

DISSERTATION

**Hochenergieimpulsmagnetronspuffern von Isolationsschichten  
für Neuroimplantate**

*Jürgen Guljakow*

Erstgutachter

Prof. Dr.-Ing. Walter Lang

Zweitgutachter

Prof. Dr. rer. nat. Ludger Kempen

Erstprüfer

Prof. Dr.-Ing. Björn Lüssem

Zweitprüfer

Prof. Dr. rer. nat. Günter Bräuer

Datum der Verteidigung: 15.4.2024

8. August 2024



# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>xiv</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>xv</b>
<b>Zusammenfassung</b>	<b>xvi</b>
<b>Abstract</b>	<b>xvii</b>
<b>1 Grundlagen</b>	<b>1</b>
1.1 Aufbau des Gehirns . . . . .	1
1.2 Neuroimplantate von den Anfängen bis heute . . . . .	2
1.2.1 Geschichtlicher Ablauf . . . . .	2
1.2.2 Verschiedene Arten der künstlichen Sehkraft . . . . .	3
1.2.3 Verschiedene Bauarten von Neuroimplantaten . . . . .	3
1.3 Übersicht über Neuroimplantate. . . . .	4
1.3.1 Drahtelektroden . . . . .	5
1.3.2 Utah-Array . . . . .	6
1.3.3 Michigan-Array . . . . .	6
1.3.4 Neuere Entwicklungen . . . . .	7
1.3.5 Einschränkungen der bisherigen Designs . . . . .	8
1.4 Materialien für Neuroimplantate . . . . .	9
1.4.1 Kunststoffe . . . . .	9
1.4.2 Isolationsschichten . . . . .	11
1.4.3 Isolationsmaterialien . . . . .	12
1.5 Herstellungsverfahren . . . . .	13
1.5.1 Lithographie . . . . .	13
1.5.2 Plasmaunterstütztes Ätzen . . . . .	13
1.5.3 Spin-Coating . . . . .	13
1.6 Physikalische Gasphasenabscheidung . . . . .	14
1.6.1 Kathodenzerstäubung . . . . .	14

1.6.2	Reaktives Sputtern . . . . .	15
1.6.3	Sputterverfahren mit erhöhter Ionisierung . . . . .	16
1.6.4	High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS) . . . . .	16
1.6.5	Reaktives HIPIMS . . . . .	17
1.6.6	Bipolares HIPIMS . . . . .	18
1.7	Messverfahren . . . . .	19
1.7.1	Messmethoden der Lebensdauer von Neuroimplantaten . . . . .	19
1.7.2	Weibull-Statistik . . . . .	20
1.7.3	Optische Emissionsspektroskopie . . . . .	21
1.7.4	Vierpunktmessmethode . . . . .	23
1.7.5	Schichtdickenmessung . . . . .	24
1.7.6	Haftungsmessung . . . . .	24
1.7.7	Energiedispersive Röntgenspektroskopie . . . . .	25
1.7.8	Röntgendiffraktion . . . . .	25
<b>2</b>	<b>Vorversuche</b>	<b>27</b>
2.1	Messmethode für Langzeitversuche . . . . .	28
2.2	Auswertung . . . . .	30
2.2.1	Feststellung des Probenversagens . . . . .	30
2.2.2	Auswertung der Lebensdauern . . . . .	31
2.3	Design der Vergleichsproben . . . . .	32
2.4	Herstellung der Vergleichsproben . . . . .	33
2.5	Probenvorbereitung und Einbau . . . . .	34
2.6	Lebensdauern der Proben . . . . .	36
2.6.1	Lebensdauer bei 37 °C . . . . .	36
2.6.2	Lebensdauer bei 57 °C . . . . .	38
2.6.3	Gegenüberstellung der Ergebnisse bei 37 °C und 57 °C . . . . .	39
2.6.4	Übertragbarkeit der Ergebnisse der Lebensdauerversuche . . . . .	42
2.7	Schadensbild . . . . .	42
2.8	Vergleichsproben mit Sauerstoffplasmavorbehandlung . . . . .	44
2.8.1	Herstellung der Vergleichsproben mit Sauerstoffplasmabehandlung . . . . .	45
2.8.2	Lebensdauern . . . . .	46
2.8.3	Schadensbild . . . . .	47
2.8.4	Zusammenfassung . . . . .	48
2.9	Vergleichsproben aus Parylen-C und Parylen-AF4 . . . . .	49
2.10	Fazit . . . . .	49

<b>3</b>	<b>Herstellung der dünnen Schichten</b>	<b>51</b>
3.1	Gold . . . . .	52
3.2	Aluminiumoxid . . . . .	54
3.3	Titanoxid . . . . .	56
3.4	Tantaloxid . . . . .	57
3.5	Plasmaeigenschaften . . . . .	60
<b>4</b>	<b>Untersuchungen der Zwischenschichten</b>	<b>63</b>
4.1	Analyse der Schichten . . . . .	63
4.1.1	Aluminiumoxid . . . . .	64
4.1.2	Titanoxid . . . . .	65
4.1.3	Tantaloxid . . . . .	67
4.1.4	Zusammenfassung . . . . .	69
4.2	Elektrischer Widerstand . . . . .	70
4.3	Schichthaftung . . . . .	70
4.4	Pinholes in den Oxidschichten . . . . .	70
4.4.1	Dekorationsätzung mittels Jodlösung . . . . .	70
4.4.2	Elektrische Überprüfung auf Pinholes . . . . .	71
<b>5</b>	<b>Fertigung der Proben</b>	<b>73</b>
5.1	Ätzen der Schichten . . . . .	73
5.2	Komplette Fertigung der Strukturen . . . . .	74
5.3	Aufbau der Teststrukturen . . . . .	75
5.3.1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Zwischenschichten . . . . .	75
5.3.2	TiO <sub>2</sub> -Zwischenschichten . . . . .	76
5.3.3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> -Schichtpaket . . . . .	77
5.3.4	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Zwischenschichten . . . . .	77
5.4	Risse infolge der Fertigung . . . . .	78
<b>6</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>81</b>
6.1	Messverfahren . . . . .	81
6.2	Lebensdauer der Proben . . . . .	82
6.2.1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Zwischenschicht . . . . .	82
6.2.2	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Zwischenschicht . . . . .	86
6.2.3	TiO <sub>2</sub> -Zwischenschicht . . . . .	89
6.2.4	Titan- und Aluminiumoxidschichtpaket . . . . .	90
6.3	Ergebnisse . . . . .	91

<b>7 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>93</b>
7.1 Zusammenfassung . . . . .	93
7.2 Ausblick . . . . .	93
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>95</b>
<b>Veröffentlichungen</b>	<b>109</b>
<b>Anhang</b>	<b>111</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Gehirn einer Ratte betrachtet durch ein Mikroskop. . . . .	2
1.2	Diagramm mit Eingriff und Genauigkeit. Gezeigt werden die räumliche und die zeitliche Auflösung der verschiedenen Implantatarten. In dieser Arbeit werden die Neuroimplantate, im Bild grün unterlegt, behandelt. Man sieht klar und deutlich, dass verschiedene Bauarten unterschiedliche Ergebnisse liefern. Diagramm entnommen aus Ha et al. „Silicon-integrated high-density electrocortical interfaces“ ©2016 IEEE [34]. . . . .	4
1.3	Drahtelektroden mit elektrischem Anschluss. Bild mit freundlicher Genehmigung von Tucker-Davis-Technologies [22]. . . . .	5
1.4	Utah-Array. Bild mit freundlicher Erlaubnis von BlackRock Neurotech. [14] erhalten. . . . .	6
1.5	Michigan-Array. Bild veröffentlicht mit freundlicher Genehmigung von NeuroNexus [21] . . . . .	7
1.6	Chemischer Aufbau des Polyimids BPDA-PPD. . . . .	9
1.7	Chemischer Aufbau des PPX-C . . . . .	10
1.8	Das Materialdurchlässigkeitsdiagramm zeigt die Durchlässigkeiten für verschiedene Materialien. Die Durchlässigkeit ist am größten bei Silikonen und am kleinsten für Gläser und Metalle. Dazwischen befinden sich die Kunststoffe. Diagramm entnommen aus Traeger „Nonhermeticity of polymeric lid sealants“ ©1977 IEEE [77]. . . . .	11
1.9	Prinzip des Sputterns mit auf der Oberfläche auftreffenden Argonionen auf die Oberfläche und herausgeschlagenen Targetatomen. . . . .	14
1.10	Hysterese eines reaktiven Prozesses. Hier RF-PVD mit einem Aluminiumtarget. . . . .	15
1.11	Strom- und Spannungsverlauf eines Pulses. . . . .	17
1.12	Schematischer Strom- und Spannungsverlauf eines Pulses reaktiv und metallisch. . . . .	18
1.13	Strom- und Spannungsverlauf eines bipolaren Pulses . . . . .	19

1.14	Einfluss verschiedener Parameter auf den Kurvenverlauf. . . . .	21
1.15	Schematische Darstellung des Czerny-Turner-Aufbaus. . . . .	22
1.16	Schema der Anlage mit OES. . . . .	22
1.17	Spektrum eines laufenden Prozesses. . . . .	23
1.18	Schematischer Aufbau der Messung mit Spannungsquelle, Probe, Widerstand und Spannungsmessgerät. . . . .	24
1.19	Aussehen der Proben nach dem Gitterschnitttest. . . . .	25
2.1	Schematischer Aufbau der Messung mit Spannungsquelle, Probe, Widerstand und Spannungsmessgerät. . . . .	28
2.2	Aufbau mit allen Proben und ausgelesenen Daten. . . . .	29
2.3	Stark vereinfachte schematische Abbildung möglicher Fehlerursachen. Ein- dringen der Flüssigkeit über die Kontaktfläche und durch die isolierende Schicht. . . . . .	29
2.4	Zwei mögliche Varianten für Zwischenschichten. Im Fall 1 als Zwischenschicht innerhalb der Polyimidschicht und im Fall 2 als Verkapselung der Goldleiter- bahnen. . . . .	30
2.5	Zeitlicher Verlauf bei Spannungsanstieg. . . . .	31
2.6	Fertige Proben. . . . .	32
2.7	Herstellung der Proben. Schematische Abbildung. . . . .	33
2.8	Kontaktierte Probe. Klar zu erkennen sind die elektrischen Kontakte, die mit Epoxidharz umgeben sind, um eine Loslösung zu vermeiden. . . . .	35
2.9	Ansicht des Deckels von innen mit der eingebrachten Probe. . . . .	35
2.10	Behälter mit eingebrachter Probe von außen. . . . .	35
2.11	Lebensdauern der Proben über die Zeit bei 37 °C. . . . .	37
2.12	Weibull-Plot mit Parametern und Konfidenzintervallen bei 37 °C. . . . .	37
2.13	Lebensdauern der Proben über Zeit bei 57 °C. . . . .	38
2.14	Weibull-Plot mit Parametern und Konfidenzintervallen, bei 57 °C. . . . .	39
2.15	Gegenüberstellung beider Lebensdauern. . . . .	41
2.16	Gegenüberstellung mit vierfach verlängerter Lebensdauer der Proben bei 57 °C zu Probenlebensdauern bei 37 °C. . . . .	41
2.17	Probe mit typischem Schadensbild. . . . .	42
2.18	Typischer zeitlicher Verlauf bei einem Probenversagen. . . . .	43
2.19	Probe mit Schaden durch ein Pinhole. . . . .	43
2.20	Spannungsverlauf infolge des Schadens durch ein Pinhole. . . . .	44



2.21 FIB-Schnitt durch Probe mit Plasmabehandlung mit 40 W über 3 Minuten. Die grüne Linie wurde hinzugefügt, um den Verlauf der unteren PI-Lage zu veranschaulichen. . . . .	46
2.22 Lebensdauern der Proben über die Zeit mit Sauerstoffplasmavorbehandlung. Gegenüberstellung zu Vergleichsproben. Beide Versuche erfolgten bei 57 °C. .	47
2.23 Probe mit Sauerstoffplasmavorbehandlung, bei der es zum Probenversagen kam. Der aufgetretene Schaden ist vergleichbar mit den Schäden bei den Pro- ben ohne Vorbehandlung. . . . .	48
3.1 Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Gold. Sowohl Haupt- puls als auch Kickpuls sind abgebildet. . . . .	52
3.2 Spektrum bei der Abscheidung. Sowohl Au I als auch Ar I Peaks sind deutlich zu sehen. Das Spektrum umfasst den Wellenlängenbereich von 395 nm bis 1100 nm. . . . .	53
3.3 Gold-Argon-Plasma beim Abscheidungsprozess. . . . .	53
3.4 Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Aluminiumoxid. Der Kickpuls ist nicht abgebildet. . . . .	54
3.5 Spektrum bei der Abscheidung von Aluminiumoxid. Sowohl Al I als auch Al II sowie Ar I und Ar II Peaks sind deutlich zu erkennen. . . . .	55
3.6 Stromverlauf bei der Abscheidung von Titanoxid ist zu sehen. . . . .	56
3.7 Spektrum der Abscheidung von Titanoxid ist zu sehen. Deutlich zu sehen sind die Ar I und Ar II Peaks sowie die Ti I und die Ti II Peaks. . . . .	57
3.8 Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Tantaloxidschichten. Hier ist nur der Hauptpuls zu sehen. . . . .	58
3.9 Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Tantaloxidschichten. Hier sind sowohl der Hauptpuls, als auch der Kickpuls abgebildet, der 75 µs nach dem Ende des Hauptpulses einsetzt. . . . .	58
3.10 Spektrum bei der Abscheidung von Tantaloxid. Hier ist der Bereich von 390 bis 1100 nm abgebildet. Es fallen die zahlreichen Ta I und die Ar II Peaks auf. Ebenso fallen drei O I Peaks auf. . . . .	59
3.11 Spektrum bei der Abscheidung von Tantaloxid. Hier ist der Bereich von 200 bis 1100 nm abgebildet. Es fallen die zahlreichen Ta I , Ta II und Ar II Peaks zwischen 200 nm und 400 nm auf. Ebenso fällt auf, dass der Ar I Peak deutlich höher ist. Letzteres ergibt sich aus der anderen Messposition. . . . .	60
4.1 Oberfläche der entstandenen Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	64
4.2 Schnitt durch die Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	65
4.3 Zusammensetzung der Aluminiumoxidschicht . . . . .	65

4.4	Struktur der Aluminiumoxidschicht. Es sind eine AlO-Schicht als auch das Substrat erkennbar. . . . .	65
4.5	Oberfläche der TiO <sub>2</sub> -Schicht. Einzelne Kristalle sind deutlich erkennbar. . . .	66
4.6	Schnitt durch die Titanoxidschicht. Die Titanoxidschicht ist die obere Schicht.	66
4.7	EDX-Messung der TiO <sub>2</sub> -Schicht. Mit deutlich erkennbaren Ti- und O-Peaks.	67
4.8	XRD-Messung der Titanoxidschicht. . . . .	67
4.9	Oberfläche der Schicht. Keine Bildung von Wölbungen. Keine Zwischenräume erkennbar. . . . .	68
4.10	Schicht mittels FIB durchgeschnitten. Schicht wirkt dicht und frei von Hohlräumen. . . . .	68
4.11	EDX-Aufnahme der Tantaloxidschicht. O und Ta-Peak sind gut zu erkennen. Gleichzeitig besteht eine Überlappung des Ta-Peaks mit dem Si-Peak. . . . .	69
4.12	XRD-Aufnahme der Tantaloxidschicht. Lediglich ein Si <sub>3</sub> Ta <sub>5</sub> -Peak ist zu erkennen. . . . .	69
4.13	Probe mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	71
4.14	Probe mit TiO <sub>2</sub> -Schicht . . . . .	71
4.15	Probe mit Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Schicht . . . . .	71
5.1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht nach RIE-Ätzvorgang . . . . .	74
5.2	TiO <sub>2</sub> -Schicht nach RIE-Ätzvorgang . . . . .	74
5.3	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Schicht nach RIE-Ätzvorgang . . . . .	74
5.4	Schematische Darstellung der Schritte bei der Probenherstellung. . . . .	75
5.5	Teststruktur mit 50 nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	76
5.6	Teststruktur mit 100 nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	76
5.7	Teststruktur mit 50 nm TiO <sub>2</sub> -Schicht . . . . .	76
5.8	Teststruktur mit 100 nm TiO <sub>2</sub> -Schicht . . . . .	76
5.9	Innerer Aufbau einer Probe mit einem Schichtpaket. Beide Schichten sind klar erkenn- und unterscheidbar. Die Aluminiumoxidschicht ist im Bild heller. . .	77
5.10	Teststruktur mit 50 nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Schicht . . . . .	78
5.11	Teststruktur mit 100 nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Schicht . . . . .	78
5.12	REM-Aufnahme von aufgetretenen Rissen nach der Probenherstellung. Die Risse sind farblich und mit Pfeil markiert. . . . .	79
5.13	Mikroskopaufnahme der aufgetretenen Risse nach erfolgter Herstellung. Die Risse sind mit Pfeilen markiert. . . . .	79
6.1	Messaufbau in Draufsicht. In den Kristallisierschalen befinden sich die Proben. Neben der Verkabelung sind auch die Arduinos zu sehen, die für die Messung genutzt wurden. . . . .	82

6.2	Probenversagen über die Zeit bei Proben mit 50 nm dicker Aluminiumoxidschicht, aufgeschlüsselt über den Ausgangszustand. . . . .	83
6.3	Probe mit jeweils 50 nm dicker Aluminiumoxidschicht nach Versagen. Komplette Auflösung der Leiterbahnen. . . . .	84
6.4	Versagen über die Zeit bei Proben mit jeweils 100 nm dicken Aluminiumoxidschichten. . . . .	84
6.5	Probe nach Versagen. Komplette Auflösung der Leiterbahnen einer Probe mit jeweils einer 100 nm dicken Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Zwischenschicht. . . . .	85
6.6	Laufzeiten der Proben mit jeweils 50 nm dicker Tantaloxidschicht. . . . .	87
6.7	Probe mit jeweils 50 nm dicken Tantaloxidschichten nach Versagen. Auflösung der Leiterbahnen und Delamination sind deutlich sichtbar. . . . .	87
6.8	Laufzeiten der Proben mit jeweils 100 nm dicken Tantaloxidschichten. . . . .	88
6.9	Aufnahme einer Probe mit 100 nm dicken Tantaloxidschichten nach Versagen. Die Leiterbahnen sind aufgelöst. . . . .	88
6.10	Laufzeiten der Proben. Trotz unterschiedlicher Ausgangszustände, die farblich gekennzeichnet sind, sind die Lebensdauern ähnlich. . . . .	89
6.11	Probe mit jeweils 50 nm dicker Titanoxidschicht nach Versagen. Deutliche Auflösung der Leiterbahnen. . . . .	90
6.12	Laufzeiten der Proben mit dem Aluminiumoxid- Titanoxidschichtpaket als Zwischenschicht. . . . .	91
6.13	Probe mit stellenweisem Versagen und Eindringen der Flüssigkeit in der Mitte des ID-Bereiches, hier mit Schichtpaket aus Aluminium- und Titanoxid. . . . .	92



# Tabellenverzeichnis

2.1	Übersicht über die Proben . . . . .	27
2.2	Statistische Daten. Dauer jeweils in Tagen. . . . .	39
2.3	Weibull-Parameter für beide Temperaturen. Die zugehörige Dauer des jeweiligen Skalenfaktors in Tagen. . . . .	40
3.1	Messreihen bei den jeweiligen Beschichtungen. . . . .	52
3.2	Au I, Ar I und Ar II Peaks . . . . .	54
3.3	Al I, Al II, Ar II und Ar I Peaks . . . . .	55
3.4	Ti I, Ti II, Ar I und Ar II Peaks . . . . .	57
3.5	Ta I, Ar I und Ar II Peaks. Die Ta I Linie ist jedoch mit Unsicherheiten verbunden. . . . .	60
4.1	Untersuchungen der Schichten aus den jeweiligen Materialien. . . . .	63
5.1	Listen der RIE-geätzten Schichten und Querschnitte der hergestellten Proben. . . . .	73
6.1	Lebensdauerprüfungen der Proben mit den Zwischenschichten aus den jeweiligen Materialien . . . . .	81
7.1	Lebensdauern der Teststruktur Vergleichsproben bei 37 °C . . . . .	111
7.2	Lebensdauern der Teststruktur nach O <sub>2</sub> -Plasmabehandlung 50 W, 1 min . . . . .	111
7.3	Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht. Aufgeteilt nach Zustand bei Versuchsbeginn. . . . .	111
7.4	Lebensdauern der Teststrukturen mit 100 nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schicht . . . . .	111
7.5	Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm TiO <sub>2</sub> -Schicht . . . . .	112
7.6	Lebensdauern der Teststrukturen mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> -Schichtpaket . . . . .	112
7.7	Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm und 100 nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -Schichten . . . . .	112

## Danksagung

Die vorliegende Dissertation wurde im Zeitraum vom April 2019 bis Dezember 2023 am Institut für Mikrosensoren, -aktoren und -systeme an der Universität Bremen angefertigt.

An erster Stelle möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Lang bedanken, für die Möglichkeit diese Arbeit anzufertigen und die Betreuung der Arbeit.

Mein Dank gilt auch meinen Kollegen, denn ohne ihre Hilfe wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Insbesondere Andreas Schander, Melanie Kirsch, Eva-Maria Meyer, Ismael Baser, Ibrahim Ersöz, André Bödecker, Ingrid Michels, Lisa Reichel und Sander van den Driesche möchte ich hier nennen.

Großen Dank an Dr. Ralf Bandorf, Dr. Stephan Ulrich, Andre Kaiser, Sebastian Jung und Chris Britze vom Fraunhofer IST in Braunschweig, denn ohne die dort gemachten Erfahrungen hätte diese Arbeit nicht geschrieben werden können.

Auch ein Dankeschön an meine studentischen Hilfskräfte Léa Maurice, Maximilian Jacob Lehner, Johanna Inger und Arne Vogelsang, ohne die diese Arbeit in diesem Umfang nicht möglich gewesen wäre.

Ohne den unermüdlichen Einsatz von Dominic Fulgoni, Björn Münzing, Nick Franzer und John Naylor beim Beantworten der zahlreichen Fragen die während der Arbeit aufkamen sind, wäre diese Arbeit auch nicht möglich gewesen.

Mein Dank gilt auch Lars Robben, für die XRD-Aufnahmen, sowie Kai Burdorf und Markus Huntemann für die zahlreichen Unterhaltungen.

Mein ausdrücklicher Dank gilt ebenfalls den zahlreichen Freundschaften, die ich dank der KHG schließen konnte, und die meine Zeit bereichert haben.

Und ein besonderer Dank gebührt meinen Eltern und meinem Bruder, die mich immer unterstützt haben.

## Abkürzungsverzeichnis

ALD	Atomic Layer Deposition (Atomlagenabscheidung)
DBS	Deep Brain Stimulation (Tiefenhirnstimulation)
ECoG	Electrocorticography (Elektrokortikografie)
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (Energiedispersive Röntgenspektroskopie)
FIB	Focused Ion Beam
HIPIMS	High Power Impulse Magnetron Sputtering
ID	Interdigital
OES	Optical Emission Spectroscopy (Optische Emissionsspektroskopie)
PEG	Polyethylenglycol
PI	Polyimide
PPX-AF4	Poly( $\alpha, \alpha', \alpha', \alpha'$ -tetrafluoro-p-xylylene) oder Parylen-AF4
PPX-C	Poly(monochloro-para-xylylene) oder Parylene-C
PVD	Physical Vapour Deposition
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIE	Reactive Ion Etching (Reaktives Ionenätzen)
XRD	X-Ray Diffraction (Röntgendiffraktometrie)

## Zusammenfassung

Das Ziel der Arbeit war es zu überprüfen, wie langlebig Teststrukturen für Neuroimplantate die mit aktuellen Fertigungsverfahren hergestellt werden sind und wie weit die Lebensdauer mithilfe von Zwischenschichten, die mittels HIPIMS-Verfahren erzeugt wurden, verlängert werden kann.

In dieser Arbeit wurden Versuche zur Lebensdauersteigerung von Neuroimplantaten durchgeführt. Im ersten Teil der Arbeit werden Vergleichsmessungen mit Referenzstrukturen beschrieben. Diese wurden entsprechend vermessen und analysiert - hinsichtlich der Schadensfälle und der Verteilung der Lebensdauern. Es hat sich gezeigt, dass die Lebensdauer von Proben ohne Zwischenschichten gut mittels der Weibull-Verteilung beschreibbar ist und dass die Annahme, dass die Lebensdauer um den Faktor zwei mit einer Steigerung der Temperatur um 10 °C sinkt, so nicht anwendbar ist.

Im zweiten Teil wurden Vorversuche für die Abscheidung dünner Schichten durchgeführt. Dazu gehören die Abscheidung von Oxiden sowie die Untersuchung der Schichteignung. Letztere umfasst die Schichthaftung, Verwendbarkeit als elektrische Isolierung sowie Undurchlässigkeit für Flüssigkeiten. Relevant waren auch das Vorhandensein von Pinholes, Zusammensetzung und Struktur. Und zuletzt wurden Proben hergestellt, die das Verhalten von Neuroimplantaten simulieren sollen. Diese Proben waren mit Zwischenschichten versehen. Als Zwischenschichten wurden Aluminiumoxid, Titanoxid, Tantaloxid und ein Schichtpaket aus Aluminium- und Titanoxid verwendet. Die Nutzung von Titanoxid und Tantaloxid hat zu sehr kurzen Lebensdauern geführt, möglicherweise, weil diese Schichten sich als wasserführend erwiesen haben. Die Aluminiumoxidschichten haben sich als brauchbare Zwischenschichten erwiesen.



## Abstract

The aim of this work was to evaluate the longevity of test samples of neural samples, produced with similar techniques to modern neural implants and to evaluate to which extent the longevity can be improved with additional layers produced by HIPIMS-processes.

In this work trials were undertaken to prolong the lifetime of neuroimplants. In the first part, reference structures were used to establish a comparison. The reasons for sample failure and the distribution over time were analysed. The use of the Weibull distribution for measurements over lifetime proved useful. The assumption that lifetime shortens by a factor of 2 for an increase in temperature of 10 °C proved not to be applicable.

In the second part in a first step the thin films were deposited. The oxides were tested to which extent they are usable for the intended purpose, as barrier layers in neural implants. The trials encompassed the adhesion, electric insulation, imperviousness to liquids, presence of pinholes, composition and structure. At the end samples were produced that simulated the behaviour of neural implants. These samples were fabricated with the barrier layers, made from alumina, titania, tantaloxide and alternating layers of alumina and titania. The use of titania and tantaloxide lead to short lifetimes. Probably these layers proved conducting for the surrounding liquid. The alumina layers proved to be suitable barrier layers.



# Kapitel 1

## Grundlagen

Die Beobachtung von Vorgängen im Gehirn wird ermöglicht durch verschiedene Verfahren, die sich durch ihre Eingriffstiefe unterscheiden. Während für die einen lediglich ein elektrischer Kontakt zur Kopfoberfläche ausreicht, werden andere ins Gehirn eingesetzt.

Mit dem Aufkommen von Sonden, die Signale aus dem Gehirn auslesen, ergab sich auch die Möglichkeit, Signale ins Gehirn einzubringen. Dazu muss eine Sonde in den jeweiligen Teil des Gehirns eingebracht werden, der bestimmte Funktionen des Körpers übernimmt. So können bereits einige Krankheiten mit Stimulation in tiefen Bereichen des Gehirns erfolgreich behandelt werden. Andere Gebrechen, wie das Locked-in-Syndrom und Blindheit, erfordern das Einsetzen der Implantate in den jeweiligen Bereichen. Besonders für Letztere ist es notwendig, dass Signale ins Gehirn eingebracht werden. Für eine erfolgreiche Behandlung sind hinreichend lange Nutzungsdauern der Implantate unabdingbar, jedoch ist die Lebensdauer der bisherigen Implantate sehr begrenzt. Zudem zeichnen sich die bisher eingesetzten Implantate durch den Gebrauch von Silizium aus, dessen mechanische Eigenschaften sich deutlich von denen der Gehirnmasse unterscheiden. Der Ansatz, um letzteres Problem zu lösen, besteht in der Nutzung von deutlich weicheren Materialien als dem Silizium.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, zu zeigen, dass es möglich ist, die Lebensdauer von Neuroimplantaten mithilfe von Zwischenschichten deutlich zu verlängern und damit die chronische Nutzung von Neuroimplantaten zu ermöglichen.

### 1.1 Aufbau des Gehirns

Das Gehirn unterteilt sich in zwei Bereiche, das Endhirn und das Kleinhirn. Das Kleinhirn ist relevant für die Koordination der Motorik. Das Endhirn hat den größten Anteil an der Hirnmasse. Es unterteilt sich in zwei Hemisphären, die sich in jeweils sechs Hirnlappen unterteilen, welche jeweils eine Funktion erfüllen. Dazu gehören das Sehen, das Hören, der Geschmack, das explizite Gedächtnis und einige weitere. Für den Sehsinn relevant ist der

Lobus occipitalis, der sich hinten im Gehirn befindet. Jeweils eine Sehrinde verarbeitet ein Gesichtsfeld, bzw. die Informationen aus der jeweiligen Netzhauthälfte beider Augen. Tief im Inneren liegt der Thalamus, der einen Teil der Sehbahn enthält [1].

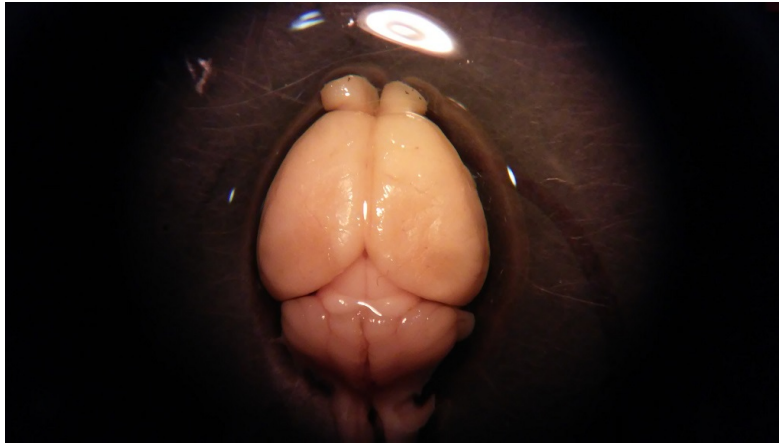


Abbildung 1.1: Gehirn einer Ratte betrachtet durch ein Mikroskop.

Abbildung 1.1 zeigt ein Gehirn einer Ratte nach Entnahme. Die Aufteilung hat Ähnlichkeiten zum Aufbau des menschlichen Gehirns. Die Gliederung in einzelne Bereiche ist gut zu erkennen. Oben hervorstehend sind die Bereiche, die für die Geruchswahrnehmung zuständig sind, darunter die Hemisphären mit den Bereichen, die die jeweiligen Wahrnehmungen verarbeiten. Am seitlichen und unteren Rand befinden sich die Bereiche für die Hörwahrnehmung und den Sehsinn. Darunter ist das Cerebellum, das Kleinhirn, zu erkennen [2] [3, S.14]. Ratten werden für die Erprobung von Neuroimplantaten verwendet [4, 5].

## 1.2 Neuroimplantate von den Anfängen bis heute

Im Folgenden wird erst der geschichtliche Ablauf der Entwicklung von Neuroimplantaten vorgestellt, gefolgt von Ansätzen, die Sehkraft wiederzugeben. Entlang der Sehbahn gibt es mehrere Stellen, an denen Implantate eingesetzt werden können, um eine sehr einfache Sehfähigkeit wiederzugeben. Diese sind die Retina, bei der in verschiedenen Bereichen Implantate eingesetzt werden können, der Thalamus, durch den die Sehbahn zum Gehirn führt, und zum Ende der Lobus occipitalis, wo die Verarbeitung des Seheindrucks stattfindet. Zum Schluss folgt eine Beschreibung der verschiedenen Arten von Implantaten und Systemen zur Messung von Vorgängen im Gehirn.

### 1.2.1 Geschichtlicher Ablauf

Die Geschichte beginnt im Jahr 1755 mit einem Versuch von LeRoy [6] an einem Blinden, an dem Elektroden befestigt wurden. Es wurde Spannung angelegt, was dazu führte, dass er ein Aufleuchten sah [7]. Der nächste Versuch erfolgte an einem Kriegsversehrten des

Ersten Weltkriegs, im Jahr 1929, als Dr. Förster Strom an den hinteren, offenen Teil des Gehirns anlegte und der Patient Leuchterscheinungen sah [8]. Ein weiterer Versuch erfolgte war im Jahr 1957, als ein Arzt Elektroden ins Gehirn einer Patientin einsetzte und damit Leuchterscheinungen hervorrief [9, 10]. In den folgenden Jahrzehnten gab es weitere Versuche Neuroimplantate herzustellen und anzuwenden [11]. Erwähnenswert sind auch die Versuche von Dobbelle, die in den 1970er- Jahren durchgeführt wurden, mit dem Ziel, Menschen eine begrenzte Sehfähigkeit wiederzugeben [12]. Nachdem es erste Versuche mit Drahtelektroden gegeben hatte [13], folgten zum Ende des 20. Jahrhunderts Si-basierte Elektroden. Letztere waren das Utah-Array [14, 15] und das Michigan-Array [16], welche Verbreitung gefunden haben. Eine der Anwendungen, die in jüngster Zeit für Furore gesorgt haben, war die Nutzung des Utah-Arrays, um Kommunikation zu ermöglichen, indem der Patient sich vorstellt, wie er Buchstaben schreibe und das Implantat die Signale in Buchstaben umsetzt [17]. Ebenso gab es erfolgreiche Versuche die Sehfähigkeit zu untersuchen [18, 19]. Der Bedarf an Neuroimplantaten ist mittlerweile so weit fortgeschritten, dass es nun eine Reihe industrieller Anbieter von Neuroimplantaten gibt, die es ermöglichen, sowohl tief im Gehirn anzusetzen, Tiefenhirnstimulation, engl. Deep Brain Stimulation (DBS) [20, 21], als auch auf der Gehirnoberfläche im Fall der Elektrokortikografie, auf Englisch Electrocorticography (ECoG) und intrakortikalen Neuroimplantate [14, 21, 22, 23, 24].

### 1.2.2 Verschiedene Arten der künstlichen Sehkraft

Es gibt mehrere Stellen, an denen angesetzt werden kann, um die Sehfähigkeit wiederzuerlangen. Die verschiedenen Implantate teilen sich in vier verschiedene Typen auf. Das wären epiretinale, subretinale, suprachoroidale und transsklerale Implantate. Ein epiretinale Implantat, das auch mediale Aufmerksamkeit erhielt, ist das Argus 2, welches auf der Retina befestigt wird und Informationen und Energie von einer außenliegenden Spule empfängt. Es ermöglicht eine einfache Orientierung in der Umwelt und besteht aus einer rechteckigen Anordnung von Elektroden, die elektrische Signale auf die Retina geben. Andere Ansätze, bei denen Implantate ins Auge eingesetzt werden, verfolgen ein ähnliches Prinzip. Eine Übersicht bietet [25]. Ein weiterer Ansatz, um die Sehfähigkeit wiederzugeben, wären Implantate im Thalamus [26, 27]. Dieser Ansatz wurde jedoch kaum verfolgt. Und zuletzt können Elektroden am Sehzentrum angebracht werden, um Leuchterscheinungen zu erzeugen [11, 12, 28].

### 1.2.3 Verschiedene Bauarten von Neuroimplantaten

Die Möglichkeiten zum Auslesen von Gehirnströmen und zum Einbringen von Signalen ins Gehirn sind vielfältig und unterscheiden sich hinsichtlich Genauigkeit und operativen Eingriffs. Der Ansatz mit der geringsten Genauigkeit ist die Nutzung der Elektroenzephalo-

graphie (EEG). Hierbei wird eine Kappe mit Elektroden auf den Kopf aufgesetzt und es werden die Gehirnströme gemessen. Damit ist es möglich, Vorgänge im ganzen Gehirn zu messen. Genauer sind Electrocorticography-Implantate (ECoGs), die flächig auf dem Gehirn aufliegen. Hierbei lesen die Elektroden die Ströme mehrerer Synapsen aus. Der Ansatz besteht schon seit den 70er- Jahren [29]. Ein noch weitergehender Eingriff ins Gehirn ist mit intrakortikalen Implantaten verbunden, welche die Signale einzelner Synapsen auslesen können. In dieser Arbeit liegt der Fokus auf intrakortikalen Implantaten, im Bild 1.2 als Penetrating Microelectrodes gekennzeichnet. Ein weiterer Typ Implantate sind Implantate zur Tiefenhirnstimulation, wie sie beispielsweise zur Behandlung von Depressionen Verwendung finden können [30]. Eine weitere Entwicklung sind Implantate, die es ermöglichen, ein einzelnes Neuron auszulesen, wie sie von Kennedy hergestellt und verwendet wurden. Es ist ein älteres Design, das für die Kommunikation mit Locked-in-Patienten [31, 32] verwendet wurde. Zuletzt wurde dieses Implantat jedoch nicht weiterverwendet und der Erfinder hat es sich einsetzen lassen [33].

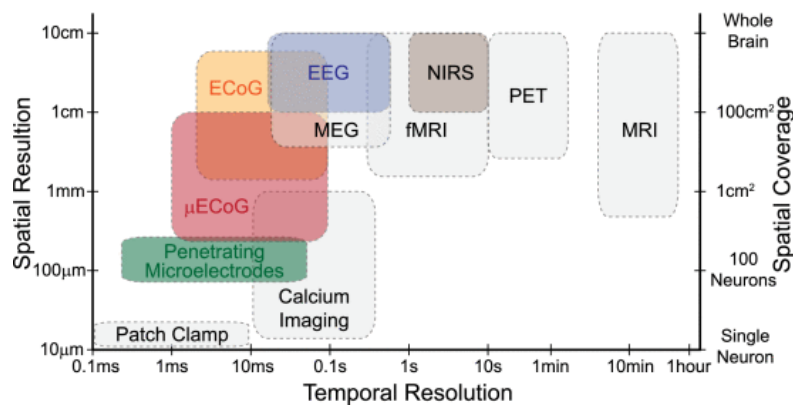


Abbildung 1.2: Diagramm mit Eingriff und Genauigkeit. Gezeigt werden die räumliche und die zeitliche Auflösung der verschiedenen Implantatarten. In dieser Arbeit werden die Neuroimplantate, im Bild grün unterlegt, behandelt. Man sieht klar und deutlich, dass verschiedene Bauarten unterschiedliche Ergebnisse liefern. Diagramm entnommen aus Ha et al. „Silicon-integrated high-density electrocortical interfaces“ ©2016 IEEE [34].

Diagramm 1.2 zeigt eine Übersicht über Eingriffstiefe und Genauigkeit der Messungen. Man sieht, dass vom EEG zum intrakortikalen Implantat die Auflösung steigt.

### 1.3 Übersicht über Neuroimplantate.

Im Folgenden ist eine Übersicht über Bauarten intrakortikaler Neuroimplantate zu sehen. Es werden die gängigen Designs, die auch industriell verfügbar sind, vorgestellt. Dazu gehören Drahtelektroden, Utah- und Michigan-Arrays. Eine Gemeinsamkeit dieser Designs ist die Verwendung von Materialien, die wesentlich steifer sind als die Gehirnmasse. Daher werden zum Ende dieses Abschnitts neuere Designs vorgestellt, die beispielsweise Materialien mit

niedrigerem E-Modul verwenden, als es Silizium hat. Ebenso sieht man die Tendenz zu einer höheren Anzahl an Elektroden.

### 1.3.1 Drahtelektroden

Eines der älteren Designs für Neuroimplantate verwendet Drahtelektroden. So werden beispielsweise in [13] im Jahr 1976 Implantate bestehend aus zwei Iridium-Elektroden verwendet. Die Elektroden sind mit dünnen Drähten mit Parylen-C-Isolation mit der Elektronik verbunden, die die Signale ausliest [13]. Während bei diesem Design nur zwei Elektroden verwendet wurden, nutzen neuere Designs Implantate mit einer deutlich größeren Anzahl an Nadeln [35, 36]. Aktuell sind Implantate, die Drahtelektroden verwenden, industriell von dem Hersteller TDT Tucker-Davis Technologies erhältlich [22]. Bei den heutigen Elektroden verwendet man dünne Wolframdrähte, die mit einer dünnen Polyimidschicht isoliert sind [22, 35].



Abbildung 1.3: Drahtelektroden mit elektrischem Anschluss. Bild mit freundlicher Genehmigung von Tucker-Davis-Technologies [22].

In Abbildung 1.3 ist ein industriell hergestelltes Beispiel des Herstellers TDT zu sehen. Deutlich erkennbar sind die parallel verlaufenden Elektroden im oberen Bereich sowie die elektrischen Verbindungen zur Ausleselektronik.

### 1.3.2 Utah-Array

Das Utah-Array ist ein dreidimensionales Implantat, das Anfang der 90er- Jahre zum ersten Mal hergestellt wurde. Dabei wurde das Implantat durch Ätzung auf einem Wafer erzeugt. Die Grundstruktur besteht aus Silizium, das zur Isolierung mit Kunststoff umgeben ist. Der Kunststoff wird über die ganze Oberfläche aufgetragen und in einem zweiten Schritt werden die Spitzen mittels eines RIE-Verfahrens abisoliert. Das Verfahren wird im Detail in [15, 36] beschrieben. Der zur Isolierung verwendete Kunststoff war bei früheren Modellen Polyimid und zuletzt wurde Parylen-C verwendet [37]. Vom Utah-Array gibt es zwei Designs. Das eine Design verwendet gleich lange Nadeln, während das andere Design, genannt Slanted Array, unterschiedlich lange Nadeln verwendet. Hier bilden die Nadelspitzen eine geneigte Ebene. Eine Anwendung des Slanted Arrays ist in Nervenbahnen [36, 38].

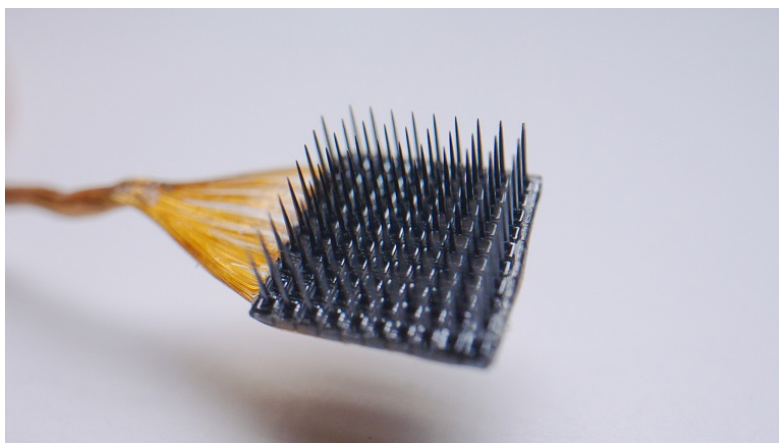


Abbildung 1.4: Utah-Array. Bild mit freundlicher Erlaubnis von BlackRock Neurotech. [14] erhalten.

In Abbildung 1.4 ist ein Utah-Array zu sehen. Es findet zahlreiche Anwendungen, wie beim jüngst medial weitreichenden Beitrag, bei dem die Schreibfähigkeit über ein Utah-Implantat wiedererlangt wurde [17, 39]. Die Möglichkeit, einen Roboterarm durch gelähmte Patienten zu bedienen, wurde in [40] demonstriert. Eine Aufzählung von Anwendungen des Utah-Arrays ist in [38] zu finden. Ein weiteres Beispiel, das auch medial gut aufbereitet wurde, ist der Versuch von Prof. Warwick, bei dem er sich ein Slanted Utah-Array eingesetzt hat und es via Internet mit seiner Frau verbunden hat [41]. Das Utah-Array wird vertrieben von BlackRockMicroSystems [14].

### 1.3.3 Michigan-Array

Die Michigan-Elektroden finden Anwendung in den Neurowissenschaften und gehen zurück auf die Arbeit von Wise, Angell und Starr [16]. Die Entwicklung wird in [42] beschrieben. Das Michigan-Array zeichnet sich aus durch eine oder mehrere Nadeln, bei denen eine ebene Oberfläche mit Elektroden besetzt ist. Die Elektroden sind verbunden mit Pads, an die



die Ausleselektronik angeschlossen wird. Während die Nadeln aus Silizium bestehen, wird für die Leiterbahnen Tantal verwendet, und Iridium dient für die Kontaktelektroden zum Gehirn. Die Isolierung erfolgt mittels Siliziumnitrids und -oxide. Durch die Nutzung von Photolithographie können die Elektroden an die jeweiligen Bedürfnisse angepasst werden. Die Fertigung ist im Detail in [43, 44] beschrieben.

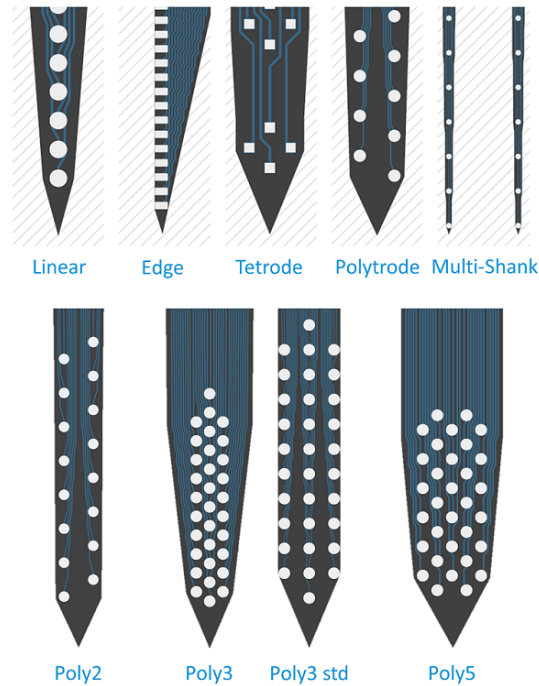


Abbildung 1.5: Michigan-Array. Bild veröffentlicht mit freundlicher Genehmigung von NeuroNexus [21]

In Abbildung 1.5 sind Elektroden der Bauart eines Michigan-Arrays zu sehen. Industrieller Anbieter ist das Unternehmen NeuroNexus, welches eine Reihe verschiedener Designs anbietet [21].

### 1.3.4 Neuere Entwicklungen

Neben diesen drei Proben gibt es zahlreiche andere Designs für intrakortikale Implantate. DBS und ECogs sowie  $\mu$ ECogS werden hier außen vor gelassen. Ein Designansatz, bei dem die Anzahl der Elektroden deutlich vergrößert wurde, ist das Neuropixel-Implantat. Hierbei ist die ganze Oberfläche bedeckt mit Elektroden [45]. Bei diesem Implantat wurde eine Anzahl von 960 Elektroden erreicht. Ein noch umfangreicherer Ansatz ist das Argo-Implantat, welches über 65536 Elektroden verfügt [46]. Insgesamt ist die Tendenz zu erkennen, dass sich die Elektrodenanzahl alle etwa 6,3 Jahre verdoppelt [47]. Aufgeschlüsselt nach Bauart der Implantate ist diese Tendenz aufgeführt in [48]. Weitere Ansätze, die es ermöglichen, die Implantate an die Anforderungen anzupassen, greifen zurück auf die Möglichkeiten des

3D-Druckes [49]. Hierbei wird das „weiche“ polymerbasierte Implantat mittels 3D-Druckes erzeugt. Ein weiterer Ansatz, der auch mittels 3D-Druckes erzeugt wird, ist das sogenannte CMU-Array, das senkrecht aus einer Ebene hervorstehende Nadeln verwendet, ähnlich dem Utah-Array [50]. Ein weiteres dem Utah-Array ähnliches Design ist in [51] vorgestellt worden. Hierbei besteht das Implantat aus Aluminium. Dieser Ansatz erlaubt es, andere Herstellungsmethoden zu verwenden als jene, die für die Bearbeitung von Silizium genutzt werden. Neben diesen Ansätzen gibt es auch Bestrebungen, einen Aufbau zu erreichen, der sich möglichst gut in das Gehirn einfügt, indem sich das Material möglichst gut an die Gehirnmasse anpasst [52]. Dies wird erreicht durch einen möglichst feingliedrigen Aufbau, bezeichnet als Mesh-Elektroden. Ein aktueller Ansatz, bei dem die Leiterbahnen gänzlich aus Polyimid hergestellt wurden, der 3072 Elektroden aufweist und mit der Ausleseelektronik integriert ist, ist das Implantat von Musk [53]. Neben der Nutzung von Polymeren wurden auch Diamantelektroden verwendet [54, 55]. Die Möglichkeit, Signale mittels Polyimid (PI) basierter Implantate einzubringen, wurde demonstriert in [56].

### 1.3.5 Einschränkungen der bisherigen Designs

Die Nutzung der bisherigen Designs, der Utah- und Michigan-Arrays, hat zu Wechselwirkungen zwischen Implantaten und Gehirnmasse geführt, die sich nachteilig sowohl auf die Funktion des Implantats als auch auf die umgebende Gehirnmasse ausgewirkt haben. Als Grund werden in der Literatur die unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften, wahlweise die Härte oder die Steifigkeit des Implantats, aufgeführt. Um dieses Problem in Zukunft zu vermeiden, bietet es sich an, Materialien mit einer geringeren Steifigkeit als Silizium zu verwenden. Hierfür eignen sich Kunststoffe. Die bisher erfolgreich verwendeten Kunststoffe werden in Abschnitt 1.4.1 vorgestellt. Die Unterschiede in den Auswirkungen der verwendeten Materialien wurden untersucht und beschrieben in [57]. Hierbei wurde die Annahme bestätigt, dass Material mit höherem E-Modul einen größeren Schaden anrichtet. Ein weiterer Ansatz ist die Nutzung alternativer Designs, beispielsweise des Mesh-Designs, erwähnt in [52]. Um die Eigenschaften künftiger Proben besser abschätzen zu können, wurde entschieden die Proben, die in dieser Arbeit angefertigt werden, weitgehend aus Kunststoff zu fertigen und auf Silizium in den fertigen Proben komplett zu verzichten. Damit lassen sich Aussagen über künftig zu erwartende Proben machen. Eine Übersicht über die mechanischen Eigenschaften von Gehirnmasse, Knochen und anderen Bestandteilen des Körpers ist in [58] aufgeführt.

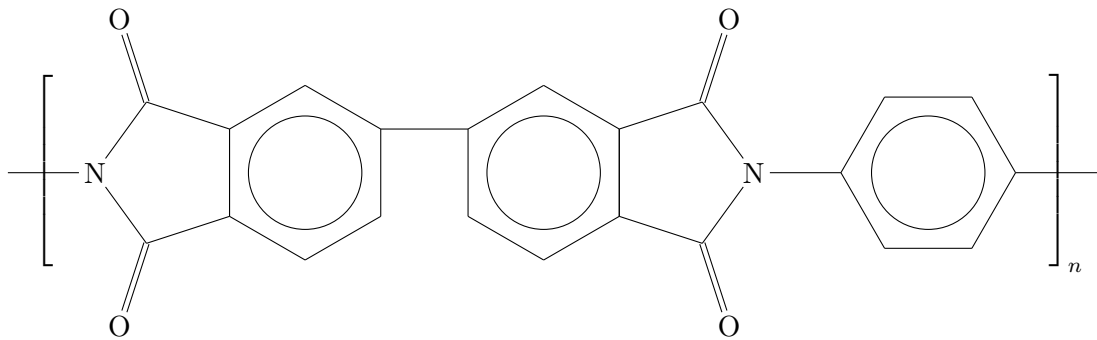


Abbildung 1.6: Chemischer Aufbau des Polyimids BPDA-PPD.

## 1.4 Materialien für Neuroimplantate

In diesem Abschnitt werden die Materialien präsentiert, die für Neuroimplantate verwendet werden oder in Frage kommen. Dabei liegt der Fokus auf Polymeren und Oxiden, nicht auf Metallen wie Gold, die für die Leiterbahnen verwendet werden.

### 1.4.1 Kunststoffe

Die Polymere Polyimid (PI) und Parylen-C (PPX-C) finden sehr häufig Anwendung als Isolierung von Neuroimplantaten. Neben diesen beiden Kunststoffen gibt es eine Reihe weiterer Kunststoffe, die Anwendung in Neuroimplantaten gefunden haben. In diesem Abschnitt werden diese beiden Kunststoffe beschrieben und weitere kurz aufgeführt.

#### Polyimid

Die Gruppe der Polyimide umfasst sehr leistungsfähige Kunststoffe, die Anwendung in anspruchsvollen Umgebungen, etwa in der Raumfahrt [59], finden. Ein Beispiel ist das AURUM, welches als Thermoplast verarbeitet werden kann [60]. Eine weitere Anwendung ist in Neuroimplantaten gegeben, beispielsweise bei NMTC1 [24], die ein ECoG-Implantat aus PI anbieten. Polyimide schmelzen nicht, sondern zersetzen sich bei einer Temperatur von 550 °C. Die klassische Polyimidsynthese erfolgt in zwei Schritten. In einem ersten Schritt kommt es zu einer Polyaddition des Diamins mit einem Dianhydrid, einer Säure, zu einer Polyimidvorstufe, gefolgt von der Polykondensation durch Wärmezufuhr im zweiten Schritt [61, S.6 ff.] [62, 63, 64].

Abhängig von den verwendeten Ausgangsstoffen entstehen unterschiedliche Polyimide. So beispielsweise entsteht aus einer Reaktion von Biphenyl-3,3',4,4'-Tetracarbonsäuredianhydrid mit p-Phenylendiamin das BPDA-PPD mit dem Handelsnamen UPILEX-S, zu sehen in Abbildung 1.6. Der Ausgangsstoff U-Varnish-S wird von UBE vertrieben. Die Herstellung des Polyimids erfolgt in einer Vakuumkammer bei einer Temperatur von bis zu 450 °C.

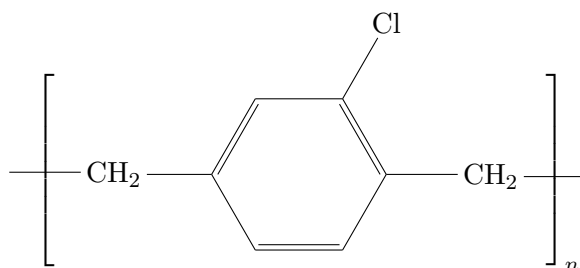


Abbildung 1.7: Chemischer Aufbau des PPX-C

Bei Vermischung erfolgt eine Polykondensationsreaktion, bei der Wasser ausgeschieden wird. Es hat einen E-Modul von 9,1 GPa, eine Zugfestigkeit von 520 MPa und eine Dichte von  $1,47 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ . Der Reibungskoeffizient liegt bei 0,4 und der Oberflächenwiderstand liegt bei über  $10^{17} \Omega$ . Es ist sehr glatt mit  $R_{ms}$  und  $R_a$ -Werten von 3,8, bzw. 2,1 nm. Zudem ist es sehr beständig gegen organische Lösungsmittel und starke Säuren [65]. Es sind die Eigenschaften des UPILEX-S-12S bei Raumtemperatur aufgeführt, da dieser in seiner Schichtdicke den Teststrukturen in dieser Arbeit am ähnlichsten ist. Das Polyimid UPILEX-S wurde bereits bei Neuroimplantaten und Teststrukturen für Neuroimplantate verwendet [66, 67].

### Parylen-C

Parylen-C, kurz PPX-C für Poly (monochloro-para-xylylene), ist ein Vertreter der Parylene, die sich durch die Position eines oder mehrere zugefügter Chlor oder Fluoratome unterscheiden. Dies sind die Parylene -N, -D, AF4 und VT4 [68, 69]. Das Parylen wird im Gorham-Prozess erzeugt. Dabei wird ein Ausgangsmaterial, das als Pulver vorliegt, verdampft. Durch die hohe Temperatur erfolgt die Pyrolyse zum Diradikal Monochloro-p-xyxylen. Letzteres gelangt in die Beschichtungskammer und polymerisiert auf der Oberfläche zu Parylen [13].

Abbildung 1.7 zeigt ein einzelnes Element des Polymers, hier des Parylen-C. Parylene sind geeignet für Anwendungen in verschiedenen Bereichen [70, 71, 72]. Das PPX-C ist ein beliebtes Material, für Anwendungen bei Neuroimplantaten. So wird es beispielsweise als Isolierung von Utah-Elektroden [37] und anderen Implantaten [13] verwendet.

### Weitere Polymere

Neben Polyimid und Parylen-C gibt es eine Reihe weiterer Polymere, die in der Literatur Erwähnung finden. Das wären das aus acht Epoxid-Gruppen bestehende SU-8 [73] sowie das Polydimethylsiloxan (PDMS) [74]. Im Zuge der Verbreitung des 3D-Drucks kam es zu einer ersten Anwendung dieses Verfahrens für Polymere. Hierfür wurden das Silikon SE 1700

und PDMS verwendet [49]. Andere Beispiele sind Liquid Crystal Polymer [75] und OSTE+ Off-Stoichiometry Thiol-Enes + Epoxy [76]. Eine Übersicht über verwendete Materialien ist zu finden in [74].

### 1.4.2 Isolationsschichten

Viele der erwähnten Implantate nutzen Kunststoffschichten zur Isolation der Leiterbahnen von der sie umgebenden Flüssigkeit. Die Durchlässigkeit von Kunststoffen ist verglichen mit anderen Materialien jedoch recht hoch. Im Detail analysiert wurde dies in [77].

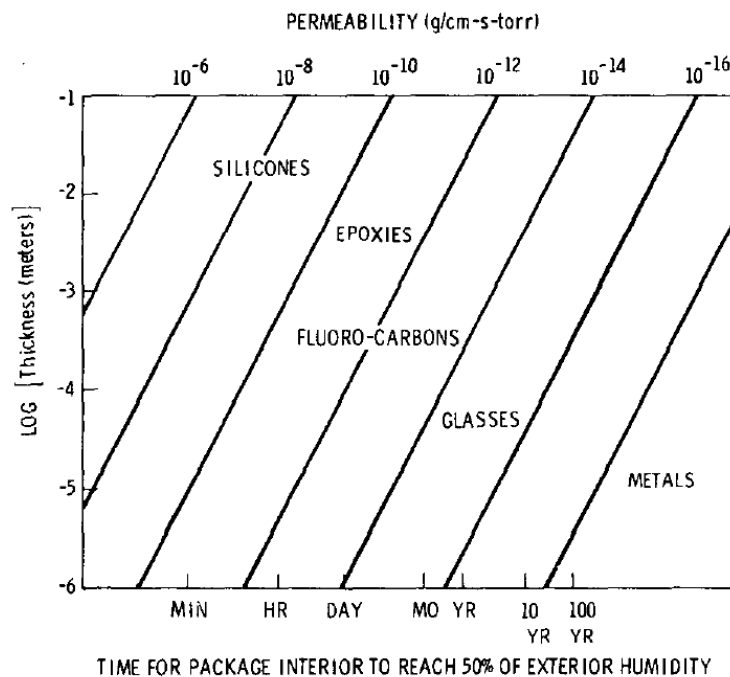


Abbildung 1.8: Das Materialdurchlässigkeitsdiagramm zeigt die Durchlässigkeiten für verschiedene Materialien. Die Durchlässigkeit ist am größten bei Silikonem und am kleinsten für Gläser und Metalle. Dazwischen befinden sich die Kunststoffe. Diagramm entnommen aus Traeger „Nonhermeticity of polymeric lid sealants“ ©1977 IEEE [77].

In Abbildung 1.8 sind die Materialdurchlässigkeiten graphisch aufgetragen. Es sind die Durchlässigkeiten für Wasserdampf über die Zeit aufgetragen. Es fällt deutlich auf, dass die Metalle wesentlich niedrigere Durchlässigkeiten aufweisen als die Kunststoffe. Die geringe Durchlässigkeit von Keramiken und Metallen wird für Barrierschichten verwendet, so beispielsweise für Anwendungen bei Lebensmittelverpackungen [78]. Die praktische Erfahrung bei der Nutzung von Neuroimplantaten hat gezeigt, dass die Lebensdauer insgesamt zu kurz für langfristige Anwendungen beim Menschen ist. Dazu wären Nutzungsdauern von 10 bis 20 Jahren wünschenswert. Einer der Gründe für das Materialversagen ist das Eindringen der umgebenden Flüssigkeit, woraus Kurzschlüsse folgen [79, 80, 81]. Ein Ansatz, um das Versagen zu verhindern, sind oxidische/keramische Zwischenschichten, die in die Implan-

tate eingebracht werden. Es gibt erste vielversprechende Versuche mit Zwischenschichten, die die Lebensdauern deutlich vergrößert haben [82]. So wird in der Arbeit [83] eine deutlich größere Lebensdauer bei einem Utah-Array erreicht, bei dem zwischen Si-Struktur und PPX-C eine Isolierung aus einer Zwischenschicht eingebracht wurde. Versuche mit Schichtpaketen als Barrierschichten haben sich als richtungsweisend gezeigt [84]. Hierbei wurde das Schichtpaket jedoch mit dem Atomic Layer Deposition (ALD)-Verfahren abgeschieden. Die Nutzung eines Schichtpakets hat den Vorteil, dass der Weg für eingedrungene Flüssigkeiten deutlich verlängert wird, da sich der Weg von Defekt zu Defekt vergrößert [82]. Ausgehend von dieser Annahme wird eine größere Lebensdauer erwartet. In dieser Arbeit wird der Ansatz verfolgt, dünne Zwischenschichten einzubringen, die die Goldleiterbahnen von allen Seiten umfassen. Anders als bei den bisherigen Versuchen wird hier jedoch nicht das ALD-Verfahren genutzt, sondern das High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS)-Verfahren. HIPIMS ermöglicht es, dünne Schichten herzustellen, die gleichzeitig dicht sind. Ebenfalls ist es möglich, Schichtpakete herzustellen. Aufgrund praktischer Erwägungen ist es jedoch sinnvoller, Schichtstärken von mehreren 10 nm zu wählen, während ALD Schichtpakete mit jeweils wenige nm dicken Schichten ermöglicht [84]. Der Vorteil beim HIPIMS ist jedoch, dass sich in vergleichsweise kurzer Zeit mit geringem Aufwand Schichten einer Stärke von 100 nm erreichen lassen. Dabei kann die Abscheidung bei Raumtemperatur erfolgen, was bei temperaturempfindlichen Schichten vorteilhaft ist. Während die Abscheidung einer 20 nm starken  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht mit dem ALD-Verfahren 1 Stunde 15 Minuten dauert und 2 Stunden 30 Minuten für eine ebenso dicke  $\text{TiO}_2$  aufzuwenden sind [85, S.152], werden mit dem HIPIMS-Verfahren mit den Parametern, die in dieser Arbeit verwendet wurden 260 Sekunden (4 Minuten 20 Sekunden) für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und 1320 Sekunden (22 Minuten) für  $\text{TiO}_2$  gebraucht.

### 1.4.3 Isolationsmaterialien

Oxidischichten eignen sich als Material für Barrierschichten. Mehrere Oxide kommen in Frage als Material für die Zwischenschichten. Eine Übersicht bietet [86, S.38]. Dazu gehören Aluminiumoxid, Tantaloxid, Titanoxid, Zirkonoxid und eine Reihe weiterer Keramiken. Besonders relevant ist, dass die Materialien nicht toxisch sind und damit das Gehirn nicht schädigen, nicht löslich und nichtleitend sind. Eine gute Zusammenfassung der Eigenschaften ist zu finden in [86, S.37f]. In dieser Arbeit fiel die Auswahl auf Aluminiumoxid, Titanoxid und Tantaloxid. Der Grund hierfür ist, dass diese Materialien sowohl mit ALD als auch im reaktiven HIPIMS-Prozess abgeschieden werden können. Hinzu kommen die gute Verfügbarkeit und Handhabbarkeit der Ausgangsmaterialien. So besteht bei Vanadium das Problem, dass es sehr gesundheitsschädigend ist, und beim Zirkon besteht eine Reihe von Ausfuhrbeschränkungen wegen möglicher Nutzung im Nuklearbereich [87]. Einzig das Alu-

miniumoxid hat das Problem, dass es sich über längere Zeiträume in salzhaltigem Wasser auflöst [85, S.103], [88] und Aluminium in Verbindung steht mit Alzheimer [89].

## 1.5 Herstellungsverfahren

Im Folgenden werden Verfahren vorgestellt, die in der Mikrotechnik üblich sind und die für die Herstellung kleinster Strukturen Verwendung finden.

### 1.5.1 Lithographie

Die Lithographie ist ein Verfahren, das in der Mikrotechnik Anwendung findet und durch eine Abfolge von Prozessschritten gekennzeichnet ist, welches die Herstellung kleinster Strukturen ermöglicht. In einem ersten Schritt wird eine Schicht aufgetragen, gefolgt von der Auftragung einer Lackschicht, deren Belichtung, einer Spülung mit Wasser und einer Ätzung der Struktur. Dabei werden sowohl Lack als auch aufgetragene Schicht geätzt, wobei die Lackschicht eine Ätzung der darunterliegenden Schicht vermeidet. Zuletzt wird die verbliebene Lackschicht entfernt und die strukturierte Schicht bleibt bestehen [90, S.70 ff.].

### 1.5.2 Plasmaunterstütztes Ätzen

Ein Strukturierungsverfahren, mit dem Schichten abgetragen werden können, ist das plasmaunterstützte Ätzen, auf Englisch reactive ion etching, kurz RIE-Ätzen, wie es im Folgenden auch bezeichnet wird. Hierbei wird erst ein Vakuum erzeugt, anschließend wird ein Gas eingeleitet, beispielsweise das Schwefelhexafluorid  $\text{SF}_6$  oder Chlorgas, gemischt mit Argon. Es wird ein Plasma erzeugt, indem ein Wechselstrom eingekoppelt wird. Das Plasma reagiert mit der Schicht und bildet flüchtige Verbindungen, die abgepumpt werden [91, S.632]. Das RIE-Verfahren wird im Detail in [92, S.238] beschrieben.

### 1.5.3 Spin-Coating

Beim Spin-Coating wird ein Ausgangsstoff als Flüssigkeit auf eine Oberfläche aufgetragen, die beschichtet werden soll. Der Stoff kann gegossen oder auf die Oberfläche gekippt werden. Anschließend dreht sich die Oberfläche mit einer festgelegten Geschwindigkeit um eine gleichmäßige Verteilung des Stoffes auf der Oberfläche zu erreichen. Ist dies erreicht, kann in einem weiteren Schritt die Beschichtung bei erhöhter Temperatur aushärten. Ein dem Spin-Coating ähnliches Verfahren ist das Dip-Coating, bei dem ein Objekt in eine Flüssigkeit gesenkt wird um anschließend mit definierter Geschwindigkeit aus der Flüssigkeit gezogen zu werden, damit eine Schicht mit definierter Gleichmäßigkeit und Dicke entstehen kann [93].

## 1.6 Physikalische Gasphasenabscheidung

Die physikalische Gasphasenabscheidung, englisch Physical Vapour Deposition (PVD), umfasst eine Reihe von Verfahren, bei denen dünne Schichten über physikalische Verfahren abgeschieden werden. Dazu gehören Verdampfung und Kathodenzerstäubung des Ausgangsmaterials mit anschließender Abscheidung auf einer Oberfläche. Der Fokus dieses Abschnitts liegt auf der Kathodenzerstäubung.

### 1.6.1 Kathodenzerstäubung

Die Kathodenzerstäubung wird im Folgenden Sputtern genannt. Hierbei wird die Targetoberfläche mit Argon-Ionen bombardiert, die Atome aus der Oberfläche rausschlagen, welche sich auf der Umgebung absetzen. Beim Magnetronsputtern befindet sich ein Magnet hinter dem Target, der dafür sorgt, dass Elektronen auf einer Bahn in der Nähe des Targets gehalten werden und damit die Elektronendichte in der Nähe des Targets ansteigt. Treffen die Elektronen auf Argonatome, so kommt es zur Ionisierung des Argons mit folgender Beschleunigung der Atome in Richtung des Targets. Dort werden Targetatome herausgeschlagen. Sie setzen sich auf der Oberfläche des Substrats ab [91, S.118-140].

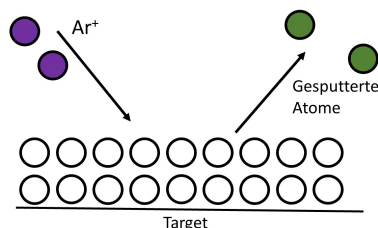


Abbildung 1.9: Prinzip des Sputterns mit auf der Oberfläche auftreffenden Argonionen auf die Oberfläche und herausgeschlagenen Targetatomen.

Abbildung 1.9 zeigt den Sputtervorgang stark vereinfacht. Durch das auftreffende Argon werden Atome aus der Targetoberfläche herausgeschlagen. Sie setzen sich unter anderem auf dem Substrat ab.

Die Sputterverfahren unterscheiden sich unter anderem hinsichtlich der Stromquelle. So kann der Prozess mit Gleichstrom (DC-PVD), Radiofrequenz (RF-Sputtern) oder anders betrieben werden. Ein weiteres Merkmal ist die Ionisierung der Spezies im Plasma. Während bei DC-PVD oder RF-PVD eine niedrige Ionisierung der Spezies erreicht wird, gab es Bestrebungen, eine erhöhte Ionisierung zu erreichen. Zu diesem Zweck wurden Verfahren wie Ion Bombardment Assisted Deposition (IBAD) erarbeitet, oder es wurde eine Spulenwindung in die Einlage eingebaut, die das Plasma umgibt und mit RF-Frequenz beaufschlagt ist, um die Ionisierung der Spezies zu erhöhen [94, S.37]. Von der Erhöhung der Ionisierung verspricht man sich dichtere Schichten und damit bessere Schichteigenschaften [95].



Ein weiterer Ansatz, die Ionisierung zu erhöhen, bestand darin, kurze Pulse mit hoher Spannung zu verwenden. Dieser Ansatz wird High Power Impulse Magnetron Sputtering, kurz HIPIMS, genannt. Diese Verfahren gehören zur Gruppe der Ionized Physical Vapour Deposition (IPVD). Eine detaillierte Beschreibung des PVD-Verfahrens ist in [91, S.118-140] und eine Beschreibung der ionisierten PVD-Verfahren ist in [95, 96] zu finden. In Abhängigkeit von den Abscheidungsbedingungen entstehen unterschiedliche Schichten. Die Abhängigkeit zwischen Abscheidungsbedingungen und entstehenden Schichten wurde zuerst von Movchan und Demchischin beschrieben [97]. Hier wurde lediglich der Einfluss der Substrattemperatur beachtet. In einer weiteren Arbeit von Thornton wurde zusätzlich der Arbeitsdruck hinzugezogen [98]. Das Zonendiagramm wurde zuletzt überarbeitet von Anders [99]. Nun sind Substrattemperatur und Energie als Ausgangsparameter aufgetragen. Letzteres ist besonders relevant im Kontext des HIPIMS.

### 1.6.2 Reaktives Sputtern

Das reaktive Sputtern zeichnet sich durch den Zusatz eines reaktiven Gases zum Argon während des Prozesses aus. Hierbei bieten sich verschiedene Gase an, je nachdem, welche Schichten entstehen sollen. So kann Sauerstoff zugesetzt werden, um Oxide zu erzeugen, Stickstoff für Nitride, kohlenstoffhaltige Gase für Carbide, ein Gemisch aus Sauer- und Stickstoff für ein Gemisch aus Nitriden und Oxiden. Will man die entsprechenden Schichten herstellen, so hat man die Wahl zwischen der Nutzung eines Targets aus dem entsprechenden Ausgangsmaterial und dem reaktiven Sputtern. Für Letzteres spricht, dass es dadurch möglich wäre, ein Target mit einer höheren Reinheit zu verwenden.

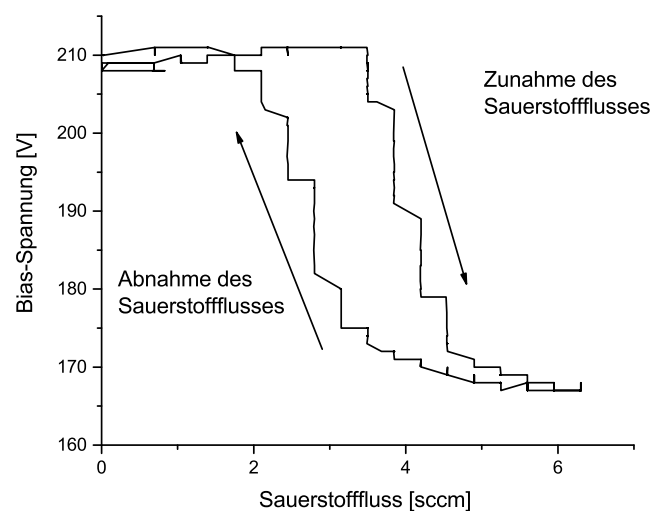


Abbildung 1.10: Hysterese eines reaktiven Prozesses. Hier RF-PVD mit einem Aluminiumtarget.

In dieser Abbildung ist ein reaktiver RF-Prozess an einem Target mit 3 Zoll Durchmesser zu sehen. Ein Problem, das mit dem reaktiven Sputtern einhergeht, ist die Bildung von Hysteresen. So kann es bei Steigerung des Sauerstoffanteils zur Bildung einer Oxidschicht auf der Targetoberfläche kommen, die unter anderem zur Senkung der Abscheiderate führt. Dies kann umgekehrt werden, indem man den Sauerstoffanteil deutlich senkt. Da der Umschwung vom metallischen Zustand zum oxidischen Zustand bei höheren Sauerstoffanteilen erfolgt als der Umschwung vom oxidischen zum metallischen Sputtern, spricht man hier von einer Hysterese. Eine solche Hysterese ist in Abbildung 1.10 gezeigt. Infolge der Zunahme des Sauerstoffflusses sinkt die Biasspannung. Senkt man den Sauerstofffluss, so kommt es zum Abbau der Oxidschicht und damit wieder zu einem metallischen Prozess [91, S.126ff]. Bei reaktiven PVD-Prozessen bietet sich eine Regelung für die Abscheidung oxidischer Schichten an [100].

### 1.6.3 Sputterverfahren mit erhöhter Ionisierung

Ein Ansatz zur Steigerung der Ionisation verwendet eine Elektron-Zyklotron-Resonanz-Ionenquelle und bei einem weiteren Ansatz wird eine zusätzliche Spulenwindung in die Beschichtungskammer eingebaut. Bei Anwendung der Elektron-Zyklotron-Resonanz-Ionenquelle wird eine Verbindung zu einer Mikrowellenquelle geführt, die im Rezipienten ein Plasma verursacht, das genutzt werden kann, um zu sputtern. Aus praktischen Gründen ist dies jedoch keine brauchbare Option. Bei dem Ansatz mit der eingebrachten Spulenwindung ist zu beachten, dass diese Windung zum Aufheizen neigt und dass gleichzeitig ein Abtrag von der Oberfläche erfolgt [94] [96, S.241-284]. Neben diesen Verfahren gibt es noch das Lichtbogenverdampfen. Es zeichnet sich durch sehr hohe Ionisationen aus [101]. Neben diesen Arbeiten gab es auch den Ansatz, sehr kurze Pulse zu wählen. Dieses Verfahren wird HIPIMS genannt.

### 1.6.4 High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS)

Das HIPIMS-Verfahren wurde zuerst in einer Publikation im Jahr 1999 beschrieben, reiht sich jedoch ein in frühere Arbeiten, bei denen die Verwendbarkeit kurzer Pulse untersucht wurde. Die erste Publikation geht zurück auf Kouznetsov [102]. Eine Übersicht über grundlegende Arbeiten von Mozgrin [103], Tyuryukanow, etc. bietet [104]. Kennzeichnend für das HIPIMS-Verfahren ist, dass kurze Pulse verwendet werden. Dadurch wird es möglich, dass in kurzer Zeit viel Energie eingebracht und infolgedessen eine höhere Ionisierung erreicht wird, während das Target in der Zeit zwischen zwei Pulsen abkühlen kann, damit die durchschnittlich eingebrachte Leistung verhältnismäßig klein bleibt.

Abbildung 1.11 zeigt einen typischen Verlauf eines Spannungs- und Strompulses. Die Pulslängen variieren zwischen wenigen Mikrosekunden [105] über 50  $\mu$ s [102] bis hin zu meh-

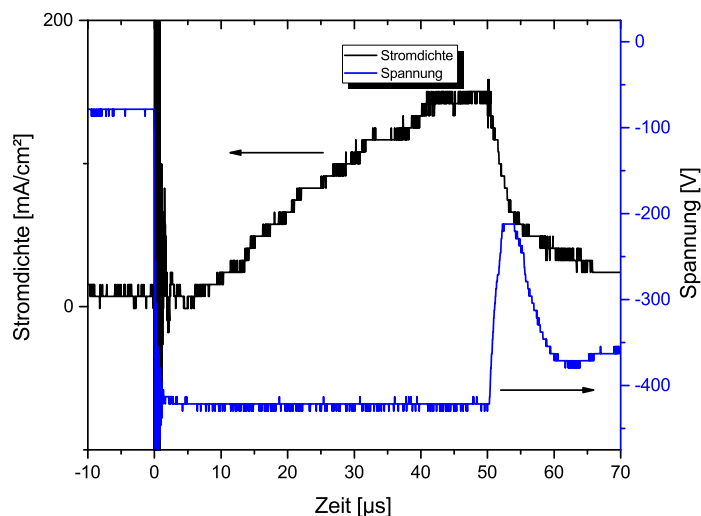


Abbildung 1.11: Strom- und Spannungsverlauf eines Pulses.

renen hundert Mikrosekunden [106, 107]. Die Spannung liegt üblicherweise zwischen 400 V und seltener 2 kV [108]. Spannungen zwischen 400 V und 800 V werden häufig beschrieben [106, 107]. Neben einem Rechteckpuls können auch andere Pulsformen Verwendung finden [109]. Das Tastverhältnis, ein Verhältnis aus An- und Auszeit, liegt im unteren Prozentbereich. Um die Anwendungsmöglichkeiten des HIPIMS zu erweitern, existieren verschiedene Variationen, wie beispielsweise das reaktive HIPIMS, bei dem ein reaktives Gas dem Argon hinzugesetzt wird, beispielsweise Sauerstoff, um die Abscheidung von Oxiden zu ermöglichen. Eine zusätzliche Option ist das bipolare HIPIMS, bei dem ein zweiter, umgekehrt polarisierter Puls dem ersten Puls folgt. Das Ziel dieses Ansatzes ist es, die verbleibenden Ionen in Richtung des Targets zu beschleunigen und somit dichtere Schichten zu erzeugen. Ferner besteht die Möglichkeit der Nutzung einer Abfolge kurzer Pulse, bezeichnet als Modulated Power Pulse [110].

### 1.6.5 Reaktives HIPIMS

Wird ein reaktives Gas, beispielsweise Sauerstoff oder Stickstoff, hinzugefügt, so kommt es zur Bildung von Oxid- oder Nitridschichten. Neben der Bildung keramischer Schichten wirkt sich das zugesetzte Gas auf die Targetoberfläche und damit auf den laufenden Prozess und das Plasma aus.

Besonders deutlich wird der Unterschied bei den unterschiedlichen Stromkurven, bei gleichem Spannungspuls, zu sehen in Abbildung 1.12. Hier ist der Stromverlauf bei einem metallischen Prozess mit einer durchgezogenen Linie und bei dem reaktiven Prozess mit einer gestrichelten Linie schematisch abgebildet. Eine Gegenüberstellung oxidischer und metalli-

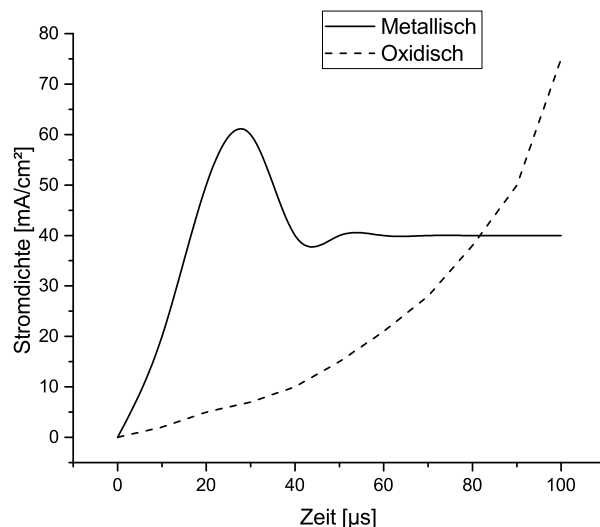


Abbildung 1.12: Schematischer Strom- und Spannungsverlauf eines Pulses reaktiv und metallisch.

scher Prozesse ist in [111] zu finden. Während die Pulse im üblichen HIPIMS-Prozess erst einen Anstieg und anschließend ein Absinken auf ein bestehendes Stromniveau aufweisen, kommt es bei oxidischen Prozessen zu einem stetigen Anstieg des Stromes. Der Grund für dieses unterschiedliche Verhalten liegt in der Wechselwirkung des umgebenden Plasmas mit den gesputteten Atomen. Während beim üblichen HIPIMS die gesputteten Atome die Argonatome von der Targetoberfläche bewegen und somit eine Verdünnung des Gases vor der Targetoberfläche verursachen [112], wirkt die Targetoberfläche beim reaktiven HIPIMS als Gasquelle [111]. Ähnlich wie beim reaktiven RF-Sputtern kann es zur Bildung von Hysteresen kommen. Dies ist jedoch nicht zwingend und es ist möglich, reaktiv zu sputtern, ohne dass Hysteresen auftreten [112]. Ein auftretendes Problem beim reaktiven Sputtern ist das Arcing, die Bildung kleinster Lichtbögen, die lokal sehr hohe Stromdichten aufweisen, zur Schädigung des Targets und zum Auswurf kleinster Partikel führen, was zur Folge hat, dass sich kleine Partikel auf der entstehenden Schicht absetzen und die Schichtqualität darunter leidet [113, S.51f]. Ein Ansatz, um das Arcing zu verringern, ist die Nutzung sehr kurzer Pulse [105]. Das reaktive HIPIMS-Verfahren wird detailliert beschrieben in [112].

### 1.6.6 Bipolares HIPIMS

Eine Erweiterung des HIPIMS-Verfahrens, mit dem Ziel die Schichtqualität zu verbessern, ist das bipolare HIPIMS. Hierbei folgt dem Hauptpuls ein umgekehrt polarisierter Puls, welcher die am Target verbleibenden Ionen vom Target weg beschleunigt. Dieser zweite Puls wird Kickpuls genannt. Die Teilchen treffen unter anderem auf das zu beschichtende Substrat. Messungen der Teilchenenergien zeigen deutlich, dass die Teilchenenergie mit dem Span-

nungsniveau des Kickpulses korreliert [114, 115] [116, S.31]. Ebenso konnte gezeigt werden, dass die entstehenden Schichten dichter sind und dass die Schichtdicke größer war, wenn der Kickpuls verwendet wurde [117, 118, 119, 120].

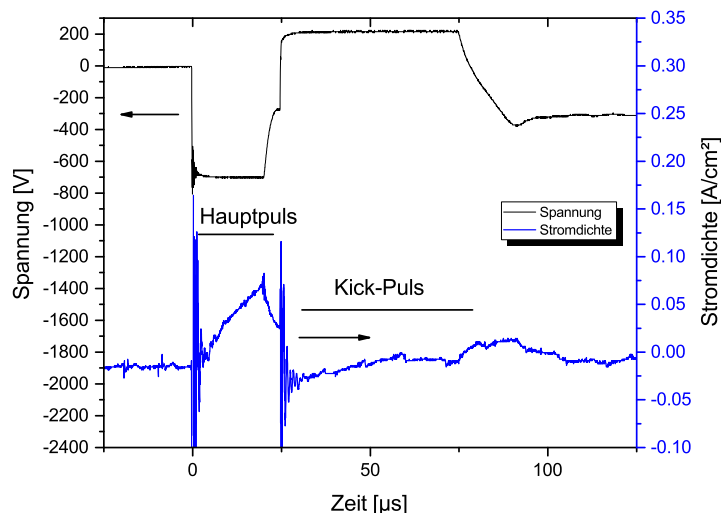


Abbildung 1.13: Strom- und Spannungsverlauf eines bipolaren Pulses

Abbildung 1.13 zeigt den Strom- und Spannungsverlauf eines bipolaren Pulses.

Während der Stromverlauf bis zum Einsetzen des Kickpulses dem gewöhnlichen HIPIMS entspricht, zeigt sich der Unterschied nach Einsetzen des Kickpulses im abrupten Absinken des Stromes. Nach dem Ende des Kick-Pulses erfolgt ein sichtbarer Anstieg des Stroms. Die Verringerung der Teilchenanzahl vor dem Plasma sieht man ebenfalls sehr deutlich an der Verringerung der Helligkeit der jeweiligen Emissions-Peaks, im Vergleich mit einem Prozess ohne Kickpuls [118, 121].

## 1.7 Messverfahren

Für die Untersuchung der entstehenden Schichten und der Abscheidungsbedingungen wurden verschiedene Messverfahren eingesetzt. Im Folgenden werden die Messverfahren und Auswertungsmethoden vorgestellt, die für die Abscheidung der Schicht 1.7.3, die Messung der Schichteigenschaften 1.7.5, 1.7.6 und die Bewertung der Probenqualität 1.7.2 verwendet wurden.

### 1.7.1 Messmethoden der Lebensdauer von Neuroimplantaten

Es gibt eine Reihe verschiedener Ansätze zur Lebensdauerermessung von Neuroimplantaten. Zum einen können in-vivo und in-vitro Versuche durchgeführt werden. So beispielsweise

beschäftigt sich [122] mit dem Vergleich zwischen in-vivo- und in-vitro-Versuchen. Bei in-vitro-Versuchen gibt es die Möglichkeit, die Temperatur zu variieren, um eine beschleunigte Alterung zu simulieren, oder mittels Chemikalien die Wirkung des Körpers zu simulieren. So beispielsweise fand der Versuch in [123] bei einer Temperatur von 87 °C mit zugesetztem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> statt. Zur Messung der Veränderung wird häufig die Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) verwendet. Hierbei werden Impedanz und Phase der Probe über verschiedene Frequenzen gemessen. Die Messungen finden zu festgelegten Zeitpunkten statt. Über die Änderung von Impedanz und Phase können Rückschlüsse auf den Zustand der Probe gemacht werden. Detailliert beschrieben ist dies in [80]. Neben der EIS besteht auch die Möglichkeit, den elektrischen Widerstand zu messen und über Änderung des Widerstandes den Versagenszeitpunkt zu bestimmen, so beispielsweise in [124]. Ein weiterer Ansatz wurde bei [67] verfolgt. Hier befindet sich die Probe in einem mit Ringerlösung gefüllten Glasgefäß, das auf einer Heizplatte stehend von dieser aufgeheizt wurde. Die Probe bestand neben den Kontaktpads aus einer Interdigitalstruktur und befand sich auf einem Si-Substrat. Um die Dauer bis zum Probenversagen zu verkürzen, wurden die Proben einer Behandlung mit Ultraschall unterzogen. Die Interdigitalstruktur wurde von der eindringenden Flüssigkeit kurzgeschlossen, was als Spannungsanstieg gemessen wurde. Damit war das Versagen der Probe festgestellt. Die Probe ist in Reihe geschaltet, mit einem 1 kΩ Widerstand, über den der Spannungsabfall gemessen wird. Ist die Probe intakt, wird eine Spannung von 0 V gemessen. Übersteigt die gemessene Spannung einen festgelegten Schwellenwert, wird dies als Probenversagen verzeichnet. Es wird nur die Dauer bis zum Versagenseintritt gemessen. In dieser Arbeit wird ein ähnlicher Ansatz gewählt, mit dem Unterschied, dass bei den Proben auf das Si-Substrat verzichtet und das Glasfläschchen in eine Kristallisierschale gestellt wird, die mit Polyethylenglycol (PEG) gefüllt ist, um einen gleichmäßigen Wärmeeintrag zu ermöglichen.

### 1.7.2 Weibull-Statistik

Die Weibull-Statistik geht auf die Arbeiten von Waloddi Weibull [125] zurück und erlaubt es, Versagensereignisse zu beschreiben, ohne die Versagensgründe genau zu kennen. Die Verteilungsfunktion hat die Form:

$$1 - e^{-(\lambda/x)^k}$$

Es gibt hierbei zwei Parameter, die für die Verteilung relevant sind. Das sind der Formfaktor  $k$  und der Skalenfaktor  $\lambda$ . Der Formfaktor gibt an, wie steil die Verteilung ist, während der Skalenfaktor der inverse Wert der Versuchsdauer in Tagen ist, bei dem 63 % der Proben versagt haben. Die Weibull-Statistik findet häufig Anwendung in der Hochspannungstechnik zur Bewertung der Isolationsfähigkeit von Isolatoren, beispielsweise in [126, 127]. Neben der

Weibull-Statistik werden für Letzteres jedoch auch andere Verteilungen vorgeschlagen, wie die Gumbel-Verteilung und die lognormal-Verteilung, beschrieben durch Norm IEC 62539. Brauchbar wäre auch die Fréchet-Verteilung für Anwendungen im technischen Bereich [128]. Im Detail wird die Nutzung der Weibull-Verteilung für die Analyse von Isolatoren in der Hochspannungstechnik bei Mosch [129] beschrieben.

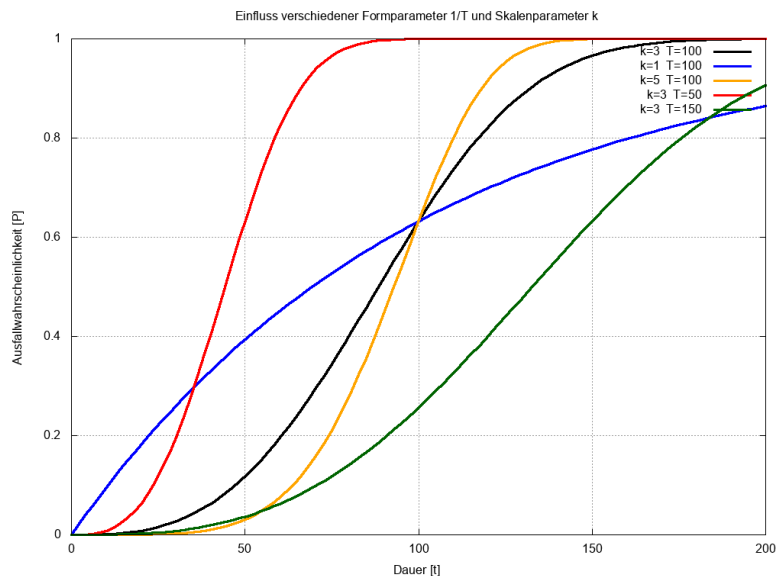


Abbildung 1.14: Einfluss verschiedener Parameter auf den Kurvenverlauf.

Ein Beispiel für die Verteilung zeigt die Abbildung 1.14. Hier wurden der Skalenparameter und der Formparameter variiert. Der Skalenparameter wurde hier mit der dazugehörigen Dauer in Tagen angegeben. Die Kurven sind mit den jeweiligen Parametern angegeben. Deutlich zu erkennen ist der Einfluss des Skalenparameters ansteigend von 50 auf 150 in der Reihenfolge rot  $\rightarrow$  schwarz  $\rightarrow$  grün. Der Formparameter steigt von 1 auf 5, dargestellt durch die Farbreihenfolge blau  $\rightarrow$  schwarz  $\rightarrow$  gelb. Deutlich zu erkennen ist der Punkt, an dem sich die drei Kurven treffen. Mit steigendem Skalenparameter verschiebt sich die Kurve zu längeren Zeiten und wird weniger steil. Der Formparameter ändert die Steigung der Kurve, was im Anfangsbereich besonders deutlich zu erkennen ist. Ein Formparameter von 1 ist typisch für frühes Probenversagen. Ein größerer Parameter ist typisch für später einsetzendes Probenversagen. Wünschenswert ist ein größerer Formfaktor, da damit die erwartete Lebensdauer genauer angegeben werden kann. Für die Analyse der Daten wurde das *statistics* Paket von Octave verwendet.

### 1.7.3 Optische Emissionsspektroskopie

Die Optische Emissionsspektroskopie (OES) ist ein Verfahren, das es erlaubt, Informationen ohne direkte Wechselwirkung über ein Plasma zu gewinnen. Hierbei wird das Spektrum der vom Plasma emittierten Strahlung gemessen. Das Spektrum erlaubt es, Rückschlüsse auf die

im Plasma vorhandenen Spezies zu machen. So können Aussagen zur Ionisierung und zur Quantität der jeweiligen Spezies gemacht werden.

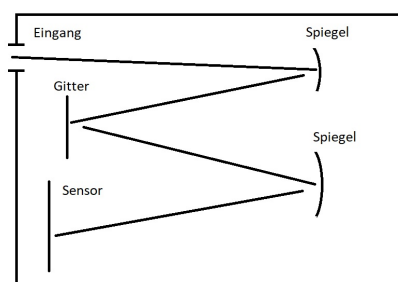


Abbildung 1.15: Schematische Darstellung des Czerny-Turner-Aufbaus.

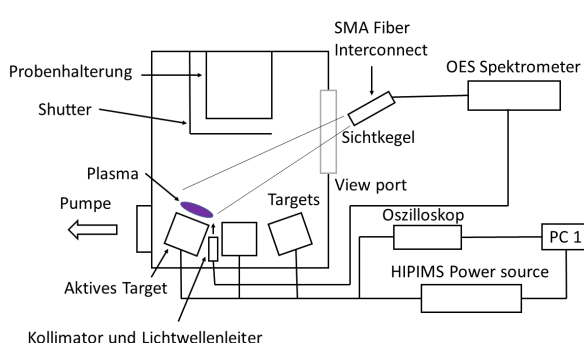


Abbildung 1.16: Schema der Anlage mit OES.

Hierfür wird der Czerny-Turner-Aufbau verwendet, zu sehen in Abbildung 1.15. Dabei wird das Licht im Spektrometer aufgeteilt und auf das Messgerät ausgerichtet. Nachdem das Licht auf den ersten Spiegel getroffen ist, der als Kollimator fungiert, wird das Licht auf ein Gitter gelenkt und von dort auf einen zweiten Spiegel, der das Licht auf den Sensor fokussiert. Der Czerny-Turner-Aufbau ist Teil des Spektrometers. Für diese Arbeit wurde das AvaSpec 2048 Spektrometer verwendet. Es wurde ein Lichtwellenleiter mit einem Durchmesser von 200  $\mu\text{m}$  verwendet und die Schlitzbreite liegt bei 25  $\mu\text{m}$ .

Der schematische Aufbau der in dieser Arbeit genutzten Anlage ist in Abbildung 1.16 zu sehen. Das Spektrometer ist mit einem Computer verbunden, der es erlaubt, die Spektren als .txt-Dateien zu speichern um sie anschließend weiterzuverarbeiten. Für die Ausrichtung des Lichtwellenleiters auf das Plasma sind zwei Positionen vorgesehen, eine äußere und eine innere. Die äußere Position besteht aus dem SMA Fiber Interconnect, in den der Lichtwellenleiter eingeschraubt wird. Da das Plasma hinreichend hell ist, ist die Nutzung eines Kollimators nicht notwendig. Der Lichtwellenleiter wird auf das Plasma ausgerichtet und erlaubt die Messung des Spektrums unter einem steilen Winkel. Durch die Wahl eines steilen Winkels verringert sich das Problem der Eigenabsorption der emittierten Strahlung, da das emittierte Licht den Plasmatorus nicht zweimal durchlaufen muss. Für die zweite Konfiguration, bei der die Messung der Strahlung innerhalb der Anlage aufgenommen wird, wird ein Kollimator verwendet. Dieser kann nur die Strahlung von Teilchen aufnehmen, die sich vom Plasma entfernt haben, was zur Folge hat, dass deutlich längere Belichtungszeiten notwendig sind und im Spektrum andere Intensitäten gemessen werden als mit Messposition 1. Diese hat den Nachteil, dass Messungen der emittierten Strahlung im UV-Bereich nicht möglich sind, da das Fenster für UV-Strahlung intransparent ist. Dies ist nur möglich bei Nutzung der Messposition 2. Während Letztere zusätzlich noch die Möglichkeit bietet, auch



die Emission anderer Targets zu messen, ohne Veränderungen in der Anlage vorzunehmen, besteht die Einschränkung, dass sie nur zum Nachweis des Vorhandenseins verschiedener Spezies geeignet ist, aber nur geringe Aussagekraft zur Zusammensetzung des Plasmas am Target hat.

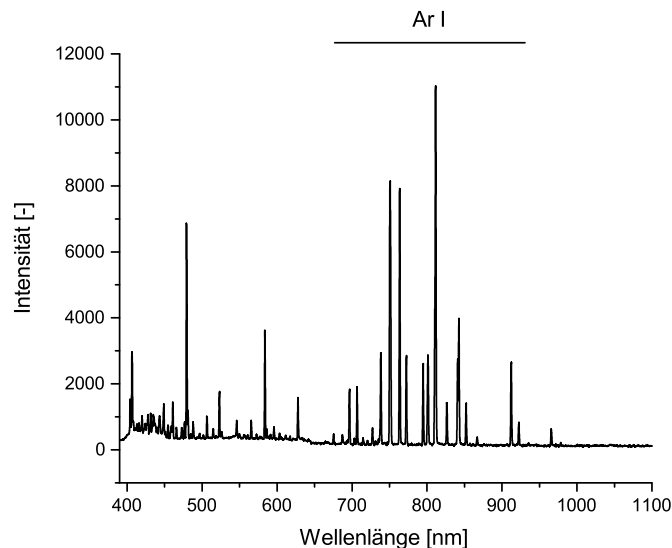


Abbildung 1.17: Spektrum eines laufenden Prozesses.

Das aufgenommene Spektrum eines laufenden Prozesses kann in Abbildung 1.17 betrachtet werden. Hierbei wurde Gold gesputtert. Zu sehen sind einzelne Peaks sowohl von Argon als auch von Gold. Dieses Spektrum wurde ausgewählt, da es sehr deutlich die Ar I Peaks zeigt, die in allen Spektren in dieser Arbeit zu finden sind. Bei diesem Prozess erscheint das Plasma rosa-violett. Für die Auswertung des Spektrums wurde die NIST Datenbank verwendet [130]. Die optische Emissionsspektroskopie wird in der Literatur beschrieben in [131]. Beispiele für die Anwendung der OES bei HIPIMS-Prozessen sind in [94, 132, 133, 134, 135, 136] zu finden. Die OES bietet sich auch für andere Anwendungsbereiche an, als die Beschichtungstechnik, siehe [137].

#### 1.7.4 Vierpunktmessmethode

Die Vierpunktmessmethode ist ein Verfahren, das den elektrischen Widerstand dünner Schichten misst.

Der schematische Aufbau eines Vierpunktmessgerätes ist zu sehen in Abbildung 2.1. Über die beiden äußeren Elektroden wird Strom eingeleitet. Die beiden inneren Elektroden werden verwendet, um den Spannungsabfall zu messen. Dadurch ist es möglich, den Flächenwiderstand zu messen [91, S.453f]. In dieser Arbeit wurden die Elektroden verwendet, um festzustellen, ob die entstandenen Schichten isolierend sind oder nicht.

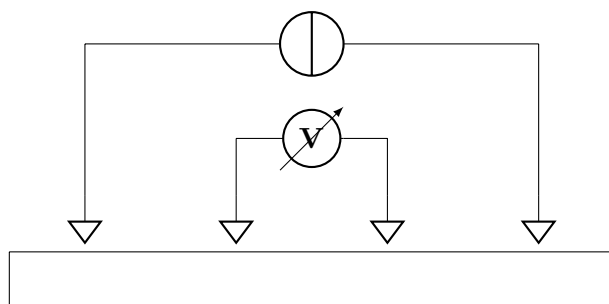


Abbildung 1.18: Schematischer Aufbau der Messung mit Spannungsquelle, Probe, Widerstand und Spannungsmessgerät.

### 1.7.5 Schichtdickenmessung

Die Schichtdickenmessung erfolgt mit dem Profilometerverfahren. Dabei wird die Oberfläche der Probe mit einer Nadel abgefahren, ähnlich der Nadel beim Grammophon. Die Nadelspitze hat dabei für gewöhnlich einen Radius zwischen  $0,2$  und  $25\ \mu\text{m}$  und wird mit einer Kraft von  $0,1$  bis  $50\ \text{mg}$  beaufschlagt [92, S.577]. Aus der Positionsänderung der Nadel wird das Höhenprofil gebildet. Dafür ist es notwendig, dass eine Höhenstufe vorhanden ist, sei es durch Ätzung oder durch eine Maske, die die Beschichtung in diesem Bereich verhindert. Für die Messung besteht die Einschränkung, dass weiche Materialien zerkratzt werden können und damit die Messungen verfälscht werden. Hinzu kommt das Problem, dass starke Rauigkeit die Erkennung der Stufe erschwert. Vibrationen sind ebenfalls ein großes Problem. In dieser Arbeit wurde das Messgerät Alpha-Step Dektak KAL 600 verwendet, welches die Messung von Stufenhöhen zwischen wenigen nm bis  $1200\ \mu\text{m}$  erlaubt [138].

### 1.7.6 Haftungsmessung

Für die Messung der Schichthaftung in Anlehnung an DIN EN ISO 2409 werden ein Skalpell, ein Lineal sowie Kaptonband und handelsübliches Klebeband (Tesafilm) verwendet. Für den Versuch werden sechs Schnitte, die jeweils  $1\ \text{mm}$  voneinander entfernt sind, gemacht. Da die Schnitte per Hand durchgeführt wurden, konnte ein Abstand von  $1\ \text{mm}$  nicht immer eingehalten werden. Dazu erfolgten sechs weitere Schnitte im rechten Winkel zu den ersten sechs Schnitten, jeweils sechs Mal. Anschließend wurden die Flächen mit den Schnitten mit dem Klebeband überklebt und das Klebeband wurde abgezogen. Es wurden jeweils drei Bereiche mit einem Klebefilm und die anderen drei mit dem anderen Klebefilm bedeckt. Je nachdem, wie viel Material entfernt wird, kann man den Gütegrad der Haftung zwischen dem Substrat und der entstandenen Schicht bewerten. Bleibt alles haften, ist die Schichthaftung sehr gut. Wird alles abgerissen, ist die Schichthaftung sehr schlecht [92, S.774].

Abbildung 1.19 zeigt eine Schicht nach durchgeführtem Gitterschnitttest. Die Schnitte sind sehr gut zu erkennen. Die fehlende Ablösung der Schicht vom Substrat weist auf eine

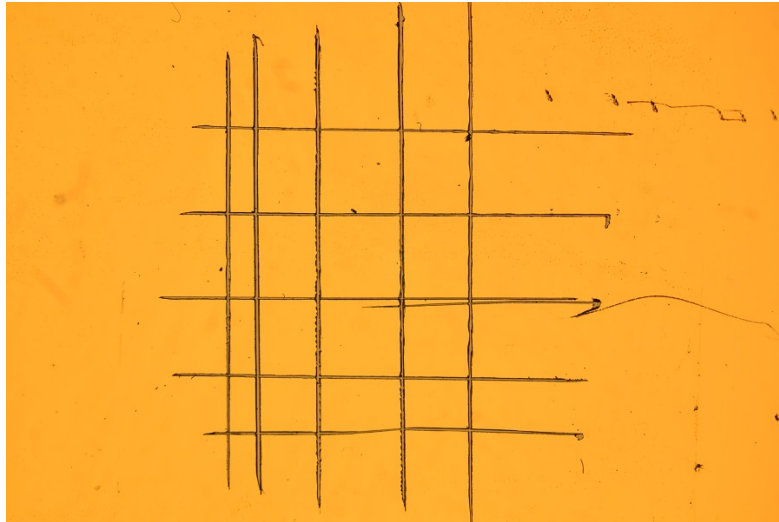


Abbildung 1.19: Aussehen der Proben nach dem Gitterschnitttest.

sehr gute Schichthaftung hin.

### 1.7.7 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Die Energiedispersive Röntgenspektroskopie, englisch Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, kurz EDX, ist ein Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Materialien. Hierbei wird die Probe mit Röntgenstrahlung bestrahlt und die von der Probe ausgehende Röntgenstrahlung wird analysiert. Ausgehend vom Energiespektrum kann auf die Zusammensetzung der Probe geschlossen werden. Dabei ist es auch möglich, sie zu quantifizieren. Das Verfahren ist geeignet für Proben einer Dicke von bis zu 1  $\mu\text{m}$ . Es können alle Elemente von Natrium bis Uran zugeordnet werden, wobei die untere Grenze zwischen 0,1 % und 1 % Anteil liegt [92, S.559 ff.].

### 1.7.8 Röntgendiffraktion

Die Röntgendiffraktion, englisch X-ray Diffraction, kurz XRD, nutzt ebenso wie EDX Röntgenstrahlung. Im Unterschied zur Letztgenannten wird hierbei jedoch die Beugung der Röntgenstrahlung am Gitter untersucht. Über die Abhängigkeit vom Winkel kann auf die Gitterstruktur geschlossen werden. Aus praktischen Gründen werden bevorzugt flache Winkel genutzt [91, S.273f].



# Kapitel 2

## Vorversuche

Im Folgenden werden die Ausgangsversuche beschrieben, die unternommen wurden, um einen Vergleich zwischen unbehandelten Designs, mit Sauerstoffplasma behandelten Proben und neueren Designs mit Zwischenschichten zu ermöglichen. Um einen Vergleich zu bestehenden Designs zu ermöglichen, wird eine Teststruktur hergestellt, mit vergleichbaren Methoden zu bestehenden Implantaten. Des Weiteren ist es das Ziel, die Eigenschaften weicher Implantate zu vergleichen, da bei neueren Designs die Tendenz in Richtung kunststoffbasierter Implantate zu erkennen ist. Damit ist es möglich, das Verhalten weicher Implantate zu simulieren und gleichzeitig Erkenntnisse für künftige Designs zu gewinnen. Die Ausgangsversuche, die einen Vergleich liefern sollen, werden im Folgenden beschrieben. Dazu gehören Messmethoden und die Auswertung der Versuche. Damit werden Kriterien vorgestellt, an denen die nachfolgenden Versuche gemessen werden. Zusätzlich zu Fertigung, Versuchsergebnissen und Schadensbild wird der Vergleich zu Proben mit Sauerstoffplasmabehandlung und Proben aus Parylen gezogen. Bei der Fertigung gab es einen Unterschied zwischen den Proben für die Vorversuche und den Proben für den Hauptversuch. Während die Goldschichten für die Vorversuche mit dem DC-PVD-Verfahren abgeschieden wurden, erfolgte die Abscheidung aller restlichen Schichten mit dem HIPIMS-Verfahren.

Tabelle 2.1: Übersicht über die Proben

Material	Temperatur	O <sub>2</sub> -Behandlung
PI	37 °C	-
PI	57 °C	-
PI	57 °C	1
PI	57 °C	2
PPX-C	-	-
PPX-AF4	-	-

Die einzelnen Probengruppen sind in Tabelle 2.1 aufgelistet. Die ersten beiden wurden für die Bewertung der Lebensdauer verwendet, die zweiten für die Bewertung der verschiedenen Sauerstoffplasmabehandlungen und die letzten zwei für die Bewertung von Parylen-C und

Parylen-AF4.

## 2.1 Messmethode für Langzeitversuche

Als Ausgangsversuch wird der Langzeitversuch mit Proben gemacht, die mit unbehandeltem PI beschichtet wurden. Dazu werden die Teststrukturen kontaktiert, in ein Glas so weit eingebracht, dass der Teil mit den Kontakten sich oberhalb befindet und der Teil mit der Interdigitalstruktur so weit in den Glasbehälter hineinragt, dass er von der Flüssigkeit umgeben ist. Als Flüssigkeit wird die Ringerlösung verwendet. Gleichzeitig wird eine Spannung von 5 V angelegt. Da die beiden Kontakte voneinander isoliert sind, fließt kein Strom, solange keine Flüssigkeit eindringt.

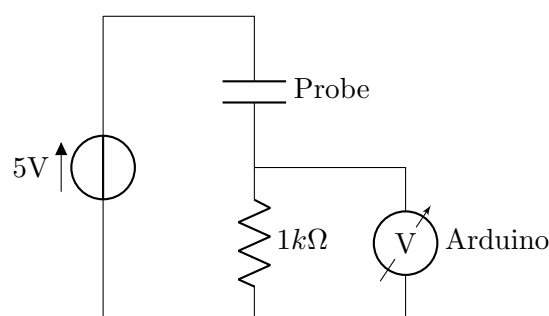


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau der Messung mit Spannungsquelle, Probe, Widerstand und Spannungsmessgerät.

Der schematische Aufbau ist als elektrisches Schaltbild in Abbildung 2.1 zu sehen. Die Probe ist hier dargestellt als ein Kondensator. Angeschlossen ist diese Probe an eine Gleichspannungsquelle. Die Probe ist in Reihe geschaltet mit einem 1-kOhm-Widerstand. Als Messgerät wird ein Arduino Mega verwendet, der den Spannungsabfall über den Widerstand misst.

Der Aufbau mit allen Proben mit Zwischenschichten ist in Abbildung 2.2 zu sehen. Gut zu erkennen sind die Platinen mit den 1-kOhm-Widerständen sowie die Zeilen mit den ausgelesenen Messwerten auf dem Monitor. Neben den oben liegenden Kabeln, die zu den Proben führen, sind auch die mit den Arduinos verbundenen Kabel zu erkennen, die von den Platinen nach unten führen. Um eine Aussage über die Anwendbarkeit der Van't-Hoff-Regel zu treffen, finden die Versuche bei 37 °C und 57 °C statt. Der Einfachheit halber wird die höhere Temperatur mit 57 °C angegeben, da die Temperatur in der Kristallisierschale zwischen 54 °C und 60 °C lag. Damit ist ein Unterschied von 20 °C gegeben. Ausgehend von der Van't-Hoff-Regel ist hier ein Unterschied in der Lebensdauer um den Faktor vier zu erwarten. Unklar ist, inwieweit sich die Streuung mit der Temperatur ändert. Ausgehend von Norm ASTM F 1980 wird erwartet, dass sich die Lebensdauer entsprechend der Van't-Hoff-Regel mit steigender Temperatur verhält. Die Annahme, dass die Lebensdauer bei einem Temperaturanstieg um 10 °C um den Faktor zwei abnimmt, wird hier als üblich beschrieben. Hingegen

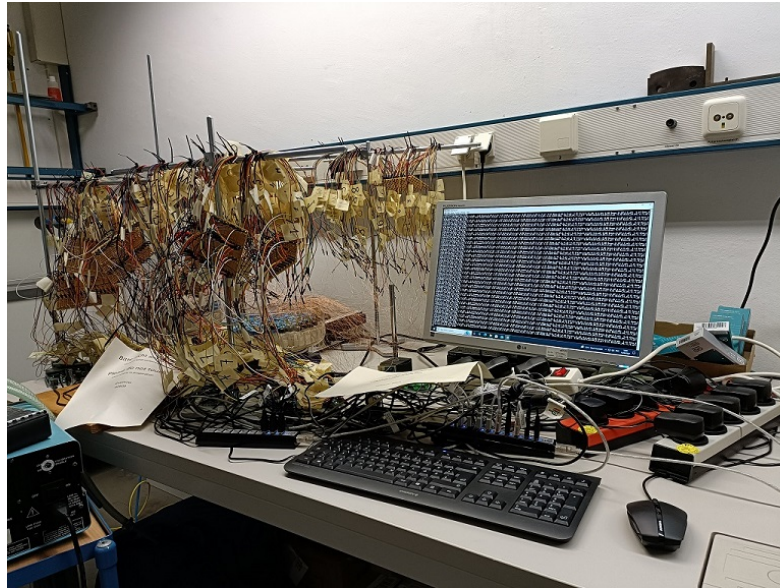


Abbildung 2.2: Aufbau mit allen Proben und ausgelesenen Daten.

wäre ein Faktor von 1,8 konservativ, da man dann annimmt, dass die Lebensdauer bei einem Temperaturanstieg von 10 °C um das 1,8-Fache abnimmt.

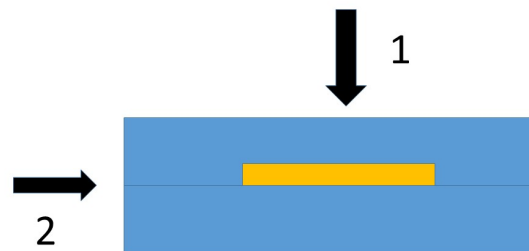


Abbildung 2.3: Stark vereinfachte schematische Abbildung möglicher Fehlerursachen. Eindringen der Flüssigkeit über die Kontaktfläche und durch die isolierende Schicht.

Die möglichen Fehlerursachen sind stark vereinfacht in Abbildung 2.3 dargestellt. Hierbei werden zwei grundsätzliche Fehlerursachen unterschieden, zum einen das Eindringen der Flüssigkeit durch die Polyimidschicht, Nummer 1, und zum anderen das Eindringen über die Kontaktfläche zwischen den Polyimidschichten, Nummer 2. Die möglichen Gründe sind detailliert beschrieben in [79]. Ein Ziel der Vorversuche ist es, herauszufinden, welche Ursache dominiert.

Ausgehend von den Vorversuchen wird entschieden, wie die Zwischenschichten eingebracht werden. Hierbei sind zwei Varianten möglich, die beide in Abbildung 2.4 dargestellt sind: zum einen Variante 1, bei der die Zwischenschicht als weitere Schicht in das Polyimid

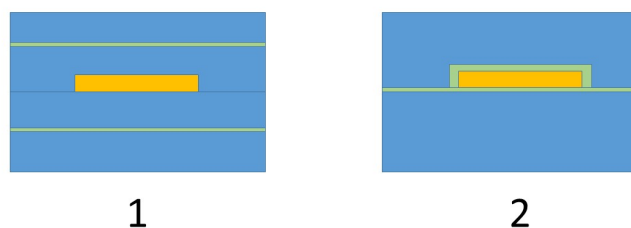


Abbildung 2.4: Zwei mögliche Varianten für Zwischenschichten. Im Fall 1 als Zwischenschicht innerhalb der Polyimidschicht und im Fall 2 als Verkapselung der Goldleiterbahnen.

eingbracht wird, zum anderen Variante 2, bei der eine Verkapselung der Goldleiterbahnen erfolgt. Gleichzeitig besteht eine Haftung zwischen der eingebrachten Schicht und den PI-Schichten anstelle der Haftung über die Kontaktfläche.

## 2.2 Auswertung

Im Folgenden werden die Messmethoden vorgestellt, die genutzt wurden für die Versuchsauswertung. Hier sind insbesondere die Feststellung des Probenversagens und die Auswertung der Lebensdauern von Interesse.

### 2.2.1 Feststellung des Probenversagens

Solange eine Spannung von 0 V gemessen wird, kann davon ausgegangen werden, dass kein Eindringen der Flüssigkeit erfolgt ist. Steigt die Spannung binnen weniger Sekunden auf über 4 V und verbleibt sie auf diesem Niveau, so liegt ein Kurzschluss vor. Die gemessene Spannung variiert dabei nur sehr wenig, wobei es hier Unterschiede in der Abhängigkeit von der Temperatur gibt. Während bei einer Temperatur von 37 °C nur wenig Variation gemessen wurde, gab es bei 57 °C mehr kleine Änderungen der Spannung. Lediglich bei einer Probe erfolgte ein Anstieg der Spannung auf über 3 V mit anschließend starken Schwankungen des Spannungsniveaus und gleichzeitig langsamem Anstieg der Spannung auf über 4 V. Bei allen Proben bis auf eine Ausnahme erfolgte der Kurzschluss durch Eindringen der Flüssigkeit von der Seite aus. In nur einem Fall kam es zum Kurzschluss durch ein Pinhole.

Ein Beispiel für den Spannungsverlauf bei einem Probenversagen ist in Abbildung 2.5 zu sehen. Zu sehen ist, dass vor dem Probenversagen eine Spannung von 0 V gemessen wird. Dann kommt es zu einem Spannungsanstieg auf über 4 V und danach zu einem minimalen Spannungsanstieg. Anschließend verbleibt die gemessene Spannung auf konstantem Niveau.



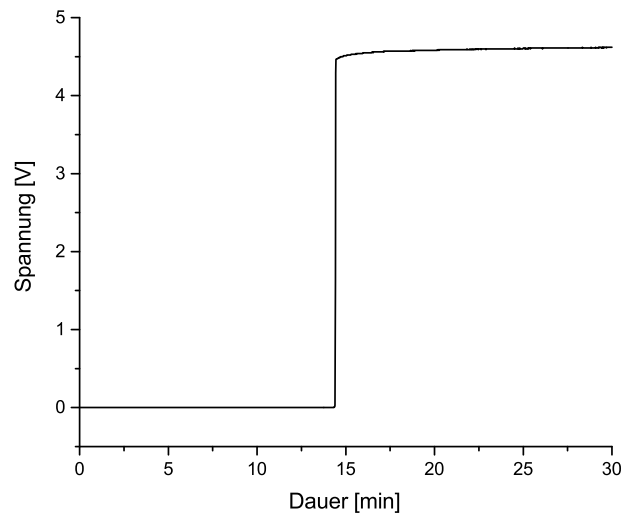


Abbildung 2.5: Zeitlicher Verlauf bei Spannungsanstieg.

### 2.2.2 Auswertung der Lebensdauern

Es wurden die Lebensdauern der Proben bei zwei verschiedenen Temperaturen verglichen. Für die Verteilung bei einer Temperatur wurde jeweils die Weibull-Statistik genutzt. Hierfür wird auf der x-Achse die Versuchsdauer aufgetragen und auf der y-Achse der relative Probenanteil. Dabei wird die Gesamtanzahl an Proben auf 1 normiert. Die Weibull-Statistik wird für die Bewertung von Zuverlässigkeiten und Materialverhalten oder -versagen verwendet und kann auch angewandt werden, wenn die Verteilung nicht vollständig bekannt ist. Das heißt dass man eine Verteilung anwenden kann, obwohl nicht alle Lebensdauern bekannt sind. Ebenfalls ist es möglich diese Verteilung zu nutzen, wenn die Verteilung nicht symmetrisch ist. Für den Vergleich bei beiden Temperaturen untereinander werden der Mittelwert, der Median und der Skalenfaktor verwendet. Der Median und der Skalenfaktor haben den Vorteil, dass sie auch anwendbar sind, wenn am Ende des Versuches nicht alle Proben versagt haben. Der Mittelwert und damit auch die Streuung haben das Problem, dass sie eingeschränkt aussagefähig sind, wenn der Versuch noch nicht abgeschlossen ist. Bei den Versuchen wurde der gleiche Formfaktor erwartet, da eine Änderung des Formfaktors bedeuten würde, dass die Alterung sich mit der Temperatur ändert. Für den Vergleich untereinander wurde die Van't-Hoff-Regel zur Orientierung genutzt. Hier wurde davon ausgegangen, dass ein Temperaturunterschied von 20 °C einen Unterschied in der Lebensdauer um den Faktor vier verursacht. Diese Annahme war grundlegend für die Norm ASTM F 1980. Die Van't-Hoff-Regel beschreibt den Zusammenhang der Zunahme der Reaktionsgeschwindigkeit um den Faktor zwei bei einer Steigerung der Temperatur um 10 °C, bzw. 10 K. Sie hat die, an die Gleichung in der Norm ASTM F 1980 angelehnte, Form  $B = 2^{\frac{\Delta T}{10K}}$ , wobei B der Beschleunigungsfaktor ist.

nigungsfaktor und  $\Delta T$  der Temperaturunterschied sind. Die Arrheniusgleichung wird verwendet für die Bestimmung der Geschwindigkeitskonstante einer Reaktion in Abhängigkeit von der Temperatur. Sie hat die Form  $k = Ae^{-\frac{E_A}{RT}}$  mit  $A$  als Arrhenius Vorfaktor,  $E_A$  als Aktivierungsenergie,  $R$  als universeller Gaskonstante und  $T$  als absoluter Temperatur.

### 2.3 Design der Vergleichsproben

Die im Folgenden vorgestellten Vergleichsproben wurden mit Verfahren hergestellt, wie sie typisch sind für die Herstellung von Neuroimplantaten oder Teststrukturen von Neuroimplantaten. Als Materialien wurden Polyimid, Parylen-C und Parylen-AF4 gewählt. Zusätzlich zu Proben aus Polyimid wurden Sauerstoffplasmabehandlungen der Polyimidschichten, die die Haftung zwischen den Polyimid-Schichten verbessern sollen, durchgeführt. Damit ist der Vergleich sowohl zu bestehenden Neuroimplantaten und Teststrukturen gewährleistet als auch zu möglichen künftigen Implantaten, sollte die Sauerstoffbehandlung sich als erfolgreich erweisen [67]. Die Form besteht aus zwei Elektroden und einer Interdigitalstruktur. Bei Letzterer greifen zwei „Kämme“ ineinander, ohne dass elektrischer Kontakt besteht. Mit dieser Form ist es möglich, festzustellen, wann genau es zum Kurzschluss kommt, da hierfür ein Eindringen der Flüssigkeit notwendig ist.

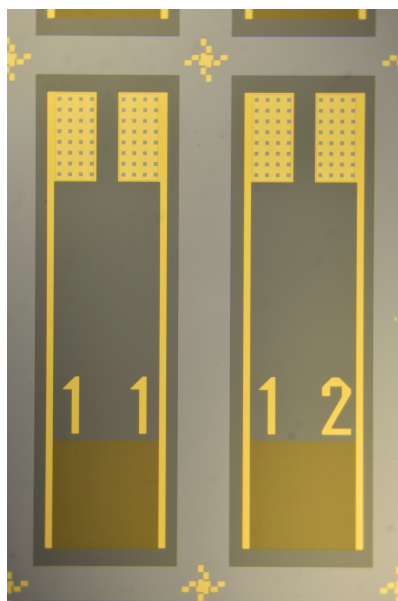


Abbildung 2.6: Fertige Proben.

In Abbildung 2.6 ist eine Teststruktur in Gänze zu sehen. Man sieht oben die Kontaktpads, in der Mitte die Zuleitungen mit den Zahlen, die die jeweilige Probe kennzeichnen, und unten die Interdigitalstruktur (ID-Struktur). Letztere besteht aus zwei Kämmen, die nicht miteinander verbunden sind. Bedingt durch die Auflösung und geringen Vergrößerung der Aufnahme sind die Kämmen jedoch schwer erkennbar. Die einzelnen Elemente der Kämmen sind

jeweils 10  $\mu\text{m}$  breit und haben einen Abstand von jeweils 10  $\mu\text{m}$ . Fertigungsbedingt können die einzelnen Leiterbahnen jedoch auch schmaler sein.

## 2.4 Herstellung der Vergleichsproben

Um eine möglichst große Ähnlichkeit zu bisherigen Proben gewährleisten zu können, wurden die Vergleichsproben aus dem gleichen Material und mit möglichst ähnlichen Fertigungsverfahren, wie bisherige Neuroimplantate, hergestellt. Bei den bisherigen Teststrukturen, die in der Literatur vorkommen, wurde Polyimid oder Parylen-C verwendet. Damit wäre ein Vergleich bestehender Proben zu solchen mit Zwischenschichten möglich.

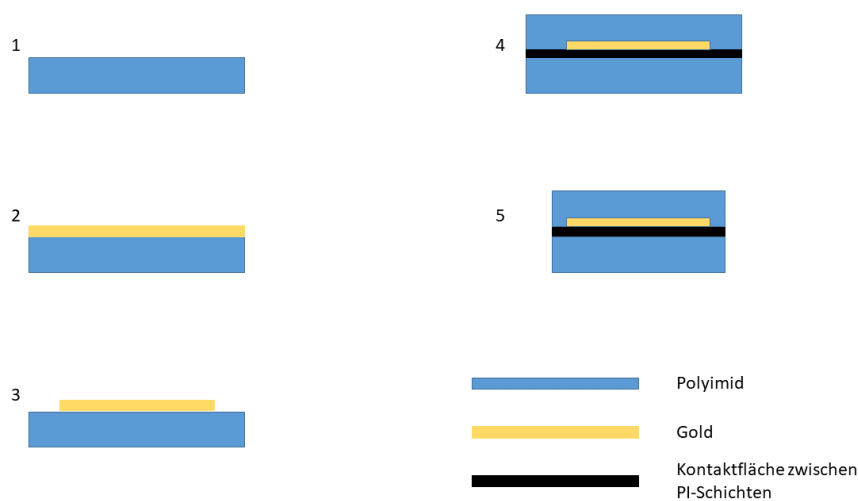


Abbildung 2.7: Herstellung der Proben. Schematische Abbildung.

Die Herstellung wird schematisch dargestellt in Abbildung 2.7 und gliedert sich in folgende Schritte:

1. Abscheidung der ersten PI-Schicht. Ohne Haftvermittler.
2. Abscheidung der Goldschicht
3. Strukturierung der Goldschicht
4. Abscheidung der zweiten PI-Schicht
5. Strukturierung beider PI-Schichten

Sind die Proben hergestellt, können sie entnommen werden, indem sie vorsichtig mit einem Skalpell angehoben und einer Kunststoffpinzette abgehoben werden. Diese Proben entsprechen in etwa dem Aufbau der bestehenden Neuroimplantate. Beim ersten Schritt

wird das Polyimid-Precursor-U-Varnish des Herstellers UBE genutzt. Es wird auf einen 4-Zoll-Wafer gegossen. Anschließend wird der Wafer mit bis zu 3000 Umdrehungen pro Minute 60 Sekunden lang rotiert, damit sich eine gleichmäßig dünne Schicht ergibt. Danach wird der Wafer in einer Vakuum-Hotplate, Modell Unitemp RSS 320 x 160, ausgeheizt. Dafür wird erst die Luft aus dem Rezipienten abgepumpt, bis ein Druck von  $10^{-1}$  mbar erreicht ist. Danach wird die Heizfläche schrittweise auf  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  aufgeheizt. Dieser Schritt nimmt mehrere Stunden ein. Zuletzt wird die Temperatur langsam wieder auf Raumtemperatur abgesenkt. Die einzelnen Schritte sind in Abbildung 2.7 dargestellt. Der Haftvermittler wurde im ersten Schritt nicht verwendet, damit es möglich ist, die Teststrukturen von dem Substrat abzuheben und somit komplett kunststoffbasierte Proben zu verwenden. Die Goldschicht wurde hier mittels des DC-PVD Verfahrens in einer Anlage des Modells LA 440 S des Herstellers Von Ardenne abgeschieden. Es wurde eine 300 nm dicke Schicht abgeschieden. Die Abscheidung erfolgte bei einem Druck von 5 mTorr und 300 W Leistung. Für die Abscheidung einer 100 nm dicken Schicht werden 122 Sekunden benötigt. Für die Strukturierung wird der Wafer mit einer dünnen Lackschicht bedeckt, die im Spin-Coating-Verfahren aufgetragen wird. Als Lack wurde AZ 1518 verwendet. Dieser wird erst getrocknet und anschließend unter einer Maske belichtet und entwickelt. Danach wird das Gold mit Au Etch in den Bereichen entfernt, die nicht vom Lack bedeckt sind. Nachdem die zweite PI-Schicht abgeschieden wurde, wird eine nach dem Ausheizvorgang  $4,7\text{ }\mu\text{m}$  dicke Schicht mit dem Spin-Coating-Verfahren aufgetragen. Diese Lackschicht wird unter Nutzung einer zweiten Maske belichtet und entwickelt. Der Wafer wird nun mit dem RIE-Verfahren geätzt. Bei diesem Prozessschritt wird der Lack AZ 9260 bzw. X10CT genutzt. Hierbei wird ein induktiv gekoppeltes Plasma verwendet, um die nicht bedeckten PI-Schichten zu entfernen. Gleichzeitig wird die Lackschicht angegriffen, was die Betriebsdauer des Prozesses limitiert. Zuletzt wird die verbleibende Lackschicht in einem AZ 100 Remover-Bad chemisch entfernt und der Wafer wird mit deionisiertem Wasser gespült. Nun können die Proben vom Wafer abgehoben werden.

## 2.5 Probenvorbereitung und Einbau

Die hergestellten Proben wurden kontaktiert. Hierfür wurde ein leitfähiger Kleber verwendet, in diesem Fall Elecolit 327. Die Probe wurde mit Drähten kontaktiert, die wiederum mit dem Stromkreis verbunden wurden. Um einen Abriss der Kontakte zu vermeiden, wurden sowohl die gelöteten Kontakte als auch die elektrischen Kontakte an den Pads mit dem Epoxid-Klebers festgeklebt.

Die vorbereitete Probe ist in Abbildung 2.8 zu sehen. Deutlich zu erkennen sind sowohl die Kontakte als auch das sie umgebende Epoxidharz. Zur besseren Handhabung wurde die Probe auf Kaptonband festgeklebt, welches anschließend aufgetrennt wurde. Um eine Ablösung der

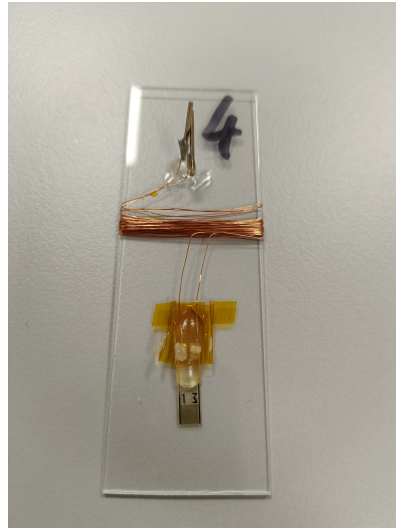


Abbildung 2.8: Kontaktierte Probe. Klar zu erkennen sind die elektrischen Kontakte, die mit Epoxidharz umgeben sind, um eine Loslösung zu vermeiden.

Lötstellen zu vermeiden, wurden die gelöteten Bereiche mit Epoxidharz umgeben. Bei den Pads an der Probe wurde weniger Epoxidharz verwendet als im Bild dargestellt ist, um den Einbau in die Fläschchen zu ermöglichen. Bei den Fläschchen wurden die Deckel aufgefräst und die Gummidichtung wurde mit einem Skalpell aufgeschnitten. Anschließend wurden die Proben in die aufgefrästen Deckel so eingebracht, dass sie von der Gummidichtung in Position gehalten wurden. Danach wurden sie in dieser Position mit Epoxidharz festgeklebt. Die Glasfläschchen wurden kurz vor Versuchsbeginn mit Ringerlösung befüllt. Die Proben wurden mittels Pinzetten eingesetzt.

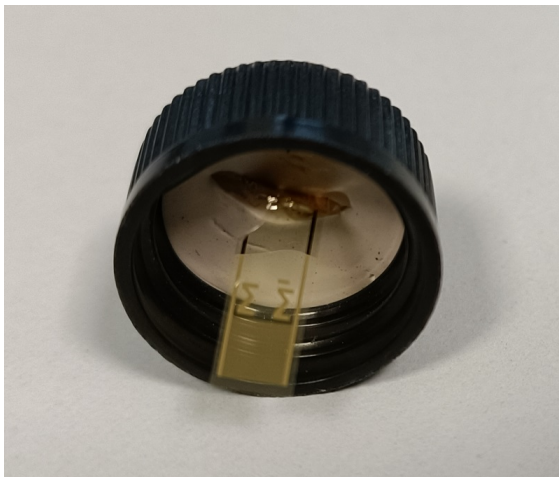


Abbildung 2.9: Ansicht des Deckels von innen mit der eingebrachten Probe.



Abbildung 2.10: Behälter mit eingebrachter Probe von außen.

Abbildung 2.9 zeigt eine Probe nach dem Einbau in eines der Fläschchen. Sie ist weit genug eingebracht, um die Interdigitalstruktur in die Flüssigkeit einzubringen und gleichzei-

tig noch einen mit Luft gefüllten Raum zwischen Deckel und Flüssigkeit zu lassen. Aus den Fläschchen schauen nur die Kontaktpads und die Drähte, zu sehen in Abbildung 2.10, hier jedoch mit durchtrennten Drähten. Die Beschriftung wurde mit Tesafilm überklebt, um die Lesbarkeit auch nach dem Versuch sicherzustellen, da sie vom Polyethylenglycol aufgelöst wird. Um die Wärmeeinleitung zu verbessern, wurden die Fläschchen in eine Kristallisierschale gestellt, die mit Polyethylenglycol PEG 400 gefüllt war. Damit gelang es auch, eine Verdampfung über die Zeit zu vermeiden.

## 2.6 Lebensdauern der Proben

Im Folgenden werden die Lebensdauern der Proben beschrieben und die Lebensdauern in Abhängigkeit von der Temperatur gegenübergestellt. Letzteres ermöglicht es, zu überprüfen, inwieweit die Van't-Hoff-Regel übertragbar ist. Die Auswertung bei den jeweiligen Temperaturen beinhaltet die Bestimmung und die Einschätzung der jeweiligen statistischen Parameter. Eine Einschränkung, die die Analyse der Lebensdauern jedoch betrifft, ist, dass beide Stichproben rechtszensiert sind. Das heißt die Versuchsdauer war kürzer als die Lebensdauer der langlebigsten Proben, was dazu geführt hat, dass die statistischen Werte wie Mittelwert und Streuung kleiner sind, als sie wären, hätte der Versuch länger gedauert. Wenngleich dieses Problem auch die Weibull-Verteilung betrifft, so ist dieses Problem hinreichend bekannt, in der Literatur beschrieben und konnte bei der Auswertung berücksichtigt werden. Ausgehend von den Versuchen von [67] wurden Lebensdauern in der Größenordnung von wenigen Tagen erwartet. Für Proben mit einer Sauerstoffplasmabehandlung wurde eine längere Lebensdauer von einigen Wochen erwartet. Im Unterschied zu [67] jedoch wurde hier keine Beanspruchung mit Ultraschall durchgeführt und die Temperaturen waren mit 37 °C und 57 °C niedriger.

### 2.6.1 Lebensdauer bei 37 °C

Es wurden deutlich größere Lebensdauern erreicht, als aus den Versuchen in [67] erwartet wurde. Der Versuch dauerte insgesamt 458 Tage und wurde dann beendet, um den Hauptversuch noch durchführen zu können. Am Ende des Versuches waren noch drei Proben von 16 unbeschadet. Der Versuch ist damit rechtszensiert. Der Median der Lebensdauer beträgt 363 Tage. Der Mittelwert und die Streuung liegen bei jeweils 355 und 91,7 Tagen, wären jedoch größer, dauerte der Versuch etwas länger. Der Standardfehler liegt bei 25,4 Tagen.

In Abbildung 2.11 sehen wir den relativen Anteil an ausgefallenen Proben über die Zeit. Man sieht deutlich, dass 152 Tage bis zum ersten Probenversagen vergehen. Kurze Zeit später kommt es zu einem zweiten Probenversagen. Nun erfolgt das Probenversagen sehr regelmäßig mit etwa einer Probe alle zwei Wochen. Zum Schluss stieg der zeitliche Abstand

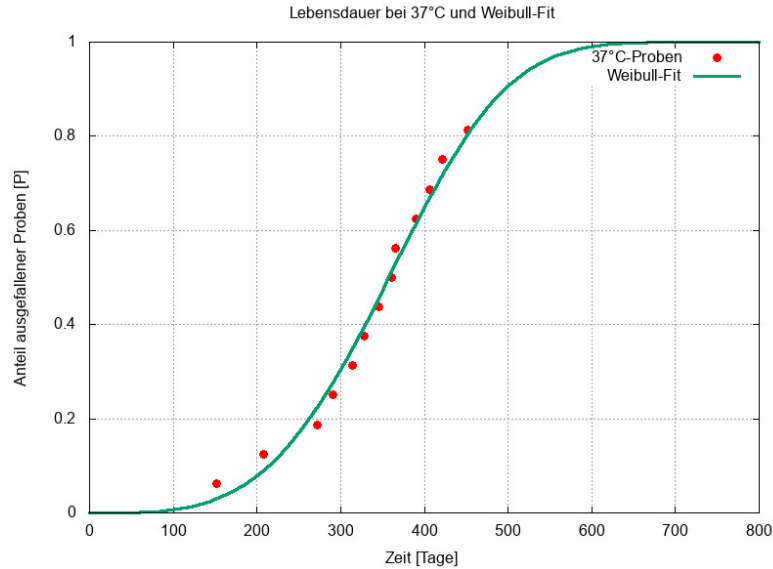


Abbildung 2.11: Lebensdauern der Proben über die Zeit bei 37°C.

an. Der Versuch wurde beendet, als noch intakte Proben vorhanden waren. Drei der 16 Proben waren bis zum Ende funktionsfähig. Im Zeitraum zwischen der Probenentnahme und der Untersuchung ist eine weitere Probe zu Bruch gegangen. Sie bestätigt damit die Erwartung.

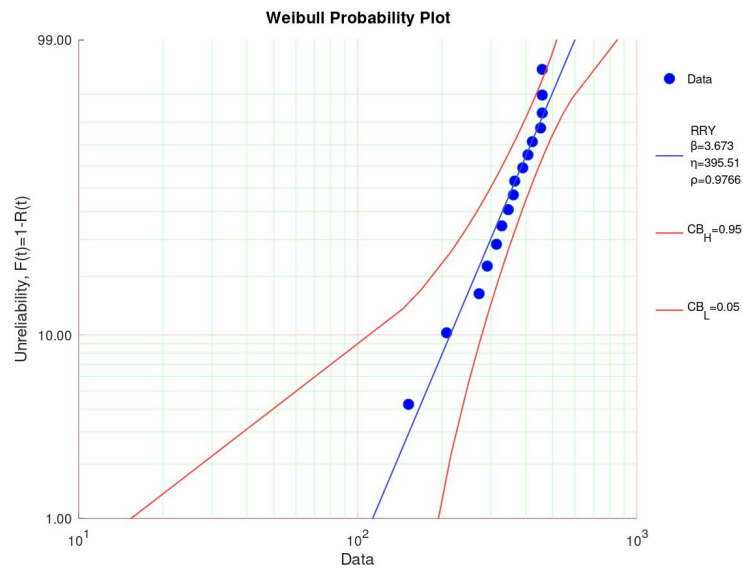


Abbildung 2.12: Weibull-Plot mit Parametern und Konfidenzintervallen bei 37°C.

Der Weibull-Plot mit den Lebensdauern und jeweiligen Parametern ist zu sehen in Abbildung 2.12. Es fällt auf, dass die Punkte sehr nah an der Geraden liegen und keine der gemessenen Lebensdauern außerhalb des 95 %-Konfidenzintervalls fällt. Lediglich ein Punkt liegt außerhalb des Intervalls. Dieser gehört jedoch zu einer der drei Proben, die zum Versuchsende noch intakt waren. Die Beschreibung ist sehr genau, was man am  $\rho$  Wert von

0,9766 sieht. Die Güte der Annäherung fällt ebenso deutlich im Diagramm 2.11 auf, wo der Fit grün dargestellt ist. Alle Punkte liegen sehr nah an dem Fit. Der Formfaktor der Weibull-Verteilung liegt bei 3,673, was auf eine Alterung der Proben hinweist. Der Skalenfaktor liegt bei 395,51 Tagen und ist damit größer als Median und Mittelwert. Insgesamt fallen die gute Übereinstimmung zwischen Proben und Fit sowie die regelmäßigen Zeiträume zwischen Versagenszeitpunkten in der Mitte auf.

### 2.6.2 Lebensdauer bei 57 °C

Dieser Versuch dauerte mit 423 Tagen jedoch etwas kürzer als der Versuch bei 37 °C, bedingt durch den etwas späteren Beginn und das gleichzeitige Ende. Die Dauer des Versuches war auch hier länger als erwartet.

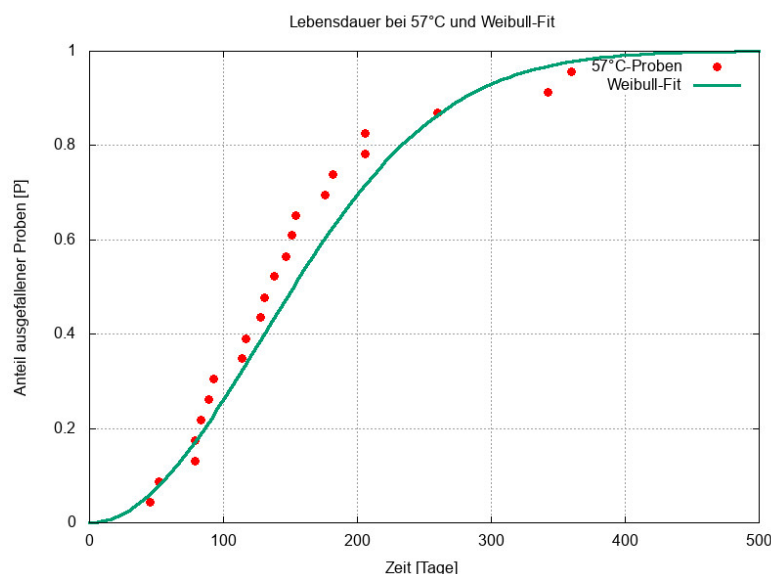


Abbildung 2.13: Lebensdauern der Proben über Zeit bei 57 °C.

In Abbildung 2.13 sehen wir den relativen Anteil an nicht mehr intakten Proben über die Zeit. Vom Versuchsbeginn vergehen 45 Tage bis zum ersten Probenversagen. Kurze Zeit später kommt es zu einem zweiten Probenversagen. Nun erfolgt das Probenversagen sehr regelmäßig mit etwa einer Probe die Woche. Zum Schluss stieg der zeitliche Abstand teils sehr deutlich an. Der Versuch wurde beendet, bevor alle Proben ausgefallen waren. Der Versuch ist somit rechtszensiert. Eine der 23 Proben war bis zum Ende funktionsfähig. Die durchschnittliche Lebensdauer beträgt 163 Tage. Der Wert ist jedoch mit Ungenauigkeiten verbunden, da zum Versuchsende eine Probe noch intakt war. Der Median liegt bei 138 Tagen. Die Streuung beträgt 99,3 Tage, bei einem Standardfehler von 21,2 Tagen. Ginge der Versuch noch länger, so wären auch hier größere Werte zu erwarten.

Die Lebensdauern wurden mit der Weibull-Verteilung angenähert. Das ist in Abbildung 2.14 zu sehen. Auch hier liegen alle Punkte im 95 % -Rahmen. Die Beschreibung ist sehr ge-



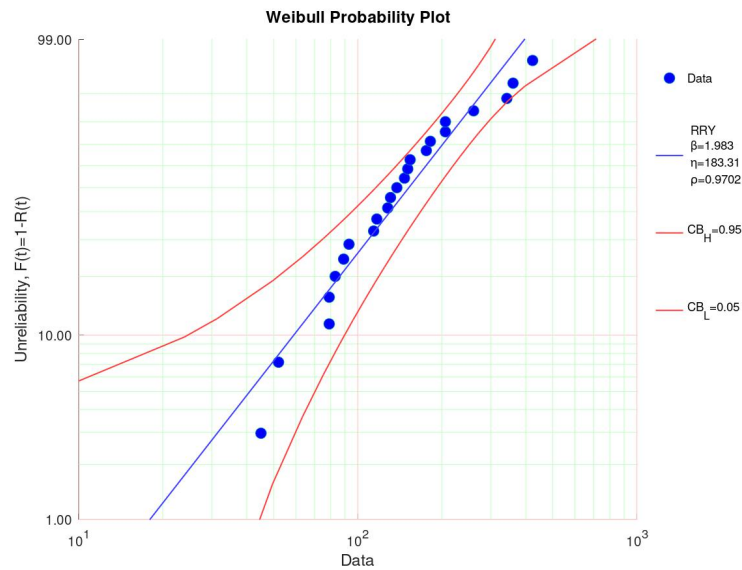


Abbildung 2.14: Weibull-Plot mit Parametern und Konfidenzintervallen, bei 57 °C.

nau, was man am  $\rho$  Wert von 0,9702 sieht. Die Güte der Annäherung sieht man im Diagramm 2.13, allerdings fällt auf, dass es insbesondere ab der Hälfte der Proben, die versagt haben, zu immer größeren Diskrepanzen zwischen Proben und Fit kommt. Während der Fit bis 0,8 größtenteils zu weit rechts liegt, führen langlebigere Proben dazu, dass der Fit auch hier die Ergebnisse nicht genau genug beschreibt. Durch die auffällig langlebigen Proben ist der Fit in der zweiten Hälfte nicht genau genug, da er einerseits zu Beginn zu lange Lebenszeiten vorhersagt und zum anderen zu kurze Lebenszeiten für die besonders langlebigen Proben vorhersagt. Der Formfaktor der Weibull-Verteilung liegt bei 1,983, was auf eine Alterung der Proben hinweist. Der Skalenfaktor liegt bei 183,31 Tagen.

### 2.6.3 Gegenüberstellung der Ergebnisse bei 37 °C und 57 °C

Wie erwartet führt die Steigerung der Temperatur zu einer niedrigeren Lebensdauer der Proben. Die von der Van't-Hoff-Regel ausgehende Erwartung, dass die Lebensdauer um den Faktor 4 abnimmt, mit einer Temperatursteigerung von 20 °C, konnte nicht erfüllt werden. Zusätzlich kommen Unterschiede hinzu, je nachdem, ob man von Median, Mittelwert oder Skalenfaktor ausgeht. Annahmen zur erwarteten Lebensdauer auf Grundlage der Van't-Hoff-Regel könnten zu übertrieben optimistischen Erwartungen führen.

Tabelle 2.2: Statistische Daten. Dauer jeweils in Tagen.

	57 °C	37 °C	Unterschied
Median	138	363	2,63
Mittelwert	163	355	2,175
Streuung	99,3	91,7	0,923
Standardfehler	21,2	25,4	

Der Median zeigt einen Unterschied von 2,63. Der Mittelwert ist um einen Faktor von 2,175 größer. Die Streuung unterscheidet sich nur minimal, ist bei 57 °C jedoch größer. Der Mittelwert, die Streuung und der Standardfehler sind nur eingeschränkt aussagekräftig, da der Versuch abgebrochen wurde, als noch mehrere Proben intakt waren. Nimmt man den Standardfehler hinzu, kommt trotzdem keine vierfach längere Lebensdauer zustande. Es fällt auf, dass der Median bei 37 °C größer ist als der Mittelwert, während das Verhältnis bei 57 °C umgekehrt ist.

Tabelle 2.3: Weibull-Parameter für beide Temperaturen. Die zugehörige Dauer des jeweiligen Skalenfaktors in Tagen.

	57 °C	37 °C	Unterschied
Skalenfaktor	183,31	395,51	2,16
Formfaktor	1,983	3,673	1,85

Deutliche Unterschiede in Form- und Skalenparameter sind klar erkennbar. Der Skalenfaktor ist um 2,16-mal größer bei einer Temperatur von 37 °C als bei 57 °C, deutlich weniger als der erwartete Faktor 4. Überraschend ist der unterschiedliche Formfaktor. Der Formfaktor bei 37 °C ist 1,85-mal größer, was auf größere Alterung und damit auf eingeschränkte Übertragbarkeit der Ergebnisse beschleunigter Alterungstests hinweist. Wir sehen deutlich, dass der Unterschied in der mittleren Lebensdauer, dem Median sowie zwischen den beiden Weibull-Parametern kleiner als der Wert ist, den man von der Van't-Hoff-Regel her erwarten würden. Es wurde ein Unterschied um den Faktor vier erwartet, jedoch liegen die Parameter näher an 2, mit deutlichen Unterschieden untereinander. Insgesamt fällt auf, dass die Ergebnisse, die sich auf die Van't-Hoff-Regel stützen, deutlich zu optimistische Ergebnisse erwarten lassen. Ein Wert von 1,47 bei 10 °C Temperaturdifferenz beschreibt den Unterschied genauer. Neben dem Unterschied im Skalenfaktor sieht man noch einen unterschiedlichen Formfaktor. Dies weist auf Unterschiede in der Fehlerursache hin. Während dieser Faktor bei 57 °C noch 1,983 beträgt, liegt er bei 37 °C bei 3,673. Insgesamt sieht man daran aber auch, dass der Anstieg bei 57 °C wesentlich steiler verläuft. Ebenfalls weist dies auf zunehmende Alterung der Proben hin. Hier unterscheiden sich die beiden Formfaktoren um einen Faktor von 1,85.

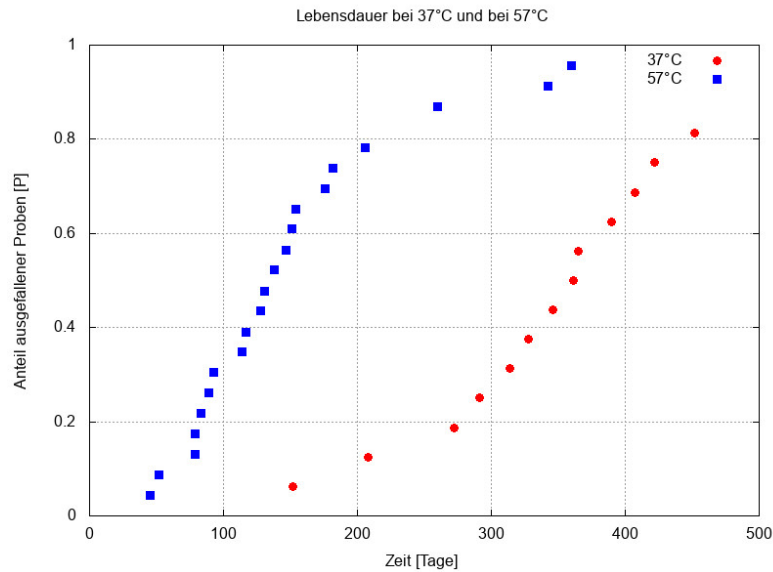


Abbildung 2.15: Gegenüberstellung beider Lebensdauern.

Die Lebensdauern der Proben sind in Abbildung 2.15 dargestellt. Deutlich zu erkennen sind die Ähnlichkeiten und Unterschiede beider Verläufe: anfangs kein Probenversagen, gefolgt von sehr regelmäßigem Probenversagen, endend mit längeren Zeiten zwischen den Versagenszeitpunkten. Der Zeitraum, bei dem es zu regelmäßigem Probenversagen kommt, ist sichtlich kürzer bei 57 °C. Dies steht in einem Widerspruch zu dem geringeren Formfaktor bei 57 °C, der für einen flacheren Verlauf spricht.

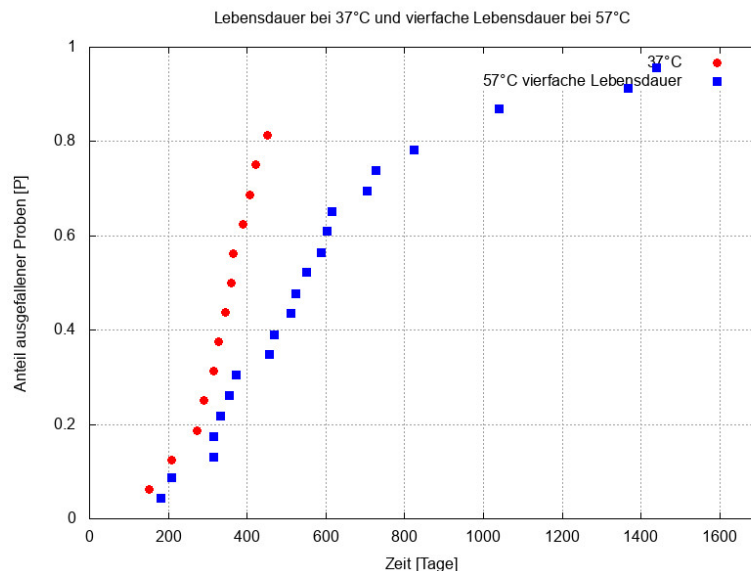


Abbildung 2.16: Gegenüberstellung mit vierfach verlängerter Lebensdauer der Proben bei 57 °C zu Probenlebensdauern bei 37 °C.

Abbildung 2.16 zeigt die Lebensdauern für beide Versuche, wobei die Lebensdauern bei 57 °C um den Faktor 4 vergrößert wurden. Man sieht sehr deutlich, dass die ersten 40 %

sich gut mit der Van't-Hoff-Regel decken, während der Abstand danach deutlich zunimmt, bedingt durch die langen Lebensdauern der Proben bei 57 °C.

#### 2.6.4 Übertragbarkeit der Ergebnisse der Lebensdauerexperimente

Die Verschiebung der Lebensdauern zu kürzeren Zeiträumen bei steigender Temperatur ist deutlich zu erkennen, jedoch ist insgesamt zu sagen, dass die Annahme der Van't-Hoff-Regel, wonach 10 °C Unterschied zu einer Beschleunigung um den Faktor 2 führen, zu unnötig optimistischen Ergebnissen führt. Viel besser ist ein Faktor von 1,47 geeignet, da das beschleunigte Altern eher eine Verdoppelung hervorruft als eine Vervielfachung. Die Nutzung der Weibull-Statistik ist hier sehr sinnvoll, da die Verteilung einerseits nicht symmetrisch ist, andererseits so ein Mittel zur Hand steht, dass es ermöglicht, nicht vollständige Probensätze zu vergleichen.

### 2.7 Schadensbild

In allen Fällen bis auf einen lag ein ähnliches Schadensbild vor. Lediglich das Ausmaß unterschied sich. Es kommt zum Eindringen der Flüssigkeit von der Seite und infolgedessen zu einem Kurzschluss sowie in vielen Fällen zur Delamination und Loslösung der einzelnen Leiterbahnen vom Substrat. Die Flüssigkeit kann sowohl in einem kleinen Bereich eingedrungen sein als auch sich in einem großen Bereich ausgebreitet haben. Es konnte kein Zusammenhang zwischen der durch die Flüssigkeit eingenommenen Fläche und der Zeit zwischen Kurzschluss und damit Eindringen und Entnahme der Probe festgestellt werden. Lediglich in einem Fall ist ein Pinhole in der PI-Schicht die Quelle für das Probenversagen gewesen.

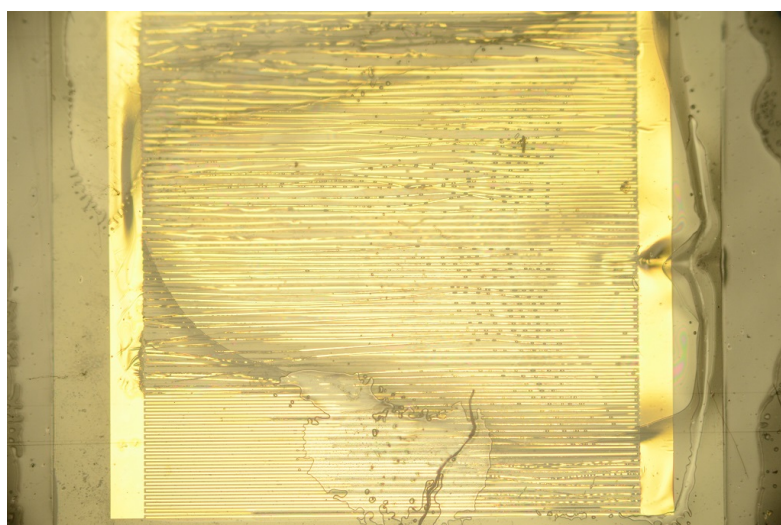


Abbildung 2.17: Probe mit typischem Schadensbild.

Eine Probe im Nach-Versuchszustand ist im Bild 2.17 zu sehen. Hier sieht man deutlich

die entstandenen Schäden. Die Delamination der einzelnen Leiterbahnen und die fortschreitende Zerstörung, die jeweils von einer Seite aus losgeht, ist klar erkennbar.

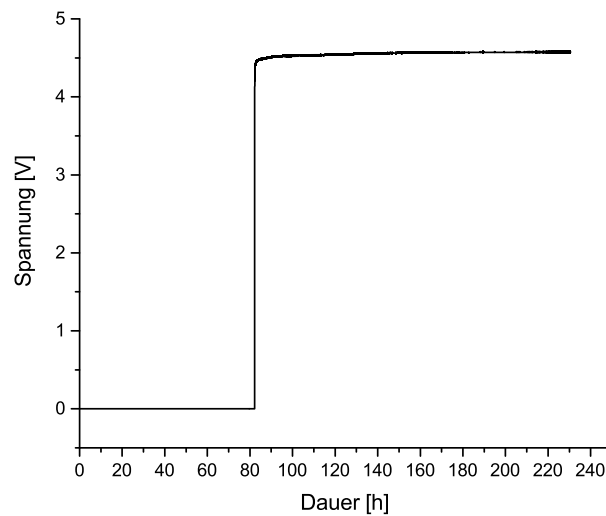


Abbildung 2.18: Typischer zeitlicher Verlauf bei einem Probenversagen.

Der Schadensfall tritt auf, wenn der Strom spontan von 0 V auf über 4 V ansteigt. Das sieht man deutlich in Abbildung 2.18. Hier kommt es zum Probenversagen und die gemessene Spannung steigt plötzlich an. Ist ein Spannungsniveau von über 4 V erreicht, folgt ein langsamer Anstieg und anschließend ein Verbleib auf dem erhöhten Spannungsniveau. In einzelnen Fällen war das Eindringen der Flüssigkeit im Spannungsverlauf zu erkennen. Dabei erfolgte über wenige Sekunden ein sich beschleunigender Spannungsanstieg von 0 V auf eine minimal erhöhte Spannung um anschließend abrupt auf über 4 V zu steigen und dort nur noch minimal zuzunehmen, bis ein konstantes Niveau erreicht war.

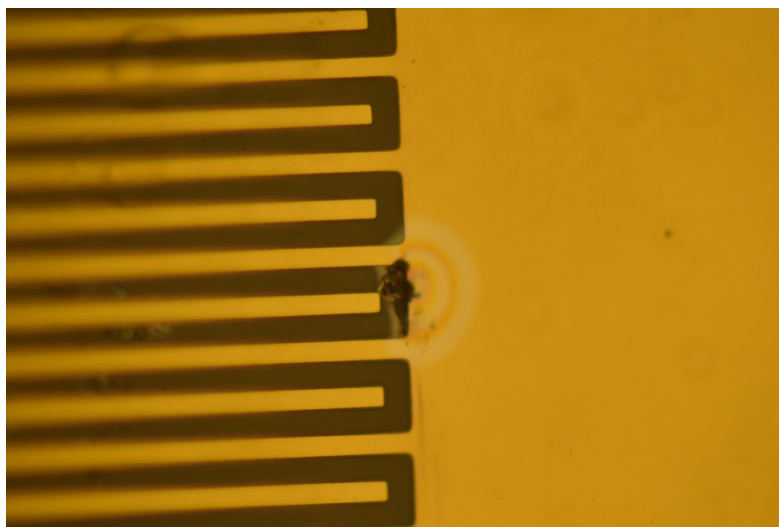


Abbildung 2.19: Probe mit Schaden durch ein Pinhole.

Der Fall, in dem ein Pinhole zum Versagen geführt hat, ist in Abbildung 2.19 zu sehen. Man sieht sehr deutlich, dass die Schäden von einer Stelle ausgehen und dass es an der Stelle zum Durchbruch kam. Die Stelle ist insgesamt sehr eingeschränkt und es fällt weiterhin auf, dass es kaum zu Delamination und weitergehender Ausbreitung der Flüssigkeit zwischen den PI-Schichtend der Probe gekommen ist.

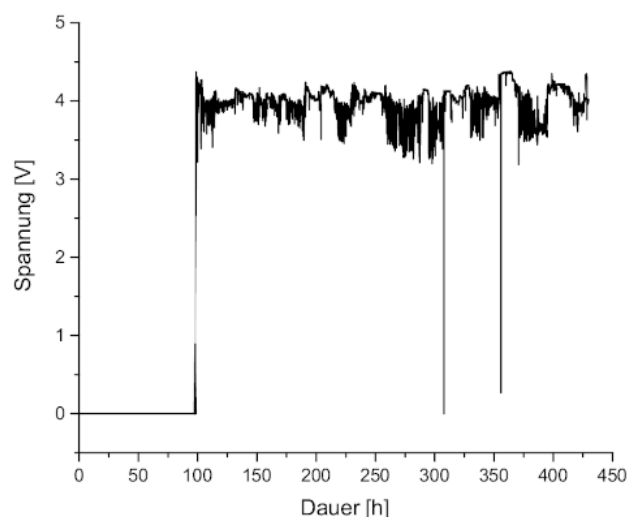


Abbildung 2.20: Spannungsverlauf infolge des Schadens durch ein Pinhole.

Auffällig ist an dieser Probe auch der Spannungsverlauf, zu sehen in Abbildung 2.20. Man sieht hier sehr deutlich ein erstmaliges Ansteigen auf über 4 V, gefolgt von starken Schwankungen um 4 V. Durch diesen Verlauf unterscheidet sich diese Probe von den anderen. Das niedrigere Spannungsniveau, verglichen mit dem Verlauf in Abbildung 2.18, weist auf einen höheren Widerstand in diesem Bereich hin. Dies dürfte auf den sehr eingeschränkten Bereich zurückzuführen sein, in dem es zum elektrischen Kontakt kommt. Insgesamt dominiert der Fehlerfall 2 aus Abbildung 2.3

## 2.8 Vergleichsproben mit Sauerstoffplasmavorbehandlung

Aufgrund vielversprechender Versuche von Schander [67] wurde entschieden mehrere Proben herzustellen, bei denen eine Sauerstoffplasmabehandlung die PI-Oberfläche vor dem Auftrag der zweiten PI-Schicht aufraut. Diese Aufrauung hat zum Zweck, die Haftung zu verbessern. Die Versuche fanden bei einer Temperatur von 57 °C statt, um eine beschleunigte Alterung zu simulieren und brauchbare Ergebnisse in realistischen Zeiträumen zu finden. Von Interesse ist bei diesen Proben, wie sich Mittelwert, Median, Streuung der Lebensdauer sowie Form- und Skalenfaktor ändern. Es werden zwei verschiedene Sauerstoffplasmabehandlungen durchgeführt. Bei [67] hat sich gezeigt, dass unterschiedliche Vorbehandlungen unterschied-

liche Ergebnisse haben. Bedingt durch die langen Lebensdauern der Proben und damit dem Fehlen aussagekräftiger Daten zur Lebensdauer der Implantate ist es nicht sinnvoll, eine statistische Auswertung durchzuführen. Es kann lediglich gesagt werden, dass die Lebensdauer deutlich größer ist als bei Proben ohne Sauerstoffplasmabehandlung.

### 2.8.1 Herstellung der Vergleichsproben mit Sauerstoffplasmabehandlung

Der Herstellungsprozess für diese Proben unterscheidet sich vom vorhergehenden Prozess dadurch, dass nun die erste PI-Schicht mittels eines Sauerstoffplasmas behandelt wird, um eine bessere Haftung zwischen der ersten und der zweiten PI-Schicht zu erreichen. Dies erfolgt nach der Goldstrukturierung und vor dem Auftrag der zweiten PI-Schicht. Die einzelnen Prozessschritte sind im Folgenden aufgeführt.

1. Abscheidung der ersten PI-Schicht. Ohne Haftvermittler.
2. Abscheidung der Goldschicht
3. Strukturierung der Goldschicht
4. Sauerstoffplasmabehandlung
5. Abscheidung der zweiten PI-Schicht
6. Strukturierung beider PI-Schichten

Da sich dieser Prozess vom vorherigen lediglich durch Prozesspunkt 4 „Plasmabehandlung“ unterscheidet, wird nur auf diesen hier eingegangen. Die Behandlung erfolgt in einer Anlage, bei der die Leistung induktiv in das Sauerstoffplasma eingekoppelt wird. Die verwendete Anlage war die PC340. Bei einem Wafer wurde eine Leistung von 50 W über eine Zeit von 1 Minute eingebracht, im Folgenden Methode 1 genannt, und beim zweiten Wafer eine Leistung von 40 W über 3 Minuten, im Folgenden Methode 2 genannt. Dieser Ansatz erlaubt es, an erfolgreiche Versuche aus [67] anzuschließen und Vergleiche zu bestehenden Designs ohne Sauerstoffplasmabehandlung und Designs mit Zwischenschichten sowie Vergleiche untereinander zu ziehen.

Abbildung 2.21 zeigt eine solche Probe, aufgeschnitten mittels Focused Ion Beam (FIB) und betrachtet im Elektronenmikroskop. Man sieht deutlich die Stufe, die sich durch die Behandlung mit dem Sauerstoffplasma ergeben hat. Daneben ist die Goldstruktur klar zu erkennen. Die Zwischenfläche zwischen den PI-Schichten ist als helles Band zu erkennen und verläuft 182 nm unterhalb der ursprünglichen Oberfläche, deren Niveau an der unteren Kante des Goldes erkennbar ist.

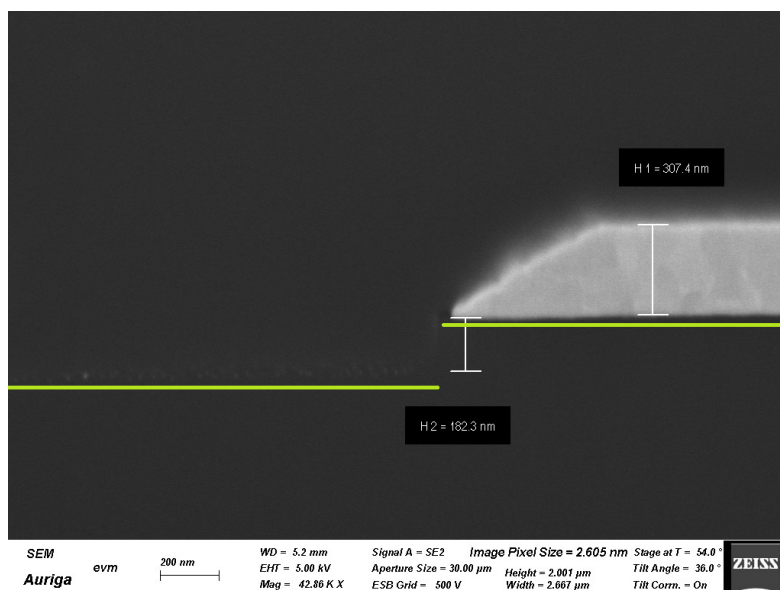


Abbildung 2.21: FIB-Schnitt durch Probe mit Plasmabehandlung mit 40 W über 3 Minuten. Die grüne Linie wurde hinzugefügt, um den Verlauf der unteren PI-Lage zu veranschaulichen.

## 2.8.2 Lebensdauern

Es sind insgesamt 32 Proben getestet worden, jeweils 16 Proben pro Behandlungsart. Nur bei einer der Behandlungsarten sind Versagensfälle aufgetreten. Es fällt jedoch deutlich auf, dass der Beginn der Versagensfälle deutlich nach rechts verschoben ist und die Proben damit deutlich länger halten. Ebenso fällt der zeitliche Abstand zwischen dem ersten und dem zweiten Probenversagen auf. Anschließend erfolgt in regelmäßigen Abständen das Versagen von Proben. In dieser Hinsicht ähnelt es dem Verhalten der ursprünglichen Proben.

### Methode 1 (50 W 1 Minute)

Das Verhalten ähnelt damit dem Verhalten der unbehandelten Proben. Der erste Spannungsanstieg wird nach 66 Tagen gemessen, die zweite Probe nach 164 Tagen gefolgt von zwei weiteren in einem Abstand von ca. 30 Tagen. Um festzustellen, ob auch diese Probenstatistik mit der Weibull-Verteilung beschrieben werden kann, wäre ein deutlich längerer Versuch vonnöten. Es bestehen jedoch Ähnlichkeiten zu den Probenlebensdauern ohne Vorbehandlung, insofern, als zu Beginn längere Zeit alle Proben intakt sind, dann die ersten Versagensereignisse gemessen werden, gefolgt von regelmäßigen Spannungsanstiegen.

In Abbildung 2.22 sind die 4 Versagensfälle dargestellt, mit Gegenüberstellung zu Proben ohne Plasmabehandlung bei gleicher Temperatur. Man erkennt das bisherige Verhalten in Ansätzen wieder, während es deutlich länger dauert, bis es zum Versagen der ersten Probe kommt. Danach kommt es vermehrt zu Versagensfällen. Insgesamt ist das Verhalten sehr ähnlich zu dem von unbehandelten Proben.



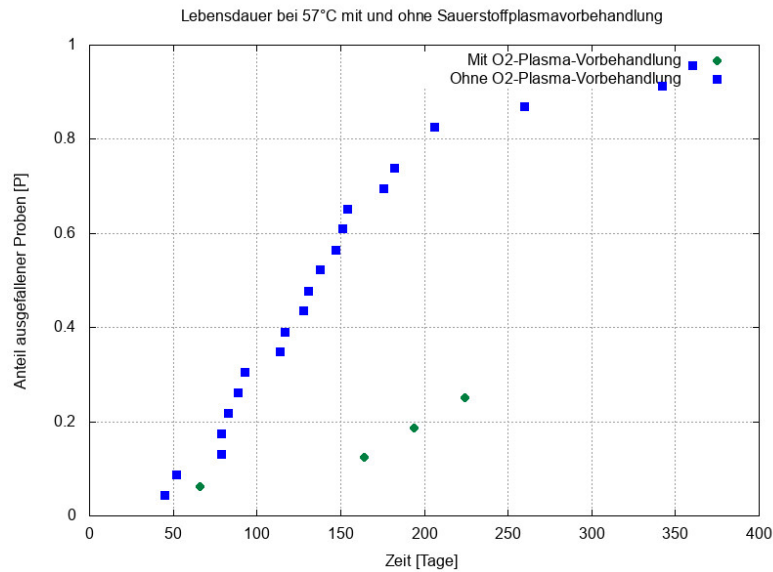


Abbildung 2.22: Lebensdauern der Proben über die Zeit mit Sauerstoffplasmavorbehandlung. Gegenüberstellung zu Vergleichsproben. Beide Versuche erfolgten bei 57 °C.

### Methode 2 (40 W 3 Minuten)

Über eine Versuchsdauer von über 200 Tagen ist es zu keinem Fall von Probenversagen gekommen. Ebenso konnte kein Probenversagen nach Betrachtung im Mikroskop festgestellt werden. Längere Versuche sind notwendig, um die Lebensdauer zu ermitteln.

### 2.8.3 Schadensbild

Hierfür konnte nur eine Probe mit einer Behandlungsmethode genommen werden, da es bei der anderen keine Schäden gab. Man sieht hier deutlich, dass der gleiche Schaden auftritt wie bei den Proben ohne Plasmavorbehandlung. Es kommt auch hier zum Eindringen der Flüssigkeit von der Seite, gefolgt von der Auflösung der Goldschichten und der Delamination des Goldes von den PI-Schichten, mit anschließender Versetzung der Leiterbahnen aus ihren bisherigen Positionen heraus. Neben der Delamination einzelner Leiterbahnen fällt auch die Delamination der Schichten voneinander auf.

Abbildung 2.23 zeigt die auftretenden Schäden an einer Probe mit einer Vorbehandlung mit einem O<sub>2</sub>-Plasma, die eine Minute lang bei 50 W Leistung erfolgte. Deutlich erkennbar ist der Bereich, in dem es zum Kurzschluss und zu der darauffolgenden Auflösung der Leiterbahnen kommt. Wie auch bei nahezu allen anderen Proben ist dieser Bereich an der Seite.



Abbildung 2.23: Probe mit Sauerstoffplasmavorbehandlung, bei der es zum Probenversagen kam. Der aufgetretene Schaden ist vergleichbar mit den Schäden bei den Proben ohne Vorbehandlung.

#### 2.8.4 Zusammenfassung

Die Entscheidung, die Weibull-Statistik zu nutzen, hat sich bewährt. Damit ist deutlich besser zu erkennen, wann wie viele Proben versagen, als wenn nur Mittelwert und Extrema betrachtet werden. Dies ist auch der große Vorteil der graphischen Auftragung. Die Lebensdauerverteilung der Proben lässt sich mit der Weibull-Verteilung beschreiben. Die Nutzung der Weibull-Verteilung hat gegenüber der Standardverteilung den Vorteil, dass es nun auch möglich ist, Verteilungen zu beschreiben, die nicht symmetrisch sind, d.h., wenn nach Überschreitung des Medianwerts zunehmend längere Lebensdauern festgestellt werden. Ebenso ist es nun möglich, die Alterung einfließen zu lassen und Aussagen zur Alterung der Proben, d.h., inwieweit Versagenszeiten miteinander vergleichbar sind, zu machen. Diese Vergleiche sind gegenüber der Standardverteilung aussagekräftiger. Die Werte der Weibull-Verteilung sind außerdem brauchbar, wenn nicht alle Lebensdauern bekannt sind. Sie ist somit robuster als die Standardverteilung. Die Änderung des Skalenfaktors mit der Temperatur war erwartet, fiel jedoch kleiner aus als erwartet. Ausgehend von der Van't-Hoff-Regel wurde ein Unterschied um den Faktor vier erwartet. Ebenso fällt auf, dass sich der Formfaktor mit der Temperatur ändert. Gleichzeitig sieht man Unterschiede im elektrischen Verhalten der Proben je nachdem, bei welcher Temperatur die Versuche stattfanden. Die Vorbehandlung mit einem Sauerstoffplasma kann die Lebensdauer zwar deutlich vergrößern, jedoch sind die angestrebten Vergrößerungen der Lebensdauer bis hin zu einer Dauer von mehreren Jahren nicht möglich, bzw. unwahrscheinlich. Es wäre überraschend, wenn die Proben die mit Methode 2 behandelt wurden, sich sehr stark von den anderen unterschieden, wenngleich die Steigerung der Lebensdauer überrascht. Die Vorbehandlung mit einem Sauerstoffplasma

kann für mittelfristige Anwendungen von Interesse sein. Die Nutzung der Van't-Hoff-Regel ist nur bedingt hilfreich. Nutzt man den in der Norm ASTM F-1980 angegebenen Faktor  $Q_{10}=2$ , der in dieser Norm als üblich und konservativ beschrieben wurde, erhält man übertrieben optimistische Ergebnisse, die zu unberechtigten Annahmen über die erwartete Lebensdauer führen. D.h., die erwartete Lebensdauer wird überschätzt. Ein Parameter von 1,47 erscheint angemessener. Insgesamt ist das Fehlen eines konkreten Wertes zur Bestimmung der Lebensdaueränderung erkennbar. Median und Skalenfaktor erscheinen als brauchbarste Parameter, da sie weniger betroffen sind, wenn ein Teil der Proben länger hält, als der Versuch dauert.

## 2.9 Vergleichsproben aus Parylen-C und Parylen-AF4

Aufgrund der Beliebtheit von Parylen-C bei Neuroimplantaten wurden auch Versuchsproben aus diesem Material hergestellt, um einen Vergleich zu ermöglichen. Daneben wurde auch Parylen-AF4 genutzt. Damit ist auch ein Vergleich zwischen Polyimid und Parylen-C bzw. AF4 möglich. Der Herstellungsprozess beinhaltet die gleichen Schritte wie bei der Herstellung von Proben aus Polyimid. Die beiden Parylene verhielten sich unterschiedlich bei dem Versuch. Das Parylen-C weist eine deutlich niedrigere Haftung der Schichten untereinander auf. Infolgedessen kam es zur Ablösung der beiden PPX-C-Schichten voneinander und zur Ablösung der Goldstrukturen, die frei in der Ringerlösung vorlagen. Das Parylen-AF4 (PPX-AF4) weist eine sehr gute Haftung an den Untergrund auf. Eine Ablösung erfolgte erst, als das PPX-AF4 mit der Lösung benetzt war. Die Lebensdauer war sehr kurz. Das Schadensbild weist jedoch nicht auf eine Loslösung der Schichten untereinander hin.

## 2.10 Fazit

Die Schäden treten an der Seite auf. Eine Verbesserung der Lebensdauer durch eine Zwischenschicht, die sich nur innerhalb der Kunststoffschicht befindet, ist nicht zu erwarten. Die Zwischenschichten müssen die Leiterbahnen umgreifen. Die Vorbehandlung mit Plasma führt zwar zu längeren Lebensdauern, es ist aber nicht anzunehmen, dass die erhoffte Lebensdauer von mehreren Jahren erreicht wird. Insgesamt fällt deutlich auf, dass die Lebensdauer der Proben in dieser Arbeit deutlich länger ist als die Lebensdauer von Proben auf Si-Substrat, wie sie von Schander [67] hergestellt wurden. Ebenso fällt auf, dass in dieser Arbeit nur sehr wenige Defekte in der Probenmitte auftreten. Das Schadensbild bei unbehandelten Proben und Proben mit Sauerstoffplasmabehandlung ist gleich, wobei zu beachten ist, dass die geringe Anzahl letztgenannter Proben mit Schäden nur eingeschränkt Aussagen erlaubt. Es ist möglich, dass mit größerer Versuchsdauer andere Schadensbilder aufgetreten wären. Ausgehend von diesen Ergebnissen fällt die Entscheidung für das Design der weiteren Proben

zugunsten des Designs 2 in Abbildung 2.4.

## Kapitel 3

# Herstellung der dünnen Schichten

Das Thema dieses Kapitels ist die Abscheidung der Zwischenschichten und der Goldschicht, wie sie für die Proben erfolgen werden. Es werden die Herstellungsparameter beim HIPIMS-Verfahren und die sich aus den gewählten Parametern ergebenden Bedingungen vorgestellt. Dazu zählen die Stromverläufe beim Puls sowie die gemessenen Spektren, die Aussagen zur Ionisierung der Plasmen ermöglichen. Die Herstellung der Zwischenschichten erfolgte mit einem bipolaren HIPIMS-Verfahren. Hierbei folgt dem Hauptpuls ein Nebenpuls mit einer kleinen Verzögerung und einer deutlich kleineren Spannung sowie variabler Pulsdauer. Es wurde sowohl metallisch als auch reaktiv unter Zugabe von Sauerstoff gesputtert. Beim Hauptpuls wurde darauf geachtet, dass möglichst kurze Pulse gewählt werden, bei gleichzeitig möglichst hoher Spannung und infolgedessen einer möglichst hohen Spitzenstromdichte. Das Ziel hierbei ist es, eine möglichst hohe Ionisierung zu erreichen. Die kurzen Pulse haben beim reaktiven Aluminiumoxidsputtern den Vorteil, dass damit die Zeit für das Auftreten von Arcs verkürzt wird und der Rückstrom der Ionen vermindert wird. Bei Spektren und Stromverläufen wurde darauf geachtet, dass beides jeweils gleichzeitig oder möglichst zeitnah aufgenommen wurde, da sich über die Zeit der Targetzustand ändert. Zur Bewertung der Ionisierung wird ein Verhältnis der Ar II zu Ar I Peaks gebildet. Dafür wird der Ar II Peak bei 488 nm und der Ar I-Peak bei 811 nm verwendet, da diese bei allen Spektren gut erkennbar sind. Es werden nur jeweils die Peak-Höhen genutzt. Das Intensitätsverhältnis wird berechnet aus der Intensität der ionisierten Spezies [II] geteilt durch die Intensität der neutralen [I] Spezies, dargestellt als Gleichung:  $\frac{[II]}{[I]}$ . Dies ist nur eine qualitative Bewertung, da für die jeweiligen Abscheideprozesse jeweils sehr unterschiedliche Spannungen verwendet wurden. Für eine Bewertung der Metallionisation wären Messungen im UV-Bereich nötig.

Tabelle 3.1: Messreihen bei den jeweiligen Beschichtungen.

Material	Untersuchung
Gold	OES 1, Oszilloskop
Aluminium	OES 1, Oszilloskop
Titan	OES 1, Oszilloskop
Tantal	OES (1 und 2) , Oszilloskop

Tabelle 3.1 gibt die Messmethoden für das jeweilige Targetmaterial wieder. Bei Tantal wurden zwei verschiedene Messpositionen für die OES-Messungen genutzt.

### 3.1 Gold

Die Abscheidung von Gold erfolgte bei einer Spannung von 1 kV, einer Pulslänge von 20  $\mu\text{s}$  und einer Frequenz von 1 kHz. Der Kickpuls folgte mit 5  $\mu\text{s}$  Verzögerung, hatte eine Spannung von 195 V und dauerte 50  $\mu\text{s}$ . Diese Parameter wurden gewählt, um Gold vom Target wegzubeschleunigen und somit für eine möglichst gute Haftung zu sorgen. Daraus ergab sich eine Stromdichte von 0,3 A/cm<sup>2</sup>.

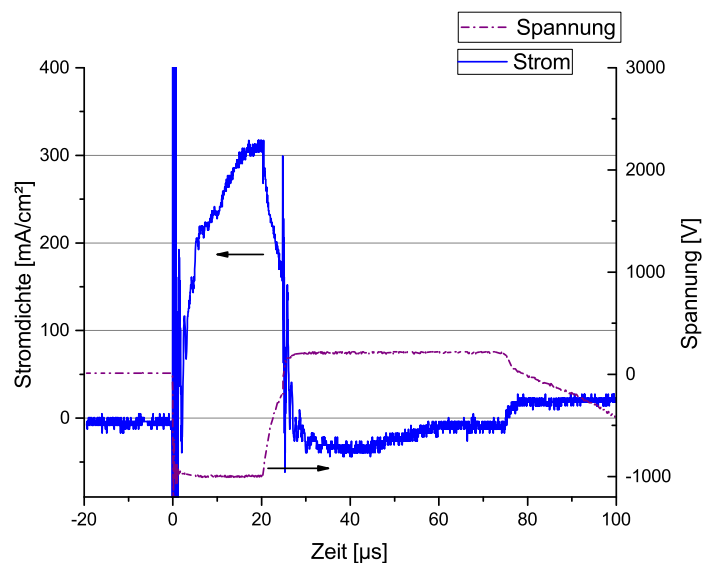


Abbildung 3.1: Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Gold. Sowohl Hauptpuls als auch Kickpuls sind abgebildet.

In Bild 3.1 sieht man den Stromverlauf und den Spannungsverlauf während des Pulses. Der Spannungspuls ist rechteckig, endet nach 20  $\mu\text{s}$  und wird gefolgt vom Kickpuls. Während des Pulses sieht man ein starkes Ansteigen des Stromverlaufes in den ersten 5  $\mu\text{s}$  auf 0,2 A/cm<sup>2</sup>. Anschließend fällt der Anstieg nicht mehr so deutlich aus und der Strom steigt auf eine Stärke von 0,3 A/cm<sup>2</sup>. In dem Zeitraum zwischen dem Ende des Hauptpulses und dem Beginn des Kickpulses sinkt die Stromstärke sehr schnell. Nach Einsetzen des

Kickpulses fällt sie abrupt unter 0. Danach steigt die Stromstärke langsam an und erreicht  $0 \text{ A/cm}^2$  nach  $60 \mu\text{s}$ .

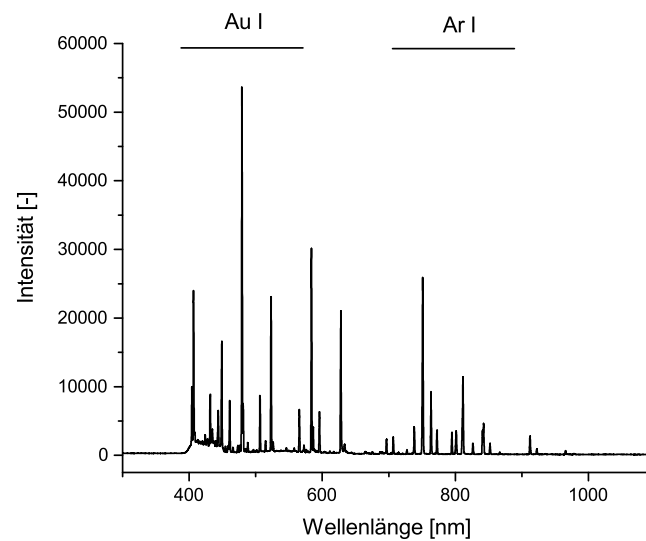


Abbildung 3.2: Spektrum bei der Abscheidung. Sowohl Au I als auch Ar I Peaks sind deutlich zu sehen. Das Spektrum umfasst den Wellenlängenbereich von 395 nm bis 1100 nm.

In Bild 3.2 ist das dabei entstehende Spektrum zu sehen. Die Peaks sind sehr deutlich zu sehen und verteilen sich einheitlich über das ganze Spektrum von 400 nm bis 1000 nm. Hierbei erscheint das entstehende Plasma weiß. Die deutlich sichtbaren Peaks im Wellenlängenbereich von 400 nm bis 600 nm sind Au I Peaks. Im Wellenlängenbereich von 600 bis 900 nm sind hauptsächlich Ar I Peaks zu sehen. Es konnten Ar II Peaks identifiziert werden, jedoch sind sie sehr klein. Das Argon-Intensitätenverhältnis liegt bei 0,16.



Abbildung 3.3: Gold-Argon-Plasma beim Abscheidungsprozess.

Tabelle 3.2: Au I, Ar I und Ar II Peaks

Wellenlänge	Spezies	Intensität
nm	-	n.a.
479	Au I	53623
488	Ar II	1808
811	Ar I	11434

In Bild 3.3 ist das Gold-Argon-Plasma zu sehen. Es fällt deutlich die weiße Färbung auf. Bei niedrigerer Spannung dominiert der Ar I Anteil im Spektrum und das Plasma erscheint rosa. Bei ansteigender Spannung steigt die Intensität der Au I Linie exponentiell mit jeder Spannungszunahme von 100 V, was bei einer Spannung von 1 kV zu deutlich sichtbaren Au I Peaks führt, die teils heller sind als die Ar I Peaks, was zum weiß gefärbten Erscheinen führt.

Für die Abscheidung einer 300 nm dicken Goldschicht wurden 600 Sekunden benötigt.

## 3.2 Aluminiumoxid

Für die Abscheidung von Aluminiumoxid wurde eine Spannung von 475 V gewählt, bei einer Pulslänge von 20  $\mu\text{s}$ , einer Frequenz von 2 kHz und einem Sauerstofffluss von 5 % des Argonflusses. Der Argonfluss lag bei 70 sccm. Der Kickpuls folgte mit einer Verzögerung von 75  $\mu\text{s}$ , hatte ein Spannungsniveau von 25 V und dauerte 50  $\mu\text{s}$ .

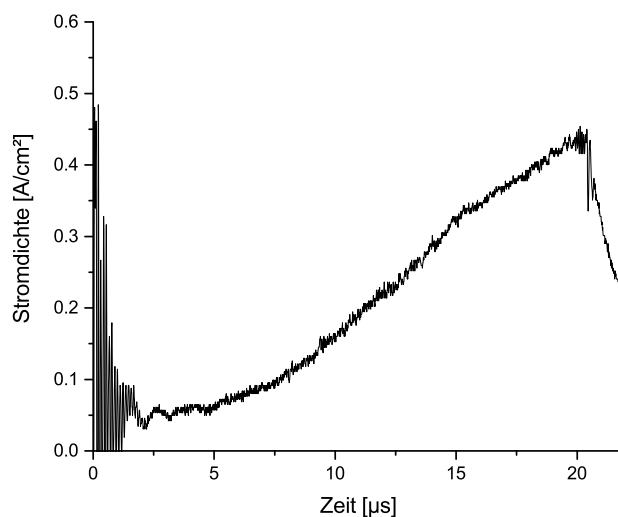


Abbildung 3.4: Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Aluminiumoxid. Der Kickpuls ist nicht abgebildet.

In Bild 3.4 ist der Stromverlauf zu sehen. Es wird eine Stromstärke von 0,45  $\text{A}/\text{cm}^2$  erreicht. Ab 6  $\mu\text{s}$  nach Pulsanfang steigt die Stromstärke nahezu linear, bis der endgültige



Tabelle 3.3: Al I, Al II, Ar II und Ar I Peaks

Wellenlänge	Spezies	Intensität
nm	-	n.a.
396	Al I	11440
434	Ar II	9770
466	Al II	11094
488	Ar II	5070
811	Ar I	39074

Wert erreicht wird.

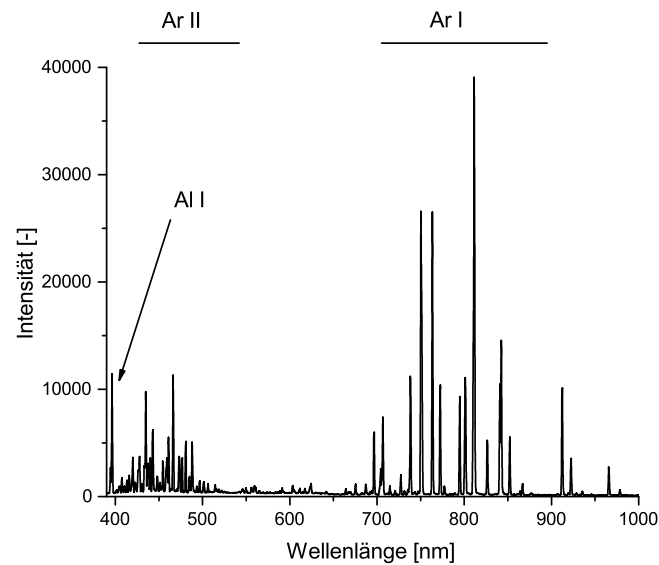


Abbildung 3.5: Spektrum bei der Abscheidung von Aluminiumoxid. Sowohl Al I als auch Al II sowie Ar I und Ar II Peaks sind deutlich zu erkennen.

In Bild 3.5 ist das Spektrum zu sehen. Es fällt deutlich auf, dass sowohl Argon als auch Aluminium ionisiert vorliegen. So sieht man sehr deutliche Ar II Peaks im Bereich von 400 nm bis 500 nm und sehr deutlich Ar I Peaks von 600 nm bis 900 nm. Ebenso sind der Al I Peak bei 396 nm und der weniger deutliche Al II Peak bei 704 nm zu sehen. Insgesamt fällt deutlich auf, dass die Ar I Peaks in ihrer Intensität deutlich überwiegen. Das Argon-Intensitätenverhältnis liegt bei 0,13. Beim Aluminium kann zwar eine Intensitätenverhältnis von 0,97 festgestellt werden, wenn man die Al I Linie bei 396 nm und die Al II Linie bei 466 nm wählt, jedoch liegt die Al II Linie in unmittelbarer Nachbarschaft einer Ar II Linie. Die langfristige Abscheidung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird dadurch behindert, dass es regelmäßig zu Arcing kommt. Da sich an der Oberfläche eine Oxidschicht gebildet hat, die den Sputterprozess behindert, wird ein Freisputtern des Targets nötig.

Die Abscheidung einer 100 nm dicken Aluminiumoxidschicht dauert 1300 Sekunden, variiert jedoch stark in Abhängigkeit von der Racetracktiefe. Bei einem neuen Target ohne Racetrack kann die Dauer 1800 Sekunden für die gleiche Schichtdicke betragen.

### 3.3 Titanoxid

Für die Abscheidung des Titanoxids wurden folgende Parameter gewählt: eine Spannung von 700 V, eine Pulsdauer von 20  $\mu\text{s}$ , eine Frequenz von 1,1 kHz sowie ein Sauerstoffzufluss von 5 % des Argonflusses von 70 sccm. Die Kickpulsparemeter waren die gleichen wie bei der Abscheidung von Aluminiumoxid, nämlich ein Spannungsniveau von 25 V, eine Verzögerung von 75  $\mu\text{s}$  und eine Dauer von 50  $\mu\text{s}$ .

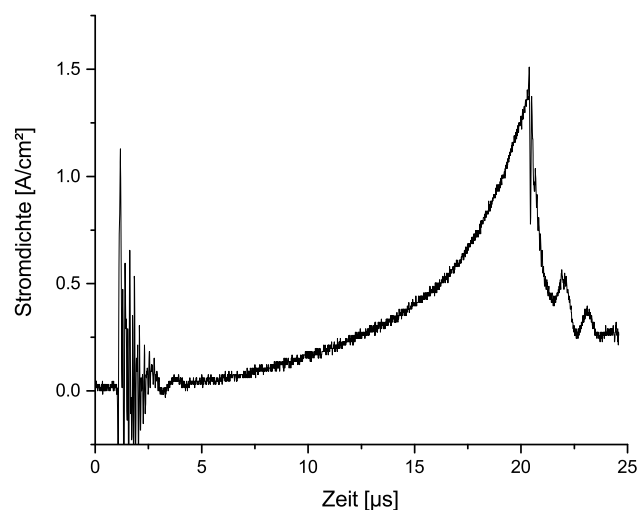


Abbildung 3.6: Stromverlauf bei der Abscheidung von Titanoxid ist zu sehen.

In Bild 3.6 ist der Stromverlauf zu sehen. Während des Betriebes sinkt die erreichte Stromstärke. Die Stromdichte erreicht einen Wert von  $1,4 \text{ A/cm}^2$ . Der Anstieg der Stromdichte erfolgt über die gesamte Dauer des Pulses und weist eine leichte Verstärkung während des Pulses auf.

In Bild 3.7 ist das Spektrum zu sehen. Man sieht sowohl Ti I als auch Ti II Peaks. Im Wellenlängenbereich oberhalb von 650 nm sieht man sehr deutlich die Ar I Peaks. Es fällt deutlich auf, dass die Peaks im kürzeren Wellenlängenbereich deutlich intensiver sind als die Ar I Peaks, was zur blauen Färbung des Plasmas beiträgt. Die Peaks gehören wahlweise zum Ar II oder zum Titan. Hier kommen sowohl Ti I als auch Ti II in Frage. Das Argon-Intensitätenverhältnis liegt bei 1,43. Damit überwiegt der Strahlungsanteil ionisierter Argon-Atome, gegenüber jenem der angeregten Atome. Beim Titan wird ein Intensitätenverhältnis von 0,48 erreicht, werden die Ti I Peaks bei 453 nm und Ti II Peaks bei 457 nm in Betracht gezogen. Dabei ist jedoch zu beachten, dass in unmittelbarer Nähe mehrere Ar II Peaks vorhanden sind, die sich auf diese Peaks auswirken können. Allerdings weisen die restlichen Ar II Peaks in der Umgebung keine vergleichbare Intensität auf. Der Unterschied zwischen metallischem und oxidischem Sputtern fällt beim Stromverlauf weniger auf, während das

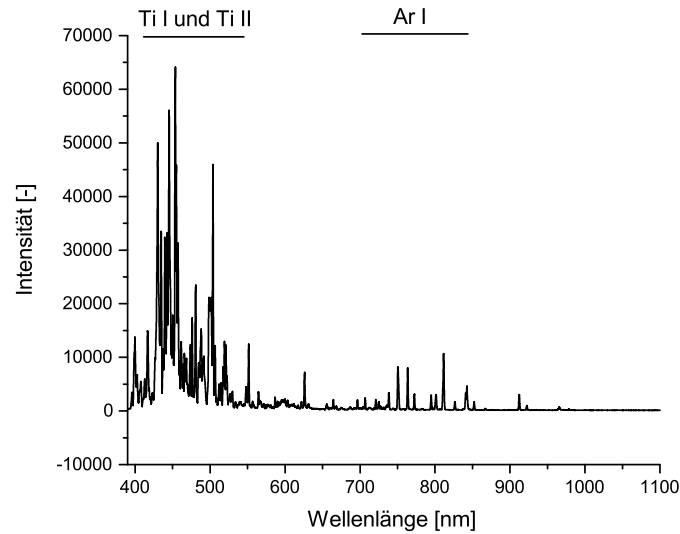


Abbildung 3.7: Spektrum der Abscheidung von Titanoxid ist zu sehen. Deutlich zu sehen sind die Ar I und Ar II Peaks sowie die Ti I und die Ti II Peaks.

Tabelle 3.4: Ti I, Ti II, Ar I und Ar II Peaks

Wellenlänge	Spezies	Intensität
nm	-	n.a.
434	Ar II	33515
453	Ti I	64081
457	Ti II	30816
488	Ar II	15264
811	Ar I	10669

Absinken der Intensität im Spektrum bei Ti I und Ti II überdeutlich ist.

Die Abscheidung einer 100 nm dicken  $\text{TiO}_2$ -Schicht dauert 6600 Sekunden bzw. 1 Stunde und 50 Minuten.

### 3.4 Tantaloxid

Anders als bei den bisherigen Materialien, wurde für die Abscheidung des Tantals ein Target mit einer Reinheit von 99,95 % genutzt, das mittels einer Schraube in der Mitte befestigt war. Die Reinheit ist deutlich niedriger als bei Gold, Aluminium oder Titan. Die Abscheidung erfolgte bei einer Spannung von 850 V, einer Pulslänge von 20  $\mu\text{s}$ , einer Frequenz von 2 kHz und einem Sauerstoffzufluss von 20 % des Argonzufusses von 70 sccm.

Der Stromverlauf und der Spannungsverlauf bei der Abscheidung des Tantaloxids sind in Abbildung 3.8 zu erkennen. Es ist der Hauptpuls deutlich zu sehen. Die Stromstärke steigt über die ganze Pulsdauer linear an.

In Abbildung 3.9 ist der Stromverlauf zu sehen. Man sieht einen gleichmäßigen Anstieg

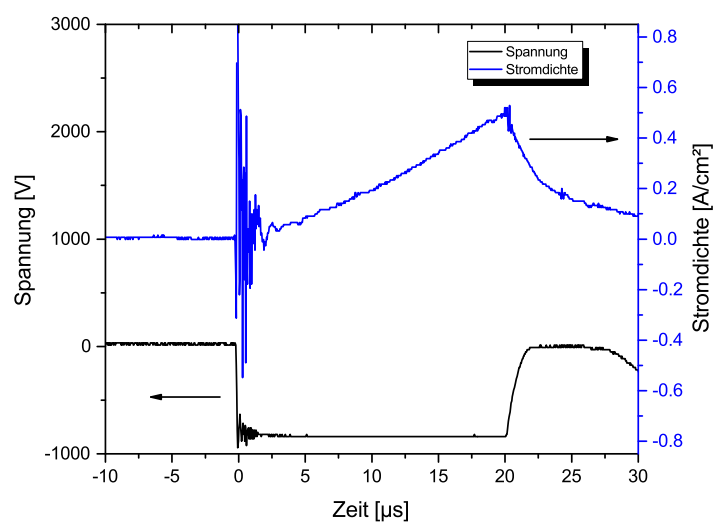


Abbildung 3.8: Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Tantaloxidschichten. Hier ist nur der Hauptpuls zu sehen.

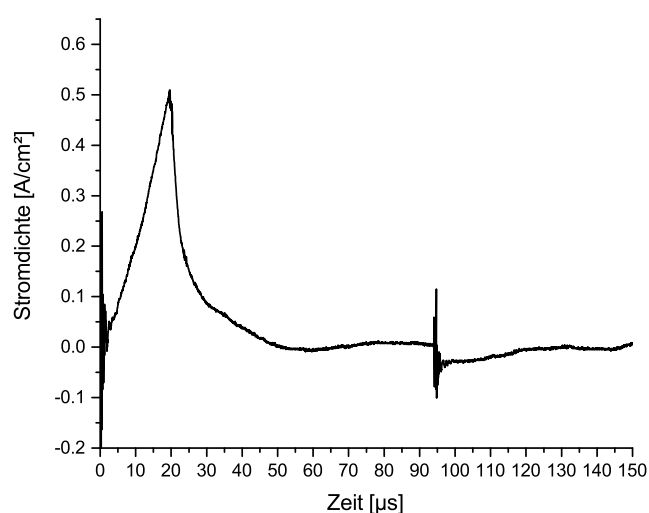


Abbildung 3.9: Strom- und Spannungsverlauf bei der Abscheidung von Tantaloxidschichten. Hier sind sowohl der Hauptpuls, als auch der Kickpuls abgebildet, der 75  $\mu\text{s}$  nach dem Ende des Hauptpulses einsetzt.

der Stromdichte von 0 auf  $0,5 \text{ A/cm}^2$  zum Ende des Pulses. 2  $\mu\text{s}$  nach Ende des Pulses ist die Stromstärke auf die Hälfte abgefallen. Anschließend sinkt die Stromdichte 30  $\mu\text{s}$  nach Pulsende auf  $0 \text{ A/cm}^2$ . Zuletzt setzt der Kickpuls ein, der die Stromstärke kurzfristig unter  $0 \text{ A/cm}^2$  absenkt.

In Abbildung 3.10 a ist das Spektrum aus der Position oberhalb des Targets zu sehen. Hier erstreckt sich das Spektrum von 390 nm bis 1100 nm. Man sieht sehr deutlich sowohl die Tantal- als auch die Argon-Peaks. Das Spektrum ist geprägt von zahlreichen Peaks, die

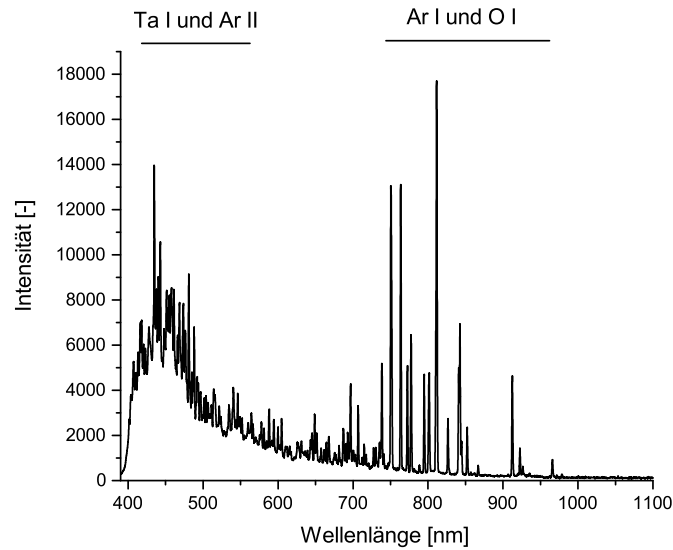


Abbildung 3.10: Spektrum bei der Abscheidung von Tantaloxid. Hier ist der Bereich von 390 bis 1100 nm abgebildet. Es fallen die zahlreichen Ta I und die Ar II Peaks auf. Ebenso fallen drei O I Peaks auf.

jeweils nur einen geringen Abstand voneinander haben. Neben den zahlreichen Ta I Peaks fallen auch die Ar I Peaks auf. Durch die Überlappung der Ta I und Ar II Peaks ist eine genaue Zuordnung erschwert. Die Ar I Peaks fallen deutlich auf. Durch den hohen Sauerstoffanteil sind mehrere O I Peaks zu sehen, der Peak bei 777 nm, dann der Peak bei 844 nm und zuletzt der Peak bei 926 nm. Mit zunehmender Wellenlänge sinkt die Intensität der Peaks. Bei kleineren Sauerstoffanteilen in dem Prozessgas sind die beiden letztgenannten Peaks nicht aufgetreten. Das Argon-Intensitätenverhältnis liegt bei 0,38. Das Intensitätenverhältnis des Tantalums konnte jedoch nicht bestimmt werden, da die Ta II Peaks bei Wellenlängen liegen, die im UV-Bereich sind und der gewählte Aufbau für Messungen im UV-Bereich ungeeignet ist für Aussagen zur Menge der vorhandenen Spezies. Er erlaubt nur Aussagen ob eine Spezies vorhanden ist, und nur sehr ungenaue Aussagen zur Quantität. Aus dem Spektrum in Abbildung 3.11 kann lediglich geschlossen werden, dass sowohl Ta I als auch Ta II in vergleichbaren Größenordnungen vorhanden sind.

In Abbildung 3.11 ist das Spektrum aus der Position 2 (siehe Abbildung 1.16) zu sehen. Da die Aufnahme innerhalb der Anlage erfolgte, erstreckte sich der Messbereich von 200 nm bis 1100 nm. Für eine bessere Ausnutzung der emittierten Strahlung wurde ein Kollimator verwendet. Man sieht sehr deutlich das komplexe Spektrum des Tantalums. Im Wellenlängenbereich zwischen 200 nm und 600 nm sind zwei große Peaks zu erkennen, die sich aus zahlreichen kleinen Peaks zusammensetzen. Es fiel deutlich auf, dass eine weitere Reihe zahlreicher Peaks im UV-Bereich zu sehen ist. Die Peaks sind so zahlreich, dass sie ineinander übergehen. Im Bereich zwischen 200 und 250 nm konnten mehrere Ta II Peaks gefunden werden. Zwischen

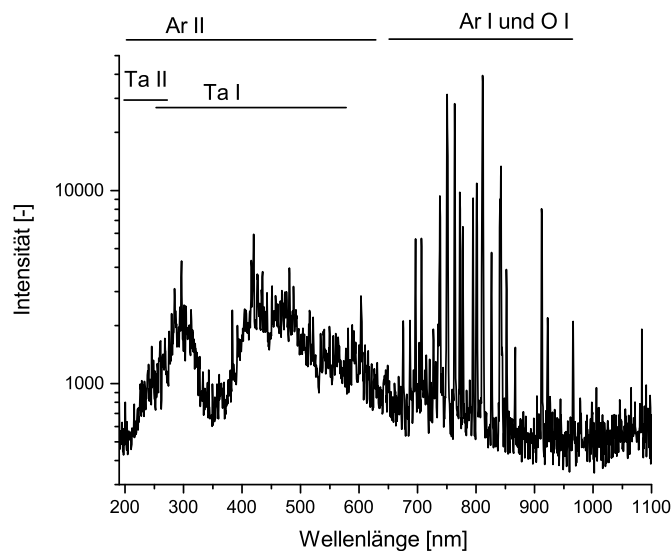


Abbildung 3.11: Spektrum bei der Abscheidung von Tantaloxid. Hier ist der Bereich von 200 bis 1100 nm abgebildet. Es fallen die zahlreichen Ta I, Ta II und Ar II Peaks zwischen 200 nm und 400 nm auf. Ebenso fällt auf, dass der Ar I Peak deutlich höher ist. Letzteres ergibt sich aus der anderen Messposition.

Tabelle 3.5: Ta I, Ar I und Ar II Peaks. Die Ta I Linie ist jedoch mit Unsicherheiten verbunden.

Wellenlänge	Spezies	Intensität
nm	-	n.a.
434	Ar II	13695
468	Ta I*	7877
488	Ar II	6776
811	Ar I	17697

250 nm und 400 nm befinden sich mehrere Ta I Peaks. Insgesamt ist die Zuordnung jedoch durch zahlreiche Ar II Peaks erschwert, die ebenfalls in diesem Bereich sind.

In Tabelle 3.5 ist die Ta I Linie bei 468 nm aufgeführt. Es ist hierbei jedoch zu beachten, dass an der gleichen Stelle mehrere Ar II Linien sind. Da diese jedoch recht schwach ausgeprägt sind, wird hier davon ausgegangen, dass dies die Ta I Linie ist.

Die Abscheidung einer 100 nm dicken Tantaloxidschicht dauert 750 Sekunden.

### 3.5 Plasmaeigenschaften

Insgesamt fallen die teils sehr unterschiedlichen Intensitätenverhältnisse auf, die auf die unterschiedlichen Ionisierungsgrade des Plasmas schließen lassen. Es wurden der vergleichsweise große Ar I Peak bei 811 nm gewählt und ein weniger auffallender Ar II Peak bei 488 nm. Wäre beispielsweise die Ar II Linie bei 434 nm gewählt worden, wäre das festgestellte Intensitätenverhältnis in einigen Fällen größer gewesen. Beim Argon fallen die unterschiedlichen

Intensitätenverhältnisse je nach Targetmaterial auf. So sind die Intensitätenverhältnisse von Aluminium zu Gold nicht allzu unterschiedlich, trotz des großen Spannungsunterschiedes. Das höchste Argon-Intensitätenverhältnis konnte beim Titansputtern festgestellt werden. Trotz der niedrigen Spannung fällt das überraschend hohe Intensitätenverhältnis des Aluminiums auf. Dadurch, dass zahlreiche Ti II Linien in unmittelbarer Nähe von Ar II und Ti I Linien sind, können Aussagen über die Ionisation des Titans nur eingeschränkt getroffen werden. Insgesamt scheint die Ionisation ausgehend von den Intensitätenverhältnissen jedoch recht hoch zu sein. Gleichzeitig fällt die sehr niedrige Abscheiderate auf. Konkrete Aussagen zur Tantalionisation können nicht gemacht werden. Es kann lediglich festgestellt werden, dass ionisiertes Tantal in ausreichender Menge für einen sichtbaren Peak im Spektrum vorliegt. Gleichzeitig fallen die Sauerstoff-Peaks auf, die durch den vergleichsweise hohen Sauerstoffanteil bedingt sind. Insgesamt fällt die niedrige Neigung des Tantals zum Arcing auf, was das Tantal gegenüber dem Aluminium hervorhebt. Anders verhält es sich für das Gold, bei dem kein ionisiertes Gold festgestellt werden konnte. Das Ziel war es, möglichst hohe Intensitätenverhältnisse und damit eine möglichst hohe Ionisation zu erreichen, um damit möglichst dichte Schichten herzustellen. Die großen Intensitätsverhältnisse im Spektrum zeigen, dass dies weitgehend erreicht worden ist.





# Kapitel 4

## Untersuchungen der Zwischenschichten

Im Folgenden werden die Eigenschaften der HIPIMS-Schichten beschrieben. Es werden die Zusammensetzung und die Struktur der Schichten, die Haftung zwischen Schichten und Polyimid sowie das Vorhandensein von Pinholes untersucht.

Tabelle 4.1: Untersuchungen der Schichten aus den jeweiligen Materialien.

Untersuchung	Material
REM	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
EDX	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
XRD	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
El. - Widerstand (4-Pkt.)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Schichthaftung	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Pinhole - Jod	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Pinhole - elektrisch	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>

Die Tabelle 4.1 listet die verschiedenen Untersuchungsmethoden auf, die verwendet wurden, um die Schichten aus den jeweiligen Materialien zu untersuchen.

### 4.1 Analyse der Schichten

Die Schichtmorphologie wurde im Rasterelektronenmikroskop (REM) bestimmt. Die Zusammensetzung mittels EDX und für die Struktur wurde das XRD-Verfahren angewandt. Die REM-Aufnahmen zeigen die Proben aus zwei Perspektiven, zum einen eine Aufnahme der Oberfläche und zum anderen einen Querschnitt durch die Schicht. Für den Querschnitt wurde die Schicht mittels FIB aufgeschnitten.

### 4.1.1 Aluminiumoxid

Die entstandenen Schichten weisen die erwartete Zusammensetzung auf. Ausgehend von der Morphologie sind sie im Zonendiagramm dem eher niedrigen oder mittleren Energiebereich zuzuordnen. Eine Änderung der Kickpulspulparameter könnte es ermöglichen, dichtere Schichten zu erzeugen.

#### Morphologie

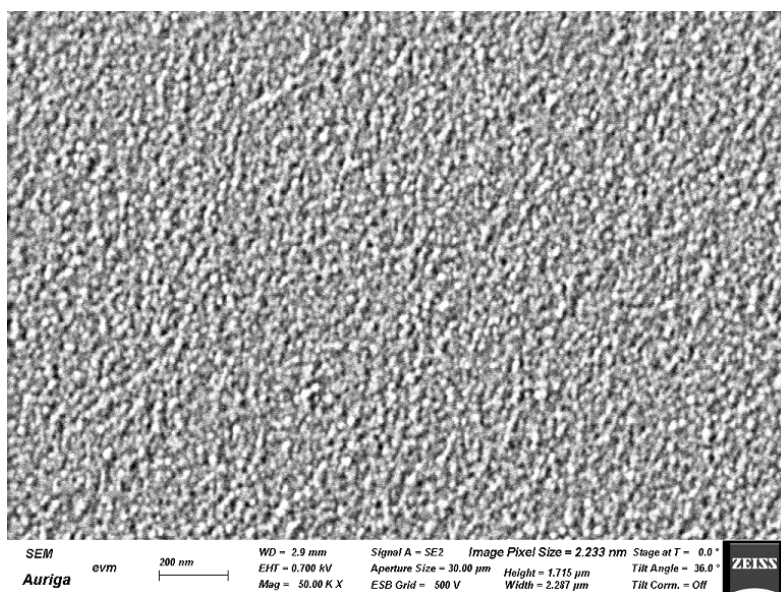


Abbildung 4.1: Oberfläche der entstandenen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht

Im Bild 4.1 ist die Oberfläche der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht zu sehen. Es fällt auf, dass die Oberfläche merklich aufgeraut ist.

Im Bild 4.2 ist ein Schnitt durch die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht zu sehen. Trotz der geringen Bildqualität fallen die dunkel gefärbten Bereiche deutlich auf. Es dürfte sich hierbei um Leerstellen handeln. Die Schichtdicke beträgt 165 nm.

#### Zusammensetzung

Hier zu sehen ist die EDX-Aufnahme. Man sieht deutlich die zum Aluminium und zum Sauerstoff gehörigen Peaks. Der Massenanteil ist prozentual angegeben und passt sehr gut zum Anteil, den man vom  $\text{Al}_2\text{O}_3$  erwarten würde. Dies war auch zu erwarten, zumal das  $\text{Al}_2\text{O}_3$  einen sehr großen Bereich im Al-O-Phasendiagramm einnimmt [139]. Der Aluminiumanteil liegt hier bei 38,5 % und der Sauerstoffanteil bei 61,5 %, zu sehen in Abbildung 4.3. Das Verhältnis liegt sehr nah am 2:3-Verhältnis, das man vom  $\text{Al}_2\text{O}_3$  erwarten würde. Die Messungen erfolgten bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV.

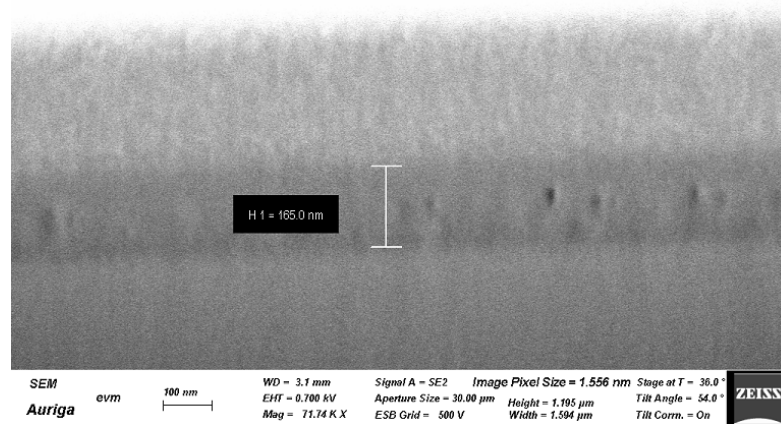
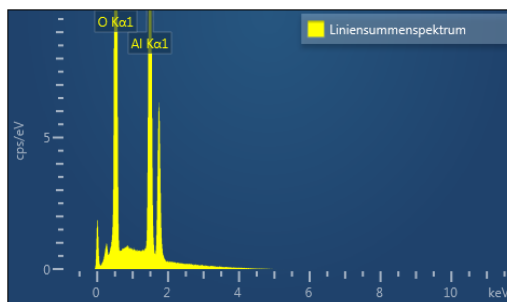
Abbildung 4.2: Schnitt durch die Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht

Abbildung 4.3: Zusammensetzung der Aluminiumoxidschicht

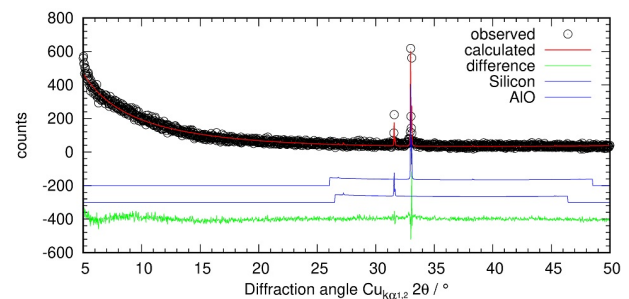


Abbildung 4.4: Struktur der Aluminiumoxidschicht. Es sind eine AlO-Schicht als auch das Substrat erkennbar.

## Struktur

Die Abbildung 4.4 zeigt die XRD-Aufnahme. Es konnten das Silizium des Substrats sowie eine AlO-Phase nachgewiesen werden. Letztere kann sich bei Abscheidung aus der Gasphase bilden. Auf diese Struktur wurde auch in bestehender Literatur [139] verwiesen. Die erhoffte Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Struktur konnte jedoch nicht nachgewiesen werden.

### 4.1.2 Titanoxid

Bedingt durch die notwendigen langen Beschichtungsdauern sind nur vergleichsweise dünne Schichten möglich gewesen, was die Interpretation der mittels FIB aufgeschnittenen Schicht erschwert.

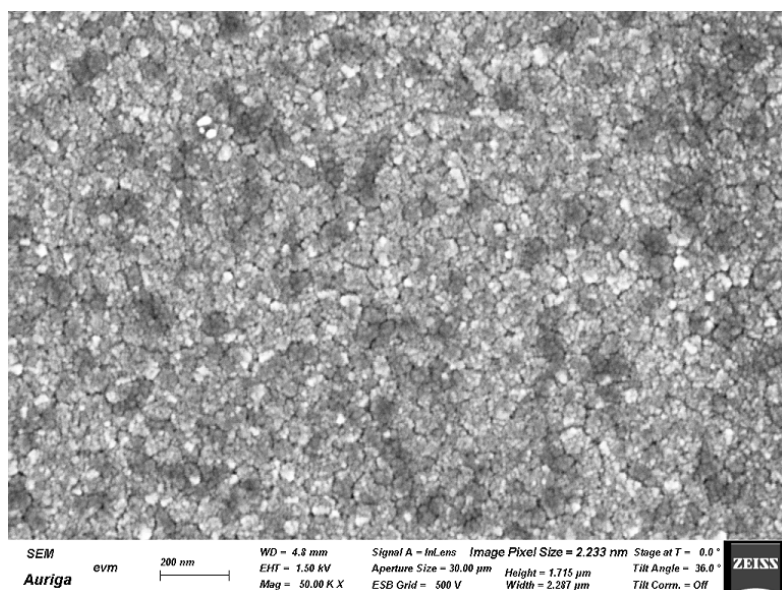


Abbildung 4.5: Oberfläche der  $\text{TiO}_2$ -Schicht. Einzelne Kristalle sind deutlich erkennbar.

### Morphologie

Im Bild 4.5 ist die Oberfläche der  $\text{TiO}_2$ -Schicht zu sehen. Es fällt deutlich auf, dass die Oberfläche voll ist mit kleineren Kristallen und deutlich aufgeraut. Die einzelnen Kristalle sind deutlich erkennbar und haben eine Größe in der Größenordnung von hundert nm. Eine weitere Verästelung ist jedoch möglich.

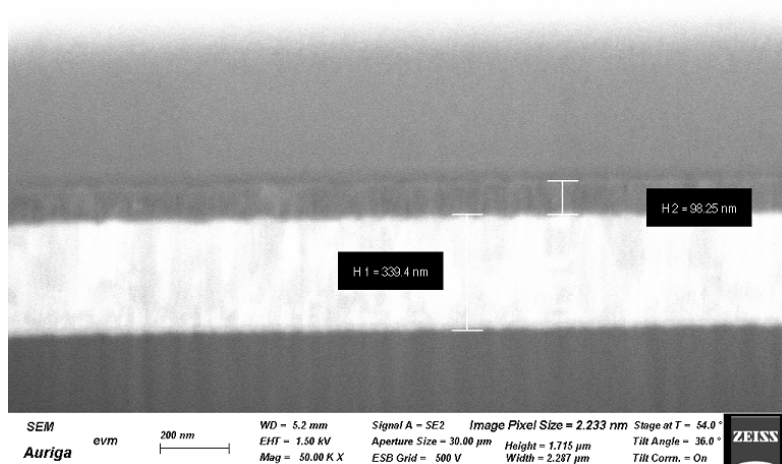


Abbildung 4.6: Schnitt durch die Titanoxidschicht. Die Titanoxidschicht ist die obere Schicht.

Im Bild 4.6 ist ein Schnitt durch die Schicht zu sehen. Bedingt durch die geringe Schichtdicke sind Aussagen erschwert. Zu erkennen ist eine Abfolge heller und dunklerer Bereiche. Es ist nicht klar, inwieweit dies durch die 340 nm dicke darunterliegende Goldschicht verursacht

ist.

### Zusammensetzung

Im Vergleich zum  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sind deutlich mehr Titan-Sauerstoff-Verbindungen möglich, mit einer Zusammensetzung, die der Stöchiometrie des  $\text{TiO}_2$  ähnlich ist, deutlich erkennbar im Ti-O-Phasendiagramm [140]. In Abbildung 4.7 ist die Zusammensetzung der Titanoxidschicht zu sehen. Man erkennt sowohl den O-Peak, als auch den danebenliegenden Ti-Peak. Aus dieser Messung gehen ein Sauerstoffanteil von 64,03 % und ein Titananteil von 35,97 % hervor. Dies liegt nah am erwarteten Verhältnis von 2 zu 1 von O zu Ti. Die Messung erfolgte bei 5 kV Beschleunigungsspannung.

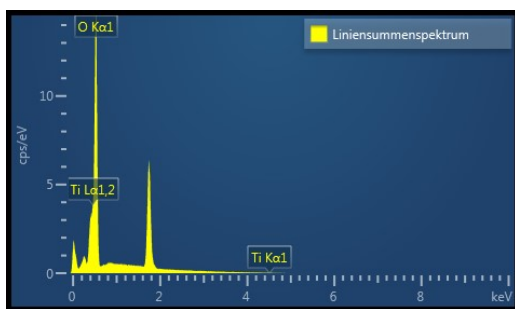


Abbildung 4.7: EDX-Messung der  $\text{TiO}_2$ -Schicht. Mit deutlich erkennbaren Ti- und O-Peaks.

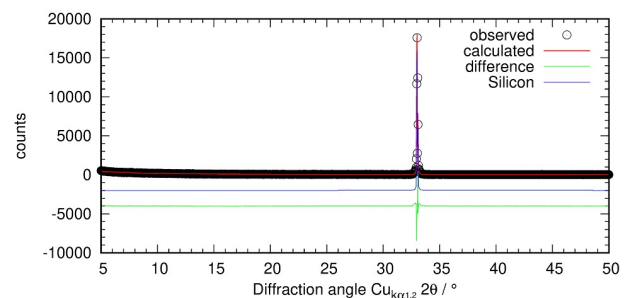


Abbildung 4.8: XRD-Messung der Titanoxidschicht.

### Struktur

Die Struktur ist zu sehen in Abbildung 4.8. Erkennbar ist nur der Peak, der auf den Si-Wafer zurückzuführen ist. Es konnte keine Struktur festgestellt werden, die dem Titanoxid zugeordnet werden könnte.

### 4.1.3 Tantaloxid

Das Tantaloxid weist eine Schichtoberfläche auf, die sehr glatt wirkt. Die Zusammensetzung entspricht in etwa der Erwartung. Bedingt durch den großen Bereich, den  $\text{Ta}+\text{Ta}_2\text{O}_5$  im Phasendiagramm [141] einnehmen, war davon auszugehen, dass das Tantaloxid auch erzeugt wird.

### Morphologie

Im Bild 4.9 ist die Oberfläche der  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht zu sehen. Die Oberfläche wirkt insgesamt glatt und zeigt nur minimale Unebenheiten oder Kristalle, anders als beim Aluminium- oder Titanoxid.

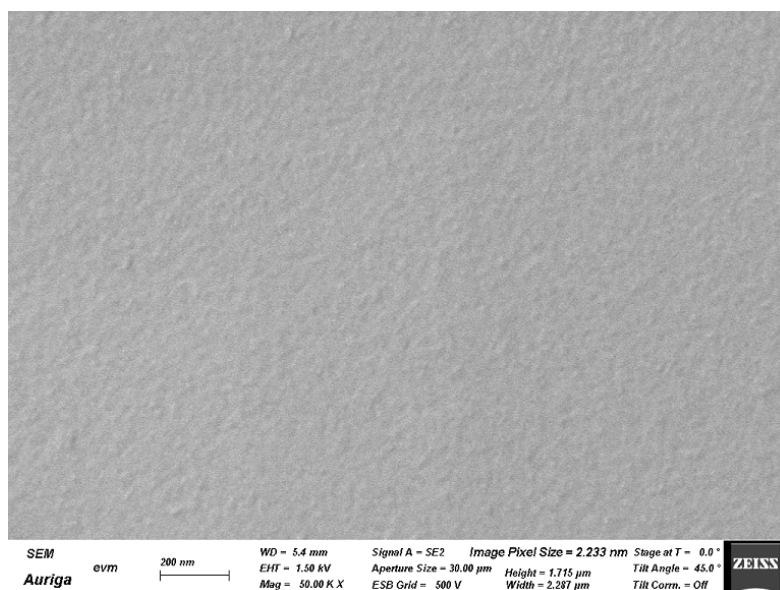


Abbildung 4.9: Oberfläche der Schicht. Keine Bildung von Wölbungen. Keine Zwischenräume erkennbar.

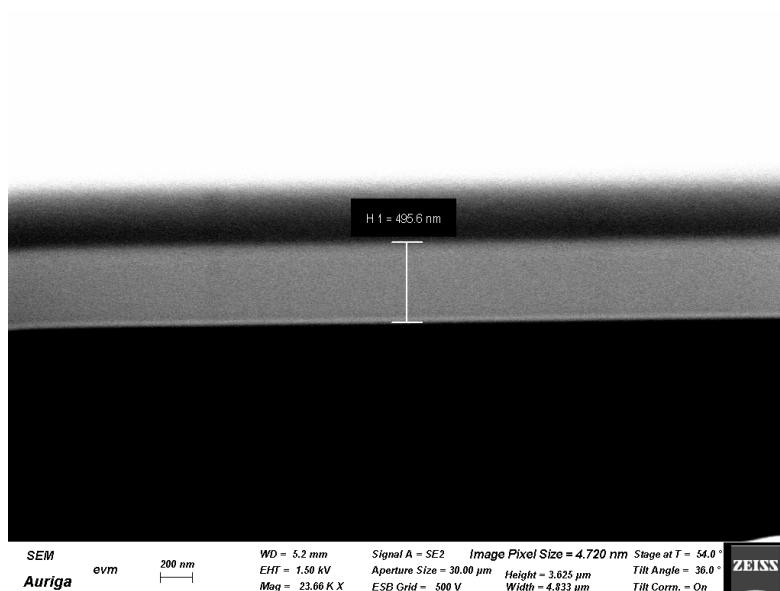


Abbildung 4.10: Schicht mittels FIB durchgeschnitten. Schicht wirkt dicht und frei von Hohlräumen.

Der mittels FIB durchgeführte Schnitt, zu sehen in Abbildung 4.10, zeigt eine Schicht, die insgesamt sehr dicht wirkt. Es sind keine Hohlräume zu sehen, wie man sie bei den Zonen 1 und T im Zonendiagramm erwarten würde.

### Zusammensetzung

Durch die Überlappung des Tantal- und des Silizium-Peaks kann keine genaue Aussage über die Stöchiometrie getroffen werden, jedoch ist die Zusammensetzung  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  plausibel. In Abbildung 4.11 ist die EDX-Aufnahme zu sehen. Mehrere Ta-Peaks und ein O-Peak sind

deutlich zu erkennen. Der Ta-Peak bei 2 keV ist an der gleichen Stelle, wie ein Si-Peak des Substrats. Aus dieser Messung ergeben sich ein Atomanteil von 66,8 % Sauerstoff und 33,2% Tantal und damit ein 2 zu 1 Verhältnis von O zu Ta. Bei  $Ta_2O_5$  wäre ein höherer Sauerstoffanteil zu erwarten. Dass dies nicht erreicht wird, kommt möglicherweise durch die Überlappung des Si und des Ta-Peaks, die dazu führt, dass der Ta-Peak geringfügig größer ist, als wenn nur das Ta aus der Schicht gemessen worden wäre. Die Messung erfolgte bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV.

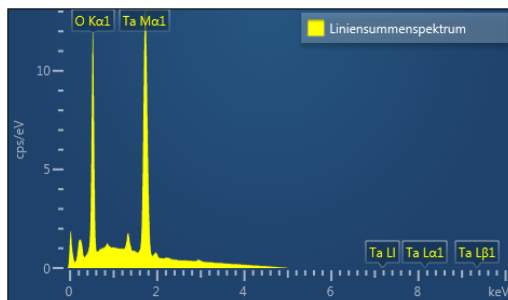


Abbildung 4.11: EDX-Aufnahme der Tantaloxidschicht. O und Ta-Peak sind gut zu erkennen. Gleichzeitig besteht eine Überlappung des Ta-Peaks mit dem Si-Peak.

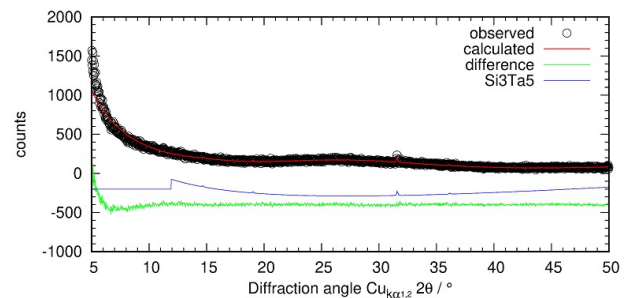


Abbildung 4.12: XRD-Aufnahme der Tantaloxidschicht. Lediglich ein  $Si_3Ta_5$ -Peak ist zu erkennen.

## Struktur

Die Struktur ist zu sehen in Abbildung 4.12. Man erkennt einen Peak, der dem  $Si_3Ta_5$  zugeordnet werden kann, eine Verbindung, die auch im Si-Ta-Phasendiagramm [142] vorkommt. Es dürfte sich jedoch hierbei um eine Zwischenschicht zwischen dem Si-Wafer und den Ta-Atomen der Tantaloxidschicht handeln. Die Tantaloxidschicht weist jedoch keinen erkennbaren eigenen Peak auf. Es wurde somit keine für das  $Ta_2O_5$  typische Struktur festgestellt.

### 4.1.4 Zusammenfassung

Es konnte die gewünschte Zusammensetzung bei den Aluminium- und Titanoxidschichten erreicht werden. Bei der Tantaloxidschicht besteht jedoch eine Unklarheit wegen des Si-Peaks. Für die genaue Feststellung der Kristallgröße sind genauere Messmethoden erforderlich. Es konnte keine kristalline Struktur der jeweiligen Oxide der Schichten festgestellt werden. Die Morphologie unterscheidet sich deutlich von Schicht zu Schicht, mit einem sehr glatten Erscheinungsbild beim Tantaloxid und einzelnen sichtbaren Kristallen bei der Titanoxidschicht. Auch hier wären genauere Messmethoden sinnvoll.

## 4.2 Elektrischer Widerstand

Zur Bewertung der elektrischen Isolationsfähigkeit der Schichten wurde die Vierpunktmessmethode verwendet. Die Schichten wurden auf einem Si-Wafer abgeschieden und anschließend wurde der Widerstand gemessen. Alle oxidischen Schichten erwiesen sich als isolierend. Auf Grundlage dieses Ergebnisses fiel die Entscheidung, diese Schichten für weitere Versuche zu verwenden. Für die Messung wurde das FPP5000 Four Point Probe von Veeco Instruments Inc. verwendet.

## 4.3 Schichthaftung

Für die Bewertung der Schichthaftung wurde ein Gitterschnitttest durchgeführt, der sich an der Norm DIN EN ISO 2409 orientiert. Bei diesem Test werden sechs parallele Schnitte nebeneinander gesetzt und dann nochmals sechs im rechten Winkel dazu. Dies erfolgte sechsmal, jeweils drei Mal pro Klebefilm. Dann werden ein Tesa- und ein Kaptonfilm darauf gesetzt und wieder entfernt. Sollte keine Delamination auftreten, kann von guter Haftung gesprochen werden. Die Schichthaftung wird in Abhängigkeit von der auftretenden Delamination eingestuft. Für die Versuche wurde ein Skalpell verwendet und die Schnitte wurden in gleichmäßigem Abstand angesetzt. Für die Versuche wurden die jeweiligen Schichten auf PI abgeschieden oder PI wurde auf die Schichten aufgeschleudert und ausgeheizt. Als Schichten wurden Aluminium-, Titan- und Tantaloxid sowie Gold verwendet. Alle Schichten wurden mittels des HIPIMS-Verfahrens erzeugt. Die Haftung der Oxide auf PI und auf dem Gold war stets sehr gut. Die Haftung des PI auf den Oxiden war sehr gut, jedoch haftet PI kaum auf Gold. Die Haftung zwischen Oxiden und Gold hängt von der Reihenfolge ab, in der die Schichten abgeschieden wurden. Die Oxide haften zwar sehr gut auf der Goldschicht, das Gold haftet jedoch gar nicht auf den Oxiden. Es war problemlos möglich, einen 300 nm dicken Goldfilm von der Oberfläche in einem Stück abzuziehen. Insgesamt ist die Haftung entweder - in den meisten Fällen - sehr gut oder - in sehr wenigen Fällen - inexistent.

## 4.4 Pinholes in den Oxidschichten

Für die Suche nach Pinholes wurden zwei Verfahren verwendet, zum einen die Nutzung einer Jodlösung und zum anderen elektrische Versuche.

### 4.4.1 Dekorationsätzung mittels Jodlösung

Für diesen Versuch wird in einem ersten Schritt eine Goldschicht auf einem Si-Wafer abgeschieden, ohne Haftvermittler, wenn eine  $\text{TiO}_2$ - oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht getestet wurde und mit, wenn die  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht getestet wurde. Die beschichteten Wafer wurden in eine mit



0,1 molarer Jodlösung gefüllte Petrischale gelegt. Nach wenigen Stunden war kein Schaden zu sehen. Einige Stunden später waren Stellen erkennbar, an denen die Jodlösung schlechter abließ, was möglicherweise auf Löcher zurückzuführen ist, die sich gebildet haben, die man jedoch mit bloßem Auge nicht sehen konnte. Daher wurde entschieden, die Proben ein ganzes Wochenende in den Lösungen zu belassen. Der Versuchsbeginn war am Freitag. Am darauffolgenden Montag wurden die Proben entnommen. Ein Zeitraum von wenigen Stunden ist für die Pinhole-Prüfung der Dichtigkeit von HIPIMS-Schichten zu kurz. Ein ganzes Wochenende ist ausreichend. Am Ende des Versuches war die Goldschicht unter dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  komplett aufgelöst, unter dem  $\text{TiO}_2$  stellenweise erhalten und die Goldschicht unter dem  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  war noch weitgehend erhalten, wenngleich mit Anzeichen, dass das Jod stellenweise zum Gold vorgedrungen ist. Das  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  ist damit am besten geeignet.

#### 4.4.2 Elektrische Überprüfung auf Pinholes

Für die elektrische Überprüfung auf Pinholes wird erst eine leitfähige Metallschicht, Aluminium oder Titan auf einen Wafer abgeschieden. Dann wird eine Isolationsschicht bestehend aus dem jeweiligen Oxid abgeschieden, gefolgt von einer weiteren Metallschicht, wobei bei Letzterer eine Schattenmaske verwendet wird, um zu erreichen, dass sich einzelne leitfähige Inseln bilden, die voneinander getrennt sind. An den Metallinseln werden Drähte mittels leitfähigen Klebstoffes, Elecolit 327 oder Elecolit 414 kontaktiert. Damit ist es möglich, den elektrischen Widerstand zu messen, ohne die Oberfläche durch Messnadeln zu zerkratzen. Dieses Verfahren wurde angewendet, da die Vierpunktmessmethode zwar geeignet ist, um festzustellen, ob eine Schicht isolierend ist, nicht jedoch, ob die Schicht auch ausreichend isolierend ist, wenn sie zwischen zwei leitfähigen Schichten verwendet wird. Hier könnten Pinholes zu einem Kurzschluss führen. Die beiden Methoden führen zu unterschiedlichen Ergebnissen. Während die Titanoxidschichten bei der Vierpunktmessmethode stets isolierend sind, sind sie bei dieser Methode auch bei einer Dicke von 270 nm nicht isolierend.

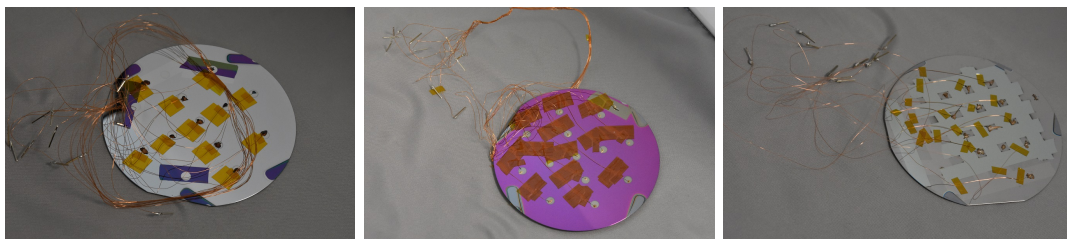


Abbildung 4.13: Probe mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht      Abbildung 4.14: Probe mit  $\text{TiO}_2$ -Schicht      Abbildung 4.15: Probe mit  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht

Links ist  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zu sehen in 4.13, in der Mitte  $\text{TiO}_2$  in 4.14 und rechts  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  in 4.15, vorbereitet für die Messungen. Klar zu erkennen sind die Metallinseln, die Kontaktierung sowie die Drähte mit Pins am Ende, um die Messung zu vereinfachen. Beim  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  wurde

Kaptonband als Maskierung verwendet, um Metallinseln zu erzeugen. Die Aluminiumoxidschicht ist bei einer Dicke von 100 nm isolierend, bei einer Dicke von 50 nm jedoch nicht. Die  $\text{TiO}_2$ -Schicht ist auch bei einer Dicke von 270 nm bei einer Beschichtungsdauer von 5 Stunden leitfähig. Der Widerstand liegt nach Abscheidung unter dem kOhm-Bereich. Die Tantaloxidschicht weist einen Widerstand im kOhm-Bereich auf, bei einer Schichtdicke von 100 nm.

# Kapitel 5

## Fertigung der Proben

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Trockenätzversuche an den Schichten, die für die Fertigung notwendigen Prozessschritte und die mittels FIB aufgeschnittenen Proben vorgestellt.

Tabelle 5.1: Listen der RIE-geätzten Schichten und Querschnitte der hergestellten Proben.

Zweck	Material	Zusatz
RIE	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ätzversuch
RIE	TiO <sub>2</sub>	Ätzversuch
RIE	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ätzversuch
FIB	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50 nm Schicht
FIB	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	100 nm Schicht
FIB	TiO <sub>2</sub>	50 nm Schicht
FIB	TiO <sub>2</sub>	100 nm Schicht
FIB	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	50 nm Schicht
FIB	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	100 nm Schicht
FIB	Titan- Aluminiumoxid	100 nm Dicke des Schichtpakets

Die Proben sind in der Tabelle 5.1 aufgelistet. Hier wurden zwei Messreihen durchgeführt, eine erste, bei der das RIE-Ätzverfahren an den verschiedenen Materialien erprobt wurde, und eine zweite, bei der die fertigen Proben mittels FIB aufgeschnitten wurden und anschließend mit dem REM betrachtet wurden.

### 5.1 Ätzen der Schichten

Der Ätzvorgang der Schichten findet mit dem RIE-Verfahren statt. In einem ersten Schritt wurde eine Lackschicht mittels Spin-Coating aufgetragen, die anschließend unter einer Maske belichtet und entwickelt wurde. Es wurden jeweils die Masken verwendet, die später auch für die Fertigung der Proben Verwendung finden. Nun konnten die Proben mit dem Trockenätzverfahren strukturiert werden. Für die Ätzung des Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und des TiO<sub>2</sub> wurde jeweils ein Gemisch aus Argon und Chlorgas verwendet. Für das Tantaloxid wurde Schwe-

felhexafluorid  $\text{SF}_6$  verwendet. Dabei ging man von der bestehenden Literatur aus, für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [143, 144] und  $\text{TiO}_2$  [145, 146, 147] und [148] für  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ . Die Arbeitsparameter für die Ätzung waren: 800 W coil und 50 W platen Leistung, bei einem Druck von 5 mTorr. Nach dem Ätzvorgang wurde mit dem Profilometer gemessen, wie tief der Ätzvorgang ging, um die Ätzrate zu bestimmen. Ausgehend von diesen Versuchen dauerte der Ätzvorgang bei jeweils einer 100 nm starken  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{TiO}_2$ -Schicht 1 Minute und 30 Sekunden. Bei einer gleich dicken  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht dauerte der Ätzvorgang 6 Minuten.

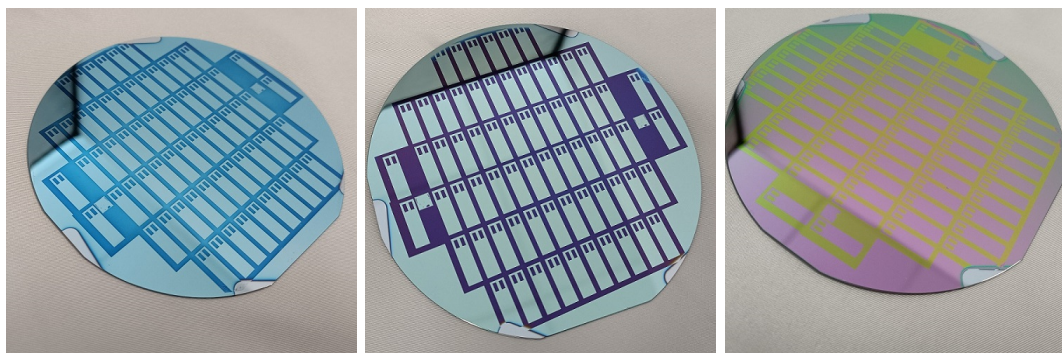


Abbildung 5.1:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht nach RIE-Ätzvorgang      Abbildung 5.2:  $\text{TiO}_2$ -Schicht nach RIE-Ätzvorgang      Abbildung 5.3:  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht nach RIE-Ätzvorgang

Die Aluminiumoxidschicht ist links in der Abbildung 5.1 zu sehen, die Probe mit der Titanoxidschicht in der Mitte, Abbildung 5.2 und die Probe mit der Tantaloxidschicht ist rechts zu sehen in Abbildung 5.3. Man sieht sehr deutlich die unterschiedlichen Farben, die sich infolge der kleineren Schichtdicken ergeben. Besonders deutlich ist dies beim  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , bei dem zusätzlich ein Farbwechsel von grün zu violett in Abhängigkeit vom Blickwinkel erfolgt.

## 5.2 Komplette Fertigung der Strukturen

Nachdem alle notwendigen Parameter bestimmt waren und sichergestellt war, dass die Fertigung möglich war, konnten die Teststrukturen hergestellt werden. Die einzelnen Prozessschritte sind im Folgenden aufgezählt:

1. Abscheidung der ersten PI-Schicht. Ohne Haftvermittler.
2. Abscheidung der ersten Zwischenschicht.
3. Abscheidung der Goldschicht.
4. Strukturierung der Goldschicht.
5. Abscheidung der zweiten Oxidschicht.
6. Strukturierung der zweiten Oxidschicht.

7. Abscheidung der zweiten PI-Schicht.
8. Strukturierung beider PI-Schichten.

Die einzelnen Schritte sind in Abbildung 5.4 dargestellt. Sind die Proben fertiggestellt, werden sie erst mit dem Mikroskop auf Defekte kontrolliert und anschließend vom Wafer entnommen.

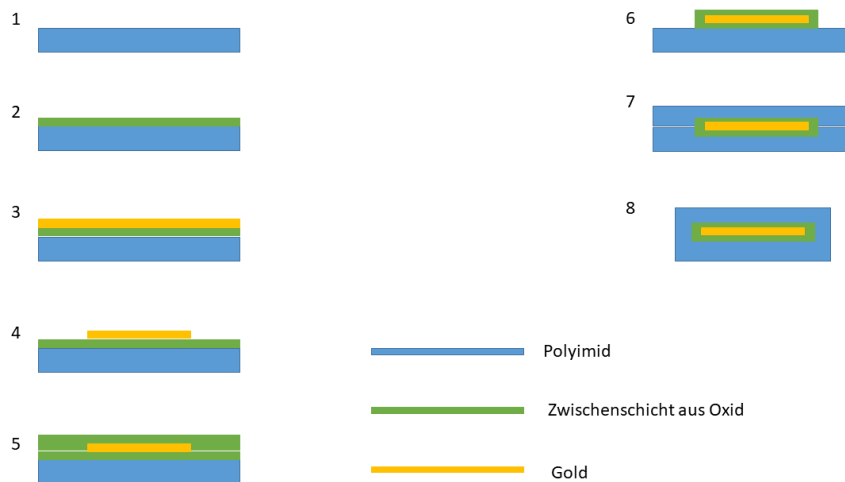


Abbildung 5.4: Schematische Darstellung der Schritte bei der Probenherstellung.

## 5.3 Aufbau der Teststrukturen

Für die Bewertung wurden die fertigen Proben mithilfe eines FIB-Strahls aufgeschnitten und der Schichtverbund wurde mit dem REM betrachtet. Damit war es möglich, Fehler zu erkennen, die sonst nicht auffielen, wie beispielsweise die Trennung des Goldes vom Substrat oder die Rauigkeiten der entstandenen Schichten. Für eine bessere Vergleichbarkeit wurden jeweils die 50 nm und die 100 nm-Schichten gegenübergestellt.

### 5.3.1 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zwischenschichten

Die Proben sind zu sehen in Abbildung 5.5 für die 50 nm Schicht und 5.6 für die 100 nm Schicht. Im Gegensatz zu Abbildung 2.21 ist deutlich zu sehen, dass die Goldschicht sehr viel spitzer zuläuft. Die deutliche Aufrauung der Goldschicht fällt deutlich auf in dem Bereich, in dem die Goldschicht angeätzt wurde. Es ist klar zu sehen, dass es zu einer Ablösung der Goldschicht vom Substrat kommt. Diese Ablösung ist jedoch nur in einem kleinen Bereich erfolgt. Der fehlende Kontakt der 50 nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht auf der Goldschicht zu der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht auf der vorherigen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht ist klar zu erkennen. Dieses Problem trat bei der

100 nm dicken Schicht nicht auf, da die obere Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht dick genug war. Zumindest ist kein Riss in der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht zu erkennen. Die Abhebung der Goldschicht ist jedoch auch hier klar zu erkennen.

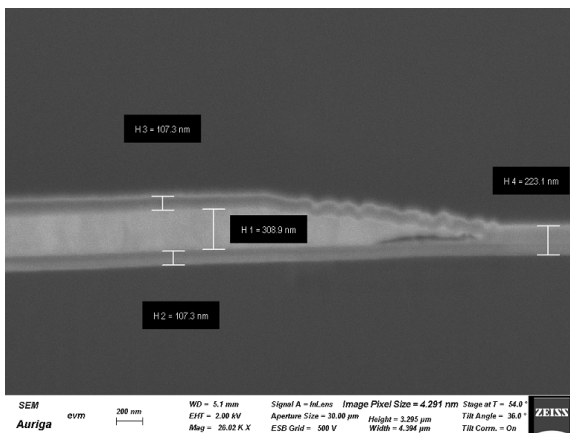
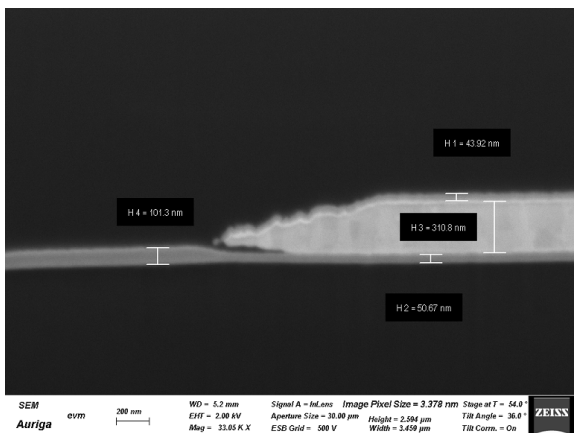


Abbildung 5.5: Teststruktur mit 50 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht

Abbildung 5.6: Teststruktur mit 100 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht

### 5.3.2 TiO<sub>2</sub>-Zwischenschichten

Die Titanoxidschicht ist deutlich erkennbar. Sie ist umgeben von der dunklen PI-Schicht und umgibt die Goldleiterbahnen. Einzelne dunklere und hellere Bereiche der Goldschicht sind erkennbar. Die Probe mit der 50 nm Schicht ist in Abbildung 5.7 zu sehen und die Probe mit der 100 nm Schicht ist in Abbildung 5.8 zu sehen. Insgesamt fällt hier die Aufrauung der TiO<sub>2</sub> Schicht im Übergangsbereich auf. Der Übergangsbereich beim Gold ist deutlich kürzer bei der Probe mit der 100 nm TiO<sub>2</sub>-Schicht verglichen mit der 100 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe 5.6. Man sieht hier deutlich, dass es eine Lücke zwischen den beiden TiO<sub>2</sub>-Schichten gibt, möglicherweise bedingt durch die Ausdehnung bei der Herstellung der zweiten PI-Schicht.

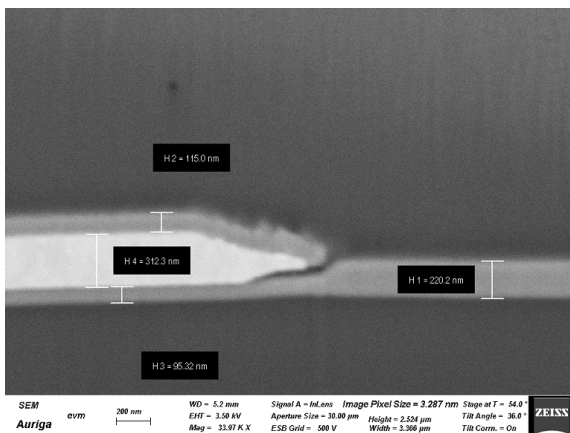
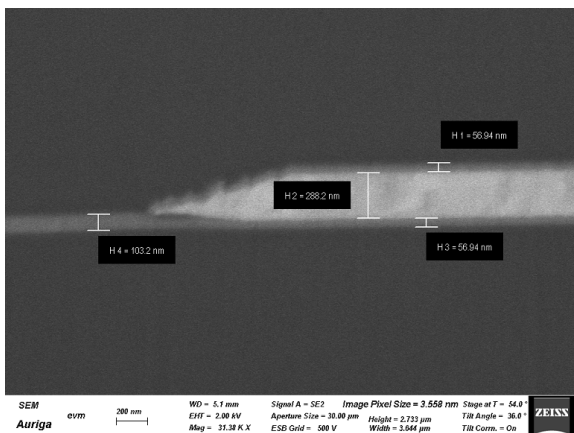


Abbildung 5.7: Teststruktur mit 50 nm TiO<sub>2</sub>-Schicht

Abbildung 5.8: Teststruktur mit 100 nm TiO<sub>2</sub>-Schicht

### 5.3.3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Schichtpaket

Abbildung 5.9 zeigt eine Probe mit dem Schichtpaket bestehend aus einer Abfolge von TiO<sub>2</sub>- und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schichten, deutlich zu erkennen an der Abfolge aus dunklen und hellen Bereichen. Die eingebrachten Zwischenschichten haben eine Gesamtdicke von etwa 200 nm. Das umgebende Polyimid ist klar erkennbar, da es deutlich dunkler ist als der Rest. Ebenso deutlich zu sehen sind die Goldleiterbahnen. Es fällt auf, dass die Goldleiterbahnen im Randbereich nicht an dem Oxid haften. Ebenso fällt auf, dass es einen sichtbaren Riss in der Zwischenschicht gibt, am Rand der Goldleiterbahn. Im Vergleich zu den bisherigen Proben ist dieser Riss jedoch deutlich weniger erkennbar. Außerdem ist die Ablösung des Goldes von der unteren Schicht klar erkennbar.

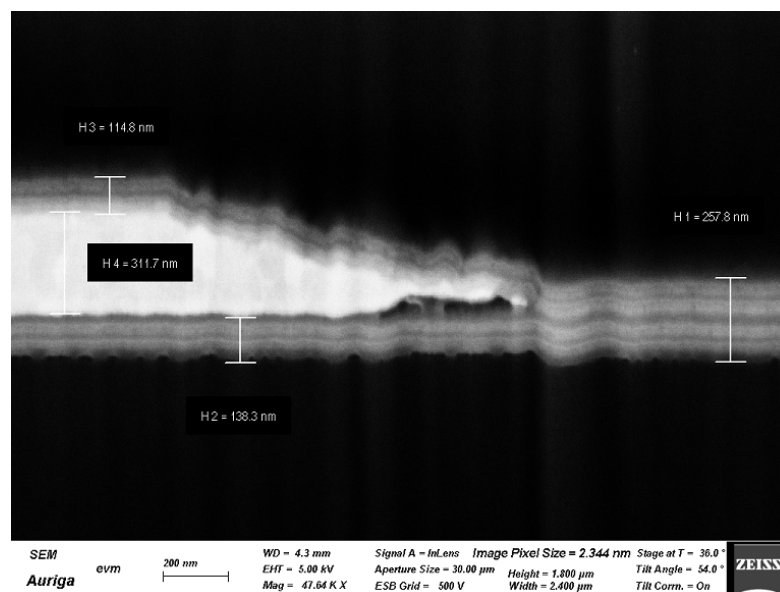


Abbildung 5.9: Innerer Aufbau einer Probe mit einem Schichtpaket. Beide Schichten sind klar erkenn- und unterscheidbar. Die Aluminiumoxidschicht ist im Bild heller.

### 5.3.4 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Zwischenschichten

Zu sehen ist eine Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Zwischenschicht. Man erkennt deutlich die Oxidschicht, umgeben vom PI. Die Probe mit der 50 nm Schicht ist in Abbildung 5.10 zu sehen und die Probe mit der 100 nm Schicht ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Das Tantaloxid ist in Abbildung 5.10 als hellgraue Schicht zu erkennen, die keine sichtbaren farblichen Variationen aufweist. Die 100 nm Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Schicht in Abbildung 5.11 ist farblich sehr homogen, jedoch etwas dunkler als die Goldschicht. Im Vergleich zu den bisherigen Proben erfolgte die Herstellung bei deutlich niedrigeren Temperaturen und der Ausheizvorgang dauerte deutlich länger. In Abbildung 5.10 sieht man, dass die obere Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Schicht durchgehend ist, solange sie auf dem Gold abgeschieden wurde, aber zur Bildung einzelner größerer Erhebungen neigt, sobald sie auf der unteren Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Schicht ist. Dies ist deutlich anders bei der 100 nm Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Schicht in Abbil-

Abbildung 5.11. Hier ist eine Schicht gleichmäßiger Dicke zu erkennen, die dem Oberflächenprofil der darunterliegenden Schicht folgt. Trotzdem ist auch hier ein Riss innerhalb der oberen Schicht zu erkennen. Der spitz zulaufende Bereich bei der Goldschicht hat auch hier einen Bereich, bei dem es zur Delamination von der unteren Schicht kam, jedoch ist dieser Bereich deutlich kleiner als bei den bisherigen Proben auf den anderen Schichten.

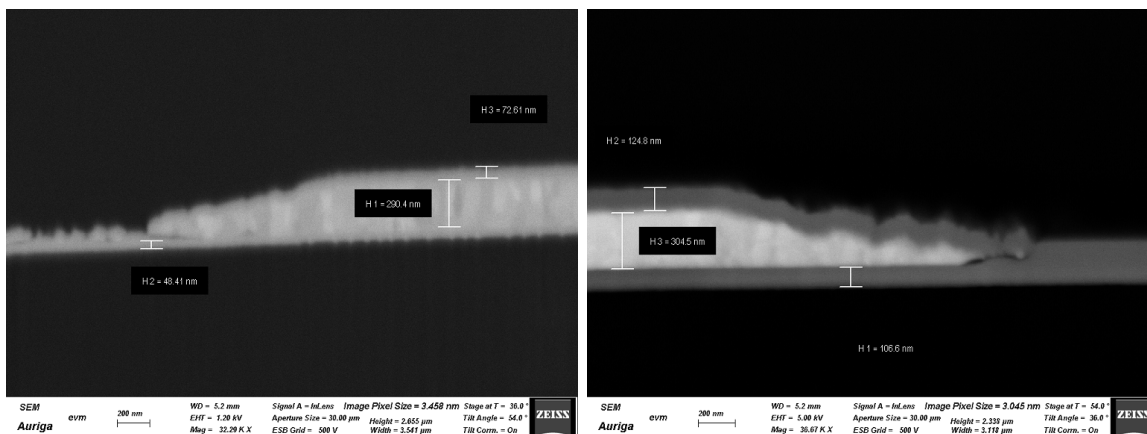


Abbildung 5.10: Teststruktur mit 50 nm  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht

Abbildung 5.11: Teststruktur mit 100 nm  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Schicht

## 5.4 Risse infolge der Fertigung

Infolge der Wärmebehandlung des PI kam es zur Rissbildung. Die Risse sind in den beiden Abbildungen 5.12 und 5.13 zu sehen. Die Rissbildung erfolgte im letzten Prozessschritt, bei der Herstellung des Polyimids. Die Risse sind zu sehen in Abbildung 5.12 in einer Abbildung, die im REM durchgeführt wurde. Man sieht sehr deutlich die zahlreichen Risse, die sich in der Oxidschicht gebildet haben. Sie sind hauptsächlich in dem Bereich, in dem größere Oxidflächen sind. Die Risse sind entstanden in den Schichten, die bei 450 °C ausgeheizt wurden. Wurde die Ausheiztemperatur auf 375 °C abgesetzt und der Aufheizvorgang verlangsamt, kam es nicht zur Bildung von Rissen. Letzteres geschah bei der Fertigung der Proben mit der  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -Zwischenschicht. Alle anderen Proben wurden bei 450 °C ausgehärtet.



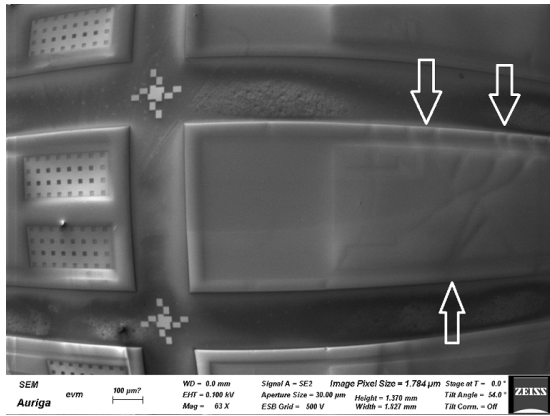


Abbildung 5.12: REM-Aufnahme von aufgetretenen Rissen nach der Probenherstellung. Die Risse sind farblich und mit Pfeil markiert.

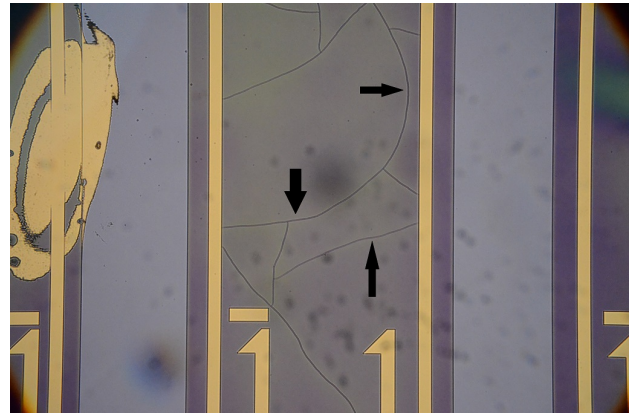


Abbildung 5.13: Mikroskopaufnahme der aufgetretenen Risse nach erfolgter Herstellung. Die Risse sind mit Pfeilen markiert.

Diese Risse sind auch im Mikroskop zu erkennen, zu sehen in Abbildung 5.13. In Abhängigkeit davon, ob die Risse oberhalb der Interdigitalstruktur, zwischen Kante und der Interdigitalstruktur oder nicht auftraten, wurden verschiedene Güten festgelegt, mit QV für keine erkennbaren Risse, Q1 nur in dem Bereich, der keinen Kontakt zur Ringerlöschung hat, und Q2, wenn Risse zwischen ID-Struktur und Rand zu sehen sind. Eine Probe, die zur Gruppe Q1 gehört, ist in Abbildung 5.13 zu erkennen.



# Kapitel 6

## Versuchsdurchführung

In diesem Kapitel werden das Messverfahren sowie die Versuchsergebnisse vorgestellt. Letztere werden aufgeteilt in die jeweiligen Abschnitte zum zeitlichen Verlauf der Versagensfälle und die auftretenden Schadensfälle. Die Ergebnisse werden aufgeteilt in Material, Schichtdicke und bei Bedarf den Zustand der Proben.

Tabelle 6.1: Lebensdauerprüfungen der Proben mit den Zwischenschichten aus den jeweiligen Materialien

Material	Schichtdicke
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50 nm
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	100 nm
TiO <sub>2</sub>	50 nm
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	50 nm
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	100 nm
Schichtpaket	100 nm

Tabelle 6.1 gibt eine Übersicht über die Probengruppen in diesem Kapitel.

### 6.1 Messverfahren

Sind die Proben kontaktiert, werden die Proben in die Flüssigkeit eingesetzt und es wird eine Spannung von 5 V angelegt. Der Aufbau ist der gleiche wie bei den bisherigen Tests. Damit die Versuchsdauer nicht zu groß ist und damit man eine Aussage treffen kann, welche Schichten am sinnvollsten sind, wird eine Temperatur von 57 °C gewählt, wohlwissend um die eingeschränkte Aussagefähigkeit der Van't-Hoff-Regel, die im Vorversuch festgestellt wurde.

Der gesamte Messaufbau ist zu sehen in Abbildung 6.1. Zu erkennen sind oben die Spannungsquelle, die einzelnen Drähte, die Halterungen mit den Widerständen, die Gefäße mit den Proben und die Arduinos. Oben ist die Spannungsquelle zu sehen, die verbunden ist mit den Kabeln, die mit den Proben verbunden sind. Dabei wurden zuerst Jumperkabel verbunden, die mit dünnen Drähten verbunden sind, welche mit den Proben kontaktiert sind. Die Proben

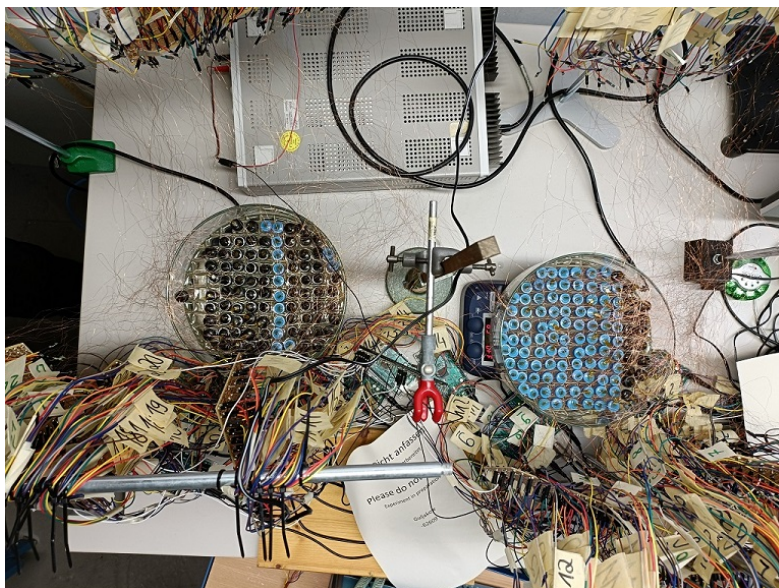


Abbildung 6.1: Messaufbau in Draufsicht. In den Kristallisierschalen befinden sich die Proben. Neben der Verkabelung sind auch die Arduinos zu sehen, die für die Messung genutzt wurden.

sind über dünne Drähte und Jumperkabel mit Platinen verbunden, an denen Widerstände befestigt sind. Von jedem Widerstand geht ein Kabel zu jeweils einem Analoganschluss eines Arduinos. Und zuletzt besteht wieder eine Verbindung zur Spannungsquelle.

## 6.2 Lebensdauer der Proben

Im Folgenden wird auf die Lebensdauer und den Zustand der Proben nach dem Versuch eingegangen. Die Proben werden nach Material und Schichtdicke gruppiert und, wenn nötig, wird der Zustand der Proben einbezogen.

### 6.2.1 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zwischenschicht

Die Aluminiumoxidschichten weisen sehr gute Ergebnisse auf. Es wurde der Einfluss verschiedener Schichtdicken überprüft, jeweils eine Versuchsreihe mit Proben, mit einer 50 nm dicken Zwischenschicht und mit einer 100 nm dicken Zwischenschicht. Da es infolge der Produktion zu Rissen kam, wurde unterschieden zwischen Proben, die über keine Schäden verfügten, und Proben, die Risse aufwiesen. Diese Risse haben sich sehr deutlich auf die Lebensdauer ausgewirkt. Je besser der Ausgangszustand der Proben war, umso länger waren die gemessenen Lebensdauern.

**50 nm**

Die Proben haben sehr lange gehalten. Es sind nur sehr wenige Versagensfälle aufgetreten. Deutlich längere Versuchsdauern sind notwendig um die erwarteten Lebensdauern besser abschätzen zu können.

**Lebensdauerermessung** Man sieht die geringe Anzahl der Versagensfälle über die Zeit. Ebenso fällt auf, dass im Verlauf der ersten Tage vermehrt Kurzschlüsse festgestellt wurden. Anschließend wurden keine Versagensfälle mehr festgestellt.

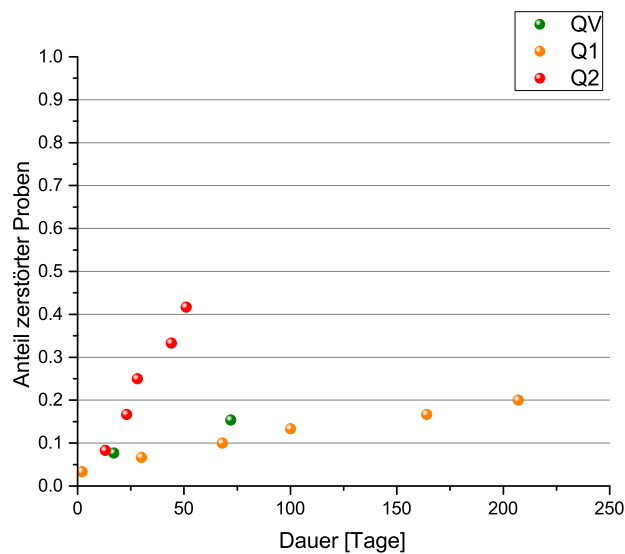


Abbildung 6.2: Probenversagen über die Zeit bei Proben mit 50 nm dicker Aluminiumoxidschicht, aufgeschlüsselt über den Ausgangszustand.

Die Lebensdauern sind aufgetragen in Abbildung 6.2. Klar zu erkennen ist das jeweils unterschiedliche Probenverhalten, je nachdem, wie groß die vorherigen Schäden an der Probe waren. Bei zahlreichen Schäden Q2 kommt es im Verlauf der ersten 51 Tage zu regelmäßigen Kurzschlüssen, die danach bis zum Ende des Versuches nicht mehr auftreten. Waren keine oder nur geringe Schäden feststellbar, QV und Q1, waren auch nach 250 Tagen höchstens 20 % der Proben nicht mehr intakt. Eine Abschätzung der Lebensdauer aller Proben bräuchte deutlich mehr Zeit.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Zu sehen ist hier eine Probe nach einem Versagensfall. Man sieht deutlich, dass es zur Auflösung jeder jeweils zweiten Leiterbahn kommt. Es ist jedoch keine Delamination zahlreicher Leiterbahnen festzustellen. Der Schaden beginnt an einer Seite.

Abbildung 6.3 zeigt beispielhaft eine Probe nach einem Probenversagen. Andere Proben unterschieden sich hinsichtlich des aufgetretenen Schadens. Es besteht der Eindruck, dass die

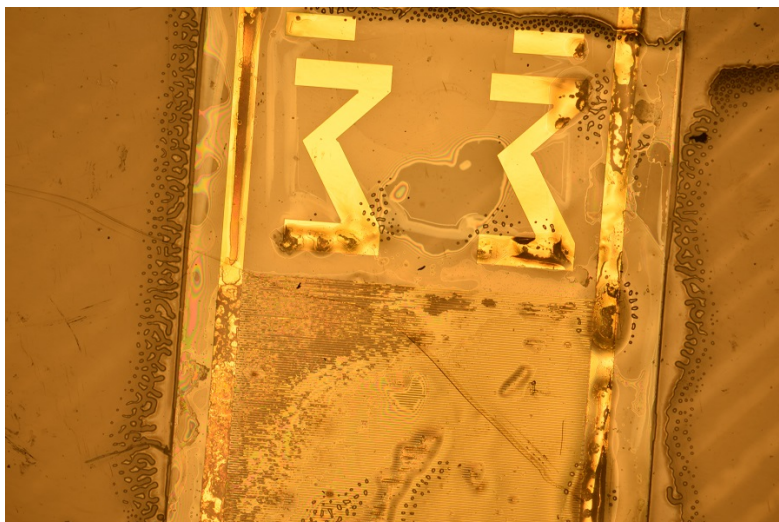


Abbildung 6.3: Probe mit jeweils 50 nm dicker Aluminiumoxidschicht nach Versagen. Komplette Auflösung der Leiterbahnen.

Schäden stets von der Seite ausgehen. Ein Schadensauftritt in der Mitte der Proben konnte nicht festgestellt werden.

### 100 nm

Insgesamt ist auch hier eine Verbesserung zu den unbehandelten Proben erkennbar. Nach 204 Tagen kam es bei 3 von 9 Proben zum Kurzschluss. Die auftretenden Schäden sind gekennzeichnet durch die Auflösung von Leiterbahnen, jedoch ist keine weitreichende Delamination feststellbar.

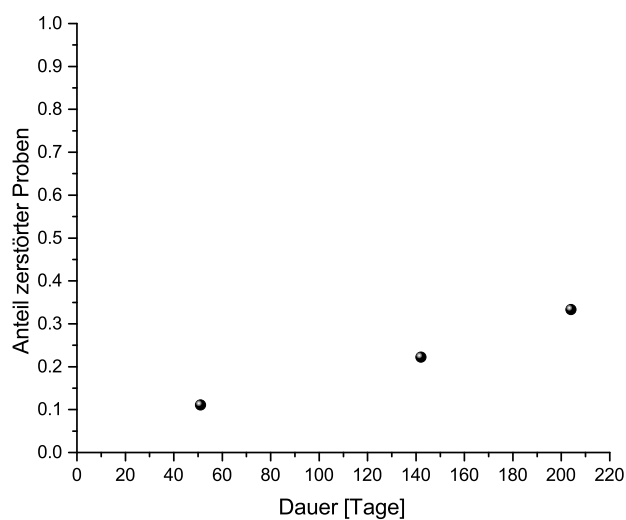


Abbildung 6.4: Versagen über die Zeit bei Proben mit jeweils 100 nm dicken Aluminiumoxidschichten.

**Lebensdauerermessung** Abbildung 6.4 zeigt die Lebensdauern der Proben. Bis zum Versuchsende kam es bei etwa einem Drittel der Proben zum Versagen. Der Verlauf ist über die Zeit linear. Ob der Verlauf bei längerem Versuch linear wäre, ist unklar. Durch die geringe Anzahl an Proben konnte keine Unterscheidung hinsichtlich des Ausgangszustandes der Proben gemacht werden.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Abbildung 6.5 zeigt eine Probe nach einem Langzeitversuch, bei dem ein Versagensfall aufgetreten ist. Es kommt zur Auflösung einer der Leiterbahnen, die mit einer Seite verbunden sind, während die andere unverändert bleibt. Insgesamt ist der Schaden jedoch insoweit begrenzt, als nicht die ganze Fläche betroffen ist, sondern nur ein kleiner Bereich. Die Delamination eines kleinen Bereiches einer einzelnen Leiterbahn ist aufgetreten, setzte sich jedoch nicht auf größere Bereiche fort. Auch hier besteht der Eindruck, dass die Schäden an der Seite auftreten und nicht in der Probenmitte.

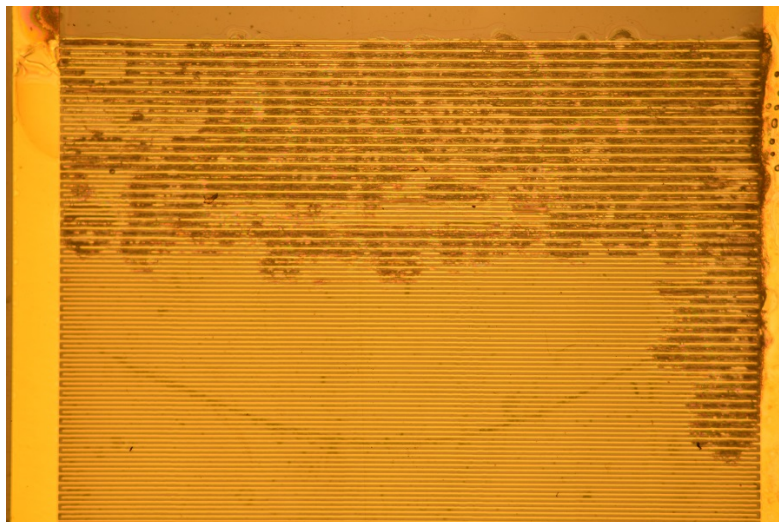


Abbildung 6.5: Probe nach Versagen. Komplette Auflösung der Leiterbahnen einer Probe mit jeweils einer 100 nm dicken  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zwischenschicht.

### 6.2.2 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Zwischenschicht

Es wurden Proben mit Zwischenschichten aus Tantaloxid versehen. Die Proben hatten jeweils zwei Schichtdicken, einmal 50 nm und einmal 100 nm pro Seite, um mögliche Auswirkungen der Schichtdicke feststellen zu können. Insgesamt wurden 32 Proben mit einer Schichtdicke von 50 nm und 16 Proben mit einer Schichtdicke von 100 nm verwendet. Die Resultate unterschieden sich nicht grundsätzlich. Das Tantaloxid ist nicht geeignet als Isolationsschicht. Es kommt zum Eindringen der Flüssigkeit und zum Kurzschluss, mit darauffolgender Auflösung jeweils einer von zwei Leiterbahnen. Ebenfalls tritt Delamination auf.

#### 50 nm

Die Lebensdauern zeichnen sich durch zwei Phasen aus. Zuerst kommt es durchschnittlich alle 0,62 Tage zum Probenversagen. Anschließend sinkt die Geschwindigkeit, mit der es zum Probenversagen kommt, und der zeitliche Abstand zwischen zwei Versagensfällen liegt bei etwa 5 Tagen. Das Probenversagen zeichnet sich aus durch das Eindringen von Flüssigkeit mit anschließender Auflösung von Leiterbahnen, wobei jeweils jede zweite intakt bleibt. Ebenfalls kommt es zur Delamination und zur darauffolgenden Loslösung von Leiterbahnen und zur ungeordneten Durchmischung der Leiterbahnen. Die Ergebnisse sind im Folgenden dargestellt.

**Lebensdauerermessung** Innerhalb von 47 Tagen war keine Probe mehr funktionsfähig, die nicht kurzgeschlossen war. Hier sieht man sehr deutlich die Aufteilung in zwei Phasen, eine erste, bei der schnell ein Probenversagen vorliegt, und eine zweite, bei der der zeitliche Abstand etwas größer ist. Die erste Phase dauert 21 Tage an, in der 13 Kurzschlüsse stattfanden. Dann kommt die zweite Phase, welche mit der Zerstörung der verbleibenden Proben nach 47 Tagen endet.

Abbildung 6.6 zeigt den Anteil zerstörter Proben über die Zeit. Es sind die Lebensdauern der 18 Proben eingezeichnet, bei denen die Lebensdauern bekannt sind. Insgesamt umfasste der Versuch 32 Proben, die alle nach dem Versuch entweder nicht mehr funktionsfähig waren oder bei denen es früh zum Kurzschluss gekommen ist, der jegliche Reaktion verhindert hat, weshalb diese Proben nach dem Versuch unversehrt wirkten.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Abbildung 6.7 zeigt eine Probe nach einem Langzeitversuch. Es sind zwei verschiedene Schadensfälle zu erkennen, zum einen die Auflösung von Leiterbahnen und zum anderen die Delamination mit Loslösung zahlreicher Leiterbahnen, bedingt durch die geringe Haftung zwischen Gold- und Oxidschichten.



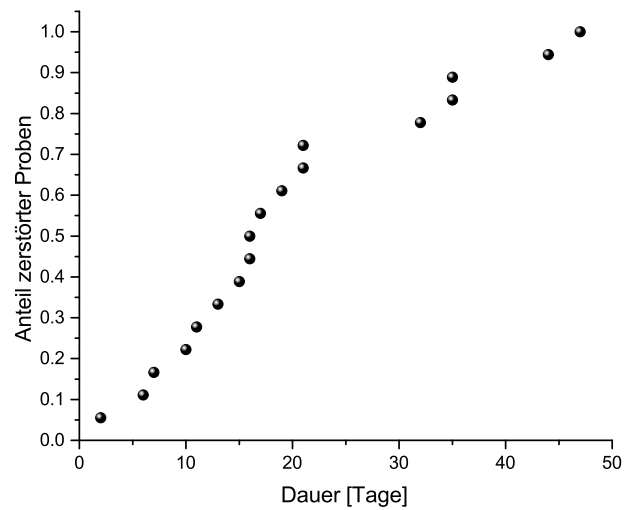


Abbildung 6.6: Laufzeiten der Proben mit jeweils 50 nm dicker Tantaloxidschicht.

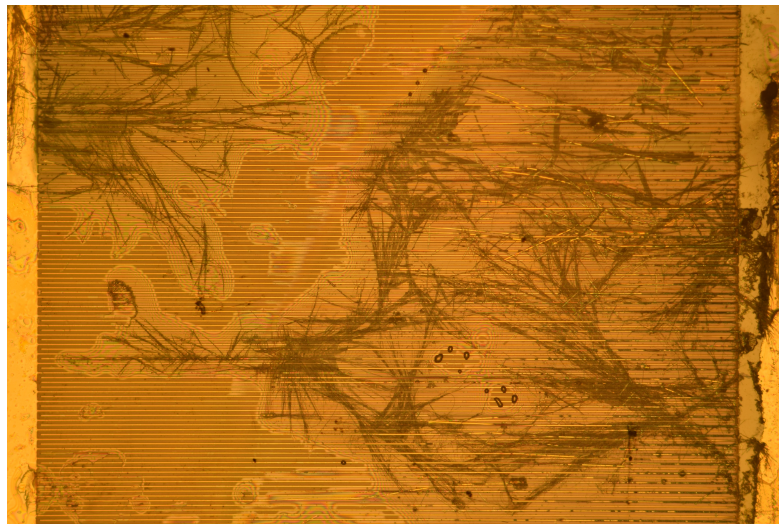


Abbildung 6.7: Probe mit jeweils 50 nm dicken Tantaloxidschichten nach Versagen. Auflösung der Leiterbahnen und Delamination sind deutlich sichtbar.

### 100 nm

Im Folgenden werden die Ergebnisse der 100 nm Versuche vorgestellt. Sie unterscheiden sich nicht grundsätzlich von den Ergebnissen mit der 50 nm-Zwischenschicht.

**Lebensdauerermessung** Erkennbar ist in Abbildung 6.8, dass im Verlauf der ersten 38 Tage regelmäßig Kurzschlüsse bei sieben von acht der Proben festgestellt wurden. Anschließend steigt der zeitliche Abstand zum nächsten gemessenen Kurzschluss deutlich an. Nach Entnahme der Proben konnte keine nicht zerstörte Probe festgestellt werden. Es sind die Lebensdauern von acht Proben in der Abbildung dargestellt, deren Lebensdauern bekannt sind. Durch Kurzschlüsse konnten nicht alle Lebensdauern der 16 Proben gemessen werden, jedoch

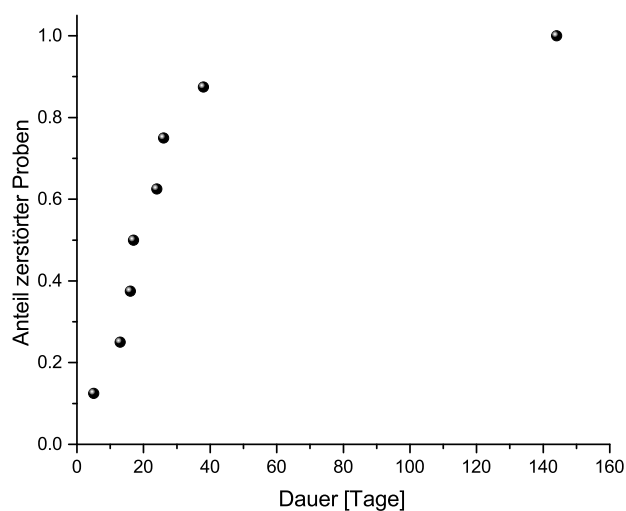


Abbildung 6.8: Laufzeiten der Proben mit jeweils 100 nm dicken Tantaloxidschichten.

stellte sich bei der darauffolgenden optischen Untersuchung heraus, dass alle Proben entweder deutliche Auflösungserscheinungen aufwiesen oder, im Fall einer Probe, der Kurzschluss zu einem Ausbleiben jeglicher Reaktion führte, sodass diese Probe intakt erschien.

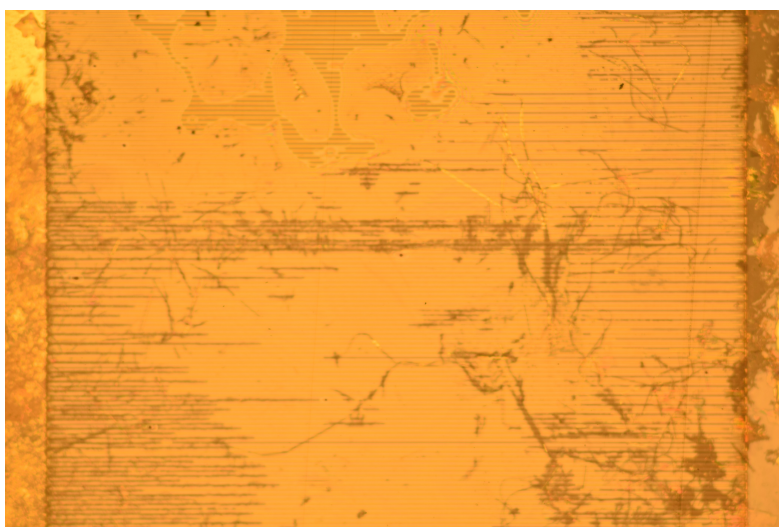


Abbildung 6.9: Aufnahme einer Probe mit 100 nm dicken Tantaloxidschichten nach Versagen. Die Leiterbahnen sind aufgelöst.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Abbildung 6.9 zeigt eine Probe nach einem Versuch. Es sind auch hier die zwei üblichen Schadensmuster zu sehen, zum einen die Auflösung einzelner Leiterbahnen infolge elektrochemischer Reaktionen und zum anderen die Delamination mehrerer Leiterbahnen von den Oxidschichten mit anschließender Unordnung.

### 6.2.3 TiO<sub>2</sub>-Zwischenschicht

Durch die temperaturbedingt aufgetretenen Risse waren keine Proben mit einer 100 nm Zwischenschicht übrig. Folglich konnten nur Versuche mit Proben einer Schichtdicke von 50 nm durchgeführt werden. Diese sind bei einem Spannungsniveau von 5 V leitfähig und es wurde eine Spannung von 2,9 V gemessen. Die entstehenden Schichten haben somit einen Widerstand von ca. 724 Ω. Insgesamt hat sich das TiO<sub>2</sub> als nicht brauchbar herausgestellt, da es das Eindringen der Flüssigkeit eher fördert, als dass es sie hindert.

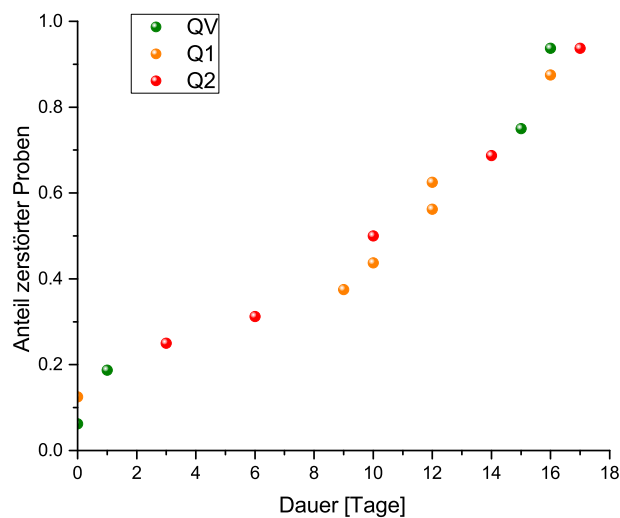


Abbildung 6.10: Laufzeiten der Proben. Trotz unterschiedlicher Ausgangszustände, die farblich gekennzeichnet sind, sind die Lebensdauern ähnlich.

**Lebensdauerermessung** Die Lebensdauern sind dargestellt in Abbildung 6.10. Es fällt zum einen auf, dass die Lebensdauer der Proben unabhängig ist vom Ausgangszustand. Zum anderen fällt auf, dass nach 9 Tagen 40 % der Proben nicht mehr intakt sind und nach weiteren 9 Tage alle Proben nicht mehr intakt sind. Es ist eine sichtliche Beschleunigung des Probenversagens zu erkennen, mit 20 % der Versagensfälle von Tag 1 bis Tag 9 und 60 % von Tag 9 bis Tag 18, zusätzlich zu den Proben, bei denen bereits am ersten Tag ein Kurzschluss gemessen wurde.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Eine Probe nach einem Versuch ist zu sehen in Abbildung 6.11. Es fällt die weitgehende Auflösung der Leiterbahnen auf. Dadurch ist nicht erkennbar, an welcher Stelle das Probenversagen eingesetzt hat. Man sieht sehr deutlich, dass eine Leiterbahn weitgehend aufgelöst ist, während die andere noch weitgehend unversehrt ist.



Abbildung 6.11: Probe mit jeweils 50 nm dicker Titanoxidschicht nach Versagen. Deutliche Auflösung der Leiterbahnen.

#### 6.2.4 Titan- und Aluminiumoxidschichtpaket

Die Annahme bei diesen Proben war, dass die einzelnen Schichten den Weg, den eine eindringende Flüssigkeit nähme, verlängern würden und so die Lebensdauer erhöht wäre. Diese Annahme hat sich nicht bewahrheitet, da die Flüssigkeit von der Seite eindringt und das  $\text{TiO}_2$  als leitende Schicht genutzt hat. Es hat sich zusätzlich gezeigt, dass das  $\text{TiO}_2$  bei einer angelegten Spannung von 5 V leitend ist, und dass eine 20 nm dicke  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht nicht ausreichend ist für die elektrische Isolierung. Dies führte zu gemessenen Spannungen zwischen 0 V und 3 V. Zwar ist der Wert niedriger als bei einer  $\text{TiO}_2$ -Schicht, was auf einen insgesamt höheren Widerstand hinweist, jedoch schwankt der Wert gleichzeitig deutlich stärker zwischen den einzelnen Proben. Dies wird möglicherweise durch Schwankungen der Schichtdicken hervorgerufen.

**Lebensdauerermessung** Abbildung 6.12 zeigt den Verlauf der Probenlebensdauern über die Zeit. Mehrere Bereiche sind deutlich zu erkennen. Der erste Bereich, vom Versuchsbeginn bis zum Tag 12, zeichnet sich dadurch aus, dass regelmäßiges Probenversagen auftritt, mit etwa einer Probe pro ca. zwei Tage. Im zweiten Bereich sinkt die Versagensrate merklich ab und der Zeitraum zwischen dem Versagen von Proben steigt an. Dies dauert bis 121 Tage nach Versuchsbeginn. Anschließend sinkt die Versagensrate noch weiter ab. Nach 244 Tagen ist die letzte Probe nicht mehr funktionsfähig. Insgesamt ist eine deutliche Verbesserung zu den Proben aus Titanoxid feststellbar, jedoch gleichzeitig eine Verschlechterung zu den Proben, die nur eine Aluminiumoxidschicht aufweisen.

Es sind die Lebensdauern von 23 Proben in Abbildung 6.12 berücksichtigt. Die restlichen Lebensdauern konnten wegen auftretender Kurzschlüsse nicht festgestellt werden. Insgesamt

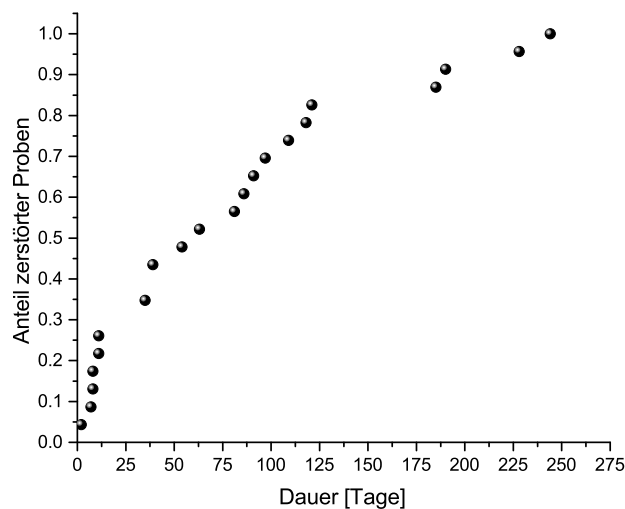


Abbildung 6.12: Laufzeiten der Proben mit dem Aluminiumoxid- Titanoxidschichtpaket als Zwischenschicht.

umfasste der Versuch 32 Proben. Eine anschließende optische Untersuchung unter dem Mikroskop ergab, dass keine der Proben nach dem Versuch intakt war.

**Aufnahmen der Proben nach Versagen** Abbildung 6.13 zeigt eine Probe nach einem Versuch, nachdem es zum Probenversagen gekommen ist. Deutlich erkennbar sind die Bereiche, in denen es zum Eindringen der Flüssigkeit gekommen ist. Diese Bereiche sind mittig in der Probe. Dies unterscheidet sie von allen vorhergegangenen Proben. Es kann davon ausgegangen werden, dass das  $\text{TiO}_2$  die Flüssigkeit geleitet hat und einzelne Defekte an den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichten zum Eindringen der Flüssigkeit zu den Leiterbahnen geführt hat. Die Annahme, dass mehrere Schichten den Weg der Flüssigkeit verlängern würden, hat sich in diesem Fall nicht bewahrheitet. Es hat hier eher dazu geführt, dass die  $\text{TiO}_2$ -Schicht die Flüssigkeit an der Seite aufnehmen konnte, was zum Versagen führte. Da Probenversagen durch Materialversagen in der Mitte der Probe klar erkennbar ist (siehe 2.19), kann davon ausgegangen werden, dass dies hier nicht der Fall ist. Hier dürfte die Flüssigkeit auf Defekte in der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht treffen und dann in den Bereich zwischen den Goldleiterbahnen eindringen können.

### 6.3 Ergebnisse

Anders als bei den Proben im Vorversuch lässt sich die Weibull-Verteilung hier nicht verwenden, da die Verläufe über die Zeit eher linearer Natur sind, wengleich mit deutlichen Unterschieden zwischen den einzelnen Materialien. Zum einen fällt deutlich auf, dass zum Versuch-

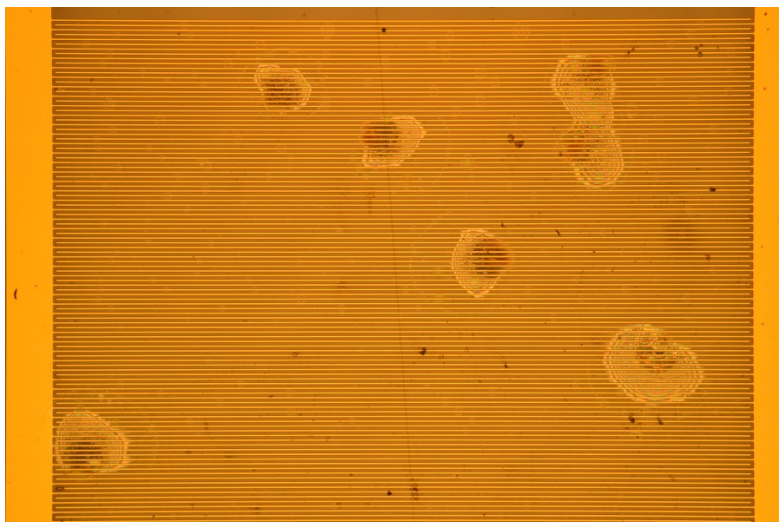


Abbildung 6.13: Probe mit stellenweisem Versagen und Eindringen der Flüssigkeit in der Mitte des ID-Bereiches, hier mit Schichtpaket aus Aluminium- und Titanoxid.

sende noch intakte Proben mit einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zwischenschicht vorhanden waren, während bei allen anderen Proben teils deutlich eher das Probenversagen eingetreten ist. Die Hoffnung, dass eine Sandwichstruktur Abhilfe schüfe, hat sich nicht bewahrheitet. Bei den Proben mit der  $\text{TiO}_2$ -Schicht waren nach weniger als drei Wochen alle Proben ausgefallen, unabhängig vom Ausgangszustand. Beim Tantaloxid war nach 50 Tagen die Hälfte der Proben ausgefallen. Bei den Proben mit dem Schichtpaket dauerte es 100 Tage, bis die Hälfte der Proben versagt hat. Ausgehend vom Schadensbild der Proben mit dem Schichtpaket und den kurzen Lebensdauern ergibt sich der Eindruck, dass die Zwischenschichten aus Titan- und Tantaloxid eher zum Probenversagen beitragen, als es zu verhindern. Einzig bei Proben mit einer Aluminiumoxidverkapselung wurde die Lebensdauer deutlich vergrößert, klar erkennbar in der Abbildung 6.2. Hier fällt die Abhängigkeit vom Zustand der Proben auf, darüber hinaus, dass oberhalb eines bestimmten Anteils an Kurzschlüssen kein Probenversagen mehr verzeichnet wurde. Je besser die Qualität der Proben war, umso länger zog sich dieser erste Bereich hin, bei dem es zum regelmäßigen Probenversagen kam. Drang Flüssigkeit ein, kam es zur Auflösung von Leiterbahnen und seltener zur Delamination und Loslösung der Leiterbahnen vom Substrat.

# Kapitel 7

## Zusammenfassung und Ausblick

Im Folgenden werden die wichtigsten Ergebnisse zusammengefasst und Vorschläge für künftige Arbeiten gemacht.

### 7.1 Zusammenfassung.

Es wurden erst Proben auf eine Art und Weise hergestellt, wie sie für die Herstellung der bestehenden Neuroimplantate typisch ist. Dann wurden zwei zusätzliche Batches an Proben mit einer O<sub>2</sub>-Plasmavorbehandlung hergestellt, die zeigen sollten, wie viel besser der aktuell beste Ansatz ist. Die Ursprungsproben haben gezeigt, dass die Nutzung der Van't-Hoff-Regel zu übertrieben optimistischen Ergebnissen führt. Die Nutzung der Weibull-Statistik für die Beschreibung der Lebensdauern hat sich hier bewährt. Es wurden Proben mit Zwischenschichten hergestellt, wobei die Zwischenschichten mit dem HIPIMS-Verfahren hergestellt wurden und aus Aluminium-, Titan- und Tantaloxid bestanden. Die Schichten aus dem Aluminiumoxid haben die längste Lebensdauer. Die Lebensdauer lässt sich jedoch nicht mehr durch die Weibull-Verteilung beschreiben. Dadurch, dass der Versuch beendet wurde, bevor die Lebensdauern aller Proben erreicht waren, konnte keine endgültige Aussage getroffen werden über die zu erwartende Lebensdauer und die Gründe für die damit einhergehenden Schäden. Insgesamt kann jedoch eine deutlich längere Lebensdauer als bei den Ausgangsproben erwartet werden.

### 7.2 Ausblick

Da die Ansätze, die in dieser Arbeit erprobt wurden, sich als erfolgreich erwiesen haben, liegen mehrere weitere Ansätze nahe. So wäre es sinnvoll, die Wärmebehandlung bei der Herstellung der zweiten PI-Schicht zu optimieren, damit mehr Proben mit einer Aluminiumoxidschicht entstehen, die nicht rissig ist, und die Versuche mit diesen Proben zu wiederho-

len. Hier wären auch längere Versuchsdauern sinnvoll, als sie in dieser Arbeit gegeben waren. Neben Versuchen in Ringerlösung wäre es auch sinnvoll, die Versuche in artifizierter Cerebrospinalflüssigkeit zu wiederholen, um Versuche in einer dem Gehirn ähnlicheren Umgebung durchzuführen. Sind diese Versuche erfolgreich, wären in vivo Versuche wünschenswert, um zu überprüfen, wie aussichtsreich die so hergestellten Proben im praktischen Versuch sind. Neben Versuchen in intrakortikalen Implantaten wäre auch die Übertragung auf andere Implantate sinnvoll, wie ECoG,  $\mu$ ECoG und DBS. Neben den aussichtsreichen Anwendungen in Neuroimplantaten bietet es sich auch an, die Erkenntnisse im Bereich der Kunststoffmetallisierung auf andere Metalle und andere Kunststoffe zu übertragen.



# Literaturverzeichnis

- [1] T. Deller and T. Sebestény, *Fotoatlas Neuroanatomie*. Elsevier Health Sciences, 2016.
- [2] L. W. Swanson, “Brain maps 4.0 - structure of the rat brain: An open access atlas with global nervous system nomenclature ontology and flatmaps,” *Journal of Comparative Neurology*, vol. 526, no. 6, pp. 935–943, 2018.
- [3] C. Brunner, *Functional ultrasound imaging (fUSi) to assess brain function in physiological and pathological conditions: application to stroke*. PhD thesis, Sorbonne Paris Cité, 2016.
- [4] K. A. Potter-Baker, M. Ravikumar, A. A. Burke, W. D. Meador, K. T. Householder, A. C. Buck, S. Sunil, W. G. Stewart, J. P. Anna, W. H. Tomaszewski, *et al.*, “A comparison of neuroinflammation to implanted microelectrodes in rat and mouse models,” *Biomaterials*, vol. 35, no. 22, pp. 5637–5646, 2014.
- [5] T. Z. Luo, A. G. Bondy, D. Gupta, V. A. Elliott, C. D. Kopec, and C. D. Brody, “An approach for long-term, multi-probe neuropixels recordings in unrestrained rats,” *Elife*, vol. 9, p. e59716, 2020.
- [6] C. LeRoy, “Ou l’on rend compte de quelques tentatives que l’on a faites pour guerir plusieurs maladies par l’electricite. hist acad roy sciences (paris),” *Mémoire Math Phys*, vol. 60, pp. 87–95, 1755.
- [7] M. S. Humayun, E. de Juan Jr, and G. Dagnelie, “The bionic eye: a quarter century of retinal prosthesis research and development,” *Ophthalmology*, vol. 123, no. 10, pp. S89–S97, 2016.
- [8] O. Foerster, “Beitrag zur pathophysiologie der sehbahn und der sehsphäre,” *J. Psychol. Neurol., Lpz.*, vol. 39, p. 463, 1929.
- [9] J. Button, “Electronics brings light to the blind,” *Radio Electron*, vol. 29, pp. 53–55, 1958.
- [10] R.K.Plumb. The New York Times, 21.Nov. 1957.

- [11] G. S. Brindley and W. S. Lewin, “The sensations produced by electrical stimulation of the visual cortex,” *The Journal of physiology*, vol. 196, no. 2, pp. 479–493, 1968.
- [12] W. H. Dobbie, “Artificial vision for the blind by connecting a television camera to the visual cortex,” *ASAIO journal*, vol. 46, no. 1, pp. 3–9, 2000.
- [13] M. Salzman and M. J. Bak, “A new chronic recording intracortical microelectrode,” *Medical and biological engineering*, vol. 14, pp. 42–50, 1976.
- [14] B. Neurotech., “Products,” 2023. Letzter Zugriff 11.10.2023. <https://blackrockneurotech.com/>.
- [15] P. K. Campbell, K. E. Jones, R. J. Huber, K. W. Horch, and R. A. Normann, “A silicon-based, three-dimensional neural interface: manufacturing processes for an intracortical electrode array,” *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 38, no. 8, pp. 758–768, 1991.
- [16] K. D. Wise, J. B. Angell, and A. Starr, “An integrated-circuit approach to extracellular microelectrodes,” *IEEE transactions on biomedical engineering*, no. 3, pp. 238–247, 1970.
- [17] F. R. Willett, D. T. Avansino, L. R. Hochberg, J. M. Henderson, and K. V. Shenoy, “High-performance brain-to-text communication via handwriting,” *Nature*, vol. 593, no. 7858, pp. 249–254, 2021.
- [18] X. Chen, F. Wang, R. Kooijmans, P. C. Klink, C. Boehler, M. Asplund, and P. R. Roelfsema, “Chronic stability of a neuroprosthesis comprising multiple adjacent utah arrays in monkeys,” *Journal of neural engineering*, vol. 20, no. 3, p. 036039, 2023.
- [19] E. Fernández, A. Alfaro, C. Soto-Sánchez, P. Gonzalez-Lopez, A. M. Lozano, S. Peña, M. D. Grima, A. Rodil, B. Gómez, X. Chen, *et al.*, “Visual percepts evoked with an intracortical 96-channel microelectrode array inserted in human occipital cortex,” *The Journal of clinical investigation*, vol. 131, no. 23, 2021.
- [20] Aleva-neuro, “Homepage,” 2023. abgerufen am 11.10.2023. <https://aleva-neuro.com/>.
- [21] NeuroNexus, “Company homepage,” 2023. abgerufen am 11.10.2023. <https://www.neuronexus.com/>.
- [22] T.-D. Technologies, “Electrode array,” 2023. Letzter Zugriff 09.10.2023. <https://www.tdt.com/component/zif-clip-array-electrodes/>.
- [23] Cortec, “Homepage,” 2023 abgerufen am 11.10.2023. <https://www.cortec-neuro.com/>.

- [24] NMTC1, "Homepage," 2023. abgerufen am 11.10.2023. <https://nmtc1.com/>.
- [25] H. Nazari, P. Falabella, L. Yue, J. Weiland, and M. S. Humayun, "Retinal prostheses: a clinical perspective," *Journal of VitreoRetinal Diseases*, vol. 1, no. 3, pp. 204–213, 2017.
- [26] H. T. Nguyen, S. M. Tangutooru, C. M. Rountree, A. J. Kantzos, F. Tarlochan, W. J. Yoon, and J. B. Troy, "Thalamic visual prosthesis," *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 63, no. 8, pp. 1573–1580, 2016.
- [27] F. Panetsos, A. Sanchez-Jimenez, E. D.-d. Cerio, I. Diaz-Guemes, and F. M. Sanchez, "Consistent phosphenes generated by electrical microstimulation of the visual thalamus. an experimental approach for thalamic visual neuroprostheses," *Frontiers in neuroscience*, vol. 5, p. 84, 2011.
- [28] E. M. Schmidt, M. J. Bak, F. T. Hambrecht, C. V. Kufta, D. O'rourke, and P. Vallabhanath, "Feasibility of a visual prosthesis for the blind based on intracortical micro stimulation of the visual cortex," *Brain*, vol. 119, no. 2, pp. 507–522, 1996.
- [29] G. Klomp, M. Womack, and W. Dobbelle, "Fabrication of large arrays of cortical electrodes for use in man," *Journal of biomedical materials research*, vol. 11, no. 3, pp. 347–364, 1977.
- [30] E. Klein, S. Goering, J. Gagne, C. V. Shea, R. Franklin, S. Zorowitz, D. D. Dougherty, and A. S. Widge, "Brain-computer interface-based control of closed-loop brain stimulation: attitudes and ethical considerations," *Brain-Computer Interfaces*, vol. 3, no. 3, pp. 140–148, 2016.
- [31] P. R. Kennedy, M. T. Kirby, M. M. Moore, B. King, and A. Mallory, "Computer control using human intracortical local field potentials," *IEEE Transactions on Neural Systems and Rehabilitation Engineering*, vol. 12, no. 3, pp. 339–344, 2004.
- [32] P. R. Kennedy, R. A. Bakay, M. M. Moore, K. Adams, and J. Goldwaithe, "Direct control of a computer from the human central nervous system," *IEEE Transactions on rehabilitation engineering*, vol. 8, no. 2, pp. 198–202, 2000.
- [33] D. Engber, "The neurologist who hacked his brain - and almost lost his mind," 2016 Letzter Zugriff 11.10.2023. <https://www.wired.com/2016/01/phil-kennedy-mind-control-computer/>.
- [34] S. Ha, A. Akinin, J. Park, C. Kim, H. Wang, C. Maier, P. P. Mercier, and G. Cauwenberghs, "Silicon-integrated high-density electrocortical interfaces," *Proceedings of the IEEE*, vol. 105, no. 1, pp. 11–33, 2016.

- [35] A. Prasad, Q.-S. Xue, V. Sankar, T. Nishida, G. Shaw, W. J. Streit, and J. C. Sanchez, "Comprehensive characterization and failure modes of tungsten microwire arrays in chronic neural implants," *Journal of neural engineering*, vol. 9, no. 5, p. 056015, 2012.
- [36] P. Henderson, "Implanted intracortical electrodes as chronic neural interfaces to the central nervous system," tech. rep., PeerJ PrePrints, 2015.
- [37] R. Caldwell, M. G. Street, R. Sharma, P. Takmakov, B. Baker, and L. Rieth, "Characterization of parylene-c degradation mechanisms: In vitro reactive accelerated aging model compared to multiyear in vivo implantation," *Biomaterials*, vol. 232, p. 119731, 2020.
- [38] R. A. Normann and E. Fernandez, "Clinical applications of penetrating neural interfaces and utah electrode array technologies," *Journal of neural engineering*, vol. 13, no. 6, p. 061003, 2016.
- [39] koe/dpa, "Implantat laesst gelaehmten schreiben - mit der kraft seiner gedanken," 2021 Letzter Zugriff 11.10.2023. <https://www.spiegel.de/wissenschaft/medizin/implantat-laesst-gelaehmten-schreiben-mit-der-kraft-seiner-gedanken-a-102d3679-43b3-4da6-9457-1274c3ea287f>.
- [40] L. R. Hochberg, D. Bacher, B. Jarosiewicz, N. Y. Masse, J. D. Simeral, J. Vogel, S. Haddadin, J. Liu, S. S. Cash, P. Van Der Smagt, *et al.*, "Reach and grasp by people with tetraplegia using a neurally controlled robotic arm," *Nature*, vol. 485, no. 7398, pp. 372–375, 2012.
- [41] K. Warwick, "Tedxford - kevin warwick - cyborg interfaces," 2012. abgerufen am 23.10.2023. <https://www.youtube.com/watch?v=cx45D9aWEeY>.
- [42] K. McAlpine, "The michigan probe: Changing the course of brain research," 2016 abgerufen am 01.12.2023. <https://ece.engin.umich.edu/stories/the-michigan-probe-changing-the-course-of-brain-research>.
- [43] K. L. Drake, K. D. Wise, J. Farraye, D. J. Anderson, and S. L. BeMent, "Performance of planar multisite microprobes in recording extracellular single-unit intracortical activity," *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 35, no. 9, pp. 719–732, 1988.
- [44] D. R. Kipke, R. J. Vetter, J. C. Williams, and J. F. Hetke, "Silicon-substrate intracortical microelectrode arrays for long-term recording of neuronal spike activity in cerebral cortex," *IEEE transactions on neural systems and rehabilitation engineering*, vol. 11, no. 2, pp. 151–155, 2003.

- [45] J. J. Jun, N. A. Steinmetz, J. H. Siegle, D. J. Denman, M. Bauza, B. Barbarits, A. K. Lee, C. A. Anastassiou, A. Andrei, Ç. Aydın, *et al.*, “Fully integrated silicon probes for high-density recording of neural activity,” *Nature*, vol. 551, no. 7679, pp. 232–236, 2017.
- [46] K. Sahasrabudde, A. A. Khan, A. P. Singh, T. M. Stern, Y. Ng, A. Tadić, P. Orel, C. LaReau, D. Pouzzner, K. Nishimura, *et al.*, “The argo: A 65,536 channel recording system for high density neural recording in vivo,” *bioRxiv*, pp. 2020–07, 2020.
- [47] Z. S. Chen and B. Pesaran, “Improving scalability in systems neuroscience,” *Neuron*, vol. 109, no. 11, pp. 1776–1790, 2021.
- [48] N. A. Steinmetz, C. Koch, K. D. Harris, and M. Carandini, “Challenges and opportunities for large-scale electrophysiology with neuropixels probes,” *Current opinion in neurobiology*, vol. 50, pp. 92–100, 2018.
- [49] D. Afanasyenkou, D. Kalinina, V. Lyakhovetskii, C. Tondera, O. Gorsky, S. Moosavi, N. Pavlova, N. Merkul'yeva, A. V. Kalueff, I. R. Minev, *et al.*, “Rapid prototyping of soft bioelectronic implants for use as neuromuscular interfaces,” *Nature biomedical engineering*, vol. 4, no. 10, pp. 1010–1022, 2020.
- [50] M. S. Saleh, S. M. Ritchie, M. A. Nicholas, H. L. Gordon, C. Hu, S. Jahan, B. Yuan, R. Bezbaruah, J. W. Reddy, Z. Ahmed, *et al.*, “Cmu array: A 3d nanoprinted, fully customizable high-density microelectrode array platform,” *Science Advances*, vol. 8, no. 40, p. eabj4853, 2022.
- [51] A. Peixoto, S. Goncalves, F. Pinho, A. Silva, N. Dias, and J. Correia, “Flexible three-dimensional microelectrode array for neural applications,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 217, pp. 21–28, 2014.
- [52] G. Hong, X. Yang, T. Zhou, and C. M. Lieber, “Mesh electronics: a new paradigm for tissue-like brain probes,” *Current opinion in neurobiology*, vol. 50, pp. 33–41, 2018.
- [53] E. Musk *et al.*, “An integrated brain-machine interface platform with thousands of channels,” *Journal of medical Internet research*, vol. 21, no. 10, p. e16194, 2019.
- [54] J. M. Halpern, M. J. Cullins, H. J. Chiel, and H. B. Martin, “Chronic in vivo nerve electrical recordings of *aplysia californica* using a boron-doped polycrystalline diamond electrode,” *Diamond and related materials*, vol. 19, no. 2-3, pp. 178–181, 2010.
- [55] J. M. Halpern, S. Xie, G. P. Sutton, B. T. Higashikubo, C. A. Chestek, H. Lu, H. J. Chiel, and H. B. Martin, “Diamond electrodes for neurodynamic studies in *aplysia californica*,” *Diamond and related materials*, vol. 15, no. 2-3, pp. 183–187, 2006.

- [56] A. Bozkurt, R. F. Gilmour, A. Sinha, D. Stern, and A. Lal, "Insect-machine interface based neurocybernetics," *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 56, no. 6, pp. 1727–1733, 2009.
- [57] Z. J. Du, C. L. Kolarcik, T. D. Kozai, S. D. Luebben, S. A. Sapp, X. S. Zheng, J. A. Nabity, and X. T. Cui, "Ultrasoft microwire neural electrodes improve chronic tissue integration," *Acta biomaterialia*, vol. 53, pp. 46–58, 2017.
- [58] B. C. Thompson, E. Murray, and G. G. Wallace, "Graphite oxide to graphene. biomaterials to bionics," *Advanced Materials*, vol. 27, no. 46, pp. 7563–7582, 2015.
- [59] R. Yokota, "Recent trends and space applications of polyimides," *Journal of Photopolymer Science and Technology*, vol. 12, no. 2, pp. 209–216, 1999.
- [60] M. C. Europe, "Aurum thermoplastic polyimide," 2023 abgerufen am 22.11.2023. <https://eu.mitsuichemicals.com/service/product/aurum.htm>.
- [61] J. B. Calderón, *Oberflächenmodifizierung und-analytik von Polyimid*. PhD thesis, RWTH Aachen, 2005.
- [62] Y. IMAI, "Recent progress in synthesis of polyimides," *Journal of photopolymer science and technology*, vol. 7, no. 2, pp. 251–256, 1994.
- [63] R. Dine-Hart and W. Wright, "Preparation and fabrication of aromatic polyimides," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 11, no. 5, pp. 609–627, 1967.
- [64] D.-J. Liaw, K.-L. Wang, Y.-C. Huang, K.-R. Lee, J.-Y. Lai, and C.-S. Ha, "Advanced polyimide materials: Syntheses, physical properties and applications," *Progress in Polymer Science*, vol. 37, no. 7, pp. 907–974, 2012.
- [65] UBE, "Eigenschaften des upilex-s," 2022 abgerufen am 28.11.2023. [https://www.ube.com/upilex/catalog/pdf/upilex\\_s\\_e.pdf](https://www.ube.com/upilex/catalog/pdf/upilex_s_e.pdf).
- [66] E. Tolstosheeva, V. Gordillo-González, V. Biefeld, L. Kempen, S. Mandon, A. K. Kreiter, and W. Lang, "A multi-channel, flex-rigid ecog microelectrode array for visual cortical interfacing," *Sensors*, vol. 15, no. 1, pp. 832–854, 2015.
- [67] A. Schander, J. M. Gancz, M. Tintelott, and W. Lang, "Towards long-term stable polyimide-based flexible electrical insulation for chronically implanted neural electrodes," *Micromachines*, vol. 12, no. 11, p. 1279, 2021.
- [68] P. P. Systems, "Technical datda sheet polyparylene," 2018 abgerufen am 04.12.2023. [https://plasmaparylene.de/wp-content/uploads/2021/12/Technical-Data-Sheet\\_Polyparylene\\_20201221.pdf](https://plasmaparylene.de/wp-content/uploads/2021/12/Technical-Data-Sheet_Polyparylene_20201221.pdf).

- [69] W. R. Dolbier Jr and W. F. Beach, "Parylene-af4: a polymer with exceptional dielectric and thermal properties," *Journal of fluorine chemistry*, vol. 122, no. 1, pp. 97–104, 2003.
- [70] W. Wang, Y. Liu, D. Kang, L. Zhang, and Y.-C. Tai, "Advanced conformal parylene fabrication for micro/nano devices," in *2015 IEEE SENSORS*, pp. 1–2, IEEE, 2015.
- [71] S. Kuppusami and R. H. Oskouei, "Parylene coatings in medical devices and implants: A review," *Universal Journal of Biomedical Engineering*, vol. 3, no. 2, pp. 9–14, 2015.
- [72] M. Golda-Cepa, K. Engvall, M. Hakkarainen, and A. Kotarba, "Recent progress on parylene c polymer for biomedical applications: A review," *Progress in Organic Coatings*, vol. 140, p. 105493, 2020.
- [73] A. Altuna, L. M. de la Prida, E. Bellistri, G. Gabriel, A. Guimerá, J. Berganzo, R. Villa, and L. J. Fernández, "Su-8 based microprobes with integrated planar electrodes for enhanced neural depth recording," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 37, no. 1, pp. 1–5, 2012.
- [74] J. H. Lee, H. Kim, J. H. Kim, and S.-H. Lee, "Soft implantable microelectrodes for future medicine: prosthetics, neural signal recording and neuromodulation," *Lab on a Chip*, vol. 16, no. 6, pp. 959–976, 2016.
- [75] S. Shin, J.-H. Kim, J. Jeong, T. M. Gwon, S.-H. Lee, and S. J. Kim, "Novel four-sided neural probe fabricated by a thermal lamination process of polymer films," *Journal of neuroscience methods*, vol. 278, pp. 25–35, 2017.
- [76] F. Ejserholm, *Development of a polymer based neural probe-How to record intracortical neural activity while minimizing the tissue response*. Lund University, 2016.
- [77] R. Traeger, "Nonhermeticity of polymeric lid sealants," *IEEE Transactions on parts, Hybrids, and packaging*, vol. 13, no. 2, pp. 147–152, 1977.
- [78] C. Struller, P. Kelly, and N. Copeland, "Conversion of aluminium oxide coated films for food packaging applications—from a single layer material to a complete pouch," *Food Packaging and Shelf Life*, vol. 20, p. 100309, 2019.
- [79] D. Zeniieh, A. Bajwa, L. Ledernez, and G. Urban, "Effect of plasma treatments and plasma-polymerized films on the adhesion of parylene-c to substrates," *Plasma Processes and Polymers*, vol. 10, no. 12, pp. 1081–1089, 2013.
- [80] M. Forssell, *Long-Term Insulation of Active Electronics Embedded in Compliant Neural Probes*. PhD thesis, Carnegie Mellon University, 2019.

- [81] J. Guljakow and W. Lang, “Failure reason of pi test samples of neural implants,” *Sensors*, vol. 23, no. 3, p. 1340, 2023.
- [82] A. Hogg, S. Uhl, F. Feuvrier, Y. Girardet, B. Graf, T. Aellen, H. Keppner, Y. Tardy, and J. Burger, “Protective multilayer packaging for long-term implantable medical devices,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 255, pp. 124–129, 2014.
- [83] X. Xie, L. Rieth, L. Williams, S. Negi, R. Bhandari, R. Caldwell, R. Sharma, P. Tathireddy, and F. Solzbacher, “Long-term reliability of al<sub>2</sub>o<sub>3</sub> and parylene c bilayer encapsulated utah electrode array based neural interfaces for chronic implantation,” *Journal of neural engineering*, vol. 11, no. 2, p. 026016, 2014.
- [84] D. Yu, Y.-Q. Yang, Z. Chen, Y. Tao, and Y.-F. Liu, “Recent progress on thin-film encapsulation technologies for organic electronic devices,” *Optics Communications*, vol. 362, pp. 43–49, 2016.
- [85] J. M. H. Morales, *Evaluating biocompatible barrier films as encapsulants of medical micro devices*. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2015.
- [86] W. Betz, *Flexible mikroelektromechanische Implantate für den chronischen Einsatz: Verkapselungskonzepte und Testverfahren für die Materialcharakterisierung*. PhD thesis, 2011.
- [87] Lesker, “Auf nachfrage vom hersteller,” 2023.
- [88] L. Paussa, L. Guzman, E. Marin, N. Isomaki, and L. Fedrizzi, “Protection of silver surfaces against tarnishing by means of alumina/titania-nanolayers,” *Surface and coatings technology*, vol. 206, no. 5, pp. 976–980, 2011.
- [89] Z. Wang, X. Wei, J. Yang, J. Suo, J. Chen, X. Liu, and X. Zhao, “Chronic exposure to aluminum and risk of alzheimer’s disease: A meta-analysis,” *Neuroscience letters*, vol. 610, pp. 200–206, 2016.
- [90] W. Lang, *Sensors and measurement systems*. River Publishers, 2019.
- [91] M. Ohring, S. Zarrabian, and A. Grogan, “The materials science of thin films,” *Appl. Opt*, vol. 31, no. 34, p. 7162, 1992.
- [92] M. Ohring, *Materials Science of Thin Films: Deposition and Structure*. Elsevier, 2001.
- [93] L. Scriven, “Physics and applications of dip coating and spin coating,” *MRS Online Proceedings Library (OPL)*, vol. 121, p. 717, 1988.



- [94] D. Benzeggouta, *Etude de procédés de dépôts de films minces par décharge magnétron fortement ionisée*. PhD thesis, Paris 11, 2008.
- [95] U. Helmersson, M. Lättemann, J. Bohlmark, A. P. Ehiasarian, and J. T. Gudmundsson, “Ionized physical vapor deposition (ipvd): A review of technology and applications,” *Thin solid films*, vol. 513, no. 1-2, pp. 1–24, 2006.
- [96] S. M. Rossnagel, R. Powell, and A. Ulman, *PVD for Microelectronics: Sputter Deposition to Semiconductor Manufacturing*. Elsevier, 1998.
- [97] B. Movchan and A. Demchishin, “Structure and properties of thick nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide, and zirconium dioxide vacuum-deposited films,” *FIZIKA METALLOV METALLOVEDENIE*, vol. 28, no. 4, pp. 653–660, 1969.
- [98] J. A. Thornton, “The microstructure of sputter-deposited coatings,” *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 4, no. 6, pp. 3059–3065, 1986.
- [99] A. Anders, “A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching,” *Thin Solid Films*, vol. 518, no. 15, pp. 4087–4090, 2010.
- [100] W. D. Sproul, D. J. Christie, and D. C. Carter, “Control of reactive sputtering processes,” *Thin solid films*, vol. 491, no. 1-2, pp. 1–17, 2005.
- [101] A. Anders, “A review comparing cathodic arcs and high power impulse magnetron sputtering (hipims),” *Surface and Coatings Technology*, vol. 257, pp. 308–325, 2014.
- [102] V. Kouznetsov, K. Macak, J. M. Schneider, U. Helmersson, and I. Petrov, “A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities,” *Surface and coatings technology*, vol. 122, no. 2-3, pp. 290–293, 1999.
- [103] D. V. Mozgrin, I. Fetisov, and G. Khodachenko, “High-current low-pressure quasi-stationary discharge in a magnetic field: Experimental research,” *Plasma Physics Reports*, vol. 21, no. 5, pp. 400–409, 1995.
- [104] D. Ochs, P. Ozimek, A. Ehiasarian, and R. Spencer, “The historical development of hipims power supplies: From laboratory to production,” in *Proceedings of the 51st Technical Conference Society of Vacuum Coaters*, p. 288, 2008.
- [105] V. Tiron, I.-L. Velicu, T. Matei, D. Cristea, L. Cunha, and G. Stoian, “Ultra-short pulse hipims: A strategy to suppress arcing during reactive deposition of  $\text{SiO}_2$  thin films with enhanced mechanical and optical properties,” *Coatings*, vol. 10, no. 7, p. 633, 2020.

- [106] Y.-H. Chen, C.-C. Hsu, and J.-L. He, “Antibacterial silver coating on poly (ethylene terephthalate) fabric by using high power impulse magnetron sputtering,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 232, pp. 868–875, 2013.
- [107] A. Anders, “Discharge physics of high power impulse magnetron sputtering,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, pp. S1–S9, 2011.
- [108] A. Anders, “Physics of plasma-based ion implantation & deposition (pbiid) and high power impulse magnetron sputtering (hipims): A comparison,” *physica status solidi (a)*, vol. 205, no. 4, pp. 965–970, 2008.
- [109] P. Kelly, P. Barker, S. Ostovarpour, M. Ratova, G. West, I. Iordanova, and J. Bradley, “Deposition of photocatalytic titania coatings on polymeric substrates by hipims,” *Vacuum*, vol. 86, no. 12, pp. 1880–1882, 2012.
- [110] F. Papa, H. Gerdes, R. Bandorf, A. Ehiasarian, I. Kolev, G. Braeuer, R. Tietema, and T. Krug, “Deposition rate characteristics for steady state high power impulse magnetron sputtering (hipims) discharges generated with a modulated pulsed power (mpp) generator,” *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 5, pp. 1559–1563, 2011.
- [111] M. Aiempakit, A. Aijaz, D. Lundin, U. Helmersson, and T. Kubart, “Understanding the discharge current behavior in reactive high power impulse magnetron sputtering of oxides,” *Journal of Applied Physics*, vol. 113, no. 13, 2013.
- [112] A. Anders, “Tutorial: Reactive high power impulse magnetron sputtering (r-hipims),” *Journal of Applied Physics*, vol. 121, no. 17, 2017.
- [113] J. Böhlmark, *Fundamentals of high power impulse magnetron sputtering*. PhD thesis, Institutionen för fysik, kemi och biologi, 2006.
- [114] R. Hippler, M. Cada, and Z. Hubicka, “Time-resolved diagnostics of a bipolar hipims discharge,” *Journal of Applied Physics*, vol. 127, no. 20, 2020.
- [115] R. Hippler, M. Cada, V. Stranak, and Z. Hubicka, “Time-resolved optical emission spectroscopy of a unipolar and a bipolar pulsed magnetron sputtering discharge in an argon/oxygen gas mixture with a cobalt target,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 28, no. 11, p. 115020, 2019.
- [116] T. M. Borman, *Magnetron Sputtering of Multicomponent Refractory Thin Films*. The Pennsylvania State University, 2020.
- [117] Š. Batková, J. Čapek, J. Rezek, R. Čerstvý, and P. Zeman, “Effect of positive pulse voltage in bipolar reactive hipims on crystal structure, microstructure and mechanical properties of crn films,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 393, p. 125773, 2020.

- [118] B. Wu, I. Haehnlein, I. Shchelkanov, J. McLain, D. Patel, J. Uhlig, B. Jurczyk, Y. Leng, and D. N. Ruzic, “Cu films prepared by bipolar pulsed high power impulse magnetron sputtering,” *Vacuum*, vol. 150, pp. 216–221, 2018.
- [119] X. Bai, Q. Cai, W. Xie, Y. Zeng, and X. Zhang, “Effect of ion control strategies on the deposition rate and properties of copper films in bipolar pulse high power impulse magnetron sputtering,” *Journal of Materials Science*, vol. 58, no. 3, pp. 1243–1259, 2023.
- [120] F. Avino, D. Fonnesu, T. Koettig, M. Bonura, C. Senatore, A. P. Fontenla, A. Sublet, and M. Taborelli, “Improved film density for coatings at grazing angle of incidence in high power impulse magnetron sputtering with positive pulse,” *Thin Solid Films*, vol. 706, p. 138058, 2020.
- [121] J. Guljakow and W. Lang, “Influence of voltage, pulselength and presence of a reverse polarized pulse on an argon–gold plasma during a high-power impulse magnetron sputtering process,” *Plasma*, vol. 6, no. 4, pp. 680–698, 2023.
- [122] A. Lecomte, A. Degache, E. Descamps, L. Dahan, and C. Bergaud, “In vitro and in vivo biostability assessment of chronically-implanted parylene c neural sensors,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 251, pp. 1001–1008, 2017.
- [123] P. Takmakov, K. Ruda, K. S. Phillips, I. S. Isayeva, V. Krauthamer, and C. G. Welle, “Rapid evaluation of the durability of cortical neural implants using accelerated aging with reactive oxygen species,” *Journal of neural engineering*, vol. 12, no. 2, p. 026003, 2015.
- [124] W. Li, D. Rodger, P. Menon, and Y.-C. Tai, “Corrosion behavior of parylene-metal-parylene thin films in saline,” *ECS Transactions*, vol. 11, no. 18, p. 1, 2008.
- [125] W. Weibull, “A statistical distribution function of wide applicability,” *Journal of applied mechanics*, 1951.
- [126] E. Živanović, M. Živković, and S. Veljković, “Study of breakdown voltage stability of gas-filled surge arresters in the presence of gamma radiation,” *Electronics*, vol. 11, no. 15, p. 2447, 2022.
- [127] C. Chauvet and C. Laurent, “Weibull statistics in short-term dielectric breakdown of thin polyethylene films,” *IEEE transactions on Electrical Insulation*, vol. 28, no. 1, pp. 18–29, 1993.
- [128] D. G. Harlow, “Applications of the fréchet distribution function,” *International Journal of Materials and Product Technology*, vol. 17, no. 5-6, pp. 482–495, 2002.

- [129] W. Hauschild and W. Mosch, *Statistik für Elektrotechniker*. Verlag Technik, 1984.
- [130] NIST, “Spectral database,” 2023. Letzter Zugriff 10.10.2023. [https://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines\\_form.html](https://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines_form.html).
- [131] U. Fantz, “Basics of plasma spectroscopy,” *Plasma sources science and technology*, vol. 15, no. 4, p. S137, 2006.
- [132] J. Olejníček, Z. Hubička, M. Kohout, P. Kšířová, M. Brunclíková, Š. Kment, M. Čada, S. A. Darveau, and C. L. Exstrom, “Optical emission spectroscopy of high power impulse magnetron sputtering (hipims) of cigs thin films,” in *2014 IEEE 40th Photovoltaic Specialist Conference (PVSC)*, pp. 1666–1669, IEEE, 2014.
- [133] X. Zuo, D. Zhang, R. Chen, P. Ke, M. Odén, and A. Wang, “Spectroscopic investigation on the near-substrate plasma characteristics of chromium hipims in low density discharge mode,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 29, no. 1, p. 015013, 2020.
- [134] A. Vetushka and A. P. Ehasarian, “Plasma dynamic in chromium and titanium hipims discharges,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 41, no. 1, p. 015204, 2007.
- [135] V. Karzin and K. Karapets, “Investigation of gas discharge features during hipims using optical emission spectroscopy,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 387, p. 012029, IOP Publishing, 2018.
- [136] D. Boivin, A. Najah, R. Jean-Marie-Désirée, C. Noël, G. Henrion, S. Cuynet, and L. De Poucques, “Towards control of tio<sub>2</sub> thickness film in r-hipims process with a coupled optical and electrical monitoring of plasma,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 433, p. 128073, 2022.
- [137] H. Pauna, M. Aula, J. Seehausen, J.-S. Klung, M. Huttula, and T. Fabritius, “Optical emission spectroscopy as an online analysis method in industrial electric arc furnaces,” *steel research international*, vol. 91, no. 11, p. 2000051, 2020.
- [138] K. Corporation, “Product profile,” 2023. abgerufen am 20.10.2023. <https://www.kla.com/products/instruments/stylus-profilers/alphastep-d-600>.
- [139] H. Wriedt, “The al-o (aluminum-oxygen) system,” *Bulletin of alloy phase diagrams*, vol. 6, no. 6, pp. 548–553, 1985.
- [140] H. Okamoto, “O-ti (oxygen-titanium),” *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, vol. 32, no. 5, pp. 473–474, 2011.

- [141] S. Garg, N. Krishnamurthy, A. Awasthi, and M. Venkatraman, "The o-ta (oxygen-tantalum) system," *Journal of phase equilibria*, vol. 17, pp. 63–77, 1996.
- [142] M. E. Schlesinger, "The si-ta (silicon-tantalum) system," *Journal of Phase Equilibria*, vol. 15, pp. 90–95, 1994.
- [143] D. W. Hess, "Plasma etch chemistry of aluminum and aluminum alloy films," *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 2, pp. 141–155, 1982.
- [144] S. Tegen and P. Moll, "Etch characteristics of al<sub>2</sub>o<sub>3</sub> in icp and merie plasma etchers," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 152, no. 4, p. G271, 2005.
- [145] I. Hegeman, M. Dijkstra, and S. García-Blanco, "Low loss tio<sub>2</sub> channel waveguides," in *Integrated Optics: Devices, Materials, and Technologies XXIV*, vol. 11283, pp. 23–32, SPIE, 2020.
- [146] F. Fracassi and R. d'Agostino, "Chemistry of titanium dry etching in fluorinated and chlorinated gases," *Pure and applied chemistry*, vol. 64, no. 5, pp. 703–707, 1992.
- [147] B. W. Woo, S. C. Gott, R. A. Peck, D. Yan, M. W. Rommelfanger, and M. P. Rao, "Ultrahigh resolution titanium deep reactive ion etching," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 9, no. 23, pp. 20161–20168, 2017.
- [148] G. Han, Y. Murata, Y. Minami, M. Sohgawa, and T. Abe, "Thermal reactive ion etching of minor metals with sf<sub>6</sub> plasma," *Sensors and Materials*, vol. 29, no. 3, pp. 217–223, 2017.



# Eigene Veröffentlichungen

Folgende Veröffentlichungen wurden im Rahmen dieser Arbeit gemacht:

1. J. Guljakow, and W. Lang. „Failure Reason of PI Test Samples of Neural Implants.“ *Sensors* 23.3 (2023): 1340.
2. J. Guljakow, and W. Lang. „Adhesion of HIPIMS-Deposited Gold to a Polyimide Substrate.“ *Coatings* 13.2 (2023): 250.
3. J. Guljakow, and W. Lang. „Analysis of the Lifetime of Neural Implants Using In Vitro Test Structures.“ *Sensors* 23.14 (2023): 6263.
4. J. Guljakow, and W. Lang. „Influence of Voltage, Pulselength and Presence of a Reverse Polarized Pulse on an Argon-Gold Plasma during a High-Power Impulse Magnetron Sputtering Process.“ *Plasma* 6.4 (2023): 680-698.





# Anhang

Tabelle 7.1: Lebensdauern der Teststruktur Vergleichsproben bei 37 °C

Probe	37 °C	57 °C
1	152	45
2	208	52
3	272	79
4	291	79
5	314	83
6	328	89
7	346	93
8	361	114
9	365	117
10	390	128
11	407	131
12	422	138
13	452	147
14		151
15		154
16		176
17		206
18		206
19		260
20		342
21		360

Tabelle 7.2: Lebensdauern der Teststruktur nach O<sub>2</sub>-Plasmabehandlung 50 W, 1 min

Probe	50 W 1 min
1	66
2	164
3	194
4	224

Tabelle 7.3: Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht. Aufgeteilt nach Zustand bei Versuchsbeginn.

Probe	QV	Q1	Q2
1	17	2	13
2	72	30	23
3		68	28
4		100	44
5		164	51
6		207	

Tabelle 7.4: Lebensdauern der Teststrukturen mit 100 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht

Probe	Dauer
1	51
2	142
3	204

Tabelle 7.5: Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm TiO<sub>2</sub>-Schicht

Probe	Dauer
1	0
2	0
3	1
4	3
5	6
6	9
7	10
8	10
9	12
10	12
11	14
12	15
13	16
14	16
15	17
16	20

Tabelle 7.6: Lebensdauern der Teststrukturen mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Schichtpaket

Probe	Lebensdauer
1	2
2	7
3	8
4	8
5	11
6	11
8	35
10	39
11	54
12	63
13	81
14	86
15	91
16	97
17	109
18	118
19	121
20	185
21	190
22	228
23	244

Tabelle 7.7: Lebensdauern der Teststrukturen mit 50 nm und 100 nm Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Schichten

Probe	50 nm	100 nm
1	2	5
2	6	13
3	7	16
4	10	17
5	11	24
6	13	26
7	15	38
8	16	144
9	16	
10	17	
11	19	
12	21	
13	21	
14	32	
15	35	
16	35	
17	44	
18	47	

## Übersicht über die Proben in dieser Arbeit

Arbeitsschritt	Probe	Methode
Vorversuch	Teststruktur unbehandelt	Dauerversuch bei 37 °C und 57 °C
	Teststruktur mit O <sub>2</sub> -Plasmabehandlung	Dauerversuch bei 57 °C
	Teststruktur aus PPX-C	Dauerversuch bei 37 °C und 57 °C
	Teststruktur aus PPX-AF4	Dauerversuch bei 57 °C
Plasmauntersuchung	Gold, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	OES und Oszilloskop
Herstellung der Schichten	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	REM, EDX, XRD, 4-Punkt-Messung, Pinhole-Überprüfung (elektrisch und Jod)
Strukturierung von Schichten	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	RIE-Ätzung
Fertigung der Proben	Proben mit Zwischenschichten: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> -Schichtpaket	FIB mit anschließender REM-Untersuchung
	Fehlerhafte Proben	Mikroskop und REM
Dauerversuch	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiO <sub>2</sub> -Schichtpaket	Elektrische Dauermessung mit anschließender Mikroskopuntersuchung