

Forschung - Dienstleistung

ALD – Atomic Layer Deposition



Die Atomlagenabscheidung (ALD - Atomic Layer Deposition) ist ein Abscheidungsverfahren zur Herstellung dünner Schichten im Nanometerbereich. Die selbstlimitierende Abscheidung atomarer Monolagen erfolgt über ein zyklisches Einlassen leicht flüchtiger und hochreaktiver Precursoren, bei dem mehrere Reaktanten abwechselnd durch ein Spülpuls getrennt in die Prozesskammer eingeleitet werden.

Vorteile der ALD-Beschichtung:

- konforme Schichtabscheidung auf beliebig geformte Substrate
- exakte Schichtdickenkontrolle
- definierte Schichtzusammensetzung
- hohe Schichtqualität

Home

[Aktuelles](#)

[Mitarbeiter](#)

[Leistungen](#)

[Ausstattung](#)

Aktuelles

Forschungsthemen:

- ALD - Innenbeschichtung von Röntgenoptiken

Die rasant fortschreitenden Entwicklungen in der Nanotechnologie und der Photovoltaik führen zu neuen Anforderungen nach immer besseren Ortsauflösungen in der Röntgenanalytik. Dazu sind besonders Monokapillaroptiken hoher Präzision und Röntgen-Mikrospiegel von großem Interesse.

Finanziert aus Mitteln der Europäischen Union und des Freistaates Sachsen



Gefördert aus Mitteln
der Europäischen Union

Europa fördert Sachsen.

EFRE

Europäischer Fonds für
regionale Entwicklung



Workshops & Konferenzen

Fischer D., Eschner M., Glühmann J., Lorenz C, Neidhardt A, Reinhold C., Reinhold U., Schnabel H.-D., Schneeweiß M., [Protective Layer on Indexable Inserts](#), DPG Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie (SKM)

76. Jahrestagung der DPG, Berlin, Germany, March 2012

Lorenz C., Schenk T., Fischer D., Eschner M., Neidhardt A., Reinhold C., Reinhold U., Schnabel H.-D., [ALD Process for Tungsten Films in Model-like Glass Capillaries](#), [ALD-AVS & Baltic-ALD conference 2012](#), Dresden, Germany, June 2012

C. Lorenz, M. Neuber, A. Neidhardt, C. Reinhold, U. Reinhold, H.-D. Schnabel [Adhesion Strength of Low Temperature Tungsten ALD-Films](#), [13th International Conference on Atomic Layer Deposition, San Diego](#), July 2013

Mitarbeiter

Beteiligte Hochschullehrer (v.l.n.r.)

Prof. Dr. rer. nat. habil. Andreas Neidhardt

Tel: (0375)536 1507

E-Mail: andreas.neidhardt@fh-zwickau.de

Prof. Dr. rer. nat. Ullrich Reinhold

Tel: (0375)536 1508

E-mail: ullrich.reinhold@fh-zwickau.de

Prof. Dr. rer. nat. Christel Reinhold

Tel: (0375)536 1500

E-mail: christel.reinhold@fh-zwickau.de

Prof. Dr. Ing. Hans-Dieter Schnabel

Tel: (0375) 536 1530

E-Mail: hans.dieter.schnabel@fh-zwickau.de

Fax: (0375) 536 1503

weitere Projektmitarbeiter

Dipl.-Ing. (FH) Mario Eschner

[Home](#)

[Aktuelles](#)

Mitarbeiter

[Leistungen](#)

[Ausstattung](#)

Leistungen

Herstellbare Schichten:

- Aluminiumoxid (Al_2O_3)
- Titan-Aluminiumnitrid $\text{Ti}(\text{Al})\text{N}$
- Titannitrid (TiN)
- Titanoxid (TiO_2)
- Metallisches Wolfram (W)

Der thermische sowie der mit plasmaunterstützte ALD - Prozess (PEALD) ermöglicht es, auf unterschiedlichsten Substraten (z. B. Si-Wafer, Metalle, Gläser u.a.) gezielte Schichten zwischen 1 und 100 nm aufzubringen. Die Präzision der hochwertigen Schichten durch selbstbegrenzendes Wachstum wird durch mehrstufige, zyklische Prozesse realisiert.

Das Abscheidungsverfahren isolierender oder leitender Schichten auf komplexe, 3-dimensionale und großflächige Strukturen verbessern die Oberflächeneigenschaften und ermöglichen gleichzeitig die weitere Miniaturisierung von Bauteilen in der Nanotechnologie.

weitere Beschichtungsverfahren an der WHZ:

- Magnetronbeschichtungsanlagen
- Hohlkathodenbogen-Beschichtungsanlage
- Plasma-CVD-Anlage

[Home](#)

[Aktuelles](#)

[Mitarbeiter](#)

Leistungen

[Ausstattung](#)

Ausstattung

Laboraausstattung mit moderner, den Sicherheitsvorschriften entsprechender Technik

Das 2011 in Betrieb gegangene ALD-System besteht aus:

- Prozesskammer mit Handlersystem
- Prozessvakuumpumpe
- Trockenbettabsorber
- Schaltschränke
- Gasbox für flüssigen und gasförmigen Precursoren



Mess- und Prüfgerätschaften zur Schichtcharakterisierung:

- Spektral-Ellipsometer SE800 von SENTECH
- Analysesystem (UHV-STM, XPS, UPS) von SPECS
- Rasterelektronenmikroskop (mit quantitativer EDX-Analyse) MIRA FE-REM von TESCAN
- Röntgendiffraktometer (XRD) D 8 Discover mit GADDS von Bruker
- Ritztester von WHZ-Entwicklung

[Home](#)

[Aktuelles](#)

[Mitarbeiter](#)

[Leistungen](#)

Ausstattung



Protective Layer on Indexable Inserts

D. Fischer, M. Eschner, J. Glühmann, C. Lorenz, A. Neidhardt
C. Reinhold, U. Reinhold, H.-D. Schnabel, M. Schneeweiß
Westsächsische Hochschule Zwickau
University of Applied Sciences, Dr.-Friedrichs-Ring 2a, 08056 Zwickau, Germany
contact: dustin.fischer@fh-zwickau.de

Abstract

The use of uncoated indexable inserts and micro tools is a common procedure for cutting metals. In order to achieve an effective removal of material, a uniform abrasion is required at the cutting edge of the tool. Despite the great thermal resistance of the tool there is a high risk of oxidation at high temperatures so that the sealing of the inserts is indicated. An aluminium oxide (Al_2O_3) coating performed by Atomic Layer Deposition is a method to positively influence the cutting parameters as well as the wear and tear.

Motivation

Coatings with hard materials are able to considerably extend the lifetime of cutting tools. Chemical and Physical Vapor Deposition (CVD, PVD) are common techniques to coat these tools since the 1970s. Thereafter, no comparable progress was achieved and the potential of CVD and PVD seems exhausted. With growing thickness of coatings an edge rounding effect occurs, which is a serious problem for both finishing (e.g. indexable inserts) and micro cutting tools (e.g. drillers). Due to miniaturization, conformality becomes another problem. Since ALD is expected to provide thin, conformal, and dense films its potential for future cutting tool production is to be examined.

Background

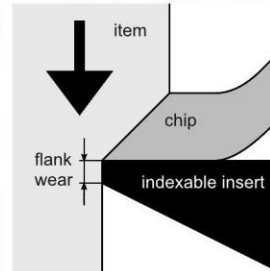


Fig. 1: Schematic diagram for the machining.

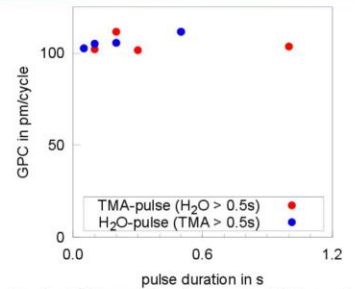


Fig. 2: ALD-Process: Growth per cycle (GPC) is not depended on the gas flow. In contrast to Chemical Vapor Deposition (CVD) the highly reactive precursors are separated by inert gas pulses to make uses of a self limiting surface reaction that allows only a monolayer to grow.

Indexable Inserts

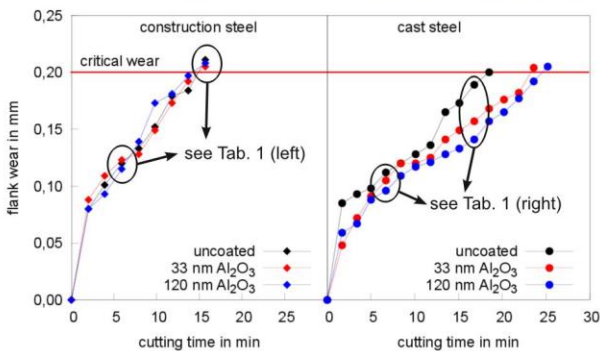
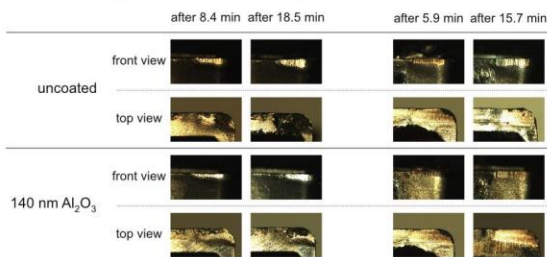


Fig. 3: Wear-time-diagram for the machining of construction steel (left) and cast steel (right). The sintered carbide substrate was TTM09* for construction steel and THM* for cast steel. (* Co. Kennametal)

Tab. 1: Front and top view on indexable insert during the measurement



- low cutting speeds: ALD coatings cause more even wear at major flank and cutting face; built-up edge formation is reduced
- high cutting speeds: no significant improvement
- no significant influence of film thickness on wear behavior could be observed with the used cutting parameters
- ALD coating does not lead to any process-related performance loss

Drillers

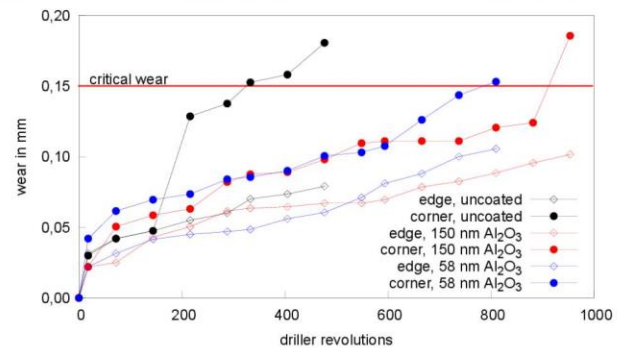
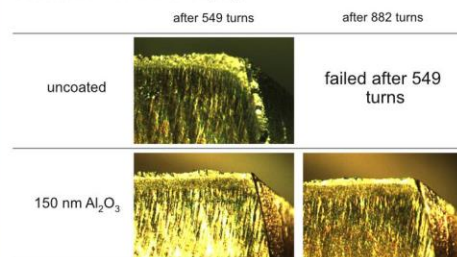


Fig. 4: Wear-time-diagram for the machining of cast steel. The sintered carbide substrate was HM-K20-K40*. (* Co. GESAU)

Tab. 2: Front view on driller's cutting edge



- wear of major flank is reduced and edge wear is drastically decreased
- a 170 % better performance was observed for drilling cast iron (abort criterion: width of wear mark = 0.15 mm)
- film thickness showed only little influence; the thicker coating (120 nm) tends to be favorable
- ALD coating does not lead to any process-related performance loss at used cutting speed of 120 m/min

Conclusion

It was proven that ALD provides a repeatable deposition process for Al_2O_3 as one of the fundamental hard materials for today's metal cutting applications. Abrasive wear of used tools (indexable inserts, drillers) is reduced without degrading the cutting performance. Further ALD experiments have to show if other common hard coatings like e.g. TiN, AlN, and multi-layers of these are able to improve cutting tools as well.

Acknowledgement

This work was financially supported by the Saxon State Ministry for Higher Education, Research and the Arts.



ALD Process for Tungsten Films in Model-like Glass Capillaries

C. Lorenz, T. Schenk, D. Fischer, M. Eschner, A. Neidhardt, C. Reinhold, U. Reinhold, H.-D. Schnabel
– Westsaxon University of Applied Sciences, Zwickau, Germany –
Contact: christine.lorenz@fh-zwickau.de

Aim of Investigation

Standard deposition methods, like PVD and CVD, are commonly applied on planar and low structured substrates. For structures with high aspect ratios, buried structures, or large scale substrates these deposition techniques fail. Several applications, like photonic crystals or capillaries, require very thin, conformal and smooth (rms roughness below 1 nm) films of metals or metal compounds on silicon, glass or polymers.

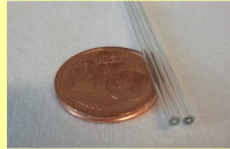


Fig. 1: Glass capillaries (diameter: 500 µm) compared to a 2 cent coin.

These sophisticated requirements comply well with properties of an atomic layer deposition (ALD). The aim of our institute's ALD-group is the achieving of an inner tungsten coating on model-like silicon capillaries. These studies serves as background for the inner coating of glass capillaries.

ALD System

Characteristic of ALD 150:

- Thermal ALD and PEALD possible
- Radial flow channel reactor
- Dual chamber system with a load lock module and a process chamber
- Precursor: TMA, H₂O, WF₆, Si₂H₆, TiCl₄, NH₃
- Coating materials: Al₂O₃, TiN, TiO₂, Ti(Al)N, W



Fig. 2: ALD system ALD 150 of Co. FHR.

Background

Molecular flow of reactants in capillaries

- Rectangular cross-section with that $a \gg b$ and the aspect ratio is found to be depth to slot thickness l/b (discussed in Gordon et. al. /1,2/)
- Transmission probability for rectangular cross sectional capillaries $P_{RCS}(x)$, where x is depth in the capillary:
$$P_{RCS}(x) = \frac{1 + \ln(0,433 \cdot x / b + 1)}{x / b + 1}$$

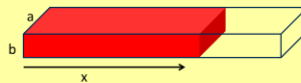


Fig. 3: Penetration depth l in capillary.

- Transmission probability for real circular cross-section capillaries $P_{CCS}(x)$, where d is the diameter:
$$P_{CCS}(x) = \frac{14 + 4 \cdot x / d}{14 + 18 \cdot x / d + 3(x / d)^2}$$
- Correlation between exposures required for complete coating and depth l of penetration is obtained by numerical integration, where U denotes the perimeter, A the cross-sectional area of the capillary tube, $exposure_{capillary}$ is the exposure of a capillary tube and $exposure_{flat\ surface}$ is the minimum exposure of a flat surface:

$$\frac{(exposure)_{capillary}}{(exposure)_{flat\ surface}} = \frac{U}{A} \int_0^l P(x)^{-1} dx$$

Exposure in dependence on aspect ratio of different capillaries

- Circular capillary results agree with kinetic model of Gordon et. al. /1,2/
- Significant differences for rectangular aspect ratio at same exposures
- At same exposures the quotient of the aspect ratios between circular capillaries to the rectangular capillaries is about 1 to 3

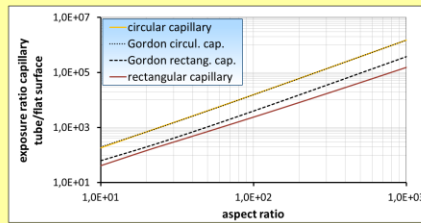


Fig. 4: Exposure ratio versus the aspect ratio.

Coating Process

- Model capillaries (see fig. 5) used to determine the process parameters
- Deposit ALD-Al₂O₃ first to advance the nucleation of ALD-Tungsten
- Layer properties (thickness, density, roughness, ...) are measured with spectroscopic ellipsometry and x-ray reflectometry
- Penetration depth is measured visually
- Experimental penetration depth results can be applied on real circular cross-section capillaries

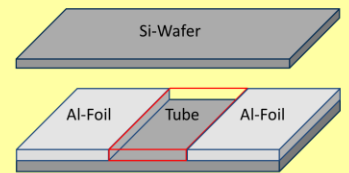


Fig. 5: Assembly of a model capillary with a 5 mm slit, in which the precursors can penetrate, embedded between 50 µm thick aluminum foil.

Result + Discussion

- Precursor penetration depth in a capillary increases with $t^{1/2}$, where t is the pulse duration, agreeing with theory of gas diffusion
- Results are consistent with the theory of gas diffusion limiting the flux of reactants into the capillaries
- Wider capillary forms facilitate deeper coating penetration (see Fig. 8)
- Tungsten coating require much longer pulse durations as Al₂O₃ coatings due to inertial reaction behaviour

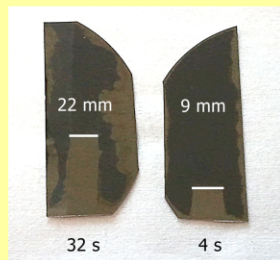


Fig. 6: Tungsten coated model capillaries. The white lines mark the deposition's end. During the process the capillaries are clamped. Emerging tensions permit an intrusion of coating at the edges of the substrate.

coating material	process parameter			characteristic	
	pulse duration in s	purge time in s	GPC in nm/cycle	density in g/cm ³	roughness in nm
Al ₂ O ₃	0.5 - 3.0	10 - 30	0.1	3.15	0.67
W	2.0 - 48.0	10 - 60	0.4	16.73	2.31

Table 1: An overview of the used process parameters and the obtained film characteristic.

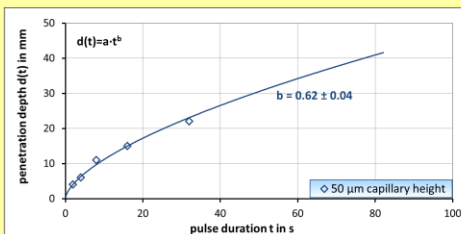


Fig. 7: Penetration depth - pulse duration diagram for a tungsten-coating, constituting a root function.

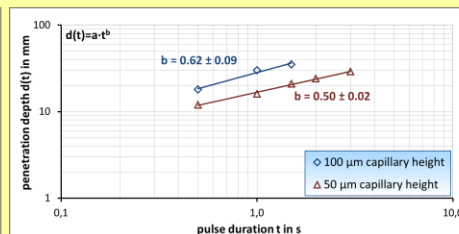


Fig. 8: Penetration depth - pulse duration diagram for an aluminium-oxide-coating with two different capillary heights.

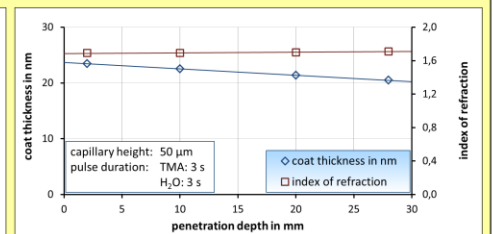


Fig. 9: Distribution of the coating thickness and the index of refraction over the penetration depth of Al₂O₃. The distribution of both parameters could be maintained nearly constant.

Conclusion

The repeatable deposition of aluminium oxide and tungsten films within capillaries is possible with an optimized ALD-coating process. Therefore, the correlation between precursor pulse duration and penetration depth agrees with the theory of gas diffusion. The possibility to transfer the deposition results from model to real glass capillaries will be tested by us soon.

References

- /1/ Gordon, R. G. et al. Chem. Vap. Deposition 2003,9,73,
- /2/ Jousten, K., in "Wutz-Handbuch der Vakuumtechnik",Vieweg+Teubner, Wiesbaden 2010 (G)

Acknowledgement

Funded by the European Union and the Free State of Saxony





Adhesion Strength of Low Temperature Tungsten ALD-Films

C. Lorenz, M. Neuber, A. Neidhardt, C. Reinhold, U. Reinhold, H.-D. Schnabel,
- Westsaxon University of Applied Sciences, Zwickau, Germany
Contact: christine.lorenz@fh-zwickau.de

Motivation

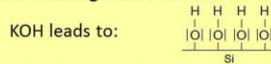
Atomic Layer Deposition (ALD) is a coating technique which provides ultra-thin, conformal layers of metals and metal compounds. Important quality properties to characterize the generated films are not only thickness and density but also adhesion strength, which shows difficulties in measurement due to its small film thickness. ALD provides only few opportunities to enhance the growth velocity or the emerging layer qualities of tungsten films. One is the substrate surface condition. Our studies focus upon the effects of changed functional groups at the surface on the adhesion strength of tungsten films on Si-wafers.

Pretreatment of Silicon

a) Wet etching with HF to etch native SiO₂ on the Si surface.



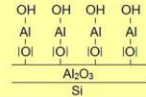
b) Wet etching with KOH to etch native SiO₂ on the Si surface.



c) Precoating for W ALD: silicon coated with Al₂O₃ ALD at the same temperature

- 20 cycles of Al₂O₃ and the precursor are trimethyl aluminium (TMA) and water

The last water pulse leads to:



Low Temperature ALD of Tungsten (130 °C)

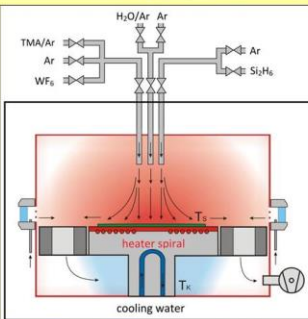


Fig. 1: The structure of radial flow channel reactor with W-precursor (WF₆ and Si₂H₆) and purge gas lines (Argon).

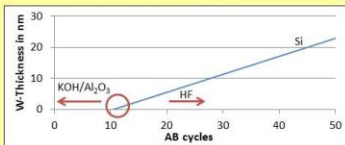


Fig. 2: W-Thickness versus AB cycles show the typically delayed start the W-nucleation.

Delayed tungsten nucleation

- Common with Si-wafer
- Intensified delay with HF wet etching
- I-Si-H + WF₆ → I-Si-WF₅ + HF **improbable**
- Reduced delay with hydroxyl group by KOH or Al₂O₃-treatment
- I-Si-OH + WF₆ → I-Si-O-WF₅ + HF **probable**

Scratch Adhesion Test

- Incrementally increasing load on the coating surface by a Rockwell C scratching point, while the sample is displaced at constant speed
- Critical load determination by the microscope observation and force recording (normal and tangential force)



Fig. 3: Scratch Tester.

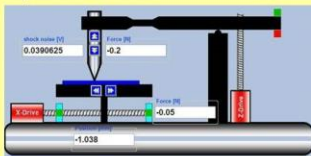
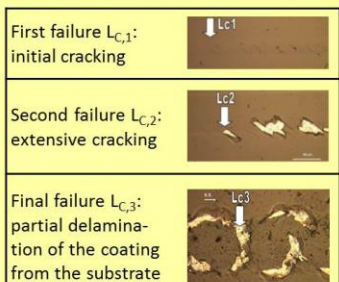


Fig. 4: Virtual image of scratch tester.



Tab. 1: Optical micrographs of critical failure points along a load scratch on HSS (High Speed Steel).

Results

	W on Si with native SiO ₂ (few OH-groups)	W on Si (etched by HF, few OH-groups)	W on Si (etched by KOH, many OH-groups)	W on Si precoated with Al ₂ O ₃ ALD (many OH-groups)
Critical failure L _{C,1} in N	15.9	6.9	19.0	19.2
Thickness of SiO ₂ in nm	3.0	< 1.0	7.0	3.0

Tab. 2: Overview of chemical pretreatments of silicon substrates with their first critical failure and thickness of SiO₂. X-ray reflectivity is used to measure the thickness of SiO₂.

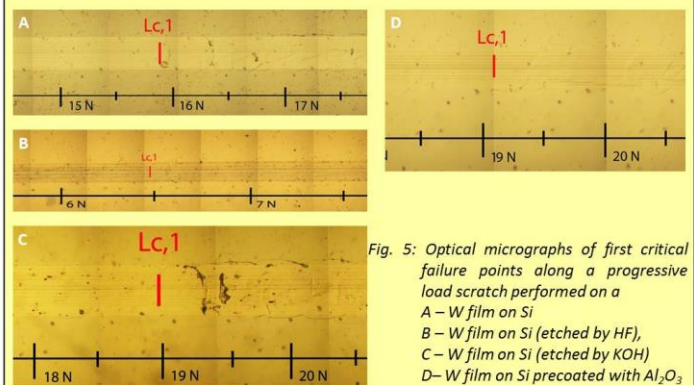


Fig. 5: Optical micrographs of first critical failure points along a progressive load scratch performed on a A – W film on Si B – W film on Si (etched by HF), C – W film on Si (etched by KOH) D – W film on Si precoated with Al₂O₃

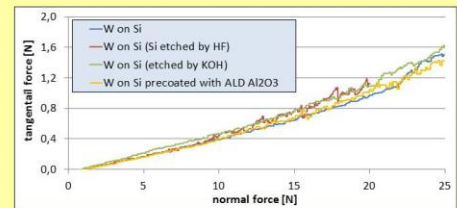


Fig. 6: Tangential force versus normal force.

Discussion

- Significant increase of the critical failure by W-ALD-Coating with stable layers of SiO₂ or Al₂O₃
- W film on Si/SiO₂ wet etched by HF shows the smallest adhesion strength
 - Pure Si offers only few adsorption traps
- Depositions with high SiO₂ thicknesses show good adhesion strengths due to the increased concentrations of hydroxyl groups in the reactions
 - Connection between W and O is stable as between W and Si at low grown temperatures
 - Selection of the substrate pretreatment must be considered

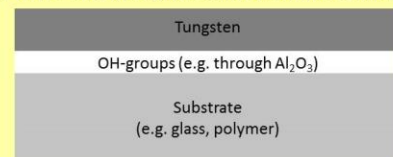


Fig. 7: Ideal structure for W coatings on different substrate.

The results supported coating polymers or glass capillaries with tungsten. Investigations about stable coatings on such surfaces with OH-groups at low temperatures is the next challenge of our ALD Group.

References

/1/ Sekler, The Scratch Test; Surface and Coatings Technology, 36 (1988) 519-529

Acknowledgement

Funded by the European Union and the Free State of Saxony



Ersten Ergebnisse auf der der 12th Internationalen Konferenz von Atomic Layer Deposition (ALD) vorgestellt

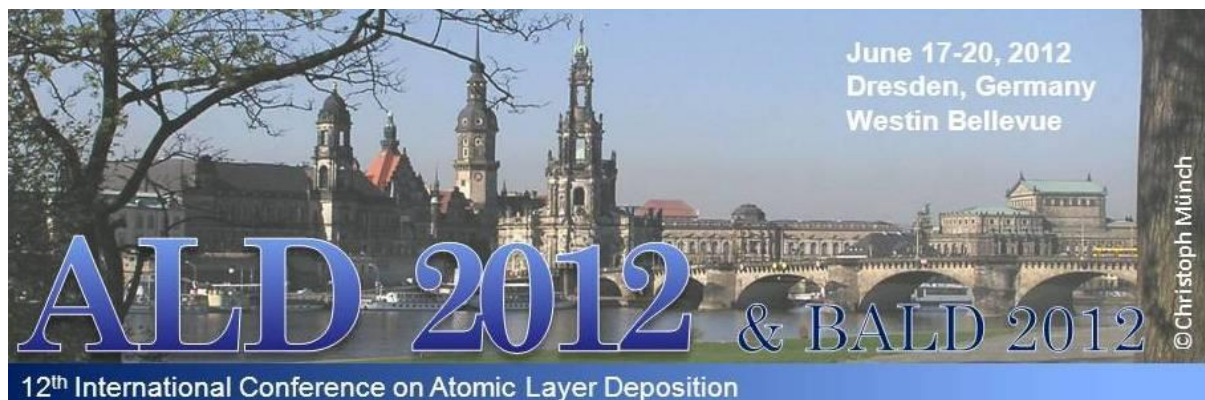
Internationale Forscher und Fachexperten sowie 29 Aussteller kamen vom 17. bis 20. Juni 2012 zur „AVS Topical Conference on Atomic Layer Deposition“ (ALD 2012) in Dresden zusammen.

Die von der amerikanischen Gesellschaft für Vakuumtechnologien American Vacuum Society getragene Konferenz findet jährlich rotierend in Amerika, Asien und Europa statt. In diesem Jahr war die von 21 Sponsoren unterstützte Konferenz von der NaMLab gGmbH in Dresden ausgerichtet.

Entwickelt wurde die Atomlagenabscheidung unter dem Namen Atomlagenepitaxie bereits Ende der 1970er Jahre. Damals wurde nach einer Methode gesucht, um hochwertige, extrem gleichmäßige dünne Schichten auf großflächigen Substraten herzustellen. Sequentiell werden dabei unterschiedliche chemische Moleküle aus der Gasphase auf der Substratoberfläche angelagert. Die Reaktion ist selbstlimitierend. Die gewünschte Schichtdicke und Zusammensetzung wird über das wiederholte Durchlaufen unterschiedlicher Abscheidungszyklen realisiert.

Im Zentrum der Veranstaltung standen die aktuellen Forschungsergebnisse und neueste Technologien der Atomlagen-kontrollierten Abscheidung von Dünnschichten. Diese Technik wird genutzt, um ultradünne und gleichmäßige Strukturen für Halbleiter- und Dünnschicht-Anwendungen zu erzeugen. Besonders für die Bereiche moderne Elektronik, Mikrosysteme, Display und Biotechnologie bietet diese Methode Vorteile.

Das Verfahren und seine Anwendung ist ein wichtiger Forschungsschwerpunkt sächsischer Forschungseinrichtungen, die sich zu einem „ALD Lab Dresden“ zusammengeschlossen haben. Inzwischen wird das Verfahren großtechnisch in der Halbleiterindustrie auch in Sachsen eingesetzt, und die sächsische Equipmentindustrie bietet entsprechende Prozess- und Forschungsanlagen an.



[Poster](#)

[zurück zu Aktuelles](#)

Internationale ALD-Konferenz 2013 in San Diego

Zum mittlerweile dreizehnten Mal trafen sich Wissenschaftler und Forschungsgruppen aus der Industrie und dem akademischen Bereich, um ihre Erkenntnisse auf der jährlichen, internationalen Konferenz für Atomlagenabscheidung (engl. Atomic Layer Deposition) auszutauschen. Dieses Jahr fand die Konferenz vom 28. bis 31. Juli unter dem herrlichen Ambiente von San Diego (USA) statt.

Die Atomlagenabscheidung ist eine Technik, welche in der Herstellung von ultra-dünnen Schichten eingesetzt wird. Ihr besonderes Merkmal ist die selbstbegrenzende Reaktion von Präkursoren (gasförmige Verbindungen, die am Reaktionsprozess teilhaben) an der Oberfläche des Substrats, welche dazu führt, dass Verbindungen in Monolagen Schritt für Schritt aufgebaut werden. Dadurch können Filme präzise und reproduzierbar abgeschieden werden.



Trotz der vielen Vorteile und dem großen Potential, ist die Atomlagenabscheidung in der Industrie immer noch nicht weit verbreitet. Daher stand die diesjährige ALD-Konferenz unter dem besonderen Fokus der Industrialisierung der ALD.

Auch die Westsächsische Hochschule Zwickau (WHZ) hat sich an diesem Wissensaustausch beteiligt. Vertreten durch Prof. Hans-Dieter Schnabel, dem derzeitigen Leiter der Forschungsgruppe Atomlagenabscheidung an der WHZ, und Markus Neuber (Masterstudent im Auslandspraktikum), wurden die Ergebnisse zum Thema „Haftfestigkeit von niedrig-Temperatur Wolfram-ALD-Schichten“ präsentiert. Viele Interessierte hatten Fragen und Anregungen,

Markus Neuber präsentiert ein Poster der Forschungsgruppe der WHZ und beantwortet Fragen interessierter Zuschauer.

welche in der weiteren Arbeit der ALD-Forschungsgruppe mit berücksichtigt werden. Auch Ideen für neue Projekte mit zukunftsweisenden Charakter wurden gesammelt. Denn die ALD gewinnt immer mehr Einfluss in der Forschung und Industrie.

Nächstes Jahr wird die internationale ALD-Konferenz in Osaka (Japan) stattfinden. Hoffentlich auch wieder mit einem Beitrag der WHZ.



Besonders während dem Mittagessen wurden gern Kontakte geknüpft und Diskussionen geführt.