

**Schwingungsanregung von Sensorbalken in  
der akustischen Rasterkraftmikroskopie  
durch Raumladungszonen und Prüfung von  
dünnen piezoelektrischen Filmen mittels  
Ultraschall-Piezomode im Hochdurchsatz**

Dissertation

zur Erlangung des Grades  
des Doktors der Ingenieurwissenschaften  
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III  
Chemie, Pharmazie, Bio- und Werkstoffwissenschaften  
der Universität des Saarlandes

von

**Kerstin Schwarz**

Saarbrücken, 2008

Tag des Kolloquiums:  
14.04.2008

Dekan:  
Prof. Dr. U. Müller

Berichterstatter:  
Prof. Dr. W. Arnold  
Prof. Dr. H. Seidel

## Eidesstattliche Versicherung

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus anderen Quellen oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet. Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form in einem Verfahren zur Erlangung eines akademischen Grades vorgelegt.

Saarbrücken, 18.04.2008

---

## Zusammenfassung

In der akustischen Rasterkraftmikroskopie werden Schwingungsmoden des Sensorbalkens zur Untersuchung elastischer Eigenschaften mit lateraler Auflösung von ca. 10 nm genutzt. Als problematisch bei dieser Technik hat sich das Auftreten von Mehrfachresonanzen im Frequenzspektrum erwiesen. Es wird eine neue Anregungsmethode für Kraftmikroskop-Blattfedern vorgestellt, die direkt an der Blattfeder angreift und Mehrfachresonanzen im Frequenzspektrum weitgehend vermeidet. Die Anregung beruht auf der Kopplung einer Verarmungszone an die Gitterverzerrung. Die möglichen Kopplungsmechanismen werden diskutiert und mit experimentellen Ergebnissen verglichen. Es stellt sich heraus, dass die Kräfte durch die sogenannten Maxwell'schen Spannungen und elektrostriktive Kräfte dominieren. Außerdem wird ein neues, rasterkraftmikroskopisches Verfahren vorgestellt, das es ermöglicht, Dotierungsprofile auf einem Halbleiter zu untersuchen. Diese Technik basiert ebenfalls auf der Wirkung der Kräfte in der Raumladungszone im Kontaktbereich von Tastspitze und dotierter Halbleiteroberfläche. Darüber hinaus werden piezoelektrische Eigenschaften von dünnen kombinatorisch hergestellten Filmen im Hochdurchsatz mit dem Ultraschall-Piezomode untersucht. Eine weitere Technik der Ultraschall-Kraftmikroskopie, die auf dem Abklingverhalten einer erzwungenen Schwingung der Blattfeder basiert, wird weiterentwickelt. Ihre Einsatzmöglichkeit an Materialien mit einem breiten Spektrum an Elastizitätsmoduli wird geprüft.

## Summary

In atomic force acoustic microscopy the contact resonances of the cantilever are used to characterize elastic properties of materials with a lateral resolution of about 10 nm. The resonance spectra of the cantilever often exhibit spurious signals that complicate analyzing these spectra. A new method of cantilever excitation is presented that acts directly to the cantilever. This technique is based on the coupling of a depletion layer to the lattice strain. In the resonance spectra spurious signals disappear almost completely. The coupling mechanisms like Maxwell stress, electrostriction, thermal effects and deformation potential are discussed and compared to the experimental results. It turns out that Maxwell stress and electrostriction are the dominant effects. Furthermore, a new raster-scan microscopy method is presented, that enables the examination of doping profiles on a semiconductor. This technique is also based on the forces acting between the tip of the cantilever and the doped semiconductor. Furthermore, piezoelectric properties of thin films produced by combinatorial chemistry are examined in an automated way using the so-called ultrasonic piezomode in high-throughput. In addition an atomic force acoustic microscopy technique that is based on the free decay of a forced vibration is advanced. This technique is tested on samples with a wide range of Young's moduli.

*Everything should be made as simple as possible, but not simpler.*

**Albert Einstein, 1879-1955.**

## Danksagung

Zum Gelingen dieser Arbeit haben viele Personen beigetragen, denen ich an dieser Stelle danken möchte:

Als erstes möchte ich Herrn Prof. Arnold dafür danken, dass er mir die Möglichkeit gegeben hat, in der von ihm geleiteten Abteilung „Physikalische Grundlagen“ des Fraunhofer Instituts für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP) in Saarbrücken zu promovieren. Hr. Arnold hatte immer ein offenes Ohr für Diskussionen und Fragen rund um die Thematik meiner Arbeit. Außerdem ermöglichte er mir den Forschungsaufenthalt bei Veeco Instruments, Inc. in Santa Barbara, CA, USA während meiner Promotion. Des Weiteren unterstütze er mich durch Korrekturlesen und kritische Bemerkungen beim Fertigstellen dieser Arbeit.

Besonderer Dank gilt auch meiner Betreuerin Frau Priv. Doz. Dr. Ute Rabe. Ich möchte mich bei ihr für die gemeinsame Zeit, die freundliche Atmosphäre und die Hilfestellungen bedanken, die Sie mir in allen offenen Fragen gab. Außerdem möchte ich Frau Dr. Sigrun Hirsekorn danken für die Diskussionen und die kritischen Anmerkungen.

Den Herren Dr. Chanmin Su und Dr. Craig Prater danke ich für die freundliche Aufnahme in ihrer Arbeitsgruppe bei Veeco Instruments, Inc. in Santa Barbara, CA, USA. Ich danke Hr. Dr. Chanmin Su, dass er mir den 6monatigen Forschungsaufenthalt ermöglichte und mir alle notwendigen Mittel für die Experimente in seinem Labor zur Verfügung stellte. Chanmin hatte immer Zeit für alle Fragen und nahm sich stets dafür Zeit, Ergebnisse zu diskutieren und kritisch zu hinterfragen. Außerdem danke ich seinen Mitarbeitern, insbesondere Herrn Jian Shi, für die gute Zusammenarbeit. Allen Mitarbeiter dieser Forschungsgruppe danke ich für die tolle Zeit in den USA, die ich nicht vergessen werde.

Ich möchte mich außerdem bei Herrn Prof. Dr. Wilhelm Maier und Frau Daniela Rende für die Zusammenarbeit im SFB-Projekt bedanken. Frau Rende unterstützte mich bei allen chemischen Fragen. Außerdem danke ich ihr für die Herstellung der Proben und dafür, dass sie Messungen am AFM selbstständig durchführte, während ich in den USA war.

Mein weiterer Dank gilt all denen, die in der Arbeitsgruppe Physikalische Grundlagen zu der guten Atmosphäre beitrugen. Ich danke Hr. Jochen Meiers für die Hilfe bei der Durchführung von Experimenten und Erstellung von Zeichnungen. Ich möchte mich bei Herrn Prof. Herbert Kliem und den Mitarbeitern seines Lehrstuhls für Grundgebiete der Elektrotechnik an der Universität des Saarlandes bedanken, dass sie zahlreiche Federbalken für mich mit Metall beschichtet haben. Außerdem danke ich allen, die mich während dieser Arbeit mit Proben versorgt haben.

Natürlich danke ich Hr. Daniel Rupp und meinem Bruder Hr. Dr. Michael Reinstädtler für das Korrekturlesen dieser Arbeit und die kritischen Anmerkungen. Meinem Bruder möchte ich außerdem dafür danken, dass er mir den Anfang meiner Promotion erleichterte, indem er immer alle Fragen von mir beantwortete.

Ich möchte mich bei meinen Eltern bedanken, ohne die das Studium nicht möglich gewesen wäre. Nicht zuletzt gilt mein ganz besonderer Dank meinem Ehemann Herr Thomas Schwarz, der mir in jeder Situation zur Seite stand. Ich danke ihm für sein Verständnis während meiner Promotion und insbesondere während meines Auslandsaufenthaltes.

DANKE!

# 1 Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis.....	7
2	Einleitung.....	8
3	Rasterkraftmikroskopie und Ultraschall-Kraftmikroskopie.....	10
3.1	Prinzip und Abbildungs-Techniken der Rasterkraftmikroskopie.....	10
3.2	Freie Resonanzen des Federbalkens.....	11
3.3	Michelson-Heterodyn Interferometer.....	15
3.4	Ultraschall-Kraftmikroskopie.....	17
3.5	Auftreten von Mehrfachresonanzen im Frequenzspektrum.....	21
4	Anregung des Federbalkens zu Schwingungen.....	25
4.1	Stand der Technik: Anregung der Blattfeder über piezoelektrische oder magnetische Wechselwirkung.....	25
4.2	Federbalken mit piezoelektrischem Mikroaktuator (Active Lever).....	26
4.3	Erregung der Blattfeder mittels Schottky-Barriere.....	33
4.3.1	Stand der Technik: Anwendungen der Schottky-Barriere bei MEMS, als Sensor in der Rasterkraftmikroskopie und zur Schallerzeugung.....	33
4.3.2	Herstellung der Blattfeder mit Schottky-Barriere.....	39
4.3.3	Experimentelle Ergebnisse.....	41
4.3.3.1	Anregung im Kraftmikroskop.....	41
4.3.3.2	Interferometrische Messung der Schwingungsamplitude von freien Moden.....	50
4.3.3.3	Effektivitätssteigerung der Schwingungsanregung durch Strukturierung der Beschichtung.....	54
4.3.3.4	Experimentelle Überprüfung des thermischen Kopplungsmechanismus.....	57
4.3.4	Eigenschaften der Schottky-Barriere und Kopplungsmechanismen.....	60
4.3.5	Analytische Berechnung der Schwingung mit Schottky-Anregung.....	71
4.3.6	Vor- und Nachteile der Schottky-Anregung.....	79
5	Ultraschall-Piezomode.....	81
5.1	Automatisierte Untersuchung von Proben-Bibliotheken.....	85
5.2	Quantitative Betrachtung mit dem Ultraschall-Piezomode.....	90
5.3	Anwendung des Ultraschall-Piezomodes auf einen dünnen SrTiO <sub>3</sub> -Film.....	93
6	Raster-Schottky-Schwingungsmikroskopie („Scanning Schottky Vibration Microscopy“.....)	97
6.1	Dotierungen und deren Herstellung.....	97
6.2	Nachweis von Dotierungen mittels Rasterkraftmikroskopie.....	98
6.3	Experimentelle Ergebnisse.....	101
7	Bestimmung elastischer Eigenschaften unter Ausnutzung des Abklingverhaltens einer erzwungenen Schwingung.....	118
8	Zusammenfassung und Ausblick.....	129
9	Abkürzungsverzeichnis.....	131
10	Referenzen.....	134

## 2 Einleitung

Industriell gesehen besteht mehr und mehr das Bestreben, eine hohe Auflösung bei der Abbildung von Strukturen zu erzielen. Integrierte Schaltungen und MEMS (micro electro-mechanical systems) werden weiter miniaturisiert und müssen dennoch charakterisierbar und prüfbar bleiben. Mit der Entwicklung der Rasterkraftmikroskopie (atomic force microscopy, AFM)<sup>1</sup> in den 80er Jahren wurde ein wichtiger Grundstein zur Charakterisierung von Komponenten und Werkstoffen mit nanoskaliger Auflösung gelegt.<sup>2,3</sup>

In der Rasterkraftmikroskopie kommen für die Charakterisierung der Oberflächen von Werkstoffen und Komponenten die unterschiedlichsten Abbildungsmoden zur Anwendung. Die Thematik dieser Dissertation lässt sich in die Klasse der dynamischen Abbildungsmoden der Rasterkraftmikroskopie einordnen. Mit Hilfe der dynamischen Verfahren ist es neben der reinen Abbildung der Oberflächentopographie außerdem möglich, einen Materialkontrast aufgrund von Elastizitäts-, Reibungs- und Adhäsionsunterschieden zu erhalten, indem diese Verfahren Schwingungen der Federbalken nutzen.

Bei den dynamischen Techniken der Kraftmikroskopie wird die Tatsache ausgenutzt, dass die Blattfeder wie ein kleiner Balken in Biege-, Torsions- und Lateralschwingungen versetzt werden kann. Ihre Resonanzfrequenzen liegen im Ultraschallbereich. Der Kontakt der Sensorspitze mit einer Probe verschiebt die Lage der Resonanzfrequenz und beeinflusst Amplitude und Phase der Blattfederschwingung in Abhängigkeit von den lokalen Eigenschaften der Werkstoffoberfläche.

Die Ultraschall-Kraftmikroskopie (Atomic Force Acoustic Microscopy, AFAM)<sup>4</sup> ist eine dynamische Technik und dient vor allem dazu, elastische Eigenschaften von Werkstoffoberflächen zu untersuchen. AFAM wurde am Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP) in Saarbrücken entwickelt. Bei dieser Technik ist die Tastspitze der Blattfeder in Kontakt mit der Probenoberfläche. Unter der Probe befindet sich ein Ultraschall-Prüfkopf, der die Probe durchschallt und über die Kräfte, die zwischen der Spitze und der Oberfläche wirken, die Blattfeder zu Schwingungen anregt. Die Kräfte, die zwischen der Oberfläche und der Tastspitze wirken, bestimmen die Kontaktresonanzfrequenzen. In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden die Verschiebungen dieser Resonanzfrequenzen von Biege-, Lateral- und Torsionsmoden der Blattfeder ausgenutzt, um elastische Eigenschaften von Proben zu bestimmen. Mittels Biegemoden kann der lokale Indentationsmodul und mittels Lateral- und Torsionsmoden der lokale reduzierte Schermodul ermittelt werden.

Als problematisch bei der quantitativen Bestimmung von elastischen Eigenschaften mittels AFAM hat sich das Auftreten von Mehrfachresonanzen erwiesen. Als Mehrfachresonanzen werden Resonanzmaxima im Schwingungsspektrum bezeichnet, die zusätzlich zu den Biege-, Torsions- und Lateralmoden der Balken auftreten und diese teilweise überlagern. Die Überlagerungen der zusätzlichen Resonanzmaxima mit den Biege-, Torsions- und Lateralmoden erweisen sich als äußerst störend bei der Bestimmung ihrer Resonanzfrequenzen. Als Ausweg aus dieser Situation stellte es sich heraus, dass es günstig ist, die Blattfeder direkt anzuregen. Dies kann z.B. über eine piezoelektrische Schicht verwirklicht werden, die auf den Federbalken aufgebracht ist. Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine weitere Technik entwickelt, die es ermöglicht, Resonanzen weitgehend ohne Mehrfachmaxima anzuregen. Auf die Blattfeder wird eine Metallschicht aufgebracht, wodurch sich eine Schottky-Barriere im Bereich des Metall-Halbleiter-Kontaktes ausbildet.



Die an Ladungsträgern verarmte Zone im Halbleiter-Material der Blattfeder koppelt an elastische Verzerrungen und erregt bei Anlegen einer elektrischen Wechselspannung die Blattfeder zu Schwingungen. Vorteile sind, dass die Herstellung einfach und schnell ist.

Die Kopplung der Raumladungszone im Halbleiter an elastische Verzerrungen kann außerdem dazu genutzt werden, Dotierungsprofile auf Halbleitern zu untersuchen. Die ITRS (International Technology Roadmap for Semiconductors) betont die Notwendigkeit, in der Industrie Dotierungsprofile mit einer Auflösung zu untersuchen, die unterhalb von 10 nm liegt.<sup>5</sup> Neben dieser hohen lateralen Auflösung wird eine quantitative Bestimmung der Dotierungsdichte gefordert. In dieser Arbeit wird ein neues, rasterkraftmikroskopisches Verfahren vorgestellt, das es ermöglicht, Dotierungsprofile auf einem Halbleiter zu untersuchen. Die Technik basiert ebenfalls auf der Ausnutzung der dotierungsabhängigen Eigenschaften der Raumladungszone einer Schottky-Barriere, die sich im Kontakt von leitfähiger Federbalkenspitze und Halbleiteroberfläche bildet.

Die kombinatorische Chemie ist ein geeignetes Verfahren, um neue Materialien im Hochdurchsatz herzustellen. Diese Arbeit beschäftigt sich auch damit, die mittels kombinatorischer Chemie und Sol-Gel-Verfahren hergestellten dünnen Filme automatisiert auf piezoelektrische Eigenschaften zu untersuchen. Hierbei kommt der sogenannte Ultraschall-Piezomode zur Anwendung.<sup>6</sup> Der Ultraschall-Piezomode ist eine Technik, die sich aus der AFAM-Technik entwickelt hat, und den inversen piezoelektrischen Effekt in einer piezoelektrischen Probe zur Schwingungsanregung ausnutzt. Das Zusammenspiel von kombinatorischer Chemie, Sol-Gel-Verfahren und Ultraschall-Piezomode dient somit zum schnellen Auffinden von neuen piezoelektrischen Materialien.

Im Rahmen eines Aufenthaltes bei dem Unternehmen Veeco Instruments, Inc. in Santa Barbara, CA, USA wurde ein neues, rasterkraftmikroskopisches Verfahren zur Bestimmung von elastischen Eigenschaften mit einer lateralen Auflösung von ca. 10 nm an unterschiedlichen Polymerwerkstoffen weiterentwickelt und getestet. Dieses Verfahren basiert auf dem Abklingverhalten einer erzwungenen Schwingung der Blattfeder. Im letzten Kapitel dieser Arbeit wird diese Technik an Materialien mit einem breiten Spektrum an Elastizitätsmoduli getestet. Um die Potentiale dieser Technik abzuschätzen, wird das Verfahren mit der AFAM-Technik verglichen.

## 3 Rasterkraftmikroskopie und Ultraschall-Kraftmikroskopie

### 3.1 Prinzip und Abbildungs-Techniken der Rasterkraftmikroskopie

In der Rasterkraftmikroskopie (RKM) dient ein mikroskopisch kleiner, elastischer Balken mit integrierter Tastspitze als Sensor.<sup>1</sup> Der Federbalken rastert über die Probenoberfläche, wobei seine Auslenkung optisch detektiert wird. Ein Laserstrahl wird auf die Rückseite der Blattfeder fokussiert, dort reflektiert und trifft auf eine positionsempfindliche Photodiode. Die Photodiode ist in vier Segmente unterteilt. Bei unausgelenkter Blattfeder wird der Laserstrahl in die Mitte der Diode fokussiert. Rastert die Spitze über die Probenoberfläche, so wird die Blattfeder ausgelenkt und der Fokus verschiebt seine Position auf dem Detektor. Die Spannungsdifferenz zwischen oberem und unterem Segment der Photodiode ist proportional der Änderung der Steigung der Blattfeder und somit abhängig von der Balkenauslenkung. Die vertikale Verbiegung des Balkens wird durch senkrecht zur Probenoberfläche wirkende Kräfte verursacht. Ein Beispiel hierfür ist die Topographie der Probe. Eine laterale Verschiebung des Spots ist beispielsweise ein Maß für die Reibung zwischen Spitze und Probenoberfläche. Der Spitzenradius bestimmt die laterale Auflösung der RKM-Verfahren.

Man unterscheidet drei Hauptabbildungs-Techniken bei der Rasterkraftmikroskopie, je nachdem ob die Spitze in ständigem Kontakt mit der Probe ist (Kontaktmodus), nur kurzzeitig in Kontakt geht (intermittierender Modus) oder ob sie nie in Berührung mit der Probenoberfläche kommt (kontaktfreier Modus). Bei den berührungslosen Verfahren und auch dem intermittierenden Modus besteht der Vorteil darin, dass sowohl die Spitze als auch die abzubildende Probe nicht, bzw. nur geringfügig, verändert werden und das Verfahren somit weitgehend zerstörungsfrei ist. Im Kontaktmodus ist die Abnutzung der Spitze abhängig von den Kräften, mit denen sie auf die Probe drückt.

Die Rasterkraftmikroskopie unterteilt man des Weiteren in quasi-statische und dynamische Verfahren. Der Kontaktmodus zählt zu den quasi-statischen Verfahren, da die Spitze langsam über die Probe gleitet. Zu den dynamischen Verfahren zählt beispielsweise der von Veeco Instruments, Inc. unter dem Namen „Tapping Mode“ vermarktete intermittierende Modus.<sup>7</sup> Beim Tapping Mode wird die Blattfeder mit oder nahe ihrer Resonanzfrequenz in Schwingungen versetzt, wobei die Schwingungsamplitude typischerweise einige 10 nm beträgt. Der Federbalken wird über der Probenoberfläche positioniert, so dass die Spitze der Blattfeder die Probenoberfläche nur für eine sehr geringe Zeit ihrer Oszillationsperiode berührt. Dadurch wird ein Schleifen der Spitze über die Probe verhindert, was bei Untersuchungen an weichen Probenoberflächen von Vorteil ist. Nähert sich die Spitze der Probenoberfläche, so ändert sich die Schwingungsamplitude der Blattfeder in Abhängigkeit der Oberflächenstruktur der Probe. Die Schwingungsamplitude wird als Regelsignal beim Abrastern der Probe genutzt, d.h. ein Regelkreis versucht die Amplitude konstant zu halten, indem der Abstand, und somit die Kraftwechselwirkung, zwischen Balkenspitze und Probe angepasst wird. Mittels Amplitudenvariation können Oberflächenstrukturen identifiziert und vermessen werden.

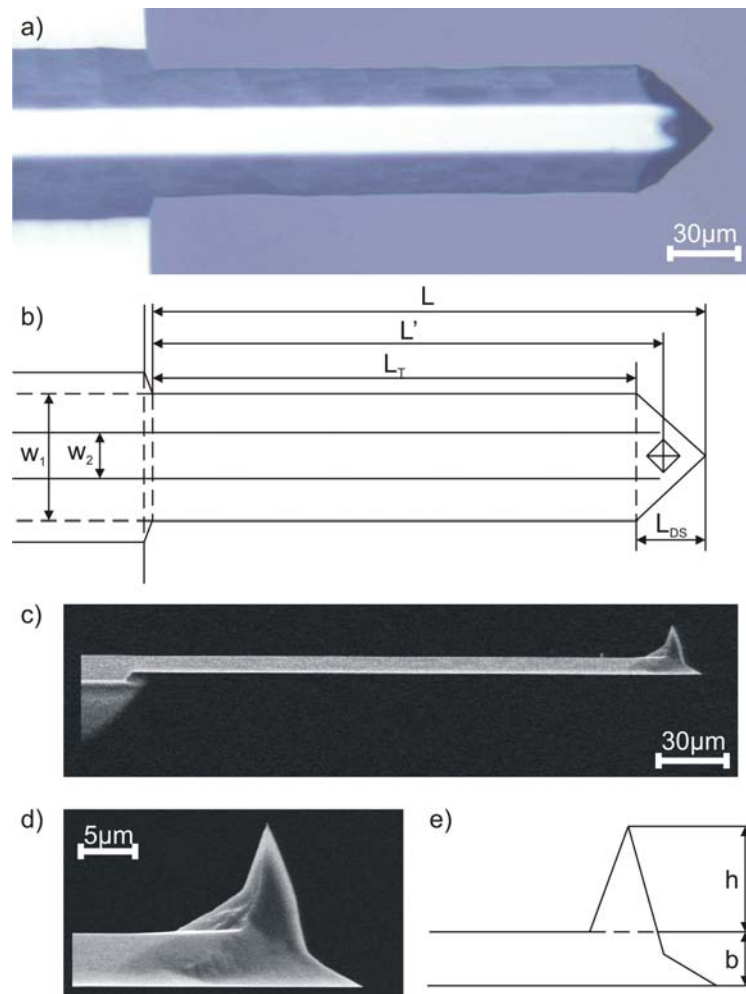
Dynamische Betriebsarten haben in der Rasterkraftmikroskopie in steigendem Maße an Bedeutung gewonnen. Mit ihrer Hilfe können aus Amplitude und Phase der Blattfederschwingung neben der Oberflächentopographie auch weitere physikalische Eigenschaften von Proben abgeleitet werden, wie z.B. die Magnetisierung, die lokale

elektrische Ladung und die lokale Kapazität.<sup>8-10</sup> Ein weiteres Beispiel ist die Untersuchung von Steifigkeitsunterschieden der Probenoberfläche, bzw. oberflächennahen Region.

Die älteste dieser dynamischen Betriebsarten, die einen Elastizitätskontrast liefern, ist der „Force Modulation Mode“.<sup>11</sup> Im Force Modulation Mode wird die Probe bei einer Frequenz unterhalb der Resonanzfrequenz der Blattfeder in Schwingungen versetzt, wobei die Spitze der Blattfeder in Kontakt mit der Probenoberfläche ist. Die Amplitude und Phase des Schwingungssignals werden ausgewertet. Diese Technik wird insbesondere für weiche Proben wie Polymere angewandt, da bei steiferen Proben der Kontrast aufgrund des zunehmenden Verhältnisses von Kontaktsteifigkeit zur Federkonstanten der Blattfeder abnimmt. Eine neuere Entwicklung dieser Technik ist der „Controlled Dynamic Indentation Mode“.<sup>12</sup> Auch diese Technik arbeitet unterhalb der niedrigsten Resonanzfrequenz der Blattfeder. Die Schwingungsamplitude wird über eine Rückkoppelschleife derart verändert, dass der Kontaktradius unabhängig vom untersuchten Material gleich bleibt. Die Schwingungsamplitude und -phase werden ausgewertet, um Elastizitätsunterschiede darzustellen. Es konnte außerdem gezeigt werden, dass der intermittierende Modus zur Untersuchung von elastischen Eigenschaften genutzt werden kann.<sup>7</sup> Die Phasenverschiebung des Tapping-Signals hängt von der lokalen Dämpfung und in geringem Maße auch von der lokalen Steifigkeit der Probenoberfläche ab. Der „Pulsed-Force Mode“ ist ebenfalls ein Verfahren, das unterhalb der niedrigsten Eigenresonanz der Blattfeder arbeitet.<sup>13</sup> Ähnlich dem Tapping Mode verliert die Tastspitze während des Schwingzyklus den Kontakt mit der Probe. Mit dem Pulsed-Force Mode können ebenfalls Steifigkeitsunterschiede in unterschiedlichen Materialien abgebildet werden, indem die Schwingungsantwort der Blattfeder analysiert wird.

### **3.2 Freie Resonanzen des Federbalkens**

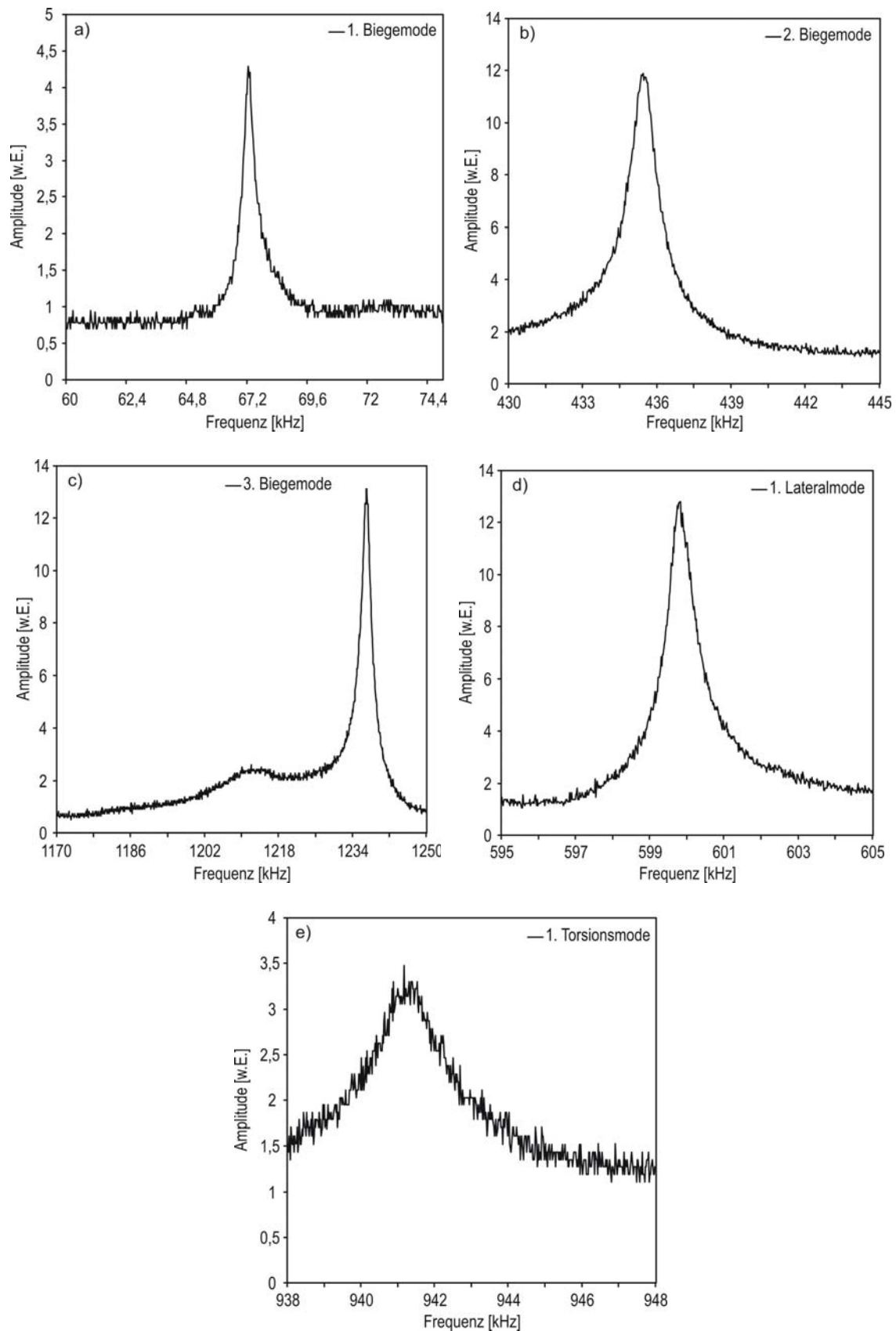
Ein Federbalken, wie er im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, ist in Abbildung 3-1 dargestellt. Typische Dimensionen kommerzieller Sensoren von Kraftmikroskopen sind 100  $\mu\text{m}$  bis 400  $\mu\text{m}$  Länge, einige 10  $\mu\text{m}$  Breite und Bruchteile von  $\mu\text{m}$  bis einige  $\mu\text{m}$  Dicke. Diese Federbalken werden aus hochdotiertem Silizium gefertigt. Durch das Dotieren ist die Blattfeder leitfähig, so dass Blattfeder und Spitze geerdet werden können und elektrostatische Aufladung verhindert wird. Somit werden unerwünschte elektrostatische Kräfte zwischen Federbalken und Probe vermieden. Die Blattfeder endet an einem Ende in einem Siliziumchip. An dem anderen freien Ende der Blattfeder ist die Sensorspitze integriert. Chip, Silizium und Tastspitze werden als ein Stück aus einem Silizium-Wafer mittels Ätztechnik hergestellt. Der Chip hat die Abmessungen von ca.  $3 \times 2 \times 0,3 \text{ mm}^3$  (Länge  $\times$  Breite  $\times$  Dicke). Aus Herstellungsgründen zeigt die Spitze in Richtung der kristallographischen (100)-Achse, die Blattfeder in Richtung der (110)-Achse.



**Abbildung 3-1:** Typische geometrische Abmessungen eines AFM-Federbalkens; a) Optisches Bild, Draufsicht von der Seite mit Sensorspitze; b) Skizze der Draufsicht mit den relevanten Längen und Breiten des Balkens; c) und d) Rasterelektronenmikroskopische Seitenansichten des Balkens (REM-Aufnahmen: T. Sulzbach, Nanoworld Services, Erlangen); e) Skizze der Seitenansicht mit Angabe von Balkendicke und Spitzenhöhe.

Der Sensor kann als kleine Platte oder Stab aufgefasst werden und weist verschiedene Arten von Schwingungsmoden auf. Wegen der geringen Dimensionen des Sensors liegen seine unteren Resonanzfrequenzen im kHz-, bzw. im Ultraschallfrequenzbereich. In diesem Frequenzbereich liegen die Biege-, Lateral- und Torsionsresonanzen der Blattfeder, die in der Rasterkraftmikroskopie ausgenutzt werden.

Die Resonanzen der Blattfeder, wenn die Spitze nicht in Kontakt mit der Probenoberfläche ist, werden im Folgenden als freie Moden bezeichnet. Abbildung 3-2 a)-c) zeigt die ersten drei freien Biegemoden, d) den ersten freien Lateralmode und e) den ersten freien Torsionsmode eines Federbalkens mit der Federkonstanten  $k_F = 2,4 \text{ N/m}$ .



**Abbildung 3-2:** a) Erste, b) zweite und c) dritte freie Biegeresonanz eines Federbalkens mit einer Federkonstanten von  $k_F = 2,4 \text{ N/m}$ . d) zeigt die Resonanzkurve des ersten Lateralmoden und e) diejenige des ersten freien Torsionsmodes.

Im Rahmen dieser Arbeit werden nur die Biegemoden genauer behandelt, da die Thematik der Arbeit sich hauptsächlich mit der Anregung dieser Moden auseinandersetzt. Die Bewegungsgleichung für freie Biegeschwingungen von Blattfedern, bei Berücksichtigung der Dämpfung durch die umgebende Luft  $\eta_L$ , ist eine partielle Differentialgleichung 4. Ordnung und lautet<sup>14,15</sup>

$$EI \frac{\partial^4 z(x,t)}{\partial x^4} + \eta_L \rho A \frac{\partial z(x,t)}{\partial t} + \rho A \frac{\partial^2 z(x,t)}{\partial t^2} = 0 . \quad \text{Gl. 3-1}$$

$z(x,t)$  ist die Auslenkung des Balkens parallel zur Balkendicke  $b$ ,  $E$  der Elastizitätsmodul in Längsrichtung des Balkens,  $\rho$  die Dichte des Balkenmaterials und  $I = wb^3/12$  das Flächenträgheitsmoment der Querschnittsfläche  $A$ . Die Koordinate  $x$  ist parallel zur Balkenlänge  $L$  und  $y$  zur Balkenbreite  $w$ . Als Lösung wird eine Welle  $z(x,t)$  mit Kreisfrequenz  $\omega = 2\pi f$  und Wellenzahl  $\alpha = 2\pi/\lambda$  gesucht, wobei  $\lambda$  die Wellenlänge der Biegewelle ist

$$z(x,t) = \left( a_1 e^{\alpha x} + a_2 e^{-\alpha x} + a_3 e^{i\alpha x} + a_4 e^{-i\alpha x} \right) e^{i\omega t} . \quad \text{Gl. 3-2}$$

Durch Ableiten von Gl. 3-2 und Einsetzen in Gl. 3-1 erhält man unter Vernachlässigung der Dämpfung die Dispersionsrelation

$$EI\alpha^4 - \rho A\omega^2 = 0 . \quad \text{Gl. 3-3}$$

Bei den freien Moden ist die Blattfeder einseitig frei und einseitig fest eingespannt. Setzt man diese Randbedingungen für freie Moden

$$z(x=0) = 0 \quad \frac{\partial^2 z}{\partial x^2}(x=L) = 0 \quad \text{Gl. 3-4}$$

$$\frac{\partial z}{\partial x}(x=0) = 0 \quad \frac{\partial^3 z}{\partial x^3}(x=L) = 0$$

in Gl. 3-2 unter Vernachlässigung der Zeitfunktion ein, so ergibt sich die charakteristische Gleichung zu

$$\cos \alpha_n L \cosh \alpha_n L + 1 = 0 . \quad \text{Gl. 3-5}$$

Die diskreten Lösungen  $\alpha_n L$  von Gl. 3-5 definieren die Resonanzfrequenzen der Biegeschwingungen eines einseitig fest eingespannten Balkens. Die Werte  $\alpha_n L$  lassen sich numerisch berechnen und sind in Tabelle 3-1 für die ersten 7 Moden der Blattfeder angegeben.

Biegemode	1	2	3	4	5	6	7
$\alpha_n L$	1,875	4,694	7,855	10,996	14,137	17,279	20,420
$f_{Bn}/f_1$	1	6,2673	17,5505	34,3928	56,8476	84,9248	118,6066

**Tabelle 3-1:** Numerisch berechnete Lösungen der Eigenwertgleichung Gl. 3-5 für Biegeschwingungen eines einseitig fest eingespannten Federbalkens mit rechteckigem Querschnitt und Verhältnis der Resonanzfrequenz des n-ten freien Biegemodes zum ersten freien Biegemode.

Die Resonanzfrequenzen der freien Biegemoden  $f_{Bn}$  können mit Hilfe von Gl. 3-3 und  $\omega = 2\pi f$  aus den  $\alpha_n L$  berechnet werden

$$f_{Bn} = \frac{(\alpha_n L)^2}{c_c^2}, \quad \text{Gl. 3-6}$$

wobei die geometrischen und elastischen Eigenschaften des Balkens in der Konstanten  $c_c$  zusammengefasst werden können

$$c_c = L^4 \sqrt{4\pi^2 \frac{\rho A}{EI}}. \quad \text{Gl. 3-7}$$

Für Balken mit rechteckiger Querschnittsfläche ( $A = wb$ ) gilt auch

$$c_c = L^4 \sqrt{4\pi^2 \frac{12\rho}{b^2 E}}. \quad \text{Gl. 3-8}$$

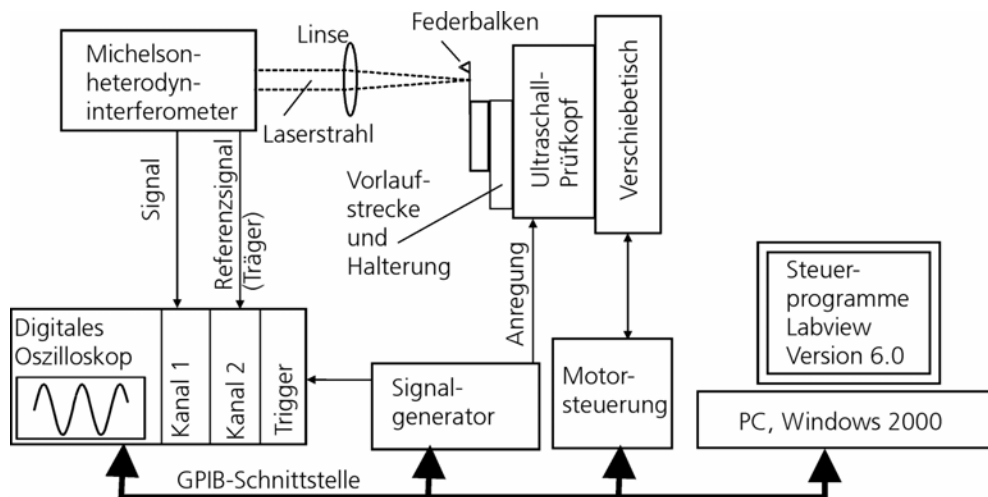
Biegemoden sind dispersiv, d.h. ihre Phasengeschwindigkeit ist frequenzabhängig. Die Resonanzfrequenzen der höheren Biegemoden sind keine ganzzahligen Vielfachen des ersten Modes; die Verhältnisse sind Tabelle 3-1 zu entnehmen.

### 3.3 Michelson-Heterodyn Interferometer

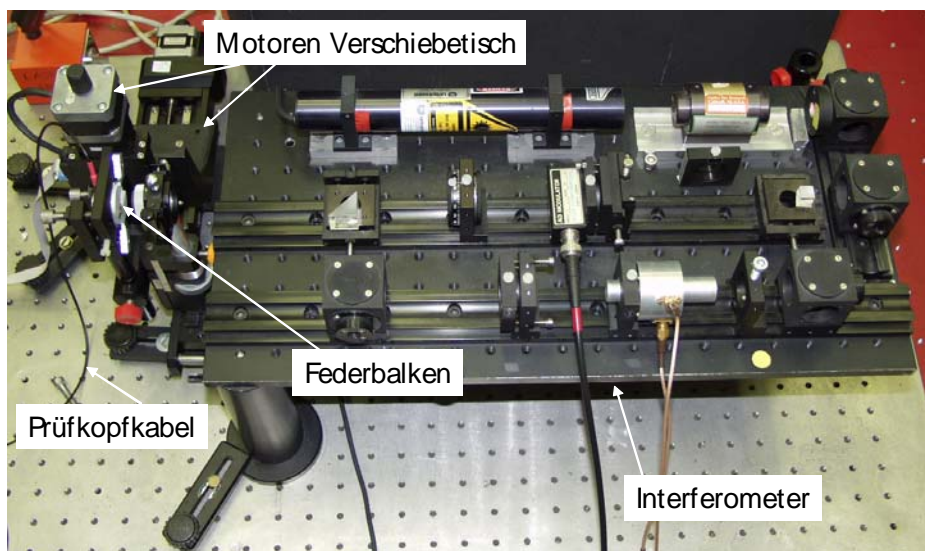
Zur Detektion der freien Balkenmoden wurde ein im IZFP gebautes, optisches Interferometer verwendet (s. Abbildung 3-3 und Abbildung 3-4). Mit dem Interferometer können Auslenkungen im Nanometerbereich gemessen werden.<sup>16,17</sup> Der Aufbau besteht aus einem Michelson-Heterodyn Interferometer zum Messen der Schwingungen, einem Owis-Schrittmotor mit zwei Achsen zum Rastern der Probe sowie einem Digitaloszilloskop LeCroy 9450 zum Digitalisieren der Signale. Der Federbalken wird an seinem Chip mit Silberleitlack auf einen Ultraschall-Prüfkopf geklebt. Als Signalquelle zum Anregen des Schallwandlers wird ein Funktionsgenerator HP 33120A verwendet. Da zum Anregen von Federbalkenschwingungen an Luft nur sehr geringe Amplituden notwendig sind, reichen Signale von maximal 10 V Amplitude aus. Vom Digitaloszilloskop werden die Signale über eine GPIB-Schnittstelle in einen Rechner übertragen. Der Schrittmotor wird mit Hilfe der externen Owis-Steuerung SMS 02 über die GPIB-Schnittstelle angesteuert. Über dieselbe

Schnittstelle werden die Schwingungssignale vom Digitaloszilloskop in den Rechner eingelesen und der Signalgenerator eingestellt. Alle Steuer- und Auswerteprogramme arbeiten auf Basis der Programmiersprache Labview.<sup>18</sup>

Der Laserstrahl des optischen Interferometers wird mit einem Mikroskopobjektiv auf den Federbalken fokussiert. Durch die Brennweite des Objektivs von 1 cm wird ein kleiner Fokusfleck von nur ca. 5  $\mu\text{m}$  Durchmesser erzielt. Das Interferometer kann im Frequenzbereich von 100 kHz bis 80 MHz arbeiten, zur Untersuchung von AFM-Federbalken werden jedoch nur Frequenzen bis ca. 5 MHz benötigt. Die Empfindlichkeit des verwendeten Interferometers beträgt  $1,2 \times 10^{-14} \text{ m}/(\text{Hz})^{1/2}$  bei einer mittleren auf die Photodiode fallenden Lichtleistung von 300  $\mu\text{W}$  und einem He-Ne Laser mit 633 nm Wellenlänge.<sup>19</sup>



**Abbildung 3-3:** Prinzipskizze des interferometrischen Aufbaus zur Detektion von Blattfederschwingungen.



**Abbildung 3-4:** Foto des optischen Interferometers zum Messen der Federbalkenschwingungen, Verschiebetisch und Halterung für den Federbalken.

Neben dem eigentlichen Schwingungssignal liefert das Interferometer ein Referenzsignal, das die Kalibration der Oberflächenamplitude ermöglicht. Die Kalibration ist im Steuer- und Auswerteprogramm integriert, so dass auf der Benutzeroberfläche des Bedienungsprogramms direkt Amplituden kalibriert angezeigt werden. Ferner sind Schwellwerte für zu kleine und zu große Trägeramplituden festgelegt. Bei zu kleiner Schwingungsamplitude ist das Signal-

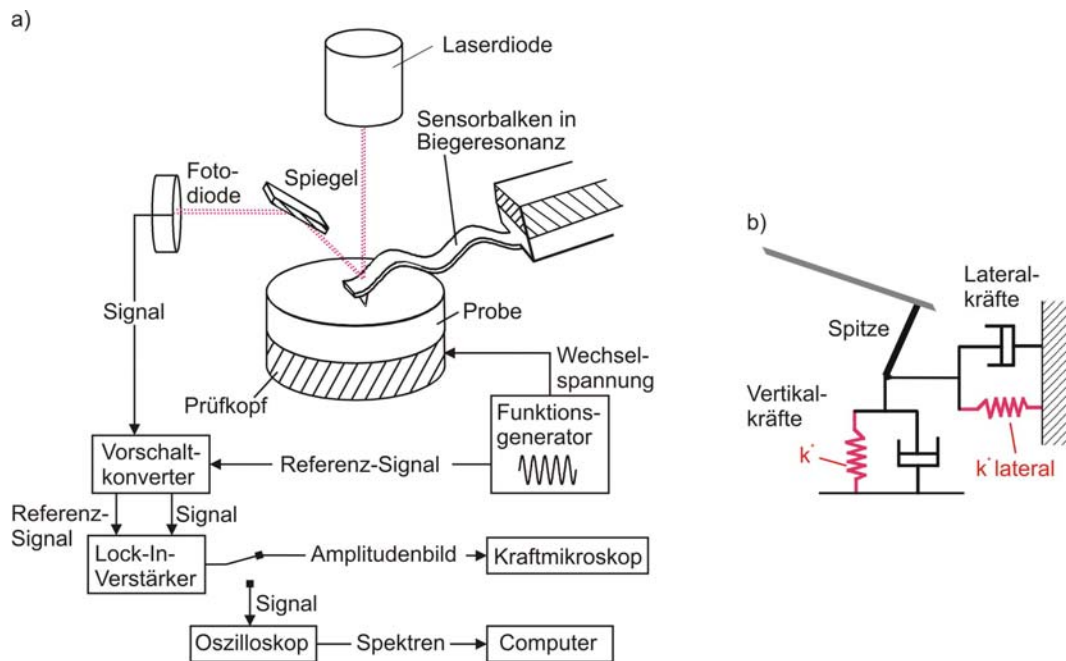


Rauschverhältnis gering. Auch zu große Schwingungsamplituden müssen vermieden werden, um eine nichtlineare Balkenschwingung und somit die Anregung von höheren Harmonischen der Anregungsfrequenz zu vermeiden. Außerdem kann bei zu großen Schwingungsamplituden der Messbereich des Interferometers überschritten werden.

### ***3.4 Ultraschall-Kraftmikroskopie***

Die Ultraschall-Kraftmikroskopie (Atomic Force Acoustic Microscopy, AFAM) ist der Klasse der dynamischen Kraftmikroskopie zuzuordnen. Es handelt sich hierbei um eine Technik, die die hohe laterale Auflösung der Kraftmikroskopie mit der Möglichkeit, elastische Eigenschaften von Oberflächen von Materialien zu untersuchen, verbindet.<sup>4,20</sup> Die AFAM-Technik wurde im IZFP in Saarbrücken entwickelt. Ziel ist dabei, quantitative Messungen der Elastizität mit einer Ortsauflösung von einigen nm durchzuführen.

In Abbildung 3-5 a) ist das Prinzip dargestellt. Der Prüfkopf wird von einem Signalgenerator mit Sinussignalen versorgt (Dauerstrich oder variable Frequenz („Sweep“)) und sendet longitudinale Schallwellen aus. Auf dem Prüfkopf ist die Probe befestigt. Die Tastspitze wird in Kontakt mit der Probe gebracht, so dass abstoßende Kräfte herrschen. Ist die Tastspitze der Blattfeder in Kontakt mit der Probenoberfläche, so koppeln die durch den Prüfkopf angeregten Schwingungen der Probe in den Federbalken. Die Schwingung des Balkens wird mittels der im Gerät implementierten Photodiode detektiert. Der niederfrequente Signalanteil (bis ca. 50 kHz) wird für die Regelschleife des Kraftmikroskops und zum Abbilden der Topographie verwendet. Die Regelschleife des Kraftmikroskops dient dazu, die Kraft, mit der die Tastspitze auf die Probenoberfläche drückt, konstant zu halten. Amplitude und Phase des hochfrequenten Anteils (bis ca. 3 MHz) werden für das Ultraschallbild oder die Kontaktresonanzspektren ausgewertet. Die Resonanzen des Federbalkens in Kontakt mit der Probe werden Kontaktresonanzen genannt. Bei den im Rahmen dieser Dissertation durchgeführten Experimenten wurden Breitband-Ultraschallwandler der Firma Panametrics mit einer Mittenfrequenz von typischerweise 1 MHz, 2,5 MHz oder 5 MHz verwendet (Typenbezeichnungen: V103-RM, V106-RM, V109-RM).



**Abbildung 3-5:** a) Prinzipbild zur Anregung von Kontaktmoden in der Ultraschall-Kraftmikroskopie (AFAM). Das Schwingungssignal der Blattfeder wird verstärkt und als Amplitudenbild im AFM abgebildet. Alternativ kann das verstärkte Schwingungssignal über eine Einheit aus Oszilloskop und Rechner dargestellt werden. b) Mechanisches Ersatzschaltbild der Kräfte, die im Kontakt wirken. Die Kräfte sind durch Federn und Dämpfungstöpfen wiedergegeben.

Alternativ zu der in Abbildung 3-5 a) gezeigten Anregungsmethode der Blattfeder von unten, erfolgt ihre Anregung bei Yamanaka et al. von oben, indem ein Ultraschall-Prüfkopf an dem Chip befestigt ist (Ultrasonic Atomic Force Microscopy, UAFM).<sup>21,22</sup> Die Schwingungen des Chip erzwingen so Schwingungen der Blattfeder.

In Abbildung 3-5 a) sind zwei Arten der Auswertung des Schwingungssignals dargestellt. Das Schwingungssignal der Blattfeder wird mit dem internen Lichtzeigerdetektor des Kraftmikroskops gemessen und über eine Anschlussbox aus dem Kraftmikroskop herausgeführt. Das Signal wird zunächst von einem Heterodyn-Vorschaltkonverter (HMS, Modell 5311, Frequenzbereich 75 kHz - 10 MHz) auf eine Zwischenfrequenz von 20 kHz herabgemischt. Der Konverter verwendet das Anregungssignal des Funktionsgenerators als Referenz und konvertiert dieses ebenfalls auf 20 kHz. Die Amplitude und die Phase des Zwischenfrequenzsignals werden mit einem Lock-In-Verstärker (SR-830 DSP Lock-In-Verstärker, Scientific Instruments, Frequenzbereich 1 mHz – 102 kHz) gemessen. Das verstärkte Signal kann dem AFM rückgespeist und als Amplitudenbild im AFM abgebildet werden. Unterschiede in der Kontaktsteifigkeit an verschiedenen Stellen der Probe ändern die mechanischen Randbedingungen des Federbalkens und verursachen somit eine Änderung der Schwingungsamplitude des Balkens. Diese Schwingungsamplitude kann als Farbwert kodiert dargestellt werden. Alternativ können Amplitude und Phase des verstärkten Schwingungssignals über eine Einheit aus Oszilloskop und Rechner als Spektren dargestellt werden. Hierbei wird die Blattfeder nicht bei nur einer Frequenz erregt, sondern ein Frequenzbereich wird im Funktionsgenerator durchfahren (Sweepmodus). Das analoge Amplitudensignal des Lock-In wird über das gesamte Frequenzintervall in einem Digital-Oszilloskop (LeCroy 9350) dargestellt, digitalisiert und über eine Schnittstelle in den Messrechner eingelesen.

Hauptsächlich wurden die AFM-Untersuchungen mit Hilfe eines „Dimension 3000“ der Firma Veeco Instruments, Inc., Santa Barbara, CA, USA durchgeführt. Außerdem stand das Kraftmikroskop „Solver“ der Firma NT-MDT, Zelenograd, Russland zur Verfügung. Letzteres besitzt intern einen Signalgenerator für Frequenzen bis 1 MHz und einen Lock-In-Verstärker, so dass abgesehen vom Prüfkopf keine zusätzlichen Ultraschallgeräte erforderlich sind. Im Kontakt können Spektren aufgenommen werden, der Spitze-Probe Abstand kann variiert werden oder es kann ein Bild aufgenommen werden, bei dem zu jedem Pixel das komplette Spektrum abgespeichert wird. Problematisch für die quantitative Auswertung ist jedoch die Kontrolle der statischen Auflagekraft. Außerdem muß der Signal-Rausch-Abstand für höhere Frequenzen (höher als 1 MHz) noch vom Hersteller verbessert werden. Ein Grund für das schlechte Signal-Rausch-Verhältnis könnte vermutlich eine nicht-ausreichende Bandweite der Photodiode sein, so dass Frequenzen über 1 MHz nicht mehr nachgewiesen werden. Die genaue Ursache wurde jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Die Handhabung des optischen Mikroskops und der Probenwechsel sind beim Solver langwieriger als beim Dimension 3000. Das Dimension 3000 bietet gegenüber dem Solver den Vorteil, dass sich auch Proben mit größeren geometrischen Abmessungen ohne Probleme untersuchen lassen.

Der Federbalken ist ein kleiner mechanischer Balken mit einer unendlichen Anzahl von Eigenresonanzen. Ohne Probenkontakt kann er als einseitig frei und an der anderen Seite einseitig fest eingespannt angesehen werden (s. Kapitel 3.2). Berührt die Sensorspitze des Kraftmikroskops die Oberfläche einer Probe, so wirken verschiedene physikalische Kräfte auf das zuvor freie Ende des Federbalkens. Dies können je nach Eigenschaft von Spitze und Probe beispielsweise elektrische, magnetische und elastische Kräfte sein. Die Kraft-Kurve zwischen Spitze und Probe ist eine nichtlineare Funktion des Abstands. Bei kleinen Schwingungsamplituden von Blattfeder und Probenoberfläche und ausreichend großen statischen Auflagekräften der Spitze auf die Probe sind die elastischen Kräfte, die im Kontakt vorhanden sind, dominierend gegenüber allen anderen Kräften. Unter diesen Annahmen kann die Kraftkurve linear genähert werden und die Kontaktkräfte können annähernd als ein System aus linearen Federn und Dämpfungstöpfen dargestellt werden (s. Abbildung 3-5 b)). Die Kraftwechselwirkung Spitze-Probe kann als Änderung der mechanischen Einspannung des Balkens aufgefasst werden. Folglich führen die Kräfte auf die Sensorspitze zu einer Verschiebung aller Resonanzfrequenzen des Balkens. Bei linearer Näherung dieser Kräfte lässt sich die Frequenzverschiebung durch eine analytische Formel beschreiben.<sup>16</sup> Misst man die Kontaktresonanzfrequenzen des Federbalkens und vergleicht sie mit den Frequenzen bei freier Sensorspitze, so kann man aus der Theorie der Biegeschwingungen die Kontaktsteifigkeit  $k^*$  berechnen.<sup>23-25</sup> Die Kontaktsteifigkeit  $k^*$  ist die Ableitung der Kraftkurve im Arbeitspunkt.

In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden elastische Kräfte betrachtet. In diesem Fall kann als Modell für die Berechnung einer elastischen Konstanten der Oberfläche aus den Kräften zwischen Spitze und Probe das Hertz'sche Kontaktmodell verwendet werden.<sup>26</sup> Adhäsionskräfte und Reibung werden bei diesem Modell vernachlässigt. Das Hertz'sche Modell wird im Folgenden kurz erläutert.

Beim Hertz'schen Kontakt wird angenommen, dass eine Kugel in Kontakt ist mit einer zweiten Kugel, bzw. mit einer zur Ebenen entarteten Kugel. Die Spitze mit dem Radius  $R_S$  drückt mit der vertikalen Auflagekraft  $F_A$  auf die Probe. Unter der Annahme, dass beide Kontaktkörper elastisch isotrop sind, gilt für den Kontaktradius  $a_K$

$$a_K = \sqrt[3]{3F_A R_S / 4E^*}, \quad \text{Gl. 3-9}$$

wobei  $E^*$  der reduzierte Elastizitätsmodul des Kontaktes ist. Die Eindringtiefe  $\delta$  der Spitze in die Probe beträgt

$$\delta = \frac{a_K^2}{R_S} = \frac{3F_A}{4E^* a_K}. \quad \text{Gl. 3-10}$$

Der reduzierte Elastizitätsmodul des Kontaktes  $E^*$  ist gegeben durch

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_P^2}{E_P} + \frac{1 - \nu_B^2}{E_B}, \quad \text{Gl. 3-11}$$

wobei  $E_P$  und  $E_B$  die Elastizitätsmoduli und  $\nu_P$  und  $\nu_B$  die Poisson-Zahlen von Probe und Tastspitze der Blattfeder sind. Die Kontaktsteifigkeit  $k^*$  beträgt beim Hertz'schen Kontaktmodell unter Verwendung von Gl. 3-9

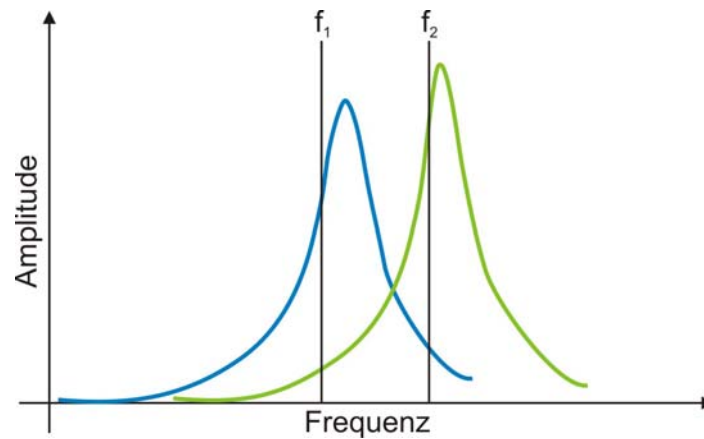
$$k^* = E^* 2a_K = \sqrt[3]{6E^{*2} R_S F_A}. \quad \text{Gl. 3-12}$$

Voraussetzung zur Berechnung von  $E^*$  ist, dass man die elastischen und geometrischen Eigenschaften von Sensorspitze und Probe genau kennt (s. Gl. 3-11). Sind diese Größen nicht bekannt, können elastische Konstanten von unbekanntem Proben mit Referenzmessungen an Kalibrationsproben mit bekannten elastischen Konstanten bestimmt werden. Der reduzierte E-Modul einer unbekanntem Probe berechnet sich bei kugelförmiger Spitze durch

$$E^* = E^*_{\text{Ref}} \sqrt{\frac{k^{*3}}{k^{*3}_{\text{Ref}}}}. \quad \text{Gl. 3-13}$$

$E^*_{\text{Ref}}$  und  $k^*_{\text{Ref}}$  sind der E-Modul und die Kontaktsteifigkeit einer bekannten Referenzprobe. Voraussetzung ist aber, dass die Spitzenform während den Messungen an Referenzprobe und unbekannter Probe unverändert bleibt und die Rauigkeit der Probe so gering wie möglich ist. Kopycinska-Müller et al. zeigen die Anwendung dieses Modells zur Messung elastischer Eigenschaften und diskutieren Erweiterungen des Kontaktmodells.<sup>27</sup>

Im Amplitudenbild liefern Materialien unterschiedlicher Steifigkeiten unterschiedliche Kontraste. Abbildung 3-6 verdeutlicht den Kontrastmechanismus. Besteht der abgebildete Bereich der Probe aus zwei Materialien, die einen unterschiedlichen Elastizitätsmodul haben, so unterscheiden sich deren Kontaktresonanzfrequenzen. Die blaue Resonanzkurve aus Abbildung 3-6 entspricht dem weicheren und die grüne Resonanzkurve dem steiferen Material der Probe. Wird die Probe bei der Frequenz  $f_1$  abgebildet, so ist die Schwingungsamplitude auf den weicheren Bereichen größer. Wird mit der Frequenz  $f_2$  abgebildet, so erhält man auf den steiferen Bereichen der Probe eine größere Schwingungsamplitude.

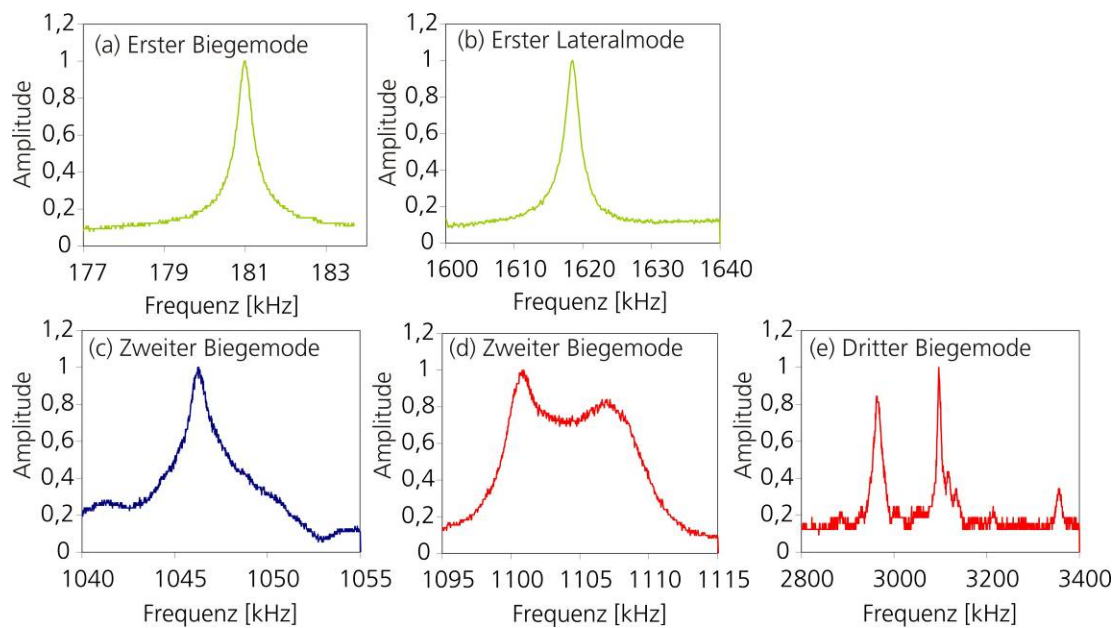


**Abbildung 3-6:** Kontrastmechanismus der Ultraschall-Kraftmikroskopie auf zwei Materialien, die sich im Elastizitätsmodul unterscheiden. Das blaue Spektrum ist die Resonanzkurve auf der weicheren Probe und der grüne Peak stellt die Kontaktresonanz auf der steiferen Probe dar.

Steigt die Kontaktsteifigkeit auf unterschiedlichen Bereichen der Probe an, so verschiebt sich auch die Kontaktresonanz hin zu höheren Frequenzen. Anhand von Gl. 3-12 wird außerdem deutlich, dass nach dem Hertz'schen Modell die Kontaktsteifigkeit mit größer werdendem reduziertem E-Modul und größer werdender Auflagekraft zunimmt.

### 3.5 Auftreten von Mehrfachresonanzen im Frequenzspektrum

Federbalken weisen verschiedene Arten von Schwingungsmoden auf, wie Biegemoden, Lateralmoden und Torsionsmoden. In Abbildung 3-7 sind Schwingungsspektren von Federbalken des Typ NCL der Firma Nanoworld (Federkonstante  $k_F = 35\text{-}50\text{ N/m}$ ,  $L \times w \times b = 220 \times 35 \times 7\ \mu\text{m}^3$ ) abgebildet. Es handelt sich um freie Resonanzen der Blattfeder, die mit dem Interferometer aufgenommen wurden. Beim ersten Biegemode (a) und beim ersten Lateralmode (b) treten Mehrfachresonanzen nur sehr selten auf. Die in (a) und (b) gezeigten Spektren können optimal ausgewertet werden, da ein eindeutiges Maximum der Schwingungsamplitude vorhanden ist. Das Spektrum in (c) ist von der Lage der Frequenz dem zweiten Biegemode zuzuordnen. Der zweite Biegemode (c) weicht zwar in der Form der Resonanzkurve von der Lorentzform ab, besitzt aber immer noch ein eindeutiges Maximum. Die beiden Resonanzkurven eines zweiten (d) und eines dritten (e) Biegemodes weisen mehr als ein Maximum auf, d.h. Resonanzen unbekanntes Ursprungs tauchen zusätzlich im Frequenzspektrum auf. In diesen Fällen sind die Resonanzfrequenzen der Biegemoden der Blattfeder nicht eindeutig zu ermitteln und somit kann unter Umständen die falsche Frequenz zur Auswertung verwendet werden.



**Abbildung 3-7:** Beispiel für freie Moden mit und ohne Doppelmaximum bei NCL-Balken. Die Form sowohl des ersten Biegemodes (a) als auch des ersten Lateralmoden (b) entspricht theoretischen Berechnungen.<sup>16,28</sup> Der zweite Biegemode (c) weicht zwar in der Form der Resonanzkurve von der Theorie ab, besitzt aber immer noch ein eindeutiges Maximum. Das Anwenden der Theorie der Biegebalken zur Bestimmung der Resonanzfrequenz ist jedoch bereits fragwürdig. Die beiden Resonanzkurven eines zweiten (d) und eines dritten (e) Biegemodes sind nicht mehr auswertbar, da die Resonanzfrequenzen dieser Biegemoden nicht eindeutig zu ermitteln sind.

Die Aufspaltung der Moden in Mehrfachmaxima (Mehrfachresonanzen) tritt sowohl bei freien Resonanzen als auch bei Kontaktresonanzen insbesondere bei den höheren Moden oberhalb von 1 MHz auf. Mehrfachresonanzen finden sich im Spektrum oft frequenznah zu den Biege-, Torsions- und Lateralmoden der Blattfeder und erweisen sich als äußerst störend bei der Bestimmung der Resonanzfrequenzen dieser drei Modentypen.

Mit Hilfe von Finite Elemente Rechnungen wurde untersucht, wie sich Details in der geometrischen Form der Federbalken, die von dem einfachen analytischen Balkenmodell nicht erfasst werden, auf die Resonanzfrequenzen auswirken.<sup>17</sup> Insbesondere wurde untersucht, ob Asymmetrien in der Geometrie des Balkens zu zusätzlichen Resonanzen im Spektrum oder zu Doppelmaxima führen. Abweichungen von einer bestimmten Form des Sensorbalkens konnten jedoch als Ursache für die Resonanzaufspaltung ausgeschlossen werden. Es wurde allerdings gezeigt, dass bei Kontaktmoden die Verschiebung der Position der Sensorspitze weg von der Balkenmitte hin zur Flanke zu einer Modenkopplung von Torsions- und Biegemode führen kann.<sup>28</sup>

In einem im IZFP entwickelten analytischen Ansatz wurde die Aufhängung der Blattfeder mit einer elastischen Anbindung an den Chip beschrieben.<sup>29</sup> Über eine definierte Länge ist die Blattfeder linear elastisch an den Chip gekoppelt, was der Realität in der Aufhängung des Federbalkens eher entspricht als die bisher verwendete starre Anbindung. Es wurde gezeigt, dass es zu Überschneidungen der Resonanzfrequenzen zweier Biegemoden des Federbalkens und somit zum Auftreten von Doppelmaxima kommen kann, wenn die Parameter der elastischen Anbindung entsprechend gewählt werden. Diese Ursache der Modenkopplung kann jedoch die Vielzahl von Aufspaltungen nicht zufrieden stellend erklären.

Eine wichtige Rolle spielen jedoch Resonanzen im Chip, also in der Aufhängung des Federbalkens. Es wurde gezeigt, dass die Aufspaltungen durch Resonanzen im Chip, die sich mit denen der Blattfeder überlagern, erzeugt werden können.<sup>17</sup> Die niedrigsten

Resonanzfrequenzen des Chip können bei ungünstiger Einspannung, wie z.B. in der typischen Halterung in kommerziellen Kraftmikroskopen, schon bei 200-300 kHz liegen. In diesem Fall befindet sich eine Vielzahl von höheren Eigenmoden des Chip im Frequenzbereich bis 3 MHz, der für die Ultraschall-Kraftmikroskopie genutzt wird. Das Spektrum, das detektiert wird, setzt sich aus dem Balkenspektrum und dem Resonanzspektrum des Chip zusammen. Resonanzen des Chip erhöhen die Anregung und führen damit ebenfalls zu einer erhöhten Schwingungsamplitude des Federbalkens, da Chip und Federbalken sich stets gegenseitig anregen. Im Resonanzspektrum des Federbalkens treten somit Resonanzen auf, die nicht durch den Federbalken, sondern durch dessen Aufhängung verursacht werden. Liegt eine Resonanzfrequenz des Chip nahe einer Resonanzfrequenz der Blattfeder, so resultiert dies in einer erzwungenen Schwingung der Blattfeder und somit einem Mehrfachmaximum der Resonanzkurve des Federbalkens. Tsuji et al. realisieren eine starre Einspannung des Chip durch Änderung der Halterung des Chip.<sup>30</sup> Die niedrigsten Eigenresonanzen des Chip liegen somit höher, so dass im betrachteten Frequenzspektrum keine Modenkopplung stattfindet.

Im AFAM-Modus werden Schwingungen in der Probe erzeugt, die sich über die Sensorspitze auf den Federbalken übertragen. Auf diese Weise wird weniger Schallenergie in den Chip eingekoppelt, als wenn die Schwingungserregung direkt am Chip stattfindet. Durch Reflexionen an den Grenzflächen des Chip bzw. Abstrahlung in die Luft geht Energie verloren, so dass zu erwarten ist, dass sich die Moden des Chip im AFAM-Modus weniger stark ausprägen. Im Kontakt könnte eine weitere mögliche Ursache für Mehrfachmaxima das Schwingungsverhalten der Probenoberfläche sein.<sup>29</sup> In diesem Fall nimmt das Schwingungsspektrum der Probe dieselbe Rolle ein wie das Schwingungsspektrum des Chips bei Anregung an der Aufhängung. Je nach Befestigung, geometrischen Abmessungen und Schallgeschwindigkeiten der Welle in der Probe kann das Spektrum der Probenoberfläche sehr unterschiedlich ausfallen. Vorteilhaft ist, dass die untersten Eigenmoden üblicher AFM-Proben meist im Bereich um 1 MHz liegen. Die starken Minima und Maxima der Resonanz in der Probe entstehen durch die Dauerstrichanregung und der damit verbundenen destruktiven und konstruktiven Überlagerung der Schallwellen in der Probe. Bei dem schrittweisen Durchfahren eines Frequenzbereiches, wird die Blattfeder daher je nach Resonanzen in der Probe unterschiedlich stark angeregt. Liegen die Resonanzen der Probe in der Nähe von Resonanzen der Blattfeder, so kann es zu Mehrfachmaxima der Schwingungsamplitude der Blattfeder im Frequenzspektrum kommen.

Wie erwartet, ergeben sich, bei einer festen Anregungsfrequenz, Amplitudenvariationen in der Probe, deren räumliche Frequenzen aber groß sind gegen den Rasterbereich des Kraftmikroskops von maximal  $0,1 \times 0,1 \text{ mm}^2$ . Es ist daher nicht zu erwarten, dass die Amplitudenvariationen den Bildkontrast im AFAM verfälschen. Problematisch sind die räumlichen Interferenzen deshalb, weil die Oberflächenamplitude in den Minima bis auf den Rauschpegel abfällt, so dass an jeder Stelle der Oberfläche bestimmte von der Oberflächenposition abhängige Frequenzbereiche nur schlecht bis gar nicht anregbar sind. Dass die Anregbarkeit von Kontaktresonanzen der AFM-Federbalken von der Position auf der Probe abhängt, wurde bei der systematischen Aufnahme einer großen Anzahl von Kontaktresonanzspektren beobachtet.

Die Schwingungsanregung der Blattfeder erfolgt bei freien Moden über den Chip und die Halterung oder bei Kontaktmoden auch über die Probenoberfläche. Da die Amplitude der erzwungenen Schwingung proportional zur Anregungsamplitude ist, wird das Produkt aus dem Spektrum der Anregung mit dem des Balkens gemessen. Es ist davon auszugehen, dass die beobachteten parasitären Resonanzen in der Regel dem Anregungsspektrum zuzuschreiben sind. Um dieses Problem zu lösen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine

vollständig andere Art der Schwingungsanregung entwickelt, die gezielt nur den Federbalken erreicht.

Bevor diese Anregungsmethode, deren Theorie und praktische Umsetzung erläutert werden, gibt Kapitel 4 einen Überblick über bereits bekannte Anregungsmechanismen.



## 4 Anregung des Federbalkens zu Schwingungen

Im Laufe der Zeit sind verschiedenartige Methoden entstanden, die Blattfeder in der Kraftmikroskopie zu Schwingungen anzuregen. Dazu zählt im Wesentlichen die Anregung mittels piezoelektrischen und magnetischen Aktuatoren. Im ersten Unterabschnitt dieses Kapitels wird ein Überblick über diese Anregungsmethoden gegeben.

### *4.1 Stand der Technik: Anregung der Blattfeder über piezoelektrische oder magnetische Wechselwirkung*

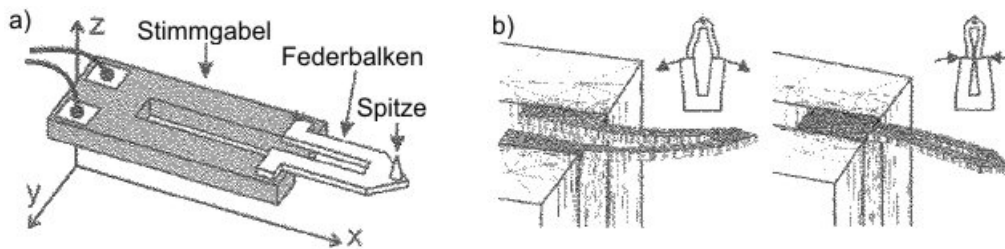
Das Verfahren, das sich wohl am weitesten durchgesetzt hat, ist die Anregung über den piezoelektrischen Effekt. Bei Rasterkraftmikroskopen ist üblicherweise ein piezoelektrischer Aktuator im Federbalken-Halter integriert.<sup>7</sup> Die Dickenschwingung des Piezoelementes erregt den Chip und damit auch die Blattfeder zu Schwingungen. Diese Methode hat sich in der dynamischen Kraftmikroskopie bei Frequenzen von einigen 100 kHz durchgesetzt, wie beispielsweise dem Tapping Mode.

Die Blattfeder kann auch direkt ganz oder teilweise mit einem piezoelektrischen Film beschichtet werden.<sup>31-33</sup> Dieser dient zur Anregung der Blattfeder im so genannten „constant force“ – Modus. Wird eine Spannung an den Film angelegt, so verbiegt sich der Federbalken. In diesem Fall agiert das System Schicht-Balken als Bimorph. Bewegt sich der Federbalken entlang der Probenoberfläche, so wird die Topographie detektiert, indem die Spannung aufgezeichnet wird, die notwendig ist, um die Kraft konstant zu halten.

El Hami und Gauthier-Manuel bringen längs der Oberfläche der Blattfeder Polymerstreifen aus piezoelektrischem PVDF auf, die mit elektrischer Wechselspannung versorgt werden.<sup>34</sup> Dadurch wird die Blattfeder in resonante Schwingungen versetzt. Je nach Mode der Blattfeder erweisen sich andere Beschichtungsstrukturen als sinnvoll.

Des Weiteren ist es möglich, die Blattfeder elektromagnetisch anzuregen.<sup>35-37</sup> Dies wurde für den „Tapping Mode“ in Luft und auch in Flüssigkeiten erfolgreich durchgeführt.<sup>38</sup> Auf der Blattfeder befindet sich eine magnetische Beschichtung, und eine Spule ist in geringem Abstand zur Blattfeder angeordnet. Wird an die Spule eine Wechselspannung angelegt, so wird die Blattfeder durch die Kraftwirkung des magnetischen Feldes, das auf die Beschichtung wirkt, zu Schwingungen angeregt. Kräfte, die zwischen Probe und Spitze wirken, führen zur Resonanzverschiebung der Blattfeder. Die Verschiebung der Resonanzfrequenz wird über eine zweite Spule detektiert.

Eine weitere Anregungsmethode der Blattfeder in der dynamischen Kraftmikroskopie stammt von Akiyama et al.<sup>39</sup> Ein U-förmiger Federbalken ist an einer Stimmgabel befestigt (Abbildung 4-1). Die beiden Arme der Stimmgabel schwingen in der xy-Ebene (Probenebene) gegenphasig. Die Bewegung dieser Arme verursacht im U-förmigen Federbalken sich periodisch ändernde mechanische Spannungen. Um diese Spannungen auszugleichen, wird das freie Ende der Blattfeder, an dem sich die Tastspitze befindet, in z-Richtung ausgelenkt. Kitamura verwendet zwei piezoelektrische Platten, die gegenphasig angesteuert werden, um die Blattfeder in Schwingung zu versetzen.<sup>40</sup>



**Abbildung 4-1:** Ein U-förmiger Federbalken ist an einer Stimmgabel befestigt. Die beiden Arme der Stimmgabel schwingen in der  $xy$ -Ebene (Probenebene) gegenphasig. Die Bewegung dieser Arme verursacht im U-förmigen Federbalken sich periodisch ändernde mechanische Spannungen. Um diese Spannungen auszugleichen, wird das freie Ende der Blattfeder, an dem sich die Tastspitze befindet, in  $z$ -Richtung ausgelenkt.<sup>39</sup>

Ist die Blattfeder in Kontakt mit der Probenoberfläche, so gibt es ebenso verschiedenartige Methoden diese anzuregen. In Kapitel 3 wurden bereits zwei Verfahren angesprochen. Die Blattfeder kann mittels Ultraschallwandler unter der Probe<sup>4,20</sup> oder durch einen Wandler an der Aufhängung der Blattfeder<sup>21,22</sup> angeregt werden. Als Wandler können bei letzterer Methode ein Ultraschallwandler oder die thermoelastischen periodischen Verzerrungen, die durch einen amplitudenmodulierten Laserstrahl erzeugt werden, verwendet werden.

Federbalken mit aufgebrachtem Piezoaktor werden auch kommerziell angeboten. Als Beispiel wird im folgenden Abschnitt die von der Firma Veeco Instruments, Inc. vermarktete Blattfeder vorgestellt.

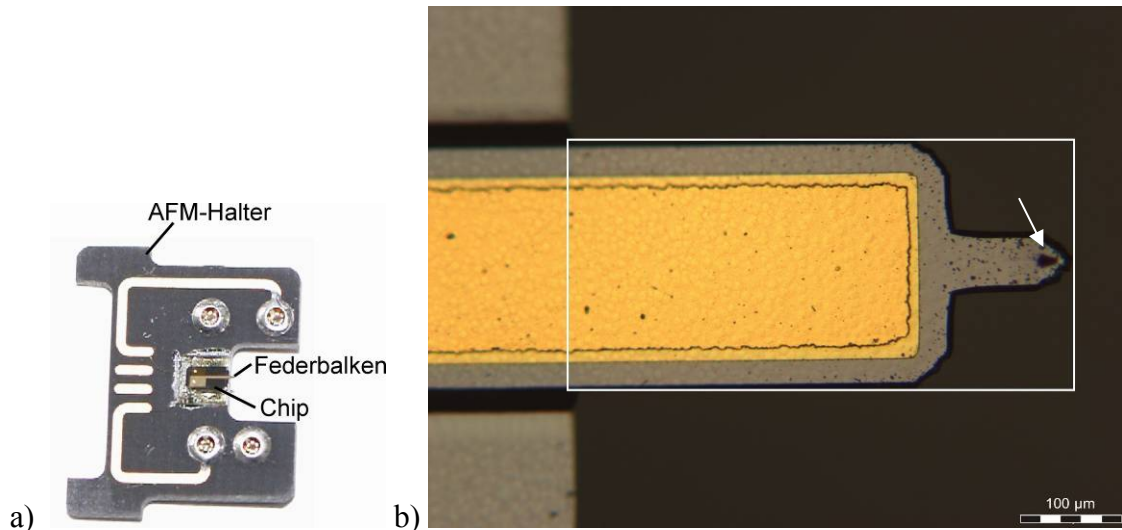
## 4.2 Federbalken mit piezoelektrischem Mikroaktuator (Active Lever)

Die Firma Veeco bietet kommerziell einen Federbalken mit piezoelektrischem Mikroaktuator an („Micro-Actuated Silicon Probes“, DMASP). Abbildung 4-2 b) zeigt eine optische Aufnahme dieses Sensors. Der Federbalken besteht aus einem großen Balken aus Silizium-Einkristall, an dessen freiem Ende sich eine kleinere Blattfeder befindet. Die Tastspitze sitzt am freien Ende des kleinen Balkens. Am linken Rand der Abbildung ist noch ein Stück des Chip zu erkennen, in den der Federbalken übergeht. Auf dem großen Balken und teilweise noch auf dem Chip sind eine Piezoschicht aus ZnO sowie Elektroden aus Gold aufgebracht, die über den Halter kontaktiert werden. Chip und Federbalken sind fest in einem Kraftmikroskop-Halter integriert (Abbildung 4-2 a)). Dies bedeutet, dass die ganze Einheit mit Halter ersetzt werden muss, wenn die Sensorspitze nicht mehr tauglich ist. Aus diesem Grund sind die Kosten des aktivierten Sensors deutlich höher (um den Faktor 3) als die normaler Federbalken.

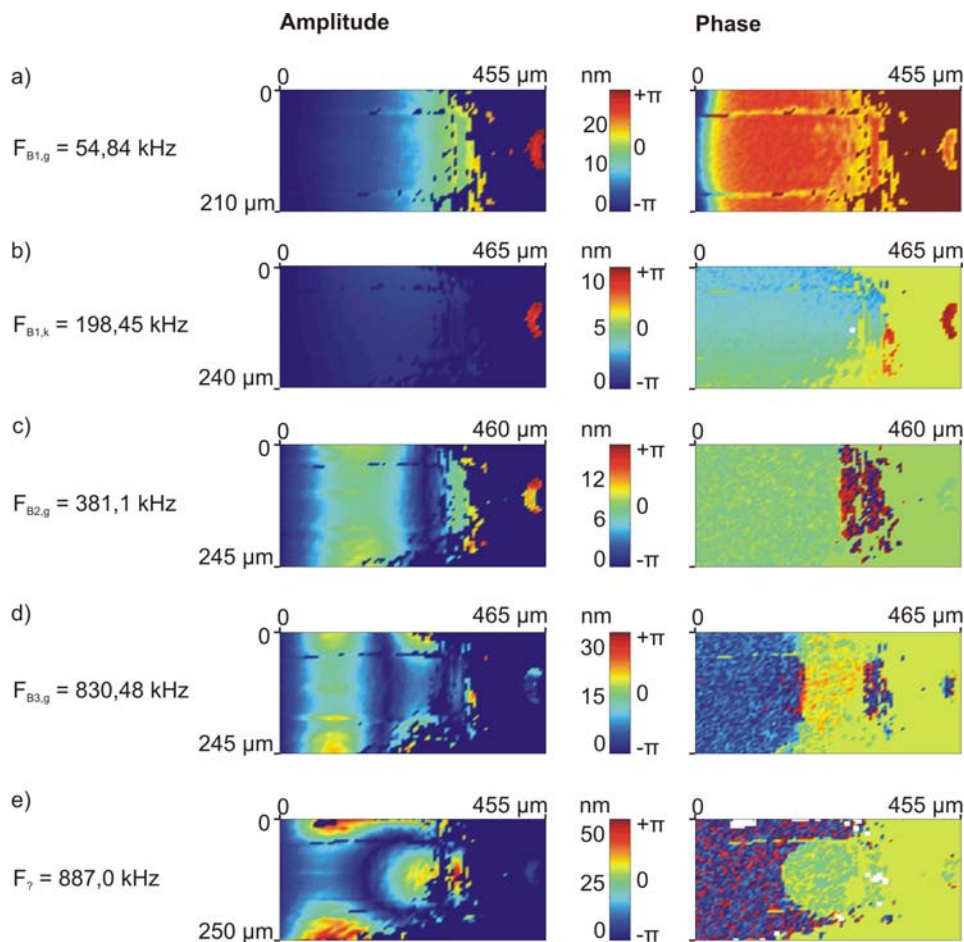
Im Frequenzbereich bis 1,5 MHz wurden die freien Resonanzen des aktiven Sensors mit dem Interferometer detektiert (s. Kapitel 3.3). Der Active Lever ist in einer justierbaren Halterung an einer zweiachsigen Rastereinheit, die durch Schrittmotoren gesteuert wird, befestigt. Eine sinusförmige Spannung wird mit einem Funktionsgenerator an den Piezofilm angelegt, wodurch der große Balken zu Schwingungen angeregt wird. Die Anregung erfolgt also wie im AFM. Die Schwingung des großen Balkens verursacht ebenso eine Auslenkung des kleinen Balkens.

Schwingungsamplitude und Phase des Sensors bei den einzelnen Resonanzfrequenzen wurden in dem in Abbildung 4-2 b) gekennzeichneten Bereich aufgenommen (Abbildung 4-3). Von dem kleinen Balken konnte nur das freie Ende mit dem Interferometer untersucht werden.

Vermutlich bewirkt die aufgebrachte Piezoschicht eine Verbiegung des Federbalkens. Diese Krümmung führt zu Problemen beim Abrastern der Oberfläche mit dem Interferometer, da der Laserstrahl des Interferometers nicht überall senkrecht von der Oberfläche reflektiert wird. Außerdem scheint die Oberfläche des Active Lever rau zu sein, so dass der auftreffende Laserstrahl gestreut und die Abbildung der Auslenkung des Balkens mit dem Interferometer erschwert wird.



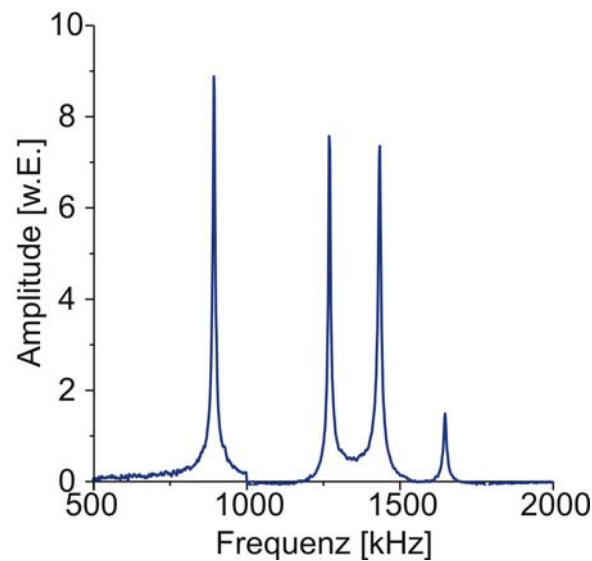
**Abbildung 4-2:** a) Aktiver Sensor, Kraftmikroskop-Halter mit integriertem Chip. b) Optische Mikroskopieaufnahme des aktiven Sensors, Vergrößerung ca. 10000-fach. Die Piezoschicht aus ZnO mit den Elektroden ist goldgelb, das Silizium der Balken grau. Der gekennzeichnete Bereich wurde bei den interferometrischen Messungen abgebildet. Die Tastspitze, mit der AFM-Messungen durchgeführt werden, ist mit einem Pfeil gekennzeichnet.



**Abbildung 4-3:** Interferometrisch gemessene Schwingungsamplitude (linke Seite) und Phase (rechte Seite) eines aktiven Sensors bei verschiedenen Resonanzfrequenzen. a), c) und d) zeigen die ersten drei Biegemoden des großen Balkens: a)  $f = 54,84$  kHz, c)  $f = 381,1$  kHz und d)  $f = 830,48$  kHz. Die Resonanz des kleinen Balkens ist in b) gezeigt bei einer Frequenz von  $f = 198,45$  kHz. Bei e) handelt es sich um eine unbekannte Schwingungsform, die weder einem Biegemode noch einem Torsions- oder Lateralmode zuzuordnen ist ( $f = 887,0$  kHz).

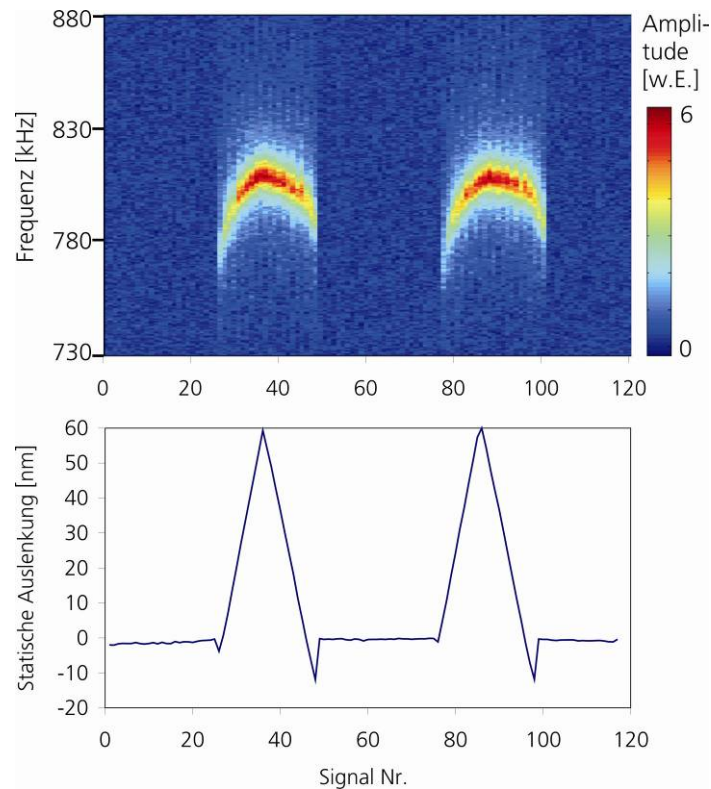
In Abbildung 4-3 ist auf der linken Seite die Schwingungsamplitude und auf der rechten Seite die Phase bei fünf verschiedenen Resonanzfrequenzen dargestellt. Bei den Moden in Abbildung 4-3 a), c) und d) handelt es sich um die ersten drei Biegeschwingungen des großen Balkens. Wie durch Simulationen bestätigt wurde, ist der Mode in Abbildung 4-3 b) eine Resonanz des kleinen Balkens. Abbildung 4-3 e) zeigt eine Schwingungsform, die weder einem Biegemode noch einem Torsions- oder Lateralmode zuzuordnen ist. Es wurden noch weitere unbekannte Schwingungsformen detektiert, auf die jedoch hier nicht näher eingegangen wird.

Abbildung 4-4 zeigt das Frequenzspektrum eines Active Levers ohne Probenkontakt im Frequenzintervall  $f = 500 - 2000$  kHz. Die Messung wurde mit dem AFM Dimension 3000 durchgeführt. Die Resonanzen erscheinen sehr klar und ohne Mehrfachmaxima. Jedoch ist auch deutlich zu erkennen, dass oberhalb von 1 MHz mehrere Resonanzen vorhanden sind, da es sich sowohl um Resonanzen des kleineren als auch des großen Balkens handelt.



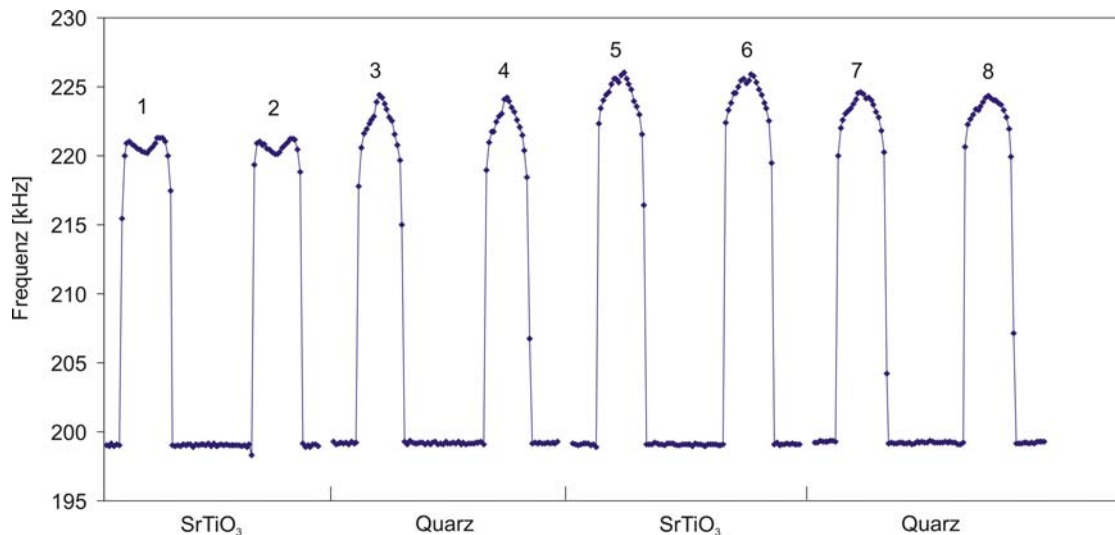
**Abbildung 4-4:** Frequenzspektrum eines Active Levers ohne Probenkontakt.

Um die Eignung des aktiven Sensors für die Kontaktresonanzspektroskopie zu untersuchen, wurden mit dem IZFP-eigenen Ultraschallzusatz am AFM auf Referenzproben aus Strontiumtitanat ( $\text{SrTiO}_3$ ) und Quarzglas Messungen durchgeführt. Anstatt Spektren einzeln bei wenigen statischen Auflagekräften aufzuzeichnen, werden bei dieser Vorgehensweise Kraft-Abstandsmessungen durchgeführt, wobei die Spektren kontinuierlich bei variabler Auflagekraft aufgenommen werden. Es wird eine maximale statische Auslenkung der Blattfeder für die Messungen festgelegt. Im Kraft-Abstand-Modus wird die statische Auflagekraft automatisch kontinuierlich bis zum Erreichen der maximalen Auslenkung erhöht und dann wieder erniedrigt (s. Abbildung 4-5). Der Federbalken befindet sich also zunächst nicht in Kontakt und wird dann an die Probe herangefahren, bis Kontakt entsteht. Die Auflagekraft wird bis zum vorher definierten Maximalwert erhöht. Anschließend wird der Federbalken wieder von der Probe weg aus dem Kontakt herausgefahren. Währenddessen werden mit Hilfe eines Labview-Programms kontinuierlich Spektren im Bereich der Kontaktresonanz aufgenommen und gespeichert (Abbildung 4-5). Im erfassten Frequenzbereich ist keine Resonanz zu erkennen, wenn die Spitze frei ist. In Kontakt erscheint die Resonanz, deutlich ist dann die Erhöhung der Resonanzfrequenz mit steigender Auflagekraft, sowie die Abnahme beim Zurückziehen des Balkens zu erkennen. Gleichzeitig wird die statische Auflagekraft des Federbalkens aufgezeichnet, da die Kontrolle der statischen Auflagekraft sich als kritisch für die Auswertung der Messungen herausgestellt hat. Durch dieses Verfahren ist sichergestellt, dass die maximale Auflagekraft bei allen Messungen gleich ist. Die aktuelle statische Auslenkung kann zu jedem Spektrum ausgelesen werden. Instabile Messungen, bei denen die Probe zum Beispiel relativ zur Spitze driftet, können anhand der Kraft-Abstands-Kurven erkannt werden. Die in Abbildung 4-5 gezeigte Darstellung der Spektren erlaubt einen schnellen Überblick, wie sich Form, Amplitude und Lage der Kontaktresonanzfrequenz mit der Auflagekraft ändern.



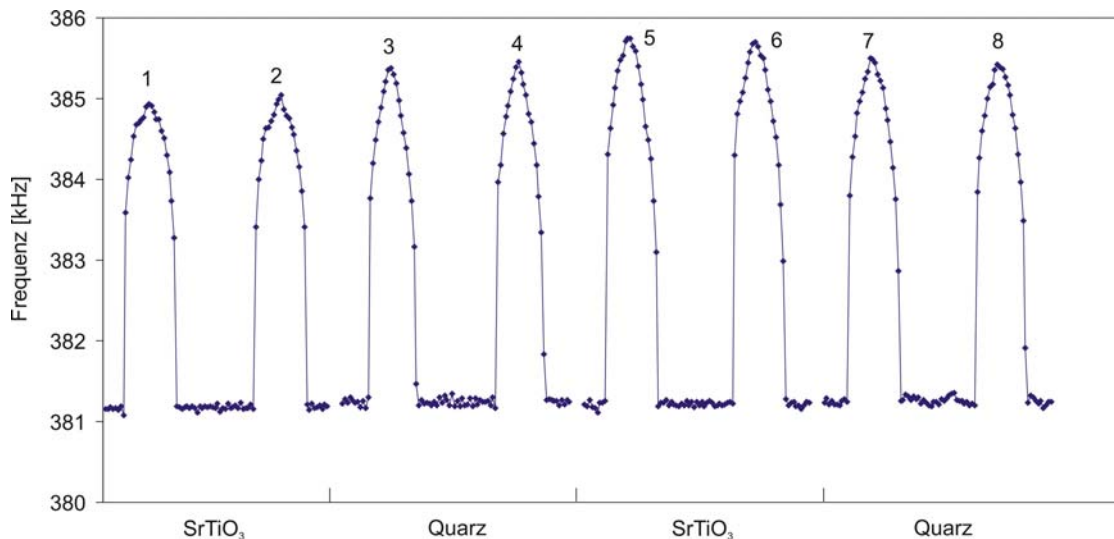
**Abbildung 4-5:** Beispiel für eine Kontaktresonanz-Messung im Kraft-Abstands Modus. Die Spitze wird kontinuierlich an die Probenoberfläche angenähert, Spektren (oben) und statische Auslenkung des Federbalkens (unten) werden aufgezeichnet. Ist ein voreingestellter Maximalwert der statischen Auslenkung erreicht (hier 60 nm), so wird die Spitze wieder zurückgezogen. Die Grafik zeigt zwei Messzyklen.

Zunächst wurden auf der  $\text{SrTiO}_3$ -Probe alle Kontaktresonanzfrequenzen bis 2 MHz detektiert, dann wurde zu Quarzglas gewechselt. Die niedrigen Biegemoden der Federbalken lassen sich im Kontakt sehr gut anregen. Bei den Messungen tritt keine Aufspaltung von Resonanzen auf. Die Verschiebung zwischen freien Moden und Kontaktresonanzen ist auf  $\text{SrTiO}_3$  und Quarzglas wesentlich geringer als dies bei NCL-Balken zu erwarten ist. Grund dafür ist, dass die Federkonstante  $k_F$  des Active Lever mit ca. 3 N/m sehr gering und somit viel geringer als die Kontaktsteifigkeit ist. Ist das Verhältnis von Kontaktsteifigkeit zur Federkonstanten der Blattfeder groß, so ist die Verschiebung der Resonanzfrequenzen vom freien zum Kontaktmode geringer (vgl. auch Kapitel 7).<sup>19</sup>



**Abbildung 4-6:** Verschiebung der ersten Biegeresonanzfrequenz des kleinen Balkens auf Referenzproben aus SrTiO<sub>3</sub> und Quarzglas bei kontinuierlicher Veränderung der Auflagekraft. Die freie Resonanz des Modes liegt bei  $f = 198,45$  kHz.

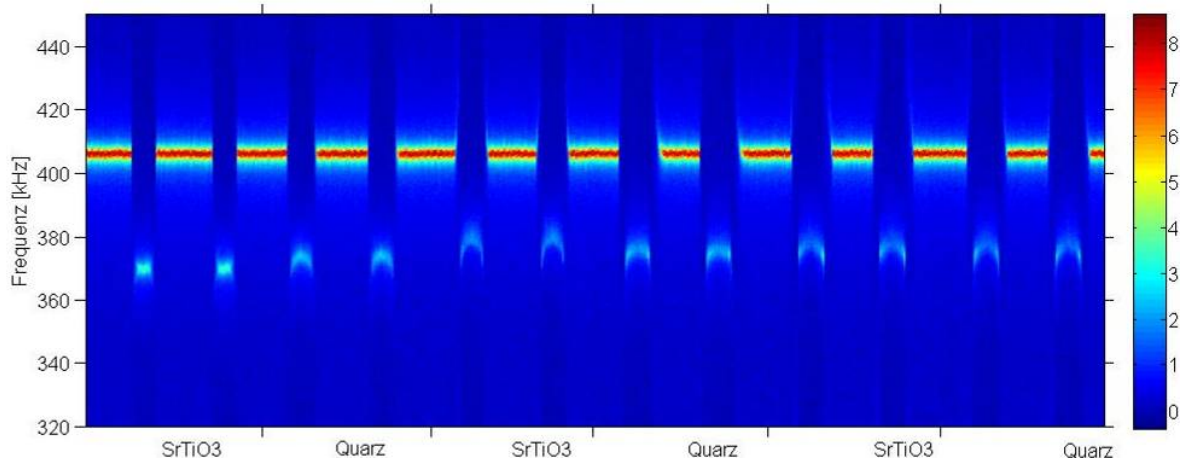
In Abbildung 4-6 ist die Verschiebung der ersten Biegeresonanz des kleinen Balkens bei Messungen auf den Proben SrTiO<sub>3</sub> und Quarzglas dargestellt. Es wurden jeweils 2 Zyklen auf einer Probe aufgenommen, dann wurde die Probe gewechselt. Zunächst ist die freie Resonanz der kleinen Blattfeder bei  $f = 198,45$  kHz sichtbar, dann die Kontaktresonanz und ihre Verschiebung bei steigender und abnehmender Auflagekraft, dann wieder die freie Resonanz u.s.w. Auffällig ist, dass die Kontaktresonanzfrequenz bei den ersten beiden Messungen auf SrTiO<sub>3</sub> (1 und 2) niedriger ist als bei den ersten beiden Messungen auf Quarzglas (3 und 4). Dies lässt auf Abnutzung der Spitze und somit Erhöhung der Kontaktfläche (vgl. Kapitel 3.4) beim Wechsel von SrTiO<sub>3</sub> zu Quarzglas schließen. Bei den nächsten Messungen ist die Resonanzfrequenz auf SrTiO<sub>3</sub> (5 und 6) höher als die auf Quarzglas (7 und 8). Bei den beiden ersten Messungen (1 und 2) auf SrTiO<sub>3</sub> ist ein Bereich zu erkennen, in dem sich die Kontaktresonanzfrequenz mit steigender Auflagekraft zu niedrigeren Frequenzen hin verschiebt, die Ursache hierfür ist ungeklärt. Bei den weiteren Messungen steigt jedoch die Resonanzfrequenz wie erwartet mit steigender Auflagekraft an. In Abbildung 4-7 ist die Verschiebung der Resonanzfrequenzen des zweiten Biegemodes des großen Balkens dargestellt. Auch hier liegt die Kontaktresonanzfrequenz bei den ersten beiden Messungen auf SrTiO<sub>3</sub> niedriger als auf Quarzglas, vermutlich ist dies ebenfalls auf Abnutzung der Spitze und somit größerem Kontaktradius zurückzuführen.



**Abbildung 4-7:** Verschiebung der zweiten Biegeresonanzfrequenz des großen Balkens auf Referenzproben aus  $\text{SrTiO}_3$  und Quarzglas bei kontinuierlicher Veränderung der Auflagekraft. Die freie Resonanz des Modes liegt bei  $f = 381,1$  kHz.

Ein Vorteil des aktiven Sensors ist die verbesserte sehr effektive Anregung ohne Aufspaltung der Moden. Der aktive Sensor hat aber eine wesentlich komplexere Struktur als ein einfacher Siliziumbalken, was die quantitative Auswertung der Kontaktresonanzen zur Bestimmung von lokalen Probeneigenschaften wesentlich erschwert. Aufgrund der komplexen Geometrie des Sensors können seine Moden nicht mit dem einfachen analytischen Modell ausgewertet werden. In Kapitel 7 wird die Verwendung eines Active Lever für die quantitative Auswertung besprochen. Während Abbildung 4-6 und Abbildung 4-7 die erwartete Erhöhung der Frequenzen in Kontakt zeigen, führten analoge Messungen mit anderen aktiven Sensoren zu gegenteiligen Ergebnissen. In Abbildung 4-8 ist eine freie Resonanz als rote Linie zu erkennen. In Kontakt verschiebt sich die Resonanzfrequenz nach unten. Die Gründe dafür liegen wahrscheinlich in der komplexen Geometrie des Sensors und der Ausbildung neuer Arten von Moden aufgrund der veränderten Geometrie. Nachteil ist auch die relativ geringe Gesamtsteifigkeit des Sensors, die es nicht erlaubt, die für die Kontaktresonanzspektroskopie notwendigen hohen Auflagekräfte zu erzeugen, die für AFAM-Messungen an Metallen und Keramiken notwendig sind. Diese Tatsachen sprechen zurzeit gegen einen Einsatz des aktiven Sensors, so, wie er kommerziell erhältlich ist, für quantitative Kontaktresonanzspektroskopie an Metallen und Keramiken. Modifikationen des Sensors für Ultraschall-Kraftmikroskopie wären jedoch denkbar. An Polymeren kann der aktive Sensor jedoch eingesetzt werden, wie später in Kapitel 7 gezeigt wird.





**Abbildung 4-8:** Verschiebung einer Resonanzfrequenz auf Referenzproben aus SrTiO<sub>3</sub> und Quarzglas. Verwendet wurde ein anderer aktiver Sensor als der, dessen Messergebnisse in Abbildung 4-7 gezeigt sind, jedoch des gleichen Typs. Die Kontaktresonanzen liegen tiefer als die freien Moden. Die Farbskala entspricht der Schwingungsamplitude in willkürlichen Einheiten.

### 4.3 Erregung der Blattfeder mittels Schottky-Barriere

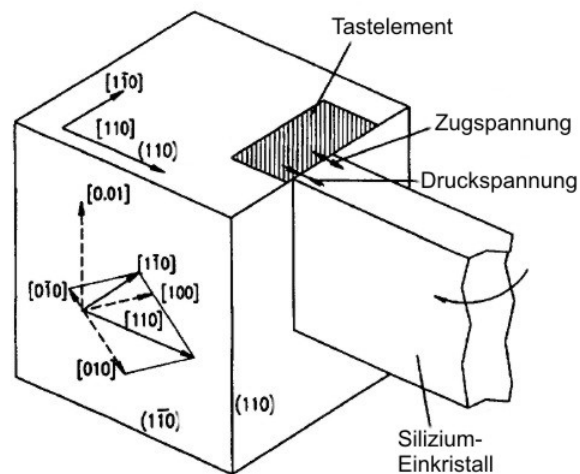
Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Erregung der Blattfeder entwickelt, die weder auf dem klassischen piezoelektrischen noch auf einem magnetischen Wechselwirkungsmechanismus beruht. Idee war es, eine Schottky-Barriere zu nutzen. Bringt man ein Metall mit einem Halbleiter zusammen, so entsteht an der Grenzfläche eine Potentialbarriere. Verwendet man beispielsweise einen Goldfilm und n-dotiertes Halbleitermaterial, so bildet sich eine Raumladungzone bei Polung in Sperrichtung an der Grenzfläche aus, die auch Schottky-Barriere genannt wird. Die Raumladungzone koppelt über verschiedene Effekte an die Gitterverzerrung (s. Kapitel 4.3.4). Im folgenden Kapitel wird der Stand der Technik erläutert, inwiefern Schottky-Barrieren bereits im Bereich von MEMS, der Kraftmikroskopie und zur Ultraschallerzeugung genutzt werden.

#### 4.3.1 Stand der Technik: Anwendungen der Schottky-Barriere bei MEMS, als Sensor in der Rasterkraftmikroskopie und zur Schallerzeugung

Bereits 1874 beobachtete Ferdinand Braun die gleichrichtende Wirkung von Metall-Halbleiter-Kontakten.<sup>41</sup> Schottky et al. trugen jedoch als Erste zum Verständnis der Gleichrichterwirkung bei, indem sie von einer Potentialbarriere an der Grenzfläche der beiden Materialien ausgingen.<sup>42</sup> Schottky<sup>43</sup> und unabhängig davon Mott<sup>44</sup> schlugen ein Modell vor, um die Höhe und die Form der Barriere zu berechnen. Schottky-Dioden gehören zu den elektronischen Bauelementen. In den 60-er und 70-er Jahren erfuhr die Forschung zu Schottky-Barrieren mit zunehmender Bedeutung der Halbleiter-Industrie neuen Aufschwung.

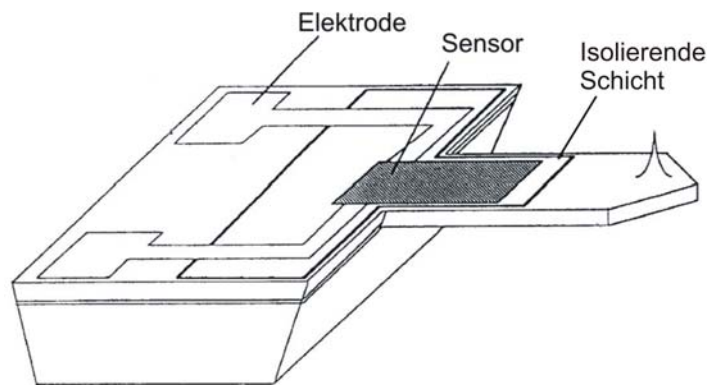
Haronian berichtet von einer Anwendung des Schottky-Kontaktes im Rahmen von MEMS.<sup>45</sup> Ein Schottky-Kontakt wird als ein Element verwendet, das empfindlich auf Dehnungen und somit indirekt auf Auslenkungen einer Vorrichtung, insbesondere von Balken reagiert (Abbildung 4-9). An einem Ende des Balkens befindet sich eine Schottky-Diode, die als integriertes Tastelement dient. Wirken Kräfte auf den Balken, so wird dieser ausgelenkt, was zur Dehnung des Kristallgitters führt. Diese Dehnung beeinflusst direkt die elektrischen Eigenschaften des Schottky-Kontaktes, wie die Beweglichkeit der Ladungen und somit den

elektrischen Widerstand. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung an das Tastelement kann diese Änderung des elektrischen Widerstandes anhand des Stromes, der fließt, detektiert werden.



**Abbildung 4-9:** Der Schottky-Kontakt wird als Sensor im Rahmen von MEMS verwendet, der empfindlich auf Dehnungen reagiert. Auslenkungen des Balkens und somit Dehnungen des Kristallgitters führen zu mechanischen Spannungen, die die elektrischen Eigenschaften des Tastelementes ändern. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung können diese Änderungen des elektrischen Widerstandes anhand des Stromes, der fließt, detektiert werden.<sup>45</sup>

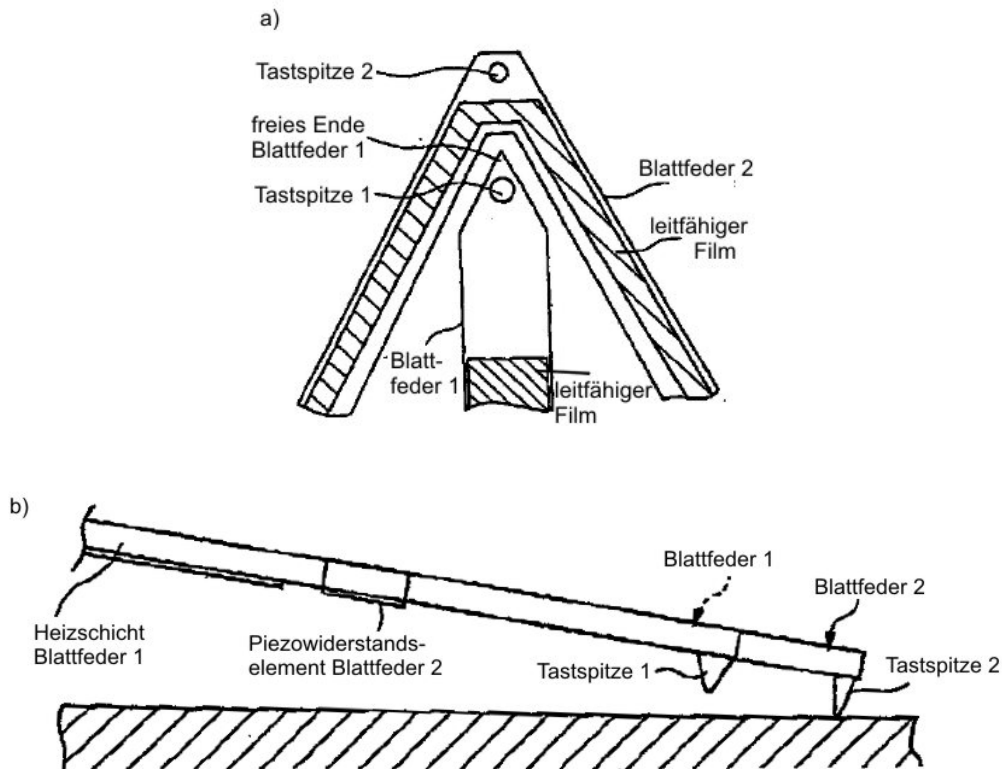
Takahashi et al. verwenden die Schottky-Diode ähnlich wie Haronian im vorangehenden Abschnitt.<sup>46</sup> Bei Takahashi et al. befindet sich die Schottky-Diode jedoch auf einer AFM-Blattfeder und wird zur Detektion der Auslenkung der Blattfeder genutzt (Abbildung 4-10). Rastert die Spitze der Blattfeder die Probenoberfläche ab, so wird die Blattfeder ausgelenkt und es kommt zur Verbiegung der Blattfeder. Diese Verbiegung führt zu mechanischen Spannungen, wodurch der Schottky-Kontakt, der sich auf der Blattfeder befindet, wie im vorangehenden Abschnitt beschrieben, seine elektrischen Eigenschaften ändert. Takahashi diskutiert jedoch nicht welche elektrischen Eigenschaften sich im Detail ändern. Über Elektroden wird eine elektrische Spannung an die Blattfeder angelegt. Ändert sich der elektrische Widerstand der Diode, so wird dies anhand der Stromänderung detektiert. Die Stromänderung in Abhängigkeit der Änderung der mechanischen Spannung, und somit die Empfindlichkeit des Sensors, ist umso größer, je größer die mechanische Spannung ist. Daher bringen Takahashi et al. auf den Federbalken teilweise eine isolierende Schicht, beispielsweise aus  $\text{SiO}_2$ , auf. Dieser Film dient dazu, die Blattfeder ständig unter mechanischer Spannung zu halten. Takahashi schlägt außerdem unterschiedliche Anordnungen der Schottky-Diode auf der Blattfeder vor. Die Empfindlichkeit des Sensors steigt mit zunehmender Größe der mit Metall beschichteten Fläche. Gleichzeitig steigen jedoch die Leckströme mit größer werdender Fläche an, was der Empfindlichkeit entgegenwirkt. Außerdem ist es sinnvoll, die Diode an der Stelle auf der Blattfeder anzubringen, an der die Gitterverzerrung am größten ist, d.h. am befestigten Ende des Federbalkens.



**Abbildung 4-10:** Der Schottky-Kontakt dient als Sensor in der Rasterkraftmikroskopie, der die Auslenkung der Blattfeder detektiert.<sup>46</sup>

Eng und Rangelow beschreiben ein Verfahren, das, sowohl auf dem piezoresistiven Effekt beruhend Topographie-Änderungen detektieren kann, als auch mit Hilfe eines Heizdrahtes die Sensorspitze statisch und dynamisch bewegt.<sup>47</sup> Die Silizium-Blattfeder ist rundum mit einer Isolierschicht versehen und erst auf dieser Schicht befinden sich zum einen der Heizdraht und zum anderen eine Metallschicht. Durch den Heizdraht wird die Temperatur der gesamten Blattfeder erhöht. Da Halbleiter, Isolierschicht und Metallschicht einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizient haben, kommt es aufgrund des Bimorph-Effektes zur Verbiegung der Blattfeder.

Das von Shimizu et al. beschriebene Verfahren verwendet, wie im vorhergehenden Abschnitt, einen piezoresistiven Sensor, um Änderungen in der Topographie der Probe zu detektieren.<sup>48</sup> Bei Auslenkung der Spitze aufgrund von Topographieunterschieden in der Probe, ändert sich der Widerstand im piezoresistiven Element. Es werden 2 Federbalken als Doppelhebel verwendet (s. Abbildung 4-11). Die Tastspitze 1 der Blattfeder 1 tastet die Probe mit niedriger und die Tastspitze 2 der Blattfeder 2 mit hoher lateraler Auflösung ab. Jeder der beiden Balken hat an seinem Ende ein Heizelement angebracht. Die Heizelemente erzeugen einen Temperaturgradienten im Halbleitermaterial der Blattfedern, wodurch es zur Verbiegung kommt. Sie dienen dazu, die statische Position der beiden Federbalken getrennt voneinander zu verändern, so dass immer nur eine der beiden Spitzen in Kontakt mit der Probenoberfläche sein kann.



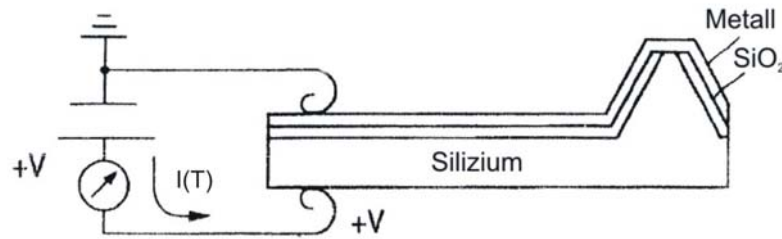
**Abbildung 4-11:** 2 Federbalken werden als Doppelhebel verwendet. a) Die Tastspitze 1 der Blattfeder 1 tastet die Probe mit niedriger und die Tastspitze 2 der Blattfeder 2 mit hoher lateraler Auflösung ab. Über 2 getrennte Heizelemente können die Spitzen der Blattfedern unabhängig voneinander in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht werden. b) zeigt die Tastspitze 2 der Blattfeder 2 in Kontakt mit der Probe. Die Topographie der Probe wird jeweils über einen piezoresistiven Sensor detektiert.<sup>48</sup>

Das von Takyama et al. dargestellte Verfahren detektiert ähnlich dem optischen Rasternahfeldmikroskop (Scanning Nearfield Optical Microscope, SNOM) auftreffendes Licht, jedoch unter Ausnutzung einer Schottky-Diode.<sup>49</sup> Ein Federbalken aus dotiertem Halbleitermaterial ist an der Sensorspitze mit Metall beschichtet, wodurch sich eine Schottky-Barriere ausbildet. Trifft Licht von der Probe kommend auf die Diode auf, so werden freie Ladungsträger erzeugt und die elektrische Leitfähigkeit der Diode ändert sich. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung über Elektroden an die Diode, kann das einfallende Licht über die Änderung des Stromes detektiert werden.

Alvis et al.<sup>50</sup> und Oesterschulze und Kassing<sup>51</sup> beschreiben ein Verfahren für die Rastersondenmikroskopie, das eine Schottky-Barriere ausnutzt, um Temperaturveränderungen in dem zu untersuchenden Objekt zu detektieren. Die Schottky-Diode befindet sich an der Tastspitze. An die Diode wird eine Gleichspannung  $U$  angelegt (Abbildung 4-12). Der Strom  $I(T)$ , der durch die Diode fließt, ist abhängig von der Temperatur  $T$

$$I(T) = I(0) \left( e^{\frac{qU}{k_B T}} - 1 \right), \quad \text{Gl. 4-1}$$

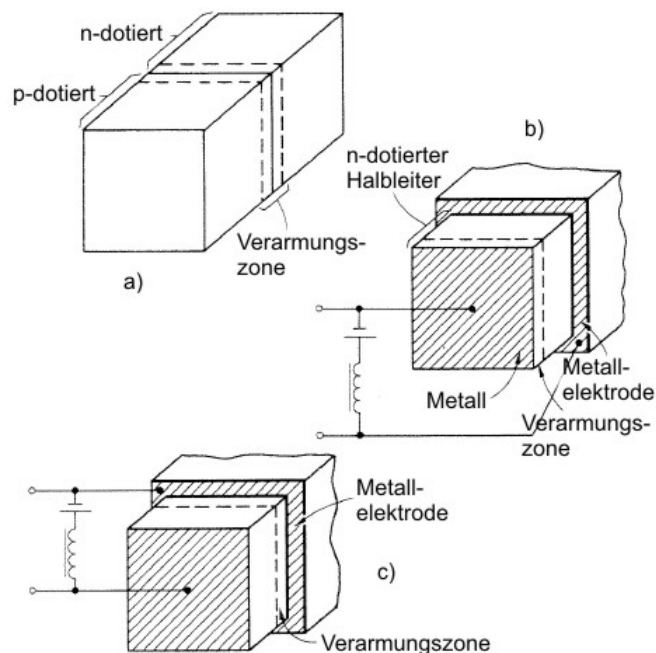
wobei  $q$  die Elementarladung und  $k_B$  die Boltzmann Konstante ist. Rastert die Spitze über eine Probe mit unterschiedlicher Temperaturverteilung, so kann diese Temperaturverteilung anhand der Stromänderung detektiert werden.



**Abbildung 4-12:** Die Schottky-Barriere, die sich am Ende der Tastspitze befindet, dient dazu, Temperaturänderungen zu detektieren.<sup>50</sup>

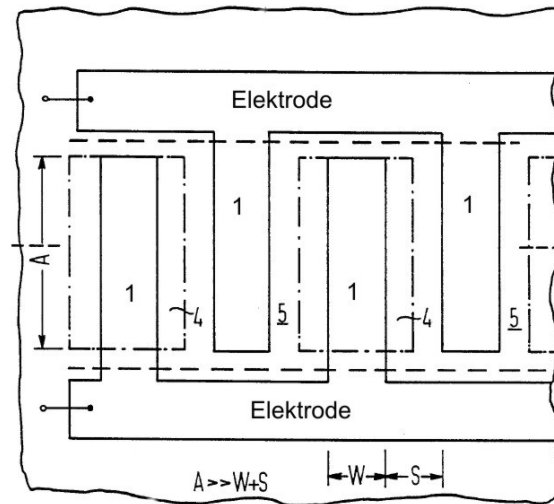
Des Weiteren berichten einige Arbeitsgruppen über die Verwendung der Schottky-Barriere zur Schallerzeugung und zur Anregung von Schwingungen.

White<sup>52</sup> und Takada et al.<sup>53</sup> berichten von einem Ultraschallwandler bestehend aus dem piezoelektrischen Halbleiter GaAs, dessen Effektivität durch Ausnutzung einer Schottky-Barriere verbessert wird. Der Wandler aus piezoelektrischem Halbleitermaterial ist mit einem Metall verbunden (Abbildung 4-13). Im piezoelektrischen Material ist die mechanische Spannung zum elektrischen Feld proportional. Die Effektivität des Schallwandlers ist am größten, wenn die Leitfähigkeit gering ist. Durch den Metall-Halbleiter-Kontakt bildet sich im Halbleiter eine Raumladungszone aus, die an freien Ladungsträgern verarmt ist. Die Verarmungszone hat einen hohen elektrischen Widerstand und das E-Feld fällt über die Raumladungszone ab, welche als Kondensator wirkt. Mechanisch dient der Halbleiter als Medium, durch das die Ultraschallwellen übertragen werden. Die Dicke der Raumladungszone beeinflusst die Effektivität des Schallwandlers. Maximale Effektivität würde erreicht, falls sie der halben Wellenlänge des Schalls entspräche. Das würde, wegen der Dicke der Raumladungszone von ca. 200 nm, zu Frequenzen von ca. 50 GHz führen, die bisher nicht mit dieser Art von Schallwandler erreicht wurden.



**Abbildung 4-13:** Variationen des Ultraschallwandlers mit Raumladungszone. (a) p-n-Verbindung innerhalb eines Halbleiters. (b) Verarmungsschicht als Wandler ohne angelegte Spannung. (c) Verarmungsschicht als Wandler mit angelegter Spannung.<sup>52</sup>

Grassl berichtet von einem Prinzip zur Erzeugung von akustischen Oberflächenwellen mittels Anordnung von abwechselnd p- und n-dotierten Halbleiterschichten, bzw. alternativ eine Anordnung von abwechselnd Schottky-Kontakten und Ohmschen Kontakten (Abbildung 4-14).<sup>54</sup> Bei elektrischer Vorspannung bilden sich Raumladungszonen. Es kommt zu mechanischen Spannungen in der Oberflächenzone, die zur Oberflächenwellenanregung genutzt werden. Die Kopplung der Raumladungszone an die Gitterverzerrung erklärt Grassl über Elektrostriktion.



**Abbildung 4-14:** Anordnung von p-dotierten (4) und n-dotierten (5) Bereichen zur Erzeugung von Oberflächenwellen in einem nicht-piezoelektrischen Halbleiter. Mit der Zahl 1 sind die Finger gekennzeichnet, die die dotierten Bereiche kontaktieren.<sup>54</sup>

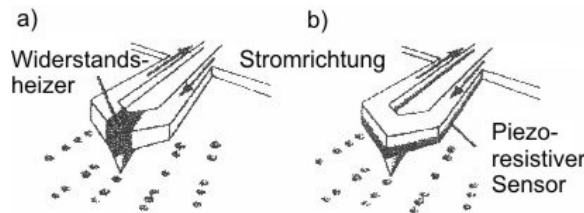
Bjerkan erzeugt Schottky-Dioden, indem mehrere Metallschichten nebeneinander auf einem Dielektrikum angeordnet werden.<sup>55</sup> Durch Anlegen einer Spannung an diese Digitalfinger erzeugt er ein räumlich periodisches elektrisches Feld, das, analog zu<sup>54</sup>, Oberflächenwellen anregt. Der Effekt wird durch geladene Oberflächenregionen erklärt, die sich unter dem Metall-Dielektrikum-Kontakt ausbilden. Die Kopplung an die Gitterverzerrung erfolgt über Elektrostriktion. Außerdem kann er die gleiche Anordnung zur Detektion von Wellen nutzen. Erreichen Oberflächenwellen diese Anordnung, so induzieren sie eine Polarisation in den Schottky-Kontakten. Er verwendet ausschließlich nicht-piezoelektrisches Material.

Todorovic et al. beobachten, dass der Halbleiter bei einem Metall-Halbleiter-Kontakt mechanische Verformung erfährt, wenn überschüssige freie Ladungen erzeugt werden.<sup>56</sup> Sie bestrahlen das Metall mit monochromatischem Licht. Ist die Energie der Strahlung genügend groß, wandern Elektronen vom Metall in den Halbleiter. Sie beobachten eine Gitterverzerrung, wenn Ladungen erzeugt werden.

Takahashi et al. regen die Blattfeder über den thermischen Effekt an.<sup>57</sup> Sie bringen ein Heizelement auf die Silizium-Blattfeder auf. Über dem Heizelement befindet sich eine Metallschicht. Da die Metallschicht und das Silizium einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten haben, dehnen sie sich bei Erwärmen durch das Heizelement unterschiedlich stark aus (Bimorph-Effekt).

Chui et al. nutzen Silizium-Federbalken mit integriertem Widerstandsheizter und piezoresistivem Sensor (s. Abbildung 4-15).<sup>58</sup> Mittels integriertem Widerstandsheizter wird

die AFM-Tastspitze auf Temperaturen bis zu 170°C erhitzt, so dass durch lokale Schmelzvorgänge Strukturen, z.B. in Kunststoffen, wie PMMA (Polymethylmethacetat) thermomechanisch eingebracht werden und zur Speicherung digitaler Informationen genutzt werden können. Die Kontaktierung des Heizelementes erfolgt über eine Metallschicht, die größtenteils durch eine Oxidschicht von dem Halbleiter getrennt ist. Außerdem befindet sich an der Blattfeder ein piezoresistiver Sensor, um die Änderungen in der Topographie zu detektieren und somit digitale Informationen auszulesen.



**Abbildung 4-15:** Silizium-Federbalken mit (a) integriertem Widerstandsheizler und (b) piezoresistivem Sensor zur thermomechanischen Datenspeicherung. Die Heizeinrichtung dient zum Schreiben und der piezoresistive Sensor zum Auslesen von Informationen.<sup>58</sup>

Die vorangehenden Abschnitte zeigen, dass eine Schottky-Barriere durchaus zur Schwingungsanregung genutzt werden kann. In dieser Arbeit soll dieser Effekt weiter untersucht werden. Der Federbalken wird mit Metall beschichtet, so dass sich eine Schottky-Barriere ausbildet. Durch Anlegen einer Wechselfspannung sollte es möglich sein, die Blattfeder zu Schwingungen anzuregen. Dies ist eine Erregung, die direkt im Federbalken wirkt. Die nächsten beiden Kapitel zeigen die Herstellung der Blattfeder und experimentelle Ergebnisse. Wie in Kapitel 4.3.3 demonstriert wird, werden Mehrfachresonanzen mit der beschriebenen Methode weitestgehend vermieden. Die möglichen Kopplungsmechanismen der Barriere an die Gitterverzerrung, wie Elektrostriktion, Coulomb-Kräfte, Deformationspotential oder auch thermische Effekte, werden danach in Kapitel 4.3.4 diskutiert.

### 4.3.2 Herstellung der Blattfeder mit Schottky-Barriere

Eine Blattfeder kann relativ einfach modifiziert werden, um eine erzwungene Schwingung mit Hilfe des Schottky-Effektes anregen zu können. Diese Modifizierung ist nicht zeitintensiv, kostengünstig und reproduzierbar. Die kommerziell erhältlichen Blattfedern, die im Rahmen dieser Arbeit zur Schottky-Anregung abgeändert wurden, bestehen aus n-dotiertem Silizium (Dotierung: Antimon) und haben einen spezifischen Widerstand von 0,01-0,025 Ohm cm. Die Oberfläche der Sonden beginnt allerdings sofort nach deren Herstellung, sich zu passivieren, so dass nach der Herstellung eine 1-2 nm dicke Siliziumdioxidschicht vorliegt.

Um eine Schottky-Barriere zu erzeugen, werden die Silizium-Blattfedern mit Metall beschichtet, wofür zunächst Gold verwendet wurde. Eine Goldschicht der Dicke 50-150 nm wird auf eine Seite der Blattfeder aufgedampft. In späteren Versuchen wurde Platin gleicher Dicke an Stelle von Gold aufgedampft. Da die Austrittsarbeit von Platin größer ist als die von Gold, ist auch die Barriere größer und somit auch die Dicke der Raumladungszone (s. Gl. 4-5 und Gl. 4-10). Nachdem eine gewisse Mindestdicke der Metallschicht von einigen Atomlagen, bzw. wenigen 10 nm überschritten ist, um einen geschlossenen Metallfilm auf dem Halbleiter zu erzeugen, spielt die Dicke der Metallschicht für die Effektivität der Schottky-Barriere keine Rolle. Überschreitet sie jedoch eine gewisse Dicke, erfährt die

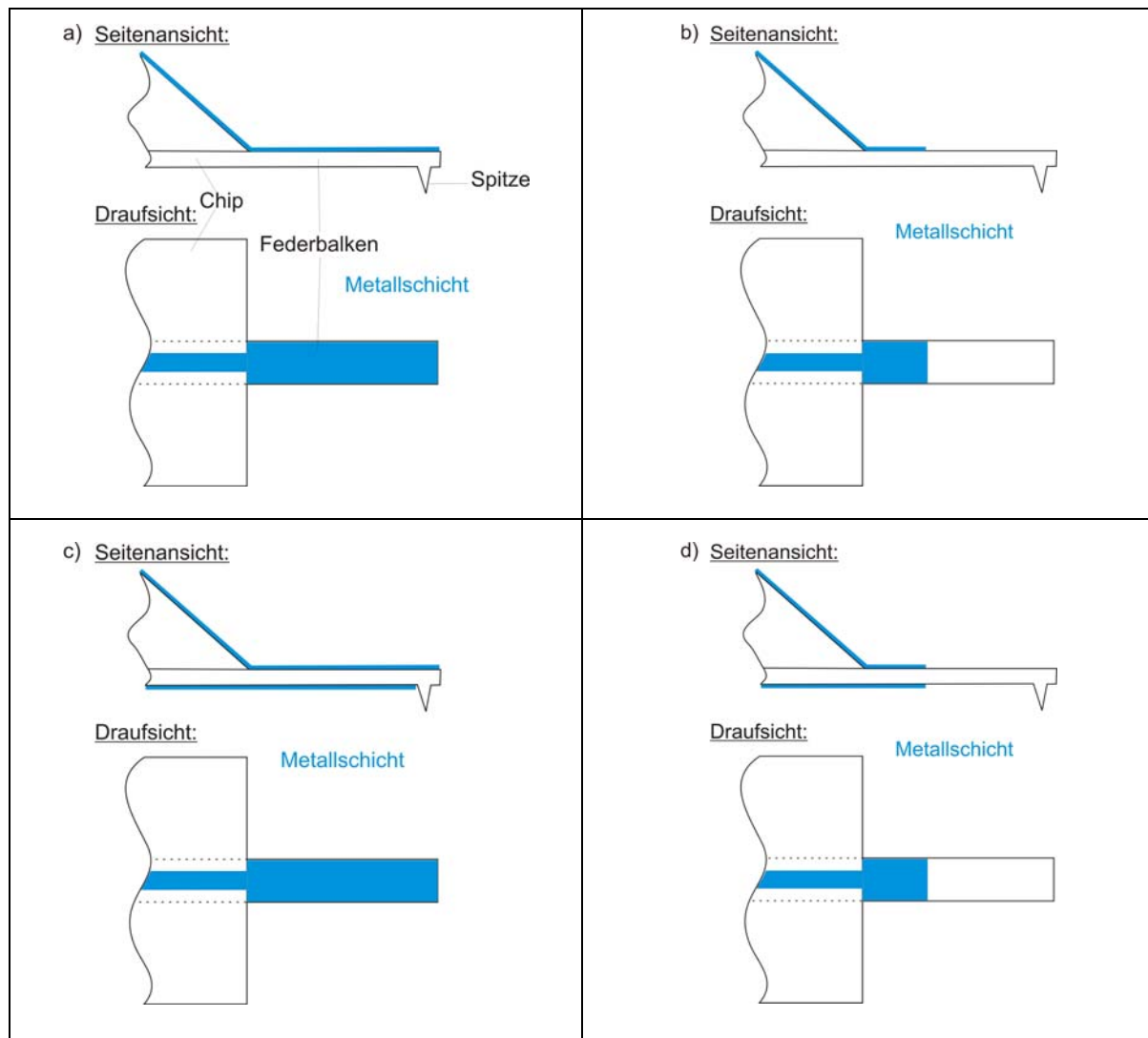
Blattfeder eine statische Verbiegung aufgrund von mechanischen Spannungen in der Grenzfläche.

Sowohl bei Gold als auch bei Platin ist die Austrittsarbeit der Metalle größer als die Elektronenaffinität des Halbleiters Silizium. Da der Halbleiter negativ dotiert ist, bildet sich eine Raumladungszone im Halbleiter, die verarmt ist an Elektronen und somit nur noch positiv geladene Donatorionen enthält. Dies wird in Kapitel 4.3.4 näher erläutert.

Die bis zu 2 nm dicke Siliziumdioxidschicht, die sich zwischen Metall und Halbleiter befindet, kann in Bezug auf die Eigenschaften der Schottky-Barriere vernachlässigt werden, da der Potentialverlust der Elektronen durch die Oxidschicht vernachlässigbar ist im Vergleich zu dem in der Verarmungszone. Die Elektronen können durch die Oxidschicht tunneln.<sup>59</sup> Der geringe Einfluss der Oxidschicht wurde auch experimentell bestätigt. Bei einigen Federbalken wurde unmittelbar vor der Beschichtung der natürliche Siliziumdioxid-Film mittels Flusssäure (HF-Dip) entfernt. Danach wurden alle Blattfedern auf der der Tastspitze abgewandten Seite mit Platin der Dicke 130 nm beschichtet. Zum Vergleich wurden Federbalken verwendet, die beschichtet waren, aber noch eine Oxidschicht unter der Beschichtung aufwiesen. Es konnten in den Experimenten keine wesentlichen Unterschiede in der Effektivität der Anregung festgestellt werden. Die Spektren zweier Blattfedern hier in einem Diagramm gegenüberzustellen macht jedoch wenig Sinn, da sich zwei verschiedene Blattfedern immer leicht im Spektrum unterscheiden. Daraufhin wurde bei weiteren Beschichtungen die Oxidschicht nicht mehr entfernt.

Die Blattfedern wurden teilweise einseitig (die der Spitze abgewandte Seite der Blattfeder, im Folgenden mit „Rückseite der Blattfeder“ bezeichnet) und teilweise auf beiden Seiten beschichtet. In einigen Fällen wurden die Seiten komplett beschichtet, in anderen Fällen wurden sie nur teilweise beschichtet. In Abbildung 4-16 sind die Seiten- und die Draufsicht einer beschichteten Blattfeder gezeigt. In Abbildung 4-16 a) ist die Blattfeder auf der Rückseite komplett mit Metall beschichtet, in Abbildung 4-16 b) lediglich teilweise, d.h. zu ca. einem Drittel beschichtet. Abbildung 4-16 c) und d) zeigen die Blattfeder beidseitig beschichtet, c) komplett und d) teilweise.





**Abbildung 4-16:** Seiten- und Draufsicht einer Blattfeder, die a) einseitig komplett, b) einseitig teilweise zu einem Drittel, c) beidseitig komplett und d) beidseitig teilweise beschichtet ist.

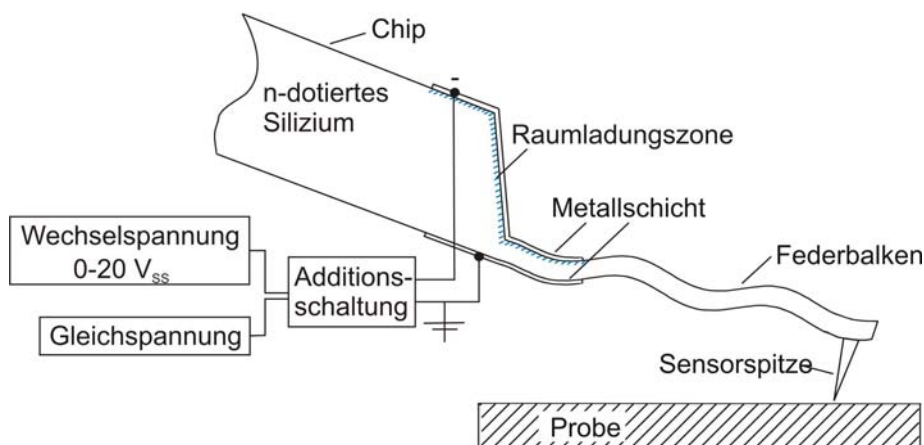
Wird nur die Schwingungsform eines einzelnen Modes betrachtet, so ist die Beschichtung des gesamten Balkens nicht sinnvoll. Beispielsweise ist eine komplette Beschichtung der Blattfeder zwar bei der ersten freien Biegeresonanz förderlich, wirkt aber ab der zweiten Biegeresonanz der Anregung der Blattfeder entgegen, da höhere Schwingungsmoden mehrere Knoten und Schwingungsbäuche enthalten.

### 4.3.3 Experimentelle Ergebnisse

#### 4.3.3.1 Anregung im Kraftmikroskop

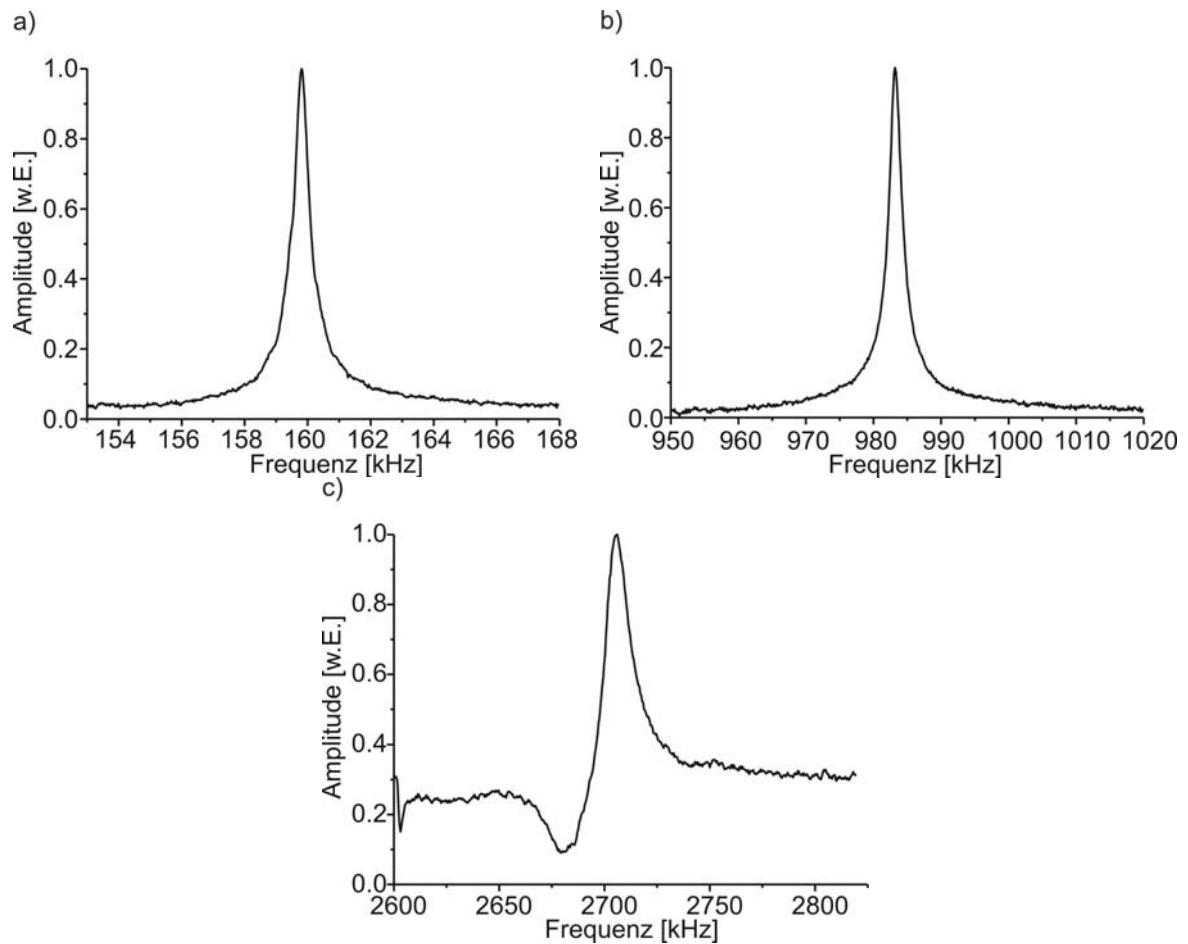
Abbildung 4-17 zeigt den experimentellen Aufbau für die Anregung der Blattfederschwingungen mittels Schottky-Barriere. Der Federbalken aus n-dotiertem Silizium ist, analog zu Abbildung 4-16 d), auf beiden Seiten teilweise mit Metall beschichtet. Außerdem ist ein Teil des Chips mitbeschichtet, um die Kontaktierung der Metallschicht auf der Blattfeder zu ermöglichen. Die Fläche der Elektrode auf dem Chip sollte jedoch möglichst klein gehalten werden, um Streukapazitäten zwischen der Elektrode auf dem Chip und der

Probe zu vermeiden. Diese Kapazitäten sind unerwünscht, da sie eine zusätzliche Schwingungsanregung der Blattfeder bewirken können und somit die Empfindlichkeit der Messung verschlechtern. Eine Wechselspannung wird mit einer Gleichspannungskomponente über eine elektrische Schaltung addiert und an die obere Metallschicht angelegt. Die Metallschicht an der Spitzenseite der Blattfeder ist geerdet. Bei negativer Vorspannung vergrößert sich die Raumladungszone an der Rückseite der Blattfeder und bei positiver Vorspannung die an der Spitzenseite. Abhängig von der Vorspannung ist daher immer eine Schottky-Barriere aktiv, die die Blattfeder anregt. Die Wechselspannung ändert die räumliche Ausdehnung der Verarmungszone periodisch. Hierdurch sollte, wie später in Kapitel 4.3.5 auch erklärt wird, der Federbalken zu Schwingungen angeregt werden. Die Detektion der Federbalkenschwingung erfolgt analog dem in Kapitel 3.4 beschriebenen Aufbau für die Ultraschall-Kraftmikroskopie.

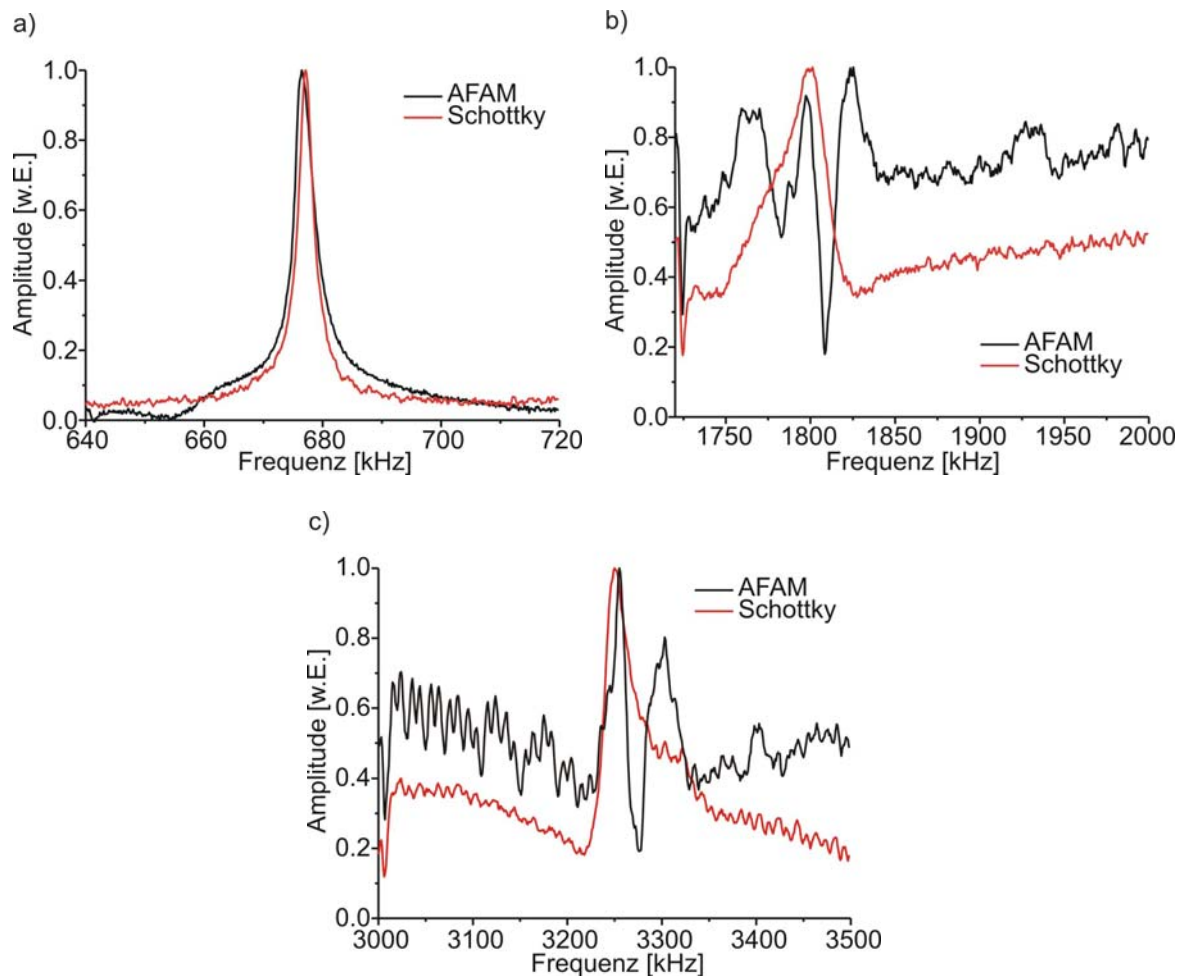


**Abbildung 4-17:** Prinzipskizze der Anregung von Blattfederschwingungen mittels einer Schottky-Barriere. Der Federbalken aus n-dotiertem Silizium ist auf beiden Seiten partiell mit Metall beschichtet. In der Grenzfläche zwischen beiden Materialien bildet sich eine Schottky-Barriere, d.h. es entsteht eine an Elektronen verarmte Raumladungszone im Halbleiter. An die Metallschichten werden eine Gleich- und eine Wechselspannung angelegt. Eine Gleichspannung mit negativem Vorzeichen verstärkt die obere Barriere und baut die untere ab, eine positive Vorspannung bewirkt den umgekehrten Effekt.

Mit dieser Methode können tatsächlich freie Moden der Blattfeder (Abbildung 4-18) und Kontaktresonanzen (Abbildung 4-19) angeregt werden. In Abbildung 4-18 sind die ersten drei freien Biegemoden einer mit Platin beschichteten NCL-Blattfeder dargestellt. Diese Blattfeder wurde analog zu Abbildung 4-16 a) auf der Rückseite ganz mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet. Die Resonanzkurven weisen keine Mehrfachmaxima auf. Abbildung 4-19 zeigt die erste und zweite Kontaktresonanz auf einer  $\text{SrTiO}_3$ -Probe bei Anregung über die Schottky-Barriere (rote Kurve) im Vergleich zur Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe gemäß der AFAM-Technik (schwarze Kurve). Die Spektren wurden nacheinander an der gleichen Stelle aufgenommen, ohne die Spitze aus dem Kontakt zu fahren. Bei der Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf tritt Modenaufspaltung auf, wie in Abbildung 4-19 zu sehen ist. In Abbildung 4-19 b) und c) ist bei AFAM-Anregung nicht zu erkennen, bei welchem Maximum es sich um die eigentliche Biegekontaktresonanzfrequenz der Blattfeder handelt. Die Modenaufspaltung ist bei Anregung über die Schottky-Barriere nicht zu beobachten und die Resonanzfrequenz ist eindeutig ermittelbar.

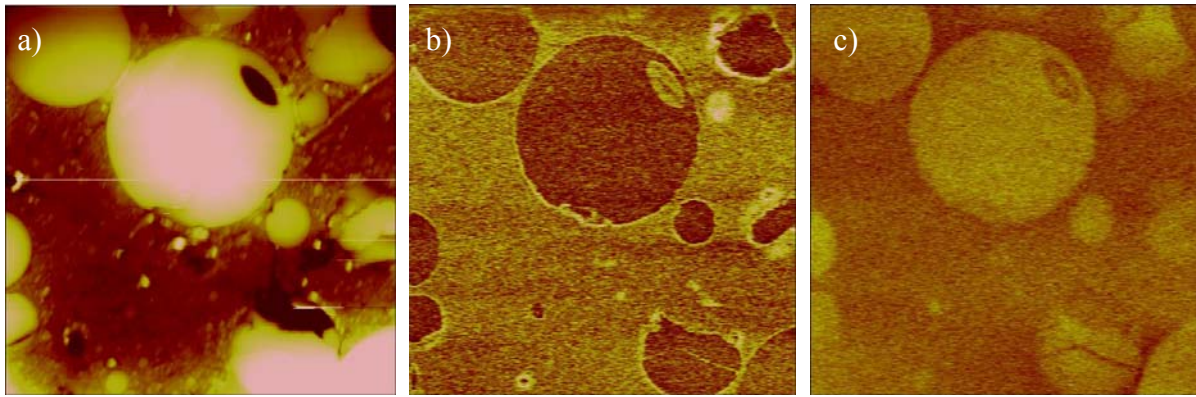


**Abbildung 4-18:** a) Erste, b) zweite und c) dritte freie Biegeresonanz bei Anregung der Blattfeder mittels einer Schottky-Barriere. Der Federbalken ist auf der Rückseite komplett mit einer Platin-Schicht der Dicke 68 nm beschichtet (Federkonstante  $k_F = 37 \text{ N/m}$ ,  $6,8 \times 33 \times 229 \text{ } \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).



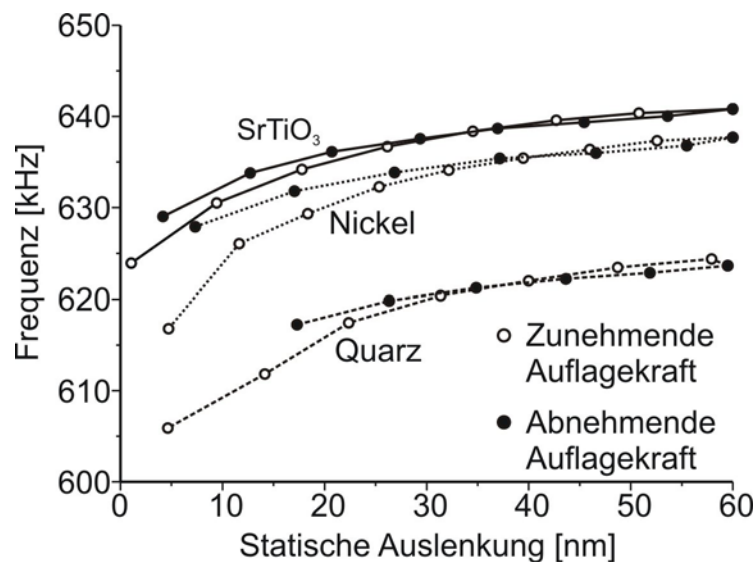
**Abbildung 4-19:** a) Erste, b) zweite und c) dritte Biegekontaktresonanz auf einer  $\text{SrTiO}_3$ -Probe. Bei Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe (schwarze Kurve) treten Mehrfachresonanzen auf. Bei Anregung mittels Schottky-Barriere (rote Kurve) verschwinden die Mehrfachmaxima fast komplett. Der Federbalken ist auf der Rückseite komplett mit einer Platin-Schicht der Dicke 68 nm beschichtet (Federkonstante  $k_F = 37 \text{ N/m}$ ,  $6,8 \times 33 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

Da insbesondere bei der ersten Kontaktresonanzfrequenz eine gute Anregungsmöglichkeit gegeben ist, können mit der Schottky-Anregung außerdem akustische Bilder aufgenommen werden. Abbildung 4-20 zeigt AFM-Aufnahmen auf einer Probe aus Epoxidharz mit eingeschlossenen Glaskugeln. In Abbildung 4-20 a) ist die Topographie, in Abbildung 4-20 b) und Abbildung 4-20 c) die Schwingungsamplitude im gleichen Bereich der Probe bei einer Frequenz b) unterhalb bzw. c) oberhalb der Resonanzfrequenz zu sehen. Deutlich ist die Kontrastumkehr zu erkennen, die in Kapitel 3.4 erläutert wurde. Oberhalb der Resonanzfrequenz erscheinen steife, unterhalb weiche Bereiche auf der Probe heller. In der Topographie kann man teilweise nicht unterscheiden, ob es sich um eine Glaskugel handelt oder um Epoxidharz. Aufgrund der akustischen Bilder kann diese Unterscheidung eindeutig getroffen werden.



**Abbildung 4-20:** a) Topographie und b)/c) Schottky-Aufnahme einer Epoxidprobe mit Glaseinschlüssen. b) bei der 1. Biegekontaktresonanzfrequenz auf Epoxid,  $f = 620,6 \text{ kHz}$ , Wechselspannung =  $6 V_{SS}$ , Gleichspannung =  $+6 \text{ V}$ ; c) bei der 1. Biegekontaktresonanzfrequenz auf Glas,  $f = 684,2 \text{ kHz}$ , Wechselspannung =  $8 V_{SS}$ , Gleichspannung =  $+6 \text{ V}$ . Die Blattfeder ist auf der Rückseite komplett mit Gold der Dicke  $97 \text{ nm}$  beschichtet. Die Bildgröße beträgt  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ .

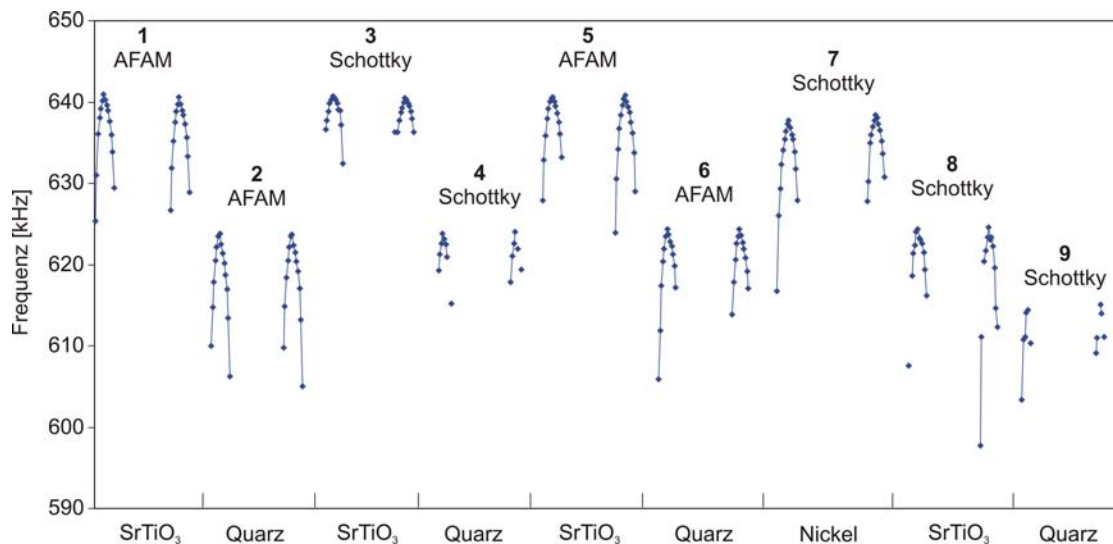
Wie bei der Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf, verschieben sich bei Anregung über die Schottky-Barriere erwartungsgemäß die Kontaktresonanzen mit steigender Auflagekraft hin zu höheren Frequenzen (Abbildung 4-21). Es wurden Kontaktresonanzen auf  $\text{SrTiO}_3$ , Nickel und Quarzglas aufgenommen. Deutlich ist auch der Unterschied in den Resonanzfrequenzen auf den verschiedenen Proben zu erkennen. Man erkennt häufig eine Hysterese zwischen den Kurven, die sich aus der zunehmenden und der abnehmenden Auflagekraft ergeben. Bei ansteigender Auflagekraft sind Resonanzfrequenz und auch Amplitude niedriger als beim Zurückziehen des Sensors. Diese Hysterese lässt sich durch Adhäsion der Spitze an der Oberfläche beim Zurückziehen der Spitze erklären.



**Abbildung 4-21:** Kontaktresonanzfrequenzen als Funktion der statischen Auflagekraft. Angeregt wurde die erste Biegekontaktresonanz mittels Schottky-Barriere. Der Federbalken ist auf der Rückseite komplett mit einer Platin-Schicht der Dicke  $68 \text{ nm}$  beschichtet (Federkonstante  $k_F = 34 \text{ N/m}$ ,  $6,7 \times 32 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

Abbildung 4-22 zeigt den Vergleich der Kontaktresonanzfrequenzen bei Schottky-Anregung mit denen bei AFAM-Anregung auf den unterschiedlichen Proben  $\text{SrTiO}_3$ , Quarzglas und Nickel. Abgebildet ist auf jeder Probe die Verschiebung der ersten Biegekontaktresonanzfrequenz mit erst steigender und dann abnehmender Auflagekraft (analog zu Abbildung 4-5). Die Verschiebung der Kontaktresonanzfrequenz wurde auf jeder

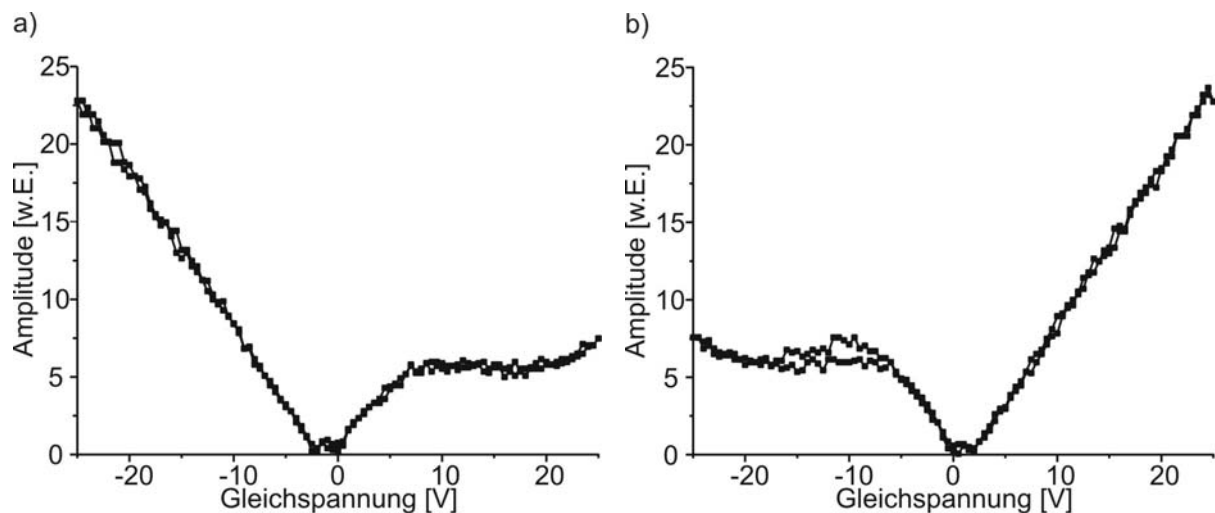
Probe zweimal detektiert, bevor zur nächsten Probe gewechselt wurde. Auf der gleichen Probe unterscheiden sich die Resonanzfrequenzen zwischen den beiden Techniken nicht. Wie auch bereits in Abbildung 4-21 sind deutliche Unterschiede der Resonanzfrequenzen zwischen den unterschiedlichen Proben zu erkennen. Nach Messung 7 auf Nickel mit der Schottky-Anregung hat sich vermutlich die Spitzenform und somit der Kontaktradius geändert, so dass sich die Resonanzfrequenz bei den weiteren Messungen insgesamt hin zu niedrigeren Frequenzen verschoben hat. Die Veränderung der Spitzenform ist erfahrungsgemäß durch Verschleiß der Spitze bedingt.<sup>29</sup>



**Abbildung 4-22:** Frequenzverschiebung der ersten Biegekontaktresonanzfrequenz in Abhängigkeit der Auflagekraft. Die Kontaktresonanzfrequenzen bei Anregung mittels Schottky-Barriere wurden mit denen bei Anregung mittels Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe (AFAM) auf den Materialien SrTiO<sub>3</sub>, Quarzglas und Nickel verglichen. Die Messserie erfolgte analog zur Messserie aus Abbildung 4-5. Der Federbalken ist auf der Rückseite komplett mit einer Platin-Schicht der Dicke 68 nm beschichtet (Federkonstante  $k_F = 34 \text{ N/m}$ ,  $6,7 \times 32 \times 229 \text{ } \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

Interessant ist außerdem die Abhängigkeit der Schwingungsamplitude von dem angelegten Gleichspannungs- und Wechselspannungsanteil. Solche Untersuchungen können Aufschluss geben über die Effekte, die zu der Schwingungserregung der Blattfeder beitragen (s. Kapitel 4.3.4). In Abbildung 4-23 ist die Schwingungsamplitude in Abhängigkeit von der Gleichspannungskomponente für den ersten freien Biegemode aufgetragen. Die Wechselspannung beträgt konstant  $0,5 V_{SS}$ . Die verwendete Blattfeder ist, analog zu Abbildung 4-16 d), beidseitig teilweise mit Platin beschichtet. Die beiden Metallschichten sind voneinander getrennt. In Abbildung 4-23 a) ist die Wechselspannung mit überlagerter Gleichspannung an die Spitzenseite des Federbalkens angelegt, während die Rückseite geerdet ist. Bei negativer Gleichspannung dehnt sich die Raumladungszone auf der Spitzenseite aus und die auf der Rückseite verschwindet. Bei der Messung aus Abbildung 4-23 a) steigt die Schwingungsamplitude bei negativ angelegter Gleichspannung stärker an als bei positiver Gleichspannung. Dies bedeutet, dass die Schottky-Barriere auf der Spitzenseite effektiver arbeitet als die auf der Rückseite. Da die Metallschicht auf beiden Seiten auf die gleiche Art und Weise hergestellt worden ist, und somit keine Unterschiede in der Metallschicht bestehen, ist der Grund für die unterschiedliche Effektivität in der Kontaktierung der Schichten, bzw. der kontaktierten Gesamtfläche der einzelnen Metallschichten zu suchen. In Abbildung 4-17 sieht man schematisch, dass die Seite des Chip, die sich an der Rückseite der Blattfeder anschließt, geneigt ist. Die Seite, die an der Spitzenseite der Blattfeder endet, ist nicht geneigt. Die Beschichtung erfolgte in beiden Fällen durch Aufdampfen. Bei geneigten Kanten ist es denkbar, dass die Schicht nicht geschlossen

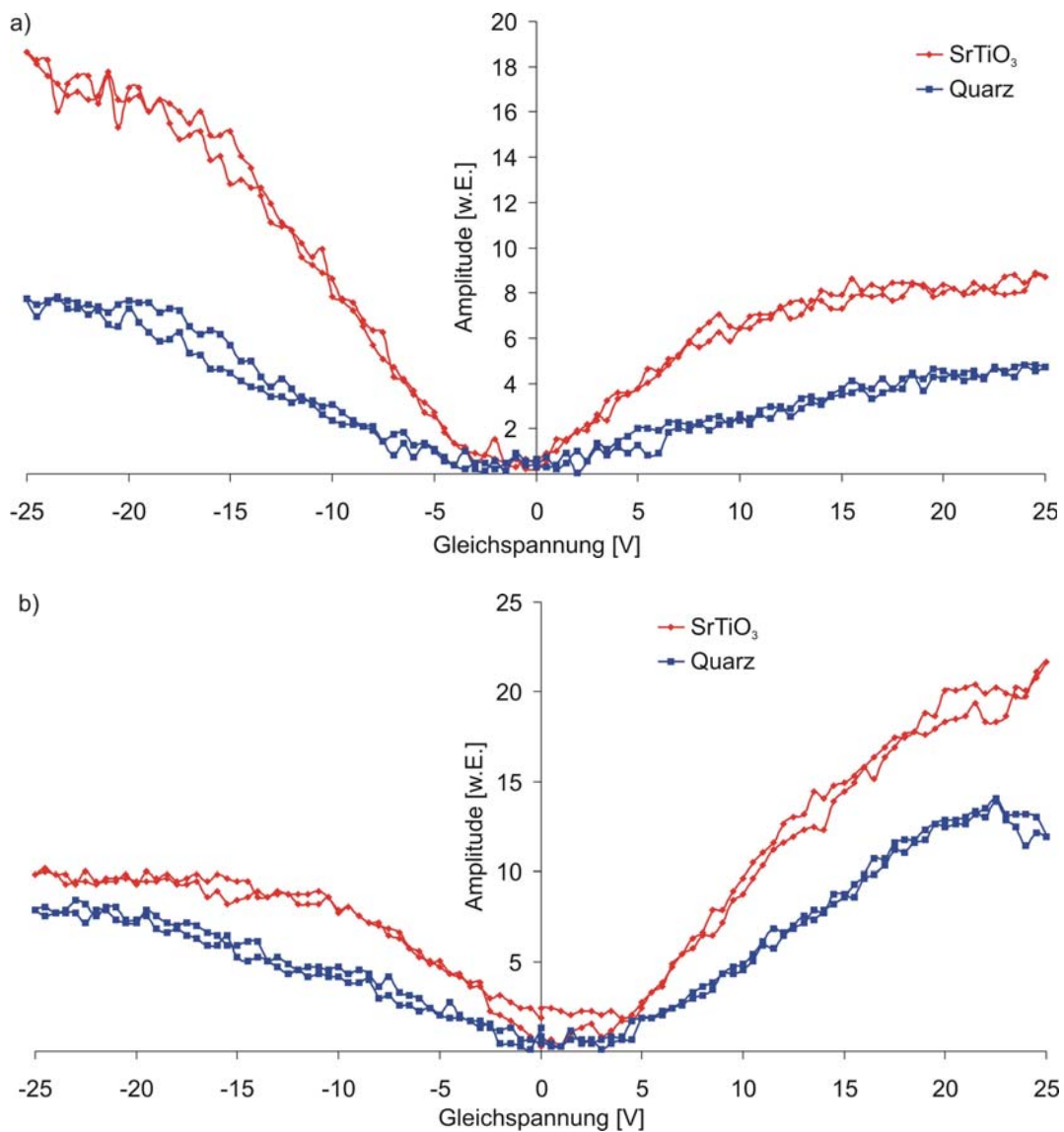
ist, bzw. dass sich nur wenige Platin-Atome darauf ablagern. Diese Vermutung könnte anhand von Widerstandsmessungen überprüft werden, was im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht durchgeführt worden ist. Nimmt man dennoch an, dass die Kontaktierung der Blattfeder durch die geneigte Kante unterbrochen ist, so arbeitet lediglich die Barriere auf dem Chip. Anregung auf dem Chip, d.h. an der Aufhängung der Blattfeder, ermöglichen ebenfalls die Anregung von Resonanzen des Federbalkens. Die Effektivität, gerade bei der Anregung des ersten Modes, ist jedoch geringer als bei unmittelbarer Anregung auf dem Federbalken. Dies würde die Abhängigkeit in Abbildung 4-23 a) erklären. In Abbildung 4-23 b) wird die Spannung an der Rückseite der Blattfeder angelegt, während die Spitzenseite geerdet ist. Da sich die Raumladungszone auf der Spitzenseite bei positiver Gleichspannung ausdehnt, könnte die Abhängigkeit der Schwingungsamplitude von der angelegten Gleichspannungskomponente ebenfalls mit der Neigung des Chips erklärt werden.



**Abbildung 4-23:** Schwingungsamplitude der ersten freien Biegeresonanz in Abhängigkeit der angelegten Gleichspannung. In a) ist die Spannung an der Spitzenseite angelegt, wobei die Rückseite der Blattfeder geerdet ist. In b) ist die Spannung an Rückseite angelegt bei Erdung der Spitzenseite. Die Wechsellspannung beträgt in beiden Fällen konstant  $0,5 V_{SS}$ . Der Federbalken ist beidseitig mit einer Platinschicht von ca.  $70 \text{ nm}$  Dicke beschichtet (Federkonstante  $k_F = 36 \text{ N/m}$ ,  $6,8 \times 33 \times 229 \text{ } \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

In Abbildung 4-24 ist die gleiche Messreihe desselben Balkens im Kontakt mit  $\text{SrTiO}_3$  (rote Kurve) und Quarzglas (blaue Kurve) dargestellt. Angeregt wurde bei der ersten Biegekontaktresonanzfrequenz. In Abbildung 4-24 a) wurde die Spannung an die Spitzenseite der Blattfeder angelegt bei Erdung der Rückseite. In Abbildung 4-24 b) wurde sie an der Rückseite des Federbalkens angelegt, wobei die Spitzenseite geerdet wurde. Man erkennt deutlich einen ähnlichen Verlauf wie in Abbildung 4-23. Bei sogar niedrigerer Amplitude der sinusförmigen Anregungsspannung auf  $\text{SrTiO}_3$  als auf Quarzglas erzielt man auf  $\text{SrTiO}_3$  höhere Schwingungsamplituden als auf Quarzglas. Die Güten  $Q_D$  der Schwingungen bei einer Gleichspannung von  $+25 \text{ V}$  betragen in dieser Messreihe auf  $\text{SrTiO}_3$   $Q_D \approx 250$  und auf Quarzglas  $Q_D \approx 100$ . Dies bedeutet, dass die Dämpfung der Blattfederschwingung auf der Quarzglas-Probe im Vergleich zur Dämpfung auf der  $\text{SrTiO}_3$ -Probe größer ist. In die Dämpfung gehen unterschiedliche Einflüsse ein, wie die Dämpfung in der Federbalkenspitze, die Dämpfung in der Probe und die Abstrahlung in die Luft. Da am Messaufbau außer der Probe nichts geändert wurde, müsste die unterschiedliche Güte der Schwingung auf die unterschiedliche Dämpfung auf den Proben zurückzuführen sein. Die Verformung in der Kontaktzone kann nicht als ebene Welle modelliert werden. Um jedoch den Beitrag der Dämpfung in der Probe zur Güte der Schwingung abzuschätzen, wird in erster Näherung von einer ebenen Welle ausgegangen. Krause gibt bei Raumtemperatur die Dämpfung einer ebenen Welle in Quarzglas mit  $1/Q \approx 10^{-4}$  an, was einer Güte von  $Q \approx 10000$  entspricht.<sup>60</sup> Die

Dämpfung im Kontakt Spitze-Probe wäre demnach sehr gering. Im Rahmen dieser Arbeit wurde dieser Sachverhalt nicht näher untersucht. In der Dissertation von Caron wird jedoch der Einfluss der Kontaktdämpfung durch das Material auf die Güte der Blattfederschwingung untersucht.<sup>61</sup>



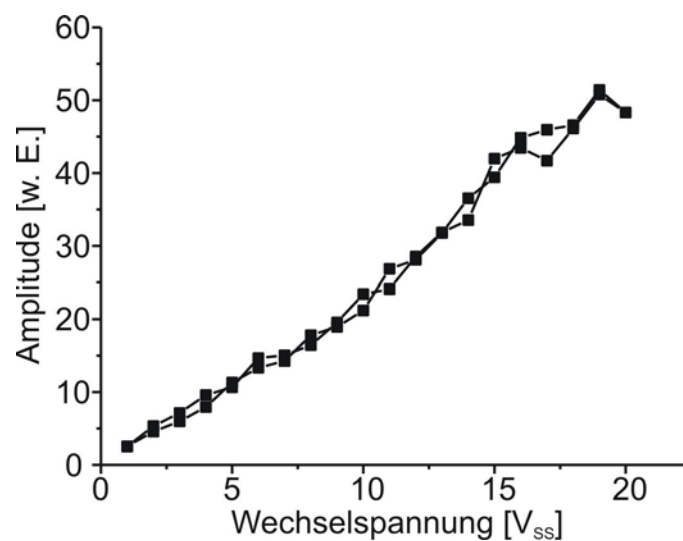
**Abbildung 4-24:** Schwingungsamplitude der ersten Kontaktresonanz auf SrTiO<sub>3</sub> (rote Kurve) und Quarzglas (blaue Kurve) in Abhängigkeit von der angelegten Gleichspannung. In a) ist die Spannung an der Spitze angelegt, wobei die Rückseite der Blattfeder geerdet ist. In b) ist die Spannung an der Rückseite angelegt bei Erdung der Spitze. Die Wechselfrequenz beträgt auf SrTiO<sub>3</sub> konstant 3 V<sub>SS</sub> und auf Quarzglas konstant 4 V<sub>SS</sub>. Der Federbalken ist beidseitig mit einer Platinschicht von ca. 70 nm Dicke beschichtet (Federkonstante  $k_F = 36 \text{ N/m}$ ,  $6,8 \times 33 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

Sowohl bei der freien Resonanz aus Abbildung 4-23, als auch bei der Kontaktresonanz aus Abbildung 4-24 liegt das Minimum der Schwingungsamplitude nicht bei einer Gleichspannung von 0 V, sondern ist a) in negativer Richtung und b) in positiver Richtung verschoben. Der Gleichspannungswert für das Minimum kann anhand dieser Messung nur ungefähr ermittelt werden, da das Signal der Schwingungsamplitude vergleichbar mit dem Rausch-Pegel ist. Die Verschiebung des Minimums kann jedoch folgendermaßen erklärt werden. Ohne Vorspannung ist bereits eine Barriere vorhanden, deren Höhe zwischen einigen 100 mV bis wenigen V liegt (s. Kapitel 4.3.4). Dies ist die sogenannte Diffusionsspannung. Wäre die Blattfeder beispielsweise nur auf der Rückseite beschichtet und legt man eine



Vorspannung an die Rückseite der Blattfeder an, so müsste die Schwingungsamplitude erst bei einer positiven angelegten Spannung von eben diesen einigen 100 mV bis wenigen V minimal werden. Da in dem hier betrachteten Fall die Blattfeder jedoch auf Spitzen- und Rückseite beschichtet ist und die Schwingungsamplitude bei geringen Vorspannungen vergleichbar mit dem Rausch-Pegel ist, können keine näheren Schlüsse gezogen werden.

In Abbildung 4-25 ist die Schwingungsamplitude der ersten Kontaktresonanz auf SrTiO<sub>3</sub> in Abhängigkeit der angelegten Wechselspannung dargestellt. Die Gleichspannung beträgt bei dieser Messung +20 V. Bei negativer Gleichspannung ergibt sich ein ähnlicher Verlauf der Messkurve. Die Schwingungsamplitude steigt mit größer werdender angelegter Wechselspannung an. Dieser Verlauf ist zu erwarten, da die Änderung der räumlichen Ausdehnung der Verarmungszone mit steigender Wechselspannung größer wird. Somit wird auch die Änderung der Gitterverzerrung größer, die für die Anregung der Blattfeder verantwortlich ist.



**Abbildung 4-25:** Schwingungsamplitude der ersten Biegekontaktresonanz auf SrTiO<sub>3</sub> in Abhängigkeit von der angelegten Wechselspannung  $V_{SS}$ . Die Gleichspannung beträgt konstant +20 V. Der Federbalken ist auf der Rückseite teilweise zu einem Drittel mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet (vgl. Abbildung 4-16 b), Federkonstante  $k_F = 37$  N/m,  $6,8 \times 33 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )).

Es wurden des Weiteren Experimente zur Abgrenzung gegenüber dem elektrostatischen Effekt im System Blattfeder – Probe durchgeführt. Elektrostatischer Effekt bedeutet in diesem Fall elektrostatische Aufladung der Blattfeder in Bezug auf die Probe. Wenn die Anregung aufgrund dessen erfolgen würde, müsste die Anregung der freien Moden mit größer werdendem Abstand zur Probe ineffektiver werden und die Schwingungsamplitude müsste abnehmen. Dies ist nicht der Fall, wodurch elektrostatische Aufladung als Ursache ausgeschlossen werden kann. Im Gegenzug wurde ein Experiment durchgeführt, bei dem absichtlich elektrostatische Kräfte zwischen Federbalken und Probe erzeugt wurden. Verwendet man eine Probe aus Metall (hier: Nickel) und einen Federbalken, der rundum beschichtet ist, so lädt sich, bei Anlegen einer Spannung zwischen Probe und Federbalken, die Blattfeder gegenüber der Probe auf. Beim Anlegen einer Wechselspannung von 10 V<sub>SS</sub> mit überlagertem Gleichspannungsanteil von 5 V lässt sich der niedrigste freie Schwingungsmodus anregen, höhere Moden nicht. Außerdem wird die Anregung mit größer werdendem Abstand zur Probe geringer, bzw. verschwindet bei ca. 1 mm Abstand von Spitze zu Probe.

Außerdem ist es aufgrund des gleichen Effektes auch mit einer unbeschichteten Blattfeder möglich, den niedrigsten freien Modus anzuregen. Bei diesem Experiment wird die Spannung

ebenfalls zwischen Spitze und Probe angelegt. Die angelegten Spannungen liegen in der gleichen Größenordnung wie im vorangegangenen Abschnitt. In diesem Experiment steigt die Schwingungsamplitude jedoch nur mit einer Gleichspannungsrichtung an und sinkt bei entgegengesetztem Vorzeichen. Es ist daher möglich, eine gewisse Gleichspannung anzulegen, bei der die Anregung komplett verschwindet. Erfolgt die Schwingungsanregung über elektrostatische Anziehung, so sollte die Schwingungsanregung unabhängig sein vom Vorzeichen der angelegten Gleichspannung. Vermutlich würde die Schwingungsanregung nicht verschwinden, wenn wesentlich höhere Wechselspannungen angelegt worden wären. Dies wurde nicht näher untersucht. Das Experiment zeigt jedoch, wie auch das im vorangegangenen Abschnitt, dass die Anregung der modifizierten Blattfeder aus Abbildung 4-17 nicht primär durch elektrostatische Kräfte zwischen Probe und Federbalken zustande kommt.

Neben den Experimenten im Rasterkraftmikroskop wurden die freien Moden der mit Gold oder Platin beschichteten Blattfedern mit dem Interferometer untersucht. Interferometrische Messungen haben den Vorteil, dass die Schwingungsamplitude quantitativ angegeben werden kann. Um die Leistungsfähigkeit der Anregung mittels Schottky-Barriere abschätzen zu können, wurden Vergleichsmessungen mit einer Anregung über den piezoelektrischen Effekt durchgeführt. Die Ergebnisse der interferometrischen Messungen werden im nächsten Kapitel vorgestellt.

#### ***4.3.3.2 Interferometrische Messung der Schwingungsamplitude von freien Moden***

Um das Potential der Schottky-Anregung abschätzen zu können, wurde die Anregung durch die Verarmungszone mit der durch das Piezoelement, das in einem kommerziell erhältlichen Federbalken-Halter des Rasterkraftmikroskops vorhanden ist, verglichen. Zunächst wurde ein beschichteter Federbalken in den Federbalken-Halter eingebaut und im AFM D3000 untersucht. Als Schwingungsamplitude der ersten freien Biegeresonanz wurde eine für Tapping Mode typische Amplitude von ca. 30 nm (s. Tabelle 4-1) gewählt. Die Spannung, die zum Erreichen dieser Schwingungsamplitude an das Piezoelement angelegt werden muss, kann abgelesen werden. Zum Vergleich muss die Ausgangsspannung der Photodiode kalibriert werden, um die Auslenkung der Blattfeder absolut angeben zu können.

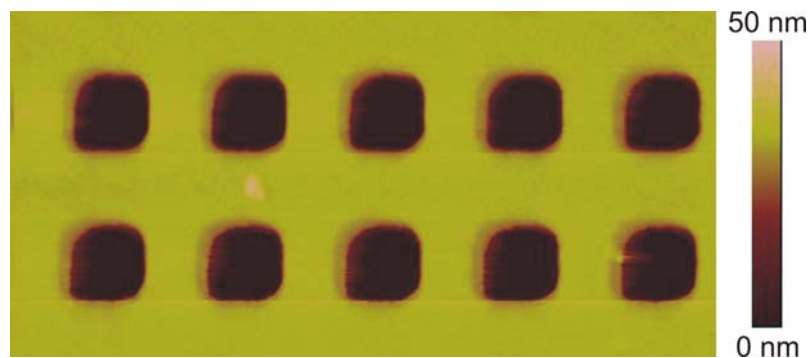
Daher wurde der Halter ohne die Position der Blattfeder zu verändern in das Interferometer eingebaut. Zunächst wurde die gleiche Wechselspannung wie im AFM D3000 an das Piezoelement angelegt. Im Interferometer kann die Schwingungsamplitude absolut gemessen werden. Danach wurde ohne den Aufbau zu verändern, die Blattfeder mittels Schottky-Barriere angeregt. Die angelegte Wechsel- und Gleichspannung wurde so gewählt, dass sich die gleiche Schwingungsamplitude wie mit dem Piezoelement ergibt.

Dieses Experiment wurde an zwei NCL-Balken durchgeführt. Beide Blattfedern sind auf der Rückseite komplett mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet. In Tabelle 4-1 sind die geometrischen Daten und die Ergebnisse der Experimente mit beiden Blattfedern gegenübergestellt. Die Schwingungsamplituden von 35 nm (Federbalken A), bzw. 25 nm (Federbalken B) stellen typische Amplituden für Tapping Mode dar. Die Spannung, die an die Schottky-Barriere angelegt werden muss, um diese Schwingungsamplitude zu erzielen, ist wesentlich größer, als die an den Piezoaktuator. Bei Federbalken A beispielsweise muss eine Wechselspannung von  $3,25 V_{SS}$  und eine Gleichspannung von  $-10 V$  angelegt werden, um eine Schwingungsamplitude von 35 nm zu erhalten. Dagegen ist bei Anregung über das Piezoelement lediglich eine Wechselspannung von  $50 mV_{SS}$  notwendig.

	Federbalken A	Federbalken B
Geometriedaten ( $L \times w \times b$ )	$229 \times 33 \times 6,8 \mu\text{m}^3$	$229 \times 32 \times 6,7 \mu\text{m}^3$
Schwingungsamplitude	35 nm	25 nm
Güte der Resonanz	316	129
An das Piezoelement im Halter angelegte Spannung	50 mV <sub>SS</sub>	130 mV <sub>SS</sub>
An die Schottky-Barriere angelegte Spannung	3,25 V <sub>SS</sub> Gleichspannung = -10 V	4,5 V <sub>SS</sub> Gleichspannung = -5 V

**Tabelle 4-1:** Vergleich der Anregung über die Schottky-Barriere mit der über das Piezoelement im Federbalken-Halter an zwei verschiedenen NCL-Blattfedern. Verglichen ist die Anregungsamplitude, die angelegt werden muss, um mit beiden Methoden die gleiche Schwingungsamplitude zu erzielen. Beide Federbalken sind einseitig komplett an der Rückseite mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet.

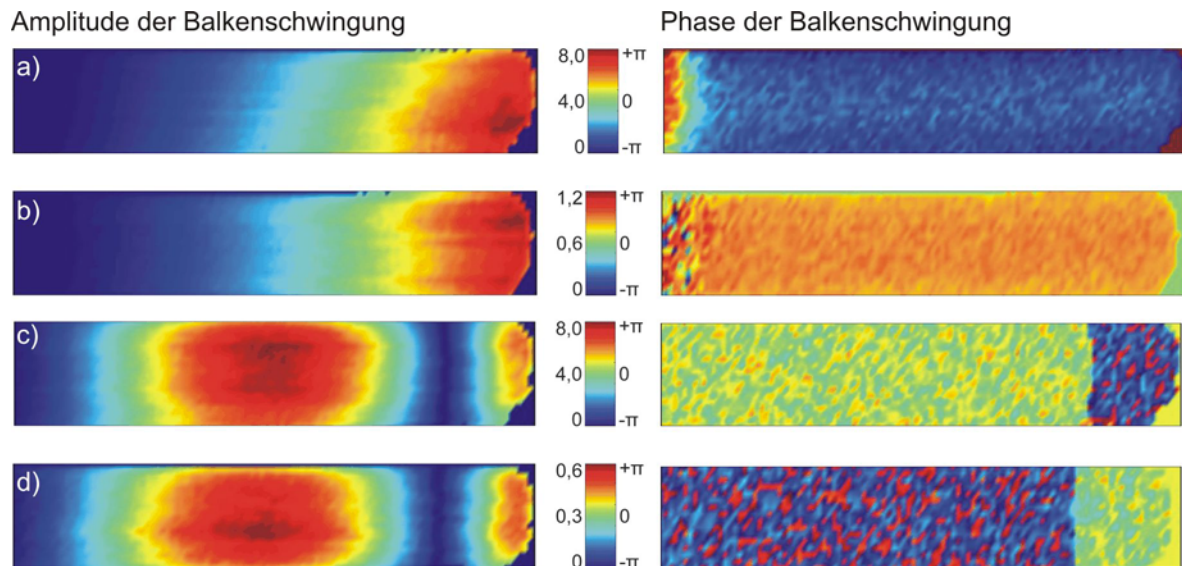
Obwohl die Anregung mittels Schottky-Barriere uneffektiver ist als die mittels Piezoelement, sollte die Anregung durch die Raumladungszone dennoch Tapping Mode Aufnahmen ermöglichen. Beim AFM Dimension 3000 lässt sich die Spannung, die beim Tapping Mode normalerweise an das Piezoelement im Halter angelegt wird, sehr einfach über eine Signal-Zugangs-Stelle („Breakout-Box“) trennen. Stattdessen wird die Spannung an die Elektrode auf der Blattfeder angelegt. Dies ermöglicht es, mit Hilfe der Schottky-Anregung Tapping Mode Aufnahmen an Proben zu machen. Um dies zu zeigen wurde eine Standard-Kalibrationsprobe der Firma Veeco abgebildet (Abbildung 4-26). Bei dieser Kalibrationsprobe handelt es sich um einen strukturierten Silizium-Wafer mit 20 nm tiefen Löchern.



**Abbildung 4-26:** Tapping Mode Aufnahme einer Standard-Kalibrationsprobe von Veeco, die einen strukturierten Silizium-Wafer zeigt. Die Blattfeder wurde durch die Schottky-Barriere anstatt durch das Piezoelement im Federbalken-Halter angeregt. Die Bildgröße beträgt  $5 \times 2,5 \mu\text{m}^2$ .

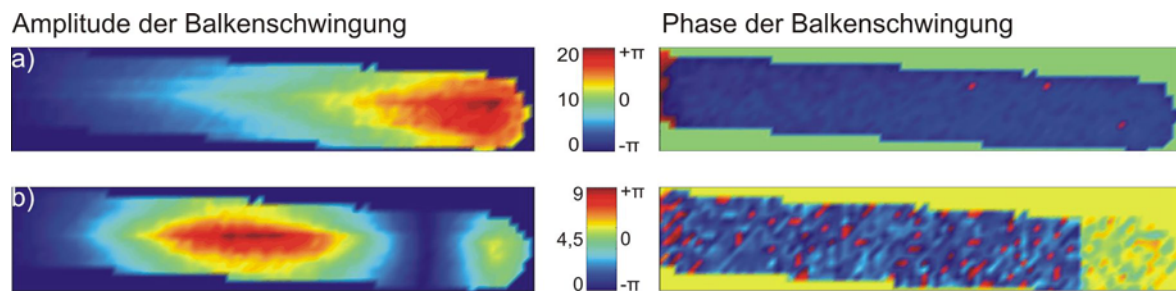
Neben der Effektivität der Anregung durch die Verarmungszone ist auch die Modenform interessant. Mit dem Interferometer ist es möglich, einen Bereich von einigen  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  abzurastern. Es besteht daher die Möglichkeit, die Amplitude und die Phase der Schwingung über den gesamten Federbalken bei einer festen Anregungsfrequenz zu detektieren. Verglichen wurde erneut die Schottky-Anregung mit der Anregung über das Piezoelement. Das Ergebnis ist in Abbildung 4-27 dargestellt. Die Bilder a) und c) zeigen den ersten und zweiten freien Biegemode bei piezoelektrischer Anregung. Die Bilder b) und d) zeigen dieselben Moden bei Schottky-Anregung mit negativer Vorspannung. In Lage der Resonanzfrequenz und Modenform können, wie erwartet, keine Unterschiede zwischen den

Anregungsarten festgestellt werden. Die Schwingungsamplitude am freien Ende der Blattfeder bei Anregung mittels Schottky-Barriere beträgt bei der ersten freien Biegeresonanz ca. 1 nm, wohingegen man durch piezoelektrische Anregung eine Schwingungsamplitude von ca. 8 nm erzielt. Bei der zweiten freien Biegeresonanz beträgt die Schwingungsamplitude am freien Ende der Blattfeder bei Schottky-Anregung ca. 0,5 nm und mit piezoelektrischer Anregung ca. 6 nm. Es zeigt sich also, dass man mit der neuen Anregungsmethode bei den verwendeten Spannungen ca. eine Größenordnung geringere Schwingungsamplituden der Federbalken erzeugt, als mit piezoelektrischer Anregung.



**Abbildung 4-27:** Amplituden- und Phasenverteilung der ersten beiden freien Biegemoden eines Sensorbalkens, dessen Rückseite teilweise bis zu einem Drittel mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet ist (Federkonstante  $k_F = 37 \text{ N/m}$ ,  $6,8 \times 33 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )). Die Blattfeder ist nicht geerdet. Die Farbskala bei der Amplitude gibt die Auslenkung in Nanometer an, die Farbskala bei der Phase die Phase der Schwingung. Der Nullpunkt der Phase ist willkürlich gewählt. a) 1. Biegemode ( $f = 166,6 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $0,1 V_{SS}$ ) und c) 2. Biegemode ( $f = 1011,4 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $0,5 V_{SS}$ ) mit piezoelektrischer Anregung; b) 1. Biegemode ( $f = 166,6 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $10 V_{SS}$ , Gleichspannung  $-18 \text{ V}$ ) und d) 2. Biegemode ( $f = 1011,4 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $10 V_{SS}$ , Gleichspannung  $-18 \text{ V}$ ) mit Schottky-Anregung.

Der Vergleich von Abbildung 4-27 und Abbildung 4-28 verdeutlicht die Wichtigkeit der elektrischen Kontaktierung der Metallschicht, bzw. genauer der Erdung der Blattfeder. In Abbildung 4-28 ist die Amplitude und die Phase des a) ersten freien und b) zweiten freien Biegemodes bei Anregung mit der Schottky-Barriere dargestellt. Bei dem Experiment, dessen Ergebnis in Abbildung 4-27 dargestellt ist, ist die Blattfeder nicht geerdet, bei dem in Abbildung 4-28 ist sie geerdet. Die Schwingungsamplituden am freien Ende der Blattfeder betragen bei dem in Abbildung 4-28 dargestellten Ergebnis ca. 18 nm für den ersten freien Biegemode und ca. 6 nm für den zweiten freien Biegemode. Da nicht derselbe Federbalken, jedoch der gleiche Federbalken-Typ, bei beiden Experimenten verwendet wurde, ist davon auszugehen, dass sich die zu erreichenden Schwingungsamplituden unterscheiden. Es ist jedoch deutlich zu erkennen, dass die Schwingungsamplitude, die in Abbildung 4-28 dargestellt ist, ca. um den Faktor 10 größer ist bei einer Anregungsspannung, die um einiges niedriger ist als die im Experiment von Abbildung 4-27 angelegte Spannung.



**Abbildung 4-28:** Amplituden- und Phasenverteilung der ersten beiden freien Biegemoden eines Sensorbalkens, dessen Rückseite komplett mit Platin der Dicke 68 nm beschichtet ist (Federkonstante  $k_F = 34 \text{ N/m}$ ,  $6,7 \times 32 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ )). Die Blattfeder ist auf der der Schottky-Barriere abgewandten Seite (Spitzenseite) geerdet. Die Farbskala bei der Amplitude gibt die Auslenkung in Nanometer an, die Farbskala bei der Phase die Phase der Schwingung. Der Nullpunkt der Phase ist willkürlich gewählt. a) 1. Biegemode ( $f = 155,18 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $1 V_{SS}$ , Gleichspannung  $-4 \text{ V}$ ) und b) 2. Biegemode ( $f = 969,85 \text{ kHz}$ , Wechselspannung  $10 V_{SS}$ , Gleichspannung  $-25 \text{ V}$ ) mit Schottky-Anregung.

Die freien Biegeresonanzfrequenzen der Blattfedern wurden vor und nach dem Beschichtungsvorgang verglichen. Da vor dem Beschichten keine Schottky-Barriere zur Anregung vorhanden ist, wurde der Frequenzvergleich mittels Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf vorgenommen. Dazu wurde der Chip mit Silberleitlack auf einen Ultraschall-Prüfkopf aufgeklebt. Über kurze Distanzen übertragen sich die Ultraschall-Wellen durch die Luft und regen die Blattfeder zu Schwingungen an. Tabelle 4-2 vergleicht die Frequenzen der ersten drei freien Biegeresonanzen vor und nach dem Beschichtungsvorgang. Die Resonanzfrequenz verschiebt sich nach dem Beschichten hin zu niedrigeren Frequenzen.

	f [kHz], vor Beschichtung	f [kHz], nach Beschichtung
1. freier Biegemode	162,3	155,6
2. freier Biegemode	1016,6	973,1
3. freier Biegemode	2802,8	2679,7

**Tabelle 4-2:** Vergleich der freien Resonanzfrequenzen vor der Beschichtung mit denen nach dem Beschichten. Der Federbalken wurde auf der Rückseite komplett mit Platin der Dicke 70 nm beschichtet. Nach dem Beschichtungsvorgang verschieben sich die Resonanzen hin zu niedrigeren Frequenzen. Die geometrischen Abmessungen der verwendeten Blattfeder sind  $6,8 \times 33 \times 229 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ ), die Federkonstante beträgt  $37 \text{ N/m}$ .

Wird die Blattfeder beschichtet, so ändert sich deren Masse. Die Resonanzverschiebung aufgrund der Massenänderung kann anhand der Veröffentlichung von Chen et al. nachvollzogen werden.<sup>62</sup> Die Resonanzfrequenz  $f$  des Federbalkens lässt sich mit Hilfe des Punkt-Masse-Oszillators berechnen, da für den ersten freien Biegemode vereinfachend der Punkt-Masse-Oszillator angewendet werden kann<sup>19</sup>, indem eine effektive Masse als Oszillatormasse eingesetzt wird:

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_F}{m^*}}, \quad \text{Gl. 4-2}$$

$k_F$  ist die Federkonstante und  $m^* = nm$  die effektive Masse der Blattfeder mit deren tatsächlicher Masse  $m$ . Für Rechteckbalken gilt  $n = 0,24$ .<sup>62</sup> Nach Beschichten des

Federbalkens mit Metall der Dicke  $t_M$  ändert sich seine Masse um  $\Delta m = \rho t_M A$  mit der Dichte  $\rho$  des Beschichtungsmaterials,  $\rho_{Pl} = 21,5 \text{ g/cm}^3$ <sup>63</sup>, und der Fläche  $A$  der Beschichtung. Ist der Federbalken komplett beschichtet, ist die Fläche der Beschichtung  $A = L \times w$ . Im Falle des Experimentes aus Tabelle 4-2 mit  $L = 229 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $t_M = 70 \text{ nm}$  und  $w = 33 \text{ }\mu\text{m}$  beträgt die Massenänderung  $\Delta m = 11,4 \times 10^{-12} \text{ kg}$ .

Die Änderung  $\Delta f$  der Resonanzfrequenz durch den Beschichtungsvorgang beträgt relativ zur Frequenz  $f_{\text{vor}}$  vor dem Beschichten

$$\frac{\Delta f}{f_{\text{vor}}} = \frac{f_{\text{nach}} - f_{\text{vor}}}{f_{\text{vor}}} = \sqrt{\frac{m_{\text{vor}}^*}{m_{\text{vor}}^* + n\Delta m}} - 1 = \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{4\pi^2 f_{\text{vor}}^2 n\Delta m}{k_F}}} - 1. \quad \text{Gl. 4-3}$$

Mit dem experimentell ermittelten Wert für  $f_1$  aus Tabelle 4-2 von  $f_{1,\text{vor}} = 162,3 \text{ kHz}$  und der Federkonstanten  $k_F = 37 \text{ N/m}$  ergibt sich für die Resonanz nach Beschichten eine Frequenz von  $f_{1,\text{nach}} = 156,4 \text{ kHz}$ . Diese Frequenz liegt der experimentell ermittelten Resonanzfrequenz nach Beschichten sehr nahe. Unterschiede lassen sich dadurch erklären, dass anstatt eines rechteckförmigen ein trapezförmiger Balken vorliegt und außerdem die Geometriedaten der Blattfeder eventuell nicht genau genug bestimmt sind.

Beim Abrastern der einzelnen Moden ist auffällig, dass sich die Blattfeder, die komplett mit Metall einer Dicke größer als ca. 100 nm beschichtet ist, nicht über ihre gesamte Länge im Interferometer detektieren lässt. Dies ist auf eine Krümmung der Blattfeder nach dem Beschichten zurückzuführen. Diese Verbiegung konnte mittels Interferometer lediglich bei den Federbalken mit Beschichtung der Dicke 120 nm festgestellt werden, nicht so bei denen mit der Dicke 60 nm. Es ist anzunehmen, dass bei letzteren die Biegung geringer ist. Die Beschichtung dieser Blattfedern befindet sich auf der Rückseite. Da Platin und Silizium einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten haben, kommt es nach der Beschichtung zu Spannungen und somit zur Verbiegung der Blattfeder.<sup>64</sup> Teilweise beschichtete Federbalken und mit Gold beschichtete Federbalken sind nicht, bzw. nicht so stark verbogen. Abbildung 4-29 zeigt die Krümmung der Blattfeder. Mit dem Interferometer kann durch Verschieben der Laserfokussierlinse festgestellt werden, in welche Richtung die Blattfeder gekrümmt ist.

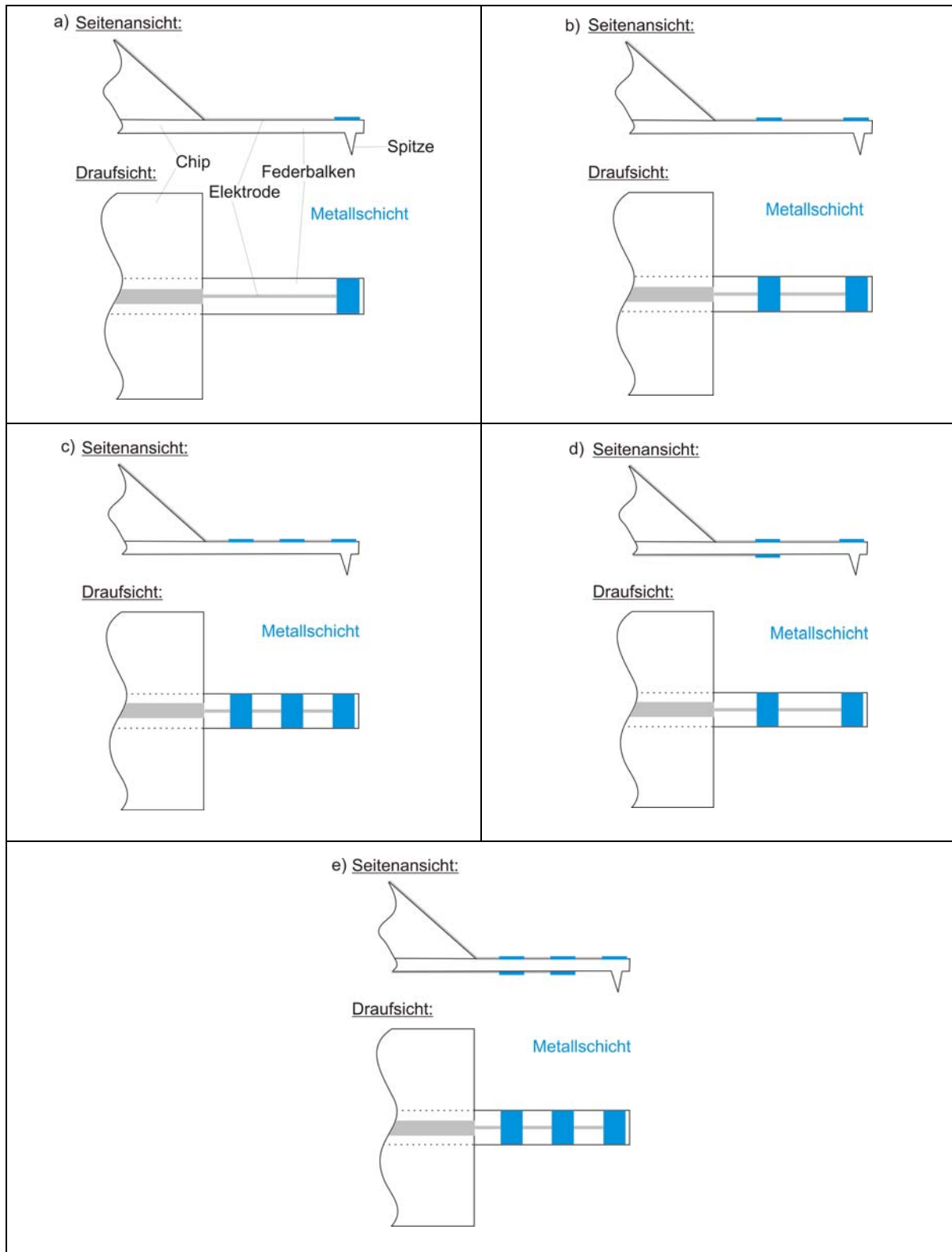


**Abbildung 4-29:** Prüfkopf-Anregung: Die Federbalken wurden auf den Prüfkopf mit Silberleitlack aufgeklebt. Die freien Resonanzen der Blattfeder waren nach dem Beschichten tiefer. Außerdem hat sich der Federbalken verbogen. Da Platin und Silizium einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten haben, kommt es nach der Beschichtung zu Spannungen und somit zur statischen Verbiegung der Blattfeder. Teilweise beschichtete Federbalken sind nicht, bzw. nicht so stark, verbogen.

#### 4.3.3.3 Effektivitätssteigerung der Schwingungsanregung durch Strukturierung der Beschichtung

Die Ausnutzung des Schottky-Effektes könnte möglicherweise durch geeignete Strukturierung bei der Metallbeschichtung effektiver werden. El Hami et al. regen die unterschiedlichen Moden einer Blattfeder an, indem die Blattfeder je nach Mode mit einer

Piezoschicht so beschichtet wird, dass deren Struktur der optimalen Anregung des Modes dient.<sup>34</sup> Auch bei der Schottky-Barriere wäre je nach Modenform die Strukturierung zur optimalen Anregung verschieden. Abbildung 4-30 zeigt denkbare Beschichtungsstrukturierungen. Abbildung 4-30 a) stellt eine optimierte Beschichtung zur Anregung der ersten freien Biegeresonanz dar. Es ist jedoch elektrische Zuführung notwendig, über die die elektrische Spannung an die Metallschicht angelegt wird. Die Fläche der Elektroden ist möglichst gering zu halten, um Streukapazitäten zu vermeiden und Anregung durch die Schottky-Barriere an dieser Stelle gering zu halten. In Abbildung 4-30 b) ist eine Strukturierung zur Anregung der zweiten freien Biegeresonanz abgebildet. Um die Anregung weiter zu verbessern, wäre es noch denkbar, die Blattfeder beidseitig zu beschichten (Abbildung 4-30 d)). Diese kann entweder so angeordnet sein, wie aus Abbildung 4-30 d) und e) ersichtlich oder die Beschichtungsstrukturen auf Ober- und Unterseite der Blattfeder werden versetzt angeordnet. Dann erfolgt die Anregung phasenverschoben. Je nach Vorspannung an die Barriere vergrößert sich die Raumladungszone oder verschwindet. Bringt man auf beide Seiten eine Metallschicht auf, so ist immer eine Barriere aktiv, während die andere verschwindet. Somit wird die Anregung effektiver. Eine denkbare Strukturierung zur Anregung des dritten freien Biegemodes ist in Abbildung 4-30 c) und e) dargestellt, wobei die Blattfeder in Abbildung 4-30 c) einseitig und in Abbildung 4-30 e) beidseitig beschichtet ist.

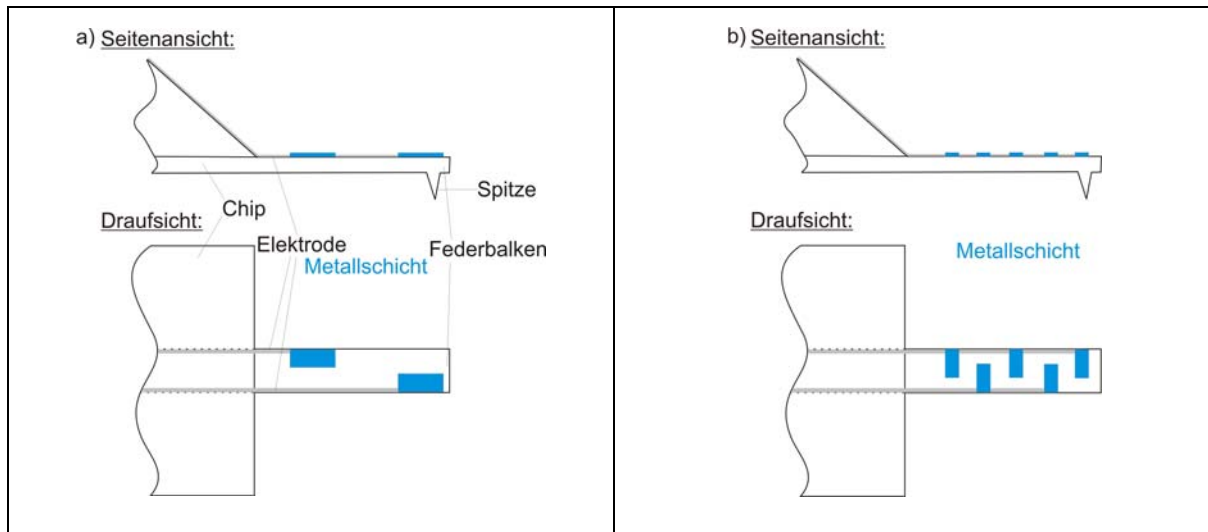


**Abbildung 4-30:** Strukturierte Beschichtung der Blattfeder mit Metall für die Anregung a) des ersten freien Biegemodes, des zweiten freien Biegemodes bei b) einseitiger und d) beidseitiger Beschichtung und des dritten freien Biegemodes bei c) einseitiger und e) beidseitiger Beschichtung.

Ähnlich der Anregung der Biegemoden sind auch optimale Strukturierungen zur Anregung von Torsionsmoden denkbar (Abbildung 4-31). In Abbildung 4-31 a) ist eine Beschichtung zur Anregung des zweiten freien Torsionsmodes abgebildet und in Abbildung 4-31 b) zur



Anregung des fünften freien Torsionsmodes, jeweils bei einseitiger Beschichtung des Federbalkens. Denkbar ist auch hier eine beidseitige Beschichtung.



**Abbildung 4-31:** Strukturierte Beschichtung der Blattfeder mit Metall für die Anregung a) des zweiten freien Torsionsmodes und b) des fünften freien Torsionsmodes bei einseitig beschichteter Blattfeder.

Der Nachteil der strukturierten Beschichtung ist, dass der Aufwand bei der Herstellung der Blattfeder ansteigt. Die Beschichtung durch Aufdampfen erfolgt entweder unter Verwendung einer Maske, oder Teile der Beschichtung müssen nach dem Bedampfen entfernt werden, beispielsweise durch Ätzen. Ein weiterer Nachteil ist, dass bei optimaler Strukturierung für eine bestimmte Modenform eben nur dieser Mode optimiert angeregt wird, alle anderen werden schlechter angeregt.

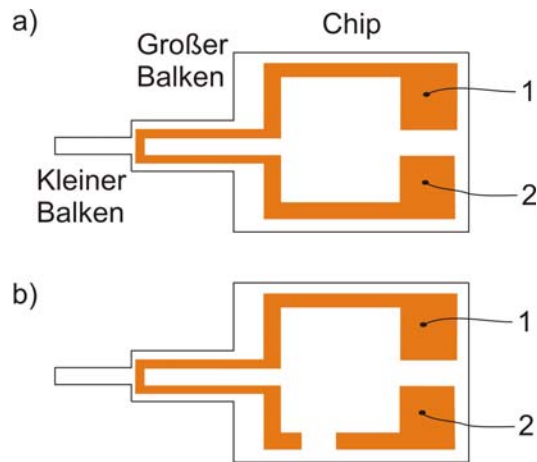
Ziel ist es jedoch nicht, nur eine Resonanz der Blattfeder anregen zu können. Es muss ein Kompromiss in der Beschichtungsstrukturierung gefunden werden, der die Anregung der freien und der Kontaktresonanzen der Blattfeder auch bei höheren Moden unterstützt. Nur so ist es möglich, die Schottky-Erregung auch zur quantitativen Bestimmung von Elastizitätsmodulen einzusetzen.

#### 4.3.3.4 Experimentelle Überprüfung des thermischen Kopplungsmechanismus

Aus Kapitel 4.3.1 ist von anderen Arbeitsgruppen bekannt, dass der thermische Bimorph-Effekt dazu genutzt werden kann, die Blattfeder zu verbiegen. Bei Anlegen einer Wechsellspannung müsste die Blattfeder zu Schwingungen angeregt werden können. Hat die Blattfeder nur auf einer Seite eine Metallbeschichtung, so sollte es möglich sein zu überprüfen, ob der thermische Effekt alleine zur Schwingungsanregung des Federbalkens ausreicht. Deswegen wurde im folgenden Experiment gezielt darauf geachtet, dass sich keine Schottky-Barriere ausbildet.

Es wurden Experimente mit einer Blattfeder mit vergleichbaren geometrischen Dimensionen zum Active Lever durchgeführt. Der Balken ist ohne Piezoschicht gefertigt, aber mit Gold beschichtet (Abbildung 4-32). Diese Federbalken sind nur auf der Spitzenseite beschichtet und wie der Active Lever fest in den Federbalken-Halter integriert. Die Elektroden werden über Drähte mit den Kontakten am AFM-Kopf verbunden, so dass über die Kontakte eine Spannung an die Goldschicht angelegt werden kann. Die Balken werden im Reinraum

während ihrer Herstellung strukturiert beschichtet. Die Spitzenseite der Blattfeder ist folgendermaßen aufgebaut: Die Balken sind mit Phosphor durchdotiert mit einer Leitfähigkeit von 0.5-2 Ohm cm. Laut Herstellerangaben befindet sich auf dem Silizium eine Silizium-Oxidschicht (Dicke 220-280 nm) und auf der Oxidschicht eine Nitridschicht (Dicke 90-150 nm).



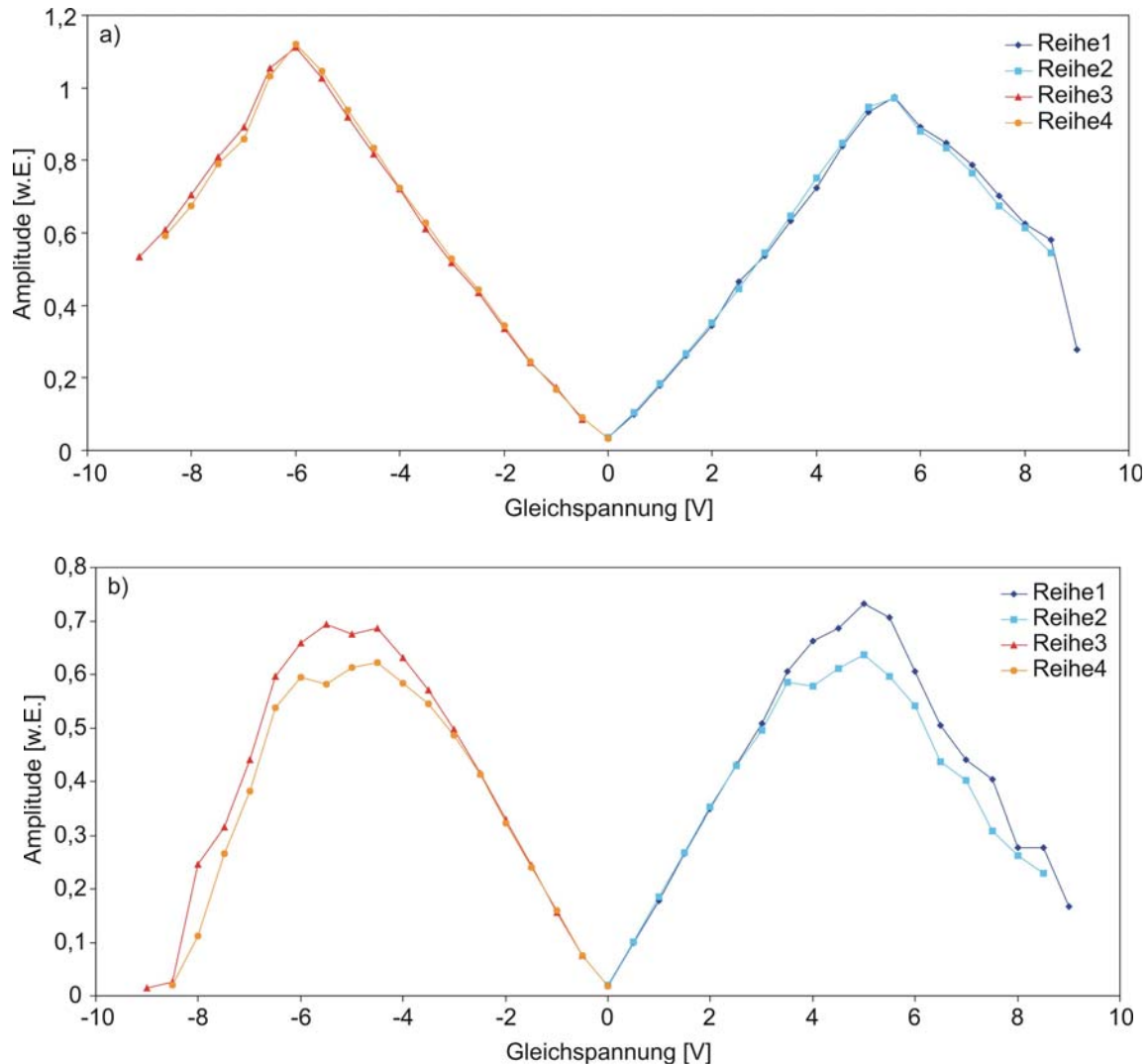
**Abbildung 4-32:** Draufsicht auf die Spitzenseite eines Chips mit Federbalken, der die Form des Active Lever hat, jedoch nicht mit einer Piezo-Schicht, sondern mit Gold beschichtet ist. Die Goldschicht befindet sich nur auf der Spitzenseite.

Da zwischen Metallschicht und Silizium zum einen eine Oxidschicht und zum anderen eine Nitridschicht ist, entsteht keine Schottky-Barriere. Es bildet sich bei Anlegen einer Spannung keine Raumladungszone aus. Der Schottky-Effekt spielt daher bei der Anregung der Blattfeder keine Rolle. Jedoch kann der thermische Effekt, der später in Kapitel 4.3.4 genauer behandelt wird, zur Anregung der Blattfeder führen. Wenn der Kopplungsmechanismus nicht über die Schottky-Barriere erfolgt, sondern über Wärmeentwicklung, so müsste die Schwingungsamplitude unabhängig vom Vorzeichen der Gleichspannung sein.

An den Federbalken aus Abbildung 4-32 a) wird eine Wechselspannung mit Gleichspannungsanteil zwischen den Kontakten 1 und 2 angelegt. Abbildung 4-33 a) zeigt die Schwingungsamplitude des Federbalkens bei der ersten freien Biegeresonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Gleichspannung bei konstanter Wechselspannung der Amplitude 0,5 V. Reihe 1 bis 4 kennzeichnen die Reihenfolge, in der die Messung durchgeführt wurde. In Messreihe 1 wird die Gleichspannung schrittweise erhöht bis zu einem Wert von +9 V, in Reihe 2 wird der Gleichspannungsanteil verringert. Danach werden negative Spannungen angelegt bis zu einem Wert von -9 V. Und schließlich wurde der Gleichspannungsanteil bis zu einer Spannung von 0 V wieder erhöht. Bei steigender positiver Gleichspannung (Reihe 1) steigt zunächst die Schwingungsamplitude an. Ab einer Gleichspannung von ca. +6 V sinkt sie jedoch wieder ab. Die Schwingungsamplitude steigt ebenso bei negativer Gleichspannung bis zu einem Wert von ca. -6 V an. Der Verlauf der Messkurve bei positiver Spannung ist nahezu identisch zu dem bei negativer Vorspannung, was bei thermischer Anregung zu erwarten ist. Bei thermischer Anregung ist die Schwingungsamplitude unabhängig vom Vorzeichen der Gleichspannung. Die Steigung des positiven Astes bis +6 V ist jedoch geringfügig kleiner als die des negativen Astes bis -6 V.

Der Verlauf von Abbildung 4-33 a) und insbesondere das Absinken der Schwingungsamplitude bei Gleichspannungen oberhalb von 6 V, bzw. unterhalb von -6 V, ist nicht zu erwarten. Bei Anlegen einer zusätzlichen Gleichspannung erwärmt sich die Blattfeder insgesamt. Nach White sollte die Schwingungsamplitude mit zunehmender

statischer Erwärmung vergrößert und somit die Schwingungserregung verbessert werden.<sup>65</sup> Während der Messung war auffällig, dass die Blattfeder, wie auch aufgrund des Bimorph-Effektes zu erwarten ist, bei Anlegen einer Gleichspannung eine statische Verbiegung erfährt. Ob das Abfallen der Schwingungsamplitude mit steigender Gleichspannung mit dieser statischen Verbiegung zusammenhängt, ist ungeklärt.



**Abbildung 4-33:** Schwingungsamplitude der ersten freien Biegeresonanz am Ende der Blattfeder aus Abbildung 4-32 bei a) geschlossenem Gold-Film und b) unterbrochenem Gold-Film. Die Wechselspannungsamplitude betrug bei beiden Messserien 0,5 V.

In einem weiteren Experiment wurde der Gold-Film, wie in Abbildung 4-32 b) dargestellt ist, unterbrochen. Die Blattfeder wurde erneut ins AFM eingebaut. Da die Blattfeder fest im Federbalken-Halter integriert ist, kann die Schwingungsamplitude, wenn der Laserspot nicht verschoben wird, zwischen den beiden Experimenten verglichen werden. Die gleiche Messserie wurde wiederholt. Die Wechselspannung wurde an den Kontakt 1 angelegt und die Gleichspannung an den Kontakt 2. In Abbildung 4-33 b) ist die Schwingungsamplitude bei der ersten freien Biegeresonanzfrequenz in Abhängigkeit der Gleichspannung bei konstanter Wechselspannung der Amplitude 0,5 V dargestellt. Der Verlauf ist ähnlich zu Abbildung 4-33 b), jedoch ist die maximal erreichte Schwingungsamplitude geringer. Analog zu a) ist in b) ein geringfügiger Unterschied in den Steigungen des positiven und negativen Astes zu erkennen. Bei unterbrochenem Gold-Film sollte die thermische Erregung der Blattfeder

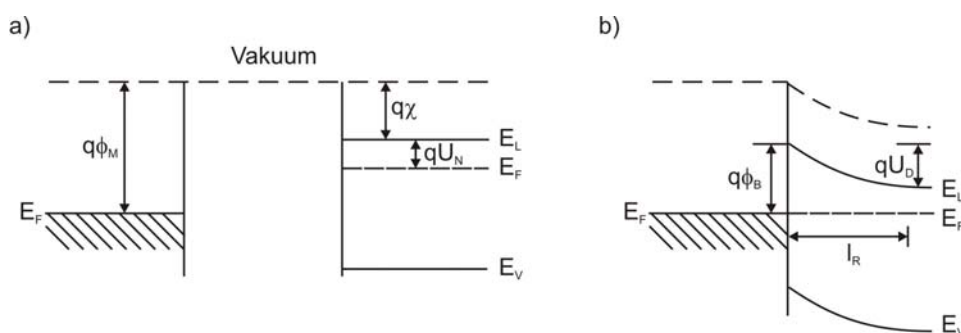
verschlechtert sein. Dies konnte bestätigt werden, da die Schwingungsamplitude geringer ist als bei geschlossenem Gold-Film.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass der thermische Effekt und ein weiterer ungeklärter Effekt, der nicht mit einer Verarmungszone in Zusammenhang gebracht werden kann, gemeinsam als Anregungsmechanismus wirken. Andere Arbeitsgruppen haben bereits gezeigt, dass der thermische Effekt allein zur Schwingungsanregung einer Blattfeder ausreicht.<sup>66-69</sup> Es stellt sich nun die Frage, wie groß dieser Effekt im Vergleich zur Anregung über eine piezoelektrische Schicht oder eine Schottky-Barriere ist. Die in Abbildung 4-33 gezeigten Schwingungsamplituden lassen sich nicht mit den Amplituden aus den Experimenten, die in den Abbildung 4-23, Abbildung 4-24 und Abbildung 4-25 gezeigt sind, vergleichen, da es sich um Blattfedern mit unterschiedlicher geometrischer Form handelt.

Im Folgenden werden einige Eigenschaften der Schottky-Barriere erläutert. Es werden außerdem verschiedene Kopplungsmechanismen der Raumladungszone an die Gitterverzerrung diskutiert. Schließlich wird die Auslenkung für freie Moden mit Schottky-Anregung am freien Ende der Blattfeder berechnet. Diese Auslenkung wird außerdem mit einer theoretisch berechneten Amplitude der Schwingung, die durch den Bimorph-Effekt angeregt wird, verglichen. Am Ende von Kapitel 4.3.5 werden zusammenfassend die theoretisch berechneten und experimentell erzielten Schwingungsamplituden aus Kapitel 4.3.3.2 und 4.3.3.4 diskutiert.

#### 4.3.4 Eigenschaften der Schottky-Barriere und Kopplungsmechanismen

Ist ein Metall in Kontakt mit einem Halbleiter, so bildet sich an der Grenzfläche eine Barriere aus. Im thermischen Gleichgewicht stimmen die Fermi-Niveaus  $E_F$  in beiden Materialien an der Grenzfläche überein. Zunächst wird der einfachste Fall betrachtet, der alle Oberflächenladungen auf dem Halbleiter vernachlässigt, die vor dem Zusammenbringen von Metall und Halbleiter vorhanden sein können. Abbildung 4-34 zeigt das Bändermodell des Kontaktes eines Metalls mit einem n-dotierten Halbleiter, wobei die Austrittsarbeit des Metalls  $q\phi_M$  größer ist als die des Halbleiters  $q\phi_S$ . Die Austrittsarbeit ist definiert als Energiedifferenz zwischen dem Vakuum- und dem Fermi-Niveau  $E_F$ . Im Halbleiter hängt die Austrittsarbeit von der Dotierung ab, die Elektronenaffinität  $q\chi$  jedoch nicht.<sup>59,70,71</sup>



**Abbildung 4-34:** Energieverhältnisse eines Metall-n-Halbleiter-Kontaktes unter Vernachlässigung von Oberflächenladungen. Links ist das Metall, rechts der Halbleiter abgebildet: a) getrennt und b) im Kontakt.  $E_F$  – Fermi-Niveau,  $E_L$  – Energie des Leitungsbandes,  $E_V$  – Energie des Valenzbandes,  $q\phi_M$  – Austrittsarbeit des Metalls,  $qU_N$  – Energiedifferenz zwischen Fermi-Niveau und Leitungsband,  $q\chi$  – Elektronenaffinität,  $q\phi_B$  – Barrierenhöhe,  $U_D$  – Diffusionsspannung,  $l_R$  – Breite der Raumladungszone.<sup>70</sup>

Abbildung 4-34 a) zeigt die Energieverhältnisse ohne Kontakt und b) nachdem der Kontakt zwischen Metall und Halbleiter hergestellt ist. Nach dem Zusammenbringen von Metall und Halbleiter müssen die Fermi-Niveaus an der Grenzfläche übereinstimmen. Deshalb verringert sich das Fermi-Niveau im Halbleiter-Grenzflächenbereich um einen Wert, der dem Unterschied der Austrittsarbeiten von Metall und Halbleiter entspricht. Die Elektronen gehen vom Leitungsband des Halbleiters in das Metall, da sie eine höhere Energie haben als die Elektronen im Metall. Im Metall beträgt die Austrittsarbeit  $q\phi_M$  und im Halbleiter beträgt sie  $q\phi_S = q(\chi + U_N)$ , wobei  $q\chi$  die Elektronenaffinität und  $qU_N$  die Energiedifferenz zwischen Fermi-Niveau und Leitungsband ist. Bringt man das Metall mit dem Halbleiter zusammen, so steigt die negative Ladung an der Metalloberfläche, und im Halbleiter muss eine gleichgroße positive Ladung existieren. Da die Ladungsträgerkonzentration im Halbleiter geringer ist, verteilt sich die positive Ladung im Halbleiter über ein gewisses Gebiet der Breite  $l_R$  nahe der Grenzfläche. Dies ist die Raumladungszone, die einen hohen elektrischen Widerstand hat. Im Metall bildet sich ebenso ein sehr kleines Gebiet mit negativen Ladungen. Die Breite dieses Gebietes ist durch die Thomas-Fermi-Abschirmlänge bestimmt und beträgt ca. 50 pm.<sup>59</sup> Dieser Zuwachs an Elektronendichte kann gegenüber der Elektronendichte im Metall vernachlässigt werden, da die Elektronendichte im Metall viel größer ist als deren Zuwachs durch das Gebiet über die Thomas-Fermi-Abschirmlänge.

Die Barriere, die sich bildet, wird Schottky-Barriere genannt. Sie wirkt im betrachteten Fall als positive Raumladungszone im Halbleiter, die keine Leitungselektronen mehr enthält, sondern nur noch positiv geladene Donator-Ionen.

Die Barrierenhöhe, die von Ladungen ausgehend vom Metall in Richtung Halbleiter überwunden werden muss, ist der Unterschied zwischen der Austrittsarbeit des Metalls und der Elektronenaffinität des Halbleiters und beträgt somit

$$q\phi_B = q(\phi_M - \chi) \quad \text{Gl. 4-4}$$

Für den Kontakt Platin mit Silizium ergibt sich beispielsweise bei der Austrittsarbeit des Metalls von  $q\phi_M = 5,65 \text{ eV}$  und der Elektronenaffinität von Silizium von  $q\chi = 4,05 \text{ eV}$  eine Barrierenhöhe von  $q\phi_B = 5,65 \text{ eV} - 4,05 \text{ eV} = 1,6 \text{ eV}$ .<sup>59</sup> Experimentell wurde die Schottky-Barriere, die sich zwischen n-dotiertem Silizium und Platin ausbildet, zu  $q\phi_B = 0,9 \text{ eV}$  bestimmt.<sup>70</sup>

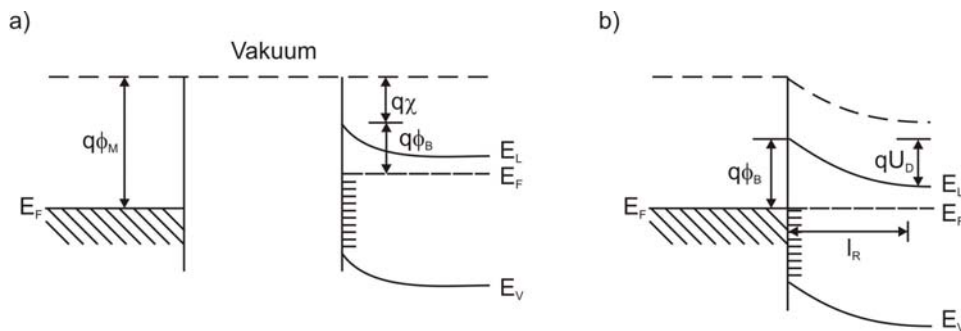
Die Elektronen, die sich im Halbleiter befinden, müssen eine Barriere der Größe

$$qU_D = q(\phi_M - \phi_S) \quad \text{Gl. 4-5}$$

auf ihrem Weg vom Halbleiter ins Metall überwinden, wobei  $U_D$  die Diffusionsspannung ist, d.h. die Spannung, die sich einstellt, weil Ladungen diffundieren.

Die in Abbildung 4-34 dargestellten Energieverhältnisse sind ein Grenzfall. Ein zweiter Grenzfall, der zusätzlich Oberflächenladungen berücksichtigt, ist in Abbildung 4-35 gezeigt. Oberflächenladungen entstehen durch überschüssige Valenzelektronen der Atome in der Oberfläche. Diese Elektronen sind leichter von den Atomen abzutrennen als solche in abgesättigten Bindungen. Die überschüssigen Valenzelektronen bilden donatorähnliche Zustände, die jedoch auf die Oberflächennähe beschränkt sind. In Abbildung 4-35 a) sind auf der rechten Seite die Energieverhältnisse für den Halbleiter mit Oberflächenladungen

dargestellt, wenn thermisches Gleichgewicht im Halbleiter selbst herrscht. Der Kontakt mit dem Metall ist noch nicht hergestellt. Bei Kontakt, d.h. wenn Metall und Halbleiter im Gleichgewicht sind, sinkt das Fermi-Niveau des Halbleiters wiederum auf das gleiche Niveau wie das des Metalls ab (Abbildung 4-35 b)). Wenn die Dichte an Oberflächenladungen so groß ist, dass sie jede zusätzliche Ladung, die aufgrund des Kontaktes mit dem Metall vorhanden ist, ausgleichen kann, so bleibt die Raumladungszone im Halbleiter unbeeinträchtigt. Sie ist in diesem Falle unabhängig von der Austrittsarbeit des Metalls. Die Barrierenhöhe wird durch Oberflächenladungen fixiert.



**Abbildung 4-35:** Energieverhältnisse eines Metall-n-Halbleiter-Kontaktes unter Einbeziehung von Oberflächenladungen. Links ist das Metall, rechts der Halbleiter abgebildet: a) getrennt und b) im Kontakt.  $E_F$  – Fermi-Niveau,  $E_L$  – Energie des Leitungsbandes,  $E_V$  – Energie des Valenzbandes,  $q\phi_M$  – Austrittsarbeit des Metalls,  $q\chi$  – Elektronenaffinität,  $q\phi_B$  – Barrierenhöhe,  $U_D$  – Diffusionsspannung,  $l_R$  – Breite der Raumladungszone.<sup>70</sup>

In der Realität liegt jedoch weder der eine noch der andere Grenzfall vor. Vielmehr hängt die Barriere sowohl teilweise von der Austrittsarbeit des Metalls als auch teilweise von der Oberflächenladungsdichte ab. Auf der Oberfläche des Halbleiters Silizium beispielsweise bildet sich an Luft eine Siliziumdioxidschicht (vgl. auch Kapitel 4.3.2). Diese Oxidschicht geht mit den im vorangehenden Abschnitt erwähnten überschüssigen Valenzelektronen der Oberflächenatome des Siliziums eine Bindung ein, so dass die freie Oberflächenladungsdichte verringert wird. Entfernt man die Siliziumdioxidschicht vor dem Beschichten mit Metall unter Vakuum-Atmosphäre, so müssen Oberflächenladungen des Siliziums berücksichtigt werden und die Metall-Halbleiter-Verbindung lässt sich eher durch das in Abbildung 4-35 gezeigte Modell annähern.<sup>59</sup>

Ist die Metall-Halbleiter-Verbindung hergestellt, so herrscht ohne von außen angelegte Vorspannung ein thermisches Gleichgewicht und der Fluss der Elektronen vom Halbleiter ins Metall ist Null. Je nach Austrittsarbeit des Metalls und von außen angelegter Spannung verändert sich die Ausdehnung der Raumladungszone  $l_R$ . Tabelle 4-3 zeigt schematisch diese Abhängigkeit der Raumladungszone. Nehmen wir an, dass der Halbleiter negativ dotiert ist und die Austrittsarbeit des Metalls größer ist als die Elektronenaffinität des Halbleiters. Wird eine negative Spannung an den Halbleiter angelegt, so verringert sich die Breite der positiv geladenen Raumladungszone. Die Elektronen im Halbleiter sehen nun eine geringere Barriere als ohne Vorspannung, wodurch der Fluss der Elektronen ins Metall erhöht wird. Dies wird Durchlassrichtung genannt. Wird eine positive Spannung an den Halbleiter angelegt, so entspricht dies der Sperrrichtung. Es handelt sich dann um einen gleichrichtenden Metall-Halbleiter-Kontakt.

	Angelegte Spannung an Halbleiter	Ausdehnung Raumladungszone $l_R$	
		n-dotiertes Silizium	p-dotiertes Silizium
$q\phi_M > q\chi$	$U > 0$	Steigt, positiv	-
	$U < 0$	Sinkt, positiv	-
$q\phi_M < q\chi$	$U > 0$	-	Sinkt, negativ
	$U < 0$	-	Steigt, negativ

**Tabelle 4-3:** Abhängigkeit der Ausdehnung und der Ladung (positiv oder negativ) der Raumladungszone von der Dotierung des Halbleiters, der Austrittsarbeit des Metalls und der angelegten äußeren Spannung.

Unter der Annahme, dass der Halbleiter gleichmäßig dotiert ist, und man klar zwischen Raumladungszone, die über ihre Breite homogen ist, und Bereich des Halbleiters ohne Raumladungen unterscheiden kann, lautet die Poisson-Gleichung<sup>59</sup>

$$\frac{d^2\phi}{dx^2} = -\frac{q}{\epsilon_0\epsilon_r} N \quad \text{für } 0 < x < l_R \quad \text{Gl. 4-6}$$

$$\frac{d^2\phi}{dx^2} = 0 \quad \text{für } x \gg l_R \quad \text{Gl. 4-7}$$

Hier sind  $l_R$  die Breite der Raumladungszone,  $x$  die Achse in Richtung der Breite  $l_R$  der Raumladungszone mit der Grenze vom Halbleiter zum Metall bei  $x=0$ ,  $\epsilon_r$  die relative Dielektrizitätszahl des Halbleiters,  $\epsilon_0$  die Dielektrizitätskonstante im Vakuum,  $q$  die negative Elementarladung,  $\phi$  das Potential und  $N$  die Ladungsträgerkonzentration im Halbleiter. Aus der Lösung von Gl. 4-6 für  $0 < x < l_R$  und der Randbedingung  $d\phi/dx = 0$  bei  $x = l_R$  erhält man die elektrische Feldstärke  $E_{el}(x)$  in der Raumladungszone<sup>59</sup>

$$E_{el}(x) = -\frac{d\phi}{dx} = \frac{qN}{\epsilon_0\epsilon_r} (x - l_R) \quad \text{Gl. 4-8}$$

Die elektrische Feldstärke in der Raumladungszone fällt linear mit dem Abstand von der Grenzfläche ab. Mit Hilfe der Randbedingung  $\phi(x) = 0$  bei  $x = l_R$  ergibt sich für die Potentialverteilung

$$\phi(x) = -\frac{qN}{2\epsilon_0\epsilon_r} l_R^2 \left(1 - \frac{x}{l_R}\right)^2 \quad \text{Gl. 4-9}$$

Das Potential wird maximal bei  $x = 0$ . Es gilt weiterhin  $\phi(0) = U_D - U$ . Durch Einsetzen in Gl. 4-9 erhält man die Breite der Raumladungszone

$$l_R = \sqrt{\frac{2\epsilon_r\epsilon_0(U - U_D)}{qN}} \quad \text{Gl. 4-10}$$

$U_D$  ist die Diffusionsspannung und  $U$  die von außen angelegte Spannung. Für einen mit Platin beschichteten Silizium-Federbalken mit einer Ladungsträgerkonzentration von  $10^{24} \text{ m}^{-3}$ , einer relativen Dielektrizitätszahl von  $\epsilon_r = 12,1$ <sup>63</sup>, einer Diffusionsspannung von ca. 1 V und einer angelegten Gleichspannung von 0 bis -25 V ergibt sich eine Breite  $l_R$  der Raumladungszone zwischen 33 und 186 nm.

Die Ladung  $Q_{RL}$  pro Fläche in der Raumladungszone des Halbleiters beträgt<sup>70</sup>

$$Q_{RL} = qNl_R = \sqrt{2q\epsilon_0\epsilon_r N(U - U_D)} \quad , \quad [\text{C/m}^2] \quad . \quad \text{Gl. 4-11}$$

Die Kapazität pro Fläche  $C'$  der Raumladungszone ist<sup>70</sup>

$$C' = \frac{\partial Q_{RL}}{\partial U} = \sqrt{\frac{q\epsilon_0\epsilon_r N}{2(U - U_D)}} = \frac{\epsilon_0\epsilon_r}{l_R} \quad , \quad [\text{F/m}^2] \quad . \quad \text{Gl. 4-12}$$

Die Diffusionsspannung  $U_D$  kann über die Messung der Größe  $1/C'^2$  in Abhängigkeit der angelegten äußeren Spannung  $U$  experimentell ermittelt werden.<sup>72</sup> Die Größe  $1/C'^2$  wird Null, wenn die angelegte äußere Spannung der Diffusionsspannung entspricht.

Bei Anlegen einer elektrischen Spannung an die Metallschicht ändert die Raumladungszone ihre Ausdehnung. Eine Wechselspannung bewirkt periodische Änderungen, ein Gleichspannungsanteil geeigneter Polung dient dazu, die Barriere insgesamt zu vergrößern. Es kommen mehrere Mechanismen in Frage, die die Veränderung der Raumladungszone an die Gitterverzerrung koppeln:

- Elektrostatistische Kräfte
- Elektrostriktion
- Deformationspotential

Wie in Kapitel 4.3.3.4 bereits angesprochen, kann die Blattfeder außerdem thermisch aufgrund des Bimorph-Effektes zu Schwingungen angeregt werden. Es wurde gezeigt, dass der Effekt nicht zu vernachlässigen ist. Im Folgenden werden die drei genannten Koppelmechanismen und auch die thermische Anregung besprochen und ihre Größenordnungen im Hinblick auf die Anregung der Blattfeder abgeschätzt.

Der erste Mechanismus, der hier behandelt wird, beruht auf den Coulomb-Kräften zwischen der negativen Elektronenladung an der Metallgrenzfläche und den Ionenrümpfen in der Verarmungszone.<sup>54,72-75</sup> Es handelt sich um eine Druckspannung. Aufgrund der Diffusionsspannung ist die Raumladungszone bereits ohne ein zusätzlich von außen angelegtes elektrisches Feld vorhanden. Die Coulomb-Kräfte rufen somit eine permanente statische Verzerrung hervor, die durch die Diffusionsspannung gegeben ist. Ein zusätzliches elektrisches Feld, das von außen angelegt wird, erzeugt eine weitere Ladungsverschiebung und damit eine Änderung der mechanischen Spannungen und eine entsprechende Änderung der Verzerrung des Gitters.

In der Raumladungszone ist die Ladung  $dQ(x)$  pro Flächeneinheit in einem Längenelement  $dx$



$$dQ(x) = qNdx \quad . \quad \text{Gl. 4-13}$$

Dabei ist  $N$  die Ladungsdichte, die als konstant über die Gesamtbreite  $l_R$  der Diode angesehen wird. Die Kraft  $dF(x)$ , die pro Fläche am Ort  $x$  wirkt, d.h. der Druck  $dp(x)$  beträgt

$$dp(x) = E_{el}(x)dQ(x) \quad , \quad \text{Gl. 4-14}$$

wobei  $E_{el}(x)$  die elektrische Feldstärke am Ort  $x$  ist. Einsetzen von Gl. 4-8 und Gl. 4-13 in Gl. 4-14 ergibt

$$dp(x) = \frac{q^2 N^2}{\epsilon_0 \epsilon_r} (x - l_R) dx \quad . \quad \text{Gl. 4-15}$$

Unter der Annahme  $p(l_R) = 0$  fällt der Druck entlang der Koordinate  $x$  wie folgt ab:

$$p(x) = \int dp(x) dx = \frac{q^2 N^2}{2\epsilon_0 \epsilon_r} (x - l_R)^2 \quad . \quad \text{Gl. 4-16}$$

Die Elastizität des Körpers wirkt dieser Kraft entgegen und es entsteht eine lokale Verzerrung  $S_C(x)$

$$S_C(x) = \frac{p(x)}{E} \quad , \quad \text{Gl. 4-17}$$

wobei  $E$  der Elastizitätsmodul ist. Die Auslenkung  $\Delta b_C$  der Schottky-Barriere in Dickenrichtung ergibt sich aus der Integration von Gl. 4-17

$$\Delta b_C = \int_0^{l_R} \frac{p(x)}{E} dx = -\frac{1}{3E} \sqrt{2\epsilon_0 \epsilon_r q N (U - U_D)^3} \quad . \quad \text{Gl. 4-18}$$

Für einkristallines Silizium in (100)-Richtung ist  $E = 161 \text{ GPa}$ .<sup>73</sup> Einsetzen der gleichen Werte wie in Gl. 4-10 oben bei einer angelegten Spannung von  $U = -25 \text{ V}$  resultiert in einer Dickenänderung der Schottky-Barriere von  $\Delta b_C = -1,59 \text{ pm}$ . Das negative Vorzeichen gibt an, dass es sich um eine Druckspannung handelt. Die Dickenänderung entspricht einer Verzerrung in der Grenzschicht von  $S_C \approx \Delta b_C / l_R = 9 \times 10^{-6}$  bei einer angelegten Spannung von  $U = -25 \text{ V}$ .

Ein weiterer Effekt, der als Kopplungsmechanismus für die Gitterverzerrung verantwortlich ist, ist die Elektrostriktion.<sup>73,75,76</sup> Die Elektrostriktion beschreibt die Gitterverzerrung eines Materials in Abhängigkeit eines angelegten elektrischen Feldes. Die Ursache ist die räumliche Verschiebung von Ladungsschwerpunkten. Die Elektrostriktion entspricht somit einer Polarisierung und damit Kräften durch das von außen angelegte elektrische Feld. Für die Dehnung  $S_E$  aufgrund von Elektrostriktion gilt<sup>73,76</sup>

$$S_E = c_E E_{el}^2(x) , \quad \text{Gl. 4-19}$$

wobei  $c_E$  der Elektrostriktionskoeffizient und  $E_{el}(x)$  die elektrische Feldstärke ist. In den Elektrostriktionskoeffizienten gehen die elektrische Polarisierbarkeit und die elastischen Koeffizienten ein. Das elektrische Feld fällt über die Dicke der Verarmungszone  $l_R$  ab.

Die Dickenänderung  $\Delta b_E$  der Schottky-Barriere aufgrund von Elektrostriktion berechnet sich zu<sup>73</sup>

$$\Delta b_E = c_E \int_0^{l_R} E_{el}^2(x) dx . \quad \text{Gl. 4-20}$$

Durch Einsetzen von Gl. 4-8 und Gl. 4-10 in Gl. 4-20 erhält man für  $\Delta b_E$

$$\Delta b_E = \frac{2}{3} c_E \sqrt{\frac{2qN}{\epsilon_0 \epsilon_r} (U - U_D)^3} . \quad \text{Gl. 4-21}$$

Bei dem elektrostriktiven Effekt handelt es sich um eine Zugspannung. Sterkenburg bestimmt den Elektrostriktionskoeffizienten für Silizium zu  $c_E = 1,8 \times 10^{-22} \text{ m}^2 \text{V}^{-2}$ .<sup>73</sup> Setzt man in Gl. 4-21 die gleichen Zahlenwerte ein wie in Gl. 4-18, so ergibt sich für eine angelegte Spannung von  $U = -25 \text{ V}$  eine Dickenänderung von  $\Delta b_E = 0,86 \text{ pm}$ . Dies entspricht einer Verzerrung in der Grenzschicht von  $S_E \approx \Delta b_E / l_R = 5 \times 10^{-6}$  bei einer angelegten Spannung von  $U = -25 \text{ V}$ .

Die Kräfte der Elektrostriktion wirken entgegengesetzt zu den elektrostatischen Kräften in der Verarmungszone.<sup>73</sup> Durch die Elektrostriktion entsteht eine Zugspannung und durch die elektrostatischen Kräfte entsteht eine Druckspannung. Addiert man die beiden Effekte, so erhält man eine Dickenänderung von  $\Delta b = \Delta b_C + \Delta b_E = -0,73 \text{ pm}$ .

In Halbleitern, und auch Halbmetallen, existiert ein weiterer Kopplungsmechanismus zwischen Ladungsträgern und dem Gitter durch das Deformationspotential.<sup>77</sup> Die physikalische Ursache dafür ist, dass Ladungsdichtefluktuationen eine Gitterverzerrung hervorrufen. Sie verändern lokal das Fermi-Niveau und erzeugen ein lokales elektrisches Feld. Im Folgenden wird untersucht, inwiefern dieser Mechanismus hier eine Rolle spielt.

Die Bewegungsgleichung für das Gitter bei Kopplung durch das Deformationspotential  $V$  lautet nach Spector<sup>77</sup>

$$E \frac{d^2 u}{dx^2} + \rho \omega^2 u = V \frac{dN}{dx} , \quad \text{Gl. 4-22}$$

wobei  $E$  der Elastizitätsmodul,  $u$  die Teilchenverschiebung,  $\rho$  die Dichte,  $\omega$  die Kreisfrequenz der Ultraschallwelle und  $N$  die Ladungsdichte sind. Spector berichtet über die Möglichkeit der Erzeugung von Schallwellen bei Frequenzen im GHz-Bereich. Es wird von ihm diskutiert, inwiefern ein periodisches elektrisches Feld, das Ladungsdichtefluktuationen bewirkt, zur Erzeugung von Ultraschallwellen genutzt werden kann, indem die Ladungsdichtefluktuationen über das Deformationspotential an die Gitterverzerrung koppeln. Das

elektrische Feld fällt bei Spector über die Thomas-Fermi-Abschirmlänge eines Halbmetalles, wie beispielsweise Bismuth, ab. Im Falle der Schottky-Barriere beträgt die Ladungsdichte  $N(x)$  der Raumladungszone, über die das elektrische Feld abfällt,

$$N(x) = \frac{E_{el}(0)}{l_R 4\pi q} \exp\left(-\frac{x}{l_R}\right), \quad \text{Gl. 4-23}$$

mit der Dicke  $l_R$  der Raumladungszone, der Elementarladung  $q$  und dem elektrischen Feld  $E_{el}(0)$  an der Grenzfläche, also bei  $x = 0$ . Gl. 4-23 ist hier auf den Fall der Schottky-Barriere angepasst, indem, statt der von Spector verwendeten Thomas-Fermi-Abschirmlänge, die Dicke  $l_R$  der Raumladungszone eingesetzt wird. Einsetzen von Gl. 4-23 in Gl. 4-22 und Lösen der Differentialgleichung mit der Randbedingung für  $x = 0$

$$E \frac{du}{dx} = VN \quad \text{Gl. 4-24}$$

resultiert in einer Dickenänderung aufgrund des Deformationspotentials  $\Delta b_D$

$$\Delta b_D = \frac{-i\varepsilon_0 k l_R V E_{el}(0)}{q\rho v_s^2 (1 + k^2 l_R^2)}, \quad \text{Gl. 4-25}$$

Wobei  $k = \omega/v_s$  der Wellenvektor der Schallwelle mit der Kreisfrequenz  $\omega = 2\pi f$  und der Schallgeschwindigkeit  $v_s$  ist. Anhand von Gl. 4-25 kann man die Dickenänderung, die durch das Deformationspotential zustande kommt, abschätzen. Die niedrigste freie Biegeresonanzfrequenz liegt bei NCL-Federbalken üblicherweise bei  $f = 160$  kHz.

Frequenz $f$	160 kHz
Longitudinale Schallgeschwindigkeit Silizium $v_s$ in [110]-Richtung (gleich [010]-Richtung)	$8,43 \times 10^3$ m/s
Deformationspotential $V$	$\approx 1$ eV = $1,6 \times 10^{-19}$ J
Elektrische Feldstärke $E_{el}(0)$	$(25 \text{ V}) / (186 \times 10^{-9} \text{ m})$ $= 1,3 \times 10^8$ V/m
Elementarladung $q$	$1,6 \times 10^{-19}$ C
Dichte $\rho$	$2330$ kg/m <sup>3</sup>
Dielektrizitätskonstante im Vakuum $\varepsilon_0$	$8,8542 \times 10^{-12}$ F/m
Dicke der Raumladungszone $l_R$	$186 \times 10^{-9}$ m

**Tabelle 4-4:** Größen zur Berechnung der Dickenänderung aufgrund des Deformationspotentials.

Einsetzen der Werte aus Tabelle 4-4 in Gl. 4-25 resultiert in einer Dickenänderung aufgrund des Deformationspotentials von  $\Delta b_D = 1,4 \times 10^{-19}$  m. Dieser Effekt ist sehr gering. Es kann

daher davon ausgegangen werden, dass dieser Effekt eine zu vernachlässigende Rolle bei der Schwingungserregung der Blattfeder spielt.

Ein weiterer Effekt, der eine Rolle bei der Erregung der Blattfeder spielen könnte, ist der Bimorph-Effekt.<sup>78</sup> Bringt man zwei Materialien zusammen, die einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten haben, so dehnen sie sich bei Erwärmen unterschiedlich stark aus. Bringt man eine Metallschicht auf eine Silizium-Blattfeder auf, so führt der Bimorph-Effekt zur Verbiegung der Blattfeder.<sup>66,79,80</sup>

Legt man eine Wechselspannung  $U_{AC}$  mit überlagerter Gleichspannung  $U_{DC}$  an den Federbalken an, so erwärmt sich die Blattfeder periodisch. Die Wärmeleistung  $P_W$  im Bimorph ist<sup>79</sup>

$$P_W = \frac{1}{R} (U_{AC} \sin \omega t + U_{DC})^2 = \frac{1}{R} (U_{AC}^2 \sin^2 \omega t + 2U_{AC} U_{DC} \sin \omega t + U_{DC}^2) , \quad \text{Gl. 4-26}$$

wobei  $\omega$  die Kreisfrequenz der angelegten Wechselspannung,  $R$  der elektrische Widerstand und  $t$  die Zeit ist.

Für den konkreten Fall der mit Metall beschichteten Blattfeder wurde der Widerstand experimentell bestimmt. Interessant ist in diesem Falle der Gesamtwiderstand, über den die Spannung abfällt. Der eigentliche Kontaktwiderstand kann nur sehr schwer berechnet werden. Der Kontaktwiderstand kommt durch die verschiedenen chemischen Potentiale der sich berührenden Materialien zustande, und außerdem spielen Effekte wie Oxidhäute, raue Kontakte usw. eine Rolle. Zur Bestimmung des Gesamtwiderstandes wird zunächst die Gesamtstromstärke ermittelt, indem der Spannungsabfall über einen bekannten Widerstand von  $R_1 = 10 \text{ Ohm}$  gemessen wird (s. Abbildung 4-36). Bei einer angelegten Spannung von  $0,5 \text{ V}$  ergibt sich eine Stromstärke von  $I = 50 \text{ mA}$ . Danach wird die Blattfeder  $R_2$  in Reihe mit dem bekannten Widerstand  $R_1$  geschaltet. Da die Stromstärke bekannt ist, kann der Gesamtwiderstand  $R_2$  der Blattfeder bestimmt werden. Aus diesem Experiment ergibt sich ein Widerstand der Blattfeder von  $R_2 = 70 \text{ m}\Omega$ . Für die Wärmeleistung ergibt sich somit ein Wert von  $P_W = R_2 I^2 = 175 \text{ }\mu\text{W}$ . Als Fläche wird hier der gesamte Federbalken angenommen, d.h. Breite  $\times$  Länge der Blattfeder. NCL-Balken haben typischerweise eine Länge von  $225 \text{ }\mu\text{m}$  und eine Breite von  $35 \text{ }\mu\text{m}$ . Die Wärmeleistung pro Fläche  $P_A$  beträgt somit  $P_A = 2 \times 10^4 \text{ W/m}^2$ .

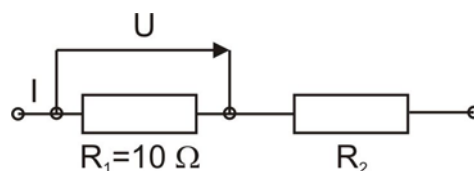


Abbildung 4-36: Schaltbild zur Bestimmung des Gesamtwiderstandes der Blattfeder.

Ist diese Wärmeleistung pro Fläche  $P_A$  bekannt, so kann die Temperaturerhöhung  $\Delta T$  mit Hilfe von<sup>65</sup>

$$\Delta T = \frac{P_A}{\kappa} \sqrt{\frac{\chi_t}{\omega}} \quad \text{Gl. 4-27}$$

berechnet werden, wobei  $\kappa$  die Wärmeleitfähigkeit,  $\chi_t$  die thermische Diffusivität und  $\omega = 2\pi f$  die Kreisfrequenz ist. Die thermische Diffusivität  $\chi_t$  berechnet sich durch

$$\chi_t = \frac{\kappa}{\rho c}, \quad \text{Gl. 4-28}$$

mit der Dichte  $\rho$  und der spezifischen Wärme  $c$ .

Mit Hilfe der Werte in Tabelle 4-5, Gl. 4-27 und Gl. 4-28 wird die Temperaturerhöhung, die sich in Silizium ergibt, berechnet. Als Frequenz wird die typische Frequenz für die erste freie Biegeresonanz bei NCL-Federbalken von  $f = 160$  kHz gewählt. Die Temperaturerhöhung  $\Delta T$  in dem Halbleiter beträgt somit  $\Delta T = 1,4 \times 10^{-3}$  K.

	Silizium
Wärmeleitfähigkeit $\kappa$	124 W/mK
Dichte $\rho$	$2,33 \times 10^3$ kg/m <sup>3</sup>
Spezifische Wärme $c$	702 J/kgK
Thermische Diffusivität $\chi_t$	$0,76 \times 10^{-4}$ m <sup>2</sup> /s
Frequenz $f$	160 kHz
Temperaturerhöhung $\Delta T$	$1,4 \times 10^{-3}$ K

**Tabelle 4-5:** Berechnung der Temperaturerhöhung  $\Delta T$ , die sich in Silizium aufgrund der angelegten Spannung ergibt.

In die Berechnung der Temperaturerhöhung sind der Gesamtwiderstand der mit Metall beschichteten Blattfeder und die Größen aus Tabelle 4-5 für Silizium eingeflossen. Die Metallschicht wird somit nur in der Berechnung des Gesamtwiderstandes berücksichtigt. Diese Annahme kann getroffen werden, da die Dicke der Metallschicht mit ca. 100 nm vernachlässigbar klein ist gegenüber der Dicke des Halbleiters mit ca. 8  $\mu\text{m}$ . Für die Temperaturerhöhung des Metalls kann somit angenähert der gleiche Wert wie für den Halbleiter angenommen werden.

Aus der Temperaturerhöhung  $\Delta T$  resultiert eine Verbiegung der Blattfeder aufgrund des Bimorph-Effektes. Bei der folgenden Rechnung sind einige Vereinfachungen getroffen worden. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten sind konstant und unabhängig von der Temperatur. Des Weiteren wird die Annahme getroffen, dass die Temperaturverteilung über den gesamten Bimorph gleichmäßig ist. Der Radius  $r$  der Krümmung der Blattfeder, die sich durch den Bimorph-Effekt ergibt, beträgt<sup>66,80</sup>

$$r = \frac{2}{3} \frac{\frac{7}{4} (b + t_M)^2 - 2bt_M + \frac{E_{Si} b^3}{E_M t_M} + \frac{E_M t_M^3}{E_{Si} b}}{\Delta\alpha_t \Delta T (b + t_M)}, \quad \text{Gl. 4-29}$$

wobei  $b$  die Dicke des Silizium und somit die Balkendicke,  $t_M$  die Dicke der Metallschicht,  $E_{Si}$  der Elastizitätsmodul von Silizium und  $E_M$  der Elastizitätsmodul von Metall sind.  $\Delta\alpha_t$  ist der Unterschied in den thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Mit der zuvor bestimmten Temperaturerhöhung von  $\Delta T = 1,4 \times 10^{-3}$  K, den Werten aus Tabelle 4-6 und einer Dicke des Siliziums von  $b = 8 \mu\text{m}$  und der Goldschicht von  $t_M = 100 \text{ nm}$ , resultiert ein Krümmungsradius von  $r = 5,2 \times 10^4 \text{ m}$ .

	Silizium	Gold
Thermischer Ausdehnungskoeffizient $\alpha_t$	$2,49 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$14,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Elastizitätsmodul $E$	161 GPa	80 GPa

**Tabelle 4-6:** Thermische Ausdehnungskoeffizienten und Elastizitätsmoduli von Silizium und Gold.<sup>63,79</sup>

Aus dem Krümmungsradius  $r$  und der Länge der Blattfeder  $L$  kann man näherungsweise die statische Auslenkung  $z(L)$  am freien Ende der Blattfeder berechnen<sup>66,80</sup>

$$z(L) = \frac{L^2}{2r} . \quad \text{Gl. 4-30}$$

Diese Näherung kann getroffen werden für  $L \ll r$ . Bei einer Länge  $L = 225 \mu\text{m}$  ergibt sich eine Auslenkung am Ende der Blattfeder von  $z(L) = 0,48 \mu\text{m}$ . Diese Auslenkung ist statisch. Die Blattfeder wird jedoch in einer Resonanz angeregt, so dass die Schwingungamplitude durch die Resonanzhöhung größer ist als der hier ermittelte Wert. Die Schwingungamplitude in Resonanz wird in Kapitel 4.3.5 berechnet und mit den anderen Effekten verglichen.

Neben dem Bimorph-Effekt ist ein weiterer Effekt, der auf thermische Einflüsse zurückzuführen ist, die Verbiegung der Blattfeder aufgrund von Wärmediffusion in den Halbleiter selbst. Die Metallschicht dient dabei lediglich als Widerstandsschicht.<sup>65,67</sup> Durch Anlegen einer elektrischen Spannung an den Federbalken erwärmt sich das Silizium. Die erste Frage, die sich stellt, ist die Eindringtiefe  $\delta$  der Erwärmung<sup>65</sup>

$$\delta = \sqrt{\frac{2\chi_t}{\omega}} . \quad \text{Gl. 4-31}$$

Bei einer typischen freien Biegeresonanzfrequenz eines NCL-Federbalkens von  $f = 160 \text{ kHz}$  beträgt die Eindringtiefe  $\delta = 12 \mu\text{m}$ . Die typische Dicke für NCL-Balken liegt bei ca.  $8 \mu\text{m}$ . Die Eindringtiefe ist daher von gleicher Größenordnung wie die Balkendicke.

Die Verzerrung  $S_T = \Delta b_T / b$  des Siliziums aufgrund von Wärmediffusion in den Halbleiter beträgt<sup>73</sup>

$$S_T = \frac{\Delta b_T}{b} = \alpha_{t,Si} \Delta T . \quad \text{Gl. 4-32}$$

Bei einer Temperaturerhöhung des Siliziums von  $\Delta T = 1,4 \times 10^{-3}$  K und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha_{t, Si} = 2,49 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , ergibt sich für die Verzerrung des Siliziums  $S_T = \Delta b_T/b = 3,5 \times 10^{-9}$  bei der Balkendicke  $b$ . Beträgt die Balkendicke  $b = 8 \text{ }\mu\text{m}$ , so ergibt sich eine Dickenänderung von  $\Delta b_T = 2,8 \times 10^{-14} \text{ m}$ . Die Kopplung aufgrund von Wärmediffusion in den Halbleiter ist um zwei Größenordnungen kleiner als die Effekte Elektrostriktion und Elektrostatische Anziehung und spielt daher lediglich eine geringe Rolle bei der Erregung der Blattfeder.

Zusammengefasst ist festzustellen, dass hauptsächlich die Effekte beruhend auf Elektrostriktion und elektrostatischen Kräften bei der Erregung der Blattfeder eine Rolle spielen (s. Tabelle 4-7). Die Kopplungen an die Gitterverzerrung durch das Deformationspotential und durch die Wärmediffusion in den Halbleiter sind im Vergleich dazu gering und können in den weiteren Betrachtungen vernachlässigt werden. In Tabelle 4-7 muss beachtet werden, dass die Größenordnung des Bimorph-Effektes nicht direkt mit den übrigen Effekten verglichen werden kann, da es sich um eine andere Größe, nämlich die Auslenkung am freien Ende der Blattfeder, handelt. Bei den übrigen Kopplungsmechanismen ist die Dickenänderung verglichen. Am Ende von Kapitel 4.3.5 liegen vergleichbare Größen der Kopplungsmechanismen Elektrostriktion, Elektrostatische Anziehung und Bimorph-Effekt vor, wodurch der Vergleich dieser Effekte und somit auch eine Aussage über die Effektivität des Bimorph-Effektes im Vergleich zu den anderen Effekten ermöglicht werden.

Kopplungsmechanismus	Größenordnung
Elektrostriktion	$\Delta b_E = 8,6 \times 10^{-13} \text{ m}$
Elektrostatische Anziehung	$\Delta b_C = 1,6 \times 10^{-12} \text{ m}$
Bimorph-Effekt	$z(L) = 4,8 \times 10^{-13} \text{ m}$
Deformationspotential	$\Delta b_D = 1,4 \times 10^{-19} \text{ m}$
Wärmediffusion in den Halbleiter	$\Delta b_T = 2,8 \times 10^{-14} \text{ m}$

**Tabelle 4-7:** Übersicht der Kopplungsmechanismen und deren Beitrag zur Gitterverzerrung.

Der elektrostriktive Kopplungsmechanismus und die Kopplung über die elektrostatische Anziehung führen also zu einer Gitterverzerrung in Dickenrichtung der Silizium-Blattfeder. Durch diese Verzerrung entsteht eine mechanische Spannung in der Blattfeder. Durch den Bimorph-Effekt krümmt sich die Blattfeder, was ebenfalls einer mechanischen Spannung in der Blattfeder entspricht. Diese mechanische Spannung wirkt in jedem der Fälle über die gesamte Länge des Federbalkens und kann durch ein Drehmoment modelliert werden, das am freien Ende der Blattfeder angreift. Im folgenden Abschnitt wird nun die Auslenkung am Ende der Blattfeder aufgrund dieses Drehmomentes bestimmt.

### 4.3.5 Analytische Berechnung der Schwingung mit Schottky-Anregung

Ist eine Blattfeder beschichtet, so steht sie oft unter mechanischer Spannung, wenn die Gitterkonstanten von Schicht und Blattfeder unterschiedlich sind. Diese Spannung führt zur Verbiegung der Blattfeder. Stoney<sup>81</sup> berechnet, unter der Annahme, dass die Auslenkung am Ende der Blattfeder klein gegenüber den Abmessungen der Blattfeder ist, die Auslenkung  $z(L)$  am Ende der Blattfeder. Er nimmt vereinfachend an, dass die Filmdicke gering im

Vergleich zur Dicke der Blattfeder ist und die Blattfeder gleichmäßig über ihre Länge gekrümmt ist. Stoney modelliert die mechanische Spannung, unter der die gesamte Blattfeder steht, durch ein Moment, das am freien Ende der Blattfeder angreift.

Im Falle der Schottky-Barriere kann die Berechnung durch Stoney übernommen werden (s. Gl. 4-33), jedoch wird an Stelle des Filmes angenommen, dass sich die Verarmungszone aufgrund einer angelegten elektrischen Spannung dehnt (s. Kapitel 4.3.4). In Folge dessen steht der Halbleiter im Oberflächenbereich unter mechanischer Spannung. Diese mechanische Spannung kann analog zu Stoney durch ein Drehmoment am Ende der Blattfeder modelliert werden. Für die Auslenkung  $z(L)$  am Ende der Blattfeder gilt nach Stoney unter Verwendung der Dicke der Raumladungszone  $l_R$ <sup>81</sup>

$$z(L) = \frac{3}{4} \frac{\sigma l_R L^2}{Eb^2} . \quad \text{Gl. 4-33}$$

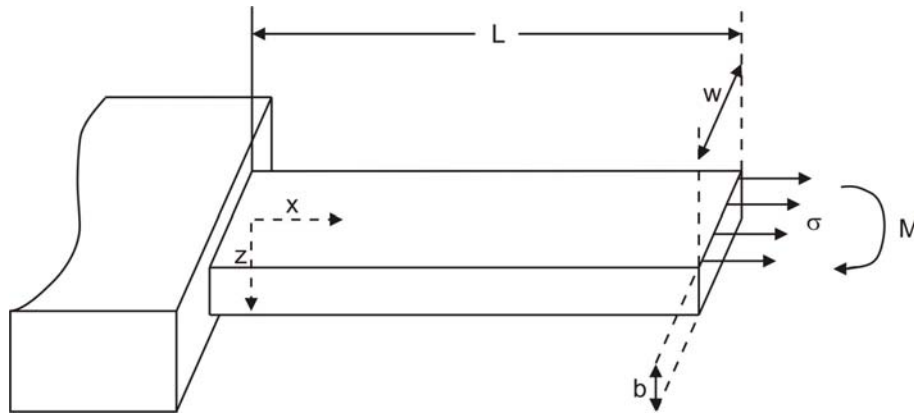
$E$  ist der Elastizitätsmodul und  $\sigma$  die mechanische Spannung. Bei Stoney wird zur Vereinfachung nicht zwischen dem Elastizitätsmodul in der Schicht und dem Elastizitätsmodul des Balkens unterschieden. Unter der vereinfachenden Annahme, dass die Verzerrung  $S$  homogen ist, kann die mechanische Spannung dann mit Hilfe des Hookschen Gesetzes  $\sigma = ES$  aus der Verzerrung  $S$  berechnet werden. Somit vereinfacht sich Gl. 4-33 zu

$$z(L) = \frac{3}{4} \frac{Sl_R L^2}{b^2} . \quad \text{Gl. 4-34}$$

Bei der Berechnung von  $z(L)$  werden für die Verzerrung  $S$  hier nur die Effekte der Elektrostriktion und der elektrostatischen Anziehung berücksichtigt. Die statische Auslenkung  $z(L)$  aufgrund des Bimorph-Effektes wurde bereits in Kapitel 4.3.4 berechnet. Die Verzerrung aufgrund von Elektrostriktion und elektrostatischer Anziehung beträgt, wie zuvor in Kapitel 4.3.4 berechnet,  $S = S_C + S_E = 4 \times 10^{-6}$ . Mit den typischen Daten für eine Blattfeder der Dicke  $b = 8 \mu\text{m}$ , der Länge  $L = 225 \mu\text{m}$  und der Dicke der Verarmungszone von  $l_R = 186 \text{ nm}$  bei einer angelegten elektrischen Spannung von  $-25 \text{ V}$  ergibt sich eine Auslenkung von  $z(L) = 0,4 \text{ nm}$ .

Diese Berechnung entspricht einer statischen Auslenkung. In unserem Falle kommt es jedoch zur Vergrößerung der Schwingungsamplitude durch Resonanzerhöhung. Im Folgenden wird die Schwingungsamplitude für den ersten freien Biegemode der Blattfeder berechnet. Die Berechnung erfolgt für eine erzwungene Schwingung im Fall einer Dehnung an der Oberfläche des Balkens. Diese Dehnungen erzeugen mechanische Spannungen an der Oberfläche des Balkens und können, analog zu Stoney, durch die Wirkung eines Drehmoments modelliert werden, das auf das freie Ende des Balkens wirkt (s. Abbildung 4-37).<sup>82,83</sup>





**Abbildung 4-37:** Schematische Abbildung der Blattfeder, an dessen freiem Ende eine mechanische Spannung angreift, die durch die Wirkung eines Drehmoments modelliert wird.<sup>83</sup>

Zunächst wird daher angenommen, dass auf das freie Ende bei  $x=L$  ein periodisches Drehmoment  $M$  wirkt

$$M = M_0 e^{i\omega t} . \quad \text{Gl. 4-35}$$

Ausgehend von der partiellen Differentialgleichung Gl. 3-1 für Biegeschwingungen von Blattfedern, gelten folgende Randbedingungen mit Drehmoment

$$z(x=0) = 0 \quad \frac{\partial^2 z}{\partial x^2}(x=L) = \frac{M_0}{EI} \quad \text{Gl. 4-36}$$

$$\frac{\partial z}{\partial x}(x=0) = 0 \quad \frac{\partial^3 z}{\partial x^3}(x=L) = 0$$

Die folgende Rechnung vereinfacht sich, wenn der ortsabhängige Teil von Gl. 3-2 mit trigonometrischen und Hyperbelfunktionen ausgedrückt wird statt mit Exponentialfunktionen. Unter Vernachlässigung des zeitabhängigen Terms in Gl. 3-2 lautet der ortsabhängige Teil der allgemeinen komplexen Lösung aus Gl. 3-2 demnach

$$z(x) = A_1(\cos \alpha x + \cosh \alpha x) + A_2(\cos \alpha x - \cosh \alpha x) + A_3(\sin \alpha x + \sinh \alpha x) + A_4(\sin \alpha x - \sinh \alpha x) . \quad \text{Gl. 4-37}$$

Die Konstanten  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  und  $A_4$  sind Kombinationen aus den Konstanten  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  und  $a_4$  aus Gl. 3-2. Aus den Randbedingungen für  $x=0$  folgen  $A_1=0$  und  $A_3=0$ . Die Randbedingungen bei  $x=L$  liefern

$$\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} = \frac{M_0}{EI} = \alpha^2 [-A_2(\cos \alpha L + \cosh \alpha L) - A_4(\sin \alpha L + \sinh \alpha L)] \quad \text{Gl. 4-38}$$

und

$$\frac{\partial^3 z}{\partial x^3} = 0 = \alpha^3 [A_2(\sin \alpha L - \sinh \alpha L) - A_4(\cos \alpha L + \cosh \alpha L)] . \quad \text{Gl. 4-39}$$

Aus Gl. 4-39 folgt

$$A_4 = \frac{\sin \alpha L - \sinh \alpha L}{\cos \alpha L + \cosh \alpha L} A_2 . \quad \text{Gl. 4-40}$$

Kombinieren von Gl. 4-38 und Gl. 4-40 ergibt

$$A_2 = -\frac{M_0}{EI\alpha^2} \frac{\cos \alpha L + \cosh \alpha L}{2(1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L)} \quad \text{Gl. 4-41}$$

und

$$A_4 = -\frac{M_0}{EI\alpha^2} \frac{\sin \alpha L - \sinh \alpha L}{2(1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L)} . \quad \text{Gl. 4-42}$$

Einsetzen von Gl. 4-41 und Gl. 4-42 in Gl. 4-37 liefert die Schwingungsamplitude  $z(x)$

$$z(x) = -\frac{M_0 L^2}{2EI(\alpha L)^2} \times \frac{(\cos \alpha x - \cosh \alpha x)(\cos \alpha L + \cosh \alpha L) + (\sin \alpha x - \sinh \alpha x)(\sin \alpha L - \sinh \alpha L)}{1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L} . \quad \text{Gl. 4-43}$$

Die Schwingungsamplitude am Ende des Balkens ( $x = L$ ) ist somit

$$z(L) = \frac{M_0 L^2}{EI(\alpha L)^2} \frac{\sin \alpha L \sinh \alpha L}{1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L} . \quad \text{Gl. 4-44}$$

Für die Kopplung durch die Mechanismen Elektrostriktion und elektrostatische Anziehung wurde in Kapitel 4.3.4 eine Dehnung in der Oberfläche berechnet. Für die Verbiegung der Blattfeder aufgrund des Bimorph-Effektes wurde in Kapitel 4.3.4 eine Krümmung der Blattfeder ermittelt. Bei der folgenden Rechnung werden zunächst nur die Effekte Elektrostriktion und elektrostatische Anziehung betrachtet. Die Auslenkung der Blattfeder aufgrund des Bimorph-Effektes wird danach getrennt bestimmt.

Im nächsten Schritt muss das Drehmoment  $M$ , das durch die Kräfte in der Verarmungszone erzeugt wird, berechnet werden. Die Schottky-Barriere der Dicke  $l_R$  an der Oberfläche dehnt sich in Dickenrichtung um  $\Delta l_R/l_R$ . Dies erzeugt über Querkontraktion eine Längsdehnung des Balkens von  $\Delta L/L$

$$\frac{\Delta L}{L} = \nu \frac{\Delta l_R}{l_R}, \quad \text{Gl. 4-45}$$

wobei  $\nu$  die Poisson-Zahl ist. Die Dehnungen werden durch die Wirkung eines Drehmoments modelliert, das am Ende der Blattfeder angreift. Dieses Drehmoment wird durch eine mechanische Spannung und somit eine Kraft pro Fläche  $A$  bestimmt, die in Längsrichtung der Blattfeder wirkt. Die Kraft  $F$  wirkt über die gesamte Breite  $w$  des Balkens, aber in Dickenrichtung nur über die Dicke  $l_R$  der Schottky-Verarmungszone, wodurch  $A = w \times l_R$ . Die Spannung  $\sigma$ , die am Ende der Blattfeder angreift, und somit die Kraft  $F$ , die pro Fläche  $A$  in Längsrichtung der Blattfeder wirkt, beträgt

$$\sigma = \frac{F}{A} = E \frac{\Delta L}{L} = E \nu \frac{\Delta l_R}{l_R}, \quad \text{Gl. 4-46}$$

wobei  $E$  der E-Modul in Längsrichtung des Balkens ist. Es folgt für das Drehmoment  $M$

$$M = F \frac{b}{2} = \frac{\Delta l_R}{l_R} \frac{E \nu w l_R b}{2}, \quad \text{Gl. 4-47}$$

wobei  $b$  die Dicke des Balkens ist. Für Balken mit rechteckigem Querschnitt gilt für das Flächenträgheitsmoment  $I$

$$I = \frac{w b^3}{12}. \quad \text{Gl. 4-48}$$

Hieraus folgt

$$\frac{M}{EI} = \frac{\Delta l_R}{l_R} \frac{6 \nu l_R}{b^2}. \quad \text{Gl. 4-49}$$

Die Dehnung der Verarmungszone ist zeitabhängig

$$\frac{\Delta l_R}{l_R}(t) = s_{DC} + s_0 e^{i\omega t}, \quad \text{Gl. 4-50}$$

wobei  $s_{DC}$  der statischen Dehnung und der zweite Summand der dynamischen Dehnung entspricht. Mit Gl. 4-50 kann  $M_0/EI$  berechnet und in Gleichung Gl. 4-44 eingesetzt werden. Der DC-Anteil erzeugt eine statische Verkrümmung des Balkens, die man auch berechnen könnte. Hier wird jedoch nur der dynamische Anteil betrachtet, da dieser für die Schwingungsanregung verantwortlich ist. Der dynamische Anteil führt zu einer erzwungenen Schwingung der Amplitude  $z(L)$  am Ende der Blattfeder

$$z(L) = s_0 \frac{6v|_R L^2}{b^2(\alpha L)^2} \frac{\sin \alpha L \sinh \alpha L}{1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L} \quad \text{Gl. 4-51}$$

Die normierte Wellenzahl  $\alpha L$  ist komplex. Man kann

$$\alpha L = kL + io \quad \text{Gl. 4-52}$$

setzen, wobei  $k$  und  $o$  reell sind. Der Nenner von Gl. 4-51 kann mit Hilfe von Gl. 4-52 folgendermaßen umgeformt werden

$$\begin{aligned} \cos \alpha L \cosh \alpha L &= \cos(kL + io) \cosh(kL + io) && \text{Gl. 4-53} \\ &= \cos kL \cosh kL \cos o \cosh o + \sin kL \sinh kL \sin o \sinh o \\ &\quad + i \cos kL \sinh kL \sin o \cosh o - i \sin kL \cosh kL \sinh o \cos o \end{aligned}$$

Bei hohen Güten der Eigenresonanzen gilt für den Dämpfungsanteil  $o$  der Wellenzahl  $o \ll kL$ , daher wird angenommen:  $\cos o = 1$ ,  $\cosh o = 1$ ,  $\sin o = o$ ,  $\sinh o = o$ . Damit ergibt sich aus Gl. 4-53

$$\begin{aligned} \cos \alpha L \cosh \alpha L &= \cos kL \cosh kL + o^2 \sin kL \sinh kL && \text{Gl. 4-54} \\ &\quad + io(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL) \end{aligned}$$

Der Zähler von Gl. 4-51 kann unter Einbeziehung von Gl. 4-52 und oben genannten Annahmen bei hoher Güte folgendermaßen vereinfacht werden

$$\begin{aligned} \sin \alpha L \sinh \alpha L &= \sin(kL + io) \sinh(kL + io) && \text{Gl. 4-55} \\ &= i \cos kL \sinh kL \sinh o \cos o - \cos kL \cosh kL \sin o \sinh o \\ &\quad + \sin kL \sinh kL \cos o \cosh o + i \sin kL \cosh kL \sin o \cosh o \\ &= \sin kL \sinh kL + io(\sin kL \cosh kL + \cos kL \sinh kL) - o^2 \cos kL \cosh kL \end{aligned}$$

Einsetzen von Gl. 4-54 und Gl. 4-55 in Gl. 4-51 ergibt

$$\begin{aligned} z(L) &\approx s_0 \frac{6v|_R L^2}{b^2(\alpha L)^2} \times && \text{Gl. 4-56} \\ &\frac{\sin kL \sinh kL + io(\sin kL \cosh kL + \cos kL \sinh kL) - o^2 \cos kL \cosh kL}{1 + \cos kL \cosh kL + o^2 \sin kL \sinh kL + io(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)} \end{aligned}$$

Diese Formel wird bei der niedrigsten Biegeresonanzfrequenz ausgewertet. Bei hoher Güte der Resonanz ist die charakteristische Gleichung des ungedämpften Biegebalkens (s. Gl. 3-5) näherungsweise erfüllt

$$1 + \cos kL \cosh kL = 0, \quad \text{für } kL = 1,8751 \quad \text{Gl. 4-57}$$

Des Weiteren werden nur Terme in Gl. 4-56 beibehalten, bei denen  $\alpha$  nullter oder erster Ordnung ist. Die gemessene Schwingungsamplitude  $a_0$  ist der Betrag der komplexen Amplitude. Dies ergibt eine Schwingungsamplitude  $a_0$  am Ende der Blattfeder von

$$a_0 = |z(L)| \approx s_0 \frac{6v l_R L^2}{b^2 (kL)^2} \times \sqrt{\frac{(\sin kL \cosh kL + \cos kL \sinh kL)^2}{(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2} + \frac{(\sin kL \sinh kL)^2}{\alpha^2 (\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2}} \quad \text{Gl. 4-58}$$

Hat der erste freie Biegemode die Güte  $Q_{D,1}$ , so gilt<sup>82</sup>

$$\alpha L = 1,8751 \times \sqrt[4]{\left(\frac{f}{f_{1,\text{frei}}}\right)^2 - i \frac{1}{Q_{D,1}} \frac{f}{f_{1,\text{frei}}}} \quad \text{Gl. 4-59}$$

Bei der ersten Biegeresonanzfrequenz  $f_{1,\text{frei}}$  folgt daher (mit Hilfe der Näherung  $\sqrt[4]{1-x} \approx 1 - \frac{1}{4}x$  für kleine  $x$ )

$$\alpha L = 1,8751 \times \sqrt[4]{1 - i \frac{1}{Q_{D,1}}} \approx 1,8751 - i \frac{1,8751}{4Q_{D,1}} \quad \text{Gl. 4-60}$$

woraus folgt

$$\alpha \approx \frac{1,8751}{4Q_{D,1}} \quad \text{Gl. 4-61}$$

Einsetzen von Gl. 4-61 in Gl. 4-58 ergibt

$$a_0 \approx s_0 \frac{6v l_R L^2}{b^2 (kL)^2} \times \sqrt{\frac{(\sin kL \cosh kL + \cos kL \sinh kL)^2}{(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2} + \frac{16Q_{D,1}^2}{(1,8751)^2} \frac{(\sin kL \sinh kL)^2}{(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2}} \quad \text{Gl. 4-62}$$

Bei einer typischen Güte der ersten freien Biegeresonanz von  $Q_{D,1} = 300$  vereinfacht sich Gl. 4-62 mit  $kL = 1,8751$  zu

$$a_0 \approx s_0 \frac{6v l_R L^2}{b^2} \times 72 \quad \text{Gl. 4-63}$$

Typische Werte einer hier verwendeten Blattfeder sind die Länge  $L = 225 \mu\text{m}$ , die Dicke  $b = 8 \mu\text{m}$ , eine Dicke der Verarmungszone von  $l_R = 186 \text{ nm}$  bei einer Vorspannung von  $-25 \text{ V}$  und eine Poisson-Zahl von  $\nu = 0,3$ . Die Verzerrung aufgrund der Effekte Elektrostriktion und elektrostatischer Anziehung wurde in Kapitel 4.3.4 zu  $s_0 = 4 \times 10^{-6}$  abgeschätzt. Einsetzen dieser Größen in Gl. 4-63 ergibt eine Schwingungsamplitude am Ende der Blattfeder von  $a_0 \approx 76 \text{ nm}$ . Dieser Wert liegt etwa einen Faktor 3 über der experimentell beobachteten Schwingungsamplitude (s. Kapitel 4.3.3.2). Gründe für die Abweichung können in Unterschieden in den zur Berechnung mit Gl. 4-63 angenommenen geometrischen Abmessungen der Blattfeder, in der Güte der Schwingung und in der angelegten Spannung liegen.

Durch den Bimorph-Effekt erfährt der Federbalken eine Krümmung  $\kappa_F$ , die in Kapitel 4.3.4 berechnet wurde, wobei

$$\kappa_F = \frac{1}{r} \quad \text{Gl. 4-64}$$

und  $r$  der Krümmungsradius ist. Unter der Annahme, dass die Krümmung über die gesamte Balkenlänge konstant ist, kann diese angenähert werden durch<sup>83</sup>

$$\kappa_F = \frac{1}{r} = \frac{d^2z}{dx^2} = \frac{M}{EI} \quad \text{Gl. 4-65}$$

Einsetzen von Gl. 4-65 in Gl. 4-44 und Umformen wie oben ergibt

$$\begin{aligned} z(L) &= \frac{L^2}{r(\alpha L)^2} \frac{\sin \alpha L \sinh \alpha L}{1 + \cos \alpha L \cosh \alpha L} \quad \text{Gl. 4-66} \\ &\approx \frac{L^2}{r(kL)^2} \sqrt{\frac{(\sin kL \cosh kL + \cos kL \sinh kL)^2}{(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2} + \frac{16Q_{D,1}^2}{(1,8751)^2} \frac{(\sin kL \sinh kL)^2}{(\cos kL \sinh kL - \sin kL \cosh kL)^2}} \\ &\approx \frac{L^2}{r} \times 72 \end{aligned}$$

In Kapitel 4.3.4 wurde der Krümmungsradius berechnet zu  $r = 5,2 \times 10^4 \text{ m}$ . Für den niedrigsten freien Biegemode ergibt sich bei einer Balkenlänge von  $L = 225 \mu\text{m}$  und einer Güte von  $Q_{D,1} = 300$  mit Gl. 4-66 eine Auslenkung am Ende der Blattfeder von  $z(L) \approx 0,07 \text{ nm}$ . Die Auslenkung ist um 3 Größenordnungen kleiner als bei den Effekten beruhend auf Elektrostriktion und elektrostatischer Anziehung. Somit erfolgt die Schwingungsanregung der Blattfeder dominant durch elektrostriktive und elektrostatische Kopplung der Raumladungen an die Gitterverzerrung.

Der Beitrag des Bimorph-Effektes zur Schwingungsanregung der Blattfeder könnte verbessert werden, indem die Blattfeder, statt mit Gold, mit einem Material beschichtet wird, das einen größeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten und gleichzeitig einen größeren elektrischen Widerstand besitzt als die Goldschicht. Durch einen vergrößerten elektrischen Widerstand heizt sich die Blattfeder stärker auf, was laut Gl. 4-29 zu einem kleineren Krümmungsradius und somit nach Gl. 4-66 zu einer größeren Schwingungsamplitude am Ende der Blattfeder

führt. Verwendet man ein Material mit einem höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als Gold, so führt dies nach Gl. 4-29 ebenfalls zur Erhöhung der Schwingungsamplitude. Würde man statt der Goldschicht beispielsweise eine Aluminiumschicht aufbringen, so errechnet sich der Krümmungsradius mit dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha_t = 23,1 \times 10^6 \text{ K}^{-1}$  von Aluminium<sup>63</sup> zu  $r = 3 \times 10^4 \text{ m}$  und die Schwingungsamplitude zu  $z(L) = 0,12 \text{ nm}$ . Diese Berechnung vernachlässigt die Änderung des elektrischen Widerstandes und somit die Änderung der Temperaturerhöhung, da der Gesamtwiderstand der beschichteten Blattfeder in Kapitel 4.3.4 experimentell bestimmt wurde. Diese Abschätzung, bei der sich die Schwingungsamplitude aufgrund des Bimorph-Effektes fast verdoppelt im Vergleich zur mit Gold beschichteten Blattfeder, zeigt, wie die Effektivität der Schwingungsanregung verbessert werden könnte.

### 4.3.6 Vor- und Nachteile der Schottky-Anregung

Um die Anwendbarkeit der Schottky-Anregung zu verdeutlichen, ist es sinnvoll, diese Anregung mit der Anregung über den piezoelektrischen Effekt, insbesondere der Anregung mittels Ultraschall-Prüfkopf zu vergleichen. Im Folgenden werden die Vor- und Nachteile der Anregung über die Raumladungszone aufgelistet.

Ein Vorteil liegt im vereinfachten Herstellungsverfahren. Die Blattfeder muss lediglich mit Metall bedampft oder besputtert werden (s. Kapitel 4.3.2). Bei Beschichten der Blattfeder mit piezoelektrischem Material stellt die Haftung der Schicht oftmals ein Problem dar. Die Modifizierung der Blattfeder für die Schottky-Anregung ist einfacher und schneller.

Im Gegensatz zur AFAM-Technik ist kein Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe erforderlich. Bei der AFAM-Technik tritt häufig das Problem der Mehrfachresonanzen auf (s. Kapitel 3.5). Die Anregung erfolgt bei der Schottky-Technik direkt an der Blattfeder und zieht daher geringere Anregungsamplituden der Moden des Chips nach sich. Mehrfachresonanzen verschwinden bei Schottky-Anregung weitgehend (s. Abbildung 4-19).

Ein Nachteil liegt darin, dass relativ hohe Spannungen notwendig sind. Die Spannungen, die bei der Anregung über ein Piezoelement im Chip angelegt werden, liegen im 10 mV Bereich. Auch bei Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe genügen Amplituden von 0,5 V bis wenigen V. Um die Blattfeder mit der Schottky-Barriere anzuregen, sind Spannungen von einigen Volt notwendig. Bei hoher angelegter Spannung ist die Gefahr von Streukapazitäten gegeben, die die Messungen verfälschen können. Die Effektivität der Schottky-Anregung könnte jedoch, statt durch Vergrößern der angelegten Spannung, auch verbessert werden, indem die Blattfeder höher dotiert wird. Mit höherer Dotierung wird die Verzerrung im Halbleitermaterial größer (vgl. Gl. 4-18 und Gl. 4-21).

Zusammenfassend ist festzustellen, dass sich die Schottky-Anregung ebenso gut wie die Anregung mittels Ultraschall-Prüfkopf dazu eignet, qualitative Aussagen über elastische Eigenschaften von Materialien zu treffen. Die quantitative Betrachtung wird dahingehend verbessert, dass Mehrfachresonanzen mit dieser neuen Anregungsmethode weitgehend verhindert werden. Problematisch bei der Schottky-Anregung ist jedoch bei einigen Proben die Anregung von höheren Kontaktmoden. Da die Schottky-Anregung uneffektiver ist als die Anregung über den Piezoaktuator, ist es teilweise nicht möglich, höhere Kontaktresonanzen anzuregen. Ist es möglich, die Anregung durch gezielte Maßnahmen, wie beispielweise geeignete Strukturierung der Metallbeschichtung und Optimierung in der Kontaktierung der

Metallschicht, effektiver zu machen (s. Kapitel 4.3.3.3), so überwiegen die Vorteile der Schottky-Anregung eindeutig gegenüber der AFAM-Technik.



## 5 Ultraschall-Piezomode

Der piezoelektrische Effekt kann auch dazu genutzt werden, mittels Rasterkraftmikroskopie ferroelektrische Domänenstrukturen auf Proben zu untersuchen. Der RKM-Modus, der in dieser Arbeit zur Abbildung von Domänenstrukturen genutzt wird, heißt Ultraschall-Piezomode. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Ultraschall-Piezomode für dessen Anwendbarkeit auf Hochdurchsatz-Messungen mit dem Rasterkraftmikroskop weiterentwickelt. Die piezoelektrischen Eigenschaften von dünnen Filmen, die kombinatorisch mittels Sol-Gel-Verfahren hergestellt wurden, wurden automatisiert untersucht. Bevor jedoch auf diese Weiterentwicklung der Charakterisierungstechnik näher eingegangen wird, soll zunächst die Piezomode-Technik und insbesondere der Ultraschall-Piezomode näher vorgestellt werden. Danach wird kurz auf die kombinatorische Probenpräparation eingegangen.

Mehrere Mikroskopie-Verfahren wurden bisher angewandt, um ferroelektrische Domänenstrukturen zu untersuchen. Ein Beispiel ist die Rasterelektronenmikroskopie.<sup>84</sup> Bei diesem Verfahren ist es allerdings notwendig die Probenoberfläche zu ätzen, so dass man ein Bild der ferroelektrischen Domänen in der Oberflächentopographie durch anisotropen Abtrag erhält. Dieses Bild zeigt jedoch nur die Domänenkonfiguration in dem Augenblick, in dem die Probe geätzt wurde. Eine sich verändernde Domänenstruktur kann nicht verfolgt werden. Abbilden der durch Ätzen sichtbar gemachten Domänen ist auch mit der Rasterkraftmikroskopie im Topographiemodus möglich.<sup>85</sup>

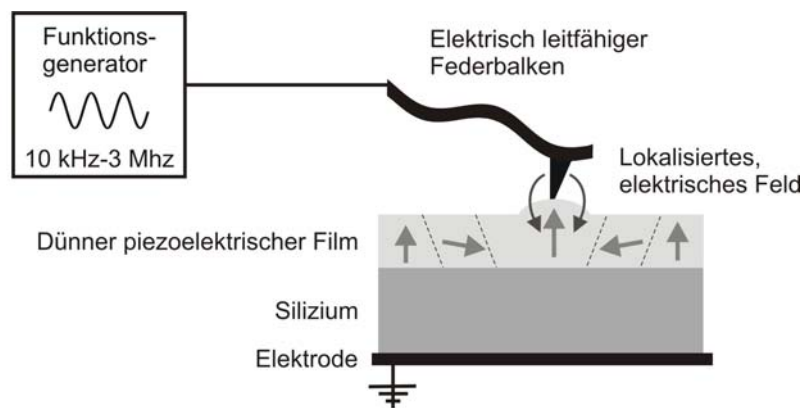
Die Piezomode-Technik ermöglicht es, mit Hilfe der Kraftmikroskopie hochauflösend ferroelektrische Domänenstrukturen abzubilden. Die Piezomode-Technik hat den Vorteil, dass sie diese Domänen ohne vorherige Ätzung abbildet. Dieses Verfahren wurde erstmals 1992 von Güthner und Dransfeld angewendet.<sup>86</sup> Die Spitze der Blattfeder ist in Kontakt mit der Probe. Zwischen der elektrisch leitfähigen Sensorspitze und einer Gegenelektrode unter der Probe wird eine Wechselspannung angelegt. Diese erzeugt ein periodisches, um die Sensorspitze lokalisiertes elektrisches Feld. Ist die Probe piezoelektrisch, so verformt sie sich aufgrund des inversen piezoelektrischen Effektes periodisch auf lokaler Skala. Die Amplitude und die Phase der induzierten Oberflächenverformung werden mit der Spitze abgetastet und induzieren Schwingungen der Blattfeder. Ferroelektrische Domänen, die senkrecht zur Probenoberfläche polarisiert sind, verursachen eine Auslenkung des Federbalkens in z-Richtung. Parallel zur Oberfläche orientierte Domänen führen zu einer Torsionsbewegung der Blattfeder.

Im Piezomode, wie er von anderen Arbeitsgruppen verwendet wird, ist die Frequenz der angelegten Spannung höher als die Grenzfrequenz der Rückkoppelschleife des AFM, aber niedriger als die erste freie Resonanz der Blattfeder. Sie liegt typischerweise im Bereich zwischen 10 und 20 kHz.<sup>87-89</sup> Die Amplitude der angelegten Spannung beträgt bis zu  $20 V_{SS}$ . Die lokale Piezoaktivität kann gleichzeitig mit der Topographie der Probe abgebildet werden. Die angelegte Spannung erzeugt ein zusätzliches Signal bei der zweiten Harmonischen der Anregungsfrequenz, welches im Zusammenhang mit der Permittivität von piezoelektrischem Material steht.<sup>89</sup>

Einige Arbeitsgruppen haben die Kräfte untersucht, die im Piezomode auf den Federbalken wirken, wie elektrostatische und elektromechanische Kräfte, um den Bildmechanismus im PFM (Piezoresponse Force Microscopy) zu verstehen.<sup>90-92</sup> Piezomode-Aufnahmen an einer BaTiO<sub>3</sub>-Keramik wurden dazu genutzt, die kristallographische Orientierung der Oberfläche

zu rekonstruieren.<sup>93</sup> Muñoz-Saldaña et al. haben die Domänenkonfiguration in einer PZT-Keramik durch Kombination von PFM und Topographie-Messungen untersucht.<sup>94</sup> Außerdem wurde die Ladungsdichte der Oberflächenpolarisation an ferroelektrischen dünnen Filmen quantitativ bestimmt.<sup>95</sup> Veränderungen in der Symmetrie von Hysterese-Kurven an piezoelektrischen Filmen wurden dazu genutzt, Unterschiede in Materialeigenschaften bzgl. der piezoelektrischen Konstanten festzustellen.<sup>95,96</sup> Der Piezomode wurde ausgenutzt, um Ermüdungen in PZT-Keramiken zu untersuchen und um die Domänen in piezoelektrischen Filmen zu verändern.<sup>89,97</sup>

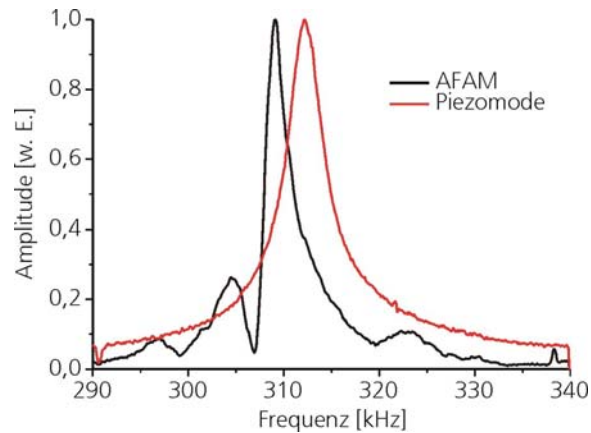
Im Gegensatz zu diesem konventionellen Piezomode arbeitet der am IZFP entwickelte und in dieser Arbeit angewendete Ultraschall-Piezomode bei Frequenzen, die nahe der Kontaktresonanzfrequenz liegen. Der Kontrast und die laterale Auflösung des Bildes werden durch die Resonanzerhöhung der Blattfederschwingung verbessert.<sup>6</sup> Abbildung 5-1 zeigt das Prinzip des Ultraschall-Piezomodes. Als Probe ist ein dünner piezoelektrischer Film auf Silizium abgebildet. Alle Proben müssen sorgfältig geerdet werden, um elektrostatisches Aufladen zu vermeiden. Die Amplitude und die Phase der Federbalkenschwingung werden wie bei der Ultraschall-Kraftmikroskopie mittels Lock-In-Technik ausgewertet (s. Kapitel 3.4).



**Abbildung 5-1:** Prinzip des Ultraschall-Piezomodes. Eine Wechselspannung mit der Frequenz nahe einer Kontaktresonanz wird an einen elektrisch leitfähigen Federbalken angelegt. Hat man von der Spitze ausgehend ein genügend stark lokalisiertes elektrisches Feld, so verformt sich die Probe, wenn sie piezoelektrische Eigenschaften aufweist, auf lokaler Skala gegeben durch den Verlauf des Feldes, das von der Tastspitze ausgeht.

Vergleicht man Schwingungsspektren, die mit dem Ultraschall-Piezomode und mit der AFAM-Technik aufgenommen wurden, so beobachtet man häufig, dass die Frequenzen im Piezomode zu höheren Frequenzen verschoben sind.<sup>6</sup> Abbildung 5-2 zeigt ein solches Beispiel. Die Spektren wurden an der polierten Oberfläche einer Probe aus Piezokeramik (PZT PIC 151)<sup>98</sup> aufgenommen. Der verwendete Silizium-Federbalken ist mit Platin-Iridium leitfähig beschichtet (Firma Nanoworld, Typ EFM). Sein niedrigster freier Biegemode liegt bei einer Frequenz von  $f = 62$  kHz. Die rote Kurve zeigt die erste Biegekontaktresonanz im Ultraschall-Piezomode, die schwarze Kurve zeigt dieselbe Resonanz im AFAM-Modus, d.h. bei Anregung über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe. Die Spektren wurden direkt nacheinander an der gleichen Stelle aufgenommen, ohne zwischendurch mit der Spitze aus dem Kontakt zu gehen. Die Erhöhung der Frequenz im Ultraschall-Piezomode kommt vermutlich durch elektrostatische Kräfte zustande, die in diesem Modus zusätzlich zu den elastischen Kräften zwischen Tastspitze und Probe, bzw. sogar zwischen Federbalken und Probe wirken.<sup>99</sup> In Abbildung 5-2 sind außerdem deutlich Mehrfachmaxima im AFAM-Spektrum zu erkennen. Die Schwingungsamplitude der Probenoberfläche, und somit die Anregung der Blattfeder, ist beim Ultraschall-Piezomode in der Regel geringer als bei der

AFAM-Technik. Ähnlich der Schottky-Methode (s. auch Kapitel 4.3.3) wird dadurch die Erregung von Chipresonanzen erschwert, und es bilden sich selten Mehrfachresonanzen im Ultraschall-Piezomode aus. Auch die Resonanzen in der Probe werden vermieden, da die Probe nicht gesamt zu Schwingungen angeregt wird, sondern nur lokal im Bereich der Tastspitze.

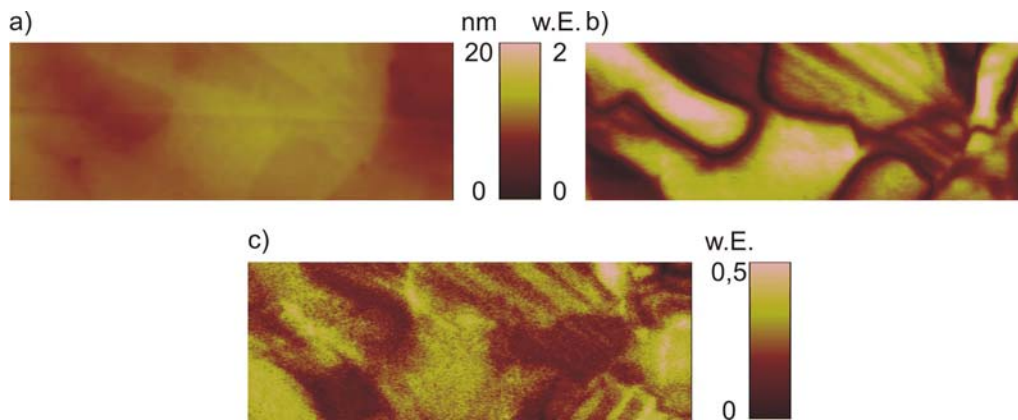


**Abbildung 5-2:** Vergleich zweier Kontaktresonanzspektren, die mit der AFAM-Technik (schwarze Kurve) und mit dem Ultraschall-Piezomode (rote Kurve) auf einer PZT-Probe (PIC 151) an gleicher Stelle und mit derselben statischen Auslenkung des Federbalkens aufgenommen wurden. Bei Anregung über den Ultraschall-Prüfkopf spaltet die Resonanzkurve auf. Die Resonanzfrequenz ist beim Ultraschall-Piezomode hin zu höheren Frequenzen verschoben, die Resonanzkurve ist jedoch ohne Nebenmaxima im Vergleich zur AFAM-Technik.

Analog zur AFAM-Technik können akustische Bilder aufgenommen werden, indem sowohl die Amplitude als auch die Phase der Blattfederschwingung zur Kontrastbildung verwendet werden kann. Die Amplitude des Signals hängt von der Oberflächenverformung ab, welche wiederum davon abhängt, ob die Domänenorientierung parallel oder senkrecht zur Probenoberfläche liegt. Um das Vorzeichen der Orientierung zu bestimmen, muss zusätzlich die Phase analysiert werden.

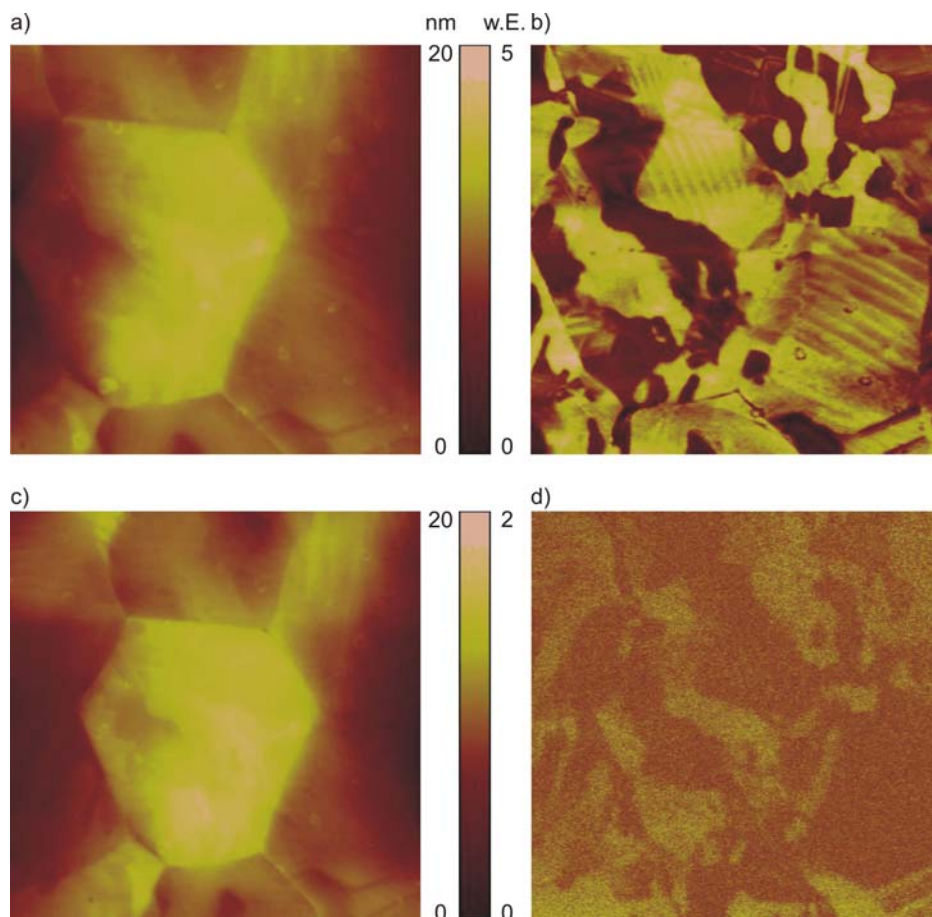
Um Domänen abzubilden, die senkrecht zur Oberfläche orientiert sind, wird die Blattfeder mit einer Frequenz nahe einer Biegeresonanz angeregt. Lateral orientierte Domänen zeigen keinen Kontrast bei Anregung mit einer Biegeresonanzfrequenz. Um parallel zur Oberfläche orientierte Domänen abzubilden, muss die Blattfeder entweder nahe einer Torsionsresonanz oder nahe einem Lateralmode angeregt werden. Abbildung 5-3 zeigt den Unterschied von vertikaler (Biegemode) und lateraler (Lateral- bzw. Torsionsmode) Anregung. In Abbildung 5-3 a) ist die Topographie einer PZT-Probe (PIC 151) abgebildet, welche gleichzeitig zum Piezomode aufgenommen wurde. Die Höhenskala beträgt 20 nm. Es ist keine Domänenstruktur in der Topographie zu erkennen. Abbildung 5-3 b) zeigt eine Ultraschall-Piezomode Aufnahme, die mit einer Frequenz nahe der ersten Biegekontaktresonanz von  $f = 800$  kHz aufgenommen wurde. Verwendet wurde ein Silizium-Federbalken, der mit Diamant leitfähig beschichtet ist (Firma Nanoworld, Typ CDT-NCLR). Sein niedrigster freier Biegemode liegt bei einer Frequenz von  $f \approx 190$  kHz. Abbildung 5-3 c) zeigt denselben Ausschnitt auf der Probe, jedoch mit einer Frequenz nahe des ersten Lateralmoden von  $f = 1105$  kHz aufgenommen. Es sind deutliche Unterschiede in der Domänenstruktur zwischen b) und c) zu erkennen. Helle Bereiche in b) lassen auf eine Orientierung der Domänen senkrecht zur Probenoberfläche schließen, dunkle Bereiche bedeuten keine Piezoelektrizität, bzw. keine Orientierung der ferroelektrischen Domänen senkrecht zur Oberfläche. In Abbildung 5-3 c) erscheinen Bereiche mit Orientierung parallel zur Oberfläche hell. Da für Piezomode elektrisch leitfähige Blattfedern verwendet werden müssen, wurden für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Piezomode-Messungen ausschließlich

Silizium-Blattfedern mit Pt/Ir-Beschichtung verwendet (Firma Nanoworld). Typische geometrische Abmessungen der Blattfeder sind  $219 \times 26 \times 2,6 \mu\text{m}^3$ . Die Federkonstante liegt typischerweise im Bereich von  $0,5 - 9,5 \text{ N/m}$ . Die erste freie Resonanzfrequenz liegt zwischen 45 und 115 kHz.



**Abbildung 5-3:** a) Topographie, b) vertikaler Ultraschall-Piezomode ( $f = 800 \text{ kHz}$ ) und c) lateraler Ultraschall-Piezomode ( $f = 1105 \text{ kHz}$ ) einer PZT-Probe (PIC 151). Bildgröße  $4 \times 1,6 \mu\text{m}^2$ .

Abbildung 5-4 zeigt den Vergleich des b) Ultraschall-Piezomodes mit einem d) Piezomode-Bild, das bei 20 kHz aufgenommen worden ist. Deutlich ist zu erkennen, dass der Bildkontrast durch die Resonanz verstärkt wird.



**Abbildung 5-4:** a/c) Topographie, b) Ultraschall-Piezomode ( $f = 309,57 \text{ kHz}$ ) und d) Piezomode ( $f = 20 \text{ kHz}$ ) an der Probe PIC 151. a)/b) Bildgröße  $5,2 \times 5,2 \mu\text{m}^2$  und c)/d) Bildgröße  $6,1 \times 6,1 \mu\text{m}^2$ .

Die Anwendung von piezoelektrischen Materialien, insbesondere von dünnen piezoelektrischen Schichten, verbreitet sich zunehmend, wie beispielsweise als Sensoren und Aktoren in der Mikromechanik. Aus diesem Grund liegt das Bestreben vor, neue Materialien, bzw. bislang unbekannte Materialkombinationen zu finden, die piezoelektrische Eigenschaften besitzen. Konventionelle Methoden sind sehr zeitintensiv, um neue Materialien aufzufinden. Kombinatorische Methoden sind in der Pharmazie bereits sehr verbreitete Strategien, um neue Medikamente schnell und kostensparend im Hochdurchsatz aufzufinden und diese danach auf konventionellem Weg im Detail zu erforschen.<sup>100,101</sup> In der kombinatorischen Chemie wird eine große Anzahl von Proben parallel hergestellt, um optimale Eigenschaften des Materials einzustellen. Diese Proben unterscheiden sich in ihrer Zusammensetzung meist nur gering. Deren systematische Anordnung auf einem Substrat bezeichnet man als Bibliothek. Das schnelle Überprüfen der gewünschten Eigenschaften der Materialien nennt man „Screening“. Nach einem Screening können erfolversprechende Proben auf die konventionelle Art erneut hergestellt, genauer untersucht und weiter optimiert werden.

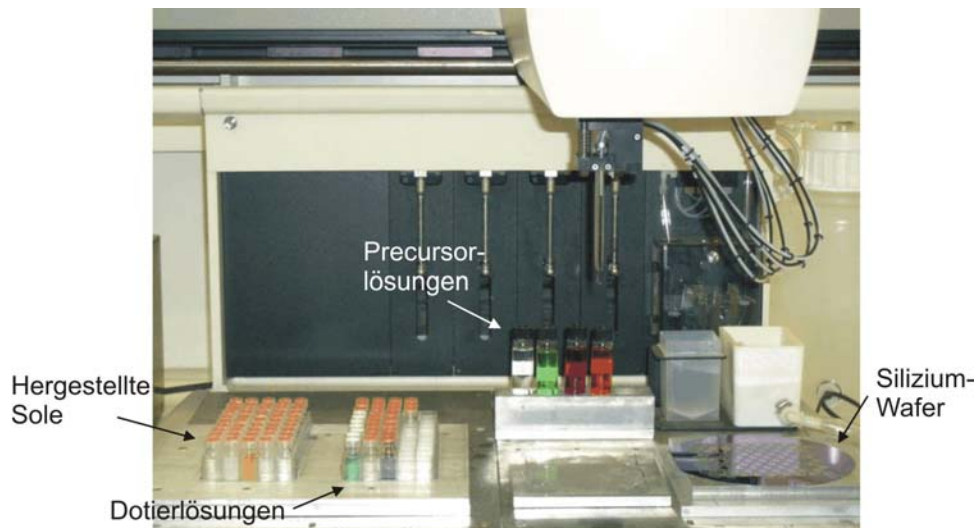
Die Sol-Gel-Methode ist Stand der Technik und eine verbreitete Methode, um kombinatorisch neue Materialien herzustellen.<sup>102</sup> Das Sol-Gel-Verfahren zeichnet sich durch eine große Flexibilität in Bezug auf die Zusammensetzung aus und durch ein technisch einfaches Beschichtungsverfahren. Damit hat sie sich als ideale Grundlage für die Herstellung von Materialbibliotheken im Hochdurchsatz erwiesen.

Durch das Zusammenspiel von Sol-Gel-Verfahren und Kombinatorik lassen sich in relativ kurzer Zeit umfangreiche Materialbibliotheken an piezoelektrischen Dünnschichten herstellen. Um diese große Anzahl an Proben zu untersuchen, sind Verfahren notwendig, welche im Hochdurchsatz die Untersuchung der gewünschten Eigenschaften ermöglichen. Das in diesem Kapitel vorgestellte Verfahren ermöglicht es, durch ein Screening mittels Ultraschall-Piezomode die piezoelektrischen Eigenschaften der Proben automatisiert im Hochdurchsatz zu untersuchen. Zur weiteren Optimierung der Materialien wird die Schicht nach dem Screening auf konventionelle Art und Weise optimiert hergestellt.

Die Rasterkraftmikroskopie wird bereits dazu genutzt, die Topographie von kombinatorisch hergestellten Materialien automatisiert zu charakterisieren.<sup>103,104</sup> Neffati et al. untersuchen mit einem Prototyp des automatisierten AFM Solvers P7LS der Firma NT-MDT, Russland, die Rauigkeit und die Leitfähigkeit der Oberfläche von kombinatorisch hergestellten Polymer-Bibliotheken.<sup>105</sup> Ebenfalls mit dem Solver LS untersuchen Adams et al. automatisiert die Topographie von dünnen Polymer-Filmen auf einer Bibliothek.<sup>106</sup> Sormana et al. detektieren die Topographie und die Phase auf Polymeren, die bei unterschiedlichen Temperaturen behandelt wurden, mittels automatisierter Rasterkraftmikroskopie.<sup>107</sup> Aus der Phase schliessen sie auf Unterschiede in der lokalen Steifigkeit der Polymere.

### ***5.1 Automatisierte Untersuchung von Proben-Bibliotheken***

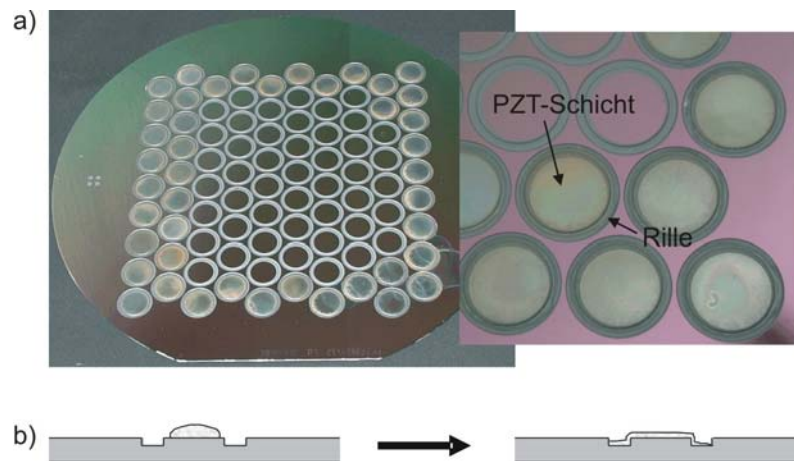
Bevor auf die rasterkraftmikroskopische Untersuchung im Hochdurchsatz eingegangen wird, wird zum besseren Verständnis zunächst die Herstellung der piezoelektrischen Materialbibliotheken mittels Sol-Gel-Technik erläutert. Die Proben wurden automatisiert mit einem Pipettierroboter, der in Abbildung 5-5 dargestellt ist, von D. Rende vom Lehrstuhl für Technische Chemie der Universität des Saarlandes, Prof. W. Maier, hergestellt.<sup>108</sup>



**Abbildung 5-5:** Aufbau des Pipettierroboters zur Herstellung der Materialbibliotheken.

Exemplarisch wird hier die Herstellung der dotierten PZT-Schichten erläutert. Zunächst werden essigsaurer Bleiacetat-, Zirkonium-n-Propoxid- und Titan-iso-Propoxid-Precursorlösungen hergestellt. Die Dotierelemente werden in Methanol gelöst. Mit Hilfe des Pipettierroboters werden sowohl Basislösungen mit unterschiedlichen Precursorzusammensetzungen als auch dotierte Lösungen mit gleicher Precursorlösung hergestellt. Danach werden die fertigen Sole auf einem Schüttler für 5 min geschüttelt. Der Synthese-Roboter pipettiert 2  $\mu$ l von jedem Sol in einen kreisförmigen Bereich auf dem Silizium-Wafer (s. Abbildung 5-6). Dann wird der Wafer für 5 min bei 500°C getempert. Diese Schritte können je nach gewünschter Schichtdicke mehrmals wiederholt werden. Zum Schluss wird der Wafer für 2 Stunden kalziniert. Mittels Pipettierroboter können also entweder dotierte Lösungen hergestellt werden, oder die Basislösungen können lediglich aus unterschiedlichen Zusammensetzungen der Precursorlösungen bestehen.

Ein teilweise beschichteter Silizium-Wafer ( $\varnothing$  150 mm) ist in Abbildung 5-6 gezeigt. Es handelt sich hierbei um vorstrukturierte Wafer der Firma SIEMENS, die mit einer Pt/Ir-Legierung beschichtet sind. Diese Beschichtung erhöht die elektrische Leitfähigkeit und ermöglicht daher die Erdung der Proben für den Piezomode. Auf dem Wafer ist für jede einzelne Probe ein separater kreisförmiger Bereich vorgesehen. Es wurden  $9 \times 9$  Rillen auf den Wafer gesandstrahlt. Diese Rillen ermöglichen glattere und gleichmäßigere Schichten. Ohne solche Rillen trocknet die Flüssigkeit zuerst am Rand und es entstehen Risse im Film. Der Pipettierroboter trägt das Sol in die Mitte eines solchen kreisförmigen Bereiches auf. Das Sol breitet sich auf dem strukturierten Wafer aus und die überschüssige Menge an Sol läuft in die Rille ab. Auf jedem Wafer sind 99 Aussparungen für Proben vorgesehen.



**Abbildung 5-6:** a) Strukturierter Wafer mit Piezo-Schichten. b) Schematische Darstellung: Ausbreitung der Flüssigkeit auf dem strukturierten Substrat. Die Strukturierung bewirkt glattere und gleichmäßigere Schichten.

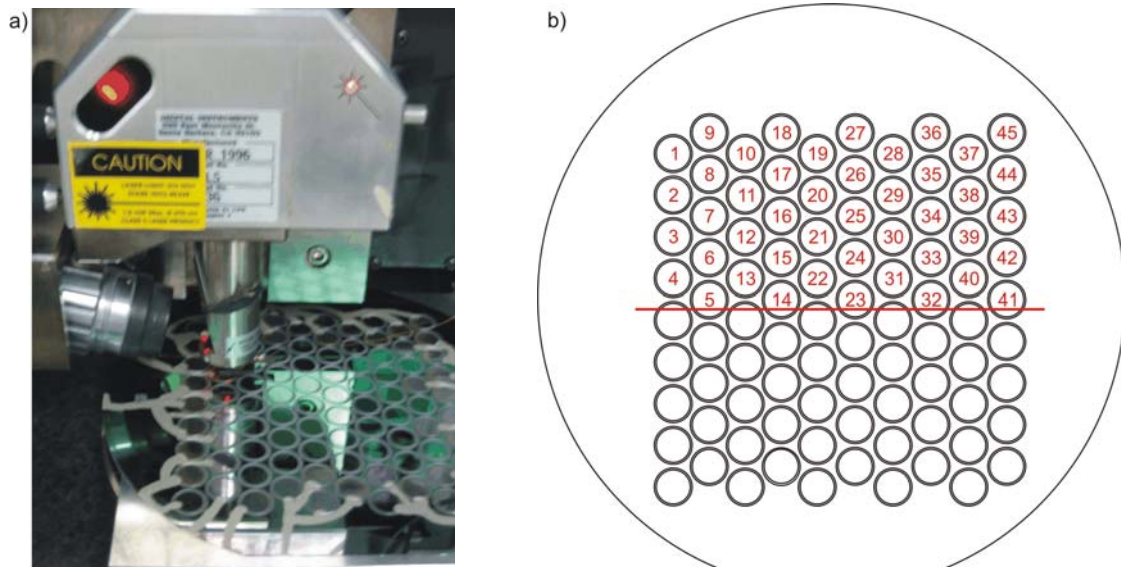
Die Bibliotheken wurden im AFM Dimension 3000 untersucht, da dieses Rasterkraftmikroskop es auch ermöglicht, größere Probedimensionen zu untersuchen. Um die Charakterisierung der Bibliotheken zu ermöglichen, wurde eine Halterung aus Aluminium gebaut, die es gewährleistet, dass alle Wafer gleich im AFM positioniert werden können. Das Dimension 3000 (Dimension 3000, Software Version 5.12rb, Digital Instruments, Santa Barbara, CA) beinhaltet das Tool „programmed move“. Dieses Tool ermöglicht es, mit dem Federbalken automatisiert jede der Probenpositionen auf der Bibliothek anzufahren. Hierzu muss jede Probenposition zuvor einmal manuell angefahren und gespeichert werden.

Abbildung 5-7 a) zeigt eine Bibliothek, die im AFM eingebaut ist. Da der Verfahrweg des Dimension 3000 nicht ausreicht, um alle 99 Proben auf der Bibliothek anzufahren, muss die Messung der Bibliothek in 2 Teilprogramme unterteilt werden. Abbildung 5-7 b) zeigt den ersten Bereich, der automatisiert gemessen werden kann. Die Zahlen kennzeichnen die Reihenfolge, in der die Proben angefahren werden. Der Weg ist so gewählt, dass der Verfahrweg von einer Probe zur nächsten minimal ist, um Zeit zu sparen. Indem diese Reihenfolge der Proben manuell einmalig nacheinander angefahren wird, wird der Verfahrweg in dem Tool „programmed move“ gespeichert. Nachdem dieser Verfahrweg einmalig abgespeichert worden ist, kann das Programm für jede Bibliothek aufgerufen werden, da alle Wafer auf die gleiche Art strukturiert sind. Nachdem die erste Hälfte der Bibliothek untersucht ist, wird der Wafer um  $180^\circ$  gedreht. Die Halterung des Wafers ist derart konzipiert, dass es möglich ist, die Wafer um  $180^\circ$  zu drehen, und die einzelnen Probenpositionen dennoch auf der gleichen Stelle liegen. Für die zweite Hälfte des Wafers kann das gleiche Programm verwendet werden, da die Proben auf den beiden Wafer-Hälften identisch angeordnet sind.

Bevor die automatisierte Vermessung einer Bibliothek gestartet werden kann, müssen alle erforderlichen Einstellungen im AFM anhand einer Probe auf der Bibliothek manuell eingegeben werden. Die Kontaktresonanzfrequenz, mit der das Bild im Ultraschall-Piezomode aufgenommen werden soll, muss gesucht werden. Außerdem müssen die Bildgröße, die Rastergeschwindigkeit der Blattfeder, die Rückkoppelparameter sowie die Höhenskala des Bildes festgelegt werden. Im Prinzip sind die gleichen Einstellungen erforderlich wie bei der manuellen Aufnahme von Bildern. Der Unterschied liegt darin, dass diese Einstellungen nur für eine Probe festgelegt werden müssen und die weitere Untersuchung automatisiert abläuft. Typische Einstellungen für die automatisierte Messung sind eine Bildgröße von  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , eine Rastergeschwindigkeit von 1 Linie pro Sekunde,

wobei jedes Bild aus 512 Rasterlinien besteht und eine Abbildungsfrequenz, die zwischen 300 kHz und 350 kHz liegt bei den verwendeten EFM-Blattfedern.

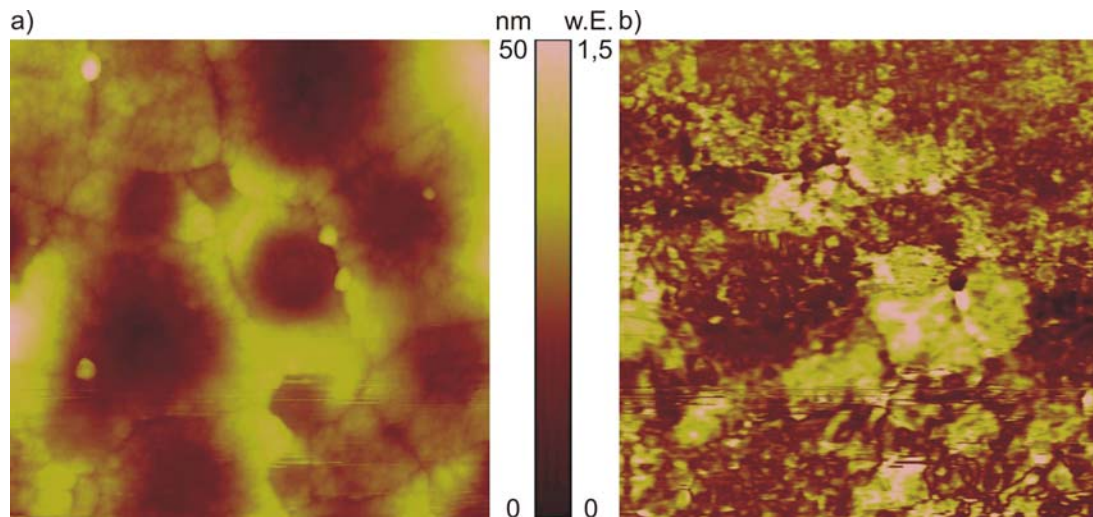
Das Programm zur automatisierten Vermessung arbeitet bei Abrufen folgendermaßen: Die Blattfeder fährt die Position der ersten Probe an (Probe Nr. 1 in Abbildung 5-7 b)), die Spitze nähert sich der Probenoberfläche und geht in Kontakt. Danach wird der vorher festgelegte Bereich auf der Probe abgerastert, wobei die Topographie parallel zum Amplitudenbild des Ultraschall-Piezomodes aufgenommen wird. Nachdem der Bereich gescannt ist, wird das Bild gespeichert und die Spitze geht aus dem Kontakt. Die Blattfeder fährt die nächste Position auf dem Wafer an und der gesamte Vorgang wiederholt sich.



**Abbildung 5-7:** Automatisierte Untersuchung mittels Ultraschall-Piezomode.

In Abbildung 5-8 ist ein mit diesem Verfahren automatisch aufgenommenes Bild exemplarisch dargestellt. Abbildung 5-8 a) zeigt die Topographie und Abbildung 5-8 b) den Ultraschall-Piezomode auf einer PZT-Schicht, die mit Barium dotiert ist. In der Topographie ist eine Körner-Struktur zu erkennen. Mit einer Höhenskala von 50 nm ist diese Probe relativ rau. In Abbildung 5-8 b) sind helle und dunkle Bereiche zu erkennen, die einerseits einer großen und andererseits einer geringen lokalen Schwingungsamplitude der Blattfeder entsprechen. Dieser Kontrast im Ultraschall-Piezomode ist größtenteils unabhängig von der erkennbaren Struktur in der Topographie-Aufnahme und lässt daher auf piezoelektrisch aktive Bereiche, bzw. ferroelektrische Domänen, schließen.

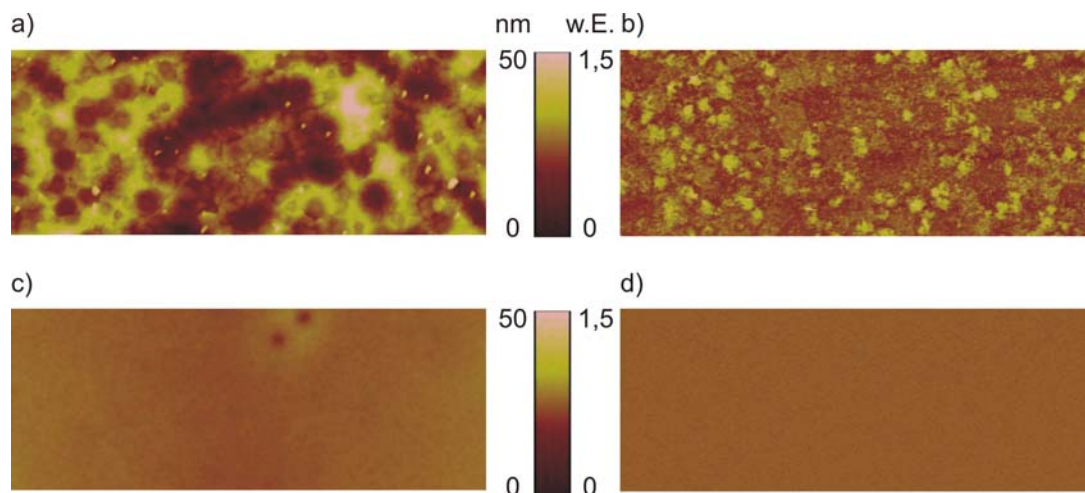




**Abbildung 5-8:** a) Topographie und b) Ultraschall-Piezomode einer PZT-Probe, die mit Barium dotiert ist. Bildgröße  $2,7 \times 2,7 \mu\text{m}^2$ ; Frequenz  $f = 302,1 \text{ kHz}$ ; Federkonstante  $k_F = 1,9 \text{ N/m}$ ; geometrische Daten des Federbalkens  $2,6 \times 26 \times 219 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ ).

Abbildung 5-9 zeigt weitere Beispiele, die automatisiert aufgenommen wurden. In Abbildung 5-9 ist in a) die Topographie und in b) die Ultraschall-Piezomode-Aufnahme auf einer PZT-Probe abgebildet, die mit Strontium dotiert ist. Auch hier ist im Amplitudenbild ein Kontrast zu erkennen, jedoch lässt sich nicht unterscheiden, ob der Kontrast durch Topographiebedingte Artefakte zustande kommt oder es sich tatsächlich um ferroelektrische Domänen handelt. Um dies näher zu untersuchen, muss die Schicht auf konventionelle Weise hergestellt werden, um geringere Topographie zu erhalten.

Abbildung 5-9 zeigt in c) die Topographie und in d) den Ultraschall-Piezomode auf einer PZT-Probe, die mit Erbium dotiert ist. Dies ist ein Beispiel für eine Schicht, die keinen Kontrast im Ultraschall-Piezomode zeigt. Gründe hierfür sind entweder, dass der Film nicht piezoelektrisch ist, oder der Film zu dünn ist, um ferroelektrische Domänen zu bilden.<sup>109</sup> Ist die Schicht zu dünn, kann ein entpolarisierendes elektrisches Feld, das durch Dipole an der Grenzfläche zum Substrat entsteht, für das Verschwinden von ferroelektrischen Domänen verantwortlich sein. Da alle Proben mit demselben Pipettierroboter und der gleichen Menge an Sol hergestellt werden, so dass alle Filme die gleiche Dicke haben sollten, ist jedoch anzunehmen, dass das Material nicht piezoelektrisch ist und daher auch keine ferroelektrischen Domänen vorhanden sind.



**Abbildung 5-9:** a)/c) Topographie und b)/d) Ultraschall-Piezomode von PZT-Proben, die mit a)/b) Strontium und c)/d) Erbium dotiert sind. Bildgröße  $10 \times 2,7 \mu\text{m}^2$ . b) Frequenz  $f = 315 \text{ kHz}$  und d) Frequenz  $f = 335 \text{ kHz}$ . Federkonstante  $k_F = 1,9 \text{ N/m}$ ; geometrische Daten des Federbalkens  $2,6 \times 26 \times 219 \mu\text{m}^3$  ( $b \times w \times L$ ).

Es wurde festgestellt, dass die Proben, die keinen Kontrast im Ultraschall-Piezomode zeigen, eine sehr geringe Rauigkeit in der Topographie aufweisen und keinerlei Körnerstruktur zeigen. Des Weiteren variiert die Topographie der Schichten auf der Bibliothek sehr stark. Alle undotierten PZT-Filme, die eine Zusammensetzung haben, die laut Phasendiagramm piezoelektrisch sein sollte, zeigen bei automatisierter Untersuchung mit dem Ultraschall-Piezomode Kontrast. Dies beweist die Nützlichkeit dieses Verfahrens zum Screening von neuen piezoelektrischen Materialien.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass im Rahmen dieser Dissertation und der Diplomarbeit<sup>108</sup> und Dissertation<sup>110</sup> von D. Rende ein Verfahren entstanden ist, das es erlaubt, im Hochdurchsatz neue Materialien herzustellen und automatisiert auf piezoelektrische Eigenschaften zu untersuchen. Zur genaueren Untersuchung der neuen Materialien, müssen die Filme, die piezoelektrische Eigenschaften bei der automatisierten Untersuchung aufweisen, noch einmal konventionell hergestellt werden. Bei der konventionellen Herstellung wird darauf geachtet, dass die Topographie des Filmes möglichst gering ist. Werden die Proben dann erneut mit dem Ultraschall-Piezomode untersucht, so kann der Einfluss der Topographie auf den Kontrast im Ultraschall-Piezomode ausgeschlossen werden.

## 5.2 Quantitative Betrachtung mit dem Ultraschall-Piezomode

Um quantitative Aussagen über piezoelektrische Eigenschaften aus dem Ultraschall-Piezomode ziehen zu können, existieren Modelle, die das elektrische Feld um die Blattfederspitze beschreiben.<sup>95,111</sup> Das elektrische Feld ist inhomogen aufgrund der starken Krümmung der Spitze. Beispielsweise berechnen Durkan et al. die piezoelektrische Konstante  $d_{33}$  an dünnen PZT-Filmen, die mittels Sol-Gel-Methode hergestellt wurden.<sup>95</sup>

Ein erster Ansatz, um eine quantitative Aussage treffen zu können, ist der Vergleich der Schwingungsamplitude eines mittels Hochdurchsatz gefundenen, neuen piezoelektrischen Materials mit einer bereits bekannten piezoelektrischen Probe. Als bekannte Probe wird das in Abbildung 5-3 dargestellte und kommerziell erhältliche PZT PIC 151 verwendet. Laut Herstellerangaben (PI Ceramic GmbH, Lederhose, Deutschland) hat PIC 151 eine piezoelektrische Konstante  $d_{33} = 450 \times 10^{-12} \text{ mV}^{-1}$ .

Die kommerziell erhältlichen Kraftmikroskope sind meist nicht für quantitative Messungen ausgelegt und müssen daher erst kalibriert werden. Im Kraftmikroskop ist das Spannungssignal der Photodiode direkt proportional zur Neigung der Blattfeder (vgl. auch Kapitel 3). Im Ultraschall-Piezomode wird daher nicht die Schwingungsamplitude angezeigt, sondern die Neigung der Blattfeder. Dies spielt für qualitative Betrachtungen keine Rolle. Bei einer quantitativen Untersuchung muss die Anzeige des Photodetektors kalibriert werden, so dass aus diesem Signal die Schwingungsamplitude der Blattfeder bestimmt werden kann.<sup>112</sup>

Zur Kalibration des Detektors wird der Federbalken samt Federbalken-Halter des AFM in das Interferometer eingebaut. Die erste freie Biegeresonanz des verwendeten EFM-Federbalkens wird über das Piezoelement im Federbalken-Halter angeregt und mit dem Interferometer abgebildet. Dadurch kann bei dieser Resonanzfrequenz die Amplitudenverteilung über die Länge der Blattfeder, und somit die Schwingungsform, dargestellt werden. Aus dieser Schwingungsform wird die Steigung im Bereich des freien Blattfederendes bestimmt. Danach wurde der Federbalken aus dem Interferometer ausgebaut und unverändert in das AFM D3000 eingebaut. An das Piezoelement wurde die gleiche Spannung angelegt wie im Interferometer, und somit die gleichen Bedingungen geschaffen. Das Schwingungssignal des Photodetektors wurde direkt an ein Oszilloskop weitergegeben, gemessen und ausgewertet. Mit der Spannungsamplitude des Detektors  $N_D$  und der im Interferometer gemessenen Neigung  $N_I$  erhält man einen Kalibrationsfaktor  $K$ . Im Experiment ergab sich mit  $N_D = 64,5 \times 10^{-3} \text{ V}$  und  $N_I = 2,2 \times 10^{-5}$  ein Kalibrationsfaktor

$$K = \frac{N_I}{N_D} = \frac{2,2 \times 10^{-5}}{64,5 \times 10^{-3} \text{ V}} = 3,4 \times 10^{-4} \frac{1}{\text{V}} . \quad \text{Gl. 5-1}$$

Der Kalibrationsfaktor ist unabhängig vom verwendeten Federbalken und kann somit für jede weitere Messung verwendet werden.

Nun kann die Schwingungsamplitude  $a_{1,f}$  des ersten freien Modes am Ende der Blattfeder berechnet werden<sup>112</sup>

$$a_{1,f} = \frac{1}{\alpha} \frac{\cosh(\alpha L) \sin(\alpha L) - \sinh(\alpha L) \cos(\alpha L)}{\sinh(\alpha L) \sin(\alpha L)} K N_D , \quad \text{Gl. 5-2}$$

mit der Wellenzahl  $\alpha$  und der Länge  $L$  der Blattfeder. Für den ersten freien Mode gilt  $\alpha L = 1,8751$ .<sup>16</sup> Für den ersten freien Mode ergibt sich bei einer Blattfederlänge von  $L = 223 \mu\text{m}$  eine Schwingungsamplitude am Ende der Blattfeder von  $a_{1,f} = 3,6 \text{ nm}$ . Die Anregungsspannung betrug  $0,2 V_{SS}$ , und die Frequenz des ersten Modes liegt bei  $f = 60,8 \text{ kHz}$ .

Im nächsten Schritt wurde die erste Kontaktresonanz  $f_{1,K}$  auf der PZT Probe PIC 151 und auf der in Abbildung 5-8 gezeigten Ba-dotierten Probe mittels Ultraschall-Piezomode angeregt. Die Wellenzahl für die erste Kontaktresonanz berechnet sich bei Vernachlässigung des Dämpfungseinflusses zu<sup>82</sup>

$$\alpha L = 1,8751 \sqrt{\frac{f_{1,K}}{f_{1,f}}} . \quad \text{Gl. 5-3}$$

Da das Signal bei Verwenden des Ultraschall-Piezomodes analog zu der AFAM-Technik durch einen Vorschaltkonverter und einen Lock-In-Verstärker gespeist wird, muss die Amplitude, die am Oszilloskop abgelesen werden kann, umgerechnet werden, um die ursprüngliche Signalamplitude zu erhalten. Der neue Wert für  $N_D$ , also  $N_{D,neu}$ , berechnet sich mit der Empfindlichkeit  $V_L$  des Lock-In-Verstärkers aus

$$N_{D,neu} = \frac{N_D}{10V} \times V_L \times \sqrt{2} . \quad \text{Gl. 5-4}$$

Die Korrekturwerte berücksichtigen die Verstärkung der Signale durch den Lock-In-Verstärker. Der Vollausschlag beträgt 10 V. Da der Lock-In-Verstärker den Effektivwert misst, muss mit dem Faktor  $\sqrt{2}$  multipliziert werden.

	<b>PIC 151</b>	<b>Ba-dotiertes PZT</b>
1. Kontaktresonanzfrequenz	333,5 kHz	329,2 kHz
Anregungsspannung	0,3 $V_{SS}$	3 $V_{SS}$
$\alpha L$	4,39	4,36
$N_D$	4,9 V	4,0 V
$V_L$	$5 \times 10^{-3}$ V	$5 \times 10^{-3}$ V
$N_{D,neu}$	$3,5 \times 10^{-3}$ V	$2,8 \times 10^{-3}$ V
$a_{1,K}$	0,04 nm	0,03 nm

**Tabelle 5-1:** Vergleich der erzielten Schwingungsamplituden im Ultraschall-Piezomode auf den Proben PZT PIC 151 und dem Ba-dotierten PZT, das mittels Hochdurchsatz hergestellt worden ist.

Tabelle 5-1 vergleicht die Schwingungsamplituden, die auf dem kommerziell erhältlichen PZT PIC 151 und dem im Hochdurchsatz produzierten Ba-dotierten PZT erzielt wurden. Um eine ähnlich große Schwingungsamplitude zu erzielen, sind auf dem Ba-dotierten PZT Anregungsamplituden notwendig, die um den Faktor 10 größer sind, als die auf PIC 151. Da ein linearer Zusammenhang zwischen der Amplitude und der piezoelektrischen Konstante  $d_{33}$  besteht, ist in erster Näherung davon auszugehen, dass  $d_{33}$  des Ba-dotierten PZT ebenfalls um den Faktor 10 kleiner ist als  $d_{33}$  von PIC 151 und somit  $d_{33,Ba} \approx 450 \times 10^{-13} \text{ mV}^{-1}$  beträgt.

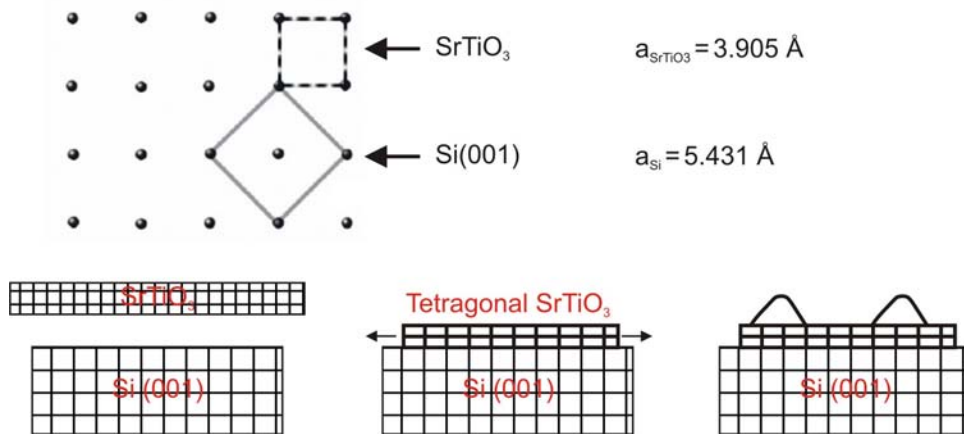
Die Dissertation von D. Rende zeigt die weiteren Arbeitsschritte, die auf der Suche nach neuen piezoelektrischen Materialien, durchgeführt wurden.<sup>110</sup> Es wurde ein Sol-Gel-Rezept ausgewählt, mit dem möglichst viele chemische Elemente verknüpft werden können. Mit diesem kombinatorischen Ansatz wurden dünne Schichten mit unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen mittels Sol-Gel-Verfahren hergestellt. Die Schichten wurden teilweise automatisiert mit dem Ultraschall-Piezomode, wie in Kapitel 5.1 berichtet, untersucht. Im Rahmen der Dissertation von D. Rende gelang es, einige bisher unbekannte piezoelektrische Zusammensetzungen aufzufinden. Die piezoelektrischen Eigenschaften dieser Schichten wurden außerdem durch PFM-Messungen bestätigt.

Im nächsten Kapitel wird der Ultraschall-Piezomode auf einen dünnen  $\text{SrTiO}_3$ -Film, der auf Silizium aufgebracht ist, angewendet.

### 5.3 Anwendung des Ultraschall-Piezomodes auf einen dünnen SrTiO<sub>3</sub>-Film

Da die Elektronik-Industrie immer leistungsfähigere und schnellere Mikroprozessoren benötigt, wird die Anzahl der Halbleiterelemente von Mikroprozessoren erhöht und die Bestandteile werden immer kleiner. Die Größe der Halbleiterstrukturen stößt jedoch irgendwann an ihre physikalischen Grenzen. Beispielsweise ist für die Funktionalität eines MOSFET-Transistors („metal oxide semiconductor field-effect transistor“) eine dünne nichtleitende Schicht, das so genannte „Gate-Oxid“ wichtig.<sup>113</sup> Dies dient als Dielektrikum eines Kondensators. Als Gate-Oxid wird gewöhnlich SiO<sub>2</sub> verwendet. Momentan werden Transistoren mit einem Gate der Dicke 1-2 nm eingesetzt. Möchte man den Transistor insgesamt verkleinern, so wird auch diese Gate-Oxid Schicht dünner. Je dünner die Schicht ist, desto größer werden die Probleme mit Tunnelströmen. Deswegen ist es wünschenswert, SiO<sub>2</sub> durch ein anderes Material mit größerer dielektrischer Konstante zu ersetzen, so dass dünnere Schichten möglich sind. Leckströme würden dadurch vermindert werden. Eines der vielversprechendsten Materialien, um SiO<sub>2</sub> als Gate-Oxid zu ersetzen, ist Strontiumtitanat (SrTiO<sub>3</sub>).<sup>114</sup>

Im Rahmen dieser Arbeit wurden SrTiO<sub>3</sub>-Filme mittels Rasterkraftmikroskopie untersucht. Die Proben wurden von der Forschungsgruppe um J. Muñoz-Saldaña (Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (IPN), Unidad Querétaro, Querétaro, Mexico) hergestellt. Bei der Probenherstellung wurde SrTiO<sub>3</sub> epitaktisch auf Silizium aufgetragen. SrTiO<sub>3</sub> ist ein Oxid eines Erdalkalimetalles mit Perovskitstruktur. Die direkte Abscheidung von SrTiO<sub>3</sub> auf Silizium resultiert in einem inselartigen Wachstum. Unterscheiden sich die Gitterkonstanten von Film und Substrat, so steht der Film unter Spannung. Ist er parallel zu Oberfläche unter Zugspannung, so verkleinert sich seine Gitterkonstante senkrecht zur Oberfläche und umgekehrt.<sup>114,115</sup> Dank der großen Differenz der Gitterkonstanten zwischen den kubischen Einheitszellen von SrTiO<sub>3</sub> und Silizium (s. Abbildung 5-10), resultiert ein pseudomorphologisches Wachstum der SrTiO<sub>3</sub>-Grenzschicht auf dem Silizium-Substrat, die um die Si [001]-Normale um 45° gedreht ist. Die [100]-Richtung von SrTiO<sub>3</sub> liegt parallel zur [110]-Richtung von Silizium. Der SrTiO<sub>3</sub>-Film steht unter Zugspannung, um mit der parallel zur Oberfläche liegenden Gitterkonstanten von Silizium überein zu stimmen. Somit kommt es zur tetragonalen Verzerrung der SrTiO<sub>3</sub>-Einheitszelle von ca. 2 %, was eine senkrecht zur Oberfläche stehende Verzerrung von ca. 1 % nach sich zieht.

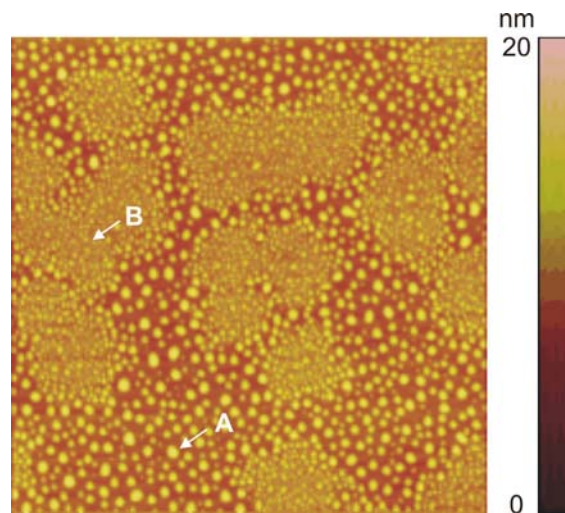


**Abbildung 5-10:** Gitterungleichgewicht der beiden Einheitszellen  $\text{SrTiO}_3$  und Silizium. Das  $\text{SrTiO}_3$  steht unter Spannung, um mit der Gitterkonstanten von Silizium übereinzustimmen, so dass eine Gitterverzerrung resultiert. Die direkte Abscheidung von  $\text{SrTiO}_3$  auf Silizium resultiert in einem inselartigen Wachstum.

Diese Verzerrung der Einheitszelle führt zum ferroelektrischen Phasenübergang bei einer an sich kubischen Perovskitstruktur. Durch die Verschiebung der positiven und negativen Ionen innerhalb der Einheitszelle kommt es zur spontanen Polarisierung und damit zum Verlust der Inversionssymmetrie. Der  $\text{SrTiO}_3$ -Film ist in der Grenzfläche polarisiert. Aguirre-Tostado et al. haben experimentell festgestellt, dass die Gitterkonstante senkrecht zur Oberfläche des  $\text{SrTiO}_3$ -Filmes größer ist, als durch die Poisson-Konstante zu erwarten ist. Sie führen dies auf die Polarisierung in der Grenzfläche zurück.<sup>114,115</sup> Kubisches Strontiumtitanat ist nicht piezoelektrisch. Aus dem Gesagten ist jedoch verständlich, dass dünne  $\text{SrTiO}_3$ -Filme bei Raumtemperatur piezoelektrisch werden.<sup>116,117</sup> Unter mechanischer Spannung wird auch das Volumen-Material piezoelektrisch.<sup>114</sup>

An der Grenzfläche von  $\text{SrTiO}_3$  zu Silizium bildet sich eine Raumladungszone aufgrund der unterschiedlichen Austrittsarbeiten der beiden Materialien (vgl. Kapitel 4.3.4). Grenzflächenzustände liefern einen Beitrag zum elektrostatischen Potential an der Grenzfläche. Mc Kee et al. erklären dies mit einem sogenannten Coulomb-Puffer, den man sich folgendermaßen vorstellen kann.<sup>118</sup> Die an der Grenzfläche sitzende Ladung polarisiert das Dielektrikum, erzeugt ein Dipolmoment und verändert das relative elektrostatische Potential an der Grenzfläche.

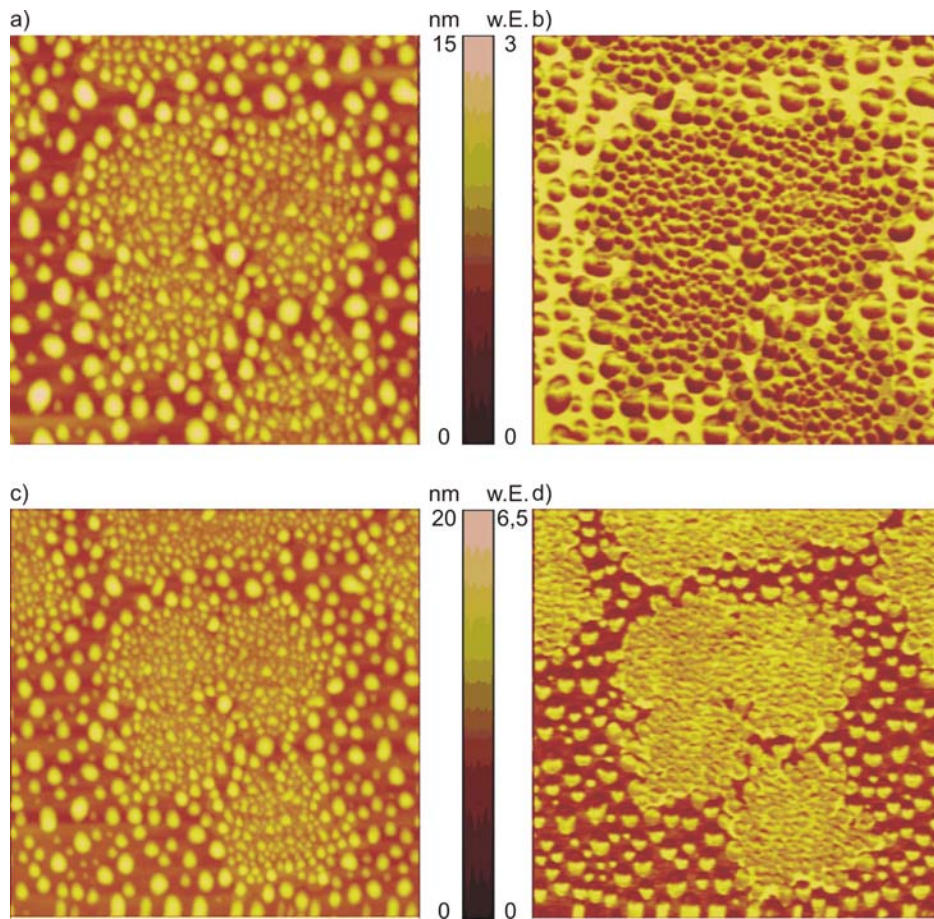
Da  $\text{SrTiO}_3$  auf Silizium polarisiert ist, sollte es möglich sein, den Film mittels Ultraschall-Piezomode abzubilden. Abbildung 5-11 zeigt die Topographie eines 2 nm dünnen  $\text{SrTiO}_3$ -Filmes auf Silizium. In der Topographie sind kleine Inseln (A) und außerdem Agglomerate von Teilchen (B) zu erkennen, d.h. der Film ist vermutlich nicht geschlossen. Die Topographie ist über die gesamte Probe hinweg identisch.



**Abbildung 5-11:** Topographie eines 2 nm dünnen SrTiO<sub>3</sub>-Filmes auf Silizium. Die Bildgröße beträgt  $10 \times 10 \mu\text{m}^3$ .

Abbildung 5-12 zeigt in a) und c) Topographie-Aufnahmen eines kleineren Ausschnittes auf der gleichen Probe. Abbildung 5-12 a) und c) zeigen dieselbe Stelle auf der Probe, jedoch mit unterschiedlicher Vergrößerung. In b) ist eine AFAM-Aufnahme bei Anregung mit der ersten Biegekontaktresonanz abgebildet. Man erkennt, dass die Inseln und Agglomerate den gleichen Kontrast aufweisen. Der Untergrund weist eine höhere Schwingungsamplitude auf. Da das Bild bei einer Frequenz unterhalb der Resonanzfrequenz aufgenommen wurde, entsprechen hellere Bereiche einem Material mit niedrigerer Steifigkeit. Der Film ist nicht geschlossen. Die helleren Bereiche entsprechen dem Substrat und die Inseln dem SrTiO<sub>3</sub>. Die Inseln weisen eine höhere Steifigkeit auf.

Abbildung 5-12 d) zeigt eine Ultraschall-Piezomode Aufnahme, die an der gleichen Stelle der Probe aufgenommen wurde wie die AFAM-Aufnahme, jedoch mit unterschiedlicher Vergrößerung. Die Blattfeder wurde im Biegemode angeregt. Die Inseln und Agglomerate zeigen den gleichen Kontrast. Die Schwingungsamplitude ist auf diesen Teilchen hoch, was für eine Polarisierung senkrecht zur Oberfläche spricht.



**Abbildung 5-12:** a)/c) Topographie, b) AFAM ( $f = 955,2$  kHz, Bildgröße  $4,15 \times 4,15 \mu\text{m}^2$ ) und d) Ultraschall-Piezomode ( $f = 963,4$  kHz, Bildgröße  $5,56 \times 5,56 \mu\text{m}^2$ ) eines 2 nm dünnen SrTiO<sub>3</sub>-Filmes auf Silizium.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass der Kontrast zum einen durch die Polarisation, d.h. Piezoaktivität, in der Einheitszelle zustande kommt. Ein weiterer Einfluss bei der Anregung der Blattfeder zu Schwingungen könnte auch die Verarmungszone spielen, die sich an der Grenzfläche von SrTiO<sub>3</sub> und Silizium bildet. In Kapitel 4.3.5 wurde diskutiert, dass elektrostatische Kräfte und Elektrostriktion diese Grenzfläche zu Schwingungen anregen können.



## 6 Raster-Schottky-Schwingungsmikroskopie („Scanning Schottky Vibration Microscopy“)

Es ist sowohl von technischem als auch von industriellem Interesse, Dotierungsprofile auf Halbleitern mit nanoskaliger Auflösung zu untersuchen. Im Folgenden wird die Untersuchung solcher Dotierungen mittels dynamischer Rasterkraftmikroskopie erläutert. Hierbei ist es weder notwendig, die Probe mittels Ultraschall-Prüfkopf anzuregen, noch den Federbalken mittels Piezoelement oder Schottky-Barriere über die Länge der Blattfeder oder an deren Aufhängung anzuregen. In diesem Kapitel wird gezeigt, dass die Erregung der Blattfeder durch die elastischen Verzerrungen zustande kommt, die in der Raumladungszone erfolgen, die sich zwischen Spitze und Probe ausbildet.

### 6.1 Dotierungen und deren Herstellung

Das Dotieren (lat. „dotare“ = ausstatten) ist eine gesteuerte Verunreinigung des Halbleiters mit Fremdatomen, wobei die Ladungsträgerdichten über viele Größenordnungen variiert und gezielt eingestellt werden können.<sup>119</sup> Dotieren dient beispielsweise der Erhöhung der Leitfähigkeit. Gängige Halbleiter, deren Eigenschaften durch Dotieren verändert werden, sind Silizium und Germanium. Beide stammen aus der vierten Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente. Als Dotierstoffe kommen für positive Dotierungen (p-dotiert) die Elemente aus der dritten Hauptgruppe (z.B. Bor, Indium, Gallium), für negative (n-dotiert) die Elemente aus der fünften Hauptgruppe (z.B. Phosphor, Arsen, Antimon) zum Einsatz. Typische Dotierungskonzentrationen liegen in der Größenordnung von  $10^{15}$  bis  $10^{21}$  Ionen/cm<sup>3</sup>.

Zur Dotierung werden unterschiedliche Verfahren angewendet. Die bekanntesten sind die Zugabe der Dotierstoffe bei der Herstellung der Einkristalle, die Diffusion und die Ionenimplantation. Beim Diffusionsverfahren werden Fremdatome von der Oberfläche eines stark erhitzten Halbleiters aus eindiffundiert. Wird der Halbleiter mittels hochenergetischen Teilchenkanonen unter Vakuum beschossen, so spricht man von Ionenimplantation.<sup>119</sup> Im Folgenden wird der Dotierungsprozess im Hinblick auf die untersuchten Proben (s. Kapitel 6.3) anhand der Ionenimplantation erläutert. Auf weitere Dotierungsverfahren wird im Rahmen dieser Arbeit nicht näher eingegangen.

Bei dem Verfahren der Ionenimplantation werden Atome oder Moleküle ionisiert, in einem elektrostatischen Feld beschleunigt und in einen Festkörper geschossen. Die Beschleunigungsenergie liegt zwischen einigen Kiloelektronenvolt (keV) und einigen Millionen Elektronenvolt (MeV). Die Eindringtiefe der Ionen hängt von Energie und Masse der Ionen und Masse der Atome des Festkörpers ab. So beträgt etwa die mittlere Reichweite von 10 keV Phosphorionen in Silizium 14 nm und von 1 MeV Borionen in Silizium  $\sim 1,8 \mu\text{m}$ . Durch einen solchen Ionenbeschuss ist es möglich z.B. elektrische und optische Eigenschaften und die Struktur einer oberflächennahen Schicht des Festkörpers zu verändern.<sup>120</sup>

Im Rahmen dieser Arbeit wurden dotierte Silizium Wafer (p-Typ, Durchmesser 150 mm, spezifischer Widerstand  $\rho_s = 4\text{-}6 \text{ Ohm cm}$ ) untersucht. Mittels einer Maske wurde vom Fraunhofer Institut für Integrierte Schaltungen und Bauelementetechnologie (IISB), Erlangen, an einigen Stellen gezielt Bor (positive Dotierung) implantiert. Es wurden zwei verschiedene Arten von Proben hergestellt, die sich lediglich durch die Höhe der Dotierung unterscheiden. Die Proben wurden vom IISB folgendermaßen bezeichnet:

- Probe 4: Dotierung  $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$
- Probe 2: Dotierung  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$

Bei beiden Arten von Proben wurde die gleiche Maske zur Dotierung verwendet.

Implantiert wurde Borfluorid  $\text{BF}_2$ . Die Beschleunigungsenergie betrug 50 keV. Dies entspricht einer Reichweite von 188 nm in Silizium.<sup>120</sup> Die Wafer wurden nach der Implantation bei 900°C für 60 min ausgeheilt, um Strahlenschäden rückgängig zu machen. Ionen kommen während des Implantationsvorganges auf regellosen Plätzen im Kristallgitter zur Ruhe. Durch Stöße werden eine Vielzahl von Strahlenschäden und Versetzungen bis hin zur Ausbildung von amorphen Gebieten erzeugt. Durch eine Temperaturbehandlung wird dafür gesorgt, dass das Kristallgitter restauriert wird und die implantierten Ionen auf elektrisch aktive Gitterplätze gebracht werden (Ausheilung).<sup>120</sup> Die Rekristallisation ist ein Kernpunkt bei der Ionenimplantation, da die Beweglichkeit und Ladungsträgerlebensdauer durch Defekte negativ beeinflusst werden.

Während des Ausheilens und, falls die Halbleiterprobe durch den Strahl stark erwärmt wird, sogar während der Implantation kann thermische Diffusion auftreten. Durch den Beschuss mit Ionen werden zahlreiche Leerstellen erzeugt. Diese können eine Diffusion der Atome während der Implantation schon bei relativ niedrigen Temperaturen hervorrufen, da zahlreiche Dotierungselemente in Halbleitern über Leerstellen diffundieren. Auch Zwischengitterdiffusion kann eine beträchtliche Rolle spielen, da ein Teil der implantierten Ionen auf regellosen Plätzen im Gitter zur Ruhe kommen und bis zum Einfang durch eine Leerstelle auf Zwischengitterplätzen diffundieren kann. Dies ist die beschleunigte Diffusion. Als entgegengesetzter Effekt ist auch eine Verhinderung der Diffusion durch Strahlenschäden, bedingt durch den Einfang der Dotierstoffatome an Defektzentren denkbar.<sup>120</sup> Die Diffusion während des Ausheilens spielt dann eine Rolle, wenn der Diffusionsweg von der gleichen Größenordnung oder größer ist als die Reichweite der Ionen. Der Diffusionsweg  $s_D$  beträgt bei konstantem Diffusionskoeffizienten  $D$

$$s_D = \sqrt{2Dt} \quad , \quad \text{Gl. 6-1}$$

wobei  $t$  die Zeit ist. Die Diffusionskonstante von Bor in Silizium bei einer Temperatur von 900°C beträgt  $30 \times 10^{-16} \text{ cm}^2/\text{s}$ . Somit ergibt sich bei einer Ausheildauer von 60 min ein Diffusionsweg  $s_D = 4,65 \times 10^{-2} \text{ nm}$ . Die Diffusion spielt daher bei der Reichweite der Dotierung keine wesentliche Rolle, da die Reichweite der implantierten Ionen 188 nm beträgt.

Bevor auf die Untersuchung der Dotierungsprofile eingegangen wird, gibt das nächste Kapitel einen kurzen Überblick über bisher angewandte Verfahren zur Untersuchung von Dotierungen in der Rasterkraftmikroskopie.

## 6.2 Nachweis von Dotierungen mittels Rasterkraftmikroskopie

Prinzipiell lassen sich Dotierungen mit Hilfe von drei verschiedenen Gruppen an Messverfahren untersuchen: chemische, elektrische und sonstige Methoden.<sup>120</sup> Zu den chemischen Methoden gehört das Anätzen von beispielsweise pn-Übergängen. Schichtwiderstand-, Kapazitäts-Spannungs- und Strom-Spannungs-Messungen gehören zu den elektrischen Verfahren. Des Weiteren kommen Verfahren wie die Anregung von charakteristischen Röntgenstrahlen und die Rutherford-Rückstreutechnik zur Anwendung.

Zur Untersuchung von Dotierungen ist eine hohe laterale Auflösung wünschenswert. Aus diesem Grund gibt es eine Reihe von Techniken der Rasterkraftmikroskopie, die in der Halbleiterindustrie angewandt werden. Dazu zählt die Vermessung der Konturen von Halbleiterstrukturen durch Topographie-Messungen. Ebenfalls wird die Kraftmikroskopie zur Feststellung von Ladungsverteilungen in Halbleiteroberflächen angewandt. Typische Aufgaben sind z.B. die Messung der flächigen Dotierungsprofile nach Ionenbeschuss, die Breite der Ladungsverteilung in Halbleiterstrukturen wie MOSFETS und die Ladungsverteilung in Kondensatoren.

Einen Überblick über die Techniken zur Detektion von Dotierungen mittels Rastersondenmikroskopie ist bei De Wolf et al zu finden.<sup>121</sup> Hierzu zählen einige Verfahren der Tunnelmikroskopie, die „Scanning Spreading Resistance Microscopy“ und auch die „Scanning Capacitance Microscopy“. Beschrieben werden im Rahmen dieser Dissertation nur die Techniken, die dem hier neu vorgestellten Verfahren am nächsten kommen.

Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM) ist eine Technik der Rastersondenmikroskopie, mit der Dotierungen von Halbleitern detektiert und quantifiziert werden können.<sup>122-124</sup> An die Spitze der Blattfeder, die sich in Kontakt mit der Probe befindet, wird eine Gleichspannung angelegt. Der daraus resultierende Strom durch die Probe wird mit einem logarithmischen Verstärker gemessen. Der gemessene Strom und der somit ermittelte Widerstand sind proportional zum Produkt aus freier Ladungsträgerkonzentration und Ladungsbeweglichkeit in der Umgebung der Spitze. Beides wird durch die Dotierstoffkonzentration bestimmt. Mit zunehmender Dotierung nimmt der Widerstand ab. Der insgesamt gemessene Widerstand ist eine Summe aus Kontaktwiderstand und Volumenwiderstand der Probe. Durch Rastern über die Oberfläche kann ein Abbild der Leitfähigkeitsverteilung und damit der Dotierung eines Wafers oder der Halbleiterstruktur erreicht werden. Diese Technik arbeitet bei sehr großen Auflagekräften (einige 10  $\mu\text{N}$ ), da der Widerstand bei kleinen Kräften von dem Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Probe dominiert wird und nicht vom Volumenwiderstand. Im Falle kleiner Kräfte können aufgrund der nicht ausreichenden Empfindlichkeit keine kleinen Ladungskonzentrationsänderungen detektiert werden. Es werden außerdem hohe Kräfte benötigt, um die Oxidschicht auf der Siliziumoberfläche zu durchdringen und einen elektrischen Kontakt zu gewährleisten. Die Problematik dieser Technik liegt also in den notwendigen hohen Auflagekräften, wodurch es zur Abnutzung der Spitze kommt und somit zum Anstieg des Spitzenradius.<sup>125</sup> Mit größer werdendem Radius wird der Druck kleiner, was höhere Kräfte erfordert, um den Kontakt stabil zu halten. Da die Auflösung durch den Kontaktradius bestimmt ist, geht mit größerem Radius die hohe laterale Auflösung verloren. Aus diesen Gründen werden Spitzen benötigt, die stabil und gleichzeitig sehr spitz sind, z.B. Diamantspitzen oder mit Diamant beschichtete Spitzen. Diese Technik wird auch zur Charakterisierung von pn-Kontakten<sup>122,126</sup> und von optoelektronischen Strukturen<sup>127</sup> verwandt. Eine detaillierte Darstellung der physikalischen Abhängigkeiten des Stromflusses im Kontakt ist in Referenz<sup>128</sup> zu finden.

Eine weitere Methode zur Detektion von Dotierungen ist die Technik Scanning Capacitance Microscopy (SCM).<sup>121,129-132</sup> Bei dieser Technik kann der Nachweis der Dotierung zum einen über einen Metall-Halbleiter Kontakt, also eine Raumladungszone, zwischen Spitze und Komponente erfolgen. Eine zweite Möglichkeit ist es, die Spitze oder die zu untersuchende Komponente mit einer isolierenden Schicht zu versehen, damit der elektrische Kontaktwiderstand genügend groß bleibt. Die Dicke der Oxidschicht beträgt einige wenige nm. Die Spitze ist in Kontakt mit der Oberfläche und die lokale elektrische Kapazität zwischen Spitze und Oberfläche wird gemessen. Ladungsverteilungen verursachen eine Änderung der Kapazität und damit einen Kontrast für eine bildliche Darstellung. Gemessen

wird keine absolute Kapazität, da die Kapazität des Kontaktes viel größer ist als die Veränderung aufgrund der Dotierungsunterschiede. Die Kapazität wird mit Hilfe bekannter elektrischer Messtechniken ermittelt.<sup>131,133</sup> Die Auflösung des Verfahrens wird wiederum von dem Spitzenradius bestimmt. Die Verringerung des Spitzenradius reduziert jedoch gleichzeitig die Empfindlichkeit der Kapazitätsmessung. Es wurden mit dieser Technik Dotierungen von  $10^{15}$  bis  $10^{20}$  Ionen/cm<sup>3</sup> detektiert.

Takahashi et al. charakterisieren InAs-Bereiche auf negativ dotiertem GaAs durch Messung der elektrostatischen Kräfte mittels AFM.<sup>134</sup> Sie verwenden eine leitfähige Blattfeder zur Untersuchung der Bandstruktur der dotierten Bereiche im oberflächennahen Bereich. Die Blattfeder befindet sich in Kontakt mit der Probenoberfläche. Es wird eine Wechselspannung der Frequenz  $f = 25$  kHz zwischen Probe und Spitze angelegt und die Amplituden bei den Frequenzen  $f$  und  $2f$  werden mittels Lock-In Technik analysiert. Bei Anlegen der Spannung wirken elektrostatische Kräfte zwischen Spitze und leitfähiger Probe. Diese hängen quadratisch von der angelegten Spannung ab. Die elektrostatischen Kräfte sind daher unabhängig vom Vorzeichen der Spannung anziehend. Befindet sich die Blattfeder beispielsweise auf einem n-dotierten Bereich, so führt eine positive Spannung zur Vergrößerung der Verarmung der Ladungen an der Oberfläche. Bei negativer Spannung ist es umgekehrt. Die Dicke der Verarmungsschicht ändert sich damit in Abhängigkeit vom Vorzeichen der Spannung und es entsteht ein Signal bei der Frequenz  $f$ . Durch Vergleich der Signalstärken bei  $f$  und  $2f$  können Aussagen über die Bandstruktur, bzw. die Dotierungen auf der untersuchten elektronischen Komponente gemacht werden.

Loppacher et al. untersuchen strukturierte Halbleiter-Oberflächen mittels „Kelvin Probe Force Microscopy“ (KPFM) unter Ultrahochvakuum.<sup>135</sup> Sie bestimmen durch Nachweis der elektrostatischen Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche das lokale Oberflächenpotential. Bei dieser Technik ist der Sensorbalken nicht in mechanischem Kontakt mit der Probe. Er wird in seiner freien Resonanzfrequenz mit einer Wechselspannung angeregt, die zwischen Spitze und zu untersuchender Komponente anliegt. Es wirken elektrostatische Kräfte zwischen der Spitze und Oberfläche analog zu der Kraftwirkung auf die Platten in einem Kondensator. Weiterhin wird eine Gleichspannung zwischen Probe und Spitze angelegt. Durch Verändern der Gleichspannung kann die elektrostatische Kraft zu Null kompensiert werden. Die angelegte Spannung wird aufgenommen, wodurch man das von der Ladungsverteilung abhängige Oberflächenpotential der Probe erhält. Des Weiteren kann die Oberfläche mit Licht mit einer Photonenenergie, die größer ist als die Bandlücke, beleuchtet werden. Dadurch werden Elektronen-Löcher-Paare innerhalb der Raumladungsschicht geschaffen. Diese Ladungsträger bewegen sich aufgrund unterschiedlicher Austrittsarbeiten von oberflächennahen und Volumen-Bereichen zur Oberfläche hin (Oberflächen-Photospannung). Die Bandverbiegung wird verringert. Dies führt zu einer Veränderung des Oberflächenpotentials und kann über die elektrostatischen Kräfte gemessen werden. Es können mit dieser Technik Informationen über Oberflächenzustände und Ladungsbeweglichkeiten, wie z.B. Diffusionslängen und Rekombinationsraten, gewonnen werden. Die Methode bietet den Vorteil, dass das elektrische Feld zwischen Spitze und Probe sehr gering ist. Dies lässt die elektronische Bandstruktur des untersuchten Festkörpers praktisch unverändert.

Eine Dotierung der Halbleiter unter Verwendung von hohen Beschleunigungsspannungen kann die Oberflächen-Topographie der Probe verändern. Kommt es zur Aufräumung der Oberfläche, so kann der dotierte Bereich durch Abrastern der Topographie mittels konventioneller AFM-Technik nachgewiesen werden.<sup>136</sup> Es ist jedoch schwierig mit dieser Technik eine Aussage über die Ionendichte der Raumladungszone, die sich nach einer

Dotierung ausbildet, zu machen. Weiterhin ist es möglich durch Anätzen mit Säuren, wie HF oder  $\text{HNO}_3$ , eine Topographie zu induzieren. Hier wird ausgenutzt, dass die Abtragsrate bei Säureangriff von der Ladungsverteilung abhängt.<sup>121</sup>

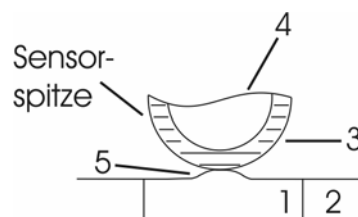
Eine weitere Methode zum Nachweis von dotierten Bereichen besteht in der Anwendung von Wirbelstromtechniken in Verbindung mit der Magnet-Kraftmikroskopie (Magnetic Force Microscopy, MFM).<sup>137,138</sup> Eine schwingende Blattfeder mit magnetischer Spitze bewegt sich über eine leitfähige Oberfläche. Die Schwingung der Blattfeder induziert in der Probenoberfläche ein Wirbelstromfeld, dessen Streufeld wiederum auf die Spitze zurückkoppelt. Die Änderung der Schwingungsamplitude der Blattfeder gibt Aufschluss über die lokale Leitfähigkeit der Probe. Die Auflösung des Verfahrens wird durch das magnetische Streufeld bestimmt und beträgt einige 100 nm. Dieses Verfahren wurde seitens des IZFP näher untersucht.<sup>139</sup>

### 6.3 Experimentelle Ergebnisse

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die „Scanning Schottky Vibration Microscopy“ (SSVM) entwickelt. Dieses Verfahren ermöglicht, Dotierungsprofile mit dem Rasterkraftmikroskop zu detektieren.

Bei den Messungen zur Detektion von Dotierungen wurden zwei unterschiedliche Federbalken-Typen verwendet. Zum einen kamen Federbalken aus Silizium-Einkristall zum Einsatz, die rundum mit Metall beschichtet und somit elektrisch leitfähig sind (Nanosensors, Typ EFM, Federkonstante ca. 2-3 N/m, Beschichtung Platin/Iridium, Federbalken n-dotiert mit Antimon). Zum anderen wurden Blattfedern verwendet, die an der Spitzenseite mit leitfähigem Diamant und auf der Rückseite mit Metall beschichtet sind (Nanosensors, Typ CDT-NCLR, Federkonstante ca. 48 N/m, Beschichtung Diamant/Aluminium, Federbalken n-dotiert mit Antimon).

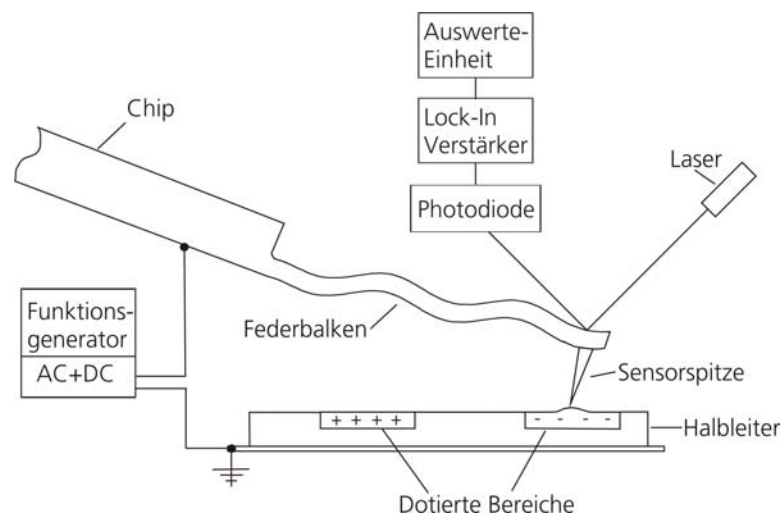
Im Folgenden wird versucht, das Prinzip der Erregung der Blattfeder durch die Kopplung einer Verarmungszone an die Gitterverzerrung (siehe Kapitel 4.3.4) auf den Bereich Tastspitze-Probe in einem dotierten Bereich anzuwenden. Ist die Spitze der Blattfeder in Kontakt mit einem dotierten Halbleiter, so entsteht eine Raumladungszone im Kontaktbereich. Abbildung 6-1 zeigt eine Prinzipskizze der Sensorspitze in Kontakt mit der Probenoberfläche. An unterschiedlichen Stellen können sich, je nach Vorspannung, Raumladungszonen ausbilden. Metall-Halbleiter-Kontakte bestehen zum einen zwischen der Dotierung in der Probe (1) und der Metallbeschichtung der Spitze (3) und zum anderen zwischen der Dotierung des Silizium-Federbalkens (4) und seiner Metallbeschichtung (3). Je nach Vorspannung und Dotierung ist immer mindestens eine der beiden Barrieren aktiv.



**Abbildung 6-1:** Schematische Darstellung des Kontaktes einer mit Metall beschichteten Spitze und einer dotierten Stelle auf dem Halbleiter. Die Zahlen bedeuten: 1-implantierter Bereich, 2-Wafer, 3-elektrisch leitfähige Beschichtung der Sensorspitze, 4-Sensorspitze aus Silizium, 5-mechanische Verformung der Probenoberfläche.

Wie in Kapitel 4.3.4 gezeigt wurde, gibt es eine Kopplung zwischen elastischer Verzerrung und der Ladungsverteilung in einer Verarmungszone. Als Kontrastmechanismus zum Nachweis der Dotierungen kann daher die lokale Änderung des elektronischen Verhaltens des Volumens innerhalb der Schottky-Barriere dienen und deren Kopplung an mechanische Verzerrungsfelder (siehe Kapitel 4.3.4). Im Rahmen dieser Arbeit wurde experimentell überprüft, ob dieser Effekt für die Abbildung der räumlichen Dotierungszone genutzt werden kann.

In Abbildung 6-2 ist das Prinzip der SSV-Technik dargestellt. Ein kommerziell erhältliches AFM wird, analog zu der AFAM-Technik, mit einem Frequenzgenerator und einem Lock-In Verstärker erweitert (vgl. auch Abbildung 3-5). Wahlweise kann auf diese Erweiterung auch verzichtet und die im AFM selbst vorhandenen Komponenten verwandt werden, wenn die Frequenzbandbreite dieser Komponenten mindestens ca. 1 MHz beträgt. Eine Wechselspannung der Frequenz  $\omega/2\pi$  wird zwischen die Spitze der Blattfeder und eine Gegenelektrode unter der Probe angelegt. Dadurch ändert die Raumladungszone, die sich im Kontakt bildet (s. Abbildung 6-1), periodisch ihre räumliche Ausdehnung. Zusätzlich kann eine Gleichspannungskomponente angelegt werden, um die Verarmungszone insgesamt zu vergrößern. Da die Erregung an der Spitze in Kontakt mit der Probenoberfläche erfolgt, erfährt die Blattfeder eine Anregung mit der gleichen Frequenz  $\omega/2\pi$ . Die Schwingungsantwort des Federbalkens wird mit dem Positionsdetektor des AFM und der externen Lock-In Technik gemessen und danach einer Auswerteeinheit zugeführt, die aus Oszillograph und Computer besteht. Das Signal aus dem Lock-In Verstärker kann alternativ dem AFM rückgespeist werden, um die Schwingungsamplitude im untersuchten Bereich der Probe abzubilden. Die Arbeitsfrequenz wird dabei so gewählt, dass sie in der Nähe einer Kontaktresonanz des Federbalkens liegt.

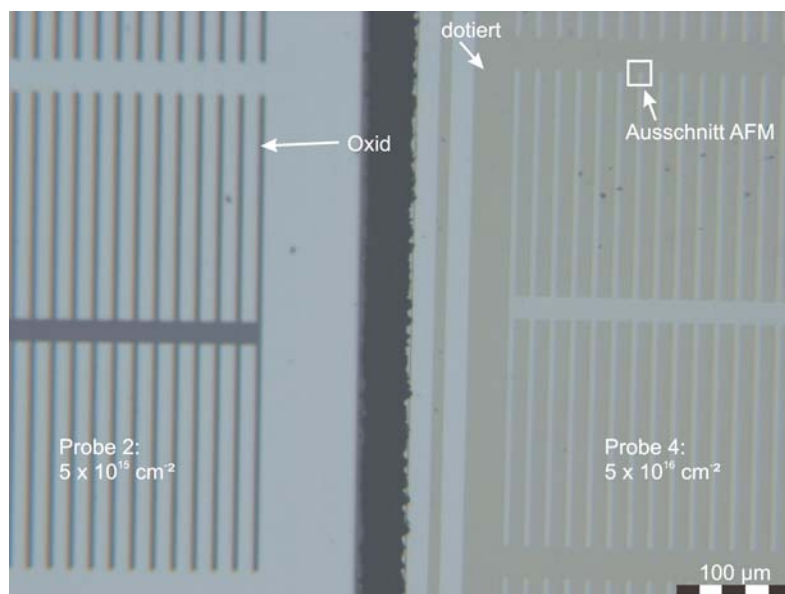


**Abbildung 6-2:** Experimenteller Aufbau zur Detektion dotierter Bereiche (positiv oder negativ dotierte Bereiche). Ein Funktionsgenerator ist mit der leitfähigen oder leitfähig beschichteten Blattfeder in der Aufhängung der Blattfeder verbunden und liefert eine Wechselspannung, eventuell mit einer Gleichspannungskomponente. Die Raumladungszone im Kontakt von Tastspitze und dotiertem Bereich koppelt an die elastische Verzerrung und erregt die Blattfeder lokal. Das Schwingungssignal der Blattfeder wird über die Photodiode abgegriffen, an einen Lock-In Verstärker weitergegeben und danach einer Auswerteeinheit zugeführt, die aus Oszillograph und Computer besteht. Das Signal aus dem Lock-In Verstärker kann alternativ dem AFM rückgespeist werden, um die Schwingungsamplitude im untersuchten Bereich der Probe abzubilden.

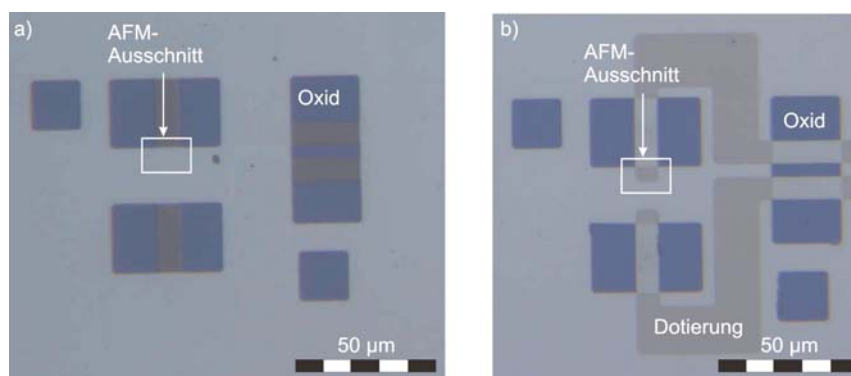
Die Dotierung der Oberfläche wirkt sich auf zwei verschiedene Weisen auf die Schwingung des Federbalkens aus. Sowohl die Kontaktresonanzfrequenz als auch die angeregte Schwingungsamplitude hängen von der lokalen Dotierung ab. Hieraus ergeben sich

verschiedene Möglichkeiten der Bilderzeugung. Einerseits kann durch eine Rückkoppelschleife die Änderung der Kontaktresonanz zum Nachweis der dotierten Bereiche benutzt werden. Andererseits kann die Änderung der Schwingungsamplitude der Blattfeder als Funktion des Ortes ebenfalls zum Nachweis der Dotierung verwandt werden.

Die Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Dotierungsprofile wurde bereits in Kapitel 6.1 erläutert. Abbildung 6-3 und Abbildung 6-4 zeigen optische Bilder der Proben 2 und 4. Bei den blauen Bereichen handelt es sich um Bereiche mit Oxidschicht. Die gelben Bereiche, die nur auf der Probe 4 optisch zu erkennen sind, sind implantiert. Auf Probe 2 sind diese nicht sichtbar, da die Dotierungskonzentration geringer ist. Da bei beiden Probentypen mit der gleichen Maske implantiert wurde, sind die implantierten Bereiche jedoch an denselben Stellen auf Probe 2 ebenfalls vorhanden. Beide Abbildungen zeigen zwei verschiedene Strukturen, die sowohl auf dem hoch- als auch auf dem niedrigdotierten Wafer vorhanden sind und somit einen Vergleich der beiden Dotierungsstärken ermöglicht. Sowohl in Abbildung 6-3 als auch in Abbildung 6-4 sind mit weißer Umrandung Bereiche markiert, die mit dem AFM im Folgenden abgebildet wurden.

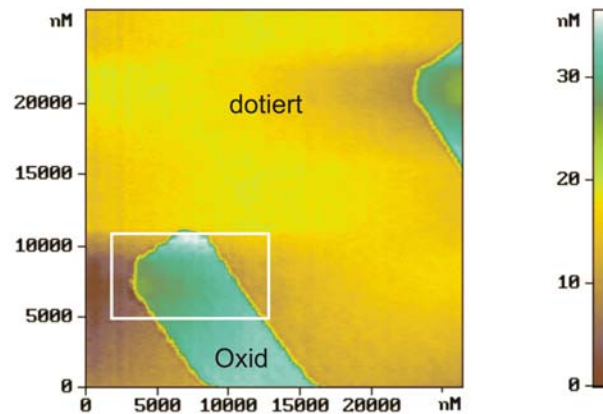


**Abbildung 6-3:** Aufnahme mit dem optischen Mikroskop. Vergleich der hoch- (rechte Seite, Probe 4) und niedrigdotierten Probe (linke Seite, Probe 2). Bei der hochdotierten Probe ist die Dotierung bereits optisch zu erkennen (gelbe Bereiche). Bei der niedrigdotierten Probe ist lediglich die Oxidstruktur zu erkennen.



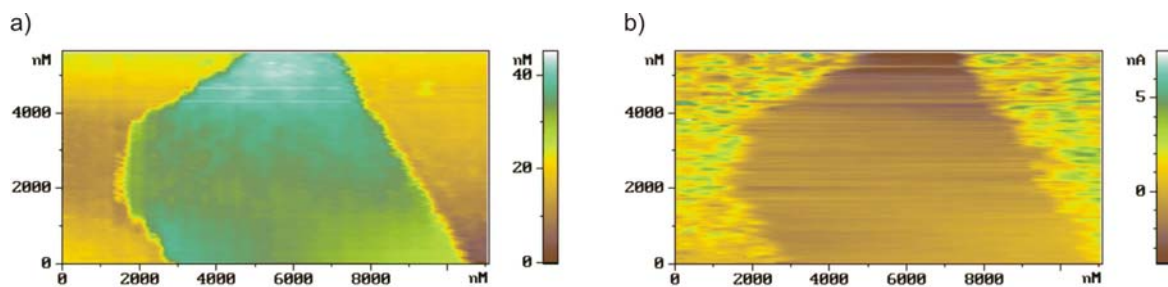
**Abbildung 6-4:** Aufnahme mit dem optischen Mikroskop. Vergleich der a) niedrigdotierten (Probe 2) und b) hochdotierten Probe (Probe 4). Bei der hochdotierten Probe ist die Dotierung bereits optisch zu erkennen (gelbe Bereiche). Bei der niedrigdotierten Probe ist lediglich die Oxidstruktur zu erkennen.

In Abbildung 6-5 ist die Topographie der Struktur auf Probe 4 abgebildet, die in Abbildung 6-3 weiß markiert ist. Diese und die folgenden Messungen wurden an dem Kraftmikroskop Solver der Firma NT-MDT durchgeführt. Bei dem in gelb dargestellten Bereich handelt es sich um die Dotierung, der blaue Bereich entspricht dem Oxid. Wie an der Höhenskala zu erkennen ist, hat der Oxidbereich eine höhere Topographie als die Dotierung.



**Abbildung 6-5:** Topographie von Probe 4. Aufgenommen wurde die Topographie im Bereich „Ausschnitt AFM“ aus Abbildung 6-3. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

In Abbildung 6-6 ist in a) die Topographie des in Abbildung 6-5 weiß gekennzeichneten Bereiches dargestellt. Abbildung 6-6 b) zeigt die Schwingungsamplitude in Abhängigkeit des Ortes bei Anregung mittels SSVM-Technik. Angeregt wurde mit einer Frequenz, die nahe der niedrigsten Kontaktresonanzfrequenz des dotierten Bereiches liegt. Deutlich ist zu erkennen, dass die Schwingungsamplitude im Bereich der Dotierung hoch ist, jedoch auf der Oxidstruktur verschwindet.

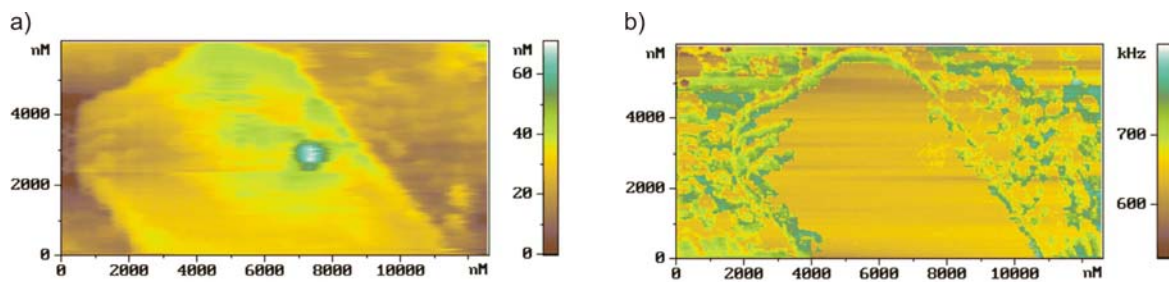


**Abbildung 6-6:** a) Topographie des in Abbildung 6-5 gekennzeichneten Bereiches auf Probe 4. b) zeigt die Schwingungsamplitude bei der Frequenz  $f = 765,8$  kHz mit der Anregungsamplitude  $a = 0,6 V_{SS}$  und einer überlagerten Gleichspannung von +10 V. Abgebildet wurde mittels SSVM-Technik. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

In Abbildung 6-7 ist ein ähnlicher Bereich abgebildet. In b) ist die Resonanzfrequenz in Abhängigkeit des Ortes dargestellt. Es scheint, dass im Oxidbereich eine Kontaktresonanz bei ca. 670 kHz gefunden wurde. Betrachtet man jedoch das Spektrum genauer (s. Abbildung 6-8), so sieht man, dass es sich um ein Artefakt handelt. Die Frequenz wurde in dem Intervall von 671 bis 855 kHz durchfahren. Durch statisches Aufladen oder weitere Kräfte, die zwischen Blattfeder und Probe wirken, fällt die Schwingungsamplitude neben der Resonanzfrequenz nicht auf Null ab. Sie steigt sogar mit kleiner werdender Frequenz an. Wird keine Resonanzfrequenz detektiert, so gibt der Solver fälschlicherweise die Frequenz als Resonanzfrequenz aus, bei der die höchste Amplitude erreicht wird und dies ist eben genau

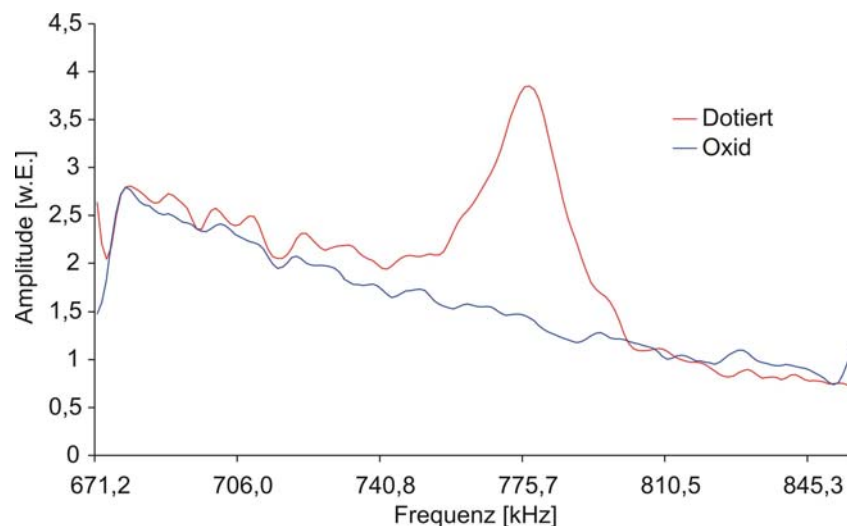


bei 670 kHz der Fall. Dies erklärt, warum in Abbildung 6-7 b) scheinbar eine Resonanzfrequenz auf dem Oxid detektiert wird. Auch wenn die Frequenz in einem größeren Intervall durchfahren wird, lässt sich auf dem Oxidbereich keine Resonanz anregen.



**Abbildung 6-7:** a) Topographie des in Abbildung 6-5 gekennzeichneten Bereiches auf Probe 4. b) zeigt die Kontaktresonanzfrequenz bei Anregung mittels SSVM-Technik. Die Anregungsamplitude beträgt  $a = 0,7 V_{SS}$  bei einem Gleichspannungsanteil von +10 V. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

In Abbildung 6-7 b) zeichnet sich außerdem eine Unterstruktur im dotierten Bereich ab, die weitgehend unabhängig von der Topographie ist. Es scheint, als ob der dotierte Bereich nicht durchgängig, sondern unregelmäßig dotiert ist.

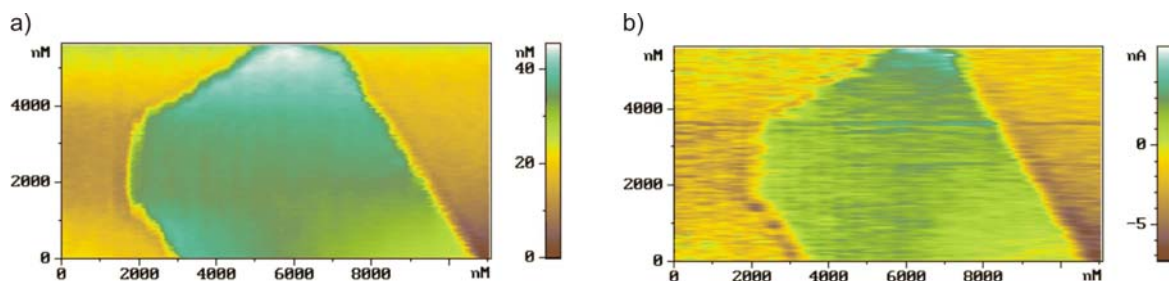


**Abbildung 6-8:** Vergleich des Frequenzspektrums eines dotierten Bereiches (rote Kurve) mit dem auf dem Oxid (blaue Kurve) bei der ersten Kontaktresonanzfrequenz anhand von Probe 4. Die Anregung erfolgte mittels SSVM, wobei die Anregungsamplitude  $a = 0,7 V_{SS}$  betrug bei einer Gleichspannung von +10 V. Auf dem Oxid verschwindet die Kontaktresonanz. Sie konnte auch nicht außerhalb des betrachteten Frequenz-Intervalls gefunden werden. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

Die Dicke der Oxidschicht beträgt laut der Topographiemessungen mindestens ca. 20 nm. Ist die Spitze der Blattfeder in Kontakt mit der Oxidschicht, so entsteht ein MOS-Kontakt (Metall Oxid Semiconductor). Die Isolatorschicht ist jedoch so dick, dass sie als Passivierungsschicht angesehen werden kann, über die die angelegte Spannung komplett abfällt. Daher ist es verständlich, dass sich auf dem Oxid keine Resonanz anregen lässt. Dies ist auch eine Bestätigung dafür, dass die Anregung in der Tat über den Kontakt erfolgt, und nicht etwa durch elektrostatische Kräfte, die beispielsweise zwischen Blattfeder und Probe wirken.

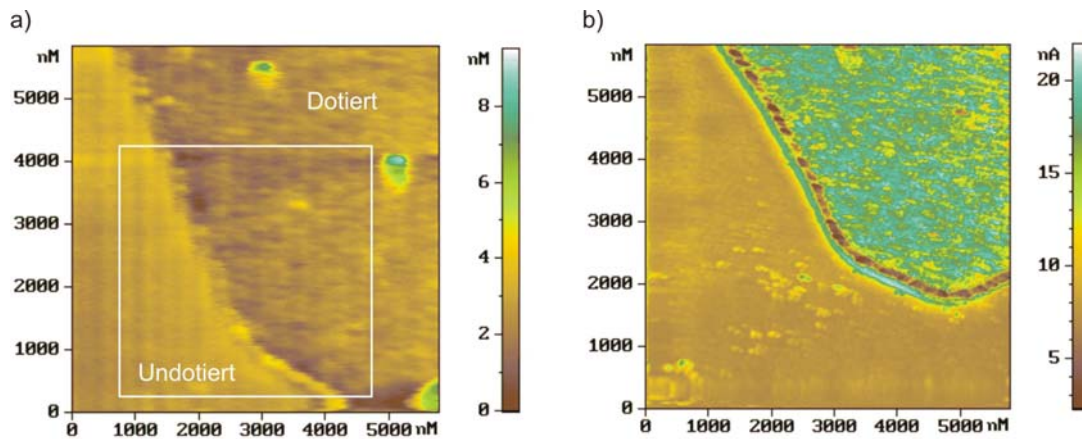
Mit der AFAM-Technik können die dotierten Zonen ebenfalls detektiert werden. Die Kontaktresonanzfrequenzen hängen von der Kontaktsteifigkeit, d.h. dem Gradienten der lokalen Kraft zwischen Spitze und Probe ab (s. Gl. 3-12). Neben den Größen wie Elastizitäten von Spitze und Probe und Geometrie des Kontaktes geht nach Gl. 3-12 die Auflagekraft  $F_A$  in die Berechnung der Kontaktsteifigkeit ein. Die Auflagekraft  $F_A$  setzt sich jedoch aus allen vorhandenen physikalischen Kräften zusammen. Bildet man eine Probe mit lokal unterschiedlicher Dotierung ab, so kann z.B. aufgrund des lokal unterschiedlichen elektrischen Oberflächenpotentials eine Variation in den lokalen elektrostatischen Kräften auftreten. Auch kann die Dotierung die lokalen elastischen Eigenschaften ändern und damit auch die Kontaktsteifigkeit, die mit der AFAM-Technik ermittelt werden kann.

Abbildung 6-9 a) zeigt den gleichen Ausschnitt wie Abbildung 6-6. In b) ist die Schwingungsamplitude bei Anregung mittels AFAM-Technik dargestellt. Abgebildet wurde mit einer Frequenz, die nahe der Kontaktresonanzfrequenz auf dem Oxidbereich liegt. Dies bestätigt ebenfalls die Aussage von Abbildung 6-8. Wäre mittels SSVM eine Resonanz auf dem Oxid anregbar, so hätte diese in dem untersuchten Frequenzbereich liegen müssen.



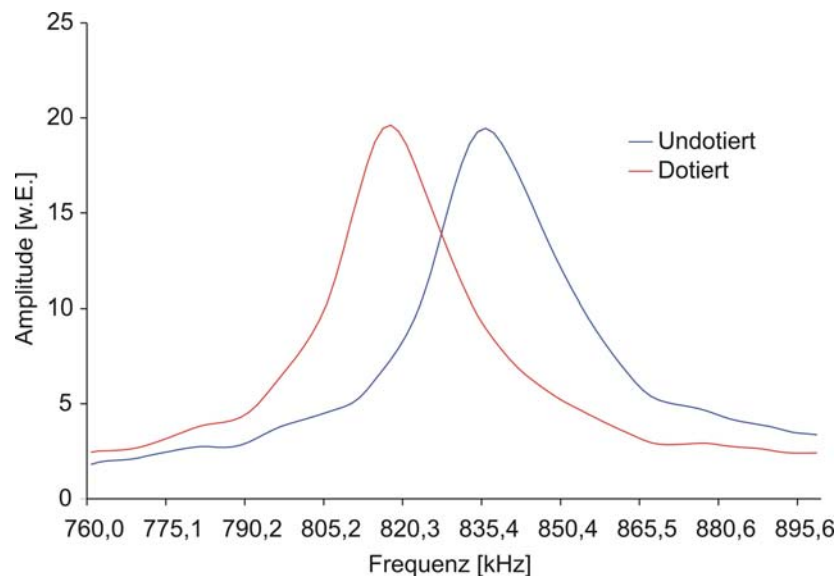
**Abbildung 6-9:** a) Topographie des in Abbildung 6-5 gekennzeichneten Bereiches auf Probe 4. b) zeigt die Schwingungsamplitude bei der Frequenz  $f = 752,8$  kHz mit der Anregungsamplitude  $a = 0,5$  V<sub>SS</sub>. Abgebildet wurde mittels AFAM-Technik. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

In Abbildung 6-10 ist ein Ausschnitt aus dem in Abbildung 6-4 b) gekennzeichneten Bereich auf Probe 4 dargestellt. Die Dotierung ist auch in a) der Topographie zu erkennen, da die Dotierungskonzentration so hoch ist, dass die Probe an der implantierten Stelle aufgeraut ist. Jedoch können durch die Topographie allein keine quantitativen Aussagen über die Dotierungshöhe getroffen werden. In b) ist die Schwingungsamplitude bei Anregung mittels AFAM-Technik dargestellt. Abgebildet wurde mit einer Frequenz, die nahe der Kontaktresonanzfrequenz auf der Dotierung liegt. Daher ist die Schwingungsamplitude auf dem dotierten Bereich größer (vgl. Abbildung 3-6).



**Abbildung 6-10:** a) Topographie eines Ausschnittes des in Abbildung 6-4 b) gekennzeichneten Bereiches auf Probe 4. b) zeigt die Schwingungsamplitude bei der Frequenz  $f = 835,4$  kHz mit der Anregungsamplitude  $a = 0,2$  V<sub>SS</sub>. Abgebildet wurde mittels AFAM-Technik. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

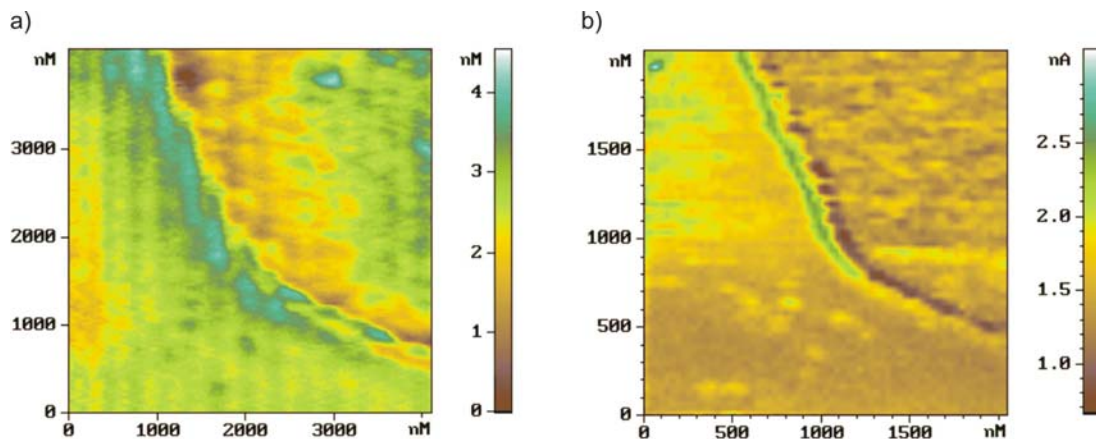
In Abbildung 6-11 sind die Resonanzspektren auf dem dotierten und dem undotierten Bereich bei der ersten Biegekontaktresonanz abgebildet. Angeregt wurde ebenfalls über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe. Die Resonanzfrequenz auf dem dotierten Bereich ist niedriger als die auf dem undotierten, d.h. dass die Steifigkeit des undotierten Bereiches höher ist.



**Abbildung 6-11:** Vergleich der 1. Biegekontaktresonanz eines dotierten Bereiches (rote Kurve) mit der auf dem undotierten Bereich (blaue Kurve) anhand von Probe 4. Die Anregung erfolgte über einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe, wobei die Anregungsamplitude  $a = 0,2$  V<sub>SS</sub> betrug. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 43 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

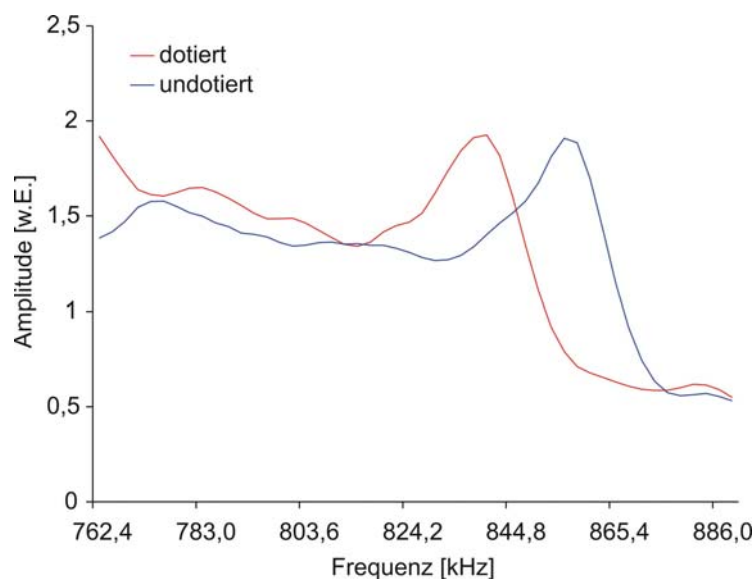
Mit SSVM konnte auch auf dem hier als „undotiert“ bezeichneten Bereich eine Resonanzfrequenz detektiert werden. Abbildung 6-12 b) zeigt den in Abbildung 6-10 markierten Bereich bei Anregung mittels SSVM. Abgebildet ist die Schwingungsamplitude bei Anregung mit einer Frequenz nahe der Kontaktresonanzfrequenz des undotierten Bereiches. Wie in Kapitel 6.1 erläutert wurde, ist der Wafer vor der Ionenimplantation bereits vordotiert und zwar ebenfalls positiv, wie bei der späteren Implantation. Somit bildet sich

auch zwischen dem hier als „undotiert“ bezeichneten Bereich und der Metallbeschichtung der Spitze eine Raumladungszone aus.



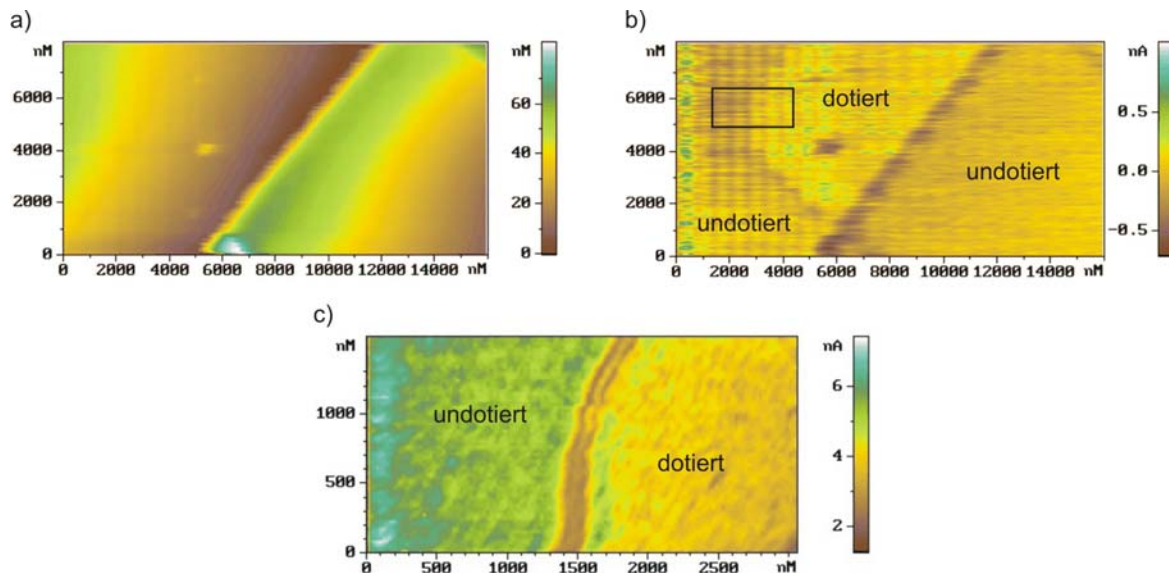
**Abbildung 6-12:** a) Topographie eines Ausschnittes des in Abbildung 6-10 a) gekennzeichneten Bereiches auf Probe 4. b) zeigt die Schwingungsamplitude bei der Frequenz  $f = 847,0$  kHz mit der Anregungsamplitude  $a = 0,6 V_{SS}$  und einer Gleichspannung von  $+6,1$  V. Abgebildet wurde mittels SSVM-Technik. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante =  $43$  N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

Somit können die Resonanzspektren auf dotiertem und undotiertem Bereich verglichen werden (s. Abbildung 6-13). Die Resonanzfrequenz auf dem undotierten Bereich ist, analog zu der AFAM-Technik, höher als die auf dem dotierten Bereich. Bei Vergleich der Spektren, die man mit AFAM und SSVM erhält, ist auffällig, dass die Frequenzen bei der SSVM-Technik höher liegen. Dies kann unterschiedliche Gründe haben, wie beispielsweise unterschiedliche Auflagekräfte in den beiden Experimenten. Außerdem kann eine zusätzliche statische Kraft, die bei der SSVM-Technik zwischen Blattfeder und Probe wirkt, für eine Erhöhung der Resonanzfrequenz verantwortlich sein. Ähnliche Effekte wurden bereits beim Ultraschall-Piezomode beobachtet.<sup>6</sup>

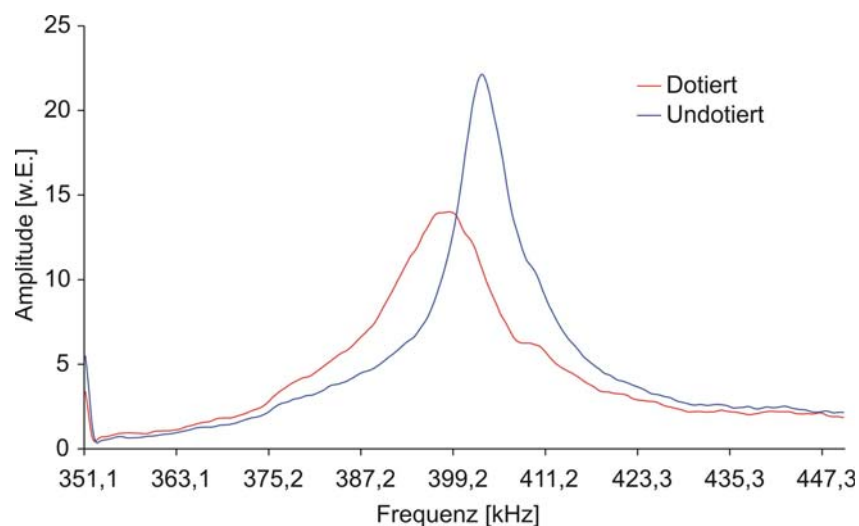


**Abbildung 6-13:** Vergleich der 1. Biegekontaktresonanz eines dotierten Bereiches (rote Kurve) mit der auf dem undotierten Bereich (blaue Kurve) anhand von Probe 4. Die Anregung erfolgte mittels SSVM, wobei die Anregungsamplitude  $a = 0,6 V_{SS}$  betrug bei einer Gleichspannung von  $-6,8$  V. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Diamant beschichtete Blattfeder (Federkonstante =  $43$  N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 179$  kHz).

Abbildung 6-14 zeigt a) die Topographie und b) eine AFAM-Aufnahme auf Probe 2. Bei dieser niedriger dotierten Probe ist der dotierte Bereich in der Topographie nicht zu erkennen. In b), der AFAM-Aufnahme, ist die Dotierung deutlich zu erkennen. Abgebildet wurde mit einer Frequenz, die nahe der Kontaktresonanzfrequenz der Dotierung liegt. Der in b) gekennzeichnete Bereich ist in c) vergrößert dargestellt. Das Durchfahren der Frequenz (s. Abbildung 6-15) zeigt, dass der undotierte Bereich auch bei dieser niedrigdotierteren Probe steifer ist als der dotierte.



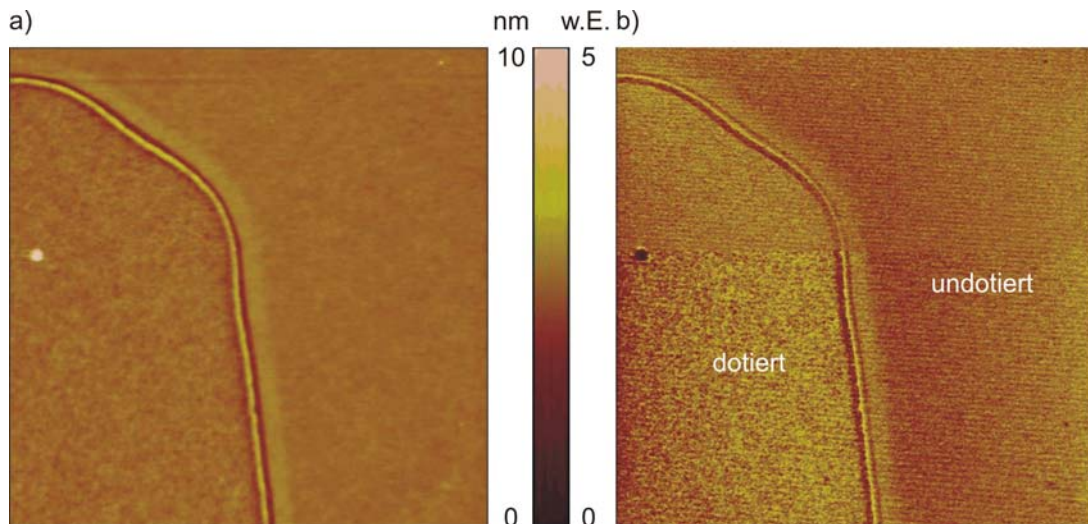
**Abbildung 6-14:** a) Topographie eines Ausschnittes des in Abbildung 6-4 a) gekennzeichneten Bereiches auf Probe 2. b) und c) zeigen die Schwingungsamplitude bei Anregung mit einer Frequenz, die nahe der 1. Biege resonanz des b) dotierten Bereiches und c) undotierten Bereiches liegt, wobei die Anregungsamplitude  $a = 0,2 V_{SS}$  betrug. Abgebildet wurde mittels AFAM-Technik. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Pt/Ir beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 2,5 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 59,5$  kHz).



**Abbildung 6-15:** Vergleich der 1. Biegekontaktresonanz eines dotierten Bereiches (rote Kurve) mit der auf dem undotierten Bereich (blaue Kurve) anhand von Probe 2. Die Anregung erfolgte mittels AFAM, wobei die Anregungsamplitude  $a = 0,2 V_{SS}$  betrug. Verwendet wurde für diese Messung eine elektrisch leitfähige, mit Pt/Ir beschichtete Blattfeder (Federkonstante = 2,5 N/m, Frequenz des ersten freien Biegemodes  $f = 59,5$  kHz).

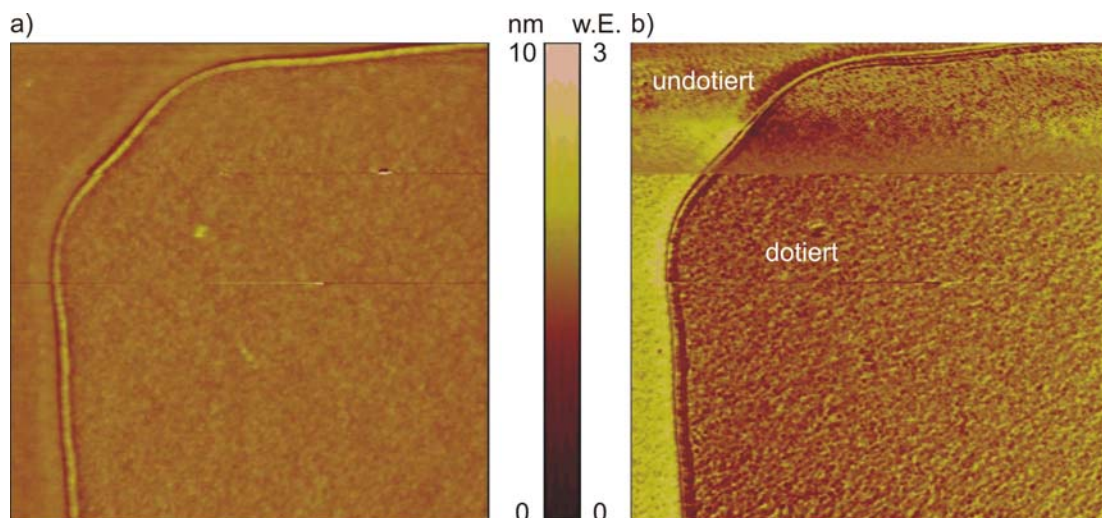
Mit dem Solver wurden auf Probe 2 keine Messungen mittels SSVM durchgeführt. Jedoch wurden weitere Experimente am AFM Dimension 3000 gemacht. Alle folgenden Bilder wurden mit dem Dimension 3000 aufgenommen.

In Abbildung 6-16 a) ist die Topographie und in b) die Schwingungsamplitude bei Anregung mittels SSVM auf Probe 2 dargestellt. Abgebildet wurde ein Teil des in Abbildung 6-4 mit weiß eingerahmten Bereiches. In der Topographie-Aufnahme ist der dotierte Bereich auf Probe 2 fast ausschließlich durch seine Randzone zu erkennen. In der SSVM-Aufnahme, bei der mit einer Frequenz nahe der Resonanzfrequenz auf dem dotierten Bereich abgebildet wurde, hebt sich der implantierte Bereich jedoch deutlich hervor.



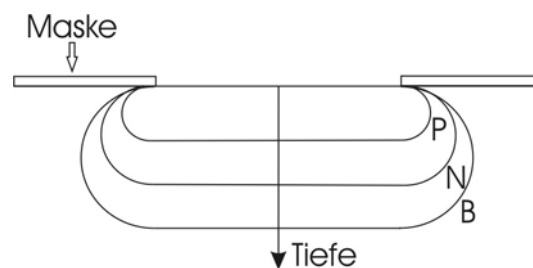
**Abbildung 6-16:** a) Topographie und b) SSVM ( $f=330,7$  kHz) der Probe 2. Die Bildgröße beträgt  $4,73 \times 4,73 \mu\text{m}^2$ .

In Abbildung 6-17 b) ist eine ähnliche Stelle auf Probe 2 mit AFAM abgebildet. Bei der AFAM-Aufnahme wurde mit einer Frequenz abgebildet, die nahe der Kontaktresonanzfrequenz des undotierten Bereiches liegt. Die Schwingungsamplitude ist im Gegensatz zu Abbildung 6-16 auf der undotierten Stelle höher. Ein Unterschied zwischen SSVM und AFAM, der sich deutlich bemerkbar macht, ist die Randzone.



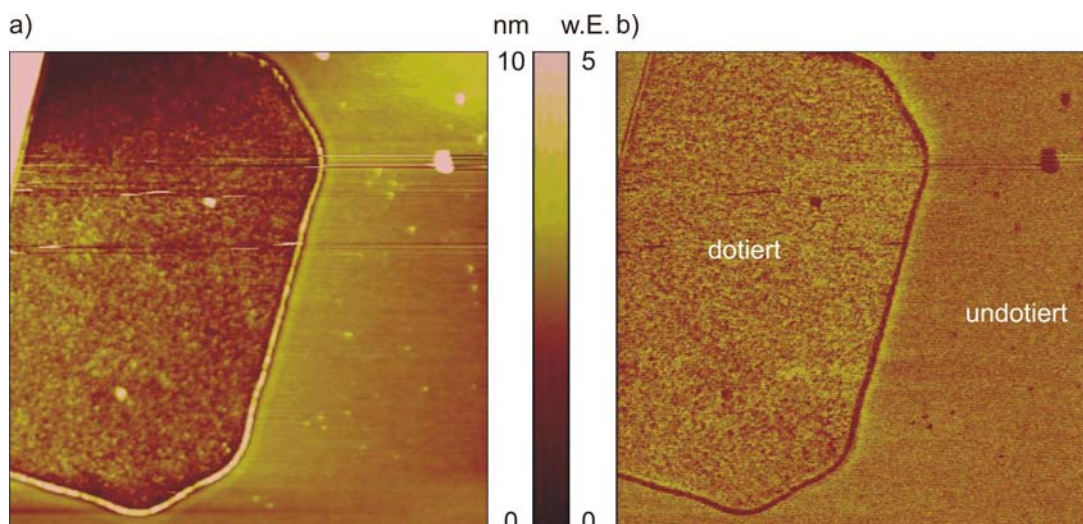
**Abbildung 6-17:** a) Topographie und b) AFAM ( $f=335,5$  kHz) der Probe 2. Die Bildgröße beträgt  $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ .

Bei der SSVM-Aufnahme endet der Kontrast nicht mit dem Rand des implantierten Bereiches, sondern geht darüber hinaus. Dies könnte auf die laterale Streuung zurückzuführen sein, die die Ionen, die senkrecht auf die Oberfläche auftreffen, im Kristall erfahren.<sup>120,140</sup> Diese laterale Einflusszone kann einige wenige 100 nm breit sein. Da man mit AFAM dort keinen Kontrast sieht, deutet dies entweder darauf hin, dass die Einflusszone so gering dotiert ist, dass dies zwar einen Einfluss auf die SSVM-Technik hat, jedoch nicht die Kontaktsteifigkeit ändert. Eine zweite mögliche Erklärung wäre, dass mittels SSVM tiefer gelegene Bereiche detektiert werden können. Die größte Ausbreitung (Abbildung 6-18) der lateralen Streuung liegt unterhalb der Oberfläche. Wird eine Wechselspannung angelegt, so ändert die Raumladungszone ihre Ausdehnung und dies wird in Form einer Schwingung detektierbar. Die Eindringtiefe der AFAM-Technik beträgt ca. den dreifachen Spitzenradius. Die größte Ausbreitung der lateralen Streuung liegt unterhalb der Oberfläche, offensichtlich tiefer als der dreifache Spitzenradius, da der Bereich mit der AFAM-Technik nicht detektiert werden kann. Eine weitere Erklärung für das Sichtbarwerden dieses Randbereiches bei der SSVM-Technik könnte in der Divergenz des angelegten elektrischen Feldes liegen.

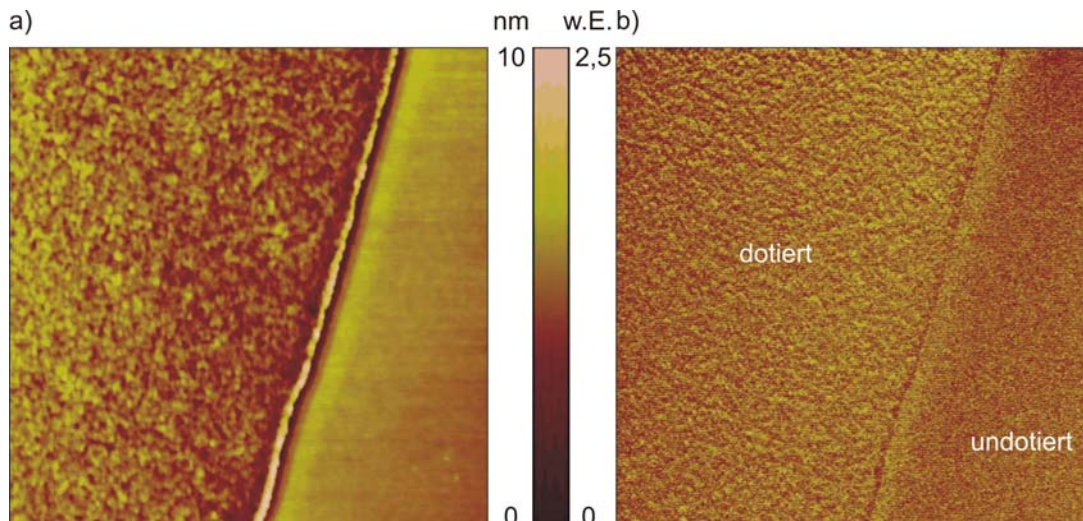


**Abbildung 6-18:** Konturlinien gleicher Dotierdichte von Bor, Stickstoff und Phosphor bei einer Implantation durch eine Maske in Silizium.<sup>120</sup>

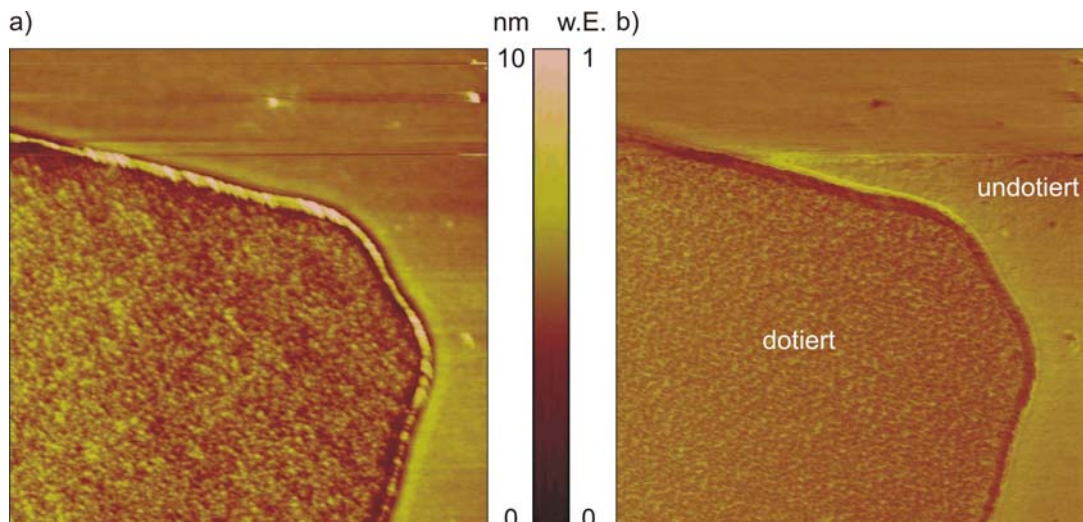
Auch bei Probe 4 (s. Abbildung 6-19 und Abbildung 6-20) ist die laterale Einflusszone zu erkennen, wohingegen diese in der AFAM-Aufnahme (s. Abbildung 6-21) nicht zum Vorschein kommt.



**Abbildung 6-19:** a) Topographie und b) SSVM ( $f = 340,6 \text{ kHz}$ ) der Probe 4. Die Bildgröße beträgt  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ .



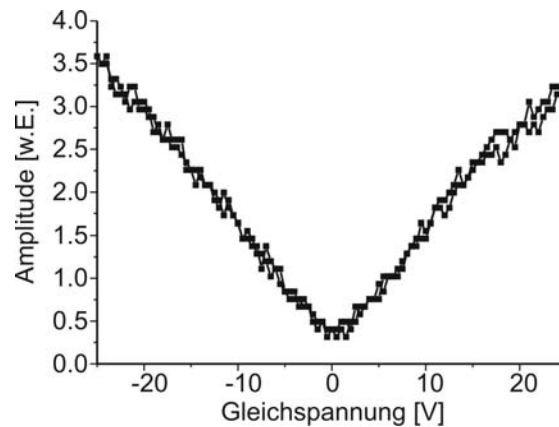
**Abbildung 6-20:** a) Topographie und b) SSVM ( $f = 338,1$  kHz) der Probe 4. Die Bildgröße beträgt  $4,19 \times 4,19 \mu\text{m}^2$ .



**Abbildung 6-21:** a) Topographie und b) AFAM ( $f = 382,7$  kHz) der Probe 4. Die Bildgröße beträgt  $5,65 \times 5,65 \mu\text{m}^2$ .

Zusätzlich zur Wechselspannung kann eine Gleichspannung an den Federbalken angelegt werden. In Abbildung 6-22 wird an einer dotierten Stelle die Wechselspannung bei der Messung konstant auf  $1 V_{SS}$  gehalten und die zusätzliche Gleichspannung wird von  $-25$  V bis  $+25$  V durchgeföhren. Der Frequenzbereich, in dem die erste Kontaktresonanz liegt, wird bei jedem Gleichspannungswert abgetastet. Abbildung 6-22 zeigt die Schwingungsamplitude bei der Kontaktresonanz. Die Kontaktresonanzfrequenz blieb bei allen Messungen ungefähr gleich. Man erkennt, dass die Schwingungsamplitude mit dem Betrag der Gleichspannung linear ansteigt. Bei gleichartigen Untersuchungen an piezoelektrischen dünnen Filmen erhält man Kurven, die eine Hysterese aufweisen.<sup>95</sup>



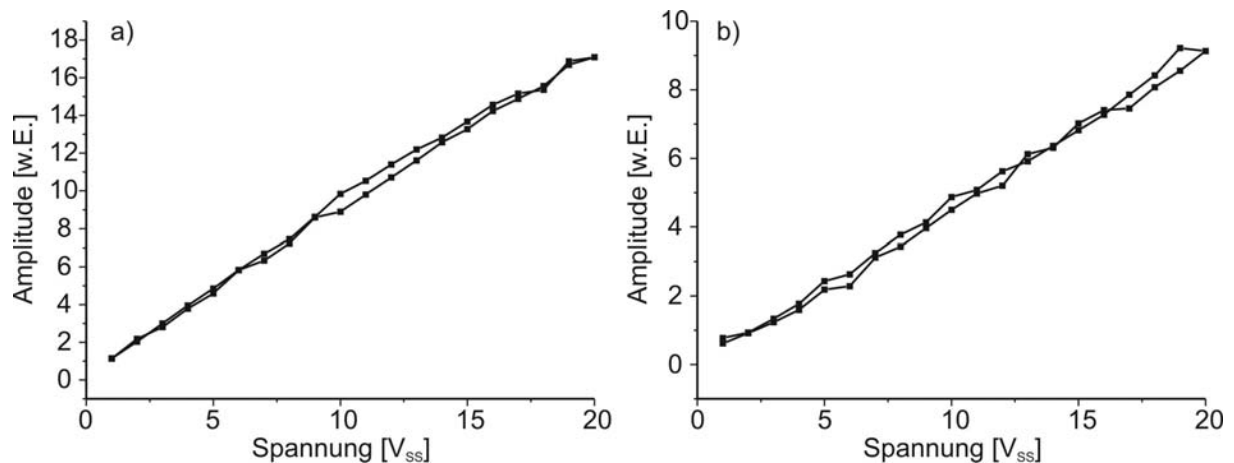


**Abbildung 6-22:** Schwingungsamplitude bei der 1. Biegekontaktresonanz auf einem ionenimplantierten Bereich von Probe 2 in Abhängigkeit von der angelegten Gleichspannung. Die Gleichspannung wird erst von 0 V auf +25 V erhöht, dann auf -25 V erniedrigt und schließlich wieder auf 0 V gebracht. Die Anregungsamplitude und die Frequenz der Wechselspannung bleiben während der Messung konstant.

Würde nur die Barriere, die sich im Kontakt Metallbeschichtung – dotierter Bereich auf dem Halbleiter bildet, zur Schwingungsanregung beitragen, so dürfte die Schwingungsamplitude nur mit von außen angelegter positiver Vorspannung an die Blattfeder ansteigen. Diese Raumladungszone verschwindet bei negativer Gleichspannung. Ist die Austrittsarbeit des Metalls kleiner als die des p-dotierten Halbleiters, so ist bereits ohne Vorspannung eine Raumladungszone vorhanden, die negativ geladene Donatorionen enthält. Wird eine positive Spannung an die Metallschicht angelegt, so vergrößert sich die negativ geladene Raumladungszone im Halbleiter. Das bedeutet, dass mit steigender positiver Gleichspannung die Schwingungsamplitude zunimmt.

Da die Schwingungsamplitude in Abbildung 6-22 auch bei negativer Gleichspannung ansteigt, bedeutet dies, dass eine zweite Raumladungszone mit entgegengesetzter Charakteristik vorhanden sein muss. Wie bereits in Abbildung 6-1 kurz angesprochen wurde, kann außerdem eine Raumladungszone an der Grenzfläche n-dotierter Halbleiter der Blattfeder zu Metallbeschichtung entstehen. Da die Blattfeder jedoch komplett beschichtet ist, liegt die Spannung nicht zwischen Halbleiter der Blattfeder und Metallbeschichtung an, sondern zwischen Metallbeschichtung der Blattfeder und Probe. Somit sollte dieser Kontakt als mögliche Ursache zu vernachlässigen sein. Man kann sich außerdem vorstellen, dass die Grenzfläche innerhalb der Probe zwischen dotiertem Bereich und undotiertem Bereich eine Rolle spielen könnte. Williams detektiert Dotierungen mittels SCM und nutzt ähnliche Kurven zur Bestimmung der Dotierungskonzentration.<sup>141</sup> Er zeigt, dass sich die Abhängigkeit der Kapazität von der angelegten Vorspannung je nach Dotierungskonzentration verändert.

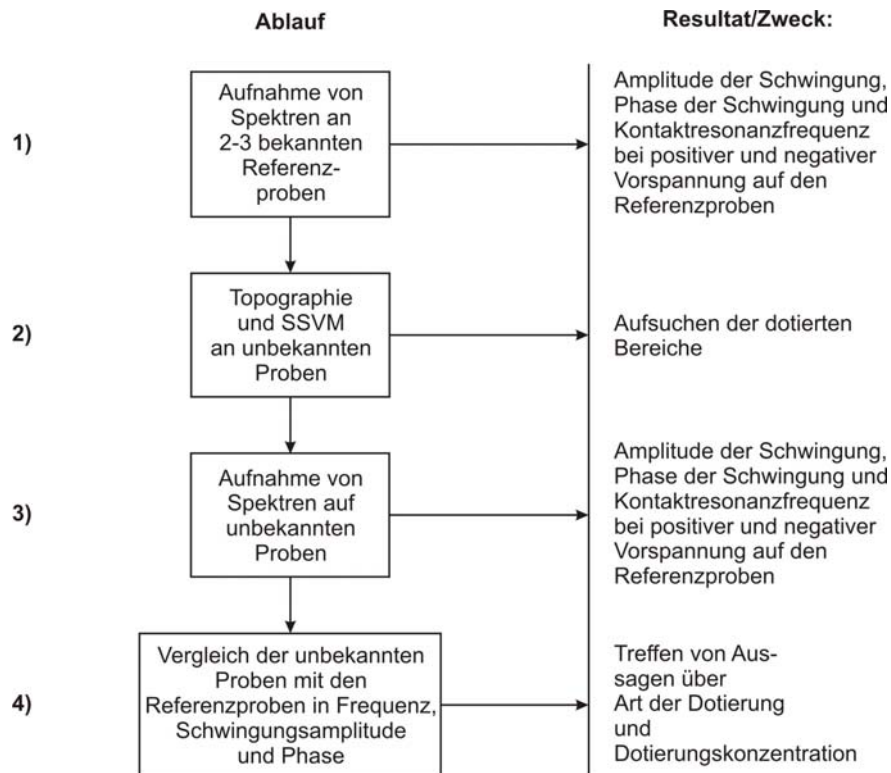
Ferner hängt die Schwingungsamplitude des Federbalkens von der Amplitude der angelegten Wechselspannung ab. In Abbildung 6-23 ist die Schwingungsamplitude der Blattfeder bei der Kontaktresonanz abgebildet, während die Gleichspannung konstant auf -0,6 V (Abbildung 6-23 a)) bzw. konstant auf +0,6 V (Abbildung 6-23 b)) gehalten wurde. Die Wechselspannungsamplitude wurde von 1 V auf 20 V erhöht und wieder auf 1 V erniedrigt.



**Abbildung 6-23:** Schwingungsamplitude bei der 1. Biegekontaktresonanz auf einem ionenimplantierten Bereich von Probe 2 in Abhängigkeit von der angelegten Wechselspannung. Die Wechselspannungsamplitude wird von 1 V auf 20 V erhöht und wieder auf 1 V erniedrigt. Die Frequenz bleibt während der Messung konstant. Die Gleichspannung beträgt bei a) -0,6 V und bei b) +0,6 V.

Abbildung 6-23 hat mit Abbildung 6-22 gemeinsam, dass die Schwingungsamplitude bei negativer Vorspannung stärker ansteigt als bei positiver Spannung. Dies spricht dafür, dass eine weitere Schottky-Barriere an der Anregung beteiligt ist.

Es stellt sich nun die Frage, in welcher Form das hier dargestellte Verfahren dazu verwendet werden kann, quantitative Aussagen über Dotierungskonzentrationen zu treffen. Die bisherigen Ergebnisse haben lediglich gezeigt, dass die Technik prinzipiell dazu in der Lage ist, Dotierungen zu detektieren. Im nächsten Schritt müsste das Verfahren quantifizierbar gemacht werden. Die quantitative Bestimmung von Dotierungskonzentrationen wurde im Rahmen dieser Dissertation nicht durchgeführt. Die notwendigen Schritte bis hin zu quantitativen Ergebnissen sind jedoch in Abbildung 6-24 aufgezeigt.



**Abbildung 6-24:** Flussdiagramm über die prinzipielle Vorgehensweise zur quantitativen Ermittlung von Dotierungsart und -konzentration auf Halbleitern.

Um quantitative Aussagen treffen zu können, ist es in einem ersten Schritt unumgänglich, Referenzproben mit bereits bekannten Dotierstoffkonzentrationen abzubilden. 4 Schritte sind bei der Untersuchung der unbekanntem Proben notwendig:

**Schritt 1:** Sowohl 2-3 p-dotierte, als auch 2-3 n-dotierte Materialien mit unterschiedlichen Dotierungskonzentrationen werden als Referenzproben benötigt. Zunächst muss die niedrigste Kontaktresonanzfrequenz auf den einzelnen Materialien bestimmt werden. Danach wird die Schwingungsamplitude in Abhängigkeit der angelegten Vorspannung aufgezeichnet, wobei die Wechselspannung konstant gehalten wird. Der durchfahrene Spannungsbereich liegt zwischen -25 und +25 V.

Zur Realisierung ist eine Software-Steuerung in Form eines Labview-Programmes notwendig, das die Frequenzen in einem Intervall um die Kontaktresonanzfrequenz für jede einzelne Vorspannung durchfährt und Amplitude und Phase der Schwingung detektiert und abspeichert. Nach jedem Spektrum wird die Gleichspannung automatisch erhöht. Danach wird automatisch ein Diagramm erzeugt, das die Schwingungsamplitude in Abhängigkeit der Vorspannung darstellt. Als Ergebnis erhält man Amplitude und Phase der Balkenschwingung, sowie die Kontaktresonanzfrequenz.

Aufschlussreich ist sicherlich auch eine vergleichbare Messung an undotiertem Silizium. Aus letzterer Messung können Aussagen über weitere Einflüsse auf die Schwingungsanregung gemacht werden, wie den Einfluss der elektrostatischen Kräfte zwischen Balken und Probe.

**Schritt 2:** Die unbekanntem Proben werden durch Topographie- und SSVM-Aufnahmen abgebildet. Die SSVM-Aufnahme ist notwendig, um die zu untersuchende Stelle

auf der Probe zu finden. Ist die Dotierungskonzentration gering, so lässt sich die dotierte Stelle nur anhand von SSVM auffinden.

**Schritt 3:** Die Messung aus Schritt 1 wird an den unbekannt Proben wiederholt. Hierzu ist es erforderlich, dass die Geräteeinstellungen, wie Auflagekraft, Anregungsamplitude und Verstärkung, gleich sind zu den Messungen aus Schritt 1. Als Resultat erhält man wiederum die Kontaktresonanzfrequenz und Amplitude und Phase der Schwingung.

**Schritt 4:** Die Messungen aus Schritt 3 werden mit denen aus Schritt 1 verglichen. Anhand von Phase und Amplitude der Schwingung, bzw. auch anhand der Abhängigkeit der Schwingungsamplitude von der Vorspannung sollte es möglich sein, Aussagen über die Art der Dotierung und Dotierungskonzentrationen treffen zu können. Außerdem ist die Verschiebung der Kontaktresonanzfrequenz ein Anhaltspunkt zur Charakterisierung der Dotierung.

Eine Änderung der Amplitude und Phase der Balkenschwingung kann entweder direkt durch unterschiedlich geartete Schwingungsanregung in den verschiedenen dotierten Bereichen verursacht werden oder indirekt dadurch, dass die Kontaktresonanzfrequenz auf den unterschiedlich dotierten Gebieten der Probe verschieden sein kann. Andererseits kann die Änderung der Kontaktresonanzfrequenz selbst ebenfalls zum Nachweis der dotierten Bereiche benutzt werden.

Schritt 1 muss für jede einzelne Blattfeder separat durchgeführt werden. Schritt 3 kann für mehrere unbekannte Proben ausgeführt werden. Während der Messung kann es vorkommen, dass sich die Spitzenform verändert. Dies hat Einfluss auf die Messergebnisse. Daher ist es am sinnvollsten, Referenzmessungen vor und nach dem Abbilden der unbekannt Probe durchzuführen.

Des Weiteren ist eine Untersuchung der Proben unter Einbeziehung einer Rückkoppelschleife denkbar. Während der Dotierstoffdichtemessung wird durch die üblicherweise in kommerziellen Kraftmikroskopen vorhandene Rückkoppелеlektronik die Topographie der Oberfläche erfasst und die statische Auflagekraft der Blattfeder konstant gehalten. Alternativ kann auch in einem ersten Durchgang nur die Topographie der Oberfläche gemessen werden und danach in einem zweiten Durchgang unter Verwendung der nun bekannten Höheninformation die Dotierstoffdichte.

Das hier vorgestellte neue Verfahren SSVM unterscheidet sich von den bekannten Verfahren darin, dass es Kontaktresonanzen nutzt. Außerdem wird die Schwingung des Federbalkens gemessen, so dass keine weiteren Messkreise, wie zum Beispiel ein Kapazitätsmesskreis notwendig sind.

Ein Vorteil der hier beschriebenen Methode ist ihr geringer zusätzlicher Messaufwand. Die Messungen können mit einem handelsüblichen AFM durchgeführt werden. Weiterhin sind wesentlich geringere Kontaktkräfte unter  $1 \mu\text{N}$  notwendig im Gegensatz zur Scanning Spreading Resistance Microscopy, bei der diese Kräfte ca.  $10 \mu\text{N}$  betragen. Der Einsatz von geringeren Kontaktkräften führt zu einem geringeren Spitzenverschleiß und zur Schonung der Probe.

Aus den geringeren Kontaktkräften ergibt sich außerdem ein geringerer Kontaktradius. Der Kontaktradius bestimmt die laterale Ortsauflösung des Verfahrens. Das hier vorgestellte

Verfahren zur Bestimmung der Dotierstoffdichte hat daher eine höhere lokale Auflösung als beispielsweise die Technik SSRM.

Neben den dotierten Bereichen selbst kann weiterhin die Randschicht der implantierten Bereiche, die auf laterale Streuung beim Dotierprozess zurückzuführen ist, mit dieser Methode detektiert werden. Der Kontrast in der Schwingungsamplitude zwischen implantierten und nicht veränderten Bereichen endet nicht mit dem Rand des implantierten Bereiches, sondern geht darüber hinaus. Diese laterale Einflusszone, die auf die Streuung zurückgeführt wird, die die Ionen im Kristall erfahren, kann einige wenige 100 nm breit sein (Abbildung 6-18). Die größte Ausbreitung der lateralen Streuung liegt unterhalb der Oberfläche.<sup>120</sup>

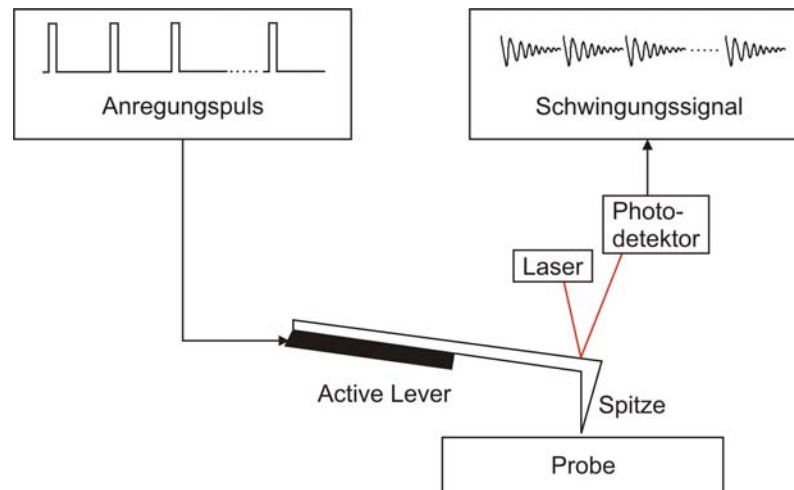
In einem nächsten Schritt muss das Verfahren in Bezug auf Quantifizierbarkeit der Ergebnisse und insbesondere Reproduzierbarkeit geprüft werden. Der oben beschriebene Ablauf zur Quantifizierung muss an unterschiedlichen unbekanntem Proben getestet werden. Würde sich dabei herausstellen, dass dieses Verfahren nicht für die Quantifizierung von Dotierungskonzentrationen geeignet ist, so würden trotz der oben genannten Vorteile von SSVM, die bisher üblichen Verfahren wie SCM und SSRM eher zur praktischen Anwendung kommen.

## 7 Bestimmung elastischer Eigenschaften unter Ausnutzung des Abklingverhaltens einer erzwungenen Schwingung

Während eines Aufenthaltes bei dem Unternehmen Veeco Instruments, Inc., Santa Barbara, CA, USA wurde im Rahmen dieser Arbeit ein weiteres rasterkraftmikroskopisches Verfahren zur Untersuchung elastischer Eigenschaften angewendet und weiterentwickelt. Diese Technik funktioniert ähnlich wie das AFAM-Verfahren und nutzt das Abklingverhalten einer erzwungenen Schwingung aus. Die Technik wird in diesem Kapitel vorgestellt und außerdem mit AFAM verglichen.

Der Federbalken wird im Gegensatz zur AFAM-Technik nicht mit Hilfe eines Dauerstrichsignals angeregt, sondern durch eine pulsförmige Anregung. Die Anregungsamplitude (Pulshöhe) liegt zwischen 10 mV und 500 mV. Der Puls hat in Abhängigkeit von der anzuregenden Frequenz eine Breite von ca. 20  $\mu$ s und eine Wiederholungsfrequenz von 1 kHz. Zwischen den Pulsen schwingt der Federbalken aus, so dass das Abklingverhalten der Schwingung untersucht werden kann und man deren Frequenz und Güte erhält. Zu erwähnen ist, dass bei den ersten Entwicklungen zur AFAM-Technik Mitte der neunziger Jahre ebenfalls mit pulsförmiger Anregung gearbeitet wurde.<sup>19</sup>

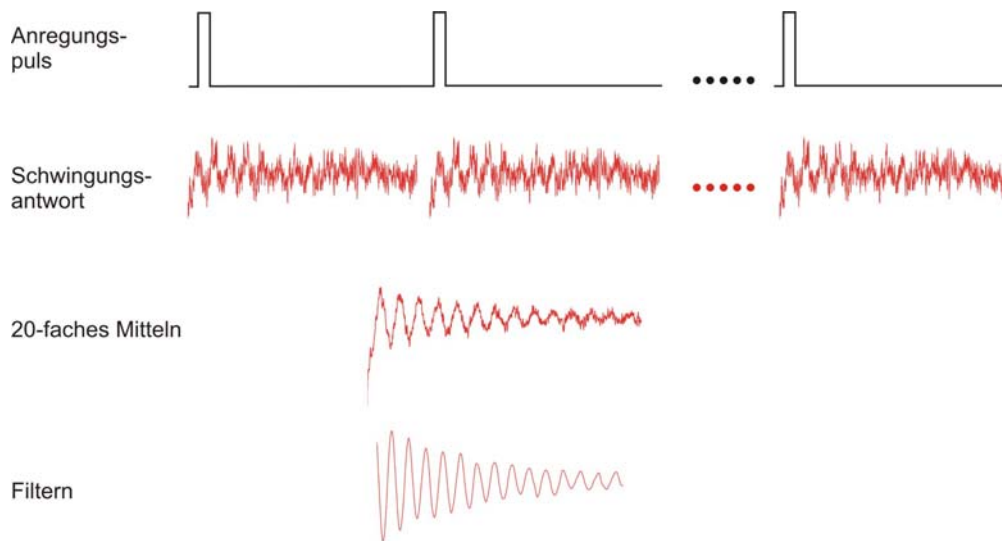
In Abbildung 7-1 ist der Messaufbau dargestellt. Der Piezoaktuator des Federbalkens wird mit dem Puls angeregt. Die Schwingungsantwort der Blattfeder wird mit dem im AFM vorhandenen optischen Positionsdetektor gemessen und ausgewertet. In Abbildung 7-1 ist die Spitze in Kontakt abgebildet. Anregung der freien Resonanzen ist natürlich ebenfalls möglich.



**Abbildung 7-1:** Aufbau der Schwingungsanregung mittels Puls. Der Active Lever wird durch einen Puls zu Schwingungen angeregt. Die Schwingungsantwort der Blattfeder wird mit der Photodiode detektiert, digitalisiert und dargestellt.

Abbildung 7-2 zeigt schematisch die Anregung durch den Puls mit der entsprechenden Schwingungsantwort des Active Levers. Um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern, wird über 50 Ausschwingzyklen gemittelt. Bei einer Wiederholrate von 1000 Pulsen pro Sekunde liegt somit alle 50 ms ein Messergebnis vor. Nach dem Mitteln der Messungen wird ein Tiefpassfilter verwendet, der alle Frequenzen oberhalb von 150 kHz herausfiltert. Dies hat zur Folge, dass auch keine höheren Moden der Blattfeder betrachtet werden können. Bei dem hier vorgestellten Verfahren interessiert jedoch lediglich der niedrigste Mode. Die

Resonanzfrequenz und Güte der Schwingung werden aus dem Abklingverhalten der gedämpften Schwingung bestimmt.



**Abbildung 7-2:** Anregungspuls und Schwingungsantwort der Blattfeder. Die Schwingungsantwort wird erst gemittelt (je nach Messung 20- bis 80-faches Mitteln) und danach gefiltert. Aus der gefilterten Abklingkurve der Blattfederschwingung werden die Resonanzfrequenz und die Güte bestimmt.

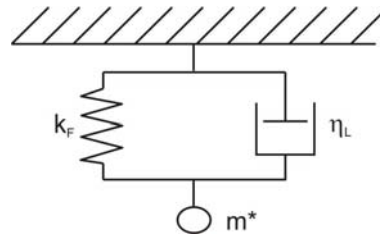
Im Folgenden soll kurz auf die Auswertung des Schwingungssignals eingegangen werden, die notwendig ist, um die niedrigste Resonanzfrequenz der Blattfeder und die Dämpfung der Schwingung zu ermitteln. Hierzu wird die Schwingung mit Hilfe eines gedämpften, harmonischen Oszillators modelliert. Abbildung 7-3 zeigt das vereinfachte Modell des Punkt-Masse-Oszillators, der an Stelle des Balkens eine Feder  $k_F$  und ein Dämpfungsglied  $\eta_L$  verwendet. Anstelle einer kontinuierlichen Massenverteilung über den gesamten Balken wird eine effektive Masse  $m^*$  für den Balken verwendet. Die Masse wird so gewählt, dass die Resonanzfrequenz  $\omega_0$  des Systems

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k_F}{m^*}} \tag{Gl. 7-1}$$

mit der niedrigsten freien Resonanzfrequenz des Federbalkens übereinstimmt. Die effektive Masse  $m^*$  beträgt etwa 1/4 der tatsächlichen Masse.<sup>19</sup> Der Punkt-Masse-Oszillator kann hier vereinfachend angewendet werden, da nur die niedrigste Resonanzfrequenz betrachtet wird. Da keine verteilte Masse vorliegt, können auch keine höheren Moden auftreten.<sup>19</sup> Die Differentialgleichung einer freien gedämpften Schwingung lautet für einen Punkt-Masse-Oszillator<sup>142,143</sup>

$$m^* \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + m^* \eta_L \frac{\partial z}{\partial t} + k_F z = 0 \ , \tag{Gl. 7-2}$$

wobei  $z$  die Auslenkung,  $m^*$  die effektive Masse,  $\eta_L$  die Dämpfungskonstante der Blattfeder durch Reibung in der umgebenden Luft und  $k_F$  die Federkonstante des Schwingers ist.



**Abbildung 7-3:** Punkt-Masse-Modell eines Federbalkens ohne Kontakt mit der Probenoberfläche. Die Federkonstante  $k_F$  und die Dämpfungskonstante  $\eta_L$  der Blattfeder stellen den Federbalken dar. Für den gesamten Balken wird eine effektive Punkt-Masse  $m^*$  verwendet.

Abbildung 7-4 zeigt eine freie gedämpfte Schwingung mit der Schwingungsamplitude  $z$  und dem zeitlichen Abstand  $\Delta t_N$  zwischen zwei Nulldurchgängen der Schwingung. Das Verhältnis der Schwingungsamplituden zweier aufeinander folgender Maxima  $z_k$  und  $z_{k+1}$  ist eine Konstante und beträgt<sup>142,143</sup>

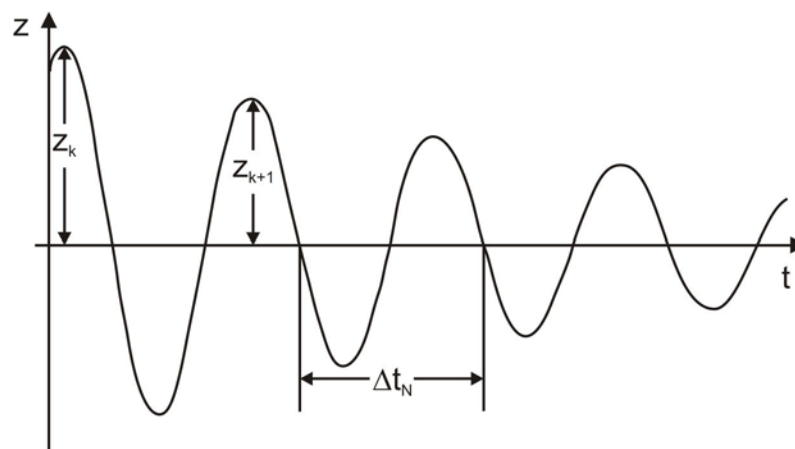
$$\frac{z_k}{z_{k+1}} = e^{D_D \Delta \tau} \quad , \quad \text{Gl. 7-3}$$

wobei  $D_D$  ein Maß für die Dämpfung und  $\Delta \tau = \omega_0 \Delta t_N$  eine dimensionslose normierte Zeit mit der Kreisfrequenz  $\omega_0 = 2\pi f$  ist. Der Logarithmus des Verhältnisses  $z_k/z_{k+1}$  wird logarithmisches Dekrement  $\Lambda$  genannt:

$$\Lambda = \ln\left(\frac{z_k}{z_{k+1}}\right) = \frac{2\pi D_D}{\sqrt{1 - D_D^2}} \quad , \quad \text{bzw.} \quad D_D = \frac{\Lambda}{\sqrt{4\pi^2 + \Lambda^2}} \quad . \quad \text{Gl. 7-4}$$

Gleichsinnig durchlaufene Nullstellen liegen im Abstand

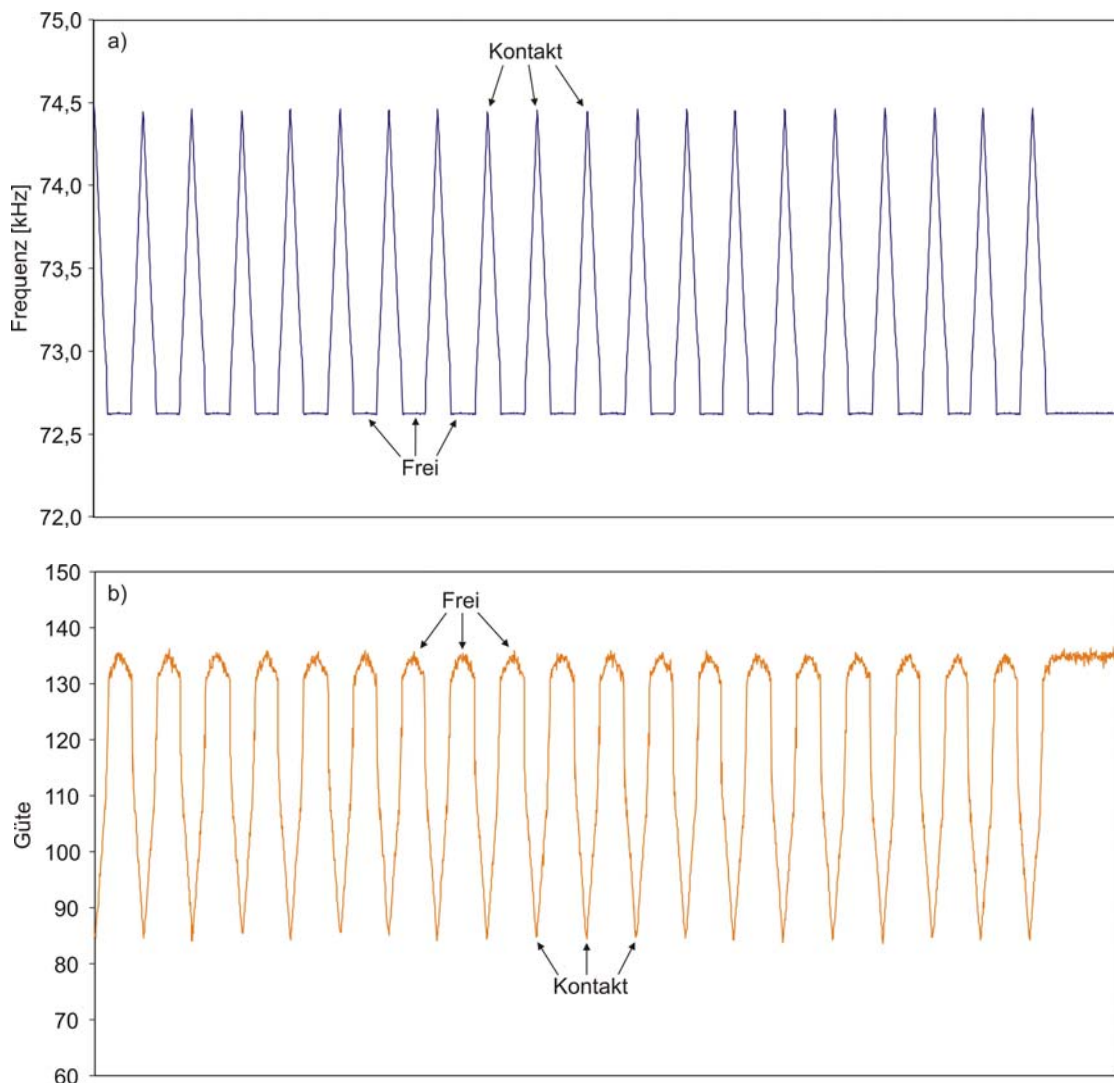
$$\Delta \tau = \omega_0 \Delta t_N = \frac{2\pi}{\sqrt{1 - D_D^2}} \quad . \quad \text{Gl. 7-5}$$



**Abbildung 7-4:** Schwingungsamplitude  $z$  aufgetragen über die Zeit  $t$  einer freien gedämpften Schwingung.  $\Delta t_N$  ist der Abstand zwischen zwei Nulldurchgängen der Schwingung.



Der Messablauf ist wie folgt: Es werden kontinuierlich Kraft-Abstands-Kurven durchfahren. Währenddessen wird ebenfalls kontinuierlich die Frequenz und die Güte der Schwingung bestimmt. Die Auswertung dieser Daten erfolgt auf einem separaten Rechner. Die Messung der Kraft-Abstands-Kurve erfolgt sehr langsam ( $f = 0,1$  Hz), um möglichst viele Messdaten zur Frequenz und zur Güte der Blattfederschwingung zu erhalten. Abbildung 7-5 a) zeigt die Frequenzverschiebung und Abbildung 7-5 b) die Verschiebung der Güte beim Durchlaufen von 19 Kraft-Abstands-Kurven. Die Spitze ist zunächst in Kontakt mit der Probe (hohe Frequenz, niedrige Güte), verringert dann kontinuierlich die Auflagekraft (sinkende Frequenz, steigende Güte) bis sie den Kontakt verliert und frei ist (niedrige Frequenz, hohe Güte). Danach nähert sich die Spitze erneut der Probenoberfläche bis zum Kontakt und erhöht die Auflagekraft kontinuierlich (steigende Frequenz, sinkende Güte) bis zur maximalen Kraft (hohe Frequenz, niedrige Güte). Dieser Zyklus wiederholt sich mehrmals, in der Messung aus Abbildung 7-5 19 Mal. Interessant ist, dass parallel zu Frequenz und Güte die Daten der Kraft-Abstands-Kurve erfasst werden. Beide Daten können exakt zugeordnet und verglichen werden.



**Abbildung 7-5:** Verschiebung der a) Frequenz und b) Güte der Federbalkenschwingung aufgetragen gegen die Zeit. Es wurden kontinuierlich Kraft-Abstands-Kurven aufgenommen und gleichzeitig die Resonanzfrequenz und die Güte der Schwingung mit oben genanntem Verfahren detektiert. Die Spitze ist zunächst in Kontakt (höchste Frequenz, niedrigste Güte), verringert kontinuierlich ihre Auflagekraft (Frequenz sinkt, Güte steigt), die Spitze ist dann ohne Kontakt, was der freien Schwingung der Blattfeder entspricht (niedrigste Frequenz, höchste Güte), geht in Kontakt und erhöht kontinuierlich die Auflagekraft (steigende Frequenz, sinkende Güte). Dieser Zyklus wiederholt sich 19 Mal.

Es wurden hauptsächlich Proben mit niedrigem Elastizitätsmodul zwischen 1 MPa und wenigen GPa untersucht. Tabelle 7-1 listet die Proben auf, die untersucht wurden und gibt deren E-Moduli an. Bei den Polymeren 1 bis 6 handelt es sich um Polymere, die von Dow Chemical, Midland, Michigan, USA hergestellt und im Rahmen eines Projektes mit Veeco untersucht wurden. Diese Materialien wurden gewählt, um ein breites Spektrum an Proben mit geringem E-Modul abzudecken. Das Potential des Verfahrens wurde außerdem an Graphit und Silizium getestet, deren E-Moduli wesentlich größer sind als die der Polymere 1 bis 6.

Probe	Polymer 1	Polymer 2	Polymer 3	Polymer 4	Polymer 5	Polymer 6	Graphit	Si (100)
E-Modul [GPa]	0,009	0,021	0,027	0,073	0,185	2,4	10	130

**Tabelle 7-1:** Elastizitätsmoduli der Materialien, die mit dem oben beschriebenen Verfahren abgebildet wurden.

Die Reproduzierbarkeit der Messung wurde auf den in Tabelle 7-1 genannten Proben untersucht. Die Nanoscope-Software Version 6 des AFM Dimension 3100 beinhaltet das „Point-and-Shoot“ Tool. Mit diesem Tool können Kraft-Abstands-Kurven zum einen mehrmals an einer Stelle auf der Probe und zum anderen an unterschiedlichen, vorher definierten Stellen automatisiert gemessen werden. Die Messung aus Abbildung 7-5 wurde mit diesem Tool durchgeführt. Die 19 Messungen stammen von unterschiedlichen Stellen auf der Probe. Die Reproduzierbarkeit dieser Daten, wie auch aller anderen Messungen, ist sowohl bei wiederholtem Messen an nur einer Stelle als auch bei Messungen an unterschiedlichen Stellen auf der Probe, sehr hoch. Geringe Schwankungen in den maximal erzielten Frequenzen sind auf Schwankungen in der maximal angewendeten Auflagekraft zurückzuführen.

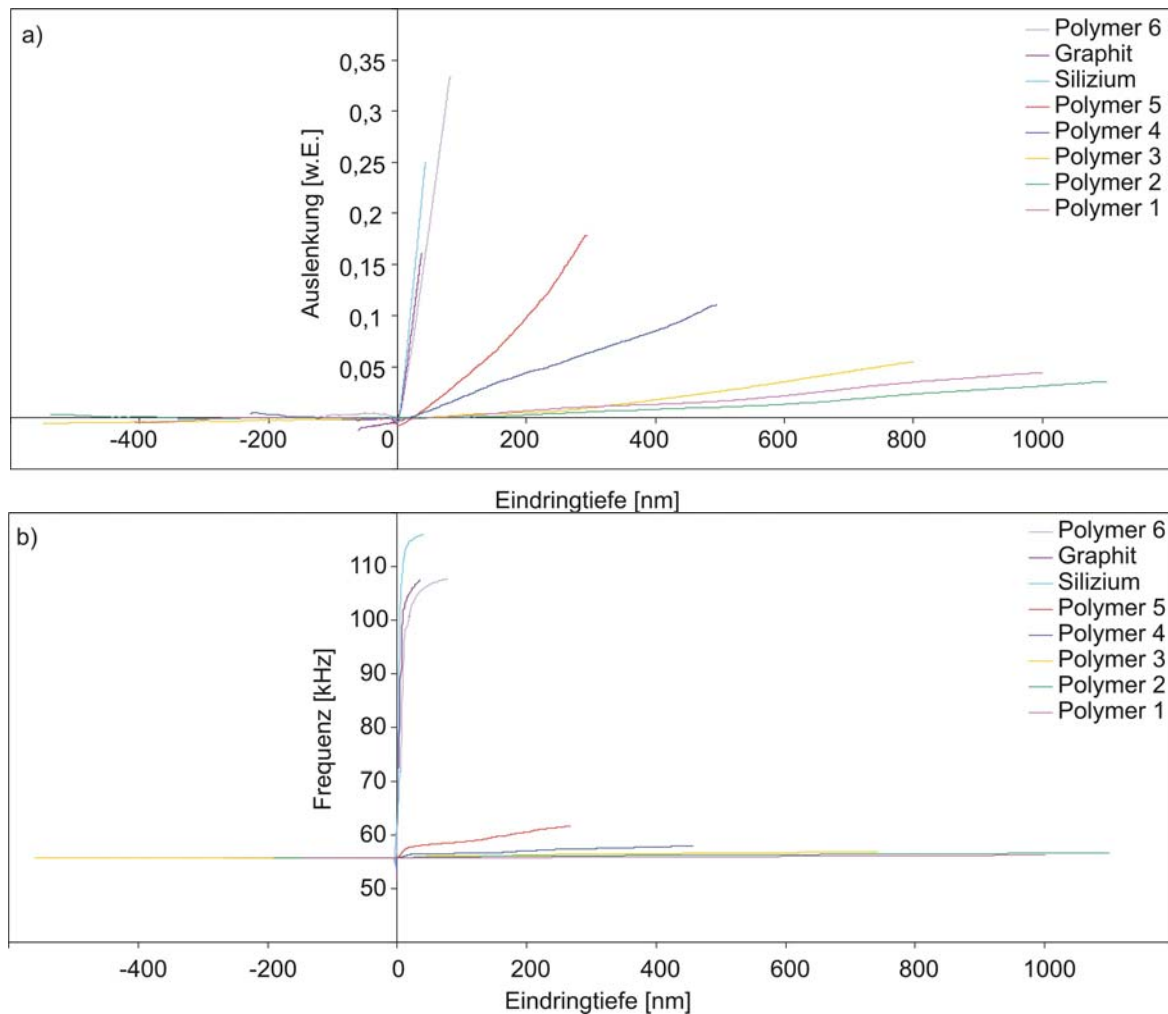
Abbildung 7-6 a) zeigt Kraft-Abstands-Kurven auf den Proben aus Tabelle 7-1. Aufgetragen ist die statische Auslenkung der Blattfeder in willkürlichen Einheiten in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Spitze. Eigentlich handelt es sich nicht um die Auslenkung  $z(L)$  des Federbalkens, sondern um die Ausgangsspannung der Photodiode, die proportional der Neigung  $dz(L)/dx$  der Blattfeder ist. Unter der Annahme, dass eine Kraft am Ende der Blattfeder zu deren statischer Verbiegung führt, so lautet der Zusammenhang zwischen der Neigung der Blattfeder und deren statischer Auslenkung<sup>19</sup>

$$\frac{dz}{dx}(L) = z(L) \frac{3}{2L} . \quad \text{Gl. 7-6}$$

Ziel ist es, die Auslenkungen relativ zu vergleichen, absolute Werte sind nicht von Interesse. Daher genügt es, die Auslenkung in willkürlichen Einheiten anzugeben. Die Auflagekraft  $F_A$  kann aus der Auslenkung der Blattfeder und deren Federkonstanten  $k_F$  mit  $F_A = k_F z(L)$  berechnet werden. Obwohl in Abbildung 7-6 a) keine Kräfte dargestellt sind, wird daher im Folgenden trotzdem von Kraft-Abstands-Kurven gesprochen. Des Weiteren bedeutet eine negative Eindringtiefe, dass die Spitze nicht in Kontakt mit der Probe ist. In den folgenden Abbildungen ist nicht die ganze Kraft-Abstands-Kurve dargestellt, sondern nur der Teil der Kurve, der beim Zurückziehen der Blattfeder aus dem Kontakt entsteht. Der Teil der Kurve, der beim In-Kontakt-Fahren der Spitze entsteht, ist aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht abgebildet.

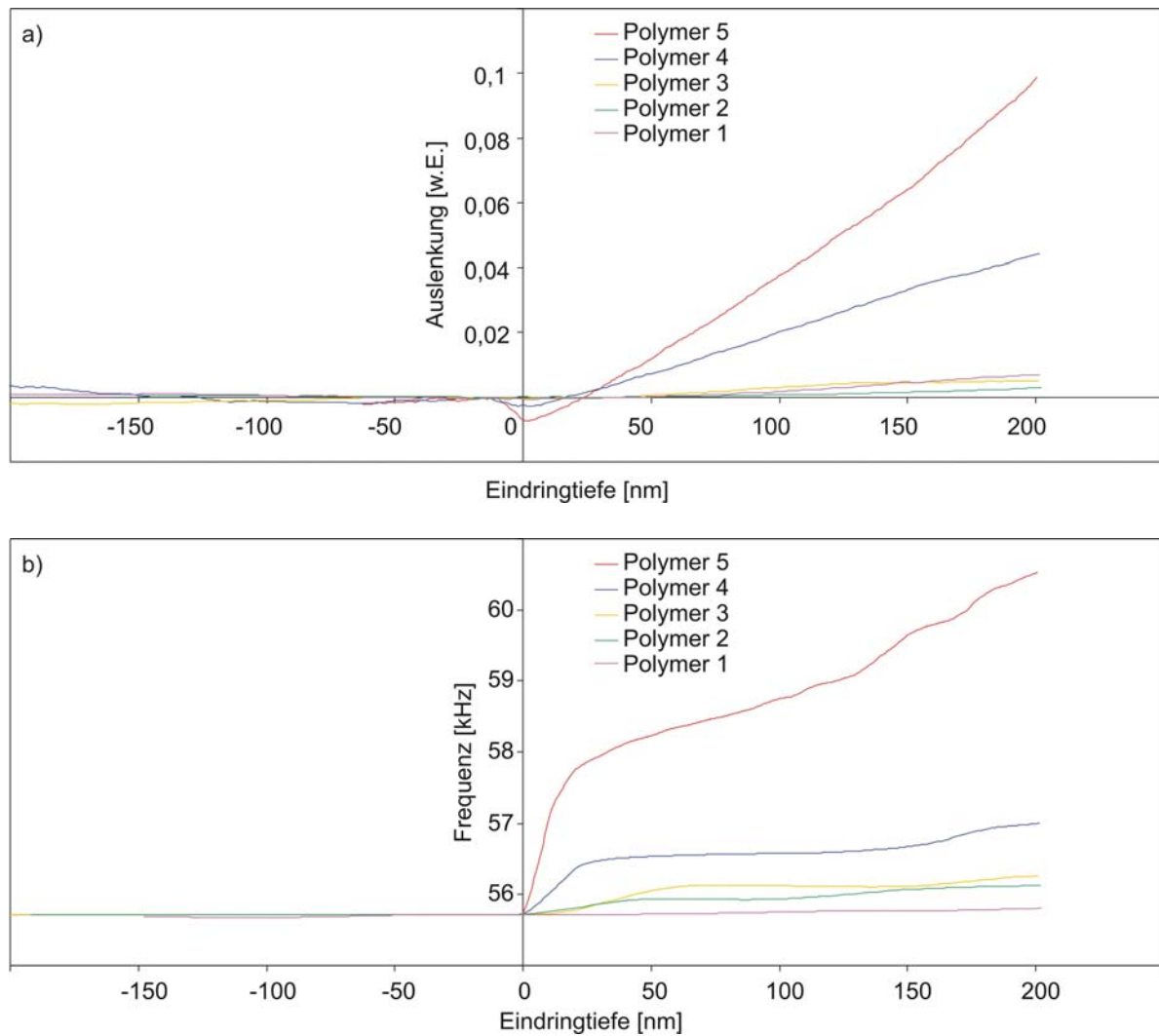
In Abbildung 7-6 a) sind deutlich Unterschiede in den Steigungen der Kraft-Abstand-Kurven zwischen den unterschiedlichen Proben zu erkennen. Die Steigung ist ein Maß für die Kontaktsteifigkeit (s. Gl. 3-12). Auffällig ist, dass das Polymer 1 steifer erscheint als das Polymer 2. Laut Tabelle 7-1 sollte es umgekehrt sein. Des Weiteren ist das Aufnehmen von Kraft-Abstands-Kurven auf diesen sehr weichen Proben schwierig, da der Kontakt gerade auch bei geringen Auflagekräften sehr instabil ist, und die Spitze somit leicht aus dem Kontakt gleitet. Um einen stabilen Kontakt aufzubauen, wurde die maximale Eindringtiefe der Spitze in die Probe, wie in Abbildung 7-6 dargestellt, bei den weicheren Proben vergrößert. Fragwürdig ist jedoch, ob dann noch das Hertzsche Kontaktmodell angewendet werden darf (vgl. Kapitel 3.4).

Abbildung 7-6 b) zeigt die Resonanzfrequenzverschiebung, die den Punkten auf der Kraft-Abstands-Kurve entspricht. Die Frequenzverschiebung wurde parallel zur Kraft-Abstands-Kurve aufgenommen. Die Proben Polymer 6, Graphit und Silizium lassen sich unterscheiden. Ebenso heben sich die steiferen Polymere 4 und 5 bei dieser y-Skala von den restlichen Materialien ab. Man kann auch erkennen, dass aus den Frequenzdaten hervorgeht, dass Polymer 2 steifer ist als Polymer 1, was nach Tabelle 7-1 zu erwarten ist. Das unterschiedliche Ergebnis von Kraft-Abstands-Kurve und Frequenzverschiebung auf den Polymeren 1 und 2 ist erstaunlich, da die physikalische Ursache, die zur Steigungsänderung führt, die gleiche ist wie die, die zur Frequenzverschiebung führt. Die Ursachen für diese Abweichung wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht näher untersucht. Jedoch könnte man sich vorstellen, dass sich besonders weiche Proben bei dynamischer Belastung anders verhalten, als bei statischer.



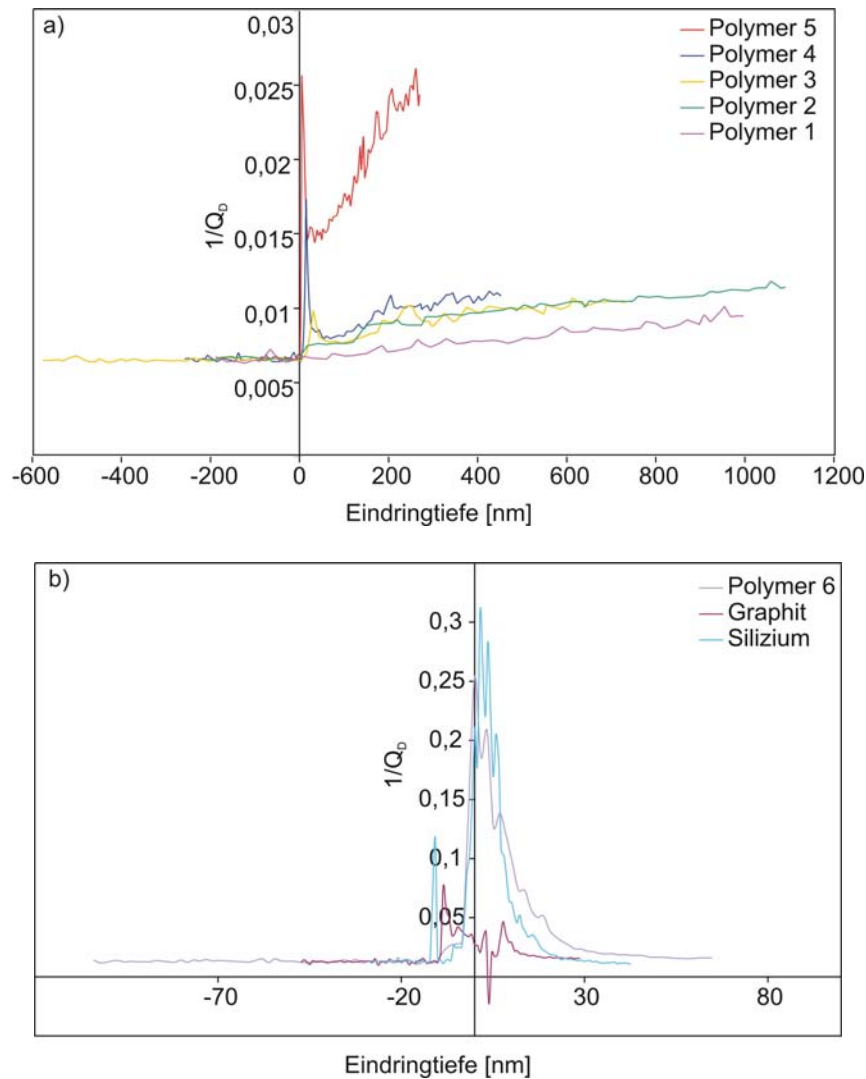
**Abbildung 7-6:** a) Kraft-Abstands-Kurven und dazugehörige b) Verschiebung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Eindringtiefe auf den Proben aus Tabelle 7-1. Unterschiede sowohl in der Steigung der Kraft-Abstands-Kurve als auch in der Frequenzverschiebung sind ein Maß für die jeweilige Kontaktsteifigkeit auf den Proben.

Für eine genauere Diskussion der Polymerproben wird die Skala der Ordinate geändert (Abbildung 7-7). Bei näherer Betrachtung der Kraft-Abstands-Kurven ist zu erkennen, dass allein aus diesen Kurven für die weicheren Polymere 1, 2 und 3 keine korrekten Aussagen über die Steifigkeiten getroffen werden können. Polymer 1 ist nach Abbildung 7-7 a) steifer als Polymer 2. Laut Tabelle 7-1 sollte es umgekehrt sein. In Abbildung 7-7 b) sind die zu a) gehörigen Frequenzverschiebungen auf den Polymer-Proben dargestellt. Aus den Messwerten für die Kontaktresonanzfrequenzen könnten mit Hilfe des Punkt-Masse-Modells für den Kontakt<sup>19</sup> Aussagen über die Steifigkeiten getroffen werden. Am Ende dieses Kapitels wird eine Methode zur Bestimmung der Kontaktsteifigkeit aus der Resonanzfrequenz erläutert. Die Messung zeigt, wie auch zu erwarten ist, dass die Frequenzverschiebung größer wird, je steifer die Probe ist. Ein weiterer wichtiger Punkt ist, dass man in der Frequenzverschiebung deutlich den Moment sieht, in dem die Spitze in Kontakt geht. In der Kraft-Abstands-Kurve ist dies, außer bei den Polymeren 4 und 5 nicht ohne weiteres ersichtlich.



**Abbildung 7-7:** a) Kraft-Abstands-Kurven und dazugehörige b) Verschiebung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Eindringtiefe auf den Proben aus Tabelle 7-1. Die maximale Eindringtiefe beträgt 200 nm.

Neben der Frequenzverschiebung wurde außerdem die Änderung der Güte  $Q_D$  der Schwingung gemessen. Abbildung 7-8 zeigt die Dämpfung  $1/Q_D$  in Abhängigkeit von der Eindringtiefe an den Materialien a) Polymere 1 bis 5 und b) Polymer 6, Graphit und Silizium. Da die Skala der Ordinate stark unterschiedlich ist, können nicht alle Proben in einem Diagramm dargestellt werden.



**Abbildung 7-8:** Dämpfung  $1/Q_D$  der Schwingung in Abhängigkeit der Eindringtiefe auf a) den Polymeren 1 bis 5 und b) Polymer 6, Graphit und Silizium.

Auffällig ist, dass in dem Augenblick des Kontakts bei den Proben in Abbildung 7-8 b) eine starke Dämpfung auftritt. Dies ist auf eine Instabilität zu dem Zeitpunkt der Kontaktaufnahme zurückzuführen, wenn die Spitze in Kontakt geht und noch im adhäsiven Bereich ist, so dass sie nur vom Wasserminiskus angezogen wird. Ist der Kontakt hergestellt, nimmt die Dämpfung deutlich geringere Werte an. Jedoch wird die Dämpfung, je weicher das Material ist, geringer (s. Abbildung 7-8 a)). Bei den steiferen Proben, wie Polymer 6, Graphit und Silizium, nimmt die Dämpfung mit größer werdender Auflagekraft ab. Es ist anzunehmen, dass bei diesen steifen Proben die innere Reibung vernachlässigbar ist. Die Dämpfung ist vermutlich nur durch den Wasserminiskus bestimmt. Mit steigender Auflagekraft wird die Kontaktfläche größer und der Einfluss des Wasserminiskus wird kleiner.

Bei den Polymeren ist dieser Anstieg der Dämpfung zum Zeitpunkt des Kontaktbeginns nur bei den Polymeren 4, 5 und noch in geringem Maße bei Polymer 3 zu erkennen (s. Abbildung 7-8 a)). Dieser Sachverhalt könnte folgendermaßen erklärt werden. Nähert sich die Spitze der Probenoberfläche, so wirken ab einem gewissen Abstand Adhäsionskräfte auf die Spitze und ziehen diese an die Oberfläche. Dies ist der Moment der Instabilität der Spitze. Durch die Adhäsionskräfte wird die Dämpfung größer. Bei weicheren Proben wird nicht die Spitze zu der Probe angezogen, sondern die Probenoberfläche zur Spitze. Die Polymere 1 und 2 haben einen E-Modul, der in der Größenordnung von wenigen MPa liegt. Nähert sich die Spitze der

Probe, so wird, sobald Adhäsionskräfte wirken, die Probenoberfläche zur Spitze herangezogen. Für die Spitze ist der Übergang von frei zu Kontakt somit nicht sprungartig, sondern geht langsam ineinander über, wodurch der instabile Punkt zum Zeitpunkt des Kontaktbeginns für die Spitze verschwindet.

Interessant ist außerdem, dass die Dämpfung, nachdem der Kontakt aufgebaut ist, bei den Polymeren mit steigender Auflagekraft zunimmt. Eine mögliche Erklärung wäre, dass bei den weichen Proben mit steigender Auflagekraft Relaxationsvorgänge in der molekularen Struktur im Kontaktvolumen stattfinden, die zu einer Erhöhung der Dämpfung führen.

Der nächste Schritt hin zur quantitativen Bestimmung eines E-Moduls wäre die Berechnung der Kontaktsteifigkeit aus der Frequenzverschiebung. Bei den Rechteckbalken wird die Kontaktsteifigkeit aus der Verschiebung der freien Resonanzen der Blattfedern zu ihren Kontaktresonanzfrequenzen berechnet.<sup>16</sup> Dabei werden auch höhere Moden der Blattfeder berücksichtigt.<sup>19</sup> Allerdings wird dies sehr komplex, sobald man reale Sensorgeometrien (s. Abbildung 3-1), deren elastische Aufhängung am Chip, verschiedene Kontaktgeometrien zwischen Spitze und Oberfläche und Kontaktkräfte berücksichtigt. Da die Geometrie des Active Lever komplexer ist als die der Rechteckbalken, wäre es sinnvoll, Finite-Elemente-Simulationen durchzuführen, wie es auch bereits von anderen Arbeitsgruppen angewendet wurde.<sup>144,145</sup> Mit einer Finite-Elemente Software (FE Software) kann eine numerische Berechnung der Balkenmoden durchgeführt werden.

Es gibt andere Arbeitsgruppen, die ebenfalls FE-Simulationen zur Bestimmung der Kontaktsteifigkeiten verwenden. Espinoza Beltran et al. berichten beispielsweise von einem FE-Modell, das das analytische Modell bei der Auswertung der AFAM-Experimente ersetzt.<sup>144</sup> Die ersten drei Biegemoden werden benutzt, um das geometrische Modell für die FE-Simulation anzupassen. Das FE-Modell beinhaltet nicht nur die Blattfeder, sondern auch Teile des Chips, so dass die Einspannung der Blattfeder der tatsächlich vorhandenen näher kommt. Die Spitzenposition wird anhand einer bekannten Referenzprobe bestimmt und in das FE-Modell übernommen. Die Kontaktkräfte werden durch drei Federn modelliert, wobei eine in vertikaler und zwei in lateraler Richtung wirken. Um dann tatsächlich auch Indentationsmoduli der Probe zu bestimmen, wird der tatsächliche Kontaktradius experimentell ermittelt und in das Hertz'sche Modell eingesetzt.

Drobek et al. modellieren ebenfalls Kontaktresonanzen, indem sie den Kontakt mit drei linearen Federn darstellen, die mit der Spitze verbunden sind.<sup>145</sup> Um unrealistische Verformung der Spitze im Modell zu vermeiden, besteht jede Feder aus 65 getrennten parallel geschalteten Federn, die mit den Knoten der Spitze verbunden sind.

Diese weiterführenden Schritte wurden im Rahmen der Arbeiten bei Veeco nicht durchgeführt. Vielmehr standen die Untersuchung der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse und die Prüfung der Eignung dieser Messtechnik für unterschiedliche Materialien im Vordergrund.

Zusammenfassend hat die bei Veeco verwendete Methode folgende Vorteile gegenüber der am IZFP angewandten Technik:

- Die Messdauer beträgt ca. 50 ms pro Messwert. Bei der im IZFP angewandten Technik wird das Durchfahren des Frequenzbereiches (Sweepdauer) mit 0,5 Hz durchgeführt. Pro Spektrum werden 500 Punkte aufgezeichnet. Es dauert somit 2 s um eine Resonanzfrequenz zu ermitteln. Die Schnelligkeit, mit der der Frequenzbereich durchfahren wird, wird durch die Integrationszeit des Lock-In-Verstärkers begrenzt.

---

Typische Integrationszeiten des Lock-In betragen 30 bis 300  $\mu\text{s}$ . Die Sweep-Dauer darf nicht kürzer sein als die Integrationszeit des Lock-In multipliziert mit der Zahl der Datenpunkte pro Frequenzintervall. Die Messung, die bei Veeco durchgeführt wird, ist daher wesentlich schneller als die Technik, die im IZFP angewendet wird.

- Mit dem Active Lever steht eine Anregungsmethode zur Verfügung, bei der nur sehr geringe Anregungsamplituden notwendig sind, um ausreichende Schwingungsamplituden für eine quantitative Messung zu erhalten.
- Es können sowohl Kontaktresonanzen als auch freien Moden angeregt werden.
- Da die Kraft-Abstands-Kurve kontinuierlich durchfahren wird, ist die Kontrolle der Auflagekraft gewährleistet.

Des Weiteren gibt es jedoch auch Nachteile:

- Der Active Lever hat eine geringe Federkonstante, so dass er hauptsächlich für die Untersuchung von weichen Proben, wie Polymeren, geeignet ist. Bei steiferen Materialien verschieben sich die Moden im Kontakt nicht mehr ausreichend, um quantitative Aussagen aufgrund der Frequenzverschiebung treffen zu können. Denkbar wäre eine Modifikation des Active Levers, so dass seine Federkonstante größer ist und auch steifere Materialien untersucht werden können.
- Der Active Lever besitzt eine kompliziertere geometrische Form als die am IZFP verwendeten Federbalken. Somit ist es erforderlich, FE-Simulationen zu machen, um quantitative Aussagen über elastische Eigenschaften von Proben treffen zu können.



## 8 Zusammenfassung und Ausblick

In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden Schwingungsmoden eines Sensorbalkens ausgenutzt, um elastische Eigenschaften von Werkstoffoberflächen mit einer lateralen Auflösung von ca. 10 nm zu untersuchen. Bei dieser Technik ist die Tastspitze einer Blattfeder in Kontakt mit der zu untersuchenden Probenoberfläche. Unter der Probe befindet sich ein Ultraschall-Prüfkopf, der die Probe durchschallt und über die Kräfte, die zwischen der Spitze und der Oberfläche wirken, die Blattfeder zu Schwingungen anregt. Diese Kräfte, die zwischen der Oberfläche und der Tastspitze wirken, bestimmen die Kontaktresonanzfrequenzen. In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden die Verschiebungen dieser Resonanzfrequenzen von Biege-, Lateral- und Torsionsmoden der Blattfeder ausgenutzt, um elastische Eigenschaften von Probenoberflächen zu bestimmen. Mittels Biegemoden kann der lokale Indentationsmodul und mittels Lateral- und Torsionsmoden der lokale reduzierte Schermodul ermittelt werden.

Als problematisch bei der quantitativen Bestimmung von elastischen Eigenschaften in der Ultraschall-Kraftmikroskopie hat sich das Auftreten von Mehrfachresonanzen im betrachteten Frequenzspektrum erwiesen. Als Mehrfachresonanzen werden Resonanzmaxima im Schwingungsspektrum bezeichnet, die zusätzlich zu den Biege-, Torsions- und Lateralmoden der Balken auftreten und diese teilweise überlagern. Dies hat insbesondere eine Modenkopplung von Resonanzen des Chips mit Resonanzen der Blattfeder als Ursache. Die Überlagerungen der zusätzlichen Resonanzmaxima mit den eigentlichen Biege-, Torsions- und Lateralmoden erweisen sich als äußerst störend bei der Bestimmung der Resonanzfrequenzen dieser drei Modentypen.

Im Rahmen dieser Dissertation wurde eine neue Anregungsmethode für Kraftmikroskop-Blattfedern entwickelt, die direkt an der Blattfeder angreift. Diese Anregung nutzt eine Raumladungszone im Halbleitermaterial der Blattfeder aus und beruht auf der Kopplung dieser Raumladungszone an die Gitterverzerrung. Die möglichen Kopplungsmechanismen, wie Coulomb-Kräfte, Elektrostriktion, thermische Effekte und Deformationspotential wurden diskutiert und mit experimentellen Ergebnissen verglichen. Es stellte sich heraus, dass als Kopplungsmechanismen der Raumladungszone an die Gitterverzerrung hauptsächlich elektrostatische und elektrostriktive Effekte wirken. Es wurde experimentell gezeigt, dass Mehrfachresonanzen im Frequenzspektrum mit dieser Methode vermieden werden.

Neben der Vermeidung der Mehrfachresonanzen ist die einfache Herstellung ein weiterer Vorteil der Anregung der Blattfeder über eine Raumladungszone. Damit sich eine Raumladungszone ausbildet, muss die Blattfeder, die aus Silizium besteht, lediglich mit Metall beschichtet werden.

Um die Effektivität dieser neuen Anregungsmethode beurteilen zu können, wurde die Anregung der Blattfeder über eine Raumladungszone mit der Anregung über das Piezoelement im Federbalken-Halter des AFM verglichen. Zurzeit ist die Anregungsmethode uneffektiver als die Anregung über ein Piezoelement, da zum Erreichen der gleichen Schwingungsamplitude um den Faktor 10 größere Spannungen notwendig sind. Um dies zu verbessern, wäre es zum einen denkbar, die Beschichtung der Blattfeder zu strukturieren. Zum anderen muss die elektrische Kontaktierung der Metallschicht auf der Blattfeder verbessert werden.

Weiterhin wurde im Rahmen dieser Dissertation ein neues, rasterkraftmikroskopisches Verfahren entwickelt, das es ermöglicht, Dotierungsprofile auf einem Halbleiter zu untersuchen. Diese Technik basiert ebenfalls auf der Ausnutzung der Eigenschaften einer Raumladungszone im Kontaktbereich von Tastspitze und dotierter Halbleiteroberfläche. Untersucht wurden Dotierungen auf dem Halbleiter Silizium. Hierbei ist es weder notwendig, die Probe mittels Ultraschall-Prüfkopf anzuregen, noch mittels Piezoelement oder Schottky-Barriere an der Aufhängung. Es wurde gezeigt, dass die Erregung der Blattfeder durch die Raumladungszone erfolgen kann, die sich zwischen Spitze und Probe ausbildet.

Bislang wurde qualitativ gezeigt, dass mit diesem Verfahren Dotierungen und Unterschiede in der Dotierungshöhe detektiert werden können. Es stellt sich nun die Frage, in welcher Form das hier dargestellte Verfahren dazu verwendet werden kann, quantitative Aussagen über Dotierungskonzentrationen zu treffen. Erste Ideen zur Durchführung von quantitativen Messungen wurden genannt. Zukünftig muss das Verfahren in Bezug auf Quantifizierbarkeit der Ergebnisse und insbesondere Reproduzierbarkeit geprüft werden.

Der Ultraschall-Piezomode ist eine Technik, die sich aus der AFAM-Technik entwickelt hat, und den inversen piezoelektrischen Effekt in einer piezoelektrischen Probe zur Schwingungsanregung ausnutzt. Der Ultraschall-Piezomode wurde im Rahmen dieser Dissertation für dessen Anwendbarkeit auf Hochdurchsatz-Messungen mit dem Rasterkraftmikroskop weiterentwickelt. Die Arbeiten hierzu entstanden innerhalb eines SFB-Projektes in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Technische Chemie, Universität des Saarlandes, insbesondere mit D. Rende. Es ist ein Verfahren entstanden, das es erlaubt, im Hochdurchsatz neue Materialien herzustellen und automatisiert auf piezoelektrische Eigenschaften zu untersuchen. Der Ultraschall-Piezomode wurde zum Screening eingesetzt. Die dünnen Filme, die kombinatorisch mittels Sol-Gel-Verfahren hergestellt wurden, wurden automatisiert auf piezoelektrische Eigenschaften untersucht. Zukünftig muss die Technik derart weiterentwickelt werden, dass auch im Hochdurchsatz quantitative Aussagen möglich sind.

Im Rahmen eines Forschungsaufenthaltes bei dem Unternehmen Veeco Instruments wurde ein weiteres rasterkraftmikroskopisches Verfahren zur Untersuchung elastischer Eigenschaften angewendet und weiterentwickelt. Diese Technik funktioniert ähnlich dem AFAM-Verfahren und nutzt das Abklingverhalten einer erzwungenen Schwingung der Blattfeder aus. Die Technik wurde im Rahmen dieser Dissertation an einem breiten Spektrum an Polymerproben mit unterschiedlichem Elastizitätsmodul getestet. Vorteile dieses Verfahrens sind die hohe Messgeschwindigkeit und die Kontrolle der Auflagekraft. Im nächsten Schritt muss versucht werden, die Messergebnisse in einem Modell weiter zu verarbeiten, so dass quantitative Ergebnisse der elastischen Eigenschaften vorliegen.

## 9 Abkürzungsverzeichnis

$a_0$	Schwingungsamplitude am Ende der Blattfeder
$a_K$	Kontaktradius
$A$	Querschnittsfläche
$b$	Dicke des Federbalkens
$c$	spezifische Wärme
$c_c$	Konstante
$c_E$	Elektrostriktionskoeffizient
$C'$	Kapazität
$d$	Abstand
$d_{33}$	piezoelektrische Konstante
$D$	Diffusionskonstante
$D_D$	Dämpfungsmaß
$E$	Elastizitätsmodul
$E^*$	reduzierter Elastizitätsmodul
$E_{el}(x)$	elektrische Feldstärke
$E_F$	Fermi-Niveau
$E_L$	Energie des Leitungsbandes
$E_V$	Energie des Valenzbandes
$f$	Frequenz
$F$	Kraft
$F_A$	Auflagekraft
$h$	Höhe der Tastspitze
$I$	Flächenträgheitsmoment
$I(T)$	Stromstärke in Abhängigkeit der Temperatur
$k$	Wellenvektor
$k_B$	Boltzmann Konstante
$k_F$	Federkonstante Blattfeder
$k^*$	Kontaktsteifigkeit
$K$	Kalibrationsfaktor
$l_R$	Ausdehnung der Raumladungszone
$l_p$	Länge der Probe
$L$	Länge des Federbalkens
$m$	Masse
$M$	Drehmoment
$N$	Ladungsträgerkonzentration
$N_D$	Spannungsamplitude des Detektors
$N_I$	Neigung, gemessen im Interferometer

---

p	Druck
P	Leistung
q	Elementarladung
Q	Ladung
Q <sub>D</sub>	Güte
r	Krümmungsradius
R	elektrischer Widerstand
R <sub>S</sub>	Radius der Sensorspitze
s	Dehnung der Verarmungszone
s <sub>D</sub>	Diffusionsweg
S	Verzerrung
t	Zeit
t <sub>M</sub>	Dicke Metall
Δt <sub>N</sub>	Zeit zwischen 2 Nulldurchgängen der Schwingung
T	Temperatur
u	Teilchenverschiebung
U	Spannung
U <sub>D</sub>	Diffusionsspannung
v <sub>S</sub>	Schallgeschwindigkeit
V	Deformationspotential
V <sub>SS</sub>	Volt Spitze-Spitze
V <sub>L</sub>	Empfindlichkeit des Lock-In-Verstärkers
w	Breite des Federbalkens
x	Koordinate parallel zur Balkenlänge L
y	Koordinate parallel zur Balkenbreite w
z	Auslenkung des Balkens parallel zur Balkendicke b
α	komplexe Wellenzahl
α <sub>t</sub>	thermischer Ausdehnungskoeffizient
δ	Eindringtiefe
ε	Dehnung
ε <sub>0</sub>	Dielektrizitätskonstante im Vakuum
ε <sub>r</sub>	relative Dielektrizitätszahl
κ	Wärmeleitfähigkeit
κ <sub>F</sub>	Krümmung des Federbalkens
λ	Wellenlänge

---

$\Lambda$	logarithmisches Dekrement
$\mu_L$	Dämpfung in Luft
$\nu$	Poisson-Zahl
$\rho$	Dichte
$\rho_S$	spezifischer Widerstand
$\sigma$	mechanische Spannung
$\tau$	normierte Zeit
$\phi$	Potential
$\phi_B$	Austrittsarbeit Barriere
$\phi_M$	Austrittsarbeit Metall
$\phi_S$	Austrittsarbeit Halbleiter
$\chi$	Elektronenaffinität
$\chi_t$	thermische Diffusivität
$\omega$	Kreisfrequenz

## 10 Referenzen

- 1 G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* 56, 930-933 (1986).
- 2 B. Bhushan, V. N. Koinkar, *Sens. and Act. A57*, 91-102 (1996).
- 3 Y. Fu, W. Huang, H. Du, X. Huang, J. Tan, X. Gao, *Surf. Coat. Technol.* 145, 107-112 (2001).
- 4 U. Rabe, W. Arnold, *Appl. Phys. Lett.* 64, 1493-1495 (1994).
- 5 The International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS), 2003 edition, Semiconductor Industry Association (SIA).
- 6 U. Rabe, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, J. Muñoz Saldaña, G. A. Schneider, W. Arnold, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 35, 2621-2635 (2002).
- 7 Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, V. B. Elings, *Surf. Sci. Lett.* 290, L688-L692 (1993).
- 8 A. Schirmeisen, B. Anczykowski, H. Fuchs, „Springer Handbook of Nanotechnology“, Part B, Chapter 15: „Dynamic Force Microscopy“, Springer (2004).
- 9 R. Garcia, R. Perez, *Surf. Sci. Reports* 47, 197-301 (2002).
- 10 N. Jalili, K. Laxminarayana, *Mechatronics* 14, 907-945 (2004).
- 11 P. Maivald, H. J. Butt, S. A. C. Gould, C. B. Prater, B. Drake, J. A. Gurley, V. B. Elings, P. K. Hansma, *Nanotechnology* 2, 103-106 (1991).
- 12 M. Munz, H. Sturm, E. Schulz, G. Hinrichsen, *Composites Part. A* 29A, 1251-1259 (1998).
- 13 H.-U. Krottil, T. Stifter, H. Waschipky, K. Weishaupt, S. Hild, O. Marti, *Surf. Interface Anal.* 27, 336-340 (1999).
- 14 L. D. Landau, E. M. Lifschitz, „Elastizitätstheorie“, Akademie Berlin (1975).
- 15 W. F. Stokey, „Vibration of Systems Having Distributed Mass and Elasticity“, Kap. 7 in „Shock and Vibration Handbook“, Hrsg.: C. M. Harris und C. E. Crede, McGraw-Hill, New York (1976).
- 16 U. Rabe, K. Janser, W. Arnold, *Rev. Sci. Instr.* 67, 3281-3293 (1996).
- 17 M. Reinstädler, „Elastische und tribologische Oberflächencharakterisierung auf der Nanoskala mittels Torsions- und Lateralmoden von Sensorbalken der Rasterkraftmikroskopie“, Dissertation, Fachbereich Werkstoffwissenschaften, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes (2004) und IZFP Bericht Nr. 050112-TW.
- 18 Labview<sup>TM</sup>, National Instruments, Austin, Texas 78730-5039, USA. [www.ni.com](http://www.ni.com)
- 19 U. Rabe, „Akustische Kraftmikroskopie im Ultraschallfrequenzbereich“, Dissertation, Fachbereich Werkstoffwissenschaften, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes (1996) und IZFP Bericht Nr. 970109-TW.
- 20 W. Arnold, U. Rabe, Patentschrift DE 43 24 983 C2 (1996).
- 21 K. Yamanaka, United States Patent 6 006 593 (1999).
- 22 K. Yamanaka, S. Nakano, *Appl. Phys. A* 66, S313-S317 (1998).
- 23 M. Prasad, M. Kopycinska, U. Rabe, W. Arnold, *Geophys. Res. Lett.* 29, 13.1-13.4 (2002).
- 24 U. Rabe, S. Amelio, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, M. Kempf, M. Göken, W. Arnold, *Surf. Interf. Anal.* 33, 65-70 (2002).
- 25 J. A. Turner, S. Hirsekorn, U. Rabe, W. Arnold, *J. Appl. Phys.* 82, 966-979 (1997).
- 26 K. L. Johnson, „Contact mechanics“, Cambridge University Press, Cambridge (1985).
- 27 M. Kopycinska-Müller, A. Caron, S. Hirsekorn, U. Rabe, H. Natter, R. Hempelmann, R. Birringer, W. Arnold, wird veröffentlicht in *Zeitschrift für Physikalische Chemie* (2007).
- 28 M. Reinstädler, U. Rabe, V. Scherer, J. A. Turner, W. Arnold, *Surf. Science* 532-535, 1152-1158 (2003).

- 29 U. Rabe, K. Schwarz, S. Hirsekorn, W. Arnold, Nanoanalytik, VDI/BMBF-  
Verbundprojekt, Abschlussbericht (2006).
- 30 T. Tsuji, K. Kobari, S. Ide, K. Yamanaka, Rev. Sci. Instrum. 78 (10), 103703 1-6  
(2007).
- 31 S. C. Minne, S. R. Manalis, A. Atalar, C. F. Quate, Appl. Phys. Lett. 68, 1427-1429  
(1996).
- 32 T. Itoh, J. Chu, I. Misumi, K. Kataoka, T. Suga, IEEE, Proceedings of Transducers '97,  
Int. Conf. on Solid-State Sens. and Act., Chicago, Vol. 1, 459-462 (1997).
- 33 Y. Miyahara, T. Fujii, S. Watanabe, A. Tonoli, S. Carabelli, H. Yamada, H. Bleuler,  
Appl. Surf. Sci. 140, 428-431 (1999).
- 34 K. El Hami, B. Gauthier-Manuel, Sens. and Act. A64, 151-155 (1998).
- 35 S. P. Jarvis, A. Oral, T. P. Weihs, J. B. Pethica, Rev. Sci. Instrum. 64 (12), 3515-3520  
(1993).
- 36 S. M. Lindsay, United States Patent 5 513 518 (1996).
- 37 D. W. Lee, T. Ono, M. Esashi, Sens. and Act. 83, 11-16 (2000).
- 38 O. Enders, F. Korte, H.-A. Kolb, Surf. Interface Anal. 36, 119 (2002).
- 39 T. Akiyama, U. Staufer, N. F. de Rooij, Appl. Surf. Sci. 210, 18-21 (2003).
- 40 S. Kitamura, United States Patent 6 006 595 (1999).
- 41 F. Braun, Ann. Phys. Chem. 153, 556-563 (1874).
- 42 W. Schottky, R. Strömer, F. Waibel, Hochfrequenztechnik 37, 162-165 (1931).
- 43 W. Schottky, Naturwissenschaften 26, 843 (1938).
- 44 N. F. Mott, Proc. Camb. Phil. Soc. 34, 568-572 (1938).
- 45 D. Haronian, PCT Patent WO 97/24915 (1997).
- 46 H. Takahashi, N. Shimizu, Y. Shirakawabe, S. Ichihara, M. Despont, United States  
Patent 6 211 540 B1 (2001).
- 47 L. M. Eng, I. Rangelow, Offenlegungsschrift DE 103 07 561 A1 (2004).
- 48 N. Shimizu, H. Takahashi, Y. Shirakawabe, J. Brugger, W. Häberle, G. K. Binnig, P.  
Vettiger, Offenlegungsschrift DE 101 10 933 A1 (2001).
- 49 M. Takayama, K. Matsumoto, Y. Kamiya, M. Hasegawa, United States Patent 5 923  
033 (1999).
- 50 R. Alvis, A. N. Erickson, A. R. Raheem Kizchery, J. D. Romero, B. M. Tracy, United  
States Patent 5 713 667 (1998).
- 51 E. Oesterschulze, R. Kassing, IEEE, Proc. 16th Int. Conf. on Thermoelectr., 719-725  
(1997).
- 52 D. L. White, "The depletion layer and other high-frequency transducers using  
fundamental modes", in "Physical Acoustics", Volume 1 – Part B, Ed. W. P. Mason,  
Academic Press, New York, S. 321-352 (1964).
- 53 S. Takada, H. Hayakawa, T. Ishiguro, N. Mikoshiba, Jap. J. Appl. Phys. 11, 24-30  
(1972).
- 54 H.-P. Grassl, PCT Patent WO 90/11620 (1990).
- 55 L. Bjerkan, „Surface wave investigation of perovskites”, Dissertation, Universität  
Trondheim, Institut für Technische Physik (1977).
- 56 D. M. Todorovic, P. M. Nikolic, M. Smiljanic, A. I. Bojicic, D. G. Vasiljevic-Radovic,  
K. T. Radulovic, IEEE, Proc. 23rd Int. Conf. on Microelec., Yugoslavia, Vol. 1, 231-  
234 (2002).
- 57 H. Takahashi, N. Shimizu, T. Arai, Y. Shirakawabe, C. Yasumuro, Japanese Patent  
Abstracts 2000266657 A (2000).
- 58 B. W. Chui, T. D. Stowe, Y. S. Ju, K. E. Goodson, T. W. Kenny, H. J. Mamin, B. D.  
Terris, R. P. Ried, D. Rugar, J. Microelectromech. Sys. 7, 69-78 (1998).

- 59 B. L. Sharma, "Metal-Semiconductor Schottky Barrier Junctions and Their Applications", Plenum Press, New York and London (1984).
- 60 J. T. Krause, Phys. Lett. 43A, 325-326 (1973).
- 61 A. Caron, Dissertation, Fachbereich Werkstoffwissenschaften, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes, noch einzureichen.
- 62 G. Y. Chen, T. Thundat, E. A. Wachter, R. J. Warmack, J. Appl. Phys. 77, 3618-3622 (1995).
- 63 D. R. Lide, "CRC Handbook of Chemistry and Physics", CRC Press, 82. Edition (2001).
- 64 C. C. Chiu, Mater. Sci. Eng. A 150, 139-148 (1992).
- 65 R. M. White, J. Appl. Phys. 34, 3559-3567 (1963).
- 66 W. Riethmüller, W. Benecke, IEEE Trans. Electron Devices 35, 758-763 (1988).
- 67 S. Bouwstra, H. A. C. Tilmans, A. Selvakumar, K. Najafi, IEEE, Solid-State Sensor and Actuator Workshop, 5th Technical Digest., 148-152 (1992).
- 68 T. S. J. Lammerink, M. Elwenspoek, J. H. J. Fluitman, Sens. and Act. A 25-27, 685-689 (1991).
- 69 L. Jiang, R. Cheung, J. Hedley, M. Hassan, A. J. Harris, J. S. Burdess, M. Mehregany, C. A. Zorman, Sens. and Act. A 128, 376-386 (2006).
- 70 S. M. Sze, "Physics of Semiconductor Devices", John Wiley & Sons, New York, Chichester, Brisbane, Toronto and Singapore (1981).
- 71 K. Heime, „Elektronische Bauelemente“, Skript Technische Hochschule Aachen (1994).
- 72 G. Dennler, C. Lungenschmied, N. S. Sariciftci, R. Schwödiauer, S. Bauer, H. Reiss, Appl. Phys. Lett. 87, 163501 (2005).
- 73 S. W. P. Sterkenburg, J. Phys. D: Appl. Phys. 25, 996-1003 (1992).
- 74 J. P. Mize, United States Patent 3 691 406 (1972)
- 75 I. Krakovsky, T. Romijn, A. Posthuma de Boer, J. Appl. Phys. 85, 628-629 (1999).
- 76 K. Franke, Ferroelectrics Lett. 19, 35-43 (1995).
- 77 H. N. Spector, E. Harnik, Y. Goldstein, Phys. Lett. 51A, 281-282 (1975).
- 78 S. Timoshenko, J. Opt. Soc. Am. 11, 233-255 (1925).
- 79 R. Pedrak, T. Ivanov, K. Ivanov, T. Gotszalk, N. Abedinov, I. W. Rangelow, K. Edinger, E. Tomerov, T. Schenkel, P. Hudek, J. Vac. Sci. Technol. B 21(6), 3102-3107 (2003).
- 80 T. Ivanov, T. Gotszalk, P. Grabiec, E. Tomerov, I. W. Rangelow, Microelectron. Eng. 67-68, 550-556 (2003).
- 81 G.G. Stoney, Proc. R. Soc. Lond. A 82, 172-175 (1909).
- 82 U. Rabe, „Atomic Force Acoustic Microscopy“, in „Applied Scanning Probe Methods“, Vol. II, Eds. B. Bushan, H. Fuchs, Springer (2006).
- 83 Y. Zhang, Q. Ren, Y. Zhao, J. Phys. D: Appl. Phys. 37, 2140-2145 (2004).
- 84 Y. H. Hu, H. M. Chan, Z. X. Wen, M. P. Harmer, J. Am. Cer. Soc. 69, 594-603 (1986).
- 85 A. L. Gruverman, J. Hatano, H. Tokumoto, Jpn. J. Appl. Phys. 36, 2207-2211 (1997).
- 86 P. Güthner, K. Dransfeld, Appl. Phys. Lett. 61, 1137-1139 (1992).
- 87 A. Gruverman, H. Tokumoto, A. S. Prakash, S. Aggarwal, B. Yang, M. Wuttig, R. Ramesh, O. Auciello, T. Venkatesan, Appl. Phys. Lett. 71, 3492-3494 (1997).
- 88 S. Hong, E. L. Colla, E. Kim, D. V. Taylor, A. K. Tagantsev, P. Muralt, K. No, N. Setter, J. Appl. Phys. 86, 607-613 (1999).
- 89 K. Franke, J. Besold, W. Haessler, C. Seegebarth, Surf. Sci. Lett. 302, L283-L288 (1994).
- 90 S. V. Kalinin, S. A. Bonnell, Physical Review B 65, 125408 1-11 (2002).
- 91 K. Franke, M. Weihnacht, Ferroelectr. Lett. 19, 25-33 (1995).
- 92 K. Franke, Ferroelectr. Lett. 19, 35-43 (1995).



- 93 L. M. Eng, H.-J. Güntherodt, G. A. Schneider, U. Köpke, J. Muñoz-Saldaña, *Appl. Phys. Lett.* 74, 233-235 (1999).
- 94 J. Muñoz-Saldaña, M. J. Hoffmann, G. A. Schneider, *J. Mater. Res.* 18, 1777-1786 (2003).
- 95 C. Durkan, D. P. Chu, P. Migliorato, M. E. Welland, *Appl. Phys. Lett.* 76, 366-368 (2000).
- 96 S. Dunn, R. W. Whatmore, *J. Europ. Ceram. Soc.* 22, 825-833 (2002).
- 97 A. Gruverman, O. Auciello, H. Tokumoto, *Integr. Ferroelectr.* 19, 49-83 (1998).
- 98 PI Ceramic GmbH, Lederhose, Deutschland.
- 99 S. Hong, J. Woo, H. Shin, J. U. Jeon, Y. E. Pak, E. L. Colla, N. Setter, E. Kim, K. No, *J. Appl. Phys.* 89, 1377-1386 (2001).
- 100 S. Borman, *Chem. Eng. News* 77, 33-48 (1999).
- 101 E. M. Gordon, R. W. Barrett, W. J. Dower, S. P. A. Fodor, M. A. Gallop, *J. Med. Chem.* 37, 1385-1401 (1994).
- 102 C. J. Brinker, G. W. Scherer, "Sol-Gel-Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel-Processing", Academic Press, San Diego (1990).
- 103 A. P. Smith, J. F. Douglas, J. C. Meredith, E. J. Amis, A. Karim, *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* 39, 2141-2158 (2001).
- 104 J.-B. D. Green, G. U. Lee, *Langmuir* 16, 4009-4015 (2000).
- 105 R. Neffati, A. Alexeev, S. Saunin, J. C. M. Brokken-Zijp, D. Wouters, S. Schmatloch, U. S. Schubert, J. Loos, *Macromol. Rapid Commun.* 24, 113-117 (2003).
- 106 N. Adams, B.-J. De Gans, D. Kozodaev, C. Sánchez, C. W. M. Bastiaansen, D. J. Broer, U. S. Schubert, *J. Comb. Chem.* 8, 184-191 (2006).
- 107 J.-L. Sormana, J. C. Meredith, *Macromol. Rapid Commun.* 24, 118-122 (2003).
- 108 D. Rende, „Konventionelle und kombinatorische Herstellung von dünnen Mischoxidfilmen und Untersuchung ihrer mechanischen und piezoelektrischen Eigenschaften“, Diplomarbeit, Fachbereich Chemie, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes (2004).
- 109 J. Junquera, P. Ghosez, *Nature* 422, 506-509 (2003).
- 110 D. Rende, Dissertation, Fachbereich Chemie, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes, noch einzureichen.
- 111 S. V. Kalinin, D. A. Bonnell, *Phys. Rev. B* 65, 125408 1-11 (2002).
- 112 D. Rupp, „Experimente zur praktischen Umsetzung eines Verfahrens zur Messung der Kontakt- und Adhäsionskräfte zwischen der Sensorspitze einer Kraftmikroskop-Blattfeder und einer Probe“, Studienarbeit, Fachbereich Werkstoffwissenschaften, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III der Universität des Saarlandes (2005) und IZFP Bericht-Nr. 060130-TW.
- 113 C. R. Ashman, C. J. Först, K. Schwarz, P. E. Blöchl, *Phys. Rev. B* 69, 075309 1-13 (2004).
- 114 F. S. Aguirre-Tostado, A. Herrera-Gomez, J. C. Woicik, R. Droopad, Z. Yu, D. G. Schlom, J. Karapetrova, P. Zschack, P. Pianetta, *J. Vac. Sci. Technol. A* 22, 1356-1360 (2004).
- 115 F. S. Aguirre-Tostado, A. Herrera-Gomez, J. C. Woicik, R. Droopad, Z. Yu, D. G. Schlom, P. Zschack, E. Karapetrova, P. Pianetta, C. S. Hellberg, *Phys. Rev. B* 70, 201403 1-4 (2004).
- 116 N. A. Pertsev, A. K. Tagantsev, N. Setter, *Phys. Rev. B* 61, R825-R829 (2000).
- 117 J. H. Haeni, P. Irvin, W. Chang, R. Uecker, P. Reiche, Y. L. Li, S. Choudhury, W. Tian, M. E. Hawley, B. Craigo, A. K. Tagantsev, X. Q. Pan, S. K. Streiffer, L. Q. Chen, S. W. Kirchoefer, J. Levy, D. G. Schlom, *Nature* 430, 758-761 (2004).

- 118 R. A. McKee, F. J. Walker, M. Buongiorno Nardelli, W. A. Shelton, G. M. Stocks, *Science* 300, 1726-1730 (2003).
- 119 H. Schaumburg, „Werkstoffe und Bauelemente der Elektrotechnik: Halbleiter“, Teubner, Stuttgart (1991).
- 120 H. Ryssel, I. Ruge, „Ionenimplantation“, Teubner, Stuttgart (1978).
- 121 P. De Wolf, R. Stephenson, T. Trenkler, T. Clarysse, T. Hantschel, W. Vandervorst, *J. Vac. Sci. Technol. B* 18, 361-368 (2000).
- 122 P. de Wolf, M. Geva, T. Hantschel, W. Vandervorst, R.B. Bylsma, *Appl. Phys. Lett.* 73, 2155-2157 (1998).
- 123 C. Shafai, D. J. Thomson, M. Simard-Normandin, G. Mattiussi, P. J. Scanlon, *Appl. Phys. Lett.* 64(3), 342-344 (1994).
- 124 J. N. Nxumalo, D. T. Shimizu, D. J. Thomson, *J. Vac. Sci. Technol. B* 14, 386-389 (1996).
- 125 D. Alvarez, M. Fouchier, J. Kretz, J. Hartwich, S. Schoemann, W. Vandervorst, *Microelectron. Eng.* 73-74, 910-915 (2004).
- 126 C. Shafai, D. J. Thomson, M. Simard-Normandin, G. Mattiussi, P.J. Scanlon, *Appl. Phys. Lett.* 64, 342-344 (1998).
- 127 St. J. Dixon-Warren, R.P. Lu, S. Ingre, D. Macquistan, T. Bryskiewisz, G. Smith, B. Bryskiewisz, *J. Vac. Sci. Technol. A* 19, 1752-1757 (2001).
- 128 R.P. Lu, K.L. Kavanagh, St. J. Dixon-Warren, A.J. SpringThorpe, R. Streater, I. Calder, *J. Vac. Sci. Technol. B* 20, 1682-1689 (2002).
- 129 J. J. Kopanski, J. F. Marchiando, J. R. Lowney, *Mater. Sci. and Eng. B* 44, 46-51 (1997).
- 130 C. C. Williams, W. P. Hough, S. A. Rishton, *Appl. Phys. Lett.* 55, 203-205 (1989).
- 131 J. R. Matey, J. Blanc, *J. Appl. Phys.* 57, 1437-1444 (1985).
- 132 J. S. Murray, J. Kim, C.C. Williams, J. Slinkman, *J. Vac. Sci. Technol.*, B16, 344-348 (1998).
- 133 J.F. Marchiando, J.J. Kopanski, J.R. Lowney, *J. Vac. Sci. Technol. B* 16, 463-470 (1998).
- 134 T. Takahashi, T. Kawamukai and I. Kamiya, *Surf. Interface Anal.* 27, 547-549 (1999).
- 135 C. Loppacher, U. Zerweck, S. Teich, E. Beyreuther, T. Otto, S. Grafström and L. M. Eng, *Nanotechnology* 16, S1-S6 (2005).
- 136 A. A. Bukharaev, V. M. Janduganov, E. A. Samarsky and N. V. Berdunov, *Appl. Surf. Sci.* 103, 49-54 (1996).
- 137 B. Hoffmann, R. Houbertz and U. Hartmann, *Appl. Phys. A: Mater. Sci. Process.* 66, S409-S413 (1998).
- 138 M. A. Lantz, S. P. Jarvis and H. Tokumoto, *Appl. Phys. Lett.* 78(3), 383-385 (2001).
- 139 S. Hirsekorn, U. Rabe, A. Boub and W. Arnold, *Surface and Interface Analysis* 27, 474-481 (1999).
- 140 S. Furukawa, H. Matsumura, H. Ishiwara, *Jap. J. Appl. Phys.* 11, 134-142 (1972).
- 141 C. C. Williams, *Annu. Rev. Mater. Sci.* 29, 471-504 (1999).
- 142 J. Wittenburg: „Schwingungslehre“, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1996.
- 143 K. Magnus: „Schwingungen“, B. G. Teubner, Stuttgart, 1986.
- 144 F. J. Espinoza Beltrán, T. Scholz, G. A. Schneider, J. Muñoz-Saldaña, U. Rabe, W. Arnold, *J. Phys.: Conference Series* 61, 293-297 (2007).
- 145 T. Drobek, R. W. Stark, W. M. Heckl, *Phys. Rev. B* 64, 045401 1-5 (2001).