

# Liveschaltung zum Dünnschichtwachstum

## Ein Echtzeit-Einblick in das Wechselspiel zwischen Struktur und Eigenspannung während der Sputterdeposition

Bärbel Krause und Gregory Abadias

### Einleitung

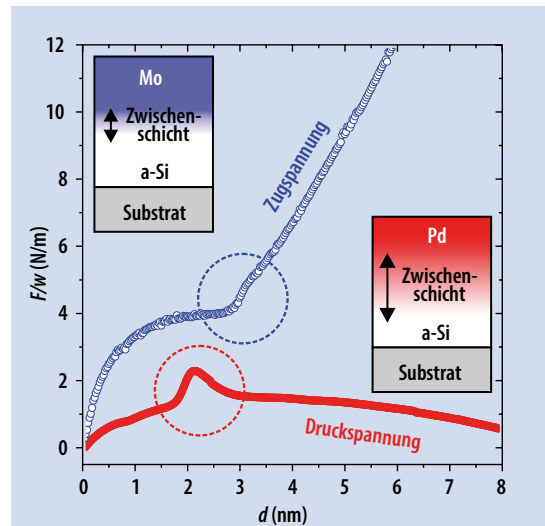
Vakuum-Beschichtungstechniken ermöglichen die Herstellung einer Vielzahl unterschiedlicher Strukturen. Diese reichen von einzelnen Schichten mit Dicken im Nanometer oder Mikrometer Bereich, bis zu Nanostrukturen und komplexen Schichtabfolgen auf dreidimensional strukturierten Substraten.

Nicht nur die Morphologie des deponierten Materials, sondern auch andere Aspekte der Mikrostruktur werden durch geeignete Prozessbedingungen kontrolliert. Dazu gehören die Ausbildung kristalliner und amorpher Phasen, die Orientierung von Kristalliten und die Vermischung von Materialien an Grenzflächen. Dies wiederum beeinflusst anwendungsrelevante Eigenschaften wie Härte, chemische Stabilität, oder katalytische Aktivität.

Für Anwendungen kommen die maßgeschneiderten Strukturen jedoch nur in Frage, wenn auch ihre Eigenspannung den Anforderungen genügt. Eigenspannung kann die Lebensdauer von Schichten drastisch verkürzen: zu hohe Zugspannung führt zu Rissen, zu hohe Druckspannung zum Abplatzen von Schichten. Es gibt aber auch subtilere Veränderungen: Die Bandlücke in Halbleiter-Bauelementen kann durch eine geeignete Eigenspannung manipuliert werden, d. h. selbst bei einer anscheinend intakten Struktur genügt das Bauelement nicht mehr den Spezifikationen.

### Ursachen der Eigenspannung

Die Gründe für mechanische Spannungen in dünnen Schichten und Nanostrukturen sind vielfältig [1] und können hier nur angerissen werden. Bei epitaktischen Schichten ist zum Beispiel die durch die Gitterfehlpassung zum Substrat verursachte Spannung dominant. Spannungen in kristallinen Schichten entstehen oft durch lokale Defekte wie Korngrenzen, Versetzun-



**ABBILDUNG 1:** Spannungssignal in Abhängigkeit von der Schichtdicke  $d$ , gemessen während der Deposition von Molybdän (Mo) und Palladium (Pd) auf amorphem Silizium (a-Si) [2, 3]. Schon innerhalb der ersten Nanometer zeigen sich deutliche Unterschiede zwischen beiden Systemen.

gen, Zwischengitteratome, oder Fehlstellen. Volumenänderungen aufgrund von chemischen Reaktionen und unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten können prozessbedingte Spannungen erzeugen. Aber auch das Wechselspiel zwischen Morphologie, Oberflächen- und Grenzflächenspannung muss berücksichtigt werden.

### Eigenspannungen während der Beschichtung

Die unterschiedlichen Beiträge zur Eigenspannung überlagern sich zu einer resultierenden Zug- oder Druckspannung. Während des Depositionsprozesses verändert sich das deponierte Material kontinuierlich, z. B. können sich kristalline oder amorphe Inseln bilden und zusammenwachsen,

## ZUSAMMENFASSUNG

Echtzeitmessungen während der Sputterdeposition ermöglichen einen einzigartigen Zugang zum Wachstum von dünnen Schichten und Nanostrukturen. Eine einfach umsetzbare, hochempfindliche Methode ist die optische Messung der Eigenspannung. Die Interpretation des Signals ist wegen der Vielzahl von potentiellen Ursachen der Eigenspannung eine Herausforderung. Dieses Problem kann mit gleichzeitigen Messungen der Strukturänderungen überwunden werden. Im Folgenden stellen wir einen sehr vielversprechenden Ansatz

dafür vor, basierend auf simultanen Röntgen- und Spannungsmessungen. Das Potential dieser Methode wird am Beispiel der Metall/Silizium-Grenzfläche demonstriert. Nach nur 2-3 Nanometern zeigen beide Metalle eine plötzlich auftretende Zugspannung, danach entwickelt sich die Eigenspannung jedoch sehr unterschiedlich. Unsere Messungen enthüllen, dass die Zugspannung in beiden Fällen auf einen Kristallisationsprozess zurückzuführen ist, sich die Grenzschicht jedoch fundamental unterscheidet.

Materialien interdiffundieren, oder Texturen bilden sich aus. Damit ändern sich die einzelnen Beiträge der spannungs-erzeugenden Mechanismen.

### Eigenspannung an der Metall/Silizium-Grenzfläche

Wie unterschiedlich die zeitabhängige Eigenspannung selbst im einfachsten Fall sein kann, zeigt **Abb. 1** für das Beispiel der Magnetron-Sputterdeposition von Metall auf amorphem Silizium (a-Si). Molybdän-Silizium Vielfachschichten werden in Röntgenoptiken verwendet, während die Grenzfläche zwischen Palladium und Silizium bei verschiedenen Anwendungen in der Halbleiterindustrie eine Rolle spielt. Die Materialsysteme unterscheiden sich stark in ihrer Durchmischung an der Grenzfläche: Mo bildet nur eine ca. 1 nm dicke Grenzschicht, beim deutlich reaktiveren Pd erstreckt sich die Durchmischungszone über mehrere Nanometer.

Die Messgröße  $F/w$  (Kraft pro Einheitslänge), die in **Abb. 1** aufgetragen ist, ist äquivalent zum Produkt  $\sigma \cdot d$  der über die Schicht gemittelten Spannung  $\sigma$  und der Schichtdicke  $d$ . Die Ableitung der über die Schichtdicke aufgetragenen Kurve entspricht der inkrementellen Spannungsänderung  $\sigma_i$  während der Deposition und ist positiv bei inkrementeller Zugspannung, negativ bei inkrementeller Druckspannung.

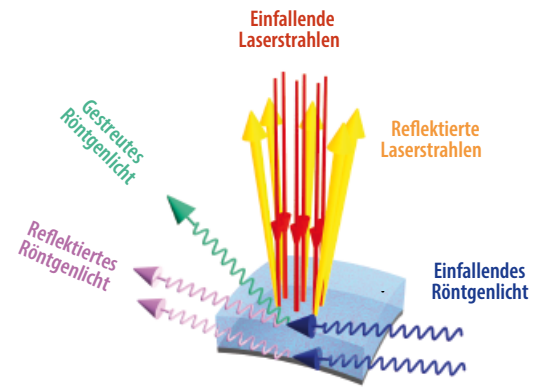
Direkt an der Grenzfläche bildet sich wegen der Interdiffusion zwischen Metall und a-Si eine Zugspannung aus. Während der weiteren Deposition wächst der Film nahezu spannungs-

frei, was sich jedoch bei einer Dicke von 2–3 nm abrupt ändert (gekennzeichnet durch einen gestrichelten Kreis in **Abb. 1**). Der starke Anstieg der Kurven entspricht einer plötzlich auftretenden Zugspannung. Besonders interessant ist das unterschiedliche Verhalten der Schichten nach diesem Übergang: Die Molybdän-Schicht behält die Zugspannung auch während des weiteren Wachstums bei, während die Palladium-Schicht kurz darauf fast ebenso schnell relaxiert, nahezu spannungsfrei weiterwächst und schließlich bei größeren Schichtdicken eine Druckspannung aufbaut.

### Wie kann man diese Kurve nutzen?

Die  $F/w$ -Kurven reagieren auf minimale Änderungen der Eigenspannung, d. h. sie enthalten hochaufgelöste Informationen über zeit- und schichtdickenabhängige strukturelle Änderungen. Die Schwierigkeit besteht jedoch in der Interpretation des Signals, das sich ja aus einer Überlagerung verschiedener, sich vielleicht gleichzeitig ändernder und gegenseitig aufhebender Beiträge zusammensetzt.

Nur unter der Voraussetzung, dass die dominierende Spannungsquelle bekannt ist, lässt sich eine  $F/w$ -Kurve direkt interpretieren. Dieses Problem kann man jedoch lösen, indem man nicht nur die Spannung, sondern gleichzeitig auch die potentielle Spannungsquellen während des Wachstums beobachtet. Im Folgenden werden wir einen experimentellen Ansatz vorstellen, der genau dies ermöglicht.



**ABBILDUNG 2:** Gleichzeitige Beleuchtung einer Probe mit Laser- und Röntgenstrahlung. Die während der Schichtabscheidung gemessenen Signale geben Einblick in die zeitabhängige Eigenspannung und ihre mikrostrukturellen Ursachen. (Abbildung in Anlehnung an [2] <https://doi.org/10.1021/acsami.6b12413>)

### Prinzip der kombinierten Echtzeit-Messungen

Elektromagnetische (EM) Wellen können als zerstörungsfreie, blitzschnell reagierende Sonde für unterschiedliche mikroskopische und makroskopische Vorgänge eingesetzt werden. Dies ist prinzipiell auch in Vakuumkammern möglich. Voraussetzung sind im einfachsten Fall für die jeweilige Wellenlänge  $\lambda$  geeignete Fenster und ein freier Strahlenweg von Lichtquelle zu Probe, sowie von Probe zum Detektor. Deshalb sind EM-Wellen ein ideales Werkzeug zur Echtzeit-Untersuchung der Strukturbildung während einer Deposition.

Unser Ansatz ist es, die Probe gleichzeitig mit Röntgenlicht und einem Laserstrahl-Array zu beleuchten. Der Laserstrahl-Array wird benötigt, um die durch die Eigenspannung der wachsenden Schicht induzierte makroskopische Probenkrümmung zu messen. Röntgenlicht ist ein universell verwendbares Werkzeug für die Charakterisierung von Festkörpern auf unterschiedlichen Längenskalen, von atomaren Abständen bis zu Mikrostrukturen.

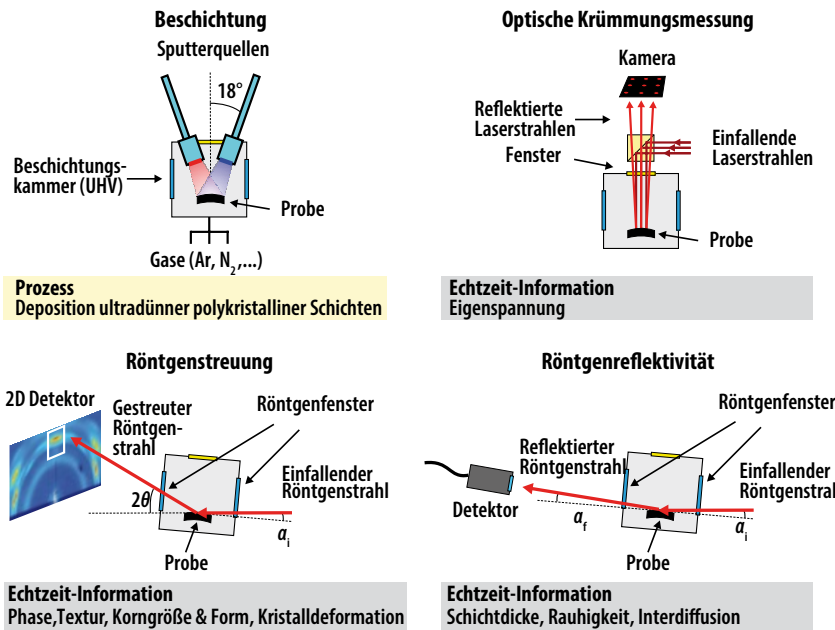
Die Messgeometrie, die in Zusammenarbeit zwischen dem Karlsruher Institut für Technologie und der Universität Poitiers (Frankreich) entwickelt und getestet wurde (gefördert durch das DAAD PROCOPE Projekt Nr. 57050352), ist schematisch in **Abb. 2** gezeigt. Das Röntgenlicht beleuchtet die Probe unter streifendem Einfall,

## SUMMARY

### Live broadcast from a growing film

Real-time observations during sputter deposition give a unique insight into the growth of thin films and nanostructures. A simple, but highly sensitive method is the optical stress measurement. However, the interpretation of the real-time stress signal remains challenging due to the manifold potential sources of stress build-up. This problem can be overcome by simultaneously monitoring the structural changes. In the following, we will present a promising experimental approach, based on simultaneous

optical stress and synchrotron x-ray measurements. The potential of this method will be demonstrated on the metal/silicon interface. After a metal deposition of only 2–3 nanometers, in both cases a sudden tensile stress arises. But after this, the stress develops quite differently. Our measurements reveal that the tensile stress is in both cases due to a crystallization process. The interface structure, however, is fundamentally different.



**Prozess**  
Deposition ultradünner polykristalliner Schichten

**Echtzeit-Information**  
Eigenspannung

**Röntgenstreuung**  
Echtzeit-Information  
Phase, Textur, Korngröße & Form, Kristalldeformation

**Röntgenreflektivität**  
Echtzeit-Information  
Schichtdicke, Rauigkeit, Interdiffusion

**ABBILDUNG 3: Übersicht über die einzelnen Komponenten des experimentellen Aufbaus. Die gezeigten Messungen finden gleichzeitig während der Beschichtung statt und geben Echtzeit-Informationen über komplementäre Schichteigenschaften.**

während der Laserstrahl-Array senkrecht auf die Probe trifft. Dadurch ergibt sich, dass die Beschichtung unter einem Winkel erfolgt (in unserem Fall 18°). Die Probe selbst, ein nur 100 Mikrometer dünner Silizium-Wafer, liegt unbefestigt auf einer Unterlage und kann sich während der Beschichtung frei krümmen.

Da wir uns auf die Untersuchung von sehr geringen Materialmengen und Strukturänderungen auf der Sekunden-skala spezialisiert haben, verwenden

wir keine Labor-Röntgenquellen, sondern die besonders intensive und kohärente Synchrotronstrahlung. Ein zusätzlicher Vorteil der Synchrotronstrahlung ist, dass die Wellenlänge der Röntgen-Photonen für das jeweilige Materialsystem optimiert werden kann.

Zur besseren Übersicht sind die gleichzeitig während der Beschichtung erfolgenden Prozesse in Abb. 3 einzeln dargestellt. Im Folgenden werden sie genauer beschrieben.

**Beschichtung**

Die für die Schichtherstellung verwendete portable Ultrahochvakuum (UHV) Beschichtungskammer entspricht weitgehend einer Standard-Beschichtungs-anlage. Sie ermöglicht reaktive und nicht-reaktive Sputterprozesse mit bis zu 3 Sputterquellen (Target-Durchmesser 50 mm). Die Depositionsdauer wird durch Öffnen und Schließen einer Probenabdeckung bestimmt. Der Depositionsprozess ist vollautomatisiert (Diener Automation), der manuelle Probenwechsel erfolgt über eine Schleuse. Die Beschichtungskammer ist modular aufgebaut und ermöglicht dadurch eine ständige Weiterentwicklung [4].

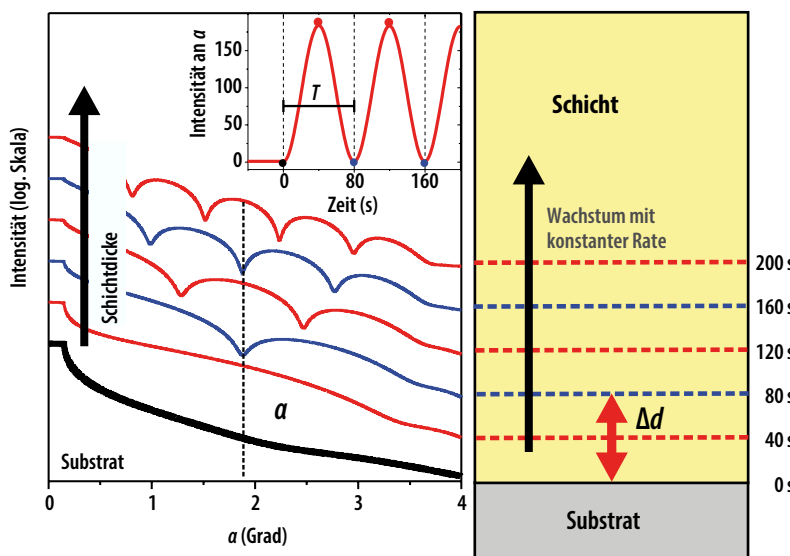
**Optische Krümmungsmessung**

Für die optische Krümmungsmessung haben wir ein „Multiple beam optical stress sensor“ (MOSS) System des Herstellers kSA verwendet. Ein Array paralleler Laserstrahlen mit einem Strahl- abstand  $d_0$  wird von der gekrümmten Probe reflektiert und auf dem Sensor einer Kamera abgebildet. Die Abstands-änderung  $\delta d = d - d_0$  ist proportional zur Krümmung  $\kappa$  der Probe. Mit Hilfe der Stoney Gleichung kann die Kraft pro Einheitslänge (siehe Abb. 1) aus der Krümmung und den elastischen Konstanten des Substrats bestimmt werden. Bei bekannter Schichtdicke kann daraus dann die mittlere Eigenspannung berechnet werden.

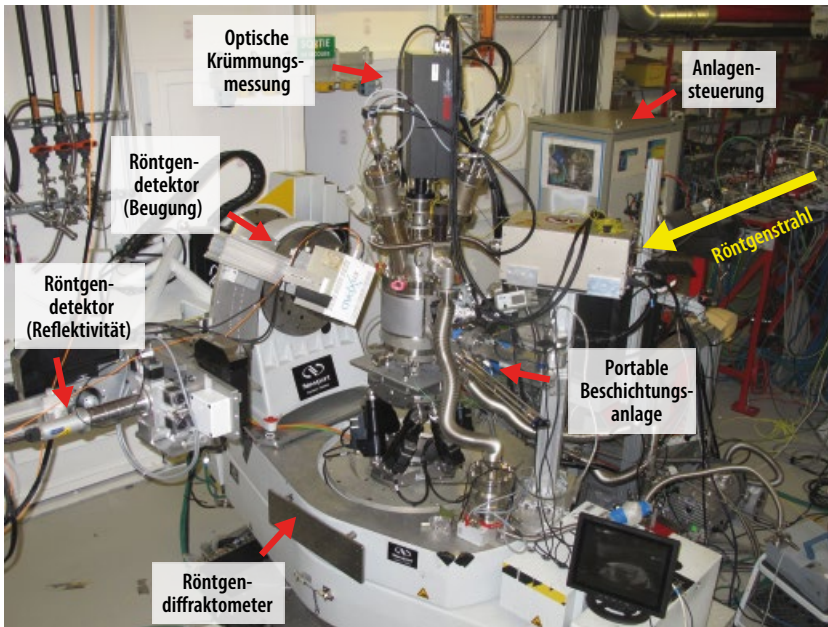
**Zeitabhängige Röntgenreflektivität**

Ähnlich wie die in der Molekularstrahl- epitaxie verwendete Elektronenstrahl- Reflektometrie, und noch besser ver- gleichbar zur bei der Metallorganischen Gasphasenepitaxie (MOCVD) weit verbreiteten optischen Reflektometrie [5, 6], gibt die zeitabhängige Messung der reflektierten Röntgenintensität Informationen über Wachstumsmodi (z. B. Lagen- oder Inselwachstum), Rauigkeitsänderungen, und Depositions- raten [7]. Die Wellenlänge des Röntgen-lichts ist ungefähr 5000 mal kürzer als die des sichtbaren Lichts. Man kann deshalb das Schichtwachstum auf atomarer Skala verfolgen.

Während der Messung wird der Ein- fallswinkel  $\alpha$  konstant gehalten. Da der Brechungsindex für die verwendete Röntgenstrahlung (typische Photo- nenenergie 8–15 keV) nahe bei 1 ist,



**ABBILDUNG 4: Prinzip der zeitabhängigen Reflektivitätsmessung an einer festen Winkelposition. Während der Deposition oszilliert die gemessene Intensität. Aus der Oszillationsperiode  $T$  lässt sich die Depositionsrate bestimmen.**



**ABBILDUNG 5:** Blick in die Experimentierhütte des Stahlrohrs SIXS (Synchrotron Soleil, Frankreich). Die portable Beschichtungsanlage ist auf einem Schwerlast-Röntgendiffraktometer für variable Probenumgebungen installiert.

wird die Probe wie beim RHEED unter streifendem Einfall beleuchtet (Einfallswinkel 1-2 Grad). Die reflektierte Röntgenstrahlung wird mit einem Szintillationsdetektor gemessen.

Abb. 4 verdeutlicht das Messprinzip. Die winkelabhängige Messung der Röntgenreflektivität ist eine weit verbreitete Labor-Charakterisierungsmethode [8,9]. Oberhalb des kritischen Winkels für Totalreflektion fällt die Röntgenintensität stark ab. Eine dünne Schicht auf einem Substrat führt zu Oszillationen der reflektierten Intensität. Je dicker die Schicht ist, desto höher wird die Frequenz der winkelabhängigen Oszillationen.

Misst man die Intensität an der Position  $\alpha$  während der Deposition einer Schicht, „schieben“ sich die Maxima also unter dem Messpunkt hindurch. Dies führt zu zeitabhängigen Intensitätsoszillationen (siehe eingefügte Abbildung in Abb. 4). Die Periode dieser Oszillationen entspricht einer Schichtdicke  $\Delta d$ , die abhängig ist vom Einfallswinkel und der Wellenlänge der Röntgenphotonen. Typische Werte liegen im Bereich 1–2 nm. Die Einhüllende der Oszillationen gibt Aufschluss über Rauigkeit und Interdiffusion.

### Röntgensteuerung

Die von der Probe gestreute Röntgenstrahlung gibt Aufschluss über

amorphe und kristalline Phasen, Korngrößen, Texturentwicklung, und Deformationen des Kristallgitters [8,9]. Bedingt durch die gleichzeitigen Reflektivitätsmessungen führen wir die Messungen der gestreuten Intensität bei streifendem Einfall durch. Für polykristalline Proben ist dies von Vorteil, da eine größere Fläche der Probe bestrahlt wird und die gestreute Intensität proportional zur Anzahl der beleuchteten Kristallite ist. Röntgenstreuung ist eine Standardmethode, weshalb wir nicht weiter auf die Messung und die Datenanalyse eingehen. Wichtig ist aber, dass wir die Intensität mit einem Flächendetektor messen. Dadurch können wir die Braggreflexe in einem großen Winkelbereich aufnehmen und so z. B. Phasenänderungen während des Wachstums beobachten.

### Experimentelle Umsetzung am Synchrotron

Die ersten kombinierten Echtzeit-Messungen wurden während der Deposition von Molybdän an der Synchrotron-Strahlungsquelle des Karlsruher Instituts für Technologie durchgeführt [2]. Die Untersuchung während des Wachstums von Palladium folgte kurze Zeit später am Strahlrohr SIXS der französischen Synchrotron-Strahlungsquelle Soleil (Abb. 5) [3].

Labor-Röntgendiffraktometer sind meist für Röntgenmessungen an Luft und kleine, leichte Probenumgebungen geeignet. Unsere Probe ist jedoch in einer um die 100 kg schweren Beschichtungskammer eingebaut. Um sie zu justieren und den Einfallswinkel der Röntgenstrahlung auf die Probe einzustellen, muss also die gesamte Beschichtungsanlage extrem präzise positioniert werden. Dies geschieht mit einem Schwerlastdiffraktometer, wie in Abb. 5 gezeigt.

Im Hintergrund ist der Schaltschrank mit der Anlagensteuerung zu sehen. Im Gegensatz zu einer „normalen“ Beschichtungsanlage hat man während der Röntgenmessungen keinen Zutritt zu den Geräten. Ein automatisierter Beschichtungsprozess mit professioneller Anlagensteuerung ist deshalb Voraussetzung für das Experiment.

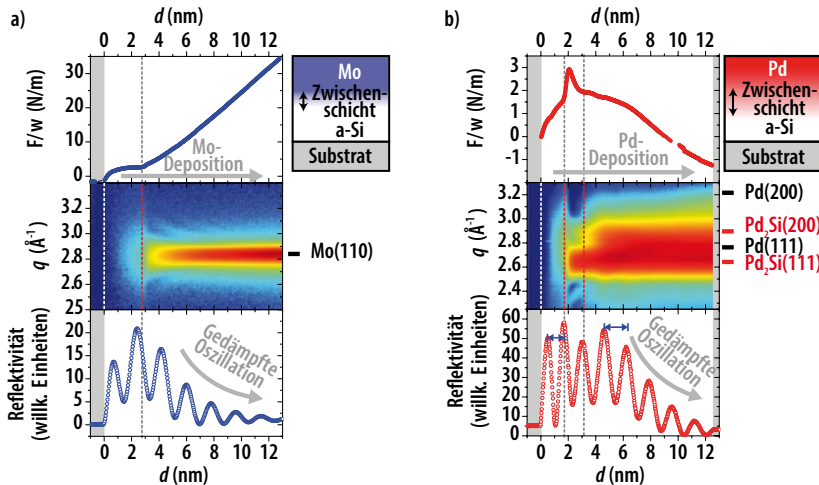
### Zurück zum Beispiel – was passiert an der Metall-Silizium-Grenzfläche?

Abb. 6 zeigt zwei Datensätze, die (a) während der Deposition von Molybdän auf a-Si, und (b) während der Deposition von Palladium auf a-Si gemessen wurden. Die Messsignale sind als Funktion der deponierten Metallschichtdicke ( $d = \text{Depositionsrate} \cdot \text{Zeit}$ ) dargestellt. Oben sieht man das zeitabhängige Spannungs-Signal (vgl. Abb. 1), in der Mitte die gestreute Röntgenintensität als Funktion des Streuvektors  $q = 4 \cdot \pi / \lambda \cdot \sin \theta$ , und unten die gleichzeitig gemessene Röntgenreflektivität. Die gleichzeitig gemessenen Signale zeigen charakteristische Veränderungen während der Deposition (hervorgehoben durch die gestrichelten Linien), die miteinander korrelieren.

### Interpretation der Echtzeit-Messungen

Die folgenden Beispiele geben einen kleinen Einblick in die reichhaltigen Informationen, die in den Datensätzen enthalten sind. Für weitere Details verweisen wir auf Originalveröffentlichungen [2, 3].

Die gestreute Röntgenintensität ist während der Deposition beider Metalle anfangs sehr weit verteilt, wie man es für einen amorphen oder nanokristallinen Film erwartet. Die plötzlich auftretende Zugspannung nach 2–3 nm ist vom Auftauchen intensiver, schmaler



**ABBILDUNG 6:** Simultane Echtzeitmessungen während der Sputterdeposition, gezeigt für zwei Metall/Silizium-Systeme mit unterschiedlicher Durchmischung an der Grenzfläche. Oben: Messung der Eigenspannung (vgl. Abb. 1), Mitte: Röntgenstreuung, unten: Röntgenreflektivität. (Abbildung in Anlehnung an [2] <https://doi.org/10.1021/acsami.6b12413> und [3] <https://doi.org/10.1021/acsami.9b11492>)

Braggreflexe begleitet. Tatsächlich kristallisiert an dieser Stelle das bis dahin deponierte Material, was zu einer Verminderung des Volumens und damit zu einer Zugspannung führt.

Die Position der plötzlich auftauchenden Bragg-Reflexe zeigt allerdings auch deutliche Unterschiede zwischen beiden Systemen. Im Fall der Mo-Deposition kristallisiert die Metallphase, während bei Pd eine Metall-Silizium-Verbindung (das Silizid Pd<sub>2</sub>Si) kristallisiert. Die starke Vermischung von Palladium und Silizium zeigt sich auch in der Oszillationsperiode des Reflektivitätssignals, die sich nach der Bildung der Grenzschicht sichtbar vergrößert.

**Wachstumsmodell**

Basierend auf den experimentellen Daten können Wachstumsmodelle erstellt werden, wie in Abb. 7 vereinfacht für beide Metall/Silizium-Grenzflächen gezeigt.

Nach einer kurzen Anfangsphase formen Mo/a-Si und Pd/a-Si zuerst ungeordnete (amorphe oder nanokristalline) Schichten, die fast spannungsfrei wachsen. Nach 2–3 Nanometern kristallisiert die Schicht plötzlich, was durch die Volumenänderung eine Zugspannung erzeugt.

Im Fall von Mo kristallisiert eine Metallschicht. Das weiterhin deponierte Metall setzt die Zugspannung der plötzlich kristallisierten Schicht fort. Nach der Ausbildung der Grenzschicht

wächst die Rauigkeit der Molybdänschicht mit zunehmender Schichtdicke. Die mit Korngrenzen assoziierte Druckspannung ist jedoch erst für deutlich dickere Schichten relevant (nicht gezeigt).

Im Fall von Pd kristallisiert eine Silizid-Schicht. Während der weiteren Pd-Deposition wachsen zuerst auch die Silizid-Kristalle weiter. Es ist bekannt, dass der Materialtransport an der Pd/Si-Grenzfläche bevorzugt an

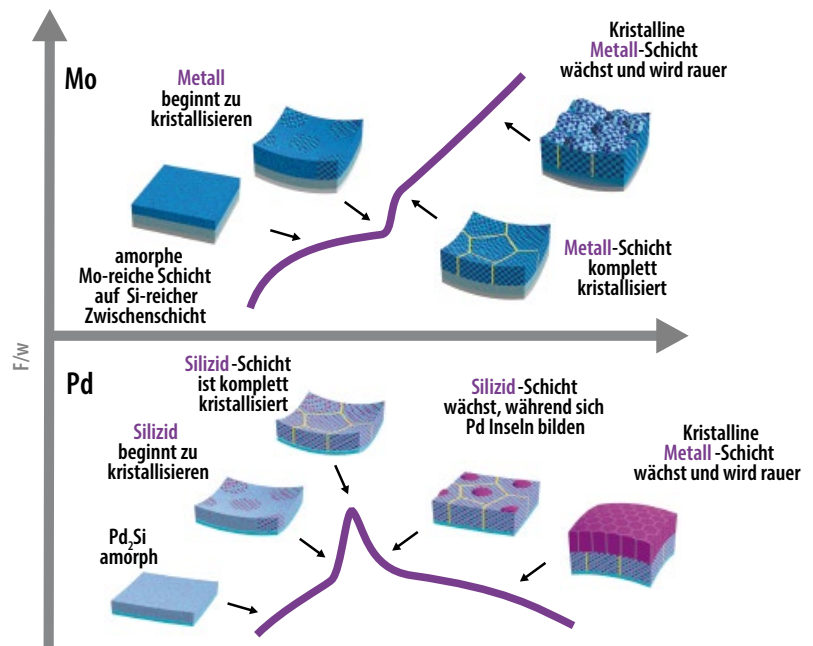
den Korngrenzen erfolgt. Dies erklärt die schnelle Relaxation der während der Silizid-Kristallisation erzeugten Zugspannung. Auch die Rauigkeit der Pd-Schicht wächst mit zunehmender Schichtdicke. Da das Kristallgitter der Silizid-Zwischenschicht nicht perfekt durch das Pd-Gitter fortgesetzt werden kann, ist die mit den Korngrenzen assoziierte Druckspannung schon nahe der Grenzschicht sichtbar.

**Diskussion**

Erfolgreich manipulieren lässt sich die Eigenspannung nur, wenn man ihren mikrostrukturellen Ursprung kennt. Dies kann mit dem gleichzeitigen Einsatz von komplementären Methoden, wie z. B. mit den hier gezeigten gleichzeitigen Röntgenmessungen, erreicht werden.

**Experimentelle Herausforderung**

Eine besondere Herausforderung ist, dass die Probe sich frei krümmen kann. Somit könnte sich der Einfallswinkel des Röntgenstrahls während des Wachstums ändern, was den Anforderungen einer Röntgenreflektivitätsmessung widerspricht. Es könnten sich auch Vibrationen, z. B. durch die Vakuumpumpen, auf die Probe übertragen. Es hat sich jedoch gezeigt, dass diese Prob-



**ABBILDUNG 7:** Vereinfachte Darstellung des Zusammenhangs zwischen Strukturbildung und Eigenspannung während der Deposition von Molybdän (oben) bzw. Palladium (unten) auf amorphem Silizium (Teile der Abbildung in Anlehnung an [3]).

leme für unseren Aufbau keine Rolle spielen.

### Können die Messungen an einer rotierenden Proben durchgeführt werden?

Messungen an einer rotierenden Probe sind möglich. Die Rotation sollte jedoch sehr reproduzierbar sein. Ein Wobbeln der Probe kann aber über ein Triggern der Messung in Abhängigkeit der Probenposition kompensiert werden.

### Kann man die kombinierten Messungen auch im Labor durchführen?

Für kleinste Materialmengen, wie z. B. während der hier gezeigten Grenzschichtbildung, sind Röntgenexperimente am Synchrotron die Methode der Wahl. Insbesondere für grundlegende, richtungsweisende Experimente lohnt sich der Zeit- und Kostenaufwand.

Aber auch im Labor lassen sich zeitabhängige Röntgenmessungen realisieren: Röntgenstreuung während der Herstellung von dickeren Schichten kann problemlos mit der schichtdickenabhängigen Eigenspannung korreliert werden. Echtzeit-Röntgenreflektivitätsmessungen im Labor sind im Prinzip bei allen Schichten erfolgversprechend, bei denen man die Schichtdicke auch nach dem Wachstum mit winkelabhängigen Reflektivitätsmessungen bestimmen könnte.

### Schlussfolgerung

Die Eigenspannung ist in vielen Anwendungsbereichen ein wichtiges Entscheidungskriterium für den möglichen Einsatz einer Beschichtung. Gleichzeitig geben Eigenspannungsmessungen aber auch komplementäre Informationen über den Depositionsprozess, die zum grundlegenden Verständnis des Schichtwachstums beitragen, wie hier gezeigt am Beispiel der Metall/Silizium-Grenzfläche.

Ist die Eigenspannungsentwicklung eines spezifischen Prozesses mit Hilfe von simultanen Röntgenmessungen verstanden, sind Echtzeit-Spannungsmessungen ein ideales Werkzeug zur Qualitätssicherung und kontrollierten Manipulation von Depositionsprozessen.

### Literatur

- [1] G. Abadias et al.: *J. Vac. Sci. Technol. A* 36 (2018) 020801
- [2] B. Krause et al.: *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8 (2016) 34888-34895
- [3] B. Krause et al.: *ACS Appl. Mater. Interfaces* 11 (2019) 39315-39323
- [4] B. Krause et al.: *J. Synchrotron Rad.* 19 (2012) 216
- [5] D. Gössi: *Vakuum in Forschung und Praxis* 17 (2005) 186-189
- [6] S. Figge, T. Böttcher, S. Einfeldt, D. Hommel: *J. Cryst. Growth* 221 (2000) 262-266
- [7] M. Kaufholz et al.: *J. Synchrotron Rad.* 22 (2015) 76-85
- [8] M. Birkholz: *Thin Film Analysis by X-Ray Scattering*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (2005)
- [9] J. Als-Nielsen, D. McMorrow: *Elements of Modern X-ray Physics*, 2. Auflage, John Wiley & Sons (2011)

### Danksagungen

Komplexe Experimente können nur in Zusammenarbeit entstehen. Ohne den unermüdlichen Einsatz unzähliger Mitarbeiter des KIT, des Instituts Pprime, des Max-Planck-Instituts für Festkörperforschung und der genutzten Synchrotronstrahlungsquellen, die hier leider nicht im Einzelnen aufgelistet werden können, wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Hervorheben möchten wir A. Michel, C. Furgeaud, A. Resta und P. Wochner. Wir danken der Synchrotronstrahlungsquelle des KIT und dem Synchrotron Soleil (Frankreich) für das Bereitstellen des Röntgenstrahls. Die Entwicklung des experimentellen Setups wurde durch das DAAD PROCOPE Projekt Nr. 57050352 gefördert.

Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

## AUTOREN

### Dr. Bärbel Krause

ist seit 2007 verantwortlich für das UHV Labor und das Sputterprojekt des Instituts für Synchrotronstrahlung am Karlsruher Institut für Technologie. Ihr Forschungsschwerpunkt ist die Echtzeit-Röntgencharakterisierung des Wachstums von dünnen Schichten und Nanostrukturen. Weitere Stationen: Physikstudium (Ruhr-Univ. Bochum), Promotion (MPI-MF, Stuttgart), ESRF, Carl-Zeiss SMT AG.



### Prof. Dr. Gregory Abadias

ist seit 2011 Professor an der Universität Poitiers (Frankreich), in Abteilung „Physique et Mécanique des Matériaux“ des CNRS Instituts PPrime. Er forscht auf den Gebieten Sputterdeposition dünner Schichten und Echtzeit-Messungen der Eigenspannung. Weitere Stationen: Ingenieursstudium (INP, Grenoble), Promotion (CEA, Grenoble), CEA (Saclay).

Dr. Bärbel Krause, Karlsruher Institut für Technologie, Hermann-von-Helmholtz-Platz 1, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen, baerbel.krause@kit.edu