

Online Kontrolle dünner Schichten in der Metallindustrie

Prof. Dipl. Phys. W. Kessler

Honorarprofessor Hochschule Reutlingen

STZ Prozesskontrolle und Datenanalyse

STI Multivariate Datenanalyse Steinbeis-Hochschule Berlin

Prof. Dr. Dipl. Chem. R. W. Kessler

Institut für Angewandte Forschung

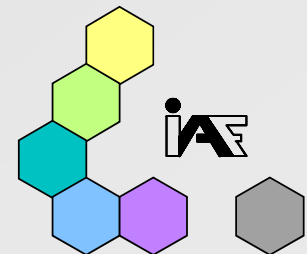
Prozessanalytik und Technologie

Hochschule Reutlingen



Hochschule Reutlingen

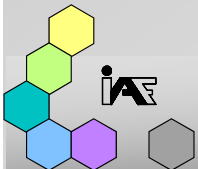
Reutlingen University



Inhalt:

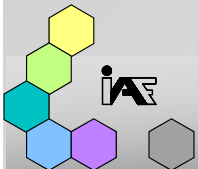
Schichtdickenmessung auf Metalloberflächen

- **Funktionale oder dekorative Schichten?**
 - Korrosionsschutz
 - Verbesserung der Adhäsion
- **Wichtige Verfahren zur Schichtdickenmessung**
 - Ellipsometrie
 - Röntgenfluoreszenz
 - Magnetinduktive und Wirbelstromverfahren
 - Interferenz- und Reflexionsspektroskopie
- **Anwendungen in der Prozesskontrolle**
 - Schnelligkeit
 - Messen großer Flächen
 - Einbinden in die Prozesssteuerung



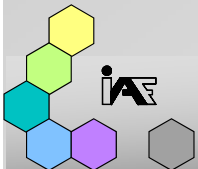
Korrosionsschutz - Oberflächenveredelung

- Konversionsschichten
 - auf Stahl, Edelstahl, Legierungen, Zink, Aluminium
 - zur Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit und der Haftung von Lacken, Klebern oder Dichtstoffen
 - vorwiegend Chromatierungen oder Phosphatierungen
 - aus Umweltgründen (chromfrei) elektrochemisch erzeugte Anodisierungsschichten, z.B. Eloxalschichten
 - Self-Assembled Monolayers (SAMs)
 - Nanokomposite Sol-Gel-Schichten
- Oberflächenveredelung
 - Farben, Lacke
 - Schichten aus Polymeren
 - Email, u.a.



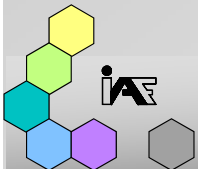
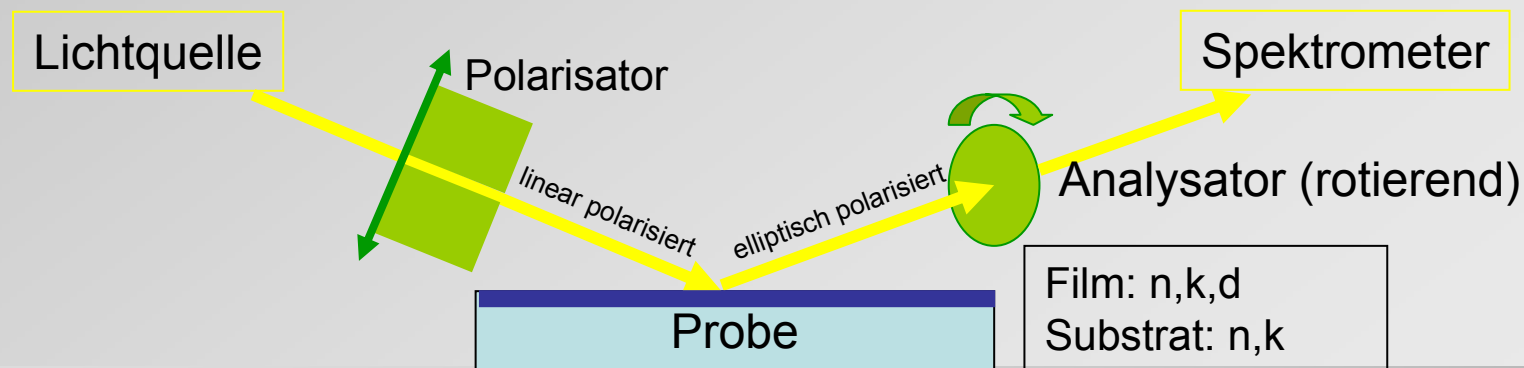
Verfahren zur Messung dünner Schichten

- Wichtige online fähige Verfahren
 - Ellipsometrie
 - Röntgenfluoreszenz
 - Magnetinduktive und Wirbelstromverfahren
 - Interferenz- und Reflexionsspektroskopie
- weitere Verfahren
 - Beta-Rückstreu-Verfahren
 - Photothermische Messverfahren
 - Impedanzspektroskopie
 - Oberflächenplasmonenresonanz (SPR)
 - Ultraschallverfahren
 - Zeitintegrierte Fluoreszenzanalyse, u.a.



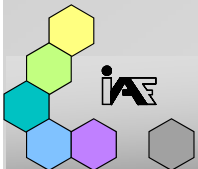
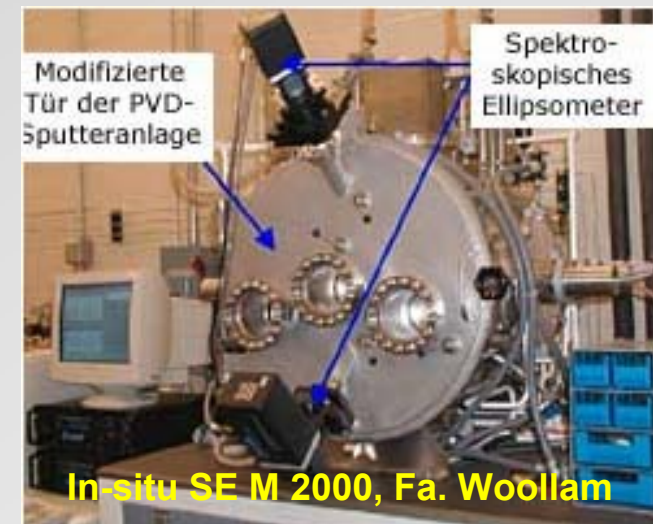
Ellipsometrie

- Misst die Änderung der Polarisationsrichtung bei der Reflektion von Licht auf **glatten** Oberflächen
- Möglicher Wellenlängenbereich UV (190 nm), NIR (2 500 nm), IR (30 μm)
- Änderung der Polarisationsrichtung hängt ab von:
 - Brechungsindex n (Materialeinfluss)
 - Oberfläche k (Rauigkeit der Oberfläche, Porosität)
 - Schichtdicke d (Interferenzeffekte)

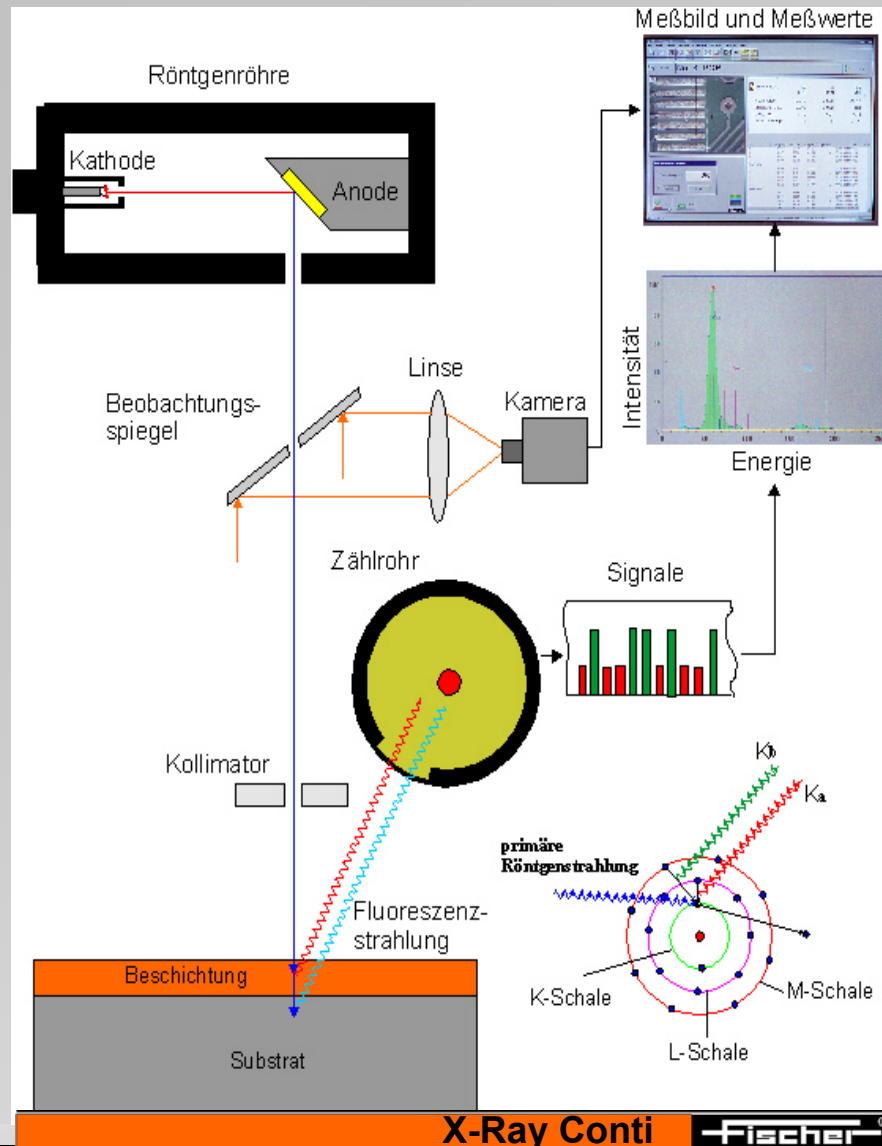


Laser – und spektroskopische Ellipsometer

- Laser Ellipsometer
 - + genaue Messung sehr dünner Schichten (Haupteinsatz Halbleiterindustrie)
- Spektroskopische Ellipsometer
 - + etablierte Methode bei der Halbleiter- und Glasbeschichtung
 - Schwierigkeiten bei rauen Oberflächen
 - hoher apparativer Aufwand nötig
- In-situ Anwendungen
 - + Sputtern, Elektronenstrahlverdampfer
 - + Überwachung von Mehrfachschichten auf bewegten Metallbändern, durch Aneinanderreihen mehrerer Ellipsometer

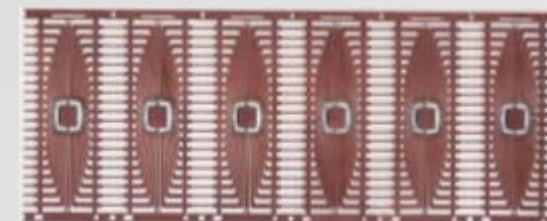


Röntgenfluoreszenz



- Fokussierter Röntgenstrahl
- angeregte Atome in Schicht und GW senden selbst Fluoreszenz-Röntgenstrahlung aus
- Detektor wertet Fluoreszenzstrahlung nach Energie und Intensität aus
- Beziehung zwischen Intensitätsverteilung und Massengewicht kann berechnet werden
- Messung der Schichtauflage -> Umrechnung in Schichtdicke
- Elemente der Ordnungszahl $Z=13$ (Al) bis $Z=92$ (U) können gemessen werden.
- Messung von galvanischen Schichtdicken und Schichtzusammensetzungen
- Festkörper, Pasten, Flüssigkeiten messbar

Beispiel: Messung von Kontaktbändern



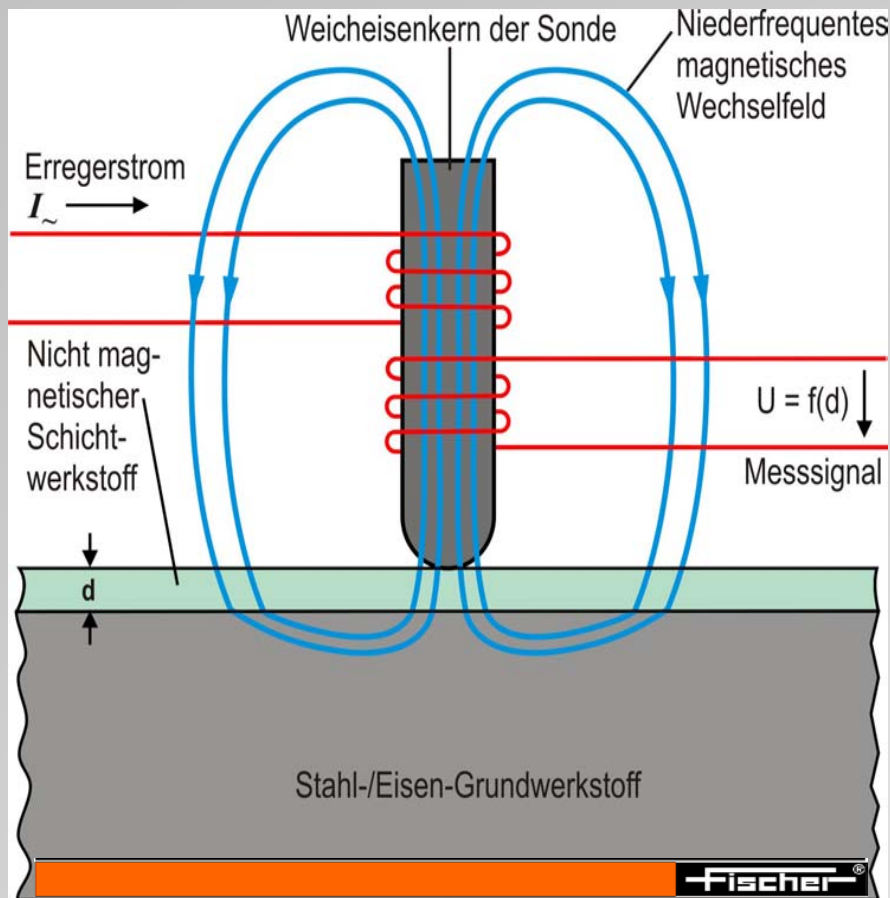
Ag(6)/CuSn6

Au(0,2)/Ni

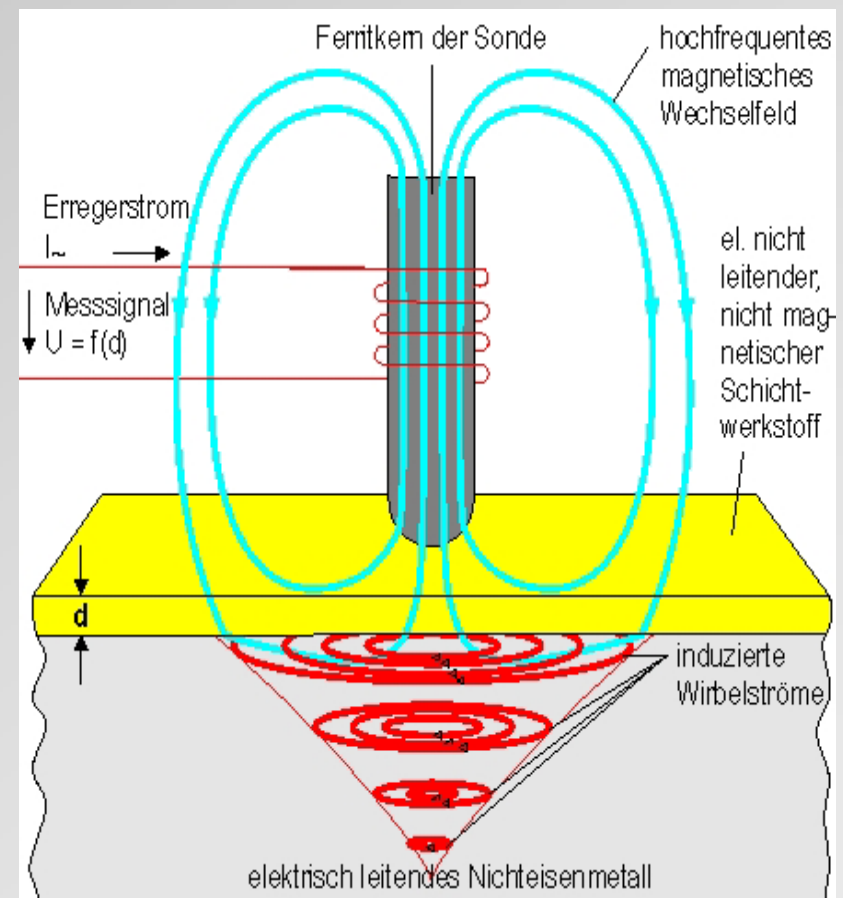


Magnetinduktives und Wirbelstrom-Verfahren

Magnetinduktive Methode



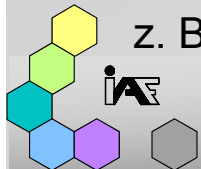
Wirbelstrom-Methode



Welche Schichten lassen sich messen?

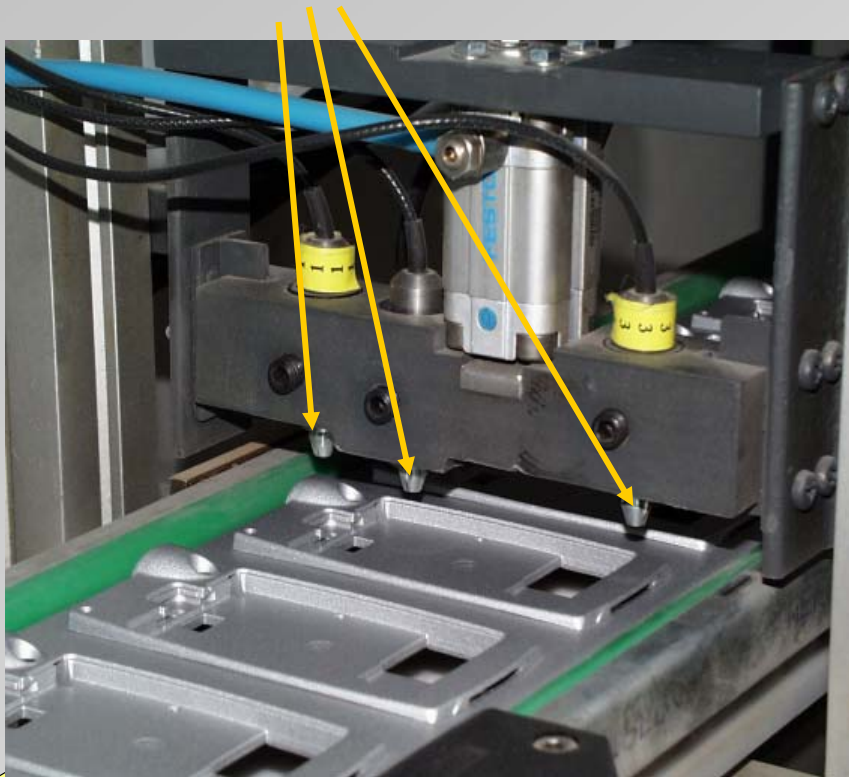
z. B. Zn, Cr, Cu, Sn, Lack, Kunststoff, Email

hier auch anodisierte Schichten auf Al



100%-Stückprüfung von Beschichtungen mit magnetinduktiver Messmethode

Automatisierte Messung der Lackdicke auf Gehäuseteilen aus Aluminium parallel mit drei Wirbelstromsonden



Automatisierte Messung der Chromdicke auf Kolbenstangen nach der magnetinduktiven Methode (Spezialsonde).



Fischer

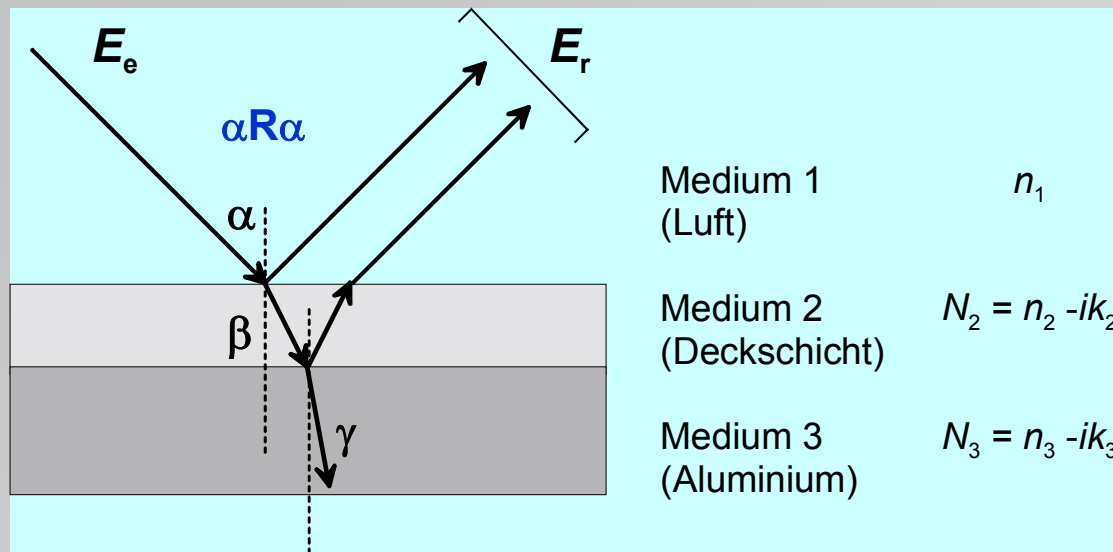
STZ Prozesskontrolle und Datenanalyse



Weißlicht-Interferenz

Messung von dünnen transparenten oder teiltransparenten Schichten

Gerichtete Reflexion



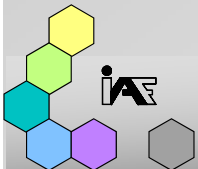
Gangunterschied: $\Delta x = \frac{2nd}{\cos(\alpha)}$

Wellenlängenbereich UV, VIS, NIR

200 – 2500 nm → dünne – dicke Schichten

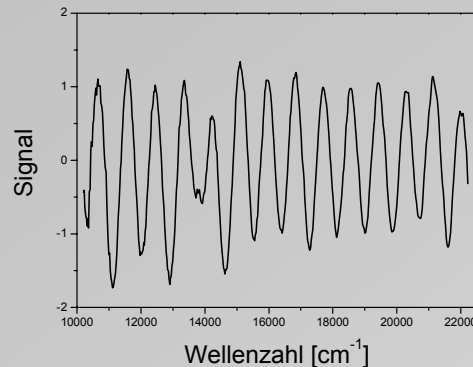


- Einfaches Messprinzip
- Sehr flexibel einsetzbar, Lichtleiter
- Anordnung: 45R45, 0R0, 45R-45, usw.



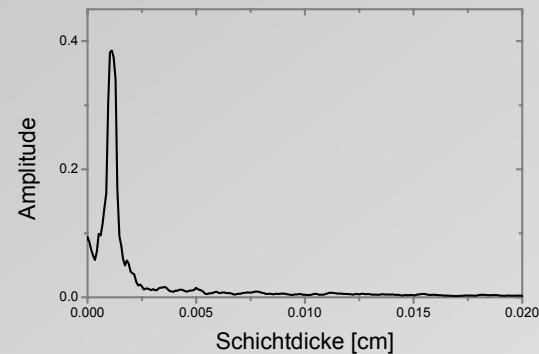
Schichtdickenbestimmung - Weißlichtinterferenz

Dünne Schichten



Interferenz-Spektrum

→
FFT



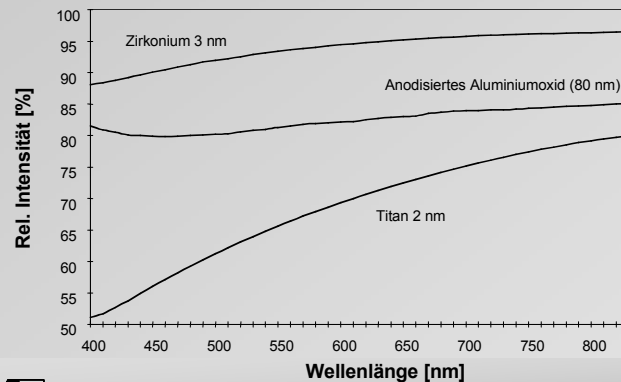
FT-Spektrum

→

3.57 μm

→ Schichtdicke
(Berücksichtigen von n)

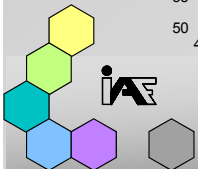
Ultra dünne Schichten



→

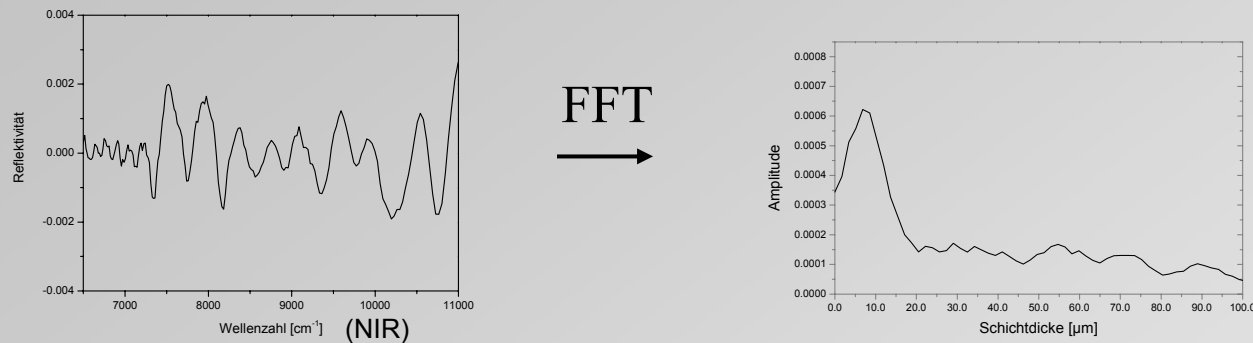
Kalibrierung über chemometrische
Verfahren oder Neuronale Netze

Veränderungen sehr genau messbar (<1nm)

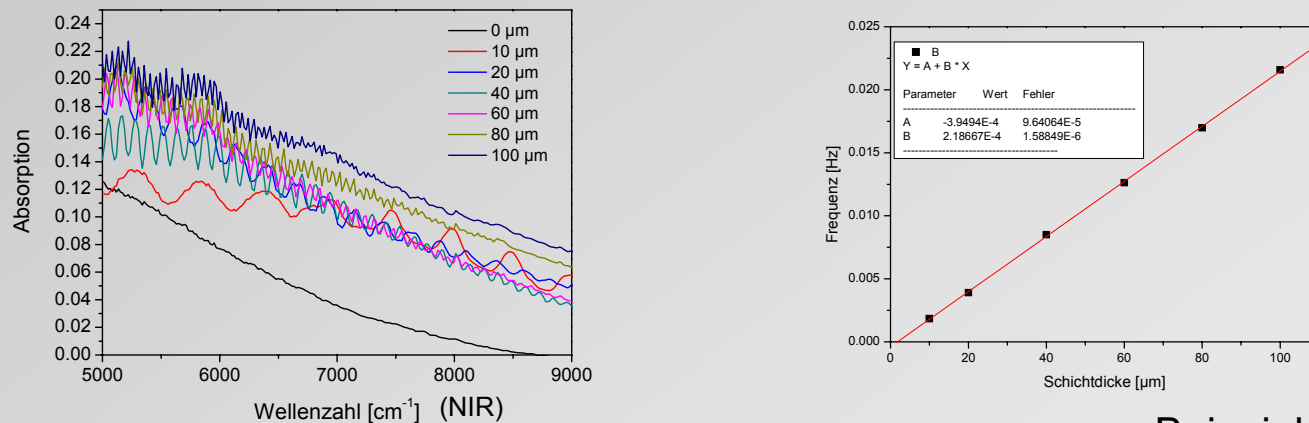


Online-Anwendungen

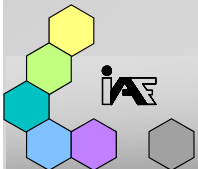
Online-Messung von wässriger Lösung auf verzinktem Stahlblech



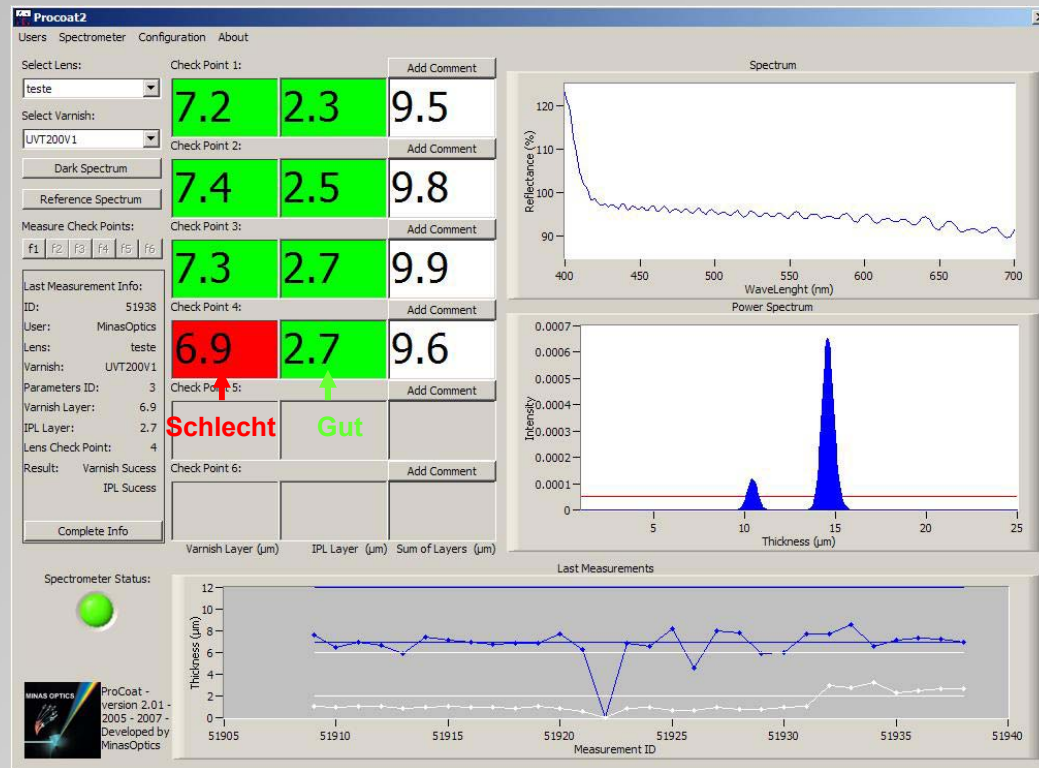
Online-Messung von Druckfarbenauftrag auf Druckwalze



Beispiele von Fa. 

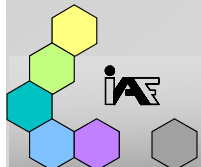


Kontrolle bei der Beschichtung von Scheinwerfern



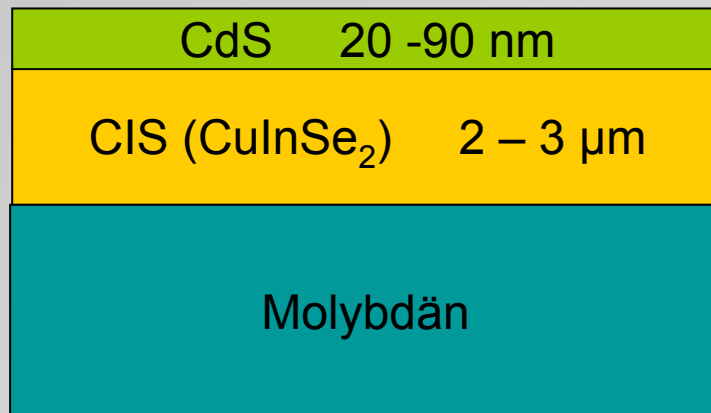
Messergebnisse einer 2-Schicht Messung

(hier noch at-line)



Messen von Mehrschichtsystemen

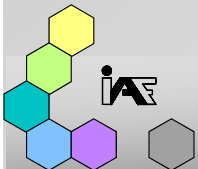
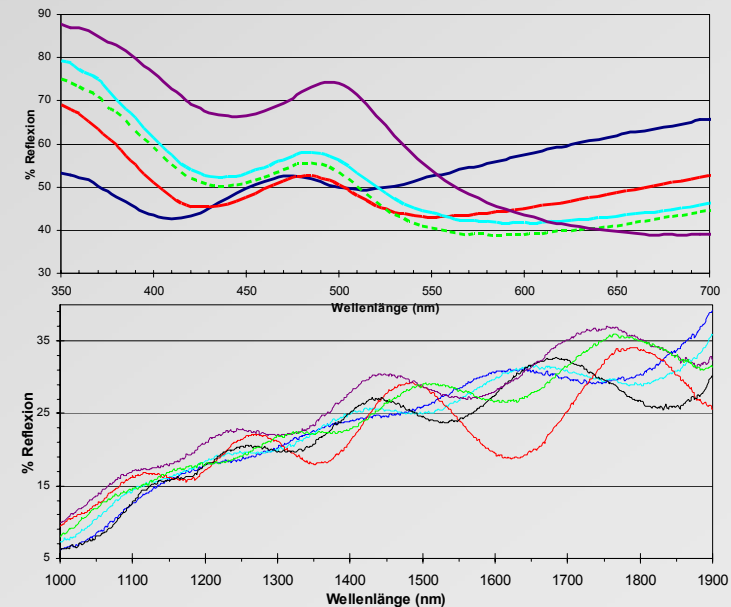
- Überlagerung von mehreren Interferenzen
 - Auswertung mit FFT
- Materialien sind unterschiedlich transparent
 - abhängig von Wellenlänge



Solarzellen Mehrschichtsystem

UV/VIS

NIR

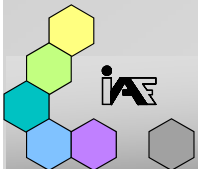


Messen großer Flächen

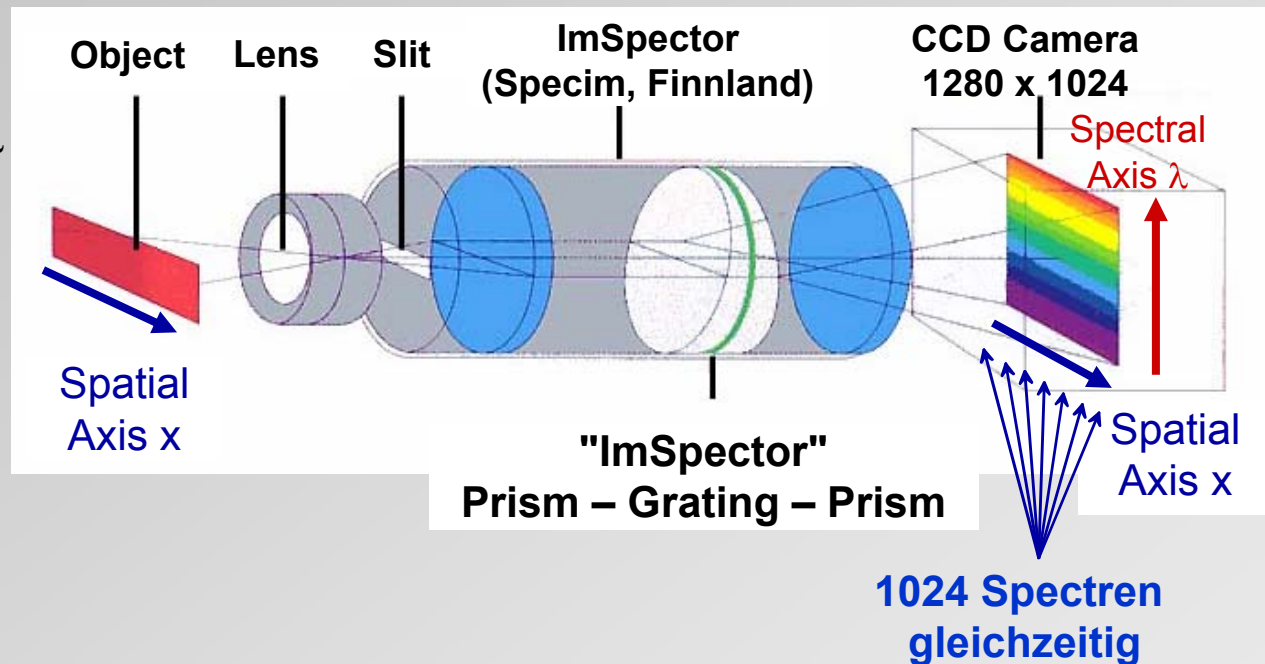
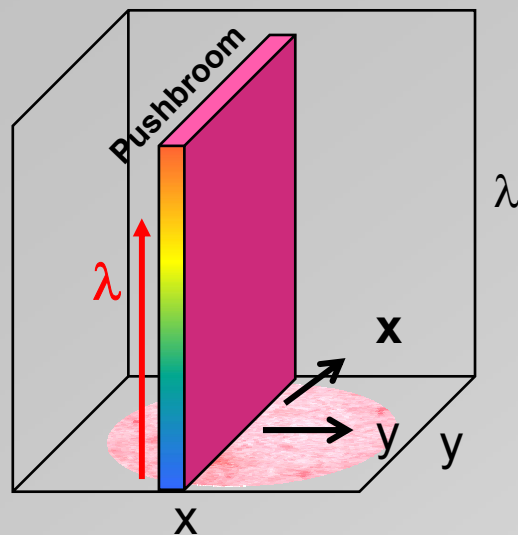
- Traversiereinrichtungen
 - erfordern Aufwand, Platz, Wartung
 - keine 100% Kontrolle
- Mehrere Messeinrichtungen parallel
 - teuer

Alternative

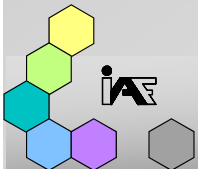
- Imaging
 - Viele Messungen parallel mit einer Messeinrichtung
 - 100% Kontrolle möglich



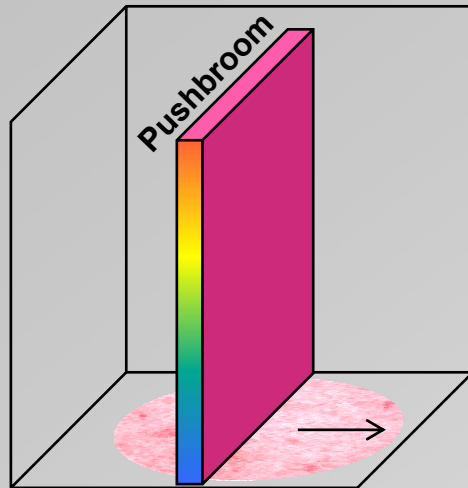
Pushbroom Imaging



1. Man betrachtet eine Linie über die Probe gleichzeitig
2. Man misst gleichzeitig alle Spektren entlang dieser Linie
3. Bewegt die Probe unter dem Messkopf zu neuer Position
4. weiter mit 1, usw, d.h. Probe bewegt sich unter Messkopf



Pushbroom Imaging

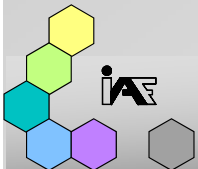


Vorteile:

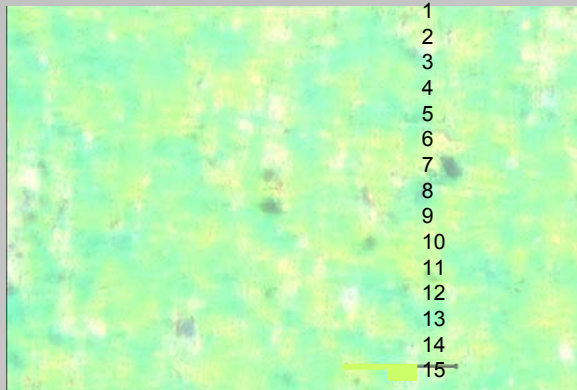
- Mittlere bis hohe laterale Auflösung (1280 x 1024 pixels)
- Mittlere bis hohe spektrale Auflösung (1280 x 1024 pixels)
- sehr flexibel einsetzbar
- viele denkbaren Konfigurationen → Individuallösung
- Online-Kontrolle möglich

Nachteile:

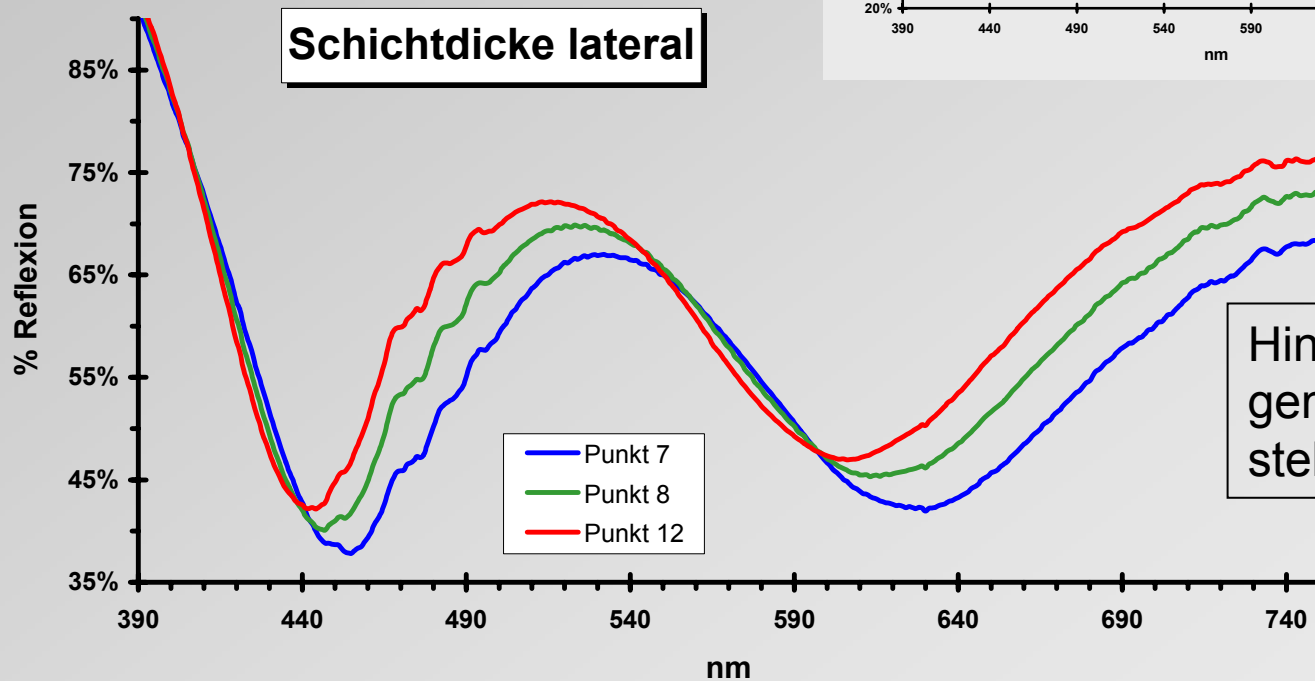
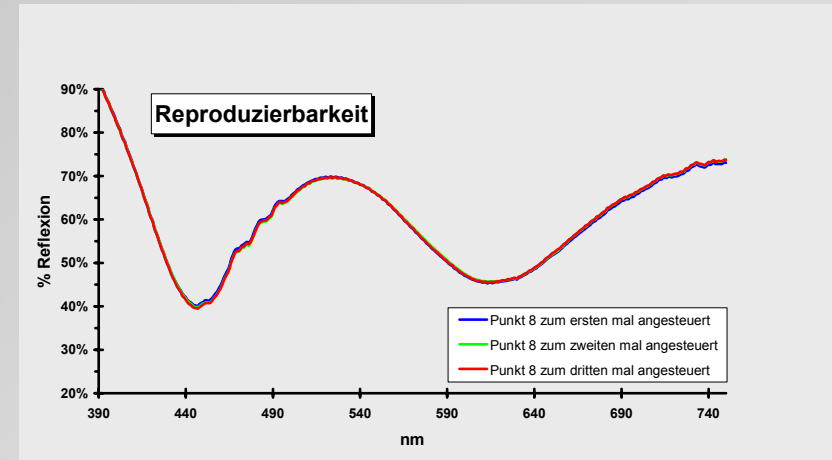
- keine "cash and carry" Lösung, Wissen ist einzubringen
- Hoher Datendurchsatz



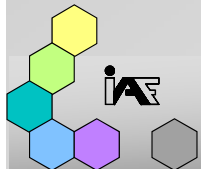
Imaging von Oxidschicht auf Aluminium



Schichtdicke 550 nm

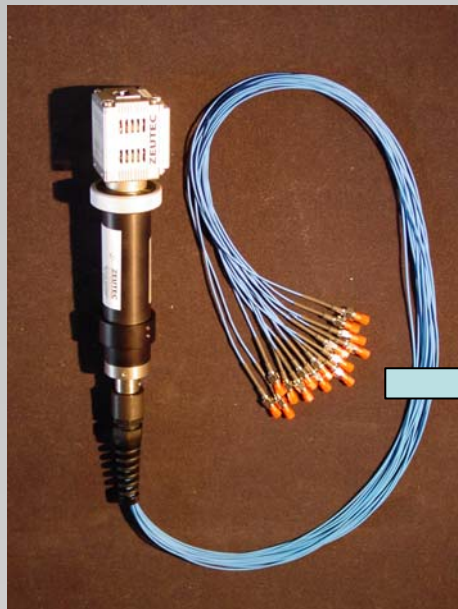


Hinter jedem lateral gemessenen Punkt steht ein Spektrum

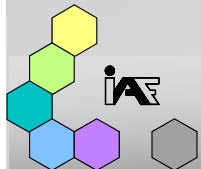
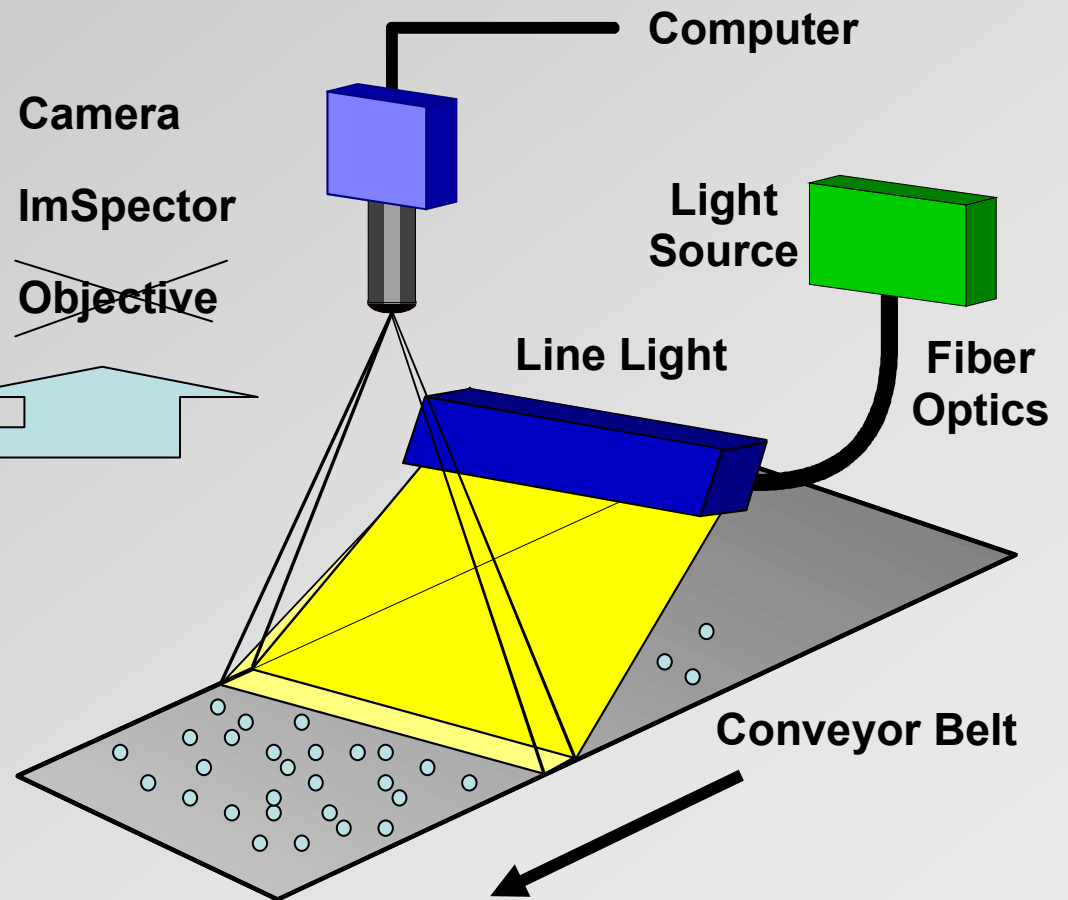


Detektionsoptik durch LWL ersetzen

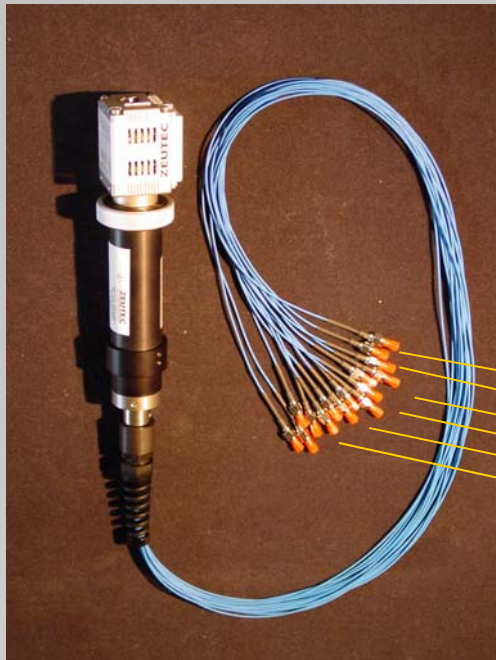
ImSpector UV, VIS und NIR von Spectral Imaging Ltd, Oulu - Finnland



Lichtleiter werden an Schlitz des ImSpector gekoppelt damit Möglichkeit vieler "Einzelspektrometer"

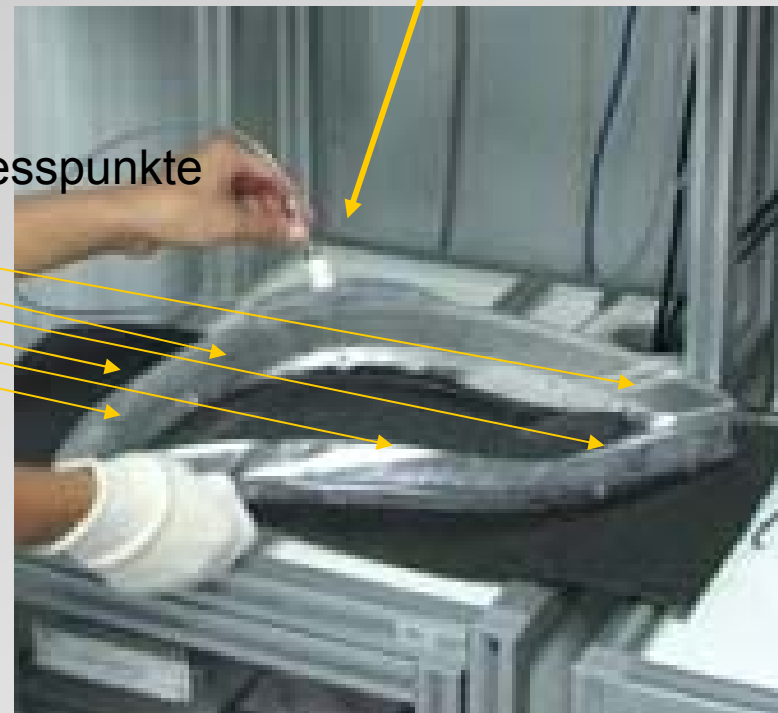


Messung in unterschiedlichsten Geometrien an vielen Stellen mit einem Spektrometer!



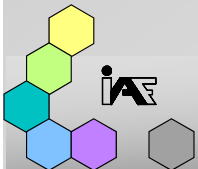
Ersetzen des Einzelmesspunkts durch

viele Einzelmesspunkte

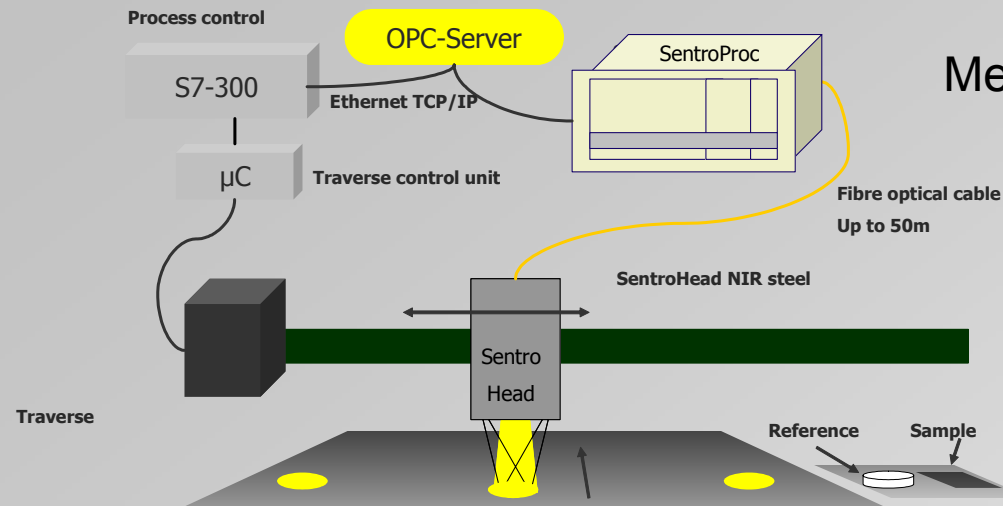


Viele Daten: Auswertelgorithmen
mit datenreduzierenden Methoden

Herausforderung: Realtime Measurements



Einbau in Prozesslinie

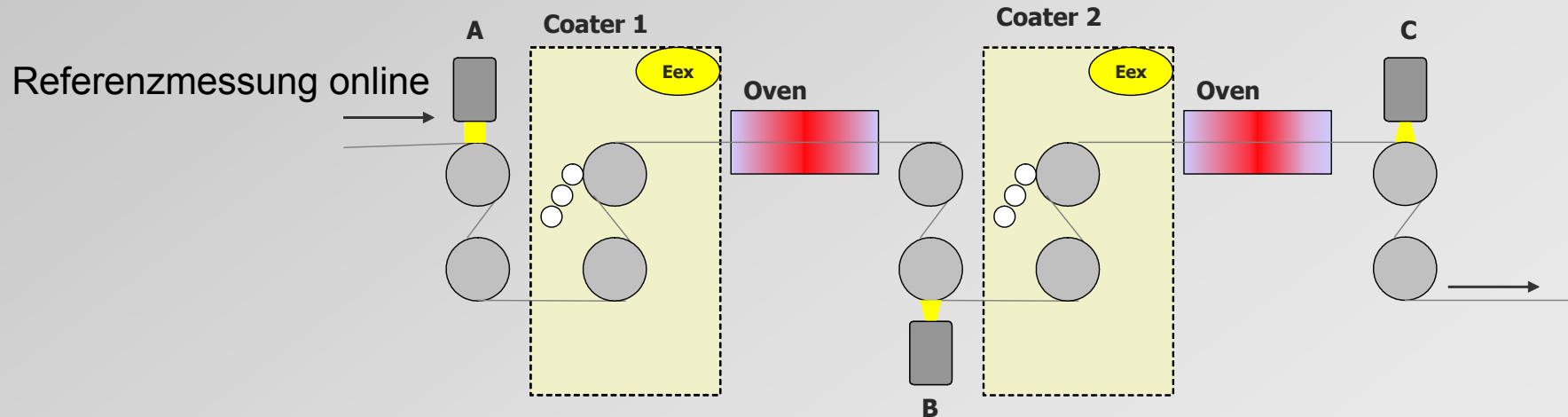


Messung Öl auf Stahl

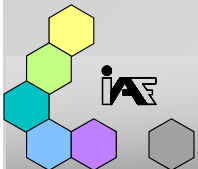
Beispiel von Fa. **sentronic**

flächige Messung über Traversieranlagen

Referenzmessung at-line



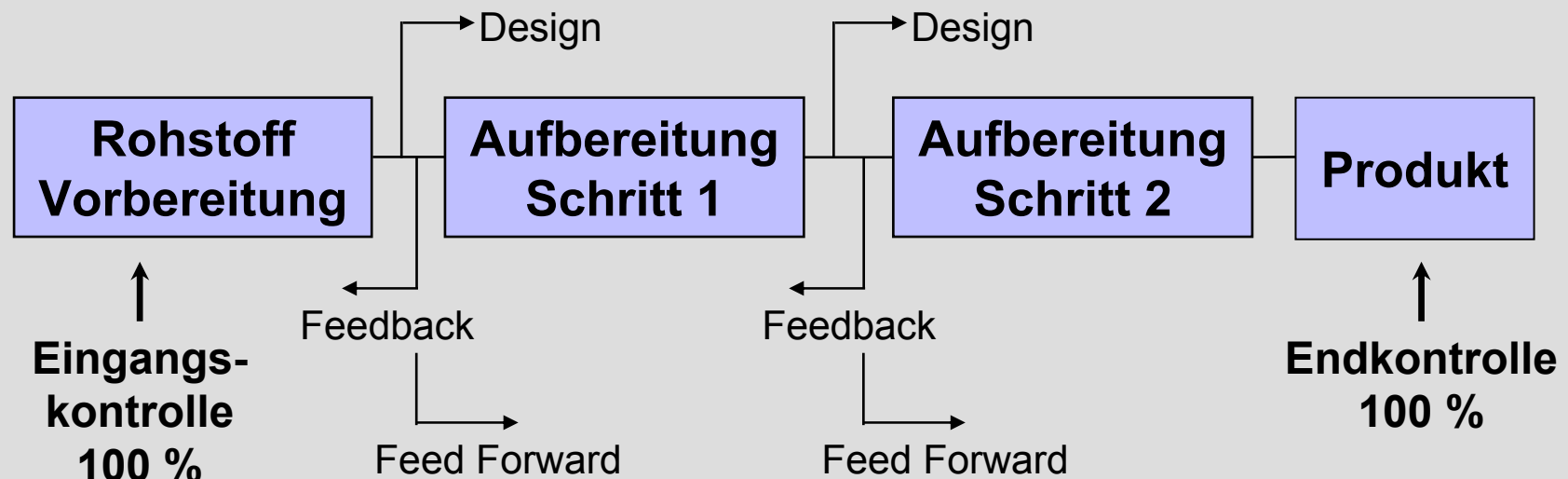
Beispiel von Fa. **sentronic**



Smart Processing

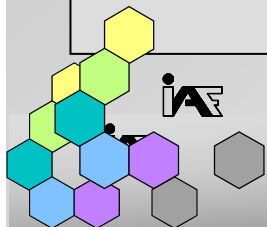
Product Property Design:

- Feed Back + Feed Forward
- Produkt + Prozessdesign
- Qualität 100 %



- On Line
- In Line
- 100 % Control

On Line Kontrolle



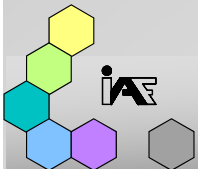
Qualitätskontrolle

Mehrere Eigenschaften bestimmen Produktqualität

- Beispiel Korrossion:
 - Schichtdicke
 - Porentiefe, Porenanzahl
 - Risse (cracks),
 - Verunreinigungen, Homogenität der Schicht

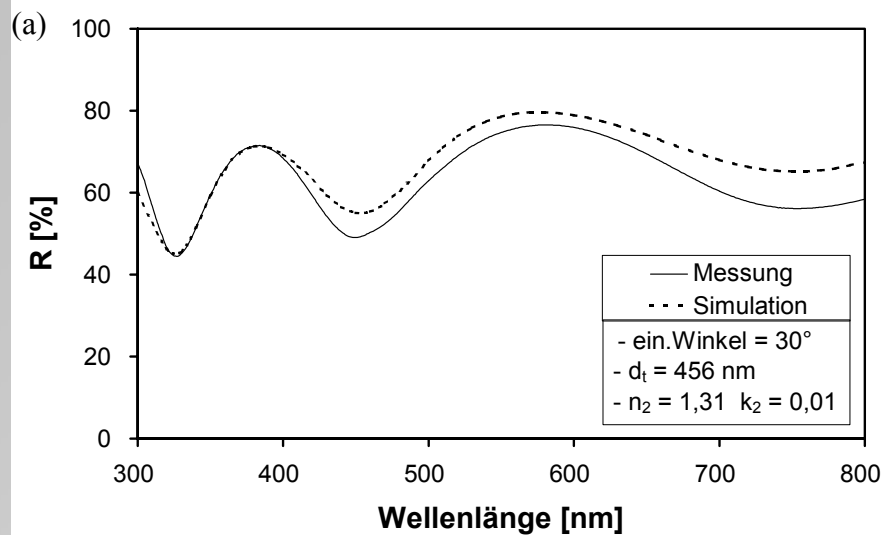
Messung der Schichtdicke beschreibt die Qualität nicht vollständig

Andere Messungen mit zusätzlicher Information nötig!

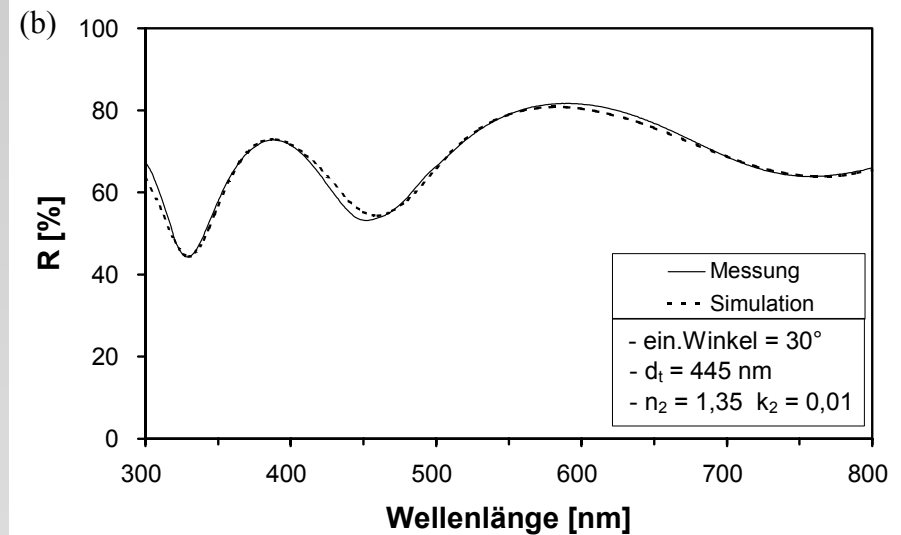


Schichtdicke

Technische Oberfläche



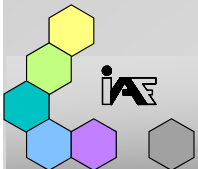
Ultragefräste Oberfläche



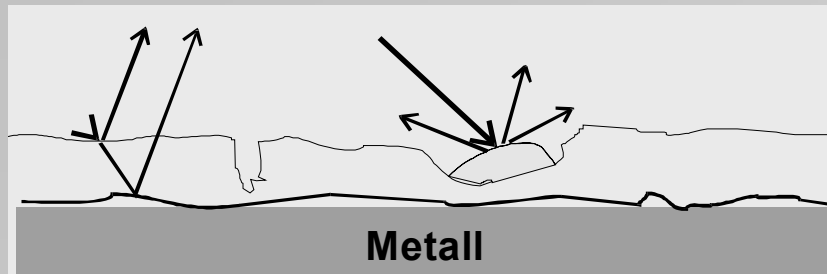
Gründe für Abweichungen:

Variation von n und/oder d ?

Fehlstellen? Porosität?



Ideale Oberfläche – Reale Oberfläche



Interferenz

Absorption

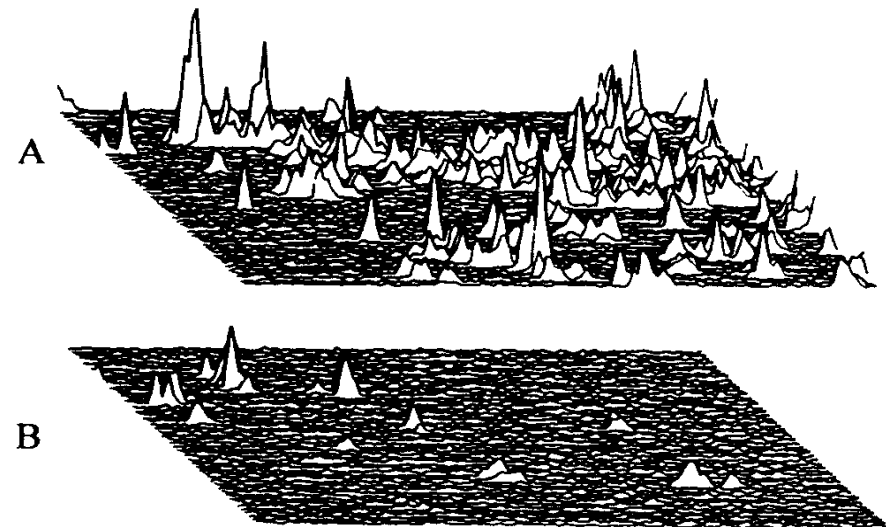
Streuung

Summe ergibt Spektrum

Informationen:

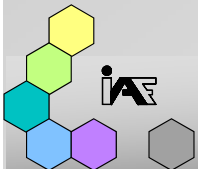
- Chemische Zusammensetzung
- Prozessparameter (Schichtdicke)
- Inhomogenitäten
- Fehlstellen

Überlagerte Informationen



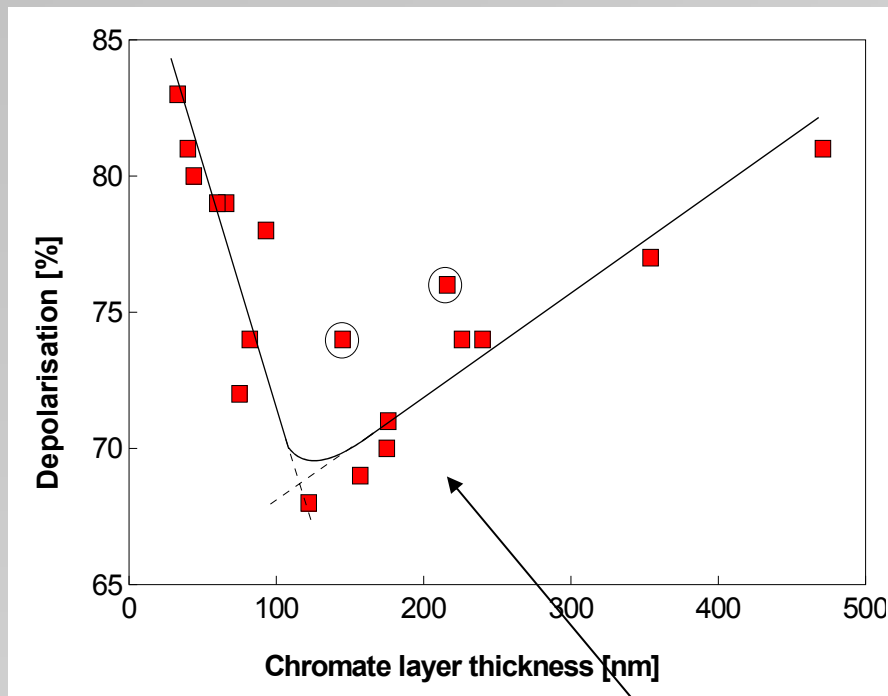
Störungen der Oberfläche

sichtbar gemacht durch Streulichtmessungen

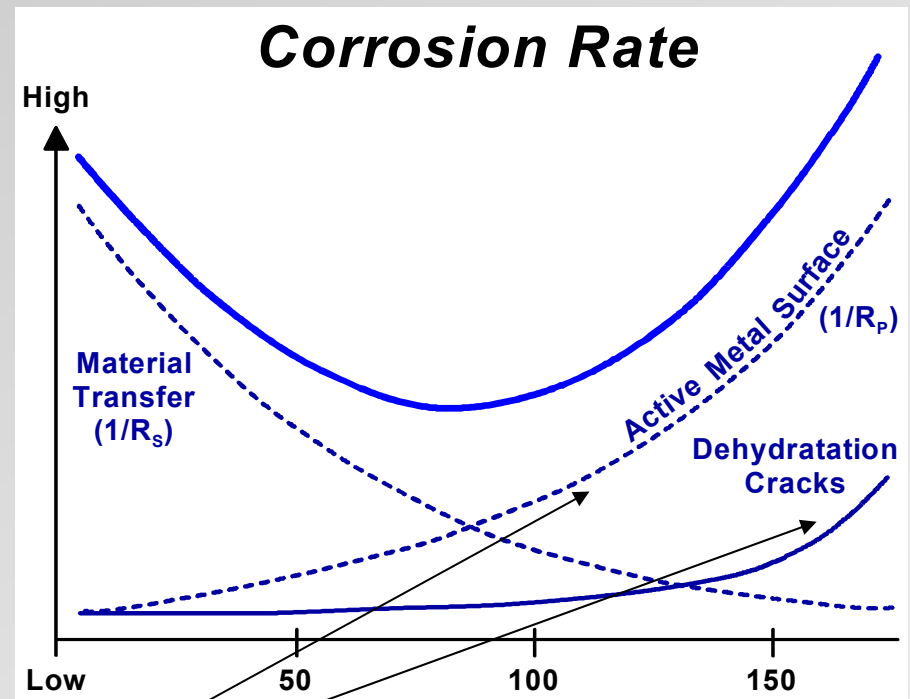


Zusätzliche Messanordnungen

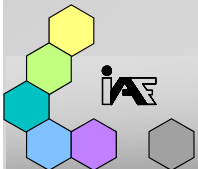
Messung der Depolarisation



Einfluss auf die Korrosionsneigung

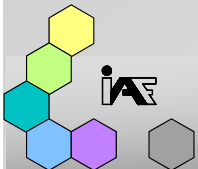


Bildung von Rissen, Poren



Zusammenfassung

- Überblick wichtige Verfahren der Schichtdickenmessung
- Einsatz online möglich und durchgeführt
- Weißlichtinterferenz ist vielseitig anwendbar
- Pushbroom Imaging ermöglicht Messung von Flächen
- Mit einem einzigen Spektrometer viele Messpunkte
- Feed back und Feed forward Kontrolle möglich
- Messung zusätzlicher Einflussfaktoren neben Schichtdicke zur Qualitätsbeurteilung notwendig



Acknowledgement

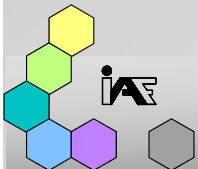
Vielen Dank für die tatkräftige Mithilfe

Karsten Rebner
Tobias Merz
Liselotte Barac

Institut für Angewandte Forschung, Hochschule Reutlingen

für die Überlassung einiger Folien und Informationen

S. Busche – Fa. Polytec
D. Kubin – Fa. J & M und Spectralytics
P. Neumeier – Fa. Helmut Fischer
S. Sowinski – Fa. Sentronik



Mehrere Details nachzulesen in:

