

Reihe 5

Grund- und
Werkstoffe/
Kunststoffe

Nr. 761

Dipl.-Ing. Markus Mohr,
Ulm

Neuartige nanostrukturierte Diamantschichten mit optimierten mechanischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften



**Neuartige nanostrukturierte Diamantschichten mit
optimierten mechanischen, elektrischen und thermischen
Eigenschaften**

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades eines

DOKTOR-INGENIEURS

(DR.-ING.)

der Fakultät für Ingenieurwissenschaften,
Informatik und Psychologie der Universität Ulm

von

Markus Mohr
aus Memmingen

Gutachter: Prof. Dr. Hans-Jörg Fecht
Prof. Dr. Alex Dommann

Amtierender Dekan: Prof. Dr. rer. nat. Frank Kargl

Ulm, 20.07.2017

Fortschritt-Berichte VDI

Reihe 5

Grund- und
Werkstoffe/
Kunststoffe

Dipl.-Ing. Markus Mohr,
Ulm

Nr. 761

Neuartige
nanostrukturierte
Diamantschichten
mit optimierten
mechanischen,
elektrischen und
thermischen
Eigenschaften

VDI verlag

Mohr, Markus

Neuartige nanostrukturierte Diamantschichten mit optimierten mechanischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften

Fortschr.-Ber. VDI Reihe 5 Nr. 761. Düsseldorf: VDI Verlag 2017.

242 Seiten, 152 Bilder, 30 Tabellen.

ISBN 978-3-18-376105-0, ISSN 0178-952X,

€ 85,00/VDI-Mitgliederpreis € 76,50.

Für die Dokumentation: Chemische Gasphasenabscheidung – Nanokristalliner Diamant – Bruchspannung – Poissonzahl – Plastische Verformung – Wärmeleitfähigkeit – elektrische Leitfähigkeit

Die vorliegende Arbeit richtet sich an Ingenieure und Wissenschaftler, die sich für Herstellung, Eigenschaften und Anwendungspotentiale von nanokristallinen Diamantschichten interessieren. Im Fokus dieser Arbeit stehen die mechanischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften von nanokristallinen Diamantschichten. Diese hängen von der Korngröße und der Struktur der Korngrenzen der Diamantschichten ab. Es wird auf einige Synthese-Parameter der verwendeten chemischen Gasphasenabscheidung eingegangen, mit Hilfe derer die Eigenschaften der synthetisierten Diamantschichten optimiert werden können. Unterschiedliche Verfahren werden genutzt um mechanische, elektrische und thermische Eigenschaften der Schichten zu charakterisieren. Mikromechanische Modelle werden verwendet um aus den ermittelten Materialkennwerten der Diamantschichten auf die Einflüsse der Korngrenzen zu schließen.

Bibliographische Information der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliographie; detaillierte bibliographische Daten sind im Internet unter <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Bibliographic information published by the Deutsche Bibliothek

(German National Library)

The Deutsche Bibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliographie (German National Bibliography); detailed bibliographic data is available via Internet at <http://dnb.ddb.de>.

Dissertation Universität Ulm, 2017

© VDI Verlag GmbH · Düsseldorf 2017

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe (Fotokopie, Mikrokopie), der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, im Internet und das der Übersetzung, vorbehalten.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

ISSN 0178-952X

ISBN 978-3-18-376105-0

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter bei Herrn Prof. Dr. Hans-Jörg Fecht im Institut für Mikro- und Nanomaterialien an der Universität Ulm.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Professor Dr. Hans-Jörg Fecht für viele wertvolle Denkanstöße und die Möglichkeit mich spannenden Themen rund um nanokristalline Diamantschichten zu widmen.

Ebenfalls bedanke ich mich bei Professor Dr. Alex Dommann für die bereitwillige Begutachtung der Arbeit.

Mein Dank gilt auch Herrn Professor Dr. Arnaud Caron für die Durchführung von Resonanzmessungen an mikrostrukturierten Diamantbalken, sowie für viele wertvolle Diskussionen. Ich danke ebenso allen Kolleginnen und Kollegen im Institut für Mikro- und Nanomaterialien der Universität Ulm für die gute Zusammenarbeit und das angenehme, konstruktive und inspirierende Arbeitsklima.

Weiterhin danke ich allen meinen ehemaligen Studentinnen und Studenten, die im Rahmen von Bachelor- und Masterarbeiten, sowie als studentische Hilfskräfte zu dieser Arbeit beigetragen haben.

Abschließend möchte ich mich besonders bei meinen Eltern bedanken, die mir das Studium ermöglicht haben und mich stets unterstützt haben.

Ulm, August 2017

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	5
2.1	Synthetische Herstellung von Diamant	5
2.1.1	Historische Bemerkungen	5
2.1.2	Diamantwachstum mittels Hot Filament CVD	6
2.1.3	Substratauswahl	14
2.2	Struktur von Diamant	15
2.2.1	Kristallstruktur von Diamant	15
2.2.2	Atomare Struktur von nanokristallinem Diamant	17
2.2.3	Anteil der Korngrenzen am Gesamtmaterial	18
2.2.4	Modell der Korngrenzenelastizität	20
2.2.5	Bandstruktur von Diamant	21
2.3	Eigenschaften von Diamant	23
2.3.1	Mechanische Eigenschaften	23
2.3.2	Elektrische Eigenschaften	29
2.3.3	Thermische Eigenschaften	31
2.4	Mikromechanik	38
2.4.1	Statische Biegung von Mikrobiegebalken	38
2.4.2	Resonante Vibration von Mikrobiegebalken	39
2.4.3	Balken mit verschiedenen Aspektverhältnissen	40
3	Experimentelle Methoden	46
3.1	Synthese von Diamant mittels Hot Filament CVD	46
3.1.1	Substratvorbehandlung	46
3.1.2	Aufbau der Hot Filament CVD	47
3.2	Röntgenstrukturanalysen	48
3.2.1	Phasenbestimmung	48
3.2.2	Korngrößenbestimmung	51
3.2.3	Texturmessungen	52
3.3	Dichtemessungen	54

3.4	Herstellung von Mikrobalkenstrukturen	55
3.4.1	Mikrobalkenstrukturen zur Bestimmung von Elastizitätsmodul, mechanischer Verspannung und Verspannungsgradient	55
3.4.2	Mikrobalkenstrukturen zur Bestimmung von Elastizitätsmodul, Schermodul, Poissonzahl und Bruchspannung	56
3.5	Messung mechanischer Eigenschaften	59
3.5.1	Nanoindentation	59
3.5.2	Balkenbiegung zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls	62
3.5.3	Biegung von mikrostrukturierten Balken mittels AFM	66
3.5.4	Biegung von mikrostrukturierten Balken mittels Nanoindenter	69
3.5.5	Dynamische Messung von Elastizitäts-, Schermodul und Poissonzahl	71
3.5.6	Bestimmung des mechanischen Verspannungszustandes	74
3.6	Messung der elektrischen Leitfähigkeit	80
3.7	Messung der Wärmeleitfähigkeit	82
3.7.1	3ω -Methode für Volumenmaterial	83
3.7.2	3ω -Methode für dünne Filme (Temperaturoffset-Methode)	85
3.7.3	Messaufbau	85
4	Experimentelle Ergebnisse und Modellierung	88
4.1	Synthese von (ultra-)nanokristallinen Diamantschichten	88
4.2	Strukturuntersuchungen	92
4.2.1	Morphologie	92
4.2.2	Korngrößenbestimmung	93
4.2.3	Texturmessungen	96
4.2.4	Wachstumsgeschwindigkeit	99
4.2.5	Renukleationsraten	101
4.3	Mechanische Eigenschaften	103
4.3.1	Härte	103
4.3.2	Elastizitätsmodul	106
4.3.3	Messung der Poissonzahl	110
4.3.4	Messung der Bruchspannung	111
4.3.5	Bestimmung des mechanischen Verspannungszustands im Film	115
4.3.6	Hochtemperaturplastizität von nanokristallinem Diamant	117
4.4	Elektrische Leitfähigkeit	128
4.5	Thermische Leitfähigkeit von nanokristallinen Diamantfilmen	129
4.5.1	Der Wärmeübergang zwischen Diamantschicht und Silizium Substrat	129
4.5.2	Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit	133
4.5.3	Modellierung der Wärmeübergangleitfähigkeit der Korngrenzen	133
4.5.4	Modellierung der Korngrenzenelastizität	135

5	Diskussion der Ergebnisse	139
5.1	Herstellung von (ultra-)nanokristallinen Diamantschichten	139
5.2	Strukturuntersuchungen	140
5.3	Balkenstrukturen zur Materialcharakterisierung	143
5.4	Mechanische Eigenschaften	144
5.4.1	Härte	145
5.4.2	Elastizitäts-, Schermodul und Poissonzahl	146
5.4.3	Bruchspannung	149
5.4.4	Bestimmung der mechanischen Verspannungen	150
5.4.5	Plastische Verformbarkeit	151
5.5	Elektrische Eigenschaften	156
5.6	Vergleich der mechanischen und elektrischen Eigenschaften	156
5.7	Thermische Leitfähigkeit von nanokristallinen Diamantfilmen	159
6	Zusammenfassung und Ausblick	162
7	Summary and Outlook	164
A	Anhang	166
A.1	Tabellen	166
A.2	REM Aufnahmen	174
A.3	Texturmessungen	178
A.4	Röntgenuntersuchungen (EMPA CH)	183
A.5	Simulationen FEM (FhG)	186
A.6	Filamentalterung	187
A.7	Laserstrukturierung von Diamant	189
A.8	Graphiken	191
A.9	Fotos	192
A.10	Simulationen der Wärmeausbreitung in den verwendeten CVD Kammern . .	194
A.10.1	Wärmetransport in der Hot Filament CVD	194
A.10.2	Simulation des Temperaturprofils auf dem Substrat in der Hot Filament CVD	195
A.11	Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit eines Gasgemisches	200
A.12	Herleitung von E_{GB} aus 2-Phasen-Modell	202
A.13	Abschätzung der Péclet-Zahl	203
A.14	Publikationsliste des Autors	204
A.15	Konferenzbeiträge des Autors	206
	Literaturverzeichnis	208

