

# Grundlagen zum PVD-Verfahren

Dr.-Ing. H. HEINRICH, RW-TÜV, Essen

Dipl.-Ing. K. MÖHWALD, Universität Dortmund,

Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Prof. Dr.-Ing. H. D. Steffens

Es wird über die Grundlagen des PVD-Verfahrens (Physical Vapour Deposition = Physikalische Abscheidung aus der Dampfphase) und seiner drei Varianten Vakuumverdampfen, Sputtern und Ionenplattieren berichtet. Die Mechanismen der Schichtbildung und des Schichtwachstums werden anhand der Interfacezonen und des Thornton'schen Strukturzonenmodells erläutert. Der Einfluß einiger Verfahrensparameter auf die Schichteigenschaften wird dargestellt. Der Schwerpunkt der Ausführungen liegt auf dem Ionenplattieren als Verfahren, das die Vorteile der beiden anderen PVD-Varianten in sich vereinigt.

## Basics of the PVD process

A report is given on the basics of the PVD (Physical Vapour Deposition) process and its three variants vacuum evaporation, sputtering and ion-plating. The mechanisms of the formation and growth of the layers are described with the help of interface zones and Thornton's structure-zone model. The influence of some process parameters is shown. Emphasis is laid on the ion-plating process because it combines the advantages of both the other variants.

## 1 Einleitung

Durch die Entwicklungen der Werkstoffwissenschaften sind eine Reihe von Werkstoffen, dazu zählen in erster Linie die Metalle, in ihren Eigenschaften weitgehend ausgereizt. Zur Erhöhung der Wirtschaftlichkeit sowie zur Erschließung neuer Anwendungsbereiche sind oft Verbesserungen erwünscht, die sich beim Produkt z.B. in einer Verlängerung der Standzeit oder in einer Erhöhung der Einsatztemperatur zeigen.

Dabei sind es oft nur die Oberflächen, die den erhöhten Anforderungen ausgesetzt sind, d.h. die Oberflächeneigenschaften sind von entscheidender Bedeutung. Zu nennen sind hier vor allem die volkswirtschaftlich bedeutenden Bereiche Tribologie und Korrosion. Hier kann die Oberflächentechnik, neben der Wahl des geeigneten Werkstoffes und der geeigneten Konstruktion, sinnvoll eingesetzt oft entscheidend zur Problemlösung beitragen.

In der Vergangenheit sind eine Vielzahl von Verfahren zum Auftragen von Oberflächenschichten entwickelt worden, von denen eine Auswahl in Abb. 1 genannt ist.

Im folgenden wird über eines davon, nämlich das PVD-Verfahren, berichtet. PVD steht dabei für Physical Vapour Deposition (Physikalische Abscheidung aus der Dampfphase). Dieses Verfahren

ist aufgrund seiner enormen Möglichkeiten sehr interessant. Es befindet sich seit einigen Jahren in einer stürmischen Entwicklung, deren Ende noch gar nicht abzusehen ist. Andererseits lassen sich die Grundlagen dieser Abscheidetechnik aus der Dampfphase und der mit ihrer Hilfe aufgetragenen Schichten recht anschaulich darstellen und man bekommt damit einen guten Einstieg in die Dünnschichttechnologie.

## 2 Das PVD-Verfahren

Abb. 2 stellt tabellarisch den großen Anwendungsbereich von PVD-Schichten dar. Man erkennt, daß sich neben Metallen und Metallegierungen auch Karbide, Nitride, Oxide und andere Verbindungen, ja sogar Kunststoffe (PTFE) aus der Dampfphase abscheiden lassen. Die Anwendungsziele der verschiedenen Schichten sowie ihre maximale Anwendungstemperatur sind aus Abb. 2 ebenfalls zu entnehmen.

Als Beispiel für die Wirksamkeit von PVD-Schichten seien hier die Hartstoffbeschichtungen zu Verschleißschutzzwecken (z.B. TiN) genannt. Aufgrund ihrer hohen Härte kann durch sie die Standzeit von Werkzeugen und Maschinenelementen um ein Vielfaches erhöht werden. Die maximale Anwendungstemperatur des Verbundes ist i. a. durch den Grundwerkstoff begrenzt.

PVD ist ein Vakuumbeschichtungsverfahren. Dabei laufen grundsätzlich drei Teilschritte ab:

- Dampferzeugung (Erzeugung und/oder Synthese der schichtbildenden Teilchen)
- Dampftransport von der Teilchenquelle (Verdampfer) zum Substrat
- Adsorption der Teilchen, Schichtbildung und Schichtwachstum auf dem Substrat

Wie schon aus Abb. 1 ersichtlich, haben sich drei Varianten des PVD-Verfahrens entwickelt:

- das Vakuumverdampfen
- das Sputtern und
- das Ionenplattieren.

Diese Verfahren und ihre grundsätzlichen Unterschiede sollen im folgenden anhand von Prinzipskizzen erläutert werden.

### 2.1 Das Vakuumverdampfen

Dies ist die älteste Variante des PVD. Vor über 100 Jahren hat Faraday mit Hilfe des Vakuumverdampfens erste dünne Oberflächenschichten erzeugt. Das Prinzip des Verfahrens ist in Abb. 3a dargestellt. Beim reinen Vakuumverdampfen wird in einem Rezipienten bei einem Druck von  $10^{-3}$ – $10^{-6}$  Pa das Beschichtungsmaterial verdampft. Dies geschieht z.B. in einem widerstandsbeheizten Tiegel. Die Dampf-moleküle haben bei diesen Drücken mittlere freie Weglängen von bis zu mehreren Metern. Sie treten deshalb i. a. nicht in Wechselwirkung miteinander und gelangen geradlinig zum Substrat. Da dies erheblich kälter ist als der Dampf, kondensieren die Teilchen und erstarren unter Bildung einer Schicht.

### 2.2 Das Sputtern

Die einfachste Version des Sputterns ist das Dioden-Sputtern. Abb. 3b zeigt das Prinzip des Verfahrens. Im Unterschied zum Vakuumverdampfen benötigt man hier ein Prozeßgas, i. a. Argon, und eine Hochspannungsquelle. Nach dem Evakuieren des Rezipienten wird Prozeßgas bis zu einem Druck von 0.1–1 Pa eingelassen. Die mittlere freie Weglänge der Teilchen beträgt bei diesem Druck wenige mm. Bei einer Target-Spannung von –1 bis –5 kV wird ein Glimmentladungsplasma erzeugt. Das Plasma brennt zwischen dem Target als Kathode und den an Masse liegenden Substrat und Rezipientenwand, die die Anode darstellen.

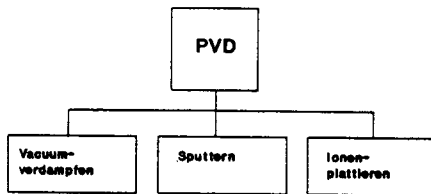
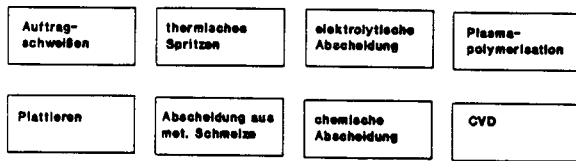


Abb. 1. Auswahl an Oberflächenbeschichtungsverfahren.

Das Plasma besteht aus Ionen, Elektronen und Neutralen. Die  $Ar^+$ -Ionen werden aufgrund ihrer Ladung zur Kathode hin beschleunigt und schlagen dort beim Aufprall durch Impulsübertragung und Stoßprozesse Atome, Moleküle, Ionen und Cluster aus der Oberfläche heraus. Diese Teilchen fliegen durch den Gasraum und schlagen sich auf dem Substrat schichtbildend nieder.

### 2.3 Das Ionenplattieren

Das Ionenplattieren ist die neueste Variante des PVD. Abb. 3c zeigt die Prinzipskizze einer Ionenplattieranlage. Im Gegensatz zum Sputtern liegt hier nicht das Target, sondern das Substrat an einer Hochspannungsquelle (Bias-Spannung =  $-1$  bis  $-5$  kV). Der Beschichtungsvorgang läuft wie folgt ab: Nach Einleiten des Prozeßgases wird zwischen dem Substrat (Kathode) und dem Verdampfer bzw. der Kammerwand (Anode) ein Plasma erzeugt. Die darin entstehenden  $Ar^+$ -Ionen werden auf das Substrat hin beschleunigt. Beim Auftreffen werden die Adsorbat- und Oxidschichten von der Oberfläche des Substrats durch Sputtern entfernt. Dadurch erhält man eine saubere, aktivierte Oberfläche. Gleichzeitig wird das Beschichtungsmaterial im Verdampfer verdampft. Der neutrale Metaldampf gerät ins Plasma und wird dort, je nach Verdampfungsquelle und Zusatzeinrichtungen stark unterschiedlich ( $< 1\%$  bis  $> 50\%$ ) ionisiert. Die  $Me^{z+}$ -Ionen werden dann auf das Substrat hin beschleunigt und bilden dort die Schicht. Durch Variation des Prozeßgasdruckes kann die Sputterrate beeinflusst werden. I.a. beginnt man mit etwas höherem Argondruck, um die Oberfläche optimal zu reinigen und senkt dann den Druck, so daß die Aufwachsrate gesteigert wird und die Schichtbildung überwiegt.

Abb. 2. Anwendungsziele von PVD-Schichten [2].

Schicht	Anwendungsziele						Härte HV <sub>0,05</sub>	Max. Anwendungstemperatur der Schicht °C
	Korrosionsschutz	Oxidationsschutz	Ver-schleißschutz	Gleit-schicht	Haft-grund	Re-para-tur-schicht		
Metalle und Legierungen	Aluminium	●						400
	Titan	●						400
	Chrom			●			550	450
	Cobalt				●			450
	Kupfer	●			●	●		350
	Silber				●			850
	Cadmium				●			220
	Indium				●			100
	Zinn				●			100
	Gold				●			*
	Blei				●			200
	Cr80-Ni20			●			650	800
	MCrAlY M = Fe, Co, Ni	●	●					~1000
Carbide	SiC			●			2900	*
	TiC, TiC-TiN			●			2900	400
	CrC Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>			●			2000	500
	FeC				●			500
	WC			●			2100	500
Nitride	BN <sub>max</sub>				●			1000
	TiN	●		●			2000	500
Oxide	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			●			1500	*
	PbO				●			600
Andere	PTFE				●			250
	CaF <sub>2</sub>				●			700-1300
	Fe <sub>3</sub> B	●			●			
	MoS <sub>2</sub>				●			350
	MoSe <sub>2</sub>				●			400
	WS <sub>2</sub>				●			400
WSe <sub>2</sub>				●			350	

\* Die Temperaturbegrenzung ist durch den Grundwerkstoff, nicht durch die Schicht bedingt.

Abb. 4 zeigt noch einmal einige Charakteristika der drei PVD-Varianten. Die Hauptmerkmale sind für das Vakuumverdampfen: Es können bei relativ hoher Aufdampfprate (z. B.  $10^{-3}$  g/cm<sup>2</sup>s) gleichmäßig dicke Schichten mit ausreichender Haftung erzeugt werden. Die Streufähigkeit, d.h. die Fähigkeit auch komplex geformte Teile gleichmäßig zu beschichten, ist verfahrensbedingt (geradliniger Flug der Teilchen) relativ schlecht. Abhilfe kann eventuell durch ein bewegliches Substrat geschaffen werden. Sputtern: Bei niedrigen Aufdampfraten ( $< 10^{-4}$  g/cm<sup>2</sup>s) können Schichten mit guter Haftfähigkeit erzeugt werden, deren Dicke jedoch relativ ungleichmäßig ist. Die Streufähigkeit ist aufgrund des erhöhten Druckes (Wechselwirkung der Teilchen des Beschichtungsmaterials mit dem Prozeßgas, nur geringe mittlere freie Weglänge) besser als beim Vakuumverdampfen. Ionenplattieren: Bei relativ hoher Aufdampfprate (bis  $10^{-2}$  g/cm<sup>2</sup>s) können gut bis sehr gut haftende, dichte Schichten erzeugt werden, deren Dicke jedoch relativ ungleichmäßig ist (Konturentreue).

Die Streufähigkeit ist verfahrensbedingt gut.

Die drei vorgestellten Varianten des PVD sind Grundtypen. In der Praxis werden heute oft Mischungen oder Weiterentwicklungen (durch Zusatzeinrichtungen) dieser Grundtypen angewendet.

So wird beim Aufbringen chemischer Verbindungen (z. B. bei der Hartstoffabscheidung, TiN) zusätzlich Reaktivgas (z. B. N<sub>2</sub>) in den Rezipienten eingebracht (reaktive Verfahren) oder es können gleichzeitig mehrere Verdampfer beim Verdampfen von Legierungsschichten benutzt werden.

## 3 Schichtbildung und Schichtwachstum

### 3.1 Schichtbildung

Im folgenden wird auf die Vorgänge etwas näher eingegangen, die bei der Schichtbildung eine Rolle spielen. Diese Vorgänge im (Sub-)Mikrobereich haben entscheidenden Einfluß auf die Schichteigenschaften, d.h. bei Kenntnis der

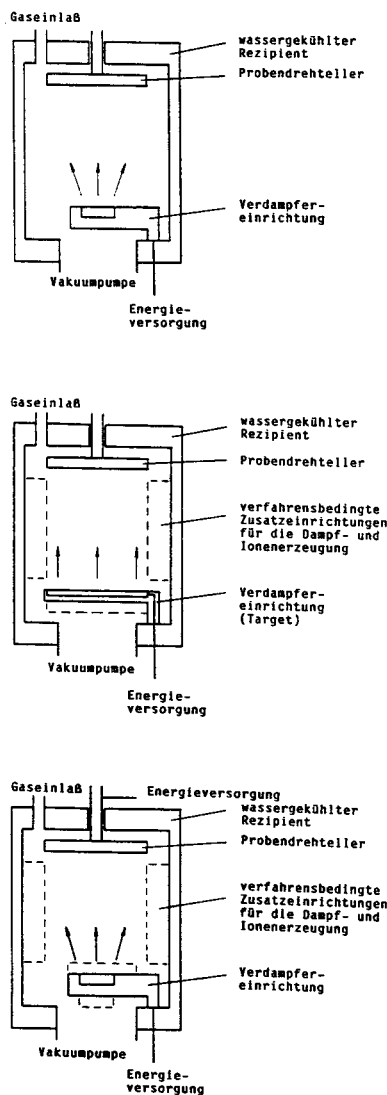


Abb. 3. Die drei Grundtypen des PVD-Verfahrens  
 Vakuumaufdampfanlage (oben)  
 Sputteranlage (mitte)  
 Ionenplattieranlage (unten).

Schichtbildungsmechanismen ist eine gezielte Optimierung der Schichten möglich. Dabei wird der einfache Fall der Beschichtung mit einem reinen Metall in einer Atmosphäre, die nur aus Prozeßgas besteht, diskutiert, wobei die Grundprinzipien der Schichtbildungsmechanismen auch auf reaktive Prozesse wie z.B. die Hartstoffbeschichtung, übertragen werden können. Wenn die Beschichtungsmaterialteilchen auf die Substratoberfläche treffen, bestehen verschiedene Möglichkeiten. Die Teilchen können:

- sofort wieder reflektiert werden
- als Adatome lose gebunden werden, über die Oberfläche diffundieren und dann wieder desorbieren
- als Adatome lose gebunden werden und dann Cluster u/o stabile Keime bilden, die weiterwachsen oder sich an vorhandene Keime anlagern

Können die Teilchen beim Aufprall nicht genügend Energie an das Gitter abgeben, werden sie reflektiert. Andernfalls werden sie als lose Adatome auf der Oberfläche angelagert.

Die Adatome diffundieren dann über die Oberfläche bis sie entweder desorbieren oder zu stabilen Keimen werden bzw. durch Anlagerung an vorhandene Keime kondensieren. Die Keime können durch weitere Anlagerung zu Inseln wachsen bis diese einen - mehr oder weniger - zusammenhängenden Film bilden.

Von entscheidender Bedeutung für die Haftung der Schicht ist die Übergangszone vom Substrat zur Schicht (Interface-Zone). Abb. 5 zeigt die fünf bekannten Interfacezonen-Typen.

a) Mechanischer Übergang

Wenn die Substratfläche aufgeraut ist, z.B. durch Sandstrahlen, kann die Haftung der Schicht durch rein mechanische Verklammerung zustande kommen.

Infolge der Rauigkeiten können Abschattungen und somit Poren in der Schicht entstehen. Eine Rißausbreitung ist jedoch erschwert, da der Riß oft seine Richtung ändern oder durch festeres Material wandern müßte. Diese Art von Übergang ist für PVD-Schichten weniger relevant.

b) Monoschicht/Monoschicht-Übergang

Der Übergang zwischen Substrat und Schicht erfolgt abrupt, d.h. innerhalb einer oder weniger Atomschichten, wenn keine Diffusion oder chemische Reaktion zwischen Schicht- und Substratmaterial möglich ist, oder wenn die Energie der schichtbildenden Teilchen gering ist. Die Haftung erfolgt aufgrund van der Waalscher Kräfte. Diese Art von Übergang kann z.B. beim Vakuumaufdampfen entstehen.

c) Verbindungs-Übergang

Der Übergang zwischen Substrat und Schicht erfolgt durch chemische Verbindung. Dies ist bei geeigneten Reaktionspartnern der Fall und wird durch erhöhte Temperatur begünstigt. Der Übergang besteht dann aus dem Reaktionsprodukt, dessen Eigenschaften dann maßgeblich sind. Intermetallische Verbindungen sind oft spröde, was leicht zu Brüchen führt. Oxide können Wärmebarrieren sein und günstige Übergänge zwischen Metall und Keramik darstellen. Nitride bilden Diffusionsbarrieren.

Diese Art von Übergang kann bei reaktiven PVD-Verfahren, z.B. beim Aufdampfen von Hartstoffschichten (Ti als Metall + N<sub>2</sub> als Reaktivgas), entstehen.

d) Diffusions-Übergang

Bei gegenseitiger Löslichkeit können Schicht- und Substratatome gegenseitig ineinander diffundieren. Dadurch entsteht ein kontinuierlicher Übergang der chemischen Zusammensetzung, der Gitterparameter und der inneren Spannungen zwischen Substrat und Schicht. Dieser Vorgang wird durch längere Zeiten und höhere Temperaturen (auch nach dem Beschichtungsvorgang) begünstigt.

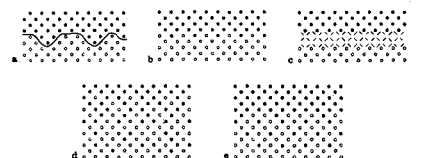


Abb. 5. Schematische Darstellung der 5 Übergangs(Interface)-Zonen [1].

	Beschichtungs- werkstoffe	Aufwach- raten	Bias-Spannung Targ. Substr.		Druck	Substrat Temp. Haftung		Teilchen- energie
Vakuum- aufdampf- schichten	reine Metalle, Metallegerungen, Oxide, Fluoride	0,05 bis 25 µm/s	--	--	10 <sup>-3</sup> Pa	nach Bedarf (T <sub>1</sub> )	+	< 2 eV
Sputter- schichten	reine Metalle, Metallegerungen, Oxide, Gleit- stoffe, Hart- stoffe, Kunst- stoffe (PTFE)	0,0001 bis 0,7 µm/s	-1 bis -5 KV	--	10 <sup>-1</sup> bis 1 Pa	nach Bedarf (<T <sub>1</sub> )	++	10 bis 100 eV
Ionen- plattier- schichten	reine Metalle, Metallegerungen, Oxide, Hartstoffe, Gleitstoffe	0,01 bis 25 µm/s	--	-1 bis -5 KV	10 <sup>-1</sup> bis 1 Pa	nach Bedarf (<T <sub>1</sub> )	+++	80 bis 100 eV

Abb. 4. PVD-Verfahren, Beschichtungswerkstoffe und Charakteristika der Verfahrensvarianten.

Bei geeigneten Materialien können solche Übergänge auch mit PVD-Verfahren erzeugt werden.

e) Pseudodiffusions-Übergang

Schicht- und Substratmaterial sind nicht ineinander löslich. Durch die hohe Energie der schichtbildenden Teilchen (Ionen oder Neutrale) dringen diese jedoch in tiefere Gitterlagen des Substrates ein. Dieser Vorgang wird begünstigt durch ein Ionenbombardement vor der Beschichtung, weil dadurch Punktdefekte und innere Spannungen in der Substratoberfläche erzeugt werden, die ein Eindiffundieren der schichtbildenden Teilchen erleichtern. Diese Art von Übergang kann mit dem PVD-Ionenplattieren erreicht werden.

In der Praxis treten oft Kombinationen der vorgestellten Übergangstypen auf. Eine hohe Haftfestigkeit der Schichten erreicht man, wenn die inneren Spannungen, hervorgerufen durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten, Gitterparameter und Löslichkeit gering und über ein möglichst großes Volumen verteilt sind.

3.2 Schichtwachstum

Nachdem sich der Übergang zwischen Substrat und Schicht gebildet hat, erfolgt das Schichtwachstum (laterales und Dickenwachstum).

Wie die Schicht wächst und welche Strukturen sie dabei ausbildet, hängt im wesentlichen von drei Faktoren ab:

- von der Rauigkeit der technischen Oberfläche
- von der Aktivierungsenergie für Oberflächen- und Volumendiffusion der Schichtatome
- von der Adatom/Substrat-Bindungsenergie.

Zur Beschreibung der Struktur von PVD-Kondensaten sind sog. 'Zonenmodelle' entwickelt worden. Folgende Überlegungen liegen diesen Modellen zugrunde. Da jede technische Oberfläche gewisse Rauigkeiten aufweist und die Beschichtungsmaterialteilchen i. a. aus einer Vorzugsrichtung einfallen, kommt es auf der Oberfläche zu Abschattungseffekten. Diese können jedoch durch Oberflächendiffusion ausgeglichen werden. Weiterhin ist beim Schichtwachstum die Volumendiffusion in der Schicht von Bedeutung. Da die Aktivierungsenergien für Oberflächen- und Volumendiffusion für viele reine Metalle proportional zu ihrer Schmelztemperatur  $T_m$  sind, ist zu vermuten, daß in einem bestimmten Bereich von

$T/T_m$  einer dieser Effekte für die entstehende Mikrostruktur bestimmend ist. Das von Thornton [4] in Anlehnung an Movchan und Demchishin [5] entwickelte Zonenmodell, s. Abb. 6, wird im folgenden erläutert [1].

Abb. 6 zeigt die Schichtstrukturen in Abhängigkeit von  $T/T_m$ . Gleichzeitig wird der Einfluß des Prozeßgasdruckes (hier reines Argon) dargestellt. Das Diagramm gilt nur für die Schichtbildung eines reinen Metalles bei einem Sputterprozeß unter Anwesenheit von reinem Prozeßgas. Nicht berücksichtigt ist der Einfluß der Oberflächenvorbereitung, der zu Verschiebungen der Übergangstemperaturen bis in Zone 2 führen kann.

Für jeden Beschichtungswerkstoff und jedes Verfahren (Teilchenenergie) muß ein eigenes Strukturzonenmodell entwickelt werden.

Die Zone 1 umfaßt die sich bei niedrigem  $T/T_m$  bildende Struktur. Die Adatom-Diffusion (Oberflächendiffusion) reicht nicht aus, um die Wirkung der Abschattung auszugleichen. Daher entstehen aus einer relativ geringen Anzahl von Keimen nadelförmige Kristallite, die mit zunehmender Höhe durch Einfangen von Schichtatomen breiter werden. Dadurch entwickeln sie sich zu auf der Spitze stehenden Kegeln mit gewölbten Basisflächen. Die Schicht ist porös, und die Kristallite haben bei einer gegenseitigen Distanz von einigen 10 nm eine hohe Fehlstellendichte und hohe innere Spannungen.

Die Zone T ist dadurch gekennzeichnet, daß die Adatome durch Oberflächendiffusion die Wirkung der Abschattung zum Teil ausgleichen. Es entsteht eine faserförmige und gegenüber der vorangegangenen Zone dichtere Struktur.

Die Zone 2 ist durch den Bereich  $T/T_m$  definiert, in dem die Oberflächendiffusion für das Schichtwachstum bestimmend ist. Es bildet sich eine kolumnare

Struktur, wobei der Säulendurchmesser mit der Substrattemperatur wächst und die Porosität entsprechend abnimmt.

Die Zone 3 schließlich umfaßt den  $T/T_m$ -Bereich, in dem das Wachstum durch die Volumendiffusion bestimmt wird. Es entsteht ein rekristallisiertes, dichtes Gefüge.

Die in Abb. 6 erkennbaren progressiven Zonenübergangsverläufe ergeben sich dadurch, daß sich die Diffusion mit steigender Temperatur erhöht, mit steigendem Druck jedoch erniedrigt.

Beim Ionenplattieren kann durch das während des Schichtwachstums erfolgende Ionenbombardement eine Erniedrigung der Zonenübergangstemperaturen erreicht werden. Die Ursache dafür ist die Ausbildung von 'thermal spikes', d. h. zeitlich und räumlich eng begrenzten, starken Temperaturerhöhungen durch die einfallenden Teilchen sowie die laufende Erzeugung von Punktdefekten, die eine Erhöhung der Diffusion und der Keimzahl ermöglichen [6].

Dadurch können mit dem Ionenplattieren Schichten bei niedrigeren Temperaturen erzeugt werden als mit anderen Verfahren. So kann bei der Herstellung von TiN-Schichten für die Hartstoffbeschichtung, für die man beim CVD-Verfahren ca. 800°C benötigt, die Temperatur auf unter 500°C gesenkt werden. Das vorgestellte Thorntonsche Modell ist ein klassisches Strukturzonenmodell für PVD-Kondensate. Es wird heute als Makromodell bezeichnet. Das Prinzip des Thorntonschen Modelles gilt auch für Nitrid-, Karbid- und Karbonitridschichten (Verschleißschutz-, Hartstoffschichten), wobei jedes System (auch wieder verfahrensabhängig) seine eigenen Zonenübergangsverläufe besitzt. Zur Zeit ist die Entwicklung von 'Subzonenmodellen' Gegenstand der Forschung. Diese erlauben eine feinere

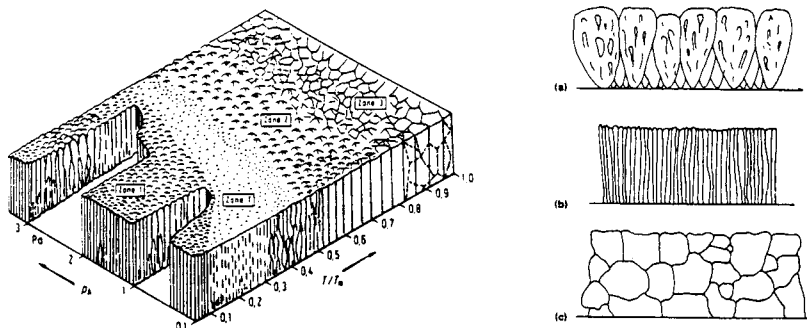


Abb. 6. Strukturzonenmodell nach Thornton [4] und schematische Darstellung der Strukturen der Zonen 1 (a), 2 (b) und 3 (c) [3].

Unterteilung der Schicht bis in den nm-Bereich. Man versucht damit die Mechanismen der Haftfähigkeit im Interfacebereich aufzuklären.

## 4 Einfluß der Verfahrensparameter

Die Aufwachsmechanismen, die sich einstellende Schichtstruktur und somit die Eigenschaften der Schicht [7] lassen sich über die Verfahrensparameter steuern. Unter der Berücksichtigung aller Haupteinflußgrößen können die Verfahrensparameter in zwei Gruppen aufgeteilt werden. Dies sind die Prozeßvorbedingungen und die Prozeßsteuerung (Tab. 1).

Die Prozeßvorbedingungen geben die Randbedingungen vor, innerhalb derer das Beschichtungsergebnis durch die Prozeßsteuerung beeinflußt werden kann. Dabei sind es in erster Linie die Haftfestigkeit und die Eigenspannungen der Schicht, die durch eine geeignete Kombination der physikalischen Eigenschaften von Schicht- und Grundwerkstoff zu optimieren sind. Hinsichtlich einer möglichst gleichmäßigen Aufwachsordnung (Schichtstruktur) ist die Oberflächenrauigkeit möglichst gering zu gestalten (z. B. poliert mit  $R_t < 1 \mu\text{m}$ ). Die Reinheit aller am Prozeß beteiligten Oberflächen (Substrate, Substrathalter, Kammerwände) sowie auch der Reinheitsgrad des Verdampferwerkstoffes und der Prozeß- bzw. Reaktionsgase haben einen entscheidenden Einfluß auf die Schichthaftung (Oberflächenverunreinigung durch Adsorbate) und die Schichteigenspannungen (Gitterverspannung durch Fremdatome).

In bestimmten Fällen, in denen ein Maximum an Gitteranpassung in Zusammenhang mit einer der bevorzugten Aufwachsgitterorientierungen erreicht werden soll, kann die Substratoberfläche durch Ionenbeschuß angeätzt werden (sputter etching). Bevorzugte Aufwachsgitterebenen sind (111), (110), (100), (200) etc.

Die Aufwachsrate wird über die Verdampferleistung gesteuert und die Schichtdicke über die Prozeßzeit. Die Ausbildung der Schichtstruktur wird wie anhand der Zonenmodelle erläutert, über die Parameter Substrattemperatur, Prozeß- bzw. Reaktivgaszusammensetzung und -druck, Ionisierungsgrad und Teilchenenergie (über die Bias-Spannung) beeinflußt.

**Tab. 1. Verfahrensparameter**

Prozeßvorbedingungen	Prozeßsteuerung
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Wahl des Schicht- bzw. Grundwerkstoffes</li> </ul> <p>(Kombination physikalischer Eigenschaften wie Wärmeausdehnungsverhalten, Gitterparameter etc.)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Oberflächenrauigkeit (<math>R_t</math>, <math>R_a</math>)</li> <li>- Oberflächenreinigung (Hauptreinigung in Bädern)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Evakuierungszeit (Verringerung des Adsorbatfilms der Kammer und des Substrats)</li> <li>- Adsorbatreinigung durch Ionenbeschuß (sputter cleaning)</li> <li>- in bestimmten Fällen: Oberflächenvorbereitung durch Ionenätzen (sputter etching)</li> <li>- Verdampferleistung, Dampftrate</li> <li>- Prozeßgaszusammensetzung und -druck</li> <li>- Ionisierungsgrad und Teilchenenergie</li> <li>- Bias-Spannung (Ionenbeschleunigung)</li> <li>- Substrattemperatur</li> <li>- Prozeßzeit</li> </ul>

## 5 Ausblick

Durch die Komplexität der PVD-Beschichtungsprozesse, bei denen elektrische und magnetische Felder, Materialströme teils geladener und angeregter Teilchen, Druck- und Temperaturgradienten vorliegen und sich überlagern, ist eine vollständige Analyse der ablaufenden Prozesse und Reaktionen äußerst schwierig [8]. Andererseits bietet die große Anzahl von Werkstoffkombinationen und Möglichkeiten der Prozeßsteuerung, gerade beim Ionenplattieren, die Chance, für den jeweiligen Anwendungszweck die passende Oberflächenschicht erzeugen zu können. Bei der Neu- und Weiterentwicklung von Oberflächenschichten gilt es, die bekannten Zusammenhänge zu nutzen und schrittweise weiterzuentwickeln. Einige der zur Zeit in der Forschung behandelten interessanten Problemstellungen sind

- Verfahrensoptimierung
- Oberflächenoptimierung; welche Schichten wachsen auf welchen Gitterebenen bevorzugt auf und wie erzeugt man entsprechende Oberflächen (z. B. durch Sputteretching).  
Stichworte: Gitteranpassung (kohärent, inkohärent), Aufwachsorientierung (111), (100), (110), (200)-Ebenen
- Werkstoffoptimierung; man versucht, die optimalen Kombinationen von Grundwerkstoff und Schichtmaterial zu finden. Geringe Veränderungen der chemischen Zusammensetzung oder der Wärmebehandlung

des Grundwerkstoffes können zu einem besseren Aufwachsen der Schichten führen. (Hartstoffschichten wachsen z. B. bevorzugt auf MC-Karbiden)

- Aufklärung der Haftungsmechanismen; z. B. mit Hilfe von TEM-Untersuchungen, die zur Aufstellung von Subzonenmodellen führen
- Erzeugung neuartiger Schichten, z. B. von C-Schichten mit diamantähnlichen Eigenschaften

## Literatur

1. Haefer, R. A.: Oberflächen- und Dünnschichttechnologie Teil 1, Beschichtungen von Oberflächen, Springer Verlag 1987.
2. Simon, H., Thoma, M.: Angewandte Oberflächentechnik für metallische Werkstoffe, Carl Hanser Verlag, 1983.
3. Teer, D. G.: Evaporation and Sputter Techniques in 'Coatings For High Temperature Applications', S. 79-120, Applied Science Publishers, 1983.
4. Thornton, J. A.: Ann. Rev. Mater. Sci. 7 (1977), 239.
5. Movchan, B. A., Demchischin, A. V.: Fiz. Met. Metall. 28 (1969), 83.
6. Lardon, M. et al.: Thin Solid Films 54 (1978), 317.
7. Jacobson, B. E., McGuire, G. E.: Techniques for Structural Analysis of Deposited Materials: Correlation of Film Structure and Properties in 'Coatings For High Temperature Applications', S. 217-268, Applied Science Publishers, 1983.
8. Kloos, K. H. et al.: HTM 41 (1986) 3, 137.

## Beispiele für mögliche PVD-Beschichtungen:

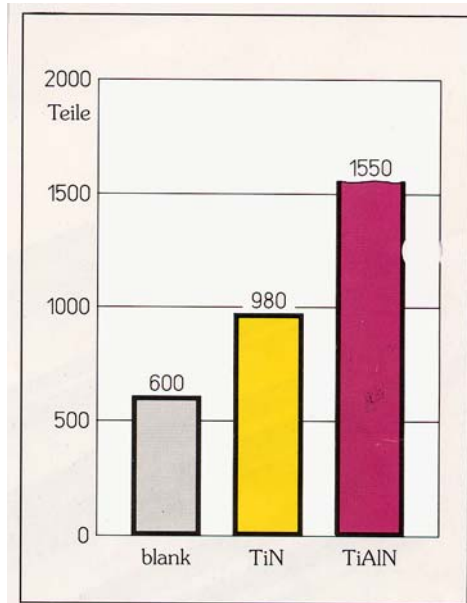


Bild 8: Vergleich der Standzeiten unbeschichteter und beschichteter Fräser.



Werkzeuge:  $\varnothing = 3,95$  mm, Bohrnutenfräser, Typ N Form A, VHM (P40)  
 Werkstückstoff: C15  
 Schnittwerte:  $v_c = 150$  m/min,  $f_z = 0,03$  mm  
 Leistungsplus: Der Versuch mußte nach 1550 Teilen abgebrochen werden, da keine weiteren Teile mehr zur Bearbeitung anstanden.

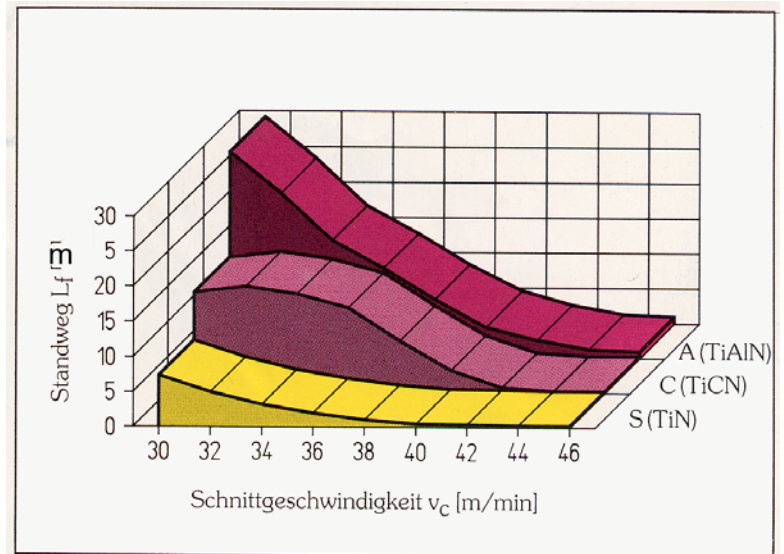


Bild 13: Leistungsvergleich zwischen TiN-beschichteten, TiAlN-beschichteten und TiCN-beschichteten Spiralbohrern bei erhöhtem Vorschub.



Werkzeuge:  $\varnothing = 8,0$  mm, Typ N, HSS, DIN 338  
 Werkstückstoff: GG25  
 Vorschub:  $f = 0,35$  mm/U  
 Trockenbearbeitung

Erst bei höheren Schnittdaten, in diesem Fall höherem Vorschub (vergleiche Bild 12) kann sich das Leistungspotential der A-Schicht voll entfalten.

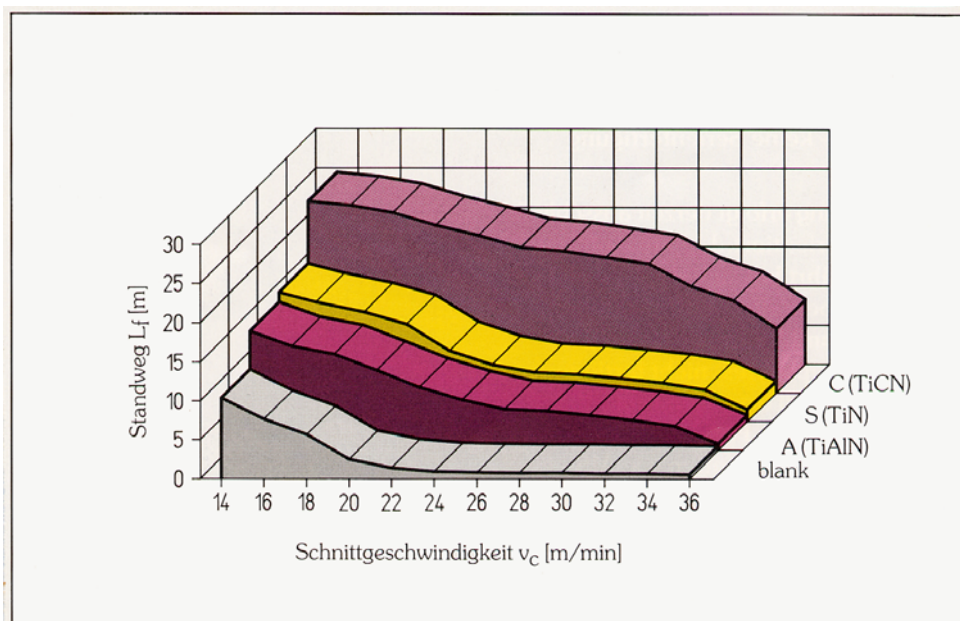


Bild 16: Leistungsvergleich zwischen unbeschichteten und beschichteten Spiralbohrern (s.a. Bild 12).  
 Werkstückstoff: 42CrMo4V., Vorschub  $f = 0,09$  mm/U.  
 Ergebnis: Stahlbearbeitung beherrscht souverän die C-Schicht TiCN. Interessant auch die Erkenntnis, daß die Schnittgeschwindigkeit kräftig erhöht werden kann, ohne beim Standweg gravierend einzubüßen.