

# **Aluminiumnitrid Dünnschichtmembranen Charakterisierung und technologische Integration in den MEMS-Prozessfluss**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur  
(Dr.-Ing.)**

vorgelegt der  
Fakultät für Maschinenbau der  
Technischen Universität Ilmenau

von Herrn

**Dipl.-Ing. Tobias Polster**  
geboren am 06.08.1981 in Suhl

1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Martin Hoffmann
2. Gutachter: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. habil. Peter Schaaf
3. Gutachter: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Oliver Ambacher

Tag der Einreichung : 12.11.2013

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 26.05.2014



# Zusammenfassung

Diese Arbeit beschäftigt sich mit unterschiedlichen Aspekten des Materials Aluminiumnitrid (AlN) als Dünnschicht. Dabei wird ein Überblick zum aktuellen Stand der Technik auf Applikationsseite mit gleichzeitiger Abgrenzung zu den selbsttragenden AlN-Membranen gegeben. Die selbsttragenden AlN-Membranen stellen in dieser Arbeit die zentralen Elemente dar. Zudem werden wesentliche Membraneigenschaften wie der E-Modul, die intrinsische Verspannung und die thermische Leitfähigkeit anhand von membranbasierten Teststrukturen charakterisiert. Abschließend werden zwei Applikationsbeispiele nach den Regeln zur Prozessintegration umgesetzt und in ihrer Funktionalität demonstriert. Diese Regeln sind im Zuge der technologischen Versuche aufgestellt worden.

Die bereits erwähnten AlN-Dünnschichtmembranen werden in dieser Arbeit als neue Funktionselemente eingeführt. Deren Herstellung kann über eine sehr einfache Prozessfolge mit wenigen Prozessschritten erfolgen. Im Rahmen dieser Arbeit werden zudem erstmals die mechanisch stabilen, selbsttragenden AlN-Pyramidenmembranen vorgestellt. Dabei handelt es sich um neuartige dreidimensionale Membranelemente, deren Herstellungsmöglichkeit aus den Untersuchungen zur technologischen Integration von AlN-Dünnschichten hervorgeht.

Die in dieser Arbeit eingesetzten Membranelemente basieren alle auf AlN-Dünnschichten mit einer definierten kristallinen Struktur, der c-Achsentextur. Diese Struktur wird zum Einstieg in die Materialcharakterisierung näher betrachtet. Zudem werden die Parameter der Schichtabscheidung zum Erzielen dieser Struktur definiert. Zur Untersuchung der Membranelemente hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften werden Bulge-Test-Experimenten durchgeführt. Diese eröffnen die Möglichkeit Membran- bzw. Schichtspannung und biaxialen Modul zu analysieren. Die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit der AlN-Dünnschichten erfolgt ebenfalls auf Basis von Membranelementen. Dazu werden die entsprechend benötigten Heiz- und Temperaturmessstrukturen auf den Membranen integriert.

Den Abschluss dieser Arbeit bildet die Vorstellung zweier Funktionalisierungsbeispiele von AlN-Membranen. Damit wird unterstrichen, wie vielfältig die Möglichkeiten der technologischen Integration sind. Eines der Beispiele beschreibt eine thermomechanisch aktivierte AlN-Membran. Das zweite Funktionalisierungsbeispiel befasst sich mit der Integration von Elektrodenkontakten auf den AlN-Pyramidenmembranen, welche die Möglichkeit zum Aufbau eines piezoelektrisch sensitiven Elementes aufzeigt.

# Abstract

This document deals with different aspects of aluminum nitride (AlN) as thin film material. Starting with an overview on state of the art for application side. Furthermore the unique position of the self-supported AlN membrane elements, which are fundamental elements of this work, is postulated. Additionally the main membrane properties like Young's modulus, intrinsic film stress and thermal conductivity are determined with the help of special designed test elements. Finally two application examples based on the knowledge towards process integration of AlN thin films are presented. The specific rules for process integration of AlN thin films are defined during practical processing of several samples.

As mentioned before new functional elements are introduced within this work. These elements are flat, self-supported AlN thin film membranes. The processing of these structures is an easy to handle process with minor process steps. Beside this, mechanically stable, self-supported, pyramidal AlN membranes are introduced the first time. These tridimensional membrane elements are novel structures and an outcome of investigations towards process integration of AlN thin films.

The AlN thin film based membrane elements provide a special crystalline structure, the c-axis texture. This special structure is in focus at beginning of material characterization part of this work. Additionally the parameters of deposition process are fixed, needed for generation of this crystalline structure. More detailed investigations on mechanical properties of membrane elements are covered by bulge-test experiments. This experiments open up the opportunity to analyze film stress and biaxial modulus. Determination of thermal conductivity is also based on membrane elements. Therefore the needed heating and temperature sensing elements are integrated on the membrane surface.

To finalize this work the concept of two examples for AlN membrane functionalization is documented. This fact punctuates the possibilities of technological integration of AlN thin films. One example describes a thermo-mechanical actuated AlN membrane. The second example deals with the integration of metallic contact elements onto the pyramidal AlN membranes. This opens up the opportunity to build up piezoelectric sensitive elements on this basis.

<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Motivation</b>	<b>2</b>
<b>1.2 Vorstellung inhaltlicher Schwerpunkte</b>	<b>4</b>
<b>2 Anmerkungen zum Stand der Technik</b>	<b>6</b>
<b>2.1 Membranstrukturen für Mikrosysteme</b>	<b>7</b>
<b>2.2 AlN als Dünnschichtmaterial</b>	<b>9</b>
<b>2.3 AlN-Einsatz in mikromechanischen Bauelementen</b>	<b>11</b>
<b>2.4 Künftige Anwendungspotentiale der AlN-Dünnschichten</b>	<b>14</b>
<b>3 Strukturelle Eigenschaften von AlN Dünnschichten</b>	<b>15</b>
<b>3.1 Sputtern als Herstellungstechnologie dünner Schichten</b>	<b>16</b>
3.1.1 Grundlagen zum Sputtern	16
3.1.1.1 <i>Der Mechanismus des Sputterprozesses</i>	16
3.1.1.2 <i>Sputterausbeute und Sputterrate</i>	17
3.1.1.3 <i>Sputtern mit Magnetronquellen</i>	18
3.1.2 Sputtern von AlN-Dünnschichten - Das Reaktivsputtern	19
3.1.3 Anlagenkonfigurationen zum Sputtern von AlN-Schichten	19
<b>3.2 Theorie der Strukturentwicklung gesputterten Schichten</b>	<b>22</b>
3.2.1 Bildung und Morphologie gesputterter Schichten	22
3.2.2 Die Morphologie von gesputterten AlN-Dünnschichten	25
3.2.3 Beeinflussbarkeit der Morphologie von gesputterten AlN-Schichten	27
3.2.3.1 <i>Allgemeiner Einfluss von Sputterleistung und Sputtergaszusammensetzung</i>	27
3.2.3.2 <i>Einfluss von Prozessdruck und Sputterleistung auf die AlN-Struktur</i>	28
3.2.3.3 <i>Einfluss von Sputterleistung und Substrattemperatur auf die AlN Struktur</i>	29

<b>3.3 Herstellung von texturierten AlN-Schichten bei verschiedenen Startbedingungen</b>	<b>31</b>
3.3.1 Analyseverfahren für die Schichtstruktur	31
3.3.1.1 Röntgenstrukturanalyse	31
3.3.1.2 Hochauflösende REM-Aufnahmen zur Strukturanalyse	36
3.3.2 Erzielte AlN-Schichtstruktur auf Siliciumsubstraten	37
3.3.3 Erzielte AlN-Schichtstruktur auf unterschiedlichen Startschichten	43
3.3.3.1 AlN-Abscheidung auf metallischen Startschichten	43
3.3.3.2 AlN-Abscheidung auf amorphen Startschichten	49
3.3.4 Untersuchungen der AlN-Schichtstruktur beim Wachstum über Kanten	52
3.3.4.1 AlN-Wachstum über oberflächennah strukturierte Elemente	52
3.3.4.2 AlN-Wachstum über in Silicium geätzte Gruben	54
<b>4 Mechanische Eigenschaften von AlN Dünnschichten</b>	<b>58</b>
<b>4.1 Schichtspannung und Elastizitätsmodul</b>	<b>59</b>
4.1.1 Mechanische Verspannung dünner Schichten	59
4.1.2 Anisotropie des Elastizitätsmoduls	62
<b>4.2 Bestimmung mechanischer Dünnschichteigenschaften</b>	<b>63</b>
4.2.1 Vorstellung geeigneter, etablierter Verfahren	63
4.2.2 Angewendete Verfahren zur Bestimmung mechanischer Schichtkennwerte	67
4.2.2.1 Globale Spannungsanalyse mittels Waferkrümmungs-Messung	67
4.2.2.2 Analyse von lokaler Spannung und E-Modul mittels Bulge-Test	69
<b>4.3 Ergebnisse der mechanischen Dünnschichtcharakterisierung</b>	<b>76</b>
4.3.1 Schichtspannung in AlN Dünnschichten	76
4.3.1.1 Globale Schichtspannungsanalyse	76
4.3.1.2 Schichtdickenabhängigkeit und Spannungsgradient	78
4.3.1.3 Lokale Schichtspannungsanalyse	80

4.3.2 E-Modul von AlN Dünnschichten	82
4.3.2.1 Bestimmung des biaxialen Moduls und des E-Moduls	82
4.3.2.2 Vergleich des bestimmten biaxialen Moduls mit Literaturwerten	84
4.3.3 Grenzen der angewendeten Analysemethoden	85
<b>5 Thermische Leitfähigkeit von AlN Dünnschichten</b>	<b>88</b>
<b>5.1 Verfahren zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten</b>	<b>89</b>
<b>5.2 Die thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten</b>	<b>91</b>
<b>5.3 Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten</b>	<b>93</b>
5.3.1 Vorstellung der eingesetzten Membranteststruktur	93
5.3.2 Testroutine zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit	97
5.3.3 Ergebnisse zur thermischen Leitfähigkeit von AlN-Schichten	100
5.3.3.1 Mögliche Auswertestrategien für die Bestimmung der thermische Leitfähigkeit	100
5.3.3.2 Diskussion der Ergebnisse zur thermischen Leitfähigkeit	103
<b>6 Piezoelektrische Eigenschaften von AlN Dünnschichten</b>	<b>105</b>
<b>6.1 Der piezoelektrische Effekt</b>	<b>106</b>
<b>6.2 Verfahren zur Bestimmung piezoelektrischer Eigenschaften</b>	<b>110</b>
6.2.1 Bestimmung der Durchbruchfeldstärke dünner AlN-Schichten	110
6.2.2 Bestimmung einzelner piezoelektrischer Koeffizienten	112
6.2.3 Angewendete Methoden zur Bestimmung piezoelektrischer Schichteigenschaften	114
6.2.3.1 Lokale Anregung von kontaktierten AlN-Flächen	114
6.2.3.2 Auslenkung makroskopischer, großflächig kontaktierter Biegebalken	116
<b>6.3 Ergebnisse der piezoelektrischen Schichtcharakterisierung</b>	<b>119</b>
6.3.1 Durchbruchfeldstärke für gesputterte AlN Dünnschichten	119
6.3.2 Bestimmung der Piezokoeffizienten	122

<b>7 Technologische Integration der AlN-Dünnschichten</b>	<b>125</b>
<b>7.1 Integrationsmöglichkeiten für AlN-Dünnschichten in Mikrosystemen</b>	<b>126</b>
7.1.1 Einführung in die Prozessintegration	126
7.1.2 Prozessintegration am Beispiel von AlN-Dünnschichten	128
7.1.2.1 Allgemeine Randbedingungen	128
7.1.2.2 Strukturübertragung	129
7.1.2.3 Materialstrukturierung	130
7.1.2.4 Integration von Funktionselementen	132
7.1.2.5 CMOS Komptibilität	132
<b>7.2 Funktionalisierungsbeispiele für AlN-Membranen</b>	<b>133</b>
7.2.1 Thermomechanische Aktoren auf Basis ebener AlN-Membranen	133
7.2.1.1 Voraussetzungen für die Umsetzung	133
7.2.1.2 Das thermomechanisch aktuierte Membranelement	135
7.2.1.3 Test der funktionalisierten Membranelemente	136
7.2.2 AlN-Pyramidenmembranen als taktil sensitive Elemente	141
7.2.2.1 Die Funktionalisierungsidee mit ihren Randbedingungen	141
7.2.2.2 Aufbau von Teststrukturen	142
7.2.2.3 Test der kontaktierten AlN-Pyramidenmembranen	147
7.2.2.4 Diskussion der Detektion unterschiedlicher Belastungszustände	151
<b>8 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>153</b>

<b>A - Anhang</b>	<b>157</b>
A1 Standard-Ablaufplan zur Membranherstellung	158
A2 Röntgen-Beugungsspektrum der Netzebenen im hexagonalen AlN-Wurtzitkristall	160
A3 Herleitung der Gleichungen des Druck-Auslenkungs-Zusammenhangs für eine Kreismembran	161
A4 Ablaufplan zur Herstellung der AlN-Membranen mit integrierten Heizstrukturen	164
A5 Fehlerfortpflanzung bei Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit	166
A6 Berechnung des Piezokoeffizientens am makroskopischen Biegebalken	168
A7 Schematischer Prozessplan „Thermomechanischer Membranaktor“	169
A8 Schematischer Prozessplan „AlN-Pyramidensensor“	171
<b>P - Publikationsliste</b>	<b>173</b>
<b>L - Literaturverzeichnis</b>	<b>175</b>
<b>Abk - Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>183</b>
<b>D- Danksagung</b>	<b>185</b>



# 1 Einleitung

In der hochtechnisierten Welt unserer Tage wächst, angetrieben durch die fortwährende technologische Entwicklung, der Bedarf an funktionsoptimierten Materialien permanent. Der Einsatz von funktionalen Strukturelementen in immer kleineren Dimensionen wird ermöglicht durch die rasante Entwicklung der Mikro- und Nanotechnologie. Häufig werden dazu bei bekannten Materialien neue Eigenschaften ausgeprägt und genutzt. Das populärste Beispiel der jüngeren Technikgeschichte stellt das Graphen dar, welches in anderer Modifikation als Graphit schon lange technisch genutzt wird. Die Besonderheit des Graphens liegt in der speziellen zweidimensionalen Anordnung der Kohlenstoffatome, durch die das Material seine besonderen physikalischen Eigenschaften erhält. Seit dem Andre Geim und Konstantin Novoselov im Jahr 2004 ihre Entdeckung publizierten, wurden eine große Anzahl von Materialcharakterisierungen und Applikationsideen in der wissenschaftlichen Publikationslandschaft dokumentiert.

Aluminiumnitrid (AlN) als Dünnschichtmaterial mit einer besonderen nanokristallinen Struktur kann sich zwar nicht mit dem Neuheitsgrad von Graphen messen, aber es stellt aufgrund seiner vielseitigen Einsatzmöglichkeiten insbesondere in der Mikrosystemtechnik einen sehr interessantes Funktionsmaterial dar. Auch wenn die Grundlagenuntersuchungen zu AlN-Dünnschichtherstellung als abgeschlossen angesehen werden können, besteht speziell auf dem Feld der Dünnschichtcharakterisierung und der Integration des Materials in die Prozesskette der Mikrosystemtechnik noch Untersuchungsbedarf. Aus diesem Grund widmet sich diese Arbeit der Charakterisierung von AlN-Dünnschichten, stellt freitragende Membranen aus AlN-Dünnschichten vor und eröffnet neue Anwendungsfelder für diese Elemente.

In den folgenden Abschnitten wird kurz die Motivation, die zur Bearbeitung dieses Themas geführt hat detaillierter dargestellt. Zusätzlich wird die vorliegende Arbeit hinsichtlich ihrer inhaltlichen Schwerpunkte vorgestellt.

---

---

## 1.1 Motivation

Der Bedarf an Membranen als universelle Funktionsstrukturen für Mikrosystemtechnik- bzw. MEMS-Anwendungen ist sehr groß. Membranen können als passive Strukturelemente oder als aktive Elemente in Sensor- oder Aktoranwendung vielfältig eingesetzt werden. Die einfache Herstellbarkeit von selbsttragenden AlN-Membranen ist durch die Kombination des Reaktivsputterns als Herstellungstechnologie für AlN-Dünnschichten auf Silicium und dem anschließenden Einsatz einer anisotropen Plasmatiefenätzung von der Rückseite des Siliciums zur Freistellung der AlN-Membranen gegeben. Dies ist möglich, da sich die AlN-Schichten chemisch Stabilität in der fluorbasierten Ätzchemie des Plasmaprozesses verhalten. Eine detailliertere Beschreibung dieses Standardprozessflusses zur AlN-Membranherstellung kann im Anhang A1 nachvollzogen werden. Die Besonderheit des Materials AlN ist, dass es neben der passiven Trägerfunktion, bei entsprechend eingestellter nanokristalliner Struktur über die dann vorliegenden piezoelektrischen Eigenschaften auch sensorische Funktionen integrieren kann. Außerdem lässt sich die gesputterte AlN-Dünnschicht sehr einfach mit den Standardprozessen der Mikrotechnik kombinieren und somit in den Prozessfluss integrieren. Dies macht das Materialsystem AlN und die herstellbaren Dünnschichtmembranen sehr interessant für MEMS-Anwendungen. Dazu empfiehlt sich eine Charakterisierung der Schichten und der Membranelemente bezüglich ausgewählter Materialeigenschaften.

Im Zuge erster grundlegender Untersuchungen an AlN-Membranen sind vor allem die mechanischen Eigenschaften positiv aufgefallen. Dies spiegelt sich in zwei sehr eindrucksvollen Aspekten wieder. Zum einen ist es gelungen in eine nur 300 nm dicke AlN-Kreismembran mit einem Durchmesser von ca. 1 mm eine nanoskaliges Loch mittels fokussierten Ionenstrahl (FIB) zu schneiden. Ein solches Loch wird exemplarisch in Abbildung 1.1 dargestellt und misst ca. 500 x 500 nm. Trotz dieser Modifikation der Membranstruktur breitet sich kein Riss aus, was mit Belastungstests der Membran unter Beaufschlagung von hydrostatischem Druck eindrucksvoll bewiesen werden kann.

Einen zweiten Aspekt stellen Untersuchungen zur maximalen Membranbelastbarkeit dar. Dabei unterstreichen Vermessungen solider AlN-Kreismembranen bezüglich ihrer statischen Druckstabilität noch einmal die herausragenden mechanischen Eigenschaften. Es lässt sich feststellen, dass enorme Druckwerte angelegt werden können, bis es zum Bersten der Membranstrukturen kommt. Abbildung 1.2 zeigt eine Zusammenfassung der maximal tolerierbaren Differenzdruckwerte in Abhängigkeit des Membrandurchmessers am Beispiel getesteter Kreismembranen. Berstdruckwerte von bis zu 100 kPa unterstreichen die enorme mechanische Qualität der AlN-Dünnschichtmembranen, bei nur 500 nm Membrandicke.

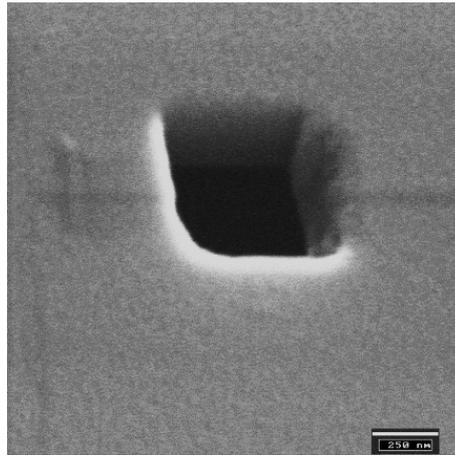


Abbildung 1.1: Nanoskaliges Loch in einer ca. 1 mm durchmessenden 300 nm dünnen AlN-Kreismembran

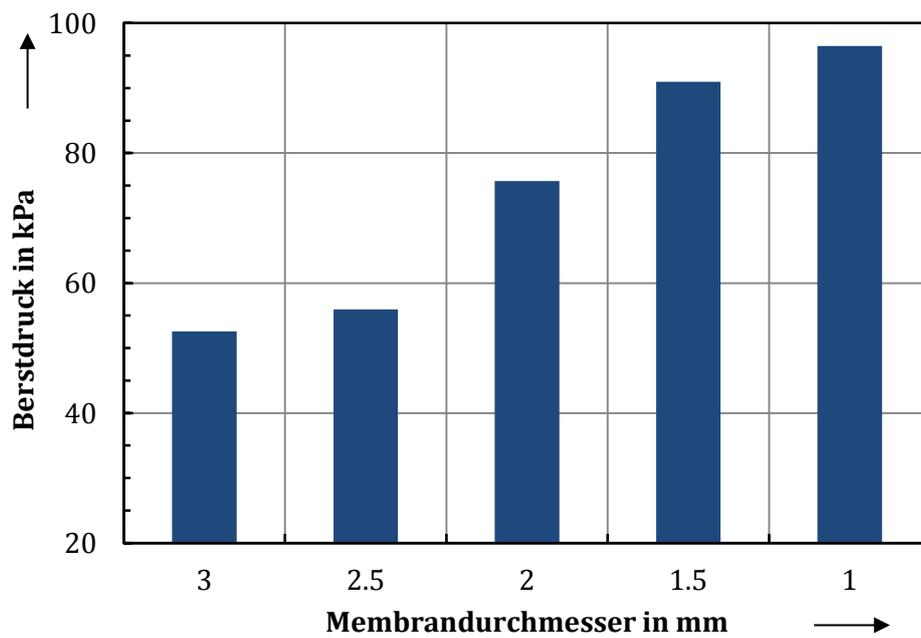


Abbildung 1.2: Abhängigkeit des Membranberstdruckes vom Durchmesser verschiedener AlN-Dünnschichtmembranen mit Dicken von 500 nm

---

Eine vergleichbare mechanische Stabilität kann zwar auch mit Siliciummembranen erreicht werden. Allerdings kombinieren die AlN-Membranen neben der enormen mechanischen Stabilität einige weitere interessante Materialeigenschaft wie optischer Transparenz, thermische Stabilität und nicht zuletzt piezoelektrische Funktionalität. Dies ermöglicht Anwendungsfelder zu erschließen, die mit Siliciummembranen nicht realisierbar sind. Da neben den piezoelektrischen Eigenschaften für gesputterte AlN-Schichten noch erheblicher Charakterisierungsbedarf für mechanische Eigenschaften und thermische Leitfähigkeit besteht, soll dies im Rahmen dieser Arbeit geschehen. Außerdem werden die gesammelten Erkenntnisse aus der technologischen Integration zusammenfassend dargestellt.

Im folgenden Abschnitt werden die einzelnen Kapitel dieser Arbeit vorgestellt, die Motivation zum jeweiligen Kapitel skizziert und deren Inhalt kurz umrissen.

## 1.2 Vorstellung inhaltlicher Schwerpunkte

Zum Einstieg in das vielschichtige Themenfeld AlN-Dünnschichten und AlN-Membranen werden im Kapitel 2 „Anmerkungen zum Stand der Technik“ grundlegende Aspekte beleuchtet. Dabei wird ein Überblick zum Einsatz von Membranen in der Mikrosystemtechnik gegeben um den Zugang zum Themenfeld Membranen zu finden. Weiterhin wird in diesem Kapitel der aktuelle Stand der AlN-Dünnschichtherstellung zusammengefasst. Ein weiterer inhaltlicher Block befasst sich mit bereits existierenden Anwendungsfeldern der AlN-Dünnschichten und stellt die wesentlichen Publikationen zu diesem Thema zusammen. Abschließend werden künftige Anwendungspotentiale der AlN-Dünnschichten diskutiert. Damit ist eine Abgrenzung zu bisher verfolgten Anwendungen möglich.

Das Kapitel 3 „Strukturelle Eigenschaften von AlN-Dünnschichten“ setzt sich mit der Herstellungstechnologie Reaktivsputtern und der zu erzielenden nanokristallinen AlN-Schichtstruktur auseinander. Diese Schichtstruktur ist der Schlüssel für die vielseitigen, interessanten Eigenschaften der dünnen AlN-Schichten. Aus diesem Grund ist es wichtig den Stand der Technik auf diesem Gebiet an dieser Stelle aufzuarbeiten und die Umsetzung der bisherigen Erkenntnisse auf die eigenen Prozesse zu beschreiben. In diesem Kapitel werden Grundlagen und Spezifika zum Sputtern als zentrales Herstellungsverfahren für die AlN-Dünnschichten eingeführt. Zum vollständigen Verständnis der strukturellen Eigenschaften der AlN-Dünnschichten werden Schichtmorphologiediagramme vorgestellt und diskutiert. Abschließend wird präsentiert auf welchen Substraten und Startschichten AlN in welcher definierten, kristallinen Struktur herstellbar ist.

Nach der Herstellung der Dünnschichten und mit dem Wissen zur Herstellung selbsttragender Membranen beschäftigt sich der folgende Kapitel 4 mit der mechanischen Charakterisierung der AlN-Schichten. Dazu werden die AlN-Membranen als Testelemente eingesetzt um die Parameter E-Modul und intrinsische Schichtspannung zu identifizieren. Dies ist nötig, da in der Literatur kaum mechanische Schichtkennwerte für gesputterte AlN-Schichten zu finden sind. Außerdem liefert diese mechanische Charakterisierung der AlN-Membranen wichtige Parameter für weiterführende Arbeiten, die sich mit Applikationen basierend auf freitragenden AlN-Elementen beschäftigen. In Kapitel 4 findet ein kurzer Exkurs in die Theorie zu mechanischer Schichtspannung und E-Modul statt. Darüber hinaus wird ein Überblick zu Verfahren für die Bestimmung mechanische Dünnschichteigenschaften gegeben. Die dargestellten Ergebnisse der mechanischen Schichtcharakterisierung ermöglichen Aussagen zur globalen und lokalen Schichtspannung und dem Elastizitätsmodul der AlN-Dünnschichten.

Zusätzlich zu den mechanischen Eigenschaften kann bei der thermischen Leitfähigkeit ein Bedarf genauere Charakterisierung identifiziert werden. Dazu wird im Kapitel 5 dieser Materialparameter anhand von Membranteststrukturen mit integrierten Heizelementen und resistiven Temperaturmessstrukturen bestimmt. Vorab werden grundlegend anwendbare Analysemethoden zu Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten vorgestellt. Darüber hinaus wird ein Überblick zu den bisher in der Literatur dokumentierten Werten der thermischen Leitfähigkeit für AlN-Dünnschichten gegeben, was den Bedarf der genaueren Charakterisierung noch einmal unterstreicht. Der abschließend ermittelte Wert für die thermische Leitfähigkeit lässt sich so in Relation zu den Literaturwerten setzen.

Anschließend werden in Kapitel 6 mit den piezoelektrischen Koeffizienten weitere Materialparameter bestimmt. In diesem Kapitel wird der piezoelektrische Effekt beschrieben und Verfahren zur Bestimmung der piezoelektrischen Koeffizienten von Dünnschichten vorgestellt. Die Ergebnisse der piezoelektrischen Materialcharakterisierung sind kein Hauptschwerpunkt dieser Arbeit, sollen aber ergänzend die piezoelektrischen Schichteigenschaften dokumentieren.

Nach den Kapiteln 3-6, die sich mit der Materialcharakterisierung auseinandersetzen, folgen in Kapitel 7 die wesentlichen Aussagen zu den Möglichkeiten der technologischen Integration von AlN-Dünnschichten. Dazu werden die im Rahmen dieser Arbeit erkannten Integrationsmöglichkeiten und -grenzen aufgezeigt. Den Abschluss findet das Kapitel in der Umsetzung der technologischen Integration anhand von zwei Funktionalisierungsbeispielen für AlN-Membranen, die unter Berücksichtigung der in Kapitel 2 vorgestellten Applikationsbeispiele absoluten Neuheitsgrad darstellen.

# 2 Anmerkungen zum Stand der Technik

In diesem Kapitel soll neben einem Einblick in das Themenfeld Membranstrukturen für Mikrosysteme auf die Spezifika des Membranmaterials Aluminiumnitrid (AlN) eingegangen werden. Dabei handelt es sich um eine allgemeine Darstellung, die nicht alle Details der physikalischen Eigenschaften des Materials AlN beleuchtet. Eine detaillierte Beschreibung ausgewählter Materialeigenschaften erfolgt in den Kapiteln 3-6, die sich mit den strukturellen, mechanischen, thermischen und piezoelektrischen Eigenschaften von AlN-Dünnschichten auseinandersetzen. Das Ziel dieses Kapitels ist es vielmehr neben der einführenden, allgemeinen Darstellung zu Membranen für Mikrosysteme, einen Überblick über die Herstellung von AlN-Dünnschichten und eine Zusammenstellung publizierter Einsatzmöglichkeiten von AlN in Mikrosystemen zu geben. Im Abschnitt 2.3 zu den Einsatzfeldern von AlN-Dünnschichten soll die Multifunktionalität dieses Materials demonstriert werden. Dabei steht die AlN-Dünnschicht integriert in Mikromechanische Systeme (MEMS) im Fokus der Anwendungen. Am Ende dieses Kapitels sollen auf Basis des bis dahin Bekannten zum Thema AlN-Dünnschichten die weiteren Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit motiviert werden.

## 2.1 Membranstrukturen für Mikrosysteme

Membranelemente kommen in Mikrosystemen auf vielfältige Art und Weise zum Einsatz. Um einen Überblick zu Membranstrukturen zu erlangen, soll im folgenden Abschnitt kurz auf drei Aspekte eingegangen werden. Nach der Membranklassifizierung mit der auch die Herstellungstechnologie verknüpft ist, folgt eine Vorstellung der technisch relevanten Membranmaterialien. Am Ende dieses Abschnittes werden die am weitesten verbreiteten Anwendungen von Membranen in Mikrosystemen benannt.

Membranen in der Mikrosystemtechnik lassen sich in zwei Klassen unterteilen. Auf der einen Seite gibt es die aus lokal gedünntem Substratmaterial hergestellten Membranen, wobei es sich häufig um Silicium-Membranen handelt. Zu deren Herstellung wird fast ausschließlich die Volumenmikromechanik eingesetzt. Auf der anderen Seite können Membranen aus Schichten bestehen, die zuvor auf ein Substrat abgeschieden und anschließend mit Verfahren der Volumen- oder Oberflächenmikromechanik freigestellt werden. Einen grafischen Überblick dazu gibt Abbildung 2.1.

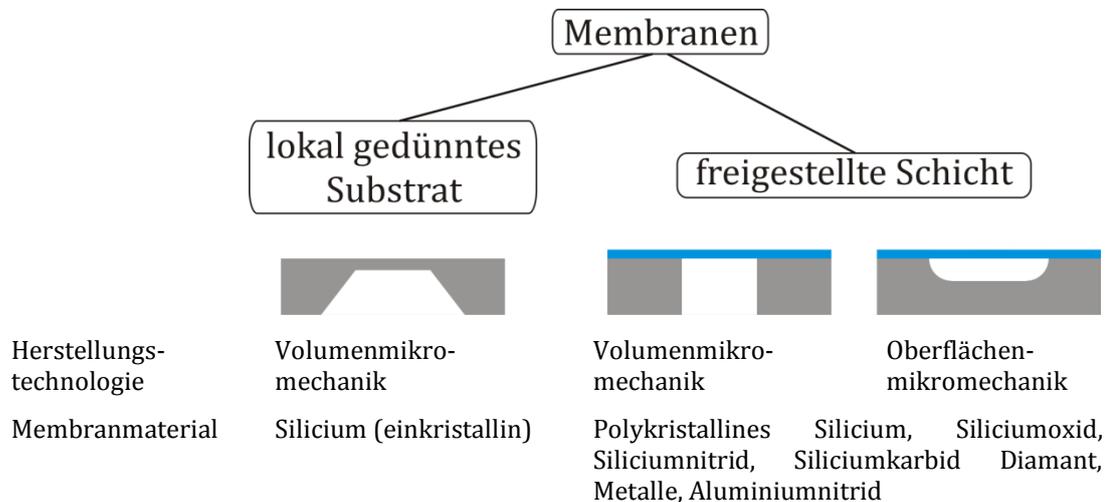


Abbildung 2.1: Übersicht zu Membranen in der Mikrosystemtechnik mit den jeweiligen Verfahren zur Herstellung und den gebräuchlichsten Membranmaterialien

Bei Betrachtung der Membranmaterialien kommt neben dem einkristallinen Silicium aus dem Substratmaterial (c-Si) [1] auch polykristallines Silicium (PolySi) als Dünnschicht zum Einsatz. [2] Darüber hinaus können verschiedenen Siliciumverbindungen als Membranmaterial genutzt werden, allen voran Schichten aus Siliciumoxid ( $\text{SiO}_2$ ) und Siliciumnitrid ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). [3] Aber auch Schichten wie Siliciumkarbid ( $\text{SiC}$ ) eignet sich zur Herstellung von Membranen. [4] Als weitere Schichtmaterialien werden Diamant [5], Metallschichten [6] und Metallverbindungen wie Aluminiumnitrid ( $\text{AlN}$ ) [7] zu Membranen strukturiert. Außerdem gewinnen polymere Schichten für die Herstellung von Membranen zunehmend an Bedeutung. [8, 9]

Die vorgestellten Membranarten und die unterschiedlichen Membranmaterialien finden Einsatz in vielfältigen Anwendungen. Den wirtschaftlich bedeutendsten Einsatzbereich von Membranen stellen Drucksensoren dar. [10, 11] Desweiteren werden Membranen als sogenannte Hotplates eingesetzt um Gassensoren [12] oder Infrarot-Detektoren [13] aufzubauen. Für die Röntgenlithographie, eine spezielle Art zur Übertragung von Mikrostrukturen auf Substrate, werden ebenfalls Membranen eingesetzt. [14] Ein anderes für mikrofluidische Mikrosysteme interessantes Membraneinsatzfeld ist die Filtration unter Zuhilfenahme von perforierten Membranen. [15] Auf dem Gebiet akustischer Mikrosysteme steht der Einsatz von Membranen bei kapazitiven Ultraschallwandlern (CMUT) [16], Silicium-Mikrofonen [17] oder Bauelementen für die Hochfrequenzübertragung [18] im Vordergrund.

Dieser Anwendungen können ebenfalls nach den jeweiligen Membranfunktionen klassifiziert werden. Die aktive Membranstruktur in Sensorkonfiguration erfährt eine mechanische Deformation und generiert daraus ein elektrisch auswertbares Signal. Typische Vertreter dieser Funktionalität sind der Drucksensor, Silicium-Mikrofon oder das Bauelement zur Hochfrequenzübertragung. Eine passive Membranstruktur dient unter anderem als Träger für die Funktionalität des Mikrosystems. Dies ist bei den Hotplates in Gassensor und Infrarot-Detektor gegeben. Auch eine Maske für die Röntgenlithografie kann zu den passiven Elementen gezählt werden.

Prinzipiell sind viele der vorgestellten Membranfunktionen auch mit AlN-Dünnschichten realisierbar. Dieses Dünnschichtmaterial hat Potential auch in der Drucksensorik, für Mikrohotplates, der Medienfilterung oder für Mikrofone eingesetzt zu werden. Allerdings ist die technische Umsetzung noch nicht ausgereift. Ein breites, grundlegendes Wissen existiert für die Herstellung der AlN-Dünnschichten, was im folgenden Abschnitt 2.2 als Kurzausschnitt dargestellt wird und dabei die relevanten Quellen referenziert werden. Im Abschnitt 2.3 werden dann die wesentlichen bisher publizierten Applikationsansätze zusammengefasst. Abschließend wird darauf verwiesen, dass auf dem Gebiet AlN-Dünnschichten als Membranen für Mikrosysteme noch Forschungsbedarf besteht.

## 2.2 AlN als Dünnschichtmaterial

Mit dem Themengebiet AlN-Dünnschichten setzen sich seit Anfang der 1990er Jahre diverse internationale Forschergruppen intensiv auseinander. Interessant ist das Schichtmaterial AlN vor allem aufgrund seiner piezoelektrischen Eigenschaften. Die ersten Arbeiten befassten sich mit den unterschiedlichen Herstellungstechnologien wie Reaktivsputtern [19], Molekularstrahlepitaxie (MBE) [20], Metallorganik-Gasphasenabscheidung (MOCVD) [21] oder gepulste Laserabscheidung. [22] Abbildung 2.2 zeigt eine vereinfachte Übersicht zu den möglichen Herstellungsverfahren von AlN-Dünnschichten. Da sich das Sputtern schon bei der Herstellung von Metallschichten als kostengünstiges und einfach zu beherrschendes Beschichtungsverfahren etabliert hat, konzentriert sich die Forschung der AlN-Dünnschichtherstellung auf das Reaktivsputtern als Herstellungsverfahren. Dabei können unterschiedliche Varianten hinsichtlich der Leistungseinkopplung unterschieden werden. AlN kann mittels DC-, gepulstem DC- oder HF-Sputtern als Dünnschicht abgeschieden werden. Für die mit den unterschiedlichen Verfahren hergestellten Schichten werden die relevanten Eigenschaften publiziert und diskutiert [23-26].

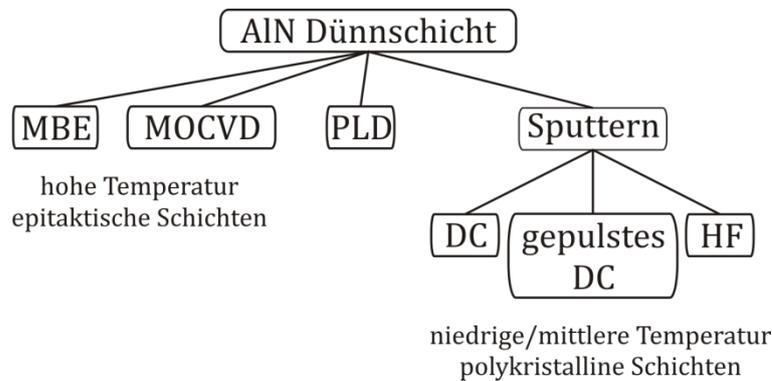


Abbildung 2.2: Unterteilung der Herstellungsverfahren von AlN-Dünnschichten mit Hinweis auf die Prozesstemperaturen und die erzielbare Struktur der hergestellten Schichten

Auf die AlN-Schichtstruktur und die daran gekoppelt Schichteigenschaften lässt sich über die Sputterparameter entscheidend Einfluss nehmen. Dieser Zusammenhang ist grundlegend untersucht und kann für die Sputterprozessentwicklung angewendet werden. [27, 28] Im Rahmen dieser Arbeit wird gezeigt, wie diese bekannten Einflussmechanismen genutzt werden um für zwei Sputteranlagen einen hinsichtlich der Schichtstruktur identischen AlN-Abscheidungsprozess zu entwickeln. Diese in Kapitel 3 detailliert eingeführte Schichtstruktur ist Voraussetzung für piezoelektrische Eigenschaften der AlN-Schichten und eröffnet somit das Einsatzfeld für piezoelektrisch aktiver AlN-Schichten in Mikrosystemen. Darum ist es auch in dieser Arbeit das Ziel mit der Schichtabscheidung diese Struktur zu erzielen.

Der Aspekt von AlN-Dünnschichten als Halbleitermaterial hat für diese Arbeit wenig Relevanz. Um diesen Gesichtspunkt aber nicht vollständig auszuklammern und aufgrund der intensiven Forschungen am Institut für Mikro- und Nanotechnologien der TU Ilmenau auf diesem Gebiet [29], sei hier ein kurzer Überblick zu diesem Thema eingeführt.

AlN gehört zur Gruppe der III-V-Verbindungshalbleiter und ist ein Halbleiter mit einer sehr großen Bandlücke von 6,28 eV. Kombiniert mit Galliumnitrid oder Indiumnitrid (zwei weiteren Vertretern der III-V-Verbindungshalbleiter) ist es möglich die Bandlücke zu variieren. Dies ist ein Vorteil gegenüber dem weitverbreiteten Halbleitermaterial Silicium. So können aufgrund ihrer einstellbaren Bandlücke beispielsweise LED Bauelemente, die Licht unterschiedlicher Wellenlängen abstrahlen, aus AlGaIn-Halbleitern hergestellt werden

Weiterhin können Heterostrukturen aus AlGaIn/GaN zu sogenannten „High Electron Mobility Transistors“ (HEMTs) verarbeitet werden. In den HEMTs bildet sich an der Grenzfläche zwischen den beiden Materialien ein zweidimensionales Elektronengas (2DEG) aus. In diesem Bereich, der als Ebene angesehen werden kann, haben die Elektronen eine sehr hohe, zweidimensionale Beweglichkeit. Aufgrund dessen kann das 2DEG als leitfähiger Kanal des Feldeffekttransistors genutzt werden. Diese besonderen Bauelemente können beispielsweise für Hochfrequenzanwendungen als schaltende Leistungshalbleiter eingesetzt werden. [30]

Da sich diese Arbeit auf den Einsatz von AlN-Membranen in Mikrosystemen fokussiert, werden nach diesem kurzen Exkurs in die Welt der Halbleiter im folgenden Abschnitt Anwendungen aus dem MEMS-Bereich zusammengefasst. Alle diese Anwendungen basieren auf einer AlN-Dünnschichten als zentrales Element.

## 2.3 AlN-Einsatz in mikromechanischen Bauelementen

Bei den in der Literatur vorgestellten Anwendungen von AlN-Dünnschichten mit dem Schwerpunkt MEMS dominieren solche, die die piezoelektrischen Eigenschaften des Materials ausnutzen. Aus diesem Grund basieren die ersten veröffentlichten Anwendungen von AlN-Dünnschichten auch auf Bauelementen mit piezoelektrischer Funktionalität.

Dünnschichtresonatoren stellen die ersten Elemente dar, die AlN-Dünnschichten wegen ihrer piezoelektrischen Funktionalität einsetzen. In diesen Dünnschichtresonatoren werden durch die piezoelektrische Kopplung Volumenschwingungen erzeugt. Diese Elemente sind unter dem Fachbegriff „film bulk acoustic wave resonators“ kurz FBARs bekannt. Die Entwicklung der FBARs ist getrieben vom Markt der mobilen Kommunikation (Mobilfunk oder WLAN). FBARs werden in solchen Systemen beispielsweise als Frequenzfilter eingesetzt. Das Filterverhalten wird dabei durch die charakteristische Resonanzfrequenz der Elemente bestimmt. Beim Entwurf der FBARs wird die Resonanzfrequenz über die Dicke der piezoelektrisch aktiven AlN-Schicht definiert.

R. Ruby hat im Jahr 1994 als erster eine Veröffentlichung zum Thema AlN-basierter FBAR verfasst. [31] Dabei erreichen die vorgestellten Elemente eine Güte von über 1000 und Resonanzfrequenzen zwischen 1,5 und 7,5 GHz. Außerdem ist für die Frequenzstabilität die Kompensation von Temperaturschwankungen durch auf der Membran integrierte Heizelemente untersucht worden. In einer weiteren Publikation von P. Bradley und R. Ruby aus dem Jahr 2004 [32] wird der kommerzielle Herstellungsprozess eines FBAR Duplexers für das 800 MHz Mobilfunkfrequenzband vorgestellt. Duplexer werden auch als „Antennenweichen“ bezeichnet und stellen eine Filtergruppe dar, die zwei Eingänge mit einem Ausgang verbindet. Dieses Duplexer-Element, hergestellt und vertrieben von der Firma Agilent, gilt als der erste kommerziell vermarktete FBAR auf Basis einer AlN-Dünnschicht.

Auch aktuell sind AlN-basierte FBARs Gegenstand zahlreicher wissenschaftlicher Arbeiten. Dabei geht es neben der Systemintegration der Elemente [33] auch um Kompensationsmechanismen zur Erzielung einer hohen Temperaturstabilität und damit verbunden der Frequenzstabilität. [34] Neben der Kommunikationstechnik werden FBARs auch für biotechnologische Analyseaufgaben in flüssigen Medien einzusetzen. [35] In diesem speziellen Fall wird ein Biosensor zur Detektion der Masse ausgewählter Komponenten eines flüssigen Mediums vorgestellt. Bei Kontakt mit einer Flüssigkeit wird die im FBAR erzeugte Dickenschwingung allerdings sehr stark gedämpft, was sich negativ auf die Sensitivität des Sensors auswirkt. Durch eine Modifikation der AlN-Schichtstruktur wird eine stärkere Komponente der zur Detektion genutzten Schwingung in der Bauelementebene erzeugt. Dies macht das Bauelement unempfindlicher gegenüber der Dämpfung durch eine Flüssigkeit.

Eine Weiterentwicklung der FBAR-Technologie stellen die Kontur-Mode-Resonatoren (CMR) dar. Bei diesen Resonatoren bestimmt nicht die Dicke der piezoelektrischen AlN-Schicht die Resonanzfrequenz, sondern die Geometrie (Kontur) und die Form der das Element kontaktierenden Elektroden. Dies stellt sich derart dar, dass das resonant schwingende Bauelement mit einem Konturmode in der Ebene schwingt. Dadurch ist es möglich aus mehreren Elementen, Arrays von Resonatoren unterschiedlicher Resonanzfrequenzen auf einem Chip zu integrieren. Unterschiedliche Resonanzfrequenzen können dabei mit geometrisch skalierten Elementen basierend auf einer AlN-Schicht konstanter Dicke erzeugt werden.

Zur Erzeugung einer Schwingungsmode in der Ebene ist es nötig die AlN-Schicht zu strukturieren und die CMRs freizustellen. Dies stellt im Vergleich zu den membranbasierten FBARs eine große technologische Herausforderung dar. Darüber hinaus ist die Beherrschung des mechanischen Spannungszustandes der AlN-Dünnschichten in Kombination mit den kontaktierenden Metallschichten bei den freigestellten Elementen der Schlüssel zum erfolgreichen Aufbau von CMRs. In Abbildung 2.3 ist der Unterschied von FBAR und CMR in Struktur und Aufbau grafisch aufbereitet. Deutlich sichtbar ist, dass der FBAR aus einer geschlossenen Membranstruktur mit Vorder- und Rückseitenkontakt aufgebaut ist. Die Freistellung der Membranstruktur erfolgt durch Volumenmikromechanik von der Substratrückseite her. Der CMR dagegen kann aufgrund seiner geöffneten Membranstruktur auch mittels Oberflächenmikromechanik von der Substratvorderseite freigestellt werden. Die Kontaktierung des CMRs erfolgt ebenfalls über Vorder- und Rückseitenelektroden. Bei beiden Resonatoren werden über diese Elektrodenelemente elektrisch angeregt und die Strukturen durch die piezoelektrische Kopplung zum Schwingen gebracht.

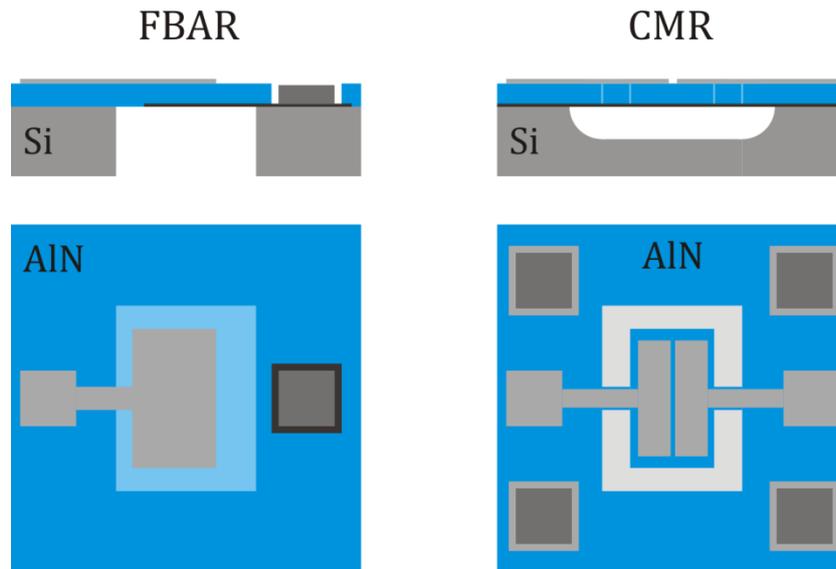


Abbildung 2.3: Unterschied in Struktur und Aufbau von FBAR (links) und CMR (rechts)

Eine der ersten Veröffentlichungen zum Thema CMR haben G. Piazza und A.P. Pisano im Jahr 2005 geschrieben. [36] Damit legten sie den Grundstein für die Weiterentwicklung der CMRs, der sich auch andere Forschergruppen widmen. [37-41] Die erzielten Resonanzfrequenzen der dabei entstandenen Elemente reichen in Abhängigkeit der Geometrie von 100 MHz bis 3,5 GHz. Die Bandbreite, die auf einem Chip realisiert wird reicht von 80 MHz [41] bis zu 1600 MHz. [40]

Neben der Entwicklung von AlN-basierten Elementen für die mobile Kommunikation entstanden in den vergangenen Jahren zahlreiche Sensoranwendungen basierend auf piezoelektrischen AlN-Dünnschichten. Hervorzuheben sind Anwendungsbeispiele von barometrischen Drucksensoren [42, 43] oder Drucksensoren zur Aufnahme des menschlichen Pulses. [44] Anwendungspotentiale für piezoelektrische AlN-Schichten als sensitives Element existieren weiterhin für Beschleunigungssensoren [45, 46], als Biosensor für Analyseaufgaben in Flüssigkeitstropfen [47] oder als Wechselstromsensor. [48]

Darüber hinaus wurden resonant schwingende Elemente entwickelt, die sich zur Ermittlung sehr kleiner Massen eignen. [49-52] Dabei können kleinste Massenbelegungen von 7 fg detektiert werden. [49] Diese Resonatoren zur Massebestimmung besitzen gegenüber den klassischen Schwingquarzen den Vorteil monolithisch integrierbar zu sein. Zukünftig kann damit in ausgewählten Fällen auf die hybrid integrierten Quarzkristalle verzichtet werden und die gleiche Funktionalität auf kleinerem Raum realisiert werden.

Im Bereich des Energierückgewinnung oder englisch „energy harvesting“ (EH) steckt ebenso Potential für den Einsatz von piezoelektrisch funktionalen AlN-Schichten. Das EH ist besonders interessant für autonome, drahtlose Systeme. Dazu wird die für die Aufrechterhaltung der Funktion benötigte Energie nicht wie üblich aus angeschlossenen, herkömmlichen Batterien bezogen, sondern durch EH erzeugt und gegebenenfalls in einem integrierten Energiespeicher kurzfristig zwischengespeichert. Das Themenfeld EH-Systeme basierend auf AlN-Dünnschichten bearbeiten aktuell mehrere Forschergruppen. [53-55]

Abgesehen von Applikationsbeispielen zum Sensoreinsatz von AlN-Dünnschichten existierten auch Ansätze zur Nutzung von AlN-Dünnschichten in Mikroaktoren. Hervorzuheben sind dabei ein integrierter, piezoelektrischer Mikro-Lautsprecher [56] und Hochfrequenz-Schaltelemente für die Nachrichtentechnik. [57, 58] Generell bleibt für die Aktoranwendung basierend auf piezoelektrischen Dünnschichten aber festzuhalten, dass vor allem Dünnschichten aus PZT bevorzugt eingesetzt werden. Dies ist begründet in deren deutlich höheren piezoelektrischen Koeffizienten, was entsprechend größere Bewegungsbereiche ermöglicht.

## 2.4 Künftige Anwendungspotentiale der AlN-Dünnschichten

Neben den piezoelektrischen Schichteigenschaften sind zunehmend andere AlN-Schichteigenschaften ebenfalls interessant für Forschungsarbeiten. Die hervorragende mechanische Stabilität von einigen 100 nm dünnen AlN-Schichten prädestiniert diese für großflächige, selbsttragende Membranelemente. Solche Membranelemente werden in dieser Arbeit vorgestellt und grundlegend untersucht. Zudem eröffnet die optische Transparenz der AlN-Schichten im Zusammenhang mit der Herstellbarkeit von Membranelemente das Einsatzfeld der adaptiven Mikrooptik. [59] Auch die im Vergleich zu anderen dielektrischen Schichten wie  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gute thermische Leitfähigkeit lässt sich gezielt zur Verbesserung der thermischen Systemeigenschaften einsetzen. [60]

Die vorliegende Arbeit soll dazu beitragen die Basis für ein breiteres Anwendungsspektrum dünner AlN-Schichten in Mikrosystemen auszubauen. Dazu werden in den folgenden Kapiteln die Aspekte strukturelle bzw. mechanische Schichteigenschaften, thermische Leitfähigkeit der dünnen AlN-Schichten betrachtet und eine Brücke zu den piezoelektrischen Eigenschaften geschlagen. Die verschiedenen Untersuchungen nehmen stets Bezug zum Stand der Wissenschaft auf dem jeweiligen Gebiet, decken aber trotzdem neue Erkenntnisse auf. Diese Ergebnisse sollen den Ausgangspunkt für weitere interessante Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der AlN-Dünnschichten bilden.

# 3 Strukturelle Eigenschaften von AlN-Dünnschichten

Dieses Kapitel befasst sich mit den strukturellen Eigenschaften von AlN-Dünnschichten. Als Dünnschichten werden geschlossene Filme aufgebracht Materialien von wenigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern Dicke bezeichnet. Im ersten Abschnitt dieses Kapitels wird auf das Sputtern als Herstellungstechnologie dünner Schichten eingegangen. Dabei werden allgemeine Grundlagen, das Reaktivsputtern als spezielle Form des Sputterns und die in dieser Arbeit verwendeten Anlagen vorgestellt.

Im zweiten Abschnitt folgt ein theoretischer Abriss zur Strukturentwicklung von gesputterten Schichten. Dieser enthält neben einer Einführung in die Schichtmorphologie, eine detaillierte Beschreibung der Morphologie gesputterter AlN-Schichten sowie die Vorstellung der wesentlichen Prozessparameter und deren Wirkung auf die AlN-Schichtmorphologie.

Der dritte Abschnitt beurteilt die hergestellten AlN-Schichten unter dem Gesichtspunkt der vorliegenden Kristallstruktur. Dazu werden die verwendeten Strukturanalyseverfahren eingeführt und die einzelnen Ergebnisse der untersuchten AlN-Schichten zueinander in Relation gesetzt. Die dazu untersuchten AlN-Schichten sind auf verschiedenen Substrat- bzw. Schichtmaterialien und auf unstrukturierten bzw. strukturierten Oberflächen abgeschieden worden. Die Möglichkeit AlN-Dünnschichten ohne makroskopische Störstellen über Kanten abzuscheiden, eröffnet die Möglichkeit diese dreidimensionalen AlN-Dünnschichten freizustellen und auf dieser Weise sehr interessante Membranelemente herzustellen. Dies wird zum Abschluss dieses Kapitels dargestellt.

## 3.1 Sputtern als Herstellungstechnologie dünner Schichten

In diesem, ersten Abschnitt folgt nach einer Einführung in die wesentlichen Grundlagen der Dünnschichtherstellung mittels Sputtern die Vorstellung der Spezifika für das AlN-Sputtern. Abschließend wird das Grundsetup der in dieser Arbeit für die AlN-Dünnschichtherstellung verwendeten Anlagen vorgestellt.

### 3.1.1 Grundlagen zum Sputtern

#### **3.1.1.1 Der Mechanismus des Sputterprozesses**

Das Sputtern ist ein Vakuumbeschichtungsverfahren, bei dem durch in einem Plasma ionisierte Teilchen eines Inertgases (z.B. Argon) der Beschuss einer negativ geladenen Elektrode stattfindet. An der zum Plasma gerichteten Oberfläche dieser Elektrode, die aufgrund ihrer negativen Ladung Kathode genannt wird, ist das abzutragende, schichtbildende Material angebracht. Dieses wird durch den Ionenbeschuss zerstäubt. Dabei unterliegt die Kathode einer fortschreitenden Erosion. Aus diesem Grund wird das Sputtern auch als Kathodenzerstäubung bezeichnet. Das abzutragende Material ist in Form eines dünnen Blocks auf der Kathode angebracht. Diese Scheibe wird auch als Target bezeichnet.

Triff ein Ion auf die Targetoberfläche, so findet eine Impulsübertragung auf die Targetatome statt. Durch die Impulsübertragung wird eine Stoßkaskade im Targetmaterial ausgelöst. Übersteigt die Energie des eintreffenden Ions die Bindungsenergie dieser Atome werden einzelne Atome von ihrem Gitterplatz gelöst. Richtet sich nach mehreren Stößen die Stoßkaskade zur Targetoberfläche hin, kann ein solches Atom nahe der Oberfläche herausgelöst werden. Um ein Atom aus dem Target herausschlagen zu können, müssen die eintreffenden Ionen materialspezifisch eine Mindestenergie von 10 - 30 eV aufweisen. [61]

Abbildung 3.1 stellt die Stoßkaskade und weitere mögliche Wechselwirkungen zwischen den Ionen und dem Targetmaterial vereinfacht dar. Bei diesen möglichen Wechselwirkungen handelt es sich um die Reflexion der eintreffenden Ionen ohne Initiierung einer Stoßkaskade, die Implantation von Ionen im Targetmaterial und die Emission von Sekundärelektronen aus dem Targetmaterial hervorgerufen durch den Ionenbeschuss. Diese Sekundärelektronen sorgen zusätzlich dafür, dass nahe der Targetoberfläche eine stabile Plasmaentladung und ein hoher Ionisationsgrad der Prozessatmosphäre vorliegen.

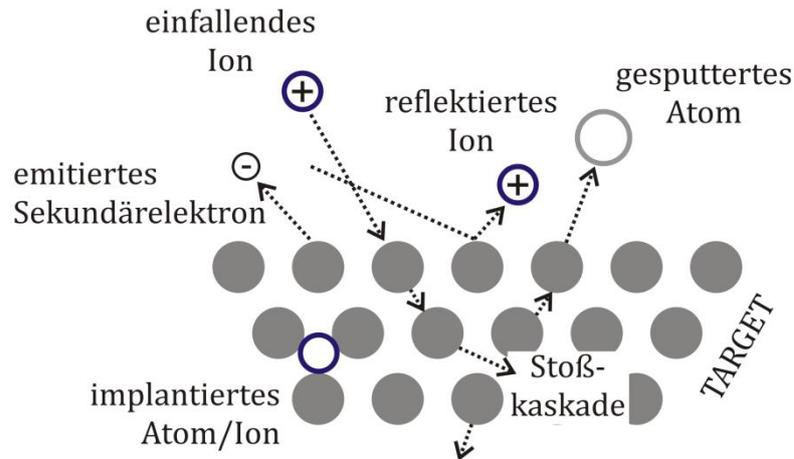


Abbildung 3.1: Wechselwirkungen zwischen einfallenden Ionen und den Atomen des Targetmaterials beim Sputtern

Die herausgeschlagenen, gesputterten Targetatome sind in die Dampfphase überführt und bewegen sich aufgrund des durch die Stoßkaskade übertragenen Impulses durch das Plasma. Ein Teil der gesputterten Atome erreicht das zu beschichtende Substrat. Dabei ist das Substrat meist in einem Abstand von wenigen Zentimetern gegenüber dem Target angeordnet. Der Prozessdruck, welcher bei den meisten Sputterprozessen im Bereich zwischen 0,3 - 5 Pa eingestellt wird, bestimmt die mittlere freie Weglänge der Teilchenbewegung. Da die mittlere freie Weglänge in diesem Druckbereich abhängig von der Gaszusammensetzung zwischen einigen 100 mm und einigen cm liegt, erfahren die gesputterten Teilchen nur vereinzelt Stöße auf dem Weg von Target zum Substrat. Auf der Substratoberfläche kondensieren die auftreffenden Teilchen und bilden die dünne Schicht. Eine detaillierte Darstellung des Schichtbildungsprozesses folgt in Abschnitt 3.2.1.

### 3.1.1.2 Sputterausbeute und Sputterrate

Eine charakteristische Größe für den Sputterprozess ist die Sputterausbeute  $Y$ . Diese ist definiert als die mittlere Zahl gesputterter Targetatome pro auftreffendes Ion. Die Sputterausbeute ist wie in Gleichung 3.1 dargestellt abhängig von der Masse der Ionen  $m_i$  und der Targetatome  $m_t$ . Darüber hinaus haben die Energie  $E_i$  mit der die Ionen auf das Target treffen und die Sublimationsenthalpie des Targetmaterials  $E_0$  Einfluss auf die Sputterausbeute. [61]

$$Y \sim \frac{m_i \cdot m_t}{(m_i + m_t)^2} \cdot \frac{E_i}{E_0} \quad (3.1)$$

Eine Erhöhung der Ionenenergie  $E_i$  zwischen der Schwellenergie von einigen 10 eV bis zu hin einigen 10 keV hat eine Steigerung der Sputterausbeute zur Folge. Auf eine weitere Erhöhung der Ionenenergie folgt keine weitere Steigerung der Sputterausbeute, da dadurch auch die Eindringtiefe der Ionen zunimmt und es vermehrt zur Ionenimplantation ohne Herauslösen eines Targetatoms kommt.

Einen weiteren, wesentlichen Einfluss auf die Sputterausbeute hat der Einfallswinkel  $\Theta$  der Ionen. Er wird bezogen auf die Targetnormale und ist in Gleichung 3.1 nicht explizit angegeben, hat aber einen nicht trivialen Einfluss auf die Sputterausbeute. Bei von kleinen Winkeln  $\Theta$  wachsenden Einfallswinkeln steigt die Sputterausbeute zunächst an. Treffen die Ionen mit einem  $\Theta > 70^\circ$  auf das Target dominiert zunehmend die Ionenreflexion und die Sputterausbeute sinkt damit wieder.

Eine weitere, wichtige Kenngröße des Sputterprozesses ist die Sputterrate (vgl. Gleichung 3.2). Sie beschreibt den Abtrag auf dem Target pro Zeiteinheit. Die Sputterrate ist abhängig von der Sputterausbeute  $Y$ , der Ionenstromdichte  $j_i$  und von molarer Masse  $M$  und Dichte  $\rho$  des Targetmaterials.

$$\dot{x} \sim \frac{M}{\rho} \cdot Y \cdot j_i \quad (3.2)$$

Im Gegensatz dazu gibt die Abscheiderate an, wie viel Schichtdicke in einer bestimmten Zeit auf dem Substrat abgeschieden werden. Dies ist eine in der Praxis relevante Größe, um über die Beschichtungszeit die Dicke der prozessierten Schicht vorzugeben. Die Abscheiderate wird messtechnisch an einer hergestellten Schicht bestimmt.

### 3.1.1.3 Sputtern mit Magnetronquellen

Um bei der Sputterbeschichtung eine möglichst hohe Sputterrate zu erhalten, werden in modernen Sputteranlagen Magnetronquellen eingesetzt. In den Magnetronquellen sind Permanentmagnete unmittelbar hinter dem Target integriert. Das Magnetfeld durchdringt das Targetmaterial und tritt in Wechselwirkung mit den geladenen Plasmateilchen. Aufgrund der Lorentzkraft erfahren die Elektronen und Ionen im Magnetfeld eine Ablenkung. Dies bewirkt eine längere Aufenthaltsdauer der Elektroden im Raum vor dem Target und damit eine erhöhte Stoßwahrscheinlichkeit mit Gasteilchen. Dadurch kommt es zu einem höheren Ionisationsgrad vor dem Target. Durch die erhöhte Anzahl der Ionen steigen die Ionenstromdichte und damit die Sputterrate. Die Ablenkung der Ionen auf ihrem Weg zur Targetoberfläche erhöht außerdem die Wahrscheinlichkeit, dass diese nicht senkrecht auf das Target treffen. Daher kann wie beim Einfluss des Einfallswinkel  $\Theta$  beschrieben, ebenfalls eine erhöhte Sputterausbeute erzielt werden.

Erst der Einsatz von Magnetronquellen hat es ermöglicht, dass Sputtern heute zur Herstellung von dünnen Schichten wirtschaftlich, großtechnisch eingesetzt werden kann.

### 3.1.2 Sputtern von AlN-Dünnschichten - Das Reaktivsputtern

Mit dem Sputterprozess mit dem Inertgas Argon können Schichten hergestellt werden, die ausschließlich aus dem Targetmaterial bestehen. Darüber hinaus existiert die Möglichkeit durch Zugabe eines Reaktivgases wie Stickstoff oder Sauerstoff aus metallischen Targets auch Nitride oder Oxide zu erzeugen. Die für diese Arbeit genutzten AlN-Schichten werden durch Reaktivsputtern eines Aluminiumtargetts in einer Argon-Stickstoff-Atmosphäre hergestellt. Ein Teil des Stickstoffs wird dabei ebenfalls ionisiert und trägt zur Targetzerstäubung bei. Der Stickstoff verhält sich im Gegensatz zum Argon nicht mehr inert und geht mit den Aluminiumatomen chemische Bindungen ein. Auf dem Substrat entsteht also eine AlN-Schicht.

Es gibt drei mögliche Zonen an denen die chemische Reaktion zwischen Stickstoff und Aluminium stattfindet. Zum einen entsteht die AlN-Verbindung bereits auf der Targetoberfläche und wird von dort aus abgesputtert. Zum anderen findet die chemische Bindung zwischen Aluminium und Stickstoff in der Gasphase auf dem Weg der gesputterten Al-Atome zum Substrat oder erst auf dem Substrat selbst statt. Alle drei Varianten liegen beim Reaktivsputterprozess vor. Durch die Wahl der Prozessparameter können die Gleichgewichte aber verschoben werden. Da beim Reaktivsputtern von Aluminium eine dielektrische AlN-Schicht auf dem Target entstehen kann, kann nicht mehr mit einer einfachen Gleichstrom-Anregung des Plasmas gearbeitet werden. Es existieren zwei unterschiedliche Anlagensetups, bei denen eine Belegung des Al-Targets mit einer dünnen AlN-Schicht toleriert werden kann. Diese Setups werden im nächsten Abschnitt vorgestellt.

### 3.1.3 Anlagenkonfigurationen zum Sputtern von AlN-Schichten

Den einfachsten Aufbau einer Sputteranlage stellt der Parallelplattenreaktor dar. Dieser wird auch als Diodenanordnung bezeichnet. Dabei stehen sich die beiden Elektroden Kathode (Target) und Anode (Substrat) unmittelbar gegenüber. Bei der Herstellung von metallischen Schichten wird mit einer einfachen Gleichstrom-Anregung (direct current - DC) gesputtert. Da es wie oben beschrieben beim AlN-Sputtern zur Bildung einer dielektrischen Schicht auf dem metallischen Aluminiumtarget kommen kann, eignet sich das DC-Sputtern schlecht für die Herstellung von AlN-Dünnschichten. Das Target lädt sich im Falle einer sich bildenden dielektrischen Schicht durch den Ionenbeschuss auf, diese Ladungen können nicht mehr abfließen und die Sputterausbeute sinkt. Diese Aufladung kann sich impulsartig über Lichtbögen entladen und wirkt sich dabei negativ auf die Stabilität der Plasmaentladung und damit auf den gesamten Beschichtungsprozess aus.

Um eine stabile Prozessführung zu gewährleisten, wird eine Hochfrequenzanregung (HF) genutzt oder die DC-Anregung gepulst betrieben

Beim HF-Sputtern wird eine Hochfrequenzleistung mit einer Frequenz von  $f = 13,56$  MHz eingekoppelt. Durch das Wechseln der Polarität kann eine Aufladung des Targets vermieden werden. Um beim ständigen Wechseln der Polaritäten eine stabile negative Aufladung des Targets und somit einen permanenten Beschuss mit Ionen zu erreichen, wird zwischen dem HF-Generator und der Targetelektrode ein Blockkondensator integriert. Aufgrund der höheren Beweglichkeit der Elektronen im Plasma resultiert eine negative Aufladung des Targets. Da innerhalb einer Halbwelle der Anregung die Elektronen das Target erreichen können und die positiv geladenen Ionen nicht. Der Kondensator verhindert das Abfließen des durch die Elektronen generierten negativen Potentials und stellt somit das stabile negative Potential der Targetelektrode sicher.

Der Einsatz einer Hochfrequenzanregung beim Sputtern bedingt einen erhöhten technischen Aufwand. Spannungsführende Teile müssen geschirmt werden und in die Anlage muss neben dem Blockkondensator ein Abstimmnetzwerk integriert werden, um die Generatorleistung optimal ins Plasma einzukoppeln. Außerdem muss ein entsprechender Hochfrequenzgenerator eingesetzt werden. Eine Alternative zur HF-Anregung stellt das gepulste DC-Sputtern dar, mit dem ebenfalls AlN-Schichten reaktiv gesputtert werden können.

Das gepulste DC-Sputtern ermöglicht mit geringerem, technischem Aufwand ein mit dem HF-Sputtern vergleichbares Ergebnis der Schichtherstellung. Das Aufladen des Targets durch die Bildung einer dielektrischen Schicht wird durch ein Ausschalten oder das Einkoppeln der Leistung mit umgekehrter Polarität verhindert. Es gibt also zwei grundsätzlich unterschiedliche Arten der gepulsten DC-Anregung. Einerseits kann unipolar gepulst werden, wobei die Spannung immer die gleiche Polarität besitzt. Andererseits kann der bipolare Pulsmodus verwendet werden, indem gezielt eine umgekehrt polarisierte Spannung zum Löschen der Targetaufladung eingesetzt wird.

Eine schematische Gegenüberstellung der Sputtergeometrie ist in Abbildung 3.2 zu sehen. Im Rahmen dieser Arbeit werden sowohl ein HF- als auch ein gepulstes DC-Sputtersystem zur Herstellung der AlN-Dünnschichten eingesetzt. Tabelle 3.1 stellt ausgewählte Anlagenspezifika beider Varianten gegenüber. In Tabelle 3.1 ist das Substartpotential als floatend angegeben. Dies bedeutet, dass sich das Potential am Substrat in Abhängigkeit der gewählten Prozessparameter einstellt. Es kann nicht von außen vorgegeben werden. In Abbildung 3.2 ist bei der gepulsten DC-Anregung das Substrat auf Massepotential, weil diese Darstellung einen allgemeinen Charakter hat und nicht auf das konkrete Anlagensetup bezogen ist.

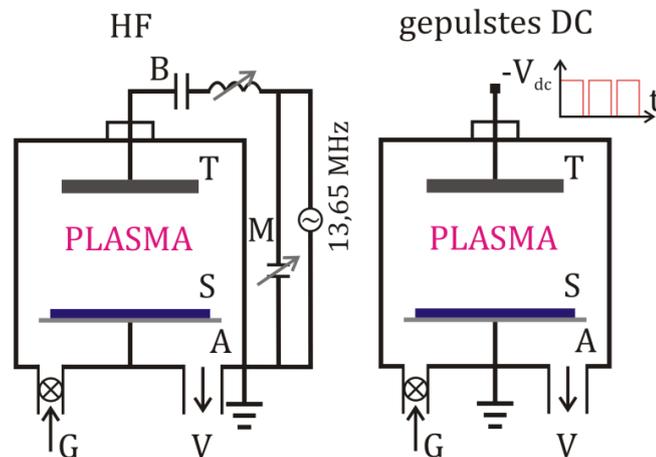


Abbildung 3.2: Gegenüberstellung der technischen Konfiguration von HF- und gepulstem DC-Sputtern; bei beiden Systemen vorhanden: A-Anode, S-Substrat, G-Gaseinlass, V-Vakuumsystem, T-Target; beim HF-Sputtern kommen hinzu: B-Blockkondensator und M-Abstimmnetzwerk

Tabelle 3.1: Gegenüberstellung der Spezifika der für diese Arbeit verwendeten Sputteranlagen zur Herstellung von AlN-Dünnschichten

	HF Sputtern	Gepulstes DC Sputtern
<b>Anlagenbezeichnung</b>	Nordiko 2000	Ardenne CS 400
<b>Probenschleuse</b>	nein	ja
<b>Sputterkonfiguration</b>	Sputter-UP	Sputter-DOWN
<b>Targetdurchmesser</b>	8"	100 mm
<b>Target-Substrat-Anordnung</b>	Parallelplatten Reaktor	Verkipfung zwischen Target und Substrat
<b>Substratpotential</b>	Floatend	Floatend

## 3.2 Theorie der Strukturentwicklung gesputterter Schichten

Die Struktur dünner Schichten, die auch als Morphologie bezeichnet wird, reicht von amorpher bis hin zu einkristalliner Natur. Eine Schicht besitzt eine amorphe Struktur, wenn die schichtbildenden Atome keine geordnete Struktur besitzen, also ein unregelmäßiges Muster bilden. Bei kristallinen Schichten hingegen existiert eine regelmäßige Struktur. Damit verbunden ist eine Fernordnung der Atome. Beeinflussbar ist die Schichtmorphologie über die im Beschichtungsprozess bereitgestellte Energie. Schichtherstellung bei hohen Temperaturen oder mit Teilchen hoher Energie tendiert zur Bildung einer kristallinen Struktur. Soll die Morphologie einer Schicht nach dem Herstellungsprozess von einer amorphen zu einer kristallinen Struktur überführt werden, ist dies in bestimmten Fällen durch eine thermische Nachbehandlung der Schicht möglich.

In den folgenden Ausführungen werden neben dem allgemeinen Mechanismus der Schichtbildung und der sich einstellenden kristallinen Struktur (Morphologie) bei gesputterten Schichten die Spezifika der Morphologie gesputterter AlN-Schichten vorgestellt. Abschließend wird die Beeinflussbarkeit der kristallinen Struktur von gesputterten AlN-Schichten durch die Sputterparameter diskutiert.

### 3.2.1 Bildung und Morphologie gesputterter Schichten

Der Entstehungsprozess von dünnen, gesputterten Schichten auf einem Substrat lässt sich in unterschiedliche Stadien unterteilen. Den Beginn der Schichtbildung stellt die Kondensation der gesputterten Partikel auf der Substratoberfläche dar, die auch als Adsorption bezeichnet wird. Treffen die Teilchen mit zu hoher Energie auf das Target, oder sind nach der Adsorption zu mobil, kann es zu einer Resorption kommen. Der größte Anteil der Teilchen bleibt aber auf dem Substrat und bewegt sich an dessen Oberfläche in Abhängigkeit der Oberflächenmobilität mehr oder weniger stark an eine energetisch günstige Position. Diese Bewegung wird als Oberflächendiffusion bezeichnet.

Durch die Diffusion der Teilchen kommt es bei der Verbindung mehrerer Teilchen zur Bildung von Clustern, dieser Vorgang wird mit dem Begriff Nukleation beschrieben. Die Cluster sind ebenfalls noch auf der Oberfläche beweglich, schließen sich zusammen und bilden dabei Inseln. In Abhängigkeit der Höhe der Oberflächenmobilität wachsen mehrere kleine Inseln zu größeren Inseln zusammen. Wenn sich alle Inseln auf dem Substrat mit ihren Rändern berühren gilt die Schicht als geschlossen. Dies ist bei Schichtdicken zwischen 10 und 20 nm der Fall. [62]

In dieser Anfangsphase der Schichtbildung findet sowohl zweidimensionales (in der Substratebene), als auch dreidimensionales (aus der Substratebene heraus) Wachstum statt. Wie stark die Schicht auf dem Substrat aufwächst, bis sie geschlossen ist, hängt von der Oberflächenmobilität der schichtbildenden Teilchen ab. Ist die Schicht geschlossen findet das Schichtwachstum nur noch in die dritte Dimension statt. Dabei entstehen die Körner einer polykristallinen Schicht, deren Größe sich anfangs an der Größe der einzelnen Inseln orientiert. Über das zunehmende Schichtwachstum kann die Korngröße durch Vereinigung einzelner Körner zunehmen.

Die Morphologie der in dieser Abfolge entstandenen Schichten kann sich stark unterscheiden. Sie ist dabei in entscheidendem Maße von den Prozessparametern abhängig, die die Energie der eintreffenden Teilchen und deren Mobilität auf der Oberfläche bestimmen und beeinflussen.

Für die Schichtherstellung mittels Sputtern existieren unterschiedliche Modelle zur Beschreibung des Parametereinflusses auf die Schichtmorphologie. Das bekannteste Modell stammt von J.A. Thornton aus dem Jahr 1986. [63] Thornton konzentriert sich bei seinem Modell auf die Substrattemperatur  $T_s$ , die er auf die jeweilige materialtypische Schmelztemperatur  $T_m$  normiert. Darüber hinaus stellt er den Einfluss des einstellbaren Argondruckes, welcher den Prozessdruck repräsentiert, auf die Schichtmorphologie heraus. In Abhängigkeit dieser Parameter lässt sich die Schichtmorphologie in vier Zonen unterteilen. Das Morphologie-Zonen-Diagramm nach Thornton ist in Abbildung 3.3 dargestellt.

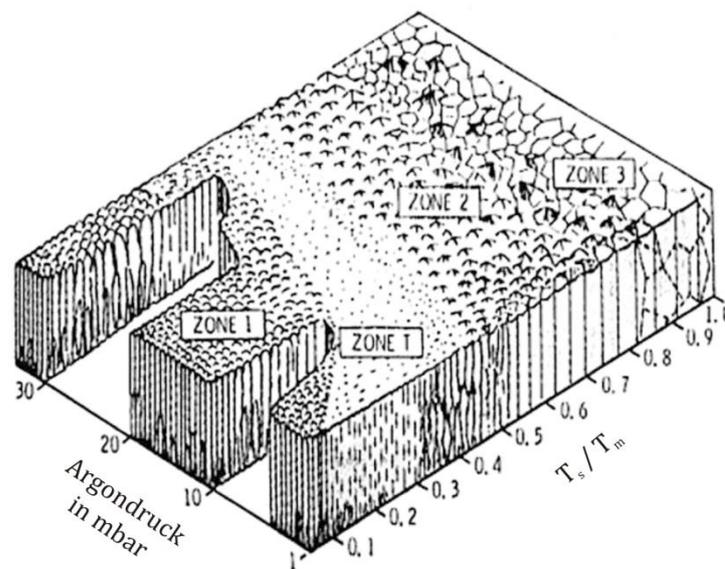


Abbildung 3.3: Morphologie-Zonen-Diagramm nach Thornton [63]

Die unterschiedlichen Zonen lassen sich dabei wie folgt beschreiben. Zone 1 ist gekennzeichnet durch eine säulenförmige Struktur der Schicht, die sich aufgrund der niedrigen Substrattemperatur und der damit verbundenen geringen Mobilität der Adatome ausbildet. Die Säulen sind dabei nicht sehr dicht gepackt. Die Zwischenräume können aufgrund des schwachen Diffusionsvermögens der Teilchen nicht weiter aufgefüllt werden. Es entsteht also eine poröse Schichtstruktur, die darüber hinaus leicht zugverspannt ist. [62] Durch Diffusion von Gasen kann es im Anschluss an die Beschichtung zu modifizierten chemischen Bindungen an den Korngrenzen kommen, die diese leichte Zugspannung der Schicht in eine Druckspannung umwandeln. [64]

Einfluss auf die Ausprägung der Zone 1 kann über den Prozessgasdruck genommen werden. Bei konstanten Werten im Temperaturverhältnis  $T_s/T_m$  führt eine Druckreduzierung zu einer zunehmend dichteren Struktur der aufwachsenden Schicht. Die Druckreduzierung sorgt durch Erhöhung der mittleren freien Weglänge für weniger Wechselwirkungen von Teilchen untereinander und damit für eine höhere Energie der Teilchen beim Auftreffen auf das Substrat. Die höhere Energie hat eine erhöhte Oberflächenmobilität zur Folge in deren Konsequenz die Porosität der Schicht sinkt. Zudem führt der intensivere Teilchenbeschuss der Schichtoberfläche zu einer Planarisierung dieser. Diese beschriebene Morphologie wird der Zone T zugeordnet. Um bei höherem Prozessgasdruck und damit geringerer Intensität des Teilchenbeschusses bzw. geringerer Teilchenmobilität auf der Substratoberfläche die Schichtmorphologie der Zone T zu erzielen, muss die Temperatur sehr viel stärker angehoben werden. Wie sich im Kapitel 4 zeigen wird beeinflusst der Teilchenbeschuss der wachsenden Schicht außerdem die intrinsische Verspannung der Schicht.

Eine weitere Temperaturerhöhung hat ein verbessertes Diffusionsvermögen der Adatome zur Folge. Damit wird die Entstehung von dicht gepackten, kristallinen Säulen begünstigt. Dieser Bereich wird als Zone 2 bezeichnet. Es kann neben einer Vergrößerung der Säulendurchmesser und einer Reduzierung der Defekte eine leicht zunehmende Oberflächenrauigkeit beobachtet werden.

In der Zone 3 ist dann das maximale Diffusionsvermögen erreicht und die Adatome lagern sich in ihrer energetisch optimalen Konfiguration an. Es entsteht eine polykristalline Schicht, die nicht mehr aus säulenförmigen Körnern besteht. Defekte und Fehlstellen sind in dieser Morphologiezone minimal. [63]

### 3.2.2 Die Morphologie von gesputterten AlN-Dünnschichten

Bei den Morphologiebetrachtungen der gesputterten AlN-Dünnschichten wird vorausgesetzt, dass die AlN-Schichten in ihrer  $\alpha$ -Phase, der hexagonalen Wurtzitstruktur kristallisieren. [65] Dieser hexagonalen Kristallstruktur lässt sich in die Raumgruppe  $C_{6V}$  oder  $6mm$  einordnen. Referenziert wird die Raumgruppe in dieser Arbeit noch einmal in Kapitel 4 bei den Ausführungen zur Anisotropie des Elastizitätsmoduls und in Kapitel 6 im Rahmen der Einführung der piezoelektrischen Tensoren.

Ziel der Schichtherstellung ist es die in der hexagonalen Wurtzitstruktur kristallisierten, polykristallinen AlN-Schichten mit einer Vorzugsorientierung abzuscheiden. Dazu sollen alle Kristallite der AlN-Schicht mit ihrer c-Achse senkrecht zum Substrat ausgerichtet sein. Dies ist für die Erzielung und Nutzung der piezoelektrischen Schichteigenschaften essentiell. In Abbildung 3.4 kann nachvollzogen werden wie die einzelnen Achsen des hexagonalen Kristallsystems angeordnet sind. Dazu ist eine hexagonale Grundzelle der Wurtzitstruktur abgebildet. In der zu erkennenden sechseckigen Grundfläche sind die drei a-Achsen eingezeichnet. Die c-Achse steht senkrecht auf dieser Grundfläche.

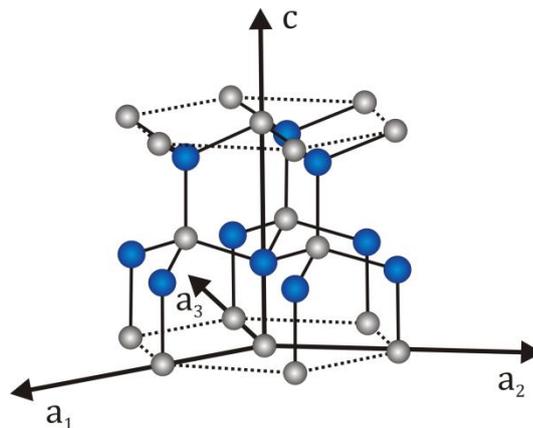


Abbildung 3.4: Darstellung der für AlN typischen, hexagonalen Wurtzitstruktur mit skizzierter hexagonaler Grundfläche und den Achsen des Kristallsystems (grau - Aluminiumatome und blau - Stickstoffatome)

Anhand der in Abbildung 3.4 eingezeichneten Achsen lassen sich die Millerschen Indizes zur Nomenklatur von Ebenen und Richtungen im Kristall ableiten. Aus dem kubischen Kristallsystem ist der dreigliedrige Millersche Index  $(h, k, l)$  gebräuchlich. Für das hexagonale Kristallsystem kann entweder die viergliedrige Variante  $(h, k, i, l)$  oder die ebenfalls auf drei Glieder reduzierte Variante  $(h, k, l)$  verwendet werden. Wobei der Index  $i$  aufgrund der Symmetrie im hexagonalen Kristallsystem weggelassen wird und sich aus den beiden Indizes  $h$  und  $k$  berechnen lässt.

Die so gekennzeichneten, relevanten Kristallebenen der hexagonalen AlN-Wurtzitstruktur sind in Abbildung 3.5 skizziert und benannt. Die unterschiedlich indizierten Kristallebenen werden bei der Analyse der AlN-Schichtstruktur im weiteren Verlauf des Kapitels benötigt.

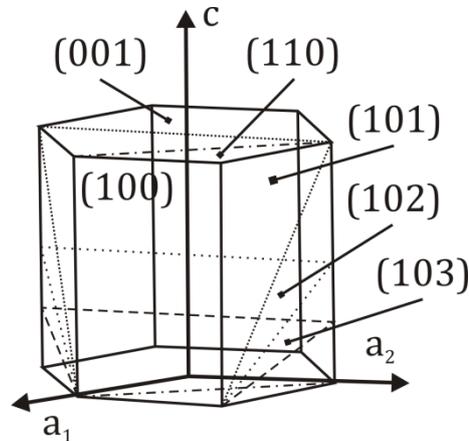


Abbildung 3.5: Nomenklatur und Lage relevanter Kristallebenen in der hexagonalen Wurtzitzelle, die die Basis der AlN-Kristallstruktur darstellt

Der Grund für die gewünschte, gleiche Ausrichtung der einzelnen Kristallite soll an dieser Stelle noch einmal kurz diskutiert werden. In der hexagonalen Wurtzitstruktur ist die  $c$ -Achse die polare Achse, was im Hinblick auf die angestrebte piezoelektrische Funktionalität der AlN-Schichten ein wichtiger Punkt ist. Um makroskopisch einen piezoelektrischen Effekt nachweisen zu können und nutzbar zu machen, müssen in der zu erwartenden polykristallinen AlN-Schicht alle Kristallite gleich ausgerichtet sein. Am einfachsten lässt sich der Sputterprozess von AlN-Dünnschichten dahin optimieren, dass die  $c$ -Achsen der einzelnen Kristallite alle senkrecht auf dem Substrat stehen. [66]

Bei einer solchen gleichförmigen Ausrichtung der Kristallite kann von einer Textur gesprochen werden. Für die nachfolgenden Ausführungen wird daher der Begriff  $c$ -Achsentextur der AlN-Schichten eingeführt, der die oben beschriebene gleiche Ausrichtung der  $c$ -Achse für jeden AlN-Kristallit beschreibt.

Im nun folgenden Abschnitt werden die Möglichkeiten zur Beeinflussung von Kristallstruktur bzw. Morphologie gesputterter AlN-Schichten durch eine zielgerichtete Wahl der Prozessparameter vorgestellt. Diese Informationen stammen aus zwei grundlegenden Quellen, auf die an der jeweiligen Stelle verwiesen wird.

### 3.2.3 Beeinflussbarkeit der Morphologie von gesputterten AlN-Schichten

Das Modell von Thornton beschreibt die Morphologie für mit Argon gesputterte Schichten. Beim Prozess des Reaktivsputterns kommt mit der Sputtergaszusammensetzung ein weiterer Aspekt zur Beeinflussung der Morphologie hinzu. Darüber hinaus trifft Thornton mit seinem Morphologie-Zonen-Diagramm keine Aussage zum Effekt der Sputterleistung auf die Schichtstruktur. Diese Aspekte werden in diesem Abschnitt für die Beschreibung der Morphologie vom AlN-Schichtmaterial erläutert.

#### 3.2.3.1 *Allgemeiner Einfluss von Sputterleistung und Sputtergaszusammensetzung*

Die Beweglichkeit der auf dem Substrat ankommenden, schichtbildenden Teilchen und damit die Fähigkeit zur Oberflächendiffusion sind von der Substrattemperatur abhängig. Diese ergibt sich aus der über eine Substratheizung eingekoppelte Energie und aus der durch den ankommenden Teilchenstrom auf das Substrat übertragenen Energie.

Die Teilchenenergie wird bestimmt durch die Sputterleistung, die direkt an das elektrische Feld und damit die Beschleunigung der geladenen Teilchen im Plasma gekoppelt ist. Allgemein gilt durch höhere Sputterleistung lassen sich höhere Teilchenenergien generieren, die dann entsprechend mehr Energie auf dem Substrat in die wachsende Dünnschicht übertragen können. Darüber hinaus hat eine erhöhte Sputterleistung auch einen höheren Ionisationsgrad des Plasmas zur Folge. Also erhöht sich die Anzahl der sputternden und gesputterten Teilchen. Somit kann über eine steigende Sputterleistung und die damit verbundene steigende Energie bzw. steigende Anzahl der auf dem Substrat eintreffenden Teilchen eine zusätzliche Substrataufheizung erzielt werden.

Beim Sputtern in einer reaktiven Atmosphäre hat die Gaszusammensetzung bei konstant gehaltenem Prozessdruck ebenfalls Einfluss auf die Eigenschaften der wachsenden Schicht. Durch den Einsatz von zwei Gasen mit unterschiedlichen statistischen Atom- bzw. Moleküldurchmessern kommt es auch bei konstantem Prozessgasdruck zu einer Variation der mittleren freien Weglänge. Am Beispiel des Reaktivsputterns mit Argon und Stickstoff reicht die mittlere freie Weglänge bei einem Prozessdruck von 0,5 Pa von 11,8 mm in reiner Argonatmosphäre bis zu 21,3 mm in reiner Stickstoffatmosphäre. [67] Dieser Vergleich zeigt deutlich, dass bei höheren Stickstoffanteilen in der reaktiven Sputteratmosphäre die Stoßwahrscheinlichkeit und damit der Energieverlust von Teilchen auf dem Weg zur wachsenden Schicht abnehmen. Außerdem dominieren beim Reaktivsputtern am Target neutralisierte und reflektierte Stickstoffatome das Partikelbombardement der wachsenden Schicht gegenüber den Argonatomen. [68] Dies führt bei einem höheren Stickstoffanteil in der reaktiven Sputteratmosphäre zu einem intensiveren Beschuss der wachsenden Schicht und damit einem zusätzlichen Energieeintrag.

### 3.2.3.2 Einfluss von Prozessdruck und Sputterleistung auf die AlN-Struktur

Basierend auf dem systematischen Überblick zur Morphologie gesputterter AlN-Schichten auf Siliciumsubstraten von Brien aus dem Jahr 2007 [69] wird im Folgenden und in Abbildung 3.6 der Parametereinfluss von Prozessdruck und Sputterleistung herausgestellt.

Das dargestellte Strukturzonenmodell für AlN ist in vier Zonen eingeteilt. Zone 4 repräsentiert die amorphe AlN-Schicht. In Zone 3 existieren in einer amorphen Matrix nanokristalline AlN-Bereiche. Ab Zone 2 kann von einer polykristallinen Schicht gesprochen werden. Wobei die als Ziel definierte polykristalline Textur der Kristallite der AlN-Schicht erst in Zone 1 erreicht wird.

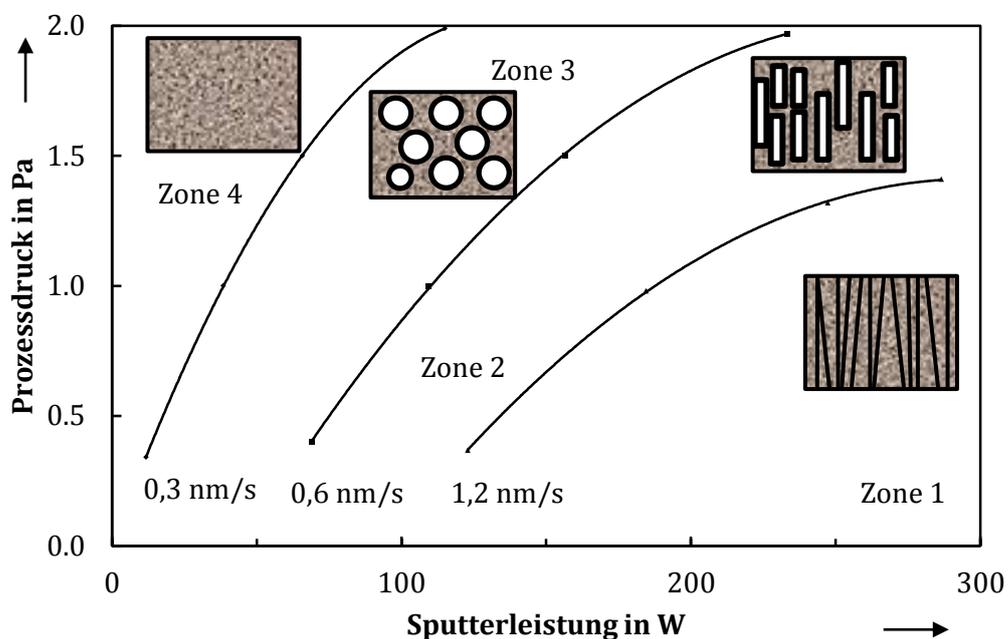


Abbildung 3.6: Morphologie gesputterter AlN-Schichten in Abhängigkeit von Prozessdruck und Sputterleistung mit eingezeichneten Linien konstanter Abscheidungsraten nach Brien [69]

Aus dem Diagramm in Abbildung 3.6 wird ersichtlich, dass die gewünschte Struktur für die AlN-Dünnschichten in Zone 1 bei hohen Sputterleistungen und geringen Prozessgasdrücken erreicht wird. Eine Reduzierung der Sputterleistung kann durch eine gleichzeitige Reduktion des Prozessdruckes kompensiert werden. Die Schichten weisen dann immer noch die gewünschte polykristalline Textur auf.

Im Bereich der Zone 1 wird den schichtbildenden Teilchen und damit der wachsenden Schicht über die Prozessparameter die höchste Energie zugeführt. Dies wirkt sich positiv auf deren Anordnung in der energetisch günstigsten Konfiguration aus. Konkret ist dies die hexagonale Wurtzitstruktur mit senkrecht zur Substratoberfläche stehender c-Achse.

### 3.2.3.3 Einfluss von Sputterleistung und Substrattemperatur auf die AlN-Struktur

Einen weiteren Aspekt zur Beeinflussung der Morphologie von AlN-Schichten auf Siliciumsubstraten durch die Sputterparameter hat Leung untersucht. [70] Dabei geht er auf den gekoppelten Einfluss von Sputterleistung und Substrattemperatur ein. Das zentrale aus seiner Arbeit abgeleitete Diagramm ist in Abbildung 3.7 dargestellt. Darin erfolgt wieder eine Unterteilung in verschiedene Strukturzonen.

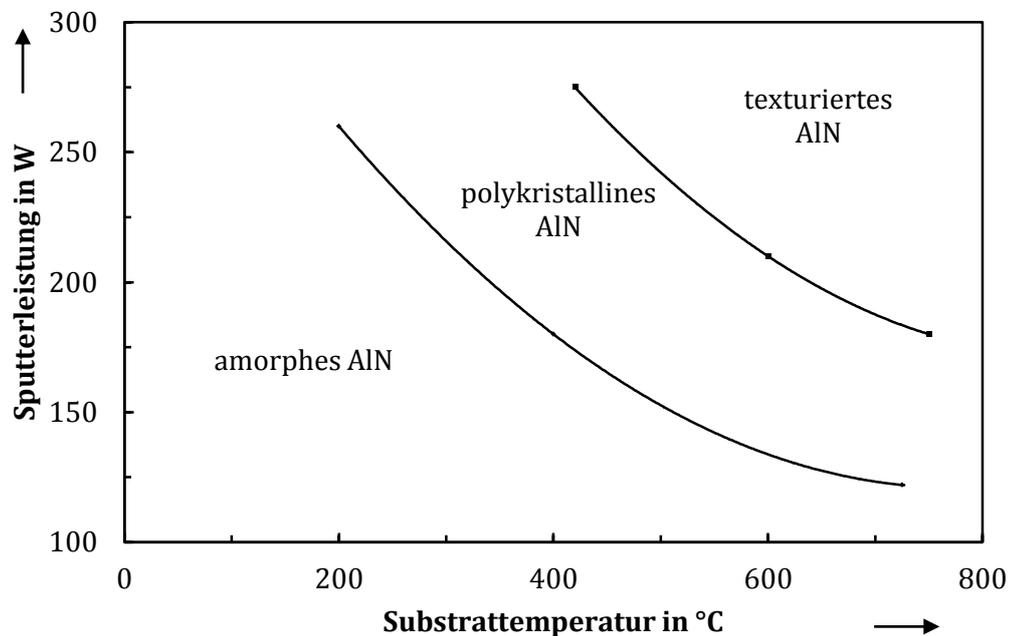


Abbildung 3.7: Morphologie gesputterter AlN-Schichten in Abhängigkeit von Sputterleistung und Substrattemperatur nach Leung [70]

Die Struktur der AlN-Schichten reicht auch bei Leung von amorph über polykristallines AlN bis hin zu AlN-Schichten mit c-Achsentextur. Einfluss auf die entstehende Morphologie der gesputterten AlN-Schichten hat die Kombination aus Sputterleistung und Substrattemperatur. Es wird ersichtlich, dass hohe Werte für Sputterleistung und Substrattemperatur zu der gewünschten c-Achsentextur der AlN-Schichten führen. Dabei kann auch hier eine Reduzierung eines Parameters durch die Erhöhung des jeweils anderen Parameters teilweise kompensiert werden.

Nach Betrachtung dieser beiden Morphologiediagramme für gesputterte AlN-Schichten auf Siliciumsubstraten kann der interessante Bereich des Sputterparameterfelds festgehalten werden, der es ermöglicht eine polykristalline c-Achsentextur zu erzielen. Der Schlüssel zur Erzielung der gewünschten Morphologie ist die Bereitstellung der nötigen Energie für die schichtbildenden Teilchen, damit diese sich in ihrer energetisch bevorzugten Konfiguration anordnen können.

Die Energiebereitstellung kann wie beschrieben über alle Sputterparameter (Sputterleistung, Prozessdruck, Substrattemperatur und Sputtergaszusammensetzung) erfolgen. Über Sputterleistung und Substrattemperatur kann direkt Energie an die schichtbildenden Teilchen übertragen werden. Demgegenüber kann mit dem Prozessdruck und der Sputtergaszusammensetzung indirekt über die mittleren freien Weglänge und damit die Wechselwirkung der Teilchen im Rezipienten Einfluss auf deren Energie genommen werden.

Für die Prozessentwicklung von AlN-Schichten mit c-Achsentextur in den beiden für diese Arbeit zur Verfügung stehenden Sputteranlagen lässt sich das in Tabelle 3.2 zusammengefasste Parameterfeld aufstellen.

Tabelle 3.2: Zusammenfassung des Parameterfeldes für die Prozessentwicklung der gesputterten AlN-Schichten mit c-Achsentextur

<b>Parameter</b>	<b>HF Sputtern - Nordiko 2000</b>	<b>Gepulstes DC Sputtern - Ardenne CS 400</b>
<b>Leistung</b>	500...1500 W	300...800 W
<b>Prozessdruck</b>	0,4...2 Pa	0,3...2 Pa
<b>Substrattemperatur</b>	100...350°C	20...400°C
<b>Sputtergas-zusammensetzung</b>	24/6 sccm bis	15/15 sccm bis
<b>Ar/N<sub>2</sub></b>	0/30 sccm	0/30 sccm

### 3.3 Herstellung von texturierten AlN-Schichten bei verschiedenen Startbedingungen

Ziel der AlN-Schichtabscheidung ist es diese mit einer bestimmten Struktur, der c-Achsentextur, herzustellen. Daher stellt die Strukturanalyse einen elementaren Bestandteil der Prozessentwicklung dar. Der Sputterprozess kann, wie im vorangegangenen Abschnitt gezeigt, anhand seiner Prozessparameter so eingestellt werden, dass die erzeugten AlN-Schichten die geforderte polykristalline c-Achsentextur aufweisen. Die Ergebnisse der Strukturanalyse der im Rahmen dieser Arbeit hergestellten AlN-Schichten werden im folgenden Abschnitt vorgestellt und diskutiert. Diesen Ergebnissen vorangestellt ist eine kurze Einführung in die Röntgenbeugung, dem Standardverfahren zur Strukturanalyse dünner Schichten. Zusätzlich wird die Vorgehensweise bei der Beurteilung der Schichtqualität vorgestellt.

#### 3.3.1 Analyseverfahren für die Schichtstruktur

Für die Analyse der kristallinen Struktur von Dünnschichten stellt die Röntgenstrukturanalyse eine etablierte Technik dar. Als wichtige, ergänzende Methode zur Strukturanalyse kann speziell für die c-achsentexturierten AlN-Schichten die hochaufgelöste Aufnahme der Schichtstruktur mit einem Elektronenmikroskop eingesetzt werden. Dieses Verfahren ergibt schnell und ohne aufwendige Probenpräparation einen qualitativen Eindruck von der Morphologie der Schichtoberfläche bzw. -bruchkante. Anhand der REM-Aufnahmen und basierend auf den dokumentierten Erkenntnissen aus der Literatur [71-76] kann die c-Achsentextur identifiziert werden. Mit entsprechender Erfahrung kann somit der Einsatz der Röntgenstrukturanalyse minimiert werden und diese nur noch bei nicht eindeutig klassifizierbaren REM-Aufnahmen der Schichtmorphologie oder zur Bestätigung dieser eingesetzt werden. In den folgenden Abschnitten werden die Röntgenstrukturanalyse und die Technik der hochaufgelösten REM-Aufnahmen vorgestellt. Diesen beiden Techniken werden in dieser Arbeit in Kombination eingesetzt um die Analyse der hergestellten AlN-Schichten durchzuführen.

##### 3.3.1.1 Röntgenstrukturanalyse

Die Röntgenstrukturanalyse auch als Röntgenbeugung (engl. X-Ray diffraction - XRD) bezeichnet, nutzt die Beugung der Röntgenstrahlen an der periodisch wiederkehrenden Gitterstruktur von Kristallen aus. Der Fakt, dass die Wellenlänge der Röntgenstrahlen in der Größenordnung der interatomaren Abstände in Kristallgittern liegt, eröffnet die Möglichkeit die entstehenden Interferenzphänomene zur Materialcharakterisierung zu nutzen.

Für die Analyse wird der Röntgenstrahl auf die zu untersuchende Probe gerichtet und der reflektierte Anteil der Röntgenstrahlung mit Hilfe eines Detektors aufgenommen. Entsprechend der zur Beugung beitragenden Gitteratome bzw. Netzebenen des Kristalls entsteht bei Erfüllung der Bragg-Bedingung (vergleiche Formel 3.3) konstruktive Interferenz. Im gemessenen Beugungsspektrum erscheint also ein Peak.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (3.3)$$

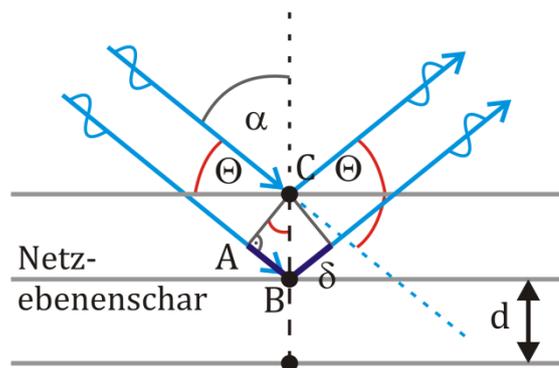


Abbildung 3.8: Erfüllung der Bragg-Bedingung skizzenhaft dargestellt

Um die Bragg-Bedingung zu veranschaulichen stellt Abbildung 3.8 die Bedingungen zu deren Erfüllung grafisch dar. Voraussetzung für konstruktive Interferenz ist demnach, dass der doppelte Gangunterschied  $\delta$  zwischen den beiden eintreffenden Linien, welche Wellenzüge der monochromatischen Röntgenstrahlung repräsentieren, ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge  $\lambda$  ist. Wie aus dem rechtwinkligen Dreieck ABC ersichtlich wird, kann der Gangunterschied  $\delta$  auch durch  $d \cdot \sin\theta$  ausgedrückt werden. Wobei der Winkel  $\theta$  den Winkel zwischen eintreffendem bzw. reflektiertem Röntgenstrahl und der Netzebene des Kristallgitters darstellt. Der Netzebenenabstand wird über  $d$  ausgedrückt. Diese beiden Zusammenhänge kombiniert führen zur eingeführten Gleichung 3.3, die auch als Bragg-Gleichung bezeichnet wird.

Das Spektrum der technisch genutzten Röntgenstrahlung besteht aus zwei Bereichen. Auf der einen Seite steht das materialunabhängige, kontinuierliche Spektrum der Bremsstrahlung. Andererseits existiert ein für das verwendete Anodenmaterial spezifisches Linienspektrum mit unterschiedlichen Komponenten. Zur Strukturanalyse mittels Röntgenbeugung ist das Linienspektrum aufgrund seiner definierten Wellenlängen relevant.

Die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen werden an einem D5000 Theta-Theta-Diffraktometer der Firma Siemens durchgeführt. In diesem Analysetool erzeugt eine Röntgenröhre mit Kupferanode die Strahlung. Die Wellenlänge dieser zur Messung eingesetzten Röntgenstrahlung kann aus drei unterschiedlichen Komponenten bestehen. Die  $\text{Cu}_{K\alpha_1}$ -Strahlung hat eine Wellenlänge von 0,1541 nm. Die  $\text{Cu}_{K\alpha_2}$ -Strahlung weicht mit einer Wellenlänge von 0,1544 nm nur geringfügig davon ab. Signifikant hingegen weicht die  $\text{Cu}_{K\beta}$ -Strahlung mit 0,1392 nm Wellenlänge ab. Die unterschiedlichen Komponenten ergeben sich aufgrund verschiedener hochenergetischer Übergänge in den Elektronenhüllen der Kupferatome beim Beschuss mit Elektronen. Da die  $K_\alpha$ -Strahlung eine deutliche höhere Intensität besitzt als die  $K_\beta$ -Strahlung, wird diese für die Messung genutzt. Bei der Interpretation der Messergebnisse muss darauf geachtet werden, dass mögliche kleinere, detektierte Nebenreflexe auch von der  $K_\beta$ -Strahlung her rühren können.

Das als Resultat der Röntgenbeugung bei variierten Winkel  $\Theta$  erhaltene Beugungsspektrum wird mit den materialspezifischen Daten einer Datenbank verglichen. Damit können den detektierten Beugungsreflexen kristall- und materialspezifisch unterschiedliche Netzebenen zugeordnet werden und somit eine Phasenanalyse durchgeführt werden. Tritt ein Beugungsreflex bei einer polykristallinen Probe exklusiv auf, kann von einer Vorzugsorientierung bzw. Textur gesprochen werden. Da die Röntgenstrahlen einige  $\mu\text{m}$  tief in das zu analysierende Material eindringen, muss bei der Analyse von dünnen Schichten neben den Reflexen hervorgerufen durch die  $K_\beta$ -Strahlung auch die kristalline Struktur des Substratmaterials bei der Auswertung des Beugungsspektrums berücksichtigt werden.

Alle möglichen Beugungspeaks hervorgerufen durch die Netzebenen des AlN-Kristalls in seiner hexagonalen Wurtzitstruktur sind im Anhang A2 dargestellt und benannt. Damit wird die Verbindung zu den bereits in Abschnitt 3.2.2 eingeführten Millerschen Indizes für die unterschiedlichen Kristallebenen hergestellt.

Für die Röntgenstrukturanalyse von dünnen AlN-Schichten können unterschiedliche Messkonfigurationen genutzt werden. Generell wird der strukturelle Charakter (amorph oder kristallin) einer Dünnschicht mit der Messung im streifenden Einfall festgestellt. Dabei bleibt die Röntgenquelle bei einem konstanten, flachen Winkel von 2-5° über der Probenoberfläche. Der Scan wird vom Detektor ausgeführt, der sich mit variablem Winkel zur der Probe bewegt und konstruktiv interferierende Röntgenstrahlung als Signal aufnimmt. Der XRD-Messung im streifenden Einfall liegt demnach ein asymmetrischer Strahlverlauf zu Grunde. Dadurch liegen die zur Beugung beitragenden Netzebenen in unterschiedlichen Winkeln zur Probenoberfläche. Vorteil dieser Konfiguration ist die Unterdrückung des Substrateinflusses durch den flachen Einfall der Röntgenstrahlung und damit verbunden geringer Eindringtiefe.

Ein symmetrischer Strahlverlauf liegt hingegen bei XRD-Analysen in der Bragg-Geometrie vor. Dabei werden Quelle und Detektor gleichförmig von kleinen zu großen Winkeln bezogen auf die Probenoberfläche bewegt. In dieser Konfiguration tragen nur die parallel zur Probenoberfläche liegenden Netzebenen zur Röntgenbeugung bei. Für die Analyse einer möglichen vorliegenden Vorzugsorientierung bzw. Textur in den polykristallinen AlN-Dünnschichten wird dieses Verfahren bevorzugt eingesetzt. Allerdings wird bei dieser Messmethode auch immer ein Reflex eines kristallinen Substratmaterials mit detektiert

Eine Aussage zur Qualität einer vorliegenden Textur in AlN-Dünnschichten ermöglicht die dritte XRD-Konfiguration, die Rocking-Kurve. Dazu sind Röhre und Detektor auf den  $2\Theta$ -Wert des vorher detektierten Hauptreflexes im Beugungsspektrum justiert. Anschließend wird entweder die Probe unter Quelle und Detektor gekippt, oder Quelle und Detektor werden zusammen in fixierter Winkelstellung über der Probe verkippt. Der resultierende Beugungspeak, die sogenannte Rocking-Kurve, ermöglicht nach Bestimmung der Halbwertbreite eine Aussage über den Grad der Winkelspreizung der untersuchten Kristallorientierung und damit über Qualität einer möglichen Textur. Je schmaler die Halbwertbreite ist, desto besser ist die Schicht texturiert.

Abbildung 3.9 stellt die drei vorgestellten Konfigurationen der Röntgenbeugung grafisch gegenüber.

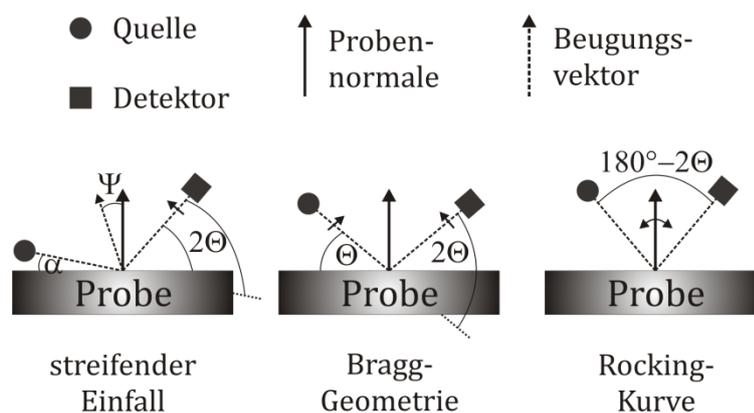


Abbildung 3.9: Konfigurationen der Röntgenstrukturanalyse mit Winkelverhältnissen zwischen Quelle, Probe und Detektor plus den entsprechenden Richtungen der bewegten Komponenten

Soll eine c-Achsentextur aus dem Beugungsspektrum abgelesen werden, muss nach dem (002)- bzw. (004)-Reflex des hexagonalen AlN gesucht werden (vgl. Anhang A2). Diese beiden Beugungspeaks treten bei Aufnahmen in der Bragg-Geometrie bei  $2\Theta$ -Werten von  $36,04^\circ$  bzw.  $76,44^\circ$  auf und stellen höherindizierte Ebenen der (001)-Kristallebenen dar. Die (001)-Ebenen rufen bei den XRD-Messungen einen Reflex bei  $2\Theta = 17,78^\circ$  hervor. Dieser Bereich wird noch der Bremsstrahlung dominiert und der Peak verschwindet hinter einem stark ausgeprägten Hintergrund. Aus diesem Grund hat sich die Analyse des (002)-Reflexes für die Beurteilung der c-Achsentextur etabliert.

Damit ist die Analyse der Kristallphase und einer eventuell vorliegenden Vorzugsorientierung abgeschlossen. Um eine qualitative Aussage zur identifizierten Textur zu erhalten werden in der Literatur unterschiedliche Methoden eingesetzt. Engelmark charakterisiert seine auf Silicium abgeschiedenen AlN-Schichten über die Halbwertbreite der Rocking-Kurve und erreicht minimale Werte von  $1,62^\circ$ . [77] Die Rocking-Kurve wird ebenfalls von Kusaka herangezogen. Allerdings bezieht er sich auf die doppelte Standardabweichung. Diese beträgt minimal

ca.  $5^\circ$ . [67] Hwang, Cheng und Iborra betrachten das XRD-Spektrum und stellen die Beschichtungsparameter so ein, dass eine reine c-Achsentextur vorliegt. Also der (002)-Reflex exklusiv auftritt. [73, 74, 78] Darüber hinaus bestimmen Conrad und Xiong den Texturkoeffizienten als Qualitätsmerkmal für perfekt orientierte und gleichzeitig piezoelektrische AlN-Dünnschichten. [76, 79] Der Texturkoeffizient wird von den beiden Autoren herangezogen, weil Sanz-Hervás experimentell festgestellt hat, dass AlN-Schichten mit c-Achsentextur aber mit Spuren anderer Orientierungen trotz geringer Halbwertsbreite der Rocking-Kurve eine schlechter piezoelektrische Kopplung aufweisen. Dagegen zeigen Schichten mit breiterer Rocking-Kurven Halbwertsbreite und ohne Fehlorientierungen eine deutlich stärkere piezoelektrische Kopplung. [80]

Aufgrund der sich herausgestellten, nicht eindeutigen Bestimmbarkeit der AlN-Kristallqualität mit Hilfe der Rocking-Kurve wird an dieser Stelle mit der Analyse der Oberflächenmorphologie der Schichten eine weitere qualitative Methode zur Beurteilung des Grades der c-Achsentextur eingeführt. Die Analyse der Oberflächenmorphologie kann mittels hochauflösender REM-Aufnahmen erfolgen und wird anschließend für die Beurteilung der hergestellten AlN-Schichten angewendet.

### 3.3.1.2 Hochauflösende REM Aufnahmen für die Strukturanalyse

Wie bereits beschrieben können hochauflösende REM-Aufnahmen der Oberflächen- und Bruchkantenmorphologie ergänzend zur XRD-Strukturanalyse für die Bestimmung der kristallinen Struktur von AlN-Dünnschichten eingesetzt werden.

Bereits Ohuchi stellte im Jahr 1987 für unterschiedliche Orientierungen der AlN-Kristallite die Oberflächenmorphologie vor. [81] Darauf folgend und unterstützt durch die zunehmender Verbreitung hochauflösender Rasterelektronenmikroskope nahm die Anzahl der Veröffentlichungen, die XRD-Daten und Morphologieaufnahmen aus dem REM kombinieren weiter zu. [71-76] Koa beschreibt in seiner Publikation die Formen der Oberfläche und bringt sie in Korrelation mit der kristallinen Orientierung. Er verbindet eine exklusiv auftretende (101)-Orientierung mit „pyramidenförmigen Köpfen“. Eine Mischung aus (101)- und (001)-Orientierung wird als lamellenartige Struktur beschrieben. Die exklusive (001)-Orientierung zeichnet sich durch kugelförmige Köpfe der Kristallite aus. [72] Cheng beschreibt die (100)-Orientierung mit wurmartiger Morphologie. Für ihn bilden sich pyramidenförmige Köpfe, wenn sowohl (101)- und (001)-orientierte als auch (100)-orientierte Kristallite vorhanden sind. [74]

Abbildung 3.10 zeigt eine AlN-Schicht in hexagonaler Wurtzitstruktur mit einer perfekten c-Achsentextur ohne Fehlorientierungen. Die Aufnahme wurde mit einem Hitachi S4800 Rasterelektronenmikroskop getätigt. Dieses Gerät ist für alle im weiteren Verlauf dieser Arbeit dargestellten Texturaufnahmen verwendet worden. In Abbildung 3.10 zu erkennen sind die runden, kugelförmigen Köpfe der einzelnen Kristallite, die bei dieser Probe Korngrößen zwischen 10 nm und 50 nm erreichen. Da keine pyramidenförmigen, schroffen oder wurmartigen Kristallköpfe zu erkennen sind, kann die oben getroffene Feststellung der perfekten c-Achsentextur bestätigt werden. Abbildung 3.10 kann folgend als Referenz für die Beurteilung der im Rahmen der Prozessoptimierung für das AlN-Sputtern vorgestellten Ergebnisse genutzt werden.

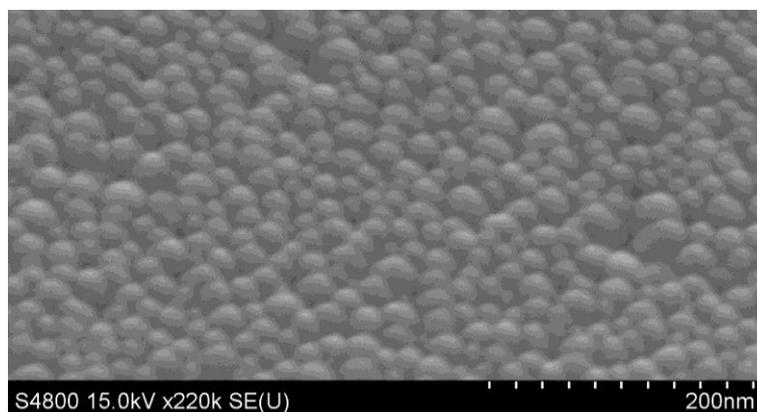


Abbildung 3.10: Kugelförmige Struktur der Kristallite an der Oberfläche einer AlN-Dünnschicht mit perfekter c-Achsentextur

### 3.3.2 Erzielte AlN-Schichtstruktur auf Siliciumsubstraten

Die Entwicklung des AlN-Sputterprozesses wurde basierend auf der in Abschnitt 3.2.3 zusammengefassten Erkenntnissen zu Beeinflussbarkeit der AlN-Schichtmorphologie über die Sputterparameter durchgeführt. Für die Prozessentwicklung und -optimierung ist Silicium in (100)-Orientierung als Standardmaterial der Mikrosystemtechnik verwendet worden. Darüber hinaus wurden die beiden zur Verfügung stehenden Anlagen mit HF- und gepulster DC Anregung zum AlN-Sputtern genutzt. Das Parameterfeld des Sputterprozesses ist bereits in Abschnitt 3.2.3 in Tabelle 3.2 vorgestellt worden. Im Folgenden werden die auf den jeweiligen Anlagen optimierten Prozesse anhand ihrer Parameter definiert und das Ergebnis der Strukturanalyse mittels XRD-Messungen und REM-Aufnahmen der Schichtmorphologie diskutiert.

Bei den optimierten Prozessen auf Siliciumsubstraten wird die Sputterleistung jeweils nahe an das anlagenspezifische, obere Limit gesetzt. Der Prozessdruck wird entsprechend weit abgesenkt, so dass noch eine stabile Plasmaentladung und damit ein stabiler Sputterprozess gewährleistet sind. Die Kombination aus hoher Leistung und niedrigem Prozessdruck stellt eine hohe Energie der schichtbildenden Teilchen und einen entsprechenden intensiven Beschuss der wachsenden AlN-Schicht sicher. Dies unterstützt das Wachstum einer hexagonal in c-Achsentextur kristallisierten AlN-Schicht. Der Prozessdruck wird in beiden Anlagen durch ein geregeltes Klappenventil im Abgang zur Vakuumpumpe eingestellt und geregelt. Dadurch kann unabhängig von den Gasflüssen der Prozessdruck eingestellt werden. Über die Wahl der Temperatur des Substratheizers kann noch zusätzlich Energie eingekoppelt werden. Die Temperaturen liegen mit 300°C in einem Bereich, der auch für das Backend-of-Line im Herstellungsprozess von Halbleiterbauelementen akzeptabel ist.

Tabelle 3.3: Zusammenfassung der Parameter zum AlN-Sputtern mit den beiden genutzten Sputteranlagen auf Basis der Prozessoptimierung für polykristalline AlN-Schichten mit c-Achsentextur

<b>Prozessparameter</b>	<b>HF Sputtern</b>	<b>gepulstes DC Sputtern</b>
<b>Leistung</b>	1000 W	800 W
<b>Frequenz / Pulsauszeit</b>	13,56 MHz	300 kHz / 0,4 µs
<b>Leistungsdichte</b>	~ 3,1 W/cm <sup>2</sup>	~ 10,2 W/cm <sup>2</sup>
<b>Prozessgasdruck</b>	4 10 <sup>-3</sup> mbar	3 10 <sup>-3</sup> mbar
<b>Substrattemperatur</b>	300°C	300°C
<b>Stickstoffanteil in der Sputteratmosphäre</b>	20...100%	50...100%

Die Parameter der optimierten Sputterprozesse sind für beide Anlagen in Tabelle 3.3 zusammengefasst. Sichtbar ist, dass der Stickstoffanteil (Verhältnis von Argon und Stickstoff in der reaktiven Sputteratmosphäre) über einen weiten Bereich variiert wird. Die dem zugrundeliegenden Zusammenhänge werden neben der Definition der Stickstoffkonzentration in den folgenden Ausführungen erörtert.

Dem vorangestellt soll das Ergebnis der Strukturanalyse für 300 nm dicke AlN-Schichten aus den beiden optimierten Prozessvarianten vorgestellt werden. In Abbildung 3.11 ist das XRD-Spektrum und die REM-Aufnahme der Schichtmorphologie von zwei Schichten basierend auf den beiden verfügbaren Prozessen zusammen dargestellt.

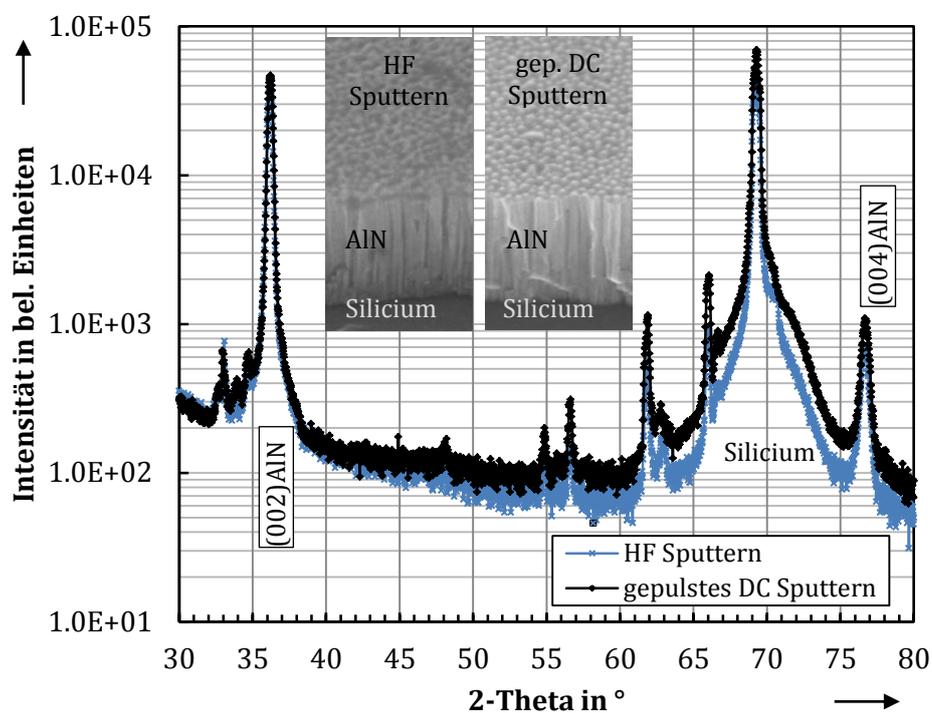


Abbildung 3.11: Gemessenes Beugungs-Spektrum der XRD-Analyse von 300 nm dünnen AlN-Schichten aus den verwendeten Anlagen zur Darstellung der vorliegenden c-Achsentextur

Das XRD-Spektrum ist in der Bragg-Geometrie aufgenommen worden. Die REM-Aufnahmen wurden mit 45° verkippter Probenoberfläche aufgenommen um gleichzeitig zur Oberfläche auch ein Bild von der Bruchkante zu erhalten.

Durch die dominant auftretenden (002)- bzw. (004)-Peaks des hexagonalen AlN, kann von einer c-Achsentextur der Schicht gesprochen werden. Kleinere Nebenpeaks rühren von der  $K_{\beta}$ -Komponente der Röntgenstrahlung her. Der weitere große Beugungsreflex bei  $\sim 69^{\circ}$  steht für das Siliciumsubstrat. Auch dieser hat entsprechende Nebenreflexe.

Die Morphologie der AlN-Schichtoberfläche sichtbar in den zusätzlich dargestellten REM-Aufnahmen unterstreicht, dass eine AlN-Schicht mit c-Achsentextur in beiden Sputteranlagen hergestellt werden kann. Als Referenz kann Abbildung 3.10 herangezogen werden.

Die bereits angedeutete Sonderstellung der Stickstoffkonzentration in der Sputteratmosphäre bei der Prozessoptimierung wird nun näher betrachtet. Zu Beginn erfolgt die Definition dieses Wertes. Die Stickstoffkonzentration  $C_{N_2}$  im Sputterprozess beschreibt das Verhältnis zwischen Argon und Stickstoff in der Reaktivgasatmosphäre und lässt sich gemäß Gleichung 3.4 berechnen.

$$C_{N_2} = \frac{N_2 \text{ Gasfluss}}{(Ar \text{ Gasfluss} + N_2 \text{ Gasfluss})} \quad (3.4)$$

Im Rahmen der Prozessoptimierung stellte sich heraus, dass der Parameter Stickstoffkonzentration keinen Einfluss auf die kristalline Struktur und die erzielbare c-Achsentextur der AlN-Dünnschichten hat. In den folgenden Abbildungen werden als Beleg dafür die Ergebnisse von XRD- und REM-Analysen für gesputterte AlN-Dünnschichten bei variabler Stickstoffkonzentration dargestellt und diskutiert.

Für den HF-Sputterprozess sind die XRD-Messungen für AlN-Schichten hergestellt bei unterschiedlichem  $C_{N_2}$  in Abbildung 3.12 zusammengefasst. Die eingestellten  $C_{N_2}$ -Werte stehen in der Legende des Diagramms. Die übrigen Sputterparameter sind gemäß der Zusammenstellung in Tabelle 3.3 gewählt worden.

Neben einem exklusiv auftretenden (002)-Peak für das Material AlN ist im Diagramm nur noch der Siliciumreflex vom Substratmaterial und der (004)-Peak des AlN zu erkennen. Da die Intensität des (002)-Reflexes aller Proben in der gleichen Größenordnung liegen, kann von einer vergleichbaren Textur ausgegangen werden. Diese Annahme wird durch die Gegenüberstellung der REM-Aufnahmen der Schichtmorphologie in Abbildung 3.13 bestätigt. Dort ist wieder die für eine dominant auftretende (001)-Orientierung, welche die c-Achsentextur repräsentiert, charakteristische Oberfläche mit sphärischen Kristallköpfen zu erkennen.

Die dem (002)-AlN-Peak und dem Siliciumpeak vorgelagerten kleineren Beugungsreflexe werden von der bereits erwähnten  $Cu_{k\beta}$ -Strahlung der Röntgenröhre hervorgerufen. Damit wird die Aussage, dass eine c-Achsentextur vorliegt nicht in Frage gestellt.

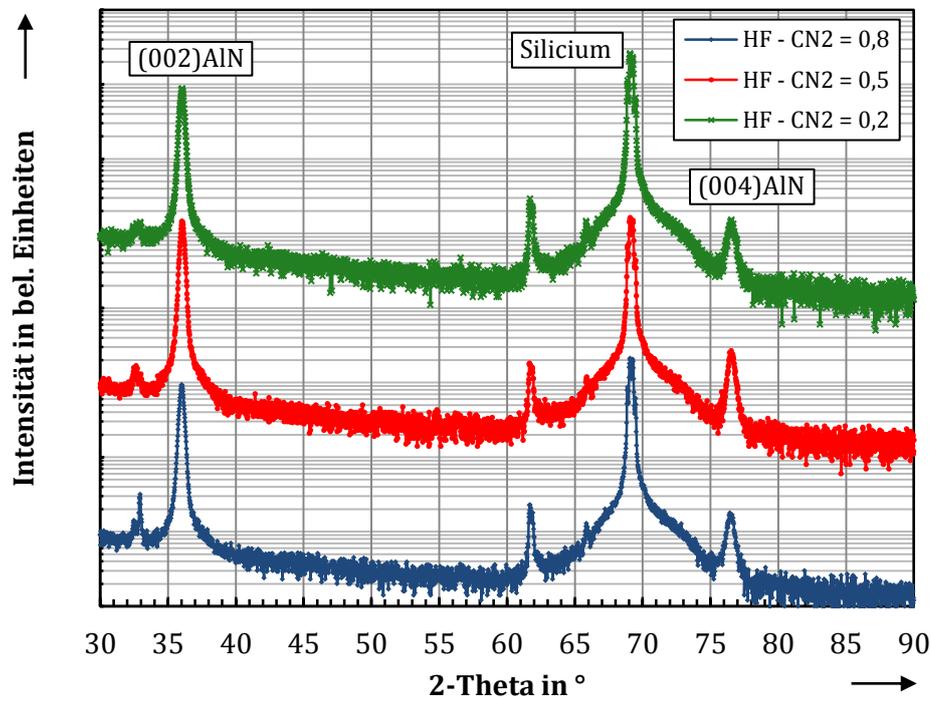


Abbildung 3.12: Daten der XRD-Analyse von unterschiedlichen AlN-Schichten hergestellt mit Stickstoffkonzentrationen zwischen 0,2 und 0,8 bei optimierten Prozessparametern für den HF-Sputterprozess, die einzelnen Spektren sind in Bragg-Geometrie aufgenommen und zur Übersichtlichkeit manuell aufgefächert dargestellt

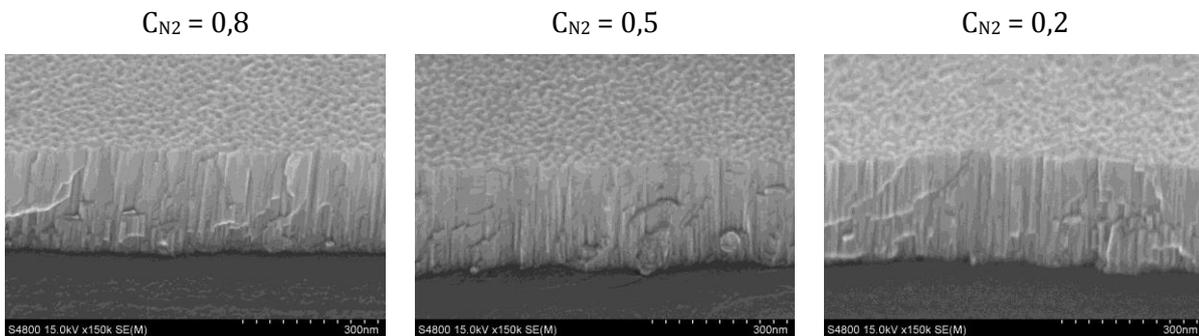


Abbildung 3.13: REM Aufnahmen der Morphologie der AlN-Schichten hergestellt im HF-Sputterprozess mit unterschiedlichen Stickstoffkonzentrationen  $C_{N_2}$

Für die mittels gepulster DC-Anregung gesputterten AlN-Schichten lässt sich ein analoges Verhalten hinsichtlich des Einflusses der Stickstoffkonzentration  $C_{N_2}$  feststellen. XRD-Messungen dieser Schichten mit vergleichbarer Dicke von rund 300 nm, dargestellt in Abbildung 3.14 bestätigen diese Aussage. Die XRD-Beugungsspektren zeigen vergleichbare Verläufe für  $C_{N_2}$ -Werte von 0,5 - 1. Der (002)-Peak des hexagonalen AlN tritt mit dem (004)-Reflex wieder dominant auf. Alle anderen nicht bezeichneten Peaks können als vom Substrat hervorgerufen oder als Störpeaks identifiziert werden.

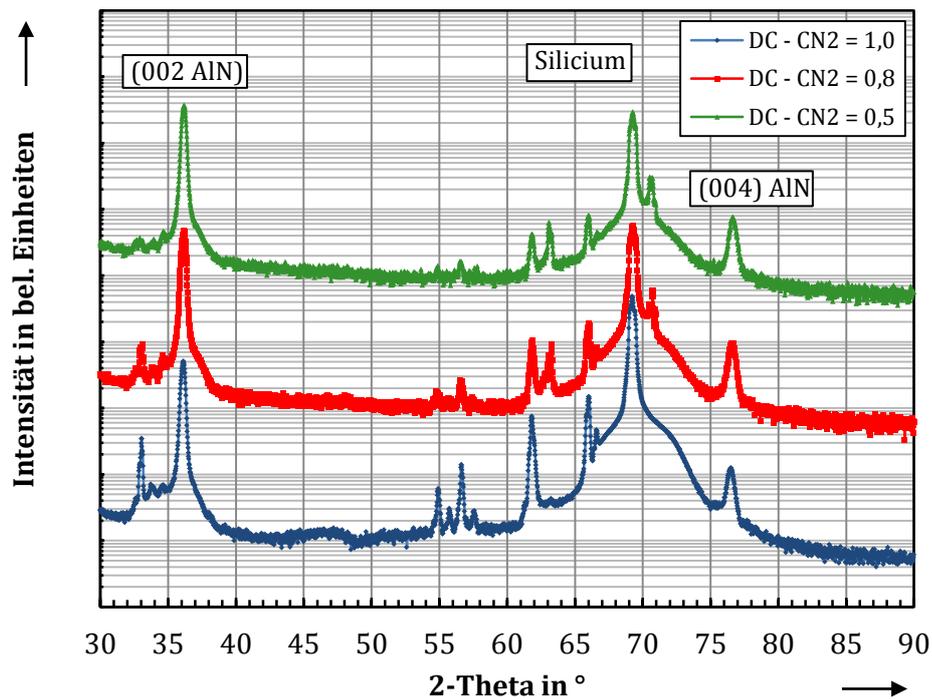


Abbildung 3.14: Daten der XRD-Analyse von unterschiedlichen AlN-Schichten hergestellt mit Stickstoffkonzentrationen zwischen 0,5 und 1,0 bei optimierten Prozessparametern für den gepulsten DC-Sputterprozess, die einzelnen Spektren sind in Bragg-Geometrie aufgenommen und zur Übersichtlichkeit manuell aufgefächert dargestellt

Die REM-Aufnahmen zur Darstellung der Schichtmorphologie in Abbildung 3.15 zeigt deutlich die dominierende Struktur der AlN-Kristallite in c-Achsentextur. Einzig eine schwache Komponente einer bisher nicht zugeordneten AlN-Orientierung wird sichtbar. Diese Orientierung wird durch die kantig herausstehenden Kristallite repräsentiert. Mit dem Wissen zum Vorliegen dieser Fehlorientierung kann es sich nach Abgleich mit dem XRD-Spektrum nur um die (103)-Orientierung des hexagonalen AlN handeln. Diese Orientierung ist im Beugungsspektrum nicht eindeutig identifizierbar, da an deren Stelle der Silicium-Substratreflex dominant auftritt. Die (103)-Orientierung steht für leicht verkippte AlN-Kristallite (vergleich auch Abschnitt 3.2.2).

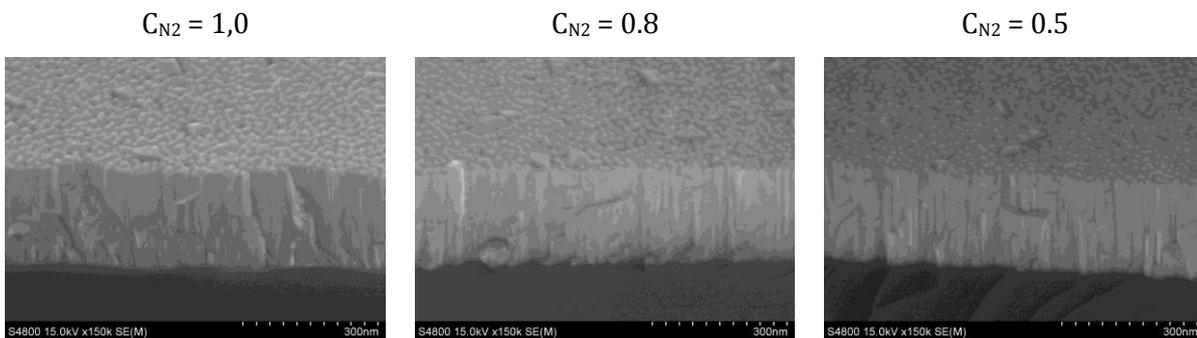


Abbildung 3.15: REM Aufnahmen der Morphologie der AlN-Schichten hergestellt im gepulsten DC-Sputterprozess mit unterschiedlichen Stickstoffkonzentrationen  $C_{N_2}$

Dieser minimale Anteil der (103)-Orientierung tritt bei allen hinsichtlich der c-Achsentextur optimierten AlN-Schichten in der Sputteranlage mit gepulster DC-Anregung auf. Das ist nicht in der Art der Anregung begründet, sondern kann auf eine anlagenspezifische Besonderheit zurückgeführt werden. Target und Substrat stehen sich in dieser Anlage nicht parallel gegenüber, sondern die Normalen von Magnetronquelle und Substrat stehen in einem Winkel von ca.  $30^\circ$  zueinander. Der Strom der gesputterten Teilchen trifft also immer unter einem Winkel kleiner  $90^\circ$  auf dem Substrat. In der Literatur wird ein solcher geneigter Teilchenstrom gezielt dazu genutzt um eine AlN-Textur mit verkippter c-Achse herzustellen. [82] Wie sich im weiteren Verlauf der Arbeit zeigen wird, hat dieser Umstand aber keinen signifikanten Einfluss auf die Funktionalität der AlN-Schichten.

Für die AlN-Abscheidung auf Siliciumsubstraten bleibt an dieser Stelle festzuhalten, dass es in dieser Arbeit gelungen ist ein Prozessfenster für die Herstellung von AlN-Dünnschichten mit c-Achsentextur zu finden. Demonstriert wird die erfolgreiche Prozessentwicklung sogar für zwei unterschiedliche Anlagen. Der zusätzliche, interessante Aspekt, der hier zu den bereits publizierten Prozessen der Herstellung solcher AlN-Schichten [66, 74, 77, 78] herausgestellt werden kann, ist die Unabhängigkeit der c-Achsentextur vom Prozessparameter Stickstoffkonzentration  $C_{N_2}$ . Damit ist für den AlN-Prozess ein freier Prozessparameter verfügbar, der seine Gestaltungsmöglichkeiten bei den in Kapitel 4 behandelten mechanischen Schichteigenschaften offenlegt.

### 3.3.3 Erzielte AlN-Schichtstruktur auf unterschiedlichen Startschichten

Nach der erfolgreich demonstrierten Herstellung von AlN-Schichten in c-Achsentextur auf Siliciumsubstraten stellt die Herstellung von AlN-Schichten mit eben dieser Struktur auf Metallschichten den nächsten wichtigen Untersuchungsgegenstand dar. Metallschichten werden bei Anwendungen, die die piezoelektrische Funktionalität von AlN-Schichten nutzen, als Elemente für die elektrische Kontaktierung benötigt. Die durchgeführten Untersuchungen und die Ergebnisse dazu werden im ersten Teil dieses Abschnittes präsentiert.

Neben den metallischen, kristallinen Startschichten ist es ebenfalls interessant die AlN-Schichten in c-Achsentextur auf amorphen Startschichten zu erzeugen. Diese amorphen Schichten können zum einen als Strukturmaterialien genutzt werden. Zum anderen können sie auch als konforme Startschicht dienen, wenn beispielweise strukturierte Elektroden mit AlN beschichtet werden sollen. Solche konforme Startschichten sind nötig, um die AlN-Schicht zu Membranen mit hoher mechanischer Stabilität weiterzuverarbeiten. Auf diese Aspekte und die erzielten Ergebnisse wird im zweiten Teil dieses Abschnittes eingegangen.

#### **3.3.3.1 AlN-Abscheidung auf metallischen Startschichten**

Das Studium der Literatur hinsichtlich der als Startschichten für das AlN-Wachstum eingesetzten Metalle bringt eine breite Palette unterschiedlicher, geeigneter Materialien hervor. So werden unter anderem Aluminium, Titan oder Titannitrid, Molybdän, Kupfer, Platin und Gold hinsichtlich ihrer Eignung für das AlN-Schichtwachstum in c-Achsentextur untersucht. Folgend werden kurz die wesentlichen Literaturstellen und die darin untersuchten Metallstartschichten vorgestellt.

S.-H. Lee beschreibt das Wachstum von AlN auf Molybdän und Platin [75]. J.-B. Lee verwendet ebenfalls Molybdän, zusätzlich dazu aber noch Aluminium, Kupfer und Titan. [83] Iriate untersucht eine Vielzahl von hoch leitfähigen Metallschichten. Konkret führt er seine Beschichtungsversuche auf Aluminium, Molybdän, Titan, Titannitrid und Nickel durch. [84] Kamohara konzentriert sich ausschließlich auf Molybdän und beschreibt einen speziell entwickelten Prozess zum lokalen epitaktischen Wachstum von AlN auf Molybdän. [85] Xiong testet wieder ein breiteres Spektrum von Metallen hinsichtlich ihrer Eignung als Startschicht für AlN-Schichtwachstum in c-Achsentextur. Darunter befinden sich Aluminium, Titan und Molybdän auch Gold und Platin. [79]

So breit die Materialauswahl der einzelnen Untersuchungen ist, so unterschiedlich sind auch die Ergebnisse bezüglich der besten Metallschicht für die AlN-Schichtherstellung in c-Achsentextur. In Tabelle 3.4 sind die Erkenntnisse aus den Literaturstellen unter den Gesichtspunkten bester Schichtaufbau, Orientierung bzw. Struktur der Metallstartschicht und verwendetes Qualitätskriterium zur Klassifizierung der AlN-Schichtstruktur komprimiert dargestellt.

Tabelle 3.4: Zusammenstellung der Ergebnisse zur Untersuchung der besten metallischen Startschicht für das texturierte AlN-Wachstum aus den angeführten Literaturstellen, Erklärungen zur Metallkristallstruktur – fcc (kubisch flächenzentriert), bcc (kubisch raumzentriert), hex (hexagonal)

Referenz	Bester Schichtaufbau	Kristallstruktur Metall	verwendetes Qualitätskriterium
<b>S.-H. Lee</b> [75]	Si/Mo/AlN	(110) Mo bcc	FWHM Rocking-Kurve (2,3°)
<b>J.-B. Lee</b> [83]	Si/Mo/AlN	(110) Mo bcc	Texturkoeffizient + Frequenzantwort FBAR
<b>Iriate</b> [84]	Si/Al/AlN Si/Ti/AlN	(111) Al fcc (002) Ti hex	FWHM Rocking-Kurve (2,4°) + elektromech. Koppelfaktor (FBAR)
<b>Kamohara</b> [85]	Si/AlN/Mo/AlN	(110) Mo bcc	FWHM Rocking-Kurve (2,5°)
<b>Xiong</b> [79]	Si/Ti/Pt/AlN	(111) Pt fcc	Texturkoeffizient + FWHM Rocking-Kurve (4°)

Da sich nach dem Literaturstudium keine einzelne Metallschicht als bestes Startmaterial für orientiertes AlN-Wachstum herausstellt, wurden in dieser Arbeit ebenfalls zahlreiche, unterschiedliche Metalle hinsichtlich ihrer Eignung für das Wachstum von AlN-Schichten mit c-Achsentextur untersucht. Wie bereits bei der Schichtherstellung auf Silicium werden beide verfügbaren Anlagen für die AlN-Schichtherstellung eingesetzt.

Für die mittels HF-Sputtern hergestellten AlN-Schichten kommen als Metallstartschichten Aluminium, Chrom, Gold, Molybdän, Nickel, Platin und Titan zum Einsatz. Alle Metallschichten wurden in einer externen Sputteranlage auf Siliciumsubstraten abgeschieden und sind ohne Zwischenbehandlung in die AlN-Sputteranlage eingeschleust und dort beschichtet worden. Als Dicke der Metallstartschichten wurden rund 100 nm festgelegt. Eine Optimierung der Sputterprozesse der Metallschichten zum Erzielen einer bestimmten kristallinen Vorzugsorientierung wurde nicht vorgenommen.

Für die anschließende AlN-Abscheidung in der HF-Sputteranlage wurden zwei auf Siliciumsubstraten optimierte Prozesse verwendet. Im ersten Prozess wird bei 500 W und 350°C gesputtert, der zweite Prozess scheidet die AlN-Schicht bei einer höhere Sputterleistung von 1000 W und eine Substrattemperatur von 300°C ab. Der Prozessdruck liegt für beide Prozesse bei 0,4 Pa. Die Stickstoffkonzentration  $C_{N_2}$  wurde bei 0,8 festgelegt.

Die Ergebnisse der XRD-Messungen zeigen, dass für mehrere Metalle eine c-Achsentextur der darauf abgeschiedenen AlN-Schicht vorliegt. Abbildung 3.16 stellt ausgewählte Ergebnisse der XRD-Messungen grafisch dar. Die Analyse dieser Daten ist wieder verbunden mit REM-Aufnahmen zur Oberflächenmorphologie der AlN-Schichten. (vgl. Abbildung 3.17) Es lässt sich feststellen, dass Aluminium und Gold sehr gut, Titan dagegen nur bedingt als metallische Startschichten für die mittels HF-Anregung gesputterten AlN-Schichten geeignet sind.

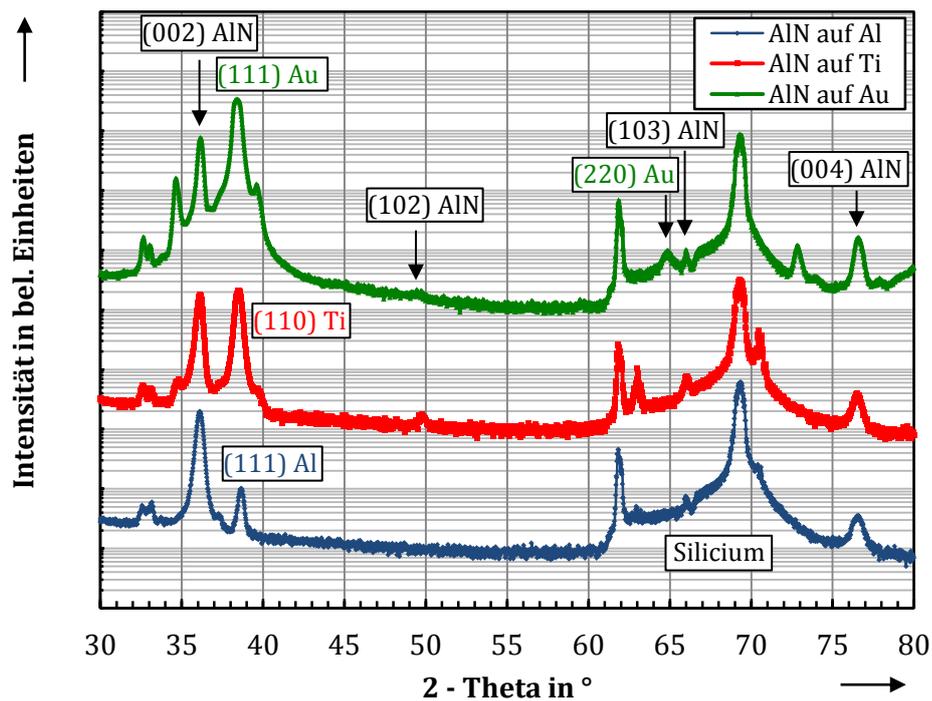


Abbildung 3.16: Spektrum der XRD-Analyse für HF gesputterte AlN-Schichten auf unterschiedlichen metallischen Startschichten

Die deutlich erkennbaren Fehlorientierungen in der AlN-Schicht mit Titan als Startschicht, sichtbar in Abbildung 3.17, können laut XRD-Spektrum der (102)- und auch der (103)-Orientierung im hexagonalen AlN zugeordnet werden. Diese Fehlorientierungen sind bei der AlN-Schicht auf Aluminium nicht und bei der AlN-Schicht auf Gold nur sehr schwach im XRD-Spektrum sichtbar. Die REM-Aufnahmen der beiden AlN-Schichten auf Aluminium bzw. Gold (vgl. Abbildung 3.17 A/B) zeigen sehr deutlich eine dominante c-Achsentextur, erkennbar an der kugelförmigen Morphologie der Schichtoberfläche.

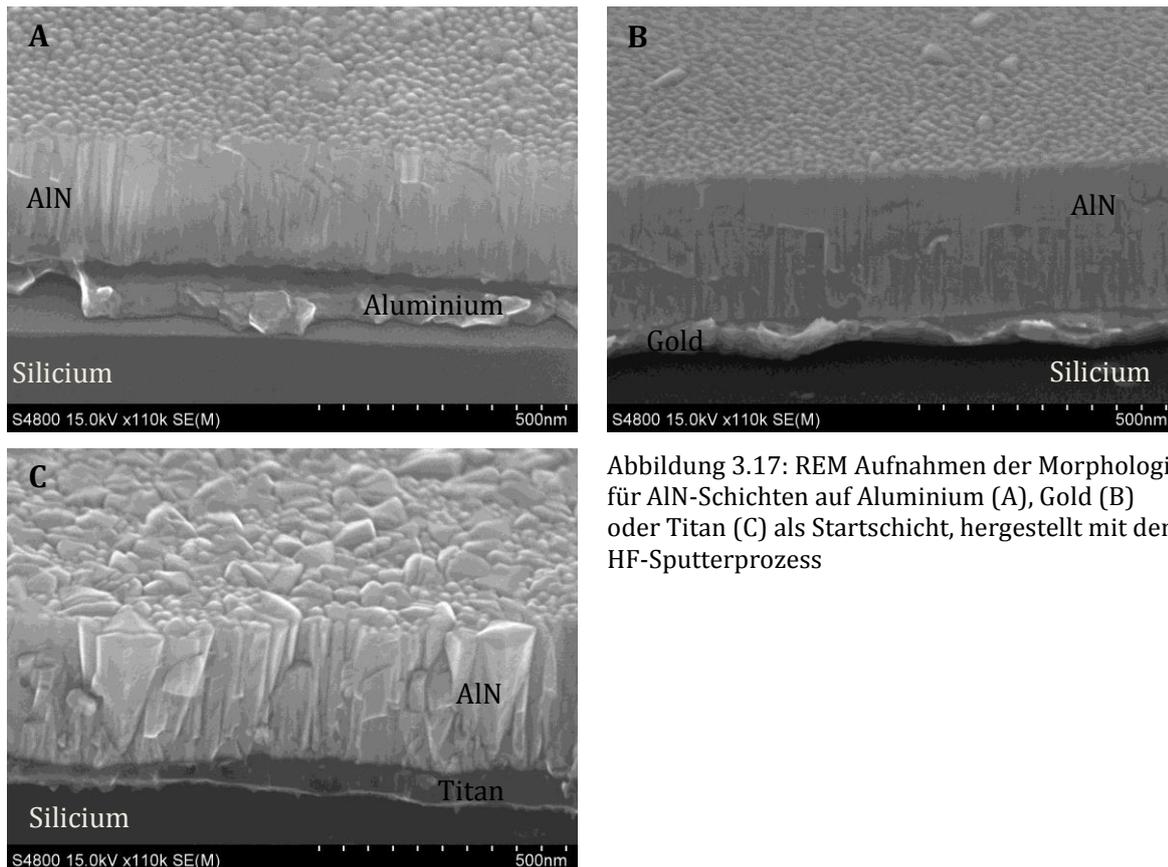


Abbildung 3.17: REM Aufnahmen der Morphologie für AlN-Schichten auf Aluminium (A), Gold (B) oder Titan (C) als Startschicht, hergestellt mit dem HF-Sputterprozess

Der Grund für die schlechte AlN-Schichtstruktur auf Titan kann mit der Struktur der Titanschicht erklärt werden. Laut Literatur wächst AlN mit guter c-Achsentextur auf hexagonalem Titan mit (002)-Orientierung auf. [84] Im XRD-Spektrum ist allerdings nur ein dominanter Reflex für das Titan zu erkennen, der für die (110)-Orientierung des kubisch kristallisierten Titans steht. Das kubische Titan stellt sich demnach in diesen Untersuchungen als ungeeignete Startschicht für AlN-Wachstum in c-Achsentextur heraus. Da keine Optimierung des Titan-Sputterprozesses hin zu einer hexagonal-texturierten Struktur unternommen wurde, gelten dünne Aluminium- und Gold-Schichten als die optimalen Startschichten für das AlN-Wachstum mit c-Achsentextur unter Verwendung des HF-Sputterprozesses.

Für die Herstellung von AlN-Schichten mit *c*-Achsentextur auf metallischen Startschichten unter Nutzung des gepulsten DC-Sputterprozesses dienen folgende Metalllegierungen und Metalle als Untersuchungsgegenstand. Neben gesputterten Schichten aus Aluminiumkupfer (96/4) wt%, Chromnickel (50/50) wt% und Molybdän ist auch bedampftes Platin in die Untersuchungen einbezogen worden. Das begrenzte Materialspektrum der Metalle ergibt sich aus einer Besonderheit der verwendeten Anlage. Es handelt sich um ein PVD-Cluster mit einer Reaktivsputter-, einer Metallsputter- und einer Metallbedampfungskammer. Um den Vorteil der Schichtherstellung ohne Vakuumbruch ausnutzen zu können, sind dementsprechend nur die in dieser Anlage verfügbaren Metalle zum Untersuchungsgegenstand erklärt worden.

Für den AlN-Beschichtungsprozess auf Metallen mit gepulster DC-Anregung findet ebenfalls die auf Silicium optimierte Prozessvariante Anwendung. Es stellt sich heraus, dass gesputtertes Chromnickel nicht für das Wachstum von AlN mit *c*-Achsentextur geeignet ist. Gesputterte AlCu-Schichten hingegen eignen sich sehr gut. Dieser Zusammenhang scheint analog zum Aluminium ohne Kupferlegierungsanteil aus dem HF-Sputterprozess. Dabei ist entscheidend, dass auch hier eine (111)-Orientierung im Aluminium vorliegt. Ebenfalls als sehr gut geeignet haben sich gesputterte Molybdänschichten mit (110)-Orientierung herausgestellt (vgl. Abbildung 3.18).

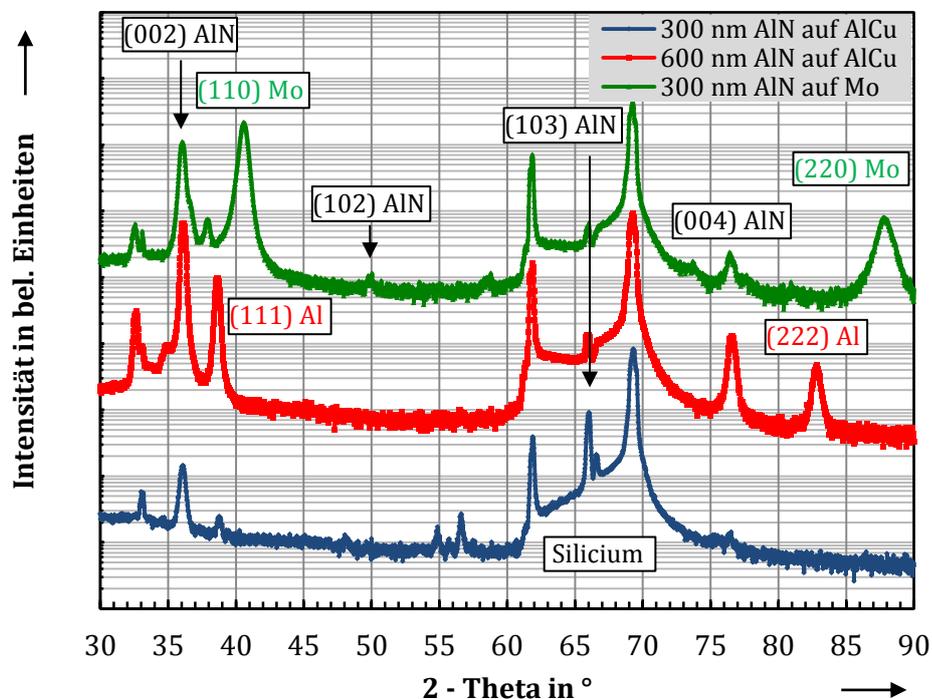


Abbildung 3.18: Spektrum der XRD-Analyse für AlN -Schichten auf AlCu und Mo als metallischen Startschichten, hergestellt im gepulsten DC-Sputterprozess

Platin kann in der verwendeten Anlage nur verdampft werden. Bei diesem Prozess wird eine Platinschicht mit einer kristallinen Mischorientierung erzeugt, die es nicht ermöglicht die c-Achsentextur im AlN zu erzielen. Da eine Textur schon in der Metallstartschicht sehr wichtig für das orientierte AlN-Wachstum ist und das mit dem Sputtern einfacher realisierbar ist als beim Bedampfen, sind weitere Metalle aus der Verdampfungskammer nicht in diese Untersuchungen einbezogen worden.

Werden die Erkenntnisse aus dem XRD-Spektrum, dargestellt in Abbildung 3.18 mit den REM-Aufnahmen der AlN-Morphologie aus Abbildung 3.19 kombiniert betrachtet, ergeben sich folgende Zusammenhänge. Bei der Molybdänstartschicht werden trotz dominanten (002)-AlN-Peak im XRD-Spektrum auch Kristallite mit Fehlorientierungen der c-Achse in der REM-Aufnahme sichtbar. Außerdem ist festzustellen, dass eine schwach ausgeprägte (111)-Textur im AlCu kein AlN mit c-Achsentextur aufwachsen lässt. Es entsteht ein Mischorientierung mit (002) und (103) Phasen. (vgl. Abbildung 3.18) Eine stark ausgeprägte (111)-Textur im AlCu ist bei einer 600 nm dicken Schicht erzielt worden. Die darauf abgeschiedene AlN-Schicht hat eine nahezu perfekte c-Achsentextur. (vgl. Abbildung 3.19 c)

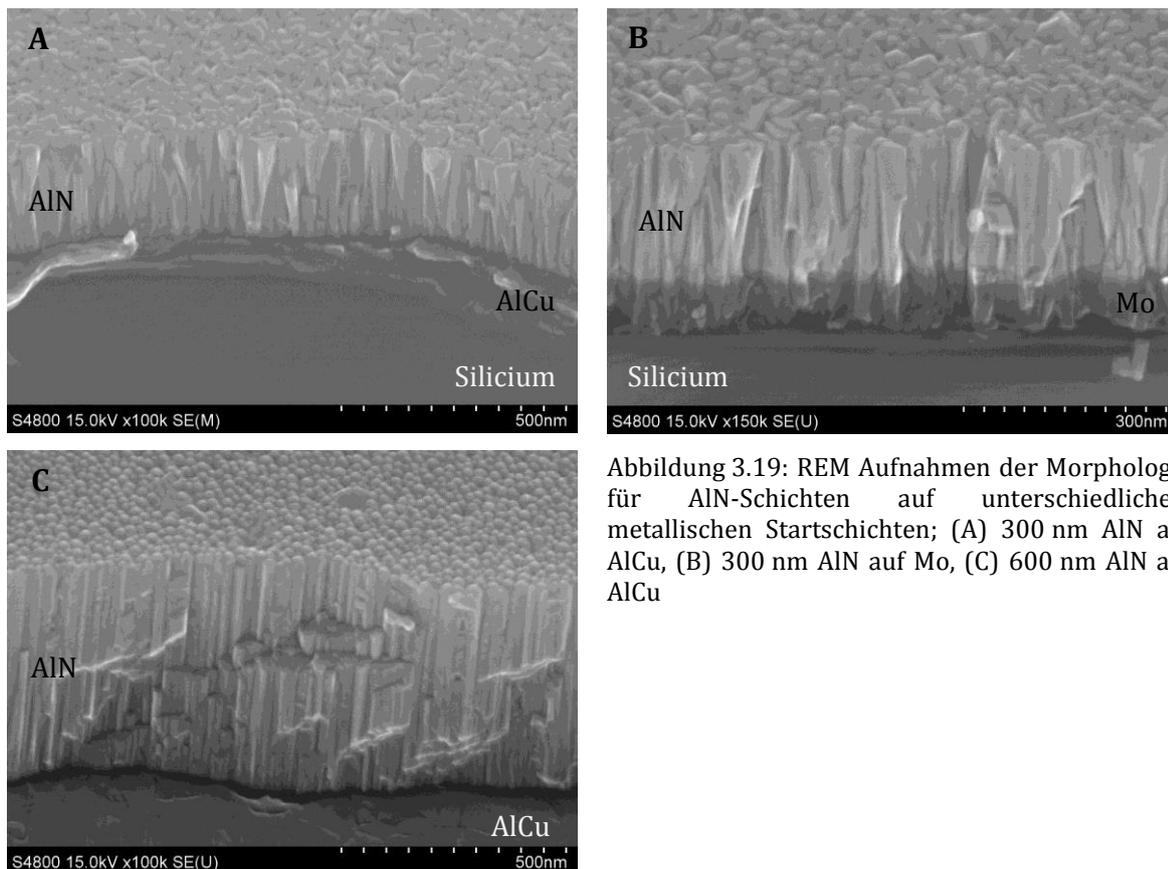


Abbildung 3.19: REM Aufnahmen der Morphologie für AlN-Schichten auf unterschiedlichen, metallischen Startschichten; (A) 300 nm AlN auf AlCu, (B) 300 nm AlN auf Mo, (C) 600 nm AlN auf AlCu

Aus den Untersuchungen zum AlN-Wachstum auf metallischen Startschichten wird ersichtlich, dass auch hier unabhängig vom verwendeten Sputterprozess die gewünschte c-Achsentextur erzeugt werden kann. Dazu können die auf Silicium optimierten Prozesse übernommen werden. Der Schlüssel zur gewünschten AlN-Schichtstruktur ist dabei die Orientierung der Metallstartschicht. Liegt in der Metallschicht schon eine ausgeprägte Vorzugsorientierung vor und kann die AlN-Schicht ohne Verunreinigung auf dem Metall aufwachsen, dann ist eine gute c-Achsentextur einfach zu erzielen. Die anzustrebenden Vorzugsorientierungen in den einzelnen Metallschichten, die sich in dieser Arbeit als optimal herausgestellt haben, sind die (111)-Orientierung des kubischen Aluminiums, die (110)-Orientierung des kubischen Molybdäns und die (111)-Orientierung des kubischen Golds.

### **3.3.3.2 AlN-Abscheidung auf amorphen Startschichten**

Allgemein gilt, dass amorphe Startschichten für das AlN-Wachstum dann vorteilhaft eingesetzt werden können, wenn das zu beschichtende Substrat Bereiche mit verschiedenen Materialoberflächen aufweist. Dies ist beispielsweise der Fall, wenn AlN als piezoelektrische Funktionsschicht über bereits strukturierte Elektrodenstrukturen beschichtet und anschließend als Membranen freigestellt werden soll. Es können trotz realisierbarer c-Achsentextur der AlN-Schicht die Keimbildungsbedingungen auf unterschiedlichen Materialoberflächen variieren. Somit ist auch die mechanische Spannung der AlN-Schicht lokal sehr variabel. [86] Dadurch entstehen an den Übergangsstellen zwischen den wechselnden Startschichten beim Freistellen der AlN-Schicht Sollbruchstellen. Durch das Abdecken dieser Übergänge mit amorphen Schichten als konforme Nukleationsstartschicht kann der Bildung dieser Sollbruchstellen unterdrückt werden.

Eine weitere Einsatzmöglichkeit von amorphen, dielektrischen Startschichten wie Siliciumnitrid oder Siliciumoxid ist die Verbesserung der elektrisch isolierenden Eigenschaften der

AlN-Schichten. So kann für piezoelektrische Anwendungen die Durchbruchfestigkeit der AlN-Schichten erhöht werden. Für die piezoelektrische Schichtfunktionalität ist neben dem elektrisch isolierenden Verhalten dann wieder eine sehr gute c-Achsentextur erforderlich. Dies gibt den Untersuchungen zum AlN-Wachstum auf amorphen Startschichten eine ebenso gewichtige Bedeutung.

Die am häufigsten eingesetzten amorphen Startschichten sind Siliciumdioxid und Siliciumnitrid sowohl aus Hochtemperaturprozessen (LPCVD, thermische Oxidation) als auch aus Niedertemperaturprozessen (PECVD). Es muss zwischen diesen beiden Prozessvarianten unterschieden werden, da die mittels PECVD hergestellten Schichten deutlich stärker in ihren Eigenschaften variieren und prozessbedingt mit signifikantem Wasserstoffanteil vorliegen

können. Dies hat erheblichen Einfluss auf die kristalline Orientierung der AlN-Schichten. Ein während des AlN-Sputterprozess freiwerdender signifikanter Wasserstoffanteil aus einer mittels PECVD hergestellten amorphen Startschicht kann wie von Yong gezeigt das Wachstum der AlN-Schicht signifikant negativ beeinflussen. [87]

Die Ergebnisse der Schichtabscheidung auf Siliciumoxid und Siliciumnitrid zeigen folgendes Resultat. Der auf Silicium optimierte Prozess kann auf Hochtemperaturschichten übertragen werden und es entstehen AlN-Schichten mit c-Achsentextur. Für Niedertemperaturschichten, hergestellt mittels PECVD, stellt sich bei Auswertung der XRD-Messungen heraus, dass kein dominanter c-Achsenpeak vorliegt. Dies kann wie bereits angedeutet am Wasserstoffanteil in den Schichten oder an einer porösen, rauen Morphologie der amorphen Schichten festgemacht werden.

Abbildung 3.20 stellt die mittels XRD-Messungen generierten Ergebnisse der Strukturanalyse für AlN-Schichten auf LPCVD und PECVD Siliciumnitrid gegenüber. Ergänzend bestätigt die REM-Aufnahme in Abbildung 3.21, dass auf einer LPCVD-Nitridschicht eine AlN-Schicht mit sehr guter c-Achsentextur erzeugt werden kann.

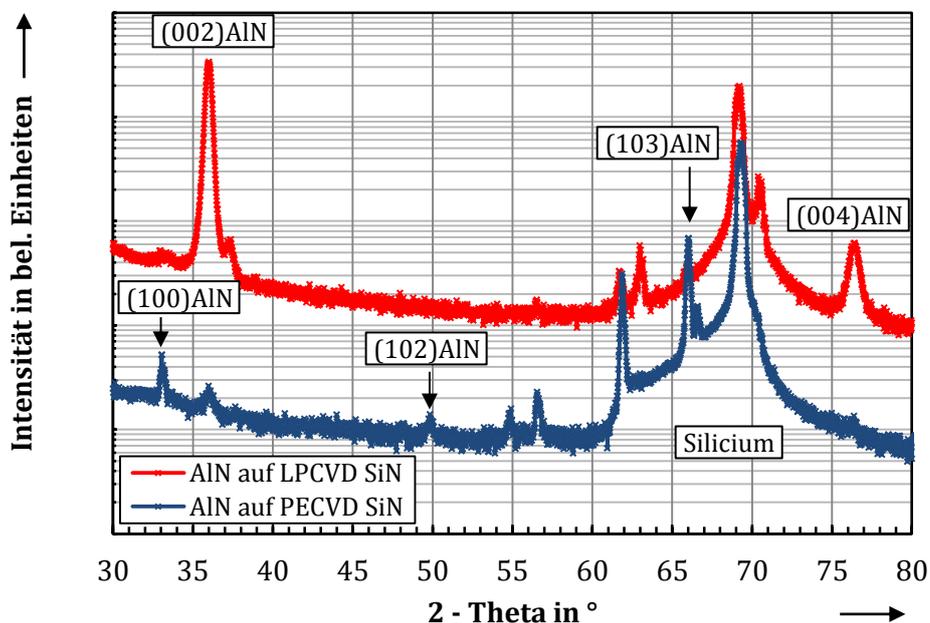


Abbildung 3.20: Ergebnis der XRD-Messung von AlN-Schichten abgeschieden auf Siliciumnitrid aus einem LPCVD- und einem PECVD-Prozess

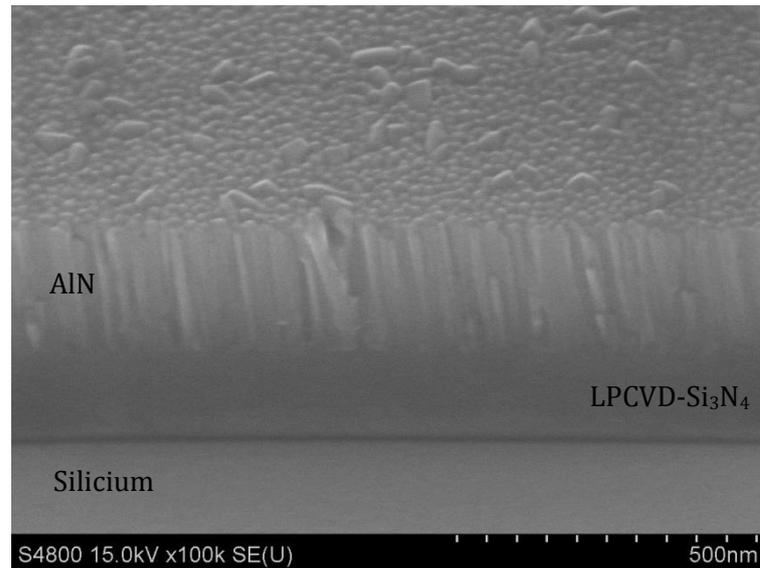


Abbildung 3.21: REM-Aufnahme der Bruchkante einer AlN-Schicht auf einer LPCVD-Siliciumnitridschicht mit Silicium als Substratmaterial

Bei genauer Auswertung der XRD-Daten in Abbildung 3.20 können für die AlN-Schicht auf der mittels PECVD hergestellten SiN-Schicht verschiedenen Orientierungen im AlN festgestellt werden. Dabei sind nicht gekennzeichnete Reflexe im XRD-Spektrum als Peaks vom Siliciumsubstrat und Störpeaks identifiziert worden.

Abschließend kann festgehalten werden, dass amorphe Startschichten aus Hochtemperaturprozessen durch Anwendung eines auf Silicium optimierten Prozess einfach mit AlN-Schichten in c-Achsentextur beschichtet werden können. Bei amorphen Startschichten aus Niedertemperaturprozessen ist dies nicht so einfach möglich. Hier kann zum einen eine Anpassung des Abscheidungsprozesses der SiO- bzw. SiN-Schichten erfolgen, oder es muss das Prozessfenster des AlN-Sputterns verschoben werden. Eine solche Untersuchung wurde aufgrund der untergeordneten Gewichtung dieses Themas an dieser Stelle der Arbeit nicht durchgeführt.

### 3.3.4 Untersuchung der AlN-Schichtstruktur beim Wachstum über Kanten

Wenn die AlN-Schichtherstellung nicht den ersten Schritt einer Prozesskette darstellt, muss die AlN-Schicht auf unterschiedlichen Startmaterialien oder sogar über Kanten hinweg aufwachsen. Aus diesem Grund ist es besonders interessant den Aspekt des AlN-Wachstums über Kanten genauer zu betrachten, um eine Aussage über die Struktur der AlN-Schicht zu erhalten. Durch die Technik der hochaufgelösten REM-Aufnahmen ist schnell eine qualitative Aussage über die Kantenbedeckung bzw. den Kantenübergang der AlN-Schicht möglich. Darüber hinaus kann von den typischen morphologischen Erscheinungsbildern der AlN-Kristallite auf eine mögliche c-Achsentextur der unterschiedlichen Schichtbereiche geschlossen werden. Unterschieden wird in den folgenden zwei Abschnitten zwischen AlN-Wachstum auf oberflächennah strukturierten Elementen und AlN-Wachstum über in Silicium geätzte Gruben, also im Volumen strukturierte Elemente.

#### 3.3.4.1 AlN-Wachstum über oberflächennah strukturierte Elemente

Bei oberflächennah strukturierten Elementen handelt es sich um strukturierte Dünnschichten, die konform mit AlN beschichtet werden sollen. Dabei kann es sich sowohl um unterteilte, metallische Kontaktelemente, als auch um auf dem Siliciumsubstrat liegende Siliciumoxidstreifen für einen folgenden Opferschichtprozess handeln. Bei der AlN-Beschichtung über Kanten muss darauf geachtet werden, dass weder Unstetigkeit, Unterbrechung noch Loch in der AlN-Struktur erzeugt werden. Von diesen können beim oder nach dem anschließenden Freistellen der Schichtelemente Risse ausgehen. Natürlich ist es von Vorteil, wenn neben dem stabilen Kantenübergang auch die c-Achsentextur konform über die ganze Schicht erzeugt werden kann.

Für die Untersuchungen zum AlN-Wachstum über oberflächennah strukturierte Elemente sind AlN-Schichten mit dem DC gepulsten Sputterprozess auf strukturierten Metallschichten (AlCu) und strukturierten Streifen aus thermischen Siliciumoxid abgeschieden worden. Für das zweite genannte Beispiel wird das erzielte Ergebnis im Folgenden diskutiert. Eine Bedeckung der Siliciumoxidkanten ist dabei immer gewährleistet, auch wenn die Stufe deutlich größer als die Schichtdicke ausfällt. An den senkrechten Wänden lässt sich eine Verkippung der c-Achse weg von der Oberflächennormalen hin zur Einfallrichtung der gesputterten Partikel feststellen. Außerdem wird sichtbar, dass bei hohen Kanten ein Abschattungseffekt am Fuße der Kante für eine partiell dünnere AlN-Schicht sorgt. Dieser Effekt ist neben der Verkippung der c-Achse in Abbildung 3.22 gut zu erkennen. Dargestellt ist dabei eine REM-Aufnahme der Bruchkante. Deutlich unterschieden werden kann dabei zwischen Siliciumsubstrat, Siliciumoxidblock und AlN-Schicht.

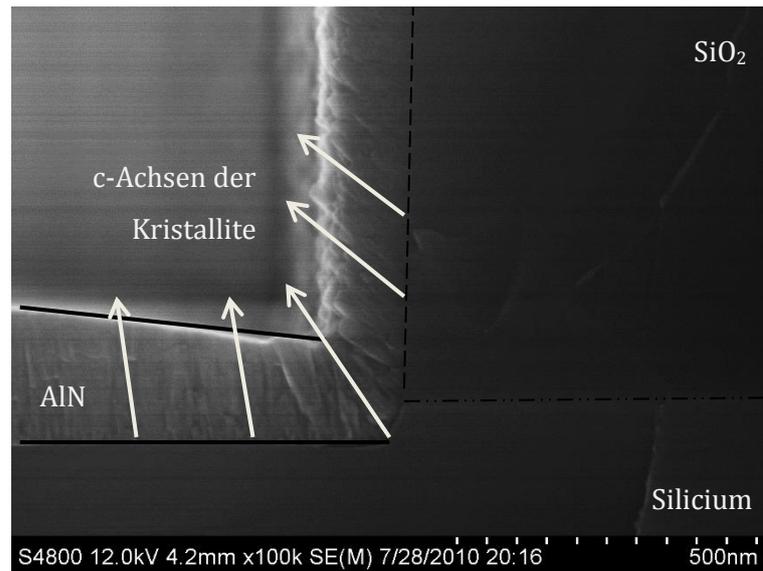


Abbildung 3.22: Bruchkante einer AlN-Schicht gesputtert über einen SiO<sub>2</sub>-Streifen, dargestellt der Fußpunkt mit dem Übergang zum Siliciumsubstrat, die Pfeile visualisieren die Stellung der c-Achse der einzelnen Kristallite, gestrichelte Linie = SiO<sub>2</sub>-AlN-Interface, Strichpunkt-Linie = SiO<sub>2</sub>-Si-Interface, solide Linien veranschaulichen den Schicht-dickengradient der AlN-Schicht zum Fußpunkt des SiO<sub>2</sub>-Streifens hin

Abbildung 3.22 visualisiert die Möglichkeit eine Kante vom Silicium auf einen erhabenen SiO<sub>2</sub>-Streifen durchgängig mit AlN zu beschichten. Dabei kommt es in diesem Fall zu keiner Unstetigkeitsstelle am Fußpunkt der Kante. Darüber hinaus kann aufgrund der Erkenntnisse bezüglich der Oberflächenmorphologie von AlN-Schichten aus den vorangegangenen Abschnitten eine c-Achsentextur sowohl auf der horizontalen Siliciumfläche, als auch auf der vertikalen Siliciumoxidfläche identifiziert werden. Die Verkipfung der c-Achse beim Übergang von der senkrechten SiO-Flanke zur ebenen Siliciumfläche ist ebenfalls im REM-Bild erkennbar. Dies wird in Abbildung 3.22 durch die eingefügten Pfeile optisch verstärkt.

An diesem Beispiel wird ersichtlich, dass der Sputterprozess für die AlN-Dünnschichten so stabil ist, dass sich eine c-Achsentextur in der Schicht ausbildet auch wenn über eine bestehende Topologie hinweg beschichtet wird. Ein wichtiger Einflussfaktor auf die Ausrichtung der c-Achse stellt allerdings die Einfallrichtung der gesputterten Partikel dar. Das bedeutet die c-Achse einzelner Kristallite der gesputterten AlN-Schichten orientiert sich auf zu beschichteten Flächen weg von der Oberflächennormalen hin zur Richtung der einfallenden Teilchen. Steht die zu beschichtende Oberfläche mit ihrer Normalen parallel zur Richtung der einfallenden Teilchen, kann bei Vorliegen einer c-Achsentextur keine Verkipfung der c-Achse festgestellt werden.

Die bis hierher präsentierten Ergebnisse des AlN-Wachstums über strukturierte Oberflächen eröffnen viele Möglichkeiten für das Design und die Integration von AlN-Elementen in Mikrosysteme. Besonders die Oberflächenmikromechanik mit der Opferschichttechnik durch die Entfernung von mit AlN-Schichten überwachsenen Siliciumoxidstrukturen ermöglicht es neuartige, dreidimensionale AlN-Membranstrukturen herzustellen. Dieser Ansatz wird im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht weiter verfolgt, da sich mit dem im Folgenden vorgestellten Ergebnissen des AlN-Wachstums über in Silicium geätzte Gruben sehr viel interessantere Membranstrukturen herstellen lassen. Die Details zu diesen neuartigen Membranstrukturen werden im folgenden Abschnitt vorgestellt.

### 3.3.4.2 AlN-Wachstum über in Silicium geätzte Gruben

Bei dieser Variante des AlN-Wachstums über Kanten sind die Aspektverhältnisse sehr viel größer, als beim Wachstum über oberflächennah strukturierte Elemente. Die in Silicium geätzten Gruben haben eine Tiefe bis zu 200  $\mu\text{m}$  und werden mit einer AlN-Schicht von einigen 100 nm beschichtet. Eine Analyse der AlN-Struktur mit den Methoden der XRD ist nicht möglich, da die kleinen Flächen der Grubenseitenwände oder des Grubenbodens nicht selektiv mit der Röntgenstrahlung untersucht werden können. Aus diesem Grund bietet hier nur die REM-Untersuchungen der Schichtmorphologie und der Bruchkanten an solchen Kantenübergängen der Gruben eine Analysemöglichkeit.

Bei der Analyse der Struktur der über die Siliciumkante abgeschiedenen AlN-Schicht mittels hochauflösten REM-Aufnahmen zeigt sich, dass der Übergang von der ebenen Substratoberfläche auf die unter ca.  $55^\circ$  geneigte Seitenwand der Kavität (konvexe Kante) ohne Löcher oder Risse in der Schicht erfolgt. Der zweite Übergang von der geneigten Seitenwand zur ebenen Bodenfläche der Kavität (konkave Kante) zeigt ebenfalls eine ununterbrochene AlN-Schichtstruktur. Diese beiden Übergänge sind in Abbildung 3.23 im Detail dargestellt.

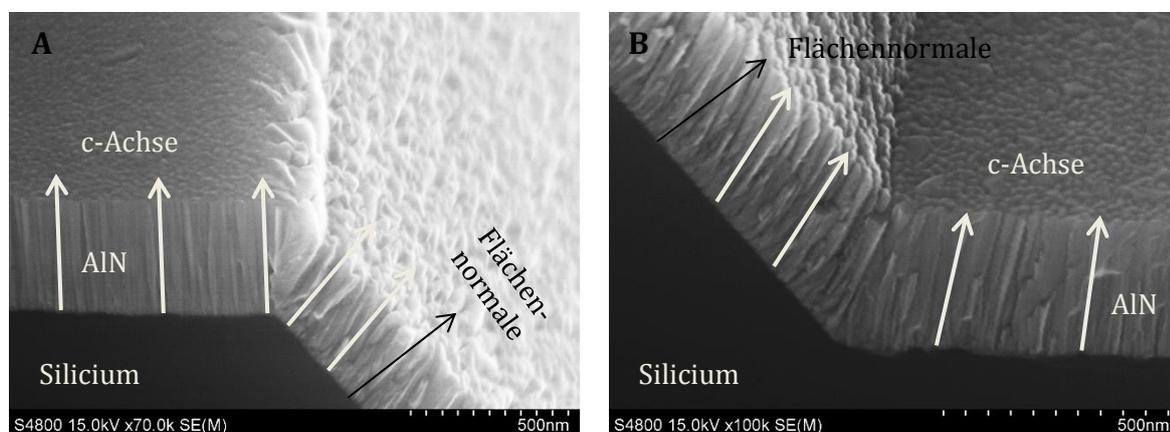


Abbildung 3.23: Struktur der AlN-Schicht beim Überzug einer konvexen (A) und einer konkaven Kante (B) wie sie typischerweise bei nasschemisch, anisotrop in Silicium geätzten Kavitäten vorliegen

Weiterhin ist ersichtlich, dass auf der beschichteten Kavitätenwand eine leichte Verkipfung der c-Achse weg von der Oberflächennormale hin zur Einfallrichtung der einfallenden Teilchen existiert. Zusätzlich festzustellen ist, dass sich beim Übergang der aufgewachsenen AlN-Schicht über die konvexe Kante die zu den jeweiligen Flächen ausgerichteten c-Achsen miteinander verschränken. Dadurch werden die  $\langle 100 \rangle$  bzw.  $\langle 110 \rangle$  Ebenen des hexagonal kristallisierten AlN mit ihren schroffen Erscheinungsbild sichtbar. (vgl. Abbildung 3.23 A)

Eine genauere Betrachtung der unterschiedlichen mit AlN beschichteten Siliciumflächen mittels REM bestätigt, dass auf allen Flächen eine c-Achsentextur in der AlN-Dünnschicht vorliegt. Dies ist in den Detailaufnahmen in Abbildung 3.24 aufgrund der dominierenden kugelförmigen Oberflächenstruktur deutlich zu erkennen. Die vereinzelt auftretenden schroffen Kristallitköpfe an der Schichtoberfläche können von Kristalliten mit leicht zur Oberflächennormalen verkippter c-Achse her rühren. Es handelt sich dabei um (101), (102) oder (103)-Orientierungen. Solche minimalen Nebenorientierungen sind für die mittels gepulster DC-Anregung hergestellten AlN-Schichten bereits in Abschnitt 3.3.2 aufgefallen und erklärt worden.

Da dieser kleine Anteil an Fehlorientierungen minimal ist, sollte die strukturelle Voraussetzung für piezoelektrische Schichteigenschaften dieser Schichten gegeben sein. Zur Bestätigung dieser Aussage wird an dieser Stelle auf Kapitel 7 mit dem Unterpunkt „AlN-Pyramidenmembranen als taktile sensitive Elemente“ verwiesen.

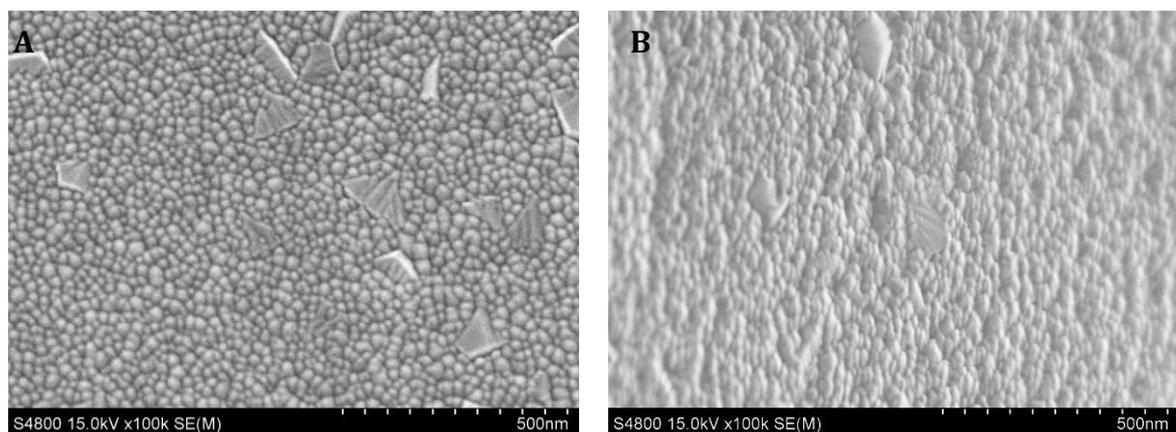


Abbildung 3.24: Detailaufnahmen der Morphologie der AlN-Schichten auf der unstrukturierten Siliciumoberfläche (A) und der Seitenwand einer KOH-Grube (B), auf beiden Aufnahmen ist die für die c-Achsentextur typische Morphologie erkennbar

Durch diese hier vorgestellte und untersuchte Beschichtung der vorstrukturierten Siliciumsubstrate mit dünnen AlN-Schichten und einer anschließenden lokalen Entfernung des Siliciums von der Substratrückseite, ist es möglich selbsttragende, dreidimensionale AlN-Membranen herzustellen. Das Siliciumsubstrat wird dazu vorab mittels nasschemisch, anisotropen Ätzen in verdünnter Kaliumhydroxid-Lösung (KOH) gezielt strukturierte. Die Prozessabfolge zur Herstellung dieser Membranelemente wird in Abbildung 3.25 vorgestellt und folgt nach der AlN-Beschichtung dem gleichen Schema wie der im Anhang A1 zusammengefassten Standardroutine zur Herstellung von ebenen, selbsttragenden AlN-Membranen.

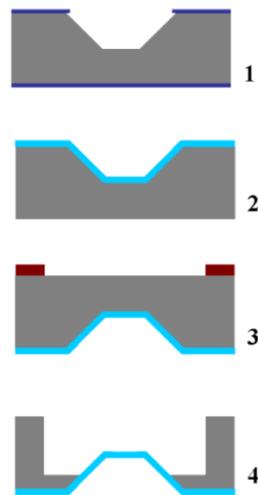


Abbildung 3.25: Prozessabfolge zur Herstellung von pyramidenförmigen, dreidimensionalen AlN-Membranen, 1 - Vorstrukturierung des Si-Substrates, 2 - AlN-Beschichtung des strukturierten Substrates, 3 - Strukturübertragung auf die Substratrückseite und 4 - Freistellung der 3D-AlN-Membran

Aufgrund der durch die Siliciumstrukturierung vorgegebenen Grubengeometrie entstehen bei der Freistellung der AlN-Dünnschichten pyramidenförmige Membranelemente. Die als konform und stabil eingestufteten Kantenübergänge ermöglichen, wie bereits beschrieben, die Freistellung dieser dreidimensionalen Membranen. Das Ergebnis dieser Freistellung ist in Abbildung 3.26 an zwei Membranelemente in Pyramidenform visualisiert. Eines der beiden Elemente hat aufgrund intrinsischer Druckspannungen in der AlN-Schicht seine Deckfläche verloren. Dadurch lässt sich das vorliegende Verhältnis von Membrandicke zu der dreidimensionalen Ausdehnung der Membran gut erfassen. Die Dimensionen der Pyramidenmembranen lassen sich wie folgt zusammenfassen. Einer quadratischen Ausdehnung von ca. 200  $\mu\text{m}$  Kantenlänge in der Ebene stehen eine vertikale Ausdehnung von ca. 160  $\mu\text{m}$  und eine Membrandicke von nur 500 nm gegenüber.

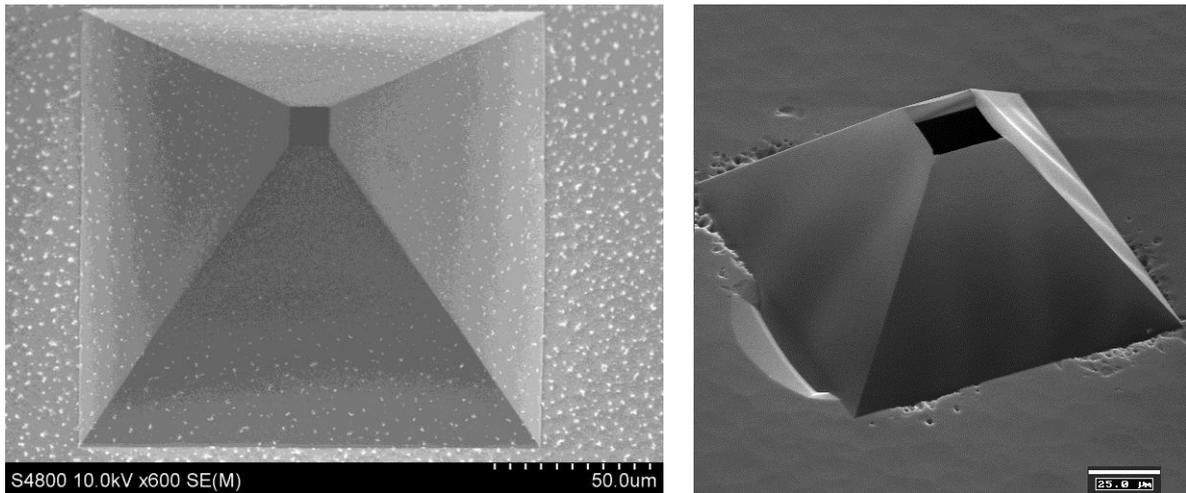


Abbildung 3.26: REM-Aufnahmen zweier 3D-AlN-Membranen bestehend aus 500 nm dünnen AlN-Schichten bei lateralen Dimensionen von ca. 200  $\mu\text{m}$  und vertikaler Ausdehnung von ca. 160  $\mu\text{m}$ , im rechten Teil der Abbildung fehlt der Pyramidenmembran die Deckfläche und das Verhältnis Membrandicke zu dreidimensionaler Ausdehnung wird sichtbar

Der wichtigste Faktor bei der Herstellung von dreidimensionalen Pyramidenmembranen aus AlN-Dünnschichten ist die bereits bei den ebenen Membranen festgestellte chemische Stabilität des AlN in der fluorhaltigen Plasmachemie beim Trockenätzen des Siliciums. Somit bleibt die Spitze der Pyramide, die als erstes freigestellt ist, stabil im Plasma stehen, bis im Silicium die gewünschte Tiefe für die Freistellung der Membran erreicht ist. Die mechanische Stabilität des AlN-Membranmaterials trägt zudem dazu bei, dass auch bei fortschreitender Freistellung die Membran nicht bricht. Der Aspekt der mechanischen Stabilität wird nachfolgend im Kapitel mechanische Eigenschaften von AlN-Dünnschichten anhand von ebenen AlN-Membranen untersucht und quantifiziert.

Mit diesen neuartigen Pyramidenmembranen bestehend aus nur 500 nm AlN-Dünnschicht ist es erstmals gelungen AlN-Membranen auch in dreidimensionaler Ausführung herzustellen. Nach der Vorstellung dieser Strukturen in diesem Kapitel, wird in Kapitel 7 dieser Arbeit ein interessanter Ansatz zu einer Funktionalisierung der Pyramidenmembranen vorgestellt und diskutiert.

# 4 Mechanische Eigenschaften von AlN-Dünnschichten

Unter dem Begriff mechanische Eigenschaften dünner Schichten lassen sich mehrere Kennwerte zusammenfassen. Zu denen von Volumenmaterialien bereits bekannten Größen wie E-Modul, Zug- bzw. Bruchfestigkeit und Härte sind bei der Betrachtung von Dünnschichten noch die mechanische Schichtspannung und der Schichtspannungsgradient mit einzubeziehen. Letzterer beschreibt dabei eine sich ändernde mechanischen Schichtspannung über die Dicke der Schicht. Für die in dieser Arbeit untersuchten AlN-Dünnschichten stellen im Rahmen der mechanischen Schichtcharakterisierung die mechanische Schichtspannung und der E-Modul die Untersuchungsgegenstände dar. Diese beiden Größen ermöglichen es, bereits im Designprozess AlN-basierte Funktionsstrukturen für Mikrosysteme möglichst realitätsnah zu beschreiben.

Das Kapitel zu den mechanischen Schichteigenschaften startet mit einer allgemeinen Einführung in die Thematik der mechanischen Schichtspannung und stellt den Aspekt der Anisotropie des E-Moduls vor. Darauf folgt die Zusammenfassung etablierter Verfahren zur Bestimmung mechanischer Dünnschichteigenschaften. Anschließend werden die angewendeten Verfahren zur Identifikation von Schichtspannung und E-Modul detailliert dargestellt. Abschließend findet die Vorstellung der Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung von gesputterten AlN-Dünnschichten statt. Zusätzlich werden die resultierenden Zahlenwerte in Relation zu bisher publizierten Daten gesetzt.

## 4.1 Schichtspannung und Elastizitätsmodul

### 4.1.1 Mechanische Verspannung dünner Schichten

Dünnschichten auf Substraten sind meist mechanisch verspannt. [88] Die Kenntnis des Spannungszustandes ist für viele Anwendungen zwingend erforderlich, da die Verspannung der Schichten einen maßgeblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines komplexen Mikrosystems ausübt. Abhängig vom Anwendungsfall müssen Dünnschichten nahezu spannungsfrei herstellbar sein oder sollen mit einer definierten mechanischen Schichtspannung vorliegen.

Positive Spannungswerte stehen für zugverspannte und negative Spannungswerte für druckverspannte Schichten. Schichtspannungen, die deutlich im GPa-Bereich liegen, können zum Ablösen der Schichten von den Substraten führen. Sehr hohe Schichtspannungen können zudem eine starke Wölbung des Substrates hervorrufen, die nachfolgende Schritte eines Prozessdurchlaufes zur Herstellung eines Mikrosystems oder eines Halbleiterbauelementes erschwert bzw. unmöglich macht.

Mechanische Schichtspannungen lassen sich in extrinsische und intrinsische Komponenten unterteilen. Extrinsische Spannungen beruhen auf der Differenz zwischen den thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  von Schicht- und Substratmaterial und werden daher auch als thermische induzierte Spannungen bezeichnet. Liegt eine solche Differenz der Ausdehnungskoeffizient vor und besteht eine Temperaturdifferenz zwischen dem Zustand bei der Spannungsanalyse und der Schichtabscheidung, dann sind thermisch induzierte Schichtspannungen vorhanden. Abscheideprozesse von dünnen Schichten werden meist bei gegenüber Raumtemperatur erhöhten Temperaturen durchgeführt. Die beschichteten Substrate kühlen anschließend wieder auf Raumtemperatur ab. Die so entstehenden thermisch induzierten Spannungen lassen sich nach Formel 4.1 berechnen. Der Index f steht dabei für Kennwerte der Schicht (englisch: film) und der Index s für Kennwerte des Substrates.

$$\sigma_{th} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \cdot (\alpha_f - \alpha_s) \cdot \Delta T \quad (4.1)$$

Bei den intrinsischen Spannungen handelt es sich um strukturell induzierte Schichtspannung in kristallinen Schichtmaterialien. Diese resultieren aus der Anpassung der kristallinen Struktur der Schicht an die des Substrates, der kristallinen Struktur der Schichten selbst und möglicher in die Schicht eingebauter Verunreinigungen. Diese Verunreinigungen können zu Fehlstellen im Kristallgitter führen und somit Stress induzieren. Es besteht die Möglichkeit die intrinsischen Spannungen durch eine gezielte Temperaturbehandlung zu beeinflussen. Die Temperaturbehandlung kann Kristallisation, Kornwachstum, Schwund von Fehlstellen oder Reduzierung von Poren bewirken. Es kann dadurch zu einem „Heilungsprozess“ des Kristallgitters und damit verbunden zum Abbau von intrinsischen Schichtspannungen kommen.

Für die polykristallinen AlN-Schichten lässt sich nach dem Korngrenzen-Relaxations-Modell von Finegan und Hoffman [89] eine mechanische, intrinsische Zugspannung voraussagen. Dies ist begründet im Zusammentreffen einzelner Kristallite beim Schichtwachstum und der dabei entstehenden interatomaren Anziehungskräften. Diese Anziehungskräfte sorgen global betrachtet für eine Zugverspannung der polykristallinen Schicht. [64] Abbildung 4.1 stellt diesen beschriebenen Zusammenhang grafisch dar. Die kleinen, roten Pfeile repräsentieren dabei die interatomaren Anziehungskräfte zwischen zwei aneinander grenzenden Kristalliten im Verlaufe ihres Wachstums.

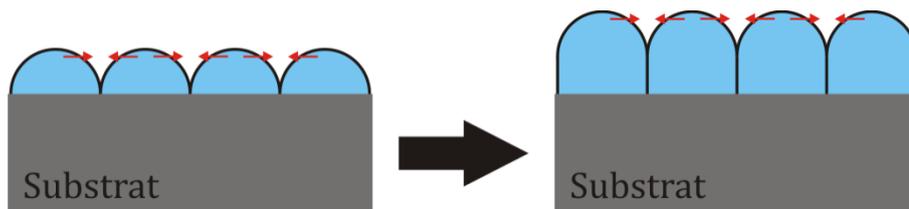


Abbildung 4.1: Visualisierung der Entstehung von intrinsischen Zugspannungen in polkristallinen Dünnschichten nach dem Modell von Finegan und Hoffman [89]

Druckspannungen in polykristallinen Dünnschichten lassen sich durch den Einbau von Verunreinigungen und den Beschuss mit hochenergetischen Partikeln erklären. [64] Bei den Verunreinigungen kann es sich um Sauerstoff, Wasserstoff oder Wasser handeln. Diese Verunreinigungen spielen eine Rolle, wenn kein oder nur schwaches Partikelbombardement auf die wachsende Schicht einwirkt. Dann entsteht eine poröse Schichtstruktur, in der sich diese Verunreinigungen einlagern und unter Umständen sogar zu einer lokalen Oxidation der Schicht führen können. Diese Einlagerung bzw. lokale Oxidation kompensiert die in der porösen Schicht vorherrschende leichte Zugspannung [63] und ist in der Lage die Schichtspannung in den Druckspannungsbereich zu verschieben. Dieser Effekt ist ebenfalls im Rahmen der Diskussion zur Schichtmorphologie in Kapitel 3 erörtert worden.

Bei Entstehung von Druckspannungen durch den Beschuss mit hochenergetischen Partikeln kommt es zu einem Verschieben der Schichtatome von Ihrer energetischen Gleichgewichtsposition und einer zunehmenden Verdichtung der Schichtstruktur. [64] In der Beschichtungspraxis haben die Sputterleistung, der Prozessgasdruck und die Art der Sputterionen einen Einfluss auf die Stärke des sich einstellenden Partikelbeschusses der wachsenden Schicht. Darüber hinaus muss ein sich einstellendes oder vorgegebenes Potential am Substrat (auch als Substrat-BIAS bezeichnet) berücksichtigt werden, welches eine zusätzliche Beschleunigungswirkung auf geladene Partikel hin zum Substrat ausübt.

Die Verspannung dünner Schichten kann nach der Herstellung messtechnisch bestimmt werden. Dabei ist es aber nur möglich die gesamte sich aus extrinsischer und intrinsischer Komponente zusammensetzende Schichtspannung zu quantifizieren. Da die Technik in den für diese Arbeit genutzten Beschichtungsanlagen keine Möglichkeit bietet, die Substrattemperatur während des Prozesses direkt auf der Substratoberfläche zu messen, kann die thermisch induzierten Spannung in den AlN-Schichten nicht exakt nach Gleichung 3.1 berechnet werden. Der intrinsische Anteil der mechanischen Schichtspannung kann seinerseits nicht über physikalische Zusammenhänge abgeschätzt bzw. berechnet werden. Wenn folgend Aussagen zur mechanischen Spannung in den AlN-Dünnschichten getroffen werden, handelt es sich immer um die Summe aus extrinsischer und intrinsischer Spannungskomponente.

Um einen Eindruck davon zu bekommen welcher Stressanteil dominant ist, soll hier trotzdem kurz ein grober Überschlag zur thermisch induzierten Spannung angeführt werden. Ausgehend von den Materialparametern für die thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha_{\text{AlN}} = 5.3 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  und  $\alpha_{\text{Si}} = 2.6 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  bei Raumtemperatur und der Annahme des biaxialen Modul  $E_{\text{AlN}}/(1-\nu_{\text{AlN}}) = 420 \text{ GPa}$  ergeben sich für eine Temperaturdifferenz von  $280^\circ\text{C}$  bzw.  $380^\circ\text{C}$  thermisch induzierte Spannungen von ca. 320 MPa bzw. 430 MPa. Daraus wird ersichtlich, dass unter exklusiver Berücksichtigung der thermisch induzierten Spannung immer Zug in der AlN-Schicht vorherrscht. Verglichen mit den im weiteren Verlauf des Kapitels experimentell bestimmten Schichtspannungswerte zeigt die Größenordnung von einigen 100 MPa, dass die thermisch induzierte Spannung einen signifikanten Anteil an der Verspannung der dünnen AlN-Schichten hat. Dennoch ist es, wie sich zeigen wird, möglich diese thermisch Spannung zu kompensieren und sogar druckverspannte AlN-Dünnschichten herzustellen. Außerdem können Schichtspannungswerte deutlich über 500 MPa erzielt werden, also eine deutliche Erhöhung der Schichtspannung erzielt werden. Auch spielt das Partikelbombardement der wachsenden Schicht eine wesentliche Rolle für das Maß der sich einstellenden Verspannung der AlN-Dünnschichten.

### 4.1.2 Anisotropie des Elastizitätsmoduls

Die Anisotropie beschreibt die Richtungsabhängigkeit von bestimmten Materialeigenschaften. Begründet ist die Anisotropie bei kristallinen Materialien in der asymmetrischen Kristallstruktur. Die Anisotropie des Elastizitätsmoduls wird über die Matrix bzw. Tensor der Steifigkeitskonstanten  $C_{ij}$  ausgedrückt. Für AlN in seiner hexagonalen Wurtzitstruktur existieren fünf unabhängige Steifigkeitskonstanten, die wie folgt im Tensor der Elastizität dargestellt werden können. Die nur teilweise bzw. redundante Besetzung des Tensors dargestellt in (4.2) ist auf die Symmetriebedingungen des vorliegenden hexagonalen Kristallgitters zurückzuführen. [90] Grundlage dafür ist die bereits in Kapitel 3 eingeführte Raumgruppe  $C_{6v}$ .

$$C_{ij} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \quad (4.2)$$

Die Bestimmung der einzelnen Elastizitätskonstanten kann über eine Berechnung basierend auf den Bindungsenergien im Kristall [91] erfolgen oder experimentell mittels Raman-Spektroskopie, Brillouin-Spektroskopie oder Analyse der Ausbreitungsgeschwindigkeit von Oberflächenwellen durchgeführt werden. [90, 92,93]

Aufgrund der c-Achsentextur der AlN-Dünnschichten kann basierend auf den elastischen Konstanten der biaxiale Modul für die (001)-Ebene (zur c-Achse orthogonal liegenden Ebene) berechnet werden. Der Umstand, dass in dieser Ebene die Steifigkeit isotrop, also der E-Modul konstant ist [94], vereinfacht die mechanische Beschreibung von c-Achsentexturierten AlN-Dünnschichten. Die Berechnung des biaxialen Moduls  $E/(1-\nu)$  der (001)-Ebene für dünne Schichten mit hexagonaler Kristallstruktur kann gemäß Gleichung 4.3 erfolgen. [95] Unter Verwendung des durch Thokala [95] angegebenen Wertes für die Poissonzahl  $\nu = 0,287$  für die (001)-Ebene im AlN-Wurtzitkristall gelingt die Überführung des biaxialen Modul zum E-Modul.

$$\frac{E}{1-\nu} = C_{11} + C_{13} - \frac{2 \cdot C_{13}^2}{C_{11} + C_{12}} \quad (4.3)$$

Formel 4.3 ermöglicht es den in diesem Kapitel experimentell bestimmten Wert für den biaxialen Modul in Relation zu den Werten des biaxialen Moduls basierend auf den elastischen Konstanten aus Literaturstellen zu setzen. Dieser Vergleich erfolgt am Ende dieses Kapitels und ist in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

## 4.2 Bestimmung mechanischer Dünnschichteigenschaften

### 4.2.1 Vorstellung geeigneter, etablierter Verfahren

Da es nicht möglich ist die mechanischen Kennwerte von Volumenmaterialien auf Dünnschichtmaterialien zu übertragen, kann kein sinnvoller Vergleich zwischen einer AlN-Volumenkeramik und einer polykristallinen AlN-Dünnschicht gezogen werden. Aus diesem Grund werden die relevanten Schichtkennwerte mechanische Verspannung und E-Modul experimentell bestimmt. Dazu existiert eine Reihe von Testmethoden. Zu diesen Verfahren zählen unter anderem der Bulge-Test (im deutschen Sprachgebrauch auch als Beultest bezeichnet) [96, 97], statische Teststrukturen deren Verformung analysiert wird [98], der  $\mu$ -Biegetest [99, 100], der  $\mu$ -Zugversuch [101], der M-Test [102] und die Technik der Nanoindentation. [103]

Tabelle 4.1 stellt diese Verfahren zusammen mit den jeweils damit bestimmbaren Materialkennwerten dar. Die aufgelisteten Verfahren ermöglichen es Informationen über die lokalen, mechanischen Schichteigenschaften zu erhalten. Dazu müssen außer beim Verfahren der Nanoindentation spezielle Mikrostrukturen hergestellt werden. Aufgrund unterschiedlicher Strukturierungsmöglichkeiten können nicht mit jedem Schichtmaterial alle benötigten Mikrostrukturen erstellt werden. Somit muss je nach Einzelfall die Einsatzmöglichkeit des jeweiligen Verfahrens geprüft werden.

Tabelle 4.1: Zusammenstellung der Analyseverfahren zur Bestimmung lokaler, mechanischer Schichtkennwerte

Mech. Kennwert	Analyseverfahren					
	Bulge-Test	Statische Strukturen	$\mu$ -Biege-Test	$\mu$ -Zug-Versuch	M-Test	Nano-indentation
<b>Dehnung</b>	X	X	X	X	X	
<b>Schichtspannung</b>	X	X		X	X	
<b>Spannungsgradient</b>		X		X		
<b>E-Modul</b>	X		X	X	X	
<b>Poissonzahl</b>	X					
<b>Biaxialer-Modul</b>	X					
<b>Bruchfestigkeit</b>	X		X	X		X
<b>Härte</b>				X		X

Neben den bereits vorgestellten Verfahren zur Bestimmung der lokalen, mechanischen Dünnschichtkennwerte existiert mit der Waferkrümmungs-Messung vor und nach der Beschichtung eine Methode zur Bestimmung der globalen Schichtspannung. Die Analyse der Messergebnisse erfolgt mittels der Stoney-Gleichung [104] und stellt ein einfaches und schnelles Verfahren zur Quantifizierung der Schichtspannung direkt im Herstellungsprozess komplexer Systeme dar. Die Einfachheit ist darin begründet, dass keine Strukturierung der Dünnschicht erforderlich ist. Aufgrund der unkomplizierten Anwendung kommt diese Technik in dieser Arbeit auch zum Einsatz, um die Beeinflussbarkeit der Schichtspannung durch die Sputterparameter während der Prozessentwicklung von c-achsenorientierten AlN-Schichten zu untersuchen.

In den nun folgenden Ausführungen werden die in Tabelle 4.1 dargestellten Methoden zur lokalen Bestimmung mechanischer Schichteigenschaften kurz einzeln vorgestellt.

Für das auch beim makroskopischen Materialtest angewendete Verfahren Bulge-Test [105] wird im miniaturisierten Maßstab eine Dünnschichtmembran benötigt. Die Membran muss dazu rückseitig vom Substratmaterial befreit und an mindestens zwei Außenkanten fest mit Substrat verbunden sein. In der Mehrzahl der Fälle ist die Membran allseitig eingespannt. Beim Bulge-Test wird die Auslenkungscharakteristik der Membran in Abhängigkeit eines angelegten Differenzdruckes aufgenommen. Mit einem analytischen Modell lassen sich mit Hilfe dieser Druckwerte, der gemessenen, maximalen Membranauslenkung und den Geometrieparametern der Membranen die mechanischen Kenngrößen bestimmen. Dabei handelt es sich hauptsächlich um mechanische Schichtspannung und biaxialen Modul des Membranmaterials.

Werden statisch verformten Teststrukturen eingesetzt, können durch die Analyse deren Verformung im freigestellten Zustand Rückschlüsse auf die mechanische Schichtspannung und den Spannungsgradienten gezogen werden. Die Schichtspannung kann im Fall von Druckspannungen mittels zweiseitig eingespannten Balken [106] oder im Fall von Zugspannungen mittels sogenannten „Guckelschen-Ringen“ [107] in eine entsprechende Verformung transformiert werden. Der Spannungsgradient entfaltet seine Wirkung nach der Freistellung einseitig eingespannter Balken über deren Deformation heraus aus bzw. hinein in die Substratebene. [108] Durch eine geometrische Kaskadierung mehrerer gleichartiger Strukturen kann anhand der Analyse bis zu welcher Teilstruktur eine Auslenkung besteht, eine grobe quantitative Bestimmung der mechanische Kennwerte erfolgen.

Beim  $\mu$ -Biegetest wird ein freigestelltes, einseitig oder zweiseitig eingespanntes Balkenelement mit einer Punktlast belastet. Durch die Vermessung der Auslenkungscharakteristik kann über die anliegende Kraft auf die mechanischen Schichteigenschaften rückgeschlossen werden.

Einseitig eingespannte Balkenelemente können für den  $\mu$ -Biegetest nur eingesetzt werden, wenn in der Dünnschicht kein Gradientenstress vorliegt.

Mit dem  $\mu$ -Zugversuch können neben Aussagen zum Spannungszustand auch die Versagenskennwerte des Materials extrahiert werden. Hierzu sind wie bei den statisch verformbaren Teststrukturen oder dem  $\mu$ -Biegeversuch freigestellte und strukturierte Schichtelemente nötig. Für die Auslegung des  $\mu$ -Zugversuches gibt es zwei Varianten. Die einfache Variante nutzt die vorliegende mechanische Zugspannung in der Dünnschicht aus. [109] Dabei ist die Teststruktur geometrisch so auszulegen, dass die aufgrund der Zugspannung induzierte Dehnung in der Teststruktur über die Streckgrenze des Materials hinaus geht und somit das Reißen dieser provoziert. Hierbei können ebenfalls durch eine geometrische Kaskadierung der Elemente unterschiedliche Dehnungen in den einzelnen Elementen bei einer für Beschichtungsprozess spezifischen Zugspannung erzielt werden. Bei der zweiten Variante des  $\mu$ -Zugversuches wirkt die Zugkraft von außen auf die Teststruktur. Dies kann einmal über den Einsatz der Apparate für den klassischen Zugversuch erfolgen. [110] Ein weiterer Ansatz zur externen Ankoppelung der Zugkraft ist die Integration von Mikroaktoren, die entsprechend angesteuert an einer Teststruktur ziehen können. [111] Über die eingekoppelte Zugkraft können die zu identifizierenden mechanischen Schichtkennwerte berechnet werden.

Der M-Test nutzt die elektrostatische Anziehungskraft zwischen zwei Elektroden. Dabei werden die Elemente elektrostatisch bis zum mechanischen Kontakt (dem elektrostatischen Pull-In) deformiert. Dadurch können die mechanischen Parameter von zuvor freistehenden Schichtelementen bestimmt werden. Voraussetzung dafür ist nicht nur die Freistellung der zu analysierenden Struktur, sondern auch die Integration von Elektroden zur Einprägung der elektrostatischen Auslenkung. Dieser Test eignet sich daher vorwiegend für Strukturen, die aufgrund ihres Aufbaus mit der entsprechenden elektrischen Funktionalität ausgestattet sind. An Silicium-Kondensatormikrofonen können beispielsweise mittels M-Test die mechanischen Eigenschaften der Mikrofonmembran untersucht werden.

Die Nanoindentation stellt eine miniaturisierte Variante eines klassischen Materialtestverfahrens dar. Durch das Eindrücken von sehr feinen Diamantspitzen in die Schicht können bei diesem Verfahren die Härte und der Eindringmodul dieser dünnen Schichten bestimmt werden. Allerdings eignet sich das Verfahren nicht für alle Materialien und Schichtdicken. Zum einen sollte die Eindringtiefe der Indenters 10% der Schichtdicke nicht überschreiten um den Einfluss des Substratmaterials zu minimieren.

Zum anderen kann bei polykristallinen, texturierten Schichten die Position der Diamantspitze nicht immer exakt nachvollzogen werden.

Somit können die Messwerte stark streuen je nachdem ob die Spitze auf einem Korn oder einer Korngrenze aufsetzt. Die Aufnahme von mehreren Messkurven an unterschiedlichen Punkten kann Informationen zur Streuung der Messwerte liefern. Außerdem muss beim Einsatz des Nanoindenters zur Charakterisierung von dünnen Schichten darauf geachtet werden, dass das Substrat härter ist als die Schicht, um bei stabilen Messwerten den Einfluss des Substrats zu minimieren.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass es gemäß der Einteilung in Tabelle 4.1 mit dem Bulge-Test, dem  $\mu$ -Zugversuch und dem M-Test nur drei Verfahren gibt, die es ermöglichen mechanische Schichtspannung und E-Modul gleichzeitig zu bestimmen. Da selbsttragende AlN-Membranen die Kernelemente der vorliegenden Arbeit darstellen, werden diese auch zur mechanischen Charakterisierung der AlN-Dünnschichten herangezogen. Aus diesem Grund stellt der Bulge-Test das zentrale Verfahren für die Charakterisierung der lokalen, mechanischen Schichteigenschaften dar. Die beiden anderen Verfahren  $\mu$ -Zugversuch und M-Test würden zudem einen höheren Aufwand bei der Probenpräparation erfordern. Ergänzend zum Bulge-Test wird die Bestimmung der globalen, mechanischen Schichtspannung mittels Waferkrümmungsmessung durchgeführt.

## 4.2.2 Angewendete Verfahren zur Bestimmung mechanischer Schichtkennwerte

Auf den folgenden Seiten werden die beiden angewendeten Verfahren zur Bestimmung der mechanischer Schichtspannung und des E-Moduls bei den vorliegenden AlN-Dünnschichten hinsichtlich ihrer theoretischen Zusammenhänge beschrieben. Daneben werden die verwendeten Messsetups vorgestellt. Es findet dazu die Unterteilung in die globale Schichtspannungsanalyse mittels Waferkrümmungs-Messung und die Analyse der AlN-Schichten hinsichtlich ihrer lokalen Schichtspannung und des E-Moduls mittels Bulge-Test statt.

### 4.2.2.1 Globale Spannungsanalyse mittels Waferkrümmungs-Messung

Da es für viele Prozesse und Anwendungen wichtig ist die Verspannung von dünnen Schichten zu kennen, hat sich die Methode der Waferkrümmungs-Messung als prozessbegleitende, inline Analyse etabliert. Mit diesem Verfahren lässt sich der globale Spannungszustand der Schicht direkt nach der Beschichtung ohne einen weiteren Bearbeitung- bzw. Strukturierungsschritt bestimmen. Anschließend kann der Wafer mit der Dünnschicht ohne Probleme weiter verarbeitet werden. Die in dieser Arbeit mit der Methode der Waferkrümmungs-Messung bestimmten globale Schichtspannung  $\sigma_0$  ist wie bereits erwähnt immer die Summe aus thermische induzierter Spannung und intrinsischer Spannung.

Die Methode der Waferkrümmungs-Messung geht zurück auf G.G. Stoney, der bereits im Jahre 1909 seine Betrachtungen zum biaxialen Stress in dünnen Schichten veröffentlicht hat. [104] Die nach ihm benannte Formel zur Bestimmung der globalen Schichtspannung setzt die Eigenschaften des Substratmaterials (Dicke  $d_s$ , E-Modul  $E_s$  und Querkontraktionszahl  $\nu_s$ ) mit der Dicke  $d_f$  der Dünnschicht und der Änderung der Waferkrümmung über die gemessenen Radien  $r_0$  und  $r_1$  in Relation. Die Formel 4.4 beschreibt diesen Zusammenhang. Dabei werden der E-Modul und die Querkontraktionszahl des Schichtmaterials vernachlässigt. Voraussetzung dafür ist, dass die Dicke der Schicht sehr viel kleiner ist als die Substratdicke.

$$\sigma_0 = \frac{1}{6} \cdot \frac{E_s}{1 - \nu_s} \cdot \frac{d_s^2}{d_f} \cdot \left( \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_0} \right) \quad (4.4)$$

Die Vermessung der Waferkrümmung kann sowohl berührungslos mit optischen Methoden, als auch mit einem taktil arbeitenden Profilometer durchgeführt werden. Die Grenzen des Modells von Stoney liegen in der Bestimmung von Spannungen nahe Null. Kleine Schichtspannungen (deutlich unterhalb 100 MPa auf Silicium Substraten) lassen sich aufgrund der nur noch geringen Krümmungsänderung des Substrates mit im Vergleich zum absoluten Messwert hoher Unsicherheit bestimmen.

Für die globale Spannungsanalyse finden in dieser Arbeit zwei Geräten Anwendung. Bei beiden wird die Waferkrümmung optisch gemessen. Das Tencor FLX 2908 ist ein kommerzielles Messsystem zur Bestimmung von mechanischen Spannungen in dünnen Schichten. Dieses Gerät nutzt einen scannenden Laserstrahl und positionssensitive optische Detektoren zur Ermittlung des Krümmungsradius eines Wafers. Die ermittelten Messkurven werden intern verrechnet und über die Waferdurchbiegung und den Waferradius der Krümmungsradius berechnet. Nach Einbeziehung der vom Anwender vorgegebenen Substratkenngrößen (Material und Dicke) und der Schichtdicke berechnet das Messsystem die vorliegende Schichtspannung gemäß der Gleichung 4.4.

Das zweite verwendete Gerät zur Schichtspannungsbestimmung ist das FRT MicroProf®. Dieses Gerät nutzt einen chromatischen Abstandssensor zur Bestimmung der z-Position einer Probe. Eine detailliertere Beschreibung des Messprinzips erfolgt in Abschnitt 4.2.2.2. Über einen 2-Koordinaten-Positioniertisch wird das Substrat während der Messung unter dem Sensor hinweg bewegt. Somit kann eine Waferoberfläche vermessen und anhand der Daten die vorliegende Waferkrümmung bestimmt werden.

Vorteil dieses Gerätes ist der direkte Zugriff auf die Messdaten. Die resultierende Messkurve wird anhand der zugehörigen Auswertesoftware mit einer Kreisfunktion approximiert und darüber der Krümmungsradius bestimmt. Außerdem ermöglicht eine Vergleichsfunktion die Differenzbildung zwischen beiden Oberflächenscans des Wafers vor und nach der Beschichtung. Durch diesen direkten Zugriff auf die Rohdaten kann eine einfache und schnelle Beurteilung der Ergebnisse der Waferkrümmung und damit der daraus berechenbaren Sichtspannung vorgenommen werden. So ist mit dem Einsatz dieses Gerätes klar zu erkennen, dass bei Schichtspannungen kleiner 100 MPa am Krümmungsprofil kein eindeutiger Radius mehr approximiert werden kann. Der Fehler in der Bestimmung der Spannung also sehr hoch sein wird. Aufgrund der einfachen und schnellen Beurteilung bezüglich der Vertrauenswürdigkeit des approximierten Krümmungsradius ist für die Bestimmung von Schichtspannungen im Bereich 100 MPa und darunter ausschließlich das FRT-Profilometer verwendet worden.

#### 4.2.2.2 Analyse von lokaler Spannung und E-Modul mittels Bulge-Test

Neben den globalen Werten für die mechanische Schichtspannung ist es von Interesse, eine mögliche prozessspezifische, lokale Abhängigkeit der Schichtspannung zu untersuchen. Das Verfahren des Bulge-Testes ermöglicht es neben der lokalen Schichtspannung auch den E-Modul zu bestimmen. In diesem Fall lässt sich der E-Modul jedoch nicht isoliert, sondern verknüpft mit der Querkontraktionszahl als biaxialer Modul bestimmen.

Folgend wird der theoretische Hintergrund zum Bulge-Test dargestellt. Anschließend wird das Messsetup für den Bulge-Test vorgestellt und die entwickelte Messroutine beschrieben.

Basis für die Bulge-Test-Experimente sind die hergestellten, selbsttragenden AlN-Kreismembranen. Für Kreismembranen gibt es zwei Möglichkeiten den Zusammenhang zwischen der statischen Druckbelastung der Membran und ihrer maximalen Auslenkung theoretisch zu beschreiben. In diesen Zusammenhang einbezogen sind außerdem die geometrischen Membranparameter und die mechanischen Materialparametern. Nach Vorgabe der Druckbelastung und Messung der geometrischen Membranparameter lassen sich mit der Bestimmung der maximalen Membranauslenkung die mechanischen Materialparameter extrahieren.

Eine Variante zur Herleitung des Belastungs-Auslenkungs-Zusammenhangs wurde von J.W. Beams [112] eingeführt und basiert auf einer rein geometrischen Beschreibung der Form der Auslenkung einer Kreismembran im belasteten Zustand. Beams' Formel ist in Gleichung 4.5 dargestellt und gilt für Kreismembranen, bei denen die Auslenkung und die Membrandicke sehr viel kleiner als der Radius ist. Die vollständige Herleitung dieses Zusammenhangs kann in Anhang A3 nachvollzogen werden.

Dabei stehen  $p$  für den Differenzdruck,  $d_{\max}$  für die maximale Auslenkung,  $t$  für die Membrandicke und  $r$  für den Membranradius.

$$\frac{p \cdot r^2}{d_{\max}} = \frac{8 \cdot d_{\max}^2 \cdot t}{3 \cdot r^2} \cdot \frac{E}{1 - \nu} + 4 \cdot t \cdot \sigma_0 \quad (4.5)$$

Als zweite Möglichkeit kann die Membrantheorie nach Timoshenko [113] zur Herleitung des Belastungs-Auslenkungs-Zusammenhangs herangezogen werden. Dabei wird das Prinzip der virtuellen Arbeit angewendet. Dieser Ansatz ist universell sowohl auf Kreismembranen, als auch auf rechteckige Membranen anwendbar. Da mit dem anisotropen Ätzen von Silicium als klassisches Mikrostrukturierungsverfahren Rechteckmembranen einfach herstellbar sind, ist dieser Ansatz in Publikationen zum Thema Bulge-Test häufig vertretenden. [96, 114 - 118]

Es finden sich aber auch eine Reihe von Literaturstellen, die den Ansatz von Timoshenko für Kreismembranen verfolgen. [119 - 121]

Wie bereits erwähnt, wird für die Herleitung des Zusammenhangs zwischen anliegendem Differenzdruck und Membranauslenkung das Prinzip der virtuellen Arbeit angewendet. Dieses besagt, dass alle Arbeiten verrichtet in einem elastischen Körper im Gleichgewicht stehen. Die Gesamtarbeit setzt sich dabei aus der von einer äußere Kraft generieren Arbeit  $W$  und aus der Formänderungsarbeit  $V$  zusammen. Wird das System von außen betrachtet, so wird bei einer virtuellen Verrückung keine Arbeit geleistet. Diesen Zusammenhang gibt Gleichung 4.6 wieder und beschreibt damit das Prinzip der virtuellen Arbeit. [115]

$$\delta(V - W) = 0 \quad (4.6)$$

Die Vorgehensweise bei der Herleitung des Belastungs-Auslenkungs-Zusammenhangs für Kreismembranen nach dem Prinzip der virtuellen Arbeit geschieht in folgender Reihenfolge. Zu Beginn müssen die horizontale Auslenkungsfunktionen  $w(r_i)$  und die radiale Auslenkungsfunktion  $u(r_i)$  gewählt werden. Anschließend erfolgen die Berechnung der Dehnungen in radialer und tangentialer Richtung  $\varepsilon_r$  und  $\varepsilon_t$ . Damit lassen sich die Formänderungsarbeit und zusammen mit der durch die äußere Kraft verrichtet Arbeit die Systemarbeit aufstellen. Abschließend erfolgt die Minimierung der potentiellen Energie des Systems nach dem Prinzip der virtuellen Arbeit. Als Ergebnis steht die Gleichung 4.7. Die Herleitung dieser Gleichung mit allen relevanten Einzelschritten kann ebenfalls im Anhang A 3 nachvollzogen werden.

$$p = C_1(\nu) \cdot \frac{t}{r^4} \cdot \frac{E}{1 - \nu} \cdot d_{max}^3 + C_2 \cdot \frac{t}{r^2} \cdot \sigma_0 \cdot d_{max} \quad (4.7)$$

Die Variable  $C_1(\nu)$  und die Konstante  $C_2$  lassen sich durch Kombination von Messung und FEM Simulationen bestimmen. Pan hat für  $C_1(\nu)$  den Wert 2,67 und für  $C_2$  den Wert 4 bestimmt. [120] Nach Umstellung der Gleichung 4.7 ergibt sich die in Gleichung 4.8 dargestellt Form, die ähnlich Gleichung 4.5 eine lineare Darstellung des Belastungs-Auslenkungs-Zusammenhangs ermöglicht. In dieser Darstellung lassen sich die Materialkennwerte biaxialer Modul und Schichtspannung aus einer linearen Gleichung extrahieren. Für deren Darstellung wird wie folgt substituiert  $y = \frac{p \cdot r^2}{d_{max} \cdot t}$  und  $x = \frac{d_{max}^2}{r^2}$ .

$$\frac{p \cdot r^2}{d_{max} \cdot t} = C_1(\nu) \cdot \frac{d_{max}^2}{r^2} \cdot \frac{E}{1 - \nu} + C_2 \cdot \sigma_0 \quad (4.8)$$

Darüber hinaus existiert die Möglichkeit mittels Kurvenfit an die grafische Darstellung der Messwerte der maximalen Membranauslenkung über den angelegten Differenzdruck die mechanischen Schichtparameter zu identifizieren. [116] In dieser Arbeit wird allerdings die lineare Darstellung zur Parameteridentifikation bevorzugt. Die Vorgehensweise bei dieser Art der Parameteridentifikation lässt sich anhand der Abbildung 4.2 beschreiben.

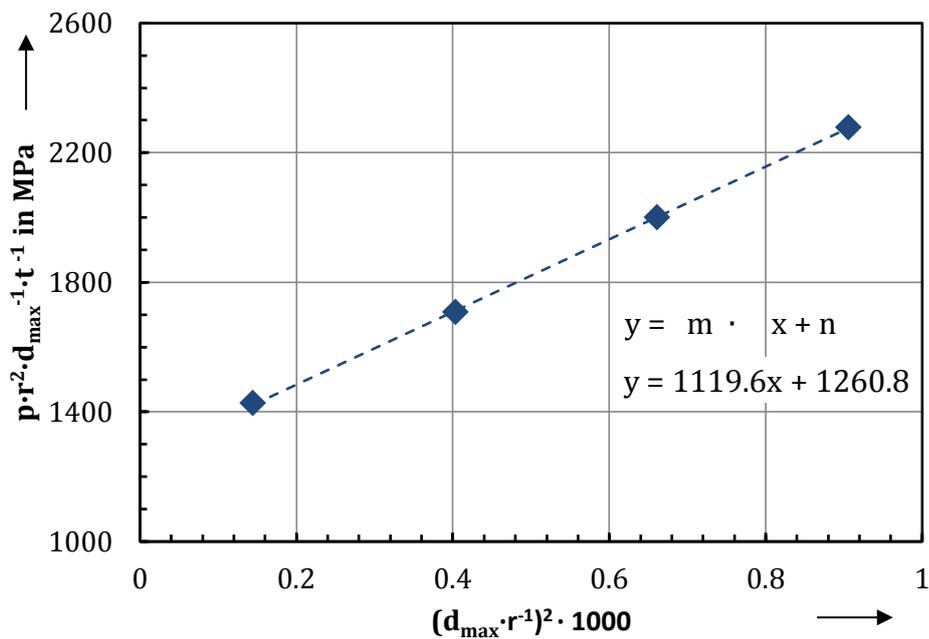


Abbildung 4.2: Darstellung der Messergebnisse der Bulge-Tests im linearen Zusammenhang nach Gleichung 4.8 zur Identifikation der mechanischen Schichtparameter

Die Identifikation der mechanischen Schichtparameter mithilfe der Geradengleichung stellt eine einfache und zuverlässige Analysemöglichkeit dar. Um die Zahlenwerte für Schichtspannung und biaxialen Modul in MPa bzw. GPa aus dem Geradenschnittpunkt mit der y-Achse und dem Anstieg zu erhalten müssen die Eingangsgrößen in folgenden Einheiten eingesetzt werden.

- Differenzdruck  $p$  in kPa
- Maximale Auslenkung  $d_{max}$  in  $\mu\text{m}$
- Membranradius  $r$  in  $\mu\text{m}$
- Membrandicke  $t$  in nm

Da es sich um eine zugeschnittene Größengleichung handelt, ist auf der y-Achse der Stress in MPa aufgetragen. Durch den Faktor 1000 eingerechnet in die Werte der Dehnung auf der x-Achse kann über den Anstieg der biaxiale Modul mit der Einheit GPa berechnet werden.

Abschließend zu der theoretischen Beschreibung für den Bulge-Test wird nun die entwickelte Messroutine vorgestellt. Die Vermessung des Membranprofils im ausgelenkten Zustand findet mit dem auch für die Waferkrümmungs-Messung verwendeten optischen Profilometer FRT MicroProf® statt. Wie bereits in Abschnitt 4.2.2.1 kurz vorgestellt, arbeitet das Gerät nach dem Prinzip der chromatischen, konfokalen Abstandsmessung. Bei dieser Abstandsmessung wird eine weiße Punktlichtquelle über eine nicht farbkorrigierte Linse fokussiert. Dabei werden die unterschiedlichen spektralen Anteile des Lichtes in unterschiedliche Ebenen fokussiert. Im reflektierten Spektrum des Lichtes gibt es einen Maximalwert, an dessen Wellenlänge der z-Abstand bestimmt wird. Diese Lichtfarbe kodiert für das System also eine diskrete Höheninformation. Zur Aufnahme einer Messtrecke wird die Probe mit Hilfe eines 2-Koordinaten-Positioniersystems unter dem Sensor verfahren.

Für die Messung mit diesem System sind gemäß dem Arbeitsprinzip gut reflektierende Proben am besten geeignet. Die Reflexion an den transparenten AlN-Membranen ist aber trotzdem ausreichend stark, um stabile Messdaten zu generieren. Beim Oberflächenscan muss darauf geachtet werden, dass stark geneigte Flächen zu keiner auswertbaren Reflektion mehr führen. Dies ist in der numerischen Apertur des optischen Systems begründet. Schräge Wände beispielsweise, hergestellt in einem anisotropen nasschemischen Siliciumätzprozess, mit einem typischen Winkel von  $\sim 55^\circ$  können nicht mehr vermessen werden. Somit ist auch bei den Membranen zu beachten, dass die Krümmungsradien der Auslenkung nicht zu klein werden. Für die vermessenen Kreismembranen mit Durchmessern größer gleich 1 mm wird bei der gewählten Differenzdruckbeaufschlagung der minimal messbare Krümmungsradius nicht erreicht.

Der Differenzdruck für die Membranauslenkung wird über eine geregelte Schlauchpumpe bereitgestellt. Diese ist mit einer Aufnahme verbunden, auf die der Siliciumchip mit der AlN-Membran geklebt ist. Es können maximale Differenzdruckwerte von 100 kPa erzeugt werden. Abbildung 4.3 stellt das beschriebene Messsetup der Bulge-Test Experimente grafisch dar. Für die Messungen werden maximale Druckwerte angelegt, die 50% des für die Membrangröße zu erwartenden, maximal tolerierbaren Differenzdrucks nicht überschreiten. Die maximale Druckbelastung der AlN-Membranen wurde im Vorfeld der Bulge-Test Experimente untersucht und hat bei 300 nm dünnen AlN-Membranen Werte zwischen 30 kPa und über 100 kPa ergeben. Der große Bereich ergibt sich aus den variierten Membrandurchmessern, die von 3 mm bis hin zu 1 mm reichen.

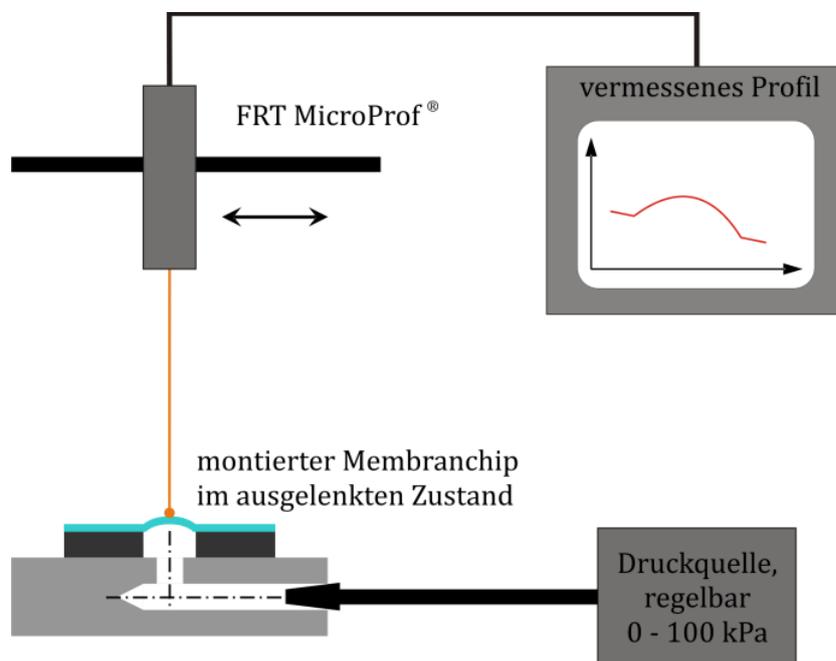


Abbildung 4.3: Setup der Bulge-Test Experimente mit AlN-Membranen

Für die Vermessung der Membranauslenkung ist eine Routine erarbeitet worden, die mögliche Ungenauigkeiten beim Einrichten der Messstrecke aufdecken und Störeinflüsse minimieren soll. Die Messroutine ist anhand des Flussdiagramms in Abbildung 4.4 visualisiert. Sie lässt sich in drei Schleifen (I, II und III) unterteilen. Die Schleife I und II werden für jede festgelegte Messstrecke durchlaufen. Die Schleife III folgt auf die erfolgreiche Absolvierung von I und II. Sie repräsentiert die Festlegung einer neuen Messstrecke für das gleiche Membranelement.

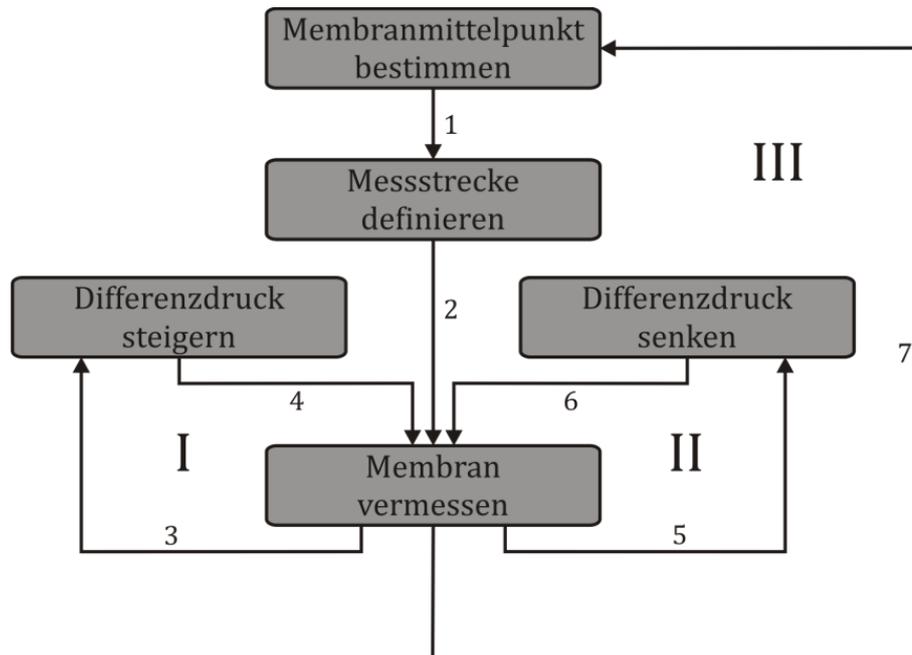


Abbildung 4.4: Ablaufplan der Bulge-Test-Routine

Zu Beginn jeder Messreihe steht die Bestimmung des Membranmittelpunktes, um die Messstrecke als Linie durch das Membranzentrum festlegen zu können. Da die einzelnen Membranen mehrfach vermessen werden, werden auch der Mittelpunkt und damit die Messstrecke mehrfach neu festgelegt. Das soll die Empfindlichkeit der Messung auf die Feinjustage der Scanstrecke herausstellen.

Die AlN-Membranen werden vor jeder Messreihe im nicht ausgelenkten Zustand vermessen. Verglichen wird diese Messung mit den Messungen in der Mitte und am Ende der Routine, die ebenfalls im unbelasteten Zustand aufgenommen werden. Durch dieses Verfahren lässt sich die Membran auf eine mögliche plastische Verformung während der Routine kontrolliert.

In Schleife I der Messroutine wird der Differenzdruck schrittweise erhöht und die Membran nach jeder Druckanpassung abermals vermessen. Die Steigerung des Differenzdrucks erfolgt in 5 kPa Schritten bis zum vorab festgelegten Maximalwert. Ist der Druck bis zum Maximalwert erhöht worden, wird er in der gleichen Anzahl von Stufen wieder gesenkt und dazwischen jeweils wieder das Membranprofil vermessen. Dieser Vorgang repräsentiert die Schleife II. Durch diese Art der Routine werden für die Druckwerte bis zum maximal angelegten Druck zwei Messkurven generiert (eine in Schleife I und eine in Schleife II).

Nach vollständiger Entlastung der Membran erfolgt die Vermessung der Membran im unbelasteten Zustand, was die Mitte der Routine darstellt. Anschließend werden die Schleifen I und II noch einmal durchlaufen. Unterschied zum ersten Durchlauf ist jetzt das Vorzeichen des Differenzdruckes. Durch die Aufnahme der Auslenkungscharakteristik in die zwei entgegengesetzten Richtungen soll ein möglicher struktureller Gradient in der membranbildenden Schicht sichtbar gemacht werden, der für eine unterschiedliche Deformationscharakteristik je nach Auslenkungsrichtung sorgt. Ist die Membran nach diesem Durchlauf durch die Schleifen I und II wieder unbelastet wird die dritte Messung im nicht ausgelenkten Zustand durchgeführt.

Dies stellt das Ende der Routine dar. Für die nächste Messung wird der Mittelpunkt neu bestimmt und die anschließend definierte Messstrecke wie beschrieben durchfahren. Eine dritte Messung wird dann mit einer senkrecht zu den ersten beiden Messstrecken stehenden Richtung festgelegt. Dadurch soll eine mögliche Anisotropie im Auslenkungsverhalten der Membran sichtbar werden. Bei Proben, die für die Parameteridentifikation herangezogen werden erfolgt noch ein vierter Durchlauf durch die Routine als Wiederholung der dritten Messung.

Um einen vollständigen Messzyklus bei einem Durchlauf durch die Routine zu visualisieren sind in Abbildung 4.5 exemplarisch die Auslenkungsprofile einer 2 mm durchmessenden Membran dargestellt. Zu erkennen ist die Druckerhöhung und Drucksenkung für eine Auslenkung in beide möglichen Richtungen. Das Auslenkungsprofil der Membran ist aufgrund der symmetrischen Geometrie der Kreismembran nur über die halbe Scanstrecke dargestellt. Die doppelte Vermessung für die einzelnen Druckwerte beim Auf- bzw. Abpumpen wird aus der Grafik nicht ersichtlich, da die Messkurven der entsprechenden Auslenkungen deckungsgleich verlaufen.

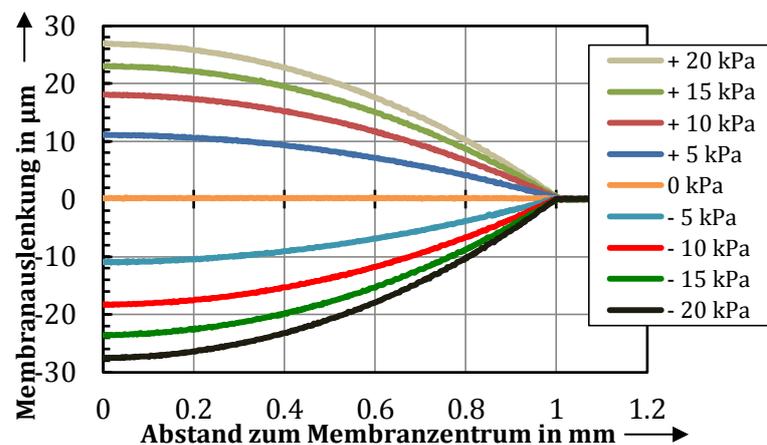


Abbildung 4.5: Zusammenstellung der gemessenen Auslenkungsprofile für eine Routine des Bulge-Tests an einer 2mm durchmessenden AlN-Membran

## 4.3 Ergebnisse der mechanischen Dünnschichtcharakterisierung

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung der AlN-Dünnschichten vorgestellt. Die Unterteilung der Ergebnisse findet nach mechanische Schichtspannung und E-Modul statt. Dabei sind für die Schichtspannung sowohl globale als auch lokale Werte verfügbar.

### 4.3.1 Schichtspannung in AlN-Dünnschichten

#### 4.3.1.1 Globale Schichtspannungsanalyse

Die mechanische Verspannung von gesputterten AlN-Dünnschichten wird durch alle Sputterparameter beeinflusst. [67, 75, 122, 123] Das primäre Ziel der Entwicklung des Sputterprozesses ist wie in Kapitel 3 beschrieben die c-Achsentextur in der AlN-Dünnschicht. Dadurch kann über die Sputterparameter nur bedingt Einfluss auf die mechanische Schichtspannung genommen werden ohne die c-Achsentextur zu beeinflussen. Einzig die Stickstoffkonzentration kann, wie in Kapitel 3 gezeigt, variiert werden ohne die Kristallstruktur signifikant zu beeinflussen. Bei der Messung der globalen Schichtspannung an Schichten, hergestellt mit unterschiedlichen Stickstoffkonzentrationen, stellt sich heraus, dass durch die Variation dieses Parameters eine Verschiebung der Schichtspannung um mehrere 100 MPa möglich ist.

Es ist sogar möglich wahlweise AlN-Schichten mit Druck- oder Zugspannung zu sputtern. Abbildung 4.6 zeigt die Charakteristik der mechanischen Schichtspannung in Abhängigkeit der Stickstoffkonzentration in der Sputteratmosphäre am Beispiel des HF-Sputterprozesses. Dargestellt sind drei Versuchsreihen. Die qualitativ gleiche Abhängigkeit konnte für AlN-Schichten hergestellt mit dem zweiten genutzten Sputterprozess mit gepulster DC-Anregung bestätigt werden.

Bei den Kennlinien 1 und 3 sind mehrfache Abscheidungen bei identischen Parametern auf Ihre Spannung hin analysiert worden. Wiederholmessungen an einer Schicht haben gezeigt, dass die Bestimmung von Schichtspannungen von größer als 100 MPa sehr wiederholgenau erfolgt. Aus diesem Grund werden die hohen Schwankungen der gemessenen Spannungen auf den Sputterprozess zurückgeführt.

Eine Analyse der Schichtspannungswerte aus der Kennlinie 3 beim Wert 0,6 für die Stickstoffkonzentration und aus der Kennlinie 1 bei einem  $C_{N_2}$ -Wert von 0,7 zeigt eine Abhängigkeit des Spannungswertes vom Hintergrunddruck in der Sputterkammer vor Start der Beschichtung. Abbildung 4.7 stellt diesen Zusammenhang grafisch dar.

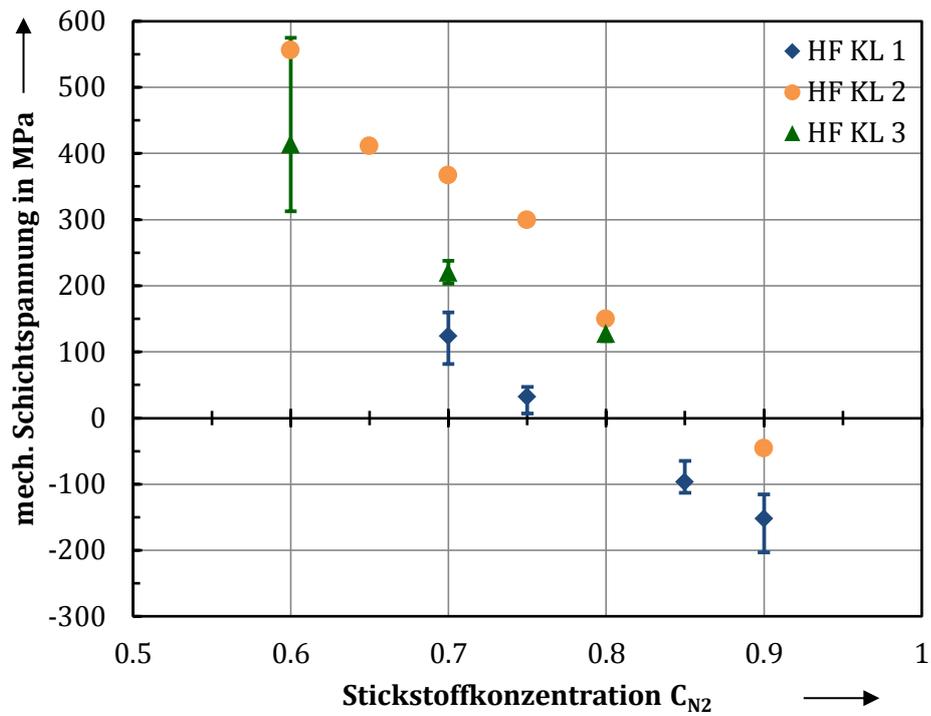


Abbildung 4.6: Kennlinien der mechanischen Spannung für HF gesputterte AlN-Schichten aus unterschiedlichen Versuchsreihen bei variiertes Stickstoffkonzentration (alle Schichten ~ 300 nm dick)

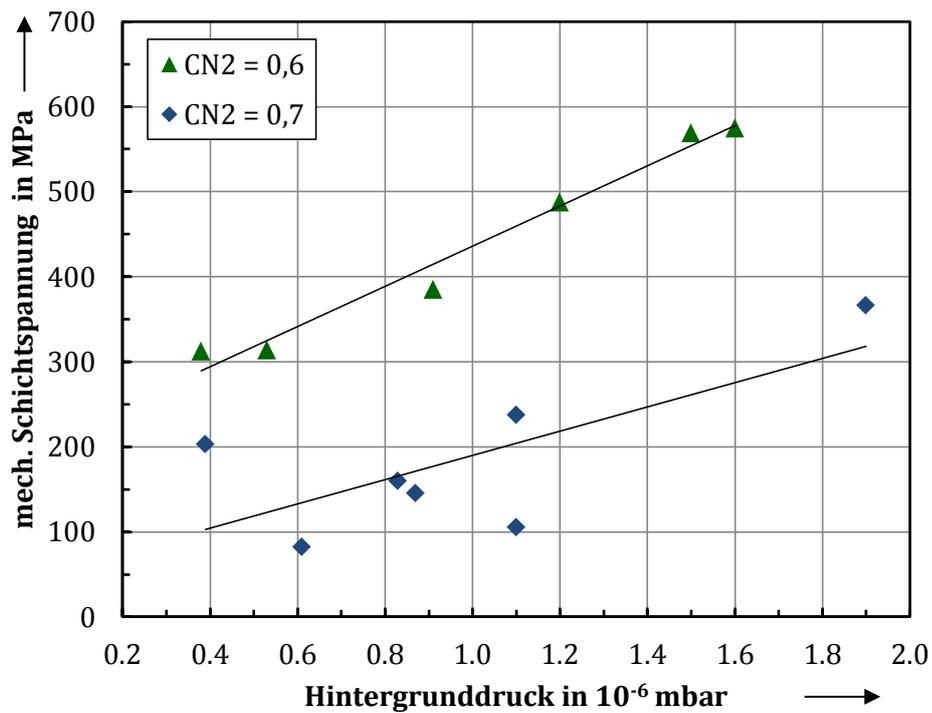


Abbildung 4.7: Verschiebung der mechanischen Schichtspannung bei konstanten Sputterparametern in Abhängigkeit des Hintergrunddruckes in der Anlage vor dem Start der Beschichtung

Zur Erklärung dieses Effektes kann der mit dem Hintergrunddruck verknüpfte Restgasgehalt herangezogen werden. Bei höherem Hintergrunddruck ist mehr Sauerstoff in der Reaktionsatmosphäre enthalten. Bei erhöhtem Sauerstoffanteil im Restgas wird auch entsprechend mehr Sauerstoff in die wachsende AlN-Schicht eingebaut. Ein erhöhter Sauerstoffanteil in der AlN-Schicht führt laut Vergara zu einer Reduzierung der Korngrößen. [124] Auch wenn Vergara keine Korrelation zwischen Sauerstoffverunreinigungen und Schichtspannungen in den AlN-Schichten festgestellt hat, lässt sich die hier identifizierte Abhängigkeit über die Korngrößenreduktion erklären. Eine feinkörnigere AlN-Struktur hat auf die gesamte Schicht bezogen eine höhere Anzahl von Korngrenzen. Gemäß dem in Abschnitt 4.1.1 vorgestellten Modell zur Entstehung von intrinsischen Zugspannungen in polykristallinen Schichten, kann der gestiegene Anteil von Korngrenzen für die gestiegene Zugspannung in den AlN-Schichten als Erklärung herangezogen werden.

Bei der zweiten verwendeten Sputteranlage spielt der Effekt der variablen Sauerstoffeinlagerung in die Schicht keine Rolle, da diese Anlage eine Probenschleuse besitzt. Somit wird dort nach einer Kammerkonditionierung bei gleichbleibendem, niedrigem Hintergrunddruck im  $10^{-7}$ mbar-Bereich gearbeitet und es kommt nicht zu starken Schwankungen im Hintergrunddruck zwischen zwei Beschichtungen.

#### **4.3.1.2 Schichtdickenabhängigkeit und Spannungsgradient**

Bisher sind nur Ergebnisse von AlN-Schichten mit vergleichbaren Dicken hinsichtlich des Einflusses der Stickstoffkonzentration auf die mechanische Schichtspannung vorgestellt worden. Weiterführende Untersuchungen haben eine Abhängigkeit der Schichtspannung von Dicke der AlN-Schichten aufgedeckt. Es stellt sich heraus, dass mit zunehmender AlN-Schichtdicke stärker zugverspannten Schichten erzeugt werden. Die Abhängigkeit, dargestellt in Abbildung 4.8, kann über einer logarithmischen Funktion angenähert werden. Um die Vergleichbarkeit der Schichten zu gewährleisten ist beim HF-Sputterprozess auf einen Hintergrunddruck in gleicher Größenordnung zu Beginn der Schichtabscheidung geachtet worden.

Als eine mögliche Erklärung für die zunehmend stärker verspannten AlN-Schichten bei Zunahme der Dicke, kann der identifizierte strukturelle Gradient über die Schichtdicke herangezogen werden. Dieser Gradient spiegelt sich auch in einem Gradient der mechanischen Verspannung der Schicht über ihre Dicke wieder. Der strukturelle Gradient kann mit einer REM-Aufnahme einer Bruchkante AlN-Schicht gut visualisiert werden. (siehe Abbildung 4.9) Zusätzlich wird der Schichtspannungsgradient bei der Freistellung einseitig eingespannter Balkenstrukturen bestehend aus AlN durch ein Hochbiegen bzw. Aufrollen dieser sichtbar.

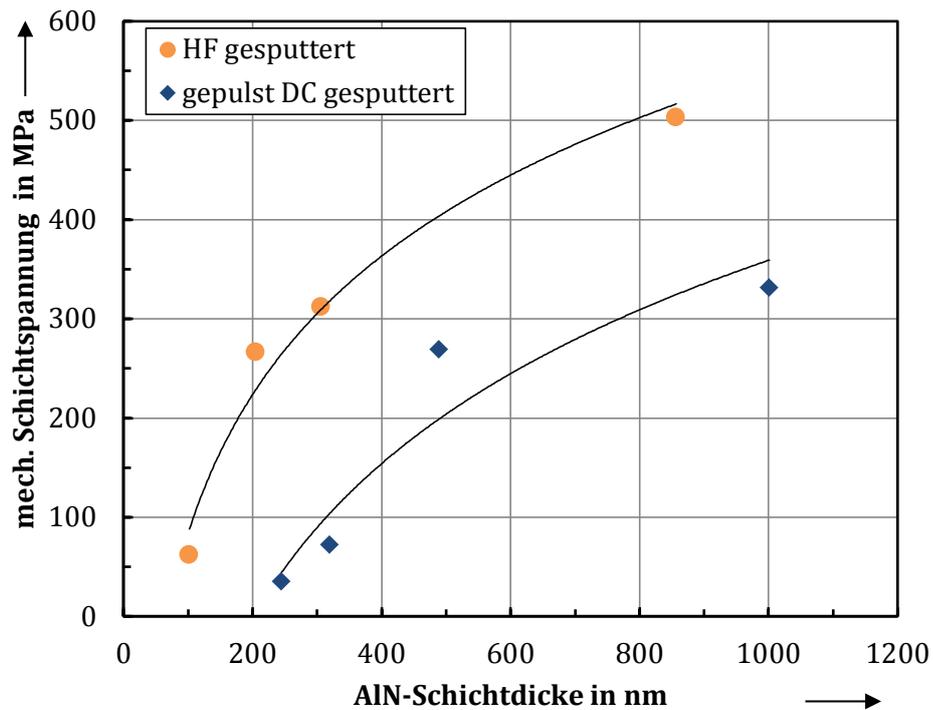


Abbildung 4.8: Schichtdickenabhängigkeit der mechanischen Spannung in AlN-Dünnschichten für die beiden genutzten Sputterprozesse HF und gepulstes DC

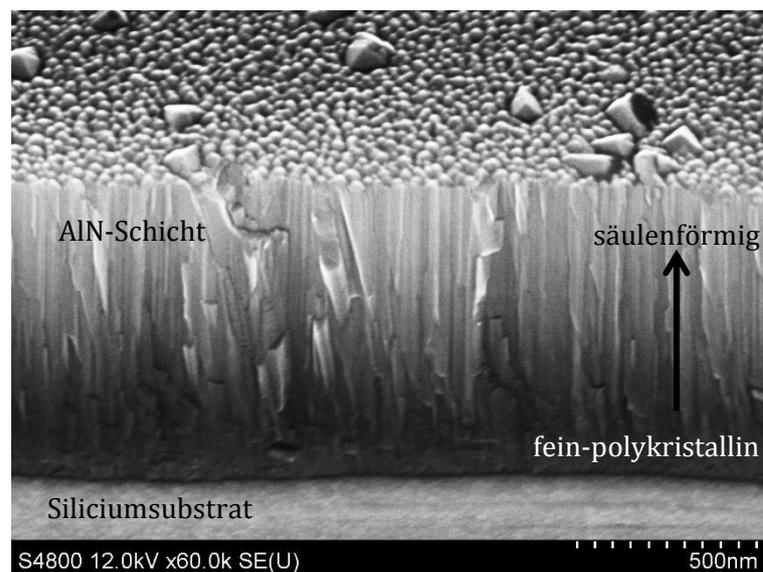


Abbildung 4.9: Sichtbarer struktureller Gradient über die Dicke der AlN-Schicht, aus dem feinen, polykristallinen AlN in der Übergangszone vom Substrat zur Schicht entwickelt sich die für die c-Achsentextur typische Säulenstruktur

Abbildung 4.10 zeigt den oben beschriebenen Effekt des Hochbiegens von freigestellten, einseitig eingespannten AlN-Strukturen. Eine tiefere Analyse des Effektes des Spannungsgradienten oder mögliche prozesstechnische Maßnahmen zu seiner Unterdrückung sind kein Bestandteil dieser Arbeit. Da die Hauptelemente dieser Arbeit allseitig eingespannte Membranstrukturen darstellen, spielt der Schichtspannungsgradient eine untergeordnete Rolle.

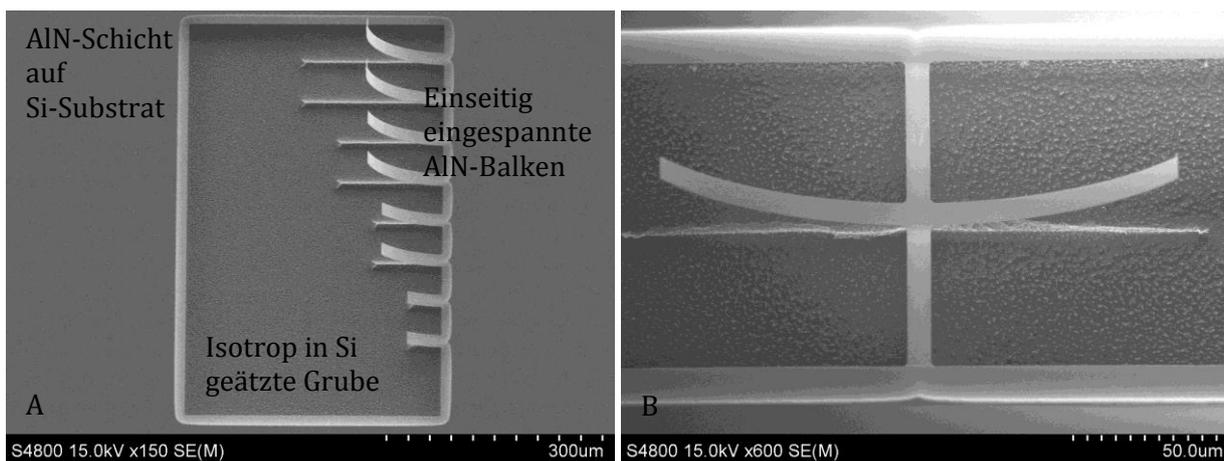


Abbildung 4.10: Visualisierung des Schichtspannungsgradienten in den AlN-Dünnschichten durch Freistellung von einseitig eingespannten Balken (A) und einem freifragenden Brückenelement mit seitlich angebrachten Auslegern (B)

#### 4.3.1.3 Lokale Schichtspannungsanalyse

Neben der globalen Spannungsanalyse mittels Waferkrümmungs-Messungen bietet der Bulge-Test die Möglichkeit mithilfe der Membranstrukturen von unterschiedlichen Positionen auf dem prozessierten Wafer eine Aussage über eine mögliche lokale Variation der Schichtspannung zu treffen. Um diese zu erhalten werden die Schichtspannungswerte mit der in Abschnitt 4.2.2.2 vorgestellten Methodik bestimmt und in Abhängigkeit vom Abstand zum Wafermittelpunkt dargestellt. Abbildung 4.11 zeigt das Ergebnis dieser Auswertung für zwei AlN-Schichten. Eine dieser AlN-Schichten stammt aus dem HF-Sputterprozess, die andere Schicht wurde mittels gepulsten DC-Sputtern hergestellt. Beide Schichten sind rund 300 nm dick und mit dem in Anhang A1 beschriebenen Standardprozess zu Membranen verarbeitet worden.

Da die Membranstrukturen von unterschiedlichen Stellen auf dem Wafer stammen, aber nicht auf einer Linie vom Mittelpunkt des Wafers zu dessen Rand liegen, repräsentiert die linear radiale Abhängigkeit in Abbildung 4.11 eine Rotationssymmetrische Abhängigkeit der Schichtspannung von der Position auf dem beschichteten Substrat.

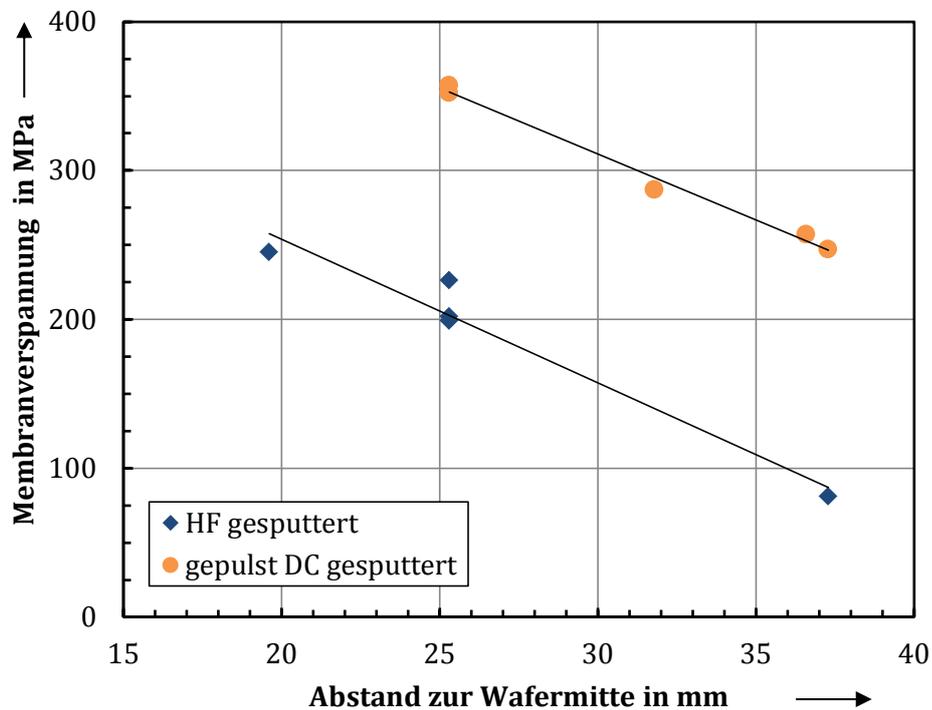


Abbildung 4.11: Ergebnis der Auswertung von Schichtspannungswerten unterschiedlich auf dem Wafer positionierten AlN-Membranen bestimmt mittels Bulge-Test Messungen

Als eine mögliche Erklärung für die lokale Abhängigkeit der Schichtspannung kann ein konzentrisch variables Partikelbombardement der wachsenden Schicht dienen. Um die lokale Abhängigkeit der Membranverspannung zu berücksichtigen, müssen mehrere Elemente von einem Wafer für Messungen verwendet werden. Nur so kann ein Eindruck von den tatsächlichen Spannungszuständen erzeugt werden. Diese Ergebnisse zeigen, dass es nicht möglich ist über die globale Schichtspannung auf die lokale rückzuschließen. Die mittels Waferkrümmungs-Messung bestimmte globale Schichtspannung beträgt für die HF gesputterte Schicht 296 MPa und für die gepulst DC gesputterte Schicht 415 MPa.

Wenn es sich um eine Anwendung handelt, bei der die mechanische Schichtspannung einen kritischen Parameter darstellt, muss diese also lokal an der jeweiligen Struktur bestimmt werden, um sie in Analyse bzw. Beschreibung des Systemverhaltens einfließen lassen zu können.

## 4.3.2 E-Modul von AlN-Dünnschichten

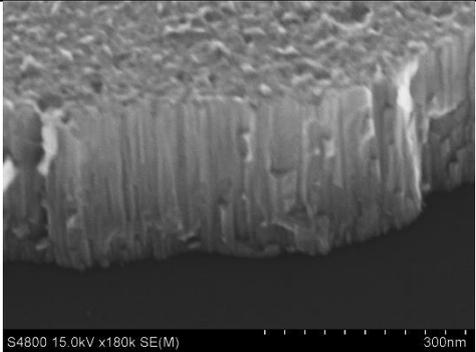
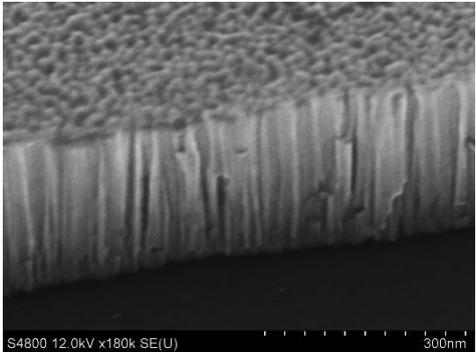
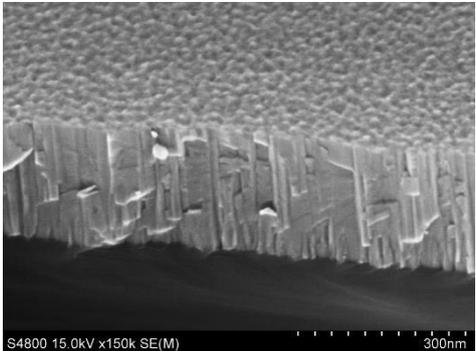
### 4.3.2.1 *Bestimmung des biaxialen Moduls und des E-Moduls*

Bei der Auswertung der Bulge-Test Experimente kann der biaxiale Modul bestimmt werden. Dies erfolgt an den gleichen Proben, die bereits zur Bestimmung der lokalen Spannungsverteilung herangezogen worden sind. Dabei ist festzustellen, dass sich die bei der Schichtspannung registrierte lokale Abhängigkeit nicht im biaxialen Modul widerspiegelt. Die Analyse von Membranelementen von einem Wafer mit unterschiedlicher mechanischer Verspannung liefern nahezu identische Werte für den biaxialen Modul. Darüber hinaus zeigen auch die Analysen von Membranen aus unterschiedlich global verspannten Schichten vergleichbare Werte für den biaxialen Modul.

Das erlaubt den Schluss, dass die Schichtspannung und der biaxiale Modul in den AlN-Dünnschichten unabhängig voneinander sind. Da der biaxiale Modul maßgeblich von den Atombindungen im Kristall und damit von der Kristallstruktur abhängt, bestätigt dieses Ergebnis die mittels XRD-Analyse dokumentierte Beobachtung der identischen Kristallstruktur bei unterschiedlicher Schichtspannung. Im Umkehrschluss lautet das also, die c-Achsentextur bleibt in den AlN-Schichten auch bei unterschiedlicher über die Stickstoffkonzentration in der reaktiven Sputteratmosphäre eingestellter Schichtspannung erhalten.

Tabelle 4.2 stellt die Ergebnisse der Analyse zum biaxialen Modul für unterschiedliche AlN-Schichten zusammen. Aus diesen Schichten sind vor der Analyse natürlich Membranen hergestellt worden. Um die Vergleichbarkeit der Proben visuell zu untermauern ist jeweils noch zusätzlich eine REM-Aufnahme der AlN-Morphologie zusätzlich eingefügt. Es wird ersichtlich, dass bei allen verglichenen Proben eine c-Achsentextur in der AlN-Schicht vorliegt. Damit ist die Vergleichbarkeit gegeben und die Berechnung des E-Moduls mit der Querkontraktionszahl für die (001)-Ebene, wie in Abschnitt 4.1.2 beschrieben, zulässig.

Tabelle 4.2: Zusammenstellung der identifizierten Elastizitätsmoduln in Kombination mit REM Aufnahmen von der Schichtmorphologie

Probe	Biaxialer Modul	E-Modul mit $\nu = 0,287$	Schichtmorphologie
HF gesputtert $\sigma_0 = 296 \text{ MPa}$	$419^{+12,3}_{-9,9} \text{ GPa}$	299 GPa	
HF gesputtert $\sigma_0 = 550 \text{ MPa}$	$425^{+20,7}_{-14,8} \text{ GPa}$	303 GPa	
gepulst DC gesputtert $\sigma_0 = 415 \text{ MPa}$	$440^{+6,25}_{-13,35} \text{ GPa}$	314 GPa	

### 4.3.2.2 Vergleich des bestimmten biaxialen Moduls mit Literaturwerten

Um die in dieser Arbeit erhaltenen Ergebnisse der Parameteridentifikation für den biaxialen Modul von AlN-Dünnschichten vergleichen zu können, ist in der Literatur nach entsprechenden Kennwerten recherchiert worden. Dabei fällt auf, dass der Weg zum biaxialen Modul fast ausschließlich über die Berechnung nach Gleichung 4.3 möglich ist. Dazu müssen die experimentell bestimmten oder theoretisch berechneten Werte für die Elastizitätskonstanten herangezogen werden.

Diese Werte aus den unterschiedlichen Publikationen schwanken in Abhängigkeit von der AlN-Herstellungstechnologie und den angewendeten Analyseverfahren stark. Eine Vergleichbarkeit der in dieser Arbeit identifizierten Werte für den biaxialen Modul mit den Literaturwerten wird dadurch erschwert.

Die in Tabelle 4.2 aufgelisteten Werte für den biaxialen Modul ergänzen daher die Kennwerte aus der Literatur, dargestellt in Tabelle 4.3. Mit den Ergebnissen dieser Arbeit kommen Werte für gesputterte AlN-Dünnschichten mit c-Achsentextur zu den bereits bekannten Materialkennwerten hinzu.

Tabelle 4.3: Berechnung des biaxialen Moduls über die Elastizitätskonstanten aus verschiedenen Literaturstellen

Analyse Technik	Schichtherstellung	Biaxialer Modul in GPa	Quelle
Raman Spektroskopie	HVPE	493	[125]
Brillouin Spektroskopie	Einkristallwachstum	509	[90]
SAW Analyse	MOCVD	404	[126]
SAW Analyse	MBE	474	[93]
Theoretische Berechnung	--	465	[91]
Eigene Werte	Sputtern	410...446	

Die in dieser Arbeit identifizierten Werte für den Elastizitätsmodul bzw. biaxialen Modul stellen die Eingangsparameter für den MEMS Designprozess mit AlN-Dünnschichten als funktionale Elemente dar. Die relativ einfache Technik des Bulge-Testes eröffnet zudem die Möglichkeit gemäß dem hier vorgestellten Vorgehen noch umfangreichere Parameterstudien zum E-Modul durchzuführen, die allerdings nicht im Fokus dieser Arbeit stehen.

### 4.3.3 Grenzen der angewendeten Analysemethoden

Um die Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung einordnen zu können, sollen abschließend die Grenzen der verwendeten Analysemethoden Waferkrümmungs-Messung und Bulge-Test diskutiert werden.

Beim Verfahren der Waferkrümmungs-Messung sind die Grenzen hinlänglich bekannt. Die Bedingung, dass die Schichtdicke sehr viel kleiner als die Substratdicke sein muss, ist bei allen in dieser Arbeit vorgestellten Messungen erfüllt. Weiterhin zeigen Wiederholmessungen, dass Schichtspannungen von einigen 100 MPa im Zug- bzw. Druckbereich auf Siliciumwafern mit Dicken zwischen 300  $\mu\text{m}$  und 500  $\mu\text{m}$  sehr genau bestimmbar sind. Die große Herausforderung liegt bei der Bestimmung von mechanischen Spannung in dünnen Schichten von deutlich unterhalb 100 MPa. Dann sind die gemessenen Krümmungsänderungen der Wafer sehr klein und zusätzlich bei der Analyse stark fehlerbehaftet. Die Berechnung der Schichtspannung geht dann einher mit einer prozentualen Standardabweichung von 10-20%. Dies konnte in einer Messreihe bestätigt werden. Eine lokale Variation der Schichtspannung stellt zudem eine weitere Fehlerquelle dar. Wenn die Krümmung des beschichteten Wafer aufgrund einer geringen maximalen Schichtspannung und zunehmenden Einfluss der lokalen Varianz der Schichtspannung keinen idealen Kreis mehr darstellt, dann ist der Fehler bei der Spannungsbestimmung groß. Eine lokale Variation der Schichtspannung ist mit den verwendeten Messgeräten nicht quantifizierbar. Es kann nur bei Nutzung des FRT-Gerätes mit der Beurteilung der Güte des Kreisfits ein subjektiver Vertrauenswert für die Genauigkeit der Spannungsbestimmung erhalten werden.

Durch Einsatz des Bulge-Testes ist es möglich eine oben beschriebene lokale Variation in der mechanischen Schichtspannung zu ermitteln. Da die in dieser Arbeit untersuchten AlN-Schichten bereits über das Substrat eine starke Variation der Schichtspannung aufweisen, ist es allerdings nicht möglich eine Fehler- bzw. Genauigkeitsbetrachtung für die Schichtspannungsanalyse mittels Bulge-Test durchzuführen. Es ist anzunehmen, dass die Unsicherheit in der Bestimmung der Schichtspannung nach diesem Verfahren von der absoluten, lokalen Schwankung dieser deutlich überlagert wird.

Um trotzdem vertrauenswürdige und stabile Messergebnisse für die lokale Schichtspannung und den biaxialen Moduls mittels Bulge-Test zu erhalten, werden in den folgenden Abschnitten wichtige, eingehaltene Restriktionen zusammengefasst. Diese Restriktionen sind entscheidend, damit das verwendete Modell zur Deformationsbeschreibung und Parameteridentifikation seine Gültigkeit behält.

Das dem Bulge-Test zu Grunde liegende Modell geht aus mechanischer Sicht von reinem Membranverhalten aus. Das bedeutet die Beschreibung der Mechanik erfolgt mittels der Membrantheorie, die Biegemomente vernachlässigt. Diese Annahme ist zulässig, wenn die Membrandicke verglichen mit der lateralen Membranausdehnung sehr klein ist. Im vorliegenden Fall liegt der Quotient aus Membrandicke durch Membrandurchmesser zwischen  $1 \cdot 10^{-4}$ - $4 \cdot 10^{-3}$  und erfüllt damit die geforderte Voraussetzung.

Darüber hinaus gelten die dargestellten analytischen Beschreibungen in Gleichung 4.5 bzw. Gleichung 4.8 als hinreichend genau, wenn die maximale gemessene Auslenkung  $d_{\max}$  sehr klein in Relation zur lateralen Membranausdehnung ist. Auch diese Voraussetzung ist erfüllt, da die maximal erzielten Auslenkungen bei ca.  $50 \mu\text{m}$  liegen und die Membrandurchmesser dabei maximal  $3000 \mu\text{m}$  sind. Dadurch ergibt sich ein Verhältnis von maximaler Auslenkung zu Membrandurchmesser zwischen  $1,5 \cdot 10^{-2}$  und  $1,67 \cdot 10^{-2}$ .

Nach den Restriktionen für die Gültigkeit des Modells, sollen nun wichtige Randbedingungen festgehalten werden, die aus der Messroutine bzw. der Messwertanalyse hervorgegangen und einzuhalten sind.

Aufgrund des Messablaufs gemäß der in Abschnitt 4.2.2.2 vorgestellten Routine kann festgestellt werden, dass keine signifikanten Abweichungen zwischen den mehrfach bestimmten Mittelpunkten der Kreismembranen existiert. Somit kann von einer vergleichbaren, stets durch den Membranmittelpunkt laufenden Messstrecke ausgegangen werden. Die bestimmten maximalen Auslenkungen bei mehreren Messungen mit neu definierter Messstrecke schwanken im  $10^{-2} \mu\text{m}$ -Bereich. Dies ist bei absoluten Messwerten im Bereich von einigen  $10 \mu\text{m}$  nicht signifikant.

Um eine exakte Analyse der vermessenen Membranauslenkung zu ermöglichen, ist eine minimale Auslenkungen von  $\sim 10 \mu\text{m}$  nicht zu unterschreiten. Bei deutlich kleineren Auslenkungen erschwert das verschlechterte Signal-Rausch-Verhältnis eine stabile Bestimmung der maximalen Auslenkung der Membran deutlich.

In den ausführlichen Messreihen ist bei den meisten vermessenen Membranelementen eine unterschiedlich starke Auslenkung bei betragsmäßig gleichen Druckwerten in positive und negative Richtung festgestellt worden. Dies kann besonders gut über die Darstellung der Messdaten in Form der linearen Gleichung 4.8 visualisiert werden. Abbildung 4.12 stellt dies hier grafische dar.

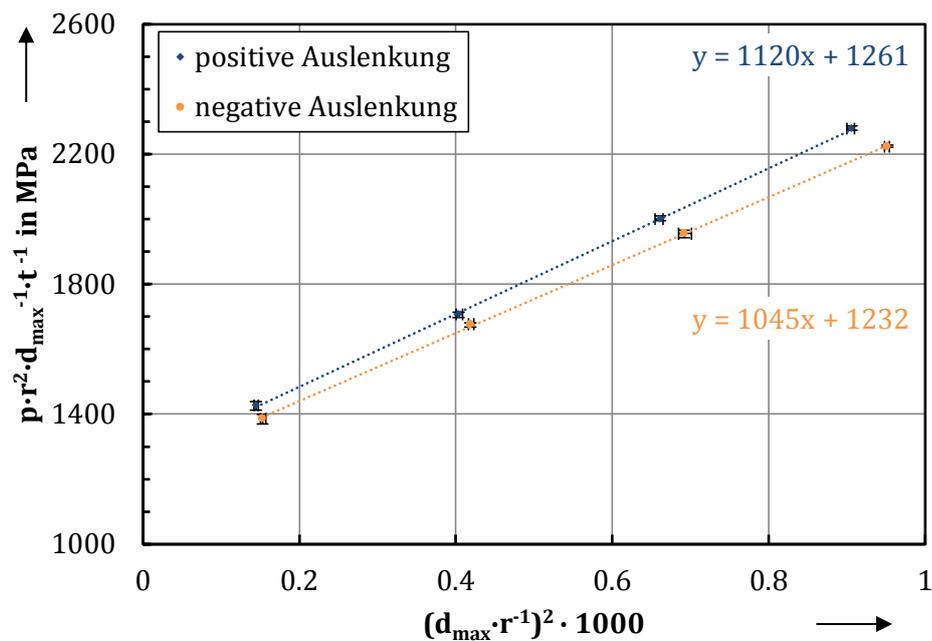


Abbildung 4.12: Darstellung der Messwerte aus dem Bulge-Test für positive und negative Membranauslenkungen

Neben den sich aus den Mehrfachmessungen ergebenden sehr kleinen Fehlerbalken wird ersichtlich, dass bei positiver und negativer Auslenkung der Membranen ein Unterschied in der Steigung der Gerade vorliegt. Dieser Unterschied resultiert in einem biaxialen Modul von 420 GPa bei positiver und 391 GPa bei negativer Auslenkung. Für die Membranspannung hingegen ergeben sich für beide Auslenkungsrichtungen mit 315 MPa und 308 MPa vergleichbare Ergebnisse.

Das unterschiedliche Auslenkungsverhalten kann abermals mit den strukturellen Gradienten über die Dicke der Membran, vorgestellt in Abschnitt 4.3.1.2, erklärt werden. Die in Tabelle 4.2 aufgelisteten, identifizierten Werte für den biaxialen Modul basieren alle einheitlich auf den Messwerten für die positive Membranauslenkung.

Abschließend bleibt festzuhalten, dass alle untersuchten Membranstrukturen auf AlN-Schichten mit c-Achsentextur basieren. Dies geschah aus Gründen der Vergleichbarkeit. Es ist anzunehmen, dass im Falle einer vorliegenden untexturierten, polykristallinen AlN-Schicht deren mechanischer Parameter biaxialen Modul deutlich von den hier identifizierten Werten abweicht.

# 5 Thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten

AlN-Dünnschichten kombinieren die bereits demonstrierte mechanischer Stabilität mit einer im Vergleich zu anderen Dünnschichtmaterialien hohen thermischen Leitfähigkeit. Dieser Fakt eröffnet zahlreiche Möglichkeiten für den multifunktionalen Einsatz von AlN als Dünnschicht und auch als Membranmaterial. Das Literaturstudium zu Werten der thermischen Leitfähigkeit von gesputterten AlN-Dünnschichten liefert sehr unterschiedliche Werte. Dies wird im zweiten Abschnitt dieses Kapitels deutlich aufgezeigt. Aus diesem Grund ist es interessant den Wert der thermischen Leitfähigkeit für die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten AlN-Schichten zu bestimmen.

Einleitend werden in diesem Kapitel mögliche Verfahren zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von mikrostrukturierten, dünnen Schichten vorgestellt. Nach einem kurzen Einblick in die Literatur zum Thema thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten, wird die eingesetzte Teststruktur und die ausgewählte Messroutine zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit der in dieser Arbeit verwendeten AlN-Schichten vorgestellt. Abschließend werden die Ergebnisse der Messungen dargestellt und diskutiert.

## 5.1 Verfahren zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten

Die thermische Leitfähigkeit ist eine wichtige Dünnschichteigenschaft. Zusammen mit der thermischen Kapazität kann damit die Beschreibung der thermischen Dynamik komplexer Mikrosysteme erfolgen. Die thermische Leitfähigkeit ist zwar von den meisten Volumenmaterialien bekannt, weicht aber für dünne Schichten deutlich von diesen Werten ab. Außerdem kann die Struktur der Dünnschicht einen Einfluss auf den Wert der thermischen Leitfähigkeit haben. Aus diesem Grund gibt es zahlreiche Untersuchungen, die sich mit der Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten befassen. [127 - 136]

Mit der Entwicklung der Mikrofertigungsverfahren haben sich basierend auf unterschiedliche Analysemöglichkeiten für die thermische Leitfähigkeit von dünnen Schichten Teststrukturen etabliert. Dabei ist hauptsächlich die thermische Leitfähigkeit in der Schichtebene von Interesse. Die unterschiedlichen, zur Charakterisierung eingesetzten Techniken lassen sich nach dem Aufwand zur Herstellung der Teststrukturen kategorisieren. Es existieren natürlich noch weitere Methoden die thermische Leitfähigkeit zu bestimmen, aber an dieser Stelle findet die Fokussierung auf Testelemente basierend auf Mikrostrukturen statt.

Die einfachste Variante dieser Teststrukturen bilden ebene Strukturen, aufbauend auf einer nicht strukturierten Dünnschicht. Dabei werden entweder getrennte Heizer und Sensorstrukturen integriert [129, 130] oder ein Metallstreifen mit einer dynamischen Anregung geheizt und die sich einstellende Temperatur gemessen. [137] Die Auswertung erfolgt im letztgenannten Fall mittels der 3- $\omega$ -Methode. Auch wenn derartige Strukturen relative einfach herstellbar sind, ist immer ein Einfluss des Substratmaterials zu berücksichtigen. Außerdem erfordert die 3- $\omega$ -Methode eine aufwendige Messtechnik mit Lock-In-Verstärker zur Aufnahme der kleinen, für die thermische Charakterisierung benötigten Signalkomponente mit 3-facher Anregungsfrequenz.

Eine Variante den Substrateinfluss auf die Messungen zu reduzieren ist das Freistellen der zu analysierenden Schicht. In einer einfachen, ersten Variante kann dies durch Verfahren der Oberflächenmikromechanik erfolgen. [131] Eine weitere, aufwendigere Variante zur thermischen Entkopplung der zu analysierenden Dünnschicht vom Substrat ist das Entfernen des Substrates von der Rückseite, bis eine Membran bestehend aus dem Schichtmaterial freigestellt ist. [138] Auf dieser Membran können eine Heizstruktur und mehrere Temperatursensoren integriert werden, um mit dem entsprechenden thermischen Ersatzmodell den Wert der thermischen Leitfähigkeit bestimmen zu können. [132, 133]

Die Membranelemente sind dabei so konfiguriert, dass ein Wärmefluss nach zwei Seiten zum Siliciumchip gewährleistet ist. Der Siliciumchip dient neben seiner Trägerfunktion auch als Wärmesenke.

Soll der Wärmefluss noch weiter eingeschränkt werden, können freistehende, einseitig eingespannte Balkenelemente zum Einsatz kommen. [134, 135] Auf diesen Balken sind dann ebenfalls Heiz- und Temperatursensorstrukturen integriert. Bei passender Materialwahl können diese Elemente zur Freistellung von der Substratvorderseite unterätzt werden.

Eine weitere rein elektrische Analyseverfahren zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit existiert auf Basis der thermischen van-der-Pauw-Strukturen. [136] Diese Strukturen können genutzt werden, um die thermische Leitfähigkeit von in der Mikroelektronik eingesetzten Dünnschichten zu bestimmen.

Abbildung 5.1 stellt die oben beschriebenen Teststrukturen zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit noch einmal grafisch zusammen.

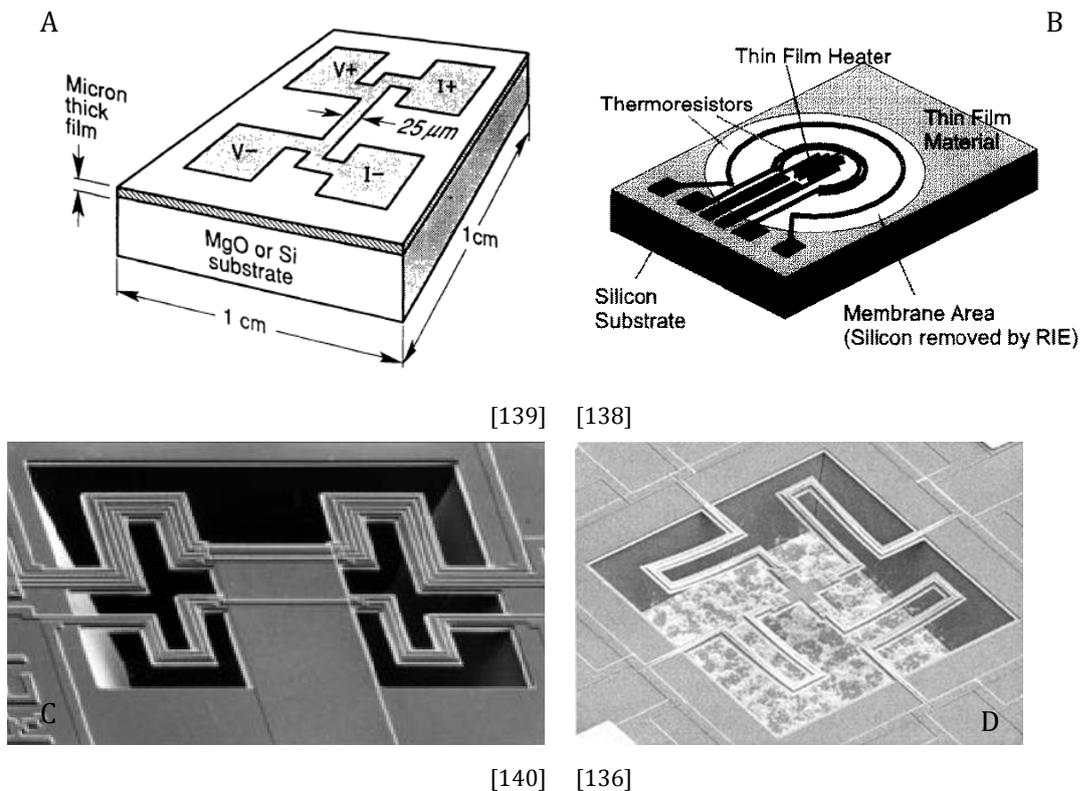


Abbildung 5.1: Darstellung der vier vorgestellten, etablierten Teststrukturen zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten, A – unstrukturierte Schicht mit Metallstreifen für die 3- $\omega$ -Methode, B – zu analysierende Schicht freigestellt als Membran mit integrierten Heiz- und Sensorstrukturen, C – einseitig eingespanntes Balkenelement mit integrierten Heiz- und Sensorstrukturen, D – thermische van-der-Pauw-Struktur

## 5.2 Die thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten

Im Vergleich zu anderen dielektrischen Schichtmaterialien wie Siliciumoxid oder Siliciumnitrid zeichnet sich AlN durch seine hohe thermische Leitfähigkeit  $\lambda$  aus. Zwar liegen die Werte für AlN-Dünnschichten, wie sich in den folgenden Absätzen zeigen wird, deutlich unter den Werten für einen AlN-Einkristall von  $319 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  bei  $300 \text{ K}$  [141], sind aber verglichen mit anderen Schichtmaterialien immer noch deutlich größer. Experimentell bestimmte Werte für AlN-Dünnschichten nehmen teilweise das 40-fache der Werte für Siliciumoxid oder Siliciumnitrid an. ( $\lambda_{\text{SiO}_2} = 1,4 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  und  $\lambda_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 1,5\text{-}2 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$ )

Die experimentelle Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit für AlN-Dünnschichten kann auf unterschiedliche Art und Weise erfolgen. Die dabei bestimmten Werte überstreichen eine Spanne von  $1\text{-}76,5 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$ . Eine Korrelation zwischen Analyseverfahren und den absoluten Werten ist dabei nicht zu erkennen. So haben beispielsweise Choi und Jacquot die  $3\omega$ -Methode angewandt, und dabei aber deutlich unterschiedliche Werte identifiziert [142, 143]. Choi untersuchte gesputterte AlN-Dünnschichten mit Dicken von  $200\text{-}2000 \text{ nm}$ . Er stellte fest, dass die thermische Leitfähigkeit dabei mit zunehmender Schichtdicke von  $1,83\text{-}76,5 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  zunimmt. [142] Jacquot hingegen untersuchte an einer  $310 \text{ nm}$  dünnen AlN-Schicht die thermische Leitfähigkeit über ein Temperaturintervall von  $80\text{-}380 \text{ K}$ . [143] Für Raumtemperatur beträgt sein experimentell bestimmter Wert  $1 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$ .

Eine andere Literaturstelle beschreibt die Berechnung der thermischen Leitfähigkeit über die Bestimmung der thermischen Streuung. [144] Lee untersucht dabei zwei mit variierten Parametersätzen gesputterte AlN Schichten und erhält  $14,8 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  bzw.  $26,2 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  für die thermische Leitfähigkeit. Allerdings ist es schwer diese Werte mit den bisher präsentierten zu vergleichen, da die AlN-Schichten auf LTCC-Keramik abgeschieden wurden. Eine LTCC-Keramik ist aufgrund ihrer Oberflächenbeschaffenheit schwer mit AlN-Schichten in c-Achsentextur zu beschichten.

Zhao untersucht AlN-Schichten unterschiedlicher Dicke, gesputtert auf Siliciumsubstraten. [145] Die AlN-Schichtdicken reichen von  $100\text{-}1050 \text{ nm}$ . Zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit dieser Schichten nutzt er die gepulste, photothermische Reflektion. Dazu wird ein kurzer Laserpuls auf eine Probenoberfläche geschossen und mit einem zweiten, kontinuierlichen Laserstrahl die Änderung des Brechungsindex erfasst. Diese Änderung ist ein Maß für die Temperaturveränderung. Über den zeitlichen Verlauf dieser durch den Laserpuls induzierten Temperaturänderung kann die thermische Leitfähigkeit der analysierten Schicht bestimmt werden. Nach dieser Methode reichen die ermittelten Werte für die thermische Leitfähigkeit, von  $1,4$  bis  $4,5 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$ .

La Spina bestimmte für die thermische Leitfähigkeit von 1000 nm dünnen AlN-Schichten einen Wert von  $10 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  [133] Dazu verwendete er eine speziell designte Membranteststruktur. [145]

Die bis hierhin zusammengestellten Werte für die thermische Leitfähigkeit in AlN-Dünnschichten sind unter Angabe der jeweiligen Quelle in Tabelle 5.1 gegenübergestellt.

Tabelle 5.1: Zusammenstellung der von den verschiedenen Autoren bestimmten thermischen Leitfähigkeiten für AlN-Dünnschichten mit Details zur verwendeten Schichtdicke und zum Probenaufbau, als Extremwert wird die thermische Leitfähigkeit für einen AlN-Einkristall ebenfalls mit angegeben

<b>AlN-Schichtdicke</b>	<b>Probenaufbau</b>	<b>thermische Leitfähigkeit</b>	<b>Quelle</b>
200-2000 nm	AlN auf Silicium gesputtert	1,83-76,5 $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$	[142]
10 $\mu\text{m}$	AlN auf LTCC gesputtert	14,8-26,2 $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$	[144]
100-1050 nm	AlN auf Silicium gesputtert	1,4-4,5 $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$	[145]
800 nm	AlN auf Silicium gesputtert	10 $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$	[133]
	AlN-Einkristall	319 $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$	[141]

Die starke Schwankungsbreite der Literaturwerte für die thermische Leitfähigkeit von gesputterten AlN-Dünnschichten ist in einer Vielzahl von Faktoren begründet. Unter anderem haben Schichtdicke, Korngröße und damit auch die Anzahl der Korngrenzen oder Verunreinigungen wie z.B. Sauerstoff in den Schichten einen erheblichen Einfluss auf die thermische Leitfähigkeit. [142, 147] Aus diesem Grund wird es als essentieller Bestandteil angesehen, die Werte für die thermische Leitfähigkeit für die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten AlN-Dünnschichten zu bestimmen. Da selbsttragende Membranen aus AlN-Dünnschichten einfach herstellbar sind und das zentrale Element dieser Arbeit darstellen, basieren die Teststrukturen zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit ebenfalls auf Membranelementen.

## 5.3 Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten

Für die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten kommen einfache Membranteststrukturen zum Einsatz. Diese Strukturen und die Herleitung einer Berechnungsformel für die thermische Leitfähigkeit werden im folgenden Abschnitt vorgestellt. Darauf folgt die Beschreibung der Testroutine für die Experimente zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit. Abschließend werden die Ergebnisse vorgestellt und diskutiert.

### 5.3.1 Vorstellung der eingesetzten Membranteststruktur

Auf der Membranstruktur, die zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit eingesetzt wird, sind Widerstandheiz- und -sensorelemente integriert. Abbildung 5.2 zeigt schematisch eine solche Struktur im Querschnitt. Das zugehörige, vereinfachte thermische Ersatzschaltbild ist darunter abgebildet und stellt eine Hälfte des Membranquerschnittes dar.

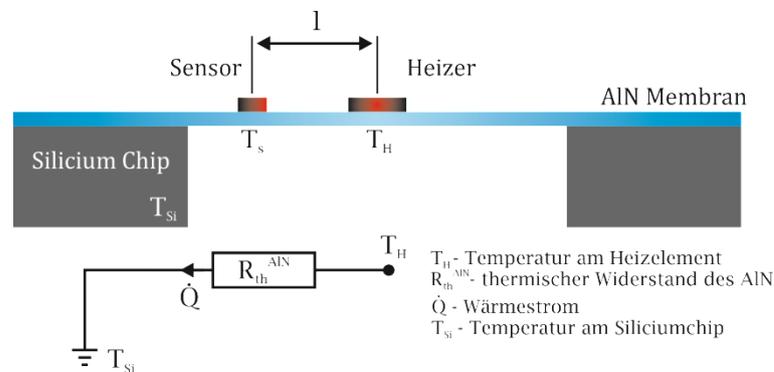


Abbildung 5.2: Schematischer Aufbau der Membranstrukturen zur experimentellen Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten mit dem thermischen Ersatzschaltbild für eine Hälfte der Struktur

Der sich beim Heizen der Membranstruktur einstellende Wärmestrom wird nun kurz beschrieben. Das Heizen der Membran findet über den in der Mitte sitzenden Widerstandsheiz- statt. Dazu wird durch eine angelegte Spannung ein Heizstrom eingepreßt. Aus diesem und den durch die Materialdaten und die Geometrie des Dünnschichtheizmäanders vorgegebene elektrische Widerstand ergibt sich die Heizleistung. Diese eingebrachte elektrische Leistung generiert einen Wärmestrom hin zum Bereich niedriger Temperatur (Wärmesenke). Als Wärmesenke dient der Siliciumchip, der aufgrund seiner hohen Wärmekapazität, sehr guten thermischen Leitfähigkeit und der Wärmeabgabe über seine vergleichsweise große Oberfläche bei den Messungen keine signifikante Erwärmung erfährt.

Auf dem Weg des Wärmestroms zur Wärmesenke wird anhand von Sensoren die Temperatur gemessen. Die Sensoren zur Temperaturmessung werden durch mäandrierende Metallstreifen realisiert. Aufgrund ihrer Widerstandsänderung bei Temperaturänderungen können sie als Sensoren eingesetzt werden. Da der Heizer selbst auch ein Widerstandselement ist, kann dessen Temperatur direkt über den materialspezifischen Widerstandskennwert und den sich einstellenden elektrischen Widerstand bestimmt werden.

Analog zum elektrischen Modell, lässt sich das thermische Modell beschreiben. Der thermische Widerstand ergibt sich wie in Gleichung 5.1 beschrieben, aus dem Quotienten von Temperaturdifferenz und Wärmestrom. In der Bemessungsgleichung des thermischen Widerstandes (siehe Gleichung 5.2) wird die reziproke thermische Leitfähigkeit mit dem Quotienten aus Länge und Querschnitt des untersuchten Elementes multipliziert. Durch die Kombination beider Gleichungen ergibt sich für die thermische Leitfähigkeit das Produkt der Quotienten aus Wärmestrom durch Temperaturdifferenz und Länge durch Querschnitt, dargestellt in Gleichung 5.3. Auf die geometrischen Gegebenheiten an der verwendeten Teststruktur bezogen ist der Querschnitt die durchflossene Membranfläche und die Länge der Abstand zwischen zwei Widerstandselementen, die eine messbare Temperaturdifferenz  $\Delta T$  aufweisen.

$$R_{th} = \frac{\Delta T}{\dot{Q}} \quad (5.1)$$

$$R_{th} = \frac{1}{\lambda} \cdot \frac{l}{A} \quad (5.2)$$

$$\lambda = \frac{\dot{Q}}{\Delta T} \cdot \frac{l}{A} \quad (5.3)$$

Für die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit erfolgt die Messung der Widerstände der Temperatursensoren einer geheizten Membran bei unterschiedlichen Heizleistungen. Aus den bekannten geometrischen Größen Heizer-Sensor-Abstand und Membranquerschnitt kann der Wärmestrom unter Berücksichtigung von thermischen Verlusten durch die elektrische Heizleistung ersetzt werden. Dies geschieht unter der Annahme, dass die thermische Leistung wie der Wärmestrom die Flussgröße im System ist. Das Ergebnis ist in Gleichung 5.4 dokumentiert.

Damit kann die thermische Leitfähigkeit abschließend berechnet werden. Durch ein spezielles Membrandesign wird gewährleistet, dass der Wärmestrom nur in zwei Richtungen zum Membranrand fließt. Dies bedeutet, dass die halbe Heizleistung zur gemessenen Temperaturdifferenz beiträgt. Thermische Verluste durch Konvektion werden während der Messungen unterdrückt, indem das Testobjekt in einem auf Grobvakuum evakuierten Rezipienten vermessen wird. Thermische Verluste durch Strahlung werden minimal gehalten, da die Messungen bei niedrigen Temperaturen (maximal 100°C am Heizelement) durchgeführt werden. Aus diesen Rahmenbedingungen ergibt sich eine Berechnungsformel für die thermische Leitfähigkeit, die abschließend mit Gleichung 5.5 beschrieben wird.

$$\dot{Q} = P_{el} \cdot x \quad \text{mit } x \leq 1 \quad (5.4)$$

$$\lambda = P_{el} \cdot x \cdot \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{l}{A} \quad (5.5)$$

Die Prozessabfolge zur Herstellung der für die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit verwendeten Membranstrukturen ist in Anhang A4 detailliert beschrieben. Die Strukturen basieren auf rechteckigen Membranen und weisen unterschiedliche Abmessungen auf. Darüber hinaus sind neben dem Widerstands-Heizelement mindestens zwei resistive Temperaturelemente auf der Membran integriert. Diese Widerstandselemente bestehen aus einer strukturierten, 100 nm dünnen Nickelschicht.

Für die Experimente zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit ist ein Membranelement ausgewählt worden. Dabei handelt es sich um eine Membran mit einer 4x1 mm<sup>2</sup> großer Fläche. Auf dieser sind ein Heizer zentral und vier resistive Temperaturelemente in unterschiedlichen Abständen integriert. Das Schema dieses Membranelementes ist in Abbildung 5.3 dargestellt. Der gerichtete Wärmefluss vom Heizelement über die Sensorelemente zum Membranrand auf den Siliciumchip wird durch in die Membran integrierte Schlitze realisiert.

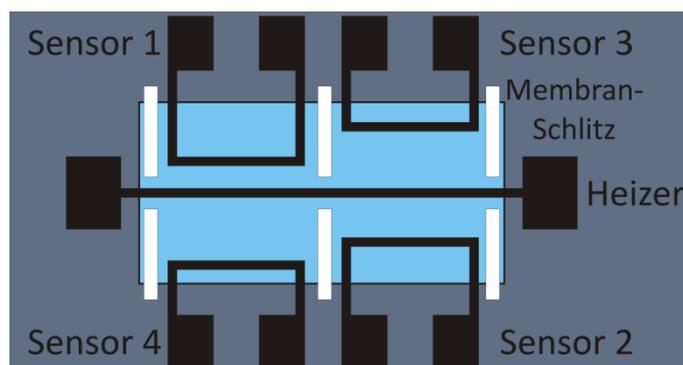


Abbildung 5.3: Schema der verwendeten Membranteststruktur zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit der AlN-Dünnschichten

Die Temperatursensoren haben unterschiedliche Abstände zum zentriert, parallel zur langen Membrankante auf der Membran positionierten Heizmäander. Sensor 1 ist 195  $\mu\text{m}$ , Sensor 2 245  $\mu\text{m}$ , Sensor 3 345  $\mu\text{m}$  und Sensor 4 395  $\mu\text{m}$  vom Heizer entfernt. Abbildung 5.4 zeigt eine Mikroskopaufnahme der realen Membranteststruktur. Die Vermessung dieser Struktur führt zu den in den folgenden Abschnitten vorgestellten Ergebnissen. Die hergestellte Membranstruktur bestehen aus einer einzelnen AlN-Schicht ohne zusätzlich, unterstützende Strukturschichten und ist 500 nm dick. Durch den nur aus der AlN-Schicht bestehenden Aufbau kann die thermische Leitfähigkeit isoliert für die AlN-Schicht aufgenommen werden. Dabei wird die thermische Leitung über die metallischen Kontaktstreifen der Heizmäander vernachlässigt.

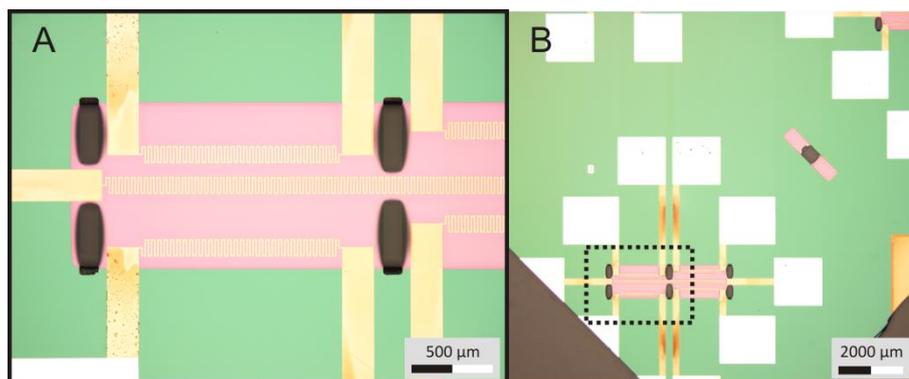


Abbildung 5.4: Aufnahme der beschriebenen Membranteststruktur aufgeteilt in Detailaufnahme einer Membranhälfte inklusive Heizelement, Sensorelementen und Schlitzen in der AlN-Membran (A) und Übersichtsaufnahme der gesamten Teststruktur (B)

### 5.3.2 Testroutine zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit

Nach Fertigstellung und Vereinzelung der Membranelemente werden diese kontaktiert und mit einer Heizleistung deutlich oberhalb des für die Messung vorgesehenen Wertes für 30 min konditioniert. Dies dient dazu, dass die Heiz- und Sensorelemente, über deren Widerstand anschließend die Temperatur bestimmt werden soll, stabile Widerstandswerte beim mehrfachen Aufheizen liefern. Diese Konditionierung ist Voraussetzung für einen stabilen Ablauf der Temperaturmessung.

Ein weiterer Punkt in der Vorbereitung zur Messung ist das Bestimmen des materialspezifischen Widerstandstemperaturkoeffizientens  $\alpha$ , um den gemessenen elektrischen Widerstand in eine Temperatur umrechnen zu können. Auch dieser Wert muss für die eingesetzte Nickelschicht experimentell bestimmt werden, da es keine zuverlässigen Daten für  $\alpha_{\text{Ni}}$  bei Dünnschichten gibt.

Gleichungen 5.6 stellt die zugrunde liegende, vereinfachte Temperaturabhängigkeit eines elektrischen Widerstandes dar. Zur Bestimmung von  $\alpha$  wird das Membranelement entweder auf einer Heizplatte oder in einem Ofen auf verschiedene, definierte Temperaturen erhitzt und jeweils der Widerstandswert bestimmt. Die Temperaturen werden dafür so gewählt, dass sie im Bereich der sich in der folgenden Messroutine einstellenden Temperaturen liegen.

$$R(T) = R(T_0) \cdot (1 + \alpha \cdot (T - T_0)) \quad (5.6)$$

Sind die Widerstandswerte für verschiedene Temperaturen aufgenommen, kann über die Temperaturunterschied zur Raumtemperatur  $T_0$  und die beiden Widerstandswerte bei Raumtemperatur und der erhöhten Temperatur der Koeffizient  $\alpha$  nach Gleichung 5.7 berechnet werden. Um eine messtechnisch sichere Aussage über den Wert von  $\alpha$  zu erhalten wird diese Berechnung für mehrere Temperaturdifferenzen durchgeführt. Nach Auswertung dieser Messung lässt sich aus einem Widerstandswert eindeutig der Temperaturwert berechnet.

$$\alpha = \frac{\frac{R(T)}{R(T_0)} - 1}{(T - T_0)} \quad (5.7)$$

Der mit der Heizplatte und dem Ofen aufgenommene Widerstandsverlauf bei vorgegebenen Temperaturen für den Heizmäander der verwendeten Teststruktur ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Aus diesem Verlauf lässt sich ein gemittelter Widerstandstemperaturkoeffizient von  $\alpha_{\text{Ni}} = (3,7 \pm 0,3) \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  ermitteln.

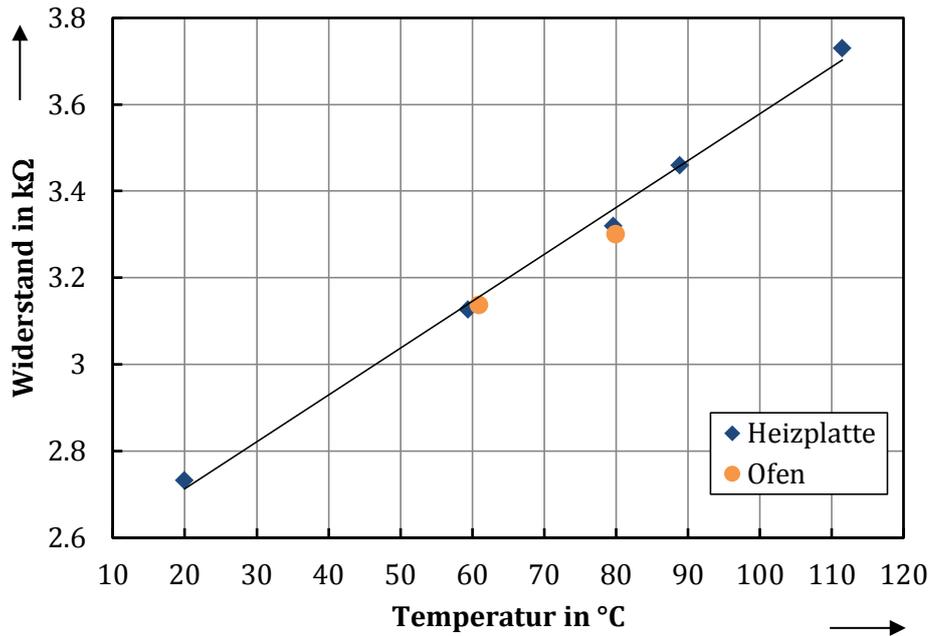


Abbildung 5.5: Aufgenommene Widerstands-Temperatur-Charakteristik für die verwendeten Nickel-Dünnschicht-Heizer am Beispiel eines Heizmäanders

Die zwei Wertepaare der in Abbildung 5.5 dargestellten Charakteristik, die für die Aufheizung des Widerstandes in einem Ofen stehen, stellen eine Querkontrolle der Stabilität bzw. der Genauigkeit in der Bestimmung der Temperatur-Widerstands-Charakteristik auf der Heizplatte dar. Es ist zwischen den beiden Verfahren zur Strukturaufheizung kein signifikanter Unterschied festzustellen. Das bedeutet, dass durch die Ankopplung des Siliciumchips mit der AlN-Membran auf die Heizplatte und den Wärmeübergang zwischen Heizplatte und Chip keine signifikanten Verluste auftreten. Außerdem können signifikante Konvektionsverluste bei dem offen auf der Heizplatte liegenden Chip durch den Vergleich mit dem im abgeschlossenen Ofen vermessen Chip ausgeschlossen werden.

Für die eigentliche Vermessung der Membranteststruktur wird der Chip mit Tastspitzen kontaktiert, die ihn gleichzeitig fixieren. Dieser Aufbau wird in einen evakuierbaren Rezipienten gebracht. Die elektrischen Kontakte werden über eine Vakuumdurchführung nach außen geführt und dort an die Spannungsversorgung und die Messgeräte angeschlossen. Es besteht nur die Möglichkeit gleichzeitig zwei Mäander zu kontaktieren. Das heißt der Heizmäander in der Membranmitte und ein Sensor werden pro Zyklus vermessen. Die im Folgenden beschriebene Routine wird dann für jeden der vier Sensoren wiederholt.

Nach Bestimmung der Widerstandswerte für Heizer- und ein Sensorelement bei Raumtemperatur wird auf das Heizelement über ein Labornetzteil eine Spannung von 5 V gegeben und über eine Strommessung die Heizleistung und der aktuelle Widerstand des Heizers bestimmt. Der Sensorwiderstand wird direkt über ein Digitalmessgerät abgegriffen. Anschließend erfolgt eine Erhöhung der am Heizer angelegten Spannung in 1 V Schritten bis zu maximal 10 V. Bei jedem Schritt werden die Widerstandswerte für Heizer und Sensor bestimmt. Die Routine wird rückwärts durch eine ebenfalls schrittweise Reduzierung der Versorgungsspannung in 1 V Schritten auf 5 V abgeschlossen. Die Aufnahme der Widerstandswerte auf jeder Stufe soll eine mögliche Abweichung im Verhalten der Teststruktur zwischen Aufheizen und Abkühlen sichtbar machen.

Die Messroutine wird wie bereits erwähnt für alle Sensoren auf der Struktur wiederholt. Da die Sensoren unterschiedliche Abstände vom Heizer haben, kann ein Temperaturprofil über die Membran dargestellt werden. Abbildung 5.6 zeigt das aufgenommene Temperaturprofil für die beschriebene Membranteststruktur bei einer Heizleistung von 29 mW. Die Membranbreite wurde vorab unter einem Lichtmikroskop mit 1024  $\mu\text{m}$  bestimmt. Aus diesem Grund ist auf die Mitte der Membran bezogen bei 512  $\mu\text{m}$  der Siliciumchip mit einer vorgegebenen Temperatur von 21°C ebenfalls im Diagramm dargestellt. Diese 21°C wurden mittels Thermometer als Raumtemperatur bestimmt.

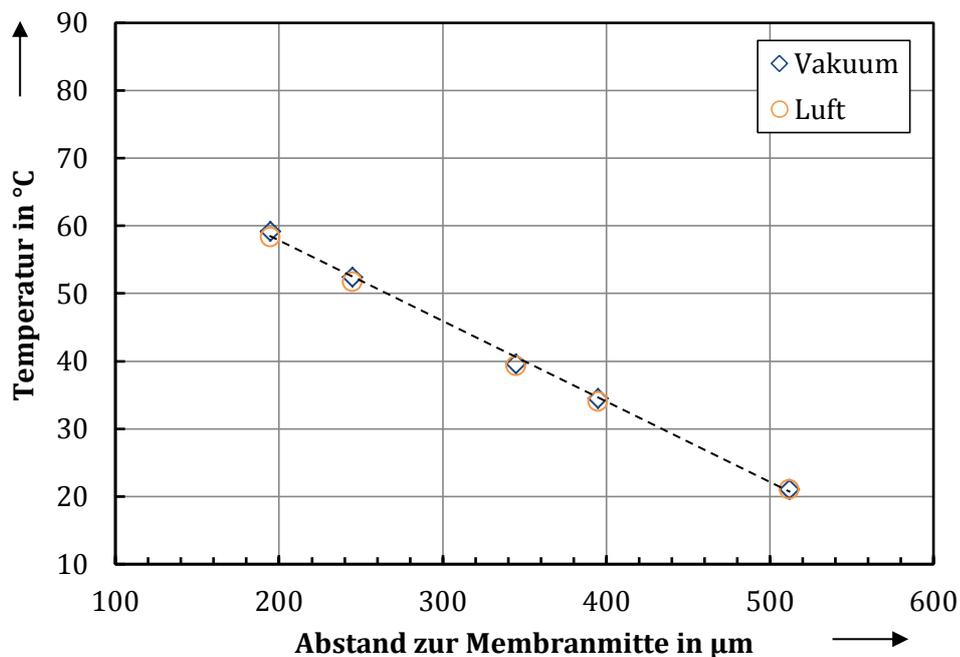


Abbildung 5.6: Temperaturverlauf über eine Membranhälfte zum Rand (Siliciumchip) hin, dargestellt sind die Sensortemperaturen und die angenommenen Chiptemperatur (21°C) am Membranrand

Durch Abbildung 5.6 wird deutlich sichtbar, dass ein nahezu linearer Temperaturverlauf über die Membran zu dem auf konstant 21°C liegenden Siliciumchip vorliegt. Außerdem kann für die Messung im Vakuum und unter nicht evakuierten Bedingungen im Rezipienten kein Unterschied im Temperaturverlauf festgestellt werden. Die Ergebnisse aus der Vermessung der Membran mit ihren vier Temperatursensoren und die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit werden im folgenden Abschnitt vorgestellt und abschließend diskutiert.

### 5.3.3 Ergebnisse zur thermischen Leitfähigkeit von AlN-Schichten

Die 500 nm AlN-Schicht auf der das vermessende Membranelement basiert, stammt aus dem HF-Sputterprozess. Die AlN-Schicht weist die gewünschte c-Achsentextur auf, so dass die Ergebnisse auf ebenfalls mit c-Achsentextur hergestellte AlN-Schichten aus dem gepulsten DC Sputterprozess übertragbar sind.

#### **5.3.3.1 Mögliche Auswertestrategien für die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit**

Die Auswertung der Messungen zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit kann auf unterschiedliche Weisen erfolgen. Es unterscheiden sich jeweils die Bestimmung der Temperaturdifferenz und damit verbunden die sich ergebenden Abstände oder Längen zwischen den zwei Punkten der Temperaturdifferenz. Die naheliegende Variante ist der Bestimmung der Temperaturdifferenz an den einzelnen Sensoren jeweils bezogen auf den Heizer. Weiterhin ist es möglich nur die Temperaturdifferenzen zwischen den Sensoren für die Auswertung heranzuziehen. Außerdem kann unter der Annahme der Siliciumchip behält eine konstante Temperatur auch die Temperaturdifferenz zwischen den Sensoren und Siliciumchip berechnet werden. Für die unterschiedlichen Auswertestrategien muss dann jeweils der Abstand zwischen den für die Bestimmung der Temperaturdifferenz genutzten Elementen richtig eingesetzt werden. Dies ist im Falle der ersten beiden Varianten sehr genau auf Basis der Maskendaten der Heiz- und Sensormäander möglich, da diese gemeinsam in einem Lithografieschritt aufgebracht werden. Für den Bezug auf den Siliciumchip, also den Membranrand muss dieser optisch vermessen werden. Dies ist, wie bereits beim Temperaturprofil vorgestellt, erfolgt.

Als erstes Ergebnis zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten ist wie in Abbildung 5.7 dargestellt die Auswertung mit Bezug auf den Heizmäander zu sehen. Dabei wird abermals festgestellt, dass kein Unterschied zwischen der Messung im Vakuum oder an Luft besteht. Die Abweichungen liegen im Bereich der Messwerteschwankung, symbolisiert durch die Fehlerbalken. Die dargestellten Mittelwerte ergeben sich sowohl aus der Aufheiz- und Abkühlphase für die einzelnen Sensoren, als auch der Zusammenfassung der vier zur Verfügung stehenden Sensoren.

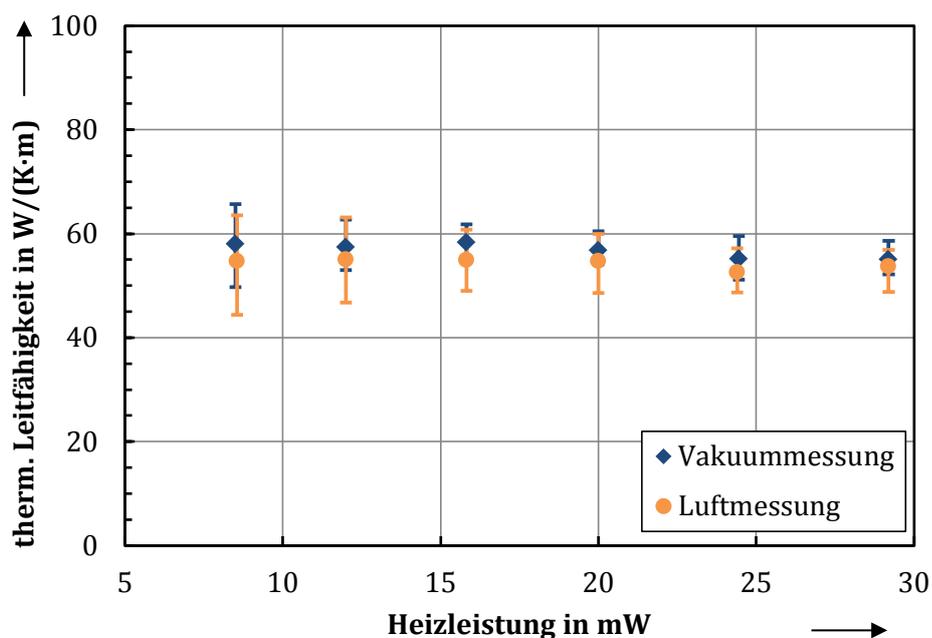


Abbildung 5.7: Ergebnisse der berechneten thermischen Leitfähigkeit für die Auswertungsvariante mit Bezug auf den Heizmäander im evakuierten und belüfteten Rezipienten

Im Vergleich zu den Werten aus Abbildung 5.7 ist in Abbildung 5.8 die berechnete thermische Leitfähigkeit nach den beiden verbleibenden Auswertestrategien dargestellt. Die Messwerte dafür stammen aus der Messreihe unter Vakuum. Dabei ist zu erkennen, dass die Schwankungen der Werte vergleichbar sind, aber die Mittelwerte höher als bei der Auswertung bezogen auf den Heizmäander liegen. Im Vergleich zwischen der Sensor-Sensor-Methode mit der Chip-Sensor-Methode liefert letztere Variante der Auswertung die höchsten Werte für die thermische Leitfähigkeit der untersuchten AlN-Dünnschicht.

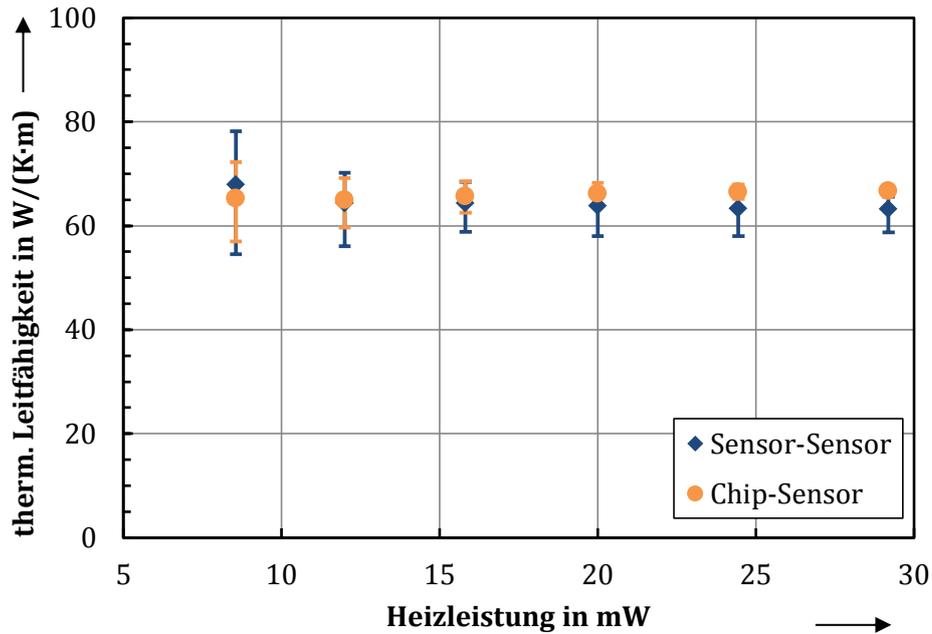


Abbildung 5.8: Vergleich der Ergebnisse der Auswertevarianten Sensor-Sensor und Chip-Sensor für die Messungen unter Vakuum

Zusammenfassend kann zum bestimmten Wert der thermischen Leitfähigkeit festgehalten werden, dass kein signifikanter Unterschied zwischen den im Vakuum oder an Atmosphäre durchgeführten Messungen feststellbar ist. Einen deutlich größeren Einfluss hat dagegen die Art der Auswertung der Messergebnisse. Es kann an dieser Stelle ein Wert für die thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten zwischen  $\lambda_{\text{AlN}} = 50 - 78 \text{ W}/(\text{K}\cdot\text{m})$  festgehalten werden. Für die Festlegung dieses Wertebereiches sind die Messergebnisse unter Vakuum herangezogen worden.

### 5.3.3.2 Diskussion der Ergebnisse zur thermischen Leitfähigkeit

Zur Diskussion sind die Ergebnisse der experimentell bestimmten thermische Leitfähigkeit für die AlN-Dünnschicht noch einmal in Tabelle 5.2 nach Auswertemethode aufgeschlüsselt zusammengefasst. Dabei relativiert sich die oben angegebenen totale Schwankung der thermischen Leitfähigkeit von ca. 28 W/(K·m) auf Werte um 15-23 W/(K·m), je nach herangezogener Auswertevariante.

Tabelle 5.2: Abschließende Zusammenstellung der experimentell bestimmten Werte für die thermische Leitfähigkeit der AlN-Dünnschicht in Abhängigkeit der Auswertevariante – Aufgeschlüsselt für die gesamte Spanne der Heizleitung und extrahiert für 20 mW Heizleistung

	Heizer – Sensor	Sensor – Sensor	Sensor – Si-Chip
<b>9-29 mW</b>	50-66 W/(K·m)	55-78 W/(K·m)	57-72 W/(K·m)
<b>bei 20 mW</b>	54-61 W/(K·m)	58-67 W/(K·m)	64-68 W/(K·m)

Beim Vergleich der in Tabelle 5.2 aufgelisteten Wertepaare zeigt die Auswertestrategie zwischen Sensorstrukturen und dem Siliciumchip als Bezugspunkt die geringste Schwankungsbreite. Daneben wird bei dieser Berechnung das höchste Niveau der hier bestimmten thermischen Leitfähigkeit erreicht. Für den Fall der Auswertung Sensor – Si-Chip erfolgt an dieser Stelle eine Abschätzung des Messfehlers über die Fehlerfortpflanzung bei der Berechnung eines Wertes, basierend auf unterschiedlichen Messwerten als Eingangsgrößen. Dazu sind das totale Differenzial gebildet und die entsprechenden  $\Delta\lambda$ -Werte für die jeweiligen Messpunkte berechnet worden. Das detaillierte Formelwerk für die Fehlerrechnung kann im Anhang A5 nachvollzogen werden.

Die in den Abbildung 5.7 und Abbildung 5.8 mittels Fehlerbalken dargestellte Schwankungsbreite bezieht sich lediglich auf die Werteschwankungen der berechneten thermischen Leitfähigkeit über die unterschiedlichen, verfügbaren Sensorstrukturen. Die Position und Benennung der Sensorstrukturen können in Abbildung 5.3 nachvollzogen werden. Durch die Berechnungen zur Fehlerfortpflanzung hingegen ergeben sich Fehlerbalken, die die wirklichen Grenzen der Bestimmbarkeit der thermischen Leitfähigkeit mit den hier eingesetzten Strukturen aufzeigen. Das Ergebnis dieser Berechnungen ist in Abbildung 5.9 dargestellt. Dabei ist die Berechnung für jede der vier genutzten Sensorstrukturen durchgeführt worden.

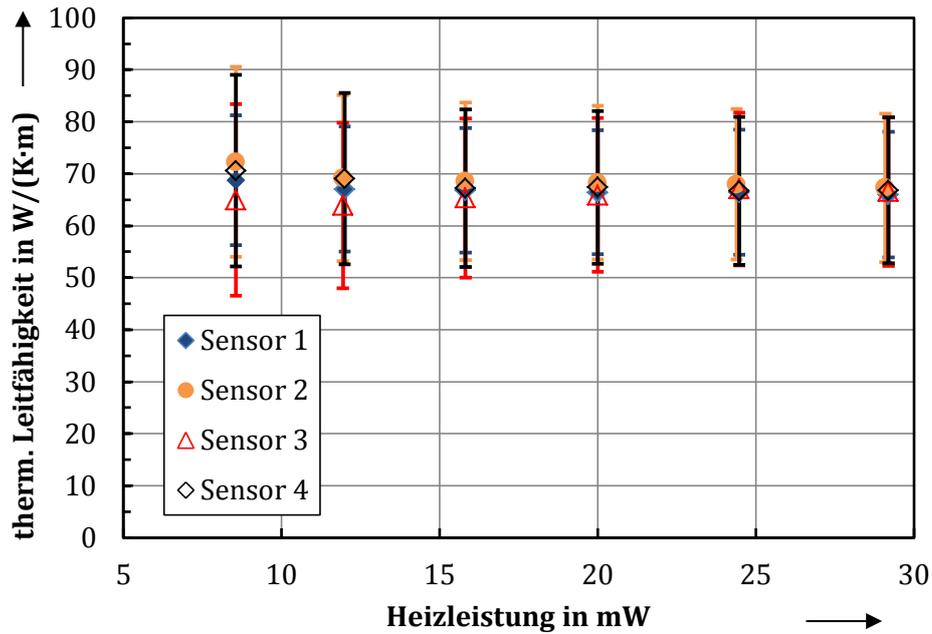


Abbildung 5.9: Darstellung der berechneten thermischen Leitfähigkeit für die vier zur Verfügung stehenden Sensoren mit der jeweiligen anhand der Fehlerfortpflanzung bestimmten Schwankungsbreite

Aus Abbildung 5.9 wird ersichtlich, dass die Schwankungsbreite bestimmt über die Fehlerfortpflanzung für die hier betrachtete Auswertung zwischen den Sensoren und dem Siliciumchip als Bezugspunkt bei jeder Heizleistung deutlich größer ist, als die in Tabelle 5.2 dargestellte Schwankung der gemessenen Werte. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass eine genauere Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit als oben dargestellt mit der angewendeten Methode und der verwendeten Membranteststruktur nicht möglich ist.

Bei den Betrachtungen der Fehlerfortpflanzung hat sich die Bestimmung sämtlicher Temperaturen über die Widerstandsänderungen als kritischer Punkt herausgestellt. Um einen möglichst zuverlässigen Messwert zu erhalten sollten die Widerstände mit mindestens einer Auslösung von  $0,1 \Omega$  vermessen werden. Dies ist in vorliegendem Fall nur für die Initialmessung der Widerstände im ungeheizten Membranzustand durchgeführt worden. Im geheizten Zustand sind die Sensorwiderstände lediglich mit einer Auflösung von  $1 \Omega$  aufgenommen worden. Was bei einem Absolutwert der Sensorwiderstände von größer als  $900 \Omega$  als ausreichend erschien.

Trotz der stark schwankenden Ergebnisse bleibt festzuhalten, dass mit den hier präsentierten Ergebnissen die Schwankungsbreite des Wertes der thermischen Leitfähigkeit für 500 nm dünne, gesputterte AlN-Schichten deutlich gegenüber den in der Literatur publizierten Werten reduziert werden kann. (siehe Tabelle 5.1)

# 6 Piezoelektrische

## Eigenschaften von AlN-Dünnschichten

Da wie bereits in Kapitel 2 dargestellt bei AlN-Dünnschichten die piezoelektrische Funktionalität die bisher veröffentlichten Applikationsbeispiele dominiert, widmet sich dieses Kapitel den piezoelektrischen Schichteigenschaften. Die piezoelektrische Schichtfunktionalität stellt jedoch nicht den Hauptschwerpunkt dieser Arbeit dar. Aus diesem Grund kommt diesem Kapitel ein ergänzender Charakter zu. Mit dem Hintergrund der möglichen piezoelektrischen Funktionalisierung der dreidimensionalen AlN-Membranen ist es aber trotzdem interessant die grundlegenden Erkenntnisse der piezoelektrischen Schichtcharakterisierung kurz vorzustellen.

Voraussetzung für piezoelektrische Eigenschaften ist die im Kapitel 3 beschriebene *c*-Achsentextur der AlN-Dünnschichten. Alle hier untersuchten Schichten weisen diese Struktur auf. Aus diesem Grund wird im weiteren Verlauf die strukturelle Natur der untersuchten Schichten nicht noch einmal thematisiert.

Im ersten Abschnitt dieses Kapitels werden der piezoelektrische Effekt vorgestellt, dessen Erscheinungsformen beschrieben und die Anwendungsmöglichkeiten in einer Übersicht zusammengefasst dargestellt. Der zweite Abschnitt gibt einen Überblick zu den Möglichkeiten der Charakterisierung piezoelektrischer Schichteigenschaften anhand der Bestimmung der piezoelektrischen Koeffizienten. Ebenfalls werden die in dieser Arbeit angewendeten Methoden zur Bestimmung der Piezokoeffizienten vorgestellt. Im dritten Abschnitt dieses Kapitels sind abschließend die Ergebnisse der piezoelektrischen Schichtcharakterisierung dokumentiert.

## 6.1 Der piezoelektrische Effekt

Der piezoelektrische Effekt koppelt die mechanische mit der elektrischen Domäne. Die Piezoelektrizität wurde 1880 von den Brüdern Pierre und Jaques Curie entdeckt. Sie wiesen den direkten piezoelektrischen Effekt anhand eines Turmalin-Kristalls nach. [148]

Bei piezoelektrisch aktiven Materialien handelt es sich immer um kristalline Werkstoffe. Aber nicht alle natürlich vorkommende oder künstlich erzeugte Kristalle besitzen piezoelektrische Eigenschaften. Die Kristalle lassen sich in 32 Gruppen hinsichtlich ihrer Kristallsymmetrie unterteilen. Kristalle, die entlang aller Achsen durch das Kristallzentrum symmetrisch sind, werden als zentrosymmetrisch bezeichnet. Diese Kristalle sind nicht piezoelektrisch und nehmen 11 der 32 Kristallgruppen ein. Von den restlichen 21 nicht zentrosymmetrischen Kristallgruppen weisen 20 piezoelektrische Eigenschaften auf. [149]

Grundvoraussetzung für piezoelektrische Materialeigenschaften ist also das Fehlen eines Symmetriezentrums in einem Ionenkristall. Durch diese teilweise unsymmetrische Anordnung der positiven und negativen Ionen im Kristallgitter entsteht in der Struktur eine polare Achse. Polar bedeutet, dass ein elektrisches Dipolmoment existiert, welches aufgrund der nicht symmetrischen Aufteilung der elektrischen Ladungen der Kristallbindungen resultiert. Im Grundzustand ist der Kristall nach Außen neutral. Erst eine von außen einwirkende mechanische Last entlang einer polaren Achse erzeugt eine zusätzliche elektrische Polarisierung. Hervorgerufen wird diese durch eine Verschiebung der Dipolmomente, die eine messbare elektrische Ladung generiert.

Der piezoelektrische Effekt lässt sich in zwei Grundarten unterteilen. Der direkte piezoelektrische Effekt beschreibt die Bildung einer Raumladungszone in einem piezoelektrisch aktiven Material unter Einwirkung einer äußeren, mechanischen Last. Der indirekte piezoelektrische Effekt hingegen beschreibt den umgekehrten Fall, eine aus einer angelegten elektrischen Spannung resultierende Dehnung. Allgemein beschreiben lassen sich der direkte und indirekte piezoelektrische Effekt durch die Gleichungen 6.1 und 6.2.

$$D = d \cdot \sigma_M + \varepsilon^{\sigma M} \cdot E \quad (6.1)$$

$$\varepsilon_M = s^E \cdot \sigma_M + d \cdot E \quad (6.2)$$

Beim direkten piezoelektrischen Effekt wird die dielektrische Verschiebung  $D$  verursacht durch eine angreifende mechanische Spannung  $\sigma_M$ . Zusätzlich kann auch ein anliegendes elektrisches Feld  $E$  einen Teil zur dielektrischen Verschiebung beitragen. Als materialspezifischen Konstanten finden sich in Gleichung 6.1 der Tensor der piezoelektrischen Koeffizienten  $d$  und der Tensor der Dielektrizitätskonstanten bei konstanter mechanischer Spannung  $\varepsilon^{\sigma M}$  wieder.

Im Gegensatz dazu kann beim indirekten piezoelektrischen Effekt eine mechanische Dehnung  $\varepsilon_M$  durch ein anliegendes elektrisches Feld  $E$  generiert werden. Auch über eine angreifende mechanische Spannung  $\sigma_M$  kann ein zusätzlicher Teil der mechanischen Dehnung generiert werden. Auch in der Gleichung 6.2 sind wieder materialspezifische Konstanten eingebunden. Es handelt sich neben dem Tensor der piezoelektrischen Koeffizienten um den Tensor der Elastizitätskoeffizienten  $s^E$  bei konstantem elektrischem Feld. Der Tensor der Elastizitätskoeffizienten stellt die transponierte Version des Tensor Elastizitätsmoduln  $C_{ij}$  dar, der bereits in Kapitel 4 eingeführt wurde. Eine Berechnung der Elastizitätskoeffizienten aus den Elastizitätsmoduln wird unter anderem von Ambacher beschrieben. [94]

Werden die bisher vereinfacht dargestellten Grundgleichungen des piezoelektrischen Effektes in die Tensorschreibweise übertragen und dabei die Symmetrie des zu untersuchten Materiales Aluminiumnitrid, wie von Schaumburg [150] beschrieben, berücksichtigt, ergeben sich die in Gleichung 6.3 und 6.4 dargestellten Zusammenhänge. Dabei laufen die Indizes  $k$  und  $l$  von 1 bis 3 und  $i$  und  $j$  von 1 bis 6.

$$D_l = d_{lj} \cdot \sigma_{Mj} + \varepsilon_{lk}^{\sigma_M} \cdot E_k \quad (6.3)$$

$$\varepsilon_{Mi} = s_{ij}^E \cdot \sigma_{Mj} + d_{ik} \cdot E_k \quad (6.4)$$

Da Aluminiumnitrid nur in der hexagonalen Wurtzitphase (Raumgruppe  $C_{6v} = 6mm$ , vergleiche auch Abschnitt 3.2.2) piezoelektrische Eigenschaften aufweist, ergeben sich basierend auf der Symmetrie für diese Kristallstruktur Vereinfachungen bezüglich der Besetzung der Tensoren aus Gleichungen 6.3 und 6.4. Diese Vereinfachungen werden unter anderem von Kazan beschreiben. [151] Für die Tensoren der piezoelektrischen Koeffizienten  $d_{ij}$  und der Elastizitätskoeffizienten  $s_{ij}^E$  ergibt sich demnach folgende Schreibweise.

$$d_{lj} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (6.5)$$

$$s_{ij}^E = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{66}^E \end{bmatrix} \quad (6.6)$$

Aufgrund der eingepprägten Polarisationsrichtung beim piezoelektrischen AlN und der damit verbundenen Wirkung von elektrischem Feld und Verschiebungsstromdichte ergeben sich zwei technisch relevante Effekte. Einerseits der longitudinale Effekt ( $d_{33}$ -Effekt) mit parallelen zueinander stehenden Vektoren von Ursache und Wirkung und andererseits der transversale Effekt ( $d_{31}$ -Effekt) mit senkrecht zueinander stehenden Vektoren von Ursache und Wirkung. Scherwirkungen haben aufgrund der geometrischen Relationen bei den dünnen Schichten keine Bedeutung. In Abbildung 6.1 ist exemplarisch für den direkten piezoelektrischen Effekt der Unterschied zwischen longitudinalem und transversalem Effekt dargestellt. Dabei ist zu beachten, dass die Polarisationsachse immer entlang der Achse 3 des eingebetteten Koordinatensystems gerichtet ist. Ursache ist im dargestellten Fall die angreifende Kraft  $F$  und die Wirkung stellt die ebenfalls visualisierte Polarisation  $P$  dar.

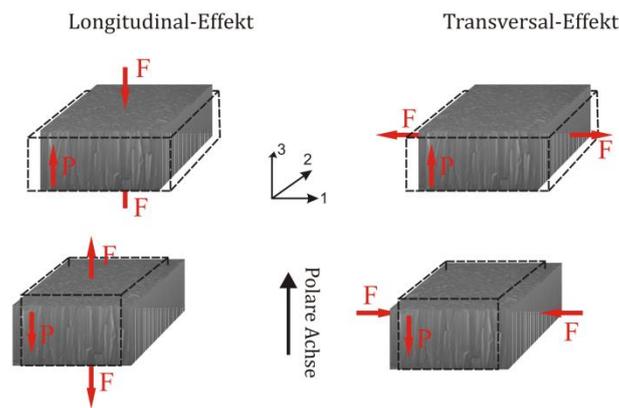


Abbildung 6.1: Darstellung der beiden relevanten Varianten des piezoelektrischen Effektes mit Richtungsangaben für angreifende Kraft und Polarisationsrichtung auf Basis des direkten piezoelektrischen Effektes

Für die komplette Beschreibung der elektro-mechanischen Wechselwirkungen des longitudinal und des transversal Effektes in allen Konfigurationen ergeben sich die folgenden Gleichungen 6.7 – 6.10. Die starke Vereinfachung ergibt sich aufgrund der nur teilweise besetzten Tensoren des piezoelektrischen Koeffizienten  $d_{ij}$  und Elastizitätskoeffizienten  $s_{ij}^E$ .

$$D_3 = d_{31} \cdot \sigma_{M1} + d_{31} \cdot \sigma_{M2} + d_{33} \cdot \sigma_{M3} + \varepsilon_{33}^\sigma \cdot E_3 \quad (6.7)$$

$$\varepsilon_{M1} = s_{11}^E \cdot \sigma_{M1} + s_{12}^E \cdot \sigma_{M2} + s_{13}^E \cdot \sigma_{M3} + d_{31} \cdot E_3 \quad (6.8)$$

$$\varepsilon_{M2} = s_{12}^E \cdot \sigma_{M1} + s_{11}^E \cdot \sigma_{M2} + s_{13}^E \cdot \sigma_{M3} + d_{31} \cdot E_3 \quad (6.9)$$

$$\varepsilon_{M3} = s_{13}^E \cdot \sigma_{M1} + s_{13}^E \cdot \sigma_{M2} + s_{13}^E \cdot \sigma_{M3} + d_{33} \cdot E_3 \quad (6.10)$$

Gleichung 6.7 beschreibt die generierbare dielektrische Verschiebung entlang der polaren Achse im AlN-Kristallsystem ( $D_3$ ). Die Komponenten, die dazu beitragen können, sind die mechanischen Spannungen in den drei Raumrichtungen ( $\sigma_{M1-3}$ ) gekoppelt mit den jeweiligen wirksamen piezoelektrischen Koeffizienten ( $d_{31}$  und  $d_{33}$ ) und ein zusätzlich anliegendes elektrisches Feld  $E_3$ .

Die Gleichungen 6.8 bis 6.10 beschreiben die beim inversen piezoelektrischen Effekt hervorgerufenen Dehnungskomponenten für die drei Raumrichtungen ( $\varepsilon_{M1-3}$ ). Grund dafür ist die Einwirkung einer elektrischen Feldkomponente ( $E_3$ ). Auch in diesen Gleichungen ist es möglich die Beeinflussung der Dehnung durch eine zusätzlich wirkende mechanische Last ( $\sigma_{M1-3}$ ) zu berücksichtigen.

Als Abschluss der Ausführungen zum piezoelektrischen Effekt folgt nun eine Übersichtsdarstellung möglicher Anwendungsbereiche. Dies macht sichtbar, wie breit das Anwendungsspektrum piezoelektrisch funktionaler Materialien ist. Diese Klassifizierung ist in Abbildung 6.2 dargestellt und aus dem Buch von G.Gautschi mit dem Titel „Piezoelectric Sensorics“ entnommen. [152]

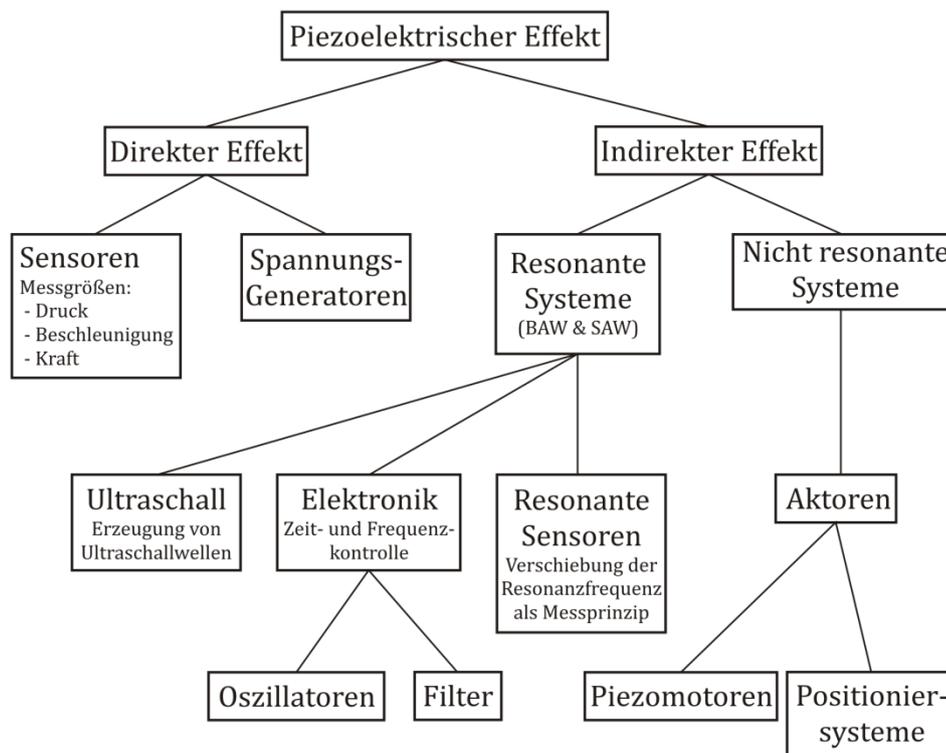


Abbildung 6.2: Einsatzgebiete für den piezoelektrischen Effekt nach [152]

## 6.2 Verfahren zur Bestimmung piezoelektrischer Eigenschaften

Nach der allgemeinen, grundlegenden Einführung zum piezoelektrischen Effekt folgt in diesem Abschnitt die Vorstellung einzelner Verfahren zur Bestimmung der piezoelektrischen Schichteigenschaften und damit verbunden der piezoelektrischen Koeffizienten. Zusätzlich werden die angewendeten Verfahren detaillierter beschrieben.

Für die piezoelektrischen Eigenschaften eine AlN-Dünnschicht gilt neben der in Kapitel 3 eingeführten und beschriebenen c-Achsentextur auch die elektrische Isolation der dünnen Schichten als Voraussetzung. Aus diesem Grund wird im ersten Teil dieses Abschnittes auf die Spezifika der Bestimmung der elektrischen Isolation bzw. Spannungsfestigkeit und der Bestimmung der Durchbruchfeldstärke eingegangen.

### 6.2.1 Bestimmung der Durchbruchfeldstärke dünner AlN-Schichten

Zur Bestimmung der Güte der elektrischen Isolation dünner Schichten gilt die Aufnahme von U-I-Kennlinien als etabliertes Verfahren. Dabei kann in Abhängigkeit des jeweiligen Aufbaus des Messequipments bei getriebener Spannung der Strom gemessen oder bei getriebenem Strom die Spannung gemessen werden. Die Ergebnisse zur elektrischen Durchbruchfeldstärke dünner

AlN-Schichten sind in dieser Arbeit hauptsächlich mit der zweiten Variante des Messsetups durchgeführt worden. In dieser Konfiguration lässt sich nur die Durchbruchspannung und unter Berücksichtigung der Schichtdicke die Durchbruchfeldstärke bestimmen. Aus dem elektrischen Ersatzschaltbild in Abbildung 6.3 wird ersichtlich, dass bis zum Erreichen des Durchbruches in der AlN-Schicht aufgrund eines sehr hohen  $R_{\text{AlN}}$  der Innenwiderstand der Messgeräte dominieren kann. Der Eingangs- bzw. Innenwiderstand des Messgerätes beträgt  $10 \text{ M}\Omega$  in den relevanten Messbereichen über  $10 \text{ V}$ .

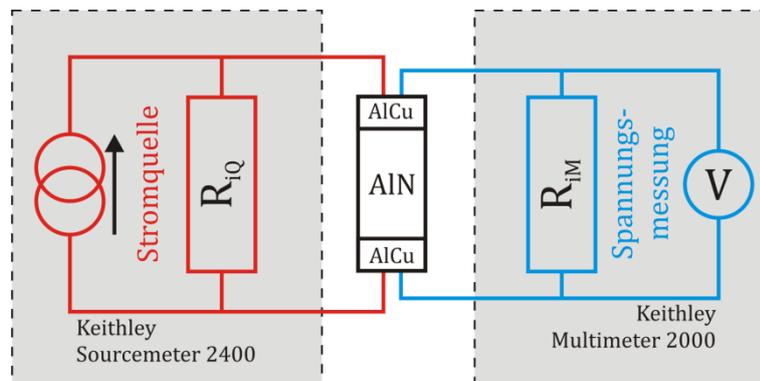
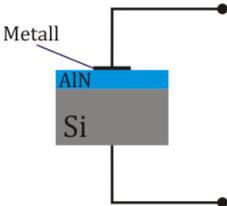
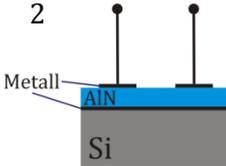
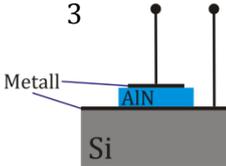


Abbildung 6.3: Ersatzschaltbild für die Messanordnung zur U-I-Messung, die AlN-Schicht ist beispielsweise über zwei AlCu-Elektroden kontaktiert und schließt somit den Kreis zwischen Stromquelle und Spannungsmessung

Eine Vermessung der Anordnung ohne AlN-Element (direkte Verbindung der Kontakte von Stromversorgung und Spannungsmessung) ergibt eine Kennlinie, die einen Widerstandswert von rund  $2,5 \cdot 10^6 \Omega$  darstellt. Dieser Wert zeigt den Innenwiderstand in Kombination mit parasitären Werten auf. Bei der Auswertung der Messungen wird die vermessene Charakteristik noch einmal berücksichtigt.

Die Präparation der Proben für die U-I-Messung kann auf unterschiedliche Weise erfolgen. So kann zum einen der Rückkontakt der dünnen AlN-Schicht über leitfähiges Silicium realisiert werden. Oder es kann eine geschlossene Metallschicht unter der AlN-Schicht als Kurzschluss zwischen zwei Kontakten auf der Probenoberfläche genutzt werden. Eine dritte Variante stellt die Strukturierung einzelner Zonen aus einer AlN-Schicht auf Metall abgedeckt dar. Jedes dieser einzeln stehenden AlN-Elemente kann dann über eine Topoelektrode und die freigelegte Grundelektrode kontaktiert werden. Tabelle 6.1 stellt die beschriebenen Kontaktierungsvarianten grafisch dar und fasst die Vor- und Nachteile der unterschiedlichen Varianten zusammen.

Tabelle 6.1: Gegenüberstellung der möglichen Kontaktierungsvarianten dünner AlN-Schichten zur Bestimmung der Durchbruchspannung

1	2	3
		
<p>++ einfach herstellbar</p> <p>- elektrischer Kontakt zwischen Silicium und AlN</p> <p>-- elektrischen Kontakt zwischen Silicium und Chip-Auflage</p>	<p>+ ebenfalls einfach herstellbar</p> <p>-- keine Trennung zwischen lateralen und transversalen Durchbruch möglich</p>	<p>++ isolierte, einzelne AlN-Elemente</p> <p>+ gute Möglichkeit zur Untersuchung von Flächenabhängigkeiten</p> <p>-- Herstellung durch die Strukturierung der AlN-Schicht und dem Stopp auf der unteren Metallschicht am aufwendigsten</p>

Im Laufe der Untersuchungen hat sich herausgestellt, dass von den Kontaktierungsvarianten entweder die erste oder dritte Ausführung zu bevorzugen ist. Aus diesem Grund finden diese beiden Messkonfigurationen bei den in Abschnitt 6.3.1 vorgestellten Ergebnissen der elektrischen Charakterisierung der AlN-Dünnschichten Anwendung. Messungen über zwei Kontakte von der Probenoberseite liefern keine stabilen, reproduzierbaren Ergebnisse. Für die stabilsten Messergebnisse sorgte die am aufwendigsten herstellbare Kontaktierungsvariante 3.

### 6.2.2 Bestimmung einzelner piezoelektrischer Koeffizienten

Nachdem der Nachweis der c-Achsentextur und der elektrischen Isolation erbracht worden ist, kann zwar schon auf die piezoelektrische Schichteigenschaft geschlossen, aber noch keine Aussage über die Stärke des piezoelektrischen Effektes abgeleitet werden. Aus diesem Grund steht die Bestimmung der Piezokoeffizienten als dritter Schritt in der Reihe zur Verifizierung der piezoelektrischen Schichtfunktionalität. Da es sich bei den AlN-Schichten um sehr dünne Schichten handelt werden speziell dafür anwendbare Verfahren benötigt.

Es existiert eine ganze Reihe von Möglichkeiten zur Quantifizierung der piezoelektrischen Schichteigenschaften über die Bestimmung der Piezokoeffizienten. Nicht alle Varianten haben sich über den Nachweis der theoretischen Machbarkeit hinaus in der Materialcharakterisierung etablieren können. Abbildung 6.4 stellt diese Verfahren ohne einzelne Bewertungen und eingeteilt in unterschiedliche Kategorien dar.

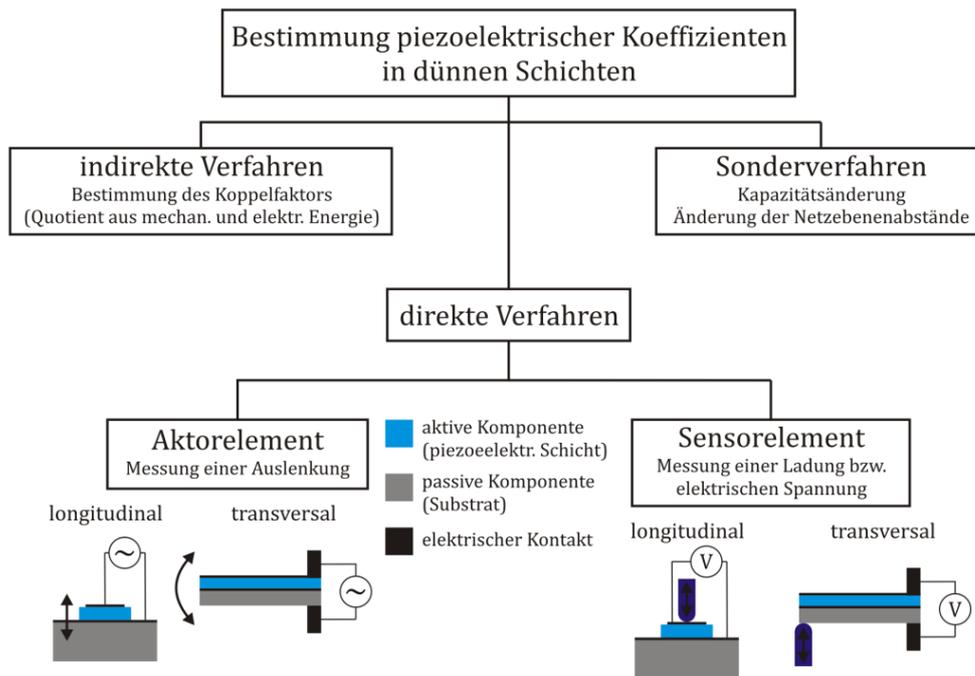


Abbildung 6.4: Methoden zur Bestimmung von Piezokoeffizienten in dünnen Schichten

Zur direkten Bestimmung der piezoelektrischen Funktionalität einer dünnen Schichten über ihre Koeffizienten kann sowohl ein Element mit aktorischer Funktion als auch mit sensorischer Funktion aufgebaut werden. Dabei werden im Rahmen der piezoelektrischen Charakterisierung der dünnen Schichten entsprechend eine Auslenkung oder eine Ladung gemessen. Typische Anwendungen für die direkte Bestimmung der piezoelektrischen Funktionalität sind die Piezoreaktions-Kraft-Mikroskopie (kurz PFM - engl. piezoresponse force microscopy) [153] und die Methode der mechanischen Anregung eines Monomorph-Balkens bestehend aus passivem und aktiven Schichtelement. [154] Damit sind je eine Methode als Aktor- bzw. Sensorelement benannt. Diese beiden Varianten finden auch in dieser Arbeit Anwendung.

Weiterhin können die piezoelektrischen Eigenschaften indirekt über den elektromechanischen Kopplungsfaktor anhand von SAW- oder FBAR-Filtern [155, 156] bestimmt werden. Der Aufbau und die Vermessung von SAW- oder FBAR-Elementen sind allerdings komplexer als eine direkte Messung von generierter Auslenkung bzw. erzeugter Ladung. Aus diesem Grund werden für eine reine piezoelektrische Charakterisierung einer piezoelektrischen Dünnschicht die direkten Methoden bevorzugt. Die indirekte Charakterisierung über den Koppelfaktor wird genutzt, um die Leistungsfähigkeit hergestellter, auf AlN-Schichten basierender Bauelemente zu beurteilen.

Eine untergeordnete Rolle spielen die unter der dritten Kategorie zusammengefassten Sondervverfahren Messung einer Kapazitätsänderung bzw. Messung der Änderung von Netzebenenabständen im Kristall. [157, 158] Diese besitzen auch aufgrund der etablierten bisher beschriebenen Verfahren nur akademischen Wert.

Wie bereits beschrieben werden für die Charakterisierung der in dieser Arbeit hergestellten und eingesetzten AlN-Dünnschichten zwei Verfahren aus der direkten Charakterisierung piezoelektrischer Schichteigenschaften angewendet. Auf deren jeweiligen Spezifika wird im folgenden Teilabschnitt eingegangen.

### 6.2.3 Angewendete Methoden zur Bestimmung piezoelektrischer Schichteigenschaften

Aus den unterschiedlichen, möglichen Varianten zur Bestimmung piezoelektrischer Schichteigenschaften sind zwei Verfahren ausgewählt worden. Bei der Auswahl spielt die messtechnische und die technologischen Umsetzbarkeit der Probenpräparation die entscheidende Rolle.

Das erste ausgewählte Verfahren stellt die PFM-Methode dar. Dies ist in der einfachen Probenpräparation und in vorhandenen Erfahrungswerten im Umgang mit dieser Technik begründet. [159] Daher wird im ersten Teilabschnitt die PFM-Methode unter der Überschrift lokale Anregung von kontaktierten AlN-Flächen genauer beschrieben.

Die zweite angewendete Variante zur Bestimmung der Piezoeffizienten ist das mechanische Verbiegen eines makroskopischen Biegebalkens. Der verwendete Biegebalken besteht aus einem einfachen Silicium/Metall/AlN/Metall-Aufbau. Die Grundlagen zu dieser Analysetechnik sind ebenfalls sehr gut in der Fachliteratur dokumentiert und lassen sich unkompliziert für das AlN-Schichtmaterial anwenden. Auf dieses Verfahren wird im zweiten Teil dieses Abschnittes eingegangen.

#### 6.2.3.1 Lokale Anregung von kontaktierten AlN-Flächen

Für die PFM-Messungen wird der inverse piezoelektrische Effekt ausgenutzt um den longitudinalen piezoelektrischen Koeffizienten  $d_{33}$  zu bestimmen. Dazu wird eine AlN-Schicht über lokal begrenzte Kontaktflächen von Vorder- und Rückseite elektrisch kontaktiert. Anschließend wird eine periodische Anregung im kHz-Bereich an die Probe angelegt. Die dadurch induzierte Dickenänderung des kontaktierten, piezoelektrisch aktiven Bereiches wird über ein Rasterkraftmikroskop (kurz AFM - engl. atomic force microscope) detektiert. Das AFM wird dazu im Kontaktmodus betrieben. Da das generierte, vom AFM detektierte Auslenkungssignal mit sehr kleiner Amplitude schwingt, wird das Signal mit einem Lock-In-Verstärker entsprechend verarbeitet.

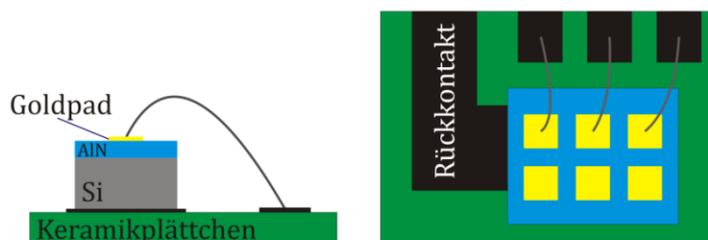


Abbildung 6.5: Skizze zum Aufbau und zur Kontaktierung der Proben für die PFM-Messung

Für die PFM-Messungen werden im einfachsten Fall auf leitfähigen Siliciumsubstraten abgeschiedene AlN-Schichten mit Silberleitlack auf ein Keramikplattplättchen geklebt. Damit wird neben der mechanischen Fixierung auch der elektrische Kontakt hergestellt. Alternativ kann der Rückkontakt auch über eine Metallschicht, die anschließend freigelegt wird hergestellt werden. Die Kontaktierung der Probe von der Vorderseite erfolgt über das Aufbringen einer rund 50 nm dünnen Goldpads. Die Struktur der Pads wird durch einen Metallisierungsprozess mit Schattenmaske realisiert. Zur vollständigen Kontaktierung der Probe, werden die Pads mit Verbindungsdrähten und Silberleitlack von der Probenoberseite auf das Keramikplättchen geführt. Der Anschluss an die externe Anregung erfolgt dann mit Federkontakten auf dem Keramikplättchen. Der hier beschriebene Aufbau ist in Abbildung 6.5 skizziert dargestellt.

Für die Messung wird die so kontaktierte Probe unter dem AFM fixiert und die AFM-Nadel auf ein kontaktiertes Metallpad abgesetzt. Eine sinusförmige Anregung der Probe erfolgt über einen Funktionsgenerator. Das Signal der aufgenommenen Probenauslenkung wird dann über den Lock-In-Verstärker verarbeitet und ausgegeben. Das Ausgangssignal bei den AlN-Proben und der gewählten Anregung liegt im  $\mu\text{V}$ -Bereich. Der beschriebene Aufbau der Messanordnung ist in Abbildung 6.6 dargestellt. Während einer Messreihe wird die Amplitude der Sinusanregung von 1 V bis 10 V schrittweise erhöht und bei jedem Schritt die verstärkte Auslenkungsamplitude aufgenommen. Als Resultat ergibt sich eine Kennlinie mit steigender Auslenkung bei steigender Anregung.

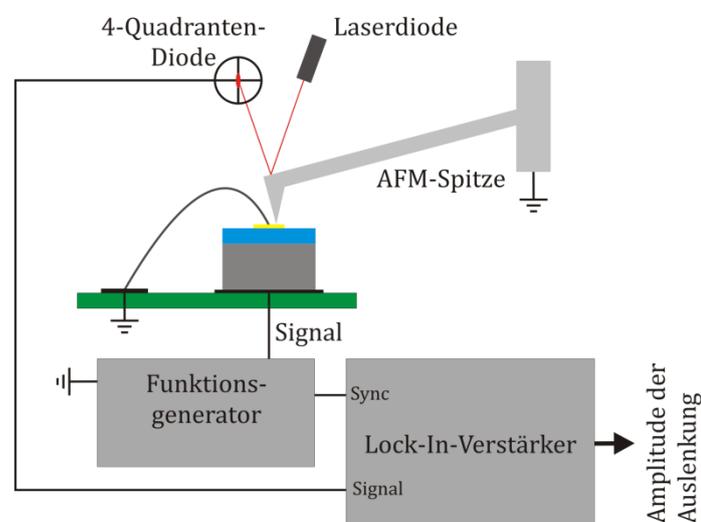


Abbildung 6.6: Darstellung des Prinzips der PFM-Messung an einem mit AlN beschichteten, kontaktierten Siliciumchip unter einem konventionellen AFM-System

Die Steigung der aufgenommenen Kennlinie ist dabei proportional zum piezoelektrischen Koeffizienten. Da bei dieser Art der Messung das Auslenkungssignal als Ausgang der 4-Quadranten-Diode direkt extern weiterverarbeitet wird, ist mit dem elektrischen Signal kein Weeinheit (z.B.  $\mu\text{m}$ ) mehr verknüpft. Aus diesem Grund muss zur Bestimmung des piezoelektrischen Koeffizienten  $d_{33}$  eine Referenzprobe eingesetzt werden. Diese ist identisch der AlN-Probe aufgebaut, nur dass die AlN-Schicht durch ein Lithiumniobat-Plättchen ( $\text{LiNbO}_3$ ) ersetzt wird. Da der Koeffizient für  $\text{LiNbO}_3$  mit  $d_{33} = 7,53 \text{ pm/V}$  bekannt ist, lässt sich über Gleichung 6.11 der piezoelektrische Koeffizient für die vorher vermessenen AlN-Probe berechnen.

$$d_{33_{eff}}^{AlN} = \frac{m_{AlN}}{m_{LiNbO_3}} d_{33}^{LiNbO_3} \quad (6.11)$$

Die Bezeichnung  $d_{33_{eff}}$  berücksichtigt die Einflussnahme der Verspannung des lokal angeregten Bereiches mit der unstrukturierten AlN-Schicht. [154] Dieser effektive Piezokoeffizient ist kleiner als der reale. Der reale Piezokoeffizient  $d_{33}$  lässt sich mit Gleichung 6.12 bzw. 6.13 berechnen. Gleichung 6.12 lässt sich laut Chen durch die Annahme  $d_{33} = -2 \cdot d_{31}$  in Gleichung 6.13 überführen. [156] Da in der Literatur oftmals nur der  $d_{33}$  oder  $d_{31}$  angegeben wird, ist mit diesen beiden Gleichungen der Vergleich zu Referenzwerten möglich.

$$d_{33} = d_{33_{eff}} + \frac{2 \cdot s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} \cdot d_{31} \quad (6.12)$$

$$d_{33} = d_{33_{eff}} \cdot \frac{s_{11}^E + s_{12}^E}{(s_{11}^E + s_{12}^E + s_{13}^E)} \quad (6.13)$$

### 6.2.3.2 Auslenkung makroskopischer, großflächig kontaktierter Biegebalken

Mit der lokalen Kontaktierung und Anregung von piezoelektrischen Schichten ist nur eine Aussage über die piezoelektrischen Schichteigenschaften eines kleinen Bereiches möglich. Da es aber auch interessant ist, Aussagen über großflächige ( $> 5 \text{ mm}^2$ ) piezoelektrische Funktionalität zu erhalten, soll dies mit einem makroskopisch kontaktierten Biegebalken untersucht werden. Zudem kann mit dieser Technik der transversale Piezokoeffizient  $d_{31}$  bestimmt werden, der für Biege wandler von Interesse ist. Die hinter dieser Analyse methode stehende Vorgehensweise wird sehr ausführlich von M.-A. Dubois und P. Murali in einer Publikation aus dem Jahr 1999 beschrieben. [154]

Die Präparation der Proben geschieht in folgender Sequenz. Die AlN-Schicht wird auf einem Siliciumsubstrat zwischen zwei Metallschichten hergestellt. Nach Strukturierung der oberen Metallschicht (Topkontakt) wird die AlN-Schicht lokal entfernt, um die untere Metallschicht (Grundkontakt) freizustellen. Abschließend werden die auf Waferlevel prozessierten Strukturen vereinzelt. Resultat im hier zugrunde liegenden Fall sind  $5 \times 25 \text{ mm}^2$  große Siliciumbalken mit kontaktierten AlN-Schichten darauf. Abbildung 6.8 skizziert den hergestellten Biegebalken in der Draufsicht mit allen für die Berechnung relevanten geometrischen Abmessungen.

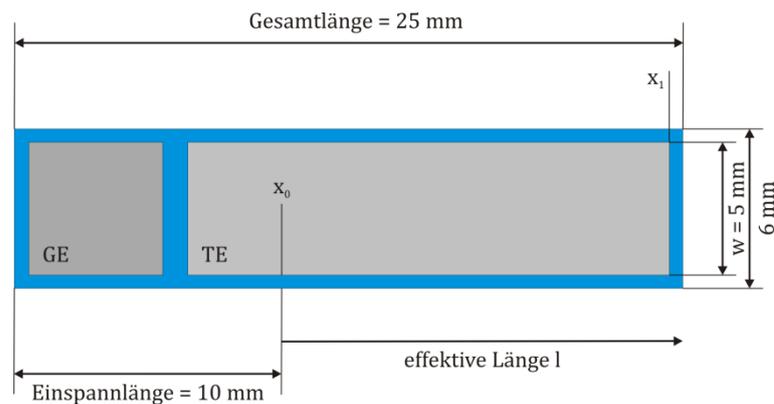


Abbildung 6.7: Design des vermessenen Silicium-AlN-Balkens mit Grundelektrode (GE), Topelektrode (TE) und den für die Berechnung des Piezokoeffizienten relevanten Abmessungen

Diese Silicium-AlN-Balken werden wie in Abbildung 6.8 dargestellt, eingespannt und durch einen periodisch angeregten Piezostapelaktor ausgelenkt. Um den vollen Arbeitsbereich des Piezoaktors auszunutzen wird der eingespannte Balken vor der Messung mechanisch vorgespannt. Der Kontakt zwischen Piezoaktor und Si-Biegebalken erfolgt über ein am oberen Ende des Aktors angebracht Kugel. Die elektrische Kontaktierung der Elektroden auf dem Silicium-Balken wird über gefederte Kontaktstifte realisiert, und einen Ladungsverstärker realisiert. Ein Ladungsverstärker verarbeitet das piezoelektrisch erzeugte Ladungssignal.

Über ein Oszilloskop wird das verstärkte Signal der Ladung  $Q$  dargestellt. Dies ermöglicht die Bestimmung der Amplitude des verstärkten Ladungswertes und eine Beurteilung der Form des verstärkten piezoelektrischen Signals. Um über die maximale Amplitude der gemessenen Ladung auf den transversalen piezoelektrischen Koeffizienten  $d_{31}$  rückzuschließen muss noch die maximale Auslenkung des Biegebalkens bekannt sein. Ist das der Fall, kann mit Gleichung 6.14 der Piezokoeffizient berechnet werden.

Die Herleitung dieser Gleichung erfolgt unter Verwendung der Gleichungen 6.7-6.9 und kann in [154] detailliert nachvollzogen werden. Die Überführung des Piezoeffizientens  $e_{31}$  in  $d_{31}$  geschieht später in der Auswertung der Messung und kann im Anhang A6 noch einmal nachvollzogen werden.

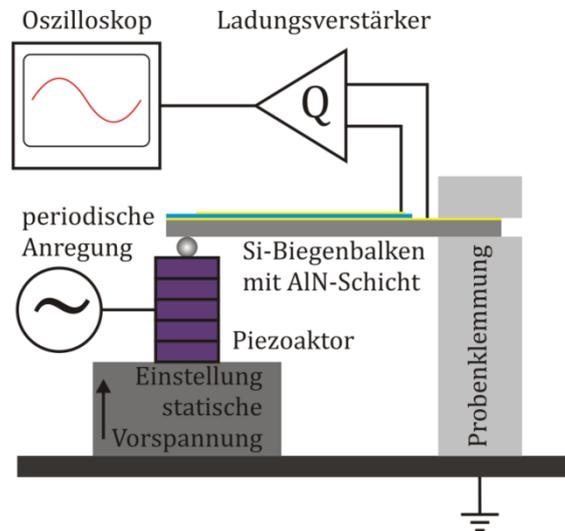


Abbildung 6.8: Schema des Messaufbaus des Biegebalkens mit mechanischer Anregung und Signalaufnahme inklusive Verstärkung

$$e_{31_{eff}} = \frac{2 \cdot l^3 \cdot Q}{3 \cdot w \cdot h \cdot z_{max} \cdot (1 - \nu_{Si}) \cdot \left( l \cdot (x_1 - x_0) - \frac{x_1^2 - x_0^2}{2} \right)} \quad (6.14)$$

In Gleichung 6.14 sind verschiedene Geometrie- und Materialparameter enthalten, welche teilweise in Abbildung 6.7 eingeführt worden sind und hier noch einmal kurz benannt werden. Die Länge  $l$  und die Höhe  $h$  stehen für die Abmessungen des Biegebalkens. Wobei für die Länge die effektive, frei beweglich Länge des Biegebalkens eingesetzt wird.  $z_{max}$  steht für die detektierte, maximale Auslenkung des Biegebalkens. Die Position der Elektroden zur Einspannstelle und der Grad der Überdeckung von oberer und unterer Elektrode werden durch die Parameter  $x_0$  und  $x_1$  angegeben. Die Materialparameter des Biegebalkens gehen über die Querkontraktionszahl von Silicium  $\nu_{Si}$  in Gleichung 6.14 ein. Es befindet sich nur  $\nu_{Si}$  in dieser Gleichung wieder, da der Einfluss der nur wenige hundert nm dünnen AlN-Schicht auf das mechanische Verhalten eines mehrere hundert  $\mu\text{m}$  dicken Siliciumbalkens vernachlässigbar ist.

### 6.3 Ergebnisse der piezoelektrischen Schichtcharakterisierung

Wie bereits erwähnt bilden XRD-Analyse, elektrische Schichtcharakterisierung und die Bestimmung der Piezoeffizienten eine untrennbare, dreistufige Charakterisierung. Da für diese Analysen nur AlN-Schichten mit c-Achsentextur verwendet werden ist die strukturelle Voraussetzung für die piezoelektrische Schichtfunktionalität gegeben. In der nächsten Stufe wird die Durchbruchfeldstärke, also das Maß für die elektrische Isolation bestimmt. Als dritter und letzter Punkt werden die als elektrisch isolierend charakterisierten Proben mit den im Detail vorgestellten Verfahren zur Bestimmung der Piezoeffizienten untersucht. So ergibt sich die Reihenfolge der dargestellten Ergebnisse.

#### 6.3.1 Durchbruchfeldstärke für gesputterte AlN-Dünnschichten

Die Durchbruchfeldstärke ist abhängig von der verwendeten Startschicht und der AlN-Abscheidung. So können mit dem HF-Sputterprozess AlN-Schichten auf hochdotiertem, gut leitfähigem Silicium ( $0,005-0,02 \Omega \text{ cm}$ ) hergestellt werden, die eine Durchbruchspannung im Bereich zwischen 48 V und 63 V aufweisen. Diese Werte werden bei Schichten aus dem HF-Sputterprozess, abgeschieden auf Metallstartschichten, nicht annähernd erreicht. Aus diesem Grund sind für das HF-Sputtern hier in Abbildung 6.9 nur das Ergebnis der Durchbruchspannung für eben diese 300 nm dünnen AlN-Schichten auf Silicium dargestellt.

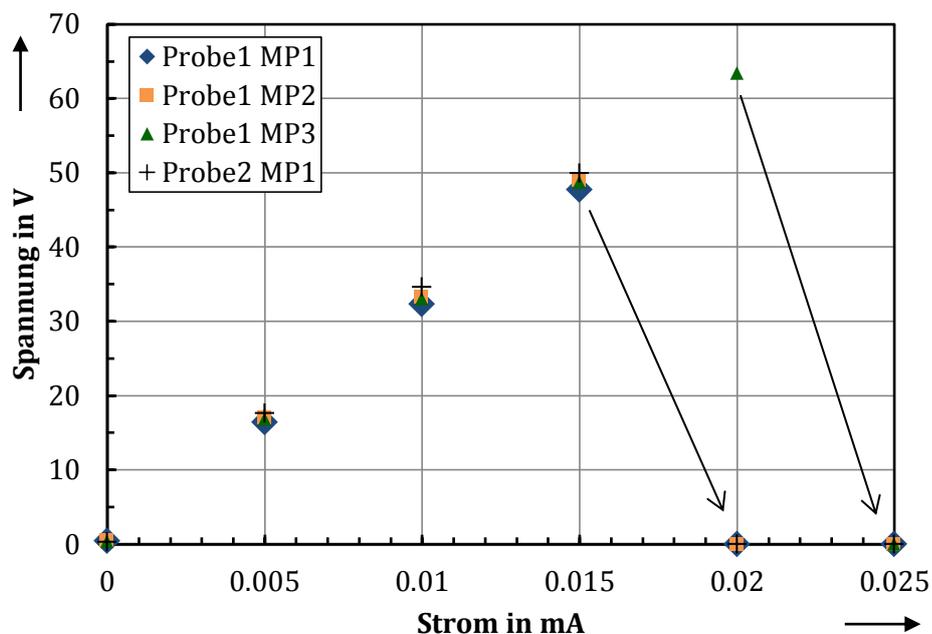


Abbildung 6.9: Bestimmung der Durchbruchspannung an 300 nm dicken AlN-Schichten aus dem HF-Sputterprozess, hergestellt auf hochdotiertem Silicium

Bei den in Abbildung 6.9 dargestellten Messwerten, die mit der in Tabelle 6.1 als Nummer 1 beschriebenen Kontaktierungsvariante erzielt wurden, repräsentiert der Spannungseinbruches im Diagramm (visualisiert durch die Pfeile) den elektrischen Durchbruch der Probe. Dies ist begründet im Messsetup, bei dem der Strom getrieben und die Spannung gemessen wird. Die Durchbruchspannungswerte  $U_B$  von 48 V bzw. 63 V ergeben bei Berücksichtigung der Schichtdicke von 300 nm eine Durchbruchfeldstärke  $E_B$  von 1,6 - 2,1 MV/cm.

Mit dem Einsatz der zweiten Sputteranlage (gepulste DC-Anregung) und der damit gegebenen Möglichkeit AlN-Schichten direkt ohne Vakuumbruch auf die Metallschicht zu sputtern, ist es gelungen diese Schichten auch elektrisch isolierend auf den Metallstartschichten herzustellen. Eingesetzt werden dazu 100 nm dicke AlCu-Schichten auf die anschließend 300 nm bzw. 600 nm dicke AlN-Schichten gesputtert werden.

Wie sich im Laufe der Untersuchung herausstellte, kann eine reproduzierbare Spannungsfestigkeit bei 300 nm dünnen AlN-Schichten zwischen zwei AlCu-Metallschichten nicht erreicht werden. Aus diesem Grund sind die Ergebnisse der Vermessung einer 600 nm dicken AlN-Schicht in Abbildung 6.10 dargestellt. Bei diesen Schichten kann auch nach Wiederholmessungen bis zu einer Spannung von 100 V kein deutlicher Durchbruch provoziert werden. Eine noch höhere Spannung ist bei der anvisierten sensorischen Funktionalisierung der Schichten für einen Test der Spannungsfestigkeit nicht nötig.

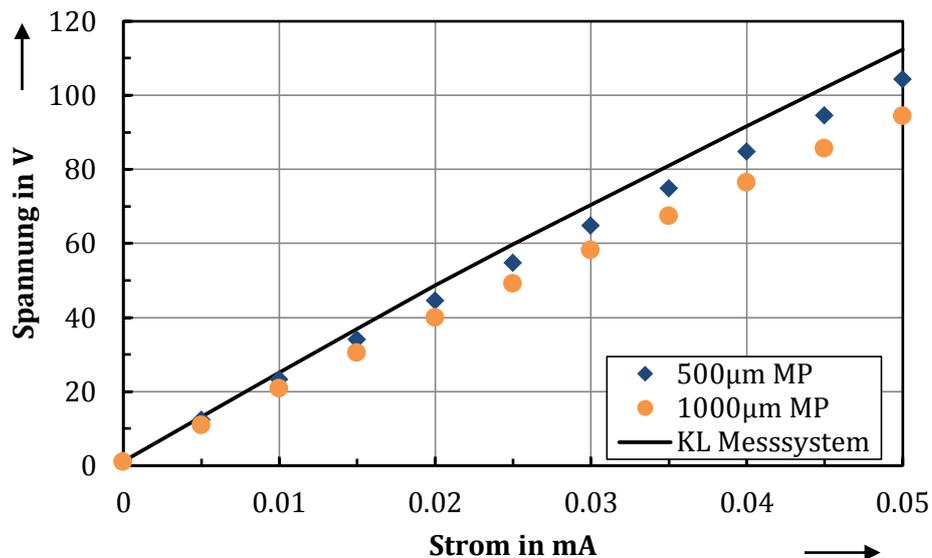


Abbildung 6.10: Messergebnis aus den Untersuchungen der Spannungsfestigkeit von 600 nm dicken AlN-Schichten zwischen zwei jeweils 100 nm dicken AlCu-Schichten, Vermessung an 500 µm und 1000 µm durchmessenden Messpunkten (MP), zusätzlich Darstellung der Kennlinie (KL) des Messsystems ohne AlN-Probe, die den Innenwiderstand und parasitäre Werte darstellt

Der sichtbare Unterschied zwischen den Daten aus der Vermessung von 500  $\mu\text{m}$  durchmessenden Kontakten im Vergleich zu den Daten der Vermessung von 1000  $\mu\text{m}$  durchmessenden Kontakten kann mit der Vergrößerung der kontaktierten Fläche erklären werden. Bei Vergrößerung der kontaktierten Fläche steigt auch die Wahrscheinlichkeit Fehlstellen in der AlN-Schicht aufzusammeln. Eine höhere Anzahl der Fehlstellen im kontaktierten Bereich hat eine geringere Spannungsfestigkeit und erhöhte Kriechströme zur Folge.

Zur Einordnung der Messwerte ist auch die Kennlinie des Messsystems in Abbildung 6.10 eingeblendet. Diese Kennlinie repräsentiert den Innenwiderstand zusammen mit den parasitären Werten der Anordnung und lässt sich wie in Abschnitt 6.2.1 beschrieben durch die Vermessung ohne AlN-Element generieren. Da in Abbildung 6.10 die erhaltenen U-I-Messpunkte für die AlN-Schicht unterhalb der Kennlinie des Messsystems verlaufen wird sichtbar, dass die kontaktierte AlN-Schicht vermessen wird, über diese also ein kleiner Strom fließt. Durch das verwendete Messsetup mit Einprägung des Stromes ist die Verifizierung dieses Leckstromes nicht möglich. Eine weiterführende Interpretation der Charakteristik gestaltet sich daher schwierig, ist im konkreten Fall aber auch nicht nötig. Festzuhalten bleibt die Spannungsfestigkeit bis 100 V, was bei einer AlN-Schichtdicke von 600 nm einer Durchbruchfeldstärke  $> 1,67 \text{ MV/cm}$  entspricht.

Aus den Messungen zur Durchbruchfestigkeit der AlN-Schichten wird ersichtlich, dass 300 nm dünne Schichten auf Siliciumsubstraten eine Durchbruchfeldstärke von bis zu  $2,1 \text{ MV/cm}$  aufweisen. Für eine AlN-Schicht zwischen zwei Metallschichten wird erst bei einer Dicke von 600 nm statt 300 nm eine entsprechend hohe Durchschlagfestigkeit erzielt. Die aus diesen Messungen abgeleitete Durchbruchfeldstärke lässt sich auf mindestens  $1,67 \text{ MV/cm}$  festlegen. Beim Vergleich dieser ermittelten Werte mit Referenzwerten aus der Literatur zeigt sich, dass der, für gesputterte AlN-Schichten zwischen zwei Molybdän Elektroden, angegebene Wert von ca.  $5 \text{ MV/cm}$  [160] nicht erreicht wird. Trotzdem sind die experimentell erzielten Werte ausreichend hoch um die piezoelektrische Charakterisierung durchzuführen. Damit ist die Mindestanforderung an die elektrische Isolation der AlN-Schichten erfüllt.

### 6.3.2 Bestimmung der Piezoeffizienten

Die Bestimmung des longitudinalen Piezoeffizienten  $d_{33}$  mittels PFM-Messungen ergibt einen Wert von  $d_{33\text{eff}} = 3,48 \text{ pm/V}$ . Dieses Ergebnis ist auf Untersuchung aus der Projektarbeit von H. Höppner zurückzuführen [161] und wird in Abbildung 6.11 grafisch dargestellt. Zu sehen sind die beiden aufgenommenen Kennlinien für eine AlN-Probe und eine Lithiumniobat-Referenzprobe mit der in Abschnitt 6.2.3.1 detailliert beschriebenen PFM-Technik.

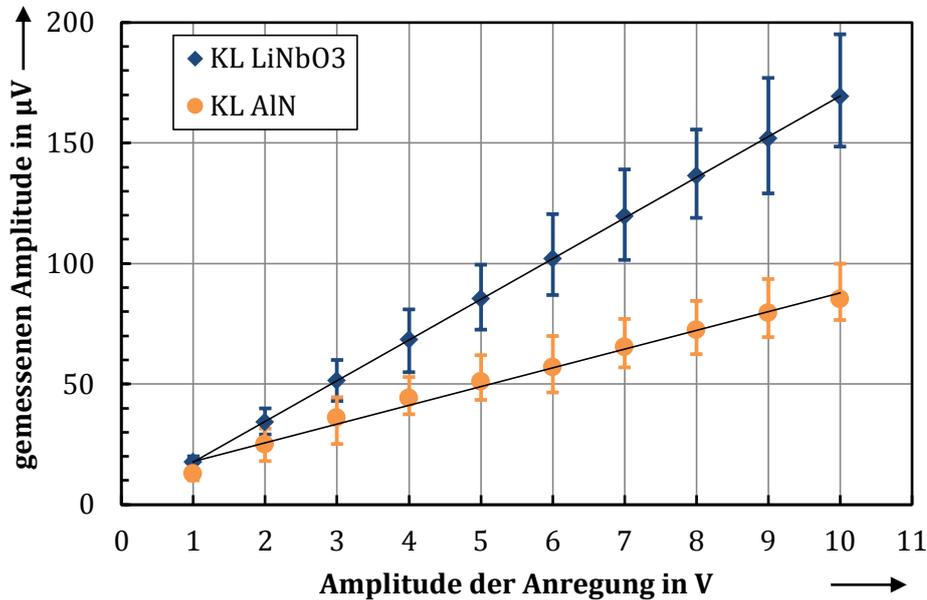


Abbildung 6.11: Ergebnisse der PFM-Untersuchungen an einer 300 nm dicken AlN-Schicht auf einem Siliciumsubstrat, als Referenz ist die Kennlinie einer ebenfalls vermessenen Lithiumniobat-Probe dargestellt

Um den hier bestimmten Wert für  $d_{33\text{eff}}$  in Relation zu bereits publizierten Arbeiten zu setzen, muss eine Umrechnung in  $d_{33}$  erfolgen. Diese kann gemäß Gleichung (6.13) erfolgen. Damit ergibt sich für den  $d_{33}$ -Koeffizienten der untersuchten AlN-Schichten ein Wert von  $4,67 \text{ pm/V}$ . Zur Umrechnung werden folgende Steifigkeitskonstanten verwendet:  $s_{11}^E = 2,85 \cdot 10^{-12} \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ ,  $s_{12}^E = -0,85 \cdot 10^{-12} \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ ,  $s_{13}^E = -0,51 \cdot 10^{-12} \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ . [92] Dieser so berechnete  $d_{33}$ -Wert ist in Tabelle 6.2 zusammen mit Literaturwerten dargestellt und liegt im Bereich der referenzierten Werte

Tabelle 6.2: Zusammenstellung von Referenzwerten für den  $d_{33}$ -Koeffizienten für gesputterte AlN-Dünnschichten mit dem experimentell bestimmten Wert

$d_{33}$ in pm/V	Methode	Quelle
5,4	Theorie	[162]
4 - 6	AFM/PFM	[163]
5,4	AFM/PFM	[159]
3,2	Interferometer	[163]
4,2	SAW	[164]
4,67	eigener Wert	

Die experimentellen Untersuchungen an dem Silicium-AlN-Biegebalken resultieren in dem exemplarisch in Abbildung 6.12 dargestellten Diagramm. Dort ist das über einen Ladungsverstärker aufgenommene, piezoelektrisch generierte Messsignal zusammen mit dem über Dehnmessstreifen (DMS) am Piezostapel abgegriffene, auslenkungsproportionale Signal dargestellt. Aus diesem Signal lässt sich  $z_{\max}$  als Biegebalkenauslenkung berechnen. Durch die Berechnung der generierten piezoelektrischen Ladung aus dem Spannungssignal des Ladungsverstärkers kann abschließend nach Gleichung 6.14 der piezoelektrische Koeffizient  $e_{31\text{eff}}$  berechnet werden.

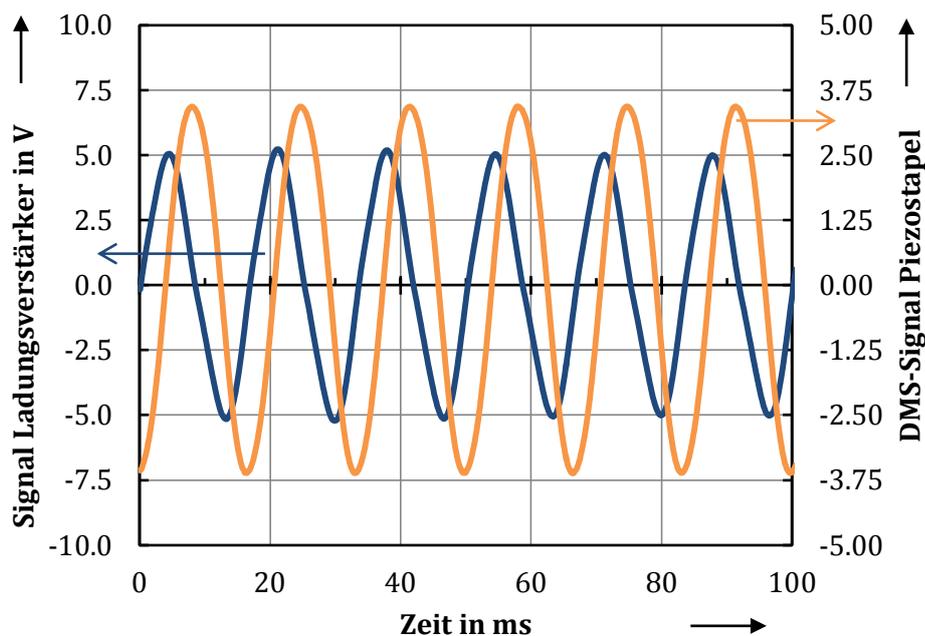


Abbildung 6.12: Verstärktes piezoelektrisches Signal aus der AlN-Schicht bei periodischer Anregung des Siliciumbalkens mittels Piezo-Stapelaktor, zusätzlich dazu das über Dehnmessstreifen am Piezostapel aufgenommene auslenkungsäquivalente Signal

Mit den bereits in Abbildung 6.7 angegebenen Abmaßen für den Silicium-AlN-Biegebalken, ergibt sich ein  $e_{31\text{eff}}$  Koeffizient von  $0,081 \text{ C/m}^2$ . Dies entspricht einem  $d_{31}$  Koeffizienten von  $0,172 \text{ pm/V}$ . Die genaue Berechnung kann im Anhang A6 nachvollzogen werden. Anhand des bestimmten Wertes kann wieder ein Vergleich mit Referenzwerten erfolgen. Dieser zeigt in vorliegendem Fall deutliche Abweichungen zu den in der Literatur dokumentierten  $d_{31}$  Werten für AlN-Dünnschichten, die zwischen  $1,9$  und  $2,1 \text{ pm/V}$  liegen. [162, 165] Für den Nachweis der piezoelektrischen Schichtfunktionalität reicht ein solch kleiner piezoelektrischer Koeffizient bei entsprechender verstärkender Messtechnik aber offensichtlich aus.

Zur Erklärung dieses besonders niedrigen Koeffizienten können mehrere Punkte herangezogen werden. Als wichtiger Aspekt ist die mit ca.  $100 \text{ mm}^2$  relativ große, kontaktierte Fläche zu sehen. Bei einer solchen Flächengröße können unter Umständen Fehlstellen in der AlN-Schicht zusammengefasst und somit die elektrische Isolation herabgesetzt werden. Dieser Effekt deutet sich auch bei der Charakterisierung der elektrischen Isolation an. Wie in Abbildung 6.10 dargestellt, existiert eine Flächenabhängigkeit bei der Vermessung der  $600 \text{ nm}$  dünnen AlN-Schicht. Durch die Zusammenfassung der Fehlstellen und damit Reduzierung der elektrischen Isolation fließen erzeugte Ladungen zu schnelles ab.

Den zweiten zu beachtende Aspekt stellen die mit dieser Messmethode nicht identifizierbaren mikroskopischen Polarisationszustände in der AlN-Schicht dar. Diese mikroskopischen Polarisationszustände können je nach Verteilung makroskopisch zu starken Schwankungen bei den piezoelektrischen Koeffizienten führen. Es gibt einige Untersuchungen, die dies bestätigen. Darüber hinaus zeigen sie, dass eine Verschiebung des Piezokoeffizientens vom positiven in den negativen Bereich möglich ist. [166, 167]

Als dritter Aspekt kann der Aufbau der Probe herangezogen werden. Dabei handelt es sich um eine zwischen zwei Molybdänschichten liegende AlN-Schicht. In einer nachträglichen Analyse möglicher Fehler ist aufgefallen, dass die hier verwendete Mo-Schichten nicht die optimale Kristallstruktur für perfektes Wachstum der AlN-Schicht in c-Achsentextur aufweist. Bei der elektrischen Charakterisierung fiel die Probe nicht negativ auf. Somit kann die nicht perfekte c-Achsentextur auch ein Grund für den kleinen Piezokoeffizienten sein.

Da wie bereits einleitend erwähnt die piezoelektrische Charakterisierung der AlN-Schichten nicht den Hauptschwerpunkt dieser Arbeit darstellt, sondern lediglich einen ergänzenden Charakter besitzt, soll die Dokumentation der erzielten Ergebnisse hier abgeschlossen werden. Es ist gelungen zu beweisen, dass die AlN-Schichten hergestellt mit entsprechender c-Achsentextur und einen elektrisch isolierenden Materialverhalten piezoelektrisch aktiv sind. Dieses Wissen reicht aus, um beispielsweise die Funktionalisierung der dreidimensionalen AlN-Membranen in Angriff zu nehmen. Für dieses Vorhaben muss eine komplexe Prozesskette durchlaufen werden. Die Randbedingungen und Herausforderungen dieser technologischen Integration werden im nun folgenden, abschließenden Kapitel dieser Arbeit betrachtet.

# 7 Technologische Integration der AlN-Dünnschichten

Die technologische Integration wird auch mit dem Begriff Prozessintegration beschreiben. Dabei handelt es sich um die Zusammenführung individueller Einzelprozesse zu einer Prozesskette, welche die Basis für die Herstellung von komplexen Systemen darstellt. Angewendet auf die AlN-Dünnschichten bedeutet dies die Einordnung des Reaktivspatterns als Herstellungstechnologie der Schichten in den Gesamtfluss der Einzelprozesse zur Herstellung von Mikrosystemen.

Die Vorangegangenen Kapitel haben gezeigt, dass die AlN-Schichten mit definierten Eigenschaften herstellbar sind und den Fokus auf die Multifunktionalität der gesputterten AlN-Dünnschichten gelenkt. In diesem abschließenden Kapitel sollen nun die Möglichkeiten der technologischen Integration von AlN-Dünnschichten allgemein und der bereits zu Beginn der Arbeit vorgestellten AlN-Membranelemente im Speziellen zusammenfassend dargestellt werden.

Im ersten Abschnitt dieses Kapitels werden die technologischen Integrationsmöglichkeiten, aber auch die Integrationsgrenzen vorgestellt und diskutiert. Im darauf folgenden, zweiten Abschnitt wird an zwei konkreten Beispielen der Aufbau von Mikrosystemen mit AlN-Membranen als zentralem, funktionalem Element beschrieben. Es geht bei dieser Beschreibung um die allgemeine Umsetzung solche neuartigen Elemente und die Demonstration des Einsatzpotentials, aber nicht um die Optimierung der Funktionen dieser Elemente.

## 7.1 Integrationsmöglichkeiten für AlN-Dünnschichten in Mikrosystemen

Nach einer kurzen Einführung in die Prozessintegration werden in diesem Abschnitt die Spezifika der Integration von AlN-Dünnschichten in die Prozesskette zur Herstellung von Mikrosystemen vorgestellt. Dabei ist der Fokus neben der Strukturübertragung als zentrales Element der Prozessabfolge auch auf Materialelektivitäten und die Integrationsmöglichkeiten funktionaler Elemente auf den AlN-Membranen gerichtet. Abschließend wird unter dem Stichwort CMOS-Kompatibilität deutlich gemacht, dass der AlN-Prozess nicht nur in der Mikrosystemtechnik eine wichtige Rolle spielen kann, sondern auch in den Prozessfluss integrierter Schaltungen eingebunden werden kann.

### 7.1.1 Einführung in die Prozessintegration

Es gibt einige grundlegende Fragen, die im Rahmen der Prozessintegration beantwortet werden müssen. Diese werden im Folgenden kurz angerissen.

Den ersten Aspekt stellt die Auswahl des Substratmaterials dar. Dabei findet in der Mikrosystemtechnik wie auch in der Mikroelektronik Silicium als Standardsubstratmaterial Anwendung. Neben dem Material müssen noch Dicke und Oberflächenbeschaffenheit der Substrate spezifiziert werden. Die Substratdicken reichen bei den verwendeten 100 mm durchmessenden Si-Substraten von 525  $\mu\text{m}$  als Standarddicke bis hin zu 300  $\mu\text{m}$  für spezielle Prozesse. Die Auswahl der Oberflächenbeschaffenheit der Substrate ist von der Prozessierung abhängig. Einseitig polierte Substrate werden verwendet, wenn alle Prozesse auf der Vorderseite wirksam werden. Sollen hingegen Vorderseiten- mit Rückseitenprozessen kombiniert werden, muss auf ein zweiseitig poliertes Substrat zurückgegriffen werden.

Ein weiterer wichtiger Gesichtspunkt der Prozessintegration ist die Kompatibilität einzelner Materialien zueinander. Dabei sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der unterschiedlichen eingesetzten Materialien zu beachten. Ein sehr großer Unterschied zwischen diesen kann zu sehr hohen thermisch induzierten Spannungen führen. Diese Spannungen, über mehrere Ebenen zusammengefasst, können dann nicht mehr handhabbar sein und zum Bruch von feinen Strukturen bei deren Freistellung oder dem Ablösen ganzer Schichtstapel führen. Außerdem ist die maximale Temperatur im Prozessablauf relevant. Nicht alle Materialien sind für Hochtemperaturprozesse geeignet. Aus diesem Grund werden beispielsweise alle Hochtemperaturprozesse am Beginn des Prozessflusses durchgeführt, bevor ein temperaturkritisches Material wie Aluminium als elektrisches Kontaktelement eingesetzt wird.

Als zweiter Punkt beim Thema Materialkompatibilität ist die Selektivität einzelner Materialien in Strukturierungsprozessen zu beachten. Die Selektivität  $S$  beschreibt das Ätzratenverhältnis zweier Materialien zueinander. Nimmt  $S$  den Wert 1 an bedeutet dies, dass sich beide Materialien gleich gut bzw. schlecht ätzen lassen. Eine sehr hohe Selektivität  $S$  von z.B. 100 weist auf einen starken Unterschied in der Ätzbarkeit der beiden betrachteten Materialien hin. In diesem Beispiel lässt sich Material 1 in einem bestimmten Ätzmedium 100-mal schneller ätzen als Material 2. Dies bedeutet Material 2 kann als Maskierung für diesen Ätzprozess eingesetzt werden.

Unter dem Stichwort Design Regeln werden allgemeine Richtlinien zusammengefasst, die bei der Prozessintegration zu beachten sind. Darin können Regeln für die Kombination von unterschiedlichen Materialien oder der Geometrie funktionaler Elemente stecken. In diese Designregeln fließt auch die Reihenfolge der Einzelprozessschritte ein. In der Mikroelektronik ist dies beispielsweise durch eine klare Einteilung in Frontend-of-line-Prozesse und Backend-of-line-Prozesse gegeben. Hat ein zu prozessierendes Element die Grenze von FEoL zu BEoL überschritten, sind etwa Prozesse mit hohen Temperaturen ( $>400^{\circ}\text{C}$ ) verboten.

Als weiterer Aspekt wird im Rahmen der Prozessintegration auch die Zuverlässigkeit betrachtet. Dabei geht es um die Stabilität also Wiederholbarkeit der einzelnen Prozesse mit dem gleichen Ergebnis und die Kontrolle von spezifischen Kenngrößen am zu fertigenden Element. Eine solche spezifische Kenngröße stellt beispielsweise die eingebrachte mechanische Spannung dar, die sich aus thermischen und intrinsischen Komponenten zusammensetzt. Zu hohe, unkontrollierte mechanische Spannungen können zum vorzeitigen Versagen des herzustellenden Elementes führen.

## 7.1.2 Prozessintegration am Beispiel von AlN-Dünnschichten

### 7.1.2.1 Allgemeine Randbedingungen

Bei der Prozessintegration von AlN-Dünnschichten ist zu beachten, dass das AlN-Sputtern als BEoL-Prozess einzuordnen ist. Temperaturen höher als die Abscheidetemperaturen haben einen Einfluss auf die Kristallstruktur und die intrinsische Spannung, der nicht erwünscht ist. Dies bedeutet für die Prozessreihenfolge, dass thermische Oxide wenn benötigt an den Anfang dieser gesetzt werden. Oxidschichten, die im weiteren Prozessverlauf für eine Maskierung bei der AlN-Strukturierung genutzt werden sollen, müssen im Niedertemperaturbereich ( $<400^{\circ}\text{C}$ ) hergestellt werden.

Bei der Auswahl der Substrate für den Mikrosystemaufbau kommt wie bereits erwähnt Silicium zum Einsatz. Im Rahmen dieser Arbeit werden ausschließlich 100 mm durchmessende Substrate genutzt. Einseitig polierte 525  $\mu\text{m}$  dicke Si-Wafer kommen zum Einsatz, wenn das Mikrosystem mit AlN-Dünnschicht als Funktionselement nur auf der polierten Wafervorderseite aufgebaut wird. Alternativ kann auch auf einseitig polierte Si-Wafer gesetzt werden, wenn an die Rückseitenstrukturierung keine besonderen Anforderungen hinsichtlich der exakten Strukturabbildung gestellt werden. Dies ist der Fall, wenn das Silicium lokal, auf einigen  $\text{mm}^2$  entfernt werden soll, wie es bei der Freistellung der AlN-Pyramidenmembranen der Fall ist. Doppelseitig polierte 300  $\mu\text{m}$  dicke Siliciumwafer werden für die Herstellung ebener

AlN-Membranelemente benötigt. Dabei ist es wichtig, dass auch auf der polierten Waferrückseite eine genaue Strukturübertragung gegeben ist, da damit die Definition der Membrangeometrie verbunden ist. 300  $\mu\text{m}$  dünne Si-Substrate haben zudem den Vorteil, dass die DRIE Ätzung nicht so tief reichen muss, bis die AlN-Schicht auf der Wafervorderseite als Ätzstopp eingreift und die Membran damit freigestellt ist. Neben der Abscheidung von AlN-Schichten auf blanken Siliciumwafern können wie bereits in Kapitel 4 dokumentiert unterschiedliche Metalle oder Siliciumoxidschichten eingesetzt werden. Dies alles natürlich mit dem Hintergrund der Erzielung einer c-Achsentextur in der AlN-Dünnschicht.

Abschließend zu den allgemeinen Randbedingungen sei noch auf zwei wichtige Designregeln hingewiesen. Während der Entwicklung unterschiedlicher AlN-basierter Funktionselemente hat sich herausgestellt, dass spitze Ecken in der Strukturierung der AlN-Schichten mit anschließender Freistellung dieser zum Reißen der Strukturen führt. Daher ist eine Verrundung dieser Ecken zwingend erforderlich. Die zweite Designregel befasst sich mit den Startbedingungen für das AlN-Wachstum. Es konnte bereits gezeigt werden, dass AlN mit c-Achsentextur auf Silicium aber auch auf unterschiedlichen Metallschichten oder Siliciumoxidschichten abgeschieden werden kann. Somit wechseln sich also unterschiedliche Materialien als Startmaterialien für das AlN-Wachstum ab. Bei einer finalen Freistellung von Membranstrukturen auf strukturierten Startschichten kommt es zum Reißen dieser Strukturen an den Übergangsstellen der unterschiedlichen Startmaterialien. Dies kann mit unterschiedlichen Schichtspannungswerten aufgrund variabler Keimbildungsbedingungen der wachsenden AlN-Schicht begründet werden. [86] Soll also eine Membran freigestellt werden, ist unbedingt darauf zu achten, dass eine mögliche Startschicht unter der AlN-Schicht solide, unstrukturiert vorliegt.

#### **7.1.2.2 Strukturübertragung**

Als erster spezieller Punkt der Prozessintegration von AlN-Dünnschichten werden die Spezifika der Strukturübertragung als wichtiger Schlüsselprozess einer jeden Prozesskette vorgestellt. Die Strukturübertragung erfolgt in den hier demonstrierten Beispielen immer durch UV-Lithographie. Dabei ist zu beachten, dass ein Lacksystem verwendet wird, welches sich mit einem Medium ohne signifikanten alkalischen Anteil (KOH, NaOH) entwickeln lässt. Chemikalien mit alkalischem Anteil würden die AlN-Dünnschicht chemisch angreifen. Dies ist bei Prozessen deren Ziel nicht in der Strukturierung der AlN-Schicht besteht unerwünscht. Für die Entwicklung der verwendeten Lacke der Firma MicroChemicals kommt deren Produkt AZ®Developer in einer 1:1 Mischung mit DI-Wasser zum Einsatz. Der AZ®Developer ist auf minimalen Aluminiumabtrag optimiert und daher auch für AlN-Dünnschichten sehr gut geeignet. Für die Strukturübertragung werden verschiedenen Positiv- bzw. Negativlacke (z.B. AZ 1518) unterschiedlicher Dicken verwendet. Vorderseitenprozesse werden mit dünnen Lackschichten von 1-2 µm durchgeführt. Bei dem Rückseitenprozess der Membranfreistellung wird ein dickerer Lack (AZ 9260) von bis zu 9 µm verwendet, der diese Dicke benötigt um sicher dem DRIE-Prozess standzuhalten. Für das Einbringen von Strukturen in Kavitäten wird ein spezieller Sprühbelackungsprozess angewendet. Dabei können die gleichen Lacke verarbeitet werden. Einzig die Beimischung eines Lösungsmittels verändert die Lackviskosität und verbessert die Verarbeitbarkeit durch den Sprühbelacker.

### 7.1.2.3 Materialstrukturierung

Nach der Strukturübertragung folgt entweder ein Beschichtungsprozess (z.B. für einen Metall-Lift-Off) oder ein Strukturierungs- bzw. Ätzprozess. Für den Ätzprozess ist die Selektivität der beteiligten Materialien im verwendeten Medium zu beachten. Tabelle 7.1 stellt ausgewählte, relevante Materialelektivitäten für AlN und wichtige Materialien zusammen mit den verwendeten Prozessen komprimiert dar.

Tabelle 7.1: Zusammenstellung wichtiger Materialelektivitäten und die verwendeten Prozesse

<b>S = 1</b>	<b>S &gt;&gt; 1</b>	
<b>Al//AlN</b>	<b>Si//AlN</b> →	F-basierte RIE (auch DRIE) zur Si-Strukturierung
	<b>SiO<sub>2</sub>//AlN</b> →	F-basierte RIE zur SiO <sub>2</sub> -Strukturierung
	<b>Au//AlN</b> →	nasschemische Strukturierung einer Au-Maske
	<b>Cr//AlN</b> →	nasschemische Metallstrukturierung auf AlN-Schicht
	<b>Mo//AlN</b> →	nasschemische Metallstrukturierung auf AlN-Schicht
	<b>AlN//Au</b> →	Au als Maske für nasschem. AlN-Strukturierung in KOH
	<b>AlN//Si</b> →	nasschemische AlN-Strukturierung in KOH @ RT
	<b>AlN//SiO<sub>2</sub></b> →	SiO <sub>2</sub> als Maske für Cl <sub>2</sub> -basierte RIE zur AlN-Strukturierung
	<b>AlN//Ni</b> →	Ni als Maske für Cl <sub>2</sub> -basierte RIE zur AlN-Strukturierung

Darüber hinaus gibt es noch unbekannte bzw. nicht getestete Selektivitäten wie z.B. Pt//AlN oder Ti//AlN. Für den Einsatz dieser Materialien ist das allerdings nicht wichtig, da sich diese Metalle mittels der Lift-Off-Technik auf die AlN-Dünnschichten strukturieren lassen. Wichtig dabei ist aber, dass das verwendete Lösemittel die AlN-Schicht nicht angreift. Dies ist bei allen für den Lift-Off verwendeten Medien wie Aceton, Isopropanol (IPA), N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) oder Dimethylsulfoxid (DMSO) der Fall.

Das Feld der Strukturierungstechniken lässt sich in nasschemische und trockenchemische Verfahren unterteilen. Außerdem kann eine Unterteilung nach Schicht- oder Substratstrukturierung getroffen werden. Bei Schichten handelt es sich neben den AlN-Dünnschichten um unterschiedliche Metall- oder Siliciumoxidschichten. Die Substratstrukturierung ist gleichbedeutend mit Siliciumätzen. Aufgrund der dominanten Rolle der AlN-Dünnschichten und dem als Standard verwendeten Siliciumsubstraten sollen mögliche Strukturierungsverfahren dieser Materialien kurz angerissen werden.

Für die AlN-Strukturierung können nasschemische und trockenchemische Verfahren eingesetzt werden. Die Auswahl des Strukturierungsverfahrens hängt wieder von der Kompatibilität mit den bereits integrierten Materialien ab. Die nasschemische Strukturierung der AlN-Dünnschicht mittels KOH-Lösung bei Raumtemperatur wird bevorzugt angewendet, wenn nur die

AlN-Schicht auf dem Si-Substrat abgeschieden ist. Dazu wird eine Metallmaske aus Gold verwendet. Sobald beispielsweise Aluminium als Metallisierungslage bereits integriert ist sollte auf das trockenchemische Strukturierungsverfahren reaktives Ionenätzen in Chlorchemie zurückgegriffen werden. Dazu kann entweder eine Ni-Metallmaske oder dicke SiO<sub>2</sub> Hartmaske verwendet werden. Die Selektivität zwischen Aluminium und AlN ist zwar in diesem Prozess nicht besser als in KOH-Lösung, aber er ist stabiler beherrschbar als die nasschemische Strukturierung mit KOH.

Auch bei der Siliciumstrukturierung kommen nasschemische oder trockenchemische Verfahren zu Einsatz. Die Auswahl des Verfahrens richtet sich nach den im jeweiligen Prozessfluss zu generierenden Strukturen. Das nasschemische, anisotrope Siliciumätzen in KOH-Lösung generiert beispielsweise Gruben im Substratmaterial. Solche Gruben können Ausgangspunkt für zurückgesetzte AlN-Membranen, ebene Kreismembranen mit integrierten Mikrostrukturen oder die bereits in Kapitel 3 vorgestellten AlN-Pyramidenmembranen sein. Abbildung 7.1 stellt diese drei unterschiedlichen Membranvariationen mit typischen Beispielbildern dar.

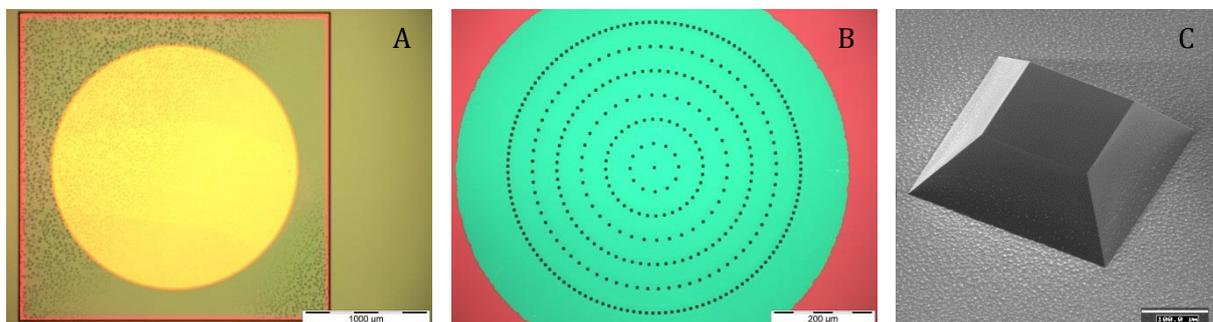


Abbildung 7.1: Unterschiedliche Membranformen mit in die Prozesskette integrierter KOH-Ätzung des Siliciumsubstrats, A - 2 mm durchmessenden, 10 µm zurückgesetzten AlN-Kreismembran, B - ca. 700 µm durchmessenden AlN-Kreismembran mit integrierten Pyramidenstümpfen (5x5µm<sup>2</sup> Grundfläche) und C - AlN-Pyramidenmembran

Der Prozess der KOH-Strukturierung des Si-Substrates muss zwingend vor der AlN-Abscheidung durchgeführt werden, da AlN wie bereits erklärt auch von der KOH-Lösung angegriffen wird. Dieser Prozess hat also nicht die benötigte Selektivität um beispielsweise AlN-Membranen durch eine Strukturierung des Siliciumsubstrats herzustellen.

Für den Membranherstellungsprozess wird das tiefe reaktive Ionenätzen (DRIE) eingesetzt. Bei diesem auch unter der Bezeichnung „Bosch-Prozess“ bekannten Verfahren wird trockenchemisch mit physikalischer Komponente in einem Fluorplasma gearbeitet.

Bei der DRIE-Ätzung hat sich herausgestellt, dass der physikalische, vor Allem aber der chemisch AlN-Ätzabtrag in der Fluorchemie nahezu nicht nachweisbar ist. Daher kann bei der AlN-Membranherstellung mittels DRIE in Fluorchemie die eigentliche Membranschicht gleichzeitig als zuverlässige Ätzstoppschicht eingesetzt werden. Durch das anisotrope Ätzprofil bei der DRIE-Ätzung können auch Freiformstrukturen nahezu wie auf der Fotomaske definiert als AlN-Membran hergestellt werden.

#### **7.1.2.4 Integration von Funktionselementen**

Unter dem Aspekt der Prozessintegration bildet die AlN-Abscheidung gefolgt von der Membranherstellung mittels DRIE den einfachsten Prozessfluss, der in der Herstellung passiver, selbsttragender AlN-Membranelemente mündet. Für die Umsetzung einfach funktionalisierter AlN-Membranelemente können zwischen diese zwei Prozessschritte mehrere zusätzlicher Prozesse zur Herstellung von Funktionselementen auf der Membran eingefügt werden.

Als ein Beispiel kann die Integration von Heizelementen auf der AlN-Membran genannt werden. Eine solche Struktur bildet die Basis des im Abschnitt 7.2.1 als Funktionalisierungsbeispiel dargestellten thermomechanischen Membranaktors. Ein zweites Beispiel zur Integration von funktionalen Elementen auf einer AlN-Membran stellt die im Abschnitt 7.2.2 beschriebene Integration von Elektrodenen auf eine AlN-Pyramidenmembran dar. Dadurch wird das passive Membranelement mit dreidimensionaler Pyramidenform zu einem piezoelektrisch sensitiven Element erweitert.

#### **7.1.2.5 CMOS Kompatibilität**

Ein weiterer sehr interessanter Punkt der Prozessintegration, der in dieser Arbeit allerdings keine große Berücksichtigung findet, ist die CMOS-Kompatibilität des AlN-Prozesses. Da die Sputterabscheidung als BEoL-Prozess betrachtet werden kann, ist es möglich CMOS Logik mit AlN-Membranen auf einem Chip zu integrieren. Ist die CMOS-Logik fertig kommen dann der AlN-Sputterprozess und alle weiteren BEoL-Prozesse. Diese Möglichkeit ist in der Tatsache begründet, dass auf der einen Seite die Prozesstemperatur bei der AlN-Abscheidung und den Folgeprozessen der Membranherstellung nicht mehr über 400°C steigen und auf der anderen Seite mit Aluminium und Stickstoff zwei chemische Elemente in die Bauelemente integriert werden, die in der CMOS-Umgebung keine Probleme verursachen. Verglichen mit andern piezoelektrischen Schichtmaterialien wie Blei-Zirkonat-Titanat (PZT) oder Zinkoxid (ZnO) ist dies ein Alleinstellungsmerkmal für AlN.

## 7.2 Funktionalisierungsbeispiele für AlN-Membranen

In diesem Abschnitt wird präsentiert, wie Membranelemente gemäß den Integrationsmöglichkeiten von AlN-Dünnschichten funktionalisiert werden. Als Basis dafür dienen die im vorangegangenen Abschnitt zusammengestellten Erkenntnisse. Es werden hier zwei Funktionalisierungsbeispiele vorgestellt, wofür einmal eine ebene Membran und einmal eine dreidimensionale Pyramidenmembran als Basisstrukturelement herangezogen werden. Die beiden Beispiele sollen als Schlusspunkt dieser Arbeit die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten der AlN-Dünnschichten als selbsttragende Membranelemente unterstreichen. Dabei werden zwei vollkommen unterschiedliche Einsatzfelder abgebildet. Es werden ein aktorisches Element und ein sensorisches Element basierend auf selbsttragenden AlN-Membranen beschrieben. Im Rahmen dessen wird der Fokus des Dargestellten auf die technologische Integration und einen grundlegenden Funktionsnachweis der Elemente gerichtet. Eine Optimierung der Funktionalität hin zu fertigen Bauelementen soll hier nicht erfolgen.

### 7.2.1 Thermomechanische Aktoren auf Basis ebenen AlN-Membranen

Mit Hilfe der Integration eines Widerstandsheizelementes auf einer ebenen AlN-Membran wird ein einfacher thermo-mechanischer Membranaktor umgesetzt. Dadurch wird es möglich, Membrandeformationen zu erzeugen ohne die piezoelektrischen Materialeigenschaften des AlN zu nutzen. Positiv kommt zum Tragen, dass mit derartigen Aktorelementen höhere Auslenkung als bei piezoelektrischer Anregung realisiert werden können und diese auch noch in einem statisch, ausgelenkten Zustand gehalten werden können. Der Einstieg in die Darstellungen zum thermomechanischen AlN-Membranaktor erfolgt über die Zusammenfassung der Voraussetzungen für die Umsetzung einer solchen Struktur. Dies leitet über zur Vorstellung des Membranelements und der Auflistung seiner Spezifika. Den Abschluss dieses Funktionalisierungsbeispiels bildet der Funktionalitätstest des Membranelementes.

#### **7.2.1.1 Voraussetzungen für die Umsetzung**

Die bereits mehrfach referenzierten, ebenen AlN-Membranen zeichnen sich durch ihre hohe mechanische Stabilität aus. Dies ermöglicht nicht nur die Herstellung von Membranelementen mit Aspektverhältnissen von bis zu 1:10.000 (Verhältnis von laterale Membranausdehnung zu dicke der Membran) oder mit unterschiedlichen Formen (runde, rechteckige, geschwungene Formen), sondern auch die Integration von Funktionselementen auf der Membranoberseite. Das Aufbringen der Funktionselemente geschieht ohne signifikante Reduktion der mechanischen Membranstabilität.

In dem hier vorgestellten Fall handelt es sich um einen metallischen Dünnschicht-Heizmäander, der auf der Membran integriert wird. Solche Membranelemente mit Heizstruktur sind bereits in Kapitel 5 vorgestellt und eingesetzt worden. Abbildung 7.2 zeigt ein solches Element, welches für die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit der AlN-Schicht eingesetzt wird.

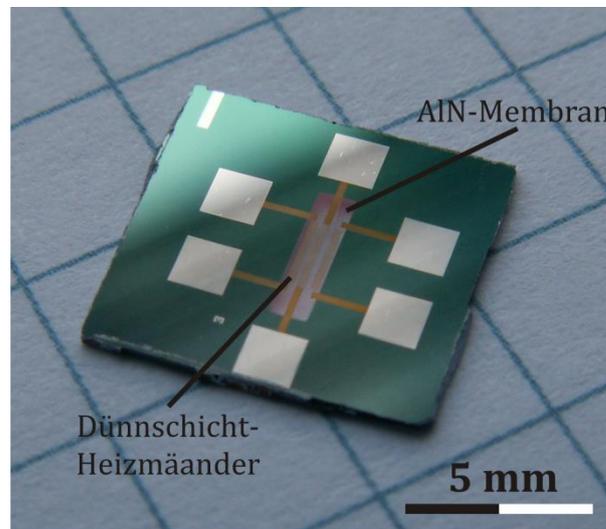


Abbildung 7.2: Bild eines Siliciumchips mit AlN-Membran, auf der drei unterschiedliche Dünnschicht-Heizmäander integriert sind

Unter diesen Rahmenbedingungen ist es möglich thermo-mechanische Membranaktuatoren zu realisieren. Diese setzen eine thermische Energie in eine mechanische Deformation bzw. Auslenkung um. Die gute thermische Leitfähigkeit der AlN-Schicht sorgt dafür, dass filigrane Heizmäander eingesetzt werden können und trotzdem eine gleichmäßige Temperaturverteilung in der geheizten Fläche erzielt wird. Aufgrund dieser Gestaltungsmöglichkeiten wird die optische Transparenz der Membranen nur minimal beeinträchtigt. Für den thermo-mechanischen Aktor sind Kreismembranen als Basiselemente ausgewählt worden, um einfache radialsymmetrische Bedingungen für die Deformation zu gewährleisten. Diese AlN-Membranen besitzen einen integrierten Platin-Heizmäandern und werden im folgenden Abschnitt vorgestellt.

### 7.2.1.2 Das thermomechanisch aktivierte Membranelement

Das Prinzip der thermomechanischen Aktuierung basiert auf der Erzeugung einer thermisch induzierten Dehnung in den allseitig eingespannten, ebenen AlN-Membranen. Diese thermisch induzierte Dehnung führt zu einer thermisch induzierten Spannung in der Membran. Im Vergleich zu der in Kapitel 4 eingeführten, im Beschichtungsprozess generierten thermisch induzierten Spannung, kann die Spannung und damit die Membranauslenkung beim thermomechanischen Aktor zu- bzw. abgeschaltet werden. Ebenfalls kann sie wenn erforderlich über einen gewissen Bereich variiert werden.

Abbildung 7.3 zeigt das Arbeitsprinzip einer als thermomechanischer Aktor funktionalisierten, ebenen AlN-Membran. Dargestellt sind die zwei als passiv und aktiv benannte Zustände bei nicht anliegender bzw. anliegender Heizleistung.

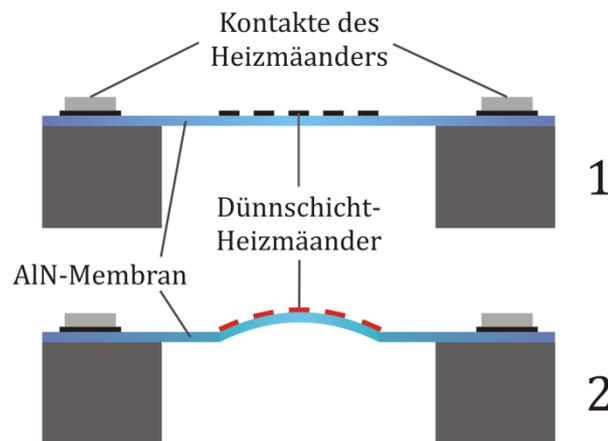


Abbildung 7.3: Arbeitsprinzip des thermomechanischen AlN-Membranaktors im passiven (1) und aktivem (2) Zustand

Die Herstellung der AlN-Membranen erfolgt in der Standardprozessfolge, vorgestellt in der Einleitung dieser Arbeit und detailliert beschrieben in Anhang A1. Ergänzend zu den blanken AlN-Membranelementen wird ein Dünnschicht-Heizmäanders inklusive der nötigen Padverstärkung für die elektrische Kontaktierung aufgebracht. Dies geschieht zwischen der AlN-Schichtherstellung und der Membranfreistellung.

Die Dünnschicht-Heizelemente bestehen aus einer 100 nm dicken Platinschicht, die durch einen Lift-Off-Prozess strukturiert wird. Für die elektrische Kontaktierung wird anschließend ebenfalls per Lift-Off eine Verstärkung der Kontaktpads bestehend aus einer 600 nm Aluminiumschicht aufgebracht. Diese ermöglicht die elektrische Kontaktierung des Chips mittels Drahtbonden. Der beschriebene Prozessablauf ist in Abbildung 7.4 noch einmal grafisch dargestellt.

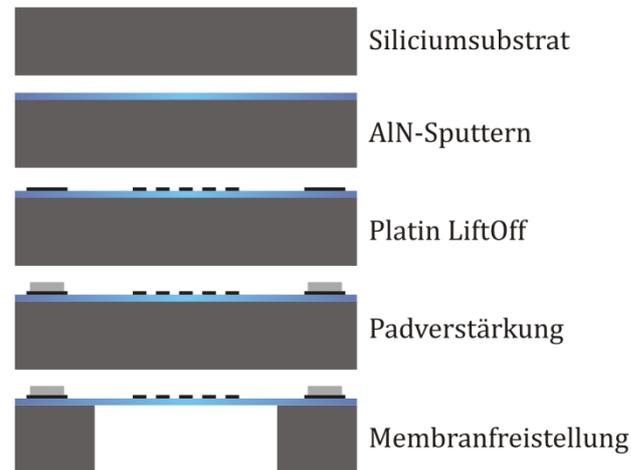


Abbildung 7.4: Prozessablauf für die Herstellung der thermo-mechanischen AlN-Membranaktoren

Nach erfolgreicher Membranfreistellung erfolgt das finale Vereinzeln der Chips. Dazu sind mit dem Membranherstellungsprozess Sollbruchstellen in das Siliciumsubstrat eingebracht worden, an denen einzelne Membranchips herausgebrochen werden. Alle Einzelprozessschritte können im Anhang A7 grundlegend nachvollzogen werden.

### 7.2.1.3 Test der funktionalisierten Membranelemente

Nach erfolgreicher Herstellung der beheizbaren Membranelemente werden diese dem Funktionstest unterzogen. Dazu werden grundlegenden Untersuchungen hinsichtlich der Reduktion der Membranverspannung bei Membranheizung, Messungen der erzielbaren thermisch induzierten Auslenkung und die Experimente zur Visualisierung der Membranvibration bei periodisch, pulsierender Anregung der Struktur durchgeführt. Die Ergebnisse der einzelnen Aspekte werden im Folgenden vorgestellt.

Um einen reproduzierbaren, stabilen Ausgangszustand der Membranen zu gewährleisten, werden diese aus zugverspannten AlN-Schichten hergestellt. Das bedeutet, sie sind flach aufgespannt und haben keine undefinierte Vorauslenkung. Aufgrund der intrinsischen Zugspannung der Membran muss die durch die eingebrachte Heizleistung induzierte Dehnung die Membranvorverspannung kompensieren, bevor eine Membranauslenkung generiert werden kann. Daher stehen zu Beginn des Funktionstestes Bulge-Test-Messungen bei verschiedenen Heizleistungen. Diese sollen den Effekt der Reduktion der Membranverspannung demonstrieren und den Wert für die minimal nötige Heizleistung festlegen, ab dem eine stabile Auslenkung hervorgerufen werden kann. In Abbildung 7.5 ist die aus diesem Experiment resultierende Membranverspannung in Abhängigkeit der anliegenden Heizleistung dargestellt.

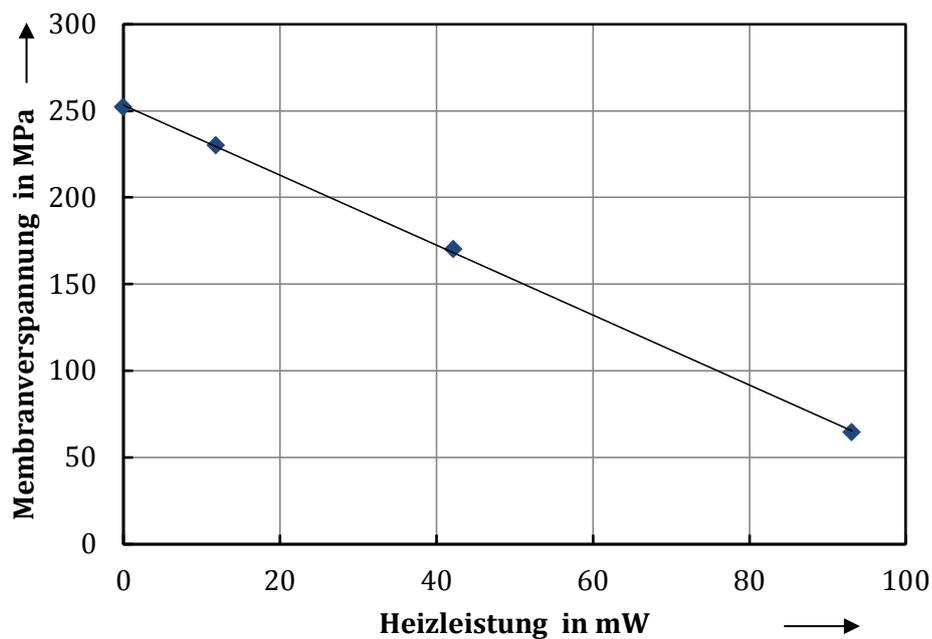


Abbildung 7.5: Reduzierung der Membranverspannung am Beispiel einer ca. 3 mm durchmessenden 500 nm dicken AlN-Membran mit integriertem Dünnschichtheizmäander

Wird die in Abbildung 7.5 eingefügte lineare Trendlinie zu kleineren Membranverspannungen hin verlängert, schneidet diese die Achse der Heizleistung bei ca. 125 mW. Das bedeutet, es müssen laut diesem Experiment mindestens diese 125mW Heizleistung eingekoppelt werden, um eine Auslenkung der Membran zu initiieren.

Die beiden Aufnahmen der Membranoberfläche bei unterschiedlichen, angelegten Heizleistungen in Abbildung 7.6 zeigen, dass bei 93 mW Heizleistung im linken Teil noch eine glatte Membranoberfläche vorliegt. Wohingegen bei mit einer bei 127 mW leicht oberhalb der 125 mW liegende Heizleistung eine thermisch induzierte Deformation der Membranoberfläche zu erkennen ist.

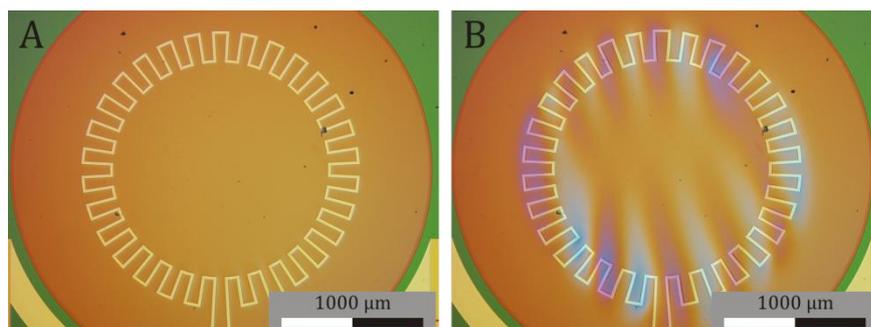


Abbildung 7.6: Nicht deformierte bzw. deformierte Membranoberfläche mit Dünnschicht-Heizmäander betrieben bei 93 mW (A) und 127 mW (B)

Die Darstellung im rechten Teil der Abbildung 7.6 zeigt, dass es aufgrund der Geometrie des Heizmäanders zu einer lokalen Deformation auf der Membranoberfläche kommt. Dies demonstriert deutlich, dass bei den AlN-Membranen trotz ihrer guten thermischen Leitfähigkeit ein die Deformationsfläche überschreitender Heizmäander benötigt wird um eine großflächige thermisch induzierte Deformation zu generieren. Wie die Auslenkungsformen für zwei unterschiedliche Mäandergeometrien aussehen, wird nachfolgend vorgestellt. Allerdings ist das Flächenfüllverhältnisse bei großflächigen Heizmäandern immer noch sehr niedrig. Abbildung 7.7 unterstreicht diese Aussage noch einmal beispielhaft.

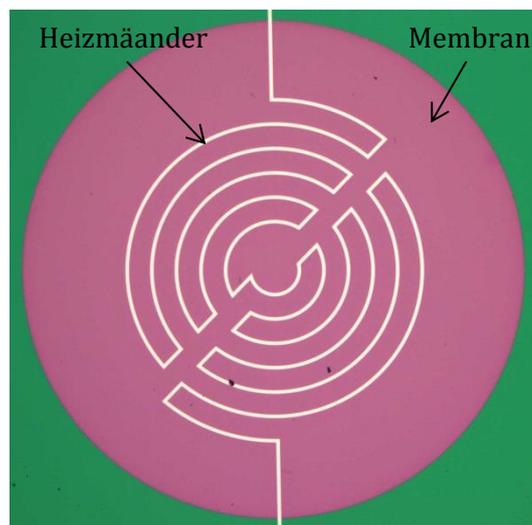


Abbildung 7.7: Visualisierung des sehr geringen Flächenfüllverhältnisses bei großflächigen Heizmäandern auf ebenen AlN-Membranen

Für die Gegenüberstellung der thermisch induzierten Membranauslenkung in Abhängigkeit der Geometrie des Dünnschicht-Heizmäanders sind ein serpentinenförmiger und ein kranzförmiger Heizmäander jeweils auf einer 3 mm durchmessenden, 500 nm dicken AlN-Membran ausgewählt worden. Das Resultat der vermessenen Oberflächenkonturen beider Mäander bei einer mittleren Temperatur von 300°C ist in Abbildung 7.8 visualisiert. Die Aufnahmen sind mit dem scannenden Weißlichtinterferenzmikroskops Wyko9000 der Firma Veeco durchgeführt worden. Deutlich zu erkennen sind die Unterschiede in den Auslenkungsprofilen.

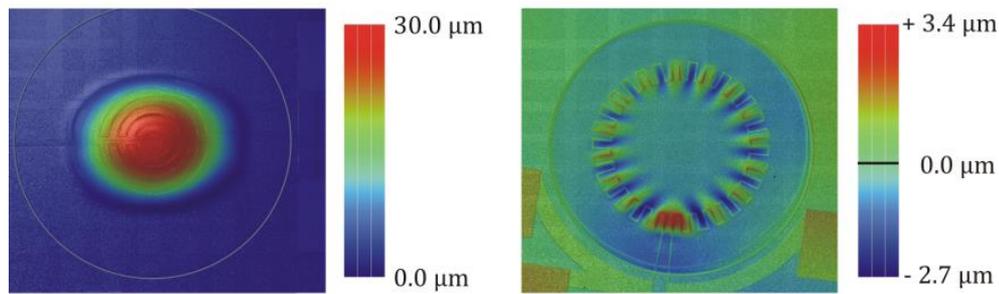


Abbildung 7.8: Messung der thermisch induzierten Auslenkung bei Membranaktoren mit 3mm Durchmesser und unterschiedlichen Heizmängelgeometrien mit Hilfe eines scannenden Weißlichtinterferenzmikroskops

Der Mängel mit serpentinförmiger Führung der Metalllinien erzeugt in der Mitte der Membran eine maximale Auslenkung von ca. 30 µm. Die Form entspricht einer verzerrten Kugeloberfläche mit einer Ellipse anstatt einem Kreis als Grundfläche. Bei dem kranzförmig ausgeführten Heizmängel wird bei der Einstellung einer vergleichbar hohen Temperatur ein ganz anderes Bild der Auslenkung erzeugt. Die maximalen Auslenkungen bei dieser Membranstruktur betragen nur etwa ein Zehntel des anderen Mängels. Dafür werden mit dieser Mängelgeometrie in einem Kreisring angeordnete, abwechselnd positive und negative Deflektionen erzeugt. Die Mitte der Membran erfährt dabei keine Auslenkung und bleibt flach aufgespannt. So können abhängig vom Anwendungsfall unterschiedliche Formen der Membranauslenkung realisiert werden.

Neben der statischen Auslenkung der AlN-Membranen ist auch die Erzeugung von Membranvibrationen durchaus interessant. Für die Visualisierung der Membranvibration ist die Aufwirbelung von Mikropartikeln gewählt worden. Dazu werden 10 µm durchmessende SiO<sub>2</sub>-Partikel auf einer funktionalisierten Membranstruktur appliziert. Große Anhäufungen sind dabei zu vermeiden, damit die Vibration einfach sichtbar gemacht werden kann. Für die Vibrationsvisualisierung wird eine periodische Anregung mit Frequenzen bis maximal 20 Hz angelegt. Dadurch wird eine periodisch, pulsierende Auslenkung der Membran erzeugt, die immer wieder in den flachen Grundzustand zurückfällt. Durch diese Bewegung werden einzelne SiO<sub>2</sub>-Partikel von der Membran gelöst. Diese Partikelbewegung gilt als eindeutiger Nachweis der Membranvibration.

In Abbildung 7.9 ist diese Aussage an zwei Bildern belegt. Im linken Teil der Abbildung ist eine Mikroskopaufnahme mit Blick auf die Membran zu sehen. Dort sind einzelne nicht bewegte Partikel (Region A) oder sich bewegende Partikel (Region B) zu erkennen. Um die Bewegung der Partikel noch deutlicher sichtbar zu machen wurde in einem weiteren Experiment die Membran von der Seite beleuchtet und die aufgewirbelten Partikel im Streulicht sichtbar gemacht.

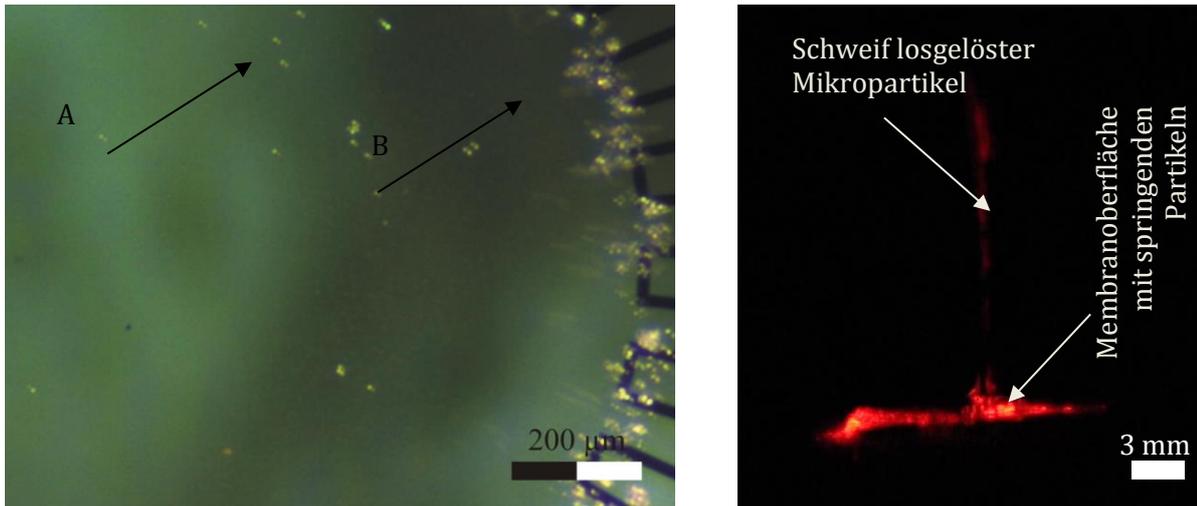


Abbildung 7.9: Mikroskopaufnahme der Membranoberfläche im Arbeitsmodus (links) zur Sichtbarmachung der Membranvibration (A) und der springenden Partikel (B), Streulichtaufnahme des Membranaktors im Arbeitsmodus von der Seite (rechts) mit einem deutlich sichtbaren Schweif der fliegenden Mikropartikel

Mit dem Funktionalisierungsbeispiel der thermomechanisch aktuierten AlN-Membran wird die mechanische Membranstabilität noch einmal unterstrichen. Es ist nicht nur möglich durch die Einkopplung einer zeitlich konstanten Heizleistung stabile Auslenkungszustände von mehreren  $10\ \mu\text{m}$  zu generieren, sondern auch durch eine periodisch pulsierende Heizleistung schnell wechselnde mechanische Deflektionen hervorzurufen. Auch bei diesen mechanischen Wechselbelastungen zeigen die AlN-Membranen keine Ermüdungserscheinungen, die zur Zerstörung dieser führen. Basierend auf diesen Erkenntnissen ist die Möglichkeit zur Umsetzung vielfältiger thermomechanisch aktuierter AlN-Membranelementen offen.

## 7.2.2 AlN-Pyramidenmembranen als taktil sensitive Elemente

In diesem Abschnitt wird auf die Basis der neuartigen AlN-Pyramidenmembranen eine Möglichkeit zu deren Funktionalisierung demonstriert. Dazu werden zu Beginn die Randbedingungen für die Funktionalisierungsidee festgelegt. Anschließend erfolgen die Beschreibung des Aufbaus der funktionalisierten Teststrukturen und die Vorstellung der technologischen Schlüsselstellen aus Sicht der Prozessintegration. Abschließend wird mit Hilfe einer taktilen Antastung der Membranelemente der Funktionsnachweis erbracht, indem das generierte elektrische Signal zur Anzeige gebracht wird. Ergänzend wird noch über die Nutzung der Erkenntnisse für einen Sensoraufbau und dessen Einsatzmöglichkeiten diskutiert.

### 7.2.2.1 Die Funktionalisierungsidee mit ihren Randbedingungen

Nach der erfolgreichen Herstellung von dreidimensionalen Pyramidenmembranen aus AlN, die bereits in Kapitel 3 demonstriert worden ist, stellt sich die Frage bezüglich der Nutzung dieser neuartigen Membranstrukturen. Eine Idee stellt die elektrische Kontaktierung solcher Pyramidenmembran dar. Damit wird es ermöglicht die Deformation der Membranen über die aufgrund des piezoelektrischen Effektes generierten elektrischen Signale zu erfassen. So kann die Pyramidenmembranen zu einem taktilen Sensor funktionalisiert werden, der aufgrund seiner dreidimensionalen Struktur auf Druck- und Scherbelastungen unterschiedlich reagiert. Derartig funktionalisierte Elemente lassen sich mit den zur Verfügung stehenden mikrotechnischen Fertigungstechnologien nicht nur einzeln, sondern auch in Arrays anordnen. Abbildung 7.10 stellt solche Pyramidenstrukturen mit integrierten Elektrodenstrukturen schematisch dar.

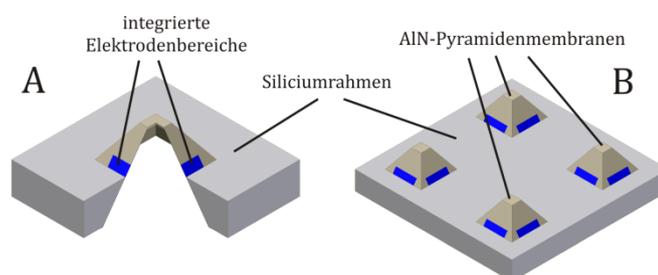


Abbildung 7.10: Darstellung der Funktionalisierungsidee für die AlN-Pyramidenmembranen, Einzelelement im Viertelschnitt (A), Arrayanordnungen von vier funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen (B), blaue Bereiche kennzeichnen die Elektrodenflächen

Voraussetzung für die hier beschriebene Funktionalisierungsidee ist neben den piezoelektrischen Eigenschaften der membranbildenden AlN-Schichten deren mechanische Stabilität gegenüber einem taktilen Angriff. Aufgrund der Erfahrungen bei taktiler Manipulation mit den ebenen AlN-Membranen ist für die Funktionalisierung der AlN-Pyramidenmembranen eine Kapselung mit einem Polymer erforderlich, um deren Stabilität bei der Antastung zu gewährleisten. Für die Kapselung wird Polydimethylsiloxan (PDMS) eingesetzt. Es lässt sich leicht im flüssigen Zustand verarbeiten und weist im getrockneten Zustand noch eine Flexibilität auf, die allzu heftige Stöße aufnehmen und dämpfen kann. Neben der Kapselung der Membranstrukturen muss es ermöglicht werden, Elektroden als Kontakte auf die freigestellten Membranflanken zu bringen. Dies muss vor der Membranfreistellung geschehen, also werden die Elektroden in die Si-Kavitäten integriert. Beim abschließenden Freistellen der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen liegt ein definierter Bereich der Elektroden dann frei und kann somit das bei Deformation der Pyramide die generierte piezoelektrische Ladung nahe der Einspannstelle der Membran im Siliciumrahmen aufnehmen.

#### **7.2.2.2 *Aufbau von Teststrukturen***

An dieser Stelle werden Details der technologischen Umsetzung einer funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran vorgestellt. Zusätzlich wird der Aufbau der fertig funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran für den Funktionstest dargestellt.

Um eine AlN-Pyramidenmembran piezoelektrisch zu funktionalisieren ist vorauszusetzen, dass die membranbildende Schicht eine c-Achsentextur aufweist. Diese Textur muss insbesondere auch auf den Wänden der anisotrop in Silicium geätzten Kavitäten vorhanden sein. In Kapitel 3 konnte anhand von REM-Aufnahmen bereits gezeigt werden, dass dies erfüllt ist. Die leichte Verkippung der c-Achse zur Flächennormalen der Siliciumflanke spielt für die piezoelektrischen Schichteigenschaften eine untergeordnete Rolle. Damit ist die strukturelle Voraussetzung für die Generierung eines piezoelektrischen Signals bei Deformation der Membran gegeben. Für die elektrische Kontaktierung ist es nötig die AlN-Schicht zwischen zwei Metallelektroden zu bringen. Dazu wird die Grundelektrode unstrukturiert in der Si-Kavität und über deren Rand hinaus aufgebracht. Die Durchgehende Grundelektrode ist wichtig, damit bei der Freistellung der Membran keine Risse entstehen. Zusätzlich ist es, wie bereits erwähnt, notwendig Elektrodenfinger als Topelektroden in die Kavitäten zu führen. Um eine Strukturübertragung bis in eine Tiefe von 130  $\mu\text{m}$  - 150  $\mu\text{m}$  der Kavitäten zu ermöglichen wird das Verfahren der Sprühbelackung eingesetzt.

Die Sprühbelackung wird als Technologie zum konformen Lackauftrag über Kanten hinweg eingesetzt. Dies ist beim Spincoating aufgrund der prozessbedingt auf den Lack wirkenden Radialkräfte nicht möglich. Für den Sprühbelackerprozess sind jeweils ein Positiv- und ein Negativlack eingesetzt worden. Die Verfügbarkeit von zwei Lacksystemen (positiv oder negativ) eröffnet die Möglichkeit mit derselben Maske die Elektrodenfinger entweder durch Ätzung einer aufgetragenen Metallschicht zu erzeugen, oder durch einen Lift-Off-Prozess zu generieren. Die zentrale Herausforderung bei dem Prozessschritt zur Herstellung der Elektrodenfinger sind die definierte Belichtung und das Entwicklung der Lackschichten bis in die Tiefe der Kavitäten. Abbildung 7.11 zeigt das Ergebnis der Erzeugung von Elektrodenfingern in den Kavitäten exemplarisch an zwei Bildern für den Lift-Off-Prozess. Die weiteren Schritte für die Funktionalisierung der AlN-Pyramidenmembranen verlaufen analog zum Ablauf der Herstellung AlN-Pyramidenmembranen, die bereits in Kapitel 3 vorgestellt.

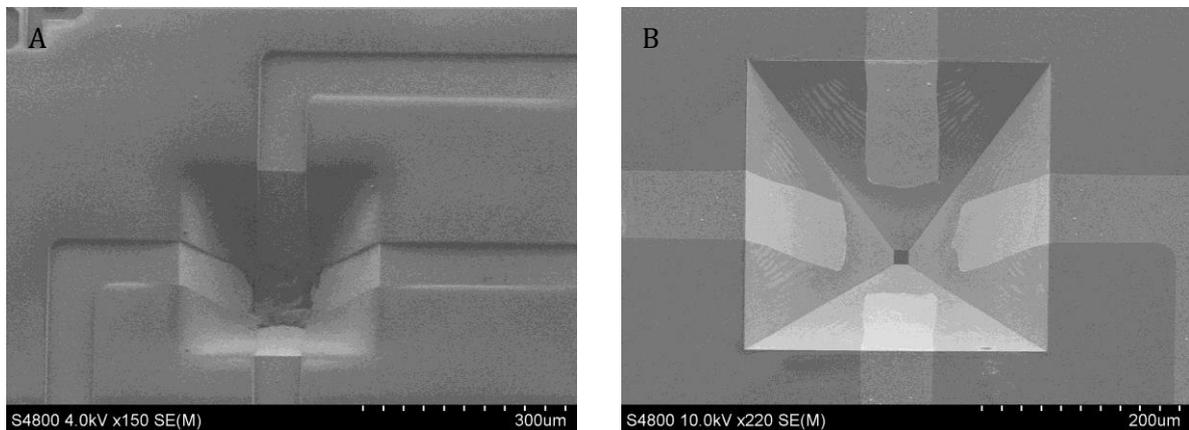


Abbildung 7.11: Ergebnis von Belichtung und Entwicklung einer sprühbelackten Grube im Silicium vor der Beschichtung mit Metall (A) und nach dem erfolgreichen LiftOff der Elektrodenfinger (B)

Um diese Beschreibung der Prozessabfolge noch einmal visuell zusammenzufassen, ist diese in ihren wesentlichen Teilprozessen vom Siliciumsubstrat bis zum fertigen funktionalisierten Element in Abbildung 7.12 dargestellt.

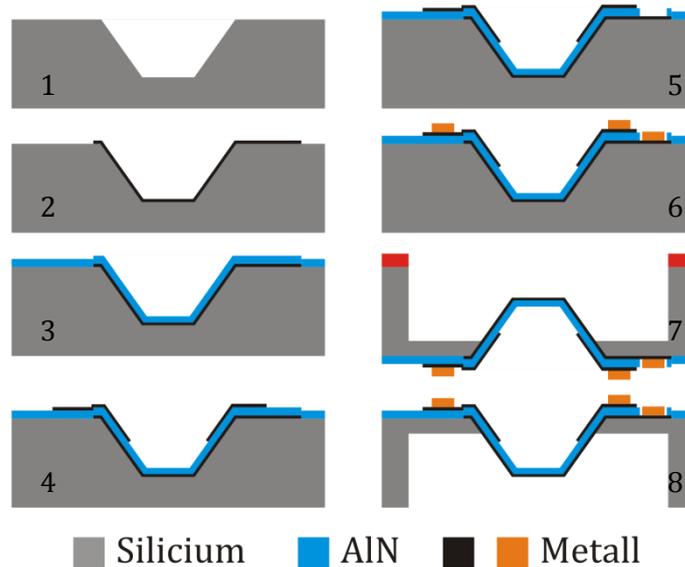


Abbildung 7.12: Prozessflowchart zur Herstellung der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen dargestellt mit den wichtigsten Schritten

Den Startpunkt stellt das strukturierte Siliciumsubstrat mit den nasschemisch anisotrop herausgeätzten Kavitäten dar. Die Herstellung der soliden Grundelektrode folgt im nächsten Arbeitsschritt. Anschließend wird die ca. 600 nm dicke AlN-Schicht abgeschieden, die leicht zugverspannt ist. Im darauf folgenden Schritt wird die Topielektrode aufgebracht. Nach einer lokalen Öffnung der AlN-Schicht um den Kontakt zur Grundelektrode herzustellen, folgt das Aufbringen einer 600 nm dicken Verstärkung auf den nur 100 nm dicken Grund- und Topielektroden. Diese Verstärkung ermöglicht es einen Drahtbondprozess für die Kontaktierung einzusetzen. Zur finalen Freistellung der AlN-Pyramidenmembran wird die Rückseite des Siliciumwafers mit einem dicken Fotolack maskiert und anschließend mit einem DRIE Prozess das Silicium lokal entfernt. Die Tiefe der Ätzung ist vorgegeben durch die Tiefe der Elektroden in der mit AlN beschichteten Silicium-Kavität. Diese müssen in einem definierten Bereich freigestellt werden. Das wird erreicht, indem die Pyramide mindestens 100  $\mu\text{m}$  aus dem verbleibenden Siliciumrahmen herausragt. Details zum Prozessablauf und einzelne, relevante Kenngrößen sind im Anhang A8 zu finden.

Abweichend vom hier beschriebenen Ablauf zur der Herstellung der Grundelektrode, kann diese noch nach finaler Freistellung der AlN-Pyramide mittels der Sputtertechnik von der Rückseite her aufgebracht werden. Ein Vorteil dieser Variante ist das Wegfallen der Strukturierung der AlN-Schicht und das homogene aufwachsen der AlN-Schicht auf einem Siliciuminterface. Letzteres kann sich positiv auf die Bildung der AlN-Struktur auswirken, da in die Kavität nach dem Ätzen mit KOH keine weitere Chemikalie bzw. Lösemittel eindringt und Reste hinterlassen kann. Die Reinigung der kleinen Kavitäten hat sich als große Herausforderung herausgestellt. Mit dieser Variante der Herstellung der Grundelektrode können aufwendige Reinigungsprozeduren umgangen werden. Der entscheidende Vorteil bei der Realisierung des Rückkontaktes nach dem Freistellen der Membran ist die Möglichkeit den Überstand der Topelektrode über die Einspannstelle der Membran optisch zu inspizieren (vgl. Abbildung 7.13). Beim DRIE-Prozess kann so sehr genau ein definierter Elektrodenüberstand eingestellt werden. Erkauft wird dies mit dem Nachteil, dass eine Kontaktierung des Chips von zwei Seiten nötig wird. Damit kann der Rückkontakt nicht mehr mittels Drahtbonden angeschlossen werden. Der elektrische Kontakt zur Pyramidenrückseite kann für ein Experimentiersetup entweder mit Silberleitlack oder mit leitfähigem Kupferklebeband hergestellt und auf Kontaktpads einer Leiterplatte geführt werden.

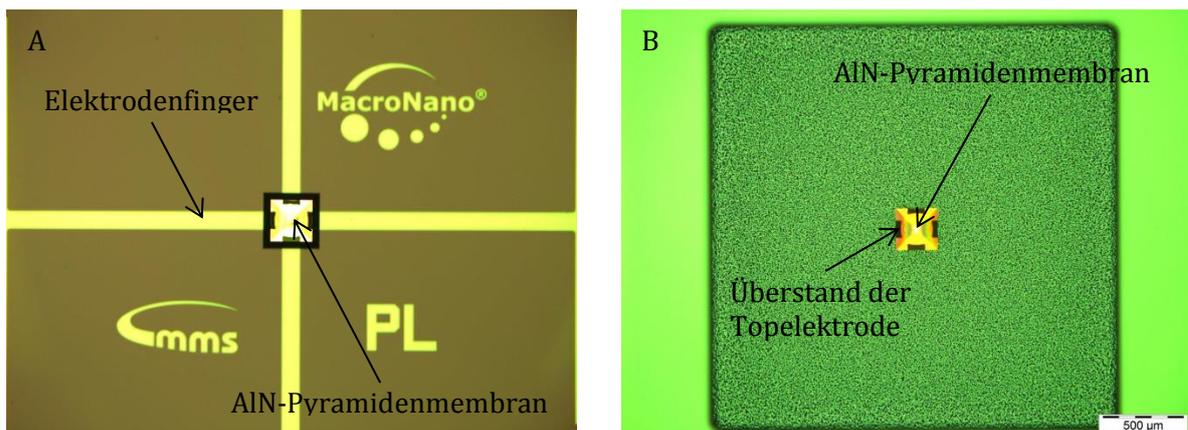


Abbildung 7.13: Mikroskopaufnahme einer funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran mit wegen fehlender Grundelektrode deutlich sichtbarer Topelektrode von der Waferoberseite (A) und der Waferrückseite mit der freigestellten Vertiefung (B)

Während der Prozessentwicklung wurden beide Varianten der Grundelektrodenintegration durchgeführt. Für den Test der funktionalisierten Elemente ist dann aber aufgrund der beschriebenen Vorteile die abschließend aufgebraute Grundelektrode als Kontaktierungsvariante eingesetzt worden.

Ist der Wafer mit den funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen fertig prozessiert, erfolgt das Vereinzeln der Membranchips durch Brechen entlang von gezielt im DRIE-Prozess eingebrachten Schwächungen im Siliciumsubstrat. Vor dem Aufbau der Chips auf eine Leiterplatte erfolgt dann noch die Kapselung der Membranen in PDMS. Dazu wird das Polymer im Verhältnis 10:1 mit einem Härter angemischt. Anschließend wird die Füllung der in den Siliciumchip geätzten Vertiefungen, in denen sich AlN-Pyramidenmembranen befinden, durchgeführt. Dazu werden PDMS-Tröpfchen, dosiert mit einer Spritze, in die rechteckigen Öffnungen des Siliciumchips abgesetzt. Aufgrund der guten Fließeigenschaften reichen 1-2 Tropfen mit ca. 1 mm Durchmesser aus, um die Kavität zu füllen. Durch die Oberflächenspannung im PDMS entsteht ein Meniskus am Rand der Siliciumkavität, der zur Folge hat, dass in der Mitte der Kavität eine Erhöhung der PDMS-Fläche entsteht. Im letzten Schritt wird das Polymer noch bei 200°C in einem Ofen ausgeheizt.

Bevor der Funktionstest durchgeführt werden kann, wird der Chip auf eine Leiterplatte geklebt. Diese Leiterplatte ist mit einem Loch versehen um den taktilen Kraftangriff von deren Rückseite zu ermöglichen. Eine Skizze zum Aufbau des Chips mit der gekapselten AlN-Pyramidenmembran auf der Leiterplatte ist in Abbildung 7.14 dargestellt. Durch die Kapselung der AlN-Pyramidenmembran ist diese auch stabil gegenüber der Antastung mit makroskopischen Elementen. Ein Teil der mechanischen Belastung wird dabei durch die Kompression der Polymermatrix kompensiert und trägt nicht zur Deformation der Pyramidenmembran bei.

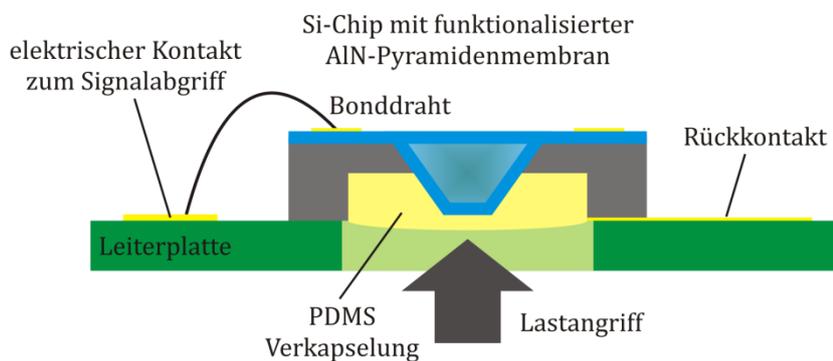


Abbildung 7.14: Skizze zum Aufbau des Siliciumchips mit der AlN-Pyramidenmembran gekapselt in PDMS auf der Leiterplatte zur makroskopischen Kontaktierung im abschließenden Funktionstest, Rückkontakt realisiert über Kupferklebeband und Silberleitlack

### 7.2.2.3 Test der kontaktierten AlN-Pyramidenmembranen

Es existieren zwei unterschiedliche Möglichkeiten zum Test der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen. Einmal kann eine manuelle, aperiodische Krafteinleitung über einen taktil angreifenden Effektor gewählt werden. Die zweite Variante des Funktionstestes stellt die Einkopplung einer periodischen Anregung über einen angesteuerten Mikroaktor dar. Basis für die hier dargestellte Testreihe bilden fertig aufgebaute Siliciumchips mit funktionalisierten AlN-Pyramidenmembranen, wie im vorangegangenen Abschnitt vorgestellt. Nachfolgend werden die Vorgehensweise und die Ergebnisse der beiden Testvarianten vorgestellt und diskutiert.

Für das erste Testsetup mit aperiodischer Krafteinleitung wird ein Elektrodenpaar der auf der Leiterplatte fixierten und kontaktierten Elemente an einem Ladungsverstärker angeschlossen. Dabei handelt es sich um das gleiche elektrische Messsetup, welches bereits in Kapitel 6 bei der Charakterisierung der piezoelektrischen Schichteigenschaften zum Einsatz kam. Der Funktionstest erfolgt über manuell durch einen taktilen Manipulator eingekoppelte unterschiedliche Druck- und Schublasten auf die PDMS-Matrix. Abbildung 7.15 zeigt den beschriebenen Aufbau und demonstriert die Antastung.

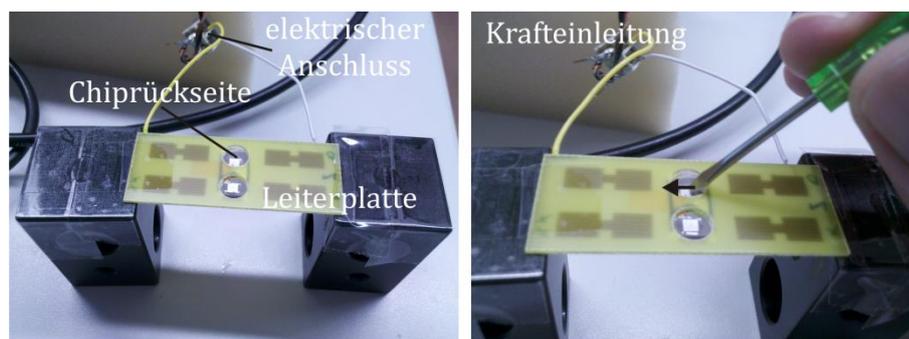


Abbildung 7.15: Setup, Kontaktierung und Krafteinleitung einer aufgebauten, funktionalisierten AlN-Membran während des ersten Funktionstestes

Im Ergebnis dieses Tests zeigt sich, dass die funktionalisierten Pyramidenmembranen auf einen solchen taktilen Kraftangriff reagieren. Allerdings ist das Signal resultierend aus einer undefinierten, aperiodischen Anregung nur schwer zu dokumentieren. Abbildung 7.16 zeigt einen 30 ms langen Ausschnitt des aufgenommenen Signalpegels vom Ladungsverstärker. Zu Grunde liegt dabei eine Schubbewegung des taktilen Manipulators über die PDMS-Matrix.

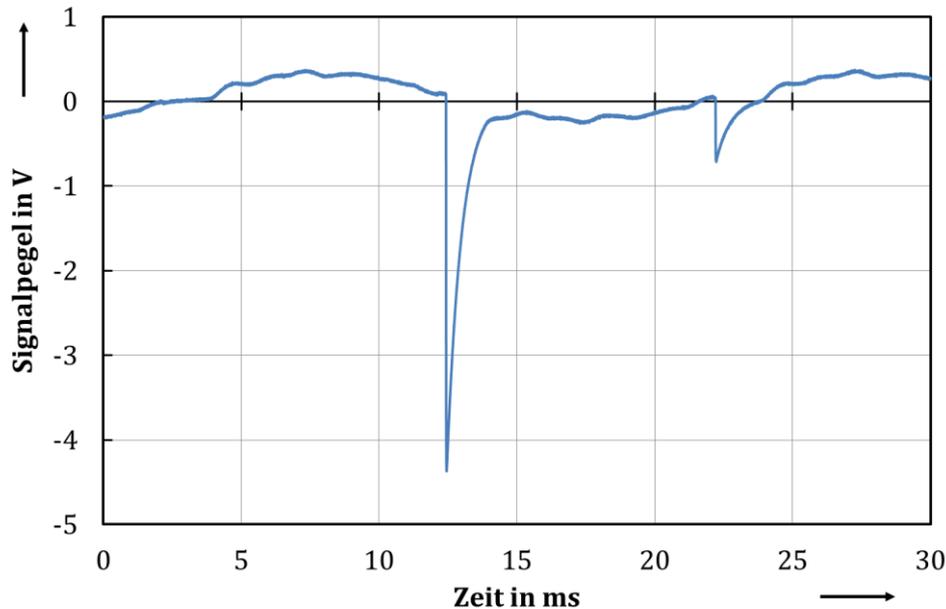


Abbildung 7.16: Signalpegel (verstärktes Messsignal) der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran bei aperiodischer Anregung durch Schieben eines taktilen Manipulators über die PDMS-Matrix

Zu erkennen sind in diesem Diagramm zwei deutliche Signalausschläge. Den abrupten Ausschlägen folgt anschließend ein exponentieller Abfall des Signalpegels. Aufgrund der Charakteristik kann von Entladungsvorgängen ausgegangen werden. Dabei fließen die piezoelektrisch, generierten Ladungen aufgrund des nicht unendlich großen Innenwiderstandes in den AlN-Schichten über diese wieder ab. Hiermit gilt der Funktionsbeweis zur piezoelektrischen Signalerzeugung mittels der AlN-Pyramidenmembranen erbracht. Zu bemerken ist noch das 50 Hz Raussignal der für diese Experimente nicht optimierten Verstärkerschaltung, welches allerdings vom Signalpegel deutlich überstiegen wird. Die Amplitude des piezoelektrisch generierten Signals hängt von der Stärke des Krafteintrages ab, kann aber aufgrund der manuellen Einprägung nicht verifiziert werden. Die Reaktion der kontaktierten Elektrode auf unterschiedlich starke und aus unterschiedlichen Richtungen wirkenden Kräften ist in diesem Setup mit nur einem kontaktierten Elektrodenpaar nicht überprüfbar.

Für die zweite Variante des Funktionstestes der kontaktierten AlN-Pyramidenmembranen wird die Leiterplatte mit dem darauf montierten Silicium-Chip einseitig eingespannt. Die Antastung der PDMS-Matrix ist über einen Piezo-Stapeltranslator realisiert. Der Piezoaktor ist dabei auf einer in drei Koordinaten translatorisch verschiebbaren Plattform angebracht und kann dementsprechend relativ zur Öffnung in der Leiterplatte positioniert werden. Mit dem kugelförmigen Ende des Translators wird durch Zustellung in vertikaler Richtung die PDMS-Matrix angetastet. Die Zustellung erfolgt so lange, bis das Signal der angeschlossenen Messschaltung einen deutlichen Ausschlag mit der Wiederholrate der Anregefrequenz aufweist. Der Aufbau der beschriebenen Anordnung ist in Abbildung 7.17 dargestellt.

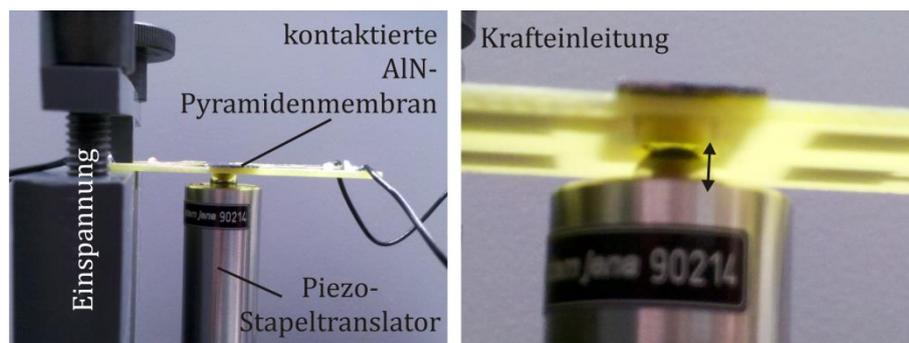


Abbildung 7.17: Setup, Kontaktierung und Krafteinleitung einer aufgebauten, funktionalisierten AlN-Membran während des zweiten Funktionstestes

Die elektrische Kontaktierung geschieht analog dem bereits beschriebenen ersten Testsetup. Es wird abermals nur das Signal eines Elektrodenpaares über einen Ladungsverstärker verstärkt und aufgenommen. Bei dieser Anregungsvariante dominiert die normal zur Chipoberfläche angreifende Kraftkomponente. Eine Schubkraftkomponente kann aufgrund der einseitigen Einspannung und der dadurch von der aufgebauten Struktur ausgeführten Biegebewegung allerdings nicht komplett unterdrückt werden. Sie wird aber als vernachlässigbar gegenüber der Normalkraftkomponente angesehen.

Diese Testsetup mit dominierender, periodischer Normalkraftanregung der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran zeigt ebenfalls eine deutliche Reaktion auf den Krafteintrag. Das aufgenommene Signal des Ladungsverstärkers ist zusammen mit dem zur Anregungsauslenkung proportionalen DMS-Signal des Piezoaktors in Abbildung 7.18 dargestellt. Der detektierte Signalausschlag hebt sich ebenfalls stark vom Grundrauschsignal (50 Hz) der Auswerteschaltung ab. Somit wird auch bei diesem Test deutlich das piezoelektrisch generierte Signal sichtbar.

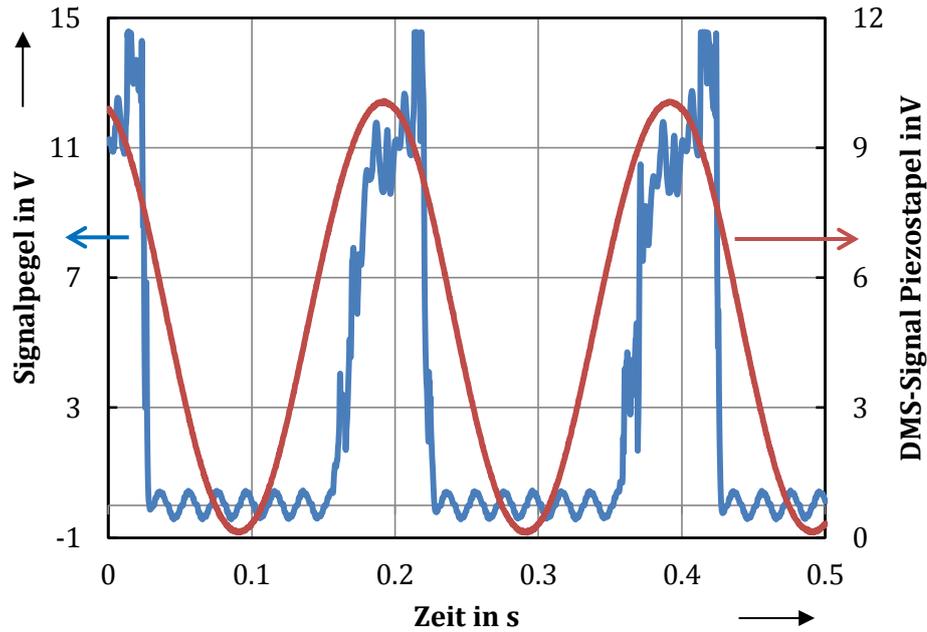


Abbildung 7.18: Signalpegel (verstärktes Messsignal) der funktionalisierten AlN-Pyramidenmembran bei periodischer Anregung durch Antasten der Pyramide mit dem Piezo-Stapelaktor über die PDMS-Matrix

Zu beachten ist bei dieser Anregung noch, dass eine Verbiegung der die AlN-Pyramidenmembran aufnehmenden Siliciummembran nicht auszuschließen ist. Dies ist aufgrund des dominierenden Kraftangriffs normal zu dieser Oberfläche wahrscheinlich. Dabei kann zum direkt in der AlN-Pyramide generierten, piezoelektrischen Signal eine Signalkomponente der teilweise mit Metallleitungen bedeckten Si-AlN-Membran hinzukommen. Die reine Form eines solchen Signals ist in Kapitel 6 im Beispiel der Si-AlN-Biegebalken dargestellt. Trotzdem lässt sich die erfolgreiche Kontaktierung und damit Funktionalisierung der AlN-Pyramidenmembran hiermit nachweisen. Wenngleich eine Interpretation der generierten Signalform nicht einfach möglich ist.

Abschließend zu diesem Funktionalisierungsbeispiel soll an dieser Stelle abschließend auf die Möglichkeiten bei Aufnahme von vier elektrischen Signalen für jedes Elektrodenpaar in der AlN-Pyramide eingegangen werden.

#### **7.2.2.4 Diskussion der Detektion unterschiedlicher Belastungszustände**

Nach erfolgreicher Demonstration der Elektrodenintegration auf die dreidimensionale AlN-Pyramidenmembran und der piezoelektrischen Antwort auf eine taktile Membranstimulation stellt sich nun die Frage welche Möglichkeiten diese neuartige, dreidimensionale Sensorstruktur eröffnet. Durch die Membrandimensionen, die bis zu 200  $\mu\text{m}$  aus der Chipenebene hinausreichen wird es möglich Kräfte auf unterschiedlichen Raumrichtungen aufzunehmen. Um eine Abschätzung zu diesen Möglichkeiten treffen zu können sind rein mechanische FEM-Simulationen solcher Membranpyramidenstrukturen durchgeführt worden. Die Hauptkenntnisse dieser Simulationsreihe sollen im Folgenden kurz diskutiert werden.

Eine Rahmenbedingung der Simulation des mechanischen Verhaltens dieser dünnen Pyramidenmembranen stellt die am untersuchten funktionalisierten Testmuster ebenfalls vorliegende Kapselung dar. Dadurch verteilt sich der Kraftangriff in der Simulation auf alle Seitenflanken. Dies entspricht bei einer normal zu Chipoberfläche angreifenden Kraft einer gleichmäßigen Verteilung des Drucks auf alle vier Pyramidenflanken. Handelt es sich um einen Scherbelastung, die parallel zur Chipoberfläche wirkt, werden je nach Ausrichtung die entsprechenden Teile der Pyramidenflanken mit Druck- bzw. Zugbelastungen beaufschlagt.

Als Auswertekriterium für diese statischen, mechanischen Simulationen der Pyramidenmembranstrukturen wird der mechanische Stress in vorab definierten Bereichen der Pyramidenflanken herangezogen. Diese zu analysierenden Bereiche liegen auf der Pyramidenflanke nahe an der Einspannstelle im Siliciumvolumen und sind so breit gezogen, wie technologisch sinnvoll Elektrodenelemente in der Tiefe der Strukturen generiert werden können. Da an diesen Stellen bei Verformung der Membranen die größten mechanischen Spannungen auftreten, die wiederum aufgrund der piezoelektrischen Materialeigenschaften der membranbildenden AlN-Dünnschicht zur Signalerzeugung beitragen, ist es nicht nur technologisch möglich, sondern auch sinnvoll dort die Dünnschichtelektroden zu integrieren.

Das Ergebnis dieser Auswertung ist in Abbildung 7.19 exemplarisch für einen reine Normalkraft und eine reine Schubkraftbelastung der Membranstruktur dargestellt. Zu erkennen ist die zu erwartende unterschiedliche Verteilung der Stressmaxima über die Membranstruktur und damit verbunden unterschiedlich starke mechanische Spannungen in den als mögliche Elektrodenzonen festgelegten Analysebereichen.

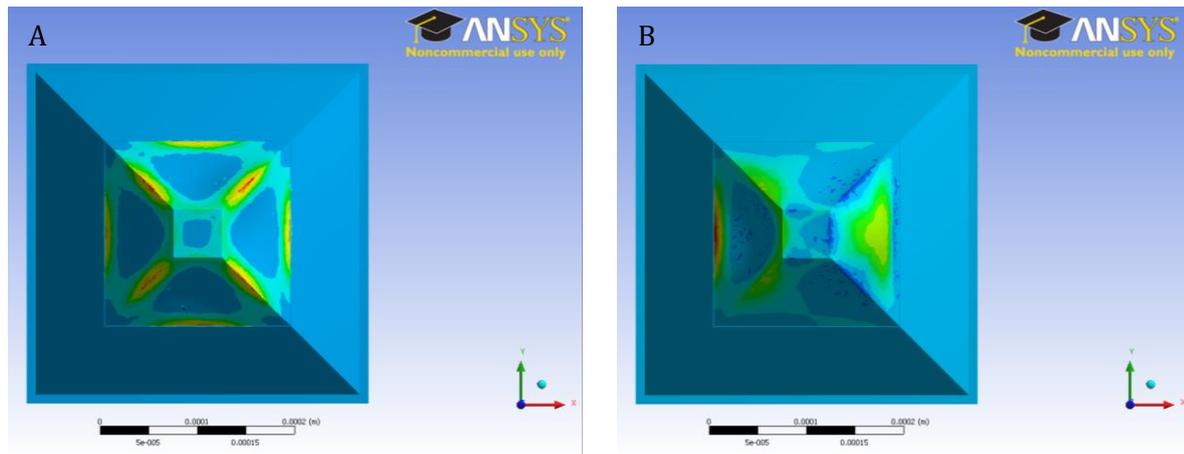


Abbildung 7.19: Ergebnisplot der Stressanalyse von belasteten Pyramidenmembranstrukturen mit einer Normalkraft in die Zeichenfläche hinein (A) und einer Schubkraft in x-Koordinatenrichtung (B)

Zusammenfassend kann also festgehalten werden, dass anhand der Simulationsergebnisse je nach Richtung der angreifenden Kraft ein unterschiedliches Bild der Verteilung von mechanischen Spannungen in den Elektrodenzonen sichtbar wird. Somit besteht die Möglichkeit mit der funktionalisierten und vollständig elektrisch kontaktierten AlN-Pyramidenmembran unterschiedliche Lastangriffsszenarien aufzulösen. Eine Weiterentwicklung der demonstrierten Funktionalisierung hin zu einem taktilen Sensorelement mit Möglichkeit zur Zerlegung der angreifenden Kraft in ihre Komponenten (Normal- und Scherkräfte) bezogen auf die Membrangeometrie ist im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr realisiert worden. Dies kann durchaus als Anknüpfungspunkt für weiterführende Forschungsaktivitäten gelten.

# 8 Zusammenfassung und Ausblick

Diese Arbeit hat sich mit unterschiedlichen Aspekten des Materials Aluminiumnitrid in Dünnschichtform auseinandergesetzt. Dabei ist ein Überblick zum bisherigen Stand der Technik auf Applikationsseite und die Abgrenzung zu den in dieser Arbeit zentralen Elementen, den selbsttragenden AlN-Membranen gegeben worden. Zudem sind wesentliche Membraneigenschaften wie die E-Modul, intrinsische Verspannung und die thermische Leitfähigkeit anhand von Testelementen charakterisiert worden. Abschließend sind zwei Funktionalisierungsbeispiele nach den aufgestellten Regeln der Prozessintegration umgesetzt und in ihrer Funktionalität demonstriert worden.

Die Anwendungen von AlN-Dünnschichten sind bisher von deren piezoelektrischer Funktionalität dominiert. In dieser Arbeit stehen die AlN-Dünnschichten als mechanische Elemente in Form von selbsttragenden Membranen im Fokus. Selbsttragend meint in diesem Zusammenhang, dass keine weitere mechanisch unterstützende Struktur für die Erzeugung dieser Membranelemente nötig ist. Die Herstellung und Charakterisierung der AlN-Membranen zusammen mit der systematischen Zusammenstellung und Demonstration der technologischen Integration von AlN-Dünnschichten als Membranen in den Prozessfluss zur Herstellung von Mikrosystemen bilden den Neuheitsgrad dieser Arbeit.

In den folgenden Abschnitten werden die wesentlichen Ergebnisse dieser Arbeit noch einmal zusammenfassend dargestellt.

Zu Beginn dieser Arbeit wurden neue Funktionselemente eingeführt. Dabei handelt es sich um die selbsttragenden AlN-Dünnschichtmembranen. Diese können über eine sehr einfache Prozessfolge in wenigen Schritten hergestellt werden. Nach der AlN-Abscheidung mittels Reaktivsputtern auf Siliciumsubstraten finden die Strukturübertragung mittels dicken Fotolacks auf der Waferrückseite und die finale Membranfreistellung durch eine anisotrope Siliciumtiefenätzung in einem RIE-Prozess statt. Durch die hohe chemische Widerstandsfähigkeit des Material AlN gegenüber der verwendeten Fluorchemie im RIE-Prozess stoppt dieser sicher und zuverlässig auf der die Membran bildenden AlN-Dünnschicht. Somit ist der einfachste Prozessfluss zur Herstellung der reinen AlN-Membranelemente dargestellt.

Diese Membranelemente wurden unterschiedlichen Charakterisierungen unterzogen. Dabei stellt sich heraus, dass sie mechanisch äußerst stabil und auch thermisch stark belastbar sind. Zudem zielt eine Vielzahl von Untersuchungen auf die Möglichkeiten der technologischen Integration der gesputterten AlN-Dünnschichten in Standardprozessabläufe der Mikrosystemtechnik bzw. Halbleitertechnologie.

Im Rahmen dieser Arbeit sind mechanisch stabile, selbsttragende AlN-Pyramidenmembranen erstmals vorgestellt worden. Dabei handelt es sich um neuartige dreidimensionale Membranelemente, deren Herstellungsmöglichkeit aus den bereits erwähnten Untersuchungen zur technologischen Integration hervorgegangen ist.

Für die Herstellung vergleichbarer AlN-Membranelemente ist es wichtig den Reaktivsputterprozess zu verstehen und zu beherrschen. Aus diesem Grund hat sich ein Kapitel dieser Arbeit intensiv damit auseinandergesetzt. Dabei ist gezeigt worden, dass unter Berücksichtigung der morphologischen Diagramme die Möglichkeit besteht relativ einfach mit unterschiedlichen Sputteranlagen Prozessfenster zu finden, die es ermöglichen AlN mit c-Achsentextur herzustellen. Diese definierte c-Achsentextur, bestehend aus nanoskaligen Kristallen, ist nicht nur essentiell für piezoelektrische Schichteigenschaften, sondern bildet auch die Grundlage für das gute mechanische Verhalten der AlN-Membranen. Aus diesem Grund ist diese nanokristalline, ausführlich beschriebene Struktur als die Zielstruktur der AlN-Schichten definiert worden.

Eine detailliertere Untersuchung der Membranelemente hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften erfolgte mittels Bulge-Test-Experimenten. Diese eröffnen die Möglichkeit Analysen zu Schichtspannung und biaxialen Modul durchzuführen. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Relation zu bereits bekannten Literaturwerten gesetzt worden und ergänzen diese um den Wert  $305 \pm 13$  GPa für E-Modul bei gesputterten AlN-Dünnschichten. Diese E-Modulwerte sind von Interesse für den weiteren MEMS-Designprozess. Außerdem zeigt die Analyse von Membranelementen entnommen an unterschiedlichen Stellen auf dem prozessierten Siliciumwafer eine lokale Schichtspannungsverteilung über diesen. Um eine Homogenisierung der Schichtspannung zu erreichen wäre ein Eingriff in die Konfiguration der Sputteranlage nötig. Dies ist Voraussetzung für die großtechnische Nutzung von AlN-Membranen in Mikrosystemen. Zudem kann festgehalten werden, dass es möglich ist unterschiedlich stark verspannte AlN-Schichten herzustellen, ohne wesentlichen Einfluss auf die gewünschte c-Achsentextur zu nehmen.

Bei den thermisch stabilen, selbsttragenden AlN-Membranen ist es interessant den Wert der thermischen Leitfähigkeit zu kennen, um diese Membranen mit den standardmäßig eingesetzten Siliciumnitrid- bzw. Siliciumoxidmembranen bezüglich dieses Materialparameters vergleichbar zu machen. Beim Literaturstudium zur thermischen Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten ist die große Schwankungsbreite dieses Parameters aufgefallen. Auch aus diesem Grund war es interessant die thermische Leitfähigkeit von AlN-Dünnschichten anhand einfacher Membranelemente zu bestimmen. Durch die in dieser Arbeit durchgeführten Analysen zur thermischen Leitfähigkeit konnte der anfänglich in der Literatur gefundene große Wertebereich von  $1,4 - 76,4$  W/K·m auf  $50 - 78$  W/K·m deutlich eingeschränkt werden. Außerdem konnte damit bestätigt werden, dass mit AlN-Membranen eine deutlich stärkere thermische Leitfähigkeit erzielt werden kann als mit Membranen bestehend aus Siliciumnitrid oder-oxid.

Zum Abschluss dieser Arbeit wurde an zwei Funktionalisierungsbeispielen von AlN-Membranen demonstriert, wie vielfältig die Möglichkeiten der technologischen Integration sind. Eines der Beispiele beschreibt eine thermomechanisch aktuierte AlN-Membran. Das zweite Funktionalisierungsbeispiel befasst sich mit der Integration von Elektrodenkontakten auf den AlN-Pyramidenmembranen, welche die Möglichkeit zum Aufbau eines Sensorelementes aufzeigt.

Der thermomechanische AlN-Membranaktor eröffnet ein neues Applikationsfeld und nutzt dazu die enorme mechanische bzw. thermische Stabilität des Membranmaterials aus.

Selbst bei niederfrequenten Wechselbelastungen konnte kein Versagen der Membranstrukturen provoziert werden.

Die dreidimensionale Pyramidenmembran zeigt durch die Funktionalisierung mittels integrierter Metallelektroden ebenfalls enormes Potential für neuartige AlN-basierte Sensoren. Die Hürden der technologischen Integration, gegeben durch die hohen Aspektverhältnisse, stellen sich als beherrschbar heraus.

Die beiden dargestellten Funktionalisierungsbeispiele stellen in Kombination mit den AlN-Dünnschichten eine Neuheit dar und sind in dieser Form vorher noch nicht umgesetzt worden.

Am Ende dieser Arbeit bleiben aber noch Punkte offen, die im Zeitrahmen dieser Arbeit nicht bearbeitet werden konnten. In den folgenden Ausführungen werden die aus Sicht des Autors relevantesten, interessantesten Punkte in den Ausblick aufgenommen.

Das Thema der mechanischen Charakterisierung von dünnen AlN-Membranen lässt noch eine detailliertere Untersuchung von AlN-Membranen mit unterschiedlich stark ausgeprägter c-Achsentextur offen. Dabei ist sogar an den Vergleich zwischen kristallinen und amorphen AlN-Membranen zu denken. Ein Versuch der Herstellung von nahezu amorphen AlN-Membranen im Rahmen dieser Arbeit ist gescheitert. Allerdings könnte dieser Versuch mit deutlich kleineren Membrandurchmessern (100-500µm) wiederholt werden. Die Analyse der mechanischen Membraneigenschaften ist auch an diesen deutlich kleineren Strukturen möglich.

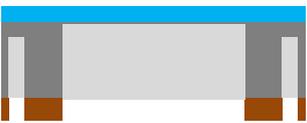
Um den immer noch existenten Schwankungsbereich bei der Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit weiter zu verringern, kann anhand optimierter Membranstrukturen diese Analyse erneut durchgeführt werden. Außerdem ist zur Komplettierung des Datensatzes eine Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit an Membranstrukturen mit unterschiedlich stark ausgeprägter c-Achsentextur oder mit unterschiedlichen Dicken durchaus interessant.

Die Erweiterung des Applikationsfeldes der thermomechanischen Membran zu aktiven Elementen beispielsweise für die adaptive Mikrooptik ist bereits in Folgearbeiten der Fachgebiete Mikromechanische Systeme und Technisch Optik der TU Ilmenau aufgegangen.

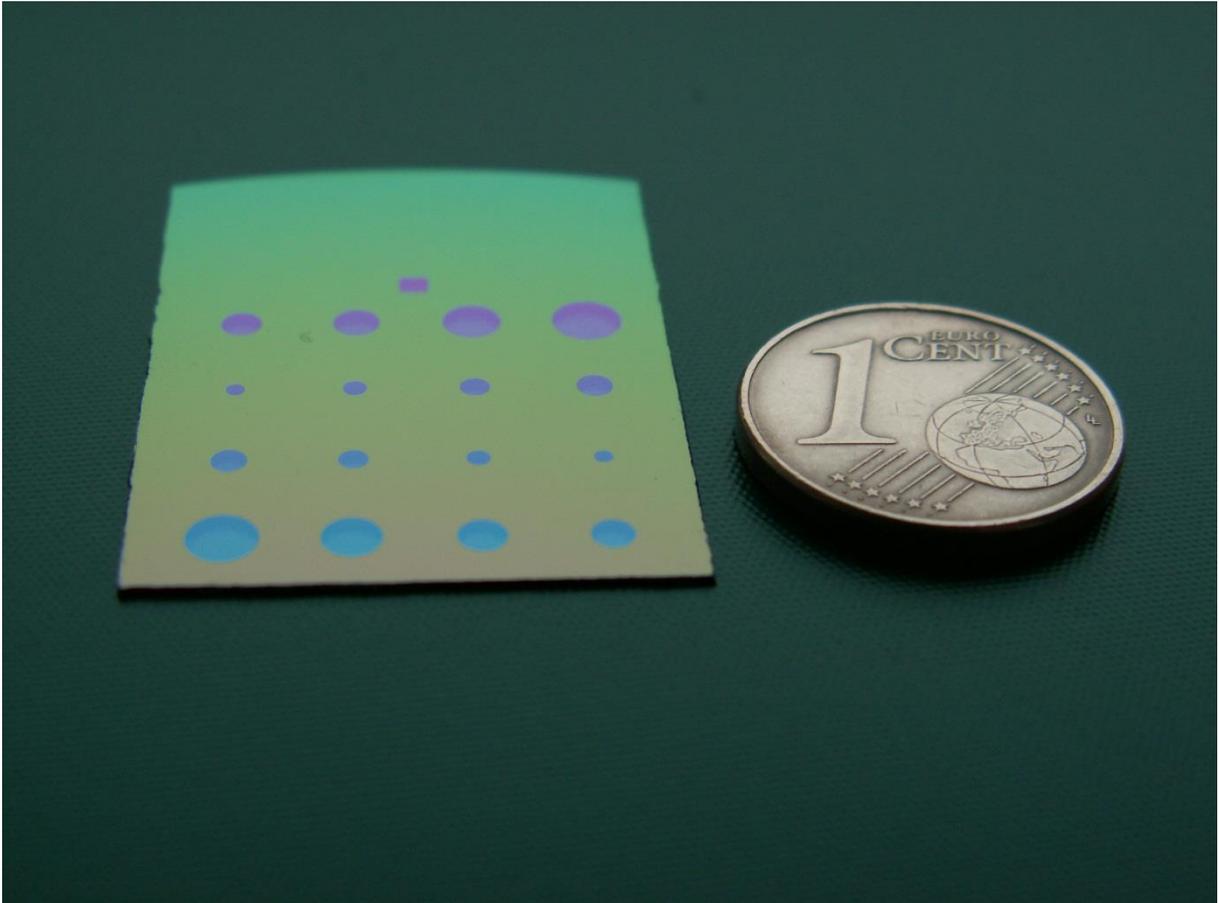
Weiterhin ist die volle Integration der AlN-Pyramidenmembran zu Sensorelementen für Untersuchungen zur Richtungssensitivität der Antastung interessant. Dazu wären die entsprechende mehrkanalige Auswerteschaltung und voll funktional aufgebaute AlN-Pyramidenmembranen nötig.

# A Anhang

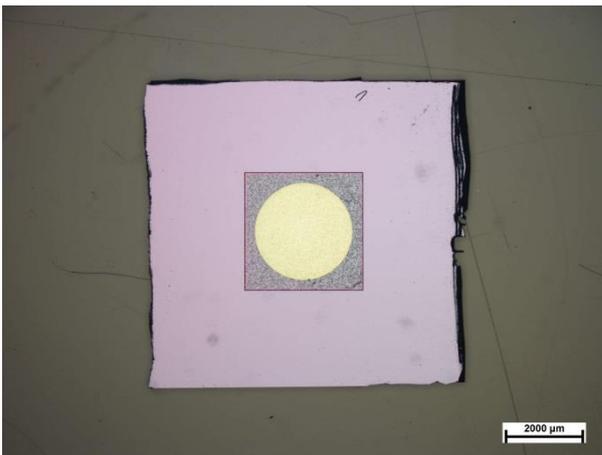
## A1 – Standard-Ablaufplan zur AlN-Membranherstellung

Prozessschritt	Beschreibung	Skizze im Querschnitt
Wafer Reinigung	Nasschemisch mit RCA und HF-Dip	
AlN-Beschichtung	Reaktives Sputtern Al-Targetmaterial in Ar/N <sub>2</sub> -Atmosphäre Hauptprozessparameter: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Sputterleistung</li> <li>• Prozessgasdruck</li> <li>• Wafertemperatur</li> <li>• Zusammensetzung der Atmosphäre</li> </ul>	
Definition der Membranform	Lithografie auf der Waferrückseite Prozess mit Dicklack zur Herstellung einer Lackmaske für einen Plasma-ätzprozess von Silicium Prozessschritte: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Belacken</li> <li>• Prebake</li> <li>• Belichten</li> <li>• Entwicklung</li> <li>• Hardbake</li> </ul>	
Membranfreistellung	„Bosch-Prozess“ mit SF <sub>6</sub> und C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> , alternierend Ätzen und Passivieren Hauptprozessparameter: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Plasmaleistung</li> <li>• Substrat-BIAS</li> <li>• Zykluszeiten von Ätzung und Passivierung</li> </ul>	
Abschlussreinigung	Kann nur trockenchemisch erfolgen, sonst Gefahr der Membranzerstörung Ziel: Lackmaske entfernen → Plamaveraschung des Fotolackes	
Separieren	Vereinzelung der Membranen von Wafer- auf Chiplevel Einfachste Variante: Bruch des Siliciums an während der Si-Ätzung eingebrachten Gräben	

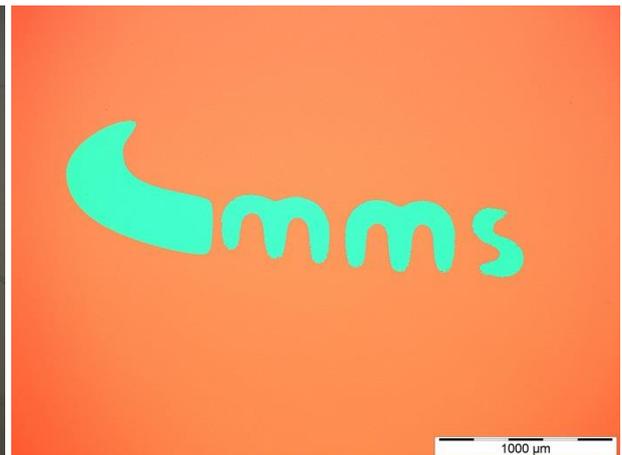
Beispiele für realisierte Membranformen:



Standardgeometrie: Kreismembran mit unterschiedlichen Durchmessern (bis zu 3 mm bei 300 nm Dicke)

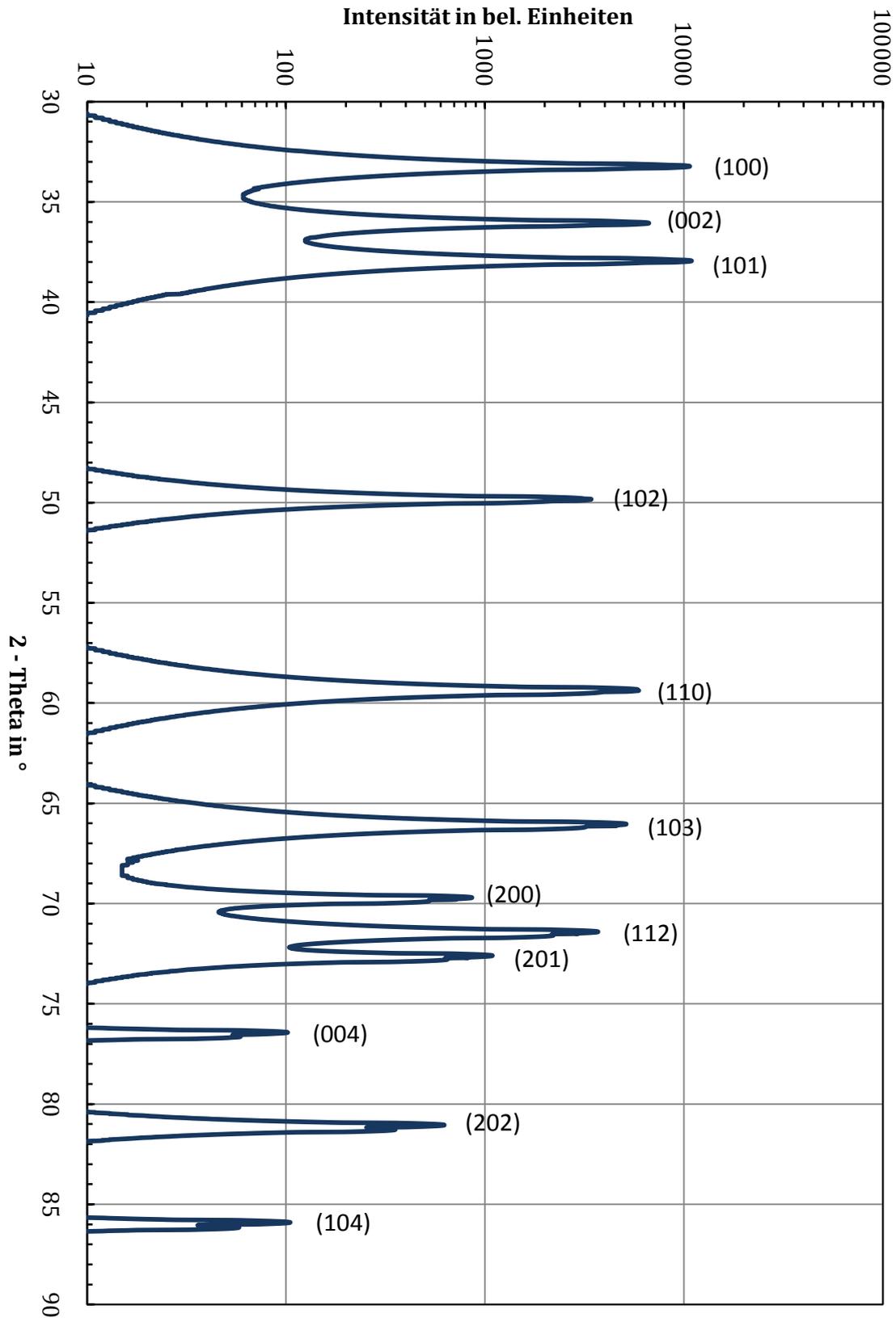


Zurückgesetzte Kreismembran in einer 20μm tief in Silicium geätzten Grube



Freiformmembran demonstriert anhand des Logos vom Fachgebiet Mikromechanische Systeme

A2 - Röntgen-Beugungsspektrum der Netzebenen im hexagonalen AlN-Wurtzitkristall mit Beschriftung der Millerschen Indizes



### A3 – Herleitung der Gleichungen des Druck-Auslenkungs-Zusammenhangs für eine Kreismembran

Die Herleitung des Druck-Auslenkungs-Zusammenhangs für Kreismembranen mit hohem Aspektverhältnis kann nach J.W. Beams [112] über eine rein geometrische Beschreibung der halbkugelförmigen Membranauslenkung und der Anwendung des Hookeschen Gesetzes ( $\sigma = E \cdot \varepsilon$ ) geschehen.

Basis dafür sind zwei Gleichung für die Umfangsdehnung  $\varepsilon_u$ , die in der ausgelenkten Kreismembran in alle Richtungen gleich ist. Diese kann in Abhängigkeit vom Membranradius  $r$  und maximalen Membranmittenauslenkung  $d_{max}$  (Formel A.1) bzw. über das Hookesche Gesetz (Formel A.2) dargestellt werden.

$$\varepsilon_u = \frac{2 \cdot d_{max}^2}{3 \cdot r^2} \quad (A.1)$$

$$\varepsilon_u = \frac{1 - \nu}{E} \cdot (\sigma_u - \sigma_0) \quad (A.2)$$

Die durch einen externen Differentialdruck  $p$  aufgebrachte Last ruft am Membranumfang eine Umfangsspannung  $\sigma_u$  hervor, die sich gemäß Formel A.3 beschreiben lässt. Neben den bereits bekannten Größen geht in diese Formel auch die Membrandicke  $t$  ein.

$$\sigma_u = \frac{p \cdot r^2}{4 \cdot t \cdot d_{max}} \quad (A.3)$$

Beide Gleichungen für die Umfangsdehnung (A.1 und A.2) zusammengeführt und für den Umfangsstress Formel A.3 eingesetzt, ergibt Formel A.4.

$$\frac{2 \cdot d_{max}^2}{3 \cdot r^2} = \frac{1 - \nu}{E} \left( \frac{p \cdot r^2}{4 \cdot t \cdot d_{max}} - \sigma_0 \right) \quad (A.4)$$

Nach Vereinfachen des Klammerausdruckes und weiteren Umstellungen ergibt sich der in Formel A.5 dargestellte Ausdruck für den Druck-Auslenkungs-Zusammenhang einer Kreismembran. Diese Form ermöglicht es bereits das in Kapitel 4 vorgestellte Verfahren zur Schichtparameterbestimmung des Membranmaterials anzuwenden.

$$\frac{p \cdot r^2}{d_{max}} = \frac{8 \cdot d_{max}^2 \cdot t}{3 \cdot r^2} \cdot \frac{E}{1 - \nu} + 4 \cdot t \cdot \sigma_0 \quad (A.5)$$

Als zweite Möglichkeit den Druck-Auslenkungs-Zusammenhang herzuleiten kann das Prinzip der virtuellen Arbeit angewendet werden. Diese stellt eine generell anwendbare Methodik dar, die beispielsweise auch bei quadratischen oder rechteckigen Membranformen eingesetzt werden kann.

Am Anfang der Herleitung nach dem Prinzip der virtuellen Arbeit steht die Beschreibung der Auslenkung der Membran, im vorliegenden Fall einer Kreismembran. Dies ist durch eine Verschiebung senkrecht zur Membranebene und eine Verschiebung in radialer Richtung möglich. Die senkrechte Verschiebungskomponente  $w$  wird in Formel A.6 dargestellt. Wobei  $d_{max}$  für die maximale Mittenauslenkung,  $r$  für den geometrischen Membranradius und  $r_i$  für die infinitesimale Koordinate entlang des Membranradius stehen. Die radiale Verschiebung  $u$  wird anhand von Formel A.7 beschrieben. Dabei wird eine Reihendarstellung herangezogen, die je nach Wahl der N-Komponenten komplexer ausfällt.

$$w = d_{max} \cdot \left(1 - \frac{r_i^2}{r^2}\right) \quad (\text{A.6})$$

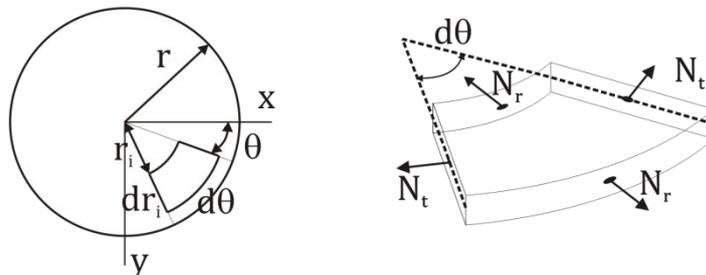
$$u = r_i \cdot (r - r_i) \cdot \sum_{j=0}^N k_j \cdot r_i^j \quad (\text{A.7})$$

Die sich aufgrund der unterschiedlichen Auslenkungen ergebenden Dehnungen lassen sich ebenfalls in eine transversale Dehnung  $\varepsilon_t$  und eine radiale Dehnung  $\varepsilon_r$  unterteilen. Formel A.8 und Formel A.9 beschreiben diese Dehnungskomponenten.

$$\varepsilon_t = \frac{u}{r_i} \quad (\text{A.8})$$

$$\varepsilon_r = \frac{du}{dr_i} + \frac{1}{2} \left( \frac{dw}{dr_i} \right)^2 \quad (\text{A.9})$$

Mit diesen vier Gleichungen ist die Beschreibung der Auslenkung einer Kreismembran abgeschlossen. Dies gilt für den Fall von großen Auslenkungen, die aber bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimente und den analysierte Membranen immer vorliegt.



Skizze der Kreismembran mit Bezeichnung des verwendeten Koordinatensystems und Ausschnitt aus der Membran mit den angreifenden Normalkräften

Um das Prinzip der virtuellen Arbeit anwenden zu können, fehlt noch die Aufstellung der Formeln für die Dehnungsenergien und der verrichtete Arbeit. Dies soll im Folgenden geschehen.

$$V_1 = \frac{E \cdot t}{2 \cdot (1 - \nu^2)} \cdot \int_0^r \int_0^{2\pi} (\varepsilon_r^2 + \varepsilon_t^2 + 2 \cdot \nu \cdot \varepsilon_r \cdot \varepsilon_t) \cdot r_i \, d\theta dr_i \quad (\text{A.10})$$

Formel A.10 beschreibt die Energie resultierend aus der Längsänderung der Membranmittellinie.

$$V_2 = \sigma_0 \cdot t \cdot \int_0^r \int_0^{2\pi} (\varepsilon_r + \varepsilon_t) \cdot r_i \, d\theta dr_i \quad (\text{A.11})$$

Formel A.11 beschreibt die Energie resultierend aus der isotropen Vorspannung der Membran. Eine dritte im Allgemeinfall noch zu berücksichtigende Energiekomponente resultiert aus der Überwindung des Flächenträgheitsmomentes der Membran. Dies kann in diesem hier betrachteten Spezialfall von dünnen Kreismembranen mit großen Auslenkungen ( $d_{\max} \gg t$ ) vernachlässigt werden. (vgl. auch Timoshenko [113])

Die am System durch den von außen einwirkenden Differenzdruck  $p$  verrichtete Arbeit kann über Formel A.12 beschrieben werden.

$$W = \int_0^r \int_0^{2\pi} p \cdot w \cdot r_i \, d\theta dr_i \quad (\text{A.12})$$

Das Energiefunktional als Basis für das Prinzip der virtuellen Arbeit ist wie folgt definiert:

$$V_{ges} = V_1 + V_2 - W \quad (\text{A.13})$$

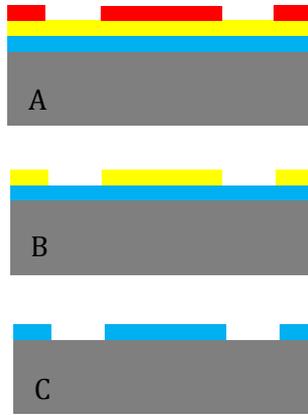
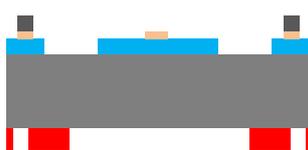
Nach Substitution für  $\varepsilon_t$ ,  $\varepsilon_r$  und  $w$ ,  $u$  in die Formeln A.10-A.12 kann die Minimierung des Energiefunktionales erfolgen.

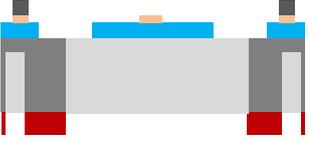
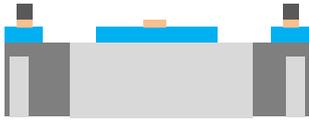
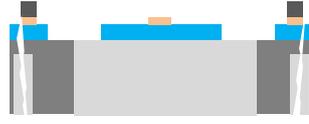
$$\frac{\partial V_{ges}}{\partial k_j} = 0 \quad \frac{\partial V_{ges}}{\partial d_{\max}} = 0 \quad (\text{A.14})$$

Aus diesen Bedingungen ergibt sich ein Gleichungssystem. Unter Zuhilfenahme des ersten Teils der Gleichung A.14 lassen sich die Koeffizienten  $k_j$  analytisch bestimmen. Das Ergebnis ist in den zweiten Teil der Gleichung 2.9 einzusetzen, um die analytische Beschreibung des Belastungs-Auslenkungs-Zusammenhangs für die Kreismembran bei großen Auslenkungen zu erhalten. Dieser Zusammenhang ist abschließend in Formel A.15 niedergeschrieben.

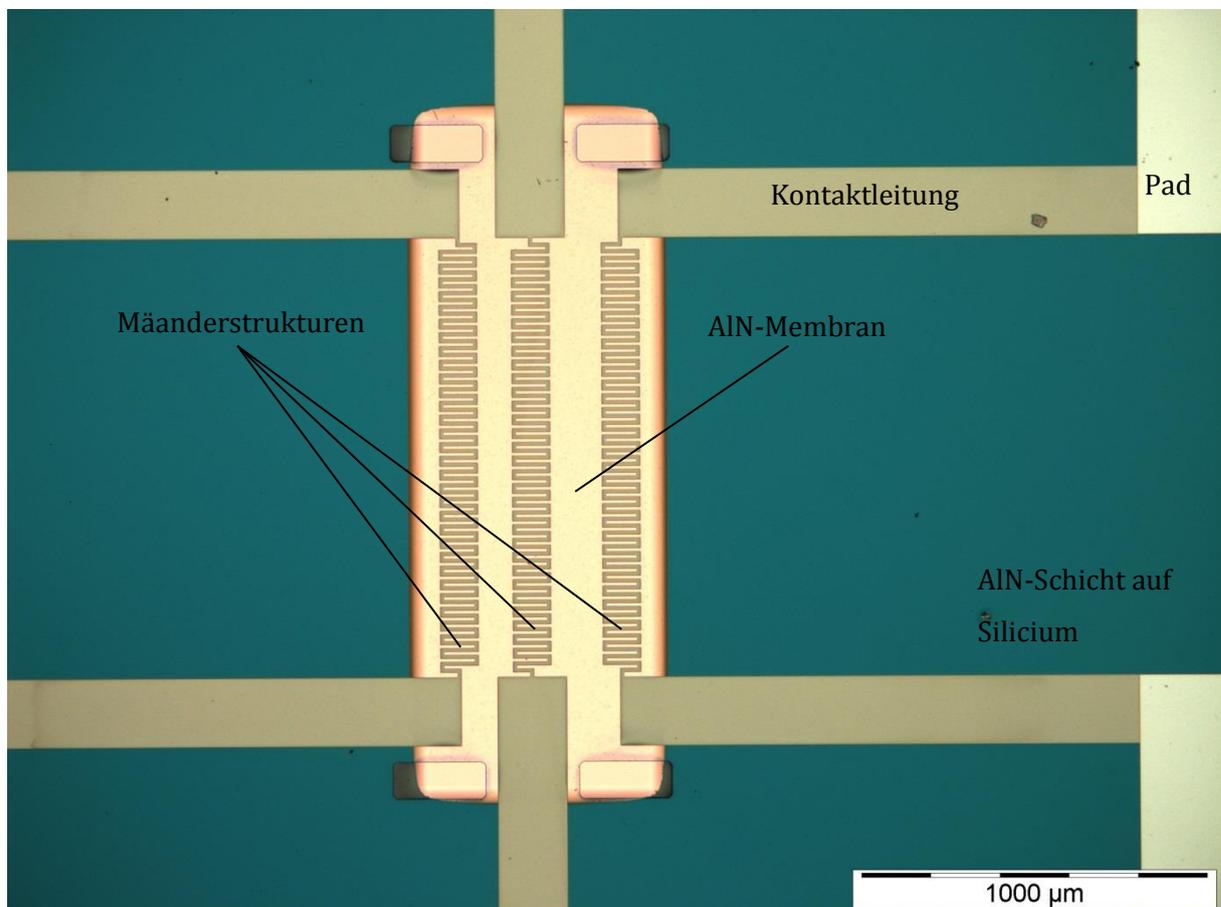
$$p = C_1 \frac{d_{\max}^3 \cdot t}{r^4} \cdot \frac{E}{1 - \nu} + C_2 \cdot \frac{d_{\max} \cdot t}{r^2} \cdot \sigma_0 \quad (\text{A.15})$$

## A4 – Ablaufplan zur Herstellung der AlN-Membranen mit integrierten Heizstrukturen

Prozessschritt	Beschreibung	Skizze im Querschnitt
Wafer Reinigung	Nasschemisch mit RCA und HF-Dip	
AlN-Beschichtung	Reaktives Sputtern Al-Targetmaterial in Ar/N <sub>2</sub> -Atmosphäre Hauptprozessparameter: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Sputterleistung</li> <li>• Prozessgasdruck</li> <li>• Wafertemperatur</li> <li>• Zusammensetzung der Atmosphäre</li> </ul>	
AlN-Strukturierung	Vorderseitenbeschichtung mit Ti/Au durch Sputtern Lithografie zur Strukturdefinition <b>(A)</b> Nasschemische Ätzung der Ti/Au-Schicht in Kaliumiodidlösung (Au) und 1%iger HF-Lösung (Ti) Entfernung der Lackmaske <b>(B)</b> Resultat: Metallmaske für AlN-Strukturierung KOH-Ätzung bei Raumtemperatur zur AlN-Strukturierung Abschließend Entfernung der Ti/Au Maske mit dem gleichen nasschemischen Medien wie bei Strukturierung <b>(C)</b>	
Erzeugung der Heizstruktur	Lithografie auf der Vorderseite zur Strukturdefinition (per Lift-Off) Ni-Abscheidung durch Sputtern Lift-Off zur Freistellung der Heizelemente	
Verstärkung der Kontaktpads	Lithografie auf der Vorderseite zur Strukturdefinition (per Lift-Off) Al-Abscheidung durch thermische Bedampfung Lift-Off zur Freistellung der Padverstärkungen	
Definition der Membranform	Lithografie auf der Waferrückseite Prozess mit Dicklack zur Herstellung einer Lackmaske für einen Plasmaätzprozess von Silicium → Analog zur bereits beschriebenen Standardabfolge der Membranherstellung	

Membranfreistellung	„Bosch-Prozess“ mit SF <sub>6</sub> und C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> , alternierend Ätzen und Passivieren Hauptprozessparameter: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Plasmaleistung</li> <li>• Substrat-BIAS</li> <li>• Zykluszeiten von Ätzung und Passivierung</li> </ul>	
Abschlussreinigung	Kann nur trockenchemisch erfolgen Ziel: Lackmaske entfernen → Plasmaveraschung des Fotolackes	
Separieren	Vereinzelung der Membranen von Wafer- auf Chiplevel Einfachste Variante: Bruch des Siliciums an in der Si-Ätzung mit hergestellten Gräben	
Aufbau und elektr. Anschluss	Fixierung der Membranstrukturen auf einer Leiterplatte Drahtbond von Pads auf die Leiterplatte	

Typische Membranstruktur mit metallischen Mäanderstrukturen zum Heizen und Temperatureaufnahme in der Draufsicht, mit durscheinender Beleuchtung:



## A5 – Fehlerfortpflanzung bei Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit

Die allgemeine Berechnungsformel für die thermische Leitfähigkeit lautet:

$$\lambda = \frac{P_{el}}{4} \cdot \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{l}{A} \quad (\text{A.16})$$

$\Delta T$  lässt sich für die drei in Kapitel 5 beschriebenen verschiedenen Auswerteszenarien wie folgt ausdrücken:

$$\Delta T = \frac{(T_H - T_S)}{(T_{S1} - T_{S2})} \cdot \frac{(T_S - T_{Ch})}{(T_S - T_{Ch})} \quad (\text{A.17})$$

Die Temperaturbestimmung erfolgt über eine Widerstandsmessung. Der Zusammenhang zwischen Ausgangswiderstand und Widerstand bei erhöhter Temperatur lässt sich vereinfacht wie folgt darstellen:

$$R(T) = R(T_0) \cdot (1 + \alpha(T - T_0)) \quad (\text{A.18})$$

$\Delta T$  kann demnach durch die gemessenen Widerstandswerte ausgedrückt werden.

$$\Delta T = (T_S - T_{Ch}) = \frac{1}{\alpha} \cdot \left( \frac{R_S(T_S)}{R_S(T_0)} - 1 \right) \quad (\text{A.19})$$

(A.19) gilt bei getroffener Annahme:  $T_{ch} = T_0$

$$\Delta T = (T_{S1} - T_{S2}) = \frac{1}{\alpha} \cdot \left( \frac{R_{S1}(T_{S1}) - R_{S1}(T_{S2})}{R_S(T_0)} \right) \quad (\text{A.20})$$

(A.20) gilt bei getroffener Annahme:  $R_{S1}(T_0) = R_{S2}(T_0) = R_S(T_0)$

$$\Delta T = (T_H - T_S) = \frac{1}{\alpha} \cdot \left( \frac{R_H(T_{H1})}{R_H(T_0)} - \frac{R_S(T_{S1})}{R_S(T_0)} \right) \quad (\text{A.21})$$

Durch das Einsetzen der unterschiedlichen Ausdrücke für  $\Delta T$  (A.19-A.21) in Formel (A.16) ergibt sich für jede mögliche Auswertestrategie eine Formel zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeit in Abhängigkeit der gemessenen Widerstände. Auf Basis dieser Formeln ist es möglich den systematischen Fehler des Gesamtergebnisses zu berechnen. Dies geschieht unter Zuhilfenahme des totalen Differentials der jeweiligen Formel für die Berechnung der thermischen Leitfähigkeit. (vgl. Formel A.22 und A.23))

$$\lambda = f(U_H, I_H, \alpha, R \dots) \quad (\text{A.22})$$

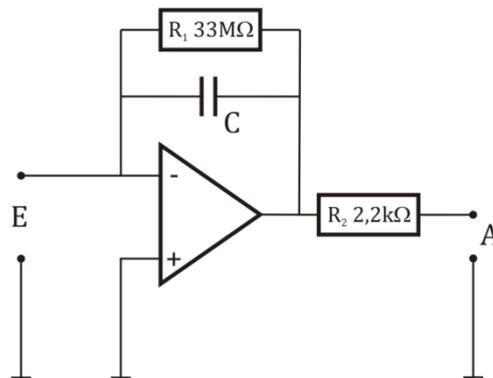
$$\Delta \lambda = \left| \frac{\partial \lambda}{\partial U_H} \right| \cdot \Delta U_H + \left| \frac{\partial \lambda}{\partial I_H} \right| \cdot \Delta I_H + \left| \frac{\partial \lambda}{\partial \alpha} \right| \cdot \Delta \alpha + \left| \frac{\partial \lambda}{\partial R} \right| \cdot \Delta R + \dots \quad (\text{A.23})$$

Die komplette Aufstellung der Formel A.23 für den in dieser Arbeit ausgewählten Fall der Auswertung zwischen den einzelnen Sensoren und dem Siliciumchip als Bezugspunkt wird mit Formel A.24 dargestellt. Diese Gleichung stellt dann die Basis für die in Diagramm 5.9 integrierten Fehlerbalken dar.

$$\begin{aligned}
 \Delta\lambda = & \left| \frac{I_H}{4} \cdot \alpha_{Ni} \cdot \frac{l}{A} \cdot \frac{R_S(T_0)}{R_S(T_S) - R_S(T_0)} \right| \cdot \Delta U_H + \\
 & \left| \frac{U_H}{4} \cdot \alpha_{Ni} \cdot \frac{l}{A} \cdot \frac{R_S(T_0)}{R_S(T_S) - R_S(T_0)} \right| \cdot \Delta I_H + \\
 & \left| \frac{U_H \cdot I_H}{4} \cdot \frac{l}{A} \cdot \frac{R_S(T_0)}{R_S(T_S) - R_S(T_0)} \right| \cdot \Delta \alpha_{Ni} + \\
 & \left| -\frac{U_H \cdot I_H}{4} \cdot \alpha_{Ni} \cdot \frac{l}{A} \cdot \frac{R_S(T_0)}{(R_S(T_S) - R_S(T_0))^2} \right| \cdot \Delta R_S(T_S) + \\
 & \left| \frac{U_H \cdot I_H}{4} \cdot \alpha_{Ni} \cdot \frac{l}{A} \cdot \frac{R_S(T_S)}{(R_S(T_S) - R_S(T_0))^2} \right| \cdot \Delta R_S(T_0)
 \end{aligned} \tag{A.24}$$

## A6 – Berechnung des Piezoeffizienten am makroskopischen Biegebalken

Die Ausgangsspannung der abgebildeten Anordnung eines Ladungsverstärkers ist definiert als Quotient aus Ladung am Eingang durch Kapazität  $C$  (17pF). Über die Messung der Ausgangsspannung kann folglich bei bekannter Größe der Kapazität auf die am Eingang generierte Ladung geschlossen werden. Der parallel zur Kapazität geschaltete Widerstand  $R_1$  dient zur Gegenkopplung und verhindert das Aufladen des Operationsverstärkers.



Vereinfachter Schaltplan des eingesetzten Ladungsverstärkers

Auf Basis der in Kapitel 6 festgehaltenen Werte für Geometriegrößen, Materialkennwerte sowie der gemessenen Größen und der in Kapitel 6 eingeführten Formel (6.13) ergibt sich der Wert für  $e_{31eff}$ . Die Umrechnung dieses Wertes zu  $d_{31}$  erfolgt mittels der hier dargestellten Formel A.25 aus [154] und ermöglicht eine Referenzierung des so bestimmten Wertes für den AlN-Piezoeffizienten.

### Geometriegrößen:

$l = 15 \text{ mm}$  (überstehende Länge)

$w = 5 \text{ mm}$  (Breite der Elektrodenfläche)

$h = 525 \text{ μm}$  (Dicke des Siliciumbalkens)

### Messgrößen:

$U_{\text{piezostapel}} = 3,43 \text{ V}$  (zur Berechnung der max. Auslenkung)

$U_q = 5,23 \text{ V}$  (verstärktes Piezosignal der AlN-Schicht)

### Materialkennwerte:

$\nu_{\text{Si}} = 0,28$

$s_{11}^E = 2,993 \cdot 10^{-12} \text{ N/m}^2$

$s_{12}^E = -0,868 \cdot 10^{-12} \text{ N/m}^2$

### Berechnete Größen:

$Q = 8,891 \cdot 10^{-11} \text{ C}$

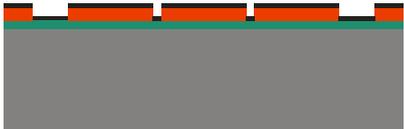
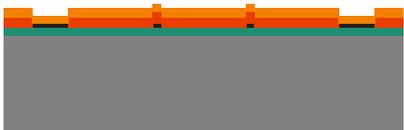
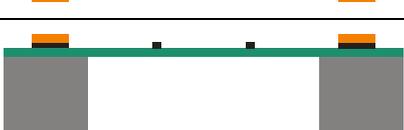
$z_{\text{max}} = 11,67 \text{ μm}$

$e_{31eff} = 0,0809 \text{ C/m}^3$

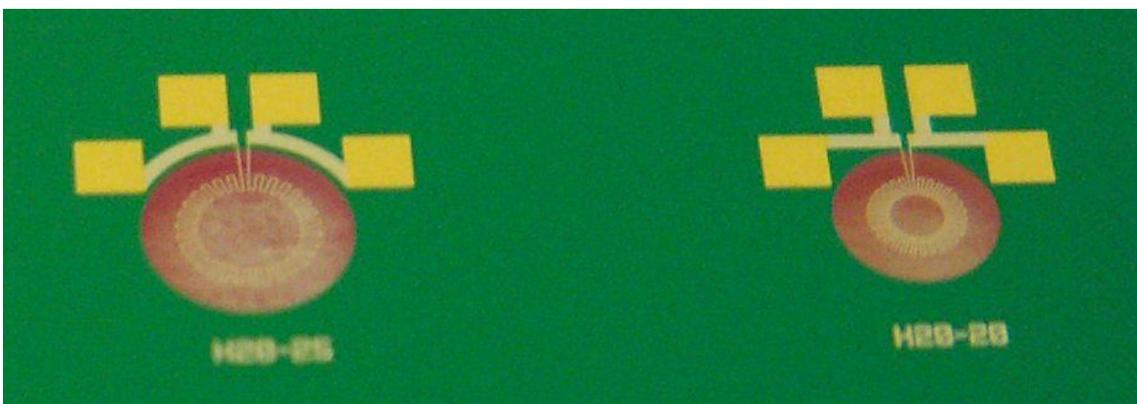
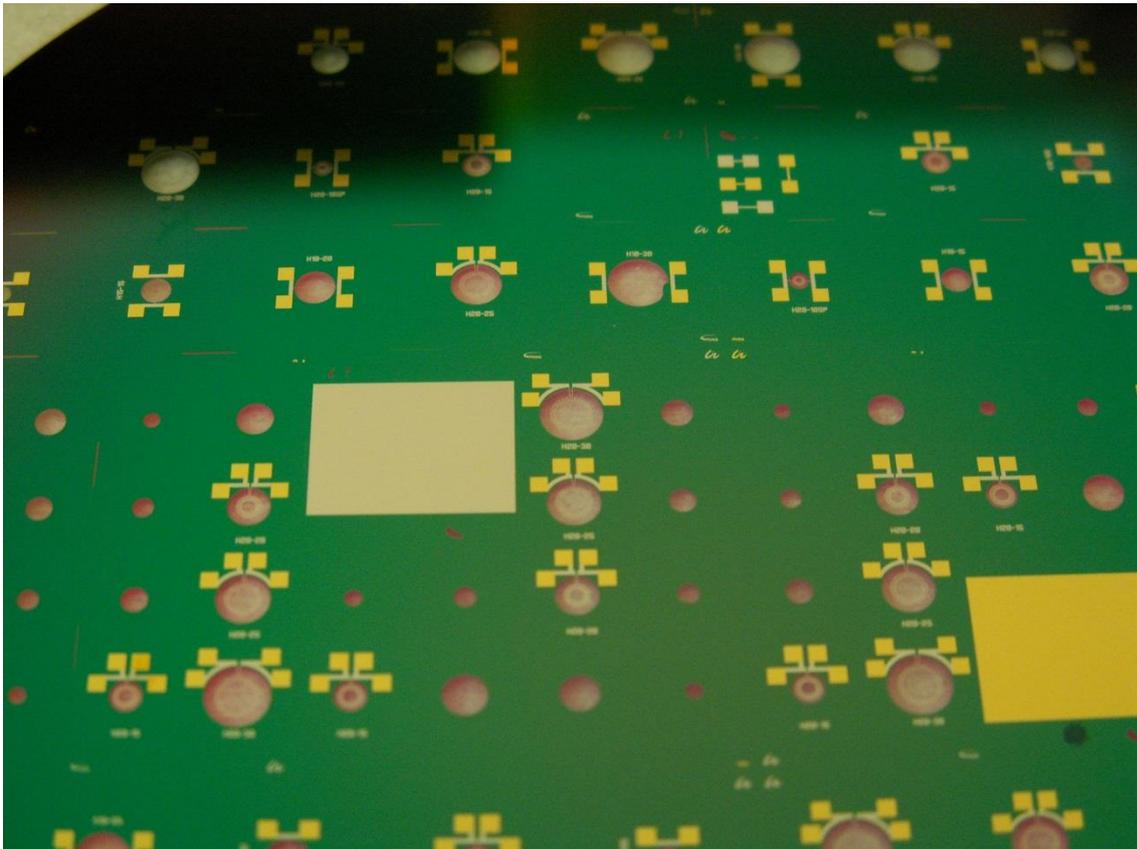
$d_{31} = 0,1719 \text{ pm/V}$

$$d_{31} = e_{31eff} \cdot (s_{11}^E + s_{12}^E) \quad (\text{A.25})$$

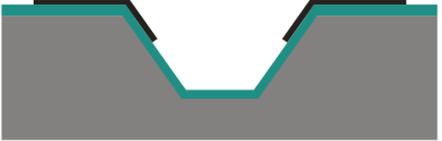
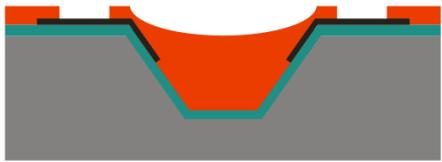
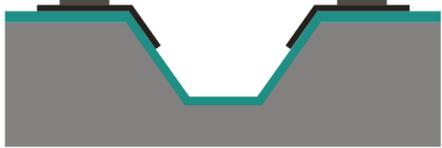
## A7 – Schematischer Prozessplan „Thermomechanischer Membranaktor“

<p>AlN Abscheidung auf Siliciumwafer (HF reaktiv Sputtern) 500nm, leicht zugverspannt</p>	
<p>Lithografie für Platin Lift-Off (Heizmäanderstruktur)</p>	
<p>Platin Abscheidung (DC-Sputtern) 100nm dick</p>	
<p>Lift-Off zur Platin Strukturierung</p>	
<p>Lithographie für Gold Lift-Off (Padverstärkung)</p>	
<p>Gold Abscheidung (thermisches Bedampfen), 800nm dick</p>	
<p>Lift-Off zur Goldstrukturierung</p>	
<p>Lithografie für Membranstruktur- übertragung auf Waferrückseite</p>	
<p>DRIE Prozess zur Strukturierung des Siliciumsubstrats (Freistellung der Membranen mit integrierten Heizelementen)</p>	
<p>Lackentfernung von der Waferrückseite und Separation der Membranelemente</p>	

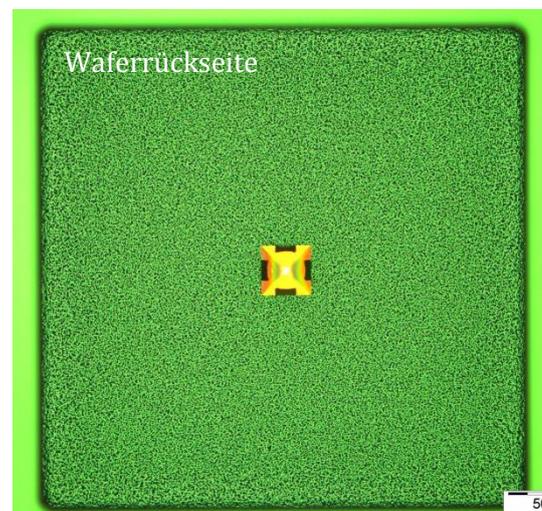
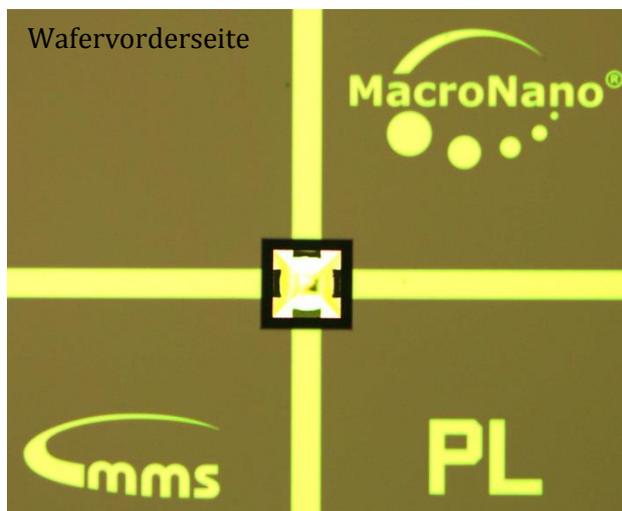
Beispielbilder für fertiggestellte Membranstrukturen mit integrierten Heizmändern



## A8 – Schematischer Prozessplan „AlN-Pyramidensensors“

Lithografie zur Strukturübertragung auf SiO/SiN Schicht eines Siliciumwafers	
RIE Ätzung der SiO/SiN-Schicht mittels Lackmaske Anschließend Entfernung der Maske	
Nasschemische Ätzung des Siliciums mit verdünnter KOH-Lösung Anschließend Entfernung der SiO/SiN-Maskierung	
AlN Abscheidung auf vorstrukturiertem Siliciumwafer (DC reaktiv Sputtern) 500nm, leicht zugverspannt	
Lithografie für Aluminium Lift-Off (Elektrodenfinger in Kavitäten) Lack mittels Spraycoating aufgebracht	
Aluminium Abscheidung (Elektronenstrahl Bedampfen) 100nm dick Anschließend Lift-Off	
Lithografie für Aluminium Lift-Off (Padverstärkung) Lack mittels Spincoating aufgebracht	
Aluminium Abscheidung (Elektronenstrahl Bedampfung) Anschließend Lift-Off	
Lithografie für Membranstrukturübertragung auf Waferrückseite	

<p>DRIE Prozess zur teilweisen Strukturierung des Siliciumsubstrats Anschließend plasmachemische Maskierungsentfernung</p>	
<p>Aluminium Abscheidung (DC Sputtern) Zur Herstellung eines flächigen Rückseitenkontaktes</p>	



AlN-Pyramidenmembran mit integrierten Elektrodenfingern auf der Oberseite vor dem finalen Beschichten mit Aluminium zur Kontaktierung von der Rückseite

---

---

## Publikationen

### 2007

Polster, T.; Hoffmann, M.; Albrecht, A.; Tonisch, K.; Ambacher, O.; Stauden, T.; Donahue, M.; Michael, S.: ***AlN as a piezoelectric material for integrated micro and nano sensors on silicon***  
In: Smart Systems Integration 2007, Paris, March 27-28, 2007 / T. Gessner (Editor). - VDE Verlag, S. 249-255 ISBN 978-3-8007-3009-4

Albrecht, A.; Polster, T.; Weinberger, S.; Hoffmann, M.: ***Dünne piezoelektrische AlN Monomorph-Membranen***  
In: 8. Chemnitzer Fachtagung Mikromechanik & Mechatronik, Chemnitz, 14.-15. November 2007, S. 53-58 ISBN 978-3-00-022168-2

Polster, T.; Albrecht, A.; Hoffmann, M.: ***Aluminiumnitrid als piezoelektrisches Material für MEMS***  
In: MikroSystemTechnik KONGRESS 2007, 15.-17. Oktober, Dresden, Proceedings. - VDE Verlag, S. 553-556 ISBN 978-3-8007-3061-2

Michael, S.; Hering, S.; Hölzer, G.; Polster, T.; Hoffmann, M.; Albrecht, A.: ***Parameter identification on wafer level of membrane structures***  
In: EuroSIME 2007 16.-18. April, London, Conference Publications, ISBN 1-4244-1106-8

### 2008

Polster, T.; Albrecht, A.; Hoffmann, M.: ***Thin free standing AlN membranes – mechanical stable and flexible structural material for MEMS devices***  
19th MicroMechanics Europe Workshop, Aachen, Germany, September 2008

### 2009

Polster, T.; Hoffmann, M.: ***Aluminum nitride based 3D, piezoelectric, tactile sensor***  
In: Procedia Chemistry 1 (2009) S. 144-147

Polster, T.; Hoffmann, M.: ***Konzept und Modellierung eines piezoelektrischen 3D-Tastelementes auf Basis von Aluminiumnitrid-Dünnschichten***  
In: MikroSystemTechnik KONGRESS 2009, 12.-14. Oktober 2009 / Berlin, Proceedings. - VDE Verlag S. ISBN 978-3-8007-3183-1

### 2010

Polster, T.; Hoffmann, M.: ***Aluminiumnitrid Dünnschicht-Membranen - Nanokristalline Materialstruktur als Basis hoher mechanischer Stabilität***  
2. GMM-Workshop Mikro-Nano-Integration, März 2010 ISBN 9783800732166

Leopold, S.; Polster, T.; Pätz, D.; Hoffmann, M.: ***Einsatz von nanokristallinem Aluminiumnitrid (AlN) in mikrosystemtechnischen Aktorkonzepten***  
2. GMM-Workshop Mikro-Nano-Integration, März 2010 ISBN 9783800732166

Leopold, S.; Polster, T.; Geiling, T.; Pätz, D.; Knöbber, F.; Albrecht, A.; Ambacher, O.; Sinzinger, S.; Hoffmann, M.: **Structuring Techniques of Aluminum Nitride (AlN) Masks for Deep Reactive Ion Etching (DRIE) of Silicon** In: MME2010 Abstracts: 21st Micromechanics and Micro systems Europe Workshop. University of Twente, Transducers Science and Technology, Enschede, The Netherlands. ISBN 978-9081673716, 2010.

## **2011**

Leopold, S.; Paetz, D.; Knöbber, F.; Polster, T.; Ambacher, O.; Sinzinger, S.; Hoffmann, M.: **Tunable refractive beams steering using aluminum nitride thermal actuators** In: Proc. SPIE 7931, 79310B, 2011 DOI: 10.1117/12.874826

Polster, T.; Leopold, S.; Hoffmann, M.: **Untersuchungen zur Nanoporosität von AlN Membranen** In: 3. GMM-Workshop Mikro-Nano-Integration, März 2011, Stuttgart ISBN 9783800733347

Leopold, S.; Polster, T.; Geiling, T.; Hoffmann, M.: **Erzeugung nadelförmiger Nanostrukturen aus Aluminiumnitrid (AlN) durch reaktives Plasmaätzen** In: 3. GMM-Workshop Mikro-Nano-Integration, März 2011 ISBN 9783800733347

Polster, T.; Leopold, S.; Hoffmann, M.: **Airborne particle generation for optical tweezers by thermo-mechanical membrane actuators** In: Proc. SPIE 8066, 80661F (2011) DOI: 10.1117/12.886727

Hampl, S.; Cimalla, V.; Polster, T.; Hoffmann, M.: **AlN-based piezoelectric bimorph microgenerator utilizing low-level non-resonant excitation** In: Proc. SPIE 8066, 80661E (2011) DOI: 10.1117/12.886881

Polster, T.; Mehner, H.; Oeder, A.; Hoffmann, M.; Sinzinger, S.: **Optisch gepulste Mikroplasmaquelle für die Integration von Nanotomographie in eine Nanomessmaschine** In: MikroSystemTechnik KONGRESS 2011, 10.-12. Oktober 2011 / Darmstadt, Proceedings. - VDE Verlag (Hrsg.), CD-ROM ISBN 978-3-8007-3367-5

Hampl, S.; Laqua, D.; Heidrich, N.; Cimalla, V.; Lebedev, V.; Polster, T.; Hoffmann, M.: **AlN-basierte piezoelektrische Mikrogeneratoren zur Energieversorgung miniaturisierter Implantate** In: MikroSystemTechnik KONGRESS 2011, 10.-12. Oktober 2011 / Darmstadt, Proceedings. - VDE Verlag (Hrsg.), CD-ROM ISBN 978-3-8007-3367-5

## **2013**

Leopold, S.; Polster, T.; Paetz, D.; Knoebber, F.; Ambacher, O.; Sinzinger, S.; Hoffmann, M.: **MOEMS tunable microlens made of aluminum nitride membranes.** In: Journal of Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS, 12 (2013), 023012

---

---

## Literaturverzeichnis

- [1] Guckel, H. et al.: Electromechanical devices utilizing thin Si diaphragms. In: Applied Physics Letters 31 (1977), S. 618-619
- [2] Howe, R.T.: Polycrystalline silicon micromachining – A new technology for integrated. In: Annals of Biomedical Engineering 14 (1986), S. 187-197
- [3] Kramer, T. and O. Paul: Postbuckled micromachined square membranes under differential pressure. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 12 (2002), S. 475-478
- [4] Barnes, A.C. et al.: Silicon carbide (SiC) membrane nanomechanical resonators with multiple vibrational modes. In: TRANSDUCERS 2011 – 2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference
- [5] Lochel, B. et al.: Diamond membrane based X-ray masks. In: Journal of Vacuum Science & Technology B 10 (1992), S. 3217-3220
- [6] Fernandez, L.J. et al.: A capacitive RF power sensor based on MEMS technology. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 16 (2006), S. 1099-1107
- [7] Anderas, E.; Katardjiev, I. and Yantchev, V.: Lamb wave resonant pressure micro-sensor utilizing a thin-film aluminum nitride membrane. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 21 (2011), S. 85010 - 85016
- [8] Fan, Z.F. et al.: Parylene surface-micromachined membranes for sensor applications. In: Journal of Microelectromechanical Systems 13 (2004), S. 484-490
- [9] Kottapalli, A.G.P. et al.: A liquid crystal polymer membrane MEMS sensor for flow rate and flow direction sensing applications. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 21 (2011), S. 085006
- [10] Mosser, V. et al.: Piezoresistive pressure sensors based on polycrystalline silicon. In: Sensors and Actuators A 28 (1991), S. 113-132
- [11] Folkner, B.; Steiner P. and Lang, W.: A pressure sensor based on a nitride membrane using single-crystalline piezoresistors. In: Sensors and Actuators A 54 (1996), S. 488-492
- [12] Graf, M. et al: Microhotplate based sensor array system for the detection of environmentally relevant gases. In: Analytical Chemistry 78 (2006), S. 6801-6808
- [13] Xu, D.; Xiong, B. and Wang, Y.: Design, fabrication and characterization of a front-etched micromachined thermopile for IR detection. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 20 (2010), S. 115004
- [14] Wang, L. et al.: A large format membrane-based X-ray mask for microfluidic chip fabrication. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 16 (2006), S. 402-406
- [15] Xing, X. et al.: Micromachined membrane particle filters. In: Sensors and Actuators A 73 (1999) S. 184-191
- [16] Ahrens, O. et al.: Fabrication of gap-optimized cMUT. In: IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control 49 (2002), S. 1321-1329
- [17] Brauer, M. et al.: Silicon microphone based on surface and bulk micromachining. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 11 (2001), S. 319-322
- [18] Pang, W. et al.: A thermally stable CMOS oscillator using temperature compensated FBAR. In IEEE Ultrasonics Symposium (2007), New York, USA
- [19] Meng, W.J.; Heremans, J. and Cheng, Y.T.: Epitaxial growth of aluminum nitride on Si(111) by reactive sputtering. In: Applied Physics Letters 59 (1991), S. 2097-2099

- 
- [20] Stevens, K.S. et al.: Microstructure of AlN on Si (111) grown by plasma-assisted molecular beam epitaxy. In: Applied Physics Letters 65 (1994): S. 321-323
- [21] Kidder, J.N. et al.: Deposition of AlN at lower temperatures by atmospheric metalorganic chemical-vapor-deposition using dimethylethylamine alane and ammonia. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 13 (1995), S. 711-715
- [22] Vispute, R.D. et al.: Epitaxial growth of AlN thin films on silicon (111) substrates by pulsed laser deposition. In: Journal of Applied Physics 77 (1995), S. 4724-4728
- [23] Wang, B.; Zhao, Y.N., and He, Z.: The effects of deposition parameters on the crystallographic orientation of AlN films prepared by RF reactive sputtering. In Vacuum 48 (1997), S. 427-429
- [24] Dubois, M.A. and Mural, P.: Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering. In: Journal of Applied Physics 89 (2001), S. 6389-6395
- [25] Cheng, H.; Sun Y. and Hing, P.: The influence of deposition conditions on structure and morphology of aluminum nitride films deposited by radio frequency reactive sputtering. In: Thin Solid Films 434 (2003), S. 112-120
- [26] Engelmark, F. et al.: Electrical characterization of AlN MIS and MIM structures. In IEEE Transactions on Electron Devices 50 (2003), S. 1214-1219
- [27] Iborra, E. et al.: Piezoelectric properties and residual stress of sputtered AlN thin films for MEMS applications. In: Sensors and Actuators A 115 (2004), S. 501-507
- [28] Vergara, L. et al.: Influence of oxygen and argon on the crystal quality and piezoelectric response of AlN sputtered thin films. In: Diamond and Related Materials 13 (2004), S. 839-842
- [29] Buchheim, C. et al.: Electric field distribution in GaN/AlGaIn/GaN heterostructures with 2DEG and 2DHG. In: Applied Physics Letters 92 (2008), S. 013510
- [30] Tonisch, K. et al.: AlGaIn/GaN-heterostructures on (111) 3C-SiC/Si pseudo substrates for high frequency applications. In: Thin Solid Films 520 (2011), S. 491-496
- [31] Ruby, R. and Merchant, P.: Micromachined thin film bulk acoustic resonators. In: Proceedings of the 1994 IEEE International Frequency Control Symposium (1994)
- [32] Bradley, P. et al.: A 3.8 mm x 3.8 mm x 1.37 mm hermetic FBAR duplexer for 800 MHz handsets with wafer-scale packaging. In: IEEE Ultrasonics Symposium (2004), Montreal, Canada
- [33] Matsumura, T. et al.: Multi-band RF filter integrating different modes of AlN resonator by CMOS-compatible process. In: IEEE International Ultrasonics Symposium (2009), Rome, Italy
- [34] Pang, W. et al.: A thermally stable CMOS oscillator using temperature compensated FBAR. In: IEEE Ultrasonics Symposium (2007), New York, USA
- [35] Bjurstrom, J. et al.: Design and fabrication of temperature compensated liquid FBAR sensors. In: IEEE Ultrasonics Symposium (2006), Vancouver, Canada
- [36] Piazza, G. et al.: Single-chip multiple-frequency filters based on contour-mode aluminum nitride piezoelectric micromechanical resonators. In: Transducers 2005 - 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (2005). Seoul, South Korea
- [37] Piazza, G.; Stephanou, P.J. and Pisano, A.P.: Single-chip multiple-frequency AlN MEMS filters based on contour-mode piezoelectric resonators. In: Journal of Microelectromechanical Systems 16 (2007), S. 319-328
- [38] Chengjie, Z. et al.: Channel-select RF MEMS filters based on self-coupled AlN contour-mode piezoelectric resonators. In IEEE Ultrasonics Symposium 2007, New York, USA
- [39] Chengjie, Z.; Rinaldi, M. and Piazza, G.: Power handling and related frequency scaling advantages in piezoelectric AlN contour-mode MEMS resonators. In: IEEE International Ultrasonics Symposium (2009), Rome, Italy
- [40] Rinaldi, M., et al. Ultra-thin super high frequency two-port AlN contour-mode resonators and filters. In: Transducers 2009 - 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems. (2009), Denver, USA

- [41] Wojciechowski, K.E. et al.: Single-chip precision oscillators based on multi-frequency, high-Q aluminum nitride MEMS resonators. In: Transducers 2009 - 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (2009), Denver, USA
- [42] Akiyama, M. et al.: Flexible piezoelectric pressure sensors using oriented aluminum nitride thin films prepared on polyethylene terephthalate films. In: Journal of Applied Physics 100 (2006), S. 114318
- [43] Chiu, K.-H.; Chen, H.-R and Huang S.R.-S.: High performance film bulk acoustic wave pressure and temperature sensors. In: Japanese Journal of Applied Physics 46 (2007), S. 1392-1397
- [44] Akiyama, M. et al.: Flexible pulse-wave sensors from oriented aluminum nitride nanocolumns. In: Applied Physics Letters 82 (2003), S. 1977-1979
- [45] Gerfers, F. et al.: Sub- $\mu\text{g}$  ultra-low noise MEMS accelerometers based on CMOS-compatible piezoelectric AlN thin films. In: Transducer 2007 -14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (2007), Lyon, France
- [46] Wang, L.-P. et al: Sputtered AlN thin films for piezoelectric MEMS devices. In: 5th IEEE Conference on Sensors (2006), Daegu, Korea
- [47] Xu, W.C.; Choi, S. and Chae, J: A contour-mode film bulk acoustic resonator of high quality factor in a liquid environment for biosensing applications. In: Applied Physics Letters 96 (2010), S. 053703
- [48] Leland, E.S.; Wright, P.K. and White, R.M.: A MEMS AC current sensor for residential and commercial electricity end-use monitoring. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 19 (2009) p. 094018
- [49] Campanella, H. et al.: Localized and distributed mass detectors with high sensitivity based on thin-film bulk acoustic resonators. In: Applied Physics Letters 89 (2006), S. 033507
- [50] Duhamel, R. et al.: Sensitivity of a lamb wave sensor with 2  $\mu\text{m}$  AlN membrane. In: Ultrasonics 44 (2006) S. e893-e897
- [51] Gonzalez-Castilla, S. et al.: Electrical detection of the mechanical resonances in AlN-actuated microbridges for mass sensing applications. In: Applied Physics Letters 92 (2008), S. 183506
- [52] Wingqvist, G.; Yantchev, V. and Katardjiev, I.: Mass sensitivity of multilayer thin film resonant BAW sensors. In: Sensors and Actuators A148 (2008), S. 88-95
- [53] Elfrink, R., et al.: Vibration energy harvesting with aluminum nitride-based piezoelectric devices. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 19 (2009), S. 094005
- [54] Renaud, M. et al.: Fabrication, modelling and characterization of MEMS piezoelectric vibration harvesters. In: Sensors and Actuators A 145 (2008), S. 380-386.
- [55] Hampl, S., et al.: AlN-based piezoelectric bimorph microgenerator utilizing low-level non-resonant excitation. In: Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering 8066 (2011)
- [56] Cho, H.C. et al.: Dependence of material properties on piezoelectric microspeakers with AlN thin film. In: NEMS 2008 - 3rd IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (2008), Sanya, China
- [57] Mahameed, R. et al.: Dual-beam actuation of piezoelectric AlN RF MEMS switches monolithically integrated with AlN contour-mode resonators. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 18 (2008), S. 105011
- [58] Sinha, N. et al.: Integration of AlN micromechanical contour-mode technology filters with three-finger dual beam AlN MEMS switches. In IEEE International Frequency Control Symposium (2009), Besancon, France
- [59] Leopold, S. et al.: Tunable refractive beam steering using aluminum nitride thermal actuators. In: Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering 7931 (2011)
- [60] La Spina, L. et al.: Aluminum nitride for heatspreading in RF IC's. In: Solid-State Electronics 52 (2008), S. 1359-1363

- 
- [61] Haefer, R.A.: Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie, Springer (1987), ISBN 3540167234
- [62] Franssila, S.: Introduction to Microfabrication, Wiley (2010), ISBN 0470749830
- [63] Thornton, J.A.: The microstructure of sputter-deposited coatings. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 4 (1986), S. 3059-3065
- [64] Windischmann, H.: Intrinsic stress in sputter-deposited thin. In: Solid State and Materials Sciences 17 (1992), S. 547-596
- [65] Ambacher, O.: Growth and applications of group III nitrides. In: Journal of Physics D 31 (1998), S. 2653-2710
- [66] Ishihara, M. et al.: Control of preferential orientation of AlN films prepared by the reactive sputtering method. In: Thin Solid Films 316 (1998), S. 152-157
- [67] Kusaka, K. et al.: Effect of sputtering gas pressure and nitrogen concentration on crystal orientation and residual stress in sputtered AlN films. In: Vacuum 66 (2002), S. 441-446
- [68] Joo, H.Y. et al.: The optical and structural properties of AlN thin films characterized by spectroscopic ellipsometry. In: Thin Solid Films 368 (2000), S. 67-73
- [69] Brien, V. and Pigeat, P.: Microstructures diagram of magnetron sputtered AlN deposits: Amorphous and nanostructured films. In: Journal of Crystal Growth 299 (2007), S. 189-194
- [70] Leung, T.T. and Ong, C.W.: Nearly amorphous to epitaxial growth of aluminum nitride films. In: Diamond and Related Materials 13 (2004), S. 1603-1608
- [71] Lee, H.C. and Lee, J.Y.: Effect of negative bias voltage on the microstructures of AlN thin films fabricated by reactive RF magnetron sputtering. In: Journal of Materials Science-Materials in Electronics 8 (1997), S. 385-390
- [72] Kao, K.S.; Cheng, C.C. and Chen, Y.C.: Synthesis of c-axis-oriented aluminum nitride films by reactive RF magnetron sputtering for surface acoustic wave. In: Japanese Journal of Applied Physics Part 1 40 (2001), S. 4969-4973
- [73] Hwang, B.H. et al.: Growth mechanism of reactively sputtered aluminum nitride thin films. In: Materials Science and Engineering A 325 (2002), S. 380-388
- [74] Cheng, H.; Sun, Y. and Hing, P.: The influence of deposition conditions on structure and morphology of aluminum nitride films deposited by radio frequency reactive sputtering. In: Thin Solid Films 434 (2003), S. 112-120
- [75] Lee, S.H. et al.: Relationship between residual stress and structural properties of AlN films deposited by RF reactive sputtering. In: Thin Solid Films 435 (2003), S. 193-198
- [76] Conrad, H. et al.: Aluminum nitride - a promising and full CMOS compatible piezoelectric material for MOEMS applications. In: Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering 7362 (2009)
- [77] Engelmark, F. et al.: Synthesis of highly oriented piezoelectric AlN films by reactive sputter deposition. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 18 (2000), S. 1609-1612
- [78] Iborra, E. et al.: Effect of particle bombardment on the orientation and the residual stress of sputtered AlN films for SAW devices. In: IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control 51 (2004), S. 352-358
- [79] Xiong, J. et al.: Influence of substrate metals on the crystal growth of AlN films. In: International Journal of Minerals Metallurgy and Materials 17 (2010), S. 98-103
- [80] Sanz-Hervas, A. et al.: Degradation of the piezoelectric response of sputtered c-axis AlN thin films with traces of non-(0002) x-ray diffraction peaks. In: Applied Physics Letters 88 (2006), S. 161915
- [81] Ohuchi, F.S. and Russell, P.E.: AlN thin-films with controlled crystallographic orientations and their microstructure. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 5 (1987), S. 1630-1634
- [82] Deniz, D. et al.: Tilted fiber texture in aluminum nitride thin films. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 25 (2007), S. 1214-1218

- [83] Lee, J.B. et al.: Effects of bottom electrodes on the orientation of AlN films and the frequency responses of resonators in AlN-based FBARs. In: *Thin Solid Films* 447 (2004), S. 610-614
- [84] Iriarte, G.F. et al.: Synthesis of c-axis-oriented AlN thin films on high-conducting layers: Al, Mo, Ti, TiN, and Ni. In: *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control* 52 (2005), S. 1170-1174
- [85] Kamohara, T. et al.: Local epitaxial growth of aluminum nitride and molybdenum thin films in fiber texture using aluminum nitride interlayer. In: *Applied Physics Letters* 89 (2006), S. 071919
- [86] Artieda, A. et al.: Effect of substrate roughness on c-oriented AlN thin films. In: *Journal of Applied Physics* 105 (2009), S. 024504
- [87] Yong, Y.J. and Lee, J.Y. Characteristics of hydrogenated aluminum nitride films prepared by radio frequency reactive sputtering and their application to surface acoustic wave devices. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 15 (1997), S. 390-393
- [88] Baltes, H. et al.: *CMOS-MEMS (Advanced Micro & Nanosystems)*, Wiley-VCH (2005) ISBN 3527310800
- [89] Doljack, F.A. and Hoffman, R.W.: The origins of stress in thin nickel films. In: *Thin Solid Films* 12 (1972), S. 71-74
- [90] Kazan, M. et al.: Elastic constants of aluminum nitride. In: *Physica Status Solidi C* 4 (2007), S. 204-207
- [91] Kim, K.; Lambrecht, W.R.L. and Segall, B.: Elastic constants and related properties of tetrahedrally bonded BN, AlN, GaN, and InN. In: *Physical Review B* 53 (1996), S. 16310-16326
- [92] McNeil, L.E. et al.: Vibrational spectroscopy of aluminum nitride. In: *Journal of American Ceramic Society* 76 (1993), S. 1132-1136
- [93] Deger, C. et al.: Sound velocity of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  thin films obtained by surface acoustic-wave measurements. In: *Applied Physics Letters* 72 (1998), S. 2400-2402
- [94] Ambacher, O. et al.: Pyroelectric properties of Al(In)GaN/GaN hetero- and quantum well structures. In: *Journal of Physics - Condensed Matter* 14 (2002), S. 3399-3434
- [95] Thokala, R. et al.: Calculated elastic constants of wide band gap semiconductor thin films with hexagonal crystal structure for stress problems. In: *Thin Solid Films* 266 (1995), S. 189-191
- [96] Allen, M.G. et al.: Microfabricated structures for the insitu measurement of residual stress, Young's modulus and ultimate strain of thin films. In: *Applied Physics Letters* 51 (1987), S. 241-243
- [97] Xiang, Y.; Chen, X. and Vlassak, J.J.: Plane-strain bulge test for thin films. In: *Journal of Materials Research* 20 (2005), S. 2360-2370
- [98] Ericson, F. et al.: High-sensitivity surface micromachined structures for internal stress and stress gradient evaluation. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 7 (1997), S. 30-36
- [99] Johansson, S.; Ericson, F. and Schweitz, J.A.: Influence of surface-coatings on elasticity, residual stresses and fracture properties of silicon microelements. In: *Journal of Applied Physics* 65 (1989), S. 122-128
- [100] Ericson, F. and Schweitz, J.A.: Micromechanical fracture strength of silicon. In: *Journal of Applied Physics* 68 (1990), S. 5840-5844
- [101] Gravier, S. et al.: New on-chip nanomechanical testing laboratory - applications to aluminum and polysilicon thin films. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 18 (2009), S. 555-569
- [102] Osterberg, P.M. and Senturia, S.D.: M-TEST: A test chip for MEMS material property measurement using electrostatically actuated test structures. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 6 (1997), S. 107-118
- [103] Pharr, G.M.: Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. In: *Materials Science and Engineering A* 253 (1998), S. 151-159

- 
- [104] Stoney, G.G.: The tension of metallic films deposited by electrolysis. In: Proceedings of the Royal Society A 82 (1909), S. 172-175
- [105] Tsakalakos, T.: The bulge test – A comparison of theory and experiment for isotropic and anisotropic film. In: Thin Solid Films 75 (1981), S. 293-305
- [106] Fang, W. and Wickert, J.A.: Post buckling of micromachined beams. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 4 (1994), S. 116-122
- [107] Guckel, H. et al.: Diagnostic microstructures for the measurement of intrinsic strain in thin films. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 2 (1992), S. 86-95
- [108] Fang, W. and Wickert, J.A.: Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 6 (1996), S. 301-309
- [109] Mehregany, M.; Howe, R.T. and Senturia, S.D.: Novel microstructures for the insitu measurement of mechanical properties of thin films. In: Journal of Applied Physics 62 (1987), S. 3579-3584
- [110] Greek, S. and Ericson, F.: Young's modulus, yield strength and fracture strength of microelements determined by tensile testing. In: Material Research Society Proceedings 518 (1998), S. 51-56
- [111] Tsuchiya, T. et al.: Specimen size effect on tensile strength of surface-micromachined polycrystalline silicon thin films. In: Journal of Microelectromechanical Systems 7 (1998), S. 106-113
- [112] Beams, J.W.: Mechanical properties of thin films of gold and silver. In: Structure and properties of thin films. (ed. by Neugebauer, C.A.), John Wiley and Sons New York (1959), S. 183-192
- [113] Timoshenko, S. and Woinowsky-Krieger, S.: Theory of plates and shells. Mcgraw-Hill College (1959), ISBN 0070647798
- [114] Maier-Schneider, D.; Maibach, J. and Obermeier E.: Computer-aided characterization of the elastic properties of thin films. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 2 (1992), S. 173-175
- [115] Maier-Schneider, D.; Maibach, J. and Obermeier E.: A new analytical solution for the load-deflection of square membranes. In: Journal of Microelectromechanical Systems 4 (1995), S. 238-241
- [116] Karimi, A. et al.: Characterisation of TiN thin films using the bulge test and the nanoindentation technique. In: Thin Solid Films 308 (1997), S. 334-339
- [117] Hall, J.D. et al.: A facility for characterizing the dynamic mechanical behavior of thin membranes for microelectromechanical systems. In: Review of Scientific Instruments 73 (2002), S. 2067-2072
- [118] Kalkman, A.J.; Verbruggen, A.H. and Janssen, G.: High-temperature bulge-test setup for mechanical testing of free-standing thin films. In: Review of Scientific Instruments 74 (2003), S. 1383-1385
- [119] Bromley, E.I. et al.: A technique for determination of stress in thin films. In: Journal of Vacuum Science & Technology B 1 (1983), S. 1364-1366
- [120] Pan, J.Y. et al.: Verification of FEM analysis of load-deflection methods for measuring mechanical properties of thin films. In: IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop (1990), Hilton Head Island, USA
- [121] Loy, C.T. et al.: A series solution approach to an analytical load-deflection relation for the measurement of mechanical properties of thin films. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 9 (1999), S. 341-344
- [122] Este, G. and Westwood, W.D.: Stress-control in reactively sputtered AlN and TiN thin films. In: Journal of Vacuum Science & Technology A 5 (1987), S. 1892-1897
- [123] Gan, B.K. et al.: Effect of intrinsic stress on preferred orientation in AlN thin films. In: Journal of Applied Physics 95 (2004), S. 2130-2134
- [124] Vergara, L. et al.: Influence of oxygen and argon on the crystal quality and piezoelectric response of AlN sputtered thin films. In: Diamond and Related Materials 13 (2004), S. 839-842

- [125] Davydov, V.Y. et al.: Phonon dispersion and Raman scattering in hexagonal GaN and AlN. In: *Physical Review B* 58 (1998), S. 12899-12907
- [126] Tsubouchi, K. and Mikoshiba, N.: Zero-temperature-coefficient SAW devices on AlN epitaxial-films. In: *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics* 32 (1985), S. 634-644
- [127] Cahill, D.G. and Pohl, R.O.: Thermal-conductivity of amorphous solids above the. In: *Physical Review B* 35 (1987), S. 4067-4073
- [128] Lee, S.M. and Cahill, D.G.: Heat transport in thin dielectric films. In: *Journal of Applied Physics* 81 (1997), S. 2590-2595
- [129] Brotzen, F.R.; Loos, P.J. and Brady, D.P.: Thermal-conductivity of thin SiO<sub>2</sub> films. In: *Thin Solid Films* 207 (1992), S. 197-201
- [130] Goodson, K.E. et al.: Annealing-temperature dependence of the thermal-conductivity of LPCVD silicon-dioxide layers. In: *IEEE Electron Device Letters* 14 (1993), S. 490-492
- [131] Strasser, M. et al.: Miniaturized thermoelectric generators based on poly-Si and poly-SiGe surface micromachining. In: *Sensors and Actuators A* 97-98 (2002), S. 535-542
- [132] Irace, A. and Sarro, P.M.: Measurement of thermal conductivity and diffusivity of single and multilayer membranes. In: *Sensors and Actuators A* 76 (1999), S. 323-328
- [133] La Spina, L. et al.: Bulk-micromachined test structure for fast and reliable determination of the lateral thermal conductivity of thin films. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 16 (2007), S. 675-683
- [134] Volklein, F. and Baltes, H.: A microstructure for measurement of thermal conductivity of polysilicon thin films. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 1 (1992), S. 193-196
- [135] Roncaglia, A. et al.: Wafer-level measurement of thermal conductivity on thin films. In: *IEEE Sensors 2006*, Daegu, Korea
- [136] Paul, O. et al.: A thermal van der Pauw test structure. In: *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing* 13 (2000), S. 159-166
- [137] Cahill, D.G. et al.: Thermal-conductivity of thin-films - measurements and understanding. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 7 (1989), S. 1259-1266
- [138] Jansen, E. and Obermeier, E.: Thermal conductivity measurements on thin films based on micromechanical devices. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 6 (1996), S. 118-121
- [139] Cahill, D.G.; Katiyar, M. and Abelson, J.R.: Thermal-conductivity of  $\alpha$ -Si:H thin films. In: *Physical Review B* 50 (1994), S. 6077-6081
- [140] von Arx, M.; Paul, O. and Baltes, H.: Test structures to measure the heat capacity of CMOS layer sandwiches. In: *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing* 11 (1998), S. 217-224
- [141] Slack, G.A. et al.: The intrinsic thermal-conductivity of AlN. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 48 (1987), S. 641-647
- [142] Choi, S.R. et al.: Thermal conductivity of AlN and SiC thin films. In: *International Journal of Thermophysics* 27 (2006), S. 896-905
- [143] Jacquot, A. et al.: Optical and thermal characterization of AlN thin films deposited by pulsed laser deposition. In: *Applied Surface Science* 186 (2002), S. 507-512
- [144] Lee, J.W. et al.: Aluminum nitride thin films on an LTCC substrate. In: *Journal of the American Ceramic Society* 88 (2005), S. 1977-1980.
- [145] Zhao, Y.M. et al.: Pulsed photo-thermal reflectance measurement of the thermal conductivity of sputtered aluminum nitride thin films. In: *Journal of Applied Physics* 96 (2004), S. 4563-4568
- [146] La Spina, L. et al.: MEMS test structure for measuring thermal conductivity of thin films. In: *IEEE International Conference on Microelectronic Test Structures* (2006), Austin, USA
- [147] Bickermann, M.; Epelbaum, B.M. and Winnacker, A.: Characterization of bulk AlN with low oxygen content. In: *Journal of Crystal Growth* 269 (2004), S. 432-442

- 
- [148] Ballas, R.G.: Piezoelectric multilayer beam-bending actuators, Springer (2007), ISBN 3540326413
- [149] Liu, C.: Foundations of MEMS, Prentice Hall (2005), ISBN 0131472860
- [150] Schaumburg, H.: Werkstoffe und Bauelemente der Elektrotechnik: Keramik, Teubner (1994), ISBN 3980818543
- [151] Kazan, M. et al.: Elastic constants of aluminum nitride. In: *Physica Status Solidi C* 4 (2007), S. 204-207
- [152] Gautschi, G.: Piezoelectric Sensorics, Springer (2006), ISBN 3540422595
- [153] Kalinin, S.V.; Rar, A. and Jesse, S.: A decade of piezoresponse force microscopy: Progress, challenges, and opportunities. In: *IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control* 53 (2006), S. 2226-2252
- [154] Dubois, M.A. and Mural P.: Measurement of the effective transverse piezoelectric coefficient  $e_{31,f}$  of AlN and  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$  thin films. In: *Sensors and Actuators A* 77 (1999), S. 106-112
- [155] Vergara, L. et al.: Effect of rapid thermal annealing on the crystal quality and the piezoelectric response of polycrystalline AlN films. In: *Thin Solid Films* 515 (2006), S. 1814-1818
- [156] Chen, Q.; Qin, L. and Wang, Q.-M.: Property characterization of AlN thin films in composite resonator structure. In: *Journal of Applied Physics* 101 (2007), S. 084103
- [157] Ahmad, M.A. and Plana, R.: Piezoelectric coefficient of thin film aluminum nitride characterizations using capacitive measurements. In: *IEEE Microwave and Wireless Components Letters* 19 (2009), S. 140-142
- [158] Avanci, L.H. et al.: Piezoelectric coefficient of mNA organic nonlinear optical material using synchrotron X-ray multiple diffraction. In: *Physical Review Letters* 81 (1998), S. 5426-5429
- [159] Tonisch, K. et al.: Piezoelectric properties of thin AlN layers for MEMS application determined by piezoresponse force microscopy. In: *Physica Status Solidi C* 3 (2006), S. 2274-2277
- [160] Ben Hassine, N. et al.: Dielectrical properties of metal-insulator-metal aluminum nitride structures: Measurement and modeling. In: *Journal of Applied Physics* 105 (2009), S. 044111
- [161] Höppner, H., Charakterisierung piezoelektrischer Aluminiumnitrid-Dünnschichten, Projektarbeit am Fachgebiet Mikromechanische Systeme, TU Ilmenau (2008)
- [162] Bernardini, F. and Fiorentini, V.: First-principle calculation of piezoelectric tensor  $d$  of III-V nitrides. In: *Applied Physics Letters* 80 (2002), S.4145-4147
- [163] Rodriguez, B. J. et al.: Measurement of effective piezoelectric constant of nitride thin films and heterostructures using scanning force microscopy. In: *Material Research Society Symposium Proc.* 693 (2002)
- [164] Calinedo, C. and Imperatori, P.: Structural, optical and acoustic characterization of high-quality AlN thick films sputtered on  $Al_2O_3$  (0001) at low temperature for GHz-band electroacoustic devices applications. In: *Journal of Applied Physics* 96 (2004), S. 2610-2615
- [165] Mortet, V.: Physical properties of polycrystalline aluminum nitride films deposited by magnetron sputtering. In: *Diamond and Related Materials* 13 (2004), S. 1120-1124
- [166] Kamohara, T. et al.: Influence of sputtering pressure on polarity distribution of aluminum nitride thin films. In: *Applied Physics Letters* 89 (2006), S. 243507
- [167] Kamohara, T.: Influence of polar distribution on piezoelectric response of aluminum nitride thin films. In: *Applied Physics Letters* 92 (2008), S. 093506

## Abkürzungsverzeichnis

2DEG	zweidimensionales Elektronengas
$\alpha_{\text{AlN}}$	thermische Leitfähigkeit von AlN
AFM	Atomic force microscopy
bcc	body cubic centric/kubisch raumzentriert
BEoL	Back end of line
BOE	gepufferte Flusssäurelösung
CMR	Conturmode Resonator
CMUT	Capacitive micromachined ultasonic transducer
CN <sub>2</sub>	Stickstoffkonzentration
CVD	chemische Gasphasenabscheidung
$d_{31}/d_{33}$	Piezokoeffizienten
DC	direct Current
DMS	Dehnmessstreifen
DRIE	Deep reactive ion etching
E	E-Modul
EH	Energy Harvesting
FBAR	Film bulk acoustic resonator
fcc	face cubic centric/kubisch flächenzentriert
FEoL	Front end of line
FWHM	Full width at half maximum/Halbwertsbreite
HEMT	high mobility electron transistor
hex	hexagonal
HF	Hochfrequenz (Anregung)
HVPE	Hydride vapor phase epitaxy
LPCVD	Low pressure CVD
LTCC	Low temperatur cofired ceramic
MBE	Molekularstrahlepitaxie
MEMS	Mikroelektromechanische Systeme
MOCVD	Metallorganische CVD
PECVD	Plasama enhanced CVD
PFM	Piezoresponse force microscopy
PLD	gepulste Laserabscheidung
PVD	physikalische Gasphasenabscheidung
RCA	zweistufige Standarreinigung in der Mikrotechnik
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIE	Reactive ion etching
SAW	Surface acoustic waves
$\sigma_o$	Schichtspannung
WLAN	wireless LAN
XRD	X-ray Diffraction/Röntgenbeugung

---

Wichtige chemische Formelzeichen:

AlN	Aluminiumnitrid
Ar	Argon
Au	Gold
c-Si	einkristallines Silicium
DMSO	Dimethylsulfoxid
HF	Flusssäure (Chemikalie)
IPA	Isopropanol
KOH	Kaliumhydroxid
LiNbO <sub>3</sub>	Lithiumniobat
Mo	Molybdän
N <sub>2</sub>	Stickstoff
NaOH	Natriumhydroxid
NMP	N-Methyl-2-pyrrolidon
PDMS	Polydimethylsiloxan
PolySi	polykristallines Silicium
Pt	Platin
PZT	Bleizirkonat-Titanat
SF <sub>6</sub>	Schwefenhexafluorid
Si	Silicium
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Siliciumnitrid
SiC	Siliciumkarbid
SiO <sub>2</sub>	Siliciumdioxid
Ti	Titan

## Danksagung

Am Ende dieser Arbeit angekommen folgt nun ein für mich sehr wichtiger Teil. Der Teil, in dem ich mich bei den Menschen bedanken möchte, die mich während der Erstellung dieser Arbeit begleitet und unterstützt haben.

An erster Stelle möchte ich Herrn Professor Martin Hoffmann für die Möglichkeit danken im Fachgebiet Mikromechanische Systeme und am IMN MacroNano® an unterschiedlichen Forschungsprojekten arbeiten und mich dabei persönlich weiterentwickeln zu können. Natürlich danke ich ihm auch für die fachliche Betreuung dieser Arbeit.

Weiterhin gilt mein besonderer Dank Arne Albrecht und Steffen Leopold für die anregenden Diskussionen und Kommentare zum schriftlichen Teil dieser Arbeit.

Bei Steffen möchte ich mich darüber hinaus für zahlreiche technische, wissenschaftliche und all die anderen Diskussionen in den letzten Jahren vor der Fertigstellung der Arbeit bedanken.

Dr. Thomas Stauden vom Fachgebiet Nanotechnologie gilt mein Dank für die Pflege wichtiger Teile des Anlagenparks im Zentrums für Mikro- und Nanotechnologien (ZMN) der TU Ilmenau. Dies hat es letztendlich auch ermöglicht mit dem AlN-Sputtern zu starten und die Arbeiten über Jahre fortzuführen.

Ein großer Dank geht auch an das Laborpersonal des ZMN. Namentlich möchte ich da erwähnen: Annette Mörstedt, Birgitt Hartmann, Gabriele Harnisch, Ilona Marquardt, Jutta Uziel, Joachim Döll, Karin Friedel und Tobias Remdt. Alle diese Personen haben mich während meiner Arbeit mit der Durchführung von zahlreichen Standardprozessen im Reinraumlabor unterstützt.

Außerdem gilt mein Dank den (auch ehemaligen) Mitarbeitern des Fachgebiets Mikromechanische Systeme, mit denen ich eng zusammenarbeiten durfte. Mike Stubenrauch, Stefan Weinberger, Stefan Hampl, Hannes Mehner, Frank Weise, Eric Markweg, Annette Volk, Ilona Hirt, Lars Dittrich, Lothar Dressler und Clemens Wystup danke ich für einen kreative und stets familiäre Arbeitsatmosphäre.

Zu guter Letzt möchte ich mich auch bei meiner Familie bedanken, die mich mit fortschreitender Dauer dieser Arbeit immer wieder beharrlich mit Fragen zum aktuellen Stand und zum Plan für die Fertigstellung löcherte. Ich habe dies durchweg als motivierende Geste verstanden.

