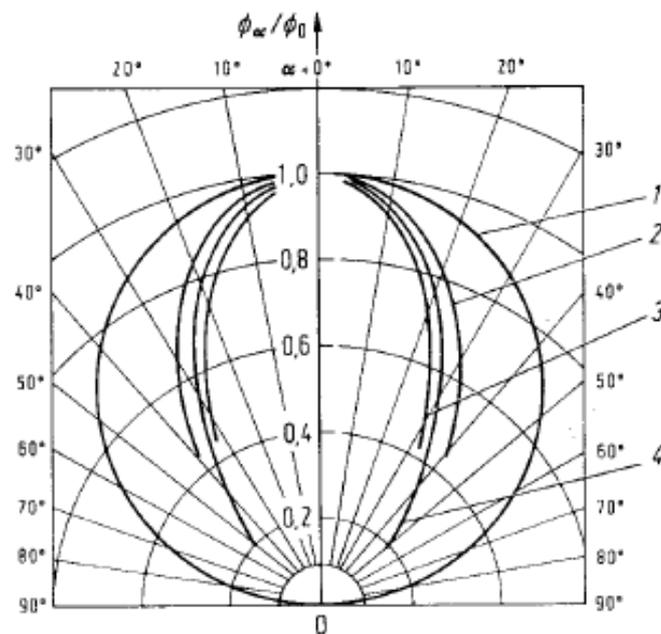


Abb. 1.4: Dampfstromdichte-Verteilung über einer kleinflächigen Quelle mit der Dampfstrahlcharakteristik $\Phi(\alpha) = \Phi_0 \cdot \cos^n(\alpha)$, Kurve 1: $n=1$, Kurve 2-4: $n>1$ [9]

Bei diesem Verfahren müssen natürlich die dreidimensionalen Substrate während des Beschichtungsprozesses in Bewegung gehalten werden, um eine allseitige, homogene Beschichtung zu gewährleisten. Die Konstruktion, der Aufbau und die Charakterisierung eines Systems, welches granulare Substratmaterialien, im Speziellen Diamantpartikel durchmischt und während des Beschichtungsprozesses in Bewegung hält, war deshalb Gegenstand dieser Arbeit.

Um die Oberflächenrauigkeit des versinterten MMCs so gering wie möglich zu halten, um die Kopplung an elektronische Bauteile zu erleichtern und somit die Wärmeleitfähigkeitsverluste so gering wie möglich zu halten, war eine Forderung an das Design dieser Maschine die Möglichkeit, Granulat mit beliebig kleiner Korngröße beschichten zu können. Aus diesem Grund war es nicht möglich, konstruktiv an bereits bestehende Systeme, wie einen Gitterkäfig, welcher während der Beschichtung gedreht wird, anzuknüpfen. Da der Beschichtungsprozess in einer Vakuumkammer abläuft, konnte auch das Prinzip eines Wirbelstrommischers [10] nicht verwendet werden. Aus einigen Möglichkeiten, die hauptsächlich zur Herstellung von Katalysatoren (granuläres Material beschichtet mit Katalysatorschicht zur Oberflächenvergrößerung) entwickelt wurden [11], wurde das Prinzip von verkippten, rotierenden Schalen aufgegriffen. Ähnlich einem Betonmischer, wie in Abbildung 1.5 dargestellt, befinden sich in der Schale Einsatzbleche, die das Granulat bei Rotation der schräg gestellten Schale nach oben transportieren. Nach Erreichen des höchsten Punktes rieselt das Granulat über den Schalenboden nach unten.

Im Gegensatz zur Beton-Mischmaschine findet der Mischprozess in der hier beschriebenen Anlage im Vakuum statt, was die trockene Mischung des Granulates notwendig macht. Die abweichenden tribologischen Eigenschaften des nassen, annähernd flüssigen Betons erklären auch die abweichende Einsatzblechgeometrie. In handelsüblichen Mischmaschinen befinden sich meist lediglich zwei Einsätze, wobei in diesem Fall nicht bekannt ist, ob es sich um die optimale Einsatzblechgeometrie handelt. Ein weiterer, gravierender Unterschied ist die Systemgröße, welche im Falle der hier beschriebenen Partikelmischanlage um 2 Größenordnungen kleiner ist als im Falle der Beton-Mischmaschine. Dies ist natürlich nicht zuletzt auf die Korngröße des verwendeten Granulates zurückzuführen. Die verwendeten Diamantpartikel haben einen Durchmesser von 50-150 μm , wogegen grobe Betonqualitäten durchaus Schotter mit Korngrößen von bis zu 10cm enthalten können. Im Gegensatz zum Granulatmischsystem ist der Befüllungsgrad des

Beton-Mischers weit höher. Dies ist auch wesentlich einfacher, da in diesem Fall das Mischgefäß eher wie eine Trommel und nicht schalenähnlich aufgebaut ist. Die trommelähnliche Form würde allerdings im Falle des Granulatmischsystems bei der Beschichtung zu Abschattungseffekten führen, die es zu vermeiden gilt. Im Falle der Beton-Mischmaschine spielt auch die elektrostatische Aufladung der Trommel keine Rolle, da diese permanent über die Standbeine auf Erdpotential liegt.



*Abb. 1.5: handelsüblicher Betonmischer,
Type Atika des Herstellers Jost-Bautechnik*

2 Vorversuche

Noch vor der Konstruktionsphase wurden einige Vorversuche durchgeführt, um die später zu testende Geometrie der Schalen festzulegen. Fest stand zu diesem Zeitpunkt lediglich, dass die Durchmischung des Granulates in drei Schalen vor sich gehen soll, deren Drehachse geneigt ist.

Als Vorbild für den Durchmischungsmechanismus diente eine handelsübliche Mischmaschine, wie sie in der Baubranche eingesetzt wird. Hierbei sorgen in der Trommel angebrachte Einsatzbleche für die Durchmischung des Betons.

Ein ähnlicher Mechanismus wurde für die Schalen getestet. Zu diesem Zwecke wurden Blechplättchen verschiedenster Geometrie mit Klebeband in eine Petrischale geklebt, welche auf einer schiefen Ebene positioniert wurde. Als „granuläres Material“ fungierten Kugellagerkugeln mit einem mittleren Durchmesser von 6 mm, da bei diesen das Verhalten in der Schale sehr leicht zu erkennen ist. Als Antrieb wurde ein Elektromotor verwendet, über dessen Achse ein O-Ring gezogen wurde. Dieser wurde auf den Rand der Petrischale gedrückt, wie dies in Abbildung 2.1 dargestellt ist. Um einen besseren Eindruck der Aktivität in der Schale zu gewinnen wurden für weitere Versuche die Kugellagerkugeln halbseitig mit gelber Farbe lackiert.

Diese Versuche dienten dazu, die best mögliche Konfiguration und Länge der Einsatzbleche zu bestimmen. Der primitive Aufbau erlaubte es, eine große Zahl verschiedener Einsätze zu testen, da diese lediglich in die Petrischale geklebt wurden. Die Petrischale wurde mit entweder drei Blechen mit einer Teilung von 120° oder mit vier Blechen mit einer Teilung von 90° bestückt. Es kamen pro Versuch jeweils entweder lange oder kurze Einsatzbleche zur Verwendung. Weiters wurden noch geknickte und gebogene (wie in Abb. 2.1) Ausführungen getestet.



Abb. 2.1: Versuchsaufbau der Vorversuche mit Petrischale

Von den einzelnen Versuchen wurden mit einer Digitalkamera kurze Videosequenzen gedreht. Die Kamera wurde hierzu auf einem Kasten postiert, um bei jedem Video in etwa den selben Abstand zur Petrischale zu gewährleisten. Dieser Aufbau ist in Abbildung 2.2 dargestellt. Dadurch konnte eine gute Vergleichbarkeit der Videos erzielt werden.

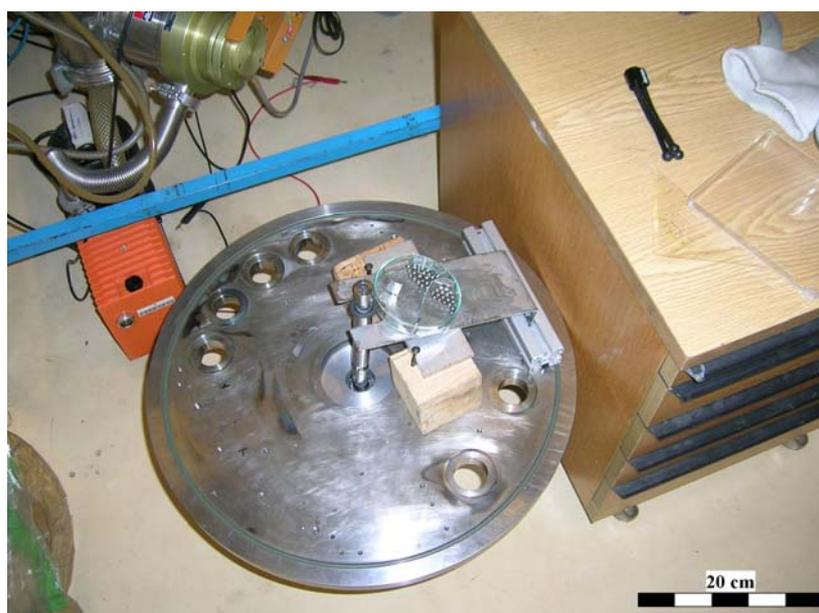


Abb. 2.2: Versuchsaufbau mit Kasten, der als Kameraauflage diente

Natürlich konnte durch den Vergleich der einzelnen Videosequenzen lediglich eine qualitative Aussage über die Aktivität in der Schale getroffen werden, was zu diesem Zeitpunkt aber völlig ausreichend war. Eines der wichtigsten Erkenntnisse dieser Vorversuche war die Feststellung der Tatsache, dass die Aktivität in der Schale entweder bei einer geringeren Anzahl an langen Blechen oder einer höheren Anzahl an kurzen Einsatzblechen am größten war. Daher wurde in weiterer Folge eine Schale der Anlage mit sechs kurzen Blechen mit einer Teilung von 60° und eine Schale mit drei langen Einsatzblechen mit einer Teilung von 120° bestückt.

Weiters konnten die in der Fertigung wesentlich aufwendigeren geknickten und gebogenen Einsatzbleche als mögliche Konfiguration ausgeschlossen werden. Der Effekt, den man sich von diesen beiden Ausführungen erhofft hatte, nämlich die, auf die Rotation der Schale bezogene, spätere Entladung des auf dem Blech nach oben beförderten Materials, stellte sich als eher Aktivitätsmindernd heraus. Weiters kann dieser Effekt wesentlich einfacher und besser steuerbar dadurch erzielt werden, dass die Einsatzbleche nicht in radialer Richtung sondern leicht davon abweichend („schräg“) in die Schale eingesetzt werden.

Die optimale Abweichung von der radialen Richtung wurde nach Fertigstellung der Anlage getestet. Zu diesem Zwecke wurde ein Ring gefertigt, welcher exakt in einer Schale sitzt. Auf diesem Ring waren sechs Einsatzbleche montiert, wie dies in Abbildung 2.3 dargestellt ist. Durch die leichte Herausnehmbarkeit dieses Ringes aus der Schale konnten die Einsatzbleche leicht verbogen werden und somit der Abweichwinkel zur radialen Richtung eingestellt werden.



Abb. 2.3: Ring mit sechs kurzen Einsatzblechen

Die Versuche wurden nun mit Kügelchen aus glasartigem Kohlenstoff (Handelsbezeichnung „Sigradur“ [12]) durchgeführt, die wesentlich kleiner als die Kugellagerkugeln sind (mittlerer Durchmesser $\sim 500 \mu\text{m}$) und somit das Granulat bereits wesentlich besser repräsentieren. Es wurden wieder kurze Videosequenzen der Versuche aufgenommen um das Rieserverhalten der Sigradurkügelchen vergleichen zu können. Ein solcher Rieserversuch ist in Abbildung 2.4 dargestellt.

Es stellte sich heraus, dass bereits relativ kleine Abweichwinkel der Bleche von der radialen Richtung in der Größenordnung von $10^\circ - 20^\circ$ ausreichen, um ein gleichmäßiges Abrieseln des auf einem Blech nach oben transportierten Materials über nahezu den gesamten Schalendurchmesser zu gewährleisten, wie dies in Abbildung 2.4 zu erkennen ist.

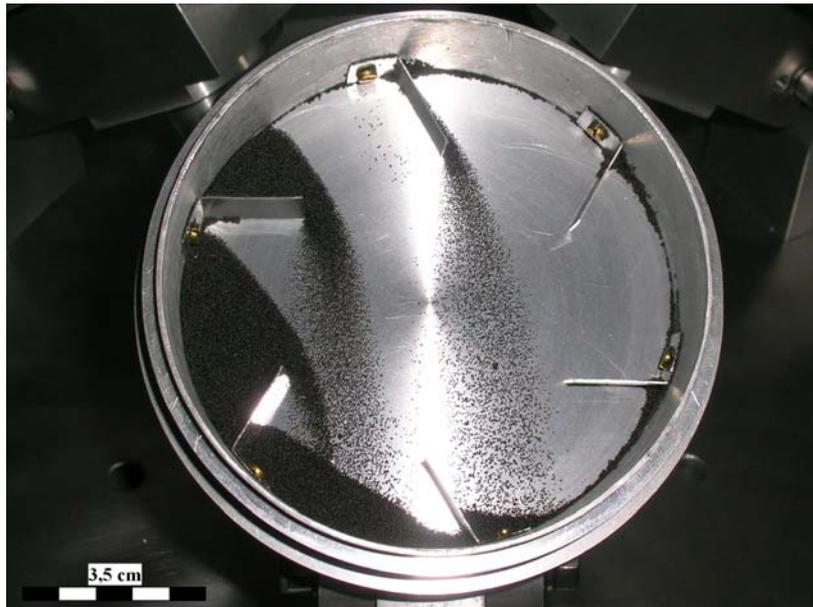


Abb. 2.4: Rieserversuch mit Sigradurkügelchen

In dieser Phase wurde auch erstmals mit abwechselnd angeordneten langen und sehr kurzen Einsatzblechen experimentiert. Diese Konfiguration stellte sich deshalb als zufriedenstellend heraus, da die drei kurzen Einsatzbleche das Granulat im Bereich zwischen den drei langen Blechen, wo relativ wenig Aktivität herrscht, zusätzlich durchmischen. Aufgrund dieser Experimente wurde diese Konfiguration für die dritte Schale ausgewählt.

Weiters wurde in dieser Phase entschieden, die Einsatzbleche in radialer Richtung zum Mittelpunkt der Schale hin spitz zulaufend zu fertigen. Der Grund hierfür ist die best mögliche Vermeidung von Abschattungseffekten durch die Einsatzbleche beim Beschichtungsvorgang.

3 Aufbau und Konstruktion

3.1 Grundlagen

Für die Beschichtung von Pulvern und Granulaten und im Speziellen für die Beschichtung von Diamantpartikeln wurde ein System konstruiert, mit dessen Hilfe das Granulat während des Beschichtungsvorganges in Bewegung gehalten werden kann. Prinzipiell basiert diese Einheit auf verkippten Schalen, wie dies teilweise schon in Kapitel 2 beschrieben wurde. Diese führen eine planetenartige Bewegung aus, weshalb das System in weiterer Folge auch „Planetenschalensputteranlage“ genannt wird.

Die Basis für diese Anlage bildete eine bereits vorhandene, zylindrische Vakuumkammer mit einem Innendurchmesser von 400 mm, bei welcher der Deckel- und Bodenflansch zum Zwecke der Granulatbeschichtung entsprechend adaptiert wurden. Sowohl der Deckel- als auch der Bodenflansch waren ebenfalls bereits vorhanden. Natürlich mussten die Schalen und somit die Schalenaufhängung und die Antriebseinheit am Bodenflansch aufgebaut werden. Dies impliziert, dass beim Aufbau der Sputteranlage die Targets sowie die Targethalterungen, die Stromzuführungen und die Kühlwasserversorgung hängend am Deckelflansch montiert werden mussten.

3.2 Bodenflanschaufbau atmosphärenseitig

Der verwendete Bodenflansch wies bereits eine zentrale Bohrung mit einem Durchmesser von 92 mm auf, weshalb die Wahl auch auf diesen speziellen Flansch fiel. Abbildung 3.1 zeigt die Unterseite dieses Flansches. Für die Befestigung des Zentralmotors wurde ein Flansch mit einem Durchmesser von 160 mm und einer zentralen Bohrung von 35 mm gefertigt und mit Ausnehmungen für einen Zentrierring und O-Ringen versehen. Mit

sechs, bereits am Bodenflansch vorhandenen Gewindestangen wurde der Motorflansch mit dem Bodenflansch verschraubt.



Abb. 3.1: Unterseite des verwendeten Bodenflansches

Der Motor wurde mit vier Schraubklammern auf dem Motorflansch befestigt, wofür vier Sacklöcher mit Gewinde der Dimension M5 in den Flansch gebohrt wurden. Abbildung 3.2 zeigt die Unter- und die Oberseite des Motorflansches. Innerhalb des Motorgehäuses befindet sich eine Ferrofluidic-Drehdurchführung, welche die Drehachse abdichtet. Eine Ferrofluidic-Drehdurchführung besteht im Wesentlichen aus ionischer Flüssigkeit (Flüssigkeit mit extrem geringem Dampfdruck), in der ferromagnetische Partikel dispergiert sind. Diese Flüssigkeit befindet sich in einem Gehäuse rund um eine magnetische Achse. Aufgrund des Magnetfeldes der Achse wirkt auf die in der Flüssigkeit dispergierten Partikel eine Kraft in radialer Richtung zur Achse hin. Diese Kraft konzentriert die Flüssigkeit rund um die Achse und dichtet dieselbe auch bei hohen Drehzahlen ab. Die Vorteile dieses Systems sind die hohe Dichtwirkung auch bei großen Drehzahlen und der nahezu verschleißfreie Betrieb.

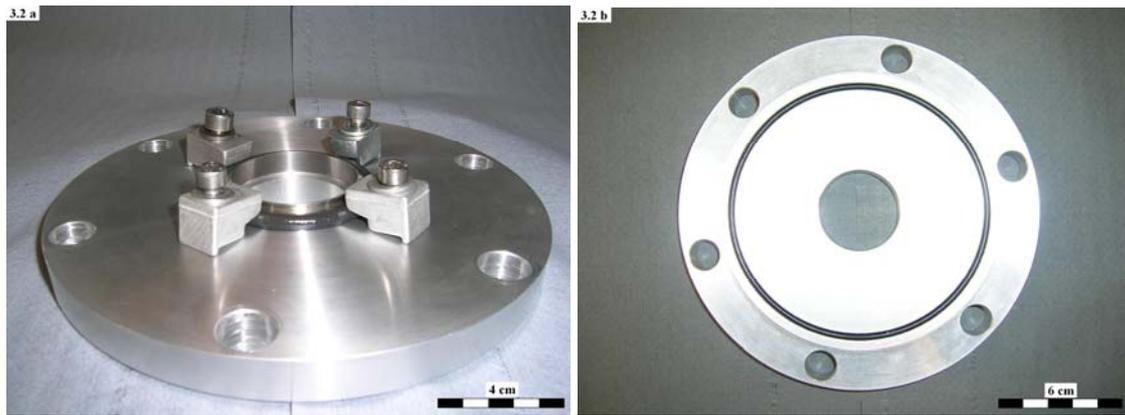


Abb. 3.2: Unterseite des Motorflansches (atmosphärensseitig) mit Dichtring und Schraubklammern für Motor (a); Oberseite (vakuumseitig) (b)

Der Hauptmotor, welcher exzentrisch angebracht wurde und zum Antrieb des im Folgenden erläuterten Systems dient, war ebenfalls bereits vorhanden. Dieser Motor wurde mittels einer Halterung am Bodenflansch montiert und mit einer Kunststoffkupplung mit einer Ferrofluidic-Drehdurchführung verbunden. Abbildung 3.3 zeigt den atmosphärensseitigen Aufbau des Bodenflansches.



Abb. 3.3: atmosphärensseitiger Bodenflanschaufbau: Zentralmotor und Hauptmotor (rechts)

3.3 Bodenflanschbau vakuumseitig

3.3.1 Baugruppe Grundrad

Für das Innere der Kammer wurde vorerst eine Aluminiumscheibe mit einem Durchmesser von 250 mm und einer Dicke von 20 mm gefertigt. Aus dieser Scheibe („Kugellagerflansch“) wurde eine 8 mm tiefe, ringförmige Nut ausgefräst, die als Sitz für ein Axialkugellager dient. Der untere Teil dieses einseitigen Axial-Rillenkugellagers der Firma SKF mit einem Außendurchmesser von 178 mm und einem Innendurchmesser von 140 mm wurde in die ausgefräste Nut eingepresst und mit einem vakuumtauglichen Klebstoff der Firma Loctite, Type 603 Fügen-Welle-Nabe, Nr. 142613 fixiert. Vorsorglich wurden in die Scheibe entlang der Nut acht Durchlöcher mit einem Durchmesser von 8 mm gebohrt, um das Kugellager bei Bedarf mit Bolzen wieder herausdrücken zu können.

Der obere Teil des Axialkugellagers mit einem Innendurchmesser von 142 mm und einem Außendurchmesser von 180 mm (oberer und unterer Teil des Kugellagers nicht deckungsgleich!) wurde in eine entsprechende Nut an der Unterseite einer Aluminiumscheibe mit einem Durchmesser von 320 mm eingepresst. Diese Scheibe weist eine Dicke von 40 mm auf und wird im Folgenden als „Grundrad“ bezeichnet, da auf dieser das gesamte System zur Aufnahme und Durchmischung des Granulates aufgebaut ist. Das Grundrad ist am Umfang unter 45° abgeschrägt, um dem später beschriebenen Kegelreibungsantrieb eine Angriffsfläche zu bieten. Die zentrale Bohrung von 30 mm gewährleistet den Durchgang der Achse des Zentralmotors und die abgesetzte zentrale Ausnehmung mit einem Durchmesser von 79 mm ist der Sitz eines weiteren Kugellagers. Dieses zweiseitige Axial-Rillenkugellager (Hersteller ebenfalls SKF) dient zur Fixierung des Grundrades und der Stabilisierung der Achse des Zentralmotors. Auf diese Achse wird hierfür eine

Aluminiumscheibe mit einem Durchmesser von 88 mm mit einem zentralen Innengewinde der Dimension M20 aufgeschraubt, in die an der Unterseite eine ringförmige Ausnehmung eingefräst ist. Diese dient als Sitz für den obersten Ring des zweiseitigen Axialkugellagers. Abbildung 3.4 zeigt eine Schnittzeichnung der Baugruppe Grundrad.

Im Grundrad befinden sich auf einem Lochkreis mit einem Durchmesser von 280 mm sechs Bohrungen mit Innengewinden der Dimension M10, gruppiert zu jeweils zwei mit

einem Abstand von 20mm und 120° zwischen den Gruppen. Diese Bohrungen dienen der Fixierung von drei Trägersystemen.

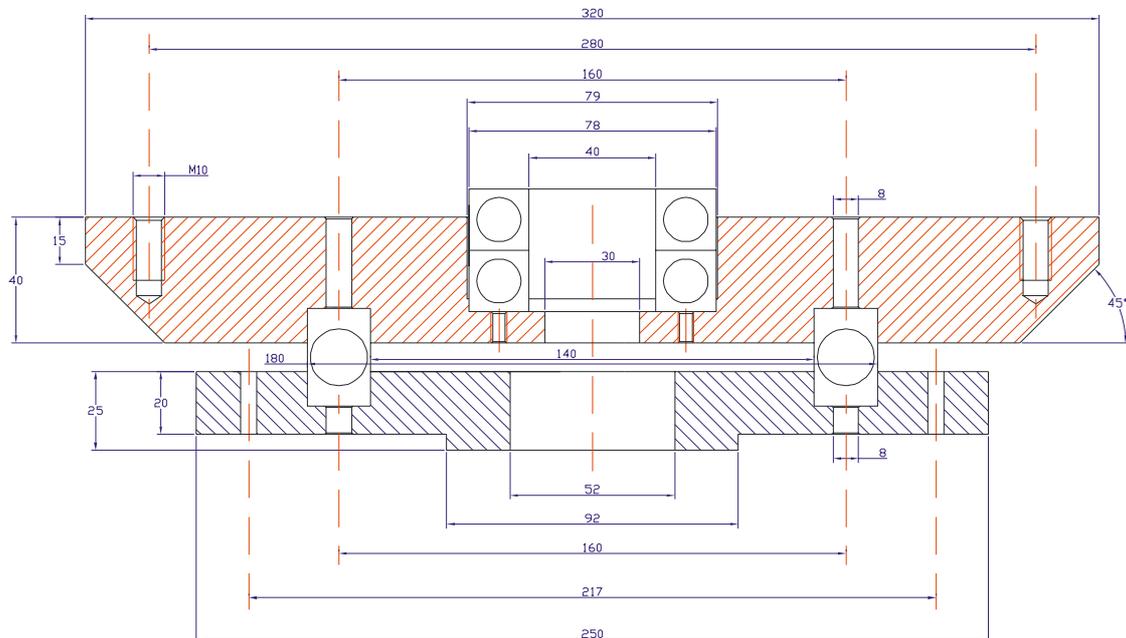


Abb. 3.4: Kugellagerflansch und Grundrad; die Darstellung der Kugellager ist hier rein symbolisch

3.3.2 Baugruppe Trägersystem

Der untere Teil des Trägersystems, der sogenannte Trägerarmfuß, ist ein 63 mm hoher Aluminiumblock mit einer Grundfläche von 40×40 mm. Zwei Bohrungen mit einem Durchmesser von 10,2 mm im Abstand von 20 mm dienen der Fixierung auf dem Grundrad mittels Gewindestangen. An der Oberseite dieser Trägerarmfüße befindet sich der innere Teil eines Gabelgelenkes mit einer zentralen Durchbohrung von 6 mm Durchmesser.

Der innere Teil dieses Gabelgelenkes greift in die Gabel des Trägerarmes ein, welcher eine Länge von 90 mm, eine Breite von 40 mm und eine Dicke von 30 mm aufweist. Wie der innere Teil des Gelenkes wurde auch die Gabel mit einer zentralen Bohrung von 6 mm

Durchmesser versehen. Eine durch diese Bohrungen geführte Schraube fungiert als Verbindung von Gabel und Innenteil sowie als Drehachse (Abbildung 3.5).



Abb. 3.5: Trägersystem mit Achschraube im Vordergrund; die kreisrunde Ausnehmung am Innenteil des Gabelgelenkes ist die Anpressfläche für die Wurmschrauben

Auf einem Lochkreis mit einem Durchmesser von 18 mm um diese Drehachse befinden sich in 120° Abständen voneinander Bohrungen mit Innengewinden der Dimension M5 in der Gabel. In diese Gewinde werden von beiden Seiten Wurmschrauben eingeschraubt, die gegen den Innenteil des Gelenkes gepresst werden und somit den Trägerarm fixieren. Abbildung 3.5 zeigt einen der drei Trägerarmfüße, einen Trägerarm und die als Achse verwendete Schraube.

In den Trägerarmen befindet sich eine zentrale Bohrung mit einem Durchmesser von 25 mm, welche als Durchführung für die Achsen der Schalen aufnimmt. An der Unterseite der Trägerarme wurde rund um diese Bohrung eine Ausnehmung mit einem Durchmesser von 32 mm und einer Tiefe von 10 mm eingefräst, welche als Sitz für ein Kugellager dient. Ein einseitiges Radial-Rillenkugellager des Herstellers SKF wurde in diesen Sitz eingepresst. Um die zentrale Bohrung wurden auf einem Lochkreis von 42 mm von unten drei Sacklöcher mit Innengewinden der Dimension M5 in die Trägerarme getrieben. Diese

dienen zum Verschrauben einer Fixierplatte, die den äußeren Ring des Kugellagers gegen Herausfallen und Verdrehen sichert.

Durch den inneren Ring des Kugellagers wurde eine Achse geführt, wie sie in Abbildung 3.6 dargestellt ist. Die erste Abstufung liegt am Innenring des Kugellagers auf und jener Teil mit einem Durchmesser von 12 mm steckt im Innenring des Lagers. Über jenen Teil mit einem Durchmesser von 9 mm wird eine Hülse mit einem Außendurchmesser von 20mm und einer Länge von 40 mm geschoben, welche über das Aufschrauben einer Mutter auf das Gewinde am unteren Teil der Achse von unten gegen den Innenring des Kugellagers gepresst wird. Die Achse ist so fest mit dem Innenring des Kugellagers verbunden und gegen Verdrehen gesichert. Die Außenseiten der beschriebenen Hülsen dienen als Anpressflächen für einen O-Ring des Reibungsantriebes, der später beschrieben wird.

Das axiale, zentrische Sackloch mit einem Innengewinde der Dimension M5 im oberen Teil der Achse dient der Fixierung der Schalenaufnahmen. Dies sind tellerförmige Aluminiumschalen mit einem Außendurchmesser von 100 mm und einem Innendurchmesser von 94 mm. Die Höhe der Wandung beträgt 10 mm und an den Schalenunterseiten befinden sich zentrale Ausnehmungen mit einem Durchmesser von 17 mm, welche die exakten Gegenstücke zu den Achsenoberseiten bilden.

Diese Schalenaufnahmen dienen dem einfachen Entfernen und wieder Einsetzen der Schalen. Die Abbildungen 3.7a und b zeigen den Aufbau des gesamten Trägersystems. Nicht erkennbar ist hier das Kugellager.

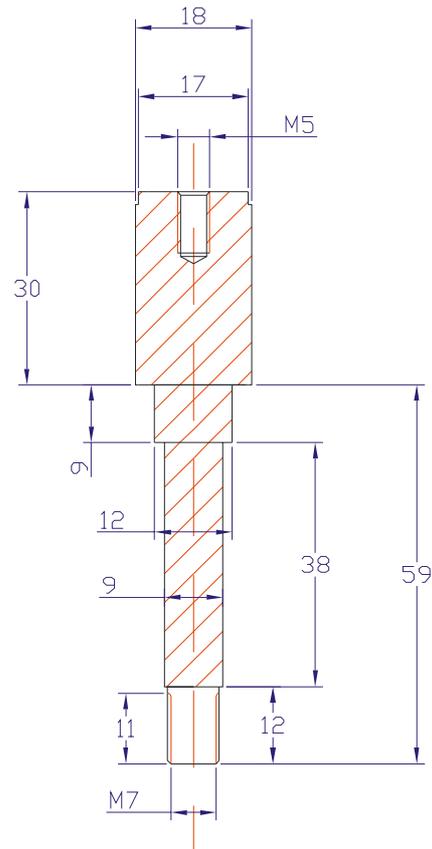


Abb. 3.6: Konstruktionszeichnung der verwendeten Achse für Schalenaufnahmen

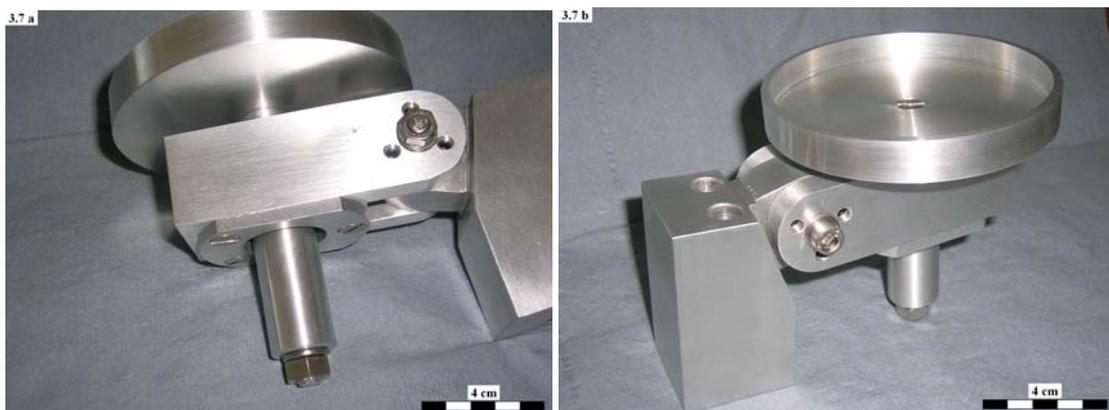


Abb. 3.7: Unteransicht des Trägersystems (a), gut erkennbar sind die Kugellagerfixierplatte, die Hülse und die Fixierschraube; Oberansicht (b)

3.3.3 Baugruppe Schalen

Wie bereits angedeutet werden die Schalen, welche mit dem zu beschichtenden Granulat befüllt werden, lediglich in die Aufnahmen eingesetzt. Nur die exakte Passform verhindert das Verdrehen der Schalen und somit einen Schlupf. Um den genauen Sitz der Schalen nicht zu beeinträchtigen, wurden die mit entsprechenden Ausnehmungen versehenen Aufnahmen mit Senkkopfschrauben an den Achsen montiert.

Die Schalen selbst bestehen aus Aluminium und haben einen Außendurchmesser von 94mm und einen Innendurchmesser von 89mm. Die Höhe der Wand an der Innenseite beträgt 18mm. In die Wand wurden im Abstand von 60° zueinander Durchlöcher mit Innengewinden der Dimension M2 gebohrt, wie in Abbildung 3.8 zu erkennen ist. Diese dienen der Befestigung von Einsatzblechen um eine gute Durchmischung des Granulates zu gewährleisten.

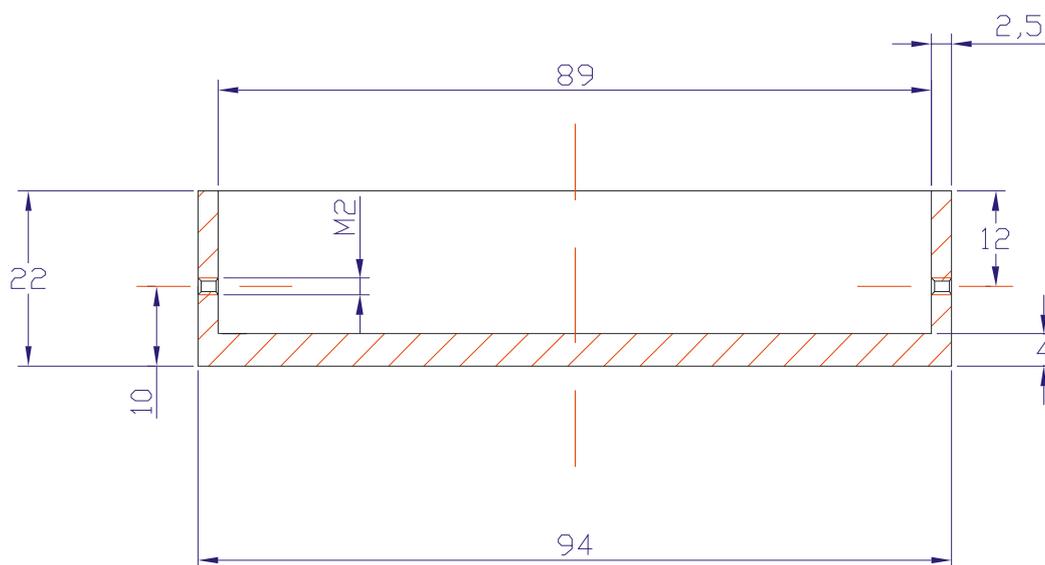


Abb. 3.8: Schnittzeichnung einer Schale

Aufgrund der Tatsache, dass drei Schalen vorhanden sind, erlaubt der Aufbau das gleichzeitige Beschichten von drei Proben. Deshalb wurde jede Schale mit einer anderen Einsatzblechkonfiguration ausgestattet, da aus den Vorversuchen nur qualitativ und nicht eindeutig hervorging, wie die Einsatzbleche optimalerweise beschaffen und angeordnet sein müssen. In weiterer Folge wurden die Schalen nummeriert, um die einzelnen Proben der richtigen Einsatzblechkonfiguration zuweisen zu können.

Abbildung 3.9 zeigt die Anlage von oben, wobei hier die Einsatzblechkonfigurationen gut zu erkennen sind. Im Bild links oben befindet sich Schale 1 mit abwechselnd drei kurzen (10 mm) und drei langen (30 mm) Einsatzblechen und einer Abweichung der Richtung vom Radius von 10° in Drehrichtung. Im rechten Bildteil befindet sich Schale 2 mit drei langen (35 mm) Einsatzblechen und einer radialen Richtungsabweichung von 20° in Drehrichtung. Der Abstand zwischen den einzelnen Einsatzblechen beträgt hier 120° . In die überzähligen Lochungen (jeweils zwischen zwei Einsatzblechen) wurden die Schrauben einfach leer eingeschraubt, um das Austreten des Granulates zu verhindern. In der Abbildung links unten befindet sich schließlich Schale 3 mit sechs kürzeren (20 mm) Einsatzblechen und einer radialen Abweichung von 20° in Drehrichtung. Alle Einsatzbleche wurden Richtung Mittelpunkt der Schalen spitz zulaufend gefertigt, um die geometrische Abschattung während des Beschichtungsprozesses so gering als möglich zu halten. Da die Abmessungen und Anstellwinkel der Einsatzbleche zwischen den einzelnen Beschichtungsversuchen geändert wurden, soll hier diese allgemeine Beschreibung vorerst genügen. Später wird noch exakter auf die Eigenschaften der Einsatzbleche eingegangen.

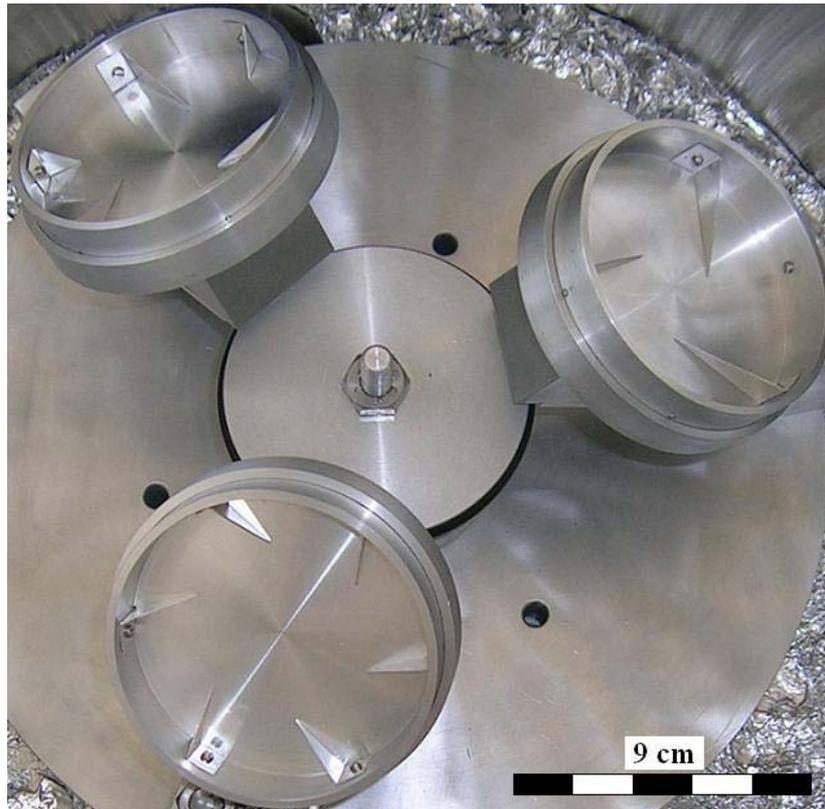


Abb. 3.9: Die drei Schalen der Anlage: links oben Schale 1, rechts Schale 2 und unten Schale 3

3.3.4 Baugruppe Antrieb

Der Antrieb wird, wie bereits bemerkt von zwei Gleichstrommotoren bewerkstelligt. Einer der beiden wurde exzentrisch atmosphärenseitig am Bodenflansch der Anlage montiert und treibt über eine Ferrofluidic-Drehdurchführung das Grundrad an, weshalb dieser Motor in weiterer Folge auch Hauptmotor genannt wird. Auf die (sehr kurze) Achse der Drehdurchführung wurde eine Verlängerung aufgesetzt und mit einer Wurmschraube fixiert, wie dies in Abbildung 3.10 zu sehen ist. Die Gesamthöhe der Achse beträgt 61 mm und der obere Teil ist als Gewinde der Dimension M10 ausgeführt.

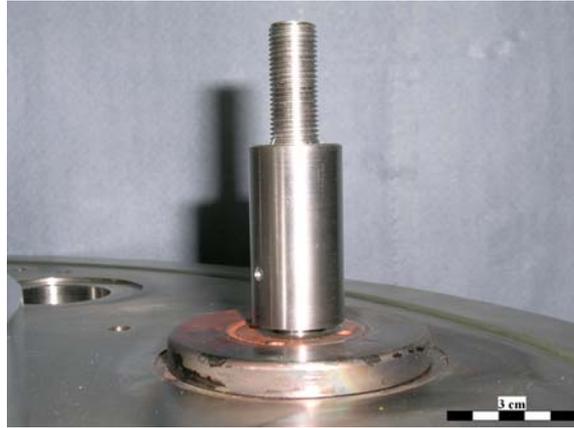


Abb. 3.10: Achse für den Reibungsantrieb, aufgesetzt auf eine Ferrofluidic-Drehdurchführung

Das Gewinde auf dieser Achse dient zum Aufschrauben eines Kegels mit einem Öffnungswinkel von 90° . An den Seitenflächen dieses Kegels befinden sich Ausnehmungen für Viton O-Ringe der Innendurchmesser 73, 59, 45 und 31 mm, wie dies in Abbildung 3.11 dargestellt ist. Der Basisdurchmesser dieses Kegels beträgt 85mm und im Zentrum befindet sich eine Ausnehmung, welche das Gegenstück zu der vorher beschriebenen Achse darstellt.

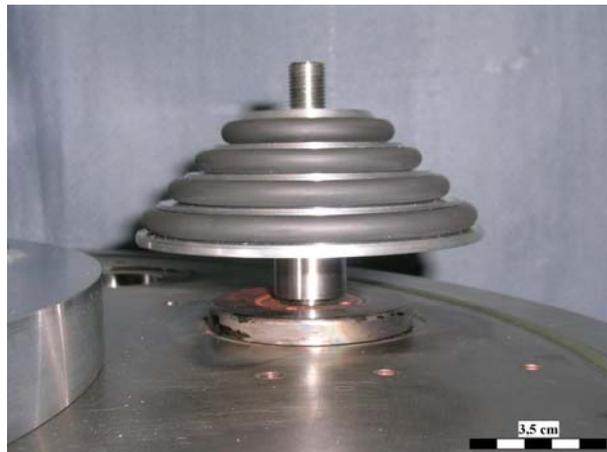


Abb. 3.11: Kegel des Reibungsantriebes, aufgeschraubt auf die Achse, mit aufgespannten Viton O-Ringen

Das Gewinde bietet nun die Möglichkeit, den Kegel in der Höhe zu verstellen und so optimal an die Seitenfläche des Grundrades anzupressen. Anschließend muss der Kegel mit einer Kontermutter auf der Achse fixiert werden, um Höhenverstellungen während des Betriebes zu verhindern.

Für den Zentralmotor wurde ebenfalls eine Achse gefertigt (Zentralmotorwelle), die mit einer Wurmschraube an der Motorwelle befestigt wurde. Diese Achse wurde in zwei Teilen gefertigt. Der untere Teil ist 134 mm lang und hat einen Durchmesser von 20 mm. Am unteren Ende befindet sich eine axiale Ausnehmung, die das genaue Gegenstück zur Motorwelle darstellt. Am oberen Ende befindet sich ein Außengewinde der Dimension M20 und ein axiales Innengewinde der Dimension M10. In dieses Innengewinde wurde eine Gewindestange eingeschraubt, welche 83 mm aus dem Unterteil herausragt und den oberen Teil der Achse bildet. Abbildung 3.12 zeigt den unteren Teil des Grundplattenaufbaus mit der Achse des Zentralmotors und dem Käfig des großen Axialkugellagers. Um ein Herausschrauben des oberen Achsteils während des Betriebes zu verhindern wurde eine Kontermutter auf die Gewindestange aufgeschraubt.



Abb. 3.12: Unterer Teil der Baugruppe Grundplatte mit der Achse des Zentralmotors und dem Kugellagerkäfig

Auf den oberen Teil der Zentralmotorachse (Gewindestange) wird eine Aluminiumscheibe mit einem Durchmesser von 98 mm aufgeschraubt, welche am Umfang eine Ausnehmung für einen Viton O-Ring mit einem Innendurchmesser von 82mm hat. In Abbildung 3.13 ist dieses sogenannte Schalenantriebsrad dargestellt. Durch das Aufschrauben auf die Achse wird der O-Ring auf die Achsen der Schalen gepresst und mit einer Mutter fixiert.



Abb. 3.13: Unteransicht des Schalenantriebsrades mit O-Ring

Durch diesen Aufbau ergeben sich nun mehrere Möglichkeiten der Bewegung dieses Systems. Bei ruhendem Grundrad, sprich Fixierung des Hauptmotors, können durch die Drehung des Zentralmotors und somit der Drehung des eben beschriebenen Schalenantriebsrades nur die Schalen in Rotation versetzt werden. Bei fixiertem Zentralmotor und somit ruhendem Schalenantriebsrad kann mit dem Hauptmotor das Grundrad und gleichzeitig die Schalen bewegt werden, da sich dann das ganze System um diese ruhende Aluminiumscheibe dreht, auf der die Achsen der Schalen abrollen. Diese Bewegung ähnelt der eines Planetengetriebes sehr stark und ist der Normalbetriebsmodus der Anlage. Schließlich können beide Bewegungen auch überlagert werden und je nach Drehrichtung des Zentralmotors die Schalenrotation beschleunigt oder verzögert werden.

In Abbildung 3.14 ist der Gesamtaufbau der Planetenschalensputteranlage dargestellt. Zentral in der Abbildung ist der Vakuumsflansch zu erkennen, der als Bodenflansch der Vakuumkammer fungiert, atmosphärenseitig (unten in der Abbildung) die Antriebsmotoren und vakuumseitig (oben in der Abbildung) das Mischsystem.



Abb. 3.14: Gesamtaufbau der Planetenschalensputteranlage mit Motoren (unten) und Mischsystem (oben)

Diese Anlage bietet vier Freiheitsgrade durch deren Variation das System charakterisiert wurde. Diese sind der Schalenstellwinkel α , die Drehgeschwindigkeit des Grundrades Ω , die Drehgeschwindigkeit der Schalen ω und die Einsatzblechkonfiguration. In Abbildung 3.15 sind die geometrischen Verhältnisse und die Freiheitsgrade nach Einbau der Planetenschalensputteranlage in die Vakuumkammer abgebildet. Im oberen Bildteil ist das Sputtertarget schematisch dargestellt, weiters sind alle Bemaßungen in mm. Das Antriebsprinzip ist in Abb. 3.15 ebenfalls gut erkennbar. Das Grundrad (1) wird durch den Kegelreibringtrieb (5) in Rotation versetzt (Ω), was weiters bei Stillstand des

Zentralmotors über den Reibungsantrieb am Schalenantriebsrad (4) zur Rotation der Schalen (3) führt (ω). Durch die Möglichkeit das Schalenantriebsrad am Gewinde der Achse in der Höhe zu verstellen, kann das Trägersystem (2) um den Winkel α verkippt werden. Dies ist auch der Grund für die gewählte Antriebsart (Reibungsantrieb), da z.B. im Falle eines Zahnradantriebes die Winkelverstellbarkeit nicht bzw. nur in einem sehr kleinen Winkelbereich realisierbar wäre.

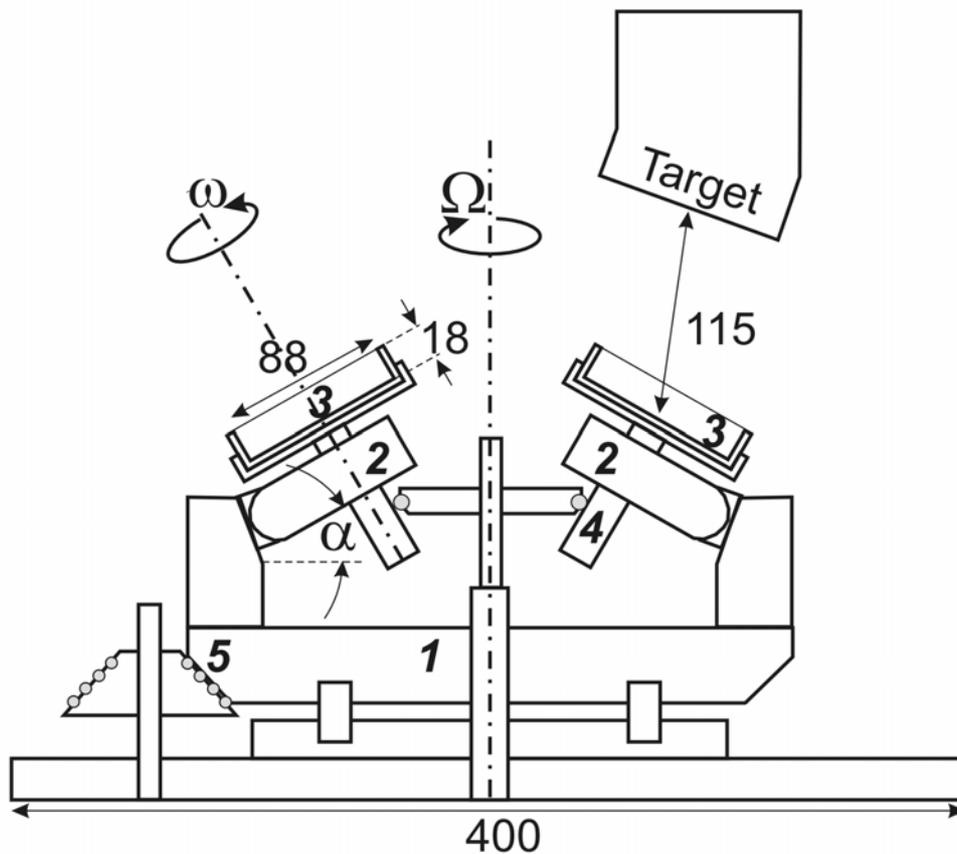


Abb. 3.15: geometrische Verhältnisse in der Vakuumkammer
(vakuumseitiger Aufbau der Planetenschalensputteranlage), Bemaßung in mm

Zur Bestimmung der Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades wurde die Umlaufzeit bzw. ein Vielfaches davon bei bestimmten Spannungswerten eines Drehzahlmessers mit einer Stoppuhr gemessen. Dieser Drehzahlmesser ist direkt am Hauptmotor montiert und liefert Spannungswerte, die mit einem Multimeter ausgelesen werden. So wurde eine Frequenz-

Spannungskennlinie aufgenommen und ein Umrechnungsfaktor berechnet. Für die Rotationsgeschwindigkeit der Schalen wurde analog vorgegangen. Am Zentralmotor ist kein Drehzahlmesser angebracht, was das Abgreifen der Antriebsspannung direkt vor dem Motor notwendig macht. Analog zur Vorgehensweise beim Hauptmotor wurde auch hier die von einer Schale benötigte Umlaufzeit eines Vielfachen einer Umdrehung bei verschiedenen Spannungswerten gemessen. In Abbildung 3.16 sind diese Ergebnisse zusammengefasst. Aufgrund der Linearität dieser Kurven war es leicht möglich durch eine lineare Interpolation die Umrechnungsfaktoren zwischen Spannung und Frequenz zu bestimmen.

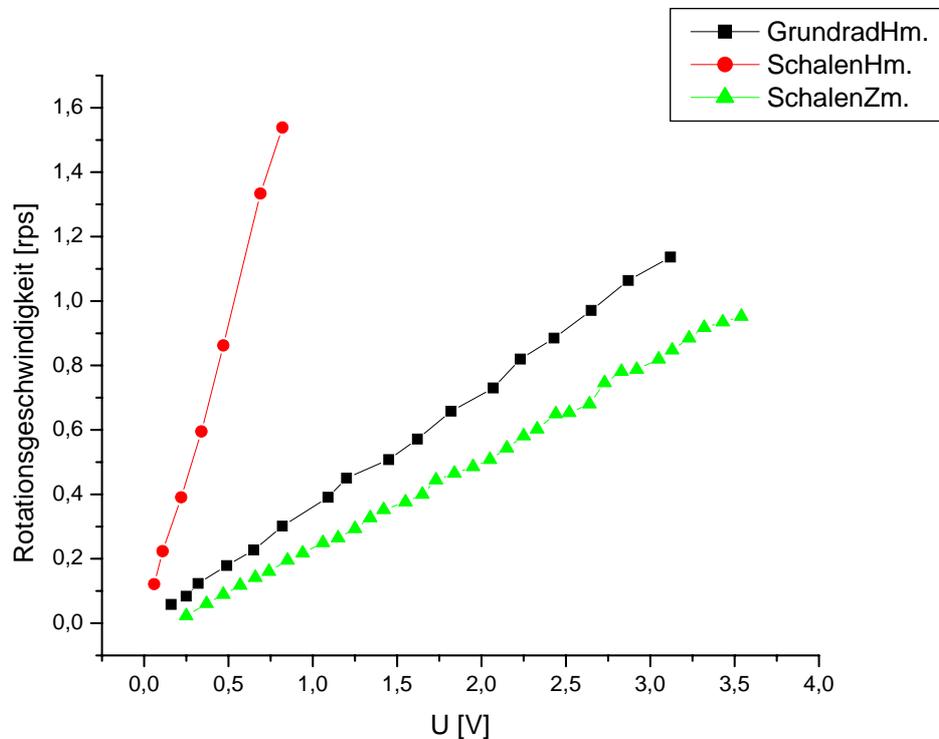


Abb. 3.16: Frequenzverlauf bei Spannungsvariation für Grundrad und Schalen bei Antrieb durch den Hauptmotor (Hm.) und Zentralmotor (Zm.)

Die Umrechnungsfaktoren für die jeweiligen Antriebsarten sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Daraus ergibt sich weiters ein Übersetzungsverhältnis Grundrad-Schalen von 1:5,37. Weiters sind sämtliche Konstruktionspläne der Planetenschalensputteranlage im Anhang zu finden.

Einheit	Antrieb	Spannung [V]	Frequenz [rps]
Grundrad	Hauptmotor	1 $\underline{\underline{=}}$	0,36
Schalen	Hauptmotor	1 $\underline{\underline{=}}$	1,95
Schalen	Zentralmotor	1 $\underline{\underline{=}}$	0,29

Tab. 3.1: Umrechnungsfaktoren von abgegriffener Spannung auf Drehfrequenz

4 Versuchsdurchführung und Ergebnisse

Nach der Aufbauphase des Granulatmischsystems in einer bestehenden Sputteranlage wurden zunächst Panzerglasstrahlperlen als Substrat verwendet um die Anlage durch variieren sämtlicher Parameter zu charakterisieren. Diese Parameter sind der Schalenanstellwinkel α , die Drehgeschwindigkeit des Grundrades Ω , die Drehgeschwindigkeit der Schalen ω , die Füllmenge und, wie bereits erwähnt, die Einsatzblechkonfiguration, die in jeder der drei Schalen unterschiedlich gewählt und im Laufe der Experimente leicht verändert wurde. Die Werte dieser Parameter sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

Parameter	Minimum	Maximum
Schalenanstellwinkel α	20°	50°
Drehgeschwindigkeit des Grundrades Ω	0,055 rps	0,095 rps
Drehgeschwindigkeit der Schalen ω	0,29 rps	0,54 rps
Füllmenge	1,25 ml	5 ml

Tab. 4.1: durchvariierte Parameter des Granulatmischsystems

Der Schalenanstellwinkel wurde in Schritten von 5° verändert. Die Drehgeschwindigkeiten sind im Falle des Antriebs ausschließlich durch den Hauptmotor nicht unabhängig voneinander, das heißt eine Drehgeschwindigkeit Ω des Grundrades mit beispielsweise 0,055 rps führt zu einer Drehgeschwindigkeit der Schalen ω von 0,29 rps. Bei sämtlichen Experimenten wurde das System entweder mit dem Minimal- oder dem Maximalwert der Drehgeschwindigkeit bewegt, repräsentativ für langsame und schnelle Drehung. Äquivalent dazu wurde auch die Füllmenge entweder mit 1,25 ml, 2,5 ml oder 5 ml, repräsentativ für geringe und hohe Beladung der Schalen, gewählt.

Aufgrund der Vielzahl dieser Parameter und der möglichen Kombinationen wurden die Sputterparameter vorerst konstant gehalten. Diese sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Um die Abscheiderate auf planen Substraten zu ermitteln wurde ein Glassubstrat in einer Schale mit einem später beschriebenen Plansubstrathalteinsatz fixiert und mitbewegt. Wie

aus Tabelle 4.2 ersichtlich, wurden zwei verschiedene Targetmaterialien verwendet. Bei den ersten Experimenten wurde Kupfer verwendet um eine gute Erkennbarkeit der Schichten unter dem Lichtmikroskop zu erzielen. In weiterer Folge wurde das granulare Material mit Mo beschichtet, da sich Mo bereits mehrfach als Haftvermittlerschicht zwischen Cu und C bewährt hat [13][14].

Ausgangsdruck	$5 \cdot 10^{-4} - 5 \cdot 10^{-6}$ Pa
Arbeitsgas / Arbeitsgasdruck	Argon / $4,5 \cdot 10^{-1}$ Pa
Sputterleistung / -spannung / Targetstrom	200W / 400V / 0,5A
Abstand Target-Substrat	~ 115mm
Anstellwinkel des Targets relativ zum Bodenflansch	20°
Targetmaterialien	Cu, Mo

Tab. 4.2: konstant gehaltene Sputterparameter

Wie bereits erwähnt, wurden zur Charakterisierung vorerst Panzerglasstrahlperlen verwendet, anschließend die Anlage mit Kohlenstofffasern und Glaspolierkugeln getestet und schließlich auf Diamantpartikel als Substratmaterial übergegangen. Im Folgenden sind diese Substratmaterialien kurz beschrieben und das unbeschichtete Material abgebildet um einen Vergleich mit den später beschriebenen beschichteten Substraten zu gewährleisten.

Im Falle der Panzerglasstrahlperlen handelt es sich um handelsübliche, mit Natrium gehärtete Glasobjekte mit annähernd sphärischer Geometrie und einem Durchmesser von 400-600 μm , wie in Abb. 4.1 dargestellt. Der Hersteller ist die Firma Rösler und der ursprüngliche Zweck dieser Perlen ist das Glasstrahlen von Objekten.

Alle Abbildungen wurden mit einer Webcam aufgenommen, gekoppelt an ein Lichtmikroskop, Typ Polyvar des Herstellers Reichert. Werden keine anderen Angaben zu den Abbildungen gemacht, wurden die Fotos bei 50-facher Vergrößerung aufgenommen. Da durch die Verwendung einer Webcam die Qualität der Aufnahmen nicht optimal ist, sind bei einigen Abbildungen typische Stellen bzw. Partikel rot markiert um eine bessere Erkennbarkeit zu gewährleisten. Es wurde versucht schwer sichtbare Details verbal zu erklären, da durch das Okular des Mikroskops die feineren Unterschiede natürlich leichter auszumachen sind.

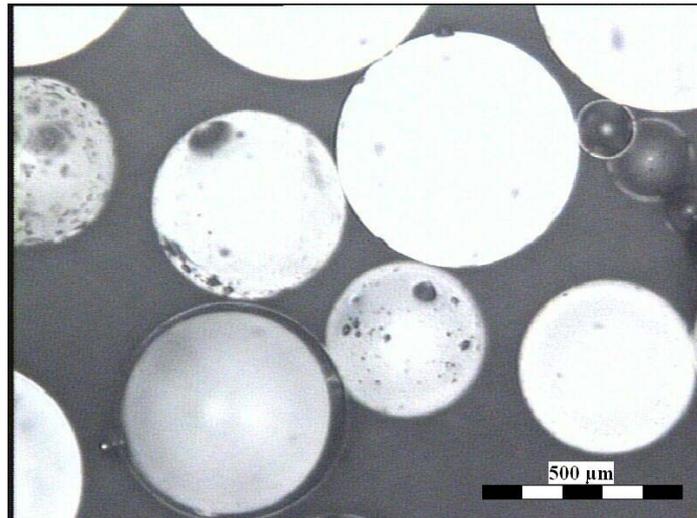


Abb. 4.1: unbeschichtete Panzerglasstrahlperlen

Die Glaspolierkugeln dienen ursprünglich einem ähnlichen Zweck wie die Panzerglasstrahlperlen. Diese haben einen Durchmesser von 100-200 μm und sind in Abbildung 4.2 dargestellt. Diese Glaspolierkugeln sind nicht nur kleiner als die vorher beschriebenen Panzerglasstrahlperlen sondern weisen auch eine exaktere sphärische Geometrie und eine engere Größenverteilung als diese auf.

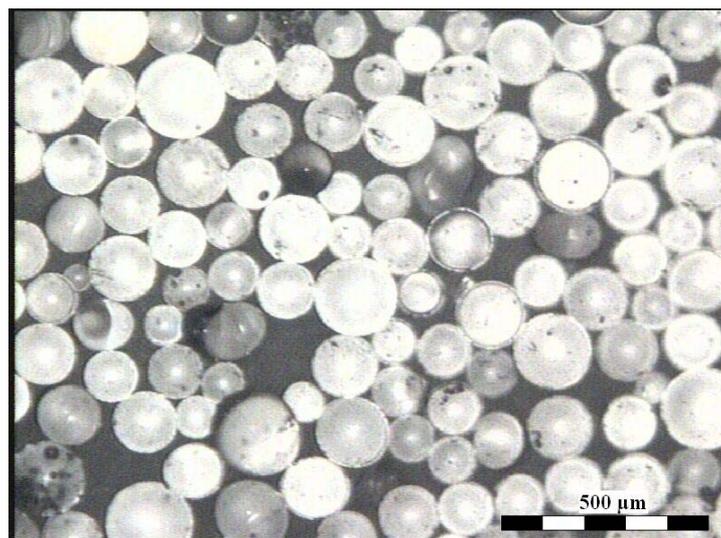


Abb. 4.2: unbeschichtete Glaspolierkugeln

Die Kohlenstofffasern tragen die Bezeichnung Short Pitch Type Carbon fibres mit der Chargennummer K-1100 X und haben eine durchschnittliche Länge von 500-600 μm und einen durchschnittlichen Durchmesser von 10 μm , wie in Abb. 4.3 dargestellt. Diese werden aus längeren Strängen herausgeschnitten und zu diesem Zwecke in eine Matrix eingebettet. Anschließend wird das Matrixmaterial wieder entfernt. Es wurde auch mit zum Schneiden nicht eingebetteten Fasern und Fasern anderer Chargen experimentiert. Im unbeschichteten Zustand unterscheiden sich die einzelnen Typen jedoch nicht. Es wurde auch versucht die Fasern wärmezubehandeln (tempern) um die starken Agglomerationen, die bereits im unbeschichteten Zustand vorhanden waren, zu lösen und Adsorbate an der Oberfläche zu entfernen um eine bessere Schichthftung zu erzielen. Weder 1 Stunde noch 2 Stunden Wärmebehandlung bei 100° C vermochten am Zustand der Fasern etwas zu verändern.

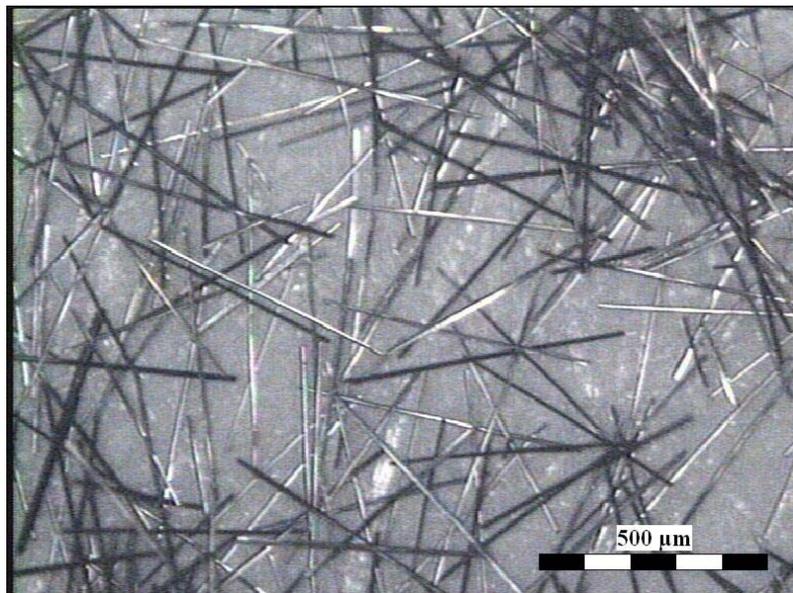


Abb. 4.3: unbeschichtete Short Pitch Type Carbon fibres

Es wurden in weiterer Folge Diamantpartikel zweier Qualitäten untersucht. Zum Einen sind das Diamanten mit der Bezeichnung QM MBD4 mit der Qualität Mesh 120/140, was in etwa einem Durchmesser von 150 μm entspricht. Es handelt sich hierbei um industriell mittels CVD-Verfahren hergestellte Kunstdiamanten, die in Abbildung 4.4 abgebildet sind.

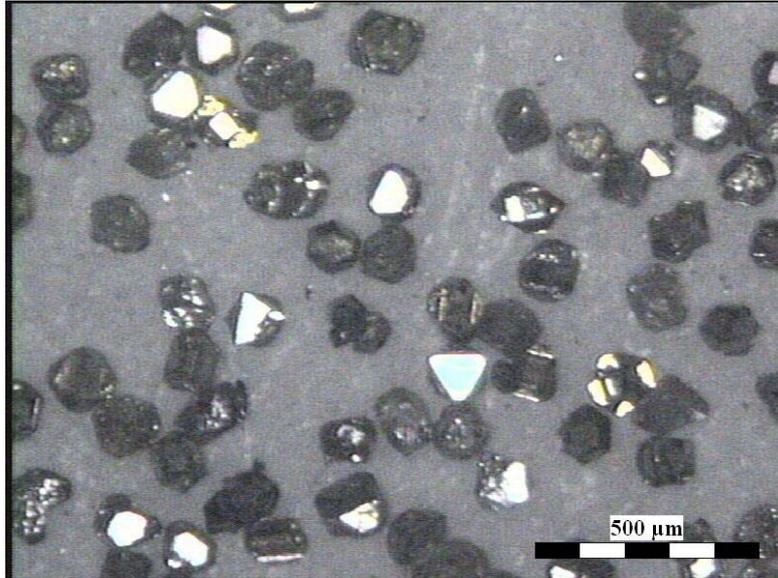


Abb. 4.4: unbeschichtete Diamantpartikel der Qualität Mesh 120-140

Die zweite Sorte von Diamanten trägt ebenfalls die Bezeichnung QM MBD4, jedoch handelt es sich hierbei um die Qualität Mesh 325/400, was einem durchschnittlichen Durchmesser von etwa 50 μm entspricht. Die Herstellungsprozedur ist die gleiche und diese unterscheiden sich nur in der Qualität (Größe) von den vorher beschriebenen, größeren Diamantpartikel, wie dies in Abbildung 4.5 zu erkennen ist.

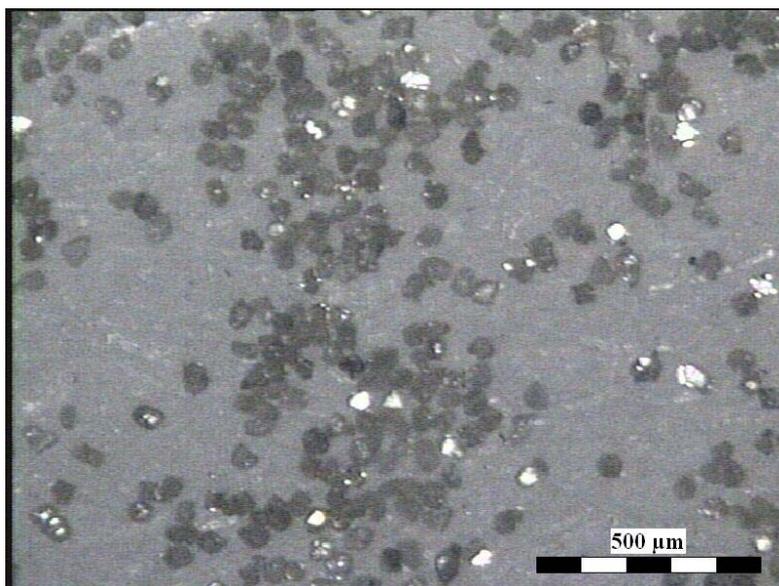


Abb. 4.5: unbeschichtete Diamantpartikel QM MBD4 Mesh 325/400

Die qualitative Feststellung der Homogenität der abgeschiedenen Schichten auf den einzelnen Partikeln und die Homogenität der Schichtdicken auf den Partikeln der Proben erfolgte im Lichtmikroskop durch Vergleich der Farbe, Helligkeit und der Reflexionen. Quantitativ wurde dies mittels eines Scanverfahrens, EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy, Energiedispersive Röntgenspektroskopie) und einer später beschriebenen Kombination aus FIB (Focused Ion Beam) und SEM (Scanning Electron Microscope, Rasterelektronenmikroskop) festgestellt. Beim Scanverfahren werden die Diamantpartikel lose auf einen Diaträger geschüttet und mit einem hochauflösenden Scanner der Type Crystal Scan 7200 des Herstellers Reflecta mit einer Auflösung von 7200 dpi eingescannt. Das entstandene Bild wird mit dem Programm Digital Micrograph geöffnet und die Helligkeitswerte einzelner Diamantpartikel ausgelesen. Dabei wird die Oberflächengeometrie der Diamanten, die aus koplanaren Flächen besteht, ausgenutzt. Der Helligkeitsverlauf entlang einer Linie quer durch die Abbildung (Projektion) eines Partikels weist im Zentrum ein Maximum auf, da hier die Lichtstrahlen nahezu ungebrochen durch das Partikel hindurchtreten (Abbildung 4.6). Diese Werte werden normiert und mittels der Abschwächungskoeffizienten von Diamant und des Schichtmaterials wird die Dicke der abgeschiedenen Schicht bestimmt. Der Mittelwert dieser Werte gibt Aufschluss über die mittlere Abscheiderate. Deren Standardabweichung erlaubt Aussagen über die Homogenität der Schichten auf den einzelnen Partikeln [15].

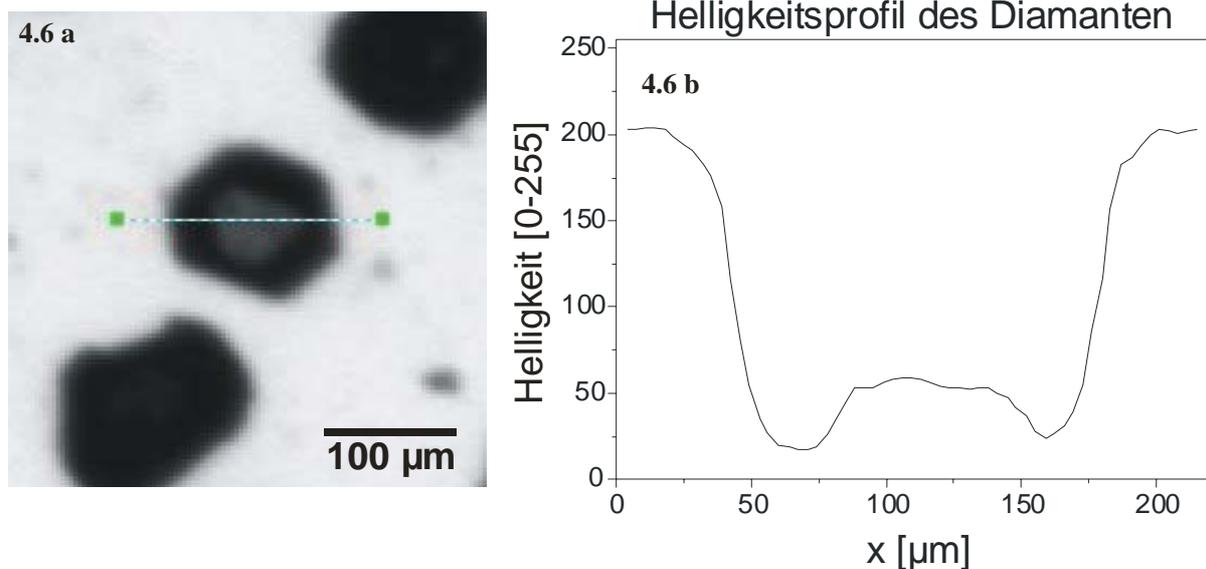


Abb. 4.6: Scan der Diamantpartikel (a),
Helligkeitsprofil des Partikels entlang der grünen Linie (b) [15]

4.1 Variation der Schalengeometrie

Die ersten Beschichtungsversuche mit Panzerglasstrahlperlen wurden mit der in Abbildung 4.7 dargestellten Schalengeometrie durchgeführt. Wie bereits erwähnt wurden in Schale 1 (S1) 6 Einsatzbleche befestigt, von denen abwechselnd jeweils 3 eine Länge von 30mm und jeweils 3 eine Länge von 10 mm aufweisen. Die Abweichung der Bleche von der radialen Richtung beträgt hier 10° in Richtung der Drehbewegung. Mit S2 (Schale 2) wurde jene Schale bezeichnet, in der 3 Einsatzbleche mit einer Länge von 35 mm und einer Abweichung von 20° von der radialen Richtung in Richtung der Drehbewegung montiert wurden. In Schale 3 (S3) wurden 6 Einsatzbleche mit einer Länge von 20 mm montiert. Die Abweichung von der radialen Richtung in Richtung der Drehbewegung beträgt hier 20° .

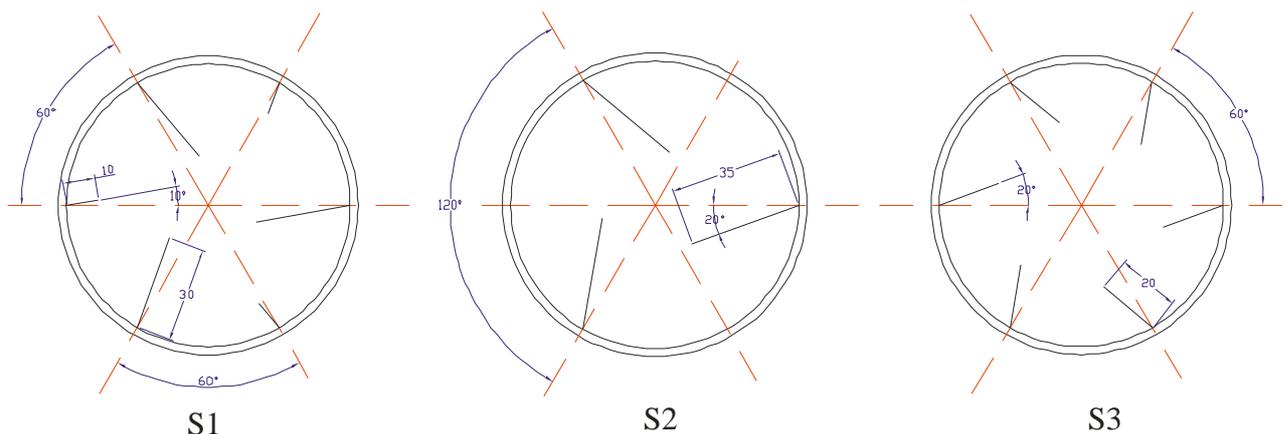


Abb. 4.7: Schalengeometrie und Einsatzblechkonfigurationen

S1: 1. Schale, S2: 2. Schale, S3: 3. Schale

Eine typische Probe der Panzerglasstrahlperlen, die in diesen Schalen mit der beschriebenen Geometrie mit Molybdän beschichtet wurden, ist in Abbildung 4.8 S1-S3 dargestellt. Diese Probe wurde bei einem Schalenanstellwinkel von 30° beschichtet. Die Füllmenge betrug 5 ml Panzerglasstrahlperlen pro Schale und das Grundrad wurde mit 0,095 rps mit dem Hauptmotor angetrieben. Dies führt zu einer Rotationsgeschwindigkeit der Schalen von 0,54rps. Die Beschichtungsdauer betrug bei dieser Probe 30 min.

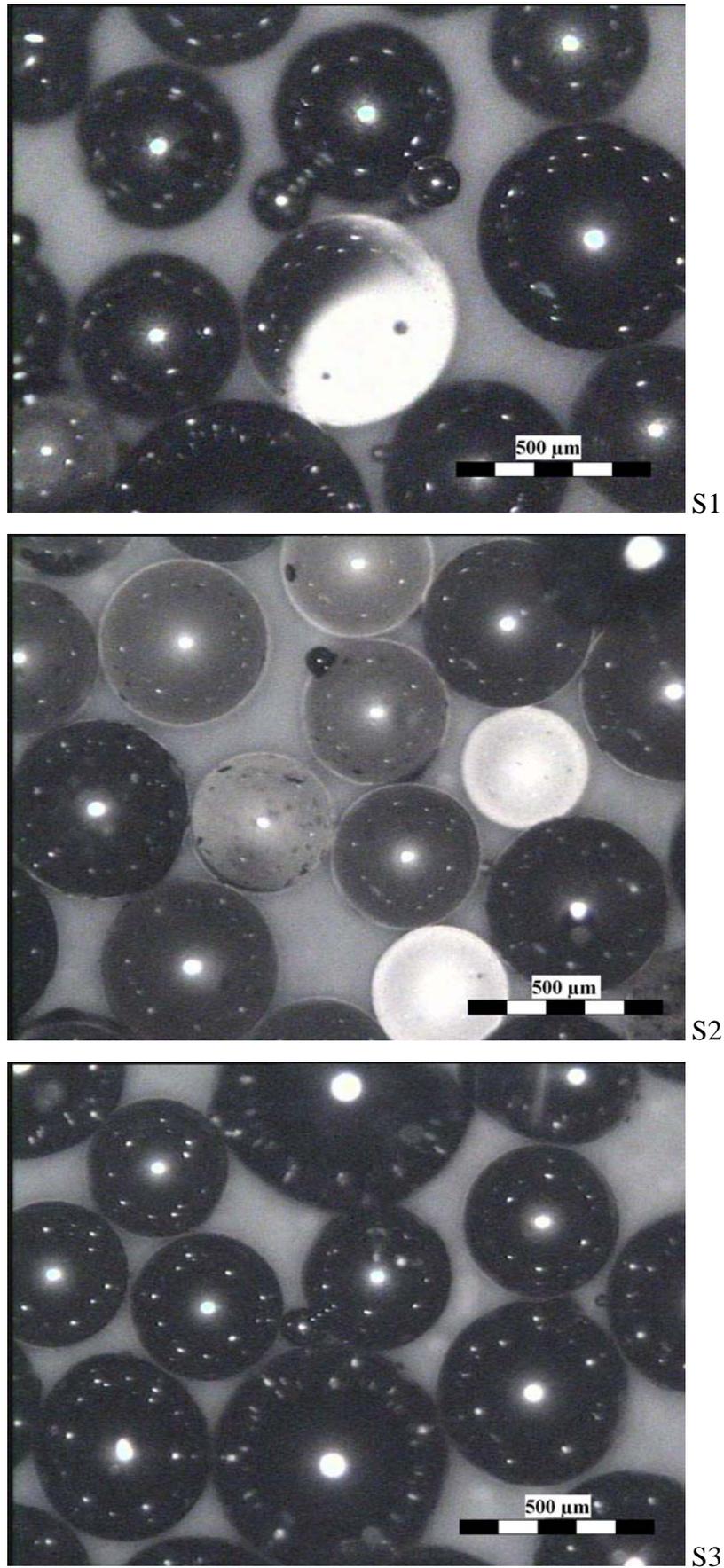


Abb. 4.8: Vergleich der in verschiedenen Schalen beschichteten Panzerglasstrahlperlen

Aus den Experimenten geht eindeutig Schale 3 mit sechs gleich langen Einsatzblechen als die beste Konfiguration für dieses Substratmaterial hervor, wie dies in Abbildung 4.8 deutlich zu erkennen ist. In den Proben aus Schale 3 sind die meisten gleichmäßig beschichteten Partikel zu finden. Proben die in Schale 2 beschichtet wurden, weisen dagegen große Inhomogenitäten, sowohl hinsichtlich der Schichtdicke als auch der Schichtgleichmäßigkeit auf. Die in Schale 1 hergestellten Proben ähneln im Wesentlichen jenen, die in Schale 3 beschichtet wurden, sehr stark. Es treten aber im Falle von Schale 1 etwas mehr inhomogen beschichtete Partikel auf, wie dies in Abbildung 4.8 S1 sehr deutlich zu erkennen ist.

Man darf aufgrund dieser relativ eindeutigen Ergebnisse aber nicht dem Trugschluss erliegen, in Schale S3 wären alle Partikel jeder Probe beschichtet. Aufgrund der Tatsache dass es sich beim Durchmischen von granularem Material um einen statistischen Prozess handelt [16][17], kommen durch die Durchmischung immer andere Partikel an der Oberfläche der Granulatansammlung zu liegen und werden hier beschichtet.

Durch die endliche Beschichtungsdauer gelangen aber manche Partikel nicht an die Oberfläche und werden somit nicht beschichtet. In nahezu jeder Probe jeder Schale wurden daher einzelne oder mehrere unbeschichtete Partikel gefunden.

Für die Experimente mit Kohlenstofffasern wurden die Einsatzblechkonfigurationen nicht geändert, jedoch wurden andere Änderungen in den Schalen vorgenommen. Da es bei diesen Fasern zu starken Agglomerationserscheinungen kam und es deshalb unmöglich war, gleichmäßige Schichten darauf abzuscheiden, wurden zahlreiche Versuche unternommen um diese Agglomerationen zu lösen. Vorerst wurden die Fasern vor der Beschichtung mit einem feinen Pinsel durch ein Drahtgitter mit der Maschenweite von in etwa 500 µm gedrückt, um sie voneinander zu lösen, wie dies in Abbildung 4.9 dargestellt ist. Nach einer kurzen Beschichtungsdauer, in der eindeutig Aktivität in den Schalen zu erkennen war, bildeten sich allerdings wieder Klumpen und die Fasern hafteten am Schalenboden und an den Einsatzblechen.

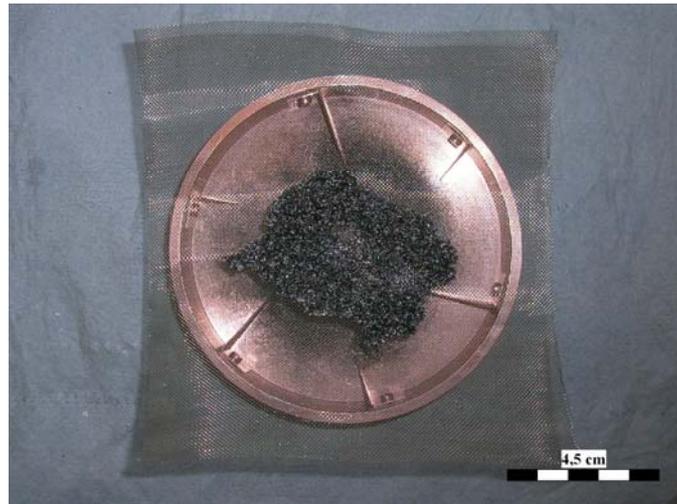


Abb. 4.9: Schale mit Drahtgitter zur Lösung vorhandener Agglomerationen bei den Kohlenstofffasern

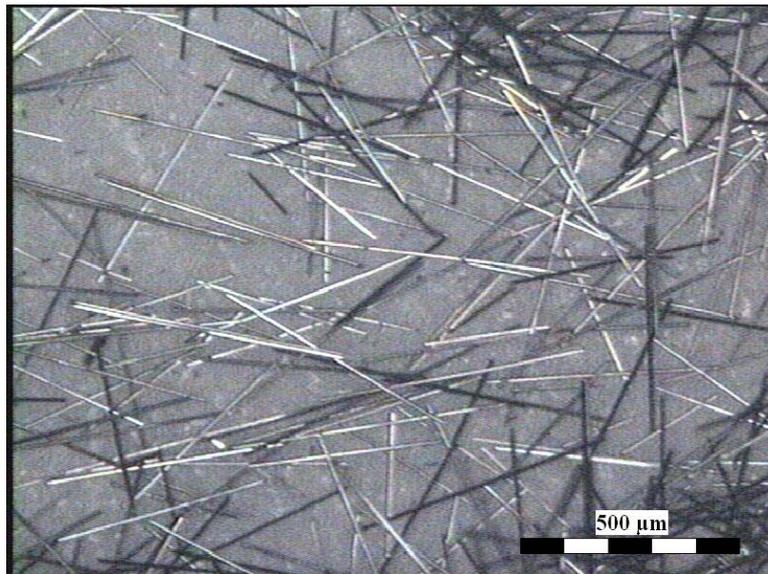
In weiterer Folge wurde der Schalenboden mit Teflonfolie ausgekleidet, um ein Abrutschen der Fasern in der Schale zu begünstigen. Nachdem auch dieser Versuch keine merkliche Verbesserung der Situation brachte wurden noch zusätzlich einige Kugellagerkugeln in die Schale beigegeben. Diese bewirkten, sofern sie nicht aus der Schale herausfielen, aber das genaue Gegenteil der beabsichtigten Durchmischung der Fasern. Sie drückten nämlich die Kohlenstofffasern in die Ecken, die die Einsatzbleche mit der Schalenwandung bilden. In Folge dessen wurden aus einer Schale sämtliche Einsatzbleche entfernt um das Zusammendrücken der Fasern durch die Kugeln zu verhindern. Diese Schale ist in Abbildung 4.10 dargestellt. Auf diesem Foto ist auch der mit Teflonfolie ausgekleidete Schalenboden gut zu erkennen.



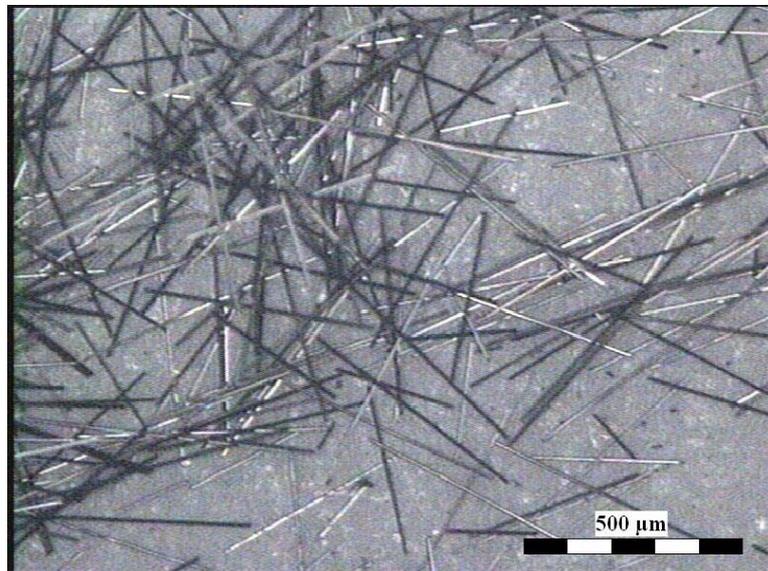
*Abb. 4.10: Schale 2 ohne Einsatzbleche, Boden mit Teflonfolie ausgekleidet,
Beigabe von Kugellagerkugeln*

Abbildung 4.11 S1-S3 zeigt eine typische Probe der mit Molybdän beschichteten Kohlenstofffasern. Diese wurden 30 min. bei einem Schalenanstellwinkel von 40° beschichtet und das Grundrad wurde durch den Hauptmotor angetrieben. Aus der Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades von 0,055 rps ergibt sich die Rotationsgeschwindigkeit der Schalen zu 0,29 rps. Bei dieser Probe wurden aus Schale 1 (S1) sämtliche Einsatzbleche entfernt und 3 Kugellagerkugeln beigegeben. In Schale 2 wurden ebenfalls die Einsatzbleche entfernt, zwei Kugellagerkugeln beigegeben und der Schalenboden mit Teflonfolie ausgekleidet. In Schale 3 wurden die Einsatzbleche belassen und zwei Kugellagerkugeln beigegeben, welche allerdings nach kurzer Zeit herausgefallen sind.

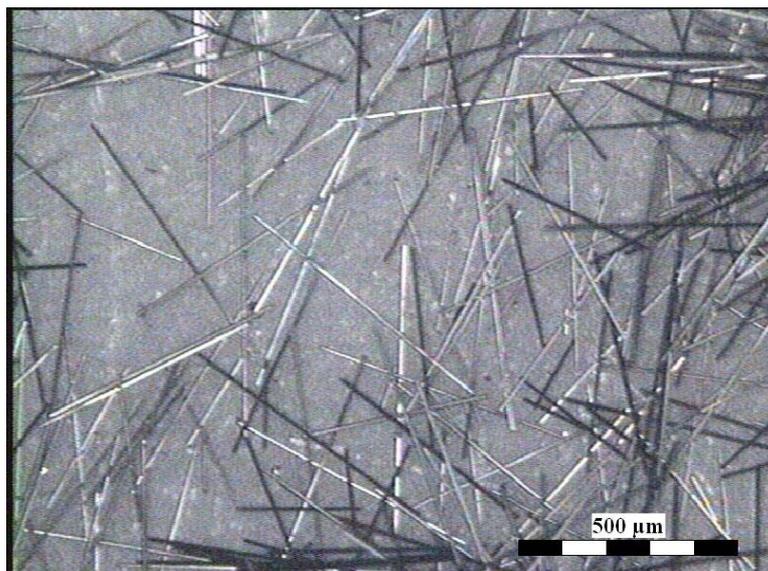
Wie aus Abbildung 4.11 hervorgeht, ist es im Lichtmikroskop sehr schwierig Unterschiede zwischen den einzelnen Schalen zu erkennen. Auch der Unterschied zu den unbeschichteten Fasern ist kaum zu erkennen (vergleiche dazu Abb. 4.3). Aus der geringen Aktivität in den Schalen wird deshalb davon ausgegangen, dass hier jeweils nur die oberste Zone der Faseransammlung in der Schale beschichtet wurde und alle anderen nicht bzw. nur teilweise beschichtet wurden.



S1



S2



S3

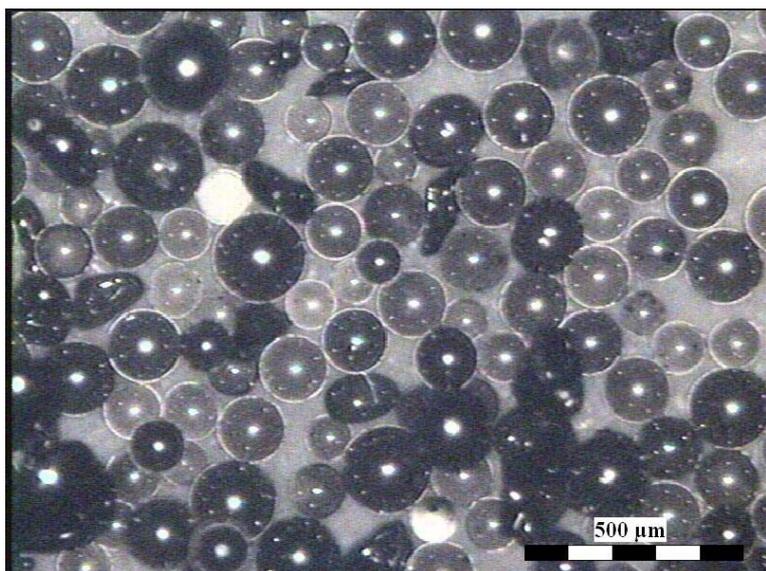
Abb. 4.11: mit Molybdän in den verschiedenen Schalen beschichtete Kohlenstofffasern

Wie bereits erwähnt bewirkten die Kugellagerkugeln das genaue Gegenteil der beabsichtigten Durchmischung. Auch das Lösen der Agglomerationen durch das Drahtgitter und das Auskleiden des Schalenbodens mit Teflonfolie brachten nur zu Beginn der Beschichtung eine kurzfristige Verbesserung der Aktivität in den Schalen. Nach kurzer Zeit agglomerierten die Fasern wieder stark und hafteten am Schalenboden und an den Einsatzblechen. Dies kann relativ gut durch ein Sichtfenster in der Vakuumkammer beobachtet werden.

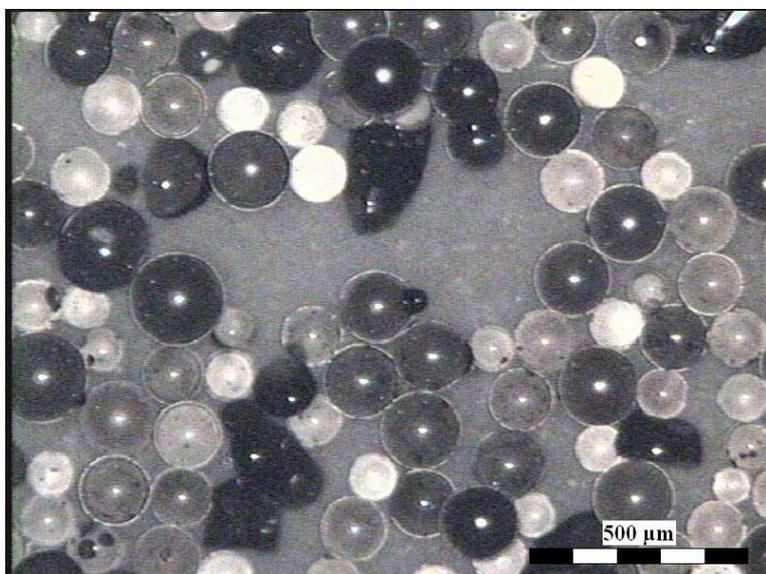
Die eingangs beschriebenen Glaspolierkugeln wurden nur zur Verdeutlichung der Unterschiede zwischen den einzelnen Schalen mit Mo beschichtet. Die Beschichtungsdauer betrug in diesem Fall 30 min. und die Füllmenge pro Schale 1,25 ml. Das Grundrad wurde mit dem Hauptmotor mit 0,055 rps und somit die Schalen mit 0,29 rps angetrieben und der Schalenanstellwinkel betrug 35°.

In Abbildung 4.12 sind die Unterschiede zwischen den Proben, die in den einzelnen Schalen beschichtet wurden, dargestellt. Diese Proben zeigen eindeutig die Bestätigung der Experimente mit Panzerglasstrahlperlen als Substratmaterial. Die in Schale 3 beschichteten Glaspolierkugeln weisen die größte Homogenität bezüglich Schichtgleichmäßigkeit und Schichtdicke auf, wogegen bei in Schale 2 beschichteten Kugeln die größten Inhomogenitäten bezüglich dieser Kriterien zu erkennen sind. Die auf der Probe aus Schale 1 abgeschiedenen Schichten lassen ebenfalls noch Ungleichmäßigkeiten erkennen, allerdings deutlich weniger als jene aus Schale 2.

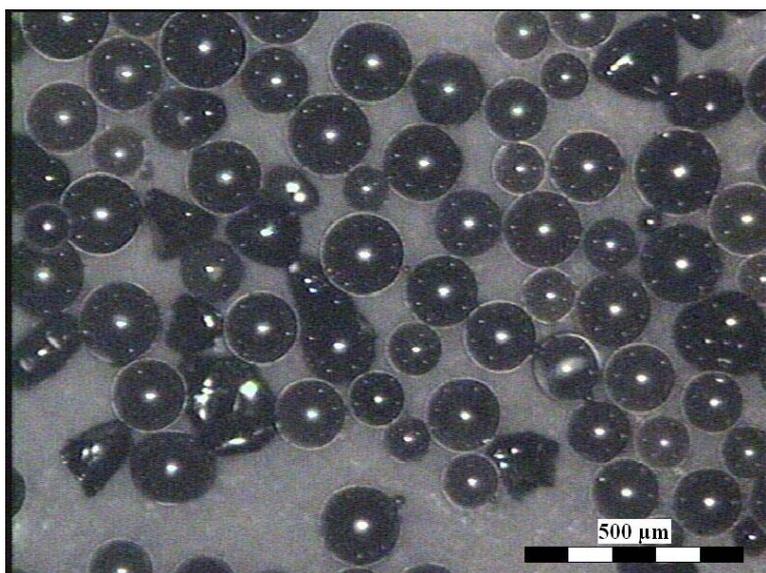
Der Grund hierfür ist in der Haftung der Partikel auf dem Schalenboden und in den Ecken, die die Einsatzbleche mit der Schalenwandung bilden, zu suchen. Die Kugeln bleiben vorzugsweise in diesen Ecken haften und lösen sich während des Beschichtungsvorganges kaum, vielmehr agglomerieren mit fortschreitender Beschichtungsdauer immer mehr Partikel in den Ecken.



S1



S2



S3

Abb. 4.12: in unterschiedlichen Schalen mit Mo beschichtete Glaspolierkugeln

Mit den gleichen Schalengeometrien wurden die Diamantpartikel beider Qualitäten beschichtet. Die ersten Experimente mit Diamanten der Qualität Mesh 120/140 zeigten eindeutig extrem schlechtes Mischverhalten in den Schalen. Kurz nach Beginn des Beschichtungsprozesses begannen die Partikel vor allem in Schale 2 stark zu agglomerieren. Dies geschah vornehmlich an den Schalenwänden und im Bereich der Einsatzbleche. Mit fortschreitender Beschichtungsdauer hafteten die Diamanten auch am Schalenboden. Deshalb wurden in weiterer Folge die drei Einsatzbleche der Schale 2 jeweils um 5 mm auf 30 mm gekürzt und in Schale 1 und 2 der Schalenboden und die Schalenwandung poliert. In Schale 3, in der bei sämtlichen Experimenten die meiste Aktivität herrschte wurde der Schalenboden glasgestrahlt, um den Einfluss der Rauigkeit des Schalenbodens zu untersuchen.

Die weiteren Experimente zeigten eine Verringerung der Aktivität in Schale 3 und leichte Verbesserungen in Schale 1 und 2. Die Agglomerationen zwischen Schalenwand und Schalenboden sowie an den Einsatzblechen blieben vorhanden. In Schale 3 konnte zusätzlich von Beginn des Beschichtungsprozesses an starke Haftung des Granulates am Boden beobachtet werden. Der gesamte Schalenbodenbereich war mit Diamantpartikeln bedeckt und lediglich die obersten Schichten rutschten leicht ab.

Aufgrund der Ergebnisse dieser Experimente wurden die Schalengeometrien, wie in Abbildung 4.13 dargestellt, geändert. In Schale 1 und 2 wurden die drei langen Einsatzbleche um 5 mm auf 25 mm gekürzt, um diese näher an die Konfiguration der Schale 3 anzunähern, in der die Einsatzblechkonfiguration unverändert blieb. Der Grund hierfür ist die Tatsache, dass diese Schale bei den vorangegangenen Experimenten mit Panzerglasstrahlperlen und Glaspolierkugeln die, sowohl hinsichtlich der Schichtgleichmäßigkeit als auch hinsichtlich der Schichtdicke, homogenst beschichteten Proben lieferte. Weiters wurden der Schalenboden und die Schalenwand in Schale 3 poliert, da durch die raue Oberfläche das Rieseln der Partikel behindert wurde.

Durch diese Änderungen konnte eine sichtbare Besserung im Mischverhalten der Diamantpartikel erzielt werden, vor allem in Schale 3, die durch das Aufräumen der Oberfläche die schlechtesten Ergebnisse geliefert hatte. Die Agglomerationen in den Ecken, die die Einsatzbleche mit der Schalenwand und dem Schalenboden bilden, konnten durch diese Änderung jedoch nicht beseitigt werden.

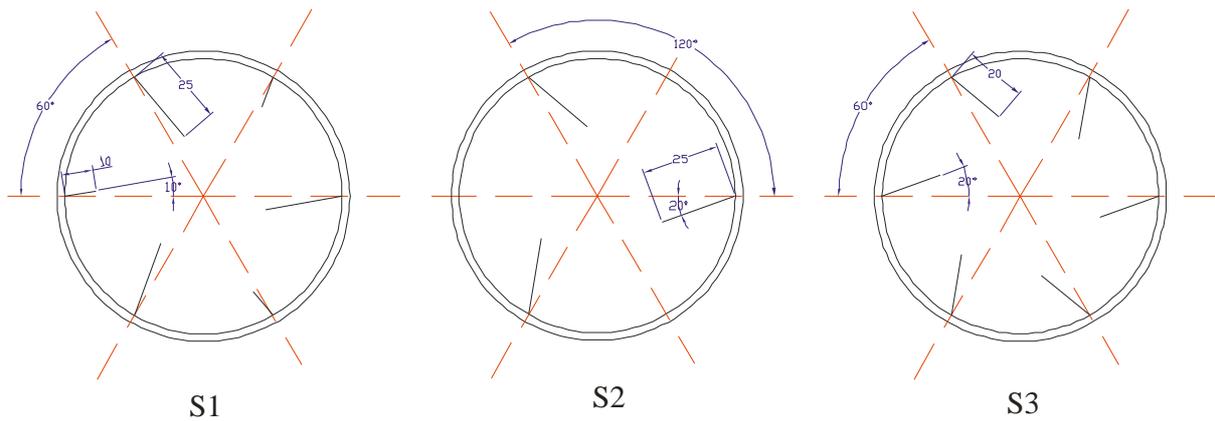


Abb. 4.13: geänderte Schalengeometrien

S1: 1. Schale, S2: 2. Schale, S3: 3. Schale

Um dem Granulat weniger Raum zu bieten um sich festzusetzen wurde die Einsatzblechkonfiguration erneut gemäß Abbildung 4.14 geändert. Die Abweichwinkel der Einsatzbleche von der radialen Richtung in allen drei Schalen wurden mit 10° festgesetzt. Die folgenden Experimente zeigten, dass die Agglomerationen im Bereich der Einsatzbleche durch diese Änderung zwar geringer wurden, aber nicht verschwanden. Offensichtlich ist es nicht möglich mit dieser Art von Durchmischungsmechanismus Agglomerationen völlig zu verhindern.

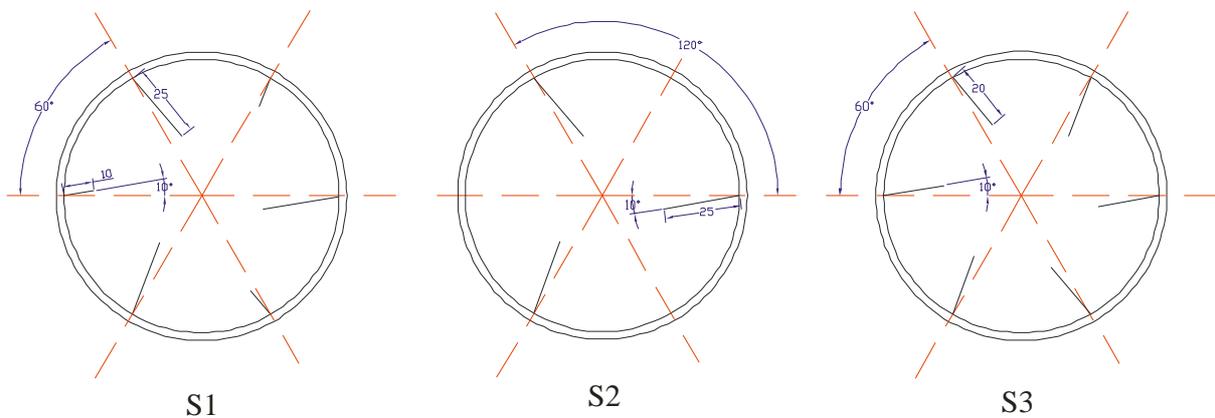


Abb. 4.14: erneute Änderung der Schalengeometrien

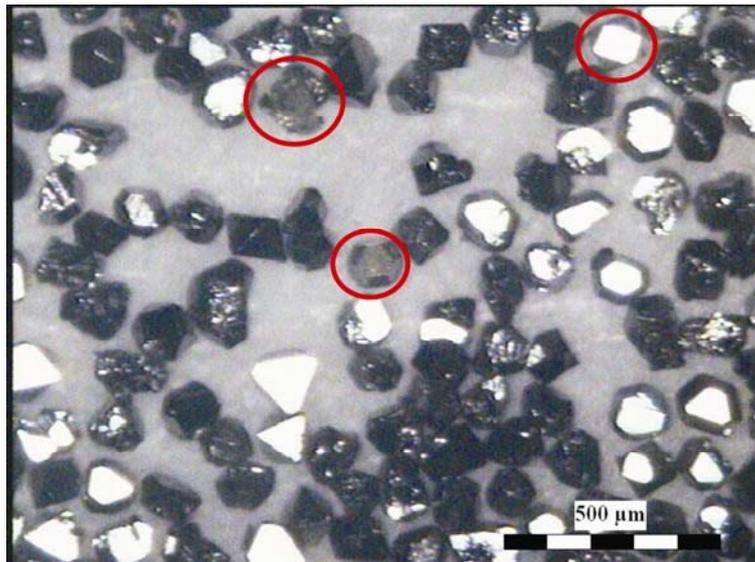
S1: 1. Schale, S2: 2. Schale, S3: 3. Schale

Abbildung 4.15 zeigt mit Molybdän beschichtete Diamanten der Qualität Mesh 120/140 zum Vergleich der drei Schalen. Die Beschichtungsdauer betrug bei dieser Probe 30 min. und der Schalenanstellwinkel 35° . Das Grundrad wurde mit dem Hauptmotor mit einer Frequenz von 0,055 rps angetrieben, was zu einer Schalengeschwindigkeit von 0,29 rps führt. Alle drei Schalen wurden mit der gleichen Menge Granulat befüllt, die in diesem Fall 1,25 ml betrug.

Wie die Abbildung unschwer erkennen lässt, ist es im Falle der Diamantpartikel wesentlich schwieriger die Gleichmäßigkeit der Schichten zu erkennen. Da dies im Mikroskop besser sichtbar ist als auf den Fotos, wurden eindeutig unbeschichtete Partikel in den Abbildungen mit roten Kreisen bzw. Ellipsen markiert. Es setzt sich bei den Diamantpartikeln der Trend von den Panzerglasstrahlperlen und den Glaspoliertkugeln fort. Partikel, die in Schale 3 beschichtet wurden, weisen die höchste Homogenität bezüglich Schichtgleichmäßigkeit und Schichtdicke auf. Proben aus Schale 1 ähneln diesen sehr stark und jene aus Schale 2 weichen am meisten von diesen ab, sprich sind am ungleichmäßigsten beschichtet. Dies deckt sich auch mit den Beobachtungen, die während der Beschichtungsprozesse gemacht wurden. In den meisten Fällen war die Aktivität in Schale 3 am größten und die meisten Agglomerationserscheinungen konnten in Schale 2 beobachtet werden.

Die Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400 zeigten ein ähnliches Verhalten wie jene der Qualität Mesh 120/140, jedoch waren hier noch mehr Agglomerationserscheinungen zu beobachten. Von Beginn der Beschichtungsprozesse an hafteten die Partikel sehr stark im Bereich der Einsatzbleche, der Schalenwand und am Boden. Entsprechend ungleichmäßig fielen auch die Beschichtungsergebnisse aus.

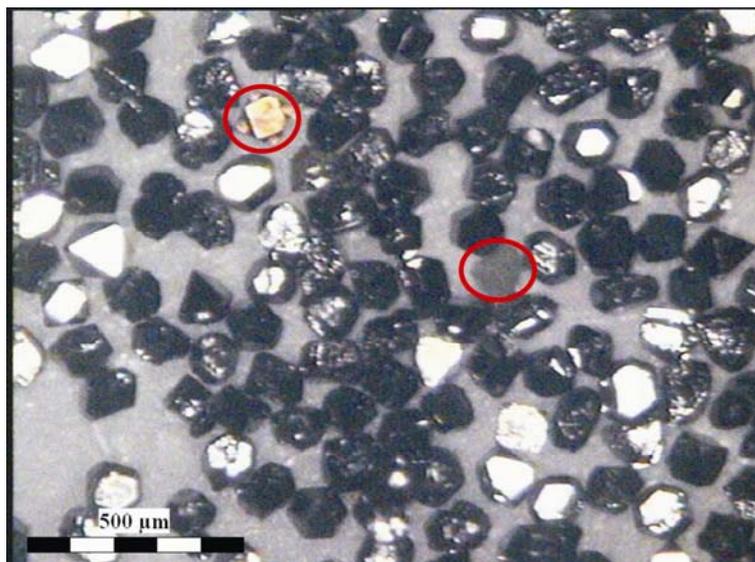
Eine Probe dieser Qualität ist in Abbildung 4.16 dargestellt, wo unschwer zu erkennen ist, dass die Identifizierung der un- bzw. inhomogen beschichteten Partikel sehr schwierig ist. Da dies im Mikroskop besser zu erkennen ist, sind eindeutig unbeschichtete Partikel wieder rot markiert. Diese Probe wurde 60 min mit Mo bei einem Schalenanstellwinkel von 45° beschichtet. Die Füllmenge pro Schale betrug 2,5 ml und das Grundrad wurde mit dem Hauptmotor angetrieben. Die Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades betrug 0,095 rps, was zu einer Frequenz der Schalen von 0,54 rps führt.



S1



S2



S3

Abb. 4.15: Diamantpartikel Qualität Mesh 120/140, unbeschichtete Partikel mit roten Kreisen/Ellipsen markiert

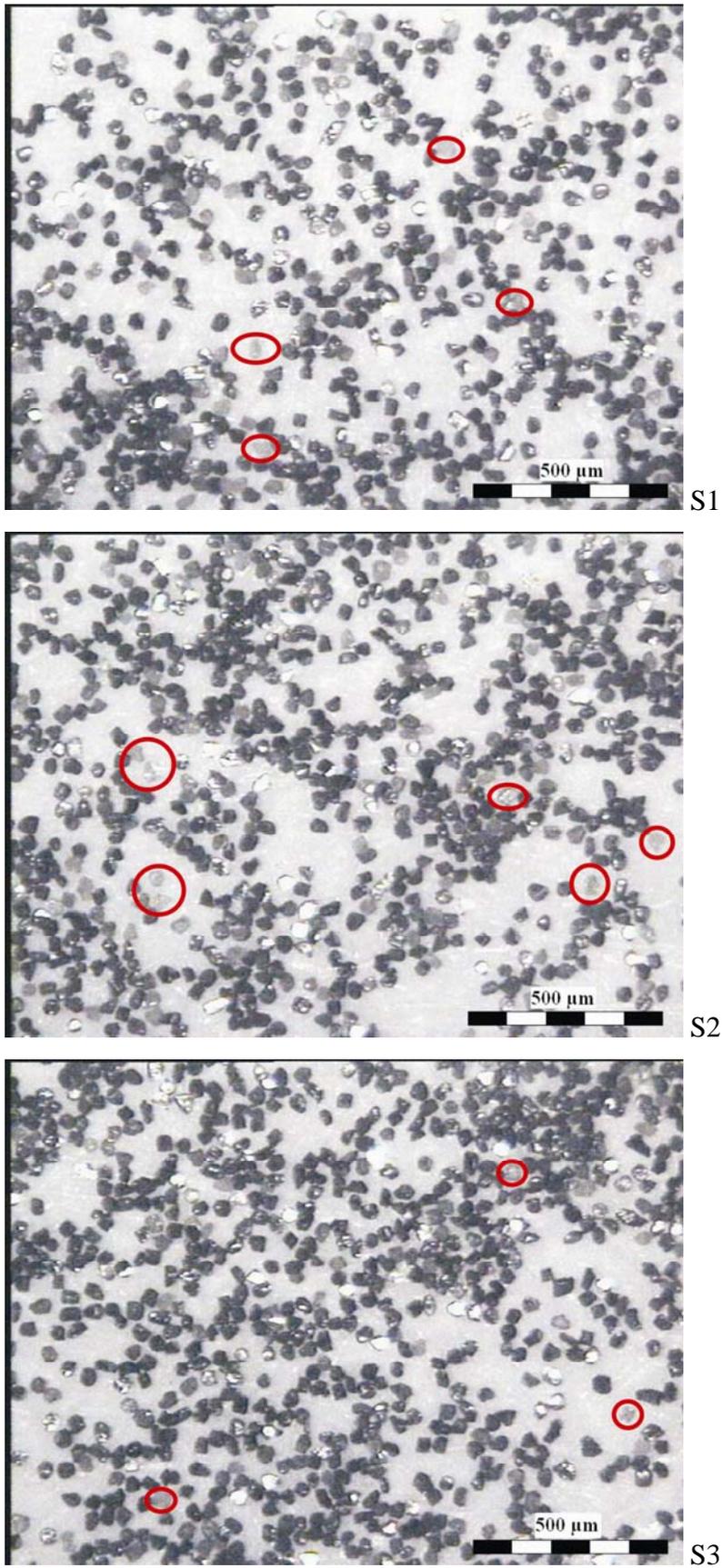


Abb. 4.16: Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400, unbeschichtete Partikel sind mit roten Kreisen/Ellipsen markiert

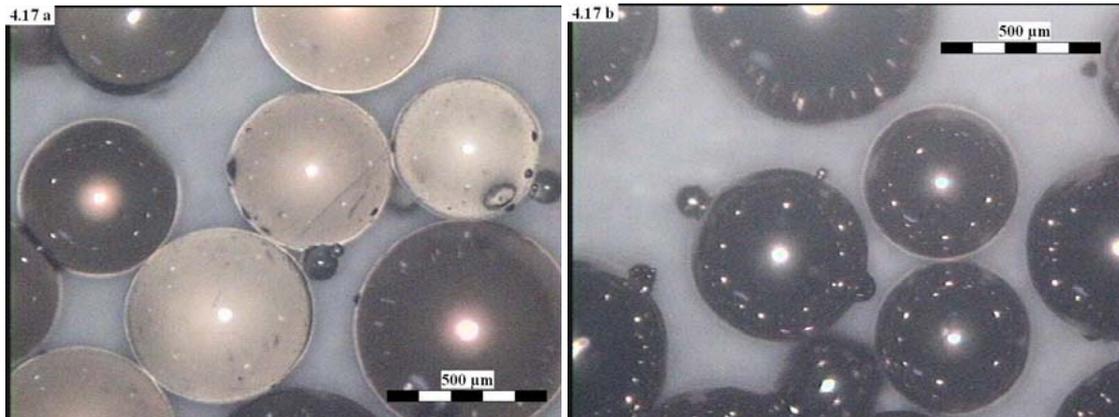
Die Erscheinungsbilder der Proben aus den einzelnen Schalen ähneln sich mit immer kleineren Partikeldurchmessern der Granulate zusehends. Der Grund hierfür liegt in den Agglomerationen, die in allen Schalen aufgetreten sind. Es sind auch mehr inhomogen bzw. unbeschichtete Partikel, als bei größeren Korndurchmessern zu finden. Offensichtlich wird der exakte Durchmischungsmechanismus mit kleiner werdenden Partikeldurchmessern immer irrelevanter. Wichtig ist hier nur noch, dass überhaupt eine, wenn auch nur geringe, Durchmischung stattfindet.

Nichtsdestotrotz ist Schale 3 aus den Experimenten als jene hervorgegangen, in der die Homogenität der Schichten am größten war. In Schale 2 war diese am geringsten, wobei in dieser Schale auch die meisten Agglomerations- und Haftungserscheinungen beobachtet wurden.

4.2 Variation der Beschichtungsdauer

Für die ersten Beschichtungsversuche wurde eine Schale (S1) direkt unter dem Target positioniert und mit dem Zentralmotor angetrieben. Kupfer wurde als abgeschiedenes Schichtmaterial verwendet, um auch dünne und ungleichmäßige Schichten unter dem Lichtmikroskop erkennen zu können und der Schalenanstellwinkel betrug 30° . Die Drehgeschwindigkeit ω der Schale wurde bei lediglich 0,17 rps konstant gehalten um das Hinausfallen der Partikel aus der Schale zu verhindern.

Die Beschichtungsdauer von 4 min und 20 sec stellte sich als zu gering heraus, um eine homogene Schicht auf nahezu allen Partikeln der Probe abzuschneiden, wie dies in Abbildung 4.17a illustriert ist. Für die im Falle der Abbildung 4.17b dargestellte Probe betrug die Beschichtungsdauer 17 min. In 4.17a ist deutlich zu erkennen, dass viele Perlen im Unterschied zu 4.17b ungleichmäßig beschichtet sind und unterschiedliche Schichtdicken aufweisen. Natürlich ist die Schichtdicke auf den gleichmäßig beschichteten Perlen jener Probe, die in Abbildung 4.17a dargestellt ist, wesentlich geringer, als bei der in Abbildung 4.17b dargestellten Probe.



*Abb. 4.17: mit Cu beschichtete Panzerglasstrahlperlen;
Beschichtungsdauer 4 min 20 sec (a), Beschichtungsdauer 17min (b)*

Zusätzlich wurde bei den ersten Versuchen ein Glasobjektträger auf einem Standard-Substrathalter mit stabförmiger Geometrie in die Vakuumkammer eingeschleust und mitbeschichtet, um die Beschichtungsrate bestimmen zu können. Durch Drehen des Deckelflansches konnte die Targetposition so gewählt werden, dass sich, bei Positionierung einer Schale direkt unter dem Target, der Zwischenraum zwischen zwei Schalen beim Einschleuskanal für Plansubstrathalter befindet. Der Plansubstrathalter wurde wie in Abbildung 4.18 dargestellt direkt neben der Schale eingeschleust. Der Plansubstrathalter ist in der Abbildung rot dargestellt und deshalb leicht transparent, weil er sich in der Zeichenebene hinter der Schale befindet. Da die Schale direkt unter dem Target platziert ist, befindet sich der Plansubstrathalter nicht direkt im Teilchenstrom und auch leicht im geometrischen Schatten der Schale.

Nach dem Ausschleusen wurde die Schichtdicke auf diesem Glassubstrat mittels eines Profilometers der Type Surtronic 3+ des Herstellers Taylor Hobson bestimmt und so die Beschichtungsrate zu rund 0,7 nm/s berechnet. Aufgrund dieser Rate kann natürlich keine Aussage über die tatsächliche Schichtdicke auf den einzelnen Partikeln des Granulates getroffen werden, weshalb sie auch als plansubstrat-äquivalente Rate (PSE) bezeichnet wird.

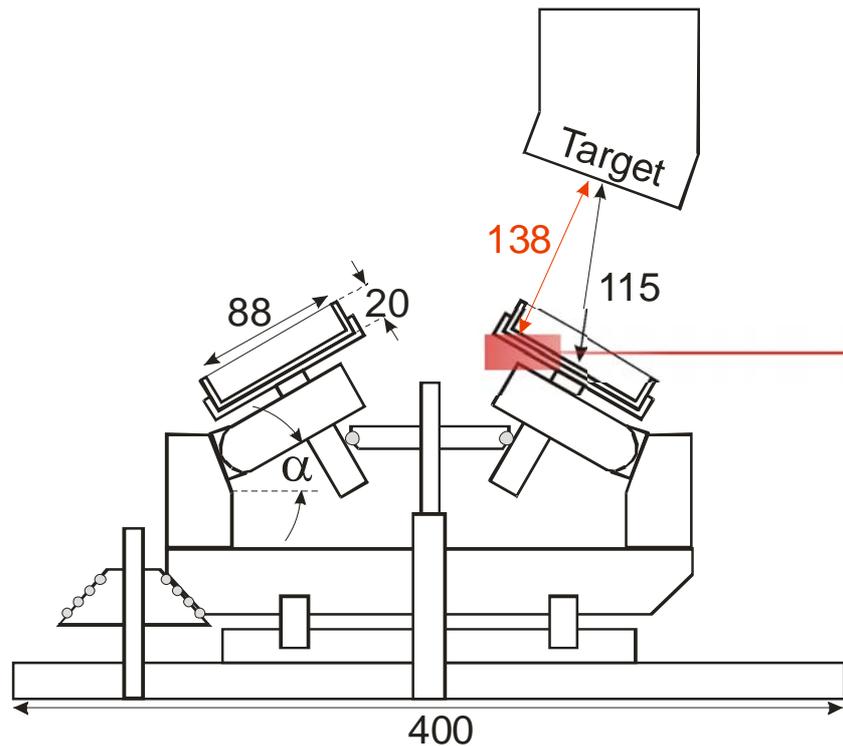


Abb. 4.18: Position des Plansubstrathalters (rot) in der Vakuumkammer,
Bemaßung in mm

Da auch in jener Probe, die 17 min. lang beschichtet wurde, inhomogen und unbeschichtete Partikel gefunden wurden und bei den weiteren Versuchen das Grundrad durch den Hauptmotor angetrieben wurde, was die Verweildauer der einzelnen Schalen direkt unter dem Target erheblich verkürzt, wurde die Beschichtungsdauer weiter erhöht.

Abbildung 4.19 zeigt den Vergleich zweier Proben, die unterschiedlich lang beschichtet wurden. Beide Proben wurden bei einem Schalenanstellwinkel von 25° in Schale 3 mit Mo beschichtet. Die Füllmenge pro Schale betrug 5 ml und die Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades 0,055 rps, was zu einer Umlauffrequenz der Schalen von 0,29 rps führt. Die in Abbildung 4.19a dargestellte Probe wurde 30 min und jene aus Abbildung 4.19b 60 min beschichtet. Es zeigte sich, dass bei dieser Antriebsart 30 min nicht ausreichen um eine homogene Schicht auf nahezu allen Partikeln abzuschneiden. Bei einer Beschichtungsdauer von 60 min erhöht sich die Homogenität der Schichten erheblich, wie dies in Abbildung 4.19 zu erkennen ist. Eine hohe Beschichtungsdauer bedeutet aber keineswegs eine Garantie für eine homogene Schicht auf wirklich allen Partikeln einer Probe, was die statistische Natur dieses Prozesses eindeutig unterstreicht.

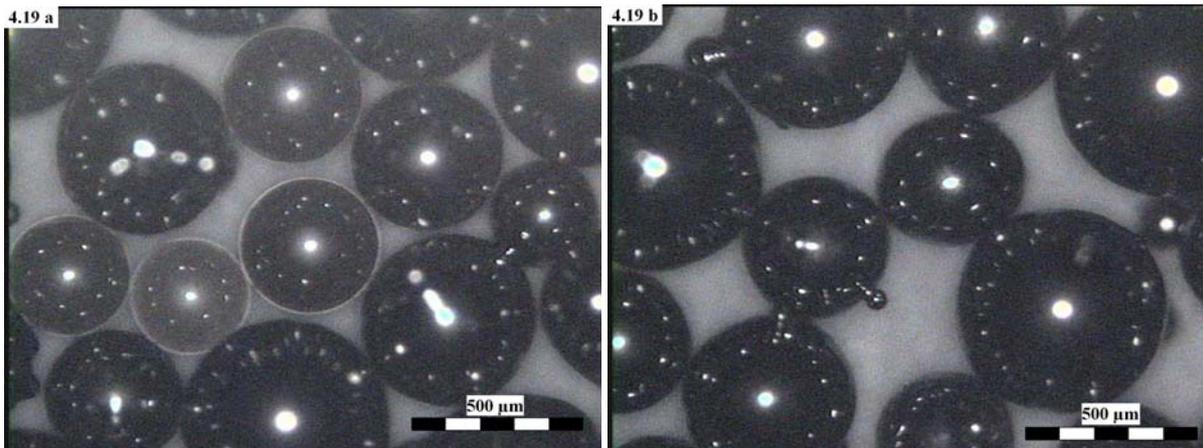


Abb. 4.19: Vergleich der Beschichtungsdauer von 30 min (a) und 60 min (b)

Die Beschichtung der Short Pitch Type Carbon fibres stellte eine wesentlich größere Herausforderung dar. Das Hauptproblem besteht hierbei in der starken Agglomeration der Fasern, die bereits vor den Experimenten bestand („Lieferzustand“). Bei den ersten Experimenten wurde deshalb der Schalenanstellwinkel bei 50° konstant gehalten, da schon bei den Panzerglasstrahlperlen Agglomerations- und Haftungserscheinungen am Schalenboden bei lediglich 30° Schalenanstellwinkel aufgetreten sind. Es wurde wieder nur eine Schale direkt unter dem Target positioniert und mit dem Zentralmotor mit 0,49 rps angetrieben.

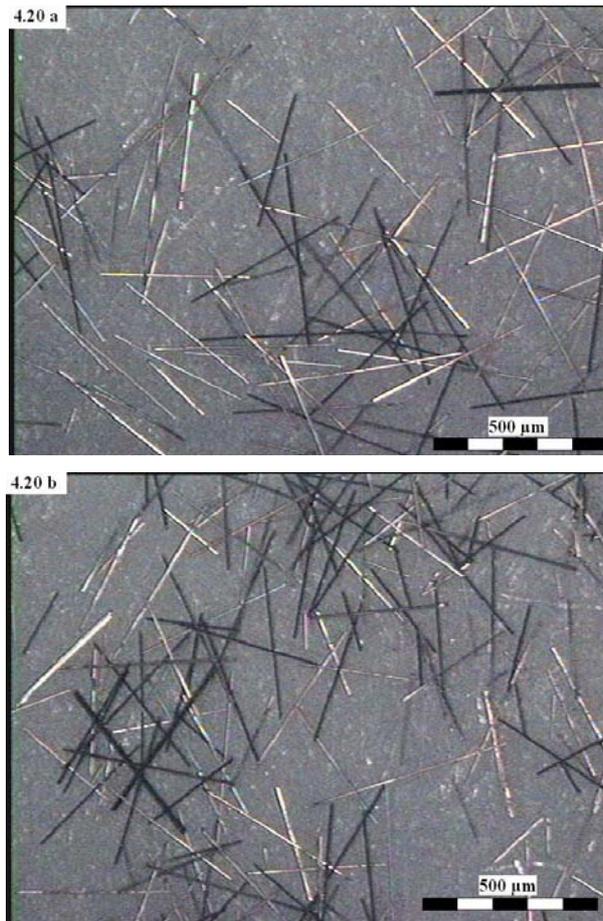
Die Beschichtungsdauer lag hier zwischen 10 und 15 Minuten. Um die Agglomerationen etwas zu lösen, wurde versucht die Beschichtung in verschiedenen Sequenzen durchzuführen. Die erste versuchte Sequenz mit einer Beschichtungsdauer von 14 mal 1 min. und einer Pause von jeweils 30 sec. zwischen den Abscheidephasen brachte weder eine wesentliche Erhöhung der Aktivität in der Schale, noch eine Lösung der Agglomerationen. Deshalb wurden weitere Sequenzen mit 5 mal 2 min. und einer Pause von je 1 Minute, 10 mal 1 min. mit je 1 min. Pause und 4 mal 3 min. mit je 1 min. Pause getestet. Diese sequenziellen Beschichtungsversuche wurden durchgeführt, um zu testen, ob die elektrostatische Aufladung der Schalen in Zusammenhang mit dem Agglomerationsverhalten der Kohlenstofffasern steht. Die Erdung der Schalen und somit das Abfließen eventuell auftretender Ladungen sollte eigentlich über die Kugellager gewährleistet sein. Allerdings war zu diesem Zeitpunkt noch nicht klar, ob der Schmierfilm des Vakuumpfettes, mit dem die

Kugellager geschmiert wurden, den Kontakt unterbrechen und somit das Abfließen von Ladungen verhindert oder nicht. Um dies herauszufinden, wurde in den Pausen der Sequenzen die Spannungsversorgung der Targets völlig ausgeschaltet und nach dem Ende der Pause erneut hochgefahren, anschließend wurde die Zeitnehmung für die Beschichtungsphase gestartet. Der Shutter war während der gesamten Zeit offen. Das Hochfahren der Spannungsversorgung und das Hochrampen auf die Leistung von 200 W dauert durchschnittlich 16 s.

In Abbildung 4.20 ist der Vergleich zweier Beschichtungssequenzen dargestellt. Beide Proben wurden, wie bereits erwähnt bei einem Schalenstellwinkel von 50° in Schale 1 mit Cu beschichtet. Die Schale wurde direkt unter dem Target positioniert und mit dem Zentralmotor mit einer Frequenz von 0,48 rps angetrieben. Die Probe in Abbildung 4.20a wurde 14 mal 1 min mit jeweils einer halben Minute Pause zwischen den Abscheideprozessen beschichtet. Die Probe aus Abbildung 4.20b wurde mit der Sequenz 5 mal 2 min mit jeweils einer Minute Pause hergestellt, wobei in den Pausen die Spannungsversorgung völlig deaktiviert wurde.

Wie aus Abbildung 4. 20 unschwer zu erkennen ist, ähneln die beiden Proben einander sehr stark und es konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Sequenzen festgestellt werden. Weiters ist kaum ein Unterschied zu den unbeschichteten Kohlenstofffasern festzustellen, was eine Beurteilung der Schichtdicke und –gleichmäßigkeit unmöglich macht.

Da diese sequenziellen Beschichtungsverfahren keine Verbesserung der Aktivität in der Schale bzw. des Agglomerationsverhaltens der Kohlenstofffasern brachte, spielt die elektrostatische Aufladung der Schalen offensichtlich keine bzw. nur eine untergeordnete Rolle.



*Abb. 4.20: Vergleich zweier Beschichtungssequenzen,
14 mal 1 min (a), 5 mal 2 min (b)*

In weiterer Folge wurde das Kupfertarget gegen ein Molybdäntarget getauscht, da Molybdän bereits mehrfach als Haftvermittlerschicht zwischen Kupfer und Kohlenstoff eingesetzt wurde [13][14]. Das Aufbringen von Schichten, die den TCR des Interfaces Kupfer-Kohlenstoff verringern und die thermische Leitfähigkeit steigern, ist der eigentliche Zweck dieser Anlage. Zusätzlich wurde das Molybdäntarget auf einem schrägen Targethalter befestigt, der 20° gegen die Vertikale geneigt ist, um die Abscheiderate zu erhöhen. Dieser Sachverhalt ist bereits in Kapitel 3, Abbildung 3.15 bzw. in Kapitel 4, Abb. 4.18 dargestellt. Die Neigung des Targets ist deshalb sinnvoll, da auch die Schalen gegen die Vertikale verkippt werden.

Bei den weiteren Experimenten wurde wieder ein Glassubstrat auf einem Standard-Plansubstrathalter mitbeschichtet, um die plansubstrat-äquivalente Rate des Mo-Targets auf

dem verkippten Targethalter zu bestimmen. Die Mittelwertbildung aus mehreren Proben ergab einen Wert von 0,4 nm/s PSE.

Wie bereits erwähnt ist dieser Wert für die tatsächliche Schichtdicke auf den Partikeln des Granulates jedoch nicht aussagekräftig. Aus diesem Grund wurde für die Schalen ein Plansubstrathalteinsatz gefertigt, der nach Entfernung aller Einsatzbleche aus einer Schale in derselben platziert werden kann. Es handelt sich hierbei um eine Aluminiumscheibe, deren Außendurchmesser dem Innendurchmesser einer Schale entspricht, auf der zwei Klemmen für einen Glasobjektträger sitzen, wie dies in Abbildung 4.21 dargestellt ist.

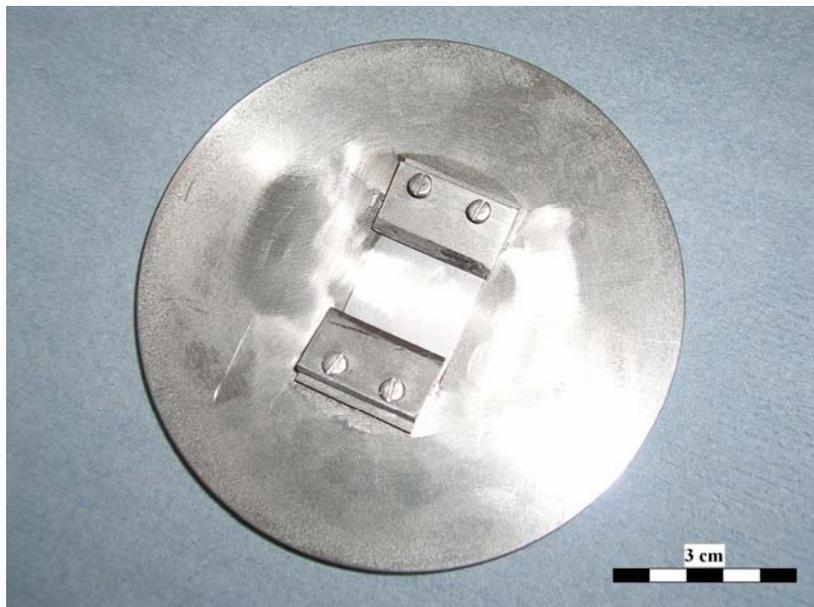


Abb. 4.21: Plansubstrathalteinsatz für eine Schale

In diesem Einsatz wurden nun mehrere Glasobjektträger bei verschiedenen Schalenanstellwinkeln und Rotationsgeschwindigkeiten beschichtet, die Dicken der abgeschiedenen Schichten vermessen und der Mittelwert gebildet. Diese Vorgehensweise wurde sowohl für den Antrieb des gesamten Systems durch den Hauptmotor als auch für den Antrieb nur einer Schale durch den Zentralmotor bei Positionierung derselben direkt unter dem Target durchgeführt. Die Ergebnisse sämtlicher plansubstrat-äquivalenten Ratenbestimmungen sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Antriebsmodus	Plansubstrathaltemechanismus	Targetmaterial	Rate [nm/s]
kein Antrieb	stabförmiger Standard-Plansubstrathalter	Cu	0,7
kein Antrieb	stabförmiger Standard-Plansubstrathalter	Mo	0,4
Hauptmotor	Schaleneinsatz	Mo	0,14
Zentralmotor	Schaleneinsatz	Mo	1,02

Tab. 4.3: plansubstrat-äquivalente Raten

Die hohe Rate im Falle des Antriebes durch den Zentralmotor lässt sich dadurch erklären, dass bei Positionierung der Schale direkt unter dem Target der Abstand Target-Substrat kleiner ist, als dies bei der Verwendung der stabförmigen Standard-Plansubstrathalter der Fall ist (siehe Skizze in Abbildung 4.18).

Aufgrund der Ergebnisse der Experimente mit Panzerglasstrahlperlen wurden bei den Diamantpartikeln beider Qualitäten vornehmlich Beschichtungsdauern von 30 und 60 Minuten untersucht. Abbildung 4.22 zeigt einen Vergleich dieser beider Beschichtungsdauern für Diamanten der Qualität Mesh 120/140. Beide Proben wurden in Schale 2, welche mit 2,5ml Granulat gefüllt wurde, bei einem Schalenanstellwinkel von 40° mit Mo beschichtet. Das Grundrad wurde in beiden Fällen durch den Hauptmotor mit 0,095 rps und somit die Schalen mit 0,54 rps angetrieben.

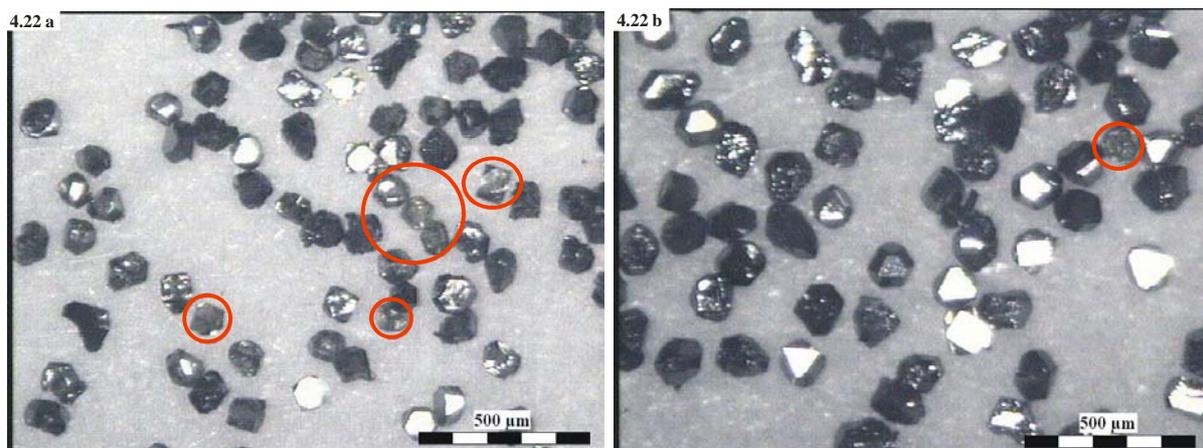


Abb. 4.22: Vergleich zweier Proben unterschiedlicher Beschichtungsdauer: 30 min. (a), 60 min. (b), unbeschichtete Partikel sind mit roten Kreisen/Ellipsen markiert

Wie Abbildung 4.22 unschwer erkennen lässt, sind in jenen Proben, die 30 min lang beschichtet wurden wesentlich mehr unbeschichtete Partikel (in der Abbildung rot markiert) zu finden, als in Proben bei denen die Beschichtungsdauer 60 min. betrug. In der Abbildung deutlich zu erkennen sind auch Inhomogenitäten in den Schichtdicken der einzelnen Partikel, erkennbar an den unterschiedlichen Helligkeitswerten.

Auch die Reflexionen des Lichtes geben darüber Aufschluss. Kommt ein unbeschichtetes Diamantpartikel allerdings ungünstig zu liegen, so kann es das Licht ähnlich reflektieren wie ein beschichtetes. Es scheint dann metallisch zu glänzen, ist aber inhomogen- oder unbeschichtet. Dies ist durch das Okular des Mikroskops wesentlich besser zu erkennen als auf den Abbildungen, was einerseits auf die Größe, andererseits auf die Qualität der Abbildungen zurückzuführen ist.

Ein ähnliches Bild liefern die Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400. Beide der in Abbildung 4.23 dargestellten Proben wurden in Schale 2, welche mit 2,5 ml Diamantgranulat befüllt wurde, bei einem Schalenanstellwinkel von 45° mit Mo beschichtet. Das Grundrad wurde bei diesen Experimenten mit dem Hauptmotor mit einer Frequenz von 0,095 rps angetrieben, was zu einer Rotationsgeschwindigkeit der Schalen von 0,54 rps führt. Die in Abbildung 4.23a dargestellte Probe wurde 30 min. beschichtet, wogegen die Beschichtungsdauer im Falle der in Abbildung 4.23b dargestellten Probe 60 min. betrug.

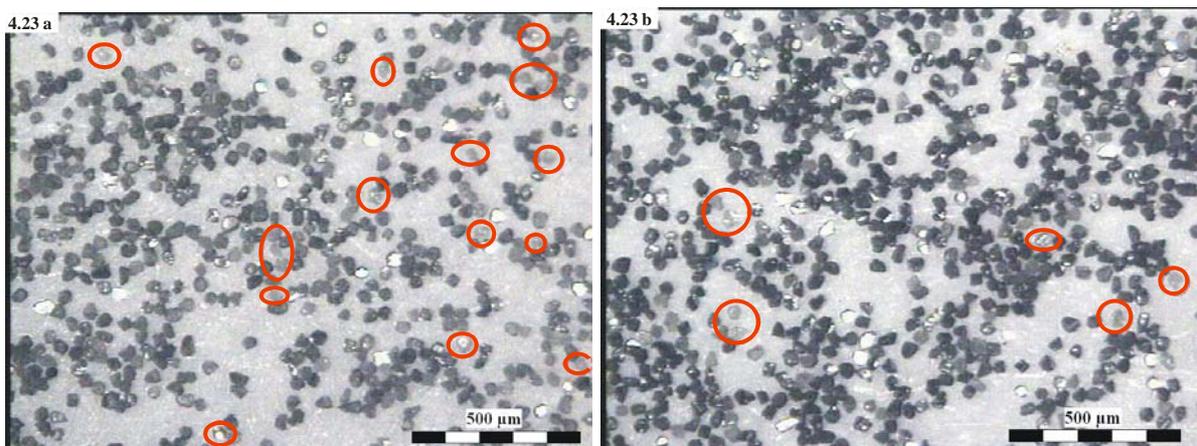


Abb. 4.23: unterschiedlich Beschichtungsdauern bei Diamantpartikeln der Qualität Mesh 325/400: 30 min. (a), 60 min. (b), unbeschichtete Partikel sind durch rote Kreise/Ellipsen markiert

Aus Abbildung 4.23 geht eindeutig hervor, dass in Proben mit einer Beschichtungsdauer von 30 min. wesentlich mehr unbeschichtete (rote Markierungen) und in Bezug auf die Schichtdicke inhomogen beschichtete Partikel vorhanden sind als in Proben mit einer Beschichtungsdauer von 60 min. Da dieser Unterschied im Falle der Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400 bei der Variation der Beschichtungsdauer wesentlich deutlicher zu erkennen ist als im Falle der Variation der Schalengeometrien, hat die Beschichtungsdauer offensichtlich einen größeren Einfluss auf die Schichtgleichmäßigkeit als die Schalengeometrien.

4.3 Variation des Schalenanstellwinkels α

Die ersten Experimente zur Variation dieses Parameters wurden bei einem Schalenanstellwinkel von 30° begonnen. Abbildung 4.24 zeigt drei Proben, die in Schale 1, welche direkt unter dem Target positioniert wurde, bei den Schalenanstellwinkeln 30° (4.24a), 40° (4.24b) und 50° (4.24c) mit Kupfer beschichtet wurden. Sämtliche andere Parameter wurden konstant gehalten.

Wie aus Abbildung 4.24 eindeutig ersichtlich ist, sind kaum Unterschiede in der Schichtgleichmäßigkeit zwischen den einzelnen Proben der unterschiedlichen Schalenanstellwinkel zu erkennen. Lediglich bei einem Schalenanstellwinkel von 30° ist offensichtlich die Schichtdicke geringer als bei den anderen beiden Proben, erkennbar an der Bildhelligkeit.

Beim Winkel von 50° trat das Problem auf, dass relativ viele Partikel aus der Schale heraus fielen. Diese können nach dem Beschichtungsprozess nur mit einem Staubsauger aus der Vakuumkammer entfernt werden und sind somit verloren. Aufgrund dieser Tatsache und der hohen Schichtgleichmäßigkeit die bei 30° und 40° Anstellwinkel erzielt wurde, wurde derselbe bei den weiteren Experimenten reduziert um den Ausfall zu minimieren.

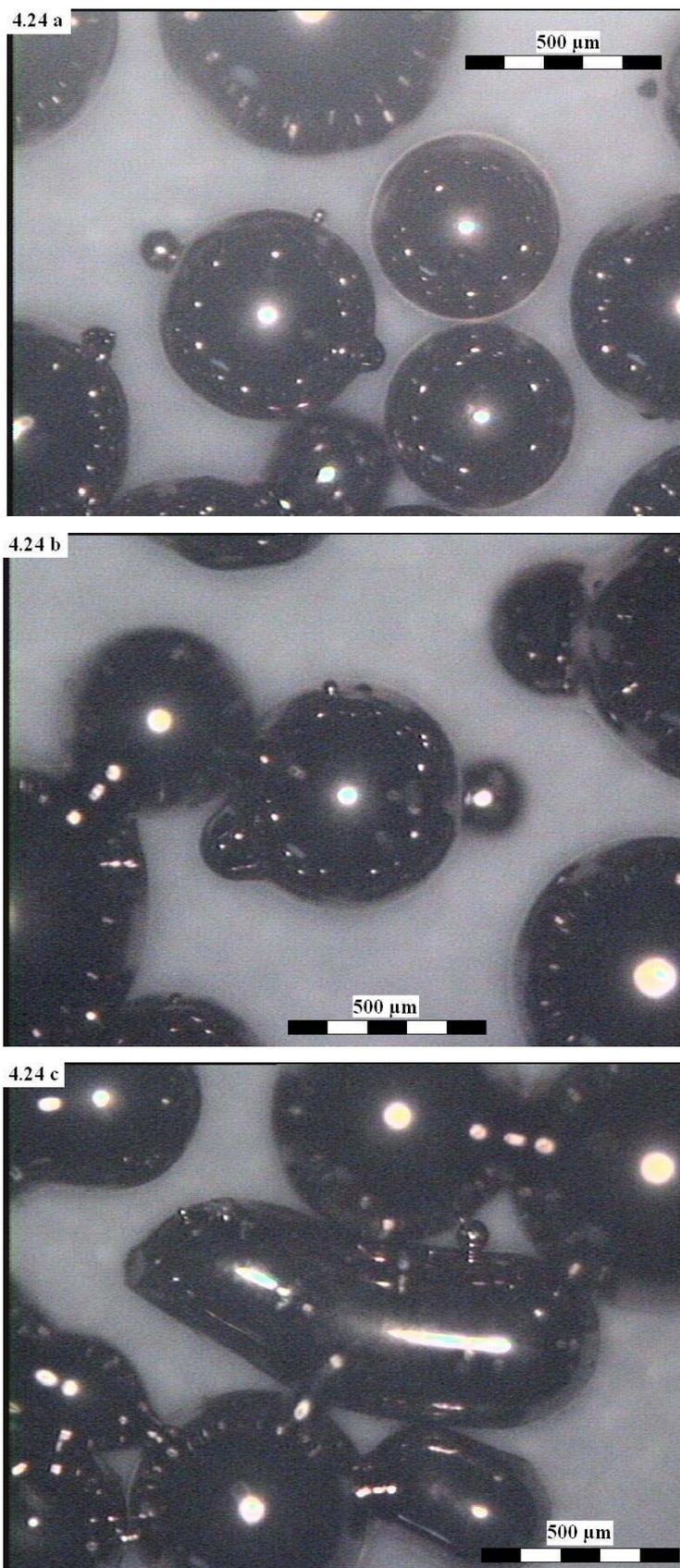


Abb. 4.24: Vergleich dreier, bei unterschiedlichen Schalenstellwinkeln beschichteter Proben: 30° (a), 40° (b), 50° (c)

Abbildung 4.25 zeigt einen Vergleich von drei Proben, welche bei den Schalenanstellwinkeln von 20° (4.25a), 25° (4.25b) und 30° (4.25c) in Schale 2 mit Mo beschichtet wurden. Die Füllmenge pro Schale betrug 5 ml und die Beschichtungsdauer 30 min. Das Grundrad wurde mit dem Hauptmotor mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 0,055rps angetrieben, was bei Stillstand des Zentralmotors zu einer Umlauffrequenz der Schalen von 0,29 rps führt.

Wie aus Abbildung 4.25 zu erkennen ist, wächst mit steigendem Schalenanstellwinkel die Schichtgleichmäßigkeit auf den einzelnen Partikeln. Auch die Homogenität der Schichtdicke der gesamten Probe nimmt bei höheren Anstellwinkeln zu. Der Winkel von 30° ist offensichtlich aber noch zu gering um homogene Schichten auf allen Partikeln abscheiden zu können. Andererseits lassen sich im Falle der Herstellungsparameter dieser Proben die Inhomogenitäten bei 30° auf die relativ geringe Beschichtungsdauer von 30 min. bei Hauptmotorantrieb bzw. die Verwendung einer Schale mit suboptimaler Geometrie zurückführen.

Bei der Verwendung von Panzerglasstrahlperlen als Substratmaterial scheint ein Schalenanstellwinkel von 40° optimal, da sich bei diesem der Ausfall des Granulates aus den Schalen in Grenzen hält. Dieser Winkel liefert die höchsten Schichthomogenitäten bei geringstem Ausfall.

Bei den Experimenten mit Short Pitch Type Carbon Fibres als Substratmaterial wurden aufgrund der Ergebnisse der Experimente mit Panzerglasstrahlperlen und der starken Agglomeration der Fasern nur die Schalenanstellwinkel von 30°, 40° und 50° untersucht. Trotz dieser relativ hohen Anstellwinkel konnte kaum Aktivität in den Schalen beobachtet werden. Dementsprechend inhomogen sind vermutlich die Schichten, denn eine Unterscheidung in beschichtete und unbeschichtete Fasern war unter dem Lichtmikroskop kaum möglich.

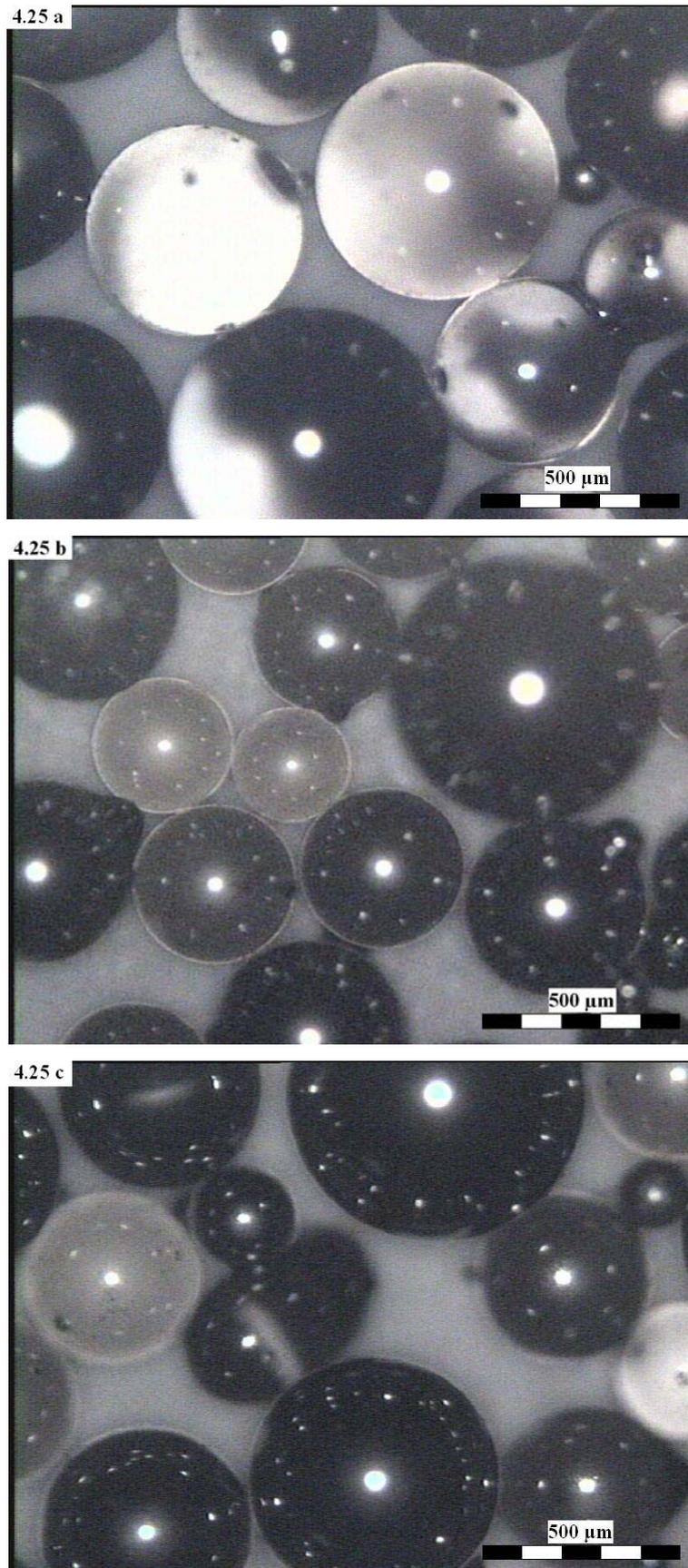
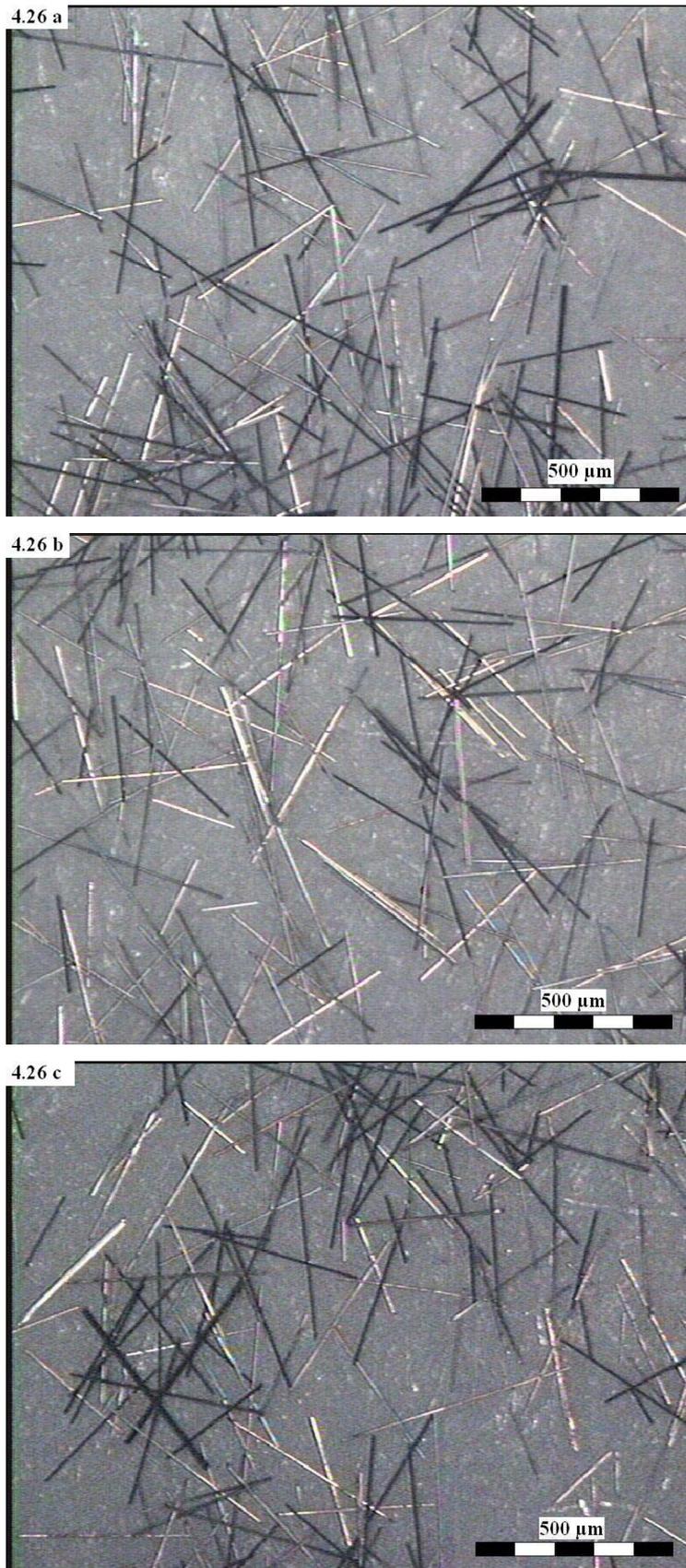


Abb. 4.25: Vergleich der Schalenstellwinkel von 20° (4.25a), 25° (4.25b),
und 30° (4.25c)

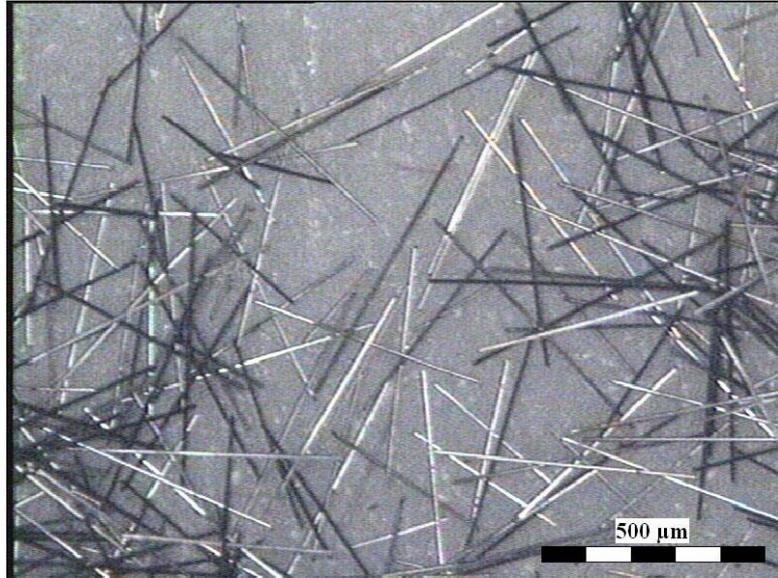
In Abbildung 4.26 sind drei Proben dargestellt, welche in Schale 1 direkt unter dem Target mit Cu beschichtet wurden. Die Beschichtungsdauer betrug 5 mal 2 min. mit jeweils 1 min. Pause zwischen den Sputterprozessen. Schale 1 wurde mit dem Zentralmotor mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 0,49 rps angetrieben. Es konnten, wie bereits bei den vorangegangenen Experimenten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Anstellwinkeln von 30° (4.26a), 40° (4.26b) und 50° (4.26c) beobachtet werden. Auch der Unterschied zwischen beschichteten und unbeschichteten Fasern ist de facto nicht erkennbar.

Auch die Beschichtung der Fasern mit Mo bringt keine Verbesserung der Sichtbarkeit der Schichten, wie dies in Abbildung 4.27 zu erkennen ist. Im Gegensatz zu den, in Abbildung 4.26 dargestellten Proben wurde diese in Schale 1 30 min. mit Mo beschichtet. Als Antrieb fungierte in diesem Fall der Hauptmotor, mit dem das Grundrad mit 0,055 rps und somit die Schalen mit 0,29 rps in Rotation versetzt wurden. Wie im Falle der Abbildung 4.26b war der Anstellwinkel bei dieser Probe 40°.

Wie aus den Abbildungen 4.26 und 4.27 unschwer zu erkennen ist, konnte der optimale Anstellwinkel für die Beschichtung von Short Pitch Type Carbon Fibres nicht gefunden werden, da selbst der steilste Winkel die Aktivität in der Schale kaum erhöht.



*Abb. 4.26: drei verschiedene Proben, beschichtet bei 30°(4.26a),
40° (4.26b) und 50° (4.26c) Schalenanstellwinkel*



*Abb. 4.27: mit Mo beschichtete Kohlenstofffasern,
Schalenanstellwinkel: 40°*

Mit Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140 als Substratmaterial wurden die Schalenanstellwinkel 30°, 35° und 40° untersucht, da schon bei den Experimenten mit Panzerglasstrahlperlen die Winkel von 20° und 25° als zu gering identifiziert wurden, um eine homogene Schicht auf nahezu allen Partikeln einer Probe abzuschneiden. Auch das Hinausfallen eines Teiles der Partikel aus den Schalen bei höheren Anstellwinkeln wurde, wie bei den Panzerglasstrahlperlen, auch bei den Diamantpartikeln beobachtet und beim Winkel von 40° als noch akzeptabel eingestuft.

Abbildung 4.28 zeigt drei Proben, beschichtet bei den Anstellwinkeln 30° (4.28a), 35° (4.28b) und 40° (4.28c). Sämtliche andere Parameter wurden konstant gehalten. Alle drei Proben wurden in Schale 2 30 min. mit Mo beschichtet und die Füllmenge pro Schale betrug 2,5 ml.

Wie aus Abbildung 4.28 ersichtlich, sinkt die Zahl der eindeutig unbeschichteten Partikel, welche wieder mit roten Kreisen bzw. Ellipsen markiert wurden, mit steigendem Schalenanstellwinkel. Auch die Homogenität der Schichten nimmt zu. Sind im Falle der Probe des Winkels von 30° (Abb. 4.28a) noch sehr viele unbeschichtete und wenige Partikel mit relativ hoher Schichtdicke zu finden, so finden sich in der Probe des Winkels von 40° (Abb. 4.28c) wenige unbeschichtete und die meisten mit relativ geringer Schichtdicke. Die

Bildhelligkeit kann hier als rein qualitativer Indikator für die Schichtdicke dienen. Mit anderen Worten nimmt mit steigendem Schalenanstellwinkel nicht die Schichtdicke sondern die Schichtgleichmäßigkeit zu. Wie bei den Panzerglasstrahlperlen besser zu erkennen ist, nimmt nicht nur die Homogenität der Schichten in der ganzen Probe, sondern auch die Homogenität der Schichten auf den einzelnen Partikeln zu.

Die relativ geringen Schichtdicken, v. a. auf jener Probe, die beim Anstellwinkel von 40° (Abb. 4.28c) beschichtet wurde, lassen sich auch durch die geringe Beschichtungsdauer von 30 min. und die suboptimale Geometrie der Schale 2 zurückführen. Es wurden für die vergleichenden Abbildungen allerdings bewusst Proben mit diesen Parametern gewählt, um größere Unterschiede erkennen zu können, da die Bildqualität nicht optimal ist und bei immer kleiner werdenden Partikeln der Unterschied immer schwerer zu erkennen ist.

Aufgrund der Ergebnisse der Experimente mit Diamantpartikel der Qualität QM MBD4 Mesh 120/140 wurde bei den Experimenten mit Diamantpartikel der Qualität QM MBD4 Mesh 325/400 als Substratmaterial vorerst nur der Schalenanstellwinkel von 40° untersucht. Für dieses Substratmaterial stellte sich allerdings dieser Anstellwinkel als zu gering heraus, um homogene Schichten abscheiden zu können. Deshalb wurde in weiterer Folge der Ausfall einer größeren Menge an Granulat aus der Schale in Kauf genommen und der Schalenanstellwinkel auf 45° erhöht.

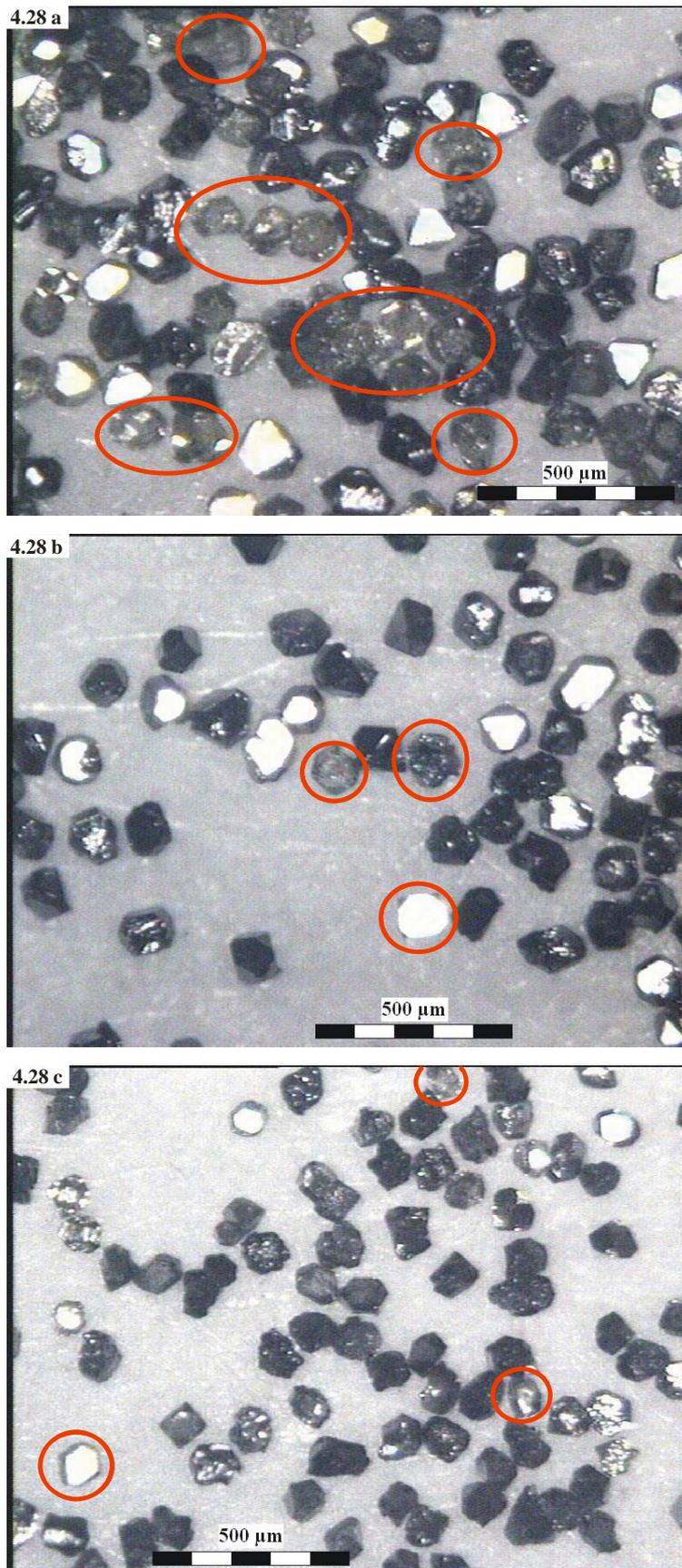
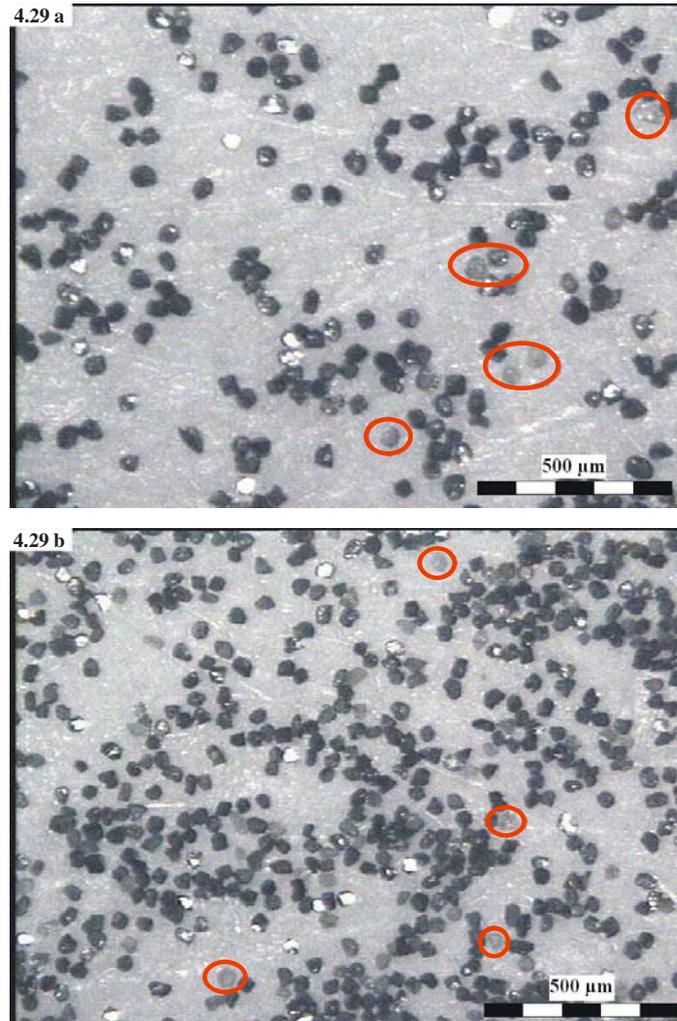


Abb. 4.28: Diamantpartikel QM MBD4 Mesh 120/140, beschichtet bei Schalenanstellwinkel 30° (a), 35° (b), 40° (c), unbeschichtete Partikel sind mit roten Kreisen/Ellipsen markiert

Abbildung 4.29 zeigt den Vergleich zwischen einer Probe, beschichtet bei einem Winkel von 40° (4.29a) und einer, hergestellt bei 45° (4.29b). Sämtliche andere Parameter wurden konstant gehalten. Die Proben wurden in Schale 3 mit Mo beschichtet. Die Beschichtungsdauer betrug 30 min. und die Füllmenge pro Schale 2,5 ml Granulat.



*Abb. 4.29: mit Mo bei den Winkeln 40° (a) und 45° (b) beschichtete
Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400*

Wie bereits bei den vorangegangenen Experimenten mit Diamantpartikel dieser Qualität sind Unterschiede zwischen den beiden Proben nicht leicht auszumachen, weshalb eindeutig unbeschichtete Partikel in Abbildung 4.29 auch wieder rot markiert sind. Dennoch

lässt sich der selbe Trend wie bei den Diamanten der Qualität Mesh 120/140 feststellen. In jenen Proben, die bei einem Schalenanstellwinkel von 45° beschichtet wurden, finden sich weniger völlig unbeschichtete Partikel als in Proben, die bei 40° Anstellwinkel hergestellt wurden, jedoch scheint die Schichtdicke der beschichteten Partikel geringer zu sein. Es steigt mit höheren Schalenanstellwinkeln also auch in diesem Fall die Homogenität der Schichten und nicht die Schichtdicke.

Es wurde bei den Experimenten mit Diamantpartikeln beider Qualitäten zusätzlich ein interessantes Phänomen beobachtet. Um den Schalenanstellwinkel des ersten Beschichtungsversuches zu ermitteln wurde aufgrund der besseren Einsehbarkeit der Schalen das Mischverhalten des Granulates bei geöffneter Vakuumkammer, also bei Atmosphärendruck beobachtet. Es fiel in weiterer Folge auf, dass unter Prozessbedingungen, sprich kurz vor und während des Abscheidvorganges die Aktivität in den Schalen wesentlich geringer war, als zuvor an Atmosphäre beobachtet wurde. Dieses Phänomen trat vornehmlich bei geringen Schalenanstellwinkeln auf.

Aufgrund dessen wurden gezielte Experimente durchgeführt, um den Grund für diese Verringerung der Aktivität in den Schalen herauszufinden. Das Mischverhalten des Granulates wurde vor und während des Schließens der Vakuumkammer sowie während des Evakuierungsvorganges beobachtet. Bei einem Schalenanstellwinkel von 30° beginnen beim Evakuierungsvorgang bei 5-10 mbar die Partikel der Qualität Mesh 120/140 an der Schalenwand und am Schalenboden zu haften. Vorerst nur in Schale 1 und 2, etwas später auch in Schale 3 und bei $7 \cdot 10^{-5}$ mbar herrscht in allen drei Schalen völliger Stillstand. Ähnliches Verhalten zeigen die Diamanten der Qualität Mesh 325/400, jedoch herrscht hier bereits bei einem Druck von $6 \cdot 10^{-4}$ mbar völliger Stillstand in allen Schalen.

Bei 35° haften die Partikel vorwiegend an der Schalenwand, im Bereich der Einsatzbleche und in der Mitte der Schale. Beginn der Haftungserscheinungen und völliger Stillstand der Aktivität in Schale 1 und 2 traten bei in etwa den gleichen Drücken wie bei 30° auf. Allerdings wurde bei einem Anstellwinkel von 35° nie völliger Stillstand in Schale 3 beobachtet. Die Diamantpartikel der geringeren Größe scheinen sich am Schalenboden anzuordnen und eine Schicht zu bilden, auf der die restlichen Partikel abrutschen, allerdings kommt der Mischprozess hier bereits bei einem Druck von $2 \cdot 10^{-4}$ mbar zum Stillstand. Einlassen von Argon bis der Prozessdruck von $4,5 \cdot 10^{-3}$ mbar erreicht ist bzw. kurzes

Einschalten des Zentralmotors in gegenläufiger Richtung führt nur kurzfristig zu einer Verbesserung des Mischverhaltens.

Beim Schalenanstellwinkel von 40° setzten die Haftungserscheinungen noch später ein, als bei 35° und es kam nie zum völligen Stillstand in einer der drei Schalen. Jedoch konnten die meisten Haftungserscheinungen in Schale 1 und 2 beobachtet werden.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Agglomeration der Partikel und die damit verbundenen Haftungserscheinungen am Schalenboden, der Schalenwand und den Einsatzblechen mit sinkendem Druck vermehrt auftreten. Höhere Schalenanstellwinkel und größere Füllmengen der Schalen wirken dem entgegen. Die elektrostatische Aufladung der Schalen kann als Ursache dieses Phänomens, wenn überhaupt, nur eine untergeordnete Rolle spielen, da bei einigen Experimenten nach dem Öffnen der Vakuumkammer die Schalen über ein Multimeter auf Erdpotential gelegt wurden und keine abfließenden Ströme beobachtet werden konnten. Vielmehr ist es wahrscheinlich, dass z. B. die Luftfeuchtigkeit als „Schmiermittel“ fehlt. In Abbildung 4.30 ist das Phasendiagramm von Wasser dargestellt [18]. In dieser Abbildung ist auf der Temperaturachse die Raumtemperatur (20°C) rot markiert, bei der sämtliche Abscheideprozesse durchgeführt wurden. Weiters ist jener Druckbereich markiert, bei dem die Haftungserscheinungen in den Schalen beim Evakuieren erstmals auftraten. Aus der Abbildung ist klar ersichtlich, dass die Haftungserscheinungen erstmalig im Bereich des Tripelpunktes des Wassers auftraten, sprich in jenem Bereich, ab dem das Wasser nur noch im gasförmigen Aggregatzustand vorliegt. Somit kann die Luftfeuchtigkeit keinen „Schmierfilm“ mehr bilden.

Weiters ist im Vakuum im Gegensatz zur Atmosphäre kein Luftdruck vorhanden, der zusätzlich zur Schwerkraft auf die Partikel wirkt. Damit einher geht die Tatsache, dass die turbulenten Strömungsverhältnisse an Atmosphäre beim Evakuieren in laminare-, Knudsen- bzw. Molekularströmung je nach Evakuierungsgrad übergehen. Offensichtlich führt die Summe all dieser Einflüsse zu Haftungserscheinungen und Agglomerationen in den Schalen beim Abpumpen der Vakuumkammer.

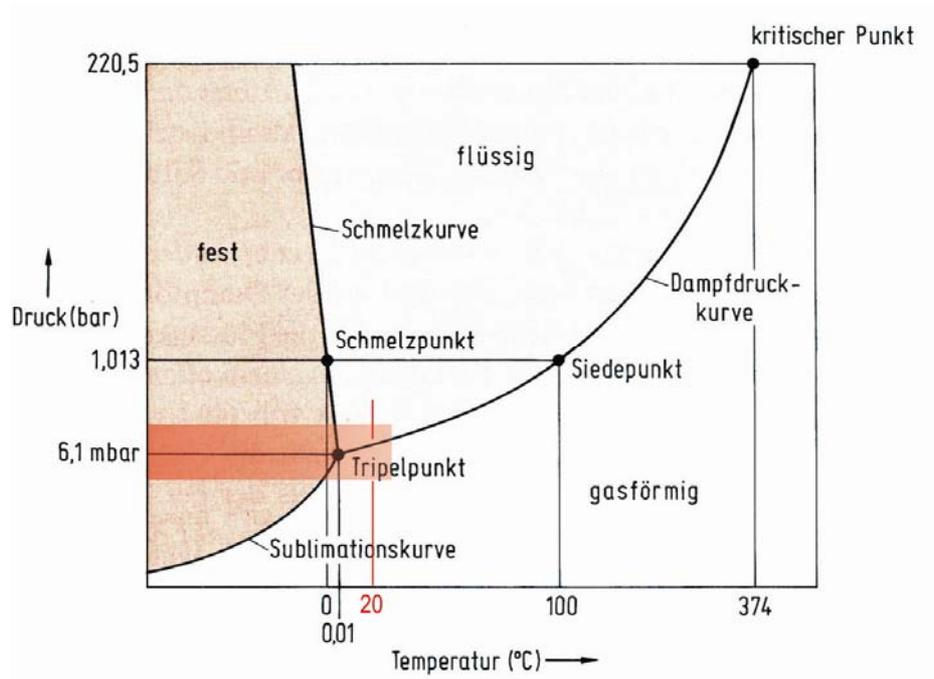


Abb. 4.30: Phasendiagramm von Wasser [18], Bereiche beginnender Haftungerscheinungen rot markiert

Weiters behindert zusätzlich die Geometrie der Diamanten das Abrollen. Da die Oberfläche eines Diamantpartikels aus koplanaren Flächen besteht, die in bestimmten Winkeln zueinander angeordnet sind, können diese auf einer schiefen Ebene natürlich nicht so leicht abrollen, wie beispielsweise Panzerglasstrahlperlen oder Glaspolierkugeln mit annähernd sphärischer Geometrie, da sie auf einer Fläche und nicht, wie eine Kugel, in einem Punkt aufliegen. Diese Tatsache erklärt auch das Auftreten des oben beschriebenen Phänomens ausschließlich bei Diamantpartikeln und die Verbesserung des Mischverhaltens bei höheren Schalenanstellwinkeln.

Nähert man den Querschnitt eines Diamantpartikels durch ein regelmäßiges Sechseck an und geht weiters davon aus, dass Diamant ein homogenes, isotropes Medium darstellt, kann der Beginn des Rollverhaltens der Diamantpartikel wie in Abbildung 4.31 abgeschätzt werden. Bei einem Winkel von 30° befindet sich unter diesen Annahmen der Schwerpunkt (S) genau über dem Auflagepunkt (A). Somit beginnen die Diamantpartikel bei Anstellwinkel größer als 30° abzurollen, sofern sie nicht schon bei geringeren Winkeln abrutschen. Dieser abgeschätzte Grenzwinkel von 30° entspricht auch im Experiment jenem Winkel, ab dem eine

deutliche Verbesserung des Mischverhaltens und ein Anstieg der Aktivität in den Schalen zu beobachten ist.

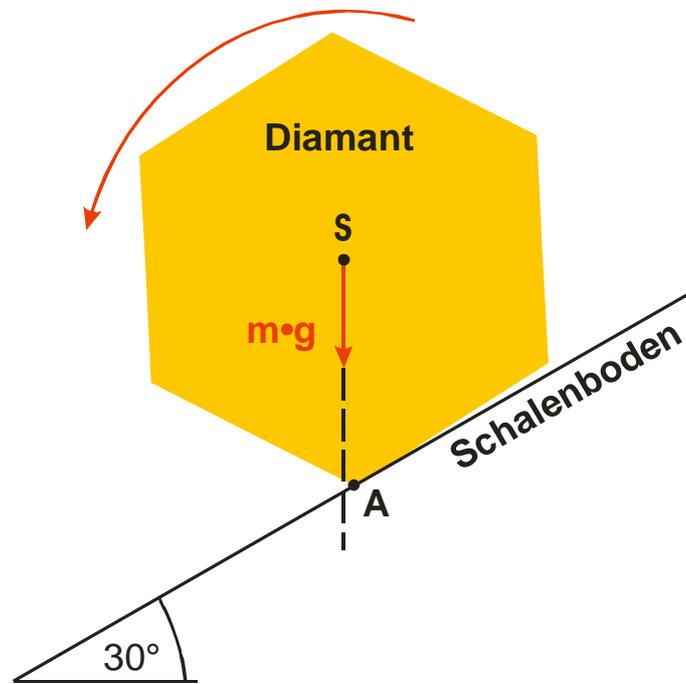


Abb. 4.31: Schematische Darstellung des beginnenden Rollens eines Diamantpartikels, Schwerpunkt (S), Auflagepunkt (A)

Die Summe aller vorher beschriebenen Effekte mit unterschiedlichen Gewichten bewirkt offensichtlich das Auftreten von Haftungs- und Agglomerationserscheinungen im Vakuum, die an Atmosphäre nicht vorhanden waren.

4.4 Variation der Drehgeschwindigkeiten Ω und ω

Bei den ersten Experimenten mit Panzerglasstrahlperlen wurde eine Schale direkt unter dem Target positioniert und mit dem Zentralmotor angetrieben. Die Rotationsgeschwindigkeit betrug in diesem Fall 0,18 rps. Diese war zu gering um eine stabile und gleichmäßige Rotation zu gewährleisten und deshalb wurde die Geschwindigkeit auf 0,29 rps gesteigert. Diese geringen Geschwindigkeiten wurden für die Anfangsphase der Experimente bewusst gewählt um einen zu hohen Ausfall aus den Schalen zu vermeiden. Diese Geschwindigkeit reicht für eine stabile Rotation aus und wurde deshalb beim Übergang zum Antrieb mit dem Hauptmotor beibehalten.

Aus der Kennlinie des Hauptmotors wurde errechnet, dass die Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades bei Stillstand des Zentralmotors 0,055 rps betragen muss um eine Schalengeschwindigkeit von 0,29 rps zu erreichen. Da dieser Wert eine relativ langsame Drehung repräsentiert, wurde noch eine höhere Drehgeschwindigkeit bei einer Grundradgeschwindigkeit von 0,095 rps und somit bei Stillstand des Zentralmotors einer Schalengeschwindigkeit von 0,54 rps festgesetzt. Dieser willkürlich wirkende Wert ergibt sich aus einem Stabilitätsbereich des Hauptmotors, der eigentlich für wesentlich höhere Drehzahlen konzipiert wurde. Höhere Rotationsgeschwindigkeiten würden zu hohem Ausfall des Granulates aus den Schalen und Fliehkräften auf die Partikel führen, die diese nach außen an die Schalenwandung drücken und somit eine zufriedenstellende Durchmischung des granularen Materials verhindern würden. Diese beiden Werte repräsentieren nun jeweils langsame bzw. schnelle Drehung.

In Abbildung 4.32 sind zwei Proben, welche bei unterschiedlichen Drehgeschwindigkeiten beschichtet wurden, dargestellt. Beide Proben wurden in Schale 2 30 min. mit Mo beschichtet und die Füllmenge pro Schale betrug 5 ml. Das Grundrad wurde mit dem Hauptmotor angetrieben und die Rotationsgeschwindigkeiten der Schale waren 0,29 rps im Falle der Probe aus Abbildung 4.32a und 0,54 rps im Falle der Probe aus Abbildung 4.32b.

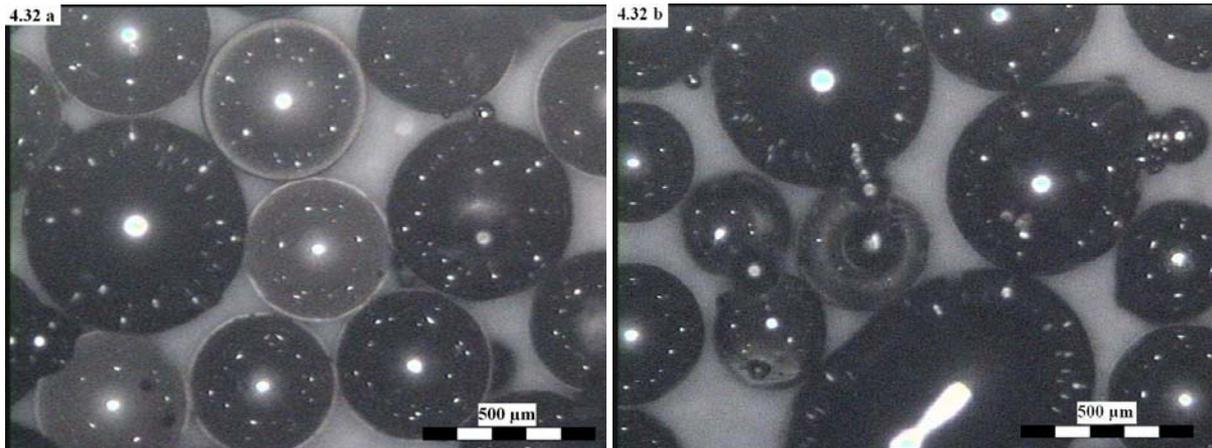


Abb. 4.32: Panzerglasstrahlperlen, beschichtet bei unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten: 0,29 rps (a), 0,54 rps (b)

Aus Abbildung 4.32 ist zu erkennen, dass in beiden Proben ungleichmäßig beschichtete Partikel vorhanden sind, jedoch scheint jene Probe die bei einer Schalengeschwindigkeit von 0,54 rps beschichtet wurde etwas homogener. Dies lässt sich aus der höheren Aktivität in den Schalen bei schneller Drehung erklären. Allerdings könnte dies auch ein rein subjektiver Eindruck sein, da für das menschliche Auge eine höhere Schalengeschwindigkeit in höherer Aktivität resultiert (der Mischvorgang läuft schneller ab).

Bei den Experimenten mit Short Pitch Type Carbon Fibres wurde fast ausschließlich eine Schale unter dem Target positioniert und in dieser die Fasern beschichtet. Aufgrund der starken Agglomerationen und der daraus resultierenden inhomogenen Schichtverteilungen wurden lediglich einige Experimente mit Hauptmotorantrieb durchgeführt, die das Problem des, für dieses Substratmaterial ungenügenden, Durchmischungsmechanismus ebenfalls nicht lösen konnten. Im Falle des Antriebs durch den Zentrilmotor wurden Rotationsgeschwindigkeiten von 0,29 rps und 0,49 rps getestet, aber weder bei langsamer noch bei schneller Drehung konnten die starken Agglomerationen gelöst und somit die Schichtgleichmäßigkeit erhöht werden.

Das System der zwei Rotationsgeschwindigkeiten, sprich 0,29 rps repräsentativ für langsame Schalendrehung und 0,54 rps repräsentativ für schnelle Schalendrehung wurde bei der Verwendung der Diamantpartikel als Substratmaterial beibehalten. In Abbildung 4.33 ist der Vergleich zweier Proben dargestellt, welche bei unterschiedlichen

Schalengeschwindigkeiten beschichtet wurden. Beide wurden in Schale 2, befüllt mit 1,25 ml Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140, 30 min. bei einem Schalenanstellwinkel von 40° mit Mo beschichtet. Im Falle jener Probe, welche in Abbildung 4.33a dargestellt ist, wurde das Grundrad mit dem Hauptmotor mit 0,055 rps angetrieben, was in einer Rotationsgeschwindigkeit der Schalen von 0,29 rps resultiert. Im Falle der Probe aus Abb. 4.33b wurde ebenfalls das Grundrad mit dem Hauptmotor mit einer Geschwindigkeit von 0,095 rps angetrieben, was zu einer Schalengeschwindigkeit von 0,54 rps führt.

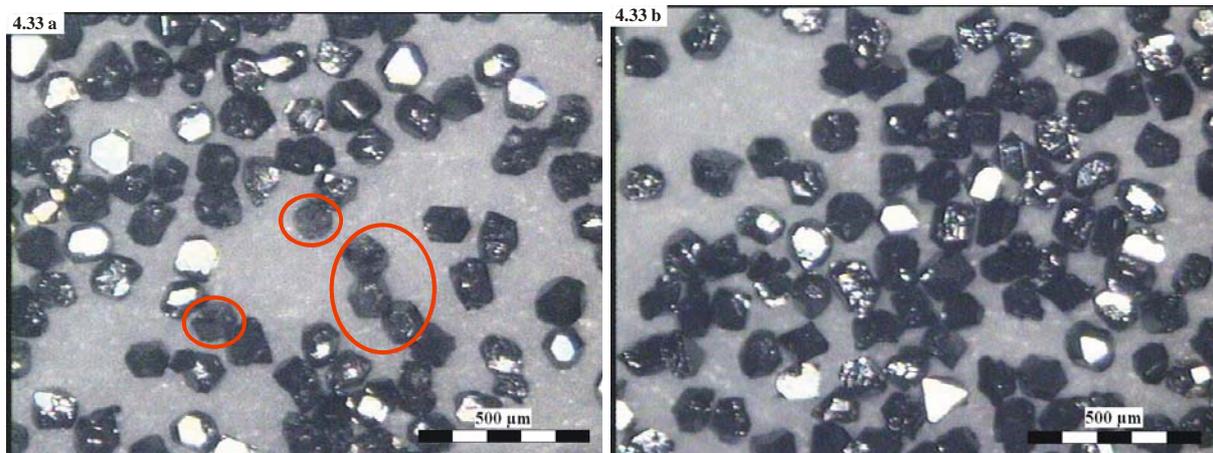
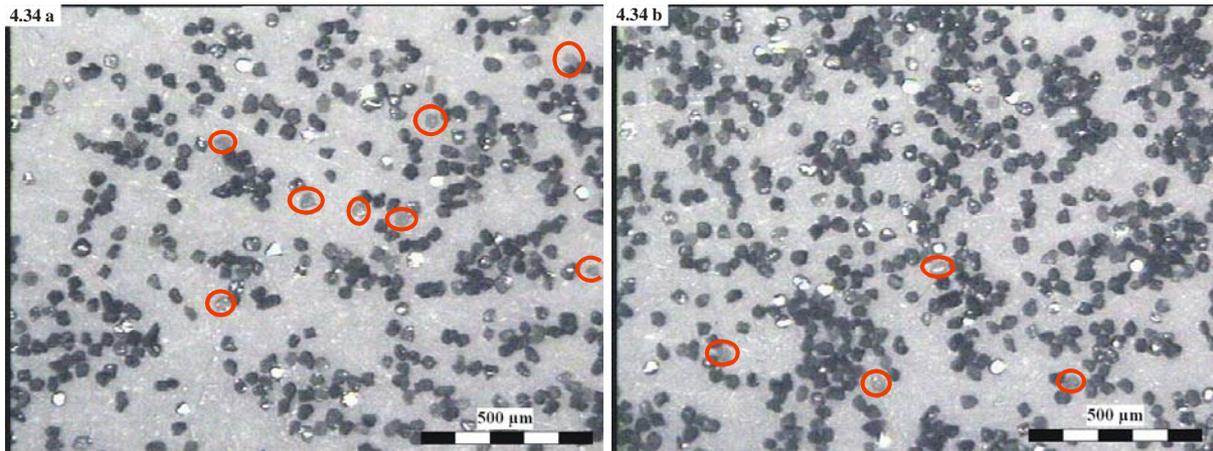


Abb. 4.33: Vergleich der unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten bei Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140: 0,29 rps (a), 0,54 rps (b), (unbeschichtete Partikel rot markiert)

Äquivalent zu den Panzerglasstrahlperlen scheinen hier jene Proben, die bei höheren Rotationsgeschwindigkeiten beschichtet wurden, homogener, wie aus Abbildung 4.33 ersichtlich. Es ist allerdings, wenn überhaupt, der Unterschied marginal. Inhomogen beschichtete Partikel sind in dieser Abbildung wieder mit roten Kreisen bzw. Ellipsen markiert.

Der gleiche Sachverhalt ist in Abbildung 4.34 für Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400 dargestellt. In diesem Falle wurden 2,5 ml Diamantpartikel in Schale 3 bei einem Schalenanstellwinkel von 45° beschichtet. Alle anderen Parameter sind die gleichen wie bei jenen Proben, welche in Abbildung 4.33 dargestellt sind.



*Abb. 4.34: bei unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten der Schale beschichtete
Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400: 0,29 rps (a), 0,54 rps (b),
unbeschichtete Partikel rot markiert*

In Abbildung 4.34 sind unbeschichtete Partikel wieder mit roten Kreisen bzw. Ellipsen markiert. Aus dieser Abbildung geht hervor, dass sich der Trend von Panzerglasstrahlperlen und Diamantpartikel der größeren Qualität, nämlich höhere Schichtgleichmäßigkeit bei schnellerer Rotation, zwar fortsetzt, dies allerdings bei den Proben dieser Qualitäten kaum noch zu erkennen ist.

4.5 Variation der Füllmenge

Die ersten Versuche mit Panzerglasstrahlperlen wurden ohne Füllmengenbestimmung durchgeführt. Es wurde zwar immer in etwa die gleiche Menge an Granulat verwendet, nämlich gerade so viel, um den Boden der Schale bei gerader Auflage mit Partikel zu bedecken, jedoch war es bei diesen Versuchen wesentlich wichtiger jene Menge an Granulat zu bestimmen, die nach den Versuchen noch in den Schalen verblieben war. Der Ausfall war bei diesen Versuchen relativ groß, jedoch konnte die Menge eingegrenzt werden, mit der die Schalen befüllt werden können, damit der Ausfall so gering als möglich bleibt. Die

verbleibende Menge an granularem Material in den Schalen konnte zu 2-5 cm³, in Abhängigkeit vom Schalenanstellwinkel, bestimmt werden. Für die Experimente mit Panzerglasstrahlperlen wurden die Füllmengen mit 2,5 cm³ und 5 cm³ festgesetzt, repräsentativ für geringen und hohen Befüllungsgrad der Schalen.

Abbildung 4.35 zeigt den Vergleich einer Probe mit 2,5 cm³ Füllmenge (4.35a) mit einer Probe mit 5 cm³ Schalenfüllmenge (4.35b). Beide Proben wurden in Schale 1 bei einem Schalenanstellwinkel von 25° 60 min. mit Mo beschichtet. In beiden Fällen wurde das Grundrad mit dem Hauptmotor mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 0,095 rps angetrieben, was zu einer Schalenfrequenz von 0,54 rps führt.

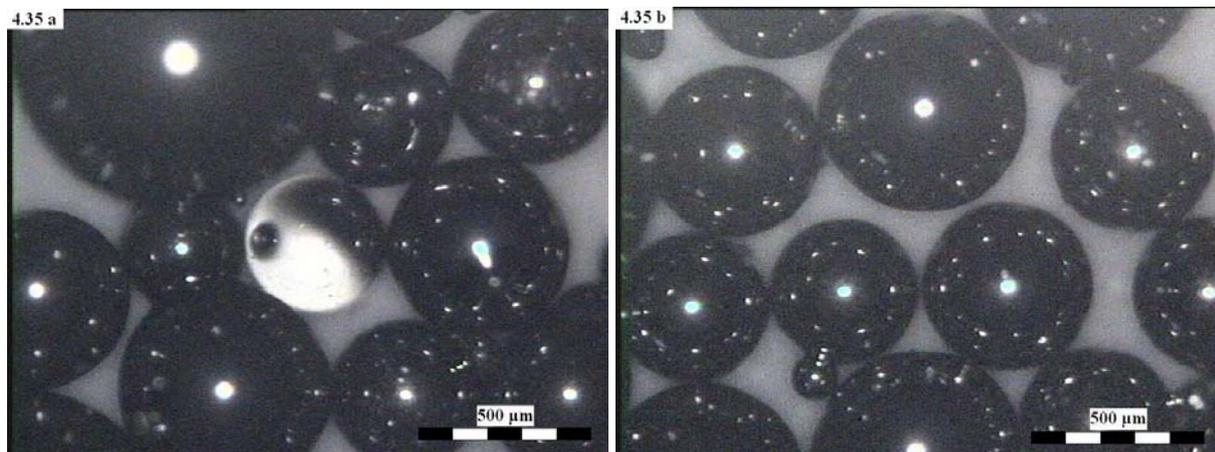


Abb. 4.35: bei unterschiedlichen Schalenfüllmengen beschichtete Panzerglasstrahlperlen: 2,5 cm³ (a), 5 cm³ (b)

Wie aus Abbildung 4.35 ersichtlich, weisen die Proben mit der größeren Füllmenge die höhere Schichthomogenität auf. Die Schichtdicke auf den einzelnen Partikeln ist zwar sicherlich geringer (siehe Bildhelligkeit in der Abbildung), aber es treten in 5 cm³-Proben wesentlich weniger un- und inhomogen beschichtete Partikel auf, als in 2,5 cm³-Proben. Auch die Schichtdickenverteilung über die gesamte Probe ist wesentlich homogener.

Die Experimente mit Panzerglasstrahlperlen zeigten trotz vorheriger Mengenabschätzung relativ hohe Ausfallraten, vor allem bei höheren Schalenanstellwinkeln, die sich als die effektivsten erwiesen haben. Aufgrund dessen und der höheren Kosten für die

Diamantpartikel und der damit notwendigen Effizienzsteigerung wurden für die Experimente mit Diamanten beider Qualitäten die Füllmengen der Panzerglasstrahlperlen halbiert. Die Füllmenge von $2,5 \text{ cm}^3$ repräsentiert nun den hohen und $1,25 \text{ cm}^3$ den geringen Befüllungsgrad.

In Abbildung 4.36 ist ein Vergleich zweier Proben mit diesen Füllmengen dargestellt. Die Diamantpartikel der Qualität QM MBD4 Mesh 120/140 wurden in Schale 3 bei einem Anstellwinkel von 35° beschichtet. Die Beschichtungsdauer betrug 30 min. und die Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades $0,055 \text{ rps}$, was in einer Schalenfrequenz von $0,29 \text{ rps}$ resultiert. Abb. 4.36a zeigt eine Probe mit $1,25 \text{ cm}^3$ und Abb. 4.36b eine Probe mit $2,5 \text{ cm}^3$ Gesamtvolumen.

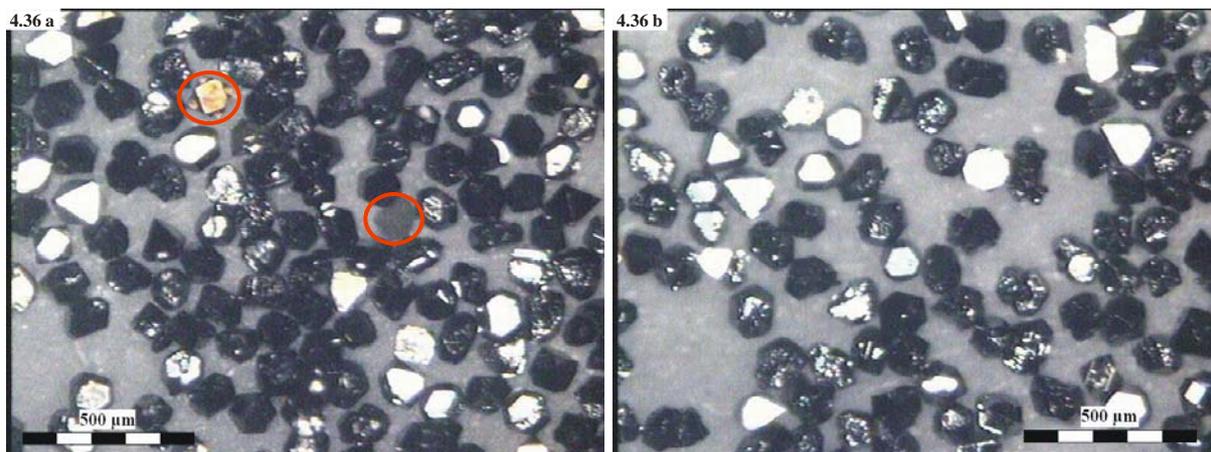


Abb. 4.36: Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140, in verschiedenen Mengen mit Mo beschichtet: $1,25 \text{ cm}^3$ (a), $2,5 \text{ cm}^3$ (b), unbeschichtete Partikel rot markiert

Im Wesentlichen lieferten die Experimente mit Diamantpartikel beider Qualitäten analoge Ergebnisse wie die Panzerglasstrahlperlen. In Abbildung 4.37 ist der Vergleich zwischen den beiden Füllmengen bei Diamantpartikel der Qualität 325/400 dargestellt, wobei alle übrigen Parameter konstant gehalten wurden und jenen bei den Proben der Qualität Mesh 120/140 entsprechen. Lediglich der Schalenanstellwinkel war im Falle der Proben der Qualität Mesh 325/400 (Abb. 4.37) 40° . Eindeutig unbeschichtete Partikel wurden in beiden Abbildungen mit roten Kreisen bzw. Ellipsen markiert.

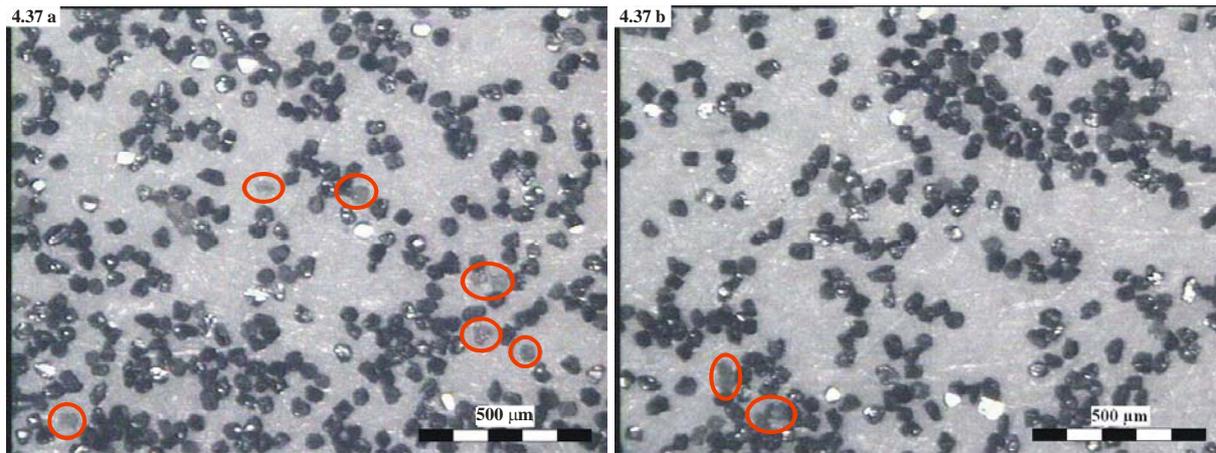


Abb. 4.37: Diamantpartikel Mesh 325/400, Proben mit Füllmenge $1,25 \text{ cm}^3$ (a) und $2,5 \text{ cm}^3$ (b), eindeutig unbeschichtete Partikel rot markiert

Wie aus den Abbildungen 4.36 und 4.37 hervorgeht, sind bei den Proben mit höherem Befüllungsgrad der Schalen die Schichtdickenverteilungen homogener und die Anzahl der unbeschichteten Partikel geringer. Auch die einzelnen Partikel sind gleichmäßiger beschichtet. Die Schichtdicke auf den homogen beschichteten Partikeln ist hingegen eindeutig geringer.

Der Grund hierfür liegt darin, dass bei einem höheren Befüllungsgrad mehr granulares Material auf ein an der Schale haftendes Partikel trifft als bei geringem Befüllungsgrad. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit, dass dieses Partikel von der Stelle, an der es haftet, weggeschlagen und evtl. durch ein anderes ersetzt wird. Dieser Ersetzungsprozess würde auch erklären, warum Haftungserscheinungen immer an den selben Stellen in den Schalen (parameterabhängig) auftreten.

Die geringere Schichtdicke auf den homogen beschichteten Partikeln einer Probe mit hohem Befüllungsgrad im Vergleich zu Proben mit geringerem Befüllungsgrad erklärt sich aus der statistischen Natur des Mischprozesses. Sind mehr Partikel in einer Schale vorhanden, dauert es länger bis ein eben von der Oberfläche der Partikelansammlung nach unten „gemischtes“ Partikel wieder an die Oberfläche gelangt. Will man gleiche Schichtdicken erzielen, so muss in diesem Fall die Beschichtungsdauer erhöht werden.

4.6 Bestimmung der Schichtdicke auf Diamantpartikeln

Eine der wenigen Möglichkeiten auf derartig kleinen Partikeln die Schichtdicke zu bestimmen ist die Verwendung einer Kombination aus Focused Ion Beam (FIB) und Scanning Electron Microscope (SEM). Hierzu wird ein Teil einer Probe in etwa bis zur Hälfte des Partikeldurchmessers in eine Silbermatrix eingebettet, um eine definierte Position der Partikel gewährleisten zu können, wie dies in Abbildung 4.38 und 4.39 dargestellt ist.

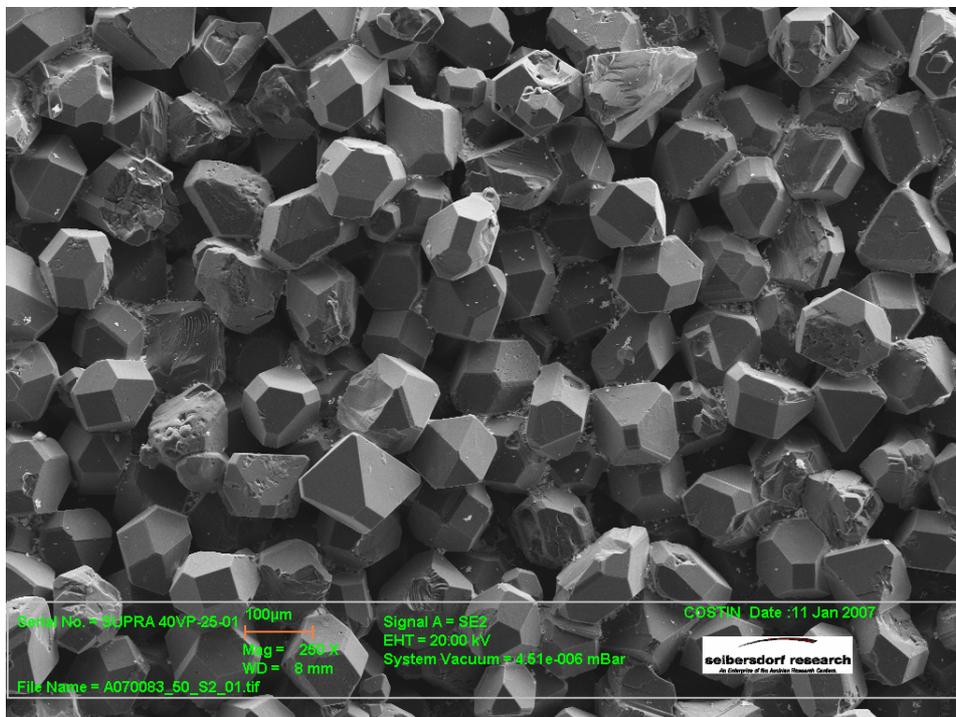


Abb. 4.38: Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140 mit Mo Beschichtung, in Silbermatrix eingebettet, Vergrößerung: 250-fach

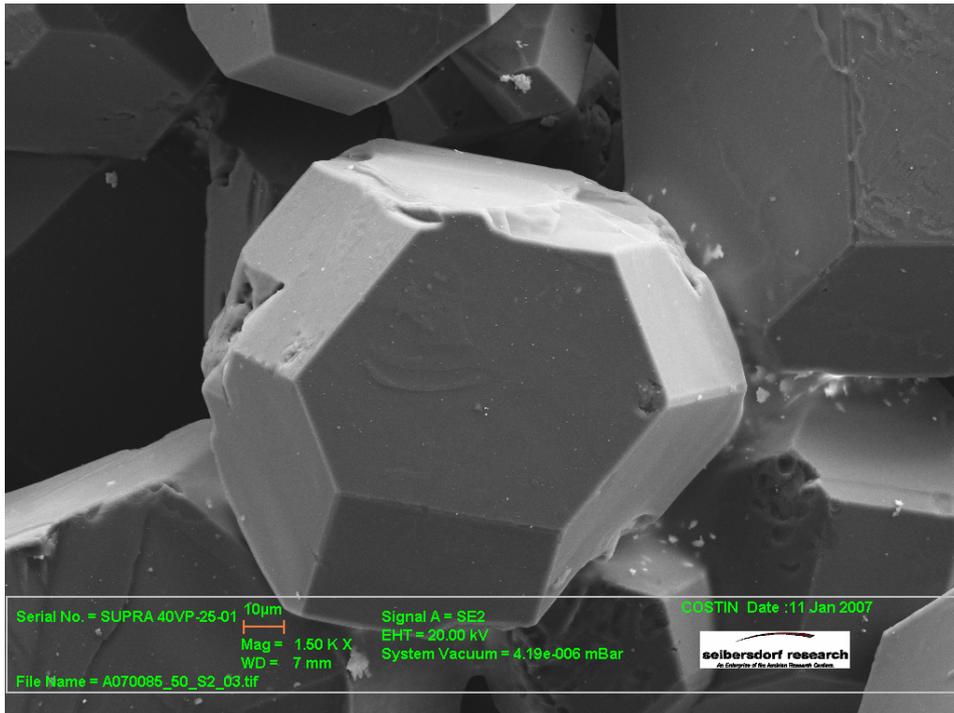


Abb. 4.39: Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140, Vergrößerung: 1500-fach, Beschichtungsdauer: 30 min.

Anschließend wird die so entstandene Probe in eine Vakuumkammer eingeschleust und mit einem fokussierten Ionenstrahl (FIB) ein Keil aus einer Fläche der Oberfläche eines Diamantpartikels herausgesputtert. Bei streifendem Einfall des Ionenstrahls relativ zur Oberfläche des Diamanten entsteht ein Krater, welcher beim abrastern einer Linie zu einem Keil wird, wie dies in den Abbildungen 4.40 und 4.41 dargestellt ist. Auf einem kleinen Bereich entsteht so ein Querschnitt der Beschichtung und eines kleinen Teils des Diamantpartikels („Stirnseite“ des Keils), welcher mittels Rasterelektronenmikroskop (SEM) abgebildet und vermessen werden kann. Dieses Verfahren funktioniert nur mit sehr gut fokussier- und steuerbaren Ionenstrahlen.

Einige, mittels Planetenschalensputteranlage beschichtete Proben wurden mit diesem Verfahren von der AIT Austrian Institute of Technology GmbH vermessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

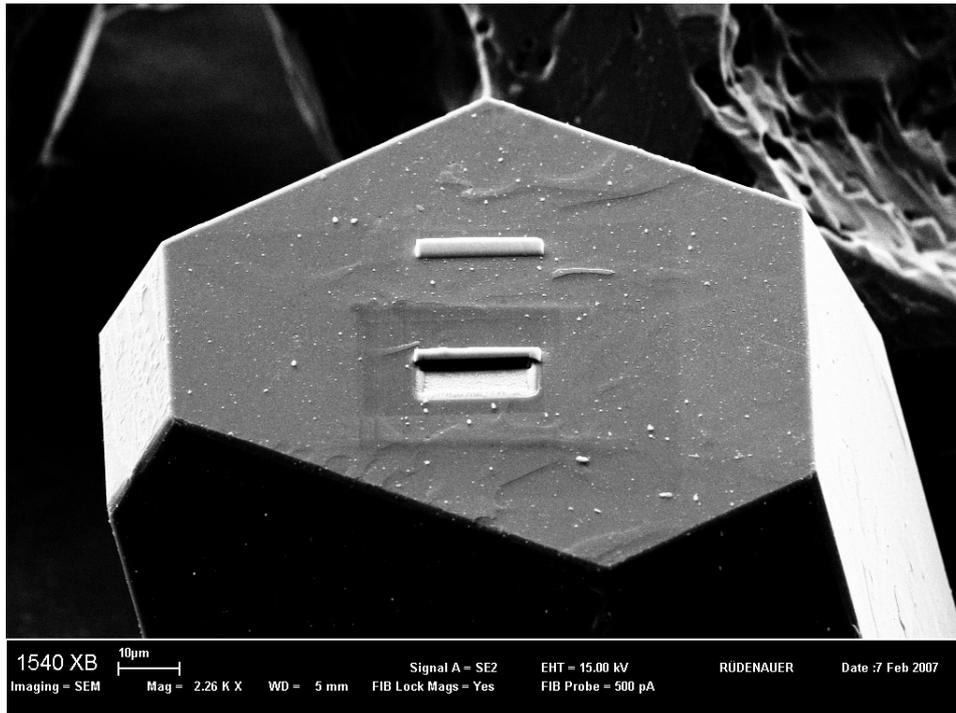


Abb.4.40: Diamantpartikel der Qualität Mesh 120/140, Krater bereits zu erkennen, Vergrößerung: 2260-fach

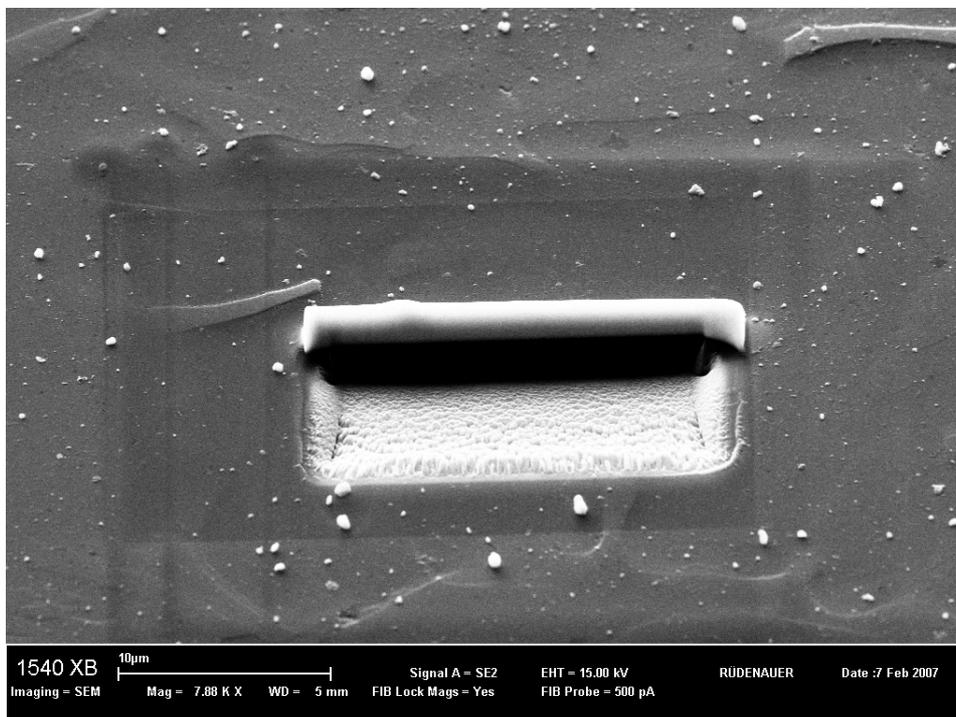


Abb. 4.41: keilförmiger Krater auf einer Seitenfläche des Diamantpartikels Vergrößerung: 7880-fach

Probe	Antriebsart	Beschichtungsdauer [min]	Schichtdicke [nm]	Rate FIB [nm/s]	Rate PSE [nm/s]	Schichtdicke [nm] PSE
50-S1	Hauptmotor	30	16,1	0,0089	0,14	258,84
51-S1	Hauptmotor	60	31,4	0,0087	0,14	517,68
51-S3	Hauptmotor	60	19	0,0055	0,14	517,68
57-S3	Zentralmotor	120	74,4	0,0103	1,02	7351,2

Tab. 4.4: mit FIB-SEM Kombination vermessene Schichtdicken und Raten im Vergleich zu plansubstrat-äquivalenten Schichtdicken und Raten

Die in Tabelle 4.4 angeführten Werte der Schichtdicke für Probe 51-S1 und 51-S3 sind Mittelwerte, da bei diesen Proben an zwei Stellen ein Krater in ein Diamantpartikel gesputtert und dieser vermessen wurde. Die einzelnen Werte für Probe 51-S1 sind 32,0 nm und 30,7 nm und für Probe 51-S3 17,8 nm und 22,1 nm und streuen somit erstaunlich wenig. Da in beiden Fällen zwei Messungen an ein und demselben Partikel durchgeführt wurden kann die geringe Streuung der Werte als Indiz für eine hohe Homogenität der Schichten auf den einzelnen Diamantpartikeln gedeutet werden. Die durchschnittliche Schichtdicke der Probe 51 liegt somit bei 25,7 nm. Die durchschnittliche Rate bei Antrieb durch den Hauptmotor beträgt 0,008 nm/s, was 5,7 % der plansubstrat-äquivalenten Rate entspricht. Diese durchschnittliche Rate kann hier einfach durch Mittelwertbildung berechnet werden, da beide vermessenen Proben beim selben Schalenanstellwinkel von 40° beschichtet wurden.

Probe 57-S3 wurde nur zum Zwecke der Vermessung ebenfalls bei einem Schalenanstellwinkel von 40° 2 Stunden lang mit Mo beschichtet. Berechnet man die Schichtdicke mit der plansubstrat-äquivalenten Rate, so müsste diese Probe eine Schichtdicke von 7,35 µm aufweisen, tatsächlich handelt es sich allerdings nur um ein hundertstel dieses Wertes (1%), wie die Messung gezeigt hat.

Mit einer einfachen Abschätzung kann gezeigt werden, dass die Abweichungen der realen von den plansubstrat-äquivalenten Raten hauptsächlich durch die geometrischen Verhältnisse verursacht sind [19]. Das Volumen jedes Diamantpartikels (V_{part}) sowie das Gesamtvolumen einer Probe (V_{ges}) wird in diesem Modell der Einfachheit halber als Würfel angenähert. Gleichung 4.1 gibt das Verhältnis von Partikel, die sich an der Oberfläche des

Gesamtvolumens befinden, zur gesamt in einer Probe vorhandenen Partikelanzahl wieder. Die Berechnung des prozentuellen SVR (Surface/Volume Ratio, Oberflächen/Volumen Verhältnis) in Gleichung 4.2 folgt direkt aus 4.1.

$$\frac{\text{Partikel an Oberfläche}}{\text{Gesamtpartikelanzahl}} = \frac{6 \cdot \left[\left(\frac{V_{ges}}{V_{part}} \right)^{\frac{1}{3}} \right]^2}{\frac{V_{ges}}{V_{part}}} \quad 4.1$$

$$SVR[\%] = 6 \cdot 10^2 \cdot \left(\frac{V_{part} [cm^3]}{V_{ges} [cm^3]} \right)^{\frac{1}{3}} \quad 4.2$$

In Abbildung 4.42a ist das SVR in Abhängigkeit vom Gesamtvolumen bei konstantem Partikelvolumen dargestellt. Partikel mit einem realen Durchmesser von rund 50 μm entsprechen in diesem Modell einem Volumen von $1,25 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^3$ und solche mit einem realen Durchmesser von rund 150 μm einem Volumen von $3,38 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$. Der Trend des sinkenden SVR mit steigendem Gesamtvolumen ist aus der Abbildung deutlich zu erkennen. Abbildung 4.42b zeigt die Abhängigkeit des SVR vom Partikelvolumen für ein Gesamtvolumen von $1,25 \text{ cm}^3$, $2,5 \text{ cm}^3$ und 5 cm^3 . In diesem Fall ist aus der Abbildung klar zu erkennen, dass das SVR mit steigendem Partikelvolumen anwächst.

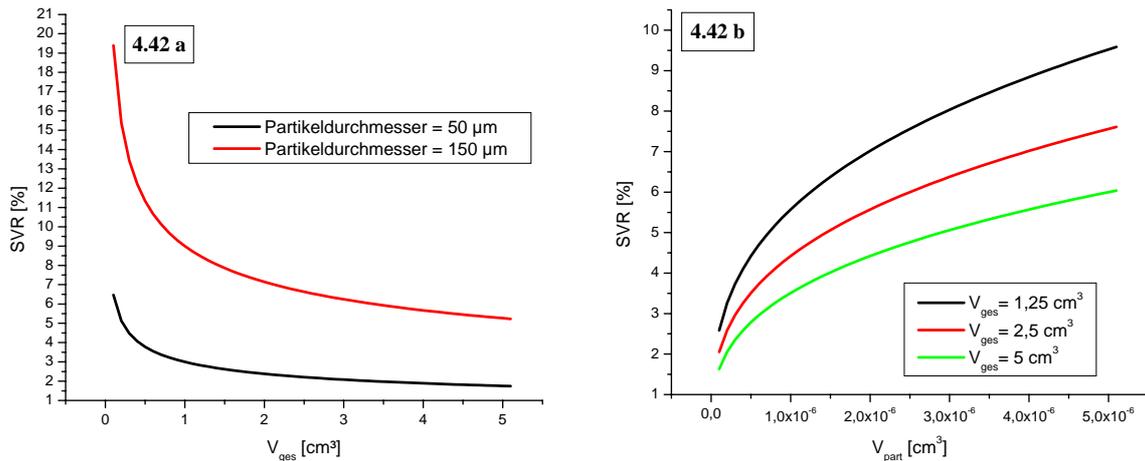


Abb. 4.42: SVR berechnet: abhängig von V_{ges} bei konstantem V_{part} (a),
abhängig von V_{part} bei konstantem V_{ges} (b)

Nimmt man jedes Diamantpartikel als Würfel mit einer Seitenlänge von 150 µm an, so entspricht eine Probe mit dem Volumen von 1,25 cm³ 3,7·10⁵ Partikeln. Die Oberfläche eines Würfels mit einem Volumen von 1,25 cm³ beträgt 6,962 cm². Diese Oberfläche bietet nun in etwa 3,09·10⁴ Partikeln Platz. Dies führt zu einem Oberfläche/Volumen-Verhältnis von 8,4 %. Obwohl dies nur eine sehr grobe Abschätzung ist, liegt der errechnete Wert nur etwa 3% über dem Durchschnittswert der oben berechneten Abweichung der realen von der plansubstrat-äquivalenten Rate. Ein Würfel von 1,25 cm³ Volumen wurde für die Abschätzung herangezogen, da im Falle der Proben 50 und 51 die Schalen mit 1,25 cm³ Granulat gefüllt waren.

Im Falle eines Würfels mit einem Volumen von 2,5 cm³, was der Füllmenge der Schale 3 bei Probe 57 entsprach, beträgt das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen 6,6 %, also deutlich weniger als im Falle von 1,25cm³. Berücksichtigt man weiters, dass von jenen Partikeln, die sich an der Oberfläche befinden nicht alle Seitenflächen, sondern in den meisten Fällen nur eine einzige dem Teilchenstrom vom Target ausgesetzt sind, so ist das Verhältnis von den außen liegenden Seitenflächen des Würfels zu den gesamt vorhandenen im Falle einer Füllmenge von 1,25 cm³ 1,4 % und im Falle der Füllmenge von 2,5 cm³ 1,1%. Dies entspricht einem sechstel des Wertes des Oberflächen/Volumen-Verhältnisses. Weiters

entspricht dieser Wert erstaunlich genau dem Verhältnis der realen zur plansubstrat-äquivalenten Schichtdicke im Falle der Probe 57-S3.

Bei diesen Überlegungen darf natürlich nicht außer Acht gelassen werden, dass es sich bei der Ansammlung aller Partikel in der Schale genau so wenig um einen Würfel handelt, wie bei den Diamantpartikeln selbst. Weiters wird bei diesen einfachen Betrachtungen die Tatsache vernachlässigt, dass, im Gegensatz zum planen Substrat, die frisch abgeschiedenen Schichten sofort durch den Mischprozess mechanisch beansprucht werden. Somit bleiben nur Atome oder Cluster an den Partikeln haften, die augenblicklich eine gute mechanische Verbindung zum Diamant haben. Andererseits wird das Granulat nicht nur im statischen Fall (wenn es zu liegen kommt), wie bei der Betrachtung als Würfel angenommen, sondern auch wenn es von den Einsatzblechen hochgeschaufelt wird und anschließend den Schalenboden entlang abrutscht bzw. –rollt, beschichtet.

4.7 Kupfer-Kohlenstofffaser-Komposit

Da aus der Untersuchung der beschichteten Short Pitch Type Carbon Fibres mittels Lichtmikroskop keinerlei Schlüsse über Homogenität und Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten gezogen werden konnten, wurde mit einfachsten Mitteln ein Kupfer-Kohlenstofffaser-Verbund hergestellt. Die Herstellung eines solchen Verbundwerkstoffes ist der eigentliche Zweck der Planetenschalensputteranlage. Die Verbindung von Kupfer und Kohlenstoff (in Form von Diamantpartikeln oder Kohlenstofffasern) ist allerdings ob der völligen Entnetzung dieser beiden Materialien [4] nur über eine Zwischenschicht zu bewerkstelligen.

Der Aufbau dieser Kompositherstellungsanlage wurde bewusst sehr einfach gehalten. In einer Aufdampfanlage wurde anstatt des Schiffchens aus Tantalblech, in welchem üblicherweise das abzuscheidende Material verdampft wird, mit drei Tantalblechstücken ein Sigradursubstrat (glasartiger Kohlenstoff) [12] eingespannt. Auf diesem wurde ein Keramikröhrchen (Al_2O_3) mit etwa 1 cm Durchmesser und derselben Höhe positioniert, wie

dies in Abbildung 4.43 dargestellt ist. Dieses Keramikröhrchen wurde mit Kupferstückchen und mit Mo beschichteten Kohlenstofffasern befüllt. Nach dem Schließen und Evakuieren der Vakuumkammer wurde mit Hilfe der Widerstandsheizung das Sigradursubstrat auf rund 1200°C geheizt, diese Temperatur für einige Minuten gehalten und wieder abkühlen lassen.

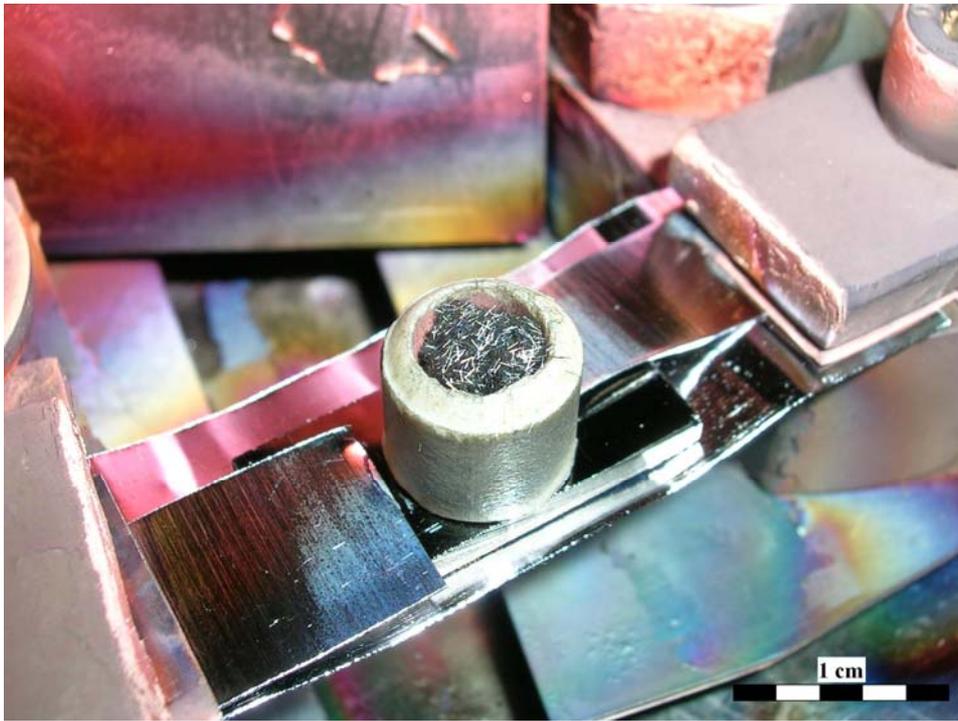
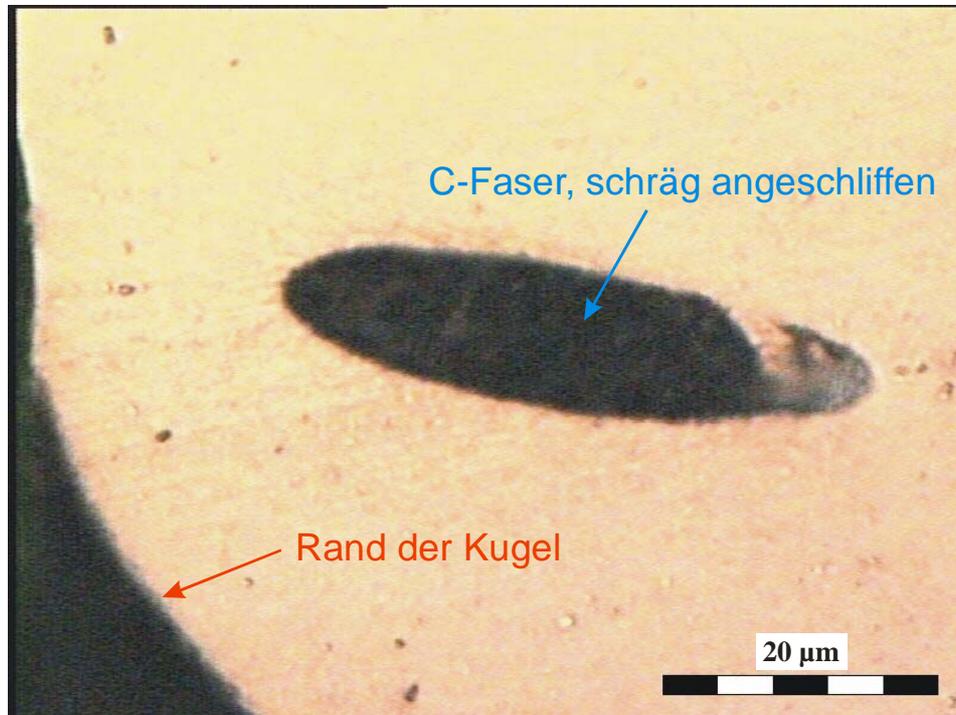


Abb. 4.43: Aufbau der Kompositherstellungsanlage

Sind die Kohlenstofffasern nun hinreichend homogen und mengenmäßig ausreichend mit Mo beschichtet, könnte es sein, dass einige Fasern in das aufgeschmolzene Kupferkügelchen eingebettet werden, so die Erwartung. Ist dies nicht der Fall, kann aufgrund der völligen Entnetzung von Kupfer und Kohlenstoff keine Einbettung stattfinden.

Beim ersten Versuch hafteten lediglich einige Fasern außen auf dem Kupferkügelchen, was aber eigentlich ohne Mo-Schicht auf den Fasern nicht möglich sein könnte. Somit wurde beim zweiten Experiment versucht, Kupferstückchen und Short Pitch Type Carbon Fibres bereits vor dem Aufschmelzen besser zu vermischen. Es wurden immer abwechselnd kleinere Kupferstückchen und Fasern in das Keramikröhrchen gefüllt. In Abbildung 4.44 ist ein

Ausschnitt des aus der Schmelze resultierenden Kupferkugelchens, eingebettet in eine Harzmatrix, quergeschliffen und durch ein Lichtmikroskop fotografiert, dargestellt.

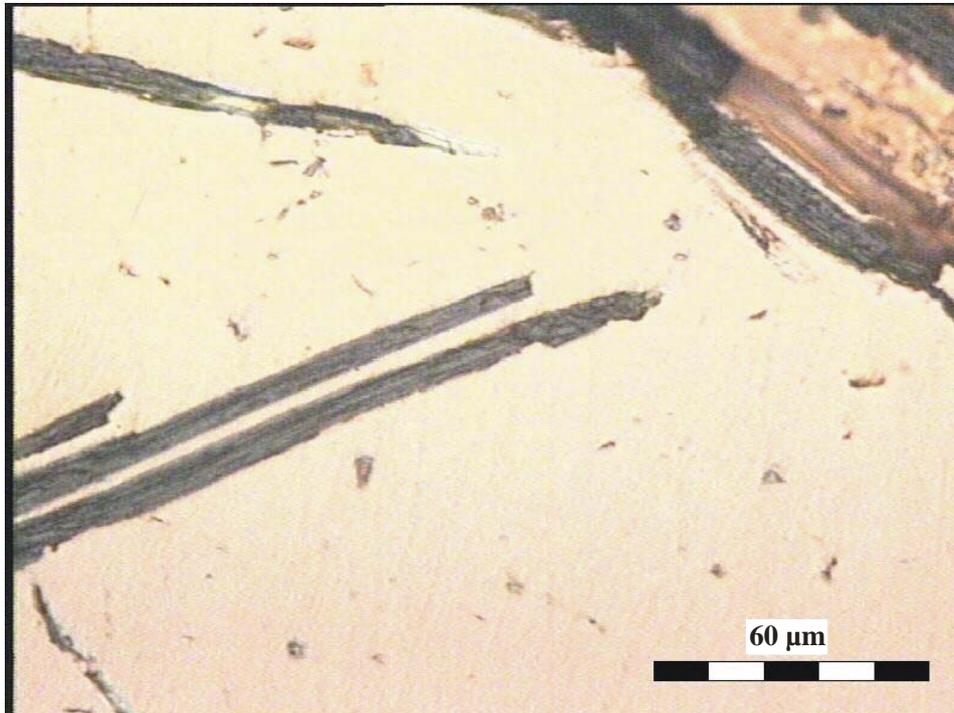


*Abb. 4.44: Querschliff des Kupferkugelchens nach Schmelzversuch, roter Pfeil: Rand des Kugelchens, blauer Pfeil: angeschliffene Kohlenstofffaser
Vergrößerung: 1500-fach*

Aus Abbildung 4.44 ist eindeutig zu erkennen, dass bei diesem Experiment bereits einige Fasern, wenn auch nur am Rand, in das Kupferkugelchen eindringen konnten. Der ovale, schwarze Bereich im Zentrum der Abbildung 4.44 ist der Querschliff einer Kohlenstofffaser (blauer Pfeil), die schräg nach unten (in die Bildebene hinein) verläuft. Links unten in der Abbildung ist der Rand des Kugelchens, markiert durch einen roten Pfeil zu erkennen und somit stellt dieses Bild nur einen kleinen Ausschnitt des gesamten Querschliffes dar, an dessen Rand sehr viele eingebettete Fasern zu finden sind.

Beim dritten Versuch wurden wieder abwechselnd Kupferstückchen und mit Mo beschichtete Kohlenstofffasern in das Keramikröhrchen geschichtet, jedoch wurden nun mehr Fasern verwendet. Das entstandene Kupferkugelchen wurde nach dem Experiment wieder

eingebettet, quergeschliffen und im Lichtmikroskop untersucht. Ein Ausschnitt dieses Querschliffes ist in Abbildung 4.45 dargestellt.



*Abb. 4.45: Querschliff von in Kupfermatrix eingebetteten,
mit Mo beschichteten Short Pitch Type Carbon Fibres
Vergrößerung: 500-fach*

Wie in Abbildung 4.45 eindeutig zu erkennen ist, befinden sich die Fasern nicht nur noch am Rand des Kügelchens sondern reichen bereits weit in die Kupfermatrix hinein. Dies kann als Beweis dafür gesehen werden, dass zumindest ein Teil der mit Mo beschichteten Kohlenstofffasern hinreichend homogene Schichten aufweist. Ein Großteil der Fasern blieb bei den Schmelzexperimenten im Keramikröhrchen zurück, was auch darauf zurückzuführen sein könnte, dass kein Druck aufgebracht werden konnte, um einen realen Sinterprozess zu simulieren. Zusätzlich spielen einige Parameter, wie die Schichtung des Materials im Keramikröhrchen, die Größe der Kupferstückchen, die Menge an Kohlenstofffasern u. v. m. eine wesentliche Rolle und beeinflussen somit das Ergebnis erheblich.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Die Parametervariation bei den Beschichtungsexperimenten mit der Planetenschalensputteranlage brachte, wie bereits ausführlich beschrieben, relativ eindeutige Ergebnisse. Die Variation der Schalengeometrie identifizierte die Schale 3 mit polierter Schaleninnenseite mit sechs Einsatzblechen mit einer Länge von 20 mm als optimale Konfiguration. Die Länge dieser Einsatzbleche entspricht etwa 50% des Radius der Schalen. Die exakte Länge ist möglicherweise nicht ausschlaggebend, solange sie diesen Wert des halben Radius nicht übersteigt.

Der Schalenanstellwinkel ist jener Parameter, der die Schichtgleichmäßigkeit auf den Partikeln am stärksten beeinflusst. Je steiler der Anstellwinkel, umso homogener die Schichten. Begrenzt wird dieser Parameter lediglich vom Ausfall der Partikel aus den Schalen. Es muss also für jedes Substratmaterial jener maximale Anstellwinkel gefunden werden, bei dem der Ausfall gerade noch akzeptabel ist.

Die Rotationsgeschwindigkeit des Grundrades und somit der Schalen hat kaum Einfluss auf die abgeschiedenen Schichten, solange sie gering genug ist, damit keine Fliehkräfte auf die Partikel wirken und sich der Ausfall in Grenzen hält. Nach unten wird die Rotationsgeschwindigkeit lediglich durch die Stabilität der Rotationsbewegung begrenzt.

Die Schalenfüllmenge beeinflusst die Schichtgleichmäßigkeit relativ stark. Je mehr granulares Material in die Schalen gefüllt wird, umso homogener sind die abgeschiedenen Schichten. Wie bereits erwähnt, liegt der Grund hierfür in der größeren Materialmenge, die auf ein an der Schale haftendes Partikel trifft. Somit steigt die Ablösewahrscheinlichkeit an und es haftet bei der nächsten Umdrehung der Schale evtl. ein anderes Partikel an diesem Platz. Werden die Partikel bei jeder Umdrehung ausgetauscht, sorgt dieser Mechanismus für ein homogeneres Mischverhalten. Begrenzt wird dieser Parameter vom Ausfall des Granulates aus den Schalen. Zusätzlich ist der Befüllungsgrad der Schalen der bestimmende Parameter für die Beschichtungsdauer. Je größer die Füllmenge, umso länger muss das Substrat beschichtet werden, um jede Seitenfläche (im Falle der Diamanten) jedes Partikels dem Teilchenstrom vom Target annähernd gleich lang auszusetzen. Im Falle der Befüllung einer Schale mit $2,5\text{cm}^3$ Diamantgranulat hat sich eine Beschichtungsdauer von einer Stunde

als ausreichend erwiesen, um annähernd homogene Schichten auf dem Großteil der Diamanten abscheiden zu können. Würde diese Zeitspanne noch erhöht, könnte die Homogenität der Schichten auf den einzelnen Partikeln wie auch die Homogenität der gesamten Probe (gleiche Schichtdicke auf allen Partikeln) gesteigert werden. Dies konnte mittels der Experimente mit der FIB-SEM-Kombination verifiziert werden.

Die Mischungseigenschaften der beschriebenen Planetenschalensputteranlage erwiesen sich als hinreichend für granulare Substratmaterialien mit Korngrößen größer als in etwa 100 µm Durchmesser. Für Granulat kleinerer Korngröße, wie dies etwa bei Diamantpartikel der Qualität Mesh 325/400 der Fall ist müssten die Schalen leicht adaptiert werden um eventuell bei noch höheren Schalenstellwinkeln arbeiten zu können.

Eine weitere Option stellt ein Vibrationsmechanismus für die Schalen dar, der zusätzlich zur Rotationsbewegung den Haftungserscheinungen entgegenwirkt. Die Implementierung eines solchen Mechanismus kann, wie die Änderung der Schalengeometrie, ohne großen Aufwand umgesetzt werden und erste Experimente in diesem Bereich wurden bereits durchgeführt. Es bieten sich hier mehrere Möglichkeiten, wie z. B. das Schlagen einer Stahlfeder, die durch die Rotationsbewegung des Grundrades gespannt wird, auf die Schalen, wie dies in Abbildung 5.1 dargestellt ist. Der Einbau eines sperrklinkenähnlichen Systems, das die Schalen durch die Rotation in Vibration versetzt stellt eine weitere Möglichkeit dar. Es wird das Ziel zukünftiger Experimente sein, zu klären, ob und in welchem Grade diese oder ähnliche Systeme das Mischverhalten in den Schalen verbessern.

Es ist in weiterer Folge auch fraglich, ob bei der Verwendung von Short Pitch Type Carbon fibres solch einfache Modifikationen der Anlage ausreichen oder ob in diesem Falle ein völlig anderer Durchmischungsmechanismus gefunden werden muss. Weiters muss erst geklärt werden, ob die Vibration der Schalen nicht im genauen Gegenteil, nämlich in der Kompression des Granulates resultiert.



Abb. 5.1: Auf Stahlfedern basierendes Vibrationssystem

Bei den hier beschriebenen Experimenten wurden Kupfer und Molybdän als Targetmaterialien verwendet. Kupfer erfüllte lediglich in den ersten Experimenten den Zweck, die gute Erkennbarkeit der Schichten im Lichtmikroskop zu gewährleisten. Molybdän hingegen wurde bereits als Haftvermittlerschicht in diversen Kupfer-Kohlenstoffsystemen eingesetzt [12][13] und deshalb als möglicher Interlayer im Kupfer-Diamant-System getestet.

Als weitere mögliche Zwischenschicht wurde Bor getestet. Als Halbleiter wurde von Bor eine gute Kopplung zwischen dem phononischen Wärmeleitungsmechanismus im Diamant und dem elektronischen im Kupfer erwartet. Die Problematik beim Kathodenzerstäuben von Bor ist, dass dieses Material aufgrund der sehr schlechten Halbleiter- bzw. Isolatoreigenschaften nicht mit einer Gleichstrom- sondern mit einer Hochfrequenzentladung gesputtert werden muss. Abbildung 5.2 zeigt Diamanten der Qualität QM MBD4 Mesh 120/140, welche in Schale 3 bei einem Schalenanstellwinkel von 40° 60 min. mit Bor beschichtet wurden. Die Schale wurde mit dem Zentralmotor mit 0,29 rps angetrieben und die Füllmenge pro Schale betrug in diesem Fall 2.5 cm^3 . Aufgrund der geringen Beschichtungsrate von Bor wurde die Sputterleistung bei diesen Experimenten immer wieder erhöht. Die in Abbildung 5.2 dargestellte Probe wurde bei einer Forwardleistung von 300 W und 0 W reflektierter Leistung beschichtet. Es ist dies die

höchste, mit dem vorhandenen Equipment stabil erreichbare RF-Leistung. Es ergibt sich bei 300 W eine plansubstrat-äquivalente Rate von 0,054 nm/s.

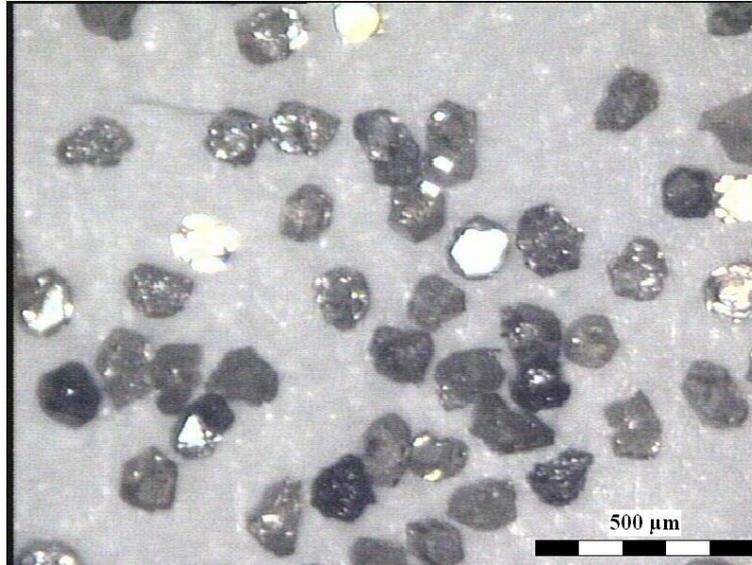


Abb. 5.2: mit Bor beschichtete Diamanten der Qualität Mesh 120/140

Die Diamanten, welche in Abbildung 5.2 dargestellt sind, erscheinen auf den ersten Blick inhomogen bzw. unbeschichtet. Dies ist allerdings nicht der Fall, vielmehr weisen dünne Borschichten eine hohe Transparenz auf und sind daher unter dem Lichtmikroskop sehr schwer zu erkennen. Es wurden in weiterer Folge Diamantpartikel auch mit einem Cu-B-Composite beschichtet, um das Hochfrequenzsputtern zu umgehen.

Es wird der Gegenstand zukünftiger Arbeiten sein, den Mischprozess in der Planetenschalensputteranlage zu optimieren, um mit dem beschichteten Diamantgranulat tatsächlich einen Kupfer-Diamant-Composite herzustellen und diesen in Hinblick auf thermische Leitfähigkeit zu untersuchen.

6 Literaturverzeichnis

- [1] R. Zehringer, A. Stuck, T. Lang
 "Material requirements for high voltage, high power IGBT devices"
 Solid State Electronics, Vol. 42, 1998, No. 12, 2139-2151
- [2] D. D. L. Chung
 "Materials for thermal conduction"
 Applied Thermal Engineering, Vol. 21, 1593-1605, 2001
- [3] H. Chung, T. H. Kim, S. C. Kim, J. D. Lee, D. J. Hwang, J. H. Ahn, Y. J. Kim
 "The effect of graphite on the processing and properties of copper-graphite-composites"
 Proceedings of PM2Tec Conference, 2002, Orlando, USA
- [4] T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian, L. Kacprzak
 "Binary Alloy Phase Diagrams"
 ASM International, Ohio, 2nd Edition, Vol. 1, 1999, 839-840
- [5] W. Ensinger, H. R. Müller
 "Noble metal deposition on aluminium oxide powder surfaces by ion beam sputtering"
 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol. 141, 1998, 693-698
- [6] W. Ensinger, H. R. Müller
 "Surface treatment of aluminum oxide and tungsten carbide powders by ion beam sputter deposition"
 Surface and coatings technology, 163-164, 2003, 281-285
- [7] W. Ensinger
 "Processing of powder surfaces by ion beam techniques"
 Nuclear Instruments and methods in Physics Research B, Vol. 148, 1999, 17-24
- [8] R. F. Bunshah, J. M. Blocher Jr., T. D. Bonifield, J. G. Fish, P. B. Ghate, B. E. Jacobson, D. M. Mattox, G. E. McGuire, M. Schwartz, J. A. Thornton, R. C. Tucker Jr. "Deposition Technologies for Films and Coatings", Noyes Publications, 1982
- [9] A. Bergauer, C. Eisenmenger-Sittner
 "Physik und Technologie Dünner Schichten"
 Skriptum zur Lehrveranstaltung, Technische Universität Wien,
- [10] L. Engisch
 "Plasmaunterstützte Wirbelbett-CVD und spektroskopische Charakterisierung von kohlenstoffhaltigen Schichten auf pulverförmigen Substraten"
 Dissertation, TU Chemnitz, Fakultät für Naturwissenschaften, 2004
- [11] V. Matolín
 "RHEED and TPD studies of the effect of particle size on CO desorption from Al₂O₃ supported Pd and Rh model catalysts"
 Fizika a, Vol. 4, 1995, No. 2, 181-189
- [12] HTW Hochtemperatur-Werkstoffe GmbH, <http://www.htw-germany.com>

- [13] C. Eisenmenger-Sittner, C. Schrank, E. Neubauer, E. Eiper, J. Keckes
"Modification of wetting of copper (Cu) on carbon (C) by plasma treatment and molybdenum (Mo) interlayers"
Applied Surface Science, Vol. 252, 2006, 5343-5346
- [14] B. Schwarz, C. Schrank, C. Eisenmenger-Sittner, M. Stöger-Pollach, M. Rosner, E. Neubauer
"Molybdenum interlayers as adhesion promoters for thin copper films on plasma treated glassy carbon"
Surface and coatings technology, Vol. 200, 2006, 4891-4896
- [15] M. Horkel, H. Mahr, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer
"Determination of the thickness of metal coatings on granular diamond materials by spatially resolved optical methods"
Vacuum, Vol. 84, 2009-08-25, Issue 1, 57-60
- [16] R. Albert, M. A. Pfeifer, A.-L. Barabási, P. Schiffer
"Slow Drag in a Granular Medium"
Physical Review Letters, Vol. 82, 1999, No. 1, 205-208
- [17] J. Geng, D. Howell, E. Longhi, R. P. Behringer, G. Reydellet, L. Vanel, E. Clément, S. Luding
"Footprints in Sand: The Response of a Granular Material to Local Perturbations"
Physical Review Letters, Vol. 87, 2001, No. 3, 035506-1 – 035506-4
- [18] G. Kahl
"Phasenübergänge und kritische Phänomene"
Vorlesungsunterlagen, Institut für Theoretische Physik, Technische Universität Wien,
29.10.2009
- [19] J. Hell, M. Horkel, E. Neubauer, C. Eisenmenger-Sittner
"Construction and characterization of a sputter deposition system for coating granular materials"
Vacuum, 2009, doi:10.1016/j.vacuum.2009.09.007

7 Bibliography

7.1 Publications in Scientific Journals

J. Laimer, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell, H. Störi

"Investigation of an atmospheric pressure radio-frequency capacitive plasma jet"
Vacuum, Volume 79, Issues 3-4, 19. August 2005, Pages 209-214

W. Vollnhofer, C. Eisenmenger-Sittner, J. Hell, M. Kiniger, B. Schwarz, H. Steiner, C. Tomastik;

"The influence of temperature treatment and carbon addition on the surface morphology and the surface energy of molybdenum layers on carbon substrates"
Surf. Interface Anal. 2008; 40: 526–528

M. Kiniger, C. Eisenmenger-Sittner, J. Hell, B. Schwarz, H. Hutter, S. Puchner

"Carbide formation upon heat treatment of molybdenum layers deposited on carbon substrates: comparison of experimental data with a cellular automaton model"
Surf. Interface Anal. 2008; 40: 786–789

D. Schäfer, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer, H. Hutter, N. Kornfeind

"Suppression of de-wetting of copper coatings on carbon substrates by metal (Cr, Mo, Ti) doped boron interlayers"
Vacuum, Volume 84, Issue 1, 25. August 2009, Pages 202-204

M. Horkel, H. Mahr, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer

"Determination of the thickness of metal coatings on granular diamond materials by spatially resolved optical methods"
Vacuum, Volume 84, Issue1, 25. August 2009, Pages 57-60

J. Hell, M. Horkel, E. Neubauer, C. Eisenmenger-Sittner

"Construction and characterization of a sputter deposition system for coating granular materials"
Vacuum (2009), doi:10.1016/j.vacuum.2009.09.007

7.2 Contributions to Proceedings

J. Laimer, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell, H. Störi

"Atmospheric pressure radiofrequency capacitive plasma yet operated with argon"
Proc. 17th Symp. on Plasma Chemistry (ISPC 17)", 238-239, Canada, 2005

J. Laimer, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell, H. Störi
 "Glow-like discharges observed in an atmospheric pressure radio-frequency capacitive plasma jet operated with contaminated helium"
 Proc. XXVII Int. Conf. on Phenomena in Ionized Gases (ICPIC 2005)", XXVII Int. Conf. on Phenomena in Ionized Gases (ICPIC 2005), Eindhoven/Netherlands, 2005

H. Störi, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell, J. Laimer
 "alpha- and gamma-modes of an atmospheric pressure radio frequency plasma jet"
 Abstracts of Invited Lectures and Contributed Papers to ESCAMPIG XVIII (18th Europhysics Conf. on Atomic and Molecular Physics of Ionized Gases), (2006), 233 - 234

7.3 Talks and Poster Presentations

S. Haslinger, J. Hell, J. Laimer
 "Investigation of an atmospheric pressure radio-frequency capacitive plasma jet"
 Poster: Junior Scientist Conference 2006, TU Wien, 2006-04-19 - 2006-04-21

J. Laimer, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell
 "Glow-like discharges observed in an atmospheric pressure radio-frequency capacitive plasma jet operated with contaminated helium"
 Poster: XXVII Int. Conf. on Phenomena in Ionized Gases (ICPIG 2005), Eindhoven/Netherlands, 2005-07-17 - 2005-07-22

J. Hell, E. Neubauer, C. Eisenmenger-Sittner
 "Construction, Setup and characterisation of a sputterdeposition-system for granular material"
 Poster: JVC 11 2006, Prague/Czech Republic, 2006-09-24 - 2006-09-28

H. Störi, S. Haslinger, W. Meissl, J. Hell, J. Laimer
 "alpha- and gamma-modes of an atmospheric pressure radio frequency plasma jet"
 Poster: 18th Europhysics Conf. on the Atomic and Molecular Physics of Ionised Gases (ESCAMPIC XVIII), Lecce/Italy, 2006-07-12 - 2006-07-16

E. Neubauer, G. Kladler, C. Eisenmenger-Sittner, J.Hell, C. Prentice, P. Angerer, L.Ciupinski
 "Interface Design in Copper-Diamond composite by using PVD and CVD coated diamonds"
 Talk: 1st Conference on New Materials for Extreme Environments (ExtreMat), San Sebastian/Spain, 2008-06-02 – 2008-06-04

C. Eisenmenger-Sittner, B. Schwarz, J. Hell, E. Neubauer
 "Application of Vacuum Based Processes for the Production of Metal Matrix Composites"
 Poster: IUVSTA Highlights, ECM 100, Seoul/Korea, 2006-09-18 – 2006-09-22

E. Neubauer, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, P. Angerer
"Thermophysical Properties of Copper-Diamond Composites made from PVD coated diamonds"

Talk: European Congress and Exhibition on advanced materials and processes (EUROMAT 2007), Nürnberg/Germany, 2007-09-10 – 2007-09-13

D. Schäfer, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer

"Suppression of de-wetting of copper coatings on carbon substrates by metal (Cr, Mo, Ti) doped boron interlayers"

Poster: JVC 12, Balatonalmadi/Hungary, 2008-09-22 – 2008-09-26

M. Horkel, H. Mahr, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer

"Determination of the thickness of metal coatings on granular diamond materials by spatially resolved optical methods"

Poster: JVC 12, Balatonalmadi/Hungary, 2008-09-22 – 2008-09-26

8 Danksagung

Allen voran gilt mein ganz besonderer Dank Herrn Prof. Dr. Christoph Eisenmenger-Sittner, der in einigen Jahren der Zusammenarbeit in mehreren Projekten mehr als nur ein Betreuer für mich war. Er hatte nicht nur in Bezug auf diese Arbeit immer einen guten Ratschlag parat, sondern begleitete mich auch durch einen Teil meiner Studienzeit und schaffte es immer wieder mich zu motivieren und nach vorne blicken zu lassen.

Weiters möchte ich mich bei allen Kollegen der Arbeitsgruppe Dünnschichttechnologie des Institutes für Festkörperphysik, allen voran Herrn DI Dr. Bernhard Schwarz für ausgedehnte Diskussionen und hilfreiche Anregungen bedanken. Das familiäre Klima in dieser Arbeitsgruppe, das nicht zuletzt dem Arbeitsgruppenleiter, Herrn Prof. Dr. Eisenmenger-Sittner zu verdanken ist, schafft optimale Arbeitsbedingungen und lässt auch den Spaß nie zu kurz kommen.

Mein herzlicher Dank gilt meinen Studienkollegen, allen voran Herrn DI Stefan Haslinger und Herrn DI Anton Lechner, die mich durch mein gesamtes Studium begleitet haben und mit denen mich eine ganz besondere Freundschaft verbindet. Ich habe stets von den Gesprächen und Diskussionen mit meinen Studienkollegen profitiert und meine Anliegen stießen immer auf offene Ohren.

Ich möchte mich auf diesem Wege auch ganz herzlich bei meiner Familie, allen voran meinen Eltern Roswitha und Gerhard Hell, bedanken, die mir dieses Studium ermöglicht haben. Ohne ihre finanzielle und mentale Unterstützung, wäre es mir nicht möglich gewesen, diesen Weg zu gehen. Auch in Belangen des täglichen Lebens, die etwa vor umfangreichen Prüfungen zu kurz kommen, konnte ich immer auf die Hilfe meiner Familie zählen. Mein ganz besonderer Dank gilt auch meinem Bruder Matthias Hell und meiner Freundin Bettina Kern, die mich insbesondere in schwierigen Phasen immer wieder motivieren konnten.

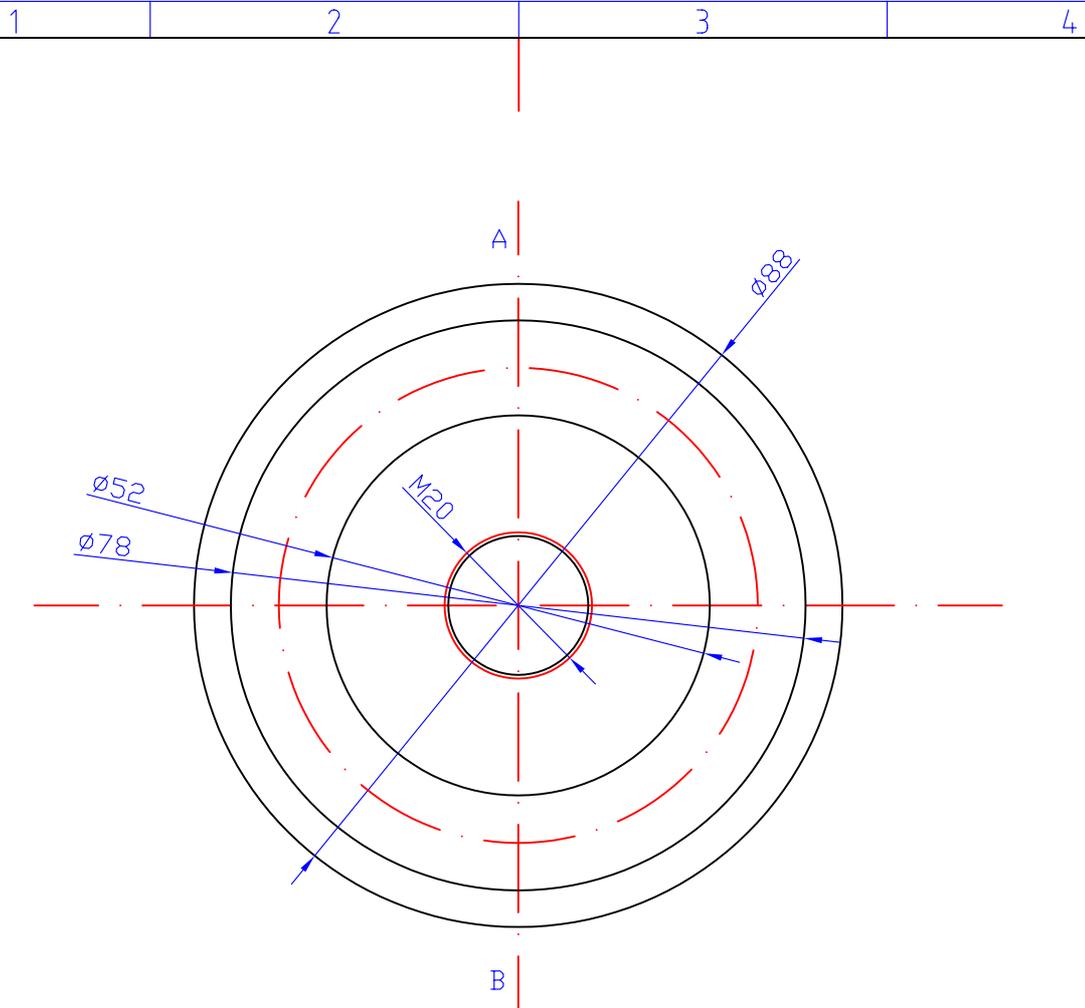
Weiters möchte ich mich bei allen Mitarbeitern der Werkstatt des Institutes für Festkörperphysik, allen voran Herrn Andreas Lahner und Herrn Roland Oppelmayer, von dem ich hoffe, dass er seinen wohlverdienten Ruhestand genießt, ganz herzlich bedanken. Die gesamte Werkstattbelegschaft ist mir in der Konstruktionsphase mit Rat und Tat zur Seite gestanden und hat die Fertigung des Großteils der Anlage übernommen.

Mein ganz besonderer Dank gilt der AIT Austrian Institute of Technology GmbH für die Finanzierung dieses Projektes. Im Besonderen möchte ich mich auf diesem Wege bei Herrn DI Dr. Erich Neubauer bedanken, der Initiator dieses Projektes war. Herr Dr. Neubauer hat mich während der gesamten Arbeit immer wieder unterstützt und neben Herrn Prof. Dr. Eisenmenger-Sittner die „Co-Betreuung“ übernommen.

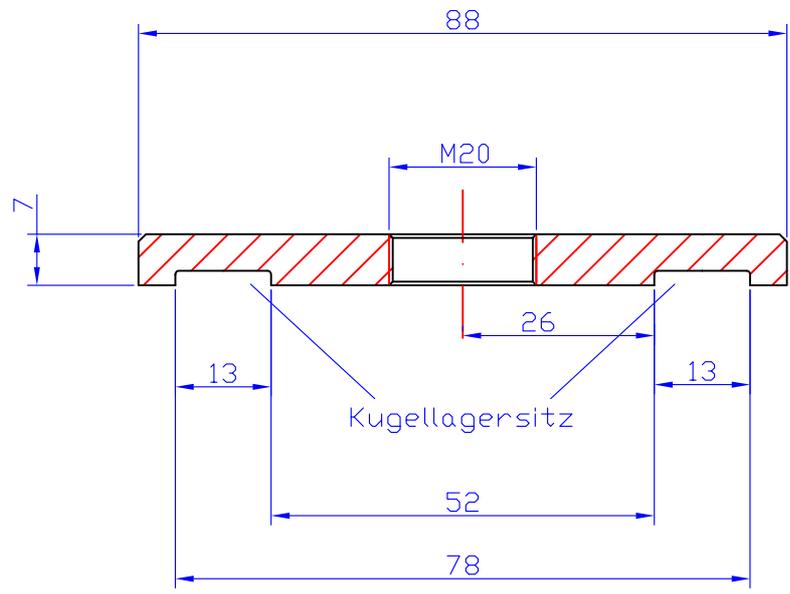
9 Anhang

9.1 Anhang A:

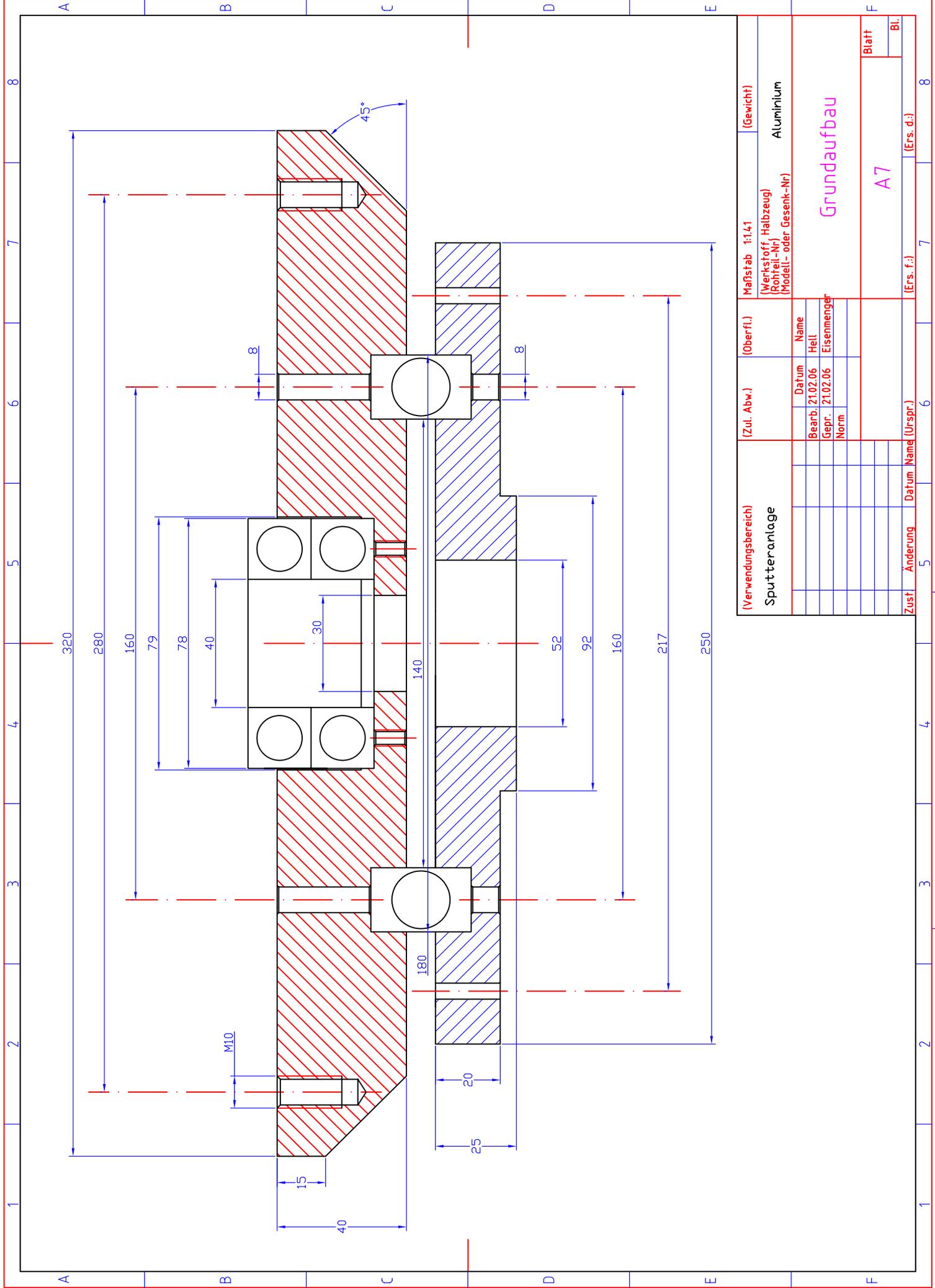
Konstruktionspläne der Baugruppe Grundrad



Schnitt AB



(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium	
		Datum		Name		Kugellagerdruckscheibe			
		Bearb. 29.03.06		Hell					
		Gepr. 29.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						A4		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	



(Verwendungsbereich) Sputteranlage	(Zul. Abw.)	(Oberfl.)		Maßstab 1:1,4:1	(Gewicht)	
		(Werkstoff Halbzweig)				Aluminium
		(Rohteil-Nr)				
		(Modell- oder Gesenk-Nr)				
		Grundaufbau				
				(Ers. f.)	(Ers. d.)	
				(Blatt)	Bl.	

A7

9.2 Anhang B:

Konstruktionspläne der Baugruppe Trägersystem

1

2

3

4

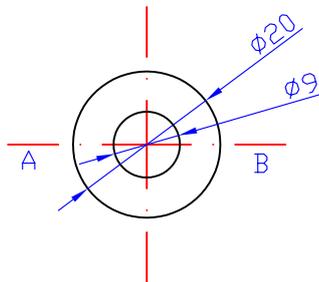
A

B

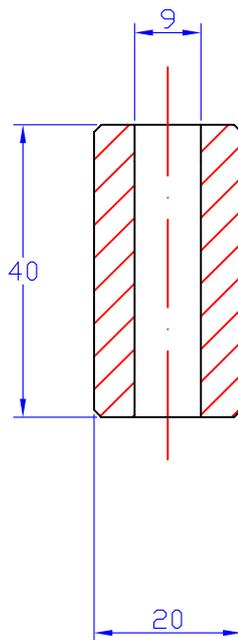
C

D

E

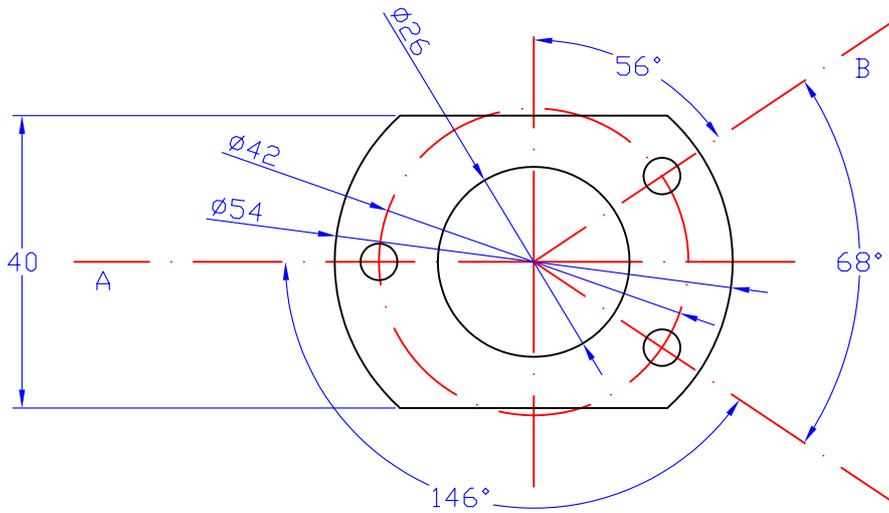


Schnitt AB

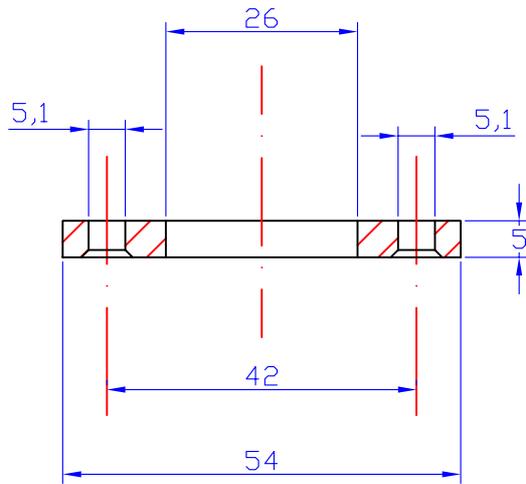


(Verwendungsbereich)				(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage								(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
				Datum		Name		Achsenfixierhülse			
				Bearb. 29.03.06		Hell					
				Gepr. 29.03.06		Eisenmenger					
				Norm							
								B1		Blatt	
										Bl.	
Zust.		Änderung		Datum		Name (Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

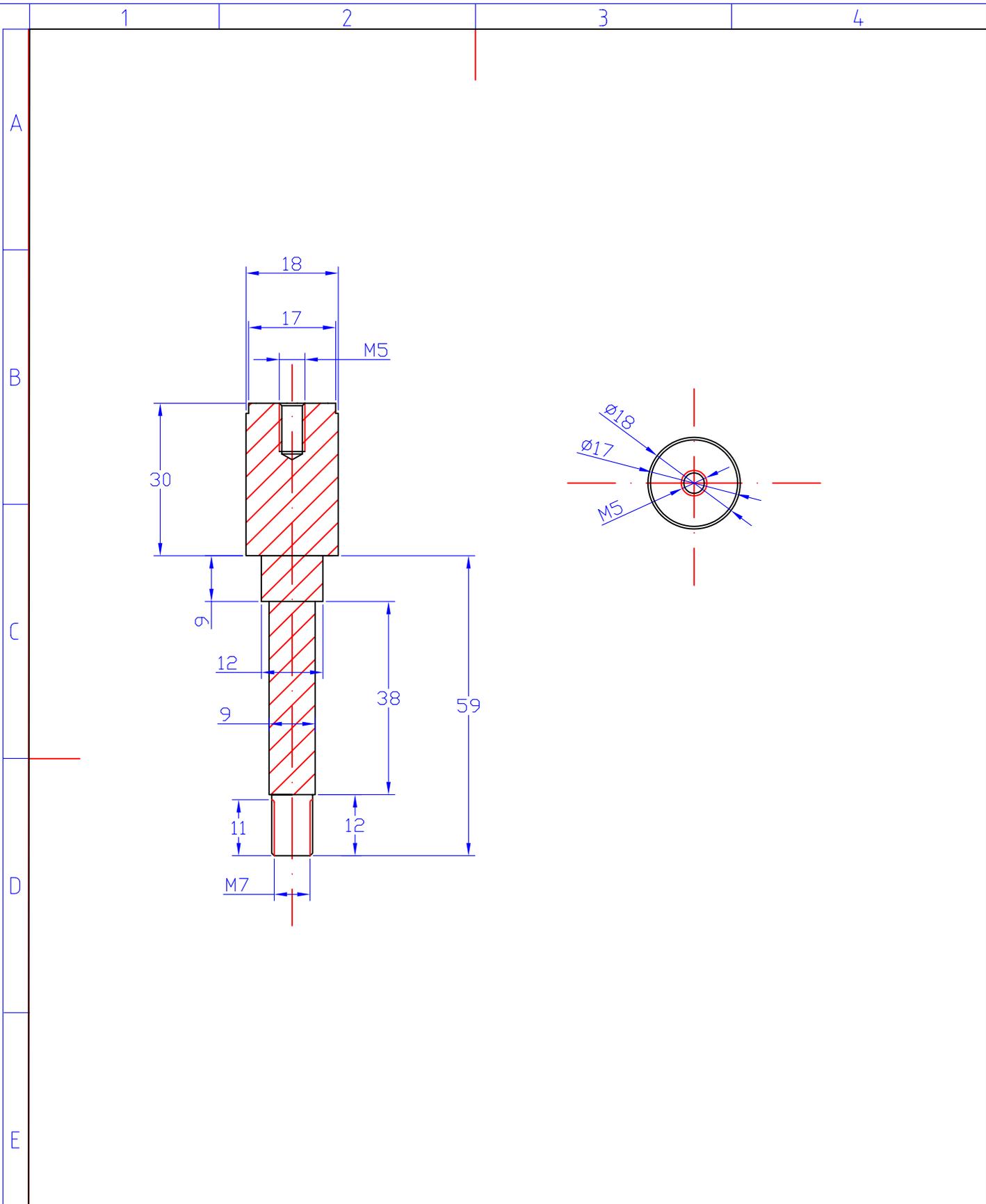
F



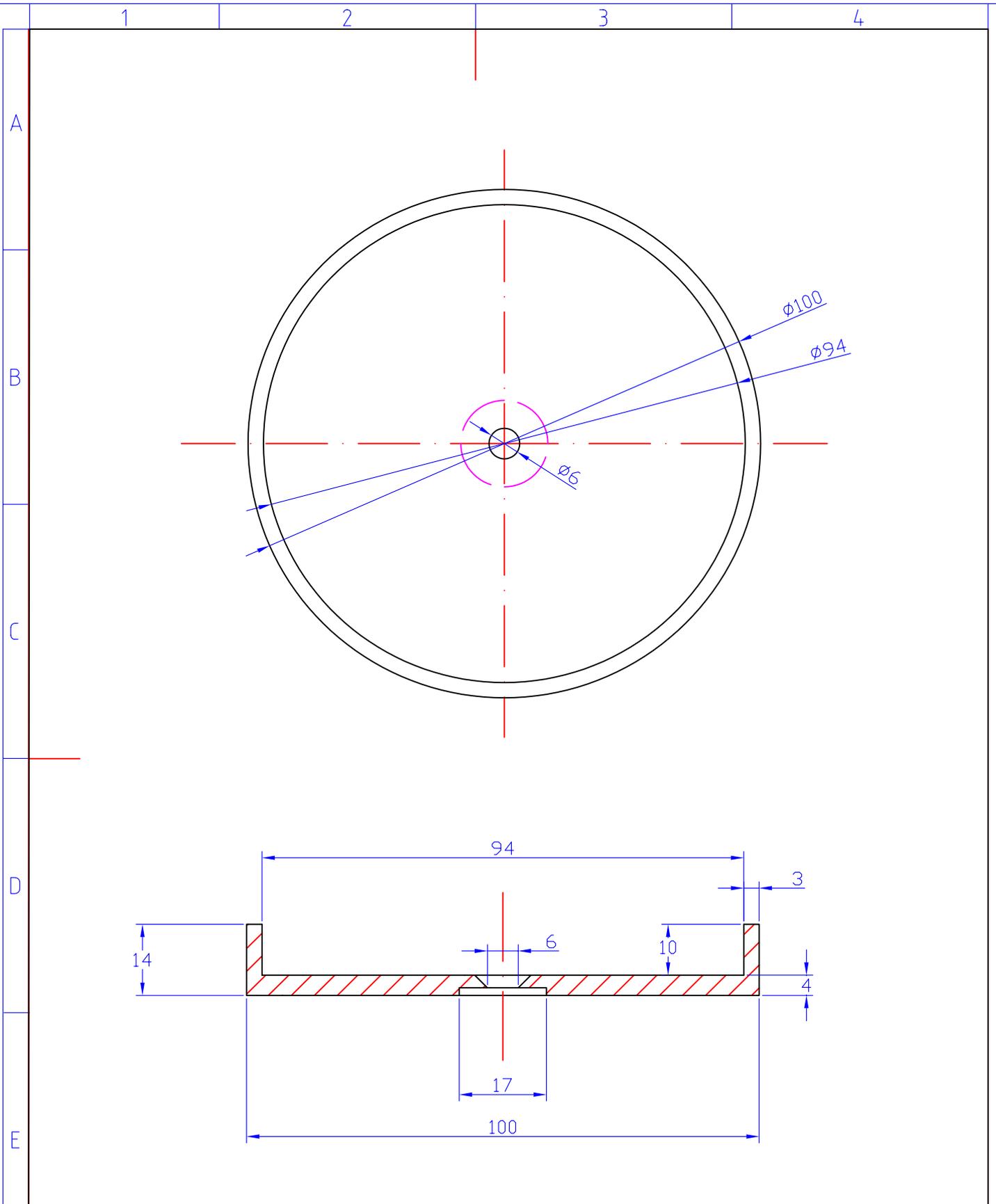
Schnitt AB



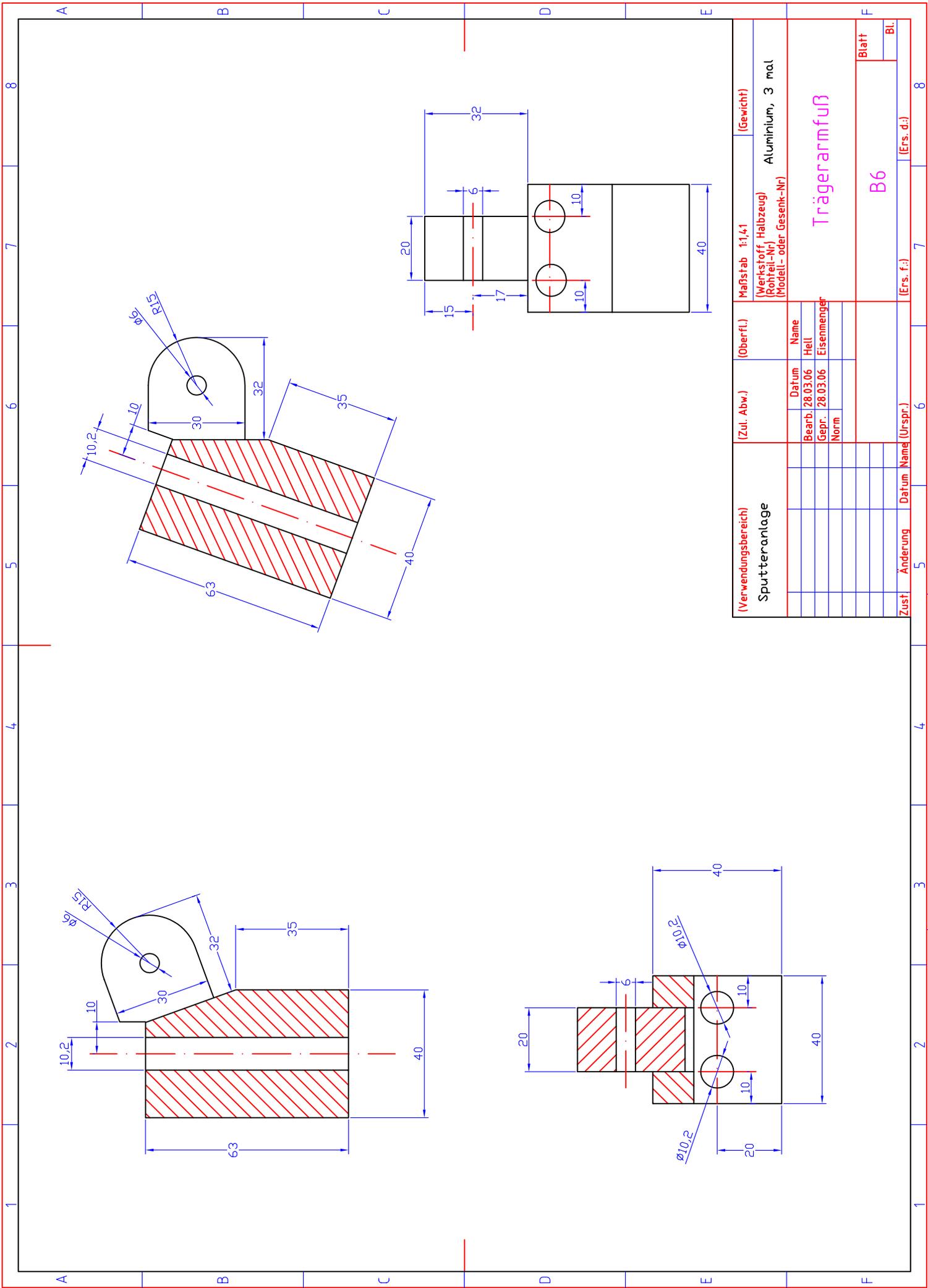
(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
		Datum		Name		Kugellagerfixierungsring			
		Bearb. 29.03.06		Hell					
		Gepr. 29.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						B2		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	



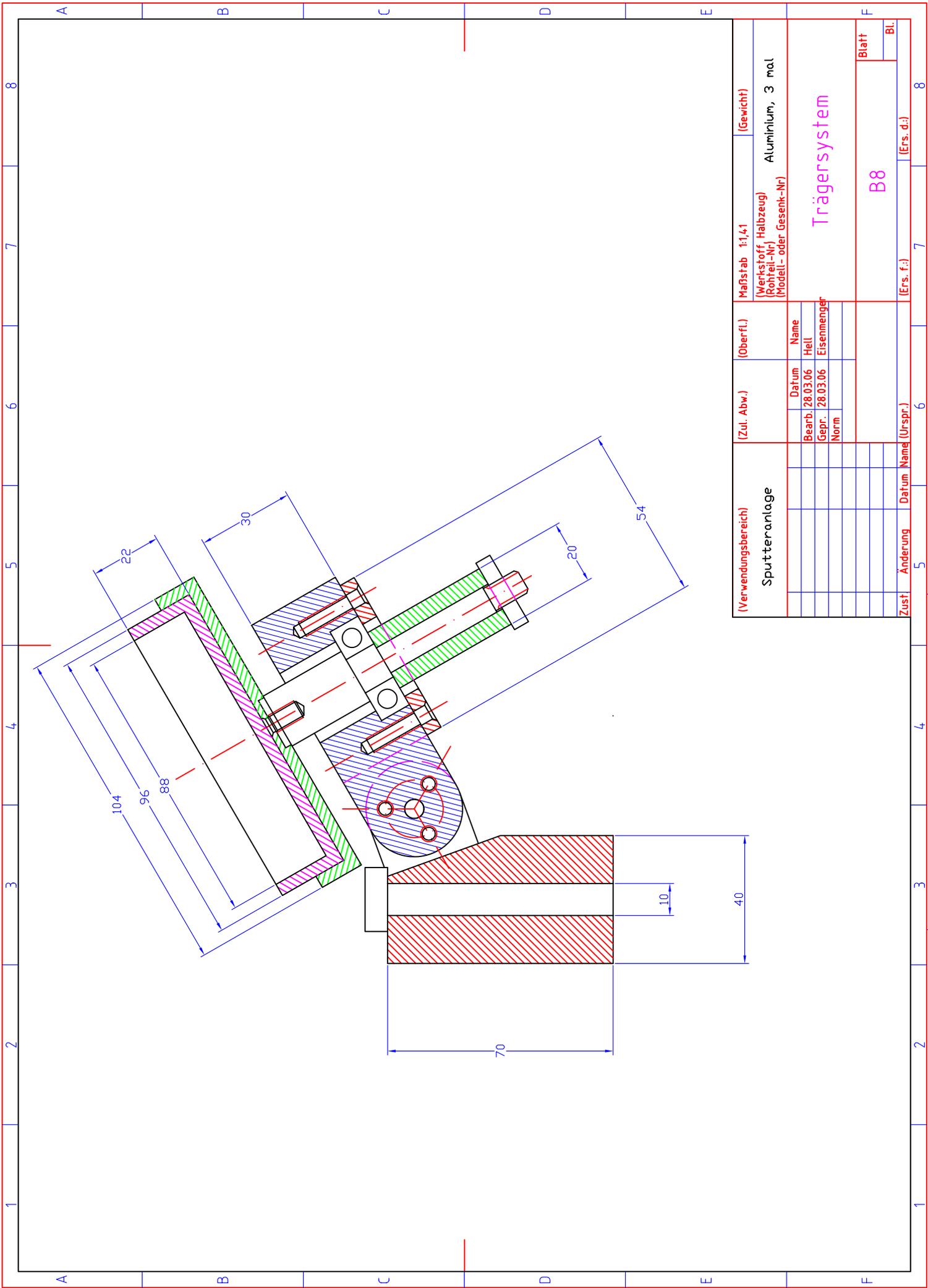
(Verwendungsbereich) Sputteranlage		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
				Datum		Name		Planetenschalenachse	
		Bearb. 01.03.06		Hell					
		Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						B3		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	



(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
		Datum		Name		Planetenschalenaufnahmen			
		Bearb. 01.03.06		Hell					
		Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						B4		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	



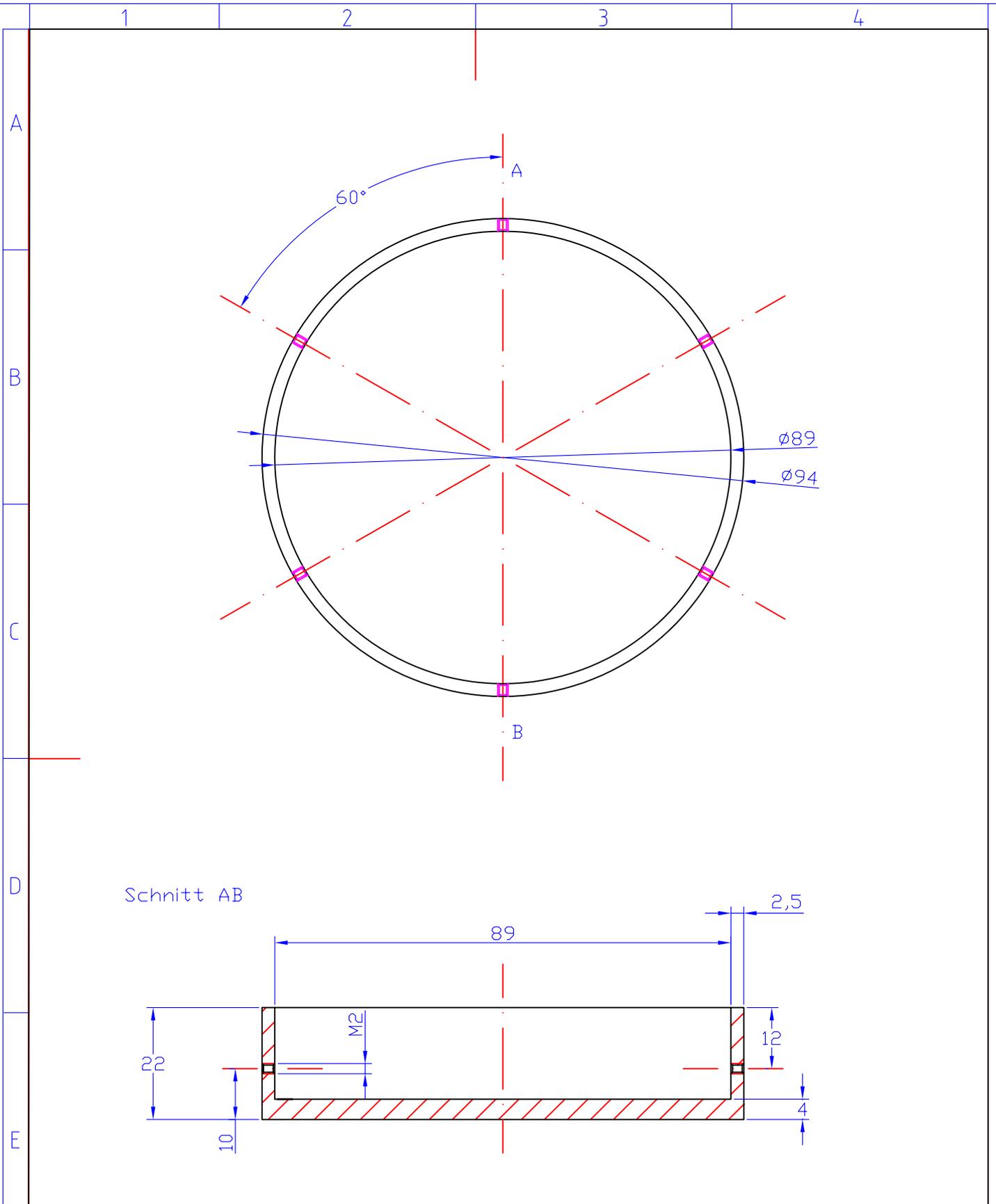
(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1,4:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						Aluminium, 3 mal		Trägerarmfuß	
		Bearb. 28.03.06		Name		Aluminium, 3 mal		Blatt	
		Gepr. 28.03.06		Hell		Aluminium, 3 mal		B6	
		Norm		Eisenmenger		Aluminium, 3 mal		(Ers. d.)	
						Aluminium, 3 mal		Bl.	
						Aluminium, 3 mal		(Ers. f.)	
						Aluminium, 3 mal		8	
						Aluminium, 3 mal		7	
						Aluminium, 3 mal		6	
						Aluminium, 3 mal		5	
						Aluminium, 3 mal		4	
						Aluminium, 3 mal		3	
						Aluminium, 3 mal		2	
						Aluminium, 3 mal		1	
						Aluminium, 3 mal		8	
						Aluminium, 3 mal		7	
						Aluminium, 3 mal		6	
						Aluminium, 3 mal		5	
						Aluminium, 3 mal		4	
						Aluminium, 3 mal		3	
						Aluminium, 3 mal		2	
						Aluminium, 3 mal		1	



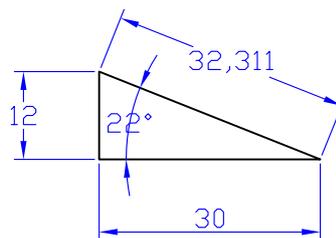
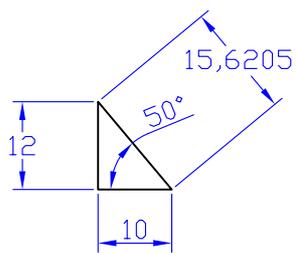
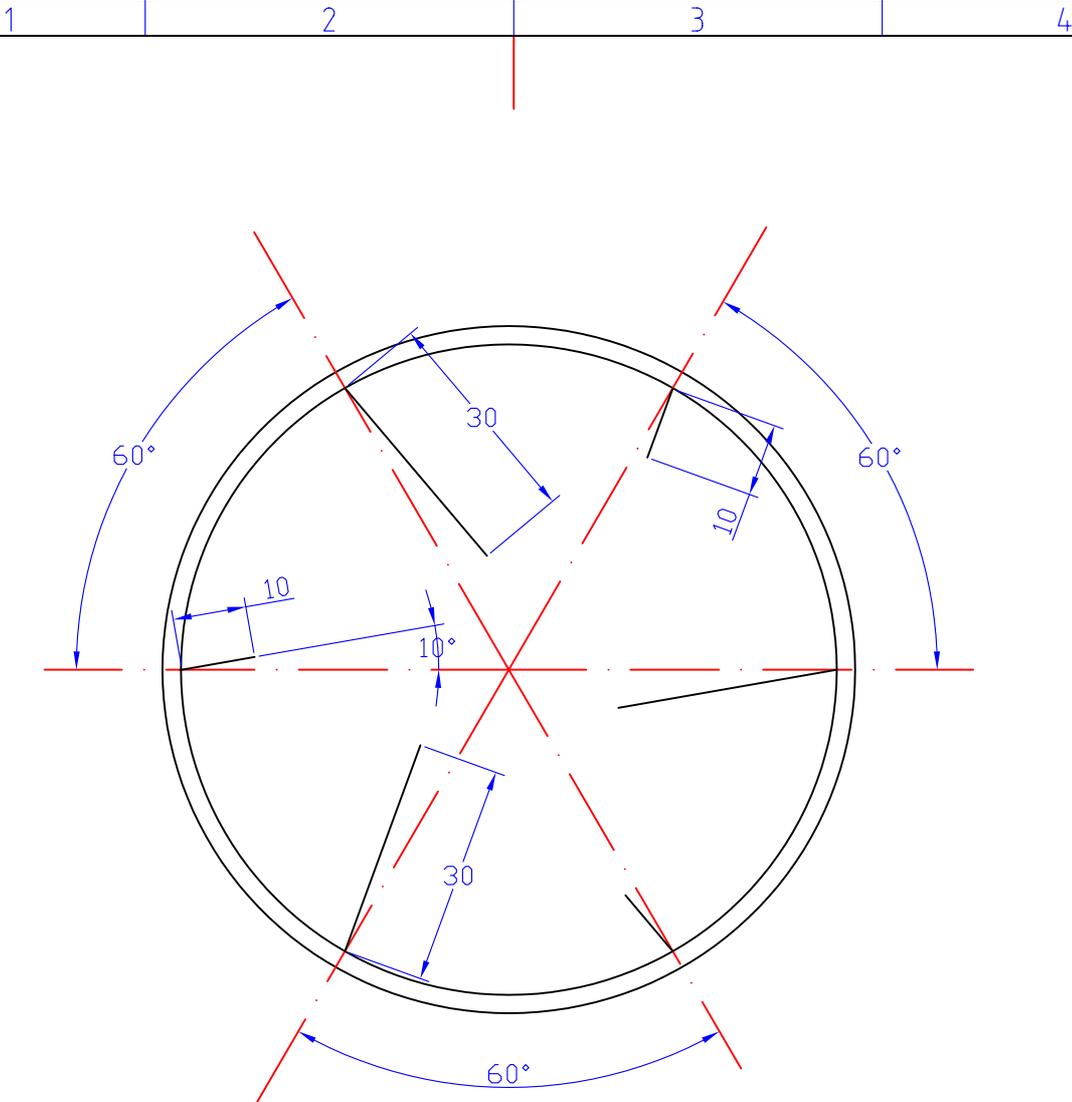
(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1,4:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						Aluminium, 3 mol			
		Bearb. 28.03.06		Name		Trägersystem			
		Gepr. 28.03.06		Hell		B8			
		Norm		Eisenmenger					
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)	(Ers. f.)	(Ers. d.)	Blatt		
							B8		
							Bl.		

9.3 Anhang C:

Konstruktionspläne der Baugruppe Schalen



(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
		Datum		Name		Planetenschale			
		Bearb. 01.03.06		Hell					
		Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						C1		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.):	



(Verwendungsbereich)			(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)		
Sputteranlage							(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr)		Aluminium, je 3 mal		
							(Modell- oder Gesenk-Nr)				
			Datum		Name		Teilung Schale 1, Version 1				
			Bearb. 01.03.06		Hell						
			Gepr. 01.03.06		Eisenmenger						
			Norm								
							C2		Blatt		
									Bl.		
Zust.		Änderung		Datum		Name (Urspr.)		(Ers. f.)		(Ers. d.)	

1 2 3 4

A

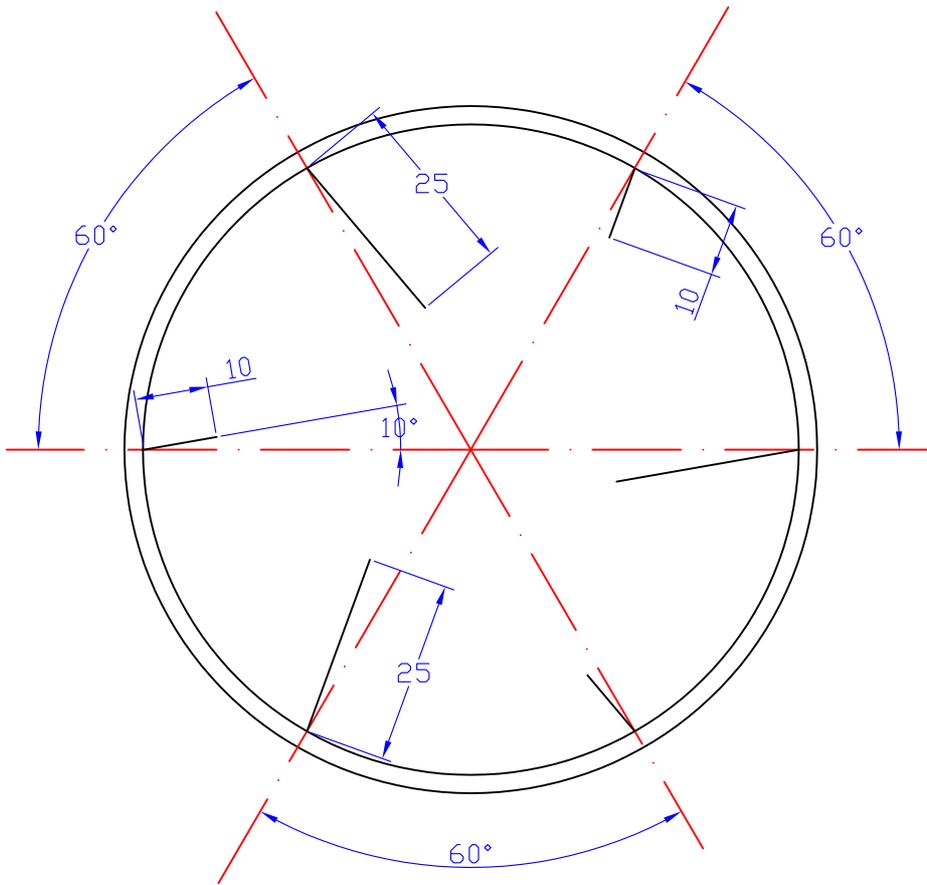
B

C

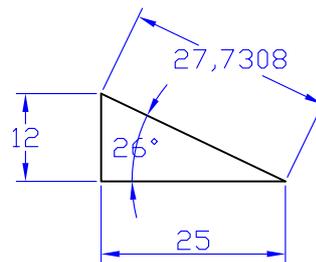
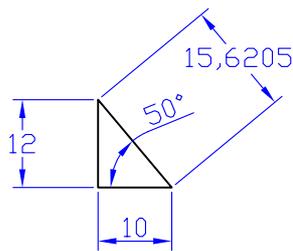
D

E

F



Schaleninnenseiten polieren



(Verwendungsbereich)			(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)		
Sputteranlage							(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr)		Aluminium, je 3 mal		
			Datum		Name		Teilung Schale 1, Version 2				
			Bearb. 01.03.06		Hell						
			Gepr. 01.03.06		Eisenmenger						
			Norm								
							C3				Blatt
											Bl.
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)			(Ers. d.):		

1 2 3 4

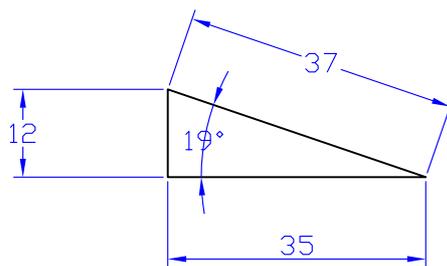
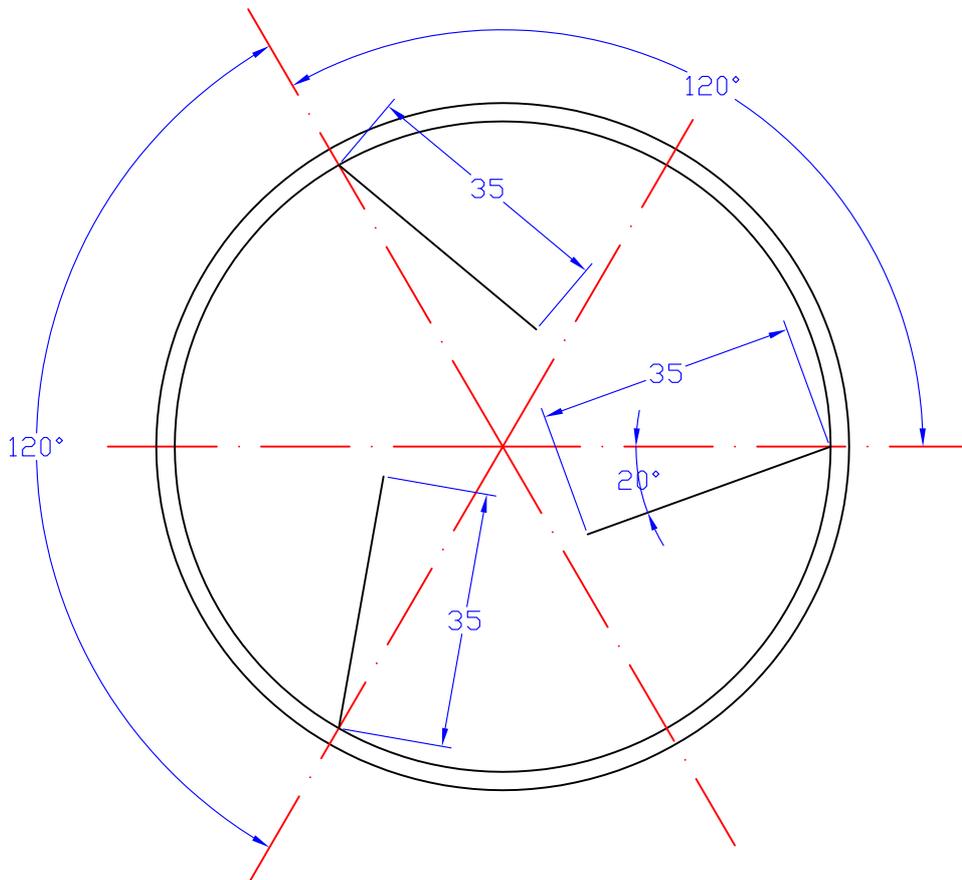
A

B

C

D

E



F

(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
			Datum	Name		Teilung Schale 2, Version 1			
			Bearb. 01.03.06	Hell					
			Gepr. 01.03.06	Eisenmenger					
			Norm						
						C4		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

1 2 3 4

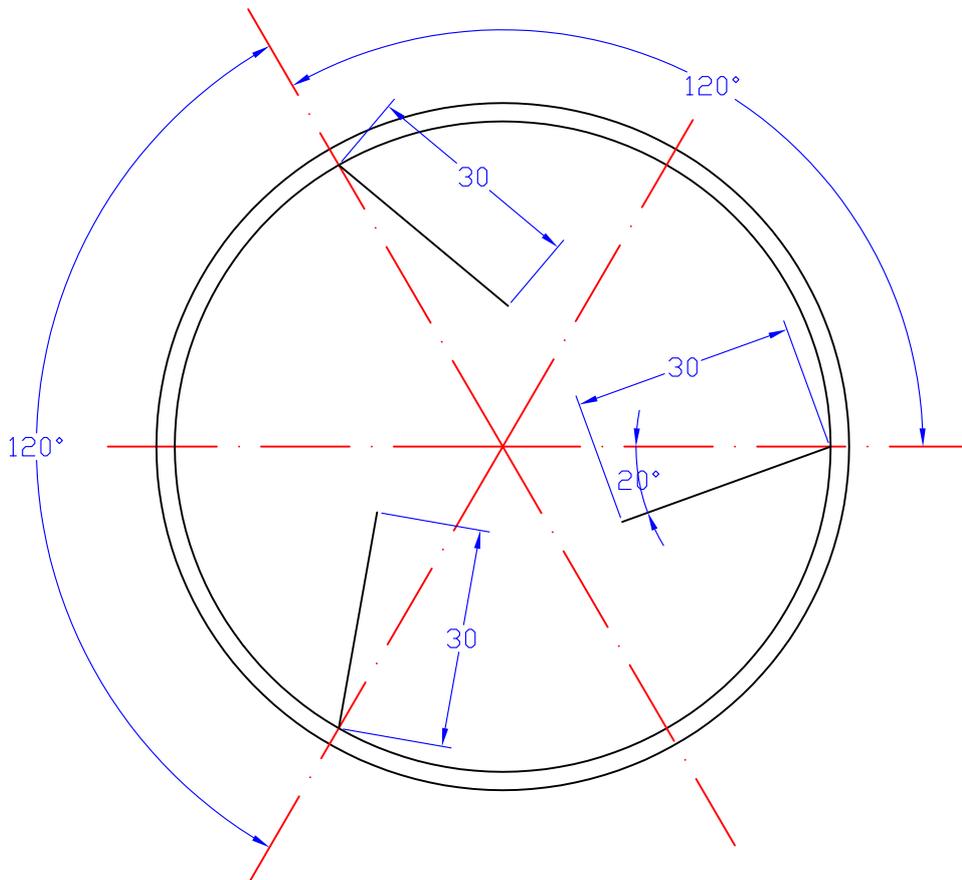
A

B

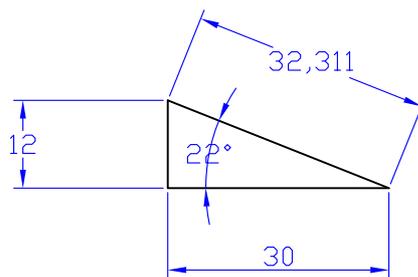
C

D

E



Schaleninnenseiten polieren



(Verwendungsbereich)			(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)		
Sputteranlage							(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal		
			Datum		Name		Teilung Schale 2, Version 2				
			Bearb. 01.03.06		Hell						
			Gepr. 01.03.06		Eisenmenger						
			Norm								
							C5				Blatt
											Bl.
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)			(Ers. f.:)		(Ers. d.):		

F

1 2 3 4

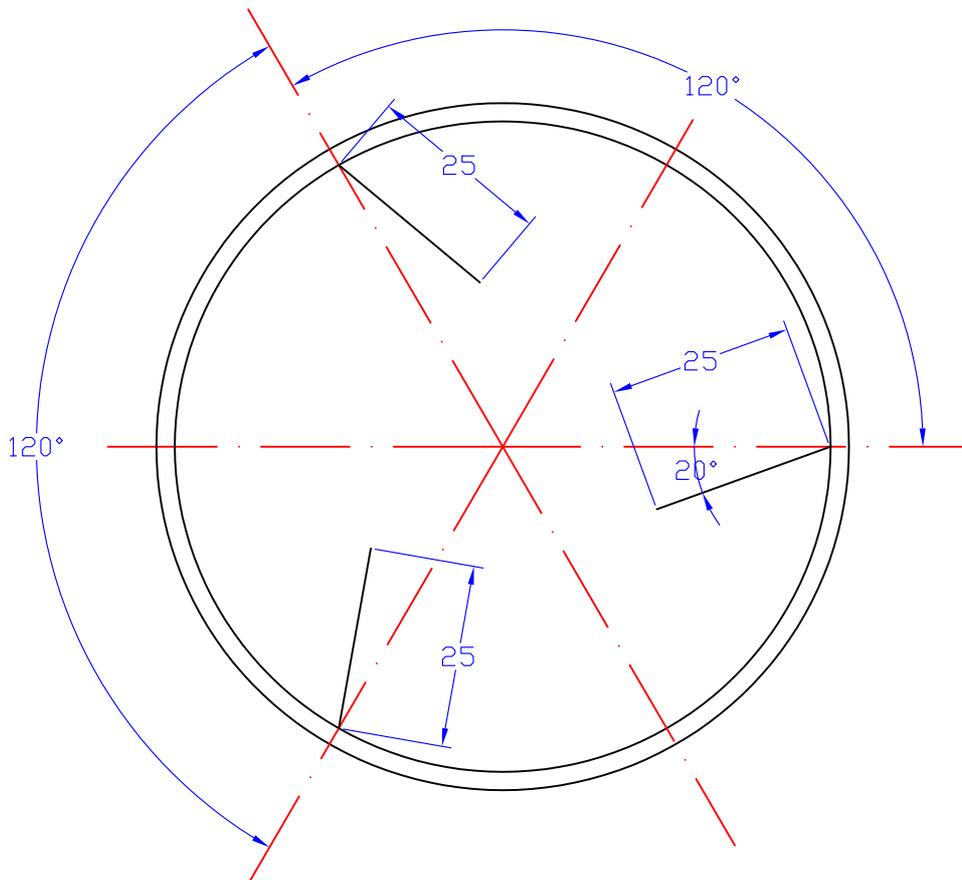
A

B

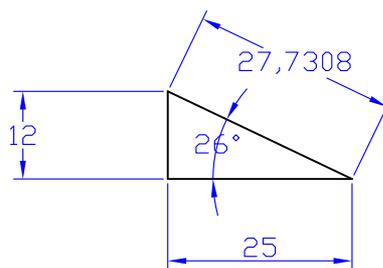
C

D

E



Schaleninnenseiten polieren



(Verwendungsbereich)				(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage								(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
				Datum		Name		Teilung Schale 2, Version 3			
				Bearb. 01.03.06		Hell					
				Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
				Norm							
								C6		Blatt	
										Bl.	
Zust.		Änderung		Datum		Name (Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

F

1 2 3 4

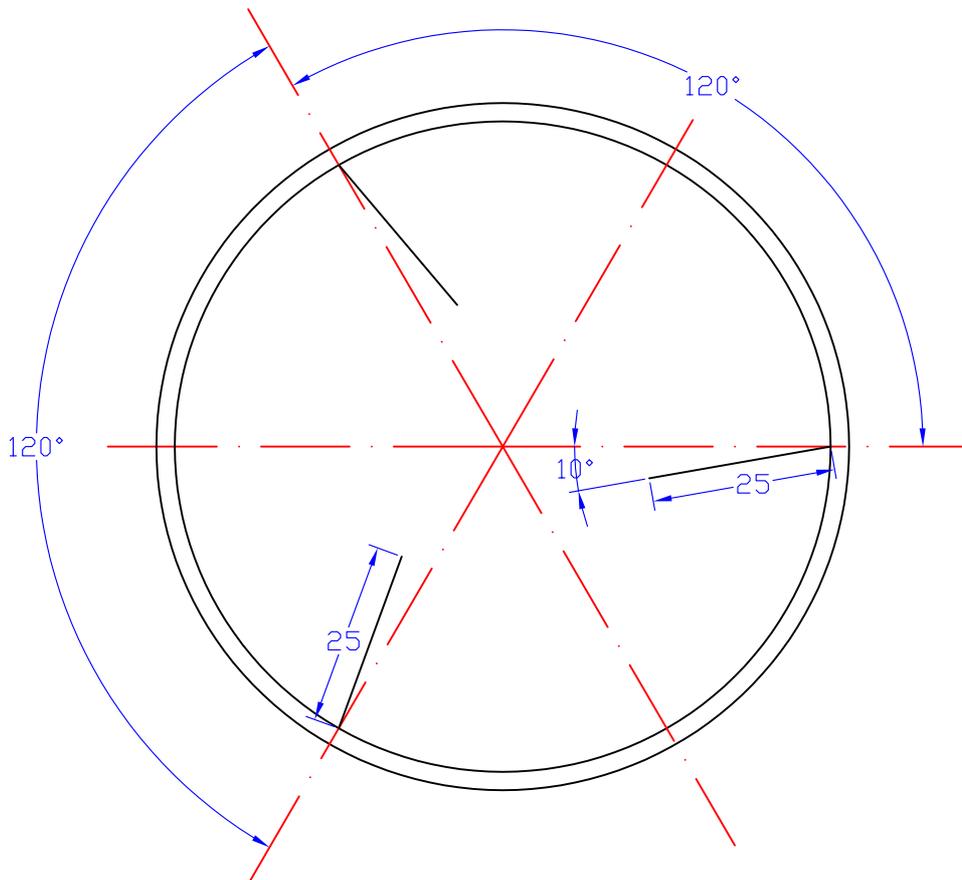
A

B

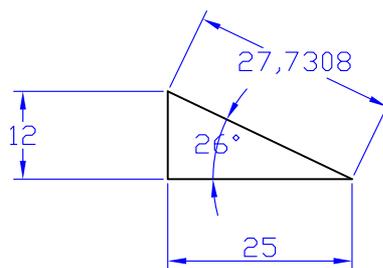
C

D

E



Schaleninnenseiten polieren



F

(Verwendungsbereich)				(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage								(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 3 mal	
				Datum		Name		Teilung Schale 2, Version 4			
				Bearb.	01.03.06	Hell					
				Gepr.	01.03.06	Eisenmenger					
				Norm							
								C7		Blatt	
										Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)				(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

1 2 3 4

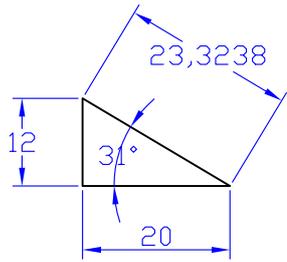
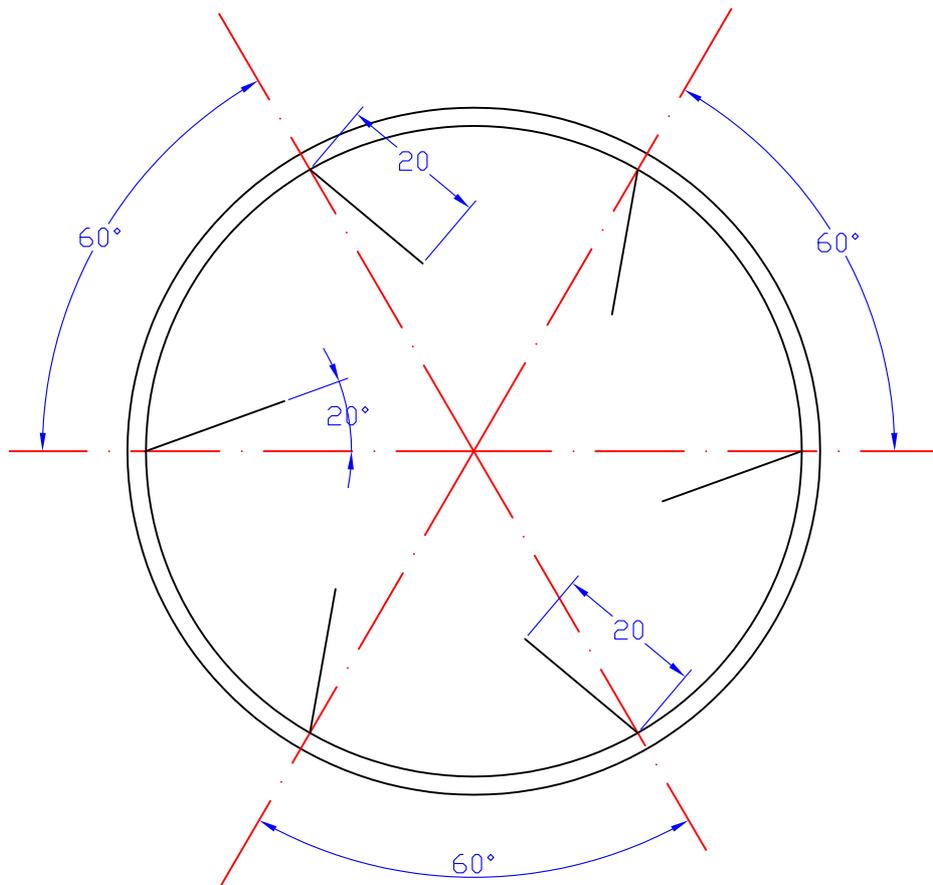
A

B

C

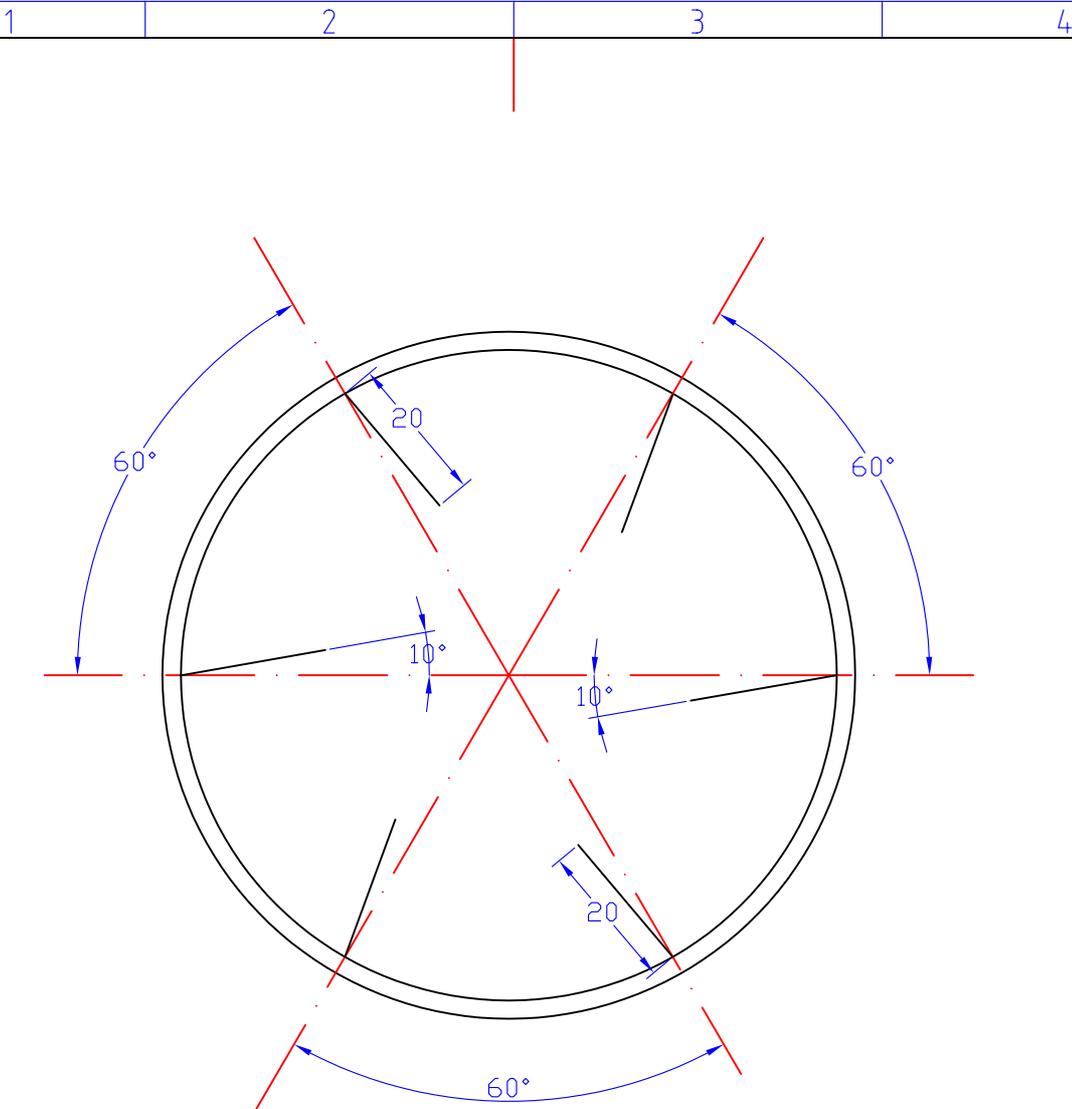
D

E

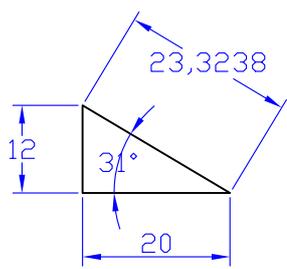


F

(Verwendungsbereich)			(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage							(Werkstoff, Halbzeug)		Aluminium, 6 mal	
							(Rohteil-Nr)			
							(Modell- oder Gesenk-Nr)			
			Datum		Name		Teilung Schale 3, Version 1			
			Bearb. 01.03.06		Hell					
			Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
			Norm							
							C8		Blatt	
									Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.):		



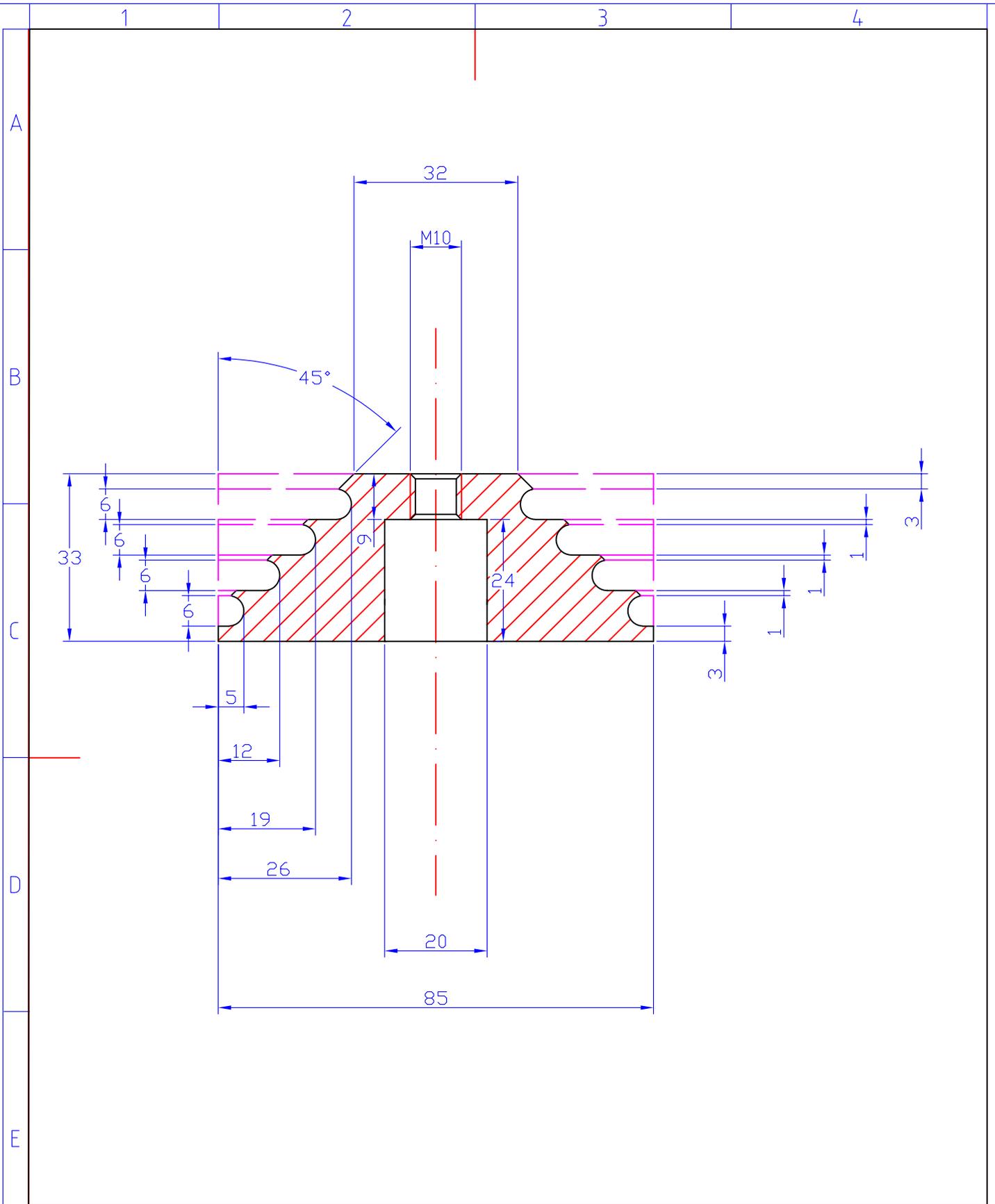
Schaleninnenseiten polieren



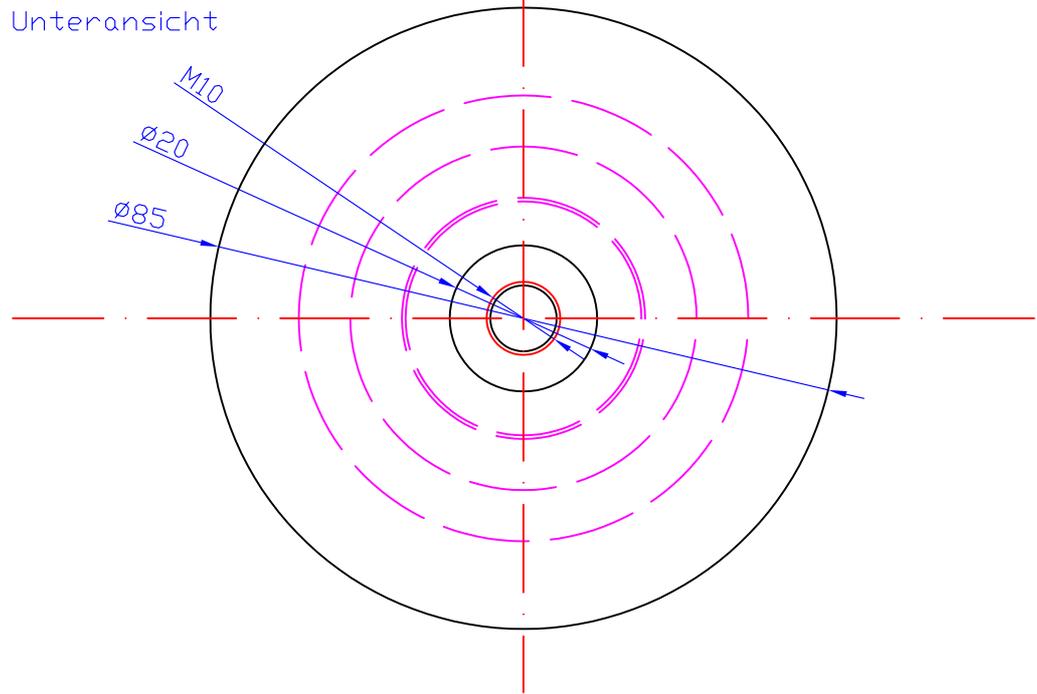
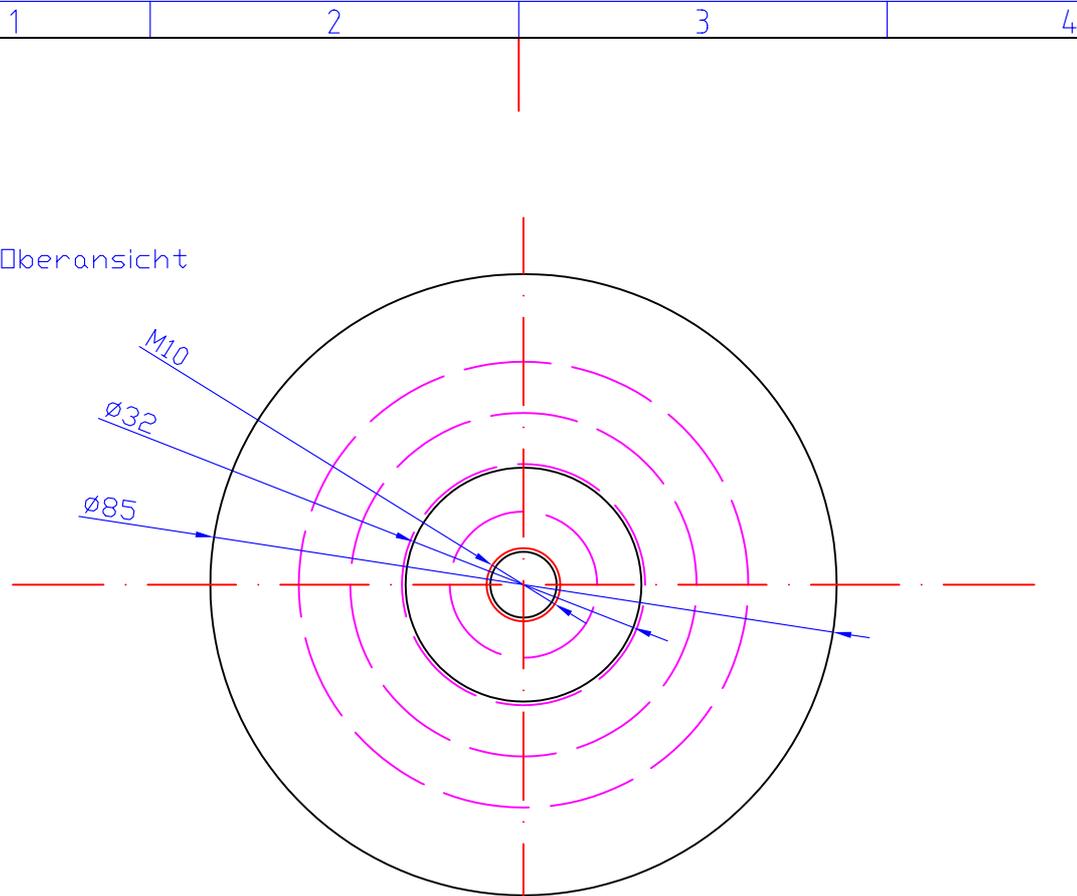
(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium, 6 mal	
		Datum		Name		Teilung Schale 3, Version 2			
		Bearb. 01.03.06		Hell					
		Gepr. 01.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						C9		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

9.4 Anhang D:

Konstruktionspläne der Baugruppe Antrieb

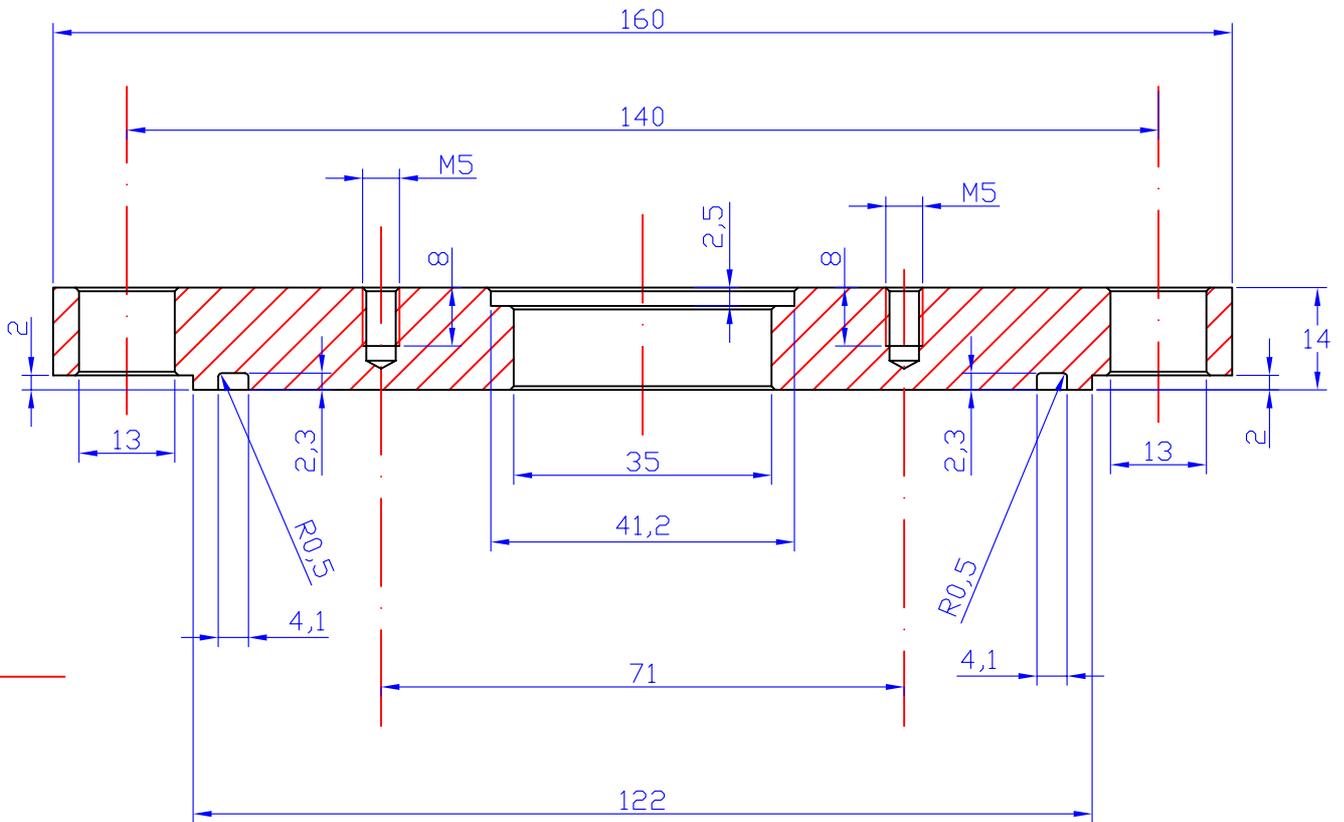


(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium	
				Datum		Name		Kegelreibungsantrieb	
				Bearb. 22.02.06		Hell			
				Gepr. 22.02.06		Eisenmenger			
				Norm					
								Blatt	
								D1	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.):	

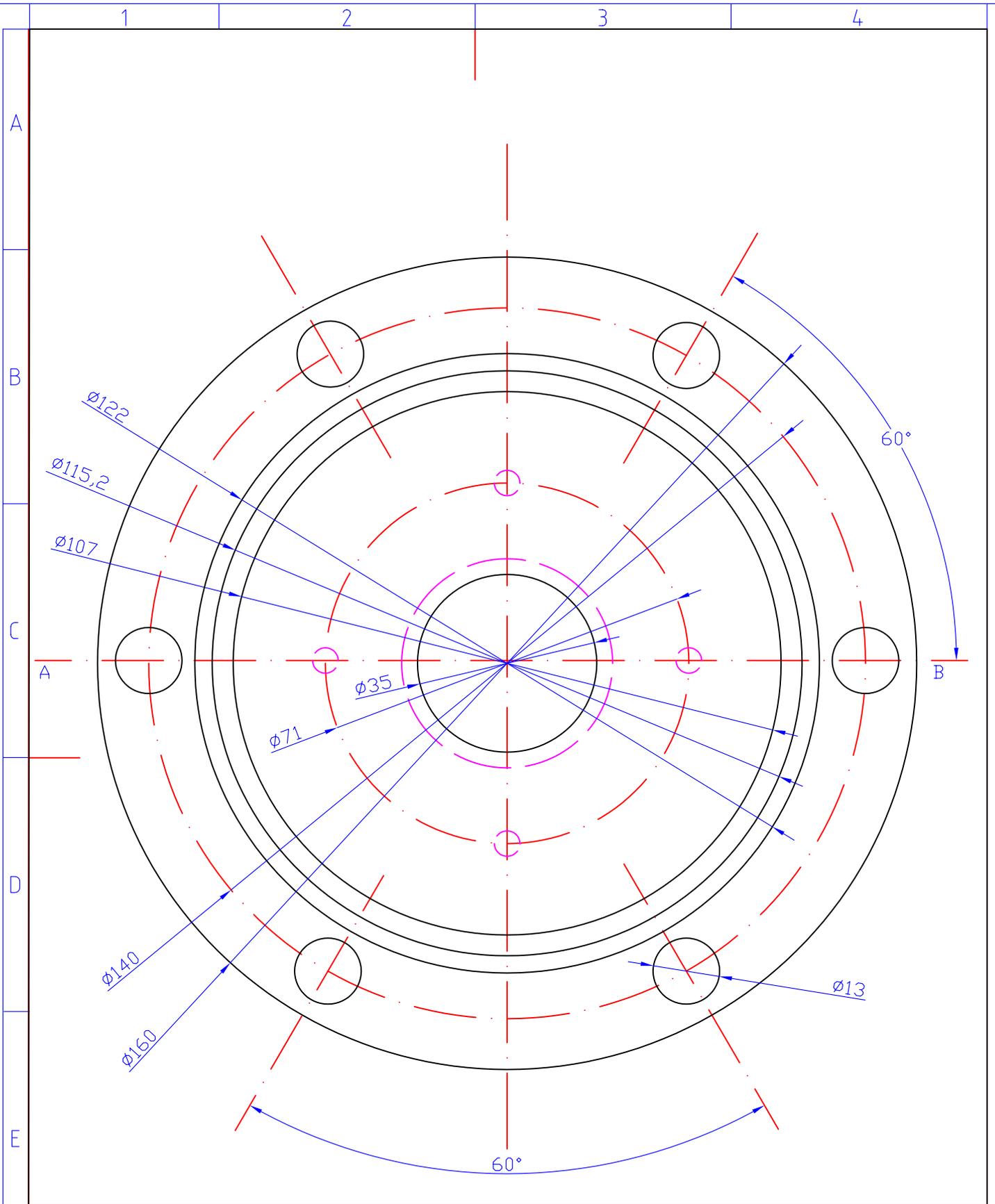


(Verwendungsbereich)				(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage								(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium	
				Datum		Name		Kegelreibungsantrieb			
				Bearb. 28.02.06		Hell					
				Gepr. 28.02.06		Eisenmenger					
				Norm							
								D2		Blatt	
										Bl.	
Zust.		Änderung		Datum		Name (Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	

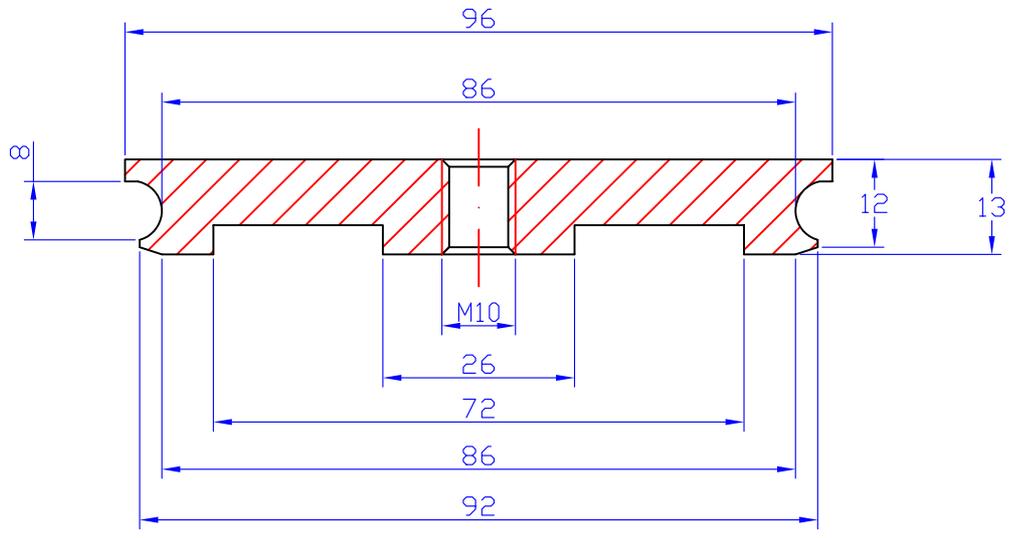
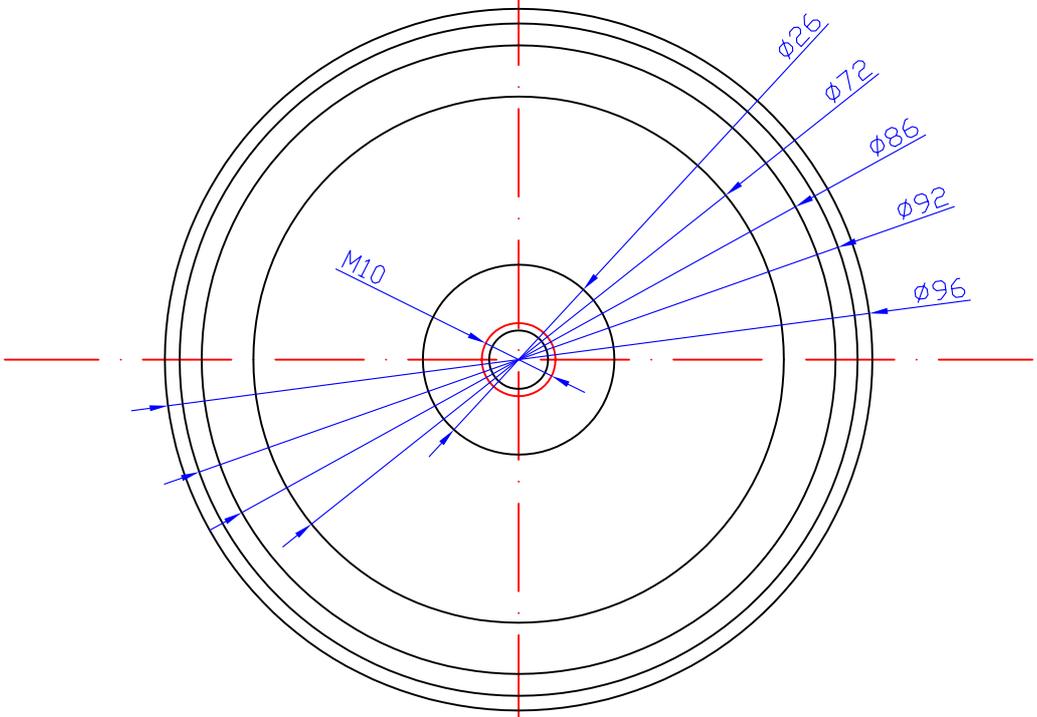
Schnitt A-B



(Verwendungsbereich)			(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage							(Werkstoff, Halbzeug)		Aluminium	
							(Rohteil-Nr)			
							(Modell- oder Gesenk-Nr)			
			Datum		Name		Motorflansch			
			Bearb. 18.01.05		Hell					
			Gepr. 19.01.05		Eisenmenger					
			Norm							
							D4			
Zust.			Änderung		Datum		Name (Urspr.)		(Ers. f.:)	
									(Ers. d.):	
									Blatt	
									Bl.	



(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium	
		Datum		Name		Motorflansch			
		Bearb. 17.01.05		Hell					
		Gepr. 18.01.05		Eisenmenger					
		Norm							
						D5		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.):	



(Verwendungsbereich)		(Zul. Abw.)		(Oberfl.)		Maßstab 1:1		(Gewicht)	
Sputteranlage						(Werkstoff, Halbzeug) (Rohteil-Nr) (Modell- oder Gesenk-Nr)		Aluminium	
		Datum		Name		Planetenschalenantriebsrad			
		Bearb. 23.03.06		Hell					
		Gepr. 23.03.06		Eisenmenger					
		Norm							
						D7		Blatt	
								Bl.	
Zust.	Änderung	Datum	Name	(Urspr.)		(Ers. f.:)		(Ers. d.:)	