Abscheiden von Leitfähigkeitsschichten auf holzbasierte Substrate mittels PVD

DI Judith Sinic[1], *Dr. Georg Strauss*[2], *DI (FH) Christoph Jocham*[1], *Dr. Uwe Müller*[1], *Nikolaus Weinberger, MSc*[2], *Elisabeth A. Schöffmann, MSc*[1]

[1]Kompetenzzentrum Holz GmbH, Altenberger Straße 69, 4040 Linz, Österreich
j.sinic@wood-kplus.at

[2]Universität Innsbruck, Material Center Tirol, Technikerstraße 13, 6020 Innsbruck, Österreich

Einleitung

In einer Machbarkeitsstudie wurden Versuche zur Abscheidung metallischer Dünnschichten auf Holz-, Holzwerkstoff- und Papieroberflächen mittels PVD (Physical Vapour Deposition)-Verfahren durchgeführt. Ziel der Studie war, eine elektrisch leitende Schicht auf den unterschiedlichen Substraten mittels Magnetronsputtern herzustellen, wobei der Fokus der möglichen Anwendung auf der Integration von elektronischen Komponenten in Holz- und holzbasierten Möbelelementen lag.

Plasma- und ionengestützte PVD-Technologien werden in den verschiedenen Anwendungsbereichen der Dünnschichtabscheidung weit verbreitet eingesetzt. Mit diesen Verfahren können neben anderen Film- und Oberflächeneigenschaften eine gute Filmhaftung, eine hohe Filmdichte und Härte, sowie eine geringe Oberflächenrauheit erreicht werden [1], [2], [3]. Beim Magnetronsputterverfahren werden Oberflächenatome und -moleküle des Targets (Metalle, Legierungen) physikalisch durch Impulsübertragung über eine energiereiche Bombardierung von gasförmigen Ionen aus einer festen Oberfläche herausgeschlagen. Magnetronsputtern läuft normalerweise bei einem Gasdruck zwischen 10^{-4} und 10^{-2} mbar in einer Vakuum-Sputteranlage ab. Bei der Abscheidung von metallischen Dünnschichten werden Targets wie Molybdän, Wolfram, Titan und Silber verwendet und Argon als Arbeitsgas eingesetzt [4], [5].

Experimentelles

Für die Studien wurden kommerziell verfügbare MDF-Platten (Medium Density Fibreboards; Type Egger MB, Dicke 19 mm), Europäisches Eichenmassivholz, WPC-Materialien (Wood Plastic Composites aus 70 % Holzmehl und 30 % Polypropylen, Dicke 6 mm) sowie Papierproben (Kraftpapier Mondi Advantage Speed natural brown 80 g/m²) verwendet.

Dünnschichtabscheidung mittels PVD-Verfahren

Die PVD-Abscheidung der Molybdänschicht auf die unterschiedlichen, holzbasierten Substrate erfolgte mittels Magnetronsputtern unter Verwendung folgender Prozessparameter: (a) Targetmaterial Molybdän, (b) Prozessdruck im Bereich zwischen 10^{-2} und 10^{-1} mbar, (c) Targetleistungsdichte 3 W/cm², (d) Spannung im Bereich zwischen 200 V und 400 V, (e) Temperatur unter 50 °C und (f) DC-Frequenzmodus.

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena

Charakterisierung der metallischen Dünnschichten

Zur Untersuchung der Hafteigenschaften der PVD-Schichten auf den verschiedenen Substraten wurden Gitterschnitttests nach ISO 2409:2007 durchgeführt. Aufgrund der begrenzten Probengröße und der geringen Dicke der Metallschicht wurden die Prüfungen manuell mit einem Cuttermesser durchgeführt. Die optische Untersuchung der Schnitte wurde mit einem Stereomikroskop Zeiss Stemi 2000-C, KL 1500 LCD vorgenommen. Die Untersuchung der Morphologie des Schichtaufbaus und der Dicke der PVD-Schichten wurden mittels Rasterelektronenmikroskop (JEOL 7610F; Universität Innsbruck) durchgeführt. Die konfektionierten Proben wurden vor der Messung auf einem 45°-REM-Probenhalter fixiert und anschließend mit einer dünnen Goldschicht (10 nm) beschichtet, um stärkere Aufladungen der Proben während der Messung zu vermeiden.
Die elektrischen Widerstandsmessungen der unbeschichteten Proben wurden nach DIN EN 61340-2-3:2015-04; VDE 0300-2-3:2015-04 unter Verwendung eines Tera-Ohmmeters (Tera-Ohmmeter TO-3 von H.-P. Fischer Elektronik GmbH & Co) durchgeführt. Eine Schutzringelektrode wurde auf den Substraten positioniert und der elektrische Oberflächenwiderstand bestimmt (Absolutwert). Die PVD-beschichteten Proben wiesen sehr niedrige elektrische Widerstandswerte auf, die mit dem Tera-Ohmmeter nicht gemessen werden konnten. Daher wurden die elektrischen Widerstandsmessungen der PVD-beschichteten Proben mit einem Multimeter (FLUKE 175 True RMS) durchgeführt.
Als weitere, analytische Methode zur Überprüfung der elektrischen Leitfähigkeit der PVD-beschichteten Materialien wurde ein Schaltkreis unter Verwendung eines Microcontroller Boards (Bare Conductive, TouchBoard) mit Touch- und kapazitiver Näherungsschaltfunktion aufgebaut.

Prototyp einer elektrisch leitenden, holzbasierten Laminatplatte

Abschließend wurde ein Prototyp einer holzbasierten Laminatplatte mit integrierter leitfähiger Schicht hergestellt. Der Laminataufbau wurde aus einer Spanplatte als Basisplatte, mit dem Molybdän beschichteten Papier als funktionelle Zwischenschicht und einem Furnier aus Nussholz als Decklage realisiert. Zur Verklebung der einzelnen Laminatschichten wurde ein 2K-Epoxidsystem (SICOMIN SR1280/SZ8525, Time Out Composites) verwendet. Das Harzsystem (Menge von 140 g/m²) wurde direkt auf die zu verklebenden Materialien aufgebracht und mit einer Rakel gleichmäßig verteilt, wobei überschüssiges Harz entfernt wurde. Das Laminat wurde anschließend in einer Laborpresse (SUT-PUK 1600 von Svoboda) bei einer Temperatur von 100 ºC für 10 Minuten bei einem spezifischen Druck von 3 bar verpresst.

Ergebnisse

PVD-Beschichtung auf den holzbasierten Substraten

Die Ergebnisse der metallischen Dünnschichtabscheidung auf den unterschiedlichen, holzbasierten Werkstoffen mittels Magnetronsputterverfahren ist in **Abbildung 1** dargestellt. Auf allen getesteten Materialien konnte eine homogene Molybdänschicht auf den

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena

Oberflächen abgeschieden werden. Die einzelnen Oberflächentopographien jeder Probe blieben dabei erhalten. Die beschichteten MDF- und Papierproben wiesen glatte Oberflächen auf, während die „offenporige“ Eichenholzprobe durch kleine Löcher eine dreidimensional strukturierte Oberfläche zeigte. Auch die Irregularitäten der WPC-Oberfläche durch den Extrusionsprozess blieben sichtbar.

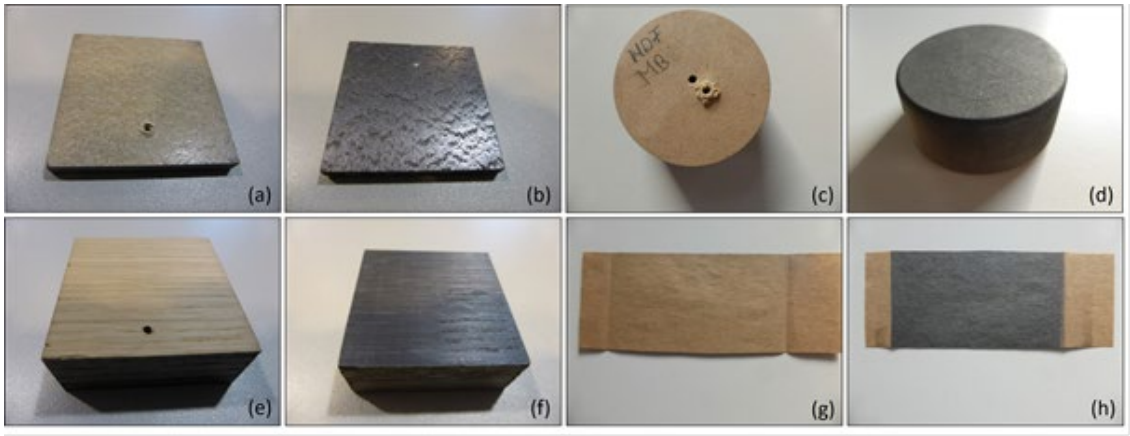

Abb. 1: Aufnahmen der unbeschichteten und beschichteten Proben (a) WPC unbeschichtet und (b) WPC mit Molybdän beschichtet, (c) MDF unbeschichtet und (d) MDF mit Molybdän beschichtet, (e) Eichenholz unbeschichtet und (f) Eichenholz mit Molybdän beschichtet, (g) Papierproben unbeschichtet und (h) Papierproben mit Molybdän beschichtet

Zur Überprüfung der Hafteigenschaften der Molybdänschicht auf den verschiedenen Substraten wurden Gitterschnitttests durchgeführt und mit einem Mikroskop analysiert. Bei der Versuchsdurchführung konnten keine Irregularitäten in den Gitterschnittprüfungen oder Delaminationen festgestellt werden. Die Haftung war bei allen Proben gut.

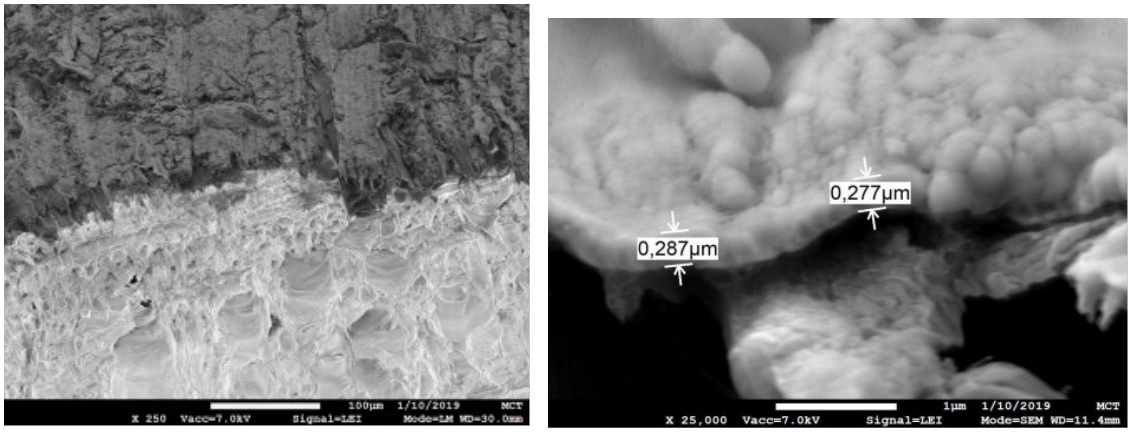

Abb. 2: Bild links: REM-Aufnahme der mit Molybdän beschichteten Eichenholzprobe (250-fache Vergrößerung); Bild rechts: Bestimmung der Dicke der Molybdänschicht auf der Eichenholzprobe mittels REM (25.000-fache Vergrößerung)

Aus den Aufnahmen mittels Rasterelektronenmikroskop (REM) ist erkennbar, dass die PVD-Schichten die Holzwerkstoffoberflächen geschlossen bedecken (**Abbildung 2**). Brüche in der Schicht wurden vornehmlich durch die Probenpräparation verursacht. Die Dicken der abgeschiedenen Molybdänschichten wurden in den REM-Aufnahmen bei

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena

einer 25.000-fachen Vergrößerung bestimmt. Im Mittel wurden Schichtdicken von etwa 300 nm gemessen. Abbildung 2 zeigt repräsentativ die Schichtdickenbestimmung der PVD-Schicht auf der Eichenholzprobe.

Elektrische Leitfähigkeit der Dünnschichten

Zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit wurde der Widerstandswert der Dünnschichten mittels Ohmmeter gemessen. **Tabelle 1** zeigt die Ergebnisse der Widerstandsmessungen der Substrate vor und nach der Beschichtung. Die elektrischen Widerstandswerte der unbeschichteten Materialien wiesen übliche, hohe Werte von etwa $3*10^9$ Ohm für Holz bis etwa $8*10^{12}$ Ohm für WPC auf. Nach der PVD-Beschichtung sanken die Werte signifikant und lagen zwischen $1*10^2$ und $1*10^3$ Ohm.

Tab. 1: Widerstandswerte der unbehandelten Proben vor der Beschichtung (Bezeichnung R1); Widerstandswerte der mit Molybdän beschichteten Proben (Bezeichnung R2)

Material	**R1 [Ω]**	**R2 [Ω]**
WPC	$8 * 10^{12}$	227 ± 21
MDF	$5 * 10^{11}$	1010 ± 113
Eichenholz	$3 * 10^{9}$	1200 ± 173
Papier	$2 * 10^{11}$	320 ± 17

Der Grund für die unterschiedlichen Widerstandswerte nach der Beschichtung könnte entweder auf die Oberflächentopographie der Substrate ("nicht porös", "offenporig", "diffus porös" usw.) oder auf die abgeschiedene Schichtdicke und deren Verteilung zurückzuführen sein, die zwischen den verschiedenen Substraten variieren und messbare Unterschiede in der Leitfähigkeit verursachen kann. Dies muss noch verifiziert werden.

Des Weiteren wurde die elektrische Leitfähigkeit der dünnen Schichten unter Verwendung eines Microcontroller Boards mit Touch- und kapazitiver Näherungsschaltfunktion getestet. Bei allen beschichteten Materialien funktionierte der aufgebaute Schaltkreis sowohl in der Berührungs- als auch in der kapazitiven Näherungsfunktion. Dies wurde optisch durch eine LED-Lampe und durch ein akustisches Signal über Lautsprecher signalisiert. Als repräsentatives Beispiel sind die Schaltfunktionen der mit Molybdän beschichteten Papierprobe in **Abbildung 3** dargestellt.

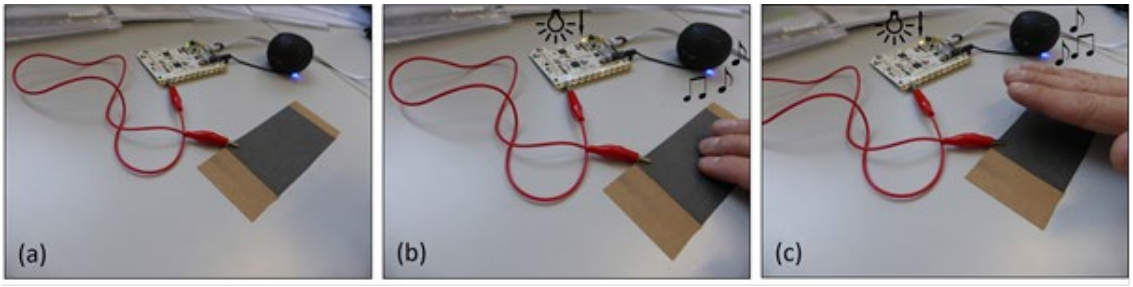

Abb. 3: Schaltkreis mit Microcontroller Board und Molybdän beschichtetem Papier (a) im Standby-Modus, (b) Bedienung über Touchfunktion und (c) über kapazitive Näherungsfunktion. Die Schaltfunktion wird durch Aufleuchten einer orangefarbenen LED-Lampe und durch ein akustisches Signal über den Lautsprecher angezeigt

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena

Prototyp einer elektrisch leitenden, holzbasierten Laminatplatte

In dieser Studie konnte ein Prototyp einer elektrisch leitenden Spanplatte durch Interlaminierung eines mit Molybdän beschichteten Papiers erfolgreich hergestellt werden (**Abbildung 4**). Die Verwendung von Epoxidharz als Klebstoff führte zu einem kompakten Laminataufbau mit guten Hafteigenschaften. Nach der Laminierung konnte keine signifikante Erhöhung der elektrischen Widerstandswerte der Molybdänschicht ermittelt werden. Der Einfluss des Verklebe- und Pressvorgangs auf die Leitfähigkeit war demnach vernachlässigbar, sollte aber in weiteren Experimenten an Proben im Technikumsmaßstab bestätigt werden. Die leitfähige Laminatplatte funktionierte sowohl in der Touch- als auch in der kapazitiven Näherungsfunktion zuverlässig.

Abb. 4: Prototyp einer Laminatplatte mit integrierter, elektrisch leitender Molybdänschicht, die auf einer Papierprobe mittels PVD-Verfahren hergestellt wurde

Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Studie wurde untersucht, ob PVD-Prozesse für die Abscheidung dünner Metallschichten auf Holz und Holzwerkstoffe geeignet sind, mit dem Ziel, derartige Leitfähigkeitsschichten in Möbelkomponenten integrieren zu können.

Mittels Magnetronsputtern konnten Molybdänschichten mit Dicken von etwa 300 nm erfolgreich auf die holzbasierten Substrate abgeschieden werden. Die Metallschichten wiesen eine gute Haftung auf allen Substraten, eine homogene Oberflächentopographie und hervorragende Leitfähigkeitseigenschaften auf. Ein Prototyp einer elektrisch leitenden Laminatplatte mit integrierter Molybdänschicht konnte erfolgreich realisiert werden.

Nachfolgende Studien werden die Entwicklung und Herstellung von leitfähigen Laminaten in Original- bzw. Komponentengröße durch eine entsprechende Anpassung des PVD-Prozesses beinhalten. Dafür werden unterschiedliche Laminataufbauten durch Interlaminierung einer Leitfähigkeitsschicht gemäß den Kundenanforderungen der Holz- und Möbelindustrie entwickelt und getestet.

Danksagung

Die Arbeiten dieser Studie wurden durch den Europäischen Fonds für regionale Entwicklung und Interreg V-A Italien-Österreich 2014-2020 sowie den Kärntner Wirtschaftsförderungs Fonds (KWF) im Rahmen des Projekts ITAT1010 – Innovation durch kombinierte Anwendungen von Plasmatechnologien (ICAP) finanziert.

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena

Literatur

[1] Bunshah, R.F.; Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*;* Elsevier; **1994**

[2] Mattox, D.M.; Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*;* Elsevier; **1998**

[3] Pulker, H.K.; Coatings on Glass*;* Elsevier; **1999**

[4] Strauss, G.N.; Pulker, H.K.; Thin Solid Films: *Plasma diagnostic of ion and plasma PVD processes*; **2003**, Volume 442, Issues 1-2, S. 66-73

[5] Strauss, G.N.; Schlichtherle, S.; Review Book Thin Solid Films: *Modern plasma and ion assisted PVD process technologies;* **2008**

ISBN 978-3-00-062102-4
Herausgeber: INNOVENT e.V. Prüssingstrasse 27B 07745 Jena