
ATOMLAGENABSCHIEDUNG (ALD) FÜR FUNKTIONALE SCHICHTEN AUF TEXTILEN STRUKTUREN

Mario Krug



SmartTex-Workshop, Weimar 13.10.2016

INHALT

- 1. Einleitung
- 2. Was ist ALD?
- 3. Beschichtungsmaterialien
- 4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur
- 5. ALD-Technologie im Fraunhofer IKTS
- 6. Zusammenfassung / Ausblick

1. Einleitung

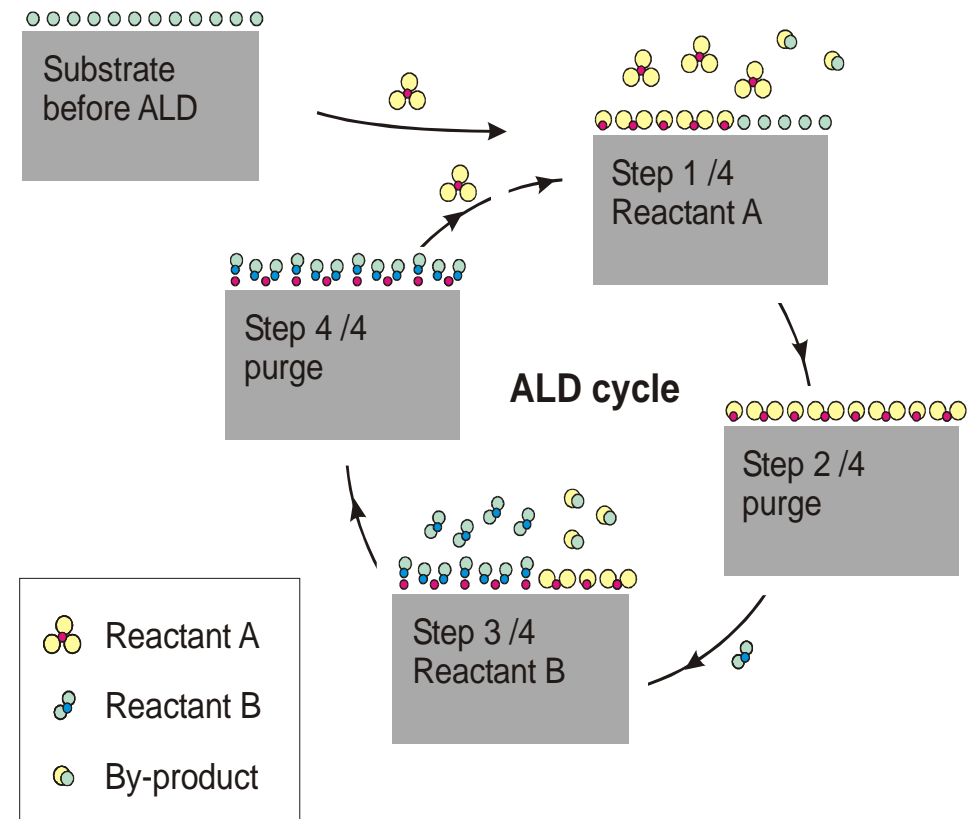
- hochqualitative Beschichtungen mit dünnen Schichten ($< 10 \mu\text{m}$) spielen immer größere Rolle in technischen Anwendungen
- sehr oft in gewünschter Qualität nur mit Vakuumverfahren herstellbar
 - Anwendungen: optische Schichtsysteme; Elektronik; Schutzschichten;.....
 - Substrate: Großflächensubstrate (Glas, Folie,...) und kleinflächige Substrate / Stückgut (Wafer,...)
- Typische 2d-Substrate mit relativ einfacher Geometrie (Scheiben, Folie, Rohre,...)
- Etablierte Beschichtungstechnologien:
 - **PVD** (physikalical vapour deposition): Bedampfen, Magnetronspütern
 - **CVD / PECVD** (chemical vapour deposition): anorganische/organische Precursoren mit/ohne Plasma

1. Einleitung

- Vorteile etablierte Technologien:
 - große Materialvielfalt
 - relativ hohe Beschichtungsrate
 - geringe Abscheidungstemperatur (PVD)
 - bedingte 3d-Fähigkeit (CVD)
- Nachteile:
 - Keine homogenen Beschichtungen bei komplexen 3d-Substraten
- Was sind Textilien für eine Substratart?
 - hochkomplexe 3d-Substrate mit sehr großer Oberfläche
 - bei Beschichtung mittels PVD „liegt“ das Schichtmaterial auf dem Textil
- Gibt es ein Vakuumverfahren mit besserer Eignung für 3d-Substrate?

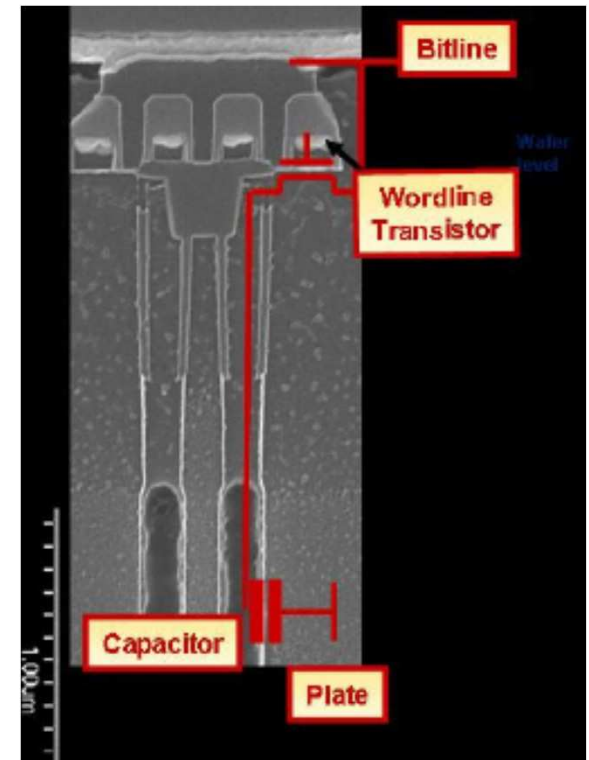
2. Was ist ALD?

- ALD – atomic layer deposition
- verwandt mit CVD, aber:
 - 2 oder mehr **Precursoren** werden **nacheinander, getrennt durch Spülgaspulse** in den Rezipienten gepulst
 - **Chemisorption** an der Substratoberfläche
 - **keine chemischen Reaktionen in der Gasphase**
 - **selbstlimitierender** Prozess
 - Temperaturbereich: RT – 400 °C
 - Druckbereich: 1 mbar – 1000 mbar



2. Was ist ALD?

- dadurch Eigenschaften wie
 - konformale Beschichtung von Oberflächen
 - **exzellente 3d-Fähigkeit**
 - sehr gute Schichtdickenkontrolle
- **ABER:**
 - geringe Abscheidungsrate
 - Einschränkung bei Beschichtungsmaterialien
- Einsatzgebiete:
 - Mikroelektronik
 - zunehmend in Displaytechnologie
 - andere Einsatzgebiete sind im frühen F&E-Stadium



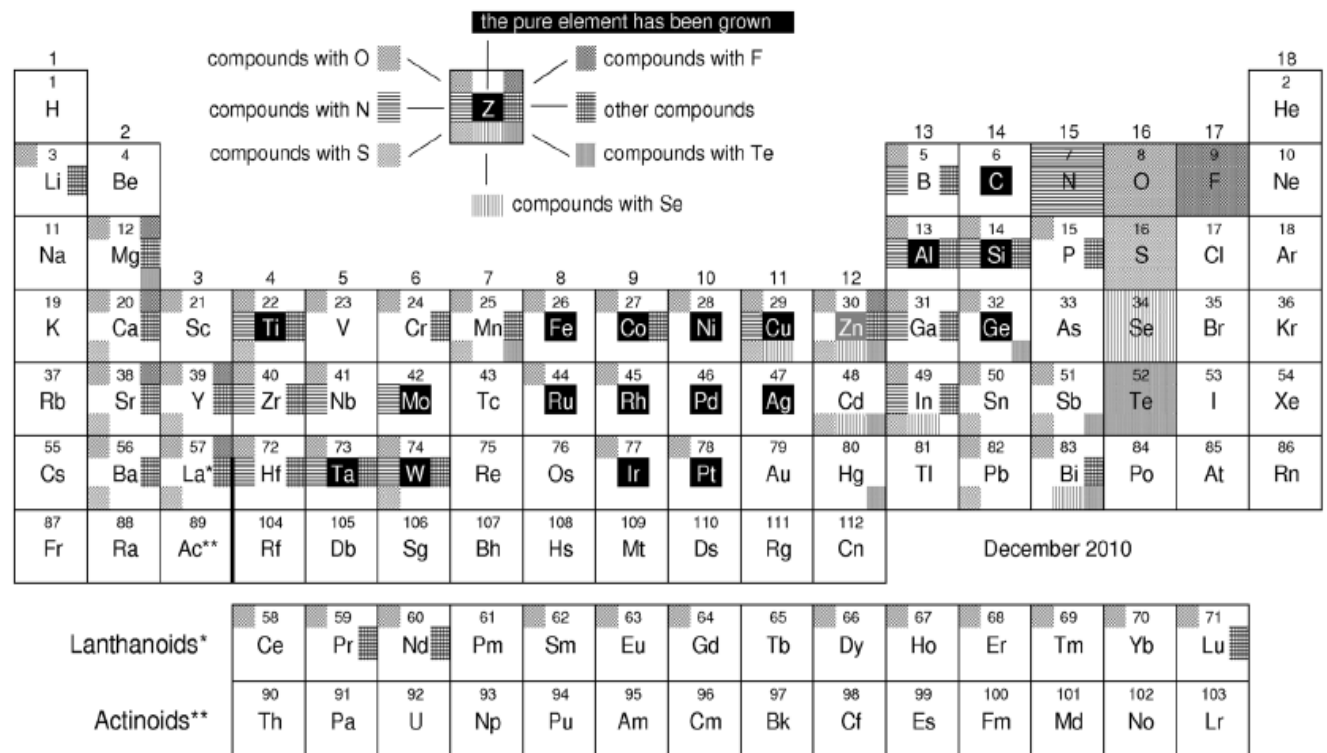
3. Beschichtungsmaterialien

- Precursoren:

- therm. ALD: NH_3 , Wasser, Ozon, Chloride, metallorg. Verbindungen...
- Plasma-ALD: N_2 , O_2 , H_2 , metallorg. Verbindungen

- Schichtmaterialien:

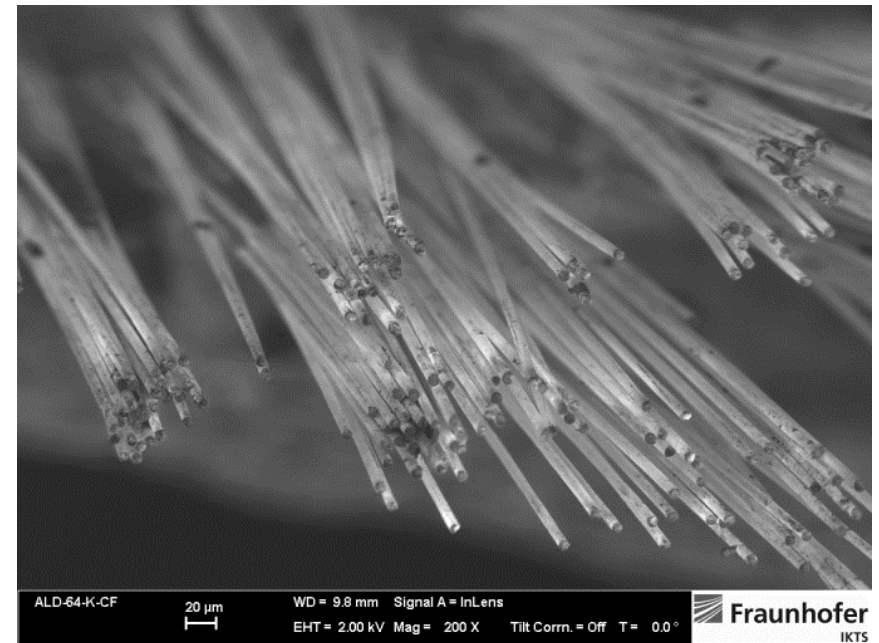
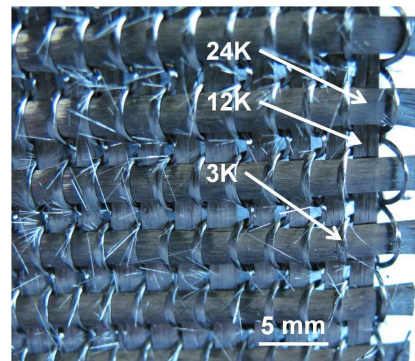
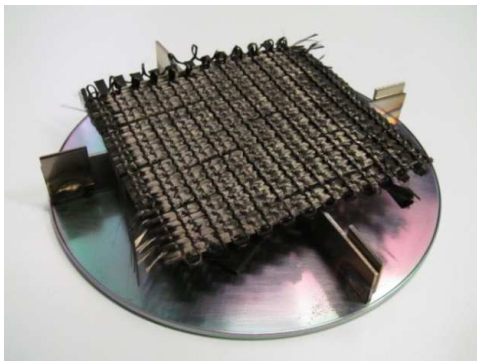
- Oxide
- Nitride
- Sulfide
- Fluoride
- bestimmte Metalle



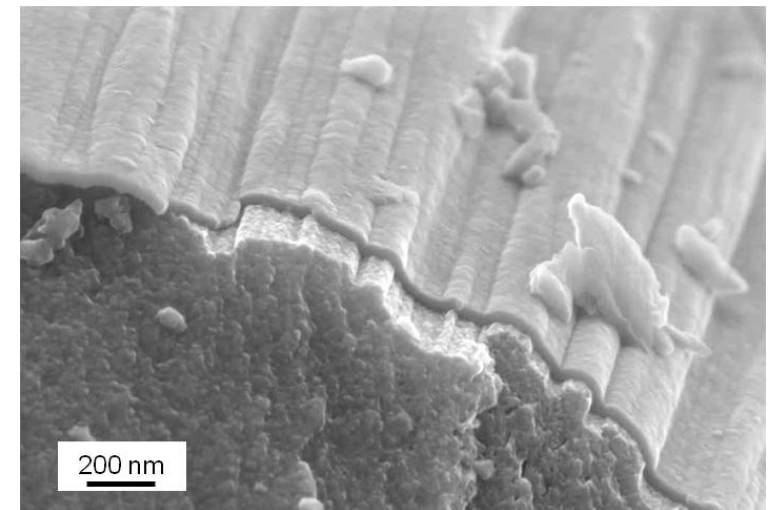
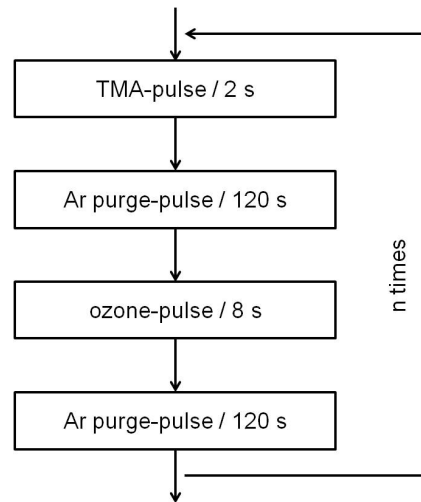
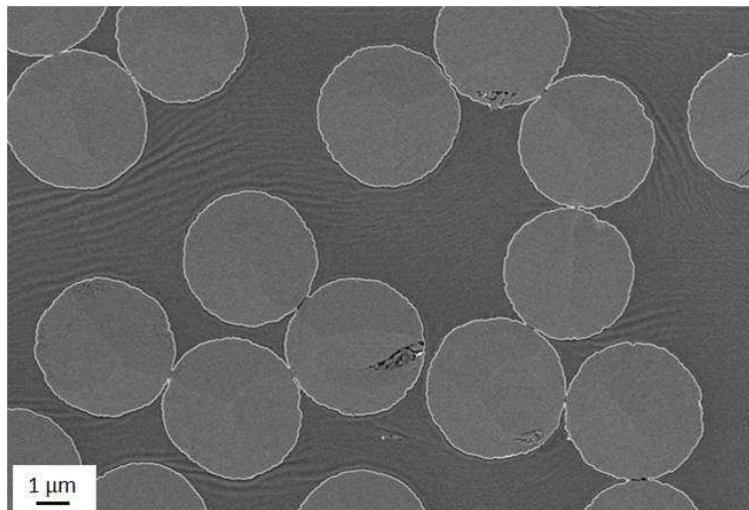
J. Appl. Phys. **113**, 021301 (2013); <http://dx.doi.org/10.1063/1.4757907>

4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur

- Herstellung eines Metallmatrixkomposits (MMC):
 - Aluminium verstärkt mit Kohlenstofffasergeflecht
 - Kohlenstofffasergeflecht muss mit flüssigem Aluminium infiltriert werden
- Problem:
 - schlechte Benetzbarkeit der Kohlenstofffaser
 - Chemische Reaktion: Bildung Al_4C_3



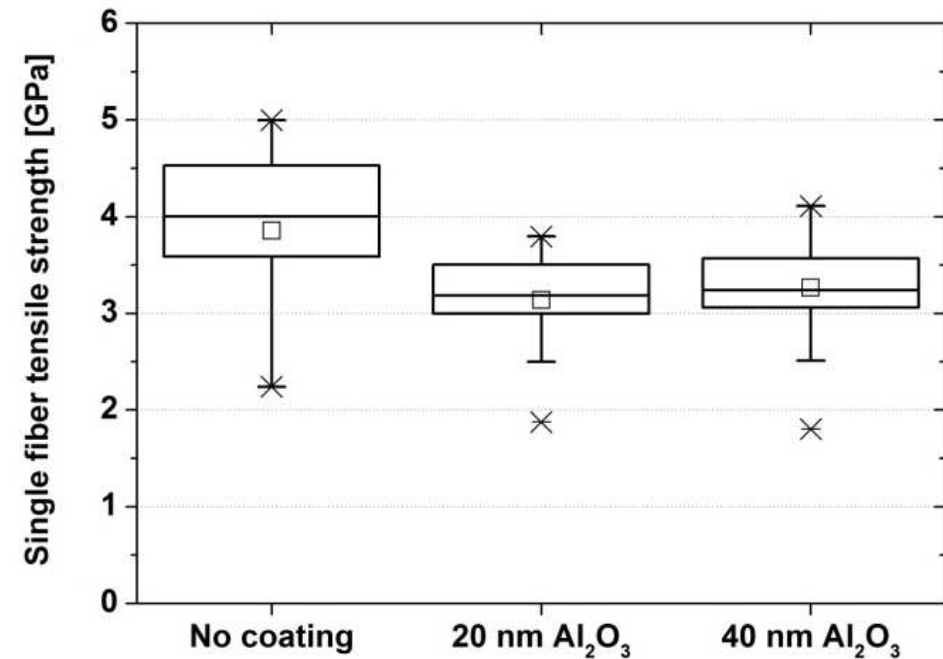
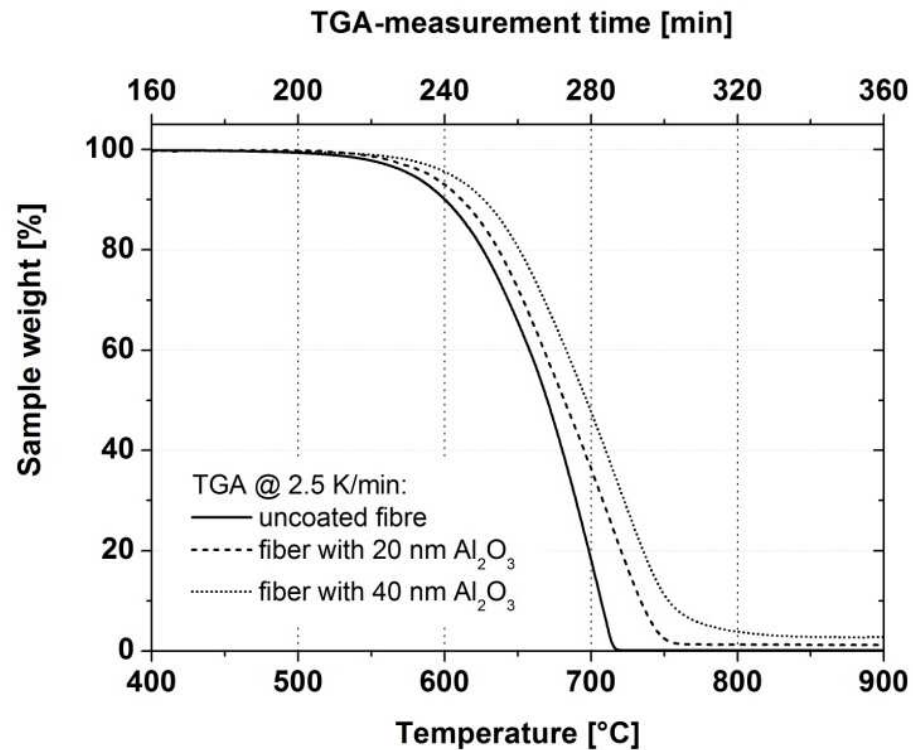
4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur



Al_2O_3 –Beschichtung mit TMA (Trimethylaluminium) und Ozon bei 220 °C und 5 mbar

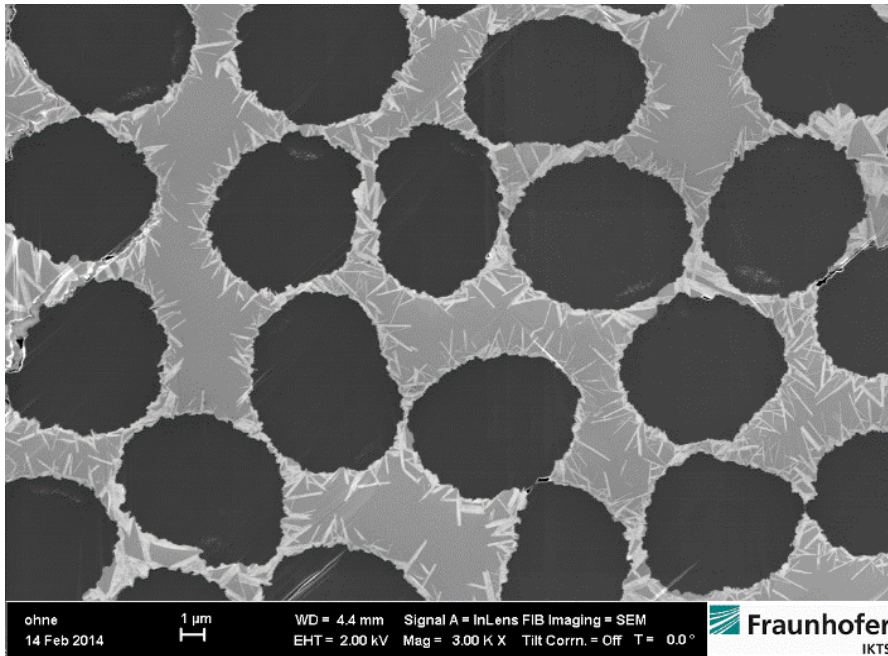
Schichtdickenhomogenität			
Mitte des Gewebes		Rand des Gewebes	
Mitte Faserbündel	Rand Faserbündel	Mitte Faserbündel	Rand Faserbündel
35 ± 1 nm	34 ± 1 nm	34 ± 3 nm	33 ± 6 nm

4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur



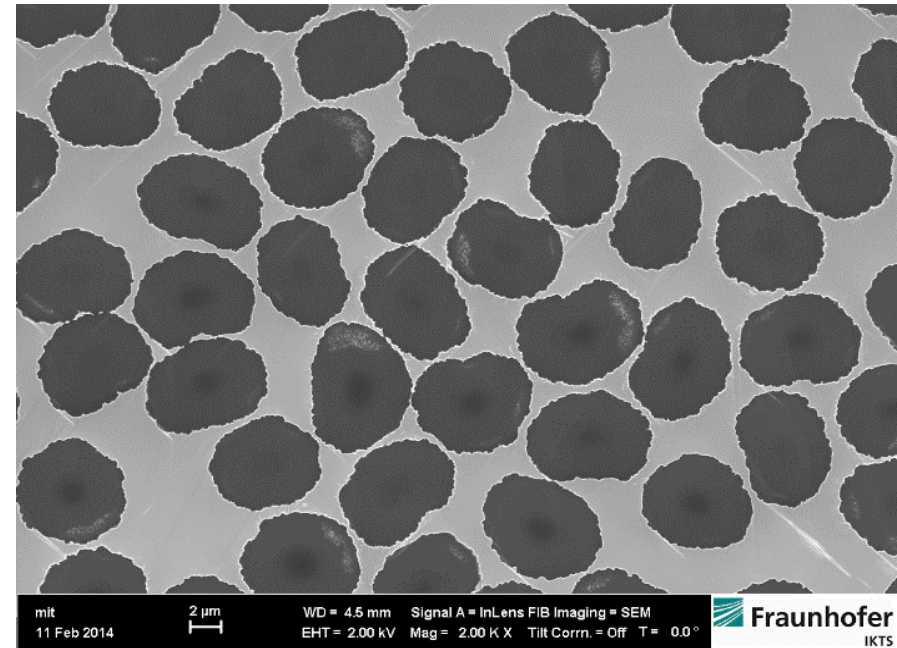
- Einsatztemperatur für Oxidation erhöht: 600 °C (unbeschichtet) → 635 °C (40 nm)
- nur geringe Reduktion der Zugfestigkeit von Einzelfasern

4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur



ohne Al_2O_3 -Schutzschicht

MMC aus: C/AZ91(Mg-Al-Legierung) und C/ Al_2O_3 /AZ91 (Mg-Al-Legierung)



mit Al_2O_3 -Schutzschicht

- Fasern mit Al_2O_3 -Schutzschicht sind besser mit Metalllegierung benetzbar
- mit Al_2O_3 -Schutzschicht starke Unterdrückung der Al_4C_3 -Bildung

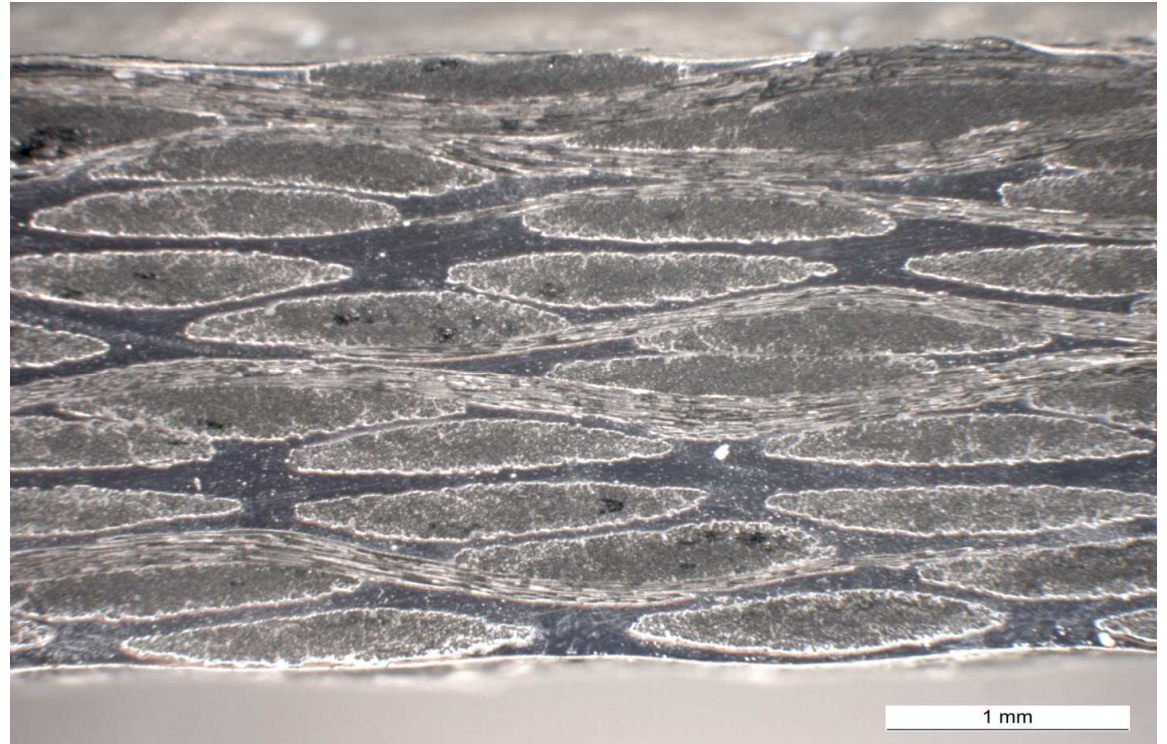
4. Beispiel: Beschichtung einer textilen Struktur

■ GPI (Gas Pressure Infiltration):

- 720°C
- 30 bar
- 30 min Kontaktzeit mit flüssiger Mg-Al-Legierung

■ Resultat:

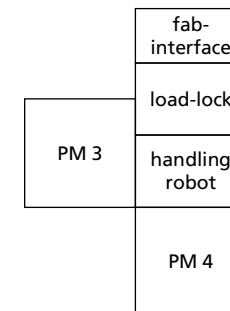
- dichter Komposit
- nur wenige Defekte bei Infiltration
- verbesserte Benetzbarkeit bei der Infiltration



lichtmikroskopische Aufnahme eines C_f /Mg-Al-MMC mit 10 Lagen eines Kohlenstofffasergewebes

5. ALD-Technologie im Fraunhofer IKTS

ALD 300

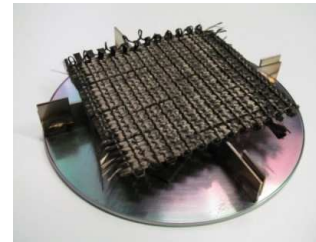


ALD-Laborbeschichtungsanlage mit zwei Prozesskammern für Beschichtung von 300 mm Si-Wafer

- high-k-Beschichtungen (SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , HfO_2 , TiO_2)
- Plasma-ALD

5. ALD-Technologie im Fraunhofer IKTS

ALD 100



ALD Laborbeschichtungsanlage für 4" Si-Wafer mit in-situ Laserabsorptionsspektroskopie

Abscheidung von Al_2O_3 , TiO_2 , HfO_2 , SiO_2 , TCO (ZnO)

5. ALD-Technologie im Fraunhofer IKTS

F 1000



Horizontaler Heißwandreaktor
Innendurchmesser: 100 mm

Ofen:

- 3 Zonen
- konst. Temperaturzone: 300 mm
- bis zu 1050 °C

Wickelmodul

- Kombinationsanlage für CVD- und ALD-Prozesse
- Batch-Modus als auch Rolle-zu-Rolle-Modus



“ramp-up” von
Grundprozessen

5. ALD-Technologie im Fraunhofer IKTS

Eigenschaften F 1000:

- Prozessdruck: 0,1 mbar – 1 bar
- Prozesstemperatur: Raumtemperatur – 1050 °C
- Prozessmodi:
 - CVD
 - ALD
 - Kombination von CVD und ALD ohne Vakuumbruch
- Chargiermodus:
 - Batch
 - Rolle-zu-Rolle
- Wickelmodul: 0,5 mm/min – 200 mm/min
- Precursoren: TiCl_4 , AlCl_3 , TMA (Trimethylaluminium), H_2O
- Gase: NH_3 , HCl , H_2 , Ar, N_2 , Kohlenwasserstoffe

6. Zusammenfassung und Ausblick

- ALD ist eine Beschichtungstechnologie für extrem geometrisch komplexe Substrate
- Materialvielfalt ist noch beschränkt, steigt jedoch ständig
- ökonomische Technologie für Schichtdicken bis etwa 50 nm
- F&E zu Anwendungen von ALD-Schichten außerhalb der Mikroelektronik werden weltweit forciert:
 - Barrierebeschichtungen
 - Optik
 - Elektrische Isolation
 - Korrosionsschutz
 - Verschleißschutz
- Anwendung von solch dünnen Beschichtungen bei Textilien denkbar ?
 - IKTS: Kompositwerkstoffe; Barrierschicht bei PV

Danksagung / Kontaktdaten

Teile der hier vorgestellten Arbeiten wurden im Rahmen eines Deutsch-Polnischen Forschungsprojektes durchgeführt und durch die DFG finanziell gefördert (DFG EN 302/2-1).



Fraunhofer IKTS

Winterbergstr. 28

01277 Dresden / Germany

www.ikts.fraunhofer.de

Mario Krug

Tel.: +49(0)351-2553-7573

Mario.Krug@ikts.fraunhofer.de