



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg  
*Hamburg University of Applied Scienc*



Bachelorarbeit

**Untersuchungen zur mechanischen Stabilität  
an porösen Silizium-Schichten**

Im Studiengang Umwelttechnik

Vorgelegt von:

Henning Fitschen

Matrikel Nummer: 1964256

19. Februar 2014

Gutachter: Prof. Dr. Fritz Dildey,

HAW Hamburg

Dr. Sarah Kajari-Schröder,

ISFH Hameln

---

1	Einleitung.....	1
2	Theoretischer Hintergrund.....	4
3	Vorarbeiten und experimenteller Aufbau.....	6
3.1	Herstellung der Probenkörper.....	6
3.1.1	Elektrochemisches Ätzen.....	6
3.1.2	Ellipsometrie.....	7
3.1.3	Zerteilen der Wafer.....	8
3.2	Vorversuche zur Bestimmung der Bruchspannung.....	10
3.2.1	Zwick/Roell Material-Prüfmaschine 0,5kN und 5kN.....	11
3.3	Aufbau der Vorversuche.....	11
3.3.1	Ergebnisse der vorversuche.....	13
3.3.2	Profilometer.....	14
3.4	Diskussion der Messungen in den Vorversuchen.....	15
3.5	Versuchsaufbau.....	17
3.5.1	Raster Elektronen Mikroskop.....	19
3.5.2	Versuchsparameter.....	21
3.5.3	Analysemethode.....	21
4	Ergebnisse und Diskussion.....	23
4.1	Einfluss der Dicke der porösen Schicht auf die Stabilität.....	27
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	28
6	Literaturverzeichnis.....	30
7	Anhang.....	31

---

## Abbildungsverzeichnis

<b>ABB. 1: PSI KREISPROZESS</b>	2
<b>ABB. 2: SPANNUNGS-DEHNUNGS-DIAGRAMM</b>	5
<b>ABB. 3: ANORDNUNG DER MESSPUNKTE IM ELLIPSO-METER.</b>	8
<b>ABB. 4: SÄGE-UND LASER-MUSTER.</b>	9
<b>ABB. 5: BRECHVORGANG MIT DIAMANTRITZER UND PINZETTE.</b>	10
<b>ABB. 6: SCHEMATISCHER AUFBAU DER ZWICK 5KN.</b>	12
<b>ABB. 7: FOTOGRAFISCHE AUFNAHMEN DES VERSUCHSAUFBAUS.</b>	13
<b>ABB. 8: LICHTMIKROSKOPISCHE AUFNAHME EINES ABDRUCKS IM PORÖSEN SILIZIUM.</b>	14
<b>ABB. 9: PROFILOMETERSCAN DER LICHTMIKROSKOPISCHEN AUFNAHME AUS ABB. 8.</b>	15
<b>ABB. 10: PROFILOMETERSCAN DER UNGESCHLIFFENEN MAGNETWÜRFEL OBERFLÄCHE.</b>	16
<b>ABB. 11: GESCHLIFFENE MAGNETWÜRFEL OBERFLÄCHE.</b>	17
<b>ABB. 12: SCHEMA DES VERSUCHSAUFBAUS MIT DER ZWICK 0,5 KN.</b>	18
<b>ABB. 13: FOTOGRAFISCHE AUFNAHME DES VERSUCHSAUFBAUS ZWICK 0,5 KN.</b>	18
<b>ABB. 14: REM ABBILDUNGEN VON ZWEI UNTERSCHIEDLICHEN KUGELABDRÜCKEN.</b>	20
<b>ABB. 15: LICHTMIKROSKOPISCHE AUFNAHMEN MIT AUSMESSUNGEN DES ABDRUCKS UND DER KONTAKTFLÄCHE.</b>	20
<b>ABB. 16: VISION 2-D ANALYSETOOL</b>	22
<b>ABB. 17: EINDRINGTIEFE AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.</b>	23
<b>ABB. 18: ABDRUCKDURCHMESSER AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.</b>	24
<b>ABB. 19: EINGEDRÜCKTE FLÄCHE PRO KRAFT AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.</b>	26

---

## Tabellenverzeichnis

<b>TAB. 1: ERGEBNISSE DES ELLIPSOMETERS FÜR DIE POROSITÄT UND DIE SCHICHTDICKE..</b> .....	8
<b>TAB. 2: MAXIMALE SPANNUNG FÜR ALLE VIER WÜRFELFLÄCHEN BEI MAXIMALEN ARBEITSBEREICH DES JEWEILIGEN PRÜFGERÄTES.</b> .....	12
<b>TAB. 3: VERSUCHSPARAMETER</b> .....	21

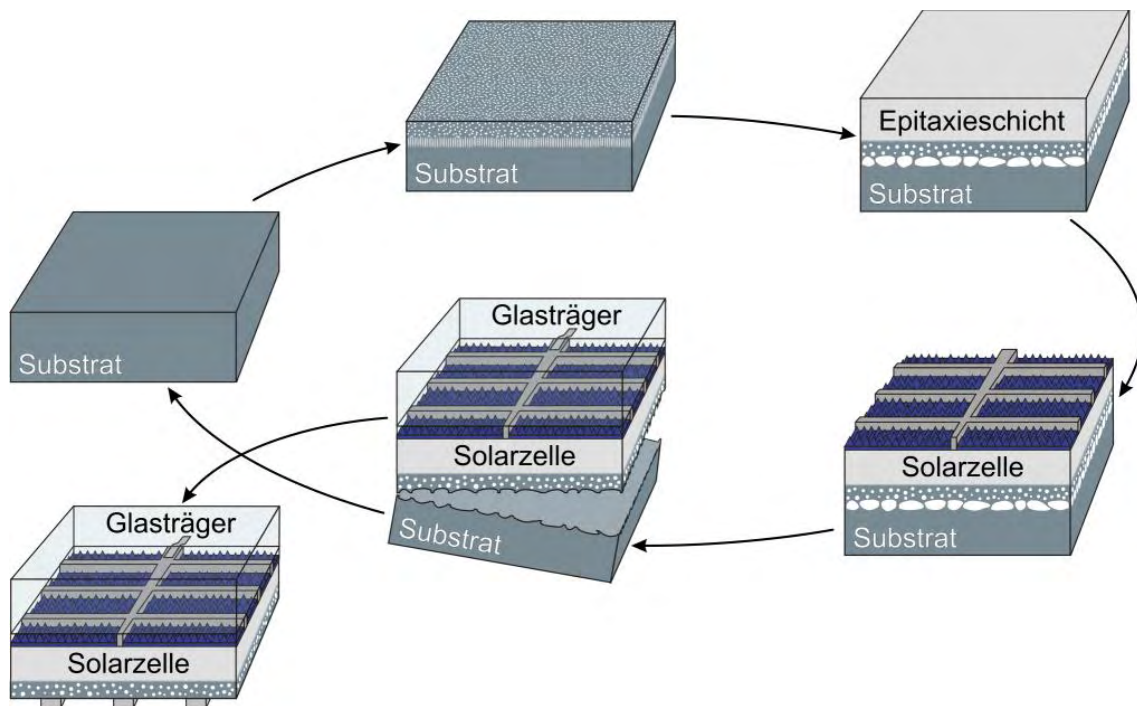
# 1 EINLEITUNG

Poröses Silizium wurde in der Mitte der 50er Jahre zufällig durch das Ehepaar Uhlers Entdeckt. Während ihrer Arbeit in den Bell Laboratories, Siliziumwafer durch elektrochemisches Ätzen zu polieren, beobachteten sie dass sich gelegentlich eine poröse Oberfläche bildet. Sie fanden heraus, dass sich bei einer bestimmten Einstellung der Stromdichte nicht wie erwartet das Silizium gleichmäßig auflöst, sondern sich kleine Löcher bilden, in denen sich der Ätztvorgang konzentriert. Diese Entdeckung hielten sie in einer Labornotiz fest, verfolgten sie aber nicht weiter [1].

Anfang der 90er Jahre entstand ein regelrechter Boom um das poröse Silizium. Ausgelöst wurde er hauptsächlich durch die Entdeckung, dass poröses Silizium bereits bei Raumtemperatur Photolumineszenz mit hoher Quantenausbeute zeigt [Rauscher]. Diese Eigenschaft ermöglichte vielfältige optische Anwendungen, besonders in Leuchtdioden und Halbleiterlasern und die Photolumineszenz Eigenschaften werden als Lichtquelle für optische Nahfeldmikroskopie diskutiert [2].

Am Solarenergie Forschungsinstitut Hameln (ISFH) finden poröse Silizium Schichten Anwendung in der Herstellung von sehr dünnen monokristallinen Silizium Solarzellen, wie es in Abb. 1 beschrieben ist [3,4]. Ausgangspunkt ist ein Siliziumblock in dem durch elektrochemisches Ätzen zwei unterschiedliche Porositäten eingebracht werden. Der Begriff Porosität beschreibt das Verhältnis des Porenvolumens zum Volumen des gesamten Materials. Die obere der beiden Schichten ist eine niederporöse Schicht mit 20 % Porosität und einer Dicke von ca. 1  $\mu\text{m}$ . Die untere Schicht ist mit 50 % Porosität hochporös und nur 200 nm dick. Die zylinderförmigen Löcher lassen ein zusammenhängendes Gitter aus Siliziumsäulen entstehen, das später als Sollbruchstelle dient. Im weiteren Verlauf wird durch epitaktisches Aufwachsen von Silizium eine monokristalline Absorber Schicht für die Solarzellenherstellung von 30  $\mu\text{m}$  Dicke hergestellt. Die Solarzelle wird weiter prozessiert um dann an der hochporösen Schicht vom Rest des Substrats abgelöst zu werden. Die poröse Schicht wird nach dem Abtrennen sowohl an der Solarzelle als auch an dem Siliziumblock durch ein nass-chemisches Verfahren abgelöst (siehe Abb.1).

Durch die Verwendung von porösem Silizium wird der Sägeverlust von ca. 155  $\mu\text{m}$  bei einer Wafer dicke von 180  $\mu\text{m}$  auf ca. 20  $\mu\text{m}$  Substratverlust bei einer Dicke der Solarzelle von z.B. 30  $\mu\text{m}$  reduziert. Dieser Kreisprozess mit Verwendung von Porösen Silizium nennt sich PSi Kreisprozess [5].



**ABB. 1: PSi KREISPROZESS**

Poröses Silizium findet Anwendung im PSi Kreisprozess, zur Herstellung von dünnen monokristallinen Silizium Solarzellen mit geringem Substratverlust. Eine poröse Schicht mit 50 % Porosität dient hierbei als Sollbruchstelle, nachdem die Solarzelle prozessiert ist. Auf diesem Wege wird der Sägeverlust umgangen, der beim sägen der Siliziumwafer entsteht. Der PSi Kreisprozess hat einen ca. 7 mal geringeren Substratverlust.

Die vorliegende Arbeit untersucht die mechanische Stabilität von porösen Silizium Schichten unter Druckbelastung. Diese Fragestellung spielt eine Rolle im Hinblick auf das Hantieren mit porösem Silizium. Wie groß ist die Gefahr bei der Handhabung mit einer Pinzette oder durch Vakuumbreifer in der automatisierten Verarbeitung, das Material zu beschädigen?

Um diese Frage beantworten zu können, muss zunächst ein geeigneter Versuchsaufbau gefunden werden, mit dem man eine definierte Kraft auf eine poröse Siliziumschicht aufbringen kann. Anschließend muss eine Analysemethode gefunden werden, mit der die Fläche ermittelt wird, auf die die Kraft gewirkt hat, um die so entstandene mechanische Spannung berechnen zu können. Wichtig ist, dass die Fläche reproduzierbar ist und die Minimalkraft zu finden, bei der das

Material gerade anfängt, beschädigt zu werden. Ist diese Schwelle mit einer Kraft bei einer definierten Fläche ermittelt, lässt sich eine Aussage über die Stabilität der untersuchten porösen Schichten machen.

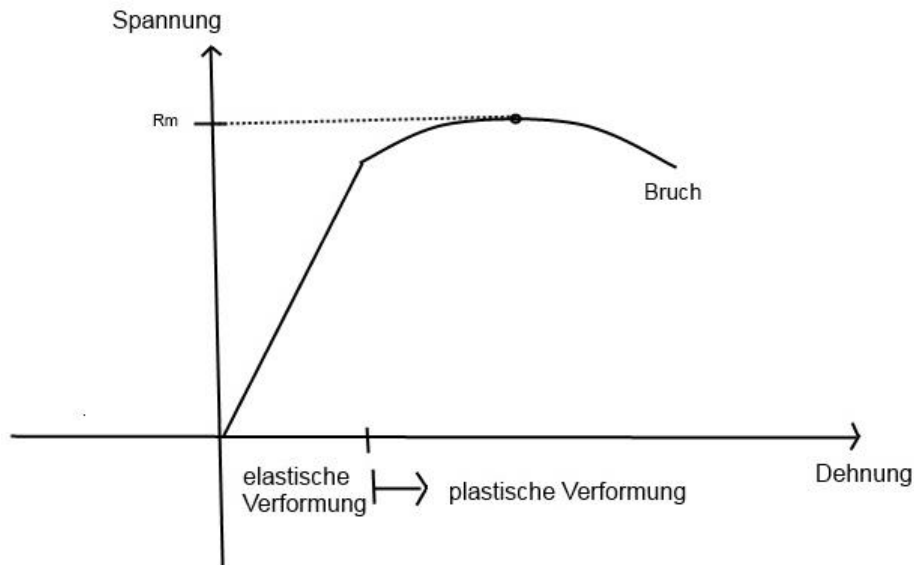
Im Folgenden werde ich zunächst einen kurzen Überblick über die theoretischen Grundlagen geben. Des Weiteren werde ich die Probenherstellung und den Versuchsaufbau dokumentieren und die mit den gefundenen Parametern entstandenen Ergebnisse diskutieren.

## 2 THEORETISCHER HINTERGRUND

Die Stabilitätsuntersuchung wird mittels Druckbelastung durchgeführt. Es wird eine definierte Kraft über eine definierte Fläche aufgebracht. Im Allgemeinen ruft dies erst eine elastische und dann eine plastische Verformung des Materials hervor. Die elastische Verformung ist reversibel. Sobald die Belastung nachlässt, kehrt der Werkstoff wieder in seine ursprüngliche Form zurück. Bei der plastischen Verformung handelt es sich um permanente Änderung der Form, die sich auch nach der Entlastung nicht mehr zurück bildet. Die Verformung des Materials unter Druckbelastung ist die Stauchung. Der umgekehrte Fall ist die Zugbelastung. Es treten ebenfalls Spannungen auf, die zuerst elastische und dann plastische Verformungen hervorrufen. im Falle von Zugspannung ist die Verformung eine Dehnung. Der gängige Fall der Stabilitätstests ist der Festigkeitstest im Zugversuch. Hierzu werden Materialien in ein Prüfgerät eingespannt und auseinander gezogen. Der Zugversuch wird in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, wie es in Abb. 2 dargestellt ist. Die Kurve ist in zwei Bereiche eingeteilt. Der lineare Bereich, auch Hookesche Gerade genannt, beschreibt die elastische Verformung. Der nichtlineare Bereich beschreibt die plastische Verformung. Bei ansteigender Belastung steht am Ende der Kurve der Bruch.  $R_m$  beschreibt die Zugfestigkeit des Materials. Es ist der Punkt an dem nominell die größte Spannung auftritt [6].

Das Äquivalent hierzu ist der Druckversuch mit einem Druck-Stauchungs-Diagramm. Es ist im dritten Quadranten desselben Koordinatensystems angesiedelt, da sich nur das Vorzeichen ändert. Druck ist die negative Spannung und Stauchung die negative Dehnung. Dadurch lassen sich die Gesetzmäßigkeiten des Zugversuchs auf den Druckversuch mit negativem Vorzeichen übertragen. Im Folgenden wird mit den Begriffen des Zugversuchs weitergearbeitet, um die üblichen Bezeichnungen beizubehalten.





**ABB. 2: SPANNUNGS-DEHNUNGS-DIAGRAMM**

Typisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm für Metalle. Der lineare Anstieg repräsentiert die reversible elastische Verformung, der nichtlineare Bereich, beschreibt die auch nach der Entlastung bleibende plastische Verformung. Die Zugfestigkeit liest man im Punkt mit der nominell größten Spannung ab. Er ist als  $R_m$  markiert.

Ausgangslage ist das Bedrücken der Probenkörper mit einer definierten Kraft  $F$  über eine definierte Fläche  $A$ . Daraus resultiert die Spannung  $\sigma$ , die in dem Probenkörper auftritt

$$\sigma = \frac{F}{A}. \quad (1)$$

Die Dehnung  $\varepsilon$  ist definiert durch die Änderung der Länge  $\Delta l$  in Verhältnis zur ursprünglichen Länge  $l_0$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}. \quad (2)$$

Durch das Hookesche Gesetz sind beide Größen über eine Stoffkonstante  $E$ , das Elastizitäts-Modul (kurz E-Modul), miteinander verbunden

$$\sigma = E \cdot \varepsilon. \quad (3)$$

Die graphische Darstellung des Zugversuchs ergibt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm wie in Abb. 2, welches ein typisches Beispiel für Metalle ist. Silizium ist ein viel spröderes Material. Nach einer elastischen Verformung gibt es keine

plastische Verformung, sondern es folgt der Bruch. Man spricht in dem Falle von einem Sprödbruch.

Bei langen dünnen Stäben kommt zusätzlich das Phänomen der Knickung zu tragen. Die Säulenform, die durch das Ätzen in hochporösen Schichten entsteht, kann möglicherweise Knickungseigenschaften aufweisen. Es ist weniger Kraft notwendig, um einen dünnen Stab zu verformen, als kompaktes Material. Dabei verbiegt sich (knickt) der Stab in eine Richtung senkrecht zur Belastungsrichtung. Die Verschiebung des oberen Endes des Stabes ist dann nicht mehr auf die übliche Weise mit der lokalen Dehnung im Stab verknüpft. Stattdessen tritt an der Außenseite des verbogenen Stabes lokal eine Dehnung des Materials auf, obwohl eine Druckbelastung vorliegt. Diese Dehnung kann dann in analoger Weise zu Zugbelastungen Risse aufweisen und so das Versagen des Materials erleichtern.

### 3 VORARBEITEN UND EXPERIMENTELLER AUFBAU

#### 3.1 HERSTELLUNG DER PROBENKÖRPER

Für die mechanischen Belastungstests an porösen Siliziumschichten werden fünf Wafer mit unterschiedlich dicken porösen Schichten hergestellt, durch Ellipsometrie in Bezug auf die Dicke und Porosität vermessen und zum besseren Handling in ca. 2,5 x 2,5 cm<sup>2</sup> große Probenkörper zerteilt. Im Folgenden werden diese Schritte zur Probenherstellung und -Charakterisierung genauer erläutert. .

##### 3.1.1 ELEKTROCHEMISCHES ÄTZEN

Die Wafer werden in der PorSi Lab Bench porosiziert. Die PorSi Lab Bench ist eine eigens zum Porosizieren von Siliziumwafern entwickelte Anlage. Der Wafer wird in eine Halterung gelegt, so dass die Oberseite von der Unterseite getrennt ist. Auf beiden Seiten befinden sich zwei diamantbeschichteten Elektroden. Es wird ein Elektrolyten bestehend aus Flußsäure (HF), Ethanol und Wasser im Verhältnis 1:1:1 hinzugegeben, so dass der Wafer und die Elektroden von dem Elektrolyten überspült sind und dadurch im elektrischen Kontakt sind. Durch Anlegung eines konstanten Stroms reagieren die positiven Ladungsträger (Löcher), die aufgrund der Dotierung mit Bor da sind, an der Oberfläche mit den negativen F Ionen zu  $\text{SiF}_6^-$ . Es ist eine elektrochemische Reaktion, durch die einzelne Silizium Atome an

der Oberfläche aus den Wafer heraus gelöst werden. Der Strom sorgt dafür, dass ständig weiter Löcher für die Reaktion zur Verfügung stehen. Es entstehen Poren, innerhalb derer sich diese Reaktion weiter fortsetzt, solange der Strom fließt. Die Dicke der porösen Schicht und die Porosität können über die Ätzdauer, dem spezifischen Widerstand und die Stromdichte genau vorherbestimmt werden.

### *3.1.2 ELLIPSOMETRIE.*

Nachdem die Wafer gewaschen wurden und getrocknet waren, folgte die Bestimmung der Porosität und der Schichtdicke. Die Ätzparameter sind zwar so ausgewählt, dass bestimmte Schichtdicken und Porositäten aufgrund der hohen Erfahrung des ISFH zu erwarten sind, dennoch müssen sie überprüft werden und genau bestimmt werden. Insbesondere kann so auch die Homogenität der Schichten auf dem gesamten Wafer charakterisiert werden. Wenn die Ergebnisse von 9 Messpunkten verteilt über den gesamten Wafer ein homogenes Bild abgeben, sind keine weiteren Messpunkte nötig.

Die Vermessungen der Porosität und der Schichtdicke habe ich an dem Spektral-Ellipsometer M 2000 UI vorgenommen. Mit der Ellipsometrie misst man die Veränderung der Polarisation im vom Probenkörper reflektierten Licht. Das M 2000 UI basiert auf der Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry (VASE) Technologie. Jeder Messpunkt kann aus unterschiedlichen Winkeln und somit bei unterschiedlichen Wellenlängen untersucht werden. Das Ergebnis wird über einen Fit an ein einfaches Modell für poröses Silizium, in dem Vakuum und Silizium gemittelt sind, angepasst. Die Software gibt die Messungengenauigkeit als mittleren quadratischen Fehler (MSE) aus.

Ich habe 9 Messpunkte in Kreuzform gewählt (siehe Abb.3) und die Messwinkel in 5° Schritten von 60° - 80° abgefahren. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 zusammengefasst.

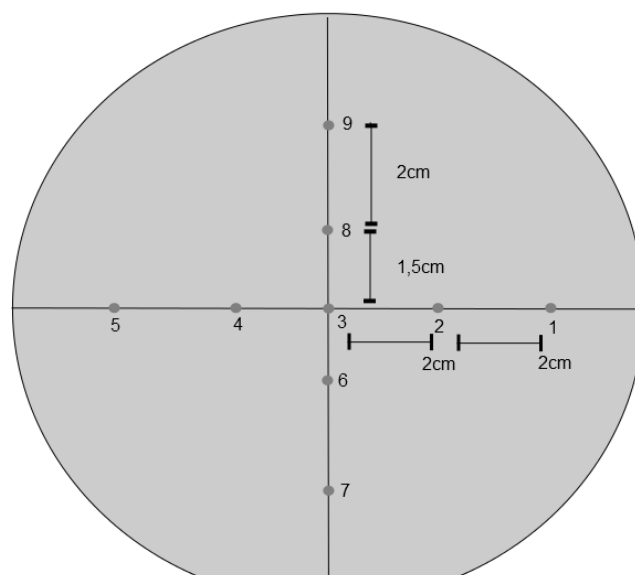


ABB. 3: ANORDNUNG DER MESSPUNKTE IM ELLIPSOMETER.

Zur Vermessung der Porosität und der Schichtdicke gewählte Messpunkte auf dem Wafer. Jeder Messpunkt wird in 5° Schritten von 60° bis 80° gemessen.

TAB. 1: ERGEBNISSE DES ELLIPSOMETERS FÜR DIE POROSITÄT UND DIE SCHICHTDICKE..

P131107-1	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	$0,40 \pm 0,002$
	Porosität in %	$48 \pm 0,30$
P131107-3	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	$1,52 \pm 0,011$
	Porosität in %	$47 \pm 0,38$
P131107-2	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	$0,83 \pm 0,009$
	Porosität in %	$48 \pm 0,19$
P131210-5	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	41*
	Porosität in %	$50 \pm 0,19$
P131210-6	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	22*
	Porosität in %	$49 \pm 0,35$

\*Die Schichtdicken der Proben P131210-5 und P131210-6 wurden per Rasterelektronenmikroskop ermittelt, da die Schichten zu Dick für das Ellipsometer waren.

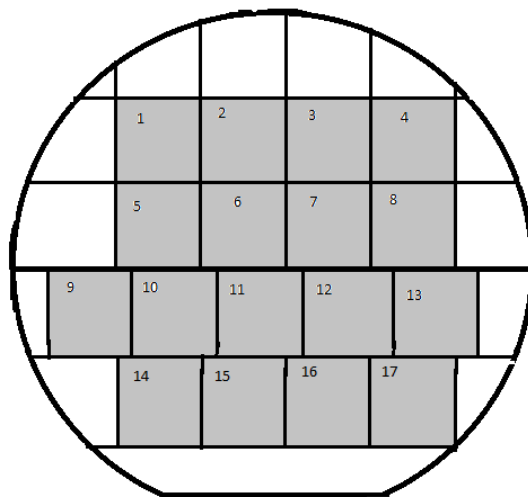
### 3.1.3 ZERTEILEN DER WAFER

Die Wafer werden zerteilt, um während der Versuche kleinere Probenkörper zu haben, die einfacher zu handhaben sind. Die angestrebte Größe ist ca.  $2,5 \times 2,5 \text{ cm}^2$ . Es werden drei verschiedene Methoden miteinander verglichen, um die Methode zu finden, die die gewünschte Probengröße garantiert und dabei zu den geringsten Verschmutzungen und Beschädigungen an den Probenkörpern führt.

### Wafersäge

Die Wafersäge Automated Dicing Saw Disco DAD 341 ist ein typisches Modell für die Halbleiterchip-Industrie. Es verfügt über ein programmierbares Sägemuster die Wafer in ideale Probengrößen zerteilt werden können. Eine Vakuumpumpe fixiert den Wafer während des Sägevorgangs. Das Sägeblatt ist mit Sägezähnen aus Diamant ausgestattet.

Zunächst werden die Proben P131107-1, -2 und -3 halbiert. Die Programmierung und Bedienung übernimmt eine Fachkraft des ISFH. Eine automatische Wasserspülung sorgt während des Sägevorgangs für die Kühlung der Säge und für die Beseitigung der Sägespäne. Dennoch hinterließ dieser Vorgang einen deutlichen Schmutzfilm, der nicht durch Spülen mit Alkohol beseitigt werden konnte. Daraufhin wurde entschieden nur eine Hälfte der Wafer zu sägen und die andere zu lasern. Das Schema ist Abb. 4 zu entnehmen.



**ABB. 4: SÄGE-UND LASER-MUSTER.**

Die Probenstücke 1-8 wurden mit der Wafersäge gesägt, die Probenstücke 9-17 mit dem Laser geschnitten.

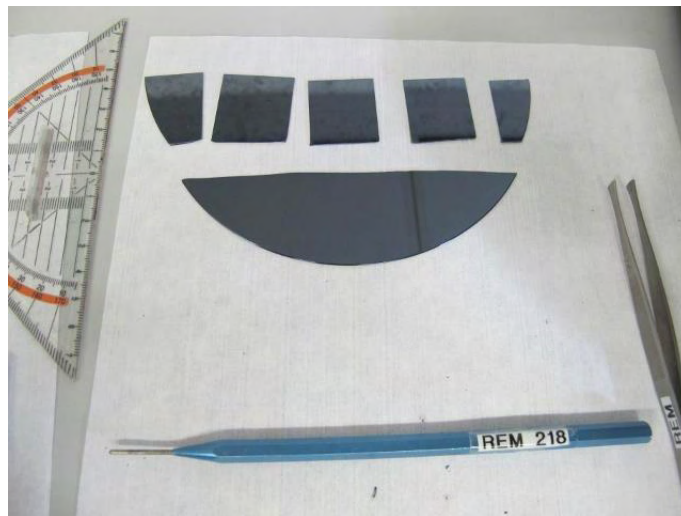
### Laser

Zur Realisierung des in Abb. 4 gezeigten Schemas werden die übrigen Hälften mit dem Mikrosekunden-Phasenlaser von IPG geschnitten. Das Schneideprogramm wird von einem ISFH Laserexperten geschrieben. Nach Beendigung des Laserprozesses sind die einzelnen Stücke immer noch sehr dünn verbunden und werden mit Hilfe von Pinzetten auseinander gebrochen. Die gelaserten Proben

weisen alle eine bis zu 7  $\mu\text{m}$  dicke Verschmutzungsschicht auf, die sich bei der Analyse als hinderlich erwies.

### Brechen

Aufgrund der jeweiligen Verschmutzungen der ersten drei Wafer, wird für die Proben P131210-5 und P131210-6 zum Vergleich die Methode des Brechens gewählt. Aufgrund der Struktur des Siliziumgitters und der Sprödhheit des Materials setzt sich ein einmal initiiertes Riss linear entlang der Gitterstruktur fort. Somit lassen sich rechteckige Probenstücke mit für diese Versuche ausreichender Präzision herausbrechen. Zuerst wird der Wafer halbiert, indem mit einem Diamantritzer ein Riss initiiert wird, der sich über die Gesamte Länge fortsetzt. Danach wird die erste Hälfte geviertelt und in 3 cm Abstand in kleine Probenkörper zerteilt. Dieser Schritt als Fotoabbildung ist in Abb. 5 zu sehen. Bereits nach diesen ersten Brüchen hat sich diese Methode als am saubersten mit einer ausreichenden Präzision herausgestellt. Somit werden die verbleibenden zwei Wafer nur mit der Methode des Brechens zerkleinert.



**ABB. 5: BRECHVORGANG MIT DIAMANTRITZER UND PINZETTE.**

### 3.2 VORVERSUCHE ZUR BESTIMMUNG DER BRUCHSPANNUNG

Um einen ersten Eindruck über das Verhalten der Probenstücke unter Belastung zu bekommen werden zunächst einzelne Belastungstests mit einer Kraft durchgeführt, die hoch genug sein sollte, um Beschädigungen im porösen Material zu erzeugen. Die Bruchspannung von Siliziumwafern unter Zugspannung kann variieren, je nach Vorgeschichte des Wafers zwischen 75 MPa und 500 MPa. Typischerweise beträgt sie 300 MPa [7]. Bei einer Porosität von ca. 50% wird als

Bruchspannung der porösen Schicht ca. 150MPa angenommen. Um Spannungen in diesem Bereich hervorzurufen wird ein Materialprüfgerät benutzt.

### *3.2.1 ZWICK/ROELL MATERIAL-PRÜFMASCHINE 0,5kN UND 5kN*

Die Zwick ist ein Kraftaufnehmer mit einem beweglichen Lastarm. Sie ermöglicht Kraftmessungen in Zug- und Druckrichtung. Der Kraftaufnehmer wandelt die physikalische Größe Kraft in eine elektrisch messbare Spannung um. Er besteht aus einem mechanischen Verformungskörper mit aufgeklebten Dehnungsmessstreifen (DMS). Die DMS sind elektrische Widerstände, die in einer Brückenschaltung eingesetzt sind. Durch die Verformung ändert sich deren Durchmesser und somit der Widerstand der Brückenschaltung. Aus der daraus resultierenden Änderung der Ausgangsspannung wird die Kraft berechnet. Die Polarität des Messergebnisses gibt die Beanspruchung in Zug oder Druckrichtung an. Für diese Arbeit stehen zwei Modelle mit unterschiedlichem Aufbau und maximaler Kraftaufnahme zur Verfügung. Das kleinere Modell hat eine vertikale Achse und kann Kräfte bis 500 Newton aufnehmen. Das größere Modell hat eine horizontale Achse und kann Kräfte bis 5000 Newton aufnehmen. Die Messunsicherheiten für die Kraftaufnehmer betragen 0,2% der aufgebrauchten Kraft.

### 3.3 AUFBAU DER VORVERSUCHE

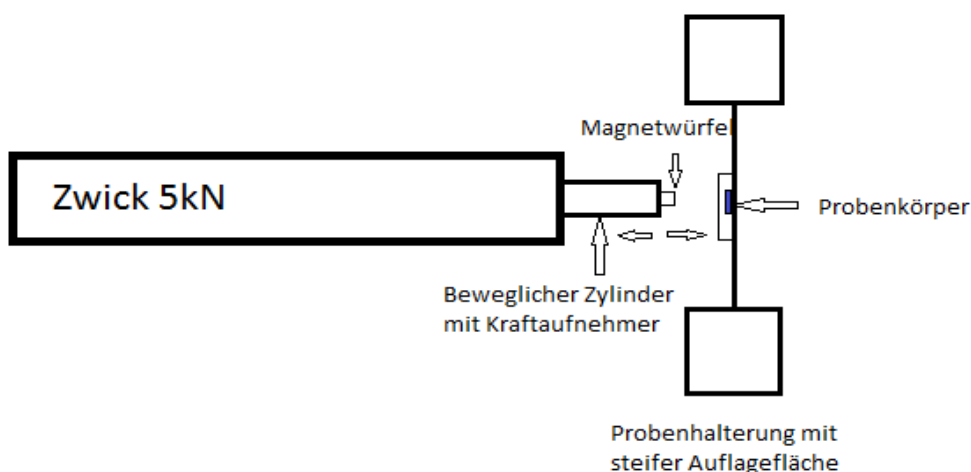
Zunächst ist das Ziel die ersten Probenstücke so zu belasten, dass eindeutig die poröse Schicht zerstört wird, ohne dabei die Probenstücke zu zerstören. Sind Abdrücke gemacht, geht es darum die beste Analysemethode zu finden, um die zerstörten Bereiche zu vermessen. Um Spannungen in dem Bereich von 150MPa hervorzurufen darf nach Gleichung (1) die Druckfläche bei dem maximalen zur Verfügung stehenden Arbeitsbereich von 5kN maximal  $33\text{mm}^2$  betragen. Zur Realisierung einer genau definierten Druckfläche wurden verzinkte Neodym-Eisen Würfelmagnete verwendet. Für die Versuche stehen Größen in Millimeter Schritten von  $2 \times 2\text{ mm}^2$  bis  $5 \times 5\text{ mm}^2$  Würfelflächen zur Verfügung. Ein weiterer Vorteil ist die Magneteigenschaft. Es bedarf keinerlei zusätzlicher Montage der Würfel an dem Kraftaufnehmer, da dieser ebenfalls magnetisch ist. Nach Gleichung (1) ergeben sich für die fünf Würfelflächen folgende in Tab. 2 dargestellten

maximalen Spannung bei maximaler Auslastung der jeweiligen Arbeitsbereiche der Material Prüf Maschinen.

**TAB. 2: MAXIMALE SPANNUNG FÜR ALLE VIER WÜRFELFLÄCHEN BEI MAXIMALEN ARBEITSBEREICH DES JEWEILIGEN PRÜFGERÄTES.**

Prüfgerät: 0.5kN				
Würfelfläche in mm <sup>2</sup>	4	9	16	25
Spannung in MPa	125	56	31	20
Prüfgerät: 5kN				
Würfelfläche in mm <sup>2</sup>	4	9	16	25
Spannung in MPa	1250	556	313	200

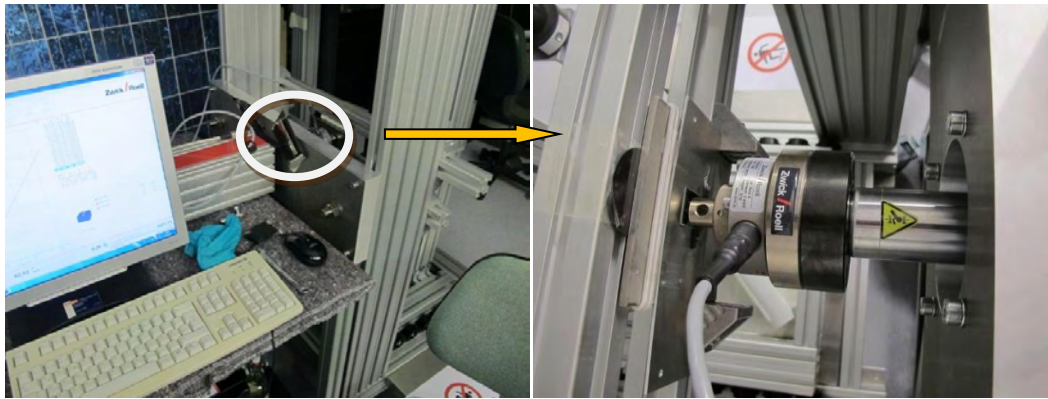
Die angestrebte Spannung von 150MPa lässt sich demnach nur mit dem 5kN Modell erreichen. Die horizontale Achse erfordert einen individuellen Aufbau der Probenhalterung. Zu diesem Zweck wird ein vorhandenes Boschprofil Gestell, welches für Biegetests von Glas-Glas Modulen verwendet wird, modifiziert und mit einer passenden Probenaufgabe mit möglichst hoher Steifigkeit ausgestattet, wie schematisch in Abb. 6 dargestellt. Abb. 7 zeigt zwei fotografische Aufnahmen des Versuchsaufbaus. Im rechten Foto ist eine Vergrößerung des mit Magnetwürfel bestückten Kraftsensors zu sehen, wie er auf eine Probe Drückt.



**ABB. 6: SCHEMATISCHER AUFBAU DER ZWICK 5KN.**

Der Magnetwürfel ist am beweglichen Kraftaufnehmer magnetisch befestigt. Beim Ausfahren drückt der Magnetwürfel auf die Probe, die an einer steifen Stahlunterlage am Boschprofil befestigt ist.



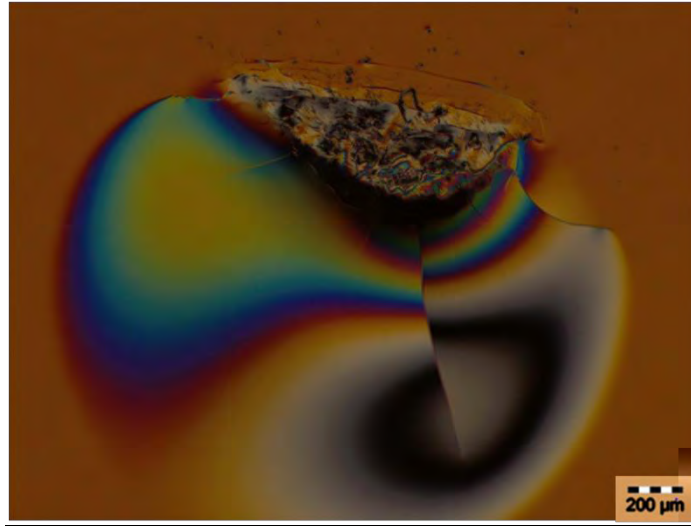


**ABB. 7: FOTOGRAFISCHE AUFNAHMEN DES VERSUCHSAUFBAUS.**

Im linken Bild ist der Aufbau der Zwick 5 kN und des Boschprofils zu sehen. Das rechte Bild ist eine Vergrößerung der Probenauflage und des beweglichen Kraftaufnehmers.

### *3.3.1 ERGEBNISSE DER VORVERSUCHE*

Die Proben P131107-1, -2 und -3 werden mit unterschiedlichen Druckflächen und Kräften belastet. Die Ergebnisse sind entweder keine nachweisbaren Abdruckspuren, oder die Probenstücke sind unter der Belastung zerbrochen. Erst die Verwendung der Proben P131210-5 und P131210-6 mit um Faktor 100 dickeren porösen Schichten weisen die ersten Abdrücke auf, die im Lichtmikroskop visuell bestätigt werden. Durch Einsatz des im Lichtmikroskop zwischen Objektiv und Okular eingebauten Prismas, lassen sich um den Abdruck herum weitere Bereiche erkennen, die in Ihrer Struktur verändert wurden und in unterschiedlichen Farbabstufungen erscheinen. Die unebene graue Fläche in Form eines Dreiecks bildet das Gebiet des zerstörten porösen Siliziums ab (siehe Abb.8).



**ABB. 8: LICHTMIKROSKOPISCHE AUFNAHME EINES ABDRUCKS IM PORÖSEN SILIZIUM.**

Die probe hat eine Schichtdicke von 41  $\mu\text{m}$  und eine Porosität von 50 %. Der Abdruck wurde von einem Würfel mit einer Fläche von 4  $\text{mm}^2$  bei einer Belastung mit 300 N erzeugt.

Die Abgebildete Probe: P-131210-5No7 hat eine poröse Schichtdicke von ca. 41  $\mu\text{m}$  und eine Porosität von ca. 50%. Die Druckfläche des Würfels beträgt 4 $\text{mm}^2$ . Sie wurde mit einer Kraft von 300N belastet. Bezogen auf die Würfelfläche ergibt sich eine Spannung von 75 MPa. Obwohl die Druckfläche aus einem Würfel besteht, ist der Abdruck nicht quadratisch. Die Fläche ist kleiner und hat eine unbestimmte Fläche. Die Spannung die zu diesem Abdruck geführt hat, ist größer als 75 MPa, lässt sich aber nicht genau bestimmen. Der Abdruck wurde bei 50-facher Vergrößerung aufgenommen.

### 3.3.2 PROFILOMETER

Zur weiteren Analyse habe ich den Abdruck im Dektak 150 Surface Profiler untersucht. Das Dektak 150 ist ein Messgerät zur Bestimmung der Rauheit der Oberfläche. Durch physikalisches abtasten der Probenoberfläche mittels einer im Durchmesser 2,5  $\mu\text{m}$  feinen Diamantspitze wird ein Höhenprofil erstellt. Kernstück des Geräts ist die Umwandlung der Bewegung der Diamantspitze in ein elektrisches Signal, durch einen linear variablen Differential-Transformator (LVDT). Er besteht aus zwei Sekundärspulen und einer Primärspule, die symmetrisch zueinander angeordnet sind. Ein weichmagnetischer Kern sorgt für die Kopplung zwischen der Primärspule und den beiden Sekundärspulen. An der Primärspule wird eine Spannung angeschlossen. Solange sich der Kern in seiner

Symmetrielage befindet, sind die Sekundärspannungen gleich groß. Bewegt sich der Kern, so wird die Veränderung der Spannung registriert und in ein digitales Signal umgewandelt [9]. Das Dektak 150 ist in der Lage, Rauheiten von weniger als 10 nm zu registrieren. Die Messunsicherheit beträgt  $\pm 0,6$  nm.

Die Oberfläche der in Abb.8 gezeigten lichtmikroskopischen Aufnahme des Abdrucks hat eine Oberflächenstruktur, die durch den einzelnen Scan in Abb.9 dargestellt ist. Die Scanrichtung ist, bezogen auf Abb.8, von oben nach unten und ca. 1200  $\mu\text{m}$  vom rechten Rand des Abdrucks entfernt. Im Bereich von 600  $\mu\text{m}$  bis 800  $\mu\text{m}$  treten erste Unebenheiten durch verschiedene Bruchkanten auf. Im Bereich von 800  $\mu\text{m}$  bis 1200  $\mu\text{m}$  ist der graue zerstörte Bereich zu sehen. Bei 1200  $\mu\text{m}$  folgt eine Erhebung die im Lichtmikroskop durch die Bunte Erscheinung aufgrund des Prismas dargestellt ist.

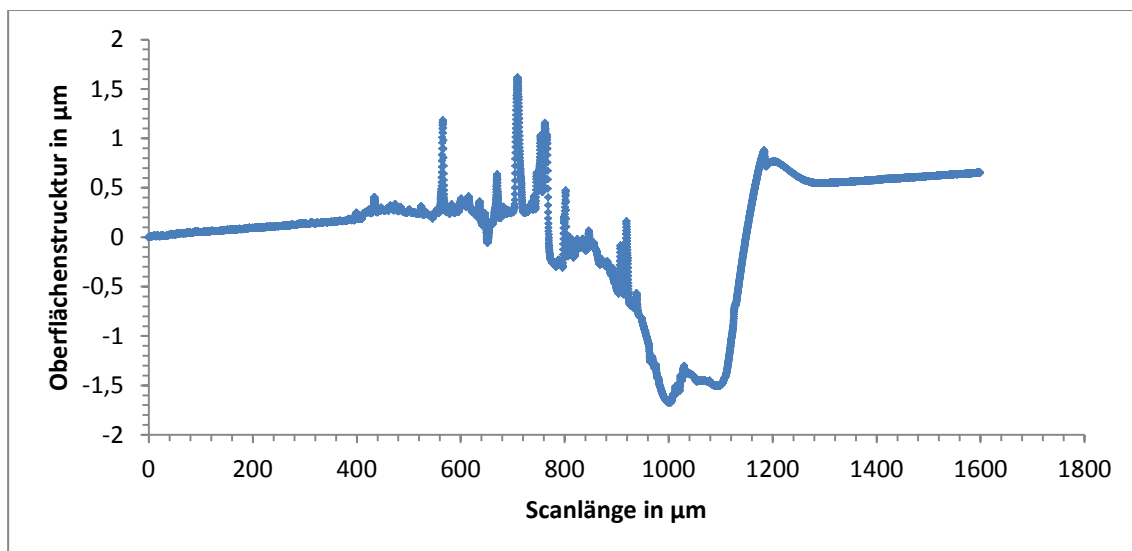


ABB. 9: PROFILOMETERSCAN DER LICHTMIKROSKOPISCHEN AUFNAHME AUS ABB. 8.

Der Scan wurde ca. 1200  $\mu\text{m}$  vom rechten Rand des Abdrucks entfernt von oben nach unten durchgeführt.

### 3.4 DISKUSSION DER MESSUNGEN IN DEN VORVERSUCHEN

Die im oben aufgeführten Abdruck-Beispiel angegebene Spannung von 75MPa bezieht sich auf die Druckfläche des Magnetwürfels von  $4\text{mm}^2$ . Die Untersuchung im Lichtmikroskop in Abb. 8 hat gezeigt, dass der Abdruck nicht auf eine quadratische Fläche beruht, sondern nur auf einen Teil des Würfels. Die abgebildete Fläche lässt sich nicht exakt bestimmen. Aus der auf diese Weise verringerten Fläche resultiert eine lokal viel höhere Spannung als die angegebenen

75MPa. Ohne die genauen Abmessungen der Abdruckfläche lässt sich die wirkende Spannung nicht berechnen. Somit ist die angegebene Spannung von 75 MPa nicht die Spannung, die zu diesem Eindruck geführt hat. Alle Vorversuche an weiteren Probenkörpern bestätigten diese Abweichung der Druckfläche. Für diesen Versuch ist es signifikant eine genau definierte, immer gleiche Abdruckfläche zu erhalten, damit die Ergebnisse reproduzierbar sind. Das ist bei dem Abdruck in Abb. 8 nicht gegeben. Es sind aufwändige Scanmethoden nötig um die Abdruckfläche genau zu vermessen. Ein Grund für den schrägen Abdruck wird die Tatsache sein, dass ohne aufwändige Justierung der Würfel nicht exakt in  $90^\circ$  auf die Probenoberfläche auftritt. Ein weiterer Grund kann eine Verkippung des Magnetwürfels zur Oberfläche sein, die durch Unebenheiten von einigen Mikrometern in der Oberfläche des Würfels hervorgerufen werden können. Ein Dektak Scan der Oberfläche bestätigte eine Rauheit des Magnetwürfels von bis zu  $2 \mu\text{m}$  (siehe Abb.10). Der Versuch mit einer Poliermaschine die Oberfläche zu schleifen brachte keine Verbesserung (siehe Abb. 11).

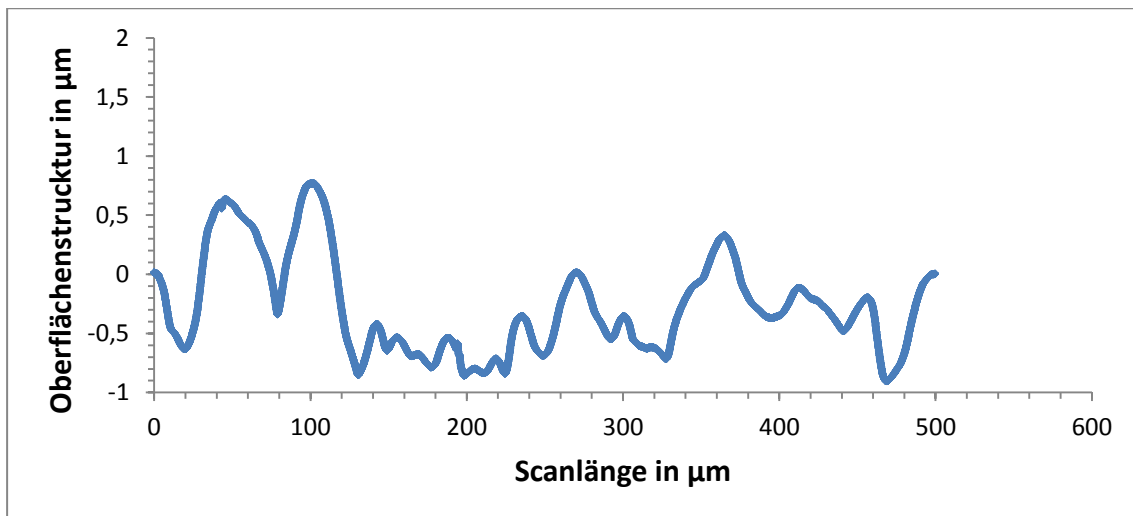


ABB. 10: PROFILOMETERSCAN DER UNGESCHLIFFENEN MAGNETWÜRFEL OBERFLÄCHE.

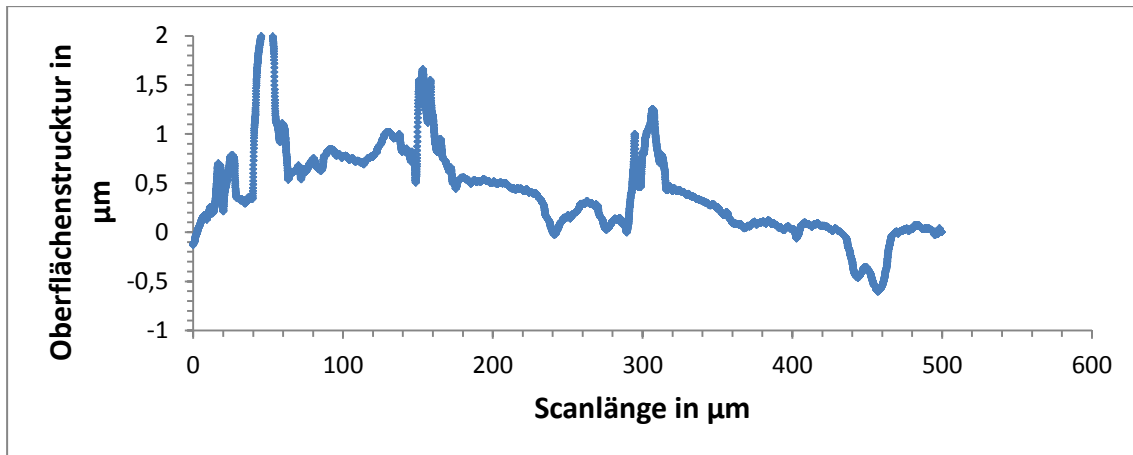


ABB. 11: GESCHLIFFENE MAGNETWÜRFEL OBERFLÄCHE.

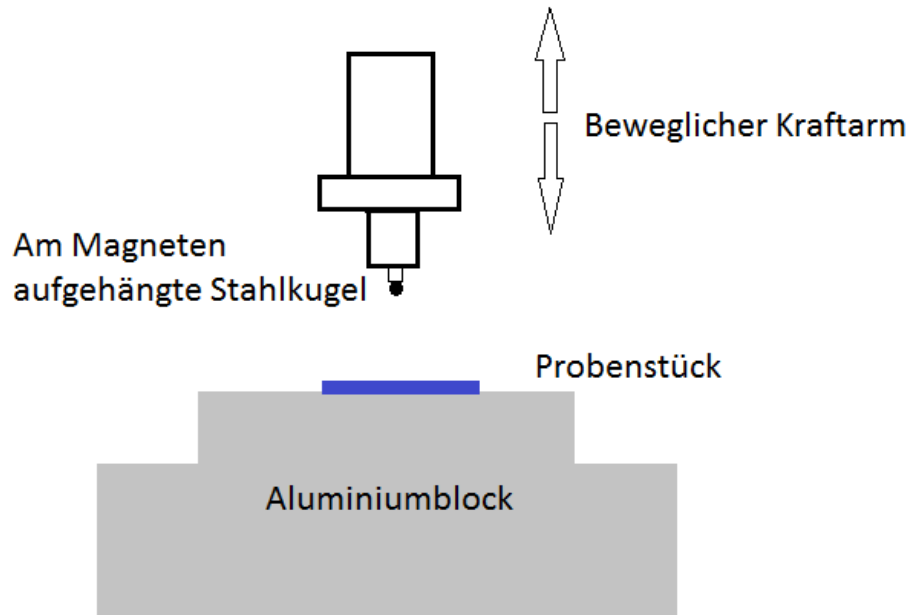
Ein weiterer Versuch wurde unternommen, die Würfeloberfläche zu glätten. Aus einem Reststück eines hoch polierten Wafers wurden mit einem Laser  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  großen Plättchen heraus geschnitten und in einer KOH Lösung gereinigt. Ein Magnetwürfel wurde mit einem der Plättchen beklebt und eine Probe mit dieser glatten Oberfläche belastet. Das Ergebnis war ein Abdruck, der nur entlang einer Plättchenkante in das poröse Silizium eingedrungen ist. Eine Bestätigung, dass der Würfel nicht im rechten Winkel auf den Probenkörper trifft.

Ich habe die Entscheidung getroffen, die Geometrie der Druckfläche zu verändern, indem zwischen Magnetwürfel und Probenkörper eine magnetische Stahlkugel platziert wurde. Die Geometrie der Kugel bewirkt, dass die erste Kontaktfläche sehr klein ist und dadurch größere Spannungen aufgebracht werden, die zwangsläufig die poröse Schicht zerstören muss. Außerdem ist zu erwarten, dass der Abdruck reproduzierbar aus der gleichen Fläche resultiert und nicht von Zufällen wie Verkippungen abhängig ist. Durch Analyse von flächigen Dektak Mapscans lassen sich die Abdruckfläche und die Eindringtiefe auswerten. Die kleinere Kontaktfläche zwischen Kugel und Probe, die weit geringer ist als  $3 \text{ mm}^2$ , erlaubte es, auf das kleiner  $0,5 \text{ kN}$  Modell zu wechseln.

### 3.5 VERSUCHSAUFBAU

Durch die vertikale Aufhängung des Belastungsarms entfällt eine aufwändige Konstruktion, um die Proben zu halten. Es musste lediglich eine steife Erhöhung eingesetzt werden, um den Arbeitsbereich des Belastungsarms zu erreichen. Die

Erhöhung ist mit zwei Aluminiumblöcken realisiert, wie im Schema in Abb. 12 zu sehen, wobei der Zweite mit Millimeterpapier beklebt ist. So ist eine möglichst exakte Anordnung der Abdrücke auf der Probe zu erzielen, wie im Foto in Abb. 13 zu sehen. Dadurch wird es vereinfacht, die Abdrücke im Profilometer wieder zu finden und sie der jeweiligen Kraft zuzuordnen.



**ABB. 12: SCHEMA DES VERSUCHSAUFBAUS MIT DER ZWICK 0,5 KN.**

Um in den Arbeitsbereich des beweglichen Kraftaufnehmers zu kommen, wurde die Probe auf einer Erhöhung aus zwei Aluminiumblöcken platziert. Die Stahlkugel ist an dem Magneten angehängt, der an dem Kraftaufnehmer hängt.



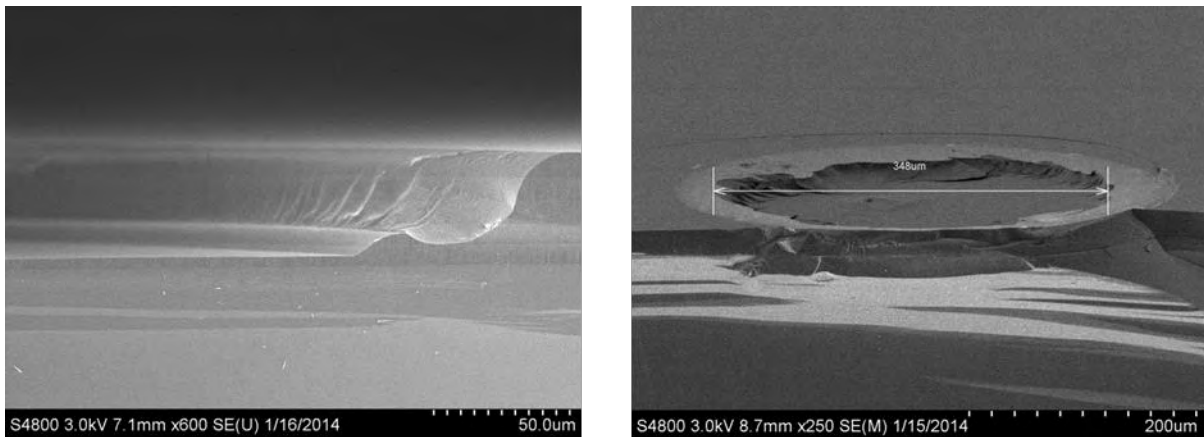
**ABB. 13: FOTOGRAFISCHE AUFNAHME DES VERSUCHSAUFBAUS ZWICK 0,5 KN.**

Im linken Bild ist eine Übersicht des Versuchsaufbaus zu sehen. Das rechte Bild zeigt die Vergrößerung im Moment der Probenbelastung.

### 3.5.1 RASTER ELEKTRONEN MIKROSKOP

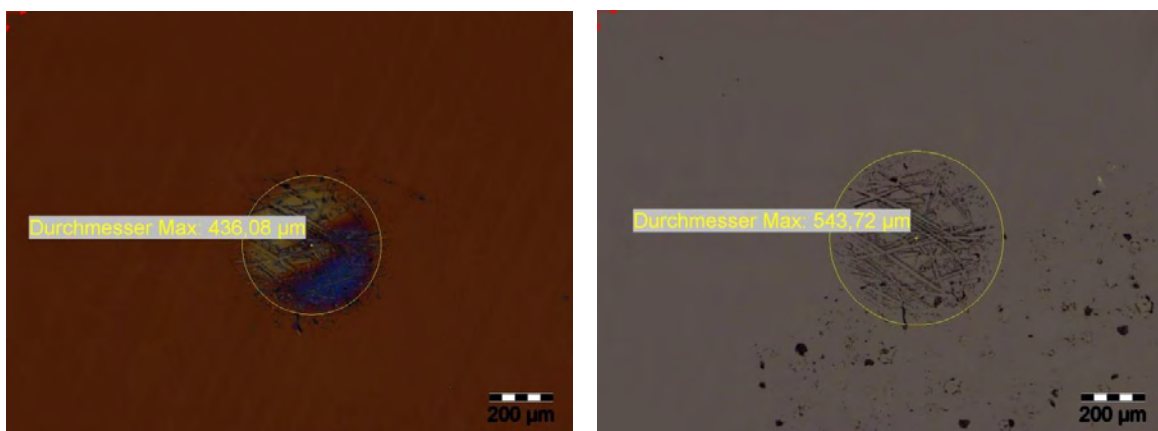
Um zu sehen, wie die Abdrücke im Querschnitt aussehen wird eine Probe so gebrochen, dass die Bruchkante durch einen Abdruck verläuft und visuell weiter untersucht. Aufgrund der komplexen Bedienung ist hierfür die Hilfe von Fachpersonal des ISFH nötig. Das Rasterelektronenmikroskop Hitachi REM S4800 (REM) bietet viele Anwendungsmöglichkeiten, in dieser Arbeit dient es dazu, die Topographie von Oberflächen abzubilden. Die Oberfläche einer Probe wird mit einem gebündelten Elektronenstrahl Zeile für Zeile abgerastert. Durch anlegen einer sehr hohen Feldstärke werden Elektronen emittiert indem sie aus einer Feldemissionskathode heraustunneln. In einem elektrischen Feld, das durch eine Spannung von bis zu 30kV erstellt wird, beschleunigt der Elektronenstrahl und wird auf einen Punkt auf dem Objekt fokussiert. Beim Auftreffen auf das Objekt, sind verschiedene Wechselwirkungen möglich, deren Detektion Informationen über die Beschaffenheit des Objekts geben. Die so erzeugten Signale werden vom Detektor in eine Spannung umgewandelt und verstärkt. Die auf diese Weise Punkt für Punkt abgerasterte Oberfläche lässt sich als Bild darstellen. [8]. Die Abbildungen der Probenoberflächen weisen eine sehr hohe Tiefenschärfe auf. Mit dem Hitachi REM S4800 sind Vergrößerungen von bis zu 500.000-facher Vergrößerung möglich. Im täglichen Arbeitsgebrauch werden aber selten mehr als 50.000 – 100.000-fache Vergrößerungen angewandt. Aufgrund des Brechens ist zu beachten, dass in der Bruchkante durch die Rissspannung Artefakte verursacht werden können. Bei der Interpretation der Bilder ist dies zu beachten. Die beiden photographischen Aufnahmen in Abb. 14 sind REM Aufnahmen von zwei verschiedenen Kugelabdrücken auf eine Probe mit einer 41  $\mu\text{m}$  dicken porösen Schicht bei einer Belastung von 490 N durch eine Kugel mit 2 mm Durchmesser. Die Aufnahmen wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 3 kV durchgeführt. Im linken Bild ist ein Teil des Querschnittes des Abdrucks zu sehen. Die Gesamthöhe des unzerstörten porösen Silizium ist mit 40,9  $\mu\text{m}$  vermessen. Unterhalb des Abdrucks verbleibt eine Schichtdicke von 3,8  $\mu\text{m}$ . Das rechte Bild ist eine Draufsicht eines weiteren Abdrucks auf der Selben Probe. Die Bruchkante verläuft in diesem Fall vor dem Abdruck. Um den gesamten Abdruck zu sehen, wurde die Probe gekippt. Der Radius ist mit 348  $\mu\text{m}$  vermessen. Es ist





**ABB. 14: REM ABBILDUNGEN VON ZWEI UNTERSCHIEDLICHEN KUGELABDRÜCKEN.**  
Die Probe wurde mit einer Kugel von einem Durchmesser von 2 mm bei mit 490 N belastet. Das linke Bild zeigt den Querschnitt des Abdrucks. Im rechten Bild verläuft der Bruch vor dem Abdruck. Die Probe ist gekippt, damit der gesamte Abdruck zu sehen ist.

aber zu erkennen, dass um den vermessenen Radius des deutlich sichtbaren Abdrucks noch weitere Risse zu sehen sind und ein zweiter runder Abdruck mit einem größeren Radius. Er ist durch eine hellere Einfärbung zu erkennen. Es ist wahrscheinlich, dass die Kugel Kontakt zu einer größeren Fläche hatte, als der vermessene Radius von 348 µm wiedergibt.



**ABB. 15: LICHTMIKROSKOPISCHE AUFNAHMEN MIT AUSMESSUNGEN DES ABDRUCKS UND DER KONTAKTFLÄCHE.**

Das linke Bild zeigt die Vermessung des farblich deutlichen Abdrucks einer mit Schmirgelpapier aufgerauten Kugel. Im rechten Bild ist die Fläche vermessen, die durch die mit der rauen Kugel in Kontakt getreten ist. Es ist ein Flächenunterschied von ca. 25 %.

Um diesen Eindruck zu überprüfen, habe ich eine Kugel mit einfachem Schmirgelpapier angeraut und ein Stück der selben Probe belastet. Die Abmessungen der sichtbaren Flächen sind in der Lichtmikroskopischen Aufnahme in Abb. 15 zu sehen. Der erkennbare Abdruck durch die Strukturierung der Kugel beträgt 544 µm. Der Abdruck, der durch die farblichen Unterschiede in der Ansicht



mit dem Prisma zu erkennen ist beträgt hingegen nur 436  $\mu\text{m}$ . Die Vermutung bestätigt sich also, dass die Kontaktfläche größer ist, als die Abdruckfläche.

Die Aufnahme im REM aus Abb. 14 hat ergeben, dass bei voller Belastung von 490 N in einem Radius von ca. 0,75 mm Auswirkungen durch die Belastung im Material auftreten. Deshalb wird ein Abstand von 2,5 mm pro Abdruck eingehalten, damit die Abdrücke sich untereinander sicher nicht beeinflussen.

### 3.5.2 VERSUCHSPARAMETER

Wie in Kapitel 1 beschrieben, ist es wichtig die Schwelle zu finden, bei der poröses Silizium beschädigt wird. Die letzte Vorbereitung besteht darin, eine Kräfteinstellung zu finden, die so klein wie möglich ist und im Dektak erkannt werden kann, um einen Flächenscan des Abdrucks zu erstellen. Nach Voruntersuchungen ergaben sich für drei unterschiedliche Kugelradien unterschiedliche Kräfteinstellungen und unterschiedliche Erhöhungsschritte die in Tab. 3 dargestellt sind.

TAB. 3: VERSUCHSPARAMETER

Kugeldurchmesser in mm	Minimalkraft in N	Kraft Intervalle in N
2	20	5
6	60	10
10	100	20

Von jeder Kraft werden mindestens 8 Abdrücke gemacht und jeweils vier Mal um die angegebenen Intervalle erhöht. Zusätzlich wurden bei 100N alle drei Kugelradien eingesetzt, um einen direkten Vergleich zwischen den unterschiedlichen Kugeln bei einer gleichen Kraft zu haben. Alle Abdrücke werden mit dem Dektak in der gesamten Fläche gescannt.

### 3.5.3 ANALYSEMETHODE

Die Analyse Software Vision bietet die Möglichkeit in einer 2D Analyse die für diese Arbeit wichtigen Parameter Eindrucktiefe und Abdruckdurchmesser sehr exakt zu bestimmen. Jeweils zwei Cursor lassen sich beliebig im X- Profil verschieben (Siehe Abb. 16). Dabei berechnen sie den Abstand in der Höhe und der Länge zueinander und den Abstand zur Nulllinie. Um eine hohe Reproduzierbarkeit zu erreichen, ist die Abdruckfläche ab dem Erreichen eines

Abdrucks von 5% der Eindringtiefe definiert, wie in Abb. 16 zu sehen. In diesem Fall ist die Eindrucktiefe  $Z = 0,57 \mu\text{m}$  tief und die Abdruckfläche  $X = 242 \mu\text{m}$  lang.

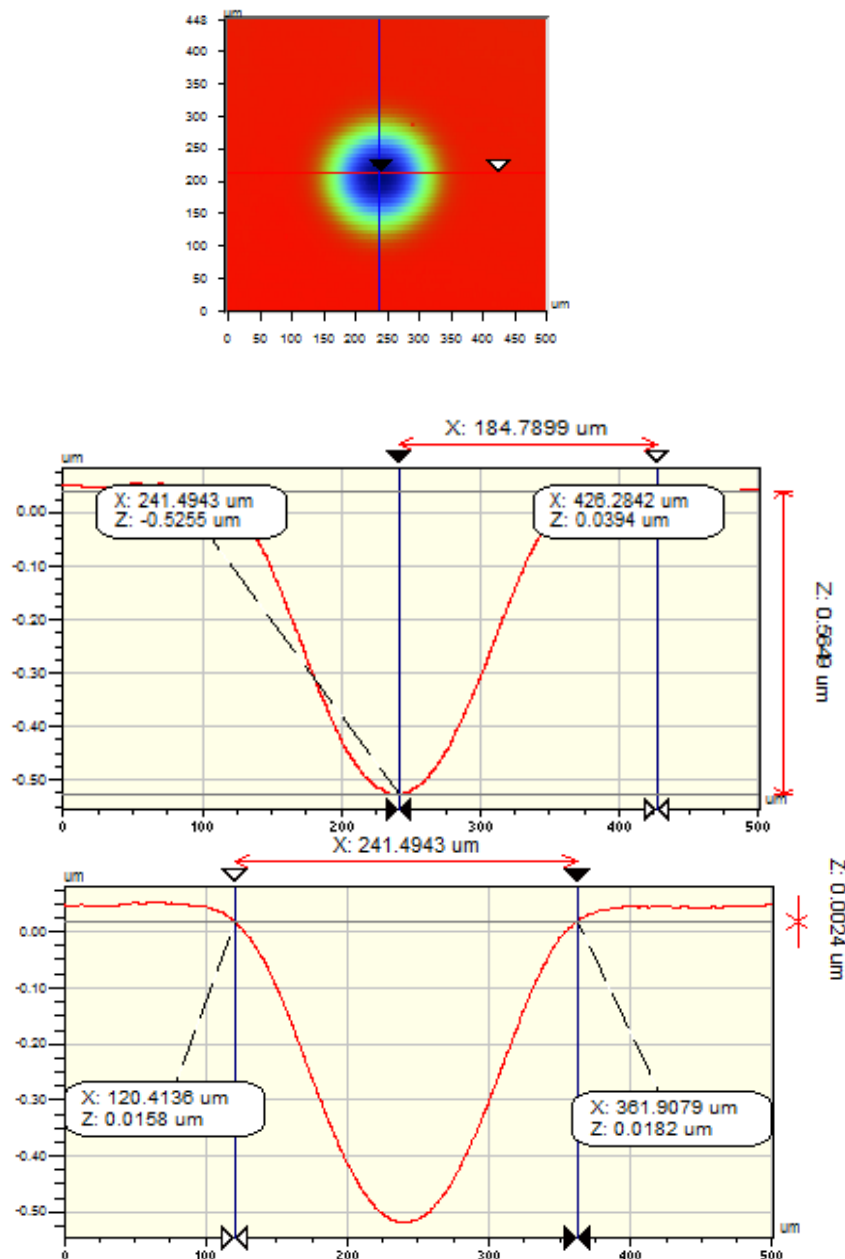


ABB. 16: VISION 2-D ANALYSETOOL

Im oberen Teil ist eine Miniaturansicht des gesamten Abdrucks zu sehen. Darauf folgen zwei X-Profile an der selben Stelle. Mit Hilfe der beiden Cursor können Vermessungen vorgenommen werden. Im ersten Profil ist die Abdrucktiefe mit  $Z = 0,57 \mu\text{m}$  ausgemessen. Im zweiten Profil ist der Abdruckdurchmesser ab 5% der Abdrucktiefe mit  $x = 242 \mu\text{m}$  vermessen.

## 4 ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die Ergebnisse sind in drei Graphen zusammengefasst. Im ersten sind die Eindringtiefen über die aufgebrauchten Kräfte für alle drei Kugeldurchmesser aufgetragen (siehe Abb.17). Jede Kugel wird in einer eigenen Farbe dargestellt und die senkrechten Balken geben die Standardabweichungen der Messreihen an. Die untersten Kräfte sind auch die jeweils niedrigsten, die im Dektak Scan noch dokumentiert werden können. Die Abdrücke von jeweils einem Intervallschritt niedriger sind zwar optisch noch zu sehen, die Eindringtiefe ist aber so gering, dass sie im rauschen untergeht, wodurch der Abdruck im Scan nicht mehr zu erkennen ist.

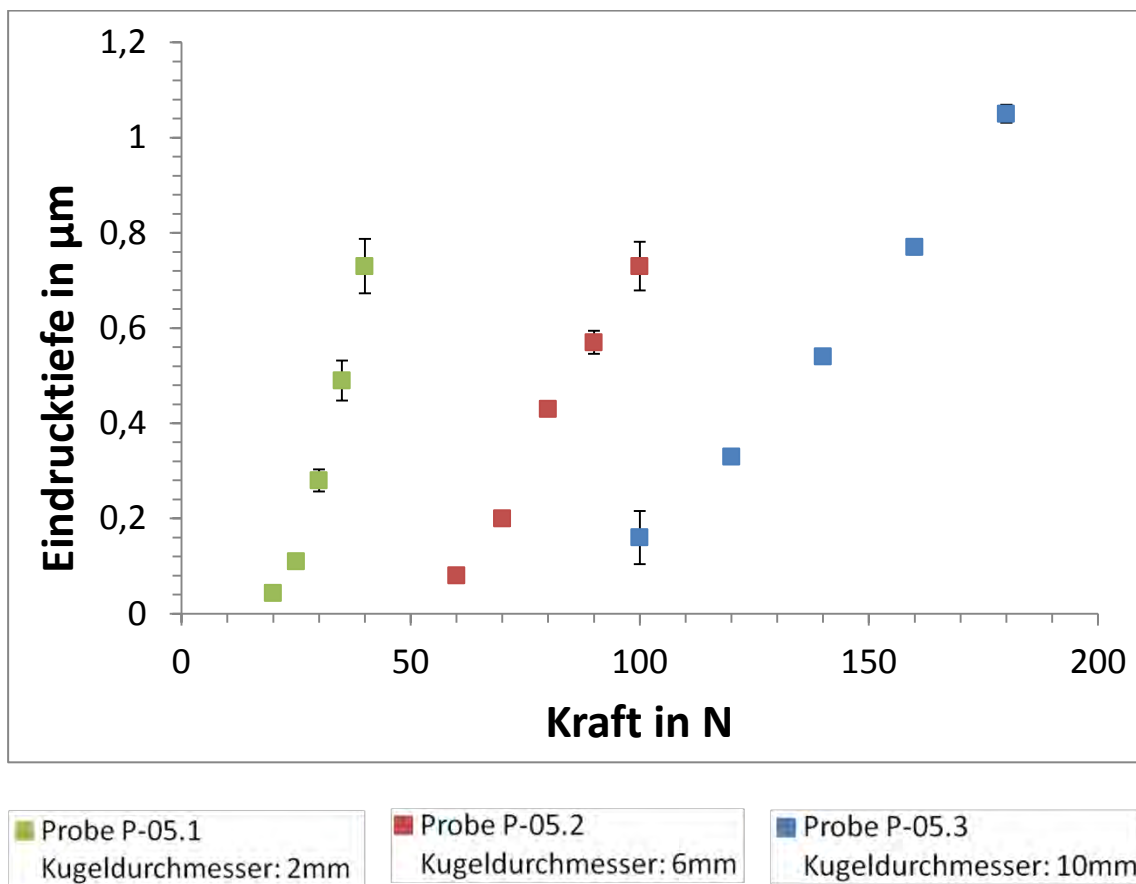


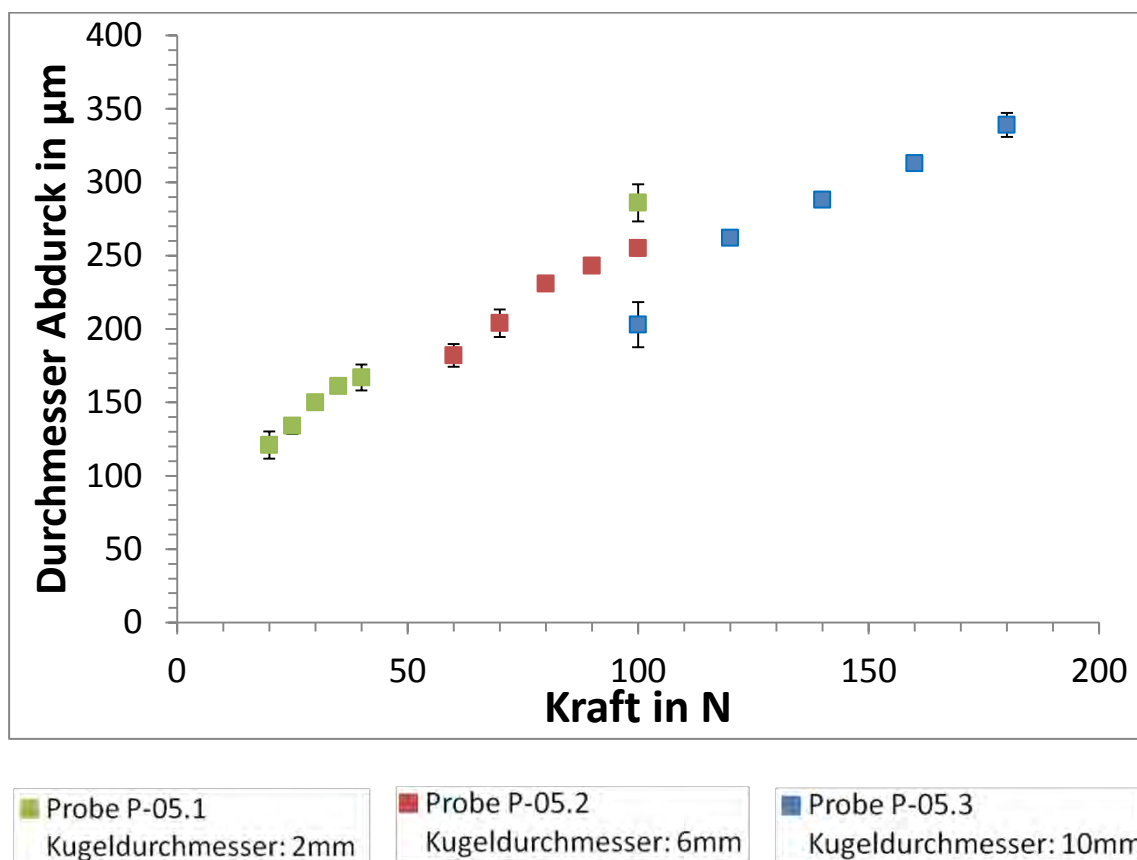
ABB. 17: EINDRINGTIEFE AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.

Die Kurven sind monoton steigend, bei steigender Kraft steigt auch die Eindringtiefe. Der Messpunkt für die Eindringtiefe bei 100N und einem Durchmesser von 2mm taucht nicht in der Graphik auf. Er liegt bei 4,2 µm und

hätte die Skala zu sehr nach oben verschoben wodurch die Auflösung für alle anderen Messpunkte zu gering geworden wäre.

Signifikantes Ergebnis dieses Graphen ist, dass mit größer werdendem Durchmesser die Eindringtiefe bei gleicher Kraft sinkt. Das resultiert aus der schneller größer werdenden Kontaktfläche bei größeren Kugeln. Eine größere Fläche bedeutet geringere Spannung und somit auch eine geringere Eindringtiefe. Die Kraft verteilt sich bei einer kleineren Fläche, die somit mit einer größeren Spannung belastet wird. Diese Spannung zerstört eine größere Fläche, als bei eine größere Kugel und dadurch dringt die kleinere Kugel tiefer in das poröse Material ein.

In Abb. 18 ist der ausgewertete Abdruckdurchmesser bei 5 % der jeweiligen Eindringtiefe über die Kraft aufgetragen. Jede der drei Kurven repräsentiert einen Kugeldurchmesser in der Selben Reihenfolge wie in Abb. 17. Der Durchmesser des Abdrucks steigt monoton mit der Kraft. Je kleiner der Durchmesser ist, desto größer ist die Abdruckfläche.



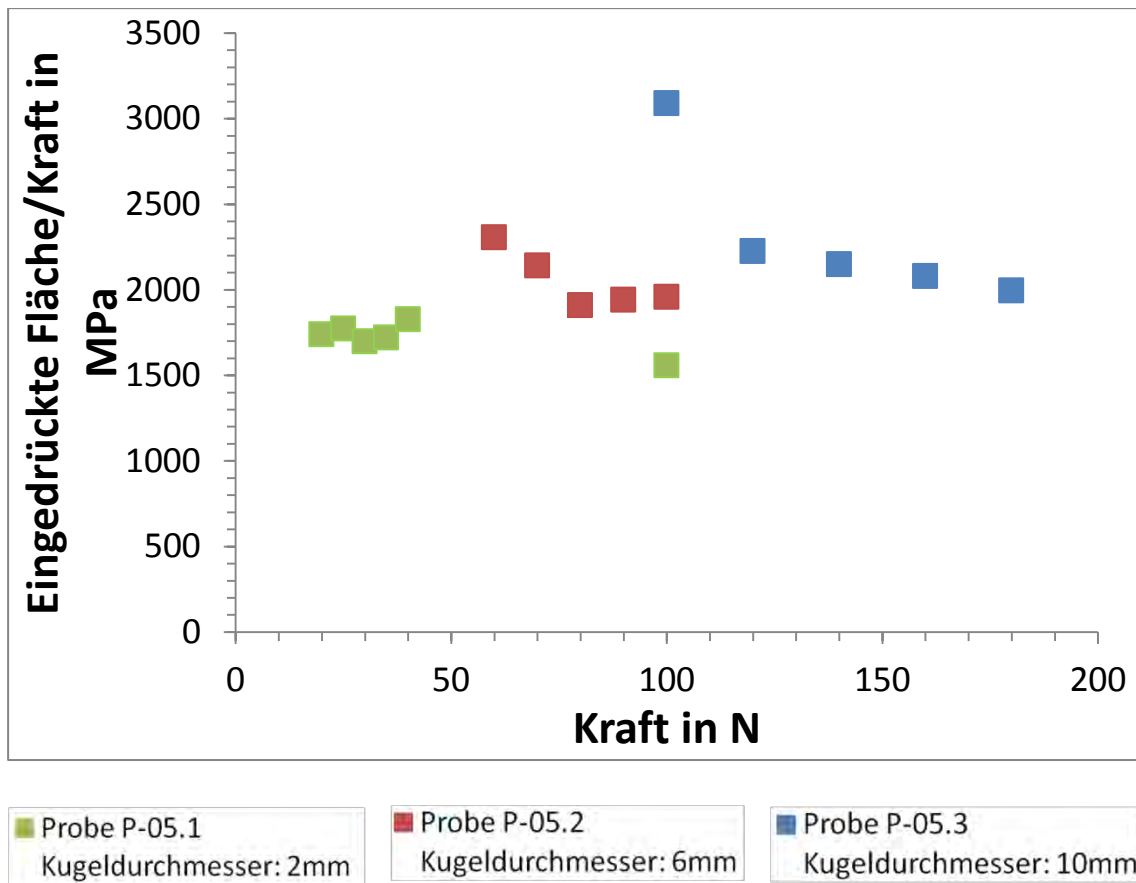
**ABB. 18: ABDRUCKDURCHMESSER AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.**

Bei 100 N sind alle drei Abdruckdurchmesser der drei verschiedenen Kugeln eingetragen. Hier zeigt sich deutlich, dass ein kleinerer Kugeldurchmesser einen größeren Abdruck hinterlässt. Da die Kontaktfläche größer ist als die Abdruckfläche, hat ein größerer Kugeldurchmesser schneller eine größere Kontaktfläche, auf die sich die Kraft verteilt und somit weniger poröse Siliziumstruktur zerstört.

In Abb. 19 ist die Kraft pro zerstörte Abdruckfläche über die Kraft aufgetragen. Ich vermeide hier absichtlich den Begriff Spannung, da es sich nicht wirklich um die aufgetretene Spannung handelt, auch wenn Kraft pro Fläche von der Einheit eine Spannung ist. Die Fläche ist nur die tatsächlich zerstörte Fläche und nicht die Kontaktfläche zwischen Kugel und Probe. Ohne die genaue Kontaktfläche zu kennen, kann die Spannung auch nicht genau ausgerechnet werden. Auch in diesem Graphen sind die unterschiedlichen Kugeln durch die unterschiedlichen Farben voneinander zu unterscheiden. Für die Berechnung dieses Graphen sind die Messwerte für die eingedrückte Fläche und die am Festigkeitsprüfgerät eingestellte Kraft in Gleichung (1) miteinander verrechnet. Für die Fehlerbetrachtung ist in diesem Fall die Fehlerfortpflanzung die Grundlage. Konkret wird es in diesem Fall durch Gleichung (4) beschrieben.

$$u = \sqrt{\left(\frac{\partial F}{\partial A} \cdot \Delta A\right)^2 + \left(\frac{\partial F}{\partial A} \cdot \Delta F\right)^2} \quad (4)$$

Es sind keine Fehlerbalken zu sehen, da sie sich im einstelligen MPa Bereich bewegen und bei dieser Skalierung nicht auftauchen.



**ABB. 19: EINGEDRÜCKTE FLÄCHE PRO KRAFT AUFGETRAGEN ÜBER DIE KRAFT FÜR ALLE DREI KUGELGRÖßEN.**

Der Graph spiegelt eine Überschätzung der Bruchspannung wieder, da die Druckfläche größer ist als die Abdruckfläche die der Berechnung der Kurven zugrunde liegen. Daraus resultiert eine größere errechnete Spannung, als zum Erreichen der aufgetragenen Kraft tatsächlich wirkte. Diese Überschätzung ist die beste Näherung an den Wert der Spannung bei dessen Auftreten poröses Silizium mit 50% Porosität tatsächlich beschädigt wird. Trotz der Unbekanntheit der Kontaktfläche ist dieser Graph ein wichtiges Ergebnis. Er zeigt zumindest, in welcher Region sich die Spannung befindet. Sie ist im Mittel um 2000 MPa und ist bis auf einen Ausreißer, ähnlich groß, unabhängig von Kraft und Kugeldurchmesser.

Die in den Vorüberlegungen vermutete Bruchspannung von 150MPa lässt sich mit diesen Ergebnissen nicht bestätigen. Eine zuverlässige Aussage über die Bruchspannung lässt sich zwar nicht machen, dennoch ist klar, dass sie ca. um den Faktor Zehn höher liegt als zuerst vermutet. Dies könnte daran liegen, dass in der

Theorie von Zug Belastung ausgegangen wurde und die tatsächliche Stabilität in Druck Belastung um einiges höher liegt.

Um auf die Anfangsfragestellung zu kommen habe ich eine grobe Abschätzung für die Kraft, die Daumen und Zeigefinger auf eine Pinzette ausüben, gemacht. In einer Veröffentlichung über Handprothesen wurden Messungen zur Ermittlung der Kraft, die einzelne Finger aufbringen können, mit denen von Handprothesen verglichen. Für den Zeigefinger wurden Durchschnittswerte von 1 N für den Daumen von 2 N ermittelt. Im Durchschnitt wirken also 3 N auf eine Pinzette [10]. Um auch stärkere Fingerbelastungen durch kräftigere Mitarbeiter zu berücksichtigen, verdreifache ich den Durchschnittswert und komme auf 9 N. Nach ausmessen der Auflagefläche einer am ISFH üblichen Pinzette ergibt sich eine Druckfläche von  $25 \text{ mm}^2$ . Um zu berücksichtigen, dass ein Wafer auch mit einer geringeren Fläche angehoben werden kann oder die Pinzette verkippt oder uneben sein kann und dadurch die Druckfläche erheblich kleiner werden kann, gehe ich von einer minimalen Druckfläche von  $2,5 \text{ mm}^2$  aus. Daraus ergibt sich eine auf den Wafer wirkende Spannung von  $3,6 \text{ MPa}$ . Es liegt fast Faktor 1000 zwischen dieser groben Abschätzung und der überschätzten Bruchspannung. Es ist ein so großer Spielraum zwischen den Wert von ca.  $2000 \text{ MPa}$  der Bruchspannung und dem Wert von  $3,6$  für die maximal wirkende Spannung durch eine Pinzette, dass man mit Sicherheit davon ausgehen kann, dass Pinzetten eine Porosität von 50 % nicht beschädigen.

#### 4.1 EINFLUSS DER DICKE DER PORÖSEN SCHICHT AUF DIE STABILITÄT

Zum Ende war es mir noch möglich in einem Einzelversuch eine Probe des Wafers P131107-1 mit der Schichtdicke von  $0,4 \mu\text{m}$  und einer Porosität von 48 % zu untersuchen. Die Belastung ist durch den kleinsten Kugeldurchmesser erfolgt, bei der untersten, einer mittleren und der obersten Krafteinstellung des Versuchs. Bei 20 N und bei 35 N wurde der Abdruck nicht visuell nachgewiesen. Bei 100 N gab es nur eine visuelle Bestätigung durch das Profilometer. Dieser wurde aber nicht durch einen Scan bestätigt. Der Eindruck ist so schwach, dass er im Rauschen untergeht. Diese qualitative Untersuchung lässt vermuten, dass eine dünnere poröse Schicht stabiler ist, als eine dicker. Dies könnte daran liegen, dass die Silizium Säulenstruktur weniger anfällig für Knickung ist.

## 5 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Im Zuge dieser Arbeit wurden Versuchsaufbau und Versuchsparameter experimentell ermittelt, um Aussagen über die mechanische Stabilität von porösem Silizium Schichten machen zu können. Es wurde ein Wafer mit einer porösen Schicht von 42  $\mu\text{m}$  Dicke und einer Porosität von 50 % durch die Zwick Prüfmaschine belastet. Hierzu wurden als Kontaktkörper drei Kugeln mit unterschiedlich großen Durchmessern, 2 mm, 6 mm und 10 mm benutzt. Die Anfangsbelastung ist die niedrigste Kraft, deren Abdruck im Profilometer noch als Kugelabdruck erfasst werden kann. Diese Schwelle zu finden war signifikant für diese Arbeit. Es ist wichtig zu wissen, bei welchen Kräften und Druckflächen die ersten Beschädigungen am porösen Silizium auftreten, um Aussagen über die Stabilität machen zu können. Je kleiner die Kugel, desto geringer ist diese Kraft. Die gefundenen Werte für die Schwelle sind 20 N für die 2mm Kugel, 60 N für die 6mm Kugel und 100 N für die 10 mm Kugel. Als Intervalle wurden 5 N, 10 N und 20 N gewählt.

Die untersuchten Proben haben eine Porosität von ca. 50%. Dies entspricht den hochporösen Schichten in dem PSi Kreisprozess. Es wäre noch interessant, Schichten mit 20% Porosität zu untersuchen. Diese würde den niederporösen Schichten des PSi Kreisprozesses entsprechen. Es ist aber davon auszugehen, dass die niederporösen Schichten stabiler sind, da die Poren kleiner sind und somit mehr Silizium in dickeren, kompakteren Strukturen vorliegt.

Im Bereich der Anodenforschung bei Lithium-Ionen-Batterien kommt poröses Silizium mit einer Porosität von über 80% zum Einsatz. Beim beladen dehnt sich das Silizium durch die Aufnahme von Lithium Ionen um das Vierfache aus. Die Poren können bei einer Porosität von 80% dieses Volumen aufnehmen, ohne durch ständige Volumenänderung nach außen. Dadurch wird kein aufwändiges Gehäuse benötigt, das diese Volumenänderung kompensiert. Die hohe Porosität ermöglicht es schneller zu beladen, da die Diffusionswege kürzer sind [11]. Bei dem Umgang mit so hoher Porosität kann es tatsächlich problematisch sein, die Proben mit einer Pinzette zu belasten. Es wäre eine nützliche Ergänzung zu dieser Arbeit, höher poröse Schichten zu untersuchen.



Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass es unbedenklich ist, 50% poröses Silizium mit einer Pinzette zu bewegen. Der große Abstand von fast Faktor 1000 deutet an, dass die Handhabung im automatisierten Prozess durch Greifarme ist mit großer Wahrscheinlichkeit unbedenklich ist.

## 6 LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Sailor, M.j.(2012). Porous Silicon in Practice, Weinheim, Germany: Willey-VCH.
- [2] Rauscher, M.(1999). Strukturbildung von porösem Silizium (Dissertation), Ludwig Maximilians Universität München.
- [3] Tayanaka, H.; Yamauchi, K., et al. (1998). Thin-film crystalline silicon solar cells obtained by separation of a porous silicon sacrificial layer, at: 2<sup>nd</sup> World conference and exhibition on photovoltaic solar energy conversion, 6-10 July 1998, Vienna, Austria.
- [4] Brendel, R. (1997). A novel process for ultrathin monocrystalline silicon solar cells on glass, at 14<sup>th</sup> European photovoltaic solar energy conference, 30 June-4 July 1997, Barcelona, Spain.
- [5] Wolf, A. (2007). Sintered porous silicon. Physical properties and Applications for layer-transfer silicon thin-film solar cells (Dissertation), Universität Hannover.
- [6] Mayr, M. (1999). Technische Mechanik, München: Hanser Verlag.
- [7] Funke, C.; Kulig, E.; Kuna, M.; Möller, H.J. (2004). Biaxial fracture tests of silicon wafers, in: Advanced engineering materials, Vol. 6.
- [8] Analytik Praktikum Materialwissenschaft: Rasterelektronenmikroskop, Technische Fakultät der Christian Albrechts Universität zu Kiel.
- [9] Haug, A. (1991). Angewandte elektrische Messtechnik: Vieweg Verlag.
- [10] Kargov, A., Pylatiuk, C. Martin, J., Schulz, S., Döderlein, L. (2004). A comparison of the grip force distribution in natural hands and in prosthetic hands, in: Disability and rehabilitation Vol. 26.
- [11] Ge, M.; Fang, X.; Rong, J.; Zhou, C. (2013). Review of porous silicon preparation and its application for lithium-ion battery anodes, in: Nanotechnology 2013, Vol. 24.

## 7 ANHANG

In diesem Anhang befinden sich die Tabellen mit den Messwerten auf dessen Grundlage die drei Ergebnisgraphen in Kapitel 4 erstellt wurden. Die Mittelwerte der Durchmesser der Eindringflächen basieren jeweils auf mindestens acht und bis zu zehn ausgewerteten Abdrücken bei der jeweiligen Kraft. Das gilt auch für die Eindringtiefe. Beide Parameter wurden mit der Analysesoftware Vison aus den Mapscans des Profiliometers ermittelt.

Probe P-05.1 , Porosität 50%, Schichtdicke 41µm, Kugeldurchmesser: 2mm

Mittelwerte der Durchmesser der Eindringfläche ab 5% der		Eindringtiefe in µm		
Kraft in N	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.
20	121 ±	9,32	0,04 ±	0,012
25	134 ±	5,46	0,11 ±	0,013
30	150 ±	2,80	0,28 ±	0,023
35	161 ±	3,56	0,49 ±	0,042
40	167 ±	8,83	0,73 ±	0,057
100	286 ±	12,71	4,24 ±	0,117

Probe P-05.2, Porosität 50%, Schichtdicke 41µm, Kugeldurchmesser: 6mm

Mittelwerte der Durchmesser der Eindringfläche ab 5% der		Eindringtiefe in µm		
Kraft in N	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.
60	182 ±	7,69	0,08 ±	0,01
70	204 ±	9,39	0,20 ±	0,009
80	231 ±	4,06	0,43 ±	0,013
90	243 ±	3,74	0,57 ±	0,024
100	255 ±	4,76	0,73 ±	0,051

Probe P-05.3, Porosität 50%, Schichtdicke 41µm, Kugeldurchmesser: 10mm

Mittelwerte der Durchmesser der Eindringfläche ab 5% der		Eindringtiefe in µm		
Kraft in N	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.	Eindringtiefe in µm	Stand.Abw.
100	203 ±	15,44	0,16 ±	0,056
120	262 ±	4,01	0,33 ±	0,009
140	288 ±	4,24	0,54 ±	0,011
160	313 ±	3,71	0,77 ±	0,015
180	339 ±	8,20	1,05 ±	0,019