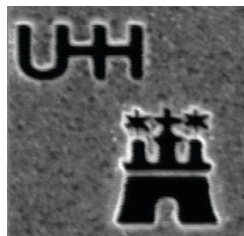


Abtragsverhalten von Einkristallen und Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen mittels Fokussiertem Ionenstrahl

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades
des Fachbereichs Physik
der Universität Hamburg



vorgelegt von
Yuliya Stark

aus Lwiw

Hamburg
2013

Gutachter der Dissertation:
Prof. Dr. Hans Peter Oepen (Universität Hamburg)
Prof. Dr. Robert H. Blick (Universität Hamburg)

Gutachter der Disputation:
Prof. Dr. Hans Peter Oepen
Prof. Dr. Kornelius Nielsch (Universität Hamburg)

Datum der Disputation: 31.05.2013

Vorsitzender des Prüfungsausschusses:
Dr. Stefan Mendach

Vorsitzender des Promotionsausschusses:
Prof. Dr. Peter Hauschildt

Dekan der MIN-Fakultät:
Prof. Dr. Heinrich H. Graener



[Bert1790]

*„.... Eigentlich ist er die meiste Zeit sehr hübsch, herrlich rot und gold
gefiedert. Faszinierende Geschöpfe, diese Phönixe.
Sie können unglaublich schwere Lasten tragen, ihre Tränen haben
heilende Kraft und sie sind außerordentlich
treue Haustiere.“* [Row199]



Kurzfassung

Im ersten Teil der vorliegenden Arbeit werden Ergebnisse quantitativer Untersuchungen des *Sputter-Yields* präsentiert. Die Sputter-Yield-Werte werden mittels fokussiertem Ionenstrahl (FIB) und 30 keV Ga⁺-Ionen für *verschiedene Materialien* und *beliebige Einfallswinkel* bestimmt dank Anwendung einer neuen, im Rahmen dieser Arbeit ausgearbeiteten *in situ* Methode. Diese Methode und der entsprechende Messaufbau erlauben die genaue geometrische Bestimmung des Materialabtrags. So wurde bei senkrechtem Ioneneinfall der gemittelte Sputter-Yield für polykristallines Permalloy und Kobalt sowie für Silizium(001) und Galliumarsenid(001) erhalten. Die Abhängigkeit des Sputter-Yields von der Kristallorientierung wurde für ebene Einkristalle aus Eisen und Wolfram und für zylinderförmige Einkristalle aus Blei, Nickel und Vanadium gemessen. Dabei wurden ausgeprägte Minima und Maxima des Yields beobachtet; der Sputter-Yield als Funktion des Winkels zwischen Galliumstrahl und Kristallorientierung weist Größenunterschiede bis um den Faktor 10 auf. Die Minima können niedrigindizierten kristallographischen Richtungen zugeordnet und mit dem *Kanalieren* (Channeling) der Ga⁺-Ionen erklärt werden. Der Vergleich der Messdaten mit SRIM-simulierten Werten für amorphe Materialien zeigt, dass letztere nur für Kristallrichtungen ohne Channeling eingesetzt werden dürfen. Für Blei wurden deutlich höhere Yield-Werte gemessen als die Simulation liefert. Dies wird auf *Hitzespikes* zurückgeführt. Bemerkenswerterweise erlaubt der erhöhte Sputter-Yield in diesem Fall die Ausbildung von *Gallium-Nanotropfen* und *Pyramiden* auf der Bleioberfläche. Die experimentellen Ergebnisse für den winkelabhängigen Sputter-Yield werden mit der Channeling-Theorie von Onderdelinden [Onde66] sowie mit einem um das Channeling erweiterten Transparenz-Modell verglichen. Für alle untersuchten Kristalle mit Ausnahme von Vanadium wird für beide Nahrungen gute Übereinstimmung zwischen modellierten und experimentellen Daten erreicht. Die Abweichungen bei Vanadium können durch die Annahme einer erhöhten Amorphisierung der Probe erklärt werden.

Der zweite Teil der Arbeit ist der Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen mit Hilfe des FIB gewidmet. Angestrebt wird die Erschaffung hochsensibler *Mikrocantilever*, welche Teil magnetischer, elektrischer oder anderer Sensoren werden könnten. Das Verhalten dünner Si₃N₄-Filme und die Änderungen ihrer Eigenschaften unter Einfluss des Ionenstrahls werden studiert. Mit diesen Kenntnissen gelingt die Kontrolle über Richtung und Grad der Verbiegung ausgeschnittener Strukturen. Es wird eine bis jetzt einzigartige Methode zur Herstellung von SiN-Cantilevern vorgestellt, die eine Vorstrukturierung und das eigentliche Ausschneiden mit dem fokussiertem Ionenstrahl beinhaltet. So wurden streifenförmige, aufgerollte, hängemattenähnliche und andere Cantilever hergestellt; einige davon wurden in einen speziell entwickelten Kondensator-Aufbau integriert. Die Auslenkung dieser Cantilever wurde als Funktion der elektrischen Spannung gemessen und ist in guter Übereinstimmung mit theoretischen Vorhersagen. Somit wurde eine Methode zur kontrollierten Herstellung von Mikro/Nanocantilevern aus Siliziumnitrid-Membranen mittels FIB erfolgreich ausgearbeitet.

Abstract

The first part of this thesis presents results from quantitative sputter yield measurements for bombardment of several materials with 30 keV Ga^+ ions, which are commonly used in focused ion beam systems. The sputter yields were obtained from measurements of the removed volume. A new technique is introduced that allows the precise geometric measurement of the material removed by multipass milling. Mean sputter yield data was obtained for polycrystalline permalloy and cobalt, as well as for silicon(001) and gallium arsenide(001). The dependence of the sputter yield on the crystalline orientation was investigated for plane single crystals of iron and tungsten as well as for round single crystals of lead and nickel. Distinctive minima and maxima of the yield were observed as a function of the incidence angle, they vary up to a factor of 10. The positions of the minima coincide with crystalline orientations of low Miller-index and can thus be attributed to channeling of the Ga^+ ions. A comparison with SRIM-simulated data for amorphous materials showed that yield values from simulations are only applicable for those orientations without channeling. For lead, much higher yields than predicted were observed. The increased sputter yield was attributed to heat spikes and allowed the formation of Gallium nanodroplets and pyramidal structures on the surfaces of the sputtered lead sample. The experimental results for the angular dependent sputter yield were compared with the channelling theory from Mr. Onderdelinden [Onde66], as well as with a transparency theory that was extended here by including the channelling idea. For both approaches, good agreement of fit functions with the experimental data could be achieved for all materials except vanadium. The latter case can be explained by assuming a large portion of the sample to be amorphous.

The second part of the work focuses on FIB structuring of thin silicon-nitride films. The main purpose of this structuring is the creation of different kinds of high-sensitivity microcantilevers that can be used for magnetic, electric or other kinds of sensors. The behaviour and changes in some of the properties of Si_3N_4 -films under the influence of an ion beam were studied extensively. Thus, a method to control the curvature of the cantilever was derived. A unique procedure of pre-structuring and subsequent cutting of such structures by focused ion beam is described. This was then used to create plane, rolled up and hammock-like cantilevers. Some of the cantilevers were integrated into special plate capacitors as one of the plates. The deflection of these cantilevers was measured as a function of the electrical voltage applied. There is good quantitative agreement between the results and theoretical predictions. Thus, a method for controlled FIB structuring of micro/nanocantilevers from silicon-nitride films was successfully developed.

Inhaltverzeichnis

Einleitung	1
Kapitel 1 Grundlagen	5
1.1 Wechselwirkung von Ionen mit Materie beim Sputtern.....	5
1.2 Sputter-Yield.....	8
1.3 Interatomares Potential, Streuprozesse und nuklearer Energieverlust.....	10
1.4 Modellierung des Sputter-Yields nach P. Sigmund.....	14
1.5 Simulation linearer Kaskaden.....	17
1.6 Channeling.....	18
1.6.1 Mechanismus des Channelings.....	20
1.6.2 Eindringtiefe von Ionen mit und ohne Channeling.....	21
1.6.3 Modellierung des Sputter-Yields mit Channeling.....	22
1.7 Temperaturspikes und Molekulardynamik-Simulationen.....	23
1.8 Temperaturabhängigkeit des Channelings.....	26
1.9 Sekundärelektronen-Yield.....	27
1.10 FIB.....	29
1.10.1 FIB-Aufbau.....	29
1.10.2 Abbilden und Strukturieren mit FIB.....	32
Kapitel 2 Einfluss des Kristallgitters auf Sputter- und Sekundärelektronen-Yield	35
2.1 Motivation.....	35
2.2 Methodik für winkelabhängige Messungen des Sputter-Yields.....	37
2.2.1 Winkelabhängige Messungen: Sputtern unter $\alpha \leq 15^\circ$, Auswerten unter $\beta = \alpha + 45^\circ$	40
2.2.2 Winkelabhängige Messungen: Sputtern unter $\alpha > 15^\circ$, Auswerten unter $\beta = 0^\circ$	41
2.2.3 Messungen mit senkrechtem Ioneneinfall auf runden Einkristallen.....	42
2.3 Methodik für SE-Yield-Messungen.....	43
2.4 Messaufbau.....	45
2.4.1 Yield-Detektor mit feststehendem Kollektor „Y2“.....	45
2.4.2 Yield-Detektor mit drehbarem Kollektor „Y3“.....	46

2.5 Experimentelle Ergebnisse.....	47
2.5.1 Sputter-Yield, SE-Yield und Energiespektren bei senkrechtem Ioneneinfall.....	47
2.5.2 Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields und des SE-Yields.....	49
2.5.2.1 Messungen an bcc-Kristallen bei Rotation um eine $\langle 001 \rangle$ -Achse.....	49
2.5.2.2 Messungen an bcc-Kristallen bei Rotation um eine $\langle 011 \rangle$ -Achse.....	51
2.5.3 Kristallrichtungsabhängiger Sputter- und SE-Yield bei senkrechtem Einfall.....	53
2.5.3.1 Messung an Vanadium (bcc).....	53
2.5.3.2 Messung an fcc-Kristallen: Blei und Nickel.....	54
2.5.3.3 hcp-Kristalle.....	60
2.6. Gültigkeitsbereich der Messergebnisse.....	60
2.7 Modellierung des winkelabhängigen Sputter-Yields.....	62
2.7.1 Channeling-Modell nach Lindhard und Onderdelinden.....	62
2.7.2 Planares Chanelling und amorpher Anteil.....	64
2.7.3 Erweitertes Transparenzmodell.....	65
2.8 Vergleich der Modelle mit den experimentellen Daten.....	68
2.8.1 Diskussion der Vorhersagekraft des Onderdelinden-Modells.....	71
2.8.2 Diskussion der Vorhersagekraft des erweiterten Transparenz-Modells.....	74
2.8.3 Vergleich der gemessenen absoluten Yield-Werte mit TRIM-Simulationen.....	76
2.9 Zusammenfassung.....	78
Kapitel 3 Nanostrukturierung von Siliziumnitrid-Membranen. Grundlagen.....	81
3.1 Ideen und Motivation für die Verwendung von SiN-Membranen.....	81
3.2. Siliziumnitrid-Membranen: Herstellung und Eigenschaften.....	83
3.2.1 Herstellung der Membranen.....	83
3.2.2 Eigenspannung und E-Modul der Membranen.....	84
3.3 Veränderung von SiN-Membranen durch Ionenbeschuss.....	89
3.4 Cantilever-Sensoren. Typen und Auslesemethoden.....	91
3.5 Modell: Verbiegung des Cantilevers.....	94
3.5.1 Homogener rechteckiger Biegebalken.....	95
3.5.2 Biegebalken aus mehreren Materialien.....	97
3.5.3 Schaufelartige Cantilever.....	98
Kapitel 4 Nanostrukturierung von Siliziumnitrid-Membranen. Experimente.....	99
4.1 Untersuchung und Präparation von Siliziumnitrid-Membranen.....	99

4.1.1 Überprüfung der Stöchiometrie und Dicke der SiN-Membranen.....	99
4.1.2 Einfluss von Temperatur und Luftfeuchtigkeit auf die SiN-Membranen.....	101
4.1.3 Strahlprofil und Nanoporen.....	102
4.2 Beschichtung von SiN-Membranen (allgemein).....	105
4.2.1 Beschichtung und Bearbeitung von SiN-Membranen für Röntgenholografie...	106
4.2.2 Beschichtungsmaterialien für Cantilever-Sensoren.....	108
4.2.3 Kissenbildung.....	109
4.3 Alternative Methoden zur Strukturieren von SiN-Membranen.....	110
4.4 Membran-Sensoren in Form einer Rolle.....	111
4.5 Membran-Sensoren in Cantilever-Form.....	118
4.5.1 Schaufelartige Cantilever.....	119
4.5.2 Streifenförmige Cantilever.....	124
4.5.3 Alternative Cantilever-Formen und Hängematten.....	125
4.5.4 Zusammenbau der Membranen zu einem Kondensator.....	126
4.6 Messungen an verschiedenen Typen von Cantilevern.....	128
4.6.1 Kapazität und E-Modul eines schaufelförmigen Cantilevers.....	128
4.6.2 Messmethoden für die Cantilever-Auslenkung unter elektrischer Spannung...	129
4.6.3 Auslenkung streifenförmiger Cantilever unter elektrischen Spannung.....	130
4.6.4 Auslenkung der Hängematten und Cantilever anderer Form.....	134
4.7 Zusammenfassung und Ausblick.....	136
Zusammenfassung.....	140
Literaturverzeichnis.....	143
Veröffentlichungen und Konferenzbeiträge.....	170
Anhang.....	172
A1 Herleitung: Auslenkung eines homogenen, rechteckigen Biegebalkens.....	172
A2 Herleitung: Auslenkung eines rechteckigen Biegebalkens aus mehreren Materialien...	173
A3 Herleitung: Auslenkung eines Schaufelcantilevers	174
A4 Auswertung der Messung der Kapazitätsänderung bei einem Schaufel-Cantilever.....	176
A5 Dickenabhängiger Farbverlauf bei der Lichtreflektion einer Si ₃ N ₄ -Schicht auf Si.....	178
Danksagung.....	179

Glossar der Abkürzungen

AE – **A**uger **E**lectrons
AES – **A**tomic **E**mission **S**pectroscopy
AFM – **A**tom **F**orce **M**icroscopy
BB – **B**iegebalken
BSE – **B**ack **S**cattered **E**lectrons
CVD – **C**hemical **V**apor **D**eposition
DSP – **D**igital **S**ignal **P**rocessing
FIB – **F**ocused **I**on **B**eam
FTH – **F**ourier **T**ransform **H**olography
EBSD – **E**lectron **B**ack**S**catter **D**iffraction
EDX – **E**nergy **D**ispersive **X**-ray **S**pectroscopy
IBS – **I**on **B**eam **S**puttering
LIGA – **L**ithographie, **G**alvanik und **A**bformung
LLE – **L**ow **L**oss **E**lectrons
LMIS – **L**iquid **M**etal **I**on **S**ource
LSS – **L**indhard, **S**charff and **S**chiøtt **M**odel
LPCVD – **L**ow-**P**ressure **C**hemical **V**apor **D**eposition
MEMS – **M**icro-**E**lectro-**M**echanical **S**ystems
MRFM – **M**agnetic **R**esonance **F**orce **M**icroscopy
MFM – **M**agnetic **F**orce **M**icroscopy
PECVD – **P**lasma-**E**nhanced **C**hemical **V**apor **D**eposition
PRAL – **P**rojected **R**ange **A**lgorithm
RIE – **R**eactive-**I**on **E**tching
SE – **S**econdary **E**lectrons
SEM – **S**econdary **E**lectron **M**icroscopy
SEMPA – **S**EM with **P**olarization **A**nalyzer
SHIM – **S**canning **H**elium **I**on **M**icroscope
SI – **S**econdary **I**ons
SIM – **S**econdary **I**on **M**icroscopy
SRIM – **S**topping and **R**ange of **I**ons in **M**atter
SY – **S**putter **Y**ield
SEY – **S**econdary **E**lectron **M**icroscopy
STEM – **S**canning **T**ransmission **E**lectron **M**icroscopy
TEM – **T**ransmission **E**lectron **M**icroscopy
TRIM – **T**Ransport of **I**ons in **M**atter
XFEL – **X**-**R**ay **F**ree-**E**lectron **L**aser
XPS – **X**-ray **P**hotoelectron **S**pectroscopy

Einleitung

Der fokussierte Ionenstrahl (engl.: **F**ocused **I**on **B**eam, FIB) hat sich über die letzten Jahre als ein flexibles Werkzeug zur Nanostrukturierung etabliert. Das ist vor allem seiner Eigenschaft zu verdanken, durch direkten lokalen Materialabtrag computergesteuert aus verschiedenen Materialien gewünschte Strukturen herauspräparieren zu können. Der im englischen verwendete Begriff „ion beam milling“, der wörtlich übersetzt Ionenstrahlfräsen bedeutet, macht diese Funktion deutlich. Der Prozess, der diesen lokalen Materialabtrag beschreibt, wird als Ionenstrahlzerstäubung oder auch Sputtern (engl.: sputtering) bezeichnet. Ein hochenergetisches Ion trifft auf die Festkörperoberfläche, dringt ein Stück weit ein und gibt beim Abbremsen Energie an die Atome und Elektronen des Festkörpers ab, so dass diese wiederum mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit aus dem Festkörper herausgeschleudert werden. So lassen sich durch das Sputtern mit fokussierten Ionenstrahlen Mikro- bzw. Nanostrukturen herstellen. Andererseits benötigt man, um den Sputterprozess präzise kontrollieren zu können, Informationen über die Wechselwirkungsmechanismen und -stärken. Letztere können wiederum nur aus Sputterexperimenten gewonnen werden, so dass es iterativ zu einem besseren Verständnis des Vorgangs und zu besserer Beherrschung des Verfahrens kommt.

Sputtern (deutsch: Zerstäuben) als Phänomen wurde vor 160 Jahren bei Gasentladungen als *Kathodenzerstäubung* entdeckt. Als Erster berichtete W. R. Grove im Jahre 1852, dass sich die Kathode einer Glimmentladung in einer evakuierten Glasröhre nach längerem Betrieb auflöste, wobei sich gleichzeitig in Kathodennähe ein Belag auf dem Glas bildete [Grov52]. Schon 25 Jahre später bekam der an sich unerwünschte Prozess der Kathodenzerstäubung bereits seine erste nützliche Anwendung – er wurde zur Beschichtung von Spiegeln verwendet [Wrig77]. Diese Anwendung des Sputterns zur Schichtherstellung ist heute immer noch sehr weit verbreitet. Es dauerte 50 Jahre, bis der Sputter-Prozess grundsätzlich verstanden wurde und weitere 50 Jahre, bis erste quantitative Beschreibungen zustande kamen. Das Interesse am Sputtern ist seitdem stark gewachsen, und es wurde ihm sehr viel Aufmerksamkeit in der Literatur gewidmet. A. Oliva berichtet, dass zwischen 1967 und 1987, also innerhalb von zwanzig Jahren, 16 000 Artikel und Abstracts zu dem Thema publiziert wurden [Oliv89]! Seitdem sind weitere fünfundzwanzig Jahre vergangen und die Physik des Sputterns hat sich als vielseitig und facettenreich erwiesen. Im Jahre 2012 nennt das Portal „Web of Science“ 75 000 Publikationen, die in Bezug auf den Oberbegriff „Sputtern“ relevant sind [Sigm12]. Etwa ein Drittel dieser Publikation steht im Zusammenhang mit Sputtern mittels fokussierter Ionenstrahlen.

Fokussierte Ionenstrahlen stellen seit inzwischen vier Jahrzehnten ein vielseitiges Werkzeug zur Materialbearbeitung an Oberflächen dar. Während dieser Zeit entstanden laufend neue Möglichkeiten und Einsatzgebiete für FIB – angefangen mit der gezielten und lokalisierten

Ionenimplantation in Festkörpern und der Fehleranalyse an integrierten Schaltkreisen in der Halbleiterindustrie, über die lokale Abscheidung von (auch leitfähigen) Filmen aus gasförmigen Vorläufersubstanzen, über Lithografiemaskenherstellung und -reparatur, bis hin zur Materialanalyse mittels Sekundärionenmassenspektroskopie und der modernen physikalischen Grundlagenforschung.

Die Herstellung von Mikro- und Nanostrukturen mittels FIB ist in der letzten Dekade populär geworden, sowohl in der Forschung als auch in der Produktion, denn eine FIB-Anlage erlaubt die unmittelbare Kontrolle aller einzelnen Herstellungsschritte (insbesondere bei Dual-Beam FIB-Anlagen mit integrierter SEM-Säule) bis hin zur *in situ* Modifikation während der Strukturierung. Sie kann alternativ zu Fotolithografie [Smit86], Nano-Imprint-Stempeln [Zank04] oder Lasermaterialbearbeitung [Boot04] als Herstellungsmethode für 3D-Mikro- und Nanostrukturen genutzt werden. Dabei gibt es fast keine Begrenzungen bei der Auswahl der bearbeiteten Materialien. Als serielle und damit langsame Technik eignet sich FIB allerdings nur sehr eingeschränkt für die direkte Massenproduktion (z.B. Trimmung der Leseköpfe von Festplatten [Litv02]).

Trotz der langjährigen Forschung und Weiterentwicklung hat die Strukturierung mittels FIB immer noch ihre nicht trivialen Seiten. Eine davon ist die Kontrolle des abgetragenen Volumens bzw. der Abtragstiefe bei der Herstellung dreidimensionaler Strukturen. Bis jetzt beinhalten bzw. benutzen die existierenden automatischen Steuereinheiten (Computer & Software) bekannte und konstante Sputter-Raten, typischerweise tabellierte Mittelwerte, aus denen Sputter-Zeiten und -Dosen berechnet werden. Die so erzielten Ergebnisse können sehr stark vom Ziel abweichen und erfordern daher gegebenenfalls eine aufwändige Rekalibrierung der aufgebrauchten Ionendosis am Objekt.

Für eine Reihe von nicht- oder halbleitenden Materialien sind experimentell ermittelte Abtragsraten¹ bekannt [Lugs02, Adam03,06, Horv07]. Außerdem wurden für ein breiteres Spektrum von Materialien Abtragsraten oder der *Sputter-Yield* mittels Monte Carlo-Simulation berechnet [Zieg12]. Dabei wird aber angenommen, dass das jeweilige Targetmaterial amorph ist, also eine zufällige Anordnung der Atome hat, und die Einflüsse der Nachbaratome werden vernachlässigt. Es wurde beachtet, dass eine geneigte Targetoberfläche zu einem höheren Sputter-Yield führt [Xu92, Sant97]. Auf diese Weise erhaltene Daten berücksichtigen jedoch nicht, dass die Abtragsraten bei Einkristallen und in den einzelnen Kristalliten von polykristallinen Materialien auch mit dem Winkel zwischen der Flugrichtung der Ionen und der Orientierung des Kristallgitters variieren. Daher sind Ergebnisse, die für kristalline Targets ohne Berücksichtigung der Kristallorientierung gewonnen wurden, nur eingeschränkt brauchbar. Daraus lässt sich unmittelbar der akute Bedarf ableiten, die fehlenden Informationen experimentell zu finden und zur Verfügung zu stellen. Darüber hinaus ist es wünschenswert, zu einer modellmäßigen, vorhersagekräftigen Beschreibung des orientierungsabhängigen Sputter-Yields zu gelangen. Die Kenntnis des

¹ Leider gibt es darunter auch Messreihen mit vielen grob falschen Ergebnissen [Lesl94], die z.B. im Lehrbuch von [Orlo03] reproduziert wurden.

Sputter-Yields für variable Einfallswinkel für gängige Materialien kann einen weiteren Impuls in Richtung Neuentwicklung und Miniaturisierung der mit FIB hergestellten Objekte geben. Dies motivierte den ersten Teil der vorliegenden Arbeit.

Trotz oder gerade wegen ihrer hohen Reife ist die Ionenstrahltechnik immer noch in der Lage neue Gebiete der Festkörperphysik und angrenzender Disziplinen zu eröffnen oder neue alternative Methoden ausprobieren und entwickeln [Ronn03]. So ist der zweite Teil dieser Arbeit motiviert durch das Bestreben, zwei- und sogar dreidimensionale Cantilever aus dünnen SiN-Membranen mittels FIB herzustellen und somit einen Beitrag im Bereich der mikroelektromechanischen Systeme (MEMS) zu leisten.

MEMS erleben seit Anfang der 1980er Jahre ein stetiges Wachstum und haben sich in vielen Branchen durchgesetzt. Der Einsatz solcher Mikrosysteme ist überall dort denkbar und sinnvoll, wo Sensoren/Aktoren und Elektronik zusammenarbeiten. Mikroventile und Mikropumpen werden z.B. im biomolekularen und medizinischen Bereichen eingesetzt, finden aber zunehmend auch im verfahrenstechnischen Bereich der Feinstdosierung von Flüssigkeiten und Lösungen (Mikrofluidik) Verwendung. Cantilever kommen zum Einsatz in Chemie und Umwelttechnik, bei Rasterkraftmikroskopie (AFM), Magnetkraftmikroskopie (MFM) und Magnetometrie. Weitere Anwendungsgebiete der MEMS-Technologie im Alltag sind z.B. miniaturisierte Mikrofone für den Einsatz in Handys, bewegliche Mikrospiegel für Beamer, Sensorik für Raumklimaüberwachung. Auch Produkte aus den Bereichen Sicherheitstechnik, Sport, Biowissenschaften und Logistik können mit Hilfe von Mikrosystemen vielseitiger, einfacher, intelligenter, kleiner und leistungsfähiger werden. Es besteht ein großes, andauerndes Interesse an einer MEMS-basierten 3D-Technologie, um Sensoren zu produzieren oder Sensorkomponenten miteinander zu verbinden [Glüc05, weitere Referenzen in Unterkapitel 3.5].

Die Mikrosystemtechnik bedient sich seit ihrem Anbeginn der Methoden und Verfahren der Halbleitertechnik, was die Verwendung von Silizium nahe legt. Viele Komponenten im Bereich der MEMS werden durch Nassätzen aus Silizium hergestellt [Midd89, Völk06]. Das Verfahren ist fest etabliert, bringt aber Beschränkungen bei der Wahl der Form der geätzten Objekte mit sich. In Hinblick auf andere Herstellungsmethoden erscheint die Strukturierung mittels FIB mit seiner Auflösung von ~ 5 nm als eine sehr attraktive und spannende Alternative. Prinzipiell ist es mit einem dafür geeigneten Positioniertisch sogar möglich, überhängende Strukturen zu erzeugen. Silizium ist sehr gut erforscht und lässt sich durch Dotierung kontrolliert modifizieren, ist aber relativ spröde, oxidiert leicht und verbrennt bei hohen Temperaturen. Daher werden für spezielle Anwendungen alternative Materialien entwickelt und erprobt. Dies wird begleitet von einem kontinuierlichen Bedarf an besserem Verständnis ihrer mechanischen Eigenschaften, wie z.B. Elastizitätsmodul und Bruchfestigkeit. So entstehen in diesem Zusammenhang gleichzeitig ein riesiges Spielfeld für Materialforschung und viele Möglichkeiten, Materialien und Technologien zu kombinieren. Schon eine einzige dieser Kombinationen – FIB und Siliziumnitrid mit seiner thermischen und mechanischen Stabilität, sowie Beständigkeit gegen Chemikalien – bietet mehr als genug Stoff für den zweiten Teil dieser Arbeit.

Die vorliegende Arbeit hat einen ausgeprägt experimentellen Charakter und besteht aus zwei relativ unabhängigen Teilen, die aber durch das gemeinsame Werkzeug (FIB) und das Thema der Wechselwirkung des Ionenstrahls mit dem Festkörper doch eng miteinander verbunden sind.

Das erste Kapitel beinhaltet einen Überblick über die Beschreibung der Wechselwirkung von schnellen Ionen mit dem Festkörper. Da dies ein sehr umfangreiches Gebiet ist, war es nur möglich, die für das Verständnis der weiteren experimentellen Ergebnisse nötigsten Definitionen und Zusammenhänge zu erläutern. Darunter ist der Sputter-Yield der wichtigste Begriff. Ein Unterkapitel beschreibt das Konzept, das hinter der Simulation linearer Kaskaden (SRIM) steht; so wird zugleich die Betrachtung für amorphes Material zusammenfasst. Im Weiteren werden kristalline Festkörper betrachtet, und der Begriff *Channeling* (deutsch: Kanalisierung) eingeführt. Der Übergang von einer linearen Stoßkaskade zu einer nichtlinearen Wechselwirkung hunderter oder tausender Atome bei Temperatur-Spikes und Molekulardynamik-Simulationen wird vorgestellt. Es folgt die Definition des *Sekundärelektronen-Yields* (Sekundärelektronenausbeute), und zuletzt wird die Funktionsweise der Ionensäule und des Strukturierens mit dem FIB beschrieben.

Das Kapitel 2 beschäftigt sich mit dem ersten Teil der experimentellen Ergebnisse dieser Arbeit. Es wird eine neu entwickelte Methodik und Apparatur für quantitative winkelabhängige Messung des Sputter-Yields vorgestellt. Dabei ergibt sich auch die Möglichkeit, die Sekundärelektronenausbeute winkelabhängig zu bestimmen. Es folgen die Diskussion der Messergebnisse sowie der Vergleich mit zwei Modellen: einem erweiterten Transparenz-Modell und dem Modell nach Onderdelinden [Onde66]. Darüber hinaus werden komplexe Phasenübergänge im Blei-Gallium Legierungssystem untersucht. Das Kapitel endet mit einer Zusammenfassung dieses Teils der Arbeit.

Kapitel 3 bereitet auf den zweiten experimentellen Teil dieser Arbeit vor, es beginnt mit der Motivation für die Anwendung von Siliziumnitrid-Membranen und des fokussierten Ionenstrahls für die Herstellung von Mikrosensoren. Herstellung und Eigenschaften der Siliziumnitrid-Membranen werden erkundet, und es wird ein Überblick über Typen und Funktionsweisen der Cantilever-Sensoren gegeben. Außerdem wird ein analytisches Modell für die Verbiegung von Cantilevern vorgestellt.

Kapitel 4 ist das zweite experimentelle Kapitel. Es widmet sich folgenden Themen (entsprechend der Aufteilung des Kapitels): 1) Eigenschaften der SiN-Membranen und ihr Verhalten unter Ionenbeschuss; 2) Präparation und Anwendung der Membranen als Cantilevermaterial und für die Verwendung als Masken bei der Röntgenholografie; 3) Laserstrukturierung von SiN-Membranen; 4) Strukturieren von Membran-Sensoren in Form einer Rolle; 5) Strukturierung unterschiedlicher Mikrocantilever-Typen; 6) Vermessung des Verhaltens der Cantilever und Vergleich mit dem oben erwähnten analytischen Modell. Eine Zusammenfassung und ein Ausblick schließen auch dieses Kapitel ab.

Die Arbeit schließt mit einer Gesamtzusammenfassung, in der das Gemeinsame der Ergebnisse der beiden experimentellen Teile der Arbeit herausgearbeitet wird.

Kapitel 1

Grundlagen

Die Vielseitigkeit der FIB Anwendungen – Sputtern, Abbilden, Deponieren von Material – hängt fest zusammen mit der Natur des Ionenstrahls und seiner Wechselwirkung mit dem Festkörper. Sputtern mit fokussiertem Ionenstrahl erlaubt es, Oberflächenschichten nahezu auf atomarer Skala zu entfernen. Beim Abbilden mit Galliumionen bei 30 keV kann eine laterale Auflösung von 3 nm erreicht werden. Mit den neu entwickelten Heliumionen-Mikroskopen sind bei dieser Energie Sub-Nanometer-Auflösungen möglich, die selbst leistungsstärkste Rasterelektronenmikroskope übertreffen [Morg06, Bell09]. Auf der anderen Seite wird das Sputtern eines Targets im großtechnischen Maßstab sowie im Labor verwendet, um auf verschiedenste Substrate dünne Schichten aufzubringen. Dieses Kapitel erläutert einerseits einige Begriffe und Zusammenhänge, die für das Verständnis des Prozesses des Sputterns relevant sind, außerdem wird im letzten Teil des Kapitels (Abschnitt 1.10) die Funktionsweise der in dieser Arbeit eingesetzten FIB-Anlage „Seiko SMI-8300“ zusammengefasst.

1.1 Wechselwirkung von Ionen mit Materie beim Sputtern

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen des **physikalischen Sputterns**¹, die Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper und ihre Bedeutung für das FIB-Instrument beschrieben. Der Begriff „Sputtern“ bezeichnet das Herauslösen von Atomen aus einem Festkörper durch den Beschuss mit Atomen, Ionen oder Molekülen. In der Praxis wird hauptsächlich das Ionensputtern verwendet, wobei die Ionen physikalisch – durch eine Kaskade elastischer und inelastischer Stöße – sputternd wirken.

Das ins Target eindringende Ion verursacht Energie- und Impulsübertrag auf Targetatome: Wenn sie genügend Energie erhalten um die Festkörperbindungsenergie zu überwinden, können getroffene Target-Teilchen aus dem Target herausgeschlagen werden. Das einfallende Ion wird – je nach seiner anfänglichen kinetischen Energie, den Target-Materialeigenschaften und der konkreten Stoßkaskade – entweder von der Targetoberfläche zurückgestreut oder in der Tiefe R_p implantiert. Abbildung 1.1 zeigt schematisch eine mögliche Wechselwirkung zwischen Ion und Festkörper [Gian05]. Dargestellt ist die sich ändernde Bewegungsrichtung des Ions (dicke Pfeile), wobei bei jeder Richtungsänderung ein Atom des Festkörpers durch Stoß in Bewegung versetzt wird (dünne Pfeile). Die getroffenen Atome stoßen mit weiteren Atomen und/oder überwinden bei geeigneter Bewegungsrichtung und -Energie die Oberfläche

¹Man unterscheidet chemisches und physikalisches Sputtern. Beim chemischen Sputtern verändert sich die Targetoberfläche in Folge chemischer Reaktionen der einfallenden Ionen mit Targetatomen [Orlo03].

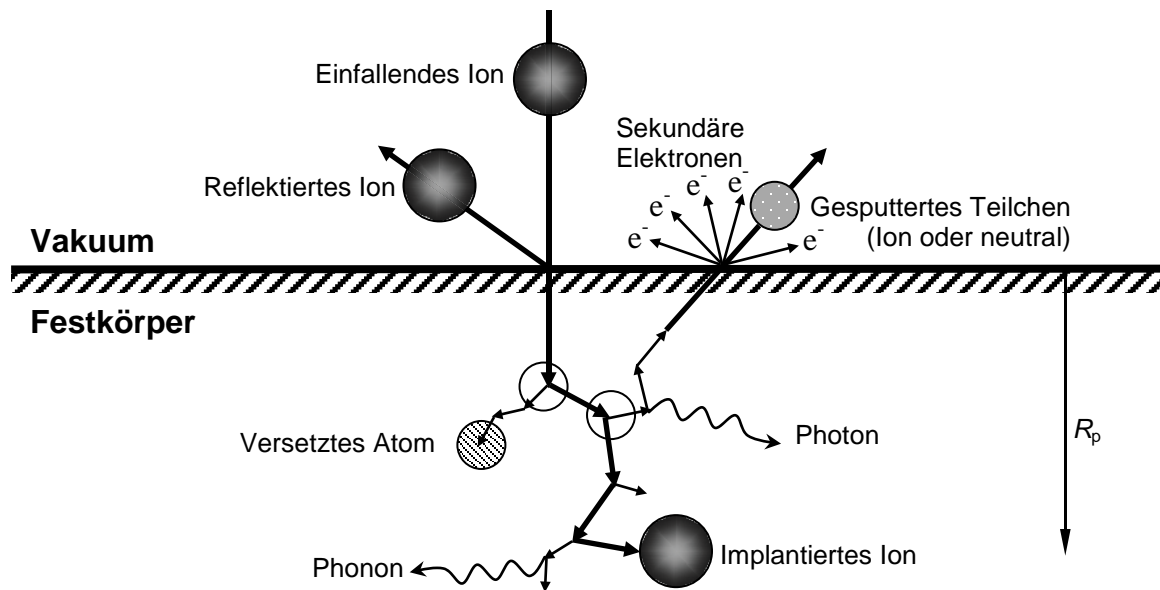


Abbildung 1.1: Diagramm für den Sputter-Prozess und für die Wechselwirkung zwischen Ion und Festkörper. Der wichtigste Prozess ist die Befreiung von Targetatomen aus der Probe (Sputtern). Dabei werden Elektronen ausgelöst, was die gleichzeitige Abbildung der Targetoberfläche ermöglicht. Die mittlere Reichweite R_p ist ~ 50 nm für 30 keV Ga⁺-Ionen. (Skizze in Anlehnung an [Pren99]).

des Festkörpers als zerstäubte Atome oder Ionen. Außerdem werden durch diese Prozesse sogenannte sekundäre Elektronen (SE) aus dem Festkörper befreit. Generell erfolgt die Abbremsung des einfliegenden Ions durch zwei Prozesse:

- nuklearen Energieverlust (engl.: nuclear stopping) – erfolgt bei Ionenergien < 1 MeV durch elastische Coulomb-Wechselwirkung mit Atomen, wobei das Ion Atome aus ihren Plätzen herausschlägt, so dass sie sich durch den Festkörper bewegen. Dabei kommt es zu weiteren Stößen, und Teilchen werden aus der Targetoberfläche emittiert [Sigm69].
- elektronischen Energieverlust (engl.: electronic stopping), welcher durch Wechselwirkung des Ions mit den Elektronen des Festkörpers stattfindet.

Die Wirkung beider Prozesse kann als gleichzeitig aber voneinander unabhängig betrachtet werden [Brod11]. Wenn das eindringende Ion der Energie E_0 in der Reichweite R_p stoppt, gilt:

$$E_0 = \Delta E_n(R_p) + \Delta E_e(R_p), \quad (1.1)$$

wobei $\Delta E_n(R_p)$ und $\Delta E_e(R_p)$ die gesamten nuklearen bzw. elektronischen Energieverluste sind. R_p ist die mittlere, auf die Oberflächennormale projizierte Reichweite, d.h. der Mittelwert der stochastischen projizierten Reichweiten, deren Verteilung sich durch eine Gauß-Verteilung annähern lässt.

Die Natur der Stoßkaskade ist durch die Energie E_0 des einfallenden Ions, durch das Verhältnis M_t/M_i aus Targetatom- und Ionenmasse sowie durch die Kernladungszahlen Z_t und Z_i definiert. Man unterscheidet drei Formen von Stoßkaskaden:

- Bei Form I (engl.: knock-on regime) ist die Ionenmasse viel kleiner als die Masse eines Targetatoms, $M_i \ll M_t$, oder die Ionenenergie E_0 ist so klein, dass die vom Ion getroffenen Atome nicht genügend Energie erhalten, um eine Stoßkaskade zu erzeugen – die Zerstäubung ist minimal.
- Bei Form II (engl.: linear cascade regime) mit mittlerer Ionenenergie und vergleichbaren Ionen- und Atommassen $M_t \approx M_i$ erhalten gestoßene Atome genügend Energie und erzeugen eine lineare Kaskade. Die Anzahldichte der sich bewegenden Atome ist aber noch so gering, dass Stöße zwischen bewegten Atomen vernachlässigbar sind.
- Bei Form III (engl.: spike regime) ist das Ion massereich und/oder die Ionenenergie E_0 ist sehr groß, so dass im getroffenen Volumen die Mehrzahl der Atome in Bewegung versetzt wird. Dabei entstehen Temperaturspikes, das getroffene Volumen schmilzt kurzzeitig, und es kann sogar Mikroexplosionen geben.

Typische FIB-Prozesse haben die Form II: amorphe oder polykristalline Proben werden mit auf 30 keV beschleunigten Ga^+ -Ionen bestrahlt, welche die Geschwindigkeit 288 km/s haben. Das heißt, ihre Energie pro Masseneinheit, E_0/A , ist < 1 keV/u, bzw. ihre Geschwindigkeit ist deutlich kleiner als die Bohr-Geschwindigkeit² $v_0 = 2188$ km/s. Es dominiert der nukleare Energieverlust – $\Delta E_n(R_p) \approx E_0$ [Orlo03]. Richtungsänderungen der Atome/Ionen erfolgen in diesem Fall durch die Coulomb-Abstoßung der positiven Atomkerne, die je nach der Energie des Ions mehr oder weniger abgeschirmt sind. Der elektronische Energieverlust für 30 keV Ga^+ -Ionen hat z.B. in Eisen-Targets einen Anteil von weniger als 8% am Energieverlust des Ions [Brod11]. Deswegen wird bei theoretischen Beschreibungen sowie Simulationen der inelastische Energieverlust oft vernachlässigt. In der Wirklichkeit praktischer Experimente gibt es beides, elastische und inelastische Stöße des Ions. Inelastische Stöße führen zur Erzeugung von Photonen und Plasmonen (in Metallen) und zur Emission von Sekundärelektronen. Letztere bilden wegen ihrer großen Zahl und der einfachen Detektierbarkeit einen wichtigen Aspekt für FIB-Anwendungen. Teilchen, die den gesputterten Festkörper verlassen – sekundäre Ionen/Atome und sekundäre Elektronen – tragen Information über das Target und können für verschiedene Arten von Abbildung (SIM, SEM) oder für Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) gesammelt werden. Gleichzeitig werden durch FIB-Bestrahlung Mikro- oder Nanostrukturen erzeugt.

Ionen, die nicht zurückgestreut werden, werden im Target implantiert – zumeist in einer Tiefe, die ihrer Reichweite im Target entspricht. Wenn das Target bis zu dieser Tiefe gesputtert wird, befindet sich die Schicht mit der höchsten Implantationsdichte an der Oberfläche. Da hier sowohl das Targetmaterial als auch die implantierten Ionen zerstäubt werden, bildet sich ein Gleichgewicht aus, bei dem die Zahl der neu implantierten Ionen ebenso groß ist wie die Zahl der wieder abgetragenen Ionen. Diese Begrenzung der Implantations-Konzentration ist spezifisch für die jeweilige Kombination von Ion und Target.

² Im Bohrschen Atommodell hat das Elektron des H-Atoms die Geschwindigkeit: $v = \frac{1}{n} \cdot \frac{e^2}{2h\epsilon_0} = \frac{1}{n} \cdot 2,19 \cdot 10^6 \text{ ms}^{-1}$.

1.2 Sputter-Yield

Unter Teilchenbeschuss werden Festkörperoberflächen abgetragen. Alle massiven Teilchen können zum Abtrag bei verschiedenen Materialien führen. Die Effektivität des Materialabtrags wird durch die *Sputter-Rate* oder durch den *Sputter-Yield* charakterisiert. Diese Größen hängen von Typ und Zustand des Materials ab, im Besonderen von Struktur und Zusammensetzung der Materialoberfläche sowie von den Eigenschaften der einfliegenden Teilchen und der experimentellen Geometrie.

Der **Sputter-Yield** Y ist definiert als die Anzahl der abgetragenen Targetatome pro eintreffendem Teilchen. Im Falle eines Gallium-Ionenstrahls ist der Sputter-Yield also das Verhältnis aus der Anzahl N_{Target} der Targetatome, die von Galliumionen abgetragen werden, zu der Zahl N_{Ga^+} der einfallenden Ionen:

$$Y = \frac{N_{\text{Target}}}{N_{\text{Ga}^+}} = \frac{e}{D \cdot A} \cdot \frac{\rho \cdot V}{m_t} = \frac{e}{D \cdot A} \cdot \frac{n_t \cdot V}{1} = \frac{n_t \cdot e \cdot h}{D} \quad (1.2)$$

Hier sind V und ρ Volumen und Dichte des abgetragenen Materials, A die bestrahlte Fläche, D die Ionendosis pro Fläche, n_t und m_t Anzahldichte und (mittlere) Masse der Targetatome, e die Elementarladung, h die Tiefe des abgetragenen Volumens. Für FIB-Anwendungen ist es auch üblich, den *Sputter-Yield* Y^* *pro einfliegender Ladung* Q anzugeben:

$$Y^* = \frac{e}{D \cdot A} \cdot \frac{n_t \cdot V}{1} = \frac{e \cdot n_t \cdot V}{Q} \quad (1.3)$$

Ebenfalls üblich ist es, die *Sputter-Rate* R anzugeben – das ist das Targetvolumen V , das je Ladung Q abgetragen wird. R hängt in folgender Weise mit dem Sputter-Yield zusammen:

$$R = \frac{V}{Q} = \frac{Y \cdot e \cdot m_t}{\rho} \quad (1.4)$$

Der Sputter-Yield (im keV-Bereich) liegt normalerweise zwischen 1 und 50 Atomen pro Ion. Er hängt von vielen Größen ab, z.B. von den **Massen** des Ions und der Targetatome, von der **Temperatur** des Targets oder von der **Ionen-Flussdichte**. Im Folgenden werden weitere Abhängigkeiten des Sputter-Yields aufgelistet und erläutert.

Für alle Target-Materialien hängt der Sputter-Yield **vom Einfallswinkel** α zwischen dem Ionenstrahl und der Oberflächennormale ab. Zwischen senkrechtem Einfall ($\alpha = 0^\circ$) und dem

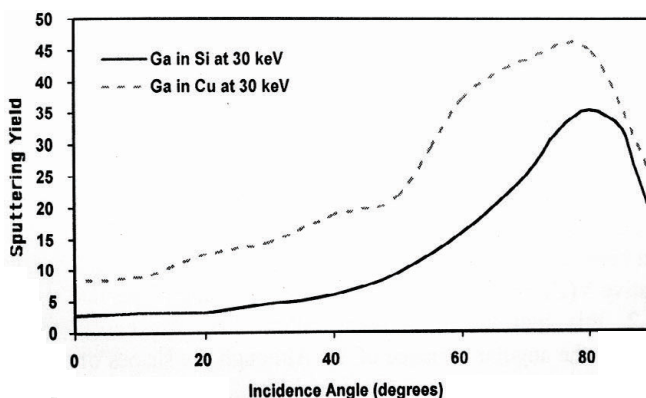
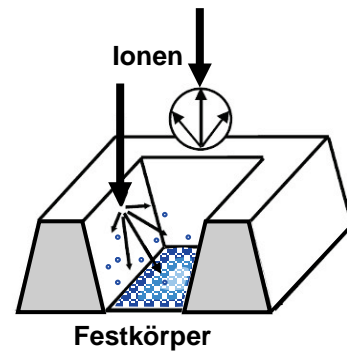


Abbildung 1.2: Winkelabhängiger Sputter-Yield in polykristallinem Silizium bzw. Kupfer [Gian05].

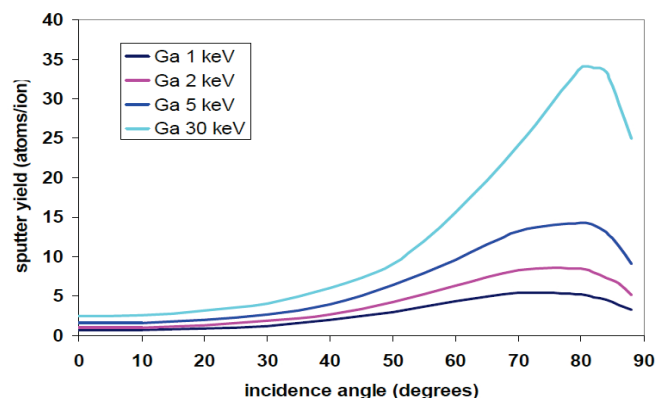
Abbildung 1.3: Schematische Darstellung des Sputterns eines Grabens mit einem „single scan“. Beim Sputtern entstehen unerwünscht schräge Wände, an denen ein erhöhter Sputter-Yield auftritt. In blau ist der Effekt der Redeposition dargestellt.



Einfallswinkel $\alpha \approx 80^\circ$ erhöht er sich um eine Größenordnung. Mashkova et al. fanden experimentell [Mash64], dass der Sputter-Yield polykristalliner oder amorpher Targets für $\alpha < 75^\circ$ grob umgekehrt proportional zum Kosinus des Einfallswinkels α ist: $Y \propto 1/\cos\alpha$. Der Sputter-Yield nimmt mit dem Einfallswinkel zu, denn je schräger die Ionen in das Target einfliegen, desto mehr Energie deponieren sie nahe der Oberfläche. Ab dem Einfallswinkel $\alpha \approx 80^\circ$ sinkt der Sputter-Yield wieder ab, und die Beschädigung der Oberfläche nimmt ab, denn bei streifendem Einfall werden die meisten Ionen reflektiert.² Abbildung 1.2 zeigt die Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields an den Beispielen von polykristallinem Silizium und Kupfer. Entsprechende Winkelabhängigkeiten für andere amorphe oder polykristalline Materialien und auch andere Projektile findet man in [Xu92, Ishi94, Sant97, Pren98, Pren03, Gian05, Wei09].

Aus der Abhängigkeit vom Einfallswinkel resultiert eine Abhängigkeit des Sputter-Yields von den *experimentellen Bedingungen*. Wird der fokussierte Ionenstrahl nur langsam bewegt, so bohrt er tiefe V-förmige Gräben in das Material. Die Ränder dieser Gräben haben schräge Seiten, deshalb treffen die folgenden Ionen nicht mehr senkrecht auf die lokale Oberfläche und es resultiert ein erhöhter Sputter-Yield (siehe Abb. 1.3 und Abb. 2.4). Anders ist es beim schnellen und vielfachen Rastern über die Targetoberfläche. Der Ionenstrahl trifft immer senkrecht auf die Targetoberfläche und daraus resultiert ein kleinerer Sputter-Yield. Gleichzeitig verkleinert *Redeposition* des abgetragenen Materials den Sputter-Yield. Beim nächsten Scan-Durchgang muss zunächst das redeponierte Material abgetragen werden. Im Falle von nicht tiefen Strukturen können sich diese zwei Effekte kompensieren, und der Sputter-Yield entspricht dem unter senkrechten Ioneneinfall [Tsen04].

Abbildung 1.4: Abhängigkeit des Sputter-Yields von Einfallswinkel und Ionenenergie für Ga⁺-Ionen [Gian11].



² Beim FIB-Strukturieren wird der Einfallswinkel $\alpha \approx 89^\circ$ Glanzwinkel genannt und routinemäßig für die Präparation von Proben mit sehr glatter Oberfläche benutzt.

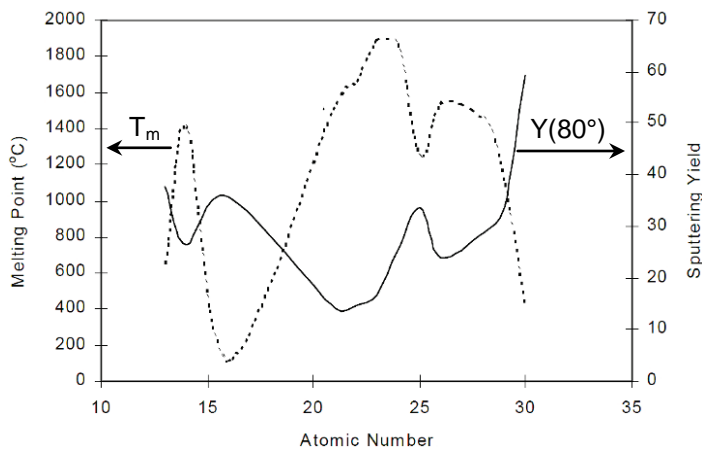


Abbildung 1.5: Antikorrelation zwischen dem Sputter-Yield Y bei einem Einfallswinkel von $\alpha = 80^\circ$ und der Schmelztemperatur T_m des Targets für Elemente mit $13 \leq Z \leq 30$ und einen 25 keV Ga^+ -Strahl (Yield modelliert mit TRIM'97) [Gian05].

Der Sputter-Yield hängt außerdem von der **Energie E_0** der einfallenden Ionen ab, wie in Abbildung 1.4 zu erkennen ist. Beim Sputtern mit Ga-Ionen steigt Y oberhalb 30 keV materialabhängig nur noch gering an oder sättigt (z.B. bei Si). Dies ist der Grund, warum die meisten kommerziellen FIB-Maschinen mit Strahlenergien zwischen 10 und 30 keV arbeiten. Der Sputter-Yield hängt von der **Schmelztemperatur T_m** ab welche mit der **atomaren Kernladungszahl Z** des Targetmaterials variiert. Diese Abhängigkeiten sind in Abbildung 1.5 für den Einfallswinkel $\alpha = 80^\circ$ dargestellt [Gian05]. Der Sputter-Yield ist umso kleiner, je höher die Schmelztemperatur ist, da die Schmelztemperatur proportional ist zur Bindungsenergie je Atom im Kristall. Je stärker die Atome an den Kristall gebunden sind, desto schwieriger ist es, sie aus dem Festkörper herauszulösen.

Für nicht amorphe, d.h. für kristalline Target-Materialien hängt der Sputter-Yield auch vom **Winkel zwischen dem Ionenstrahl und der Orientierung des Kristallgitters** ab. Wie die Kristallstruktur den Sputter-Yield winkelabhängig beeinflusst, wird in Abschnitt 1.6 „Channeling“ erläutert.

1.3 Interatomares Potential, Streuprozesse und nuklearer Energieverlust

Die Wahrscheinlichkeit eines Stoßes zwischen Ion und Atom und viele wichtige physikalische Phänomene wie Schmelztemperatur, Elastizitätsmodul und Härte werden durch das *interatomare Potential $V(r)$* des jeweiligen konkreten Ion-Target-Systems beschrieben. Normalerweise ist die Kenntnis der präzisen Form des interatomaren Potentials nicht nötig und wäre sogar zu komplex in der Anwendung. Es wurden mehrere analytische Modelle entwickelt, eins der wichtigsten ist das Lennard-Jones Potential, das sich gut zur Modellierung fester und flüssiger Körper eignet:

$$V(r) = \varepsilon_b \cdot \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right]. \quad (1.5)$$

Dabei ist der Abstand der Atome vergleichbar groß wie der Gleichgewichtsabstand $1,12 \cdot r_0$ (typisch 0,25 nm), bei dem die Potentialmulde ihre maximale Tiefe $\varepsilon_b/4$ aufweist: $V(r = 1,12 \cdot r_0) = -\varepsilon_b/4$. Das ε_b ist proportional zur Bindungsenergie des Festkörpers. Der erste Term im Lennard-Jones-Potential entspricht einer kurzreichweitigen abstoßenden Kraft und

dominiert für Abstände kleiner als r_0 . Für $r \gg r_0$ dominiert der fernwirkende anziehende Term, der die relativ schwachen Van-der-Waals-Kräfte bzw. eine Dipol-Dipol-Wechselwirkung darstellt.

Trifft ein schnelles Ion auf einen Festkörper, so nähert es sich einigen Atomen auf Abstände $r \ll r_0$ an. Für diesen Fall erfordert die Berechnung des Energie- und Impulsübertrags eine genauere Modellierung des abstoßenden Anteils des interatomaren Potentials als sie das Lennard-Jones-Potential bietet. Nähert sich das Ion einem Targetatom so weit an, dass der Abstand r der Atomkerne viel kleiner ist als der *Bohrsche Radius* $a_0 = \hbar^2 / m_e e^2 = 0,529 \text{ \AA}$, $r \ll a_0$, so werden die positiven Ladungen der Atomkerne nicht mehr von Elektronen abgeschirmt. Es dominiert dann das Coulomb-Potential

$$V(r) = \frac{Z_i \cdot Z_t \cdot e^2}{4\pi\epsilon_0 \cdot r}. \quad (1.6)$$

Dabei sind Z_i und Z_t die Kernladungszahlen des Ions und eines Targetatoms, e ist die Elementarladung, $\epsilon_0 = 8,8544 \cdot 10^{-12} \text{ As/Vm}$. Bei mittlerem Abstand, $a_0 < r \leq r_0$, trägt neben der Coulomb-Abstoßung der Atomkerne auch der Überlapp der Elektronenhüllen von Atom und Ion aufgrund des Pauli-Prinzips zur Abstoßung bei, denn das Pauli-Prinzip zwingt die überlappenden Elektronen in energiereichere Zustände. Andererseits schirmt die atomare Elektronenhülle die positiven Kernladungen ab und reduziert so das Coulomb-Potential. Um die Ion-Atom-Wechselwirkung für alle Abstände r zu modellieren, wird daher im Rahmen der Sputter-Theorien ein abgeschirmtes Coulomb-Potential benutzt. Dafür wird in Gleichung (1.6) die *Abschirmungs-Funktion* $\chi(r)$ ergänzt, die das Verhältnis des interatomaren Potentials zum Coulomb-Potential angibt:

$$V(r) = \chi(r) \cdot \frac{Z_i \cdot Z_t \cdot e^2}{4\pi\epsilon_0 \cdot r}. \quad (1.7)$$

Mit zunehmendem r nimmt auch die Abschirmung zu. Für große Abstände r geht $\chi(r) \rightarrow 0$, für $r \rightarrow 0$ geht $\chi(r) \rightarrow 1$. Das bedeutet, dass $V(r)$ stärker als $\propto r^{-1}$ abfällt.

Die üblichen Abschätzungen der Abschirmungsfunktion im Bereich $a_0 < r \leq r_0$ basieren auf dem Thomas-Fermi-Modell. Es beschreibt die Elektronen des Festkörpers als ein ideales Gas aus Teilchen der Energie E . Sie unterliegen der Fermi-Dirac-Statistik und füllen das Potential rund um ein Atom bis zur Fermi-Energie aus. Geht man von einem Atom mit vielen Elektronen aus (Kernladungszahl $Z \gg 1$), so ergibt sich im Abstand r vom Atomkern die Elektronendichte [Nast96]:

$$\rho(r) = \frac{(2m_e)^{3/2}}{3\pi^2 \hbar^3} [-V(r)]^{3/2}. \quad (1.8)$$

Dabei ist $\hbar = h/2\pi$ mit dem Planckschen Wirkungsquantum $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$. Das Potential, das sich durch diese Ladungsdichte und die Ladung des Atomkerns ergibt, muss mit $V(r)$ identisch sein. Folglich müssen $e \cdot \rho$ und das elektrostatische Potential $-V(r)/e$ die Poisson-Gleichung erfüllen:

$$-\frac{1}{e} \bar{\nabla}^2 V(r) = \frac{e \cdot \rho(r)}{\epsilon_0}. \quad (1.9)$$

Diese Gleichung muss für $\rho(r)$ und $V(r)$ gelöst werden. Man macht den Ansatz $V(r) = -\chi(r) \cdot Z \cdot e^2 / r$, wobei $\chi(r)$ die oben genannten Randbedingungen erfüllen muss. Außerdem führt man einen Variablenwechsel durch

$$x = \frac{r}{a_{TF}}, \quad (1.10)$$

wobei a_{TF} die *Thomas-Fermi Abschirmungslänge* ist:

$$a_{TF} = \frac{1}{2} \left(\frac{3\pi}{4} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \frac{\hbar^2}{m_e e^2 \cdot \sqrt[3]{Z}} = \frac{0,885 \cdot a_0}{\sqrt[3]{Z}}. \quad (1.11)$$

Sie gibt an, innerhalb welcher räumlichen Distanz der Abfall von χ erfolgt, bzw. der Abfall von $\chi(r)$ skaliert mit a_{TF} . Einsetzen von Gl. (1.10-1.11) in Gl. (1.9) ergibt die dimensionslose Thomas-Fermi Gleichung

$$x^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{d^2 \chi}{dx^2} = \chi^{\frac{3}{2}}. \quad (1.12)$$

Genau kann diese Gleichung nur numerisch gelöst werden. Typischerweise werden solche Lösungen für $\chi(x)$ als Reihen mit sehr vielen Gliedern angegeben, die zwar für $x \rightarrow 0$ schnell, für $x \rightarrow 1$ aber nur schlecht konvergieren. Daher sind für viele Anwendungen analytische Näherungen für $\chi(x)$ mit vergleichsweise einfacher mathematischer Form viel praktischer, wobei immer ein Kompromiss zwischen der Genauigkeit und dem Aufwand gefunden werden muss. Dem entsprechend gibt es mehrere verschiedene Näherungen, einen Überblick findet man in [Nast96]. Für die Modellierung der Ergebnisse dieser Arbeit wurden die Abschirmungs-Funktion $\chi(x)$ und die Abschirmungslänge a_L nach Lindhard eingesetzt:

$$\chi(x) = 1 - \frac{x}{\sqrt{3+x^2}}, \quad (1.13)$$

$$a_L = \frac{0,885 \cdot a_0}{\sqrt{Z_i^{\frac{2}{3}} + Z_t^{\frac{2}{3}}}}. \quad (1.14)$$

Breite Verwendung (insbesondere für TRIM, siehe Abschnitt 1.5) findet die *universelle Abschirm-Funktion* von Ziegler, Biersack und Littmark [Zieg85]:

$$\chi_U = 0,1818 \cdot e^{-3,2 \cdot r/a_U} + 0,5099 \cdot e^{-0,9423 \cdot r/a_U} + 0,2802 \cdot e^{-0,4028 \cdot r/a_U} + 0,02817 \cdot e^{-0,2016 \cdot r/a_U}, \quad (1.15)$$

wobei die *universelle Abschirmlänge* a_U definiert ist als

$$a_U = \frac{0,885 \cdot a_0}{Z_i^{0,23} + Z_t^{0,23}}. \quad (1.16)$$

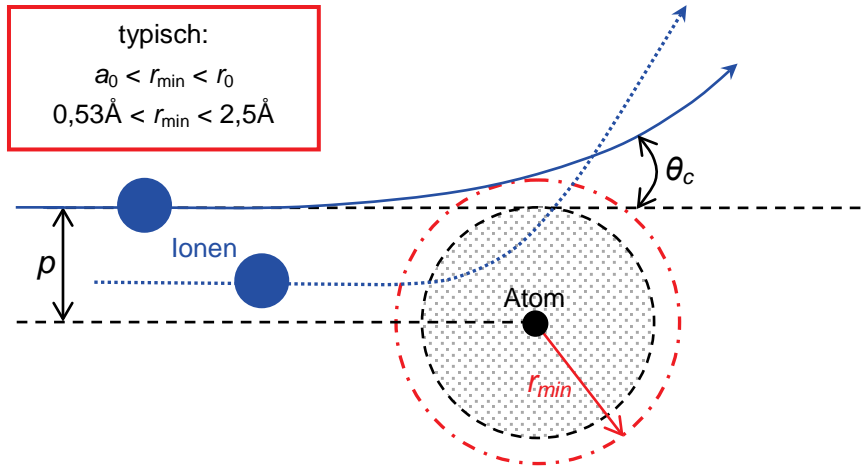


Abbildung 1.5: Streuung von Teilchen, die sich einem Atom mit Stoßparameter $\leq p$ annähern. Ionen mit dem Stoßparameter p werden unter dem Winkel θ_c gestreut statt ihre geradlinige Bewegung fortzusetzen. Ionen mit Stoßparameter $\leq p$ werden unter Winkeln größer als θ_c gestreut. Der totale Streuquerschnitt dieser Streuprozesse ist die gepunktete Kreisfläche $S_n = \pi \cdot p^2$. r_{\min} ist der kleinste Abstand zum Atom, der sich für Ionen mit dem Stoßparameter p auf der tatsächlichen Flugbahn ergibt. In Anlehnung an [Nast96].

Das interatomare Potential $V(r)$, die Ionenenergie E_0 und der *Stoßparameter* p bestimmen, wie groß der Energie- und Impulsübertrag bei der Kollision eines Ions mit einem Targetatom ist. Der Stoßparameter p ist der kleinste Abstand, den Ion und Atom erreichen würden, wenn sie beide beim Stoß ihren Bewegungszustand nicht ändern würden, d.h. wenn das Ion ungestört geradlinig weiter fliegen würde und das Atom ruhig an seinem Platz bliebe (siehe Abb. 1.5). In Wirklichkeit beschleunigt das Ion das Atom, und das Atom lenkt das Ion aus der geraden Bahn; es wird unter dem Winkel θ_c gestreut, wobei θ_c der Streuwinkel im Schwerpunktsystem ist. Der Streuwinkel ist um so größer, je kleiner der Stoßparameter ist.

Der *totale Streuquerschnitt* für Streuprozesse mit Streuwinkeln $\theta \geq \theta_c$ ist $\sigma = \pi p^2$. Ionen mit Stoßparametern zwischen p und $p - dp$ werden unter Streuwinkeln zwischen θ_c und $\theta_c + d\theta_c$ gestreut. Der zugehörige *differentielle Streuquerschnitt* ist $d\sigma(\theta_c) = d(\pi p^2) = 2\pi p dp$. Die Abhängigkeit des Streuwinkels $\theta_c(p)$ vom Stoßparameter p ergibt sich aus dem interatomaren Potential $V(r)$ und lässt sich durch das klassische Streuintegral bestimmen [Nast96]:

$$\theta_c(p) = \pi - 2p \cdot \int_{r_{\min}}^{\infty} \frac{dr}{r^2 \sqrt{1 - \frac{V(r)}{E_c} - \frac{p^2}{r^2}}}. \quad (1.17)$$

Dabei ist $E_c = E_0 \cdot M_t / (M_t + M_i)$ die kinetische Energie im Schwerpunktsystem. Der minimale Abstand r_{\min} ergibt sich dabei aus der Gleichung

$$\frac{V(r_{\min})}{E_c} + \frac{p^2}{r_{\min}^2} = 1. \quad (1.18)$$

Kennt man den Zusammenhang zwischen θ_c und p , so lässt sich daraus der differenzielle Wirkungsquerschnitt für den *Energieübertrag* T bestimmen [Nast96]:

$$\frac{d\sigma(E)}{dT} = \frac{4\pi}{T_{\text{Max}}} \cdot \frac{p}{\sin \theta_c} \cdot \left| \frac{dp}{d\theta_c} \right|, \quad (1.19)$$

wobei $T_M = 4 \cdot M_i M_t \cdot E_0 / (M_i + M_t)^2$ der maximal mögliche Energieübertrag ist. Weiter wird die Rate des Energieverlusts je Streuzentrum $S_n(E)$ (nuklearer Bremsquerschnitt) berechnet:

$$S_n(E) \equiv \frac{1}{n_T} \cdot \left. \frac{dE}{dx} \right|_n = \int_{T_{\text{min}}}^{T_{\text{max}}} T \cdot \frac{d\sigma(E)}{dT} dT. \quad (1.20)$$

Dabei ist T_{min} der minimale Energieübertrag, der nötig ist, um ein Atom von seinem Gitterplatz zu stoßen. Durch viel Mathematik und die Wahl dimensionsloser Energie- und Längenvariablen ε und ρ_L :

$$\varepsilon = \frac{M_t}{M_i + M_t} \cdot \frac{a_{\text{TF}} \cdot E}{Z_i Z_t e^2} \quad \text{und} \quad \rho_L = L \cdot n_t \cdot 4\pi a_{\text{TF}}^2 \cdot \frac{M_i \cdot M_t}{(M_i + M_t)^2}, \quad (1.21)$$

lässt sich der *nukleare Energieverlust* $(d\varepsilon/d\rho)_n$ für beliebige Projektil-Target-Kombinationen darstellen – siehe Abbildung 1.6. Ebenfalls dargestellt ist der *elektronische Energieverlust* $(d\varepsilon/d\rho)_e$, dieser variiert proportional zu \sqrt{E} und dominiert ab Energien im MeV-Bereich.

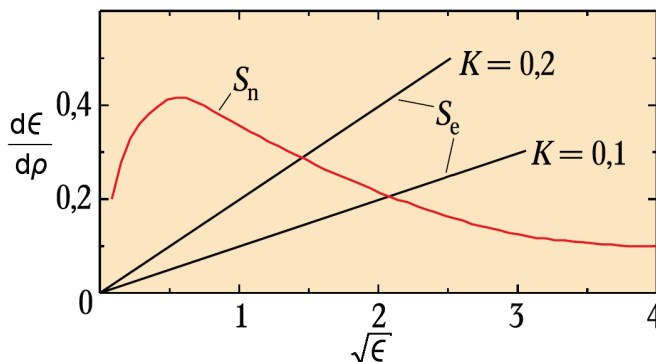


Abbildung 1.6: nuklearer Energieverlust $S_n(\varepsilon)=(d\varepsilon/d\rho)_n$ und elektronischer Energieverlust $S_e(\varepsilon)=(d\varepsilon/d\rho)_e$. Die Proportionalitätskonstante K ergibt sich aus den Massen und Kernladungszahlen von Projektil und Targetatom [Ronn03].

1.4 Modellierung des Sputter-Yields nach P. Sigmund

Das anfängliche Impulsübertrags-Modell für die Zerstäubung von Festkörpern wurde 1957 von Henschke vorgeschlagen [Hens57]. Sigmund und Lehmann entwickelten das Modell weiter. Die Sigmund-Theorie – „Collision Theory of Displacement, Damage, Ion Ranges, and Sputtering“ [Sigm72] – ist das Fundament der Sputter-Physik für nicht kristalline Materialien. Im Laufe der Zeit wurden viele unterschiedliche theoretische Beschreibungen sowie Computer-Simulationen entwickelt und ausgearbeitet, die alle auf dem Ansatz von Sigmund beruhen.

Die Sigmund-Theorie beruht auf der linearen Boltzmannschen Transportgleichung und erfolgt unter der Annahme einer auf Zufall beruhenden Abbremsung der Ionen [Wei08]. Betrachtet werden Verteilungsfunktionen statistischer Größen, welche die räumlichen und energetischen Eigenschaften von Kollisions-Kaskaden in einem unendlich ausgedehnten Target beschreiben

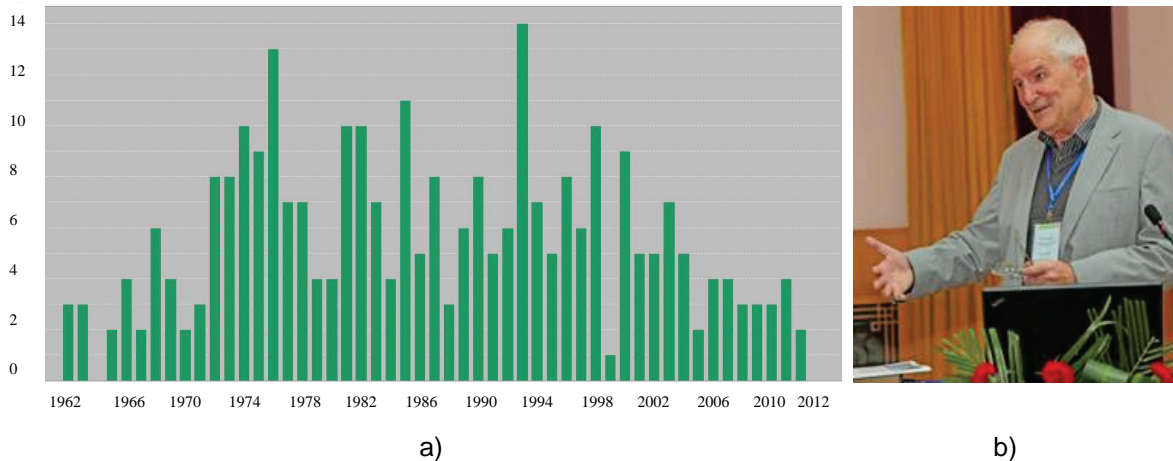


Abbildung 1.7: a) P. Sigmunds 289 Publikationen zwischen 1962 und 2012 [Webo12];
 b) Prof. Dr. Peter Sigmund beim Vortrag beim "International Symposium of Heavy Ion Stopping 2011" IMP, Academy of Sciences, Lanzhou in China.

[Sigm69, Oech75]. Damit gelang es, den Sputter-Yield für einen weiten Bereich von Ionen-Energien und Ion-Target-Kombinationen vorherzusagen. Es stellte sich heraus, dass der Sputter-Yield proportional ist zu der Energie, welche die Ionen an der Oberfläche des Targets deponieren.

Die Zerstäubung amorpher und polykristalliner Targets erfolgt nach Sigmund in der folgenden Weise [Sigm69]: Ein einfliegendes Ion der Energie E_0 erzeugt im Target eine Kaskade. Atome, auf die das Ion durch Stoß genügend Energie überträgt, führen sekundäre Stöße aus und erzeugen so eine weitere Generation von angestoßenen Atomen. Das einfliegende Ion und/oder wenige energiereiche gestoßene Atome können nach einer Reihe von Stößen durch die Oberfläche zurückgestreut werden. Das Maximum der Energieverteilung der gesputterten Atome und Ionen liegt bei einer Energie, die viel kleiner als E_0 ist, denn die Pfade des Ions und energiereicherer Atome sind umgeben von „Wolken“ angestoßener Atome und Ionen geringer kinetischer Energie. Diese haben eine kleine Reichweite und können den Festkörper nur verlassen, wenn sie sich innerhalb der ersten wenigen Atomlagen unterhalb der Targetoberfläche befinden. Der Sputter-Yield lässt sich nach der Modellvorstellung von Sigmund vereinfacht in vier Schritten herleiten:

1.) Zuerst wird die Energie $F(x, E_0, \alpha)$ pro Längeneinheit bestimmt, welche durch das Ion (Energie E_0 , Einfallswinkel α) und durch energiereiche Rückstoßatome in der Oberflächenschicht $[x, x + dx]$ deponiert wird.

2.) Die deponierte Energie $F_D(x, E_0, \alpha)$ geht im Energieintervall $[E, E + dE]$ auf die Zahl von $(6/\pi^2) \cdot [F(x, E_0, \alpha)/E^2] dE dx$ Atomen über ($E \ll E_0$).

3.) Die Hälfte dieser Atome bewegt sich mit isotroper Geschwindigkeitsverteilung in Richtung Targetoberfläche. Durch Integration über die Energie erhält man die Zahl N_x der Atome, die genug Energie hat, um die Oberflächenbindungsenergie W zu überwinden:

$$N_x = \frac{1}{\pi^2} \cdot \frac{F_D(x, E_0, \alpha)}{W} dx. \quad (1.22)$$

4.) Die mittlere Tiefe Δx , aus der die gesputterten Atome und Ionen kommen, ist:

$$\Delta x = \frac{0,415}{n_t \cdot \text{\AA}^2}, \quad (1.23)$$

dabei ist n_t die Anzahldichte der Targetatome. Diese mittlere Tiefe Δx ist so klein, (4,9 Å für Kupfer) dass der Energieverlust auf dem Weg zur Oberfläche vernachlässigbar ist. Damit ergibt sich der Sputter-Yield für amorphe Targets:

$$Y(E_0, \alpha) = \frac{1}{\pi^2} \cdot \frac{F_D(x=0, E_0, \alpha)}{W} \cdot \Delta x. \quad (1.24)$$

Hier ist der Sputter-Yield proportional zum Verhältnis von deponierter Energie $F_D(x=0, E_0, \alpha)$ zu Oberflächenbindungsenergie W [Sigm69, Oech75]. Die letztendliche Berechnung des Sputter-Yields erfordert die Kenntnis der Funktion $F_D(0, E_0, \alpha)$. Sie lässt sich zurückführen auf die Bremsleistungen $(dE/dx)_n$ bzw. $(dE/dx)_e$ für elastische nukleare bzw. inelastische elektronische Stöße oder auf die entsprechenden Wirkungsquerschnitte $S_n(E)$ und $S_e(E)$, die Gegenstand des vorhergehenden Abschnitts 1.3 waren. Sigmund vernachlässigte elektronische Stöße und erhielt

$$F_D(x=0, E_0, \alpha) = \tilde{\alpha} \cdot \left(\frac{dE}{dx} \right)_{n, x=0} = \tilde{\alpha} \cdot n_t \cdot S_n(E_0). \quad (1.25)$$

Im Ergebnis stimmt der Sputter-Yield, der durch die Sigmund-Theorie berechnet wird, für viele Ion-Target-Kombinationen gut mit experimentellen Ergebnissen überein. Abbildung 1.8 zeigt die nach Sigmund berechnete theoretische Vorhersage zusammen mit experimentellen Ergebnissen anderer Wissenschaftler [Sigm11].

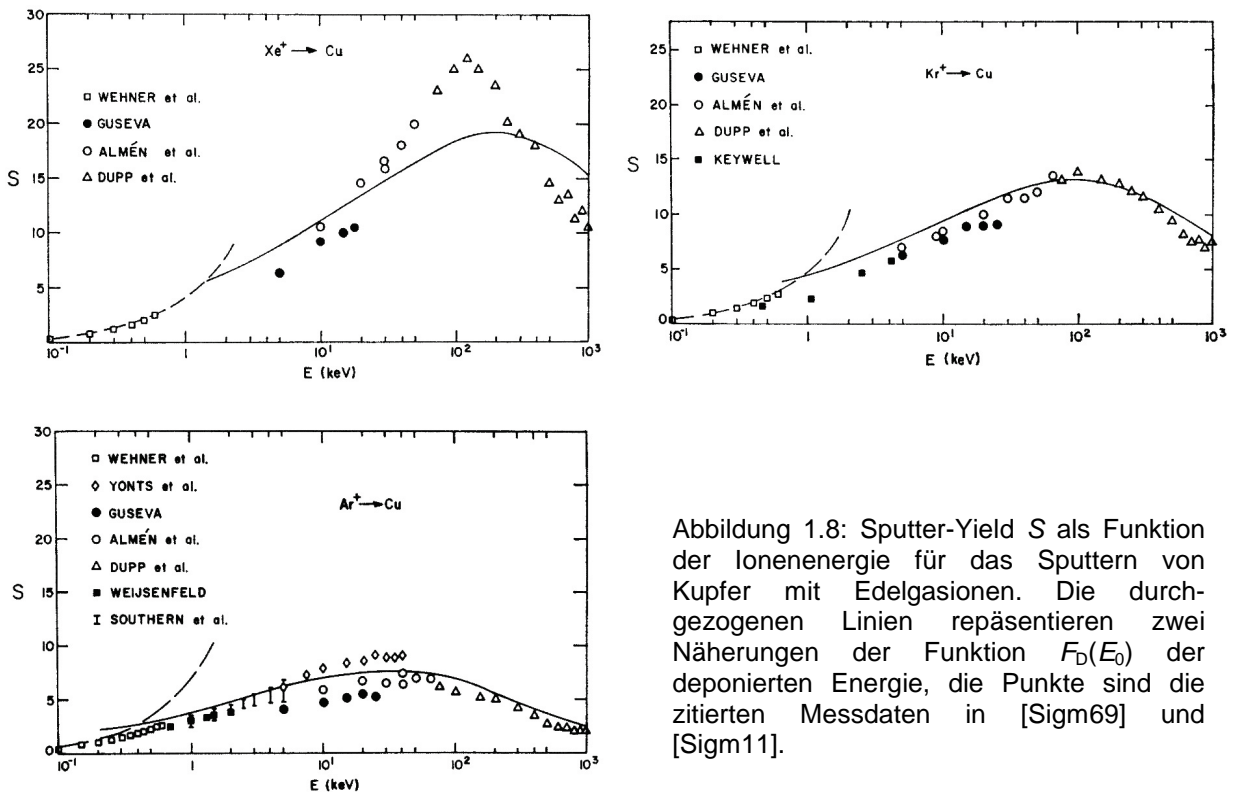


Abbildung 1.8: Sputter-Yield S als Funktion der Ionenenergie für das Sputtern von Kupfer mit Edelgasionen. Die durchgezogenen Linien repräsentieren zwei Näherungen der Funktion $F_D(E_0)$ der deponierten Energie, die Punkte sind die zitierten Messdaten in [Sigm69] und [Sigm11].

Für das Energiespektrum der gesputterten Atome gilt nach Sigmund [Sigm87]:

$$Y(E) \propto \frac{E}{(E+W)^{3-2m}} \quad (1.26)$$

mit dem Wirkungsquerschnittparameter $m = 0,055$. Misst man das Energiespektrum, so lässt sich die Oberflächenbindungsenergie W des Materials durch die Anpassung von Gleichung (1.26) an die Messung bestimmen.

Für die Abhängigkeit des Sputter-Yields vom Einfallswinkel α erhielt Sigmund [Sigm69] für nicht zu große Winkel

$$Y(\alpha) = \frac{Y(0^\circ)}{(\cos \alpha)^f}, \quad (1.27)$$

f hängt vom Massenverhältnisses M_t/M_i von Targetatom und Ion ab, für $M_t/M_i \leq 3$ ist $f \approx 5/3$. Den Abfall des Sputter-Yields für Winkel $\alpha \geq 75^\circ$ wird dadurch erklärt, dass die Abstoßung der einfliegenden Ionen durch Oberflächenatome bei streifendem Ionen-Einfall stark genug ist, um das Eindringen der Ionen ins Target zu verhindern. Wei et al. [Wei08] entwickelten Sigmunds Theorie weiter und erhielten eine Formel, welche auch den Abfall zu $\alpha = 90^\circ$ hin widerspiegelt:

$$\frac{Y(\alpha)}{Y(0^\circ)} = \cos \alpha \cdot e^{R_p^2 \cdot \sin^2 \alpha / 2\sigma_{Rp}^2}, \quad (1.28)$$

Dabei ist R_p die Ionenreichweite und σ_{Rp} deren Streuung.

1.5 Simulation linearer Kaskaden

Neben analytischen Methoden lässt sich die Wechselwirkung zwischen Ion und Festkörper mit Hilfe von Monte Carlo-Simulation modellieren. Wenn Ionenmasse oder -energie klein sind, oder wenn das Targetmaterial geringe Dichte hat, so sind der Energieverlust und die Zahl der Stöße je Volumeneinheit entsprechend gering. In dieser Situation kann man den elastischen Energieverlust und die daraus resultierenden Phänomene theoretisch sehr gut modellieren und simulieren als lineare Kaskade unabhängiger, zufälliger 2-Körper-Stöße. James Ziegler et al. entwickelten seit 1983 die Programmgruppe „Stopping and Range of Ions in Matter“ (SRIM) [Zieg12]. Ein Teilprogramm von SRIM ist „Transport of Ions in Matter“ (TRIM), das am weitesten verbreitete Simulationsprogramm für lineare Kaskaden. SRIM ermöglicht auch analytische Berechnungen mit STOP, das PRAL („Projected Range Algorithm“) verwendet. Letzteres ermöglicht die Erzeugung genauer Daten gemäß dem Modell von Lindhard, Scharff und Schiøtt (LSS) [Lind61,63]. Bei allen SRIM-Programmen wird die Wechselwirkung zwischen Ion und Atom mit abgeschirmten Coulomb-Potentialen genähert. Dabei werden auch Austausch- und Korrelations-Wechselwirkungen zwischen überlappenden Elektronenhüllen sowie die Anregung von Elektronen und Plasmonen durch das Ion berücksichtigt. Dabei vernachlässigt SRIM Defekte, die durch elektronischen Energieverlust bzw. durch die Anregung von Hüllenelektronen entstehen. Mit TRIM kann die Wechselwirkung von Ionen mit Targets aus bis zu 8 Materialschichten simuliert werden. Die

Ionenenergie E_0 kann zwischen 0.1 keV und einigen MeV liegen. TRIM berechnet Monte-Carlo-Stoßkaskaden, die resultierende 3D-Verteilung der Ionen, das Maß der Target-Schädigung und -Zerstäubung und den Sputter-Yield. Ionisierung und Phonon-Erzeugung lassen sich quantitativ bestimmen. Um die Berechnungen in überschaubarer Zeit durchführen zu können, werden bei TRIM folgende Annahmen gemacht [Pren99]:

- Das Ion erleidet binäre nukleare Stöße, die seine Richtung ändern.
- Zwischen Stößen bewegt sich das Ion in geradlinigem, freiem Flug.
- Die Ionenenergie nimmt durch nukleare Stöße und elektronischen Energieverlust ab.
- Die Bewegung von Teilchen wird nur so lange verfolgt, bis die Teilchenenergie unter einen benutzerspezifizierten Wert fällt oder bis das Teilchen das Target verlässt.
- Das Target wird als amorph betrachtet.
- Nuklearer und elektronischer Energieverlust sind voneinander unabhängig.
- Der nukleare Energieverlust erfolgt diskret, elektronischer erfolgt kontinuierlich.
- Es werden nur zentrale Zweikörperkräfte zwischen den wechselwirkenden Teilchen betrachtet, so dass eine Reduktion auf ein Einkörperproblem im Potential $V(r)$ erfolgen kann.

Diskrepanz zwischen den so simulierten und experimentellen Ergebnissen entsteht unter anderem dadurch, dass TRIM alle Targets als amorph betrachtet, so dass Auswirkungen der Kristallstruktur wie das im folgenden Abschnitt erläuterte Channeling außen vor bleiben. Außerdem eignet sich TRIM nicht zur Simulation der Endphase der Kaskade, wenn die Teilchenenergien nicht mehr ausreichen, um ein Gitteratom von seinem Platz zu entfernen. In dieser Phase dominieren Vielkörperstöße, für die TRIM nicht geeignet ist [Donn05].

1.6 Channeling

Bis hierher wurde das Targetmaterial als amorph betrachtet, und der Einfluss einer geordneten Kristallstruktur wurde nicht berücksichtigt. Diese Arbeit behandelt experimentell zum großen Teil einkristalline Materialien, dabei hat die geordnete Gitterstruktur entscheidenden Einfluss auf die Ergebnisse.

Das **Channeling** (deutsch: Gitterführungseffekt, Kanalisierung) – ist ein seit fünf Jahrzehnten bekanntes [Rol59, Molc61, Alme61, Zsch64,65,66, Orlo03] und schon vor 100 Jahren von Johannes Stark (in Bezug auf die Kanalisierung hypothetischer Röntgen-„Lichtzellen“, [Star12])

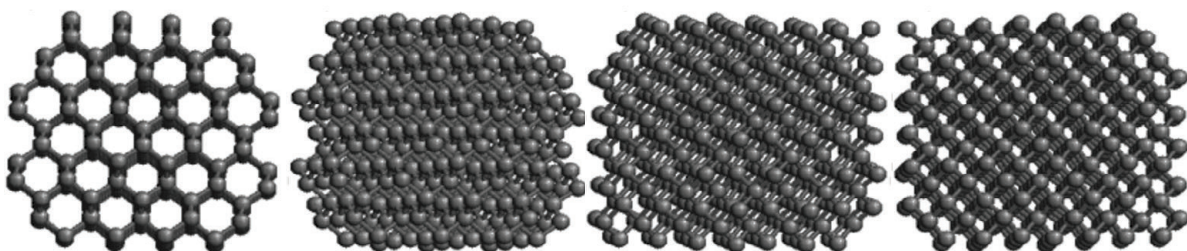


Abbildung 1.9: Einkristall mit Diamantstruktur. Unter bestimmten Drehwinkeln stehen Kanäle offen, so dass durch den Kristall „gesehen“ werden kann, unter anderen Drehwinkeln sind die Kanäle verdeckt.

vermutetes physikalisches Phänomen. Es bezeichnet das Eindringen und die weitere, geführte Bewegung eines Teilchens in einem Kanal. Als Kanäle bezeichnet man dabei linear oder planar ausgedehnte Bereiche ohne Gitteratome, die in jedem regelmäßigen Kristallgitter vorhanden sind. Daher ist das jeweilige Kristallgitter unter bestimmten Winkeln mehr oder weniger „offen“ für einfallende Ionen – siehe Abbildung 1.9. Man unterscheidet *axiales Channeling* und *planares Channeling*, je nach dem, ob der Ionenstrahl entlang niedrigindizierten Kristallrichtungen oder Kristallebenen ausgerichtet ist [Mobe07]. Die Kanalisierung verringert den Energieverlust der Ionen, so dass diese tiefer in den Kristall eindringen, und einen großen Teil ihrer Energie erst in größerer Tiefe deponieren. Insbesondere lassen sich die Ionen durch Channeling tiefer in den Kristall implantieren, was z.B. bei der Dotierung von Halbleitern genutzt wird. Abbildung 1.10 zeigt die Kalium-Konzentration in einem Wolfram-Kristall, die sich nach Bombardierung des Kristalls in $\langle 111 \rangle$ -Richtung mit 500 keV Kalium-Ionen ergibt. Dabei lassen sich drei Bereiche unterscheiden: Im Bereich A zwischen 0 und 0,26 μm befinden sich nicht kanalisierte Ionen ähnlich tief wie beim Beschuss eines amorphen Targets. Die weitaus meisten Ionen sind im Bereich C implantiert. Sie wurden bis zu ihrem Stillstand in Kanälen geführt und befinden sich in 0,73 μm bis 0,94 μm Tiefe. Im mittleren Bereich B befinden sich Ionen, die nicht sofort kanalisiert wurden, oder die ihren Kanal durch ein Streuereignis verließen [Nast96].

Erste Indizien für einen Einfluss der Kristallstruktur auf den Sputter-Yield fanden 1912 Stark und Wendt [Star12]. Bei der Bombardierung eines Wismut-Kristalls mit 3 keV Ionen unterschied sich der Sputter-Yield bei zwei zueinander senkrechten Ausrichtungen des Kristalls um den Faktor 3 [Star12a, Roos81]. 1959 bzw. 1961 fanden Rol et al. und Molchanov et al. bei der Bombardierung von (100)-Kupfer-Einkristallen mit Ar^+ -Ionen und Rotation des Kristalls ausgeprägte, breite Minima des Sputter-Yields bei den Einfallswinkeln $\alpha = 0^\circ$, 35° und 55° , Molchanov auch bei 20° [Rol59, Molc61, Roos81]. Diese Winkel entsprechen Ausrichtungen des Ionenstrahls in die niedrigindizierten kristallographischen Richtungen $\langle 100 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ und $\langle 411 \rangle$.

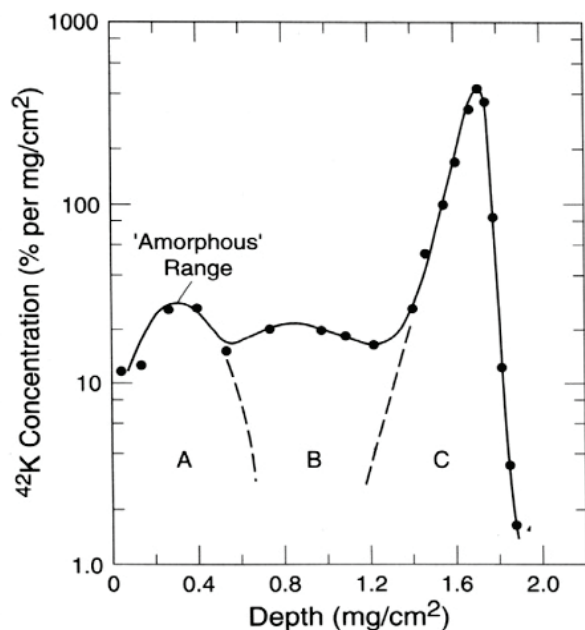
Abbildung 1.10: Verteilung von 500 keV ^{42}K -Ionen, die in $\langle 111 \rangle$ -Richtung auf einen Wolfram-Einkristall treffen.

A – Ionen, welche die Struktur des Kristallgitters nicht „sehen“, verteilen sich wie in amorphem Material.

B – Ionen, die erst kanalisiert werden und dann aus dem Kanal gestreut werden (Dechanneling) und Ionen, die erst nach Abgabe von Energie kanalisiert werden, dringen nicht so tief in das Material wie Ionen der Gruppe C.

C – Ionen, die sich von Anfang an und bis zum Schluss entlang Kanälen bewegen, dringen weit in den Kristall ein.

Aus [Nast96] nach [Maye70].



Mashkova et al. fanden 1963, dass bei Ionenbeschuss von Metalleinkristallen auch die Sekundärelektronausbeute von der Orientierung des Kristallgitters relativ zum Ionenstrahl und vom Einfallswinkel des Strahls in Bezug auf die Probenoberfläche abhängt [Mash63, Zsch64,66]. Dabei hängen Sputter-Yield und Sekundärelektronausbeute qualitativ in gleicher Weise vom Sputterwinkel ab, da die FIB-Ionen sowohl für den Abtrag des Materials als auch für die Freisetzung von Sekundärelektronen verantwortlich sind. Einen weiteren Beleg für den Einfluss der Kristallstruktur fand Wehner in der Winkelverteilung der von einem Einkristall gesputterten Teilchen. Es fanden sich Maxima der Emission in die kristallografischen Richtungen mit der größten Packungsdichte [Wehn56].

Fliegt ein Ion in einen Kanal ein, so sind nukleare Stöße mit Atomen stark reduziert. Im Grenzfall (pure Channeling) gibt es keinen nuklearen Energieverlust, $\Delta E_n \equiv 0$, und die Eindringtiefe $R_{ch,max}(E_0)$ ist allein durch den elektronischen Energieverlust definiert [Brod11]:

$$E_0 = \Delta E_e(R_{ch,max}(E_0)), \quad (1.29)$$

wobei auch der elektronische Energieverlust entlang der Kanäle verringert ist [Levi83]. Daher können kanalisierte Ionen viel tiefer in den Festkörper eindringen als nicht kanalisierte Ionen. Falls sie endlich einen Zusammenstoß erleiden, werden dabei ausgelöste Atome und Elektronen überwiegend in der Tiefe des Kristalls absorbiert. Es wird weniger Volumen abgetragen, die Ionen- und Elektronen-Ausbeute ist erheblich reduziert, der Sputter-Yield nimmt für diese Ausrichtung des Ionenstrahls (relativ zum Einkristall) ein Minimum an. Die Reduktion der Energieverluste der kanalisierten Ionen führt zur Steigerung der Rest-Ionenenergie selbst. Auch die Rückstreuwahrscheinlichkeit kanalisierten Ionen ist erheblich reduziert, hängt dabei aber von der Anzahldichte von Kristalldefekten ab.

Bei elektronenoptischen Untersuchungen kann Channeling ebenfalls eine große Rolle spielen, d.h. auch die Primärelektronen eines Elektronenstrahls bewegen sich entlang der Kanäle des Festkörpers – entsprechend variiert der SEY mit der Orientierung der in der Probe vorhandenen Kristallite. Die Folge ist eine Variation der Helligkeit der Kristallitenoberfläche bei ihrer Abbildung durch Sekundärelektronennachweis (siehe Bild 2.1 c) und [Fran88, Zaut92]). Der durch verschieden kanalisierte Kristallite sowie durch die Morphologie der Oberfläche verursachte Intensitätskontrast beim Nachweis sekundärer Elektronen wird seit Jahrzehnten in der Sekundärelektronenmikroskopie (SEM) benutzt.

1.6.1. Mechanismus des Channelings

Die Gitterführung von Ionen wird durch die Abstoßung zwischen dem Ion und den regelmäßig angeordneten Gitteratomen hervorgerufen. Der Prozess ist in Abbildung 1.11 a) illustriert, wobei die waagerechten Balken die Atomreihen darstellen. Ion B tritt unter einem kleinen Winkel relativ zur Achse eines Kanals in diesen Kanal ein. Indem das Ion einer Atomreihe nahe kommt, lenken diese Atome das Ion durch Abstoßung wieder zur Kanalachse hin. Daraufhin nähert sich das Ion den Atomen an der gegenüberliegenden Kanalseite. So oszilliert es hin und her, ohne einem Atom so nahe zu kommen, dass es aus dem Kanal heraus

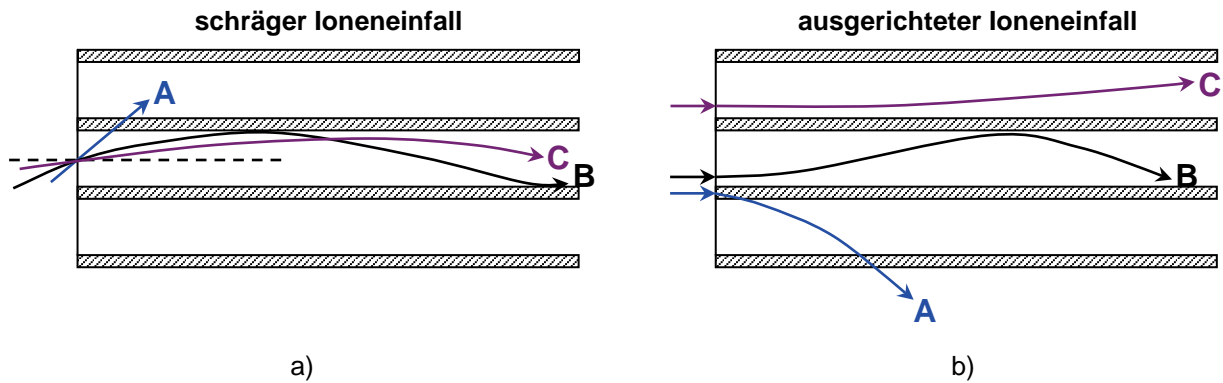


Abbildung 1.11: Mechanismus des Channelings [Nast96]. Die waagerechten Balken symbolisieren Atomreihen. a) Führung der Ionen je nach Einfallsrichtung, b) – je nach Auftreffpunkt.

gestreut würde. Ion C, das unter einem kleineren Winkel in den Kanal eintritt, oszilliert mit kleinerer Amplitude und größerer Periode. Ion A tritt unter zu großem Winkel in den Kanal, so dass es mindestens in diesem Kanal nicht geführt werden kann. Wahrscheinlich trifft es sehr bald auf ein Atom und eine Stoßkaskade beginnt. Ebenso ergeht es Ionen, die in den obersten Atomlagen ausreichend zentral auf ein Gitteratom stoßen, selbst wenn sie parallel zur Richtung eines Kanals einfliegen, so wie Atom A in Abbildung 1.11 b).

Je größer der Anteil der kanalisiertes Ionen ist, desto weniger Ionen werden an oder nahe der Kristalloberfläche gestreut. Kanalisierte Ionen können aber auf Atome auf Zwischengitterplätzen oder auf andere Gitterdefekte treffen und aus dem Kanal heraus gestreut werden (**Dechanneling**). Ein Teil diesen Ionen wird in die Richtung Oberfläche zurückgestreut und tritt nach erneutem Durchlaufen des Kanals wieder aus dem Kristall aus. Die bewusste Ausnutzung der Rückstreuung kanalisierter Ionen hat sich als eine ionenstrahlanalytische Methode zur Bestimmung der Zahl oder Dichte der Gitterdefekte bzw. der Kristallqualität einkristalliner Proben etabliert [Goet88, Gärt97, Eich97].

1.6.2 Eindringtiefe von Ionen mit und ohne Channeling

Für niederenergetische Ionen ($E_0/M_i < 100 \text{ keV/u}$) gibt es zwei Ansätze für die Analyse des elektronischen Energieverlusts: ein Ansatz von Firsov [Firs59], der andere von Lindhard und Scharff [Lind65]. Beide Modelle liefern vergleichbare quantitative Ergebnisse für den Energieverlust von Ionen durch Elektronen in amorphem Medium oder in Kristallen für kristallographische Richtungen ohne Channeling – sie sagen eine \sqrt{E} -Abhängigkeit des Energieverlustes voraus:

$$-\left. \frac{dE(x)}{dx} \right|_e = k \cdot \sqrt{E}. \quad (1.30)$$

Hier ist dE der elektronische Energieverlust entlang des Wegelements dx der Ion-Trajektorie. $E(x)$ ist die Energie des Ions am Ort x , k ist ein materialabhängiger Koeffizient. Integrieren von Gleichung (1.30) ergibt für das den Einkristall durchquerende Ion die analytische Beschreibung der Änderung der Ionenenergie durch inelastische Stöße:

$$x(E) = \int_E^{E_0} \frac{dE}{(dE/dx)_{el}} = \frac{2}{k} \sqrt{E_0} - \frac{2}{k} \sqrt{E}. \quad (1.31)$$

Setzt man $E = 0$ ein, so erhält man eine Gleichung für die maximale Eindringtiefe $R_{e,\max}(E_0)$ eines Ions der Energie E_0 für den Fall, dass keine nukleare Abbremsung erfolgt:

$$R_{e,\max}(E_0) \equiv x(E = 0) = \frac{2}{k} \sqrt{E_0}. \quad (1.32)$$

Aus den Gleichungen (1.31) und (1.32) folgt

$$\frac{\Delta E_e(R)}{E_0} = 2 \frac{R}{R_{e,\max}(E_0)} \left(1 - \frac{R}{2R_{e,\max}(E_0)} \right). \quad (1.33)$$

Dabei ist $\Delta E_e(R)$ der ausschließlich elektronische Energieverlust zwischen der Kristalloberfläche und $x = R$. Zusätzliche Energieverluste durch nukleare Stöße reduzieren den Wert $\Delta E_e(R)$ und die Reichweite R^{\max} . Für den allgemeinen Fall mit beiden Abbremsmechanismen (nuklear und elektronisch) genügt die maximale Eindringtiefe der Gleichung [Brodl1]:

$$R_{amorph}^{\max} = \frac{1942 \text{ nm}}{\frac{n_t}{10^{22} \text{ cm}^{-3}} \cdot (Z_i + Z_t)} \cdot \sqrt{\frac{E_0}{1 \text{ keV}}} \cdot \sqrt{\frac{M_i}{1 \text{ u}}}. \quad (1.34)$$

Dabei ist n_t die Anzahldichte der Targetatome, Z_i und Z_t sind die Kernladungszahlen des Ions bzw. der Targetatome, M_i ist die Masse des Ions.

Gemäß Gleichung (1.34) fanden Brodyanky et al. [Brodl1] für 30 keV Ga^+ -Ionen, die sich in amorphem Eisen ausbreiten, $R_{\max,amorph} = 185 \text{ nm}$. Für den Fall reinen Channelings schätzten sie die maximale Eindringtiefe von 30 keV Ga^+ -Ionen, die senkrecht auf die (100)-Fläche eines Eisen-Einkristalls treffen, nach Gleichung (1.32) ab zu $R_{\text{channeling,max}} = R_{e,\max} = 609 \text{ nm}$ was immerhin 3,3 mal größer ist als $R_{\max,amorph}$.

1.6.3 Modellierung des Sputter-Yields mit Channeling

Die ersten Modelle zur Erklärung der experimentell gefundenen Minima des Sputter-Yields bei Bestrahlung von Kupfer-Einkristallen mit Argon-Ionen, die sich in Richtungen mit niedrigen Millerschen Indizes ausbreiten, beruhen nicht auf Kanalisierung sondern auf der Idee einer winkelabhängigen *Transparenz* [Flui62]. Diese wird als Kehrwert der Wahrscheinlichkeit der Kollision des Ions in den obersten 10 Atomlagen definiert. Dabei werden die Atome als harte Kugeln aufgefasst. Der Radius der Kugeln ergibt sich durch Anpassung an die experimentell bestimmten Breiten der Minima des winkelabhängigen Sputter-Yields. Für 20 keV $\text{Ar}^+ \rightarrow \text{Cu}$ schlossen Fluit et al. aus ihren Messergebnissen auf einen Kugelradius von $0,36 \text{ \AA}$, das ist ein Zehntel der Gitterkonstanten [Flui62]. Die Transparenz-Theorie liefert qualitativ richtige Ergebnisse in Bezug auf den Sputter-Yield. Sie erlaubt aber keine konsistente Beschreibung der Yield-Abhängigkeit von der Energie [Roos81], und sie erklärt nicht, wie Ionen in tiefere Schichten gelangen.

Im Ansatz von Lindhard [Lind65] wird ein Ionenstrahl, der unter einem Winkel $\psi < \psi_c$ relativ zur Richtung einer Atomreihe in einen Kristall eintritt, zerlegt in einen ausgerichteten, kanalisierten Strahl und einen nicht ausgerichteten, zufälligen „Strahl“. Der ausgerichtete Strahl hat nur geringe Energieverluste, der nicht ausgerichtete Strahl verhält sich ebenso wie in amorphen Material.

Ein paar Jahre später verbindet Onderdelinden die Transparenztheorie mit der Lindhard-Theorie. Die Grundannahme dieser Beschreibung besteht darin, dass Ionen, die kanalisiert werden, nicht zum Sputter-Yield beitragen, da diese Ionen ihre Energie so tief im Kristall abgeben, dass die vom Ion ggf. zurückgestoßenen Atome in der Tiefe des Kristalls verbleiben [Onde66]. In der weiteren Entwicklung unterscheiden Francken und Onderdelinden zusätzlich zwischen axialem und planarem Channeling [Fran70].

Das Channeling-Modell von Lindhard und Onderdelinden wird bis heute für die Modellierung experimenteller Ergebnisse verwendet [Paml90, Eich97, Kemp01]. Das Modell ist materialabhängig, fast parameterfrei und vorhersagekräftig. Die Varianten ohne und mit Berücksichtigung des planaren Channelings werden zum Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen dieser Arbeit verwendet und im Detail in Abschnitt 2.7 präsentiert.

1.7 Temperaturspikes und Molekulardynamik-Simulationen

Wenn das Ion masse- und/oder energiereich ist, wenn die Targetatome dicht gepackt sind, und wenn die Stöße zwischen Ion und Atomen in unmittelbarer räumlicher und zeitlicher Nähe erfolgen, so sind die Stöße überwiegend nicht voneinander unabhängig. Statt einer linearen Stoßkaskade liegt eine nichtlineare Wechselwirkung hunderter oder tausender Atome vor. Sie wird aufgrund der hohen auftretenden Energiedichte *Energie-* oder *Temperaturspike* genannt [Ronn03] und lässt sich mit molekulardynamischen Methoden modellieren. Averbeck und Ghaly untersuchen seit 1994 [Aver94, Ghal94,99] durch Ionenbeschuss ausgelöste Stoßkaskaden bzw. Spikes in Einkristallen mit Hilfe extrem rechenaufwändiger Molekulardynamik-Simulationen (1 bis 6 Jahre CPU-Rechenzeit je Simulation)³. Weitere wichtige Beiträge machten Smith, Samela und Nordlund [Smit97 Same07, Same08]. Zur Simulation der Vorgänge im von einem Teilchen getroffenen Kristall werden die Bewegungsgleichungen eines N-Körper-Systems (1 Ion und N – 1 Atome) für beliebig kleine Zeitschritte numerisch gelöst [Alle89]. Die einzige wesentliche dabei verbleibende Unsicherheit betrifft das interatomare Potential [Donn05]. Anders als mit TRIM wird untersucht, was geschieht, wenn die Energien der beteiligten Atome zu gering werden, um weitere Atome von ihren Gitterplätzen zu stoßen. Eben zu diesem Zeitpunkt ist eine maximale Zahl von Atomen in Bewegung. Die weitere Entwicklung des Systems wird verfolgt, bis die Temperatur des betroffenen Targetbereichs wieder der angenommenen Umgebungstemperatur entspricht, zumeist 0 K. Bei diesen Simulationen trifft das Ion jeweils unter einem Einfallswinkel α auf das Target, bei welchem Channeling unwahrscheinlich ist. Schon in der

³ Simulationen im Energiebereich von 100 eV – 100 keV erfolgen mit Programmen wie MDRANGE [Nord95] und MOLDYCASK [Diaz90].

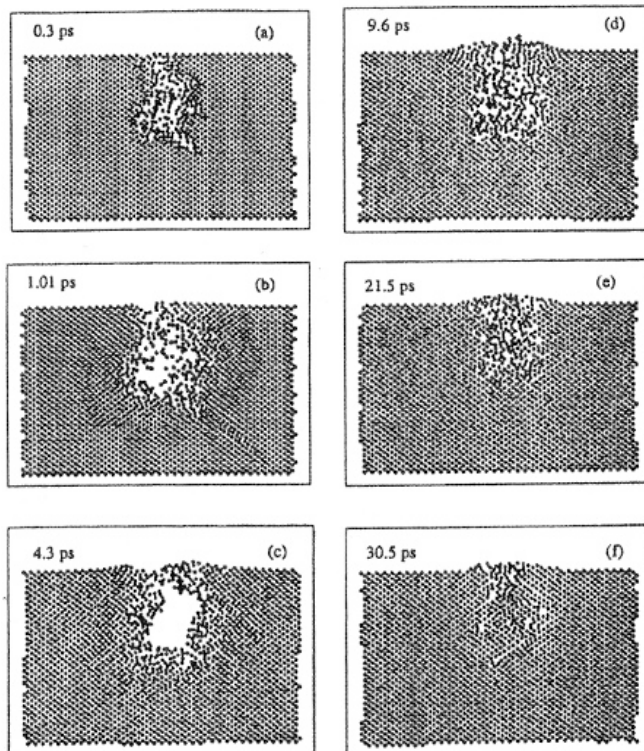


Abbildung 1.12: Bewegung von Gold-Atomen in einem Au-Einkristall, der von einem 10 keV Gold-Ion unter dem Einfallswinkel $\alpha = 20^\circ$ getroffen wird. Gezeigt ist der Blick in die $\langle 100 \rangle$ -Richtung zu sechs verschiedenen Zeitpunkten [Aver94].

ersten Untersuchung von Averbeck et al. (1994), wo ein 10 keV Gold-Ion auf einen Au(100)-Kristall trifft, waren viele grundsätzliche Trends ablesbar. In Abbildung 1.12 a) sieht man Atome, die durch die Stöße des Gold-Ions und der Gold-Atome untereinander von ihren Gitterplätzen gestoßen und in Bewegung versetzt sind. Die betroffene Region heizt sich schnell auf, dadurch wird eine Druckwelle erzeugt. Am Rand ist die Anzahldichte der Atome erhöht, und weitere Atome werden von ihren Gitterplätzen gestoßen. Die Mitte weist erst eine verringerte atomare Anzahldichte, dann einen Hohlraum auf (1 ps bis 4,3 ps, Bild b) und c)). Tausende Atome bewegen sich stark ungeordnet und besitzen eine mittlere kinetische Energie, die einer Temperatur von einigen 1000 K entspricht – man spricht von einem Temperaturspike. Es handelt es sich um keinen Gleichgewichtszustand, man kann von einem Phasenübergang sprechen und die sich bewegenden Atome als Flüssigkeit ansehen. Mit der zunehmenden Zahl der beteiligten Atome nimmt die mittlere Energie je Atom ab. Der Hohlraum schließt sich wieder (Bild d)) und die Atome strömen als sich ausdehnende Flüssigkeit hoher Temperatur und hohen Drucks (mehrere GPa) in Richtung Oberfläche. Anschließend lassen Temperatur und Druck nach, die kinetische Energie wird durch die Anregung von Gitterschwingungen abgebaut, und es erfolgt die Wiederverfestigung (Bilder e) und f)). Während sich die Grenzfläche zwischen fester und flüssiger Phase auf das Spike-Zentrum zubewegt, wird die Kristallstruktur *wiederhergestellt*. Im Zentrum verbleiben einige Punktdefekte (meist Frenkel-Paare⁴); es fehlen zur Oberfläche geflossene Atome, die dort adsorbiert wurden. Ähnliches fanden Ghaly et al. auch bei der Simulation der Bombardierung von Pt(100) mit 10 keV Pt [Ghal99]. Es zeigten sich Unterschiede abhängig von Tiefe des

⁴ Ein Frenkel-Defekt entsteht dadurch, dass ein Atom seinen Gitterplatz verlässt und auf eine normalerweise nicht besetzte Position im Kristallgitter wandert. Dadurch entstehen eine Leerstelle und ein Zwischengitteratom – Frenkel-Paar, nach dem russischen Physiker Jakob Iljitsch Frenkel benannt in 1926.

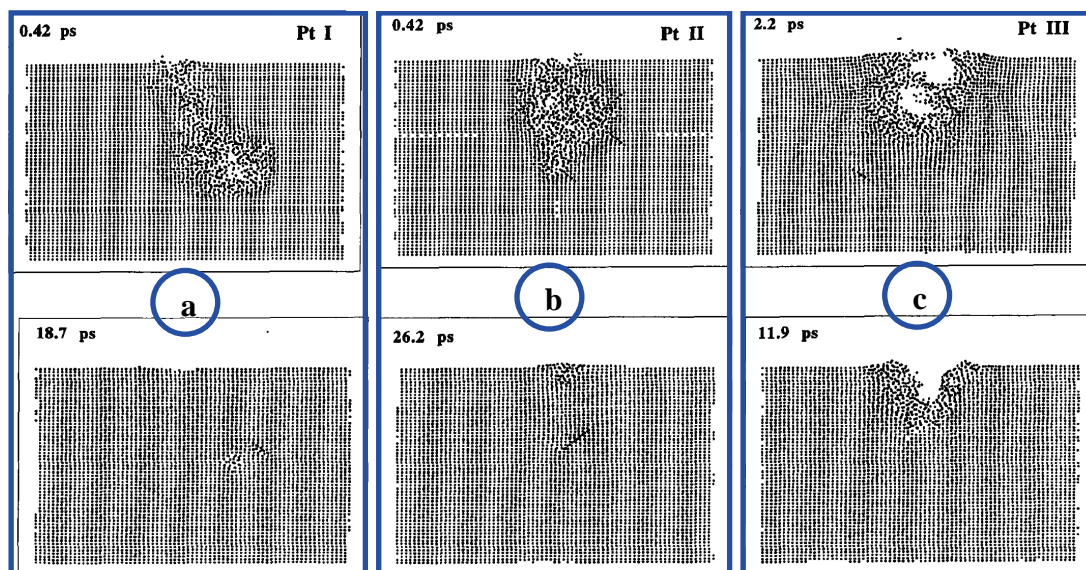


Abbildung 1.13: Drei verschiedene, durch Molekulardynamik-Simulation erhaltene, jeweils zu zwei Zeitpunkten dargestellte Ereignisse beim Beschuss von Pt(100) mit 10 keV Pt aus [Ghal99].

Spike-Zentrums unterhalb der Oberfläche. Ist es tief im Kristall – Abbildung 1.13 a), so fließt die atomare Flüssigkeit nicht auf die Oberfläche. An der Oberfläche entstehen nur wenige Leerstellen, denen entsprechen ähnlich viele adsorbierte Atome. Nur wenige Atome – etwa ebenso viele wie TRIM simuliert – werden gesputtert. Wenn sich das Spike-Zentrum nahe zur Oberfläche befindet (Abb. 1.13 b)) gelingt ein Teil der flüssigen Phase auf die Oberfläche; dort bleiben beim Wiedererstarren viele (~150) adsorbierte Atome. Der Sputter-Yield für Pt steigt dabei von 3 auf 5. Befindet sich das Spike-Zentrum noch näher zur Oberfläche – Abb. 1.13 c) – so reißt die erzeugte Druckwelle die Oberfläche auseinander, es kommt zu einer *Mikroexplosion*. Dadurch entsteht ein Krater. Sein Volumen entspricht einigen hundert Atomen, die sich überwiegend als adsorbierte Atome in der Umgebung wieder finden, einige Dutzend werden gesputtert. Solche Mikroexplosionen bestätigen Rastertunnelmikroskop-Beobachtungen von Teichert et al. [Teic94] an Pt(111).

Das Auftreten der verschiedenen Mechanismen hängt vom Ion und seiner Energie, vom Target-Material und dessen Schmelzenergie ab, allgemein von der Ion-Target-Kombination [Nord98,99]. Ist die Bremsleistung gering, so kommt es bevorzugt zu linearen Kaskaden. Bei größerer Bremsleistung treten bevorzugt Temperaturspikes auf, wobei es auch zu Mikroexplosionen kommen kann, wenn die Energie nahe der Oberfläche deponiert wird, und wenn das Volumen des Körpers im flüssigen Zustand größer als im festen Zustand ist. Simulationen mit Kupfer, Nickel und Wolfram zeigen keine Mikroexplosionen, sondern das Fließen von Atomen auf die Oberfläche. Bei Simulationen mit Si- und Ge-Targets werden Temperaturspikes erzeugt – es fließen aber keine Atome auf die Oberfläche, da die flüssige Phase eine höhere Dichte hat als der Festkörper, so dass kein Überdruck entsteht. Simulationen an Kupfer und Nickel zeigten einen weiteren Effekt: Bei der Expansion eines Temperaturspikes erfolgt eine *kohärente Verschiebung* eines umfassenden Kristallstücks (z.B. ca. 2000 Cu-Atome) um eine Atomlage Richtung Oberfläche [Ghal99, Nord99].

Trifft ein Ion der Energie E_0 auf den Festkörper und löst darin eine Stoßkaskade bzw. einen Temperaturspike aus n_0 Teilchen aus, so überträgt und verteilt es seine Energie auf die Targetatome des Volumens $V_{\text{cascade/spike}}=V_{c/s}$. Ob das Volumen schmelzen kann, hängt ab von der mittleren übertragene Energie Ω je Targetatom:

$$\Omega = \frac{E_0}{n_0 \cdot V_{c/s}}. \quad (1.35)$$

Schmelzen ist möglich, wenn Ω größer ist als die Mindestenergie, die jedem Atom dafür zugeführt werden muss:

$$\Omega > Q_h + Q_{pt}. \quad (1.36)$$

Dabei sind Q_h und Q_{pt} die erforderlichen Wärme- und Phasenübergangsenergien. Allerdings ist $V_{c/s}$ nicht einfach zu bestimmen. Nimmt man vereinfachend an, dass das Volumen kurzzeitig schmilzt und zylindrische Form hat, so ist der Radius $r_{c/s}$ dieses Volumens

$$r_{c/s} = \sqrt{\frac{F_D}{\pi \cdot n_t \cdot (Q_h + Q_{pt})}}. \quad (1.37)$$

Dabei ist F_D die entlang der Bahn des Ions deponierte Energie (je Längeneinheit), n_t ist die atomare Anzahldichte des Targets. Im Beispiel aus Abbildung 1.12 ist ein Volumen von 100 nm^3 mit 4 nm Radius betroffen.

Die Erwärmung beim FIB-Sputtern beschränkt sich auf die Region, welche von der Stoßkaskade bzw. dem Temperaturspike definiert ist. Wird mit einem schnell rasternden FIB-Strahl gearbeitet mit einer lokalen Einwirkdauer (engl.: dwell time) in der Größenordnung von Mikrosekunden, kann man die Erwärmung der gesamten gesputterten Fläche für die meisten Materialien vernachlässigen. Das gilt aber nicht für den Fall des durchgehenden Sputterns mit breitem Strahl [Aver94, Gian05].

1.8 Temperaturabhängigkeit des Channelings

Mit Hinblick auf die Ergebnisse molekulardynamischer Simulationen sind Beobachtungen des temperaturabhängigen Channelings von Sommerfeldt et al. [Somm71] bemerkenswert. Ein Ge-Einkristall wurde um die $\langle 112 \rangle$ -Achse gedreht und mit Ne^+ , Ar^+ und Kr^+ -Ionen jeweils bei verschiedenen Targettemperaturen zerstäubt. Für jede Ionensorte zeigt der SE-Yield oberhalb einer *Ausheiltemperatur* eine Winkelabhängigkeit infolge von Channeling. Unterhalb dieser vom Edelgastyp abhängigen Ausheiltemperatur wird das Target amorphisiert; d.h. der SE-Yield wächst monoton mit dem Einfallswinkel. Der Übergang des Targets aus dem kristallinen in den amorphen Zustand erfolgt jeweils in einem Temperaturintervall von ca. 50 K. Diese Beobachtungen lassen sich in Anlehnung an die Ergebnisse der Molekulardynamik-Simulationen so deuten, dass sich im Kristall bei ausreichender Targettemperatur unter Ionenbeschuss entlang der Ionentrajektorien Hitzespikes entwickeln, so dass lokales Schmelzen auftritt. Anschließend findet der Kristall erstarrend zurück zur Einkristallstruktur; er heilt aus, wobei nur wenige Kristalldefekte zurückbleiben. Ist die Targettemperatur zu gering, so reicht der Energieverlust des Ions in der

Regel nicht aus, um Hitzespikes zu verursachen und den Kristall lokal schmelzen zu lassen. Dann verbleiben die durch die Stoßkaskade deplazierten Atome an ihren neuen, „falschen“ Plätzen, und der Kristall wird amorphisiert.

1.9 Sekundärelektronen-Yield

Wird eine Oberfläche mit Ionen oder Elektronen bombardiert, so können Elektronen aus der Oberfläche emittiert werden. Sind die bombardierenden Teilchen Elektronen, so werden diese als *Primärelektronen* bezeichnet, die emittierten Elektronen mit Energien $E_{SE} < 50$ eV werden in beiden Fällen *Sekundärelektronen* (SE) genannt. Trifft ein geladenes Teilchen auf einen Festkörper, so überträgt es Energie auf die Elektronen im Festkörper durch Stöße mit Elektronen, durch inelastische Stöße mit Atomen (elektronische Anregung oder Ionisierung) und in Metallen auch durch Anregung von Plasmonen. Die Energie der bei Ionisierungen freigesetzten Elektronen kann ausreichen, damit sie den Festkörper als Sekundärelektronen verlassen. Die Anzahl der emittierten Sekundärelektronen je einfliegendem Teilchen heißt **Sekundärelektronen-Yield** bzw. -**Ausbeute** (engl.: **Secondary Electron Yield**, SEY).

Der SEY hängt ab von Art und Energie der einfliegenden Teilchen, vom Targetmaterial, von der Einfallrichtung relativ zur Oberfläche und zur Orientierung des Kristallgitters sowie vom Abstand der getroffenen Elektronen zur Oberfläche. Die Energieverteilung der Sekundärelektronen, die mit einem Primärelektronenstrahl aus der Targetoberfläche gelöst werden, zeigt die Abbildung 1.14.

Wenn nicht Elektronen sondern Ionen auf die Oberfläche eines Festkörpers treffen, können SE durch zwei Mechanismen emittiert werden – aufgrund potentieller oder kinetischer Emission. Bei potentieller Emission wird das Ion Auger-neutralisiert, und ein Sekundärelektron wird emittiert. Die Ausbeute dieses Prozesses sättigt bereits bei kleinen

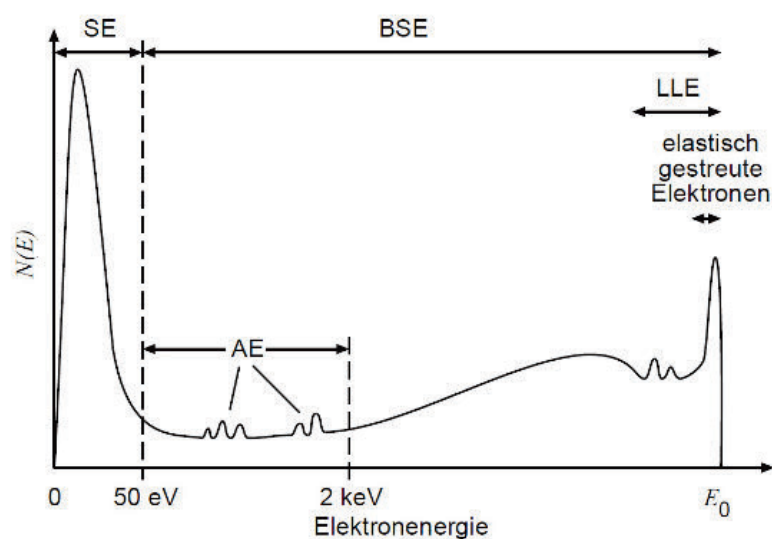


Abbildung 1.14: Schematische Darstellung des Elektronen-Energiespektrums, das sich unter dem Beschuss von Primärelektronen mit einer Energie von einigen keV ergibt. Neben Sekundärelektronen (SE) mit $E_{SE} < 50$ eV treten Auger-Elektronen (AE) und rückgestreute Elektronen (BSE) auf, darunter solche mit geringem Energieverlust (LLE: **Low-Loss Electrons**) und elastisch gestreute Elektronen. Nach [Seil83, Reim98].

Energien $E_0 < 100$ eV [Kish73]. Die kinetische Emission wächst hingegen (so wie der elektronische Energieverlust) mit zunehmender Teilchenenergie, so dass sie beim Beschuss des Targets mit z.B. 30 keV Ga^+ -Ionen dominiert. Die kinetische Emission von Sekundärelektronen erfolgt infolge der Anregung von Elektronen des Leitungsbandes durch Stoß, sei es des Ions, eines vom Ion zurückgestoßenen Atoms oder eines anderen, schon angeregten Elektrons. Aufgrund der anderen Anregungsprozesse unterscheidet sich der SE-Materialkontrast bei FIB-Anregung von dem in SEM [Ishi02], z.B. gibt es weniger Kontrast aufgrund von Flächenneigung oder Abschattung. Des Weiteren hängt der SEY von der Ordnungszahl Z_t des Targetmaterials ab. Wenn Ga^+ -Ionen leichte Targets bombardieren, wird ein großer Teil der Ionenenergie durch Stöße rückgestreuter Atome an Elektronen abgegeben. Schwerere Targetatome vermehren die Sekundärelektronen durch den Kaskadenprozess und übertragen nur wenig Energie direkt an Elektronen [Ohya03,03a]. Generell sinkt der SEY mit wachsenden Z_t , wenn mit Ga^+ -Ionen bombardiert wird – wohingegen der SEY bei Beschuss mit Elektronen mit Z_t wächst.

Damit ein angeregtes Elektron schließlich als Sekundärelektron aus dem Festkörper in das Vakuum austreten kann, muss es die Potentialbarriere an der Oberfläche, die sogenannte Austrittsarbeit W (engl.: work function), überwinden, die bei Metallen ca. 4-5 eV beträgt. Die Austrittsarbeit hängt sowohl vom Material als auch von der genauen Beschaffenheit der Oberfläche (Sauberkeit, Rauigkeit, Kristallfläche) ab und hat einen starken Einfluss auf den Sekundärelektronen-Yield.

Für amorphe Materialien ist der SEY nach Sternglass umgekehrt proportional zum Kosinus des Einfallswinkels [Ster57, Inai07, Cast11]. Der Verlauf ähnelt dem vom Sputter-Yield $Y(\alpha)$ (siehe Abb .1.2) und hat ein Maximum bei $\alpha \approx 80^\circ$. Für kristalline Materialien weist der SEY Minima entlang der niedrigindizierten kristallographischen Richtungen bzw. Ebenen auf. Der Sekundärelektronen-Yield steigt mit der Targettemperatur und mit der Energie der einfallenden Ionen [Brus85].

Für qualitative Untersuchungen von mikro- und nanostrukturierten Objekten stellt der Nachweis von Sekundärelektronen eine schnelle und anschauliche Methode dar. Werden Sekundärelektronen als Werkzeug für Materialuntersuchungen eingesetzt, so spielen der Zustand der Oberfläche und das Vorhandensein oder die Abwesenheit einer Oxidschicht eine wichtige Rolle. Die Sekundärelektronen mit einer Energie von einigen Elektronenvolt sind die wichtigste und meistgenutzte Informationsquelle. Sie werden typischerweise mit einem Everhart-Thornley-Detektor detektiert. Aufgrund ihrer niedrigen Energie kommen sie aus den obersten Nanometern der Oberfläche und bilden die Topografie des Targets ab. Das Volumen, in dem der größte Teil der SE generiert wird, ist vergleichsweise klein, deswegen erlauben SE-Bilder eine Auflösung von wenigen Nanometern.

1.10 FIB

Das Werkzeug dieser Arbeit, die Maschine der Materialstrukturierung, die zugleich visuelle Information über die Ergebnisse der Wechselwirkung mit dem Targetmaterial erzeugt, ist der Fokussierte Ionenstrahl bzw. die FIB-Anlage. Mit dem Ionenstrahl kann man dreidimensionale Mikro- und Nano-Objekte abbilden, erzeugen, äußerlich und innerlich modifizieren. Dabei kommen beinahe jede Art von Festkörpermateriale und eine Vielzahl von Geometrien in Frage. Erweiterungen des Spektrums der Möglichkeiten ergeben sich durch die Belichtung von Photolack [Hill01], gezielte Ionenimplantation und Durchmischung [Fass08] sowie durch die lokale Deposition von Material über „Precursor-Gase“ [Tao90].

Ausschlaggebend für die Geschichte des FIBs war Albert Crewes Entwicklung einer Feldemissions-Elektronenquelle in den 1960er Jahren [Crew68]. Mit dieser ersten Punktquelle wurde sein Rastertransmissionselektronenmikroskop das höchstauflösende zur damaligen Zeit. Riccardo Levi-Setti, parallel mit Jon Orloff und Lynwood W. Swanson, setzten Crewes Idee fort, indem sie Feldemissions-Ionenquellen auf Basis von ionisiertem Gas einsetzten [Levi74, Esco75, Orlo75]. Der erste FIB mit flüssiger Metallionenquelle (engl.: **Liquid Metal Ion Source**, LMIS) wurde von R. L. Seliger et al. 1978 konstruiert [Seli79].

Heute ist die Fertigung kommerzieller FIB-Anlagen weltweit verbreitet. Sie werden hergestellt von JEOL und SII NanoTechnology in Japan, FEI Company und Schlumberger in USA, TESCAN in Tschechien und Orsay Physics in Frankreich. Einen Überblick über Physik und Technologie fokussierter Ionenstrahlen hoher Auflösung bietet J. Orloff in [Orlo93].

1.10.1 FIB-Aufbau

Die typische FIB-Anlage besteht aus Vakuumsystem, Vakuumkammer, flüssiger Metallionenquelle, Ionensäule, Probenstisch, dem Detektor, und der elektronischen Hard- und Software zur Signalverarbeitung. Die Ionensäule besteht aus rein elektrostatischen Elementen.

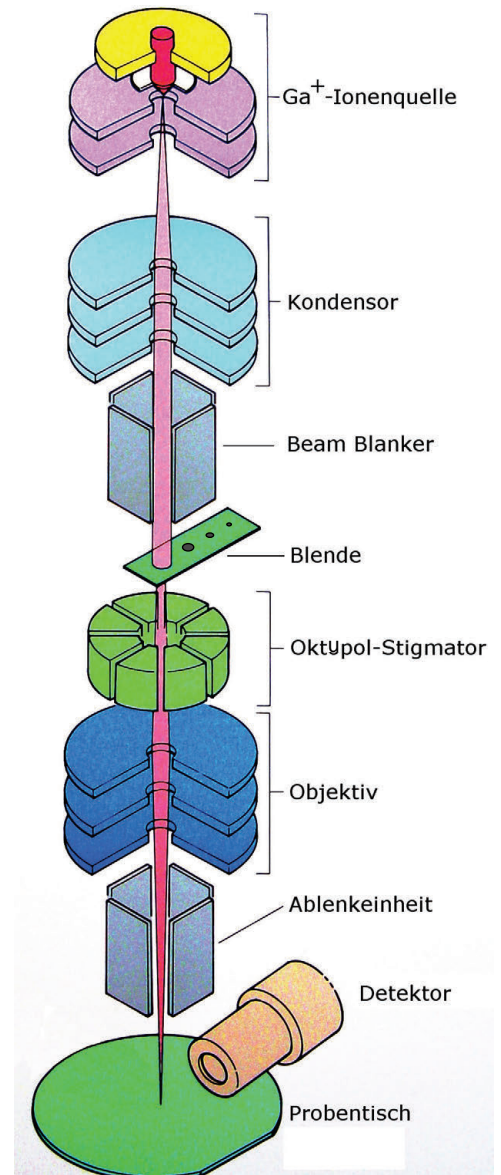


Abbildung 1.15: Aufbauschema der Ionensäule und Foto der FIB-Anlage Seiko SMI-8300.

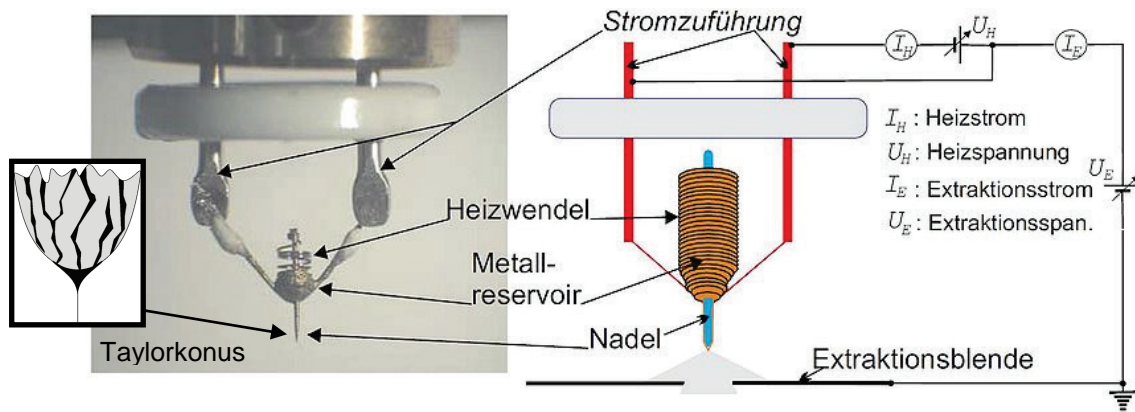


Abbildung 1.16: Schema einer LMIS. Die Quelle liegt an dem Hochspannungspotential U_e , an der Nadelspitze bildet sich ein Taylor-Gilbert-Konus aus [Boch12].

Magnetische Linsen wie in Elektronenmikroskopen werden nicht verwendet aufgrund der im Vergleich zu Elektronen 125000-fach größeren Masse der Ga^+ -Ionen. Für die Experimente dieser Arbeit wurde ein japanisches Single Beam Seiko SMI-8300 mit vertikaler Ionensäule eingesetzt. Abbildung 1.15 zeigt das Bauschema der Ionensäule und ein Foto der Apparatur. Ganz oben befindet sich die Flüssigmetall-Ionenquelle (LMIS), die zur Erzeugung eines Ionenstrahls erforderlich ist [Forb97]. Die LMIS – siehe Abb. 1.16 – kann einen Ionenstrahl mit einem Durchmesser bis herunter zu 2 nm gewährleisten. Dadurch wird es möglich, mit dem FIB Strukturen mit Nanometer-Größen zu erzeugen. In einem beheizbaren Tiegel aus Wolfram befindet sich Metall, Legierung oder Eutektikum niedriger Schmelztemperatur T_m [Swan94, Bisc00, Tond05]. Heutzutage wird am meisten Ga mit $T_m = 29,8^\circ C$ verwendet. Gallium als Metall für die Ionenquelle hat folgende Vorteile:

- Die niedrige Schmelztemperatur minimiert Reaktionen mit bzw. Diffusion von Nadel-Material.
- Der niedrige Dampfdruck bewirkt eine geringe Flüchtigkeit und führt zu einer langen Lebensdauer der Quelle von bis zu 1500 Stunden bei guter Vakuumverträglichkeit.
- Die niedrige freie Oberflächenenergie begünstigt die Viskosität auf der Wolfram-Oberfläche.
- Die Emissions-Charakteristik ermöglicht eine hohe Winkelintensität mit kleiner Energie-Bandbreite.

Durch den Tiegel hindurch geht eine Nadel aus Wolfram oder Molybdän. Das flüssige Gallium benetzt die Nadelspitze, die typischerweise wenige Mikrometer Krümmungsradius hat. Die Ga-Atome werden aus der Spitze abgelöst durch Anlegen der Extraktorspannung von einigen kV zwischen Nadel und Extraktionsblende. Es bildet sich eine Spitze aus flüssigen Metall aus – ein Taylor-Gilbert-Konus mit einer effektiven Emissionsspitze von einigen Zehntel Nanometern Durchmesser [Hill01]. Zusätzlich wird das Ablösen der Atome durch Heizen des Metalls begünstigt. Die hohe elektrische Feldstärke 10^{10} V/m, die sich an der Spitze ausbildet, ionisiert die Ga-Atome durch einen quantenmechanischen Tunnel-Prozess [Gome61, Müll69]. Eine genaue Analyse des Emissionsverhaltens von Flüssigmetall-Ionenquellen findet sich z.B. bei Hillmann [Hill01].

Der Anteil der ionisierten Ga-Atome, der durch die Extraktionsblende kommt, bildet einen stetigen Ionenstrom, der durch die Ionensäule auf die Probe fokussiert wird. Durch das elektrische Feld zwischen Ionenemitter und geerdeter Lochkathode werden die extrahierten Ga^+ -Ionen in der Säule beschleunigt. Es gibt zwei jeweils aus drei runden Elementen bestehende elektrostatische Linsensysteme, den Kondensator und das Objektiv. Der Kondensator parallelisiert den aus der Ionenquelle kommenden divergenten Strahl und bestimmt über die Breite des Strahls in der Blendenebene den Strahlstrom. Das Objektiv fokussiert den Strahl auf die Probenoberfläche. Der Beam Blanker verhindert unerwünschtes Sputtern des Targets durch zeitweilige Ablenkung des Strahls aus der Mitte der Säule, so dass keine Ionen die Probe erreichen. Dies geschieht ebenfalls elektrostatisch und erlaubt hohe Ablenkgeschwindigkeit. Die Blendenebene verfügt über vier Blenden mit Durchmessern von 40 μm , 75 μm , 150 μm und 300 μm , diese ermöglichen für verschiedene Anwendungen die Kontrolle der Güte der Abbildung bzw. die Variation der Stromstärke. Der Ionenstrom kann von wenigen pA bis zu μA gewählt werden. Um einen die Ionenoptik begleitenden Bildfehler – den Astigmatismus – auszukorrigieren, ist der Stigmator in den Strahlengang eingebaut. Dies ist ein elektrostatischer Oktupol mit manuell einstellbaren elektrischen Feldern. Die Ablenkeinheit (Deflektor) dient schließlich zur Bewegung des Strahls über die Probenoberfläche.

Die Strahlkorrektur, d.h. die Optimierung der Fokussierung des Ionenstrahls, wird auf einem Testfeld auf der Probe durchgeführt. Das Sekundärelektronenbild wird kontrolliert und die Schärfe des Bildes wird optimiert durch die Zentrierung der Blende und des Kondensators und durch Variation der Spannungen an Objektivlinse, Stigmator und Kondensator. Ebenso müssen Bildfeldgröße und Bildfelddrehung überprüft werden. Die Bildfeldgröße ist vom Abstand der Probenoberfläche von den Ablenkplatten des Deflektors abhängig und wird mit zunehmender Distanz größer.

Als SE-Detektor wird ein Everhart-Thornley Detektor verwendet, bei dem die Elektronen auf einem auf +10 kV (relativ zur Probe) liegenden Leuchtschirm Lichtblitze auslösen; letztere werden mit einem Photomultiplier in ein elektrisches Signal gewandelt. Der Detektor ist unter dem Winkel 45° zur Ionensäule ausgerichtet und weist die Sekundärelektronen nach, die aus der vom FIB getroffenen Targetoberfläche emittiert werden. Die Elektronenemission wird analog zu einem Rasterelektronenmikroskop genutzt, um die Probenoberfläche abzubilden [Raff06]. Die rasternde Bildaufzeichnung gibt eine direkte Rückmeldung über die Strahlform und die Fokussierung während das Signal im TV-Modus in Echtzeit auf Bildschirm übertragen wird. Dabei ist zu bedenken, dass diese Art der Bilderzeugung mit fortlaufender Zerstäubung und Veränderung des beobachteten Körpers verbunden ist.

Die Beschleunigungsspannung für Ga^+ -Ionen kann zwischen 5 kV und 50 kV variiert werden. Der minimal erreichbare Fokusdurchmesser beträgt 15 nm bei 2 pA Ionenstrom. Für alle Experimente dieser Arbeit betrug die Strahlenergie 30 keV. Die FIB-Anlage verfügt über eine große Vakuum-Hauptkammer und eine kleine Vorkammer, durch die der zeitsparende Transfer von unter 1 cm hohen Proben möglich ist, ohne die Hauptkammer zu belüften. Das Gerät ist mit einem motorisierten 5-Achsen-Tisch für 5-Zoll Proben ausgerüstet. Der

maximale Kippwinkel des Probenstischs relativ zur Horizontalen beträgt 60° . Der Druck in der Kammer und in der Ionensäule beträgt 10^{-5} Pa und wird durch den Einsatz zweier magnetgelagerter Turbomolekularpumpen erreicht.

1.10.2 Abbilden und Strukturieren mit dem FIB

Sowohl bei der Erzeugung von Abbildungen als auch beim Strukturieren mit dem fokussierten Ionenstrahl gibt es zwei Aspekte, die berücksichtigt werden müssen:

1) Der mit dem FIB bestrahlte Körper wird an und unter seiner Oberfläche verändert. Neben der gewünschten Wirkung, sei es eine Strukturierung durch Materialabtrag oder eine Abbildung, entstehen notwendigerweise in bestimmten Ausmaßen die folgenden Arten von Bestrahlungsschäden:

- *Amorphisierung der Oberfläche* führt partiell zum Verlust der kristallinen Struktur.
- *Ionenimplantation* – Ga-Atome bleiben in der Probe und können eine kritische Konzentration erreichen, so dass eine zweite Phase des Materials entsteht.
- *Gitterdefekte* (Leerstellen, Zwischengitteratome und Dislokationen) werden erzeugt und können die Materialeigenschaften beeinflussen.
- Durch *Hitzespikes* und Mikroexplosionen können hunderte bis tausende Atome auf die Oberfläche fließen oder verschoben werden, und es können Krater entstehen.

2) Es gibt mehrere Faktoren, welche das Auflösungsvermögen der Abbildung und der Strukturierung limitieren:

- *Aberrationen* der ionenoptischen Abbildung mit zylindersymmetrischen elektrostatischen Linsen begrenzen den kleinstmöglichen Durchmesser des Ionenstrahls. Aufgrund der Geschwindigkeitsverteilung der Ionen sind longitudinale und transversale chromatische Aberration neben der sphärischen Aberration die bedeutendsten Abbildungsfehler des FIB, da sie (anders als Astigmatismus und Koma) auch dann auftreten, wenn die punktförmige Ionenquelle auf der „optischen“ FIB-Achse liegt. Hinzu kommt der Astigmatismus, der bei dejustierter oder nicht rotationssymmetrischer Ionenoptik auftritt, wenn das Ionenbündel schräg zur optischen Achse verläuft. Je kleiner die Blendenöffnung und damit der Strahlkegel im Objektiv sind, und je geringer der Abstand eines strukturierten oder abgebildeten Punkts zur Achse der FIB-Säule ist, desto geringer wirken sich die Aberrationen aus, und desto besser ist die Auflösung [Hill01].
- *Raumladungseffekt*: Die Coulombabstoßung der Ionen untereinander führt zu einer longitudinalen und transversalen Geschwindigkeitsverteilung der Ionen, welche den Durchmesser der virtuellen Fläche, aus der die Ionen emittiert werden, auf ca. 50 nm vergrößert (bei Ionenströmen $> 40 \mu\text{A}$ noch mehr) [Hill01].
- Eine *zerstörerische Wirkung* hat Sputtern = Zerstäuben schon dem Namen nach. Dies ist eine fundamentale Begrenzung in Bezug auf die Abbildung und Erzeugung von kleinsten Strukturen, denn das Tempo, in dem ein Objekt abgetragen wird, definiert

die Informations-Menge, die aus der Strahl-Probe-Wechselwirkung verfügbar ist. Wenn sich auf der Probenoberfläche ein kleines Objekt befindet, wird es oft weg gesputtert, bevor es genug SE-Signal erzeugen konnte, um gesehen zu werden [Orlo95, 03].

- *Aufladung*: Isolierende oder schlecht geerdete Materialien laden sich auf, wenn sie mit geladenen Teilchen bombardiert werden. Dadurch entstehen elektrische Felder, welche den Ionenstrahl ablenken und die Qualität des Strukturierens oder Abbildens mit FIB negativ beeinflussen. Die Aufladung lässt sich durch das Aufbringen dünner Metallbeschichtung oder durch eine gute Erdung der Probe neutralisieren.

Die beste Auflösung, die sich gegenwärtig bei der Abbildung mit sehr kleinem (~ 1 pA) Galliumionen-Strom bei 30 keV erzielen lässt, liegt bei ≤ 2 nm [Orsa13]. Diese Zahl wächst auf 5 bis 10 nm mit den typischerweise für das Strukturieren verwendeten Ionenströmen von 10 pA bis 100 pA. Die Strukturierung in diesem Größenbereich ist nicht mehr durch den Strahldurchmesser, sondern durch die laterale Verbreiterung bei der Wechselwirkung des Ions mit der Probe limitiert. Praktisch können Strukturen mit lateralen Größen kleiner als 10 bis 15 nm nicht realisiert werden. Einen alternativen, noch sehr neuen Ansatz bei Bedarf an kleineren Strukturen bietet das seit 2007 verfügbare Heliumionenmikroskop (engl.: **Scanning Helium Ion Microscope, SHIM**). Das SHIM erreicht eine Auflösung von unter einem nm und Strukturgrößen im sub-10 nm Bereich [Zeis13]. Die Sputterrate eines fokussierten Heliumionen-Strahls ist aufgrund der geringen Masse der Heliumionen sehr viel geringer als beim Ga^+ -Strahl. Somit ist er einerseits weniger zerstörerisch für die Probe, andererseits erfordert das Strukturieren lange Rasterzeiten – einen Vergleich findet man in [Cohe08].

Für die Planung und Gestaltung der Strukturierungen wurde der Layout-Editor eDraw 2 von

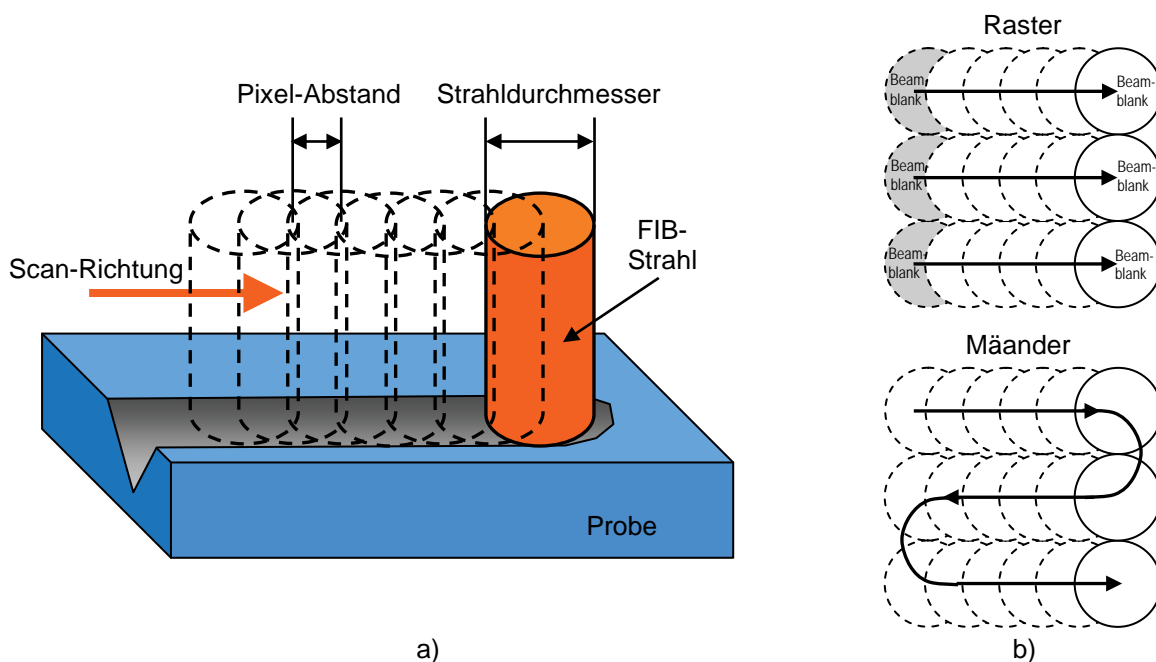


Abbildung 1.17: a) Schematische Zeichnung des Sputterns mit dem FIB [Tsen04]. b) Die Bewegung des Ionenstrahls erfolgt entweder durch einfaches oder durch mäanderförmiges Rastern. Letzteres wurde für alle Strukturierungen im Rahmen dieser Arbeit benutzt. Beim einfachen Rastern entsteht eine unerwünschte Vertiefung auf der linken Seite durch die Pausen während des Beam Blankings.

Nanonic verwendet. Mit Hilfe seiner grafischen Oberfläche werden die Elemente, die gesputtert werden sollen, festgelegt – Punkte, Linien, eckige oder runde Flächen. Dabei wird der geometrische Arbeitsbereich definiert und die Reihenfolge, in der die einzelnen Elemente strukturiert werden, wird bestimmt. Komplexere Layouts können als Bitmap-Datei importiert und anschließend in eDraw bearbeitet werden. Auch die Scanmethode, mit welcher der Ionenstrahl bewegt wird, wird angegeben. Der Ionenstrahl kann im einfachen Linienscan oder mäanderförmig über die Probe bewegt werden – siehe Abbildung 1.17. Zudem kann eine zu sputternde Fläche mit einem einfachen Scan oder mit einem Vielfachscan abgetragen werden. Die Gesamtdosis bei FIB-Strukturierungen im Rahmen dieser Arbeit wurde typischerweise in Hunderten *Zyklen* mit einer geringen Flächendosis pro Zyklus verteilt, dabei rasterte der Strahl feine Mäander (< 5 nm) mit hohem Strahlüberlapp von Punkt zu Punkt ab.

Die Durchführung des Sputter-Prozesses wird vom PC aus durch das Programm eLitho von Nanonic [Nano12] gesteuert. In eLitho werden die mit eDraw erstellten Layouts eingelesen und die Ionendosen (als Punkt-, Linien- bzw. Flächendosis) benutzerdefiniert zugeordnet. Das Programm wirkt durch digitale Kommandos auf die Steuerungselektronik eLitho EK 04. Dieses DSP-Gerät erzeugt die erforderlichen Signalspannungen, die auf den Beam Blanker und die Ablenkeinheit wirken und so den Ionenstrahl steuern. Außerdem verarbeitet eLitho das Signal des Sekundärelektronendetektors, was die Arbeit mit FIB-Abbildungen in digitaler Form ermöglicht. Abbildung 1.18 zeigt schematisch, wie Rechner, Steuerungselektronik und die eigentliche FIB-Anlage zusammenwirken.

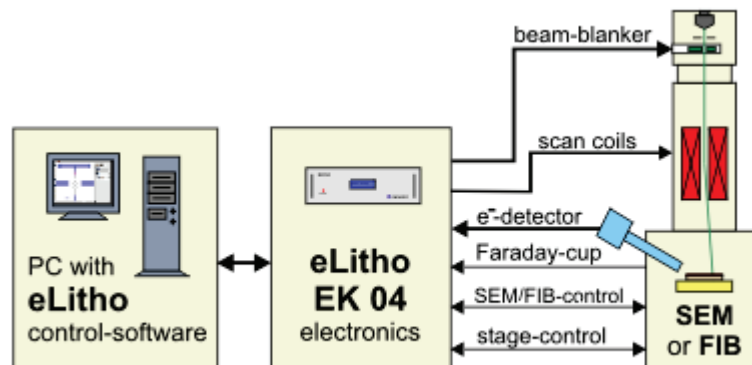


Abbildung 1.18: Schematische Darstellung des Zusammenwirkens von PC mit eLitho-Software, DSP-Steuerungselektronik eLitho EK 04 und der eigentlichen FIB-Anlage [Nano12].



Gemessen an der sehr vielfältigen und spannenden Literatur konnten hier viele physikalische und technische Grundlagen des Sputterns und des Strukturierens mit dem Ionenstrahl nur angerissen werden. Insbesondere die theoretische Beschreibung des Sputterns könnte noch erheblich erweitert werden – jedoch ist dies in erster Linie eine experimentelle Arbeit. Einige weitere grundlegende Aspekte, die sich im Verlauf der experimentellen Arbeit als wesentlich herausstellten, werden in den folgenden Kapiteln vertieft, außerdem widmet sich das Kapitel 3 den Grundlagen des Strukturierens von Siliziumnitrid-Membranen.

Kapitel 2

Einfluss des Kristallgitters auf Sputter- und Sekundärelektronen-Yield

2.1 Motivation

Wie in Kapitel 1 dargestellt zeigt sich beim Ionenbeschuss von kristallinen Materialien eine deutliche Abhängigkeit der Wechselwirkung von der Richtung der einfallenden Ionen bezogen auf das Kristallgitter sowie auf die lokale Oberfläche. Die Winkelabhängigkeit der Abtragsrate bzw. des Sputter-Yields führt bei der Strukturierung eines polykristallinen Objekts mittels FIB zu Unterschieden in der Morphologie der Oberfläche [Wagn90, Maye07]. Abbildung 2.1 zeigt ein Beispiel aus [Wend06] mit polykristallinem Kupfer. Es zeigen sich trotz gleicher Ionendosis deutliche Höhenunterschiede von 600 nm bis 700 nm zwischen den verschiedenen Kristalliten des Materials. Gleichzeitig unterscheidet sich die jeweilige Textur der Oberfläche. Abbildung 2.1 c) zeigt eine FIB-Sekundärelektronen-Aufnahme derselben Probe. Die unterschiedliche Helligkeit der verschiedenen Kristallite deutet auf den Grund des unterschiedlichen Abtrags: Je nach Kristallorientierung liegen zwischen den Atomen Kanäle mehr oder weniger offen für die einfliegenden Ionen. Folglich unterscheidet sich die Wechselwirkung zwischen den Ionen und dem Kristallgitter. Die Ionen dringen mehr oder weniger tief in den Festkörper ein und setzen eine dementsprechend unterschiedliche Anzahl von Atomen und Sekundärelektronen frei.

Die Abbildung 2.1 ist gleichzeitig die Motivation für diesen Teil der vorliegenden Arbeit – sie zeigt sehr anschaulich, wie die Nichtberücksichtigung der Kristallorientierung schnell zu einem unerwünschten Ergebnis einer FIB-Strukturierung führen kann.

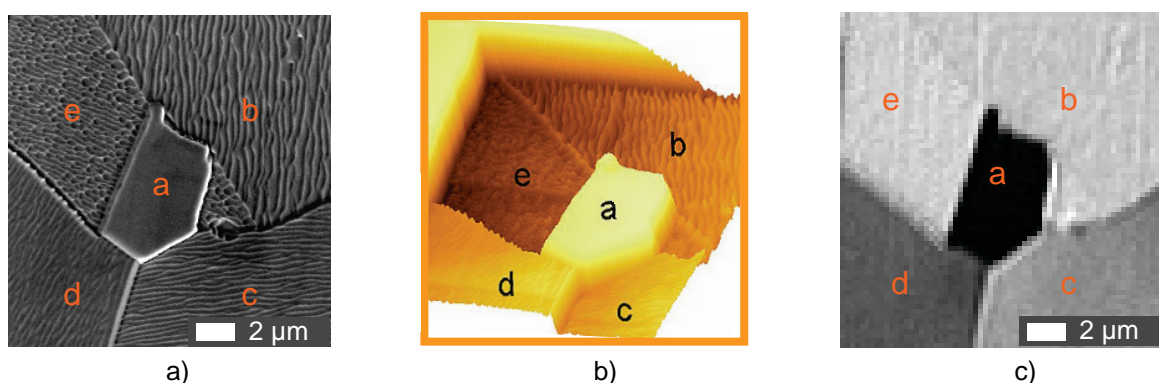


Abbildung 2.1: a) SEM-Bild einer Cu-Probe nach dem FIB-Sputtern mit homogener Dosis. Das Bild zeigt sowohl verschiedene Kristallorientierungen als auch die Sputter-Textur der Probe. b) AFM-Bild derselben Probe. Der Höhenunterschied zwischen verschiedenen Kristalliten beträgt 600-700 nm, die Rillentiefe in der Textur bis zu 80 nm. c) Dieses FIB-Bild zeigt die unterschiedlichen Helligkeiten und somit den verschiedenen Sekundärelektronen-Yield der Kupfer-Kristallite [Wend06].

Für nicht- oder halbleitende Materialien steht zwar eine Reihe experimentell ermittelter Abtragsraten zur Verfügung, und für amorphe Materialien gibt es mit SRIM berechnete Sputter-Yield-Werte, aber es sind nur wenige Untersuchungen des winkelabhängigen Sputter-Yields bekannt. Zudem geben verschiedene Lehrbücher und Veröffentlichungen Sputter-Yield-Werte an, die fehlerhaft sind bzw. einander widersprechen [Lesl94, Orlo03]. In der Praxis der Materialbearbeitung mittels Ionenstrahlen fehlt die konkrete und zuverlässige Information über die Größe des winkelabhängigen Sputter-Yields für die gängigen kristallinen Materialien bei den üblichen Ionenenergien. Die Kenntnis des winkelabhängigen Sputter-Yields ist wesentlich für die Kontrolle der Tiefe von Strukturen sowie für die Herstellung von Strukturen mit geneigten Flächen. Daher ist ein Ziel dieser Arbeit, eine in jeder beliebigen FIB-Anlage einfach anwendbare Methode zur Bestimmung des winkelabhängigen Sputter-Yields zu finden. Diese Methode wird für einige kristalline Materialien erprobt, die Ergebnisse werden theoretisch eingeordnet und zur allgemeinen Verfügung gestellt.

Prinzipiell soll es möglich sein, winkelabhängige Sputter-Yield-Werte zu ermitteln für alle kristallinen Materialien des Periodensystems sowie für beliebige kristalline Legierungen und Verbindungen. Daher ist die Schnelligkeit und einfache Anwendbarkeit der Methode wichtig. Beispiele für schon existierende, relativ aufwändige und daher zeitintensive Methoden zur Ermittlung des Sputter-Yields sind die Bestimmung der Dicke einer mittels Ionenstrahl abgetragenen Schicht mittels *ex situ* Atomkraftmikroskopie [Lugs02, Adam06, Horv07] und mittels optischer Interferenz-Messungen [Adam03]. Diese Methoden erfordern außer der FIB-Anlage zusätzliche Geräte und einen Transfer der Probe; sie sind daher anfällig für Veränderungen und Beschädigungen der Probe zwischen Strukturierung und Messung. Es gibt also Bedarf an einer *in situ* Methode, die das Sputtern einer Teststruktur, deren anschließende Untersuchung und die Erzeugung von Daten beinhaltet, so dass aus den Daten der Sputter-Yield einfach bestimmt werden kann. Die Bedingung „*in situ*“ ist folglich eine zusätzliche wichtige Forderung an die zu entwickelnde Methode.

Für *in situ* Messungen ohne zusätzliche Geräte eignet sich in erster Linie der Ionenstrahl selbst oder ein Elektronenmikroskop, falls eines in die FIB-Anlage integriert ist. Durch flächiges Abrastern der Probe werden mit Hilfe des vorhandenen Detektors für Sekundärelektronen Abbildungen der Probe erzeugt. Folglich sollte die zu sputternde Struktur so gestaltet werden, dass ihre Abbildung mittels FIB oder SEM Rückschlüsse auf den (winkelabhängigen) Sputter-Yield erlaubt. Eine derartige Gestaltung wird in Abschnitt 2.2 vorgestellt.

Das Vorhandensein des SE-Detektors in der FIB-Anlage ermöglicht qualitative Messungen des Sekundärelektronen-Yields. Quantitative Messungen erfordern allerdings einen speziellen Detektor, der sämtliche Sekundärelektronen auffangen kann, und mit dessen Hilfe sich auch das Energiespektrum der Sekundärelektronen bestimmen lässt – zwei dafür konstruierte Detektoren werden in Abschnitten 2.4.1 und 2.4.2 vorgestellt. Durch den Vergleich von SE- und Sputter-Yield lässt sich ergründen, wie diese Größen zusammen hängen, und inwieweit die Messung des SE-Yields die Messung des Sputter-Yields ergänzen oder gar ersetzen kann.

2.2 Methodik für winkelabhängige Messungen des Sputter-Yields

Im Folgenden wird eine einfache, neue Methode für die quantitative Bestimmung des Sputter-Yields als Funktion des *Einfallswinkels* α zwischen Oberflächennormale und Ionenstrahl vorgestellt. Kern der Methode ist, dass bei definiertem Einfallswinkel eine geeignete Teststruktur in die Probenoberfläche strukturiert und die Probe anschließend um einen definierten Winkel verkippt wird. Aus der mittels FIB beobachteten Parallaxenverschiebung werden die Tiefe dieser Struktur und somit das abgetragene Volumen und schließlich der Sputter-Yield bestimmt. Die Methode kann für jedes beliebige einkristalline Target-Material mit ebener Oberfläche sowie für verschiedene einfallende Ionen und Energien angewendet werden. Sie ist für alle Einfallswinkel $\alpha < 90^\circ$ praktikabel.

Für ebene Proben wird der Winkelbereich $0 \leq \alpha < 90^\circ$ in zwei Teilbereiche unterteilt. Bei kleinen Einfallswinkeln $\alpha < 15^\circ$ erfolgt die Vermessung der gesputterten Struktur unter dem Betrachtungswinkel $\beta = \alpha + 45^\circ$. Dabei vereinfacht sich die Auswertung für $\alpha = 0^\circ$ wesentlich. Für Einfallswinkel $\alpha > 15^\circ$ erfolgt die Vermessung der gesputterten Struktur unter dem *Betrachtungswinkel* $\beta = 0^\circ$. Für zylinderförmige, drehbare einkristalline Proben kann diese Methode für winkelabhängige Messungen des Sputter-Yields ebenfalls angewendet werden – siehe Abschnitt 2.2.3 – allerdings ist dann der Einfallswinkel immer $\alpha = 0^\circ$, variiert wird nur der Winkel φ zwischen dem Ionenstrahl und einer ausgewählten Kristallachse.

Die Strukturierung des Kristalls erfolgt bei allen Einfallswinkeln in gleicher Weise. Sie besteht aus dem Sputtern der drei folgenden Elemente in die Materialoberfläche:

- einer quaderförmigen Vertiefung (im Weiteren „Kästchen“ genannt),
- einer ersten Linie, die durch die Mitte des Kästchens läuft,
- einer zweiten Linie, die in bekanntem Abstand parallel zur ersten Linie verläuft.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden einige Materialien (Fe, W, Co, Pb, V, Si, GaAs, Graphit, Permalloy etc.) untersucht, dabei wurde immer mit fokussierten Ga^+ -Ionen der Energie 30 keV gesputtert. Abbildung 2.2 zeigt eine Skizze und zwei FIB-Aufnahmen einer in das Targetmaterial (Silizium) gesputterten Struktur unter verschiedenen Winkeln. Das Kästchen hat eine laterale Größe von $(3 \times 3) \mu\text{m}^2$. Die Strukturierung eines Kästchens erfolgt mit einer Flächendosis, die auf 200 Zyklen verteilt ist. Mit der Verteilung der Dosis auf viele Zyklen tritt man der inhomogenen Redeposition der gesputterten Ionen entgegen, die das Messergebnis für den Sputter Yield beeinflusst [Sant97, Vasi97].

Wenn die ganze Dosis in nur einem Zyklus auf die Fläche deponiert wird, entsteht ein V-Profil (siehe Abb. 2.3). So sind weder Tiefe noch Breite des Kästchens sauber definiert. Damit überhaupt sinnvoll von einem „Kästchen“ die Rede sein kann, und damit die Tiefe des Kästchens verlässlich bestimmt werden kann, muss der Boden der Struktur eben sein. Genau das erreicht man durch Aufteilung der Gesamtdosis auf viele Zyklen. So wird bei jedem nächsten Zyklus das im vorhergehenden Zyklus redeponierte Material mit entfernt. Das ist auch die typische Vorgehensweise beim Sputtern mit dem FIB. Natürlich wird dabei ein

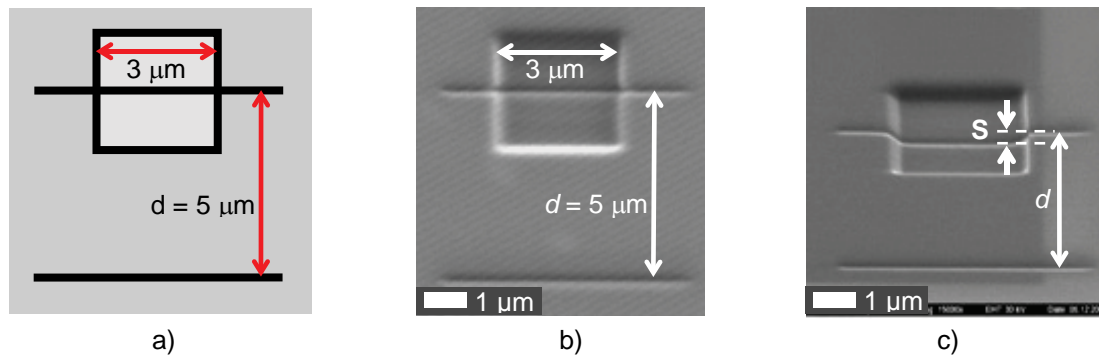


Abbildung 2.2: a) Skizze der kastenförmigen Struktur zur Yield-Messung. b) FIB-Aufnahme der in Si(100) gesputterten Struktur. Die erste Linie läuft über die Mitte des Kästchens, ihr Abstand d zur zweiten Linie ist bekannt. Die Struktur wurde gesputtert und das Bild wurde aufgenommen unter dem Einfallswinkel $\alpha = 0^\circ$. c) Diese FIB-Aufnahme derselben Struktur unter dem Betrachtungswinkel $\beta = 45^\circ$ ermöglicht die Bestimmung der Strukturtiefe, die proportional zur Größe des perspektivischen Versatzes in der ersten Linie ist.

gewisser Anteil der Ionen für das Entfernen des redeponierten Materials verbraucht und nimmt daher nicht oder weniger am eigentlichen Materialabtrag teil. So spricht man hier vom *reduzierten* Sputter-Yield. Für die meisten Anwendungen ist das gerade die relevante Größe. Außerdem wurde, um den Einfluss der zusätzlichen Redeposition vom und an den Rand des Quadrates zu minimieren, die Ionendosis immer so angepasst, dass die sich ergebende Tiefe des Kästchens klein bleibt im Vergleich zu seiner lateralen Ausdehnung. Die jeweils erforderliche Dosis wurde vor jeder Messreihe experimentell in Abhängigkeit von Material und Einfallswinkel bestimmt. Von Material zu Material sowie innerhalb einer Messreihe variierte die Tiefe der Kästchen im Bereich von ein paar Hundert Nanometern, sie blieb jedoch immer klein im Vergleich zur Kästchenbreite.

Nach dem Sputtern des Kästchens wurden beide Linien mit entsprechender Liniendosis in einem Durchgang geschrieben. Die Menge des dabei redepositionierten Materials ist vernachlässigbar klein. Der Abstand der Projektionen der beiden Linien auf eine zum Strahl senkrecht stehende Ebene beträgt $d = 5 \mu\text{m}$. Die erste Linie verläuft in der Mitte über den Boden des Kästchens und auf der ungesputterten Oberfläche rechts und links des Kästchens. Da die Linie im ungesputterten Bereich höher liegt als am Boden des Kästchens, kommt es bei Betrachtung unter einem (ausreichend großen) Winkel zu einem perspektivischen Versatz der Linie – siehe Abb. 2.2 c). Dieser Versatz ist die Schlüsselgröße, die proportional zur gesuchten Tiefe der Struktur ist – je größer die Höhendifferenz ist, desto größer ist der Versatz. Die zweite (untere) Linie dient der Kalibrierung der Längenskala: Durch Vergleich mit dem bekannten Linienabstand kann durch trigonometrische Betrachtungen aus dem Versatz die Höhendifferenz (Kästchentiefe) quantitativ bestimmt werden.

Die experimentelle Bestimmung des Sputter-Yields läuft wie folgt ab: Zuerst wird die Probe waagrecht ausgerichtet. Sie wird außerdem in den nominellen Arbeitsabstand der FIB-Anlage gebracht, der durch die ortsfeste Kippachse der Probenbühne definiert ist. Da im Unterschied zum SEM beim FIB meist keine automatische Anpassung der Längenskala bei unterschiedlichen Arbeitsabständen erfolgt, ist nur in dieser Ebene die Größe der gesputterten

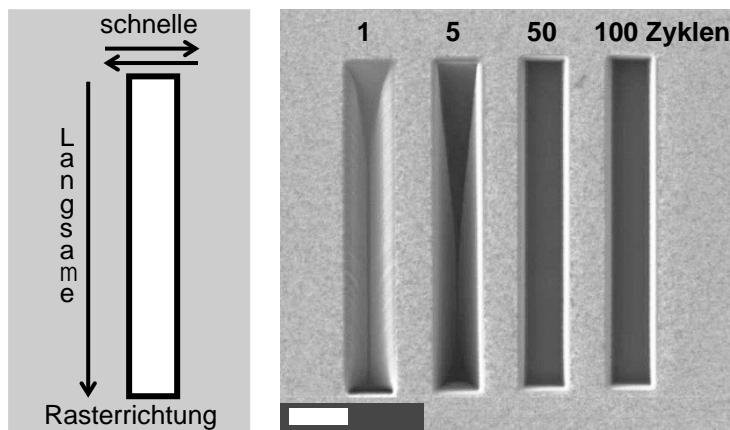


Abbildung 2.3: Einfluss der Zyklenzahl auf die Form der hergestellten Struktur (80 nm dicke Kobaltschicht auf Siliziumsubstrat). Die langsame Schreibrichtung ist von oben nach unten. Für alle vier gesputterten Rechtecke beträgt die Gesamtflächendosis 180 mC/cm^2 . Das erste Rechteck wurde in nur einem Zyklus geschrieben, das zweite in 10 und die letzten beiden in 50 und 100 Zyklen. Das erste und das zweite Rechteck weisen wegen Redeposition stark ausgeprägte V-Profile auf [Stic07].

Strukturen kalibriert. Dann wird die Probenbühne in die zu untersuchende Richtung gekippt und die Struktur wird vollständig unter dem Einfallswinkel α relativ zur Oberflächennormalen der Probe gesputtert. Danach wird die Struktur unter einem anderen Betrachtungswinkel β inspiziert. Für Einfallswinkel $\alpha < 15^\circ$ wird ein Betrachtungswinkel $\beta = \alpha + 45^\circ$ gewählt. Als Beispiel kann wieder Abbildung 2.2 c) betrachtet werden: das Kästchen wurde unter $\alpha = 0^\circ$ geschrieben und das FIB-Bild unter $\beta = 45^\circ$ aufgenommen. Dabei erscheint das Kästchen gleich breit aber kürzer. Sehr gut zu sehen ist der Versatz S , der bei der Linie, die durch das Kästchen verläuft, auftritt. Aus S werden die Tiefe des Kästchens und der Sputter-Yield bestimmt. Die trigonometrischen Betrachtungen zur Berechnung der Kästchentiefe aus dem Versatz S werden in den beiden folgenden Abschnitten vorgestellt.

Alle vorstehend aufgelisteten Schritte wurden stets mit FIB-Aufnahmen dokumentiert. Um den Materialabtrag nach der eigentlichen Herstellung der zu untersuchenden Struktur zu minimieren, wurde für FIB-Aufnahmen der Ionenstrom 2 pA gewählt. Dieser Strom beträgt nur 1% des Sputterstroms für die Herstellung. Typischerweise ist der Messfehler, der durch die FIB-Abbildungen entsteht, deutlich kleiner als der Fehler beim Ausmessen der Kästchentiefe. Letzterer liegt häufig bei etwa 10% . Um die Genauigkeit der Messung zu erhöhen, wurden für jeden Einfallswinkel immer vier Kästchen mit verschiedenen Flächendosen respektive unterschiedlichen Tiefen strukturiert und ausgewertet, und die Ergebnisse wurden gemittelt. Insgesamt hat man so eine universelle, anschauliche, einfach, schnell und verlässlich durchzuführende Methode zur Bestimmung des winkelabhängigen Sputter-Yields mit Hilfe des FIB. Vorteile der hier vorgestellten Methode sind die Schnelligkeit – die Analyse der Probe erfolgt unmittelbar nach der Strukturierung – und der geringe zusätzliche experimentelle Aufwand, da nur die FIB-Anlage selbst und eine Kippvorrichtung benötigt werden. Die Methode kann ohne Schwierigkeiten zur Vermessung von Einkristallen in Form einer zylindrischen Kreisscheibe verwendet werden. Außerdem können Veränderungen an der Probe durch den Transfer an Luft ausgeschlossen werden.

2.2.1 Winkelabhängige Messungen: Sputtern unter $\alpha \leq 15^\circ$, Auswerten unter $\beta = \alpha + 45^\circ$

Die aus einem Kästchen und zwei Linien bestehende Struktur wird unter dem Einfallswinkel $\alpha \leq 15^\circ$ in die Probenoberfläche geschrieben. Als nächstes wird die Probe um 45° gekippt. Jetzt beträgt der Kippwinkel $\beta = \alpha + 45^\circ$ – siehe Abbildung 2.4. In dieser Position wird eine FIB-Aufnahme der gesputterten Struktur gemacht. In dieser FIB-Aufnahme erscheint eine Kantenlänge des Kästchens aufgrund der Neigung der Probe verkürzt (siehe Abb. 2.2 c)). Außerdem erscheint ein Versatz bei der durch das Kästchen laufenden, gesputterten Linie (bzw. zwischen den Linienteilen, die sich innerhalb bzw. außerhalb des Kästchens befinden). Die Auswertung der FIB-Aufnahme erfolgt mit dem Programm ImageJ mit einer Genauigkeit von 1 Pixel (ca. 10 nm). Dabei werden die Teillinien links bzw. rechts des Kästchens mit einer Hilfslinie verlängert. Dann wird der Versatz S zur Teillinie am Kästchenboden in Pixeln gemessen. Außerdem wird der Pixelabstand d der Teillinien außerhalb des Kästchens zur zweiten gesputterten Linie bestimmt. In Abbildung 2.4 entspricht der Versatz S der Strecke \overline{AK} ; deren geometrische Länge ergibt sich durch Vergleich mit d und dem geometrischen Abstand $5\mu\text{m}/\cos\alpha$ der beiden gesputterten Linien:

$$\overline{AK} = \frac{S}{d} \cdot \frac{5\mu\text{m}}{\cos\alpha}. \quad (2.1)$$

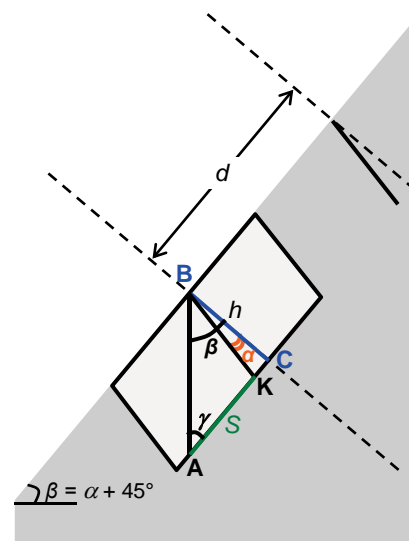
Die gesuchte Kästchentiefe h ist mit der Länge der Strecke BC identisch. Die Dreiecke $\triangle ABC$ und $\triangle ABK$ haben einen gemeinsamen Winkel γ bei A . Da das Dreieck $\triangle ABC$ rechtwinklig ist, gilt $\gamma = 90^\circ - \beta$. Wendet man im Dreieck $\triangle ABK$ den Sinussatz an, so erhält man mit $\beta - \alpha = 45^\circ$:

$$\frac{\overline{AK}}{\sin(\beta - \alpha)} = \frac{\overline{BK}}{\sin(90^\circ - \beta)} = \frac{\overline{BK}}{\cos\beta} \Leftrightarrow \overline{BK} = \frac{\overline{AK} \cdot \cos\beta}{\sin 45^\circ}. \quad (2.2)$$

Betrachtet man nun das rechtwinklige Dreieck $\triangle BCK$, so folgt

$$h = \overline{BC} = \overline{BK} \cdot \cos\alpha = \frac{\overline{AK} \cdot \cos\beta \cdot \cos\alpha}{\sin 45^\circ}. \quad (2.3)$$

Abbildung 2.4: Schnittzeichnung einer unter dem Einfallswinkel $\alpha \leq 15^\circ$ gesputterten und danach um weitere 45° gekippten Teststruktur. S bzw. die Strecke AK entsprechen dem Versatz der ersten Linie. Wenn AK bekannt ist, kann die Tiefe der Struktur h ermittelt werden.



Setzt man dies in Gleichung (1.2) ein, so ergibt sich mit Gleichung (2.1) der Sputter-Yield zu

$$Y = \frac{n_t \cdot e \cdot \overline{AK} \cdot \cos \beta}{D \cdot \sin 45^\circ} = \frac{n_t \cdot e \cdot \cos \beta}{D \cdot \sin 45^\circ} \cdot \frac{S}{d} \cdot 5 \mu\text{m}. \quad (2.4)$$

Dabei entfällt im Zähler der Faktor $\cos \alpha$, da die Neigung der Probenoberfläche, die (auf den nicht geneigten Fall bezogene) Flächendosis um eben diesen Faktor verringert. Die eingestrahelten Ionen verteilen sich auf eine Fläche, die um den Faktor $1/\cos \alpha$ größer ist als bei nicht geneigter Oberfläche. Für $\alpha = 0^\circ$ und $\beta = 45^\circ$ wird das Dreieck $\triangle ABC$ gleichschenkelig, dann ist die Kästchentiefe h gleich der Länge der Strecke AK , und Gl. (2.4) vereinfacht sich zu

$$Y(\alpha = 0^\circ) = \frac{n_t \cdot e \cdot \overline{AK}}{D} = \frac{n_t \cdot e}{D} \cdot \frac{S}{d} \cdot 5 \mu\text{m}. \quad (2.5)$$

2.2.2 Winkelabhängige Messungen: Sputtern unter $\alpha > 15^\circ$, Auswerten unter $\beta = 0^\circ$

Abbildung 2.5 illustriert die Vorgehensweise für die Messung des Sputter-Yields bei Einfallswinkeln $\alpha > 15^\circ$. Die bekannte Struktur wird im richtigen Arbeitsabstand unter $\alpha > 15^\circ$ in die Probenoberfläche geschrieben. Macht man nun eine FIB-Aufnahme der Struktur, so erscheint das Kästchen quadratisch. Anschließend wird die Probe waagrecht ausgerichtet, $\beta = 0^\circ$. In dieser Position wird eine weitere FIB-Aufnahme der Struktur gemacht, die zur Auswertung dient. Dabei erscheint eine Kantenlänge des Kästchens verlängert. Bei der durch das Kästchen laufenden Linie tritt wieder ein Versatz S zwischen den Linienteilen innerhalb und außerhalb des Kästchens auf. S wird in Pixeln gemessen, ebenso der Abstand d zur zweiten gesputterten Linie. In Abbildung 2.5 unten rechts entspricht der Versatz S der Länge der Strecke AC . Diese ergibt sich durch Vergleich mit d und dem geometrischen Abstand $5 \mu\text{m}/\cos \alpha$ der beiden gesputterten Linien zu

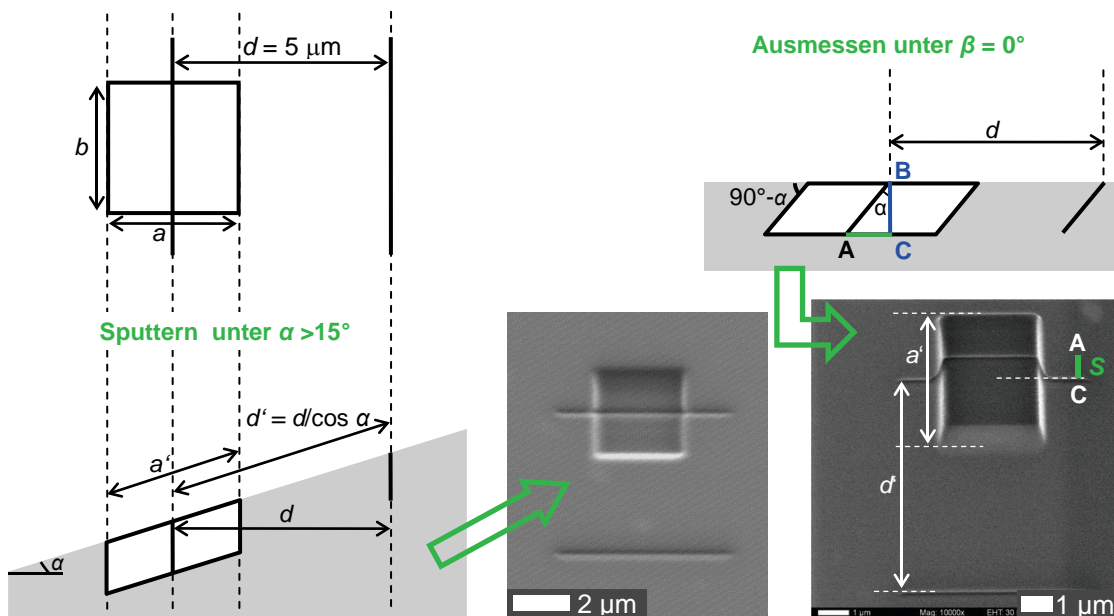


Abbildung 2.5: Skizzen und FIB-Abbildungen einer unter dem Einfallswinkel $\alpha > 15^\circ$ gesputterten und danach unter $\beta = 0^\circ$ ausgewerteten Struktur. S bzw. die Strecke AC entsprechen dem Versatz der ersten Linie. Aus dem Versatz $S \sim AC$ kann die Kästchentiefe h ermittelt werden.

$$\overline{AC} = \frac{S}{d} \cdot \frac{5 \mu\text{m}}{\cos \alpha} . \quad (2.6)$$

Die Kästchentiefe $h = \overline{BC}$ ergibt sich aus der Definition des Kotangens unmittelbar zu

$$\overline{BC} = h = \overline{AC} \cdot \cot \alpha . \quad (2.7)$$

Unter Berücksichtigung des Umstands, dass die Flächendosis im Vergleich zu $\alpha = 0$ um den Faktor $\cos \alpha$ verringert ist, (d.h. der Sputter-Yield ist um $1/\cos \alpha$ vergrößert) folgt:

$$Y = \frac{n_t \cdot e \cdot h}{D} = \frac{n_t \cdot e}{D \cdot \cos \alpha} \cdot \overline{AC} \cdot \frac{\cos \alpha}{\sin \alpha} = \frac{n_t \cdot e \cdot \overline{AC}}{D \cdot \sin \alpha} . \quad (2.8)$$

2.2.3 Messungen bei senkrechtem Ioneneinfall auf runden Einkristallen

Messungen des Sputter Yields bei Verkippung eines planen Einkristalls zeigen immer einen Anstieg zu größeren Verkippungen hin. Dieser Anstieg ist aber keine Folge der kristallinen Struktur sondern des zunehmend streifenden Einfalls der Ionen. Außerdem sind solche Messungen praktisch auf Winkel bis ca. 80° begrenzt, da sonst der Messfehler zu groß wird. Beide Effekte lassen sich vermeiden, wenn zur Untersuchung Einkristalle zylindrischer Form verwendet werden, denen die Teststruktur auf die Mantelfläche geschrieben wird. Zusätzlich vereinfacht sich die Auswertung bei senkrechtem Ioneneinfall mit $\alpha = 0$ und $\beta = 45^\circ$, und viele Probenbewegungen wie das Kippen und wiederholte Einstellen des Arbeitsabstands erübrigen sich. Konsequenterweise ist, diese Tatsachen für Sputter- und SE-Yield-Untersuchungen vorteilhaft auszunutzen. Es ist möglich, in einem zylinderförmigen Einkristall eine zentrale Öffnung vorzusehen, so dass die Probe auf der Achse des Probenhalters fixiert werden kann. Der Halter wird mit dem Probenstisch des FIBs verschraubt und kann mitgekippt werden. Beim Kippen ändert sich die kristallographische Richtung bzw. der Winkel φ des Ionenstrahls relativ zu einer ausgewählten Achse des Kristalls. Die Probenoberfläche bleibt aber an der gesputterten Stelle immer senkrecht relativ zum Ionenstrahl – eine Skizze ist in Abbildung 2.6 zu sehen. Ferner wird die Messmethode wie in Unterkapitel 2.2.1 beschrieben angewendet. Auf der flachen Seite des Einkristalls befindet sich eine kleine Kerbe (nach Identifizierung durch Röntgenbeugung vom Hersteller angebracht), die eine der kristallographischen Richtungen anzeigt und die Identifikation der Kristallorientierung vor Anfang der Messung erspart. Also wird der Einkristall von einer bekannten bis zu einer gewünschten kristallographischen Richtung um die zentrale Achse gedreht. Die Drehung für Sputtern des Kästchens erfolgt in fünf-Grad Schritten und es werden pro Winkel mindestens vier Kästchen gesputtert. Für die Auswertung wird der Einkristall um weitere 45° vorwärts gedreht. Anschließend dreht man den Kristall um 40° rückwärts zum nächsten Sputterpunkt.

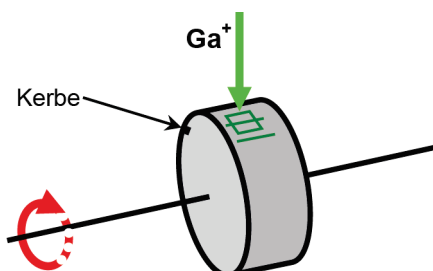


Abbildung 2.6: Schematische Zeichnung eines zylinderförmigen Einkristalls mit der Teststruktur. Die Kerbe markiert eine bekannte kristallographische Richtung.

2.3 Methodik für SE-Messungen

Trotz der relativ einfachen neuen Messmethode erfordert eine Messreihe zur Erfassung des winkelabhängigen Sputter-Yields einigen Arbeitsaufwand. Dabei verfügen FIB-Anlagen über Sekundärelektronendetektoren, deren Signale einfach und lückenlos als Funktion des Einfallswinkels gemessen werden können. Der Vergleich von SE- und Sputter-Yield soll daher zeigen, ob diese Größen winkelunabhängig proportional zu einander sind. Wenn das der Fall wäre, so könnte das Sekundärelektronensignal auf den Sputter-Yield kalibriert werden, und somit könnte eine schnell durchführbare winkelabhängige SE-Yield-Messung eine zeitaufwändige Sputter-Yield-Messreihe ersetzen. In diesem Abschnitt wird erläutert, wie beim Sputtern mit fokussierten Ionenstrahlen die Ausbeute an Sekundärelektronen winkelabhängig gemessen werden kann.

Wenn Ionen auf ein Kristallgitter treffen, ziehen sie auf ihrer Flugbahn durch das Gitter Elektronen elektrisch an und beschleunigen sie. Dabei geben die Ionen je nach ihrer Energie bzw. Geschwindigkeit und ihrem Abstand zu den Elektronen Energie ab. Insbesondere auf Elektronen des Leitungsbandes kann genügend Energie übertragen werden, so dass sie nicht mehr an den Kristall gebunden bleiben. Außerdem werden mit den Gitteratomen, die durch die Ionen aus dem Kristallgitter herausgeschlagen werden, zusätzliche Elektronen freigesetzt. Werden Elektronen nahe der Kristalloberfläche freigesetzt, so treten sie überwiegend als Sekundärelektronen aus dem Kristall aus. Hingegen werden in der Tiefe des Kristalls freigesetzte Elektronen mit hoher Wahrscheinlichkeit wieder vom Kristall absorbiert. Folglich variiert die Zahl der freigesetzten Sekundärelektronen mit der Tiefe im Kristall, in der die einfallenden Ionen ihre Energie überwiegend abgeben. Ionen, die ihre Energie durch Stöße an der Oberfläche abgeben, setzen dadurch Sekundärelektronen frei. Ionen, die durch Channeling tief in den Kristall eintreten, setzen zwar ebenfalls Elektronen frei, aber nur diejenigen dieser Elektronen, die nahe zur Oberfläche freigesetzt werden, können den Kristall als Sekundärelektronen verlassen. Insofern erwartet man, dass der SE Yield in ähnlicher Weise wie der Sputter-Yield durch Channeling beeinflusst wird, d.h. er sollte qualitativ in gleicher Weise mit dem Winkel zwischen Ionenstrahl und Kristallorientierung variieren [Brus85].

Der in der FIB-Anlage eingebaute Everhart-Thornley-Detektor ermöglicht eine sehr schnelle, dafür aber nur qualitative Sekundärelektronen-Yield-Messung (SEY). Im Rahmen dieser Arbeit wurden auch der quantitative SEY sowie die Energieverteilung der Sekundärelektronen gemessen. Dafür benötigt man im allgemeinen einen Kollektor, d.h. eine leitende Fläche, auf welche die aus dem Kristall herausfliegenden SE auftreffen und abgeleitet werden. Der Kollektor umschließt die Probe möglichst vollständig, damit keine SE verloren gehen, hat aber für den ungehinderten Eintritt des Ionenstrahls oben eine Öffnung. Eine Spannungsquelle erzeugt eine variable Potenzialdifferenz $\Delta U = U_{\text{Probe}} - U_{\text{Kollektor}}$ zwischen Probe und Kollektor. Das Schema des Aufbaus ist in Abbildung 2.9 c) dargestellt. Misst man bei aktivem Ionenstrahl den Strom I_{Koll} zwischen Kollektor und Probe, so besteht dieser Strom je nach Potenzialdifferenz ΔU aus Sekundärelektronen (SE) sowie aus reflektierten (RI) und sekundären Ionen (SI) und den Sekundärelektronen, die von allen anderen Teilchen beim Auftreffen auf den Kollektor daraus ausgelöst werden (KE):

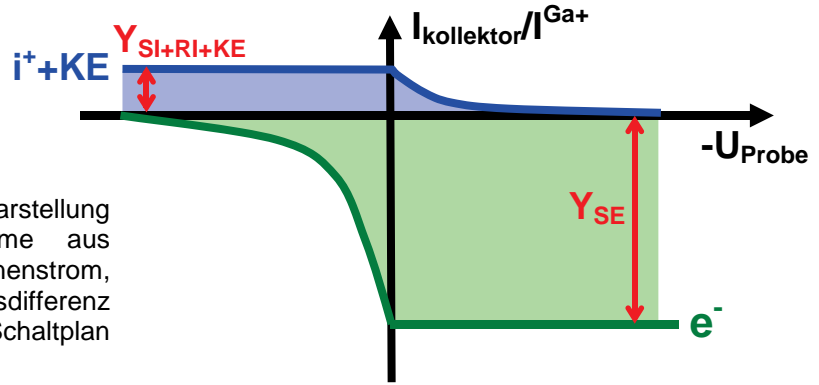


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des Kollektorstroms als Summe aus Sekundärelektronenstrom und Ionenstrom, abhängig von der Spannungsdifferenz zwischen Kollektor und Target. Schaltplan dazu ist in Abb. 2.9 skizziert.

$$I_{\text{Koll}}(\Delta U) = I_{\text{SE}}(\Delta U) + I_{\text{RI}}(\Delta U) + I_{\text{SI}}(\Delta U) + I_{\text{KE}}(\Delta U). \quad (2.9)$$

Ist $\Delta U \gg 0$, so treffen alle Sekundärelektronen aber keine Sekundärionen den Kollektor, d.h. für $U_{\text{Target}} \ll U_{\text{Kollektor}}$ ist $I_{\text{Koll}} \approx I_{\text{SE}}$. In diesem Fall lässt sich der Sekundärelektronen-Yield Y_{SE} quantitativ angeben als Quotient:

$$Y_{\text{SE}} \approx \frac{I_{\text{SE}}}{I_{\text{Ga}^+}} = \frac{I_{\text{Koll}}}{I_{\text{Ga}^+}} \quad \text{für } U_{\text{Target}} \ll U_{\text{Kollektor}} \quad (2.10)$$

Ist $\Delta U \ll 0$, so gelangen nur die Ionen auf den Kollektor, es fließt aber ein zusätzlicher Elektronenstrom zurück vom Kollektor zum Target, der einen nicht zu trennenden positiven Beitrag zum Kollektorstrom liefert (wegen des negativen Ladungsvorzeichens):

$$I_{\text{Koll}} = I_{\text{SI}} + I_{\text{RI}} + I_{\text{KE}} \quad \text{für } U_{\text{Target}} \gg U_{\text{Kollektor}}. \quad (2.11)$$

Dazwischen, d.h. für kleine Spannungsbeträge, entscheidet die Energie der sekundären Elektronen bzw. Ionen darüber, ob sie schnell genug sind, um ggf. gegen das elektrische Feld anzulaufen und auf den Kollektor zu gelangen. Abb. 2.7 zeigt schematisch, wie der Kollektorstrom als Funktion der Spannungsdifferenz zwischen Kollektor und Target zustande kommt als Summe aus Sekundärelektronenstrom und Ionenstrom. Daher ergeben sich aus der Funktion $I_{\text{koll}}(\Delta U)$ die Energiespektren sowohl der Sekundärelektronen als auch der Ionen.

Abbildung 1.14 in Kapitel 1 zeigt schematisch das Sekundärelektronenspektrum, das sich mit Primärelektronen mit einer Energie von einigen keV ergibt. Die ausgelösten Sekundärelektronen, die mit einem Primärelektronenstrahl aus der Targetoberfläche gelöst werden, können in zwei Gruppen unterteilt werden:

- 1) Elektronen mit Energien $E \leq 50 \text{ eV}$ – Sekundärelektronen – **SE**;
- 2) Elektronen mit Energien $50 \text{ eV} < E \leq E_{\text{PE}}$ – inelastisch rückgestreute oder elastisch reflektierte Elektronen – **RE**.

Das Energiespektrum der Sekundärelektronen ist näherungsweise beschrieben durch [Reim98]:

$$\frac{dN_{\text{SE}}}{dE} \propto \frac{E}{(E + W_{\text{SE}})^4}, \quad (2.12)$$

hier sind E die Energie und W_{SE} die Austrittsarbeit der Sekundärelektronen. Integriert man Gleichung (2.12) für $E_{\text{SE}} \geq E_0 \geq 0$, so kann aus der oben beschriebenen Messung der SE-Yield

bestimmt werden, so wie die Austrittsarbeit für das Target-Material:

$$\int_{E_0}^{\infty} \frac{dN_{SE}}{dE} dE = Const \cdot \int_{E_0}^{\infty} \frac{E dE}{(E + W_{SE})^4} = N_{SE} \cdot \frac{W_{SE}^2 \cdot (W_{SE} + 3E_0)}{(W_{SE} + E_0)^3} \stackrel{E_0=0}{=} \quad (2.13)$$

$$= N_{SE} = \frac{I_{SE}}{e} = Y_{SE} \cdot \frac{I_{Ga^+}}{e}.$$

Kann der experimentell gemessene SE-Yield auf die SE-Energieverteilung nach Gl. (2.12) zurückgeführt werden, so ist das eine Bestätigung für die Richtigkeit der Methode. Um den Beitrag des Ionenstroms und der Kollektorelektronen zur Messkurve erfassen zu können, wird Gleichung (2.13) für den Fit ein zweites Mal mit negativem Vorzeichen addiert. Das ist gerechtfertigt, da die Energieverteilung der gesputterten Atome ähnliche Form hat (siehe Gleichung (1.26)). Mit vernünftigen Startwerten ergibt sich eine gute Konvergenz, die beide Arme der Kurve für beide Vorzeichen bei hoher Unabhängigkeit der Parameter anpasst.

Das Schema 1.14 und Formeln (2.12-2.13) gelten für den Fall, dass das Target mit Elektronen bombardiert wird. Es stellt sich erstens die Frage, ob die Sekundärelektronen bei Ionenbeschuss die gleiche spektrale Verteilung haben. Zweitens, ob es möglich ist, auf gleiche Weise die Energieverteilung der Ionen zu bekommen bzw. SE-Yield und SI-Yield sauber zu separieren.

2.4 Messaufbau

In den Kapiteln 2.2 und 2.3 wurde die Methodik für SY- und SEY-Messungen beschrieben. Um solche Messungen praktisch zu realisieren wurden in Rahmen dieser Arbeit drei jeweils sukzessive verbesserte Messaufbauten entwickelt und eingesetzt. Zwei davon, genannt „Y2“ und „Y3“, werden in diesem Kapitel vorgestellt. Sie bestehen jeweils aus der Einkristall-Probe, einem Probenhalter, der am FIB-Probentisch angebracht und dementsprechend um 60° gekippt werden kann, und einem Kollektor, der relativ zur Probe auf ein positives Potential gelegt wird und daher Sekundärelektronen anzieht und detektiert.

2.4.1 Yield-Detektor mit feststehendem Kollektor „Y2“

Abbildung 2.8 zeigt für den 4π-Detektor „Y2“ a) den SEY-Messaufbau und b) den SY-Messaufbau; der Schaltkreis für SEY-Messungen findet sich in Abb. 2.9. Die Draht-Kugel ist von außen mit Leitsilber überzogen und von innen mit kolloidalem Graphit. Graphit hat eine niedrige Rückstreu-Wahrscheinlichkeit von nur 0,07 und reduziert somit die Zahl der vom Kollektor zurück gestreuten Elektronen [Ster53, Thom03]. In der Mitte der oberen Halbsphäre befindet sich eine Öffnung – durch diese trifft der Galliumstrahl auf die Probe. In der unteren Halbsphäre sind mehrere Öffnungen – sie gewährleisten guten Luftdurchtritt beim Belüften und Abpumpen. Die Menge der durch diese Öffnungen entweichenden SE ist vernachlässigbar klein. Die Probe ist in der Mitte der Sphäre angebracht und leitend mit dem FIB-Tisch verbunden. Der Kollektor ist von Tisch und von Probe isoliert und hat eine elektrische Verbindung zu einem KEITHLEY 6485 Pikoamperemeter außerhalb der FIB-

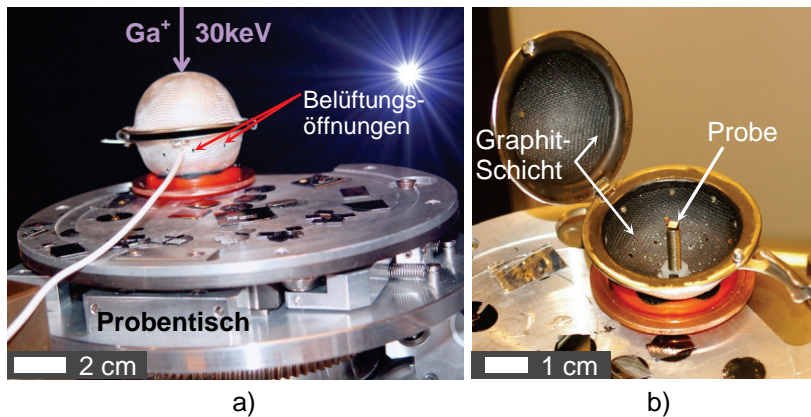


Abbildung 2.8: „Y2“ – 4 π -Detektor für SY- und SEY-Messungen.
a) Außenansicht, b) Innenansicht.

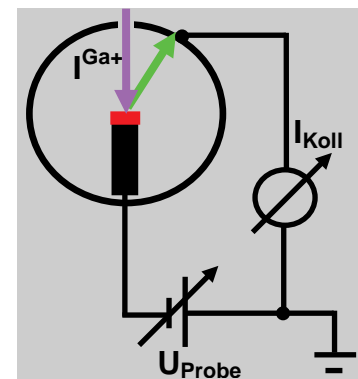


Abbildung 2.9: Der Schaltplan für SEY-Messungen.

Anlage und ist über dieses geerdet. Der Kollektorstrom wird mit einer Auflösung von 10 fA gemessen. Der Fehler bei der SE-Yield Messung ist mit $\pm 3\%$ abgeschätzt. Dazu kommen der Fehler der Messung des Ionenstroms mittels Farady-Cup (1%) sowie ggf. ein Fehler durch den Verlust von Gallium-Ionen beim Durchtritt durch die obere Öffnung des Detektors – sie stellt effektiv eine Blende dar und kann den Galliumstrom reduzieren, wenn sich die Öffnung nicht exakt auf der Strahlachse befindet. In diesem Fall werden weniger SE ausgeschlagen und der SE-Yield wird zu klein gemessen.

Mit einer Delta-Elektronika-Spannungsquelle kann das Potential der Probe U_{Probe} zwischen -300 V und +300 V eingestellt werden. Der ganze Aufbau ist fest mit dem FIB-Probentisch verbunden und kann mit diesem von 0° bis 60° gekippt werden. Für die winkelabhängigen SEY-Messungen ist dieser kugelförmige Kollektor nur beschränkt geeignet, weil die obere Öffnung beim Kippen seitlich herunter wandert und sich dabei vom Ionenstrahl entfernt. Deswegen müssten Position und Höhe des Aufbaus vor jedem Messpunkt auskorrigiert werden. Damit der Strahl das gekippte Target überhaupt trifft, muss letzteres ausreichend groß sein. Daher wurde der Messaufbau in Abb. 2.8 a) primär verwendet für Messungen der SE-Ströme und zur Bestimmung der Energieverteilungen und der Austrittsarbeit. Für winkelabhängige SEY-Messungen wurde das Nachfolgemodell „Y3“ gebaut und eingesetzt.

2.4.2 Yield-Detektor mit drehbarem Kollektor „Y3“

Der auf „Y2“ folgende Messaufbau „Y3“ ermöglicht die unkompliziertere quantitative Messung des winkelabhängigen Sekundärelektronen-Yields. Durch die Verwendung eines scheibenförmigen Einkristalls werden zusätzliche Effekte vermieden, die durch den nicht senkrechten Ioneneinfall hervorgerufen werden (analog zu der Betrachtung beim Sputter-Yield). Außerdem reduziert „Y3“ bei der Bestimmung des Sputter-Yields die Auswertung auf den einfachsten Fall. Abbildung 2.10 zeigt die Varianten des Messaufbaus „Y3“ für a) SEY-Messungen und b) SY-Messungen. Dieser Aufbau wurde speziell entwickelt für Messungen unter immer senkrechtem Ioneneinfall relativ zur Oberfläche der Probe, die in diesem Fall ein zylindrischer Einkristall ist. Der Einkristall ist durch eine zentrale Öffnung auf einer Achse montiert und mit Hilfe zweier Backen fixiert. Einkristalle sind besonders weich; um nicht durch zu viel Druck die kristalline Ordnung zu zerstören, wird eine der Backen mit einer

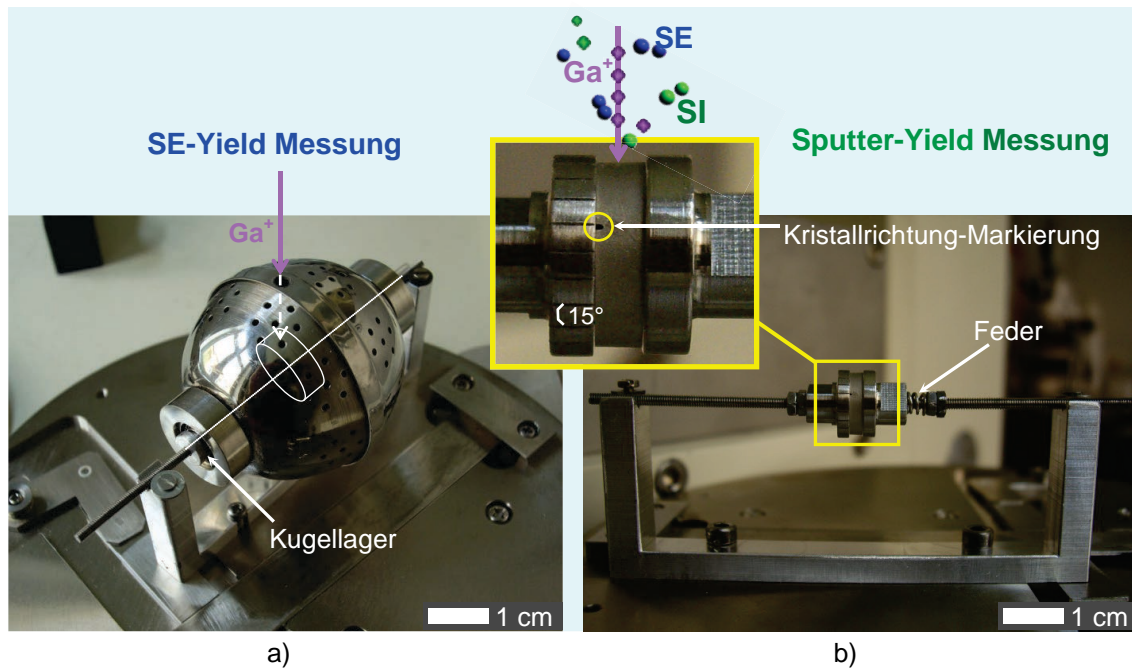


Abbildung 2.10: Messaufbau „Y3“ für: a) SEY-Messungen, b) SY-Messungen. Der vergrößerte Ausschnitt in der Mitte zeigt den Einkristall.

Feder sanft an den Kristall gepresst. Auf dem vergrößerten Ausschnitt von Bild b) (Mitte oben) ist ein Einkristall mit Kristallrichtung-Markierung zu sehen, außerdem erkennt man auf einer Backe Winkelmarkierungen in 15°-Schritten. Beides erleichtert die Orientierung auf der Probe und beschleunigt die Identifikation der kristallographischen Richtungen. Die eigentlichen SY- und SEY-Messungen erfolgen in 5° Schritten, die genau digital eingestellt werden. Der für die SEY-Messung benötigte Kollektor (siehe Abb. 2.10 a)) ist über Kugellager montiert, welche eine fast reibungslose Bewegung des Kollektors um die Achse ermöglichen. Die Kugellager-Kügelchen sind aus Keramik (SiN), damit ist der Kollektor von der Probe isoliert. Für die SEY-Messungen ist der Kollektor mit dem Pikoamperemeter „KEITHLEY 6485“ extern verbunden. Die Verbindungsstelle am Kollektor ist mit Hilfe eines Schleifkontakts realisiert, denn ein herunter hängendes gelötetes Kabel würde den Kollektor in die Richtung des Kabels ziehen. Die Achse wird von einem Halter aus Aluminium, der an den FIB-Tisch geschraubt ist, gehalten. Wird der FIB-Tisch gekippt, so dreht sich der Kollektor entgegengesetzt, da ein Gewicht seine Lage vorgibt. Dadurch zeigt die Kollektor-Öffnung immer genau nach oben, so dass der aus dieser Richtung kommende Gallium-Strahl hindurchtreten und den Kristall mittig treffen kann. Das ist eine große Verbesserung gegenüber dem Aufbau „Y2“ und erlaubt prinzipiell die Verwendung kleinerer Proben.

2.5 Experimentelle Ergebnisse

2.5.1 Sputter-Yield, SE-Yield und Energiespektren bei senkrechtem Ioneneinfall

Für die ebenen Proben wurden der Sputter-Yield, der Sekundärelektronen-Yield sowie die Energieverteilung der Sekundärelektronen bei senkrechtem Einfall des Ioneneinstrahls auf die Probenoberfläche ($\alpha = 0$) gemessen. Dabei wurde jeweils der Yield-Detektor „Y2“ verwendet.

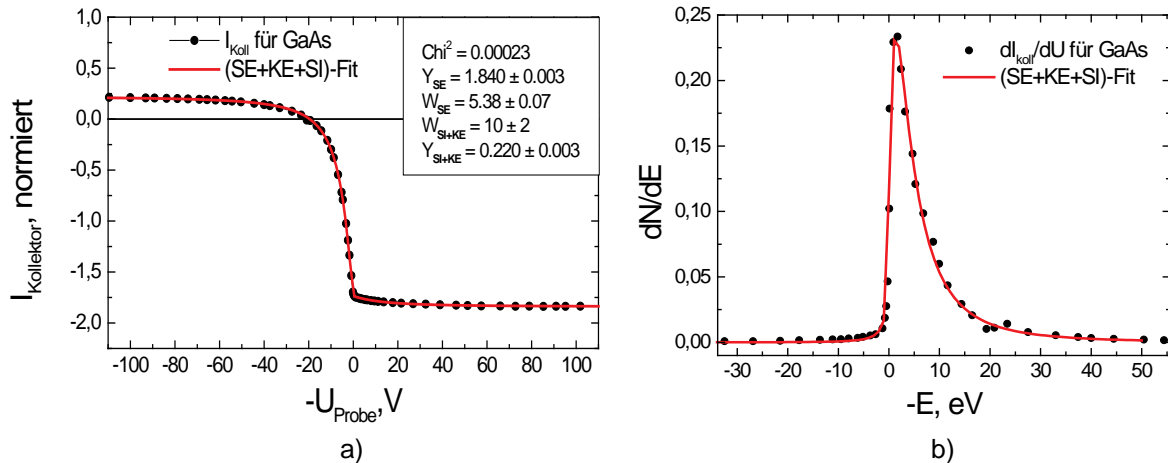


Abbildung 2.11: a) Gemessener Kollektorstrom am Beispiel von GaAs. b) Die Ableitung des Kollektorstroms zeigt das Energiespektrum der Sekundärelektronen. Die Kurven wurden nach Gl. (2.12) angepasst.

Die Sputter-Yield-Messungen erfolgten, wie es in Abschnitt 2.2.1 beschrieben ist. Zur Bestimmung des SE-Yields und des Energiespektrums wurde der Kollektorstrom I_{Koll} als Funktion der Spannungsdifferenz ΔU zwischen Kollektor und Target gemessen. Als Target wurden plane Proben aus GaAs (001), getrocknetem kolloidalem Graphit, das durch Polieren wahrscheinlich eine Textur mit einer (0001)-Oberfläche erhalten hat, und Silizium (001) verwendet. Ein Beispiel der Messergebnisse $I_{\text{Koll}}(\Delta U)$ für GaAs ist in Abb. 2.11 a) dargestellt. An die Messergebnisse wurde jeweils eine Funktion mit zwei Termen nach der Formel (2.13) angepasst. Daraus wurde für alle drei Targetmaterialien die Austrittsarbeit für Elektronen bestimmt; die Ergebnisse sind in der Tabelle 2.1 zusammengefasst. Durch Ableiten von I_{Koll} nach U_{Probe} ergibt sich die (für GaAs in Abb. 2.11 b) dargestellte) Energieverteilung der sekundären Elektronen und Ionen, wobei die SE dominant sind. Die Messergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Mit dem vorhandenen Aufbau gelingt es, den SE-Yield sauber vom SI-Yield zu separieren.
- Die SE-Energieverteilung passt sehr gut mit der theoretischen [Brus85, Ohya03] Verteilung überein, was die Korrektheit der Messung bestätigt.
- Die Werte für die Austrittsarbeit, die aus dem Fit an die Messergebnisse bestimmt wurden, passen für Si und GaAs gut mit Literaturwerten überein (siehe Tabelle 2.1), nur der Wert für Graphit liegt etwas niedriger. Die Struktur oder Reinheit dieser Probe ist möglicherweise weniger gut definiert. Für polykristallines Elektrographit wurde beispielsweise ein besser übereinstimmender Wert von 3,94 eV berichtet [Kyas93].
- Die Energieverteilung der SE bleibt qualitativ gleich, unabhängig davon ob der Beschuss mit Elektronen oder Ionen erfolgt.

Auf diese Art ist es leider nicht möglich, eine saubere SI-Energieverteilung zu erhalten oder den SI-Yield genau zu bestimmen, weil man die SI nur zusammen mit KE messen kann. Aus der Anpassung an die GaAs-Messergebnisse ergibt sich zwar nominell ein Wert für die „Austrittsarbeit“ der SI und KE von ca. 10 eV. Da beide Teilchenarten aber ganz unterschied-

Material	SE-Yield	Sputter-Yield	Austrittsarbeit (eV)	Austrittsarbeit Literatur (eV)
Si (001)	1,00	2,2 ± 0,1	4,91±0,18	4,26 (n) 4,88 (p)
GaAs (001)	1,84	5,0 ± 0,4	5,38±0,07	4,37 (n) 5,21 (p)
Graphit (0001)	1,53	3,9 ± 0,2	4,00±0,01	4,8

Tabelle 2.1: Ergebnisse der SE-Yield- und Sputter-Yield Messungen für GaAs(001), Graphit und Silizium (001), sowie experimentell bestimmte bzw. der Literatur [Ruge91, Masa01] entnommene Austrittsarbeiten.

liche Energieverteilungen haben, hat diese Zahl keine eindeutige Bedeutung. Aus TRIM-Simulationen ist bekannt, dass die gesputterten Atome deutlich höhere kinetische Energien (einige 10 eV) als die Elektronen haben. Also ist plausibel, dass W_{SI+KE} gegenüber der Austrittsarbeit von Elektronen vergrößert ist. Wie aus Tabelle 2.1 zu sehen ist, ist der Sputter-Yield in allen untersuchten Fällen größer als der SE-Yield (Betrag des Minimums des Kollektorstroms der Kurve aus Abb. 2.11 a)), obwohl der SI-Yield (Maximum des Kollektorstroms), der sogar noch durch den Beitrag der KE vergrößert erscheint, viel kleiner ist. Das liegt daran, dass bei der Strommessung nur geladene Teilchen – SI und KE – angezogen und gemessen werden. Daraus folgt direkt, dass die meisten ausgeschlagenen Atome, die zum Sputter Yield beitragen, neutral sind. Vernachlässigt man den Beitrag der Kollektorelektronen zum Maximum des Kollektorstroms, so erhält man einer obere Grenze für den Anteil der gesputterten Ionen an der Gesamtzahl der gesputterten Ionen und Atome. Für das in Abbildung 2.11 a) dargestellte Beispiel GaAs beträgt diese obere Grenze nur 4,4%.

2.5.2 Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields und des SE-Yields

In diesem Abschnitt werden experimentell ermittelte Ergebnisse für den winkelabhängigen SEY und den Sputter-Yield von Eisen und Wolfram präsentiert. Beide Elemente haben kubisch raumzentrierte Gitter (bcc). Die erste Probe ist ein Eisen-Whisker. Er wurde während der Messungen aus der senkrechten $\langle 100 \rangle$ Richtung (relativ zu dem Ga+-Ionenstrahl) in die $\langle 110 \rangle$ bzw. in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung gekippt. Die zweite Probe ist einkristallines Wolfram – W(100); hier wurden SY und SEY aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung gemessen. Der Kippwinkel (auch: Drehwinkel) wurde von 0° bis 60° Grad in 5° Schritten variiert. Zur Auswertung wurde die Methodik, die in den Abschnitten 2.3.1, 2.3.2 und 2.4 beschrieben ist, angewendet. Die SEY-Messungen erfolgten qualitativ mit dem Everhart-Thornley-Detektor.

2.5.2.1 Messungen an bcc-Kristallen bei Rotation um eine $\langle 001 \rangle$ -Achse

Abbildung 2.12 zeigt, wie sich der Sputter-Yield für Eisen und Wolfram ändert, während der Einfallswinkel relativ zur (100)-Oberflächennormalen durch Drehung um eine $\langle 001 \rangle$ -Achse variiert wird. Es gibt sehr starke Unterschiede: Der größte Sputter-Yield tritt jeweils bei 54° - 55° auf (9,8 bzw. 9,3) und ist 9 bzw. 10 mal größer als der Sputter-Yield für $\alpha = 0^\circ$. Für beide Materialien sind ausgeprägte Minima und Maxima zu sehen, die den gleichen Sputterwinkeln α zugeordnet sind und ähnliche Amplituden haben. Das bestätigt, dass die

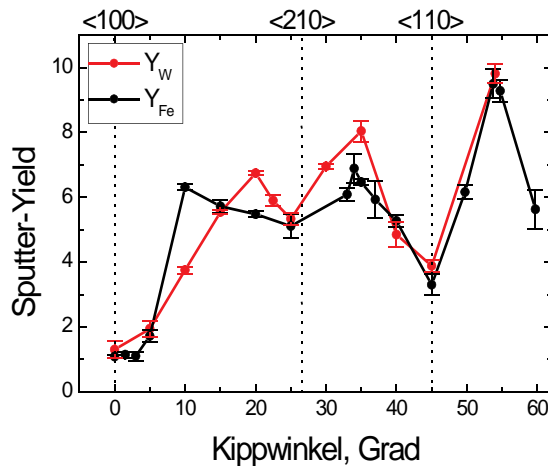


Abbildung 2.12: Sputter-Yield von Eisen und Wolfram. Oben sind niedrigindizierte kristallographische Richtungen angezeigt – das sind die Richtungen, in denen das Channeling am stärksten ist. Beide Kristalle wurden aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei normalem Einfallswinkel in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung gekippt. Jeder Punkt auf dem Graph ist ein Mittelwert aus vier Messungen mit verschiedenen Ionen-Dosen.

kristalline Struktur bzw. die Anordnung der Atome ein entscheidender Parameter für den Materialabtrag ist.

Abbildung 2.13 zeigt exemplarisch für vier Kipp- bzw. Einfallswinkel α , wie das Targetgitter für die einfliegenden Ionen aussieht. Wir betrachten den Weg aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Die Probe wird um die rot eingezeichnete $\langle 001 \rangle$ -Achse gedreht. Die Abbildung macht anschaulich, dass es einerseits Einfallrichtungen gibt, bei welchen viele eintreffende Ionen zwischen den Targetatomen hindurch fliegen können. Andererseits gibt es Richtungen, bei denen die einfliegenden Ionen notwendig nahe der Kristalloberfläche mit Gitteratomen zusammenstoßen. Bei $\alpha = 0^\circ$, d.h. die Ionen fliegen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung, sind die Atome des bcc-Gitters hintereinander angeordnet. Es gibt viel Platz bzw. breite Kanäle für einfliegende Ionen, tief in das Metall einzudringen (Channeling). Sie verschwinden im Inneren des Materials ohne zum Abtrag beizutragen und setzen auch nur wenige SE frei. Wenn das Kristallgitter weiter gedreht wird, drehen sich die Kanäle mit. Ihr effektiver Durchmesser verringert sich, bis sie ganz geschlossen erscheinen. Die meisten Atome und Sekundärelektronen wechselwirken bereits nahe an der Oberfläche; Sputter- und SE-Yield vergrößern sich. Unter 26° öffnen sich schmale Kanäle zwischen den Targetatomen, dementsprechend sollte der SY etwas sinken. Bei 45° – das entspricht der kristallographischen

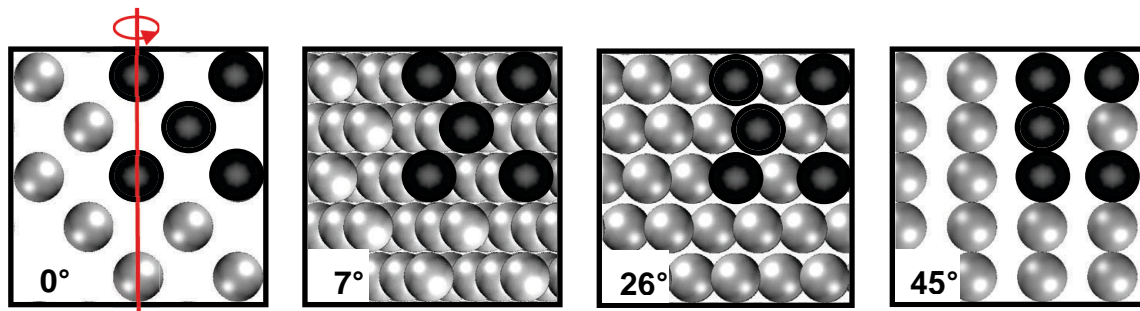


Abbildung 2.13: Anordnung der Atome im bcc-Kristallgitter. Das Gitter wird um die rot gezeichnete $\langle 001 \rangle$ -Achse gedreht und dabei aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung bis zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung gekippt. Die dunkel dargestellten Atome bilden eine Elementarzelle. Dargestellt ist der Blick von oben auf das um 0° , 7° , 26° und 45° gekippte Kristallgitter.

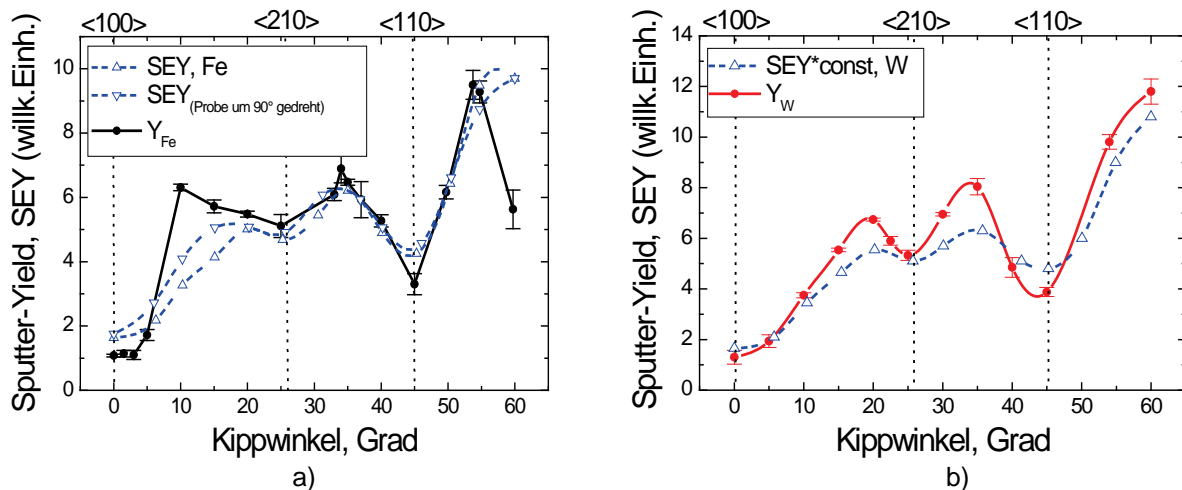


Abbildung 2.14: Vergleich des SE-Yields mit dem Sputter-Yield bei Verkippung aus der <100>-Richtung in die <110>-Richtung a) für Eisen und b) für Wolfram.

<110>-Richtung – stehen zwischen den Targetatomen Kanäle weit offen, der Sputter-Yield sollte stark abnehmen. Die in Abbildung 2.12 dargestellten Ergebnisse entsprechen dieser Analyse. Zudem stimmen die Ergebnisse für Eisen und Wolfram auch quantitativ gut überein: Der winkelhängige Sputter-Yield weist für beide Elemente sowohl für $\alpha = 0^\circ$ (1,1 bzw. 1,3) als auch für $\alpha = 45^\circ$ (3,3 bzw. 3,75) ausgeprägte Minima, bei $\alpha = 26^\circ$ hingegen nur ein weniger stark ausgeprägtes Minimum (5,1 bzw. 5,3) auf.

In Abbildung 2.14 ist der gemessene winkelhängige SEY für Eisen bzw. Wolfram jeweils gemeinsam mit dem SY dargestellt. Der SEY wurde so skaliert, dass der Wertebereich dem des SY entspricht und Ähnlichkeiten bzw. Unterschiede im Kurvenverlauf deutlich werden. Qualitativ stimmt der Verlauf der SEY-Kurven weitgehend mit dem Verlauf der SY-Kurven überein. Dies belegt, dass auch die Erzeugung von Sekundärelektronen durch das Channeling der Ionen reduziert und somit von der Kristallstruktur bestimmt wird. Vergleicht man den Verlauf von SY und SEY genauer, so fällt auf, dass die Minima des SEY bei 0° und bei 45° schwächer ausgeprägt sind als beim SY. Dieser Unterschied lässt sich dadurch erklären, dass Ionen, die durch Kanäle tief in den Kristall eindringen und nicht zum Sputter Yield beitragen, trotzdem nahe der Oberfläche Sekundärelektronen freisetzen können. D.h. für diese Ionen-Klasse verschwindet der SY, aber nicht der SEY. Die beiden Größen sind nicht streng proportional zueinander. Daher kann die Messung des Sputter-Yields, wenn genaue Kenntnis des Sputter-Yields erforderlich ist, nicht durch die Messung des SE-Yields ersetzt werden. Bei Eisen wurde der SEY nach Drehung des Kristalls um 90° (um den Ionenstrahl) zwecks systematischer Untersuchung erneut gemessen. Beide SEY-Kurven stimmen bemerkenswert gut überein, und bestätigen damit die Richtigkeit von Methode und Modell.

2.5.2.2 Messungen an bcc-Kristallen bei Rotation um eine <011>-Achse

Derselbe Eisen-Einkristall wurde auch um die <011>-Achse gedreht und von der Richtung <100> bis zur <111>-Richtung vermessen. Die schwarze Kurve in Abbildung 2.15 a) zeigt den Sputter-Yield für Eisen: Ein ausgeprägtes Minimum bei 54° entspricht der <111>-Richtung, ein schwächeres bei 26° entspricht der <311>-Richtung. Allerdings ist das Maximum

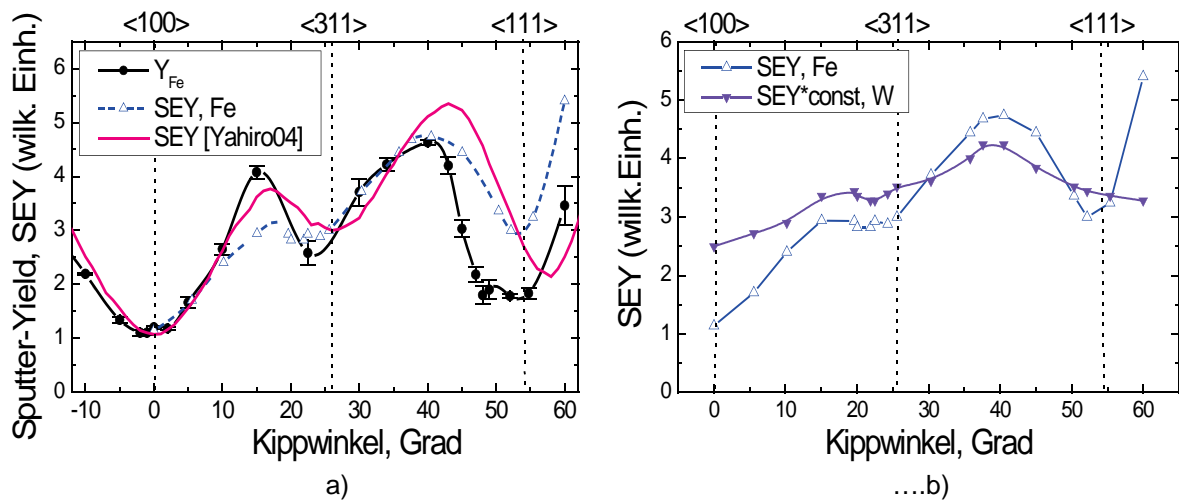


Abbildung 2.15: a) Vergleich des SE-Yields (blau) mit dem Sputter-Yield (schwarz) bei einem Eisenwhisker, welcher von Richtung $\langle 100 \rangle$ in Richtung $\langle 111 \rangle$ gekippt wird. Die rosa Kurve gibt den SEY nach Yahiro et.al wieder [Yahi04]. b) Vergleich des SEY von Wolfram mit dem SEY von Fe.

des Sputter-Yields bei 42° nur 4,5 mal so groß wie der Wert, den man in der $\langle 100 \rangle$ -Richtung erhält, während dieser Faktor in der zuvor diskutierten Rotationsachse doppelt so groß ist. Auch dieses Messergebnis kann durch die Geometrie des bcc-Gitters erklärt werden: Dreht man den Kristall um die $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung, so bleiben, anders als beim Drehen um die $\langle 001 \rangle$ -Achse, bei allen Kippwinkeln schmale Kanal-Ebenen offen. Wie man in Abbildung 2.16 erkennt, erlauben es die Kanal-Ebenen immer einigen einfallenden Ga^+ -Ionen, tief in den Kristall einzudringen, ohne Atome in der Nähe der Oberfläche zu treffen, d.h. es findet bei allen Kippwinkeln Channeling statt. Da die Kanäle in zwei Dimensionen offen sind, spricht man hier auch von planarem Channeling.

Die blauen Kurven zeigen die gemessene Winkelabhängigkeit des Sekundärelektronen-Yields. In Abbildung 2.15 a) ist zum Vergleich eine SEY Messung aus [Yahi04] gezeigt. Qualitativ stimmen die Messungen überein, bei Yahiro scheint aber eine leicht falsche Skalierung der Winkelachse vorzuliegen. In Abb. 2.15 b) wird der SEY für Eisen mit dem SEY für Wolfram verglichen, auch hier ähnelt der Verlauf der Kurven. Alle SEY-Messungen an Fe und W wurden nur qualitativ mit Hilfe des Everhart-Thornley-Detektors durchgeführt.

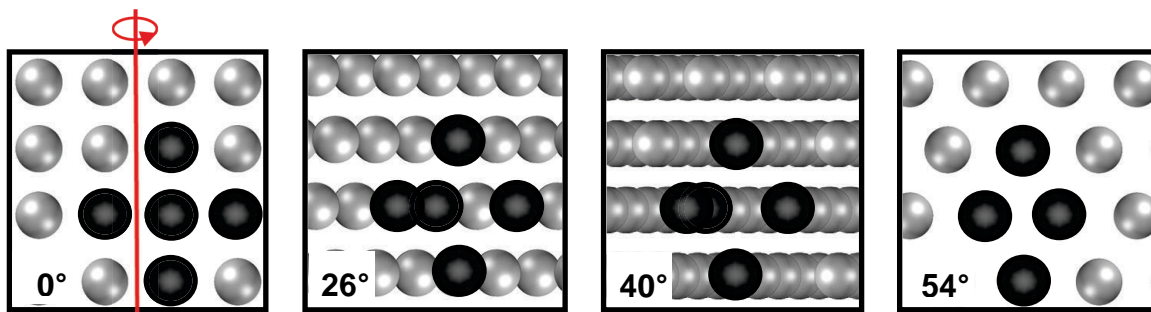


Abbildung 2.16: Die Anordnung der Atome im bcc-Kristallgitter. Das Kristallgitter wird um eine $\langle 011 \rangle$ -Achse (rot) gedreht aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung. Die dunkleren Atome bilden eine Elementarzelle. Dargestellt ist der Blick auf das um 0° , 26° , 40° und 54° gekippte Kristallgitter. Schmale Kanäle sind bei allen Sputterwinkeln offen, *planares* Channeling findet immer statt.

2.5.3 Kristallrichtungsabhängiger Sputter-Yield und SE-Yield bei senkrechtem Einfall

Die Ergebnisse, die in diesem Abschnitt dargestellt werden, wurden alle aus Messungen unter dem Einfallswinkel $\alpha = 0^\circ$ gewonnen, variiert wird nur der Winkel φ zwischen dem Ionenstrahl und der $\langle 100 \rangle$ -Richtung des Kristalls. Angewendet wurden die in Abschnitt 2.3.3 beschriebene Methode und der Messaufbau „Y3“. Alle Proben sind zylinderförmige Einkristalle wie in Abbildung 2.6. Zuerst wird die Untersuchung von bcc-Kristallen am Beispiel von Vanadium fortgesetzt. Anschließend wird über die Ergebnisse für die kubisch flächenzentrierten Kristalle Nickel und Blei berichtet.

2.5.3.1 Messung an Vanadium (bcc)

Der Vanadium-Einkristall wurde während der Messungen um die $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung relativ zum Ga^+ -Ionenstrahl in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung rotiert. Bei FIB-Betrachtung des Kristalls mit geringer Vergrößerung erkennt man eine Oxidschicht, die sich in wenigen Sekunden wegsputtern lässt. Für die Yield-Untersuchungen genügt „Vorputzen“ durch die kurze FIB-Bestrahlung bei der Betrachtung des Kristalls bzw. bei der Anfertigung einer FIB-Aufnahme. Jedoch ist die Entfernung des Oxids unverzichtbar, damit es nicht zur Messung stark vergrößerter Ausbeute entlang der Risse kommt, die hin und wieder unter der Oxidschicht im Kristall erkennbar sind. Abbildung 2.17 a) zeigt die Messergebnisse für Vanadium. Abbildung 2.17 b) bietet außerdem den Vergleich mit dem (nicht zylindrischen) bcc-Kristall Eisen, der um die gleiche Achse gedreht wurde. Zwar weisen die Fe- und V-Einkristalle bei den gleichen Winkeln Minima des Sputter Yields auf, was durch Channeling und die Geometrie des bcc-Gitters (siehe Abbildung 2.13) erklärt werden kann. Auffällig ist jedoch, dass die Minima und Maxima des Sputter-Yields bei Vanadium viel weniger ausgeprägt sind als bei Eisen und Wolfram. Der Kontrast zwischen den Minima bei $\varphi = 0^\circ$ bzw. bei $\varphi = 54^\circ$ zu den benachbarten Maxima beträgt bei Vanadium nur 3,25:4,5 bzw. 3,15:4,1 gegenüber 1:4 bzw. 1,8:4,5 für Eisen. Dies spricht dafür, dass mindestens bei

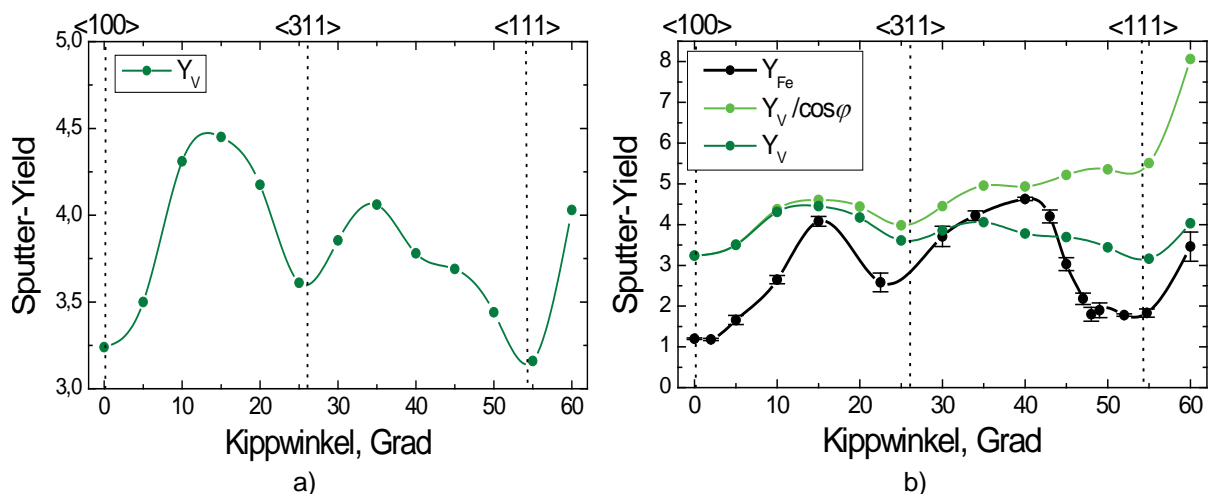


Abbildung 2.17: a) Sputter Yield von Vanadium. Am oberen Rand sind die niedrigindizierten kristallographische Richtungen angezeigt, in denen das Channeling am stärksten ist. Der Vanadium-Einkristall wurde aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei 0° Einfallswinkel in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung rotiert. Jeder Punkt auf dem Graph ist ein Mittelwert aus vier Sputtererregnissen mit verschiedenen Ionen-Dosen. b) Für den Vergleich des runden V-Kristalls mit Fe simuliert der Faktor $1/\cos \varphi$ streifenden Ioneneinfall.

diesem Vanadium-Kristall weniger Ionen kanalisiert werden als bei Fe und W. Gründe dafür könnten sein: eine nicht exakt ausgerichtete Bohrung für die Rotationsachse, eine weniger regelmäßige Kristallstruktur, oder eine stärkere Beschädigung der Kristallstruktur unter Ionenbeschuss als bei Eisen und Wolfram.

2.5.3.2 Messungen an fcc-Kristallen: Blei und Nickel

Jede FIB-Strukturierung im Rahmen dieser Arbeit fing mit der Inspektion der Oberfläche des zu strukturierenden Objektes an. Im Fall von Blei unterscheidet sich der Befund von allen anderen. Abbildung 2.18 zeigt Beispiele der Oberflächen von Nickel und Blei im Vergleich. Nickel hat eine schöne glatte Oberfläche, ähnlich wie andere in dieser Arbeit untersuchte Materialien. Die verwendeten Blei-Kristalle weisen dagegen eine ungleichmäßige dreidimensionale Oxidschicht auf, welche das Einbringen der Struktur mittels FIB beeinträchtigt, selbst wenn man eine relativ freie Stelle sucht – siehe Abb. 2.18 b). Deswegen wurde die Oxidschicht vor jeder Strukturierung großflächig (mind. $10 \times 10 \mu\text{m}^2$) mit dem FIB entfernt und die Struktur in die oxidfreie Fläche gesputtert; siehe Abb. 2.18 c). Nach dem Entfernen des Oxids erkennt man viele helle (d.h. großer SE-Yield) kreisartige Flecken – wie in Abbildung 2.18 b) und c)). Je weiter eine Struktur in die Tiefe gesputtert wird, desto größere Fleckendurchmesser werden beobachtet, wobei weiterhin auch kleine Durchmesser zu sehen sind. Das kann man in Abbildung 2.18 c) erkennen – bei den Flecken auf dem Boden des Kästchens treten auch größere Durchmesser auf als in der Umgebung. Beobachtet man *in situ* über das SE-Signal, wie die Oberfläche des Blei-Kristalls mit konstantem Ionenstrom abgetragen wird, so erkennt man, wie die Flecken während des Zerstäubungsprozesses wachsen, wandern und verschmelzen. In Abbildungen 2.19 a-c) ist diese Entwicklung anhand von drei Momentaufnahmen dokumentiert. In diesem Beispiel trifft der Ionenstrahl unter dem Einfallswinkel $\alpha = 0^\circ$ und in $\langle 100 \rangle$ -Richtung auf den Blei-Kristall. Unter dem Ionenbeschuss entstehen sekundenschnell viele kleine Flecken, die sich zu Gruppen anordnen (Abb. 2.19 a)) und unter dem weiteren Ionenbeschuss wachsen (Abb. 2.19 b)). Mit zunehmender Größe der Flecken sinkt ihre Beweglichkeit. Schließlich verschmelzen viele der gruppierten Flecken jeweils zu größeren Flecken (Abb. 2.19 c)). Die Morphologie der Bleioberfläche ähnelt jeweils einer hügeligen Landschaft. Auf der höchsten Stelle jedes Hügels sowie entlang der

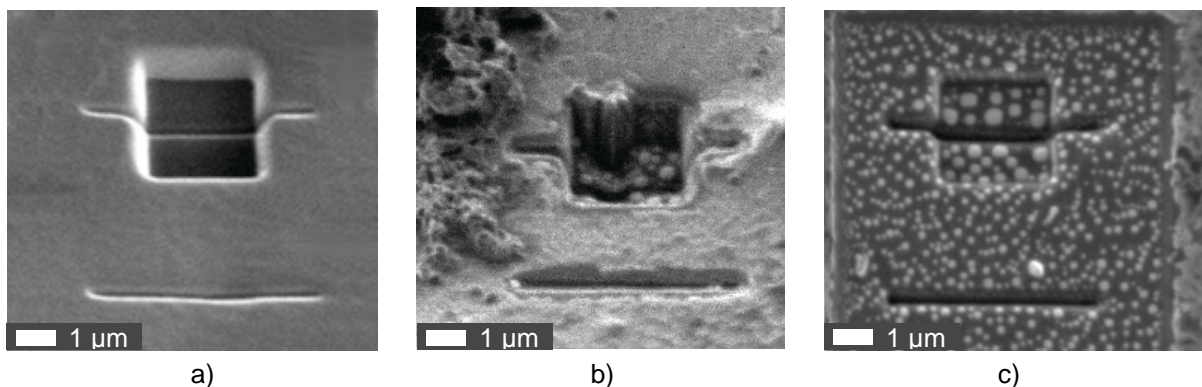
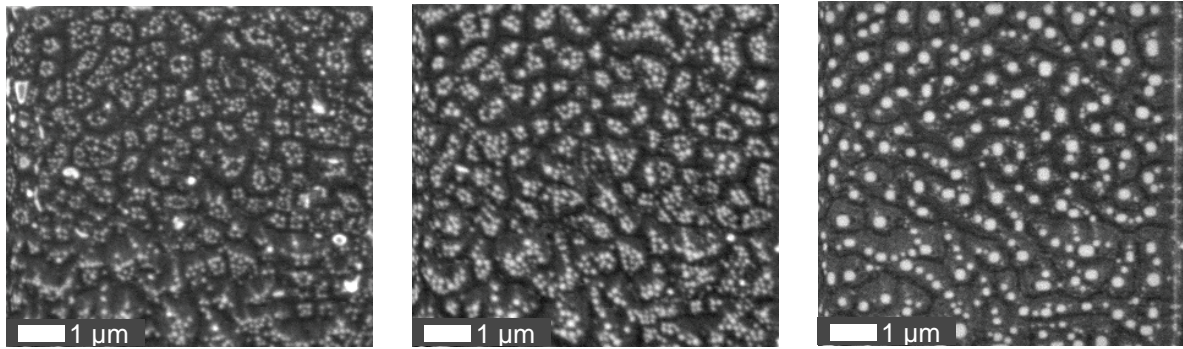


Abbildung 2.18: a) ein Kästchen mit Linien in Nickel gesputtert, b) oxidierte Blei-Oberfläche und ein Kästchen mit Linien c) Blei mit der gleichen Sputterstruktur, die in einen vorgesputterten Bereich von $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ geschrieben wurde. Hier sind sehr deutlich helle Flecken zu sehen.

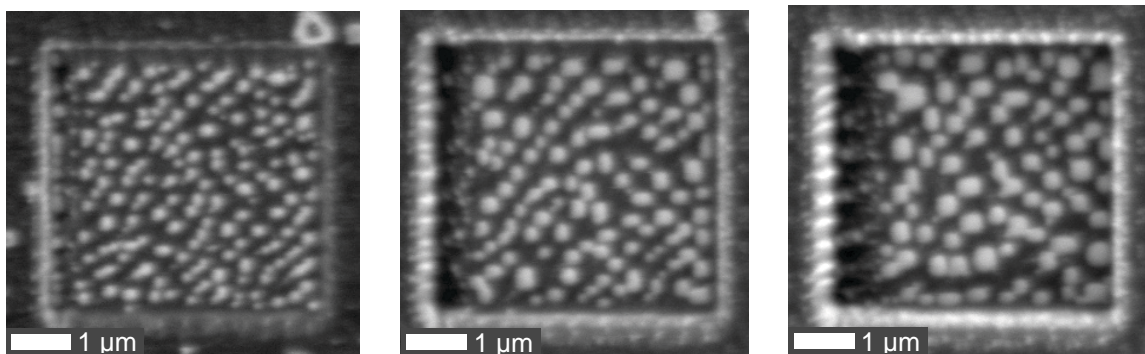


a) Dosis $\approx 0,12 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ b) Dosis $\approx 0,25 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ c) Dosis $\approx 0,63 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$

Abbildung 2.19: $8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$ großer, gleichmäßig gesputterter Ausschnitt der Oberfläche eines Blei-Kristalls. Die Oberfläche wird mit $I^{\text{Ga}^+} = 45 \text{ pA}$ abgetragen. Der Einfallswinkel des Ionenstrahls zur Oberfläche ist $\alpha = \varphi = 0^\circ$, entlang der $\langle 100 \rangle$ -Richtung des Blei-Kristalls.

„Wasserscheiden“ zwischen den Tälern sitzen Flecken. Dies lässt sich so deuten, dass die Flecken die darunter liegende Blei-Oberfläche vor der Zerstäubung schützen, so dass das Blei in der Umgebung (den Tälern) schneller abgetragen wird. Wenn die Flecken langsamer abgetragen werden als die restliche Oberfläche, bestehen sie also aus einem Material mit einem geringeren Sputter-Yield als Blei. Da bei dem Sputter-Prozess sonst keine weiteren Materialien vorhanden sind, ist anzunehmen, dass die Tropfen aus implantiertem Gallium ($Y^{\text{Ga}}_{\text{TRIM}} = 7,1$) oder aus einem Gallium-Blei-Gemisch bestehen.

Deponiert man, wie in Abbildungen 2.20 und 2.21 a) gezeigt wird, beim Sputtern in $\langle 100 \rangle$ -Richtung der Bleioberfläche eine Ionendosis $> 0,5 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$, so nehmen viele der entstandenen Flecken eine nahezu viereckige Form mit abgerundeten Ecken an, wobei die vier Seiten parallel zu den Kanten des Kästchens bzw. in die $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Richtungen ausgerichtet sind. Unter den Flecken befinden sich Erhöhungen – zu erkennen in Abb. 2.21 a) – deren Form der Kristallstruktur des Bleikristalls entspricht und so dem Ionenstrahl länger widerstehen kann. Die Flecken erreichen Durchmesser von ca. $200\text{-}300 \text{ nm}$ und verdecken ca. 40% der Kristalloberfläche, wenn die Ionendosis $0,75 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ deponiert ist. Weitere Experimente haben gezeigt, dass diese Entwicklung von der Form und von der Ausrichtung



a) Dosis $\approx 0,38 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ b) Dosis $\approx 0,75 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ c) Dosis $\approx 1,13 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$

Abbildung 2.20: $4 \mu\text{m} \times 4 \mu\text{m}$ großer, gleichmäßig zerstäubter Ausschnitt der Oberfläche eines Blei-Kristalls. Die Oberfläche wird mit $I^{\text{Ga}^+} = 200 \text{ pA}$ abgetragen. Der Einfallswinkel des Ionenstrahls ist $\alpha = \varphi = 0^\circ$, in die $\langle 100 \rangle$ -Richtung des Blei-Kristalls.

der gesputteten Struktur sowie von Strahlstärke unabhängig ist, entscheidend ist nur die deponierte Ionendosis.

Sputtert man nicht in $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 110 \rangle$ - oder $\langle 111 \rangle$ -Richtung, so entstehen Flecken mit kleinerer Beweglichkeit; die gesputtete Fläche ist schnell mit pyramidenartigen Facetten übersät. Jede Pyramide enthält wiederum helle Flecken, insbesondere an der Spitze sowie entlang vier oder mehr Kanten (wie Perlenschnüre). Ein Beispiel dazu ist in Abbildung 2.21 b) abgebildet. Sputtert man in $\langle 111 \rangle$ -Richtung, so entstehen dreiseitige Pyramiden – siehe Abbildung 2.21 c), was man aufgrund der dreizähligen Symmetrie dieser Fläche erwarten kann. Die Seitenflächen der Pyramiden werden von $\langle 100 \rangle$ -Facetten gebildet. Beim Kristallwachstum erwartet man üblicherweise die Ausbildung von $\langle 111 \rangle$ -Facetten, da letztere aufgrund der dichteren Packung im Allgemeinen eine niedrigere Oberflächenenergie haben. Die Ausbildung von $\langle 100 \rangle$ -Facetten nahe Raumtemperatur wurde bereits von Pavlovska et al. [Pav95] bei Wachstumsuntersuchungen an Blei-Einkristallen beschrieben. Erst bei Temperaturen oberhalb 400 K zeigten sich stabile $\langle 111 \rangle$ -orientierte Facetten.

Ähnliche Beobachtungen sich bewegender heller Flecken machten Lugstein et al. beim Zerstäuben von GaAs mit einem Ga^+ -Ionenstrahl [Lugs04,04a,05]: Ab einer Flächendosis von $2,5 \cdot 10^{16}$ Ionen/cm² ($0,04 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$) beobachteten sie kleine helle „Dots“ auf der GaAs-Oberfläche. Oberhalb $6 \cdot 10^{16}$ Ionen/cm² ($0,096 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$) fanden sie $8,2 \cdot 10^7$ Dots/cm² mit Durchmessern zwischen 120 nm und 800 nm. Bei fortgesetzter Bestrahlung verschmolzen kleine Dots zu größeren, wobei Durchmesser bis über 1 μm entstanden. Während der Bestrahlung (die zugleich die Temperatur der Targetoberfläche über den Schmelzpunkt von Gallium erhöht) verhielten sich die Dots wie Tropfen einer Flüssigkeit. Die Minimalisierung der Oberflächenenergie erzeugt bei den Tropfen eine sphärische Kalottenform mit 56° Kontaktwinkel zur GaAs-Oberfläche und 40% Höhe relativ zum Tropfendurchmesser. Mit Hilfe von Auger-Elektronenspektroskopie fanden Lugstein et al., dass die Dots weit überwiegend aus Gallium bestehen. Sie deuteten dies so, dass Arsen bevorzugt zerstäubt wird, so dass ein Gallium-Überschuss entsteht. Diffusion der Ga-Atome auf der GaAs-Oberfläche

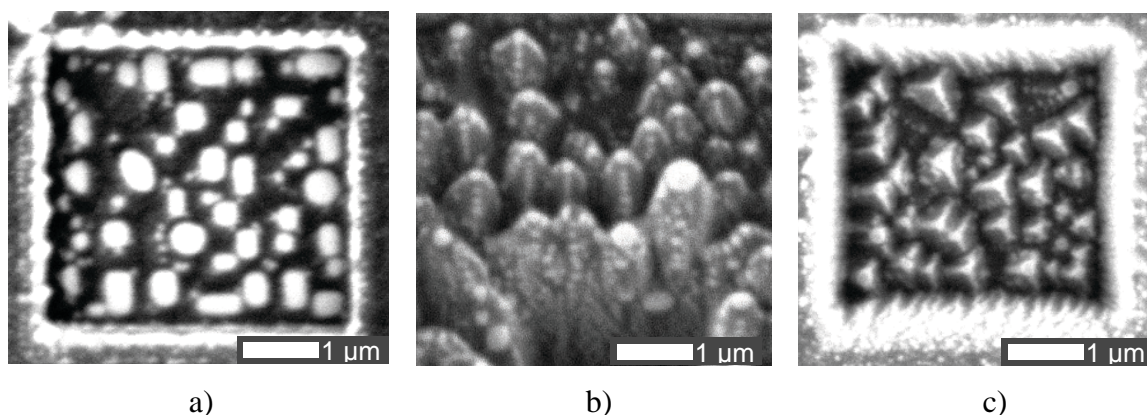


Abbildung 2.21: FIB-Aufnahmen von vielfältigen Strukturen, die sich beim Zerstäuben einer Blei-Oberfläche in Abhängigkeit von der kristallographischen Richtung bilden. a) Helle, oft rechteckige Flecken auf einer (100)-Blei-Oberfläche; b) FIB-Aufnahme unter 45° von Pyramiden im Blei nach Sputtern in einer Richtung ohne Channeling; c) dreiseitige Pyramiden bei Sputtern in $\langle 111 \rangle$ -Richtung.

bewirkt die weitere Agglomeration. Durch Vorstrukturierung des GaAs mit regelmäßig angeordneten Vertiefungen gelang es ihnen sogar, die Dots gezielt anzuordnen und auch ihre Größe zu kontrollieren.

Es liegt nahe, die hellen Flecken auf der Oberfläche des Blei-Kristalls ebenfalls als Tropfen aus zunächst flüssigem und dann (nach Beendigung der Zerstäubung) eventuell erstarrtem Gallium zu identifizieren. Zwar liegt anders als bei GaAs im Target anfangs kein Gallium vor, aber durch den Ionenstrahl wird Gallium in den Kristall implantiert. Der Sputter-Yield ist bei Blei so hoch (siehe unten), dass das Blei viel schneller zerstäubt wird als das implantierte Gallium. Durch den schnellen Abtrag von Blei werden implantierte Galliumatome freigelegt und verschmelzen mit weiteren an der Kristalloberfläche diffundierenden Ga-Atomen zu größer und größer werdenden Gallium-Tropfen. Diese schirmen das unter ihnen befindliche Blei gegen den weiteren Ionenbeschuss ab, so dass der weitere Blei-Abtrag bevorzugt zwischen den Tropfen erfolgt.

Eine weitere Beobachtung wurde gemacht, nachdem der Bleikristall für eine EDX-Untersuchung der hellen Flecken in ein SEM transferiert wurde: Bei der Betrachtung mittels SEM sahen die Strukturen, sowohl die Tropfen als auch die Pyramiden, ganz anders aus als vor dem Ausbau, als sie im FIB beobachtet wurden. Abbildung 2.22 zeigt einen Vergleich für beide Morphologien zwischen den FIB-Aufnahmen vor dem Transfer und den SEM-Aufnahmen nach dem Transfer. An den Stellen, an denen sich vor dem Transfer Flecken befanden, sieht die Oberfläche des Kristalls nach dem Transfer wie benetzt aus. Die eigentlich zu untersuchenden Tropfen sind dagegen verschwunden. In Abbildung 2.22 f) sieht außerdem

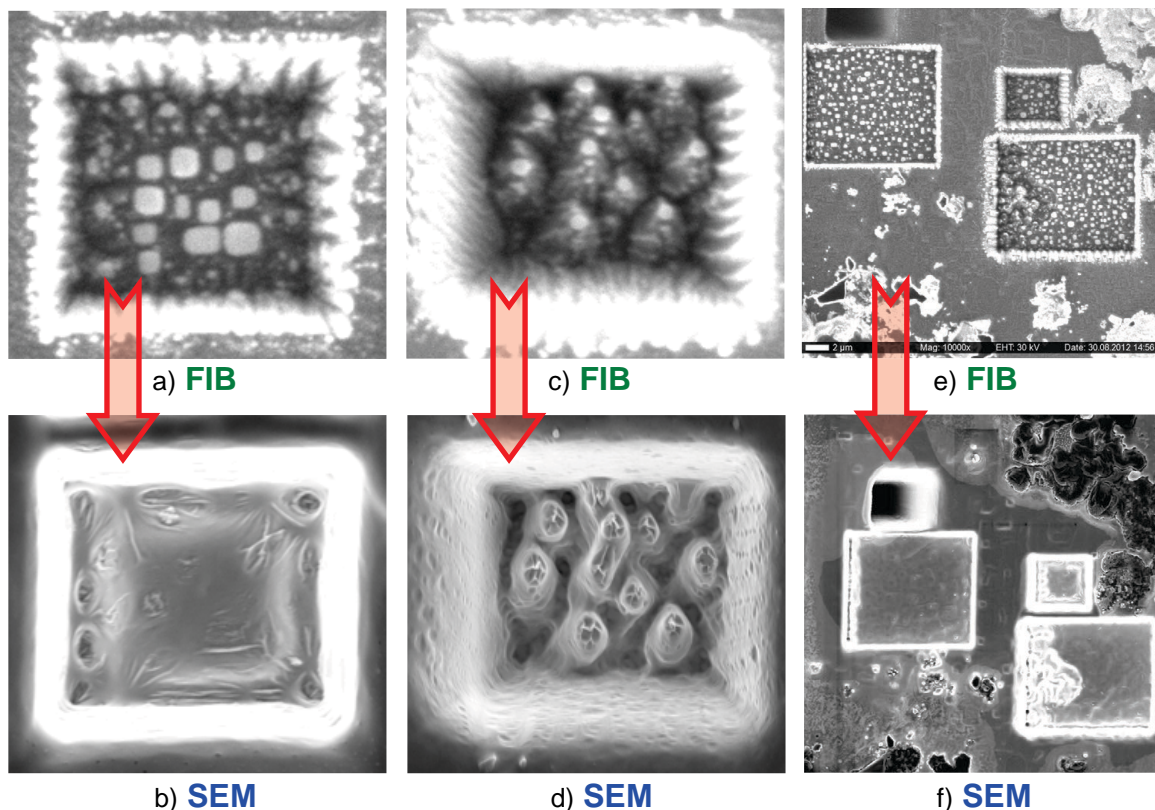


Abbildung 2.22: a), c) und e): In Blei mittels FIB gesputterte und aufgenommene Strukturen; b), d) und f): Dieselben Strukturen nach dem Transfer in die SEM-Kammer mittels SEM abgebildet.

der Bereich zwischen den gesputterten Vierecken teilweise wie ausgelaufene Flüssigkeit aus (dunkler gefärbt als der Rest). Eine Möglichkeit, dieses überraschende Verhalten zu erklären, wäre die chemische Reaktion mit einem Bestandteil der Raumluft, also etwa Sauerstoff, Wasserdampf oder Stickstoff. Um diese Möglichkeit auszuschließen, wurde eine Scheinbelüftung der FIB-Kammer mit dem Edelgas Helium durchgeführt. Auch nach der Belüftung mit Helium zeigte sich dasselbe Verhalten wie vorher. Wenn man also eine chemische Reaktion ausschließen kann, muss es sich um einen physikalischen Effekt handeln. Möglicherweise führt das vorübergehende Einwirken des Atmosphärendrucks auf die Probe zu einer gleichmäßigeren Verteilung des flüssigen Galliums über die Blei-Oberfläche. Oder presst der Atmosphärendruck Gallium-Tropfen in die Kristallstruktur? Eine genauere Aufklärung dieser spannenden Zusammenhänge ginge über den Rahmen dieser Arbeit hinaus.

Trotz der Anwesenheit von Ga-Tropfen bzw. Pyramiden lassen sich für Blei auswertbare Kästchen- und Linien-Strukturen sputtern, so dass sich der Sputter-Yield in Abhängigkeit vom Kristallwinkel φ bestimmen lässt. Abbildung 2.23 zeigt die Ergebnisse für Nickel und Blei beim Drehen des jeweiligen Einkristalls um die $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung über $\langle 111 \rangle$ bis in die $\langle 0-11 \rangle$ -Richtung. Ähnlich wie für die bcc-Kristalle Fe, W und V kann auch hier, im fcc-Gitter, die Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields mit Kanälen in Zusammenhang gebracht werden. Abbildung 2.24 zeigt, wie das Targetgitter für die einfliegenden Ionen in Channeling-Richtungen aussieht. Den hier skizzierten Kippwinkeln von 0° , 35° , 55° und 90° entsprechen auch Minima des Sputter-Yields in Abbildung 2.23.

Der Sputter Yield von Blei ist um den Faktor 5 größer als von Nickel. Interessant ist, dass sich durch TRIM-Simulation $Y_{Ni} = 9,69$ und $Y_{Pb} = 15,05$ ergibt – sie unterscheiden sich hier also nur um den Faktor 1,55. Eine mögliche Erklärung für die Größe des Unterschiedes der gemessenen Sputter Yields sind Temperaturspikes, die von TRIM nicht erfasst werden können sondern nur von Molekulardynamiksimulationen. Dabei fließt Targetmaterial auf die Oberfläche oder explodiert. Vor allem Letzteres kann zu einer starken Vergrößerung des Sputter Yields führen. Temperaturspikes mit lokalem Schmelzen und Mikroexplosionen treten

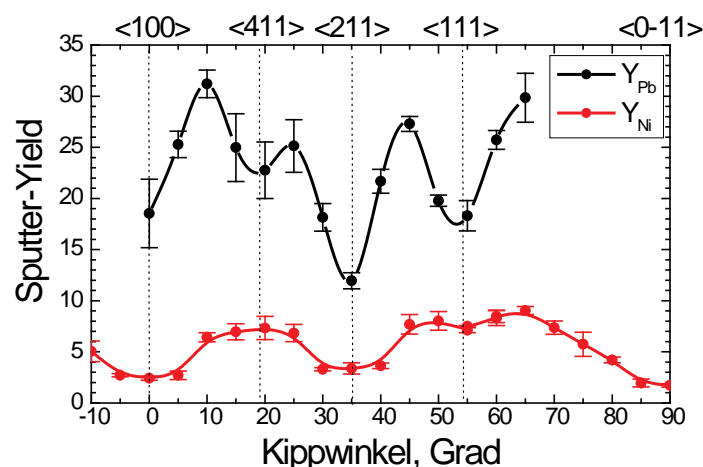


Abbildung 2.23: Sputter-Yield von Nickel und Blei. Oben sind niedrigindizierte kristallographische Richtungen angezeigt – das sind Richtungen, wo das Channeling am stärksten ist. Beide Kristalle wurden aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung um die $\langle 011 \rangle$ -Achse gedreht. Jeder Punkt auf dem Graph ist ein Mittelwert aus vier Sputter-Experimenten mit verschiedenen Ionendosen.

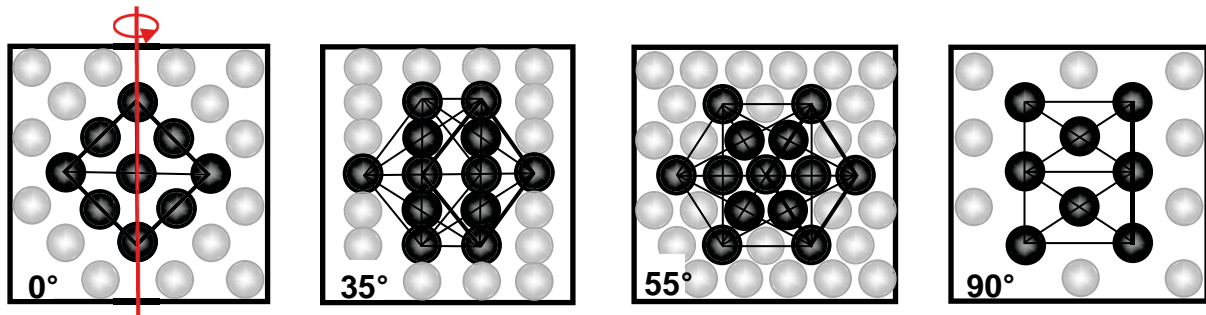


Abbildung 2.24: Anordnung der Atome im fcc-Kristallgitter. Das Kristallgitter wird aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung um die rote $\langle 011 \rangle$ -Achse gedreht. Die dunklen Atome bilden eine Elementarzelle. Dargestellt ist der Blick von oben auf das um 0° , 35° , 55° und 90° gekippte Kristallgitter.

bei Blei wahrscheinlicher auf als bei Nickel und allen anderen untersuchten Metallen, da die Schmelztemperatur von Blei mit 601 K bei weitem die geringste ist.

Die winkelabhängigen Sputter- und Sekundärelektronen-Yields wurden für Nickel quantitativ mit dem Aufbau „Y3“ gemessen. Beide Ergebnisse sind in Abbildung 2.25 a) gezeigt. Die Verläufe der beiden Kurven stimmen qualitativ weitgehend überein, dabei ist der SY ca. 2,5 Mal höher als der SEY, und der SY hat stärker ausgeprägte Minima als der SEY.

Der SEY für Pb konnte nicht zuverlässig gemessen werden, denn anders als beispielsweise bei Ni ändert er sich mit der Zeit und sättigt nicht – siehe Abbildung 2.25 b). Ein Grund dafür kann die ungleich größere räumliche Tiefe der gesputterten Struktur sein, je tiefer die Struktur wird, desto mehr Sekundärelektronen bleiben an den hohen Wänden hängen. Zudem ändert sich die Helligkeit wegen der Änderung von Größe und Anzahl der hellen Flecken.

Als nächste Probe mit fcc-Struktur wurde ein Aluminium-Einkristall ((100) fcc, $Y_{\text{TRIM}}=3,47$) untersucht. Wegen einer besonders dicken und hartnäckigen Oxidschicht waren keine sinnvollen SY- und SEY-Yield-Messungen möglich. Eine Entfernung der Oxid-Schicht durch Sputtern/Polieren/Ätzen wurde verworfen, da keine Sicherheit bestand, wie weitgehend der unter der Oxidschicht liegende Einkristall dabei verändert würde.

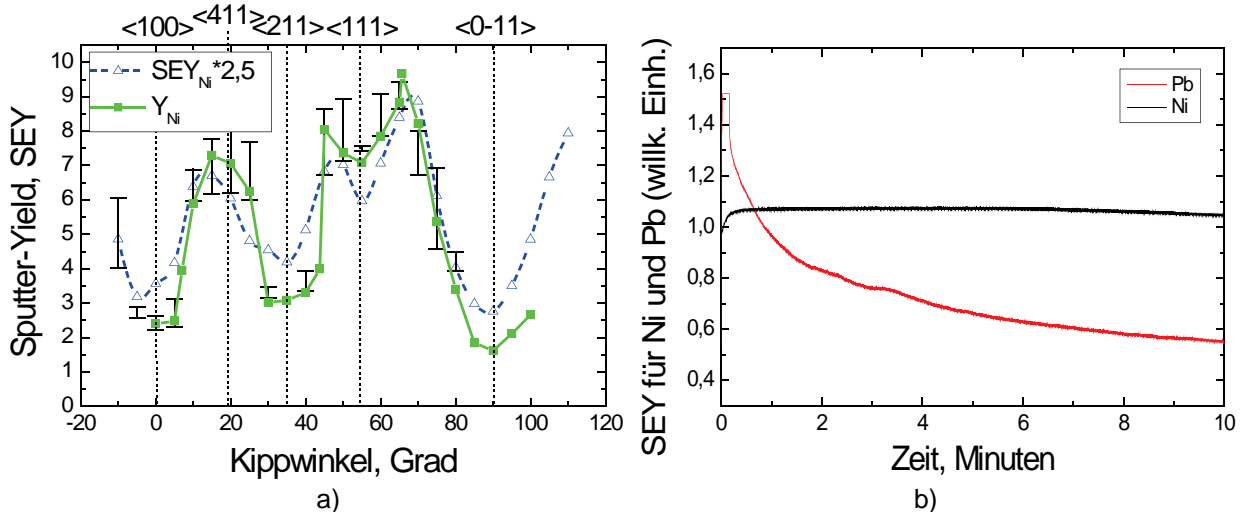


Abbildung 2.25: a) Sputter- und SEY für Nickel. b) Vergleich des zeitlichen Verlaufs des SE-Yields für Blei und Nickel für den Einfall unter $\varphi = 0^\circ$, gemessen mit dem Everhart-Thornley-Detektor ($I^{\text{Ga}^+} = 105 \text{ pA}$ in $3 \times 3 \text{ } \mu\text{m}^2$).

2.5.3.3 hcp-Kristalle

Um das Bild zu vervollständigen, wurden Experimente mit hcp-Kristallen durchgeführt. Zwei Kobalt-Einkristalle mit den Start-Richtungen $\langle 0001 \rangle$ bzw. $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ wurden untersucht. Die Oberflächen beider Kobalt-Kristalle sind mit einer Oxidschicht mit dicken Oxidinseln überzogen. „Vorputzen“ ist nötig und mittels FIB sehr zeitaufwändig. Yield-Messungen erfolgten bevorzugt *zwischen* „Oxidinseln“. Der Kristall sieht „gescheckt“ aus, d.h. es gibt zwei verschiedene Helligkeiten der Oberfläche – siehe Abbildung 2.26. Die Stärke des Kontrastunterschiedes der beiden Zonen hängt vom Betrachtungswinkel ab, was auf zwei verschiedene Kristallgitter oder Orientierungen hindeutet. Die verschiedenen hellen Zonen weisen verschieden große Sputter-Yields auf. Die Ursache der beiden verschiedenen Zonen (verschiedene Domänen, Phasen?) ist unbekannt. Möglich ist, dass bei der Herstellung des Kristallrandes durch Funkenerosion oder bei der FIB-Reinigung über eine martensitische¹

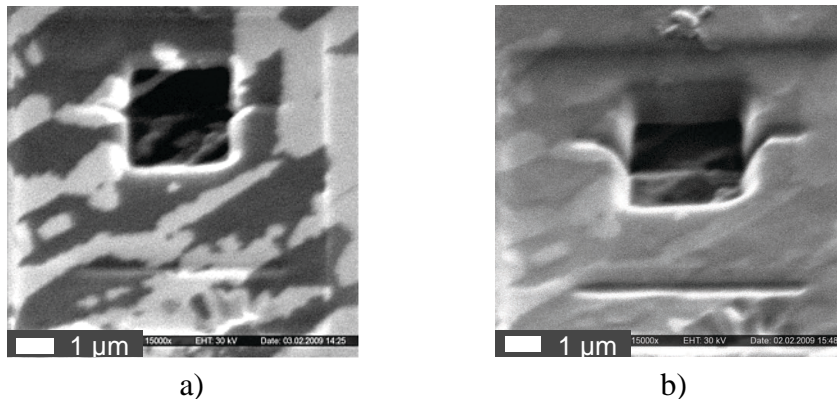


Abbildung 2.26: Oberfläche des Kobalt (0001)-Kristalls nach Vorputzen. Der Kristall sieht „gescheckt“ aus, es gibt zwei verschiedene Helligkeiten der Oberfläche. Der Kontrastunterschied ändert sich mit dem Betrachtungswinkel. Bild a) ist unter 30° Betrachtungswinkel aufgenommen, b) - dieselbe Stelle unter 50° Betrachtungswinkel.

Transformation eine Mischphase aus fcc und hcp Kobalt entstanden ist, analog wie bei [Tole01]. Es ergeben sich selten schöne, auswertbare Kästchen, und innerhalb einer Messung treten sehr starke Schwankungen auf. Der über alle Winkel gemittelte gemessene Sputter Yield beträgt 5,76, der TRIM-Yield ist 7,6.

2.6 Gültigkeitsbereich der Messergebnisse

Gelten die in Abschnitt 2.5 vorgestellten Messergebnisse nur für die im Rahmen der Messungen erzeugten Strukturiefen oder sind sie allgemeiner gültig? Diese Frage stellt sich insbesondere deshalb, weil das Target bei der Strukturierung durch die eindringenden Ionen verändert wird. Die Ionen könnten die Kristallstruktur im Kristallinnern schädigen, so dass die Kanäle unterbrochen oder verstopft werden. In diesem Falle müsste das Channeling mit der Ionendosis immer mehr nachlassen bis der Sputter-Yield schließlich dem eines amorphen Materials entspräche.

¹Martensit ist ein metastabiles Gefüge in Metallen und auch Nichtmetallen, das diffusionslos und athermisch durch eine kooperative Scherbewegung aus dem Ausgangsgefüge entsteht. Wenn die freie Enthalpie eines metastabilen Systems durch eine Phasenumwandlung verringert werden kann, wirkt die freie Enthalpie als Triebkraft der martensitischen Transformation [Scho01].

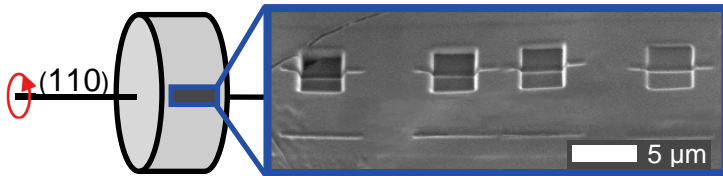


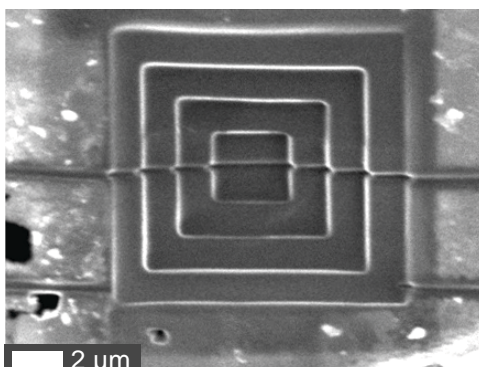
Abbildung 2.27: Vierer-Messreihe auf Vanadium-Einkristall gesputtert unter 30° (relativ zu $\langle 001 \rangle$), aufgenommen bei 0° . Die Dosis wurde von rechts nach links erhöht.

winkelabhängigen Sputter-Yield-Werte entstanden für jeden Kristallwinkel durch die Mittelung von jeweils vier Einzelmessungen, – siehe Beispiel in Abb. 2.27. Dabei wurde die Dosis von Einzelmessung zu Einzelmessung linear erhöht, insgesamt um einen Faktor von 2 bis 4. Je nach Material, Dosis und Kristallwinkel ergaben sich Kästchentiefen zwischen 150 nm und 1 μm . Innerhalb jedes Messungs-Quartetts variiert die Kästchentiefe proportional zur Ionendosis – für Richtungen mit Channeling ebenso wie für Richtungen ohne Channeling. Es gibt also keinen Hinweis auf eine Änderung des Sputter Yields mit zunehmender Strukturtiefe und somit auch keinen Hinweis auf eine zunehmende Amorphisierung des Kristalls.

Zur genaueren Überprüfung, ob sich der Sputter Yield mit zunehmender Tiefe der gesputterten Struktur verändert, wurden unter mehreren verschiedenen Kristallwinkeln jeweils treppenartige Strukturen mit über 800 nm Gesamttiefe in V- und Ni-Einkristalle gesputtert. Vanadium wurde ausgewählt, da der gemessene geringe winkelabhängige Yield-Kontrast eine Schädigung der Kristallstruktur vermuten lässt. Die Ionendosis ist dabei proportional zur Zahl der in die Tiefe führenden Stufen. Wie in Abb. 2.28 zu sehen ist, haben alle Stufen etwa gleiche Höhe. Channeling spielt also mindestens bis 800 nm Tiefe überall die gleiche Rolle oder lässt nur langsam nach. Dieses Ergebnis lässt Platz für weitere Überlegungen:

1. Beschädigungen der Kristallstruktur könnten noch tiefer im Kristall stattfinden, so dass ihr Einfluss auf den Sputter-Yield nur mit noch größerer Ionendosis aufzuspüren wäre. Dafür müsste die Reichweite kanalisierter Ga^+ -Ionen in Vanadium 800 nm übersteigen.
2. Amorphisierung der Probe findet nur nah der Oberfläche statt.
3. Die Kristallstruktur repariert sich selbst, da der Kristall durch die absorbierte Ionenenergie lokal so stark aufgeheizt wird, dass er sich an der geschädigten Stelle verflüssigt. Die Stelle thermalisiert und erstarrt wieder in mehr oder weniger regelmäßiger Kristallstruktur. Bei der Erstarrung in immer gleichem Maß auftretende Kristalldefekte könnten den geringen Channeling-Kontrast von Vanadium verursachen.

Für die letzte Deutung sprechen Untersuchungsergebnisse von Brodyanski et al. an Fe/Cr/Fe-



1. Stufe: 239 nm
2. Stufe: 222 nm
3. Stufe: 200 nm
4. Stufe: 206 nm

Abbildung 2.28: Treppen in einem Vanadium-Einkristall. Gesputtert bei $\varphi = 45^\circ$, anschließend um 20° gekippt. Die Höhe der Treppenstufen variiert nur um 10%.

Schichten [Brod11]. Sie berechneten, dass kanalisierte 30 keV-Ga⁺-Ionen in einen Eisen-Einkristall in <100>-Richtung ca. 600 nm tief eindringen; für Nickel und Vanadium ergeben sich Werte gleicher Größenordnung. Man hat folglich eine durch Gallium-Ionen veränderte Zone, die sich immer tiefer in den Kristall vorschiebt, während die Kristalloberfläche abgetragen wird. Nach Abtragung der oberen 600 nm ist der Kristall von der neuen Oberfläche bis zur neuen Tiefe 600 nm durchgehend verändert. Dennoch findet Channeling weiterhin statt, wie die Messergebnisse belegen, d.h. die Veränderung des Kristalls erfolgt in einer Weise, dass die Kristallstruktur hinreichend intakt bleibt. Laut Brodyanski deponiert ein 30 keV-Ga⁺-Ion seine Energie im Eisenkristall entlang seiner Trajektorie in einem Volumen der Größe 100 nm³, wodurch die Atome in diesem Bereich die Energie 3,13 eV/Atom erhalten. Dabei genügen in Eisen 0,55 eV/Atom, um den Kristall lokal schmelzen zu lassen, d.h. das getroffene Volumen schmilzt. Die nachfolgende Abkühlung erfolgt ausreichend langsam, so dass das Material seine Einkristallstruktur wieder erlangt, wobei bis zu 20% der Gitterplätze durch Ga-Atome eingenommen werden können, bevor die Einkristallstruktur zusammenbricht.

2.7 Modellierung des winkelabhängigen Sputter-Yields

Die Versuche, die Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields von metallischen Einkristallen zu modellieren, führen auf die 1960er Jahre zurück. Eines der ersten einfachen Transparenz-Modelle wurde von D. Odintsov entwickelt und von Yu. Martynenko ausgearbeitet [Odi63, Mart64]. Etwas später folgte das Channeling-Modell von Lindhard und Onderdelinden. Dieses Modell wird auch in neueren Veröffentlichungen erfolgreich angewendet [Pam190, Kemp01]. In den folgenden Abschnitten werden zwei auf diesen Ansätzen aufbauende Modelle für das Modellieren der experimentellen Ergebnisse vorgestellt. Anschließend werden die Ergebnisse dieser Modelle mit den experimentellen Ergebnissen verglichen.

2.7.1 Channeling-Modell nach Lindhard und Onderdelinden

Lindhard [Lind65] betrachtete einen Ionenstrahl, dessen Richtung bis auf einen kleinen Winkel mit der Richtung einer Atomreihe eines Kristalls übereinstimmt. Er zeigte, dass dieser Ionenstrahl im Kristall in zwei Teilstrahlen aufspaltet: Ein Strahl, der ausgerichtet ist und sich parallel zur Atomreihe ausbreitet, und ein nicht ausgerichteter, zufälliger „Strahl“. Dabei unterliegen die Ionen des ausgerichteten Strahls einer sehr niedrigen Energieverlustrate. Onderdelinden nahm an, dass nur die Ionen zu Sputterereignissen beitragen, die dem nicht ausgerichteten Strahl zuzurechnen sind, die sich also nicht in den Kanälen des Kristalls bewegen [Onde66]. Der Energieverlust kanalisierter Ionen bei elastischen Stößen mit den Atomen an den Rändern des Kanals ist kleiner als die (Deplazierungs-) Energie, die erforderlich ist, um ein Atom von seinem Gitterplatz zu stoßen. Das Channeling-Modell von Lindhard und Onderdelinden ergibt Winkelbreiten der Minima des winkelabhängigen Sputter Yields, welche sehr gut mit experimentellen Beobachtungen übereinstimmen.

Eine ausführliche Beschreibung des Channeling-Modells von Lindhard und Onderdelinden findet man bei Roosendaal [Roos81]. Die Grundannahme des Modells besteht darin, dass

Ionen, die kanalisiert werden, nicht zum Sputter-Yield beitragen. Diese Ionen geben ihre Energie so tief im Kristall ab, dass vom Ion ggf. zurückgestoßene Atome in der Tiefe des Kristalls verbleiben. Aus dieser Annahme folgt, dass sich der Channeling-Sputter Yield $Y_{\text{uvw}}(E_0)$ über den Anteil $\chi_{\text{uvw}}(E_0)$ der *nicht* kanalisierten Ionen mit dem Sputter Yield Y_{am} eines amorphen Targets verknüpfen lässt. Bei Ioneneinfall exakt in eine Indexrichtung $\langle \text{uvw} \rangle$ und senkrecht zur Targetoberfläche ist also

$$Y_{\text{uvw}}(E_0) = \chi_{\text{uvw}}(E_0) \cdot \eta_{\text{uvw}} \cdot Y_{\text{am}}(E_0). \quad (2.14)$$

Hier ist η_{uvw} ein Anpassungsparameter von der Größenordnung eins. Sei p_{min} der kleinstmögliche Stoßparameter für Ion-Targetatom-Stöße, für den das Ion noch kanalisiert wird. Wenn ein Ion die Fläche $\pi \cdot (p_{\text{min}})^2$ um ein Targetatom trifft, so wird es nicht kanalisiert. Den Anteil $\chi_{\text{uvw}}(E_0)$ der nicht kanalisierten Ionen erhält man daher durch den Vergleich der Kreisfläche $\pi \cdot (p_{\text{min}})^2$ mit der jedem Atom zugehörigen Fläche $(n_t \cdot t_{\text{uvw}})^{-1}$, auf die das Ion trifft, wobei t_{uvw} der Atomabstand in der Indexrichtung $\langle \text{uvw} \rangle$ ist:

$$\chi_{\text{uvw}}^0 = \frac{\pi \cdot p_{\text{min}}^2}{(n_t \cdot t_{\text{uvw}})^{-1}} = \pi \cdot n_t \cdot t_{\text{uvw}} \cdot p_{\text{min}}^2. \quad (2.15)$$

Dieser Ansatz enthält die Transparenzidee. Zugleich wird angenommen, dass Ionen mit $p > p_{\text{min}}$ durch harmonische Kräfte auf Trajektorien innerhalb eines Kanals oder zwischen atomaren Ebenen geführt werden [Levi83], so dass die Stoßparameter bei allen Ion-Atom-Wechselwirkungen entlang des Kanals bzw. entlang der Ebene stets größer als p_{min} bleiben. Der minimale Stoßparameter p_{min} kann nach Lindhard durch eine Näherung des Thomas-Fermi-Potentials der Ion-Atom-Wechselwirkung bestimmt werden. Als Ergebnis erhält man

$$p_{\text{min}} = \sqrt[4]{\frac{3t_{\text{uvw}} Z_i Z_t \cdot a_{\text{TF}}^2 \cdot e^2}{4\pi\epsilon_0 E_0}}. \quad (2.16)$$

Hier ist e die Elementarladung, und a_{TF} die Thomas-Fermi-Abschirmlänge:

$$a_{\text{TF}} = \frac{0,8853 \cdot a_0}{\sqrt{Z_i^{2/3} + Z_t^{2/3}}}, \quad (2.17)$$

die den Bohrschen Radius $a_0 = 0,52918 \text{ \AA}$ enthält und für die meisten Ion/Target-Kombinationen zwischen 0,01 nm und 0,02 nm liegt.

Die Näherung und Gleichung (2.16) gelten für Ionenenergien E_0 bis zu wenigen MeV und unter Vernachlässigung thermischer Schwingungen. Setzt man Gl. (2.16) in Gl. (2.15) ein, so folgt

$$\begin{aligned} \chi_{\text{uvw}}^0 &= \pi \cdot n_t \cdot t_{\text{uvw}}^{3/2} \cdot a_{\text{TF}} \cdot e \cdot \sqrt{\frac{3Z_i Z_t}{4\pi\epsilon_0 E_0}} \\ &= \pi \cdot n_t \cdot t_{\text{uvw}}^3 \cdot \psi_{\text{c,uvw}}^2, \\ &= \sqrt{\frac{E_{\text{uvw}}^{\text{c}}}{E_0}}, \end{aligned} \quad (2.18)$$

mit dem (in rad angegebenen) Grenzwinkel

$$\psi_{c,uvw} = \sqrt[4]{\frac{3a_{TF}^2 Z_i Z_t e^2}{4\pi\epsilon_0 \cdot E_0 \cdot t_{uvw}^3}}, \quad (2.19)$$

und der Grenzenergie

$$E_{uvw}^c = \frac{3\pi^2 n_t^2 t_{uvw}^3 a_{TF}^2 e^2 Z_i Z_t}{4\pi\epsilon_0}. \quad (2.20)$$

Ionen mit Energien unterhalb dieser Grenzenergie sind so langsam, dass sie alle stark gestreut und nicht kanalisiert werden; $\chi_{uvw}^0 = 1$. Treffen beispielsweise Ga^+ -Ionen auf einen Eisen-Einkristall, so treten bei Ioneneinfall in $\langle 100 \rangle$ -Richtung erst für Ionenenergien oberhalb $E_{100}^c = 683 \text{ eV}$ Channelingeffekte auf.

Der Grenzwinkel $\psi_{c,uvw}$ wird wichtig, wenn die Bewegungsrichtung des Ions beim Auftreffen auf den Kristall eine Winkelabweichung ψ zur Kristallrichtung $\langle uvw \rangle$ hat. Das Ion wird nur dann vom Gitter geführt, wenn die Energie seiner transversalen Bewegung kleiner ist als eine für den Kanal bzw. die Ebene spezifische Barriere-Energie [Levi83]. Das bedeutet, dass ψ den Winkel $f \cdot \psi_{c,uvw}$ nicht überschreiten darf – siehe Abbildung 2.29. Dabei ist f ein Anpassungsparameter der Größenordnung 1. Auch in diesem Fall lässt sich nach Onderdelinden der Sputter-Yield $Y_{uvw}(E_0, \alpha, \psi)$ über den Anteil $\chi_{uvw}(E_0, \psi)$ der *nicht* kanalisierten Ionen verknüpfen mit dem Sputter-Yield $Y_{am}(E_0, \alpha)$ eines amorphen Targets:

$$Y_{uvw}(E_0, \alpha, \psi) = \chi_{uvw}(E_0, \psi) \cdot \eta_{uvw} \cdot Y_{am}(E_0, \alpha) \quad (2.21)$$

Dabei ist η_{uvw} unverändert, und $\chi_{uvw}(E_0, \psi)$ lässt sich für $\psi < f \cdot \psi_{c,uvw}$ auf χ_{uvw}^0 zurückführen:

$$\chi_{uvw}(E_0, \psi) = \frac{\chi_{uvw}^0}{1 - \left(1 - \chi_{uvw}^0\right) \cdot \left(\frac{\psi}{f \cdot \psi_c}\right)^2}. \quad (2.22)$$

2.7.2 Planares Channeling und amorpher Anteil

Das vorstehend beschriebene Modell erfasst kein planares Channeling, wie es z.B. bei Drehen eines bcc-Kristalls um eine $\langle 110 \rangle$ -Achse bei allen Einfallswinkel- bzw. Kristallwinkeln auftritt – siehe Abbildung 2.16. Bei planarem Channeling werden die Ionen nicht in einem zylindersymmetrischen, sondern in einem ebenen Potential geführt, das eine andere mathematische Beschreibung hat. Kommt es, wie in einem realen Kristallgitter, zur Überlagerung beider Effekte wird die Beschreibung entsprechend kompliziert. Ansätze mit elliptischen Potentialgeometrien finden sich in [Fran70]. In einem stark vereinfachten Modell

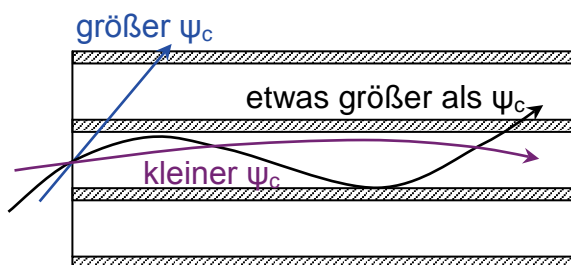


Abbildung 2.29: Schematische Darstellung der (Nicht-) Kanalisierung von Ionen je nach Winkelabweichung zwischen Einflugrichtung und Kanalrichtung [Nast96].

lässt sich der Übergang von planarem zu axialem Channeling so darstellen, dass das planare Channeling nur den maximalen Anteil der nicht kanalisierten Ionen von 1 auf P_{ncP} reduziert. Letzteres ist dabei gegeben durch

$$P_{ncP} = \frac{2p_{minP}}{d_P}, \quad \text{mit} \quad p_{minP} = \frac{1}{\sqrt{n_t d_P}} \cdot \sqrt[3]{\frac{\psi_{2P}^2}{\pi}} \quad (2.23)$$

als minimalem Stoßparameter für die Kanalisierung und d_P als Ebenenabstand [Fran70]. Der minimale Stoßparameter hängt vom kritischen Winkel ψ_{2P} ab, der sich gemäß

$$\psi_{2P} = \sqrt{n_t d_P} \cdot \left(\frac{3Z_1 Z_2 e^2 a_{TF}^2}{4\epsilon_0 E} \right)^{1/3} \quad (2.24)$$

auf die oben verwendeten Prozessparameter zurückführen lässt, wobei ein r^{-3} -Potential angesetzt wurde. Ist der Anteil der nicht axial kanalisierten Ionen kleiner als P_{ncP} , so bleibt der Beitrag des axialen Channelings unverändert. Dieser Ansatz führt zu Verringerung der relativen Tiefe der Minima. Minima verschwinden ganz, wenn der Anteil der nicht axial kanalisierten Ionen größer als P_{ncP} ist.

Während das planare Channeling den Sputter-Yield absenkt, gibt es eine Reihe von Effekten, die den Yield erhöhen können. Ein Beispiel ist die Temperatur der Probe, die über Ion-Phonon-Stöße die Wahrscheinlichkeit des Dechannelings erhöht. Abweichungen von der idealen Kristallstruktur wie Versetzungen, Gitterfehler oder eine z.B. durch die Präparation amorphisierte bzw. oxidierte Oberflächenlage, erhöhen den Sputter-Yield ebenfalls um einen nicht oder nur schwach winkelabhängigen Anteil, den man bei der Modellierung berücksichtigen kann. Durch das oben beschriebene Vorputzen mit dem Ionenstrahl kann das Oxid zuverlässig entfernt werden (erkennbar an der Änderung der SE-Yields). Nach derartigen Vorputzen bleibt die Oberfläche allerdings weniger gut geordnet als nach thermischem Ausheilen in Ultrahochvakuum.

2.7.3 Erweitertes Transparenzmodell

Im Transparenzmodell von Odintsov und Martynenko [Odin63, Mart64] haben die Ionen Billardkugel-Eigenschaften, und ebenso die Atome, die das Kristallgitter bilden. Wenn diese Kugeln ausreichend klein sind, und wenn nicht gleich an der Kristalloberfläche ein Atom getroffen wird, so ist das Kugelgitter je nach Bewegungsrichtung für die Ionen bis zu einer gewissen Tiefe transparent. Trifft das Ion ein Gitterkugelatom, so wird eine Kaskade von Stößen ausgelöst. Bei dieser Stoßkaskade können Atome aus dem Kristall emittiert werden. Ein Beitrag zum Sputter-Yield ergibt sich aber nur bei Treffern in den obersten Ebenen. Odintsov setzt schon ab der 7. Ebene den Beitrag zum Sputter-Yield auf null.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde versuchsweise ein alternativer Modellansatz, ein erweitertes Transparenzmodell, entwickelt und getestet. Von der Struktur her erscheint das Modell ähnlich zu den Ansätzen von Fluit und Odinstov [Flui62, Odin63], es schließt aber zusätzlich

die Idee der Kanalisierung von Ionen ein. Dies sollte sich genau dann spürbar auf die berechneten Werte des winkelabhängigen Sputter-Yields auswirken, wenn die Kanalisierung von Ionen schon innerhalb der ersten Atomlagen zur Verringerung der Wahrscheinlichkeit einer Stoßkaskade führt. Analog zum einfachen Transparenzmodell und zum Ansatz eines minimalen Stoßparameters p_{\min} im Onderdelinden-Modell erhalten die Atome einen Radius r_{\min} ($= p_{\min}$), bei dem eine Stoßkaskade stattfindet, wenn das Ion innerhalb auftrifft. Als neue Erweiterung wird ein zweiter, größerer Radius r_{\max} definiert, wobei es genau dann zu Channeling kommt, wenn das Ion auf den zwischen r_{\min} und r_{\max} aufgespannten Kreisring trifft. Das entspricht einer Vorwärtsstreuung mit geringem lateralem Impulsübertrag – diese Stöße tragen daher nicht zum Sputtern bei. Für die auf diese Weise in Kanäle einfädelnden Ionen wird dieselbe vereinfachende Näherungsannahme wie bei Onderdelinden gemacht, nämlich dass sie auch in allen betrachteten tieferliegenden Schichten in den Kanälen bleiben. Die Ionen, die relativ zu allen Atomen einer Lage in größerem Abstand als r_{\max} auftreffen werden nicht abgelenkt und erreichen daher in gerader Bahn die nächsttiefere Atomlage, für die sich die Betrachtung wiederholt. Für $r_{\min} = r_{\max}$ geht das Modell in ein einfaches Transparenzmodell über. Mit zunehmender Tiefe der Stoßkaskade kann ein geringerer Teil der beteiligten Atome aus der Oberfläche entweichen. Um diese Tatsache zu berücksichtigen, wird der lagenweise Beitrag zum gesamten Yield mit einem exponentiellen Faktor $e^{-z/\lambda}$ gewichtet. Dabei ist z der Abstand der Lage zur Oberfläche und λ die Abschwächungslänge dieses Prozesses. Als vierter Parameter wird ein vom Winkel unabhängiger multiplikativer Faktor F benötigt, um die Yield-Werte des Modells an die experimentell gefundenen Werte anzupassen. Das Modell geht von einem idealen Kristall aus, d.h. der Einfluss von Gitterdefekten wird nicht berücksichtigt.

Die Umsetzung dieses Modells geschieht in einem mit Mathematica[®] programmierten Skript. Der Kristall wird durch eine Abfolge von zweidimensionalen Feldern (Atomlagen) aus diskreten Rasterpunkten (z.B. 128×128) repräsentiert. Jedes dieser Felder stellt einen Schnitt durch eine Elementarzelle dar. Dieser Schnitt erfolgt bei flächen- oder raumzentrierten Kristallen abwechselnd an der quadratischen Oberseite und in der Mittelebene der Elementarzelle. So werden, ausgehend von der Kristalloberfläche, alle Atomlagen des Kristalls erfasst. Je nach Einfallswinkel der Ionen wird dabei die perspektivische Verkürzung der Querschnittsfläche der Elementarzelle berücksichtigt (siehe Abbildung 2.30). Jeder Rasterpunkt repräsentiert einen möglichen Auftreffpunkt eines Ions in der jeweiligen Atomlage. Die Rasterpunkte werden in drei Gruppen eingeteilt:

- Gruppe I – an dieser Stelle befindet sich ein Gitteratom oder der Abstand zum nächsten Atom ist kleiner als r_{\min} ;
- Gruppe II – der Abstand des Rasterpunkts zum nächstgelegenen Atom liegt zwischen r_{\min} und r_{\max} ;
- Gruppe III – der Abstand zum nächsten Atom ist größer als r_{\max} .

Die der Gruppe I zugeordneten Rasterpunkte entsprechen Treffern der Ionen, d.h. ein Atom wird jeweils vom seinem Gitterplatz gestoßen und eine Stoßkaskade wird ausgelöst. Es wird

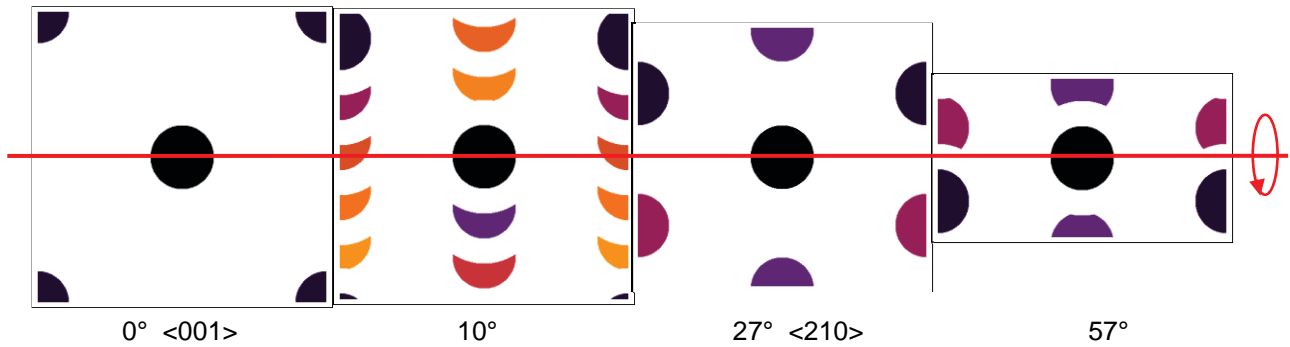


Abbildung 2.30: Illustration zur Berechnung der Beiträge zum Sputter-Yield im erweiterten Transparenzmodell für die Verkipfung eines bcc-Kristalls mit (100)-Oberfläche in Richtung <110> für verschiedene Winkel. Für jede Gitterebene in einer anderen Farbe sind die Flächen markiert, innerhalb derer es zum Sputtern kommt (Gruppe I). Zunehmende Helligkeit der Farbe kennzeichnet tiefere Lagen mit einem geringeren Beitrag zum Yield. Das zentrale Atom (schwarz) bildet die erste Lage. Darunter kommen bei 10° Verkippfung die 3. und 5. Lage zum Vorschein, während an beiden Seiten die Atome der geraden Lagen auffächern. Das zusätzlich eingeführte Channeling äußert sich bei 10° und 57° dadurch, dass den Atomen zugeordnete Flächen nicht überlappen, sondern jeweils durch einen Ring der Breite $r_{\max} - r_{\min}$ um das höherliegende Atom separiert sind. Mit zunehmendem Einfallswinkel ergibt sich eine perspektivische Verkürzung der für die Normierung verwendeten Oberflächeneinheit zelle, während die r_{\min} - bzw. r_{\max} -Zonen kugelförmig bleiben. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 2.3 wiedergegeben, die resultierende Kurve für Eisen in Abbildung 2.31.

die Fläche A_i dieser Rasterpunkte bestimmt. Die Rasterpunkte der Gruppe II entsprechen Kanalisierungsereignissen, d.h. die Ionen werden durch einen kleinen Impulsübertrag kanalisiert. Die Rasterpunkte der Gruppe III werden mit der durch Einfallswinkel und Lagenabstand gegebenen geometrischen Verschiebung in die darunterliegende Atomlage kopiert, in der die rekursive Prozedur von neuem beginnt. Punkte, die beim Kopiervorgang aufgrund von Einfallswinkel und Lagenabstand aus dem zweidimensionalen Feld herausfallen, werden um die ein- oder mehrfache Breite des Feldes zurück ins Feld verschoben – damit werden Ionen erfasst, die aus benachbarten Elementarzellen in die betrachtete Elementarzelle hinein fliegen. Die in der i -ten Lage zur Gruppe I gehörige Fläche A_i wird entsprechend der Tiefe z_i der Atomlage relativ zur Targetoberfläche gewichtet, d.h. mit $e^{-z_i/\lambda}$ multipliziert. Die gewichteten Flächen werden aufsummiert: $\sum A_i \cdot e^{-z_i/\lambda}$ und auf die perspektivisch verkleinerte Querschnittsfläche $A_0(\alpha) = A_0 \cdot \cos \alpha$ der Elementarzelle normiert. Wenn sich bei der Berücksichtigung der nächsten Atomlage keine Veränderung von $\sum A_i \cdot e^{-z_i/\lambda}$ mehr ergibt, oder wenn der maximale Beitrag der nächsten Atomlage unterhalb eines sinnvollen Schwellwertes liegt, wird die Summenbildung abgebrochen. Damit ergibt sich der Anteil P_{nc} der Atome, die nicht kanalisiert werden und somit zu Sputterereignissen beitragen können:

$$P_{nc} = \frac{\sum_{i \geq 1} A_i(\alpha) \cdot e^{-z_i/\lambda}}{A_0(\alpha)}. \quad (2.25)$$

Durch Multiplikation mit dem Faktor F ergibt sich der Sputter-Yield gemäß

$$Y(\alpha) = F \cdot \frac{\sum_{i \geq 1} A_i(\alpha) \cdot e^{-z_i/\lambda}}{A_0(\alpha)}. \quad (2.26)$$

Durch Variation der Parameter r_{\min} , r_{\max} , λ , und F gewinnt man eine Kurvenschar. Aus dieser wird diejenige Kurve mit der geringsten Abweichung zu den Messwerten ausgewählt. So ergeben sich Zahlenwerte für die Modellparameter. Das Modell geht von einer (100)-Oberfläche aus und spiegelt direkt die winkelabhängigen Messungen an ebenen Einkristallen wieder. Der Vergleich mit den Messdaten weiter unten zeigt, dass das Modell annähernd auch für die Beschreibung des winkelabhängigen Sputter-Yields an zylindrischen Kristallen geeignet ist, solange der Winkel zwischen der Ioneneinfallrichtung und der $\langle 001 \rangle$ -Richtung nicht mehr als ca. 60° beträgt. In diesem Fall müssen aus dem Modell erhaltene Werte mit $\cos \varphi$ multipliziert werden, um den Effekt des streifenden Einfalls herauszurechnen. Setzt man $r_{\max} = r_{\min}$, so gewinnt man auf die gleiche Weise den winkelabhängigen Sputter-Yield und die Parameter für ein einfaches Transparenzmodell ohne Channeling.

2.8 Vergleich der Modelle mit den experimentellen Daten

Zu Beginn dieses Unterkapitels werden die aus der Anpassung des Onderdelinden-Modells und des erweiterten Transparenzmodells gewonnenen Kurven mit den experimentellen Messdaten graphisch verglichen um einen Überblick über die Auffälligkeiten und Beobachtungen zu geben. Die Abweichungen und mögliche Ursachen werden dann für jedes Modell separat in den Unterkapiteln 2.8.1 bzw. 2.8.2 diskutiert. Eine Diskussion der gefundenen Absolutwerte findet sich anschließend in 2.8.3. In den Abbildungen 2.31 – 2.34 werden die modellierten winkelabhängigen Sputter-Yield-Werte für beide Modelle jeweils gemeinsam mit den Messergebnissen dargestellt. Die Parameter, die für die Anpassung der Modelle verwendet wurden, sind in Tabellen 2.2 und 2.3 aufgelistet.

Die Modellkurven nach dem Onderdelinden-Modell für Eisen und Wolfram bei der Drehung in $\langle 110 \rangle$ -Richtung sind in Abbildung 2.31 gezeigt. Die Übereinstimmung der Kurven für rein axiales Channeling mit den Messwerten ist hier bereits ziemlich gut, nur der Messwert bei 60° fällt deutlich heraus. Hier wird ein niedriger Sputter-Yield gemessen aber in diesem

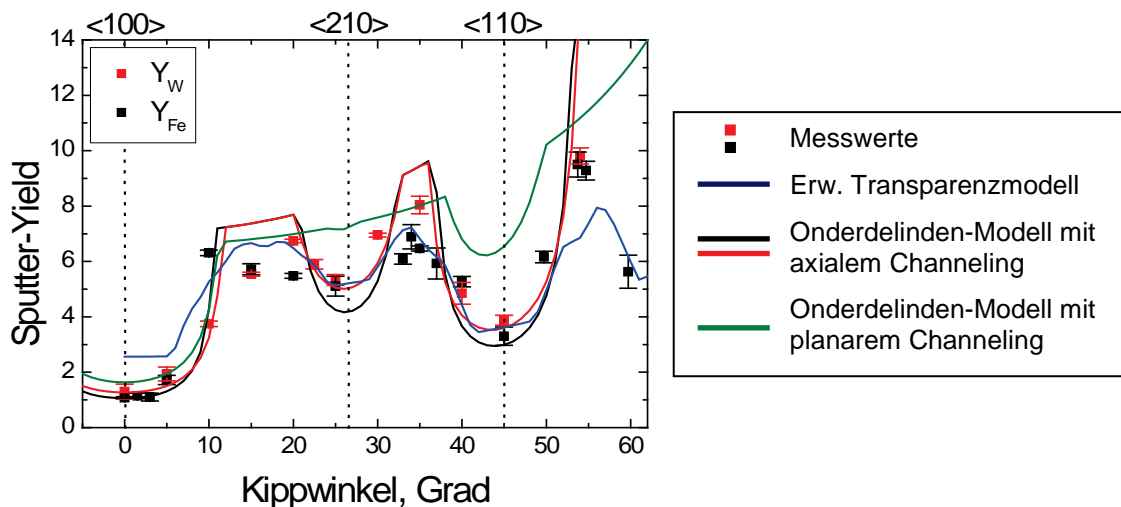


Abbildung 2.31: Experimenteller und modellierter Sputter-Yield von Eisen und Wolfram (bcc) für planare Einkristalle bei der Drehung um die $\langle 001 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ - in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung.

Winkelbereich existiert kein signifikant großer Kanal im bcc-Gitter. Für die Skalierung wurde für beide Materialien ein amorpher Yield von 7 gewählt; die sich daraus ergebende Modulation ist etwas höher als im Experiment. Die Minima werden ziemlich gut angepasst: Sowohl die leicht verschiedene Breite der Minima für Fe und W um $\langle 100 \rangle$ als auch die leicht verschiedene Tiefe der Minima bei $\langle 110 \rangle$ werden mit dem gewählten Weitenparameter $f = 1,2$ in der Tendenz richtig dargestellt. Für eine harte Aussage reicht hier die Statistik nicht aus. Für eine bessere Übereinstimmung bei den Maxima wäre es sinnvoll, einen amorphen Yield von 6,2 anstelle von 7 zu wählen. Um Minima und Maxima gleichzeitig anzupassen, könnte ein kleiner zusätzlicher amorpher Untergrund von 0,8 berücksichtigt werden. Die grüne Kurve zeigt die Vorhersage des Onderdelinden-Modells für Eisen, wenn zusätzlich ein konstantes planares Channeling berücksichtigt wird. Damit die Kurve bei den Maxima passt, wurde hier ein höherer amorpher Yield von 9,3 angenommen, um die Reduzierung des Sputter-Yields auszugleichen. Offensichtlich passt dieser Ansatz hier überhaupt nicht, da z.B. das Minimum in $\langle 210 \rangle$ -Richtung fast komplett verschwindet. Da sich die bcc-Gitter von W und Fe geometrisch nur wenig unterscheiden, wurde das erweiterte Transparenzmodell für die beiden gemeinsam angepasst. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den Messwerten, bei der interessanterweise auch der Wert bei 60° passt. Allerdings liegt die Kurve in $\langle 100 \rangle$ -Richtung zu hoch und bei 55° zu niedrig.

Abbildung 2.32 zeigt die Vorhersagen der Modelle im direkten Vergleich mit den Messwerten am selben Eisenwhisker bei Drehung um eine andere Achse ($\langle 011 \rangle$) bzw. in eine andere Richtung ($\langle 111 \rangle$). Da nur die Richtung gewechselt wird, sollten alle richtungsunabhängigen Modellparameter dabei erhalten bleiben. Im Unterschied zum vorherigen Fall passt das Onderdelinden-Modell, wenn nur axiales Channeling berücksichtigt wird, bei dieser Rotationsachse überhaupt nicht. Mit demselben amorphen Yield von 7 wie in Abb. 2.31 liegen zwar die Minima bei $\langle 001 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ sehr gut, dazwischen betragen die gemessenen Werte aber nur etwa die Hälfte der Modellwerte und das Minimum bei $\langle 311 \rangle$ ist viel zu schwach ausgeprägt. In Abb. 2.16 wurde bereits gezeigt, dass bei dieser Drehung die Atomebenen besonders weit auseinander liegen, und das ist die Drehachse mit den breitesten

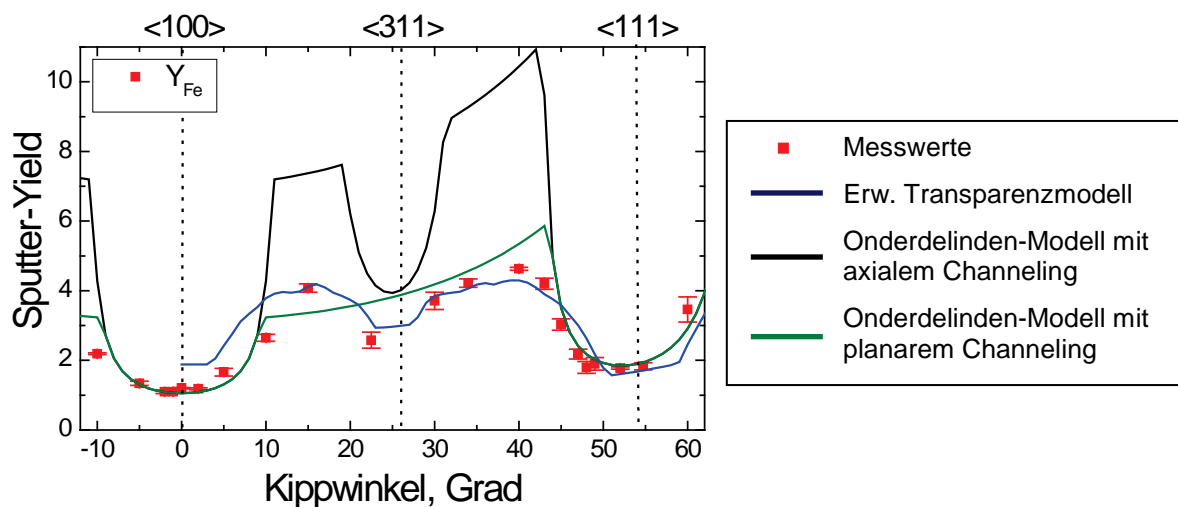


Abbildung 2.32: Sputter-Yield des Eisens gemessen am planaren Eisenwhisker bei der Drehung um die $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ - in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung.

Kanälen überhaupt. Berücksichtigt man hier das planare Channeling (grüne Kurve) wird die Modellkurve auf das 0,45-fache des amorphen Yields begrenzt, was die Übereinstimmung mit den Messungen stark verbessert. Das Minimum bei $\langle 311 \rangle$ verschwindet wegen der Yield-Begrenzung komplett, was aber nicht ganz mit der Realität übereinstimmt. Die Anpassung des erweiterten Transparenzmodells passt hier abgesehen von erneut zu hohen Werten um $\langle 100 \rangle$ gut zu den Messwerten. Ein Vergleich der Modellparameter für beide Rotationsrichtungen zeigt, dass sich unabhängig voneinander recht ähnliche Werte ergeben. Dies spricht für eine physikalische Sinnhaftigkeit dieses Modells.

Ganz anders sieht die Situation bei Vanadium aus. Der vermessene runde Einkristall zeigt eine nur sehr geringe Modulation des winkelabhängigen Yields – siehe Abbildung 2.33. Im Gegensatz dazu sagt das Modell für axiales Channeling eine starke Modulation voraus. Offensichtlich wird in Vanadium ein dominanter Anteil der Ionen nicht oder nicht effektiv kanalisiert. Um trotzdem eine sinnvolle Beschreibung mit den Modellen herzustellen und es diskutieren zu können, wird bei allen Modellen für Vanadium ein Untergrund von 3 zum Yield addiert. Die Ausprägung der drei beobachteten Minima lässt sich dann mit rein axialem Channeling gut beschreiben. Nimmt man planares Channeling hinzu, führt das hier zu einer starken Verschlechterung der Übereinstimmung (nicht gezeigt). Das Maximum um 37° fällt im Experiment schwächer aus, als im Onderdelinden-Modell. Auch der Verlauf um das Minimum um $\langle 111 \rangle$ wird hier nicht so gut angepasst. Ähnliche Probleme hat das erweiterte Transparenzmodell, das zwar grob passt, aber im Detail die Minima über- bzw. unterschätzt. Da die Kanalisierungseffekte hier auf einem starken Untergrund liegen, könnte auch eine leichte Richtungsabhängigkeit des Untergrunds beim Vanadium für die Abweichungen verantwortlich sein.

In Abbildung 2.34 werden als letzter Datensatz die Messungen an den (fcc) Blei- und Nickel-Einkristallscheiben bei der Drehung des Kristalls um eine $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung (und darüber hinaus) den Modellkurven gegenübergestellt. Für rein axiales Channeling ergibt sich eine brauchbare Übereinstimmung, für Blei mit einem amorphen Yield von 31, für Nickel ergibt sich 9. In beiden Fällen ist die Modulation, die dabei erhalten wird,

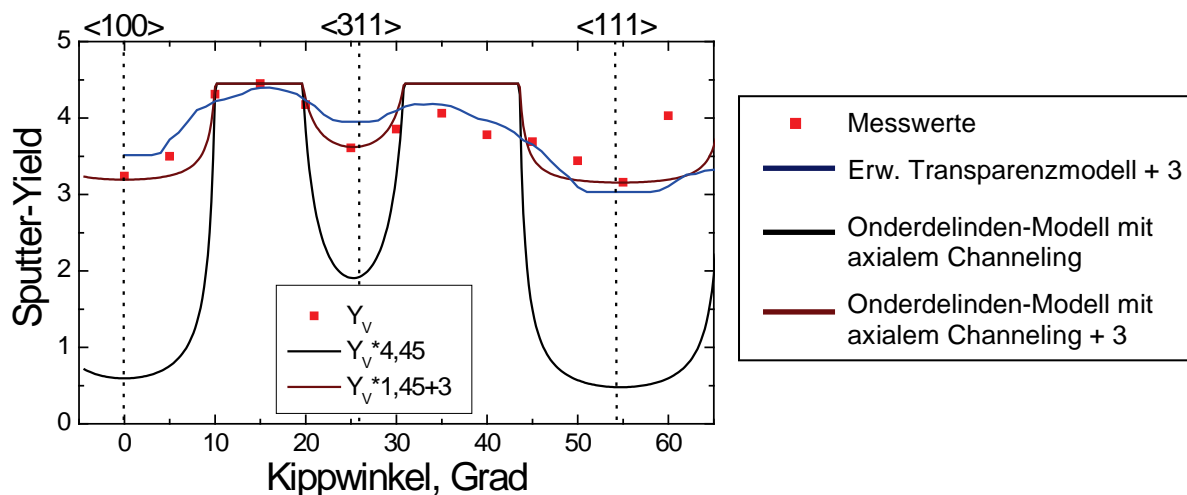


Abbildung 2.33: Sputter-Yield von Vanadium gemessen am zylindrischen Einkristall bei der Drehung aus $\langle 001 \rangle$ - in $\langle 111 \rangle$ -Richtung.

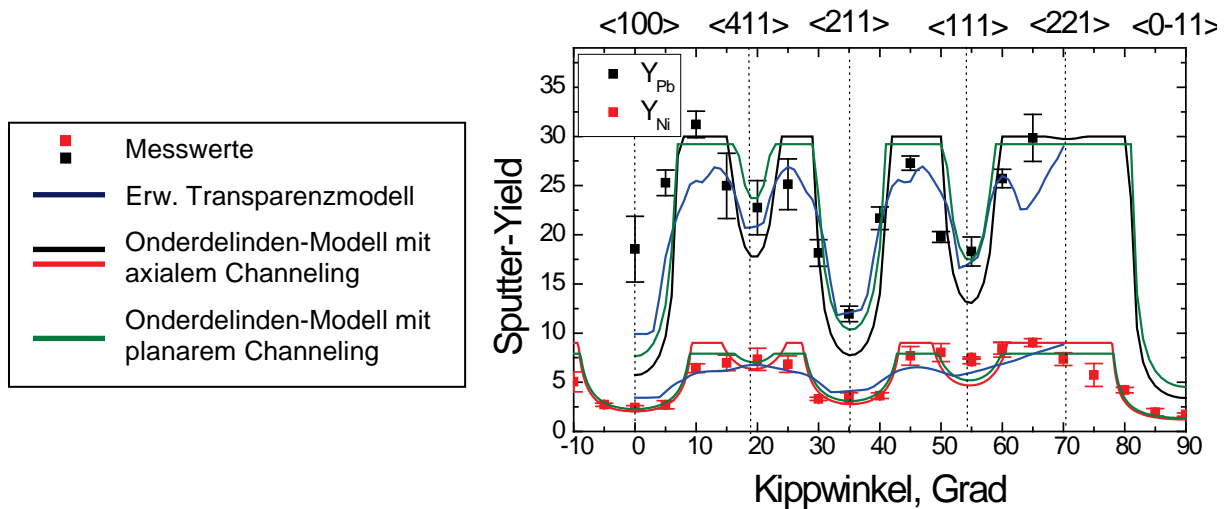


Abbildung 2.34: Sputter-Yield von Blei und Nickel gemessen an zylindrischen Einkristallen bei der Drehung um die $\langle 011 \rangle$ -Achse aus der $\langle 100 \rangle$ -Richtung in die $\langle 111 \rangle$ -Richtung und darüber hinaus.

etwas größer als im Experiment. Durch den Ansatz des planaren Channelings lässt sich die Übereinstimmung verbessern, was zu amorphen Yield-Werten von 40 bzw. 10 führt. Alternativ könnte hier (wie bei Vanadium) ein nicht channelnder Untergrund angesetzt werden. Das würde die Ausprägung der Minima proportional verringern, was insbesondere beim Nickel die Anpassung verschlechtert. Somit ist das Modell mit planarem Channeling hier am besten. Die Kurven aus dem erweiterten Transparenzmodell lassen sich gut an die Pb-Daten anpassen, für Ni ist die modellierte Modulation etwas zu klein. Auffällig ist, dass beim Blei um die $\langle 100 \rangle$ -Richtung herum ein größerer Yield als mit beiden Modellen verträglich gemessen wird. Hierfür ist wahrscheinlich die weiter oben diskutierte Oberflächenveränderung des Bleis beim Ionenbeschuss verantwortlich.

2.8.1 Diskussion der Vorhersagekraft des Onderdelinden-Modells

Die folgende Diskussion der Übereinstimmung des Onderdelinden-Modells mit den gemessenen Kurven beginnt mit der Fragestellung, ob das einfache Modell einen brauchbaren und zuverlässigen Ansatz liefern kann, um die Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields für ein noch nicht experimentell vermessenes Material vorherzusagen. Der Grund für diese Fragestellung ist, dass in der FIB-Literatur in Ermangelung experimenteller Daten häufig genau dieser Eindruck erweckt wird [Orlo97,03, Kemp01]. Da vor dieser Arbeit keine experimentellen winkelabhängigen Yield-Daten zur FIB-Stukturierung von Einkristallen publiziert wurden, sollte die Anwendbarkeit dieser am einfachsten zu handhabenden Näherung überprüft werden. Berücksichtigt man nur axiales Channeling, setzt den Anpassungsparameter für die individuelle Tiefe der Minima auf ($\eta_{uvw} = 1$), verwendet den Weitenparameter $f = 1,2$ und den Yield für amorphes Material aus einer TRIM-Simulation, so lässt sich mit dem Modell von Onderdelinden für jedes Material und jeden Einfallswinkel und Kristallwinkel ein Wert für den Sputter-Yield berechnen. Der Aspekt, inwieweit eine TRIM-Simulation einen guten Ausgangspunkt für die Beschreibung der in dieser Arbeit gemessenen absoluten Sputter-Yield Werte bietet, wird in einem eigenen Unterkapitel 2.8.3 diskutiert.

Hier wird zunächst die Beschreibung der relativen Yield-Variation unter Winkeländerung betrachtet.

- Der grobe Verlauf der Messwerte, d.h. Position, ungefähre Breite und Tiefe der Minima, wird von dem Onderdelinden-Modell mit rein axialem Channeling in der Mehrheit der Fälle einigermaßen gut erfasst. Im Detail gibt es jedoch viele, zum Teil starke Abweichungen, auf die im Folgenden eingegangen wird.
- Auch ohne Variation der individuellen Anpassungsparameter für die Tiefe der Minima ($\eta_{uvw} = 1$) passt das relative Verhältnis der Tiefen der Minima zueinander bei der Drehung von Wolfram und Eisen um die $\langle 001 \rangle$ -Achse sowie bei der Vanadium-Messung ziemlich gut. Bei den Kurven für Blei, Nickel und für die Drehung um die $\langle 011 \rangle$ -Achse passt das relative Verhältnis der Minima weniger gut.
- Schwache Minima sind im Modell häufig etwas tiefer als in der Messung. Eine Erklärung könnte die thermische Bewegung der Targetatome sein, die effektiv zu einer weiteren Verengung der ohnehin schmalen Kanäle führt. Eine weitere Ursache hierfür kann ein signifikanter Anteil von planarem Channeling sein (siehe unten).
- Mit dem Anpassungsparameter $f = 1,2$ in Gl. (2.22) passt die Form der Modellkurven in der Umgebung der Minima ziemlich gut an den Kurvenverlauf. Im oberen Bereich der Parabeln ist der gemessene Yield aber immer deutlich kleiner (der Kurvenverlauf ist abgerundet) als es das fast rechtwinklige Abknicken der Yield-Kurve im Modell vorhersagt. Diese Abweichung wurde bereits bei Francken et al. beschrieben [Fran70].
- Der relative Sputter-Yield-Kontrast K_{SY} zwischen Ionenstrahlrichtungen ohne und mit Channeling ist identisch mit dem Kehrwert von χ_{uvw}^0 . Wie man an Gl. (2.18) ablesen kann, nimmt K_{SY} zu, je größer die Ionenenergie ist, und je kleiner der Abstand t_{uvw} der Atomebenen, die Anzahldichte n_t der Atome, die Thomas-Fermi-Abschirmlänge a_{TF} und die Kernladungszahlen Z_i, Z_t von Ion und Targetatomen sind. Rechnerisch ergibt sich für 30 keV-Gallium-Ionen und in $\langle 100 \rangle$ -Richtung die Reihenfolge:

$$K_{SY}(\text{V}) = 7,44 > K_{SY}(\text{Fe}) = 6,63 > K_{SY}(\text{W}) = 5,54 > K_{SY}(\text{Pb}) = 5,26 > K_{SY}(\text{Ni}) = 4,41.$$
 Experimentell ergibt sich um die $\langle 100 \rangle$ -Richtung:

$$K_{SY}(\text{W}) = 6,08 > K_{SY}(\text{Fe}) = 5,68 > K_{SY}(\text{Ni}) = 4,07 > K_{SY}(\text{Pb}) = 2,84 > K_{SY}(\text{V}) = 1,4.$$
 Die ersten drei Werte liegen in Rahmen des Erwarteten, aber die Reihenfolge von Wolfram und Eisen ist vertauscht. Für Blei und Vanadium ist $K_{SY}(\text{Pb}) = 2,84$ bzw. $K_{SY}(\text{V}) = 1,4$ ca. Hälfte bzw. nur ein Fünftel dessen, was nach dem Modell zu erwarten ist.
- Bei Vanadium ist ein dominanter nicht winkelabhängiger Yield-Beitrag offensichtlich. Seine Stärke relativ zum winkelabhängigen Beitrag ist 3 zu 1,45, also ist sein Anteil etwa $2/3$. Im Modell von Francken ist ein solcher Beitrag als G_{12} vorgesehen (Loss near the surface as result of first collision). Denkbar sind auch andere Erklärungen, wie eine Verstopfung der Kanäle oder die Rekristallisierung in ein defektreiches Kristallgitter (nach lokalem Schmelzen). Durch so einen winkelunabhängigen Beitrag würde sich auch

die Anpassung für die Messungen an Eisen und Wolfram in $\langle 110 \rangle$ -Richtung etwas verbessern. Dort wäre es aber nur eine kleine Korrektur.

- Bei Blei liegen in der Nähe der $\langle 100 \rangle$ -Richtung die Messwerte deutlich oberhalb der Modellkurve. Dies könnte eine Auswirkung der oben diskutierten besonderen Oberflächenmorphologie (Bildung von Ga-Tropfen) sein.
- Der Vergleich der Kurven von Eisen bei der Drehung um die $\langle 001 \rangle$ bzw. um die $\langle 011 \rangle$ -Achse zeigt, dass die Berücksichtigung nur des axialen Channelings den Yield im zweiten Fall außerhalb der niedrig indizierten Richtungen um einen Faktor zwei überschätzt. Das ist, wie schon bei der Kurvendiskussion dargestellt, ein Beleg für die Wirksamkeit von planarem Channeling, da die zweite Rotationsachse diejenige mit den breitesten Kanal-Ebenen ist.

Berücksichtigt man explizit das planare Channeling nach dem oben beschriebenen Modell, ergibt sich kein einheitliches Bild. Tabelle 2.2 gibt Werte von P_{ncP} nach Gleichung (2.23) von Onderdelinden an. Für alle durchgeführten Drehungen resultiert einen Anteil planaren Channelings von mindestens 25%, d.h. der Anteil der nicht kanalisierten Ionen wird nie größer als 75%.

- Der größte Anteil planar kanalisierten Ionen wird bei Drehung von Eisen um eine $\langle 011 \rangle$ -Achse erreicht und beträgt 55 %. Berücksichtigt man dies, so passt die Modell-Kurve sehr gut und mit demselben amorphen Yield wie bei Drehung um die $\langle 001 \rangle$ -Achse – allerdings nur wenn man dort kein planares Channeling berücksichtigt.
- Wird beim Modellieren für Blei und Nickel das planare Channeling berücksichtigt, so ergibt sich eine verbesserte Übereinstimmung der Theoriekurve mit den Messwerten. Minima, die in der axialen Näherung zu stark ausgeprägt sind, werden reduziert. Dabei erhöht sich aber der aus dem Modell erhaltene Wert für den amorphen Sputter-Yield bei Blei von 31 auf 40 (statt nur 15 nach TRIM), bei Nickel von 9 auf 10 (statt 8). Da der hohe amorphe Sputter-Yield bei Blei nicht durch TRIM erklärt werden kann, ist das kein Gegenargument. Die Verbesserung der Anpassung bei Blei und Nickel ist deutlich genug, um dies als einen Hinweis für das Vorliegen von planarem Channeling zu werten. Zur Bestätigung wäre hier noch eine Messung des Sputter-Yields bei Drehung der Kristalle um eine andere Achse erforderlich.
- Für die Messwerte von Eisen und Wolfram bei der Drehung um die $\langle 001 \rangle$ -Achse sowie für Vanadium passen die Kurven des Onderdelinden-Modells mit Berücksichtigung des planaren Channelings viel schlechter als ohne. Zum Beispiel wird für Eisen das Verschwinden des deutlich sichtbaren Minimums in $\langle 210 \rangle$ -Richtung vorhersagt – siehe Abbildung 2.31. Auch in $\langle 110 \rangle$ -Richtung würde die Stärke des Minimums fälschlich halbiert. Offensichtlich ist planares Channeling bei der Drehung um eine $\langle 001 \rangle$ -Achse bei den untersuchten Kristallen nicht effektiv, obwohl das Modell den Anteil von planar kanalisierten Ionen in dieser Ebene zu 33% für Eisen, 27 % für Wolfram und sogar 58 % für Vanadium vorhersagt.

El.	Z	Atom- masse (u)	Stru- ktur	Dichte (g/cm ³)	n_T ($\frac{10^{22}}{\text{cm}^3}$)	R Atom (Å)	a_{TF} (Å)	t_{100} (Å)	χ_0 100	K_{SY} 100 theor.	K_{SY} 100 exp.	Y_{am} nur axial	P_{ncP} planar, Drehachse	Y_{am} ax.+ plan.
V	23	50,94	bcc	6,11	7,22	1,35	0,111	3,03	0,135	7,44	1,40	1,45 +3	0,42 <011>	xx
Fe	26	55,85	bcc	7,87	8,49	1,40	0,108	2,87	0,151	6,63	5,68	7	0,67 <001> 0,45 <011>	xx 7
Ni	28	58,69	fcc	8,91	9,14	1,35	0,107	3,52	0,227	4,41	4,07	9	0,79 <011>	10
W	74	183,8	bcc	19,3	6,32	1,35	0,089	3,16	0,180	5,54	6,08	7	0,73 <001>	xx
Pb	82	207,2	fcc	11,3	3,30	1,80	0,087	4,95	0,190	5,26	2,84	31	0,73 <011>	40

Tabelle 2.2: Ausgewählte Eigenschaften der experimentell untersuchten Kristalle sowie Parameter aus der Anpassung des Onderdelinden-Modells. Symbole: Z – Kernladungszahl, n_T – Atome je Volumeneinheit, a_{TF} Thomas-Fermi-Abschirmlänge, t_{100} – Abstand zum nächsten Nachbaratom in <100>-Richtung, χ_0 – Anteil der nicht kanalisierten Atome in <100>-Richtung nach Onderdelinden, $K_{SY,100}$ – Yield-Kontrast zwischen Ionenstrahlrichtungen ohne und mit Channeling (in <100>-Richtung) ($K_{SY} = 1/\chi_0^0$), Y_{am} – Anpassungsparameter für den amorphen Yield, der sich ohne bzw. mit Berücksichtigung planaren Channelings ergibt (xx bedeutet, dass das Modell keine brauchbare Übereinstimmung liefert), P_{ncP} ist der nicht kanalisierte Ionen-Anteil, der alleine unter Berücksichtigung planaren Channelings winkelunabhängig bei der Drehung um die angezeigte Achse vorhergesagt wird.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass planares Channeling bei großem Ebenenabstand einen ebenso starken Einfluss auf den Yield haben kann wie axiales Channeling. Es wird in einigen der untersuchten Fälle im Modell von Onderdelinden gut beschreiben. In anderen Fällen scheint es aber quasi „abgeschaltet“ zu sein. Das lässt vermuten, dass entweder das Streupotential, das von Onderdelinden für die Beschreibung vorgeschlagen wurde (Gl. (2.24)) nicht die korrekte Form hat, oder dass andere Effekte das planare Channeling stören.

2.8.2 Diskussion der Vorhersagekraft des erweiterten Transparenz-Modells

Da für die Parameter des Modells gegenwärtig keine Formeln für die Berechnung aus Materialparametern existieren, werden alle Parameter empirisch aus der Anpassung einer Kurvenschar an die Messdaten gewonnen. Die sich ergebenden Werte sind in Tabelle 2.3 aufgelistet. Für die folgende Diskussion werden wieder die Abbildungen 2.31-2.34 betrachtet.

- Für alle gemessenen Kurven mit Ausnahme von Nickel lässt sich eine Anpassung finden, die über den Großteil des Kurvenverlaufs eine höhere Übereinstimmung mit den Daten erlaubt als sie im Onderdelinden-Modell möglich ist. Insbesondere werden nicht nur die unteren Parabelbögen korrekt angepasst, sondern auch der Kurvenverlauf bei schwachem Channeling (obere Bögen).
- Systematisch ergibt das Modell für senkrechten Einfall, also in <100>-Richtung, einen zu großen Sputter Yield, wenn der Rest der Kurve passt. Für Winkel größer als 70°, also streifenden Einfall, ergeben sich wieder stärkere Abweichungen. Das liegt daran, dass Kanäle, die parallel oder in flachem Winkel zur Oberfläche verlaufen, bei der verwendeten einfachen Art der Projektion nicht berücksichtigt werden.

- Die Werte für die Radien r_{\min} , die sich aus der Anpassung ergeben, liegen recht dicht beieinander zwischen $0,31 \text{ \AA}$ (Fe) und $0,55 \text{ \AA}$ (W). Das ist auch der Wertebereich, der sich in $\langle 100 \rangle$ -Richtung für axiales Channeling nach Onderdelinden für die Stoßparameter p_{\min} ergibt. Das zeigt, dass r_{\min} eine physikalisch sinnvolle Größe ist. Während p_{\min} sich von Kanal zu Kanal unterscheidet, ist r_{\min} für den gesamten Winkelbereich konstant. Daher ist hier nicht notwendigerweise eine direkte Korrelation zu erwarten und wird auch nicht gefunden.
- Die Werte für r_{\max} sind in allen Fällen ca. $0,2 \text{ \AA} \pm 0,02 \text{ \AA}$ größer als r_{\min} . Das zeigt eine Systematik und erleichtert das Auffinden der optimalen Parameter – mit der Differenz $r_{\max} - r_{\min}$ wird die Breite der Kanäle angepasst.
- Der Faktor F , mit dem die Modellkurve auf die gemessenen Sputter-Yield-Werte hochskaliert wird, variiert stark. Er ist im Allgemeinen viel größer (ca. doppelt so groß) als der nach dem Onderdelinden-Modell bestimmte amorphe Sputter Yield. Der größte Unterschied (3,0 mal größer) ergibt sich für Eisen bei Rotation um eine $\langle 011 \rangle$ -Achse, der kleinste Unterschied (1,1 mal größer) ergibt sich für Nickel. Diese Größe scheint nur schwer mit einer Gesetzmäßigkeit zu erfassen zu sein, was in der Literatur auch als ein Problem der Transparenzmodelle bekannt ist.
- Bei Eisen werden die beiden vermessenen Rotationsrichtungen gut mit ähnlich großen Parametern beschrieben. r_{\min} und r_{\max} sind jeweils fast identisch und der Skalierungsfaktor F ist einmal 18 und einmal 25. Das erweiterte Transparenzmodell erfasst das planare Channeling in diesem Fall also intrinsisch in sinnvoller Weise.
- Der Wert der mittleren ursprünglichen Tiefe λ der gesputterten Teilchen hat nur einen geringen Einfluss auf den modellierten Verlauf der Sputter-Yield-Kurve. Es ergibt sich eine gute Übereinstimmung für $10 < \lambda < 100$ atomare Lagen.

Element	Z	Gitter	Gitter-konst. (Å)	$p_{\min}^{[001]}$ (Å)	Drehung nach	r_{\min} (Å)	r_{\max} (Å)	λ (Atomlagen)	F
V	23	bcc	3,03	0,44	$\langle 111 \rangle$	0,42	0,60	10	8.5+2.5
Fe	26	bcc	2,87	0,45	$\langle 110 \rangle$	0,31	0,56	10	36
Fe	26	bcc	2,87	0,45	$\langle 111 \rangle$	0,32	0,49	10	25
Ni	28	fcc	3,52	0,47	$\langle 111 \rangle$	0,54	0,77	100	11,5
W	74	bcc	3,16	0,53	$\langle 110 \rangle$	0,34	0,62	10	36
Pb	82	fcc	4,95	0,61	$\langle 111 \rangle$	0,55	0,79	100	65

Tabelle 2.3: Anpassungsparameter für das erweiterte Transparenzmodell. Zum Vergleich sind die Gitterkonstante und der minimale Stoßparameter p_{\min} für die Kanalisierung in $\langle 001 \rangle$ -Richtung nach dem Onderdelinden-Modell gegeben. Symbole: Z – Kernladungszahl, p_{\min} – minimaler Stoßparameter im Onderdelinden-Modell, r_{\min} , r_{\max} – Radien im erw. Transparenzmodell, bei denen eine Stoßkaskade bzw. Channeling stattfindet, wenn das Ion innerhalb bzw. dazwischen auftrifft, λ und F – Abschwächungslänge und winkelunabhängiger multiplikativer Faktor im erw. Transparenzmodell.

2.8.3 Vergleich der gemessenen absoluten Yield-Werte mit TRIM-Simulationen

In der folgenden Tabelle 2.4 sind die experimentellen Yield-Daten dieser Arbeit Simulationsresultaten aus TRIM gegenübergestellt. Beschreibt man das Channelling im Modell von Onderdelinden, so entspricht der Yield Y_{am} eines amorphen Materials nicht dem Mittelwert aller Richtungen, sondern dem Maximalwert, der im Experiment gefunden wird. Als Anpassungsparameter für das Maximum ist nach Gleichung (2.14) das Produkt $\eta_{uvw} \cdot Y_{am}$, bzw. der Sputter-Yield $Y_{am, Ond.} (\eta_{uvw} = 1)$ des amorphen Materials angegeben. Die durch Anpassung an die Messreihen erhaltenen Sputter-Yield-Werte passen bei Wolfram und Eisen gut zu den TRIM-Werten. Hingegen liegen die durch Anpassung bestimmten Sputter-Yield-Werte für Vanadium und Blei mit 4,5:2,5 bzw. 31:14 um den Faktor 2 höher als die TRIM-Werte.

Bei Blei kann man vermuten, wie schon in Abschnitt 2.5.3.2 dargelegt wurde, dass aufgrund seiner geringen Schmelztemperatur T_m besonders häufig Thermospikes auftreten, bei denen Atome auf die Oberfläche fließen und/oder Mikroexplosionen den Sputter-Yield erhöhen. Diese Möglichkeit besteht prinzipiell auch bei Vanadium, das aber eine weit höhere Schmelztemperatur hat ($T_m = 2183$ K). Außerdem wurde beim Vanadium, abweichend von den anderen untersuchten Metallen, ein sehr starker nicht winkelabhängiger Yield-Beitrag gefunden, sodass zusätzliche Oberflächeneffekte oder Kristalldefekte vermutet werden.

Für Kobalt, bei dem der Sputter-Yield verschiedener Kristallite bestimmt wurde, ist der größte erhaltene Wert $Y_{max} = 6$ etwas kleiner als der TRIM-Wert $Y_{TRIM} = 7,6$. Bei Silizium und GaAs wurde der Sputter-Yield im Rahmen dieser Arbeit jeweils nur an Einkristallen in $\langle 001 \rangle$ -Richtung gemessen. In beiden Fällen sollten in $\langle 001 \rangle$ -Richtung breite Kanäle

El.	Z	Atom- masse (u)	Struk- tur	Dichte (g/cm ³)	n_T ($\frac{10^{22}}{cm^3}$)	T_m (K)	Y_{max} exp.	Y_{min} exp.	Y_{am} Onderde- linden.	Y_{TRIM}	
V	23	50,94	bcc	6,11	7,22	2183	5,1	2,5	1,5+3	2,9	Drehkristall
Fe	26	55,85	bcc	7,87	8,49	1811	9,5	1,1	7	5,6	ebener Kristall
Ni	28	58,69	fcc	8,91	9,14	1728	9	2,4	9	9,7	Drehkristall
W	74	183,8	bcc	19,3	6,32	3695	9,7	1,2	7	7,6	ebener Kristall
Pb	82	207,2	fcc	11,3	3,30	601	31,2	11,0	31	13,7	Drehkristall
Si	14	28,09	Diam.	2,34	5,01	1683	2,2			2,4	nur (001)
GaAs	31/ 32	69,72/ 74,92	fcc x 2	5,31	4,42	1511	5,0			9,4	nur (001)
Co	27	58,93	hcp	8,90	9,09	1768	6,0	2,5		7,6	polykristallin
Py				8,7	8,84	1727	1,5			7,4	polykristallin

Tabelle 2.4: Vergleich von gemessenen Sputter-Yield Werten mit TRIM Simulationsdaten. Dazu ausgewählte physikalische Eigenschaften der untersuchten Elemente. Z – Kernladungszahl, n_T – Atomare Dichte, T_m – Schmelztemperatur. Gegeben sind Minimum und Maximum des im Experiment gemessenen Sputter-Yields, sowie der nach dem Onderdelinden-Modell bestimmte amorphe Yield, der sich mit den TRIM-Werten vergleichen lässt. Beim Vanadium ergab sich ein nicht richtungsabhängiger Untergrund von 3. Für Kobalt wurden verschiedene Kristallite gemessen.

vorliegen, deswegen sollte in dieser Richtung jeweils ein deutlich kleinerer Yield gemessen werden als der amorphe TRIM-Yield. Für GaAs ist das auch der Fall: $Y_{\text{exp}} = 5,0$ ist kleiner als $Y_{\text{TRIM}} = 9,4$ (theoretisch quantifizieren mit dem Onderdelinden-Modell könnte man diesen Effekt nur mit Erweiterung des Modells auf eine zweiatomige Basis). Für Silizium ergab sich experimentell $Y_{\text{exp}} = 2,2$, der amorphe Yield sollte folglich deutlich höher sein als von TRIM berechnet ($Y_{\text{TRIM}} = 2,4$).

Die TRIM-Simulation enthält keine Information über das Kristallgitter, sie beschreibt eine fiktive amorphe Phase. Als wichtiger Materialparameter geht die Oberflächenbindungsenergie in die Berechnung des Sputter-Yields ein. Wie der mittels TRIM errechnete Yield von der Bindungsenergie abhängt, zeigt am Beispiel von Blei die Abbildung 2.35. Die Atome, die sich zur Oberfläche bewegen und eine kleinere Senkrechtkomponente der kinetischen Energie haben als die Oberflächenenergie, verbleiben im Festkörper (im Bild links der Linie bei 2,0 eV), während die Atome mit höherer Energie gesputtert werden. Die Oberflächenbindungsenergie ist keine reine Materialkonstante, da sie von der Koordination der Atome und damit von der jeweiligen Morphologie der Oberfläche abhängt. Eine rauere Oberfläche wird demnach einen höheren Yield haben. Der Sputter-Yield von Blei hat um den nominellen Wert der Oberflächenenergie von 2 eV eine Steigung von etwa 8/eV, so dass schon kleine Änderungen deutlichen Einfluss haben. Der sehr große experimentell gemessene Yield von 32 in den nicht kanalisierenden Richtungen würde eine Oberflächenbindungsenergie kleiner als 1 eV und damit mehr als eine Halbierung erfordern. Die Verdampfungsenthalpie von Blei, die die für den Übergang von der flüssigen in die Gasphase benötigte Energiezufuhr beschreibt, beträgt bei Blei 178 kJ/mol, entsprechend 1,85 eV/Atom. Selbst ein lokales Schmelzen der Oberfläche würde demnach nicht ausreichen um die hohen Yield-Werte zu erklären. Anders sieht das aus, wenn man die oben angesprochene Möglichkeit der von Gallium-Ionen ausgelösten Mikroexplosionen an der Oberfläche in Betracht zieht. Für eine korrekte Modellierung sind in diesem Fall Molekulardynamik-Simulationen erforderlich.

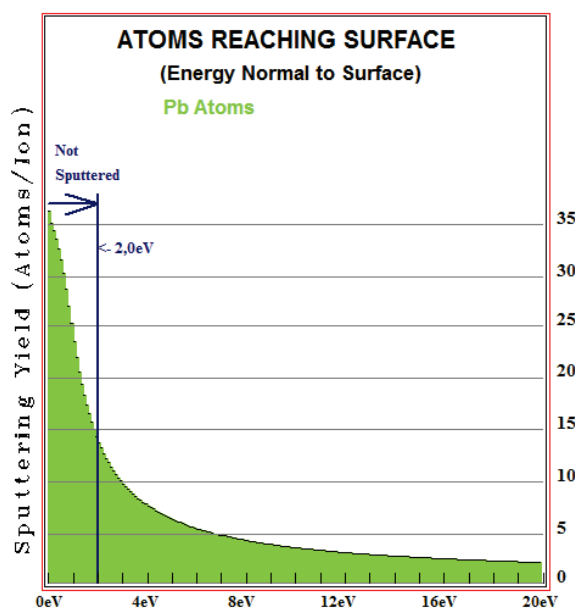


Abbildung 2.35: Abhängigkeit des mittels TRIM simulierten Sputter-Yields von der Oberflächenbindungsenergie am Beispiel von Blei. Für den Standardwert, den TRIM verwendet (2,0 eV), ergibt sich ein Yield von ca. 15. Zu kleineren Bindungsenergien steigt der Yield steil an.

Ingesamt lässt sich festhalten, dass in der Mehrheit der untersuchten Fälle die TRIM-Simulation die experimentellen Werte auf 10 bis 20% genau vorhersagt, wobei sowohl zu kleine als auch zu große Werte vorkommen. Im Einzelnen tritt bei Blei und Vanadium, die mit ihren TRIM-Werten am oberen und unteren Ende der Skala liegen, ein Fehler in der Größe von 100% auf. Das Bild ist also wieder sehr ähnlich zu der Situation bei der Winkelabhängigkeit: Für viele Materialien sind die einfachen Modelle brauchbar. Es gibt jedoch im Einzelfall starke Abweichungen, so dass eine sorgfältige experimentelle Überprüfung unumgänglich ist, wenn ein neues System zuverlässig strukturiert werden soll.

2.9 Zusammenfassung

Das zweite Kapitel der vorliegenden Dissertation beschäftigt sich mit der Entwicklung und Erprobung einer Methodik für die Messung des Sputter-Yields, vor allem von einkristallinen Materialien. Die gewonnenen Werte können in der Praxis direkt eingesetzt werden und schließen somit eine immer noch vorhandene Lücke in der Literatur. Um eine sinnvolle und reproduzierbare Messung zu ermöglichen, muss klar definiert sein, was, wie und womit gemessen werden soll. In diesem Teil der Arbeit kann man drei Meilensteine eingrenzen:

- Ausarbeiten einer integrierten Messmethodik für den winkelabhängigen Sputter- und Sekundärelektronen-Yield bei der FIB-Bestrahlung.
- Messung des winkelabhängigen Sputter- und Sekundärelektronen-Yields für verschiedene, hauptsächlich metallische Einkristalle.
- Vergleich der Messergebnisse für den Sputter-Yield mit Modellen und die Diskussion von daraus folgenden Schlussfolgerungen.

Als erstes wurde eine neue, genaue und relativ unaufwendige Methode zur Bestimmung des Sputter-Yields an planaren Proben für beliebige Sputterwinkel ausgearbeitet. Sie kann ohne Probentransfers direkt in der FIB-Anlage durchgeführt werden und erfordert lediglich eine kippbare Probenbühne. Anschließend wurde die Methodik auf Messungen an axial montierten Einkristallen in Form einer zylindrischen Scheibe erweitert. Dies erlaubt die Untersuchung des Einflusses der Kristallstruktur auf den Yield ohne Überlagerung durch Effekte, die von der gleichzeitigen Variation des Einfallswinkels zur Oberflächennormale stammen. Unter Anwendung der genannten Methodik entstanden winkelabhängige Sputter-Yield-Messreihen für:

- kubisch-raumzentrierte plane Fe- und W-Einkristalle,
- einen runden kubisch-raumzentrierten V-Einkristall,
- und zwei kubisch-flächenzentrierte runde Ni- und Pb-Einkristalle.
- Für einige weitere Materialien wie polykristallines Co, Graphit, GaAs(100), Si(100) und Permalloy ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) in Form von planen Proben wurde der mittlere Sputter-Yield nur für senkrechten Ioneneinfall bestimmt.

Parallel hierzu wurde ein Sekundärelektronen-Yield-Detektor konstruiert. Für die Messung an runden Einkristallen wurde der Sekundärelektronen-Yield Detektor zu einem axialen 4π -Detektor umgebaut. Für die oben genannten Elemente, ausgenommen Blei und Vanadium, wurden der Sekundärelektronen-Yield und/oder die Energieverteilung der Sekundärelektronen gemessen. Aus letzterer wurde die Elektronen-Austrittsarbeit bestimmt. Die Übereinstimmung mit Literaturwerten deutet auf die Richtigkeit der Messungen. Es wurden die folgenden Messungen des Sekundärelektronen-Yields durchgeführt:

- quantitativ für senkrechten Ioneneinfall für Graphit, GaAs, und Si(100),
- qualitativ winkelabhängig für kubisch raumzentrierte plane Fe- und W-Einkristalle,
- quantitativ winkelabhängig für einen kubisch flächenzentrierten runden Ni-Einkristall.

In allen Fällen zeigte sich ein ähnlicher winkelabhängiger Verlauf des Sekundärelektronen- und des Sputter-Yields. Dies wird auf Kanalisierung (das Channeling) der Ionen im Kristallgitter zurück geführt. Allerdings zeigt der SY ausgeprägtere Minima.

Die experimentellen Ergebnisse für den Sputter-Yield wurden mit zwei theoretischen Modellen verglichen, die das Channeling der Ionen berücksichtigen. Das erste Modell nach Onderdelinden verbindet die Transparenztheorie mit der Lindhard-Theorie. Das Modell nimmt an, dass Ionen, die kanalisiert werden, nicht zum Sputter-Yield beitragen und ihre Energie so tief im Kristall abgeben, dass die vom Ion ggf. zurückgestoßenen Atome in der Tiefe des Kristalls verbleiben. Zusätzlich wird hier zwischen axialem und planarem Channeling unterschieden. Nach Analyse der Grafiken 2.31-2.34 lässt sich zusammenfassend sagen, dass die Messkurven im Allgemeinen brauchbar gut mit dem Modell mit axialem Channeling beschrieben werden. In einigen Fällen wird die Übereinstimmung durch Berücksichtigung des planaren Channelings verbessert, in anderen Fällen scheint es aber quasi „abgeschaltet“ zu sein, bzw. die Gewichtung seiner Stärke ist nicht korrekt. Das Modell ist materialabhängig und fast parameterfrei. Der in Abschnitt 2.8 durchgeführte Vergleich der experimentellen winkelabhängigen Sputter-Yield-Ergebnisse mit dem Modell von Onderdelinden zeigt, dass in vielen Fällen eine quantitative Vorhersage des generellen Kurvenverlaufs möglich ist. Im Detail zeigen die gemessenen Kurven des winkelabhängigen Sputter-Yields ebenso wie die angepassten Kurven des erweiterten Transparenzmodells (siehe unten) mehr Struktur, als die Kurven, die nach Onderdelinden modelliert bzw. angepasst wurden. Insbesondere erfolgt nach Onderdelinden der Übergang zwischen Einfallswinkeln mit und ohne Kanalisierung plötzlich und mit einem Sprung in der Ableitung des Sputter-Yields.

Zweitens wurde mit der Absicht, die reale Kristallgeometrie besser zu modellieren, eine Erweiterung der einfachen Transparenzmodelle entwickelt, die das Channeling – wenn auch in stark vereinfachter Form – explizit einbaut. Die Parameter des Modells können gegenwärtig nur empirisch aus der Anpassung einer Kurvenschar an die Messdaten gewonnen werden, dafür ist aber die Geometrie des Gitters vollständiger berücksichtigt. Es zeigt sich, dass dieses Modell die Winkelabhängigkeit des Yields gut erfasst und dabei meistens näher an

die experimentell gemessene Kurvenform herankommt, als es mit dem Modell von Onderdelinden möglich ist. Da eine physikalische Ableitung der Parameter dieses erweiterten Transparenzmodells aus den Materialeigenschaften noch nicht existiert, hat es gegenwärtig keine Vorhersagekraft. Hier könnten sich weiterführende Untersuchungen anschließen.

Die verbleibenden Abweichungen zwischen dem experimentellen richtungsabhängigen Sputter-Yield und den Vorhersagen der Modelle zeigen, dass Messungen unersetzlich sind, wenn für die Anwendung verlässliche Yield-Werte benötigt werden. Mit zunehmender Rechenleistung ist es zukünftig interessant, inwieweit die gefundenen Verläufe, evtl. unter Einbindung von Molekulardynamik-Simulationen, besser reproduziert werden können.

Die durchgeführten Experimente haben eine Reihe interessanter neuer Fragen gebracht, die auch Gegenstand von zukünftigen Untersuchungen werden könnten: z.B. die Frage nach den Mechanismen der Bildung und Verschmelzung von Gallium-Nanotropfen in der GaPb-Legierung, die beim FIB-Sputtern auf einem Blei-Einkristall erzeugt werden. Oder wodurch die reduzierte Amplitude der Modulation des winkelabhängigen Sputter-Yields bei Vanadium hervorgerufen wird, was in dieser Arbeit nicht mehr systematisch untersucht werden konnte.

Sputter-Yield-Kenntnisse sind sowohl in der Nano- und Mikro- als auch in der Makrowelt relevant – von der Optimierung von MEMS bis hin zum Bau von Fusionsreaktoren. Bei Letzterem spielt die Minimierung der Abtragsrate des Materials für die innere Beschichtung der Reaktorwände eine essenzielle Rolle. Entsprechende Untersuchungen wurden von Ran et al. an Wolfram durchgeführt [Ran12]. Deren Ergebnisse bauen auf bereits aus dieser Dissertation publizierten Daten [Star09] auf und sind in Abbildung 3.36 dargestellt. Sie ist sehr ähnlich zu Abbildung 2.1, die am Anfang dieses Teil der Arbeit motivierte. So liegt zwischen dem ersten und dem letztem Bild dieses Kapitels das ganze Spektrum des Bedarfs für die Kenntnis der winkelabhängigen Sputter-Yields.

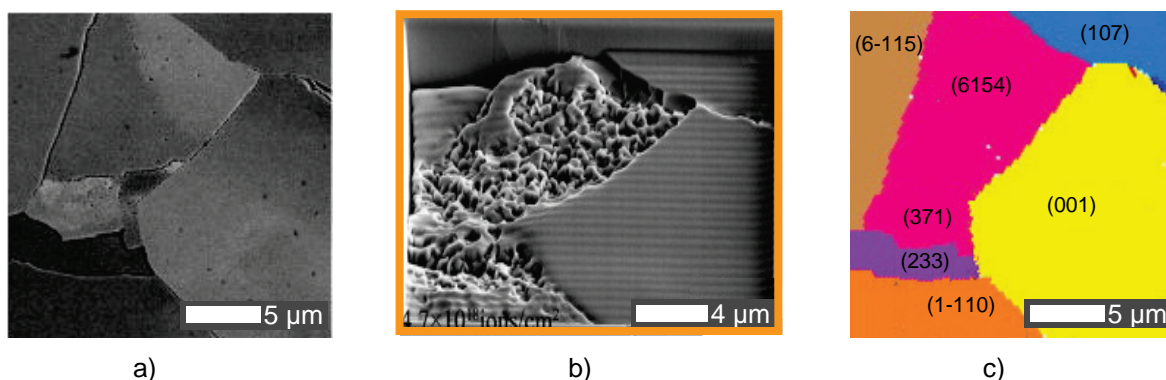


Abbildung 3.36: Yield-Minimierung für die Anwendung im Fusionsreaktorbau nach [Ran12]. a) SEM-Bild einer W-Probe vor dem FIB-Sputtern zeigt Kristallite verschiedener Orientierung. b) Ein FIB-Bild derselben Probe nach dem Sputtern mit Ga-Ionen zeigt sowohl Höhenunterschiede als auch starke Unterschiede in der Textur der Probe. c) Aus EBSD-Daten² zu a) gewonnenes Bild, das die kristallographische Orientierung der einzelnen Kristallite angibt.

²EBSD – engl.: "Electron Backscatter Diffraction".

Kapitel 3

Nanostrukturierung von Siliziumnitrid-Membranen. Grundlagen

3.1 Ideen und Motivation für die Verwendung von SiN-Membranen

Dünne Filme, unter anderem Membranen aus Siliziumnitrid (SiN), haben seit den späten Achtzigern ein enormes technologisches Potential entfaltet und finden, bedingt durch ihre besonderen Eigenschaften, immer wieder neue Anwendungen. SiN-Filme eignen sich als Träger für Röntgenanalyse und TEM, sie sind immun gegen Chemikalien und Temperaturschwankungen. Die Eigenschaft, nahezu gegen alle Säuren, Laugen und Lösungsmittel resistent zu sein, macht SiN zum idealen Produkt, um Kolloide, Fasern, Nanopartikel, Pulver, Polymere oder Nanodrähte direkt auf dem Film selbst herzustellen. Durch die Beständigkeit gegen Temperaturen bis 1000°C kann man die Standardmethoden der Halbleitertechnologie wie z.B. CVD, Sputtern, Elektronenstrahl-Lithographie oder thermisches Bedampfen verwenden. Die mechanische Stabilität des Films ist ideal für Mehrfachanalysen wie TEM, Röntgenanalyse und AFM. Zusätzlich bietet die mechanische Belastbarkeit von SiN die Möglichkeit, größere freistehende Membranflächen anzufertigen. SiN ist als Trägermaterial bestens für Entdeckung neuer Materialien geeignet, da verschiedenen Analysetechniken (z.B. TEM, STEM, SEM, XPS, AES, AFM) an derselben Probe ausgeführt werden können [Mork98, Emsd12].

In der Arbeitsgruppe Grenz- und Oberflächenphysik des Instituts für Angewandte Physik der Universität Hamburg wurden SiN-Membranen bereits in mehreren Projekten verwendet, z.B. als Masken für selbstorganisierte Blockcopolymer-Micellen [Stil07], als Masken für die Herstellung von magnetischen Mikrostrukturfeldern [Regu08] und V-geformten Nanodrähten [Hank10], zur Erzeugung epitaktischer Nanostrukturen [Bube11] und als für Röntgenstrahlung transparente Fenster für Holographie-Experimente [Stic10]. Die genannten Masken beinhalten typischerweise Mikro- und Nanostrukturen, die mittels der zwei in dieser Gruppe vorhandenen FIB-Anlagen erzeugt werden.

Ein Projekt, für welches Nanostrukturierung von SiN-Membranen mittels Ionenstrahl eingesetzt wird, beinhaltet Fourier-Transformations-Holografie (FTH)-Experimente mit Röntgenstrahlung. FTH ist eine inzwischen etablierte, linsenlose Abbildungstechnik für magnetische [Eise04, Hell06, Sche07, Stre09] und nicht-magnetische [Eise05,08, Stad08, Sche08, Sand09] Abbildungen. Sie gilt als eine der erfolgversprechendsten Techniken für ultraschnelle Abbildungen mit XFEL-Quellen, d.h. mit einzelnen Röntgenpulsen von Freie-Elektronen-Lasern [Wang12]. Die FTH-Experimente erfordern Masken auf einem Trägerfilm, welcher im Bereich weicher Röntgenstrahlung transparent ist, dafür können SiN-Membranen bis zu einer Stärke von 200 nm verwendet werden. Die Masken bestehen aus einem mikrometergroßen Objektfenster [Eise04] und einem oder mehreren, nanometergroßen Referenzlöchern in der für die Röntgenstrahlung undurchsichtigen, 1 µm dicken Au/Pd-Metallisierung der Membran

[Schl06]. Die ersten am IAP erstellten Masken für FTH-Experimente wurden im Rahmen dieser Arbeit hergestellt, das wird in Abschnitt 4.2.1 beschrieben; die spätere Maskenherstellung und die FTH-Experimente wurden von D. Stickler weitergeführt [Stic10a].

Ein weiteres Projekt im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 668 beschäftigt sich mit strominduzierter Domänenwandverschiebung, die im Rasterelektronenmikroskop mit Polarisationsanalyse (SEMPA) untersucht wird. Das Projekt beinhaltet unter anderem Untersuchungen des Depinnings von Domänenwänden bei sehr hohen Gleichstromdichten [Hank08, Beye12]. Dafür ist die Herstellung von Sub-Mikrometer breiten Nanodrähten mit einer guten Wärmeableitung von essentieller Bedeutung. Um solche Drähte herzustellen und sie thermisch anzukoppeln, werden sie mit Hilfe von SiN-Membran-Masken auf ein Diamant-Substrat aufgedampft. Diese „Nanostencil“ Technik [Desh99, Gros07] wird angewendet, da die Methode der Resist-basierten Lithografie sich für solche Diamant-Substrate als nicht geeignet erwiesen hat.

Beispiele für verwendete Masken sind in Abbildung 3.1 zu sehen. Um besonders geringe Strukturgrößen bei der Herstellung der Masken für Nanodrähte zu erreichen, wurde die Eigenschaft der SiN-Membranen, unter Ionenbeschuss aufzuquellen, ausgenutzt. Dies ermöglichte es, die Breite des deponierten Drahtes auf unter 200 nm zu reduzieren. Eine überraschende Beobachtung während dieser Arbeiten war die Entdeckung von sich unter Ionenbeschuss selbst schließenden Poren – darauf wird kurz in Abschnitt 4.1.2 eingegangen.

Bei den Arbeiten für die oben genannten Projekte mit SiN-Membranen entstand die Idee, aus diesen Membranen durch Strukturierung mit Ionenstrahl Mikro- oder Nanosensoren zu generieren und auf diese Weise den technologischen Fortschritt im Bereich der Mikrosystemtechnik (engl.: **Micro-Electro-Mechanical Systems**, MEMS) in unserer Arbeitsgruppe zu nutzen. Außerdem bieten Mikrosensoren durch geringe Größe und minimalen Leistungsumsatz die Möglichkeit, physikalische Größen an Orten (oder bei Bedingungen) zu bestimmen, für die bisher ein messtechnischer Zugriff unmöglich war – z.B. Druckmessungen in Herzkranzgefäßen [Völk06]. Eine weitere Anregung in diese Richtung entstand, als eine der FTH-Membranen während der Strukturierung platzte und sich zu einer Rolle zusammenrollte. Die-

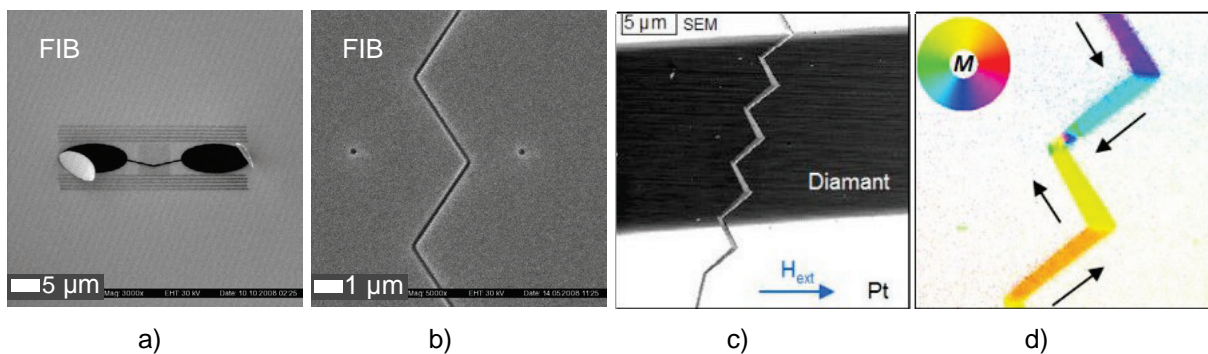


Abbildung 3.1: a) FIB-geschchnittene SiN-Maske für einen V-förmigen Nanodraht mit 200 nm Breite und elliptischen Kontaktflächen. b) FIB-Maske für einen Nanodraht mit mehreren Knicken und 280 nm Breite. c) SEM-Aufnahme eines Permalloy-Drahtes, der durch die Maske b) auf Diamant-Substrat aufgedampft wurde. d) SEMPA-Abbildung der Magnetisierungsverteilung im Draht mit unterschiedlichen Wandtypen [Hank08].

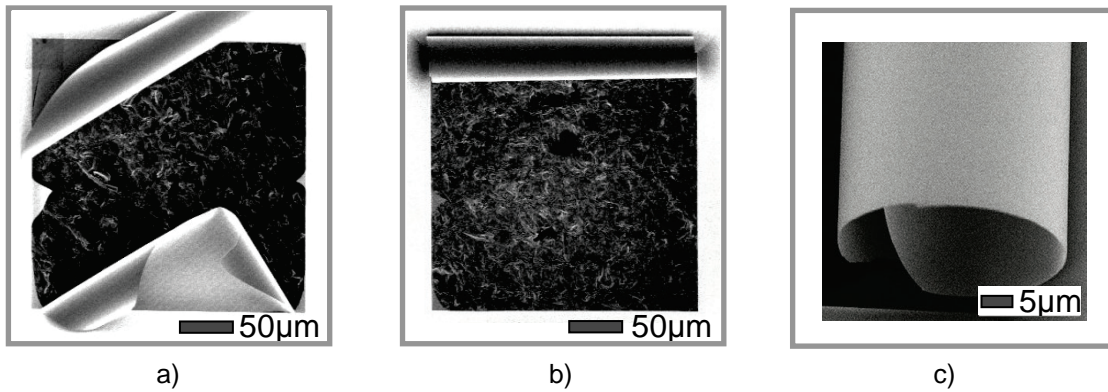


Abbildung 3.2: a) Typisches Beispiel, einer 100 nm dicken SiN-Membran, die bei der Strukturierung spontan aufgerissen ist, b) Mikroröllchen, das zufällig bei der Strukturierung von SiN-Membranen entstanden ist, c) SEM-Aufnahme dieser Rolle von der Seite.

se Rolle ist in Abbildung 3.2 b) dargestellt. Aus diesem Ereignis entstand der Wunsch, Nano-Rollen kontrolliert herzustellen und damit federartige Sensoren zu entwickeln. Über die in diese Richtung unternommenen Untersuchungen wird in Kapitel 4 in Abschnitt 4.4 berichtet.

3.2. Siliziumnitrid-Membranen: Herstellung und Eigenschaften

3.2.1 Herstellung der Membranen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden kommerziell erhältliche Membranen von zwei Herstellern (SPI Supplies, Silson Ltd.) verwendet, wobei Membranen von Silson größeren Anteil an der gesamten Probenzahl haben. Membranen von Silson unterscheiden sich, einer Kommunikation mit Silson nach, nicht prinzipiell in Materialparametern bzw. Herstellungsmethoden von solchen von SPI. Eine SEM-Aufnahme und die geometrischen Abmessungen einer SPI-Membran sind in Abbildung 3.3 dargestellt. Die Außenmaße des Si-Rahmens sind durch seinen nominellen Verwendungszweck als TEM-Probenhalter mit etwa 3 mm Durchmesser gegeben. Die Membranen werden aus einem Silizium-Wafer mit auf beiden Seiten aufgetragenen Siliziumnitrid (Si_3N_4)-Schichten definierter Dicke gefertigt. Für alle Membranen in dieser Arbeit wurde für die Deposition der SiN-Schichten auf den Si-Wafer chemische Gasphasenabscheidung mit Niederdruck (engl.: **Low-Pressure Chemical Vapor Deposition**, LPCVD) bei 700°C verwendet [SPI12]. Dabei reagieren Dichlorsilan (SiH_2Cl_2 , DCS) und Ammoniak:

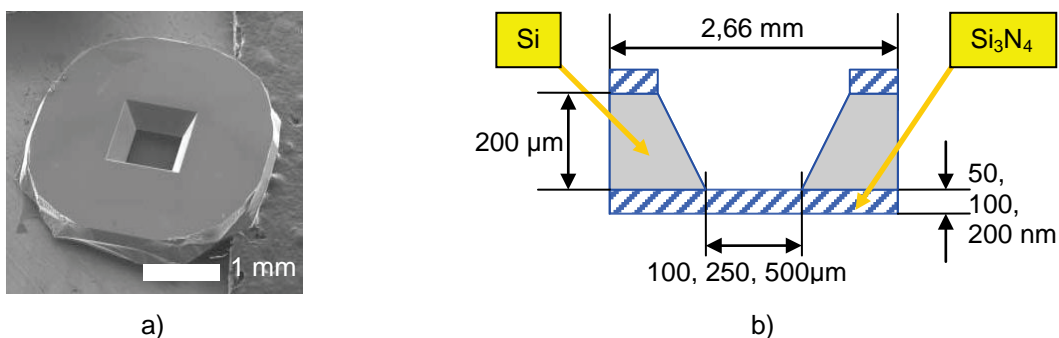
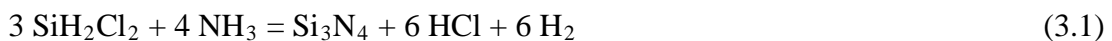


Abbildung 3.3: Siliziumnitrid-Membran mit Si-Rahmen: a) SEM-Bild [SPI12], b) Skizze.

Parameter	LPCVD	PECVD
Abscheidetemperatur (°C)	700 ... 800	> 300
reagierende Gase	SiCl ₂ H ₂ + NH ₃	SiH ₄ + NH ₃
Abscheidedruck (Pa)	20 ... 70	60 ... 700
Atomarer H-Anteil	3% ... 8%	10% ... 40%
Dichte (g/cm ³)	2,9 ... 3,1	2,3 ... 3,1
Elastizitätsmodul E (GPa)	260 ... 330	85 ... 210
Brechungsindex	1,9 ... 2,4	1,8 ... 2,6
Spezifischer Widerstand ($\Omega\cdot\text{cm}$)	10^{16}	$10^6 \dots 10^{15}$

Tabelle 3.1: Parameter der Herstellung von SiN-Schichten per LPCVD und PECVD [Stof96].

Alternativ kann Siliziumnitrid durch plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung (engl.: **Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition**, PECVD) bei Temperaturen unter 400 °C hergestellt werden [Crys12], wobei Monosilan und Ammoniak reagieren:



Dieses Verfahren ermöglicht eine schnellere Abscheidung des Nitrids und lässt daher größere Schichtdicken zu [Crys12]. Die Schichten enthalten jedoch einen höheren Anteil an Wasserstoff [Stof96]. Einige Parameter beider Verfahren und der damit hergestellten SiN-Schichten können in Tabelle 3.1. verglichen werden.

Unabhängig vom Verfahren der Herstellung der Siliziumnitridschicht wird anschließend von einer Seite ein quadratischer Bereich des SiN durch eine lithografische Maske trocken geätzt. Der nächste Schritt ist Nassätzen in Kaliumhydroxid-Lösung bis auf die SiN-Schicht auf der anderen Seite des Si-Wafers. Auf diese Weise entsteht ein so genanntes „Fenster“. Die „Fensterseite“ ist die, die eine Vertiefung hat, die andere Seite ist die „glatte Seite“. Alle im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Membranen wurden mit $(200 \pm 20) \mu\text{m}$ dicken Wafern hergestellt. Aus der von den Herstellern angebotenen Vielfalt wurden Membranen mit $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, $250 \times 250 \mu\text{m}^2$ und $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ Fenstergröße und 50 nm, 100 nm und 200 nm Dicke erprobt.

3.2.2 Eigenspannung und E-Modul der Membranen

In diesem Abschnitt werden einige Membraneigenschaften betrachtet, die für die Herstellung von Cantilever-Sensoren relevant sind. Neben der Eigenspannung σ_0 , dem Elastizitätsmodul E und der Membrandicke D spielen auch die Herstellungsmethode und die chemische Zusammensetzung der Membranen eine Rolle, da sie die Eigenspannung beeinflussen.

Eigenspannungen (engl.: residual stress) sind mechanische Spannungen (nicht Schubspannung), die in einem Körper vorhanden sind, ohne dass äußere Kräfte einwirken, also der Betrag der Kraft F pro Flächeninhalt A :

$$\sigma = \frac{|F|}{A} = E \cdot \varepsilon. \quad (3.3)$$

Dabei ist $\varepsilon = \Delta L/L$ die relative Dehnung eines Körpers der Länge L .

Der Elastizitätsmodul E ist die Proportionalitätskonstante zwischen Spannung und relativer Dehnung bei einachsiger Belastung. Innerhalb des linearen Elastizitätsbereichs, in dem das Hookesche Gesetz gilt, ist:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \text{konst.} \quad (3.4)$$

Der Elastizitätsmodul ist eine Materialkonstante mit der Einheit einer mechanischen Spannung ($[E] = \text{N/m}^2 = \text{Pa}$) und hängt von z.B. Temperatur und Feuchte ab.

Eigenstressungen wirken sich auf das mechanische Verhalten und die Haltbarkeit betroffener Bauteile und Konstruktionen aus [Matt12]. Eigenstressung entsteht z.B. bei epitaktisch auf einem Substrat wachsenden Schichten, wenn die für den spezifischen Kristallgitterabstand des Substrats notwendige Zusammensetzung nicht eingehalten wird. Dünne Schichten anderer Zusammensetzung können dann mit der Gitterkonstanten des Substrats wachsen, indem sie die Unterschiede durch eine elastische Verformung ausgleichen [Saut93]. Da die Gitterabstände von Silizium und Siliziumnitrid voneinander abweichen, sowie bedingt durch Unregelmäßigkeiten im Schichtaufbau, insbesondere durch den Einbau von Fremdatomen oder durch Fehlstellen, kommt es auch bei Siliziumnitridschichten, welche auf einem Siliziumsubstrat abgeschiedenen werden, zu Eigenstressungen $\sigma \neq 0$. Die Eigenstressung des abgeschiedenen Films kann durch nachfolgende Prozesse wie Tempern oder Ionenimplantation vergrößert bzw. reduziert werden [Stof96]. Die Eigenstressung bleibt auch nach Entfernung des Substrats erhalten. Sichtbar wird die Eigenstressung der im Rahmen gehaltenen Membran nur im Falle einer *Eigen-Druckspannung* ($\sigma < 0$) als Wölbung der Membran. Im häufigeren Falle einer *Eigen-Zugspannung* ($\sigma > 0$) zieht die Membran am Siliziumrahmen und wird durch die Gegenspannung des Rahmens im Wortsinne plan „gespannt“. Die Eigenstressung kann massive Auswirkungen auf die Strukturierung der Membran mittels Ionenstrahl haben: Ist eine Membran stark gespannt, so kann sie bei der Strukturierung reißen. Reißt die gespannte Membran bei der Strukturierung nicht, und entfernt man mittels FIB Teile der Membran, so kann sich die verbleibende Struktur an den Schnittkanten „entspannen“: Die Membran zieht sich folglich soweit möglich zusammen, bis die Zugspannung verschwunden ist. Jedoch bleibt an Stellen, an welchen die Membran noch mit dem Rahmen verbunden ist, die Eigenstressung parallel zu den Verbindungslinien bestehen. Außerdem gilt: Falls die Eigenstressung an Ober- und Unterseite der Membran verschieden ist, so zieht sich die Membran zwar entsprechend der mittleren Eigenstressung zusammen, es verbleibt aber ein Rest Zug- bzw. Druckspannung an Ober- bzw. Unterseite. Als Beispiel wird ein Cantilever betrachtet, der an seinem linken

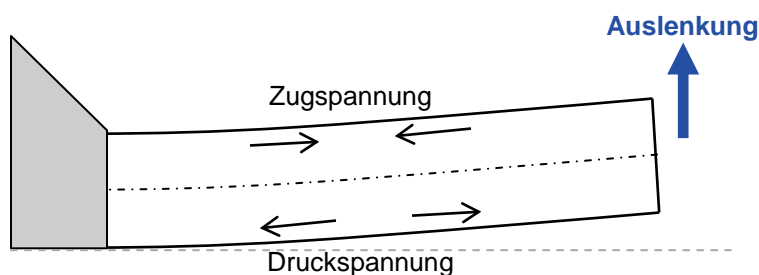


Abbildung 3.4: Verbiegung eines einseitig links befestigten Cantilevers infolge unterschiedlicher Rest-Eigenstressungen auf Ober- und Unterseite.

Ende mit dem Membran-Rahmen verbunden bleibt, und der eine Rest-Zugspannung auf der Oberseite und eine Rest-Druckspannung auf der Membranunterseite besitzt. Die Struktur wird sich entsprechend verbiegen, wie in Abbildung 3.4 dargestellt ist. Ein verbogener Cantilever reagiert auf eine Kraft, welche auf ihn ausgeübt wird, anders als Cantilever ohne Verbiegung. Zusammenfassend ist es erstrebenswert:

- Membranen mit möglichst geringer Eigenspannung zu verwenden, um Reißen oder Verbiegen der Membran bei der Strukturierung zu vermeiden;
- Membranen ohne Inhomogenitäten der Eigenspannung zu verwenden und sie so zu verarbeiten und zu strukturieren, dass möglichst wenig inhomogene Eigenspannung entsteht;
- Membranen derart zu strukturieren, dass der jeweils erzeugte Sensor selbst dann funktionsstüchtig ist, wenn die Membran doch merkliche Eigenspannung aufweist.

Wie sich herausstellte, ist Punkt 1) bei den verwendeten Membranen von SPI und/oder Silson Glückssache bzw. oft nicht gegeben. Auf Punkt 2) wird in Abschnitt 4.5 eingegangen. Zu Punkt 3) kann angemerkt werden, dass Membranen Unebenheiten, Cluster, Dickschwankungen und entsprechende lokale Variationen der Eigenspannung aufweisen können, welche über die Membran-Fläche isotrop verteilt sind. Daher können speziell bei der Strukturierung von kleinen, unsymmetrischen Formen unerwünschte Verformungen auftreten. Bei ausgedehnten, symmetrischen Strukturen können sich die verformenden Kräfte ausgleichen.

Es gibt viele Untersuchungen von Elastizitätsmodul und Eigenspannung von SiN-Filmen bzw. -Membranen. Eine verbreitete, anschauliche und (nur im Falle von Zugspannung) einfach anzuwendende Methode zur Bestimmung dieser Größen ist die Aufwölbungs-Methode (engl.: bulge test) [Zhan06] - Abbildung 3.5 zeigt eine schematische Darstellung. Dabei wird zwischen den beiden Seiten der Membran ein Druckunterschied erzeugt. Die Membran wölbt sich je nach Druckunterschied, Membrandicke d , Elastizitätsmodul E , Eigenspannung σ und Poissonzahl² ν . Die Wölbung wird z.B. interferometrisch ausgemessen und erlaubt die Bestimmung zweier dieser Größen. Vermisst man zwei rechteckige Membranen mit unterschiedlichem Seitenverhältnis, können sogar drei der vier Größen (d , E , σ und ν) bestimmt werden [Edwa04].

In der Tabelle 3.2 sind einige Veröffentlichungen und die darin enthaltenen Ergebnisse bezüglich Eigenspannung und E-Modul aufgelistet. Für den Elastizitätsmodul wurden Werte im Bereich $100 \text{ GPa} \leq E \leq 311 \text{ GPa}$ ermittelt. Die Eigenspannung liegt im Intervall $-1,6 \text{ GPa} \leq \sigma \leq 6,9 \text{ GPa}$. Für eine SiN-Membran der Länge $L = 250 \text{ }\mu\text{m}$, mit der Eigenspannung $\sigma = 1 \text{ GPa}$ und dem mittleren Elastizitätsmodul $E = 250 \text{ GPa}$ ergibt sich für den eindimensionalen Fall nach Gl. (3.3) die Dehnung $\Delta L = 1 \text{ }\mu\text{m}$ – d.h. wenn so eine Membran in der Mitte geschnitten wird, entsteht ein $1 \text{ }\mu\text{m}$ breiter Spalt. Für den ungünstigen Fall $\sigma = 6,9 \text{ GPa}$ wird der Spalt $6,9 \text{ }\mu\text{m}$ breit, etc.

² Die Poissonzahl ν ist eine elastische Materialkonstante und definiert als negatives Verhältnis der relativen Dickenänderung $\Delta d/d$ zur relativen Längenänderung $\Delta l/l$ bei Einwirkung einer äußeren Kraft oder Spannung.

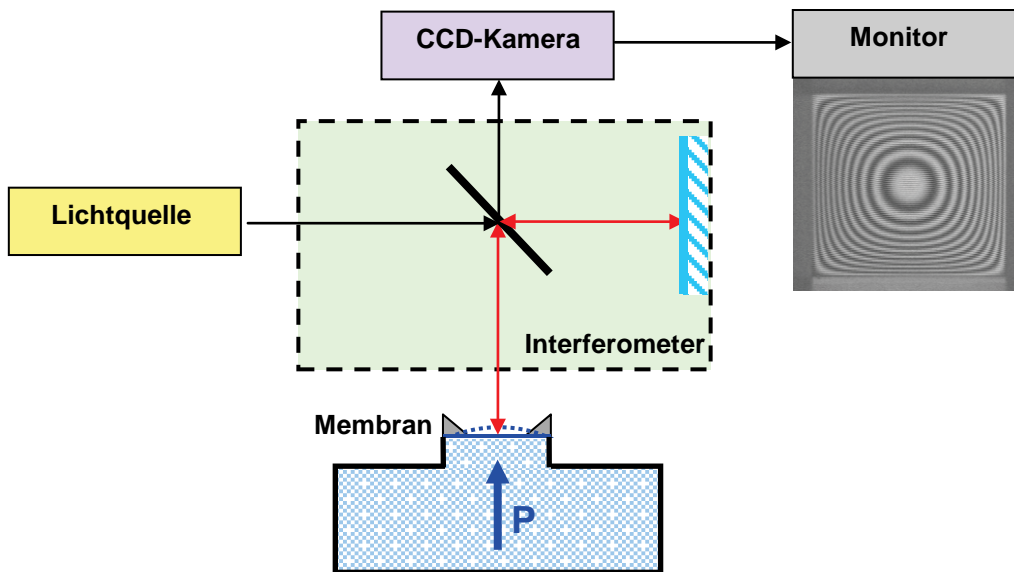


Abbildung 3.5: Aufbau für die Aufwölbungsmethode zur Vermessung der Membraneigenschaften. In Anlehnung an [Zhan06].

Autor	Methode	Herstellung	Eigenspannung (GPa)	E-Modul (GPa)
Noskov et al. [Nosk88]	Röntgentopographie	CVD	1,2	≈120
Tabata et al. [Taba89]	Aufwölbung	LPCVD	1	290
Taylor [Tayl91]	Nanoindentierung ³	PECVD	-1,57 ... 1,11	178 ... 271 101 ... 251
Vlassak & Nix [Vlas92]	Aufwölbung	LPCVD	0,12 ... 0,15	222 ± 3
Gardeniers et al. [Gard96]	Oberflächenkrümmungsabtastung	LPCVD	-0,16 ... 1,37	-
Levy et al. [Levy96]	Nanoindentierung	LPCVD	-	130 ... 185
Buchaillet et al. [Buch97]	Resonanzfrequenz	kommerziell	-	192
Zhang et al. [Zhan00]	Mikrobrückenverbiegung	LPCVD	0,291± 0,056	203 ± 16
Lehmann et al. [Lehm01]	IR Spektroskopie, XPS	IBS	-	237 ± 54
Kuhn et al. [Kuhn00]	Verbiegen			290
Vila et al. [Vila03]	Nanoindentierung	Sputtern	-	100 ... 210
Chuang et al. [Chua04]	Resonanzfrequenz	LPCVD	6,9 ± 0,6	253 ... 269
Ewards et al. [Edwa04]	Aufwölbung	LPCVD	0,114 ... 0,130	258 ± 1
Ewards et al. [Edwa04]	Zugversuch	LPCVD	-	257 ± 5
Khan et al. [Khan04]	AFM	LPCVD	-	280 ... 290
Zhang [Zhan06]	Aufwölbung	SPI/ LPCVD	0,012 ... 0,372	256 ± 16
Zhang [Zhan06]	Aufwölbung	SPI/ LPCVD	0,013 ... 0,484	311 ± 4

Tabelle 3.2: Veröffentlichungen & Ergebnisse zu Eigenspannung σ und Elastizitätsmodul E von dünnen SiN-Filmen.

³ Bei der Nanoindentierung wird mit einem Rasterkraftmikroskop die Eindringtiefe einer Spitze in die Probe als Funktion der Andruckkraft vermessen [Fisc04].

Da die SiN-Schichten bei hohen Temperaturen abgeschieden werden, gibt es nach Abkühlung auf Raumtemperatur auch thermisch bedingte Spannungen, die auf verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Membran und des Substrats beruhen. Allerdings erwartet man dadurch nur Zugspannungen von 10 bis 15 MPa [Gard96], man beobachtet aber viel größere Eigenspannungen (siehe Tabelle 3.2). Die Eigenspannung der Siliziumnitridschicht hat folglich vor allem innere Ursachen.

Mechanische Spannungen in Membranstrukturen, die zu Rissen oder zu Wölbungen von Membranen führen, stellen eine wesentliche Herausforderung für die Prozessführung bei der Herstellung der Membranschicht dar. Oft verwendet man Sandwich-Strukturen aus z.B. LPCVD-Si₃N₄- und TEOS-SiO₂-Schichten⁴, in denen sich Zug- und Druckspannungen bei geeigneter Wahl der Schichtdicken kompensieren [Völk06]. Nach Noskov et al. [Nosk88] und bestätigt durch Gardeniers et al. [Gard96] entstehen innere Verspannungen von SiN-Schichten durch Verformungen infolge des Schrumpfens bzw. Verdichtens der Schicht im Laufe des LPCVD-Schichtwachstums sowie danach, wenn Si-H-Bindungen sowie N-H-Bindungen aufbrechen und sich stattdessen stabile Si-N-Bindungen bilden. Ein Indiz für die Richtigkeit dieser Vermutung ist die Zunahme der inneren Verspannungen durch Tempern der Schichten bei 700 °C. Zudem nimmt die Verspannung nur vor aber nicht nach dem Tempern mit der Dicke der SiN-Schicht zu.

Im Falle der LPCVD-Verfahren hängt die Eigenspannung in erster Linie vom Verhältnis von Dichlorsilan zu NH₃ ab. Außerdem spielen Temperatur, Druck und Rauigkeit der Substratoberfläche eine Rolle. Durch Erhöhung der Dichlorsilananteils kommt es zu Bildung von siliziumreichem Siliziumnitrid. Wählt man ein Gasflussverhältnis Dichlorsilan zu NH₃ größer als 3,9, so lässt sich siliziumreiches Siliziumnitrid mit geringer Eigenspannung herstellen [Gard96]. Beim PECVD-Verfahren kommt es ebenfalls leicht zu Einbau von Wasserstoff-Atomen; es entstehen Schichten geringer Dichte, die unter Zugspannung stehen. Bei Erhöhung des Silananteils und Verstärkung des Ionenbeschusses wird ein siliziumreiches Si_{3+x}N_{4-y} gebildet, das dichter und spannungsärmer ist, ggf. sogar Druckspannung aufweist. Die Schichtspannung ist mit Hilfe einer Triodenkonfiguration des Plasmareaktors (Doppelfrequenz-PECVD) gezielt einstellbar – sogar Mehrschichten die abwechselnd Zug- und Druckspannung aufweisen sind möglich [Crys12]. Außerdem beobachteten Besland et al. eine eindeutige Korrelation zwischen der Größe der Eigenspannung und der granularen Morphologie der Schicht: In dem Maße, in dem sich die Korngröße verringert, nimmt die Druckspannung zu [Besl04].

Die mit PECVD hergestellten Membranen könnten als alternative Materialien für die Herstellung von Cantilevern (siehe Abschnitt 4.5) ausprobiert und mit LPCVD-SiN-Membranen verglichen werden. Eine weitere Möglichkeit bieten Mehrschicht-Strukturen (z.B. LPCVD-Si₃N₄/TEOS-SiO₂), in denen sich die Eigenspannungen in den Schichten für die Herstellung von Cantilevern kompensieren lassen. Andererseits erlaubt die gezielte Wahl deutlich unterschiedlicher Schicht-Eigenspannungen die Erzeugung gerollter Strukturen.

⁴ Tetraethylorthosilicat, auch Tetraethoxysilan, Kieselsäuretetraethylester oder Ethylsilicat – Si(OC₂H₅)₄, kurz TEOS genannt, ist ein Ethylester der Orthokieselsäure (Si(OH)₄).

3.3 Veränderung von SiN-Membranen durch Ionenbeschuss

Beim Strukturieren des Festkörpers mit einem Ionenstrahl werden nicht nur die direkt dem Ionenstrahl ausgesetzten Oberflächen geformt. Da die Ionen eine bestimmte Eindringtiefe haben und zusätzlich der Strahl sich innerhalb des Wechselwirkungsvolumens lateral aufweitet, werden nicht saubere Schnittkanten und -flächen erzeugt, sondern der Körper wird auch in einem inneren Bereich strukturell verändert. So werden der morphologische Charakter sowie die Zusammensetzung des Materials verändert. Dabei können folgende Effekte auftreten [Orlo97]: Verlagerung der Atome des Materials, Punktdefekte und Versetzungen; Zerstörung der Gitterstruktur, Amorphisierung; Kontaminierung durch Kohlenwasserstoff; Ionen-Implantation (im Rahmen dieser Arbeit mit Ga^+ -Ionen), wobei das Material auch aufquellen kann; Durchmischung benachbarter Materialschichten; bei Metallen Bildung einer heterogenen Legierung. Jeder dieser Mechanismen kann die Erzeugung einer bestimmten Struktur erschweren oder verhindern, kann aber auch ganz neue Möglichkeiten und neue Ansätze bieten.

Da FIB-Technologie und SiN-Membranen im Fokus nano- oder mikroelektromechanischer Systeme (MEMS) stehen, gibt es zahlreiche Untersuchungen der Wechselwirkung zwischen Ionenbestrahlung und SiN-Membranen. Eine der Fragen ist, ob es eine Schwelle für die Ionenenergie gibt, unterhalb welcher keine wesentlichen Veränderungen im Material auftreten. Dazu gab es Untersuchungen an amorphen Materialien (nicht SiN) die nahe legten, dass unter 1 keV keine Deformationen im Material auftreten [Dill01], jedoch wurde das zwei Jahre später widerlegt [Dill03].

Für 50 keV-Galliumionen fanden Kim et al. [Kim06] heraus, dass der Beschuss von Membranen schon mit Flächendosen ab 10^{14} Ionen/cm², bei denen es noch praktisch keinen Materialabtrag gibt, zu deutlicher Verbiegung der Membran führt. Beispielsweise wölbt sich eine 500 nm dicke SiN-Membran, die auf einer $4 \mu\text{m} \times 4 \mu\text{m}$ großen Fläche mit $2 \cdot 10^{14}$ bis $5 \cdot 10^{16}$ Ionen/cm² bestrahlt wird, um ca. 30 nm in Richtung Strahl. Kim et al. führen die Verbiegung der SiN-Membran analog zu Studien an SiO_2 [Bron00, Dill04,05] darauf zurück, dass der Ionenstrahl das Material durch Ausdehnung senkrecht zur Strahlachse deformiert: Der Energieverlust der Ionen entlang ihrer Bahn durch die Membran führt zu einer lokalen Aufheizung (Temperatur-Spike, siehe Abschnitt 1.7) und zu entsprechender thermischer Expansion des Materials. Wenn nahe der Ionenbahn die Fließtemperatur überschritten wird, lassen vorhandene Spannungen nach. Bei der folgenden schnellen Abkühlung wird die Expansion senkrecht zur Ionenbahn eingefroren. Ausgehend von dieser These gelingt es den Autoren, die Verbiegung der Membran durch ein einfaches mechanisches Modell quantitativ wiederzugeben [Kim06]. Es wird angenommen, dass SiN eine biaxiale Zug-Eigenspannung σ_0 hat. Durch die Implantation der Gallium-Ionen möchte sich der bestrahlte Membran-Bereich seitwärts ausdehnen; die Eigenspannung ändert sich im bestrahlten Bereich zu σ_{imp} , und an den Rändern des bestrahlten Bereichs entsteht ein Biegemoment:

$$M_{\text{imp}} = 0,5 \cdot t_{\text{imp}} \cdot (\sigma_0 - \sigma_{\text{imp}}) \cdot (t_0 - t_{\text{imp}}). \quad (3.5)$$

Dabei ist t_{imp} die Tiefe des bestrahlten Bereichs, t_0 ist die Dicke der Membran.

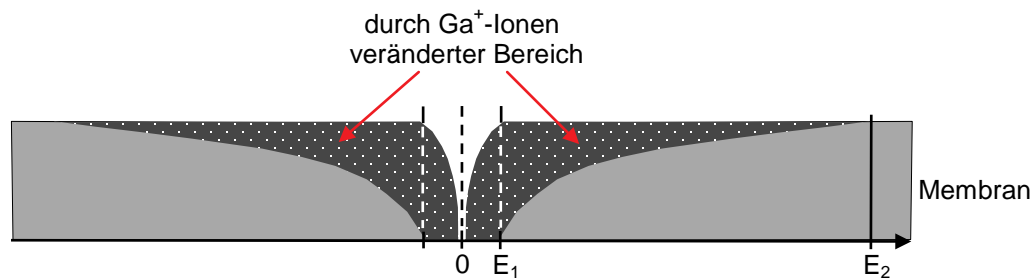


Abbildung 3.6: Veränderung einer Membran in der Nähe einer FIB-Schnittkante.

Das Biegemoment ist demnach maximal, wenn Ionen bis zur Hälfte der Membrandicke implantiert werden. Die Ergebnisse von Kim et al. sind in mehrfacher Hinsicht für die Herstellung eines Cantileversensors per Ionenstrahl relevant:

Erstens weist der fokussierte Ionenstrahl ein laterales Intensitätsprofil auf, das aus einem schmalen Zentrum mit gaußförmiger Intensitätsverteilung und weit nach außen reichenden Flügeln (Halo) mit exponentiell abfallender Intensität besteht [Kube87, Ward87]. Dies ist eine Folge der sphärischen Aberration der elektrostatischen Linsen der FIB-Säule. Schneidet man aus einer SiN-Membran z.B. für die Herstellung eines freistehenden Balkens oder einer anderen Struktur eine Fläche aus, so ist die Membran entlang der Schnittkanten vollständig durchstrahlt. Also ist die Membran von oben bis unten durch Ionenimplantation verändert, entsprechend verändert sich auch die Eigenspannung. Mit zunehmender Entfernung von den Schnittkanten wird die deponierte Ionendosis pro Flächeneinheit immer geringer. Wie in Abbildung 3.6 dargestellt ist, ist die Membran ab einer Entfernung E_1 von der Schnittkante nicht mehr durchgehend von oben bis unten durch Ionenimplantation verändert sondern nur auf ihrer der Ionenquelle zugewandten Seite. In einer größeren Entfernung E_2 wird die Ionendosis schließlich so gering, dass die Anzahl der implantierten Ionen so weit abnimmt, dass das erzeugte Biegemoment vernachlässigbar wird. Zwischen E_1 und E_2 können nach Kim [Kim06] Biegemomente entstehen, so dass sich die Membran lokal in Richtung Ionenquelle wölben möchte. Findet diese Wölbung am Rand der ausgeschnittenen Struktur tatsächlich statt, so kann sie wie ein dünner Rahmen die ganze Struktur entweder stabilisieren oder verziehen. Vermeiden ließe sich diese Art lokaler Verbiegung durch Umdrehen der Membran in der Mitte des Ausschneideprozesses, so dass die Membran zu gleichen Teilen von beiden Seiten bearbeitet wird. Die technische Herausforderung dabei ist, das Schnittmuster vor und nach dem Umdrehen exakt zur Deckung zu bringen. Dabei ist der Bereich E_2 - E_1 entlang eines Schnittes in einer SiN-Membran nicht breiter als $0,5 \mu\text{m}$, wie es weiter unten in Abschnitt 4.1.3 per EDX-Analyse festgestellt wird.

Zweitens bietet sich Ionenimplantation als eine Methode an, um Membranen durch unterschiedliche Eigenspannungen der Ober- und der Unterseite gezielt zu verbiegen. Die obere, mit Gallium-Ionen versetzte Schicht der Membran bildet dann quasi ein anderes Material, und die Membran rollt sich wie ein Bimetall auf. Voraussetzung dafür ist, dass sich die Eigenspannungen σ_0 und σ_{imp} genügend unterscheiden. Dieser Ansatz sollte auch anwendbar sein, falls anfänglich eine starke Eigenspannung vorliegt und sich diese durch Ionenimplantation reduzieren lässt [Stof96].

3.4 Cantilever-Sensoren. Typen und Auslesemethoden

Seit Anfang der 1980er Jahre erlebt die Mikrosystemtechnik ein stetiges Wachstum. Heute gibt es auf dem Markt eine große Vielfalt von Mikro- und Nanosensoren. Die Geschichte der MEMS beginnt mit *Biegebalkensensoren* (engl.: Cantilever), die vor allem in der Rasterkraftmikroskopie breite Verwendung gefunden haben. Der erste Schritt von Bildgebung zu vielfältigerer Verwendung erfolgte 1994, als Gimzewski et al. von IBM einen mit Platin beschichteten Cantileversensor verwendeten, um die Wärmeentwicklung bei der katalytischen Umwandlung von Wasserstoff und Sauerstoff zu Wasser nachzuweisen [Gimz94]. Dies provozierte eine Lawine von Veröffentlichungen über verschiedenste Möglichkeiten, Mikrocantilever als Sensoren zu verwenden [Thun94,95,95a, Reit95, Butt96, Frad96]. Daher werden hier einige Beispiele der facettenreichen Einsatzmöglichkeiten aufgelistet:

- In biomolekularen Anwendungen können an Cantilevern adsorbierte Mikroorganismen, Zellen, DNA- oder Protein-Moleküle, etc. nachgewiesen werden [Li01, Jens02, Gupt04, Gons09].
- Cantilever-Sensoren werden in der Medizin zur Blutzuckermessung eingesetzt, zum Nachweis von Prostatakrebs sowie der Gefährdung durch Herzinfarkt (mittels adsorptivem Nachweis von Lipoproteinen). Mit Biochips auf Basis von Mikrocantilever-Arrays wird angestrebt, Patienten auf mehrere Krankheiten gleichzeitig zu testen [Vash07].
- In Chemie und Umwelttechnik können Temperatur, Luftfeuchtigkeit, pH-Wert, Blei-, Toluol-, Ethanol- oder Salzgehalt von Wasser gemessen werden. Des Weiteren lassen sich Ionen, Explosivstoffe oder Herbizide mit Mikrocantileversensoren nachweisen [Vash07].
- Biegebalken können zum Nachweis von Festkörperreaktionen eingesetzt werden, z.B. bei der Adsorption von Sauerstoff auf Silizium. Dringt ersterer in die Oberfläche ein und führt durch die Bildung von Si-O-Si-Bindungen zu Oberflächenspannungen, so kann der Biegebalken ausgelenkt werden [Sand00].
- Cantilever kommen bei physikalischen Anwendungen wie AFM [Binn86], MRFM [Chab05] und MFM [Mart87] zum Einsatz. In Flüssigkeiten können Dichte, Druck, Durchflussmenge, Viskosität und Schallgeschwindigkeit gemessen werden.
- Bimetallartige Cantilever können zum Fernnachweis von Wärme und zur Erzeugung von Wärmebildern eingesetzt werden [Thun97].
- Cantileversensoren werden im Automobilbereich z.B. in der Sensorik für die Auslösung von Airbags [Simo97] und in der Unterhaltungselektronik z.B. als Mikrofone eingesetzt [Vash07].
- Cantileversensoren werden als Magnetometer eingesetzt [Webe94], und sie eignen sich auch zur Messung von Eigenspannungen beim Wachstum epitaktischer Filme [Sand95].

Der beidseitig eingespannte Cantilever ist das Schlüsselement aller halbleitertechnischen nanoelektromechanischen Systeme [Blic02]. Je nach Gestaltung des Cantilevers und Anwendung kann oft eine sehr hohe Empfindlichkeit erreicht werden: Z.B. genügt die Adsorption

eines DNA-Moleküls mit $2,3 \cdot 10^{-19}$ g Masse, um eine messbare Änderung der Resonanzfrequenz des Cantilevers zu bewirken [Ilic05]. Chabot et al. [Chab03,05] berichten über dünne Einkristall-Silizium-Cantilever, welche als mikromechanische Torsions-Oszillatoren ausgestaltet sind. Sie werden fotolithografisch hergestellt und mit einer magnetischen Schicht bedampft. Sie werden als Magnetometer oder als Kraft-Sensoren für Rasterkraftmagnetmikroskope (MRFM) verwendet. Die Nachweisempfindlichkeit für magnetische Momente ist mit 10^{-15} J/T drei Größenordnungen besser als bei konventionellen Magnetometern. Dieser Cantilever eignet sich zur höchstempfindlichen Untersuchung der magnetischen Eigenschaften des aufgebrachtten Materials. Hohe Empfindlichkeit wird durch eine kleine Torsionsfederkonstante κ , einen hohen Gütefaktor Q und eine hohe Resonanzfrequenz ω_0 erzielt.

Forschung und Entwicklung befassen sich intensiv mit der weiteren Erhöhung der Empfindlichkeit von Cantileversensoren, was oft mit der Reduktion ihrer Größe zusammenhängt. Parallel entstehen fortlaufend neue Anwendungen, die auch neue Mikrosensoren und -aktoren benötigen. Die Abmessungen von Cantileversensoren variieren von einigen Millimetern über den gesamten Mikrometerbereich bis hin zu Nanosensoren. Die Nachweisempfindlichkeit von Cantileversensoren lässt sich durch Verringerung der Dicke des Cantilevers um mehrere Größenordnungen verbessern [Thun97], was mit der Frage der Auswahl von geeigneten Materialien verknüpft ist.

Die meisten Cantileversensoren bestehen aus Silizium, Siliziumoxid (SiO_2) oder Siliziumnitrid (Si_3N_4), d.h. aus Materialien der Halbleitertechnik, und sie werden mit den in diesem Bereich üblichen Fertigungstechniken hergestellt [Hill06]. Am verbreitetsten sind Cantilever aus Silizium, die durch Nassätzen hergestellt werden. Allerdings ist Silizium spröde, seine Oberfläche oxidiert leicht, und bei hohen Temperaturen verbrennt es. Siliziumoxid hat einen kleineren Elastizitätsmodul als Si oder Si_3N_4 , also wird weniger Kraft benötigt, um entsprechende Biegebalken gleicher Geometrie zu verbiegen. Allerdings ist SiO_2 thermisch weniger stabil als Si_3N_4 . Zudem sind SiO_2 -Membranen laut Herstellerangaben [SPI12] nicht „völlig eben“ herzustellen. Siliziumnitrid zeichnet sich durch besonders gute mechanische Eigenschaften aus, ist vergleichbar hart und verschleißfest wie Diamant und dies bei Temperaturen bis 1200°C . Si_3N_4 ist korrosionsbeständig, widersteht vielen chemischen Belastungen und Thermoschocks. Dazu kommen geringe thermische Ausdehnung und niedrige Leitfähigkeit. Seine große Zähigkeit verdankt das Material seiner Mikrostruktur: In einer glasig erstarrten Matrix befinden sich stängelförmige Kristallite, welche sich ineinander verzahnen [Kugl08, Werc12]. Dies führt zu einer besonders hohen Bruchfestigkeit (5,8 GPa nach Edwards et al. [Edwa04]). Dennoch kann auch Siliziumnitrid bei Zugbelastungen plötzlich brechen, ohne sich vorher nennenswert zu verformen.

Mikrocantilever-Sensoren funktionieren über einen Nachweis der Änderung der Auslenkung oder der Resonanzeigenschaften [Chen95, Thun97]. Bis zu vier Parameter können gleichzeitig erfasst werden: Resonanzfrequenz, Schwingungsamplitude, Gütefaktor und Auslenkung. Ursachen der Änderungen dieser Parameter können z.B. zusätzliche Massen sein, welche den Cantilever beschweren, oder eine Variation der Oberflächenspannung, wenn Moleküle adsorbiert werden, oder eine Variation der Dämpfungseigenschaften des Cantilevers oder seiner

unmittelbaren Umgebung z.B. in einer Flüssigkeit. Cantilever können im statischen oder im dynamischen Betrieb eingesetzt werden [Chou07]. In der dynamischen Betriebsweise lässt man den Cantilever bei seiner Resonanzfrequenz schwingen. Eine Wechselwirkung mit der Umgebung wird durch den Betrag der Änderung der Resonanzfrequenz quantifiziert. Im statischen Fall gibt die Änderung der Auslenkung des Cantilevers die Stärke der Wechselwirkung an.

Für die Gestaltung eines Cantilever-Sensors ist die Frage entscheidend, wie eine Änderung der oben genannten Parameter nachgewiesen werden soll. Der Nachweis kann auf mindestens fünf verschiedene Weisen erfolgen [Vash07, Chou07]:

- 1) Kapazitiv [Blan96]: Auf den Cantilever ist eine Metallschicht aufgebracht, sie bildet mit einer leitenden Grundplatte einen Kondensator. Eine Auslenkung des Cantilevers verändert die Kapazität, dies kann z.B. mit einer Kapazitätsmessbrücke nachgewiesen werden.
- 2) Optisch [Meye88]: Ein Laserstrahl trifft auf den Cantilever und wird reflektiert. Der Reflex trifft auf einen positionsempfindlichen Photodetektor. Damit lassen sich Auslenkungen bis unter 1 nm nachweisen. Als Photodetektor kann auch eine CCD-Kamera dienen [Kim03]. Laserstrahl, Cantilever und Photodetektor müssen relativ zueinander ortsfest sein.
- 3) Interferometrisch [Erla88, Ruga89, Spri07]: Das Ende einer Single-Mode-Glasfaser wird nahe an die Cantilever-Oberfläche gebracht. Licht wird an der Faserendfläche und an der Cantileveroberfläche reflektiert; die beiden Flächen bilden ein Fabry-Perot-Interferometer (FPI). Die in die Faser reflektierten Lichtanteile erzeugen auf einer Fotodiode ein Interferenzsignal. Auf diese Weise können Auslenkungen bzw. Schwingungsamplituden der Größenordnung $0,1 \text{ \AA}$ nachgewiesen werden [Ruga89, Hoog08], jedoch nur bei exakter Positionierung der Faser relativ zum Cantilever.
- 4) Piezoresistiv [Chou07]: Der Cantilever besteht aus mehreren Schichten und wird mittels halbleitertechnischer Verfahren so hergestellt, dass er einen oder mehrere Piezowiderstände enthält. Eine Verbiegung des Cantilevers komprimiert bzw. dehnt die Piezowiderstände, so dass sie sich ändern. Die Widerstandsänderung innerhalb des statisch betriebenen Cantilevers wird mit einer Wheatstoneschen Messbrücke nachgewiesen.
- 5) Piezoelektrisch [Chou07, Roge03]: Wird ein piezoelektrischer Cantilever verformt, so wird eine Piezospaltung erzeugt. Legt man umgekehrt eine Spannung an, so verformt sich der Biegebalken. Mit einer Wechsellspannung lässt er sich in eine Schwingung versetzen. Piezoelektrische Cantilever werden daher in dynamischer Betriebsweise bei ihrer Resonanzfrequenz eingesetzt. Adsorbiert etwas auf dem Cantilever, so lässt sich die Adsorption über die Änderung der Resonanzfrequenz nachweisen.

Alle fünf Methoden erfordern jeweils eine bestimmte, mehr oder weniger aufwändige Gestaltung des Cantilevers, oder der Cantilever ist Teil einer größeren, fest zu verbindenden optischen Apparatur. Letzteres ist ungünstig, wenn man einen insgesamt kleinen Sensor benötigt, welcher sich flexibel platzieren und bewegen lässt. Piezoresistive und piezoelektrische Methoden scheiden bei Verwendung käuflicher SiN-Membranen aus, denn die erforderlichen piezoresistiven bzw. piezoelektrischen Eigenschaften müssten schon bei der Herstellung des Cantilevermaterials angelegt werden. Die kapazitive Methode bietet sich im Rahmen dieser

Arbeit insofern besonders an, weil die FIB-Strukturierung ohnehin eine metallische Beschichtung der Membran erfordert. Alternativ wurde die Cantileverauslenkung optisch und elektronenoptisch nachgewiesen – siehe Abschnitt 4.6.2.

Bis vor kurzem wurden am Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg neben SQUIDs [Mein99, Wolf11] auch Cantilever-Magnetometer mit interferometrischem Nachweis hergestellt und für Messungen magnetischer Felder und speziell für Untersuchungen des De-Haas-van-Alphen-Effekts⁵ eingesetzt [Schw00,02, Ruhe06, Spri07, Ruhe09]. Die Längen der verwendeten Cantilever-Magnetometer liegen im mm-Bereich, ihre Dicke bei $d \approx 10 \mu\text{m}$, und die Herstellung beinhaltet sowohl konventionelle als auch moderne Methoden der Halbleitertechnologie. Die Kombination der dünnen Membranen mit der FIB-Strukturierung könnte die Verwirklichung wesentlich kleinerer, dünnerer und daher empfindlicherer Miniatur-Cantilever erlauben, was evtl. weiteren Experimenten eine Zukunft geben könnte. Dabei muss man wieder bedenken, dass der eigentliche Cantilever nur ein Teil der Messapparatur ist.

3.5 Modell: Verbiegung des Cantilevers

In diesem Abschnitt wird theoretisch untersucht, wie sich Cantilever verschiedener Form und Schichtzusammensetzung unter Krafteinwirkung verbiegen. Dabei wird zuerst die einfachste Form und Zusammensetzung – ein rechteckiger Biegebalken aus einem homogenen Material wie in Abbildung 3.7 skizziert – betrachtet. Anschließend werden die Auswirkungen von Zusammensetzung (z.B. ein- und beidseitig beschichtete Cantilever) und komplizierterer Form (Schaufel) untersucht.

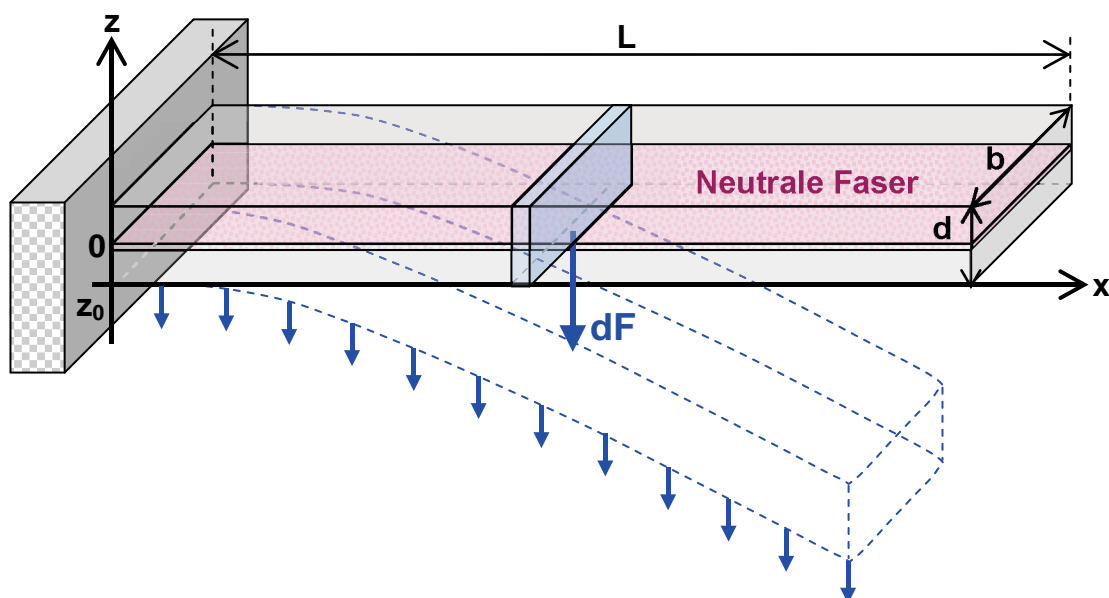


Abbildung 3.7: Skizze eines homogenen, rechteckigen Biegebalkens unter Wirkung einer homogenen Kraft F .

⁵ Bei tiefen Temperaturen und sehr reinen Proben wird eine Schwankung der magnetischen Suszeptibilität als Funktion des angelegten Magnetfelds beobachtet. Der Effekt wurde 1930 von Wander Johannes de Haas und P.M. van Alphen bei Wismut entdeckt.

3.5.1 Homogener rechteckiger Biegebalken

Ein einseitig bei $x = 0$ eingespannter quaderförmiger *Biegebalken* (BB) – in dieser Arbeit wird dafür auch die Bezeichnung *streifenförmiger Cantilever* verwendet – hat die Dicke d , die Breite b und die Länge L . Wirkt auf das Balkenende senkrecht zur Balkenrichtung die Kraft F , so wird der BB um die Strecke

$$s = -\frac{4L^3 F}{Ed^3 b} \quad (3.6)$$

ausgelenkt [Demt94]. Dabei ist E der Elastizitätsmodul, der nach Tab. 3.2 für SiN-Membranen den mittleren Wert $E_{\text{SiN}} \approx 260$ GPa hat. Im Rahmen dieser Arbeit gab es aber keinen Fall, in dem eine Kraft nur auf das Ende des BB wirkte. Vielmehr wurden die BB jeweils als Teil eines Plattenkondensators elektrostatischer Anziehung ausgesetzt, die sich gleichmäßig über den BB verteilt. Ist der BB Teil eines Kondensators mit Plattenabstand D , so wirkt die Kraft

$$F_{\text{es}} = Q \cdot E = \frac{Q \cdot U}{D} = \frac{C_{\text{BB}} \cdot U^2}{D}. \quad (3.7)$$

Hier ist Q die elektrische Ladung auf der Kondensatorplatte, U ist die elektrische Spannung, C_{BB} ist die dem Biegebalken zugehörige Kapazität. Dabei sind zwei Fälle zu unterscheiden:

- 1.) Rund um den BB wurde die Membran *stehen gelassen*. Die BB-Kapazität $C_{\text{BB}} = \epsilon_0 \cdot A/D$ ($\epsilon_0 = 8,8544 \cdot 10^{-12}$ As/Vm) ist ein Teil einer wesentlich größeren Gesamtkapazität C_g . In diesem Fall ergibt sich für $A = 100 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$, $D = 25 \mu\text{m}$ und $U = 30$ V die Coulombkraft $F_{\text{es}} = 38,3$ nN, die auf den BB wirkt.
- 2.) Rund um den BB wurde die Membran *entfernt*. Die gegenüberliegende Kondensatorplatte ist wesentlich größer. In diesem Fall ist die BB-Kapazität so groß wie bei einem Plattenkondensator mit gleich großen Platten im doppelten Abstand: $C_{\text{BB}} = \epsilon_0 \cdot A/2D$. Die Begründung dafür liefert die Spiegelladungsmethode. Mit den obigen Daten ist die auf den BB wirkende Kraft $F_{\text{es}} = 19,1$ nN.

Die mathematische Beschreibung für die Auslenkung des BB für den Fall 1 ist in Anlehnung an [Demt94] in Anhang A1-A3 durchgeführt. Fall 2 ergibt sich durch Halbierung der Kräfte bzw. Drehmomente. Als Illustration für die Auslenkung des BB dient Abbildung 3.7. Da sich die elektrostatische Kraft über die gesamte Biegebalkenfläche verteilt, ist Gl. (3.6) nicht anwendbar. Auf ein Längenelement dx des *noch nicht ausgelenkten* BB wirkt die elektrostatische Kraft

$$dF_{\text{es}} = \frac{\epsilon_0 \cdot U^2}{D^2} dA = \frac{\epsilon_0 \cdot U^2 \cdot b}{D^2} dx. \quad (3.8)$$

Die Änderung der Kraft infolge der Annäherung des BB an die gegenüberliegende Kondensatorplatte wird vernachlässigt. Im BB gibt es eine *neutrale Faser*, deren Länge sich beim Biegen nicht ändert. Ihre Auslenkung $z(x)$ ergibt sich gemäß Anhang A1 für den rechteckigen, homogenen Biegebalken zu

$$z(x) = a \left(\frac{x^4}{12} - \frac{Lx^3}{3} + \frac{L^2 x^2}{2} \right) \quad \text{mit} \quad a = \frac{\epsilon_0 U^2}{D^2} \cdot \frac{6}{E \cdot d^3}. \quad (3.9)$$

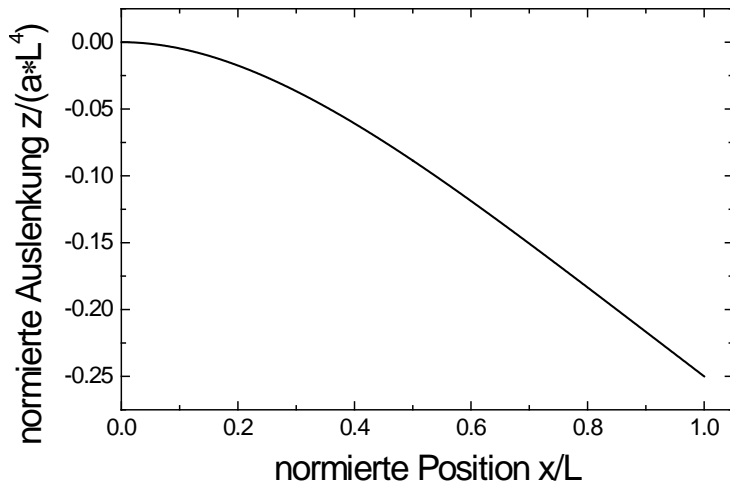


Abbildung 3.8: Normierte Auslenkung der neutralen Faser eines elektrostatisch ausgelenkten Biegebalkens als Funktion der normierten Position entlang des Biegebalkens.

Der Verlauf der Auslenkung $z(x)$ ist in Abbildung 3.8 in normierter Weise dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Krümmung des BB vorwiegend für $x < \frac{1}{2}L$, d.h. am fixierten BB-Ende erfolgt. Am freien Ende ist der Biegebalken zwar geneigt aber nahezu plan, da die elektrostatische Kraft hier nur ein vergleichsweise geringes Drehmoment bewirkt.

Für $x = L$ ergibt sich die Auslenkung des freien BB-Endes:

$$z(L) = \frac{aL^4}{4} = \frac{3}{2} \cdot \frac{\epsilon_0 U^2 L^4}{Ed^3 D^2}. \quad (3.10)$$

Würde die gesamte Kraft auf das freie Balkenende wirken, so ergäbe sich anstelle des Faktors $3/2$ in Gleichung (3.10) der Faktor 4, d.h. die Auslenkung des Biegebalkens wäre um den Faktor $8/3$ größer.

Die Vorhersage, wie groß die Auslenkung ist, hat praktische Bedeutung bei der Wahl der Abmessungen der Cantilever. Betrachtet man z.B. einen SiN-BB mit $d = 100 \text{ nm}$, $E = 260 \text{ GPa}$, $L = 100 \text{ }\mu\text{m}$, $D = 25 \text{ }\mu\text{m}$, so ergibt sich nach Gleichung (3.10) bei $U = 10 \text{ V}$ die Auslenkung $z(L) = 0,82 \text{ }\mu\text{m}$, bei 30 V ergibt sich $z(L) = 7,4 \text{ }\mu\text{m}$. Für einen BB mit $L = 30 \text{ }\mu\text{m}$ ergibt sich erst bei $U = 123 \text{ V}$ eine Auslenkung von $1 \text{ }\mu\text{m}$.

Je nachdem, welche Auslenkung $z_{\min}(L)$ nachgewiesen werden kann oder soll, kann die erforderliche Mindestlänge L_{\min} des BB bestimmt werden:

$$L_{\min} = \sqrt[4]{\frac{4 \cdot z(L)}{a}} = \sqrt[4]{\frac{2Ed^3 D^2 z_{\min}(L)}{3\epsilon_0 U^2}}. \quad (3.11)$$

Misst man die Auslenkung $z(x)$ eines BB an der Stelle x und bestimmt mit dem Ansatz

$$z(x) = B(x) \cdot U^2 \quad (3.12)$$

den Wert von $B(x)$, so lässt sich durch Vergleich mit den Gleichungen (3.9) oder (3.10) ein Zusammenhang mit den Größen E , d und D herstellen. Dieses Verfahren wird in Kapitel 4 bei der Auswertung von Messergebnissen für streifenförmige Cantilevern verwendet (Abschnitt 4.6.3). Beispielsweise ergibt sich der Elastizitätsmodul E aus der Auslenkung an den Stellen $x=L$ und $x = \frac{2}{3}L$ des Biegebalkens gemäß

$$E = \begin{cases} \frac{3}{2} \cdot \frac{\varepsilon_0 L^4}{b_z(x=L) \cdot d^3 D^2} & \text{für } x = L, \\ \frac{68}{81} \cdot \frac{\varepsilon_0 L^4}{b_z(x=\frac{2}{3}L) \cdot d^3 D^2} & \text{für } x = \frac{2}{3}L. \end{cases} \quad (3.13)$$

3.5.2 Biegebalken aus mehreren Materialien

Alle im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten Cantilever wurden ein- oder beidseitig metallisiert. Dies verbessert die Leitfähigkeit und vergrößert die Gesamtdicke d des BB. Die zur Beschichtung eingesetzten Materialien Chrom und Gold sind ähnlich elastisch ($E_{Cr} = 289$ GPa) wie SiN bzw. deutlich elastischer ($E_{Au} = 82$ GPa) als SiN. Bei symmetrischer Beschichtung des BB befindet sich die neutrale Faser wie zuvor vertikal in der Mitte des BB. Bei unsymmetrischer Beschichtung befindet sich die neutrale Faser in der Regel nicht exakt in der Mitte des BB. Kennt man die Dicken d_i und die Elastizitätsmodule E_i der vorhandenen Schichten, so kann man die vertikale Position der neutralen Faser bzw. die Position \hat{z}_0 der Unterseite des Cantilevers relativ zur neutralen Faser berechnen – siehe Anhang A2, Gleichung (A.14).

Für einen Biegebalken mit der SiN-Dicke $d_1 = 100$ nm, der Chromschicht-Dicke $d_2 = 30$ nm, und mit den Elastizitätsmodulen $E_1 = E_{SiN} = 260$ GPa und $E_2 = E_{Cr} = 289$ GPa ergibt sich $\hat{z}_0 = -66,3$ nm. Das bedeutet, dass sich die neutrale Faser 66,3 nm über der Unterseite des BB befindet und somit 1,3 nm oberhalb der geometrischen Mitte des BB liegt. Dies stimmt mit der Erwartung überein, da der Elastizitätsmodul von Chrom etwas größer ist als der von SiN. Mit einer ebenfalls 30 nm dicken Goldschicht ergibt sich $\hat{z}_0 = -55,6$ nm, d.h. die neutrale Faser befindet sich 9,4 nm unterhalb der Mitte des Biegebalkens.

Analog zu Gleichung (3.9) ergibt sich bei einem mehrschichtigen BB die Auslenkung der neutralen Faser gemäß Anhang A2 zu:

$$z(x) = \frac{a_k}{12} \cdot (4L^3 \cdot x + (L-x)^4 - L^4) = \frac{a_k x^4}{12} - \frac{a_k L x^3}{3} + \frac{a_k L^2 x^2}{2}. \quad (3.14)$$

Auch Abbildung 3.8 bleibt gültig, nur a wird durch a_k ersetzt mit

$$a_k = \frac{1,5 \cdot \varepsilon_0}{\sum_{i=1}^k E_i \cdot \left[\left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]} \cdot \frac{U^2}{D^2}. \quad (3.15)$$

Für das obige Beispiel des einseitig mit Chrom beschichteten SiN-Biegebalkens mit $k = 2$, $d_1 = 100$ nm, $E_1 = E_{SiN} = 260$ GPa, $d_2 = 30$ nm, $E_2 = E_{Cr} = 289$ GPa und $\hat{z}_0 = -66,3$ nm ergibt sich a_k zu

$$a_{k=2} = \frac{1,5 \cdot \varepsilon_0}{E_{SiN} \cdot 329707 \text{ nm}^3 + E_{Cr} \cdot 220202 \text{ nm}^3} \cdot \frac{U^2}{D^2}. \quad (3.16)$$

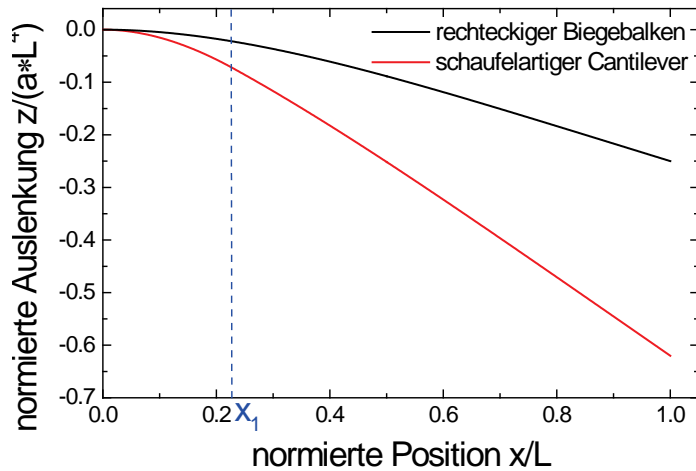


Abbildung 3.9: Normierte Auslenkung der neutralen Faser eines schaufelartigen Cantilevers (Halsbreite 30% der Schaufelbreite) im Vergleich mit der Auslenkung eines rechteckigen Biegebalkens.

Wären die Elastizitätsmodule von SiN und Cr gleich, $E_{\text{SiN}} = E_{\text{Cr}}$, so würde sich exakt derselbe Wert für den Faktor a wie mit Gleichung (3.9) und $d = 130 \mu\text{m}$ ergeben. Da aber $E_{\text{Cr}} > E_{\text{SiN}}$ ist, wird a etwas (4,4%) kleiner, d.h. der BB aus Siliziumnitrid mit einer Chromschicht wird 4,4% weniger gebogen, als wenn der BB 130 nm dick und komplett aus Siliziumnitrid wäre. Dabei ist der beschichtete BB nur halb so elastisch wie der unbeschichtete BB.

3.5.3 Schaufelartige Cantilever

Im Rahmen dieser Arbeit wurden neben rechteckigen Biegebalken viele Cantilever in Schaufelform hergestellt. Bei diesen hängt eine quadratische Fläche der Breite $b_2=100 \mu\text{m}$ an einem „Hals“ der deutlich kleineren Breite $b_1=30 \mu\text{m}$. Der Hals hat dabei die Länge $x_1=30 \mu\text{m}$, und die gesamte Cantileverlänge ist $L = 130 \mu\text{m}$. Für diesen Fall ergibt sich gemäß Anhang A3 die Auslenkung der neutralen Faser zu

$$\frac{z(x)}{aL^4} = \begin{cases} \frac{\tilde{x}^4}{12} - 0,932\tilde{x}^3 + 1,60 \cdot \tilde{x}^2 & \text{für } \tilde{x} < \tilde{x}_1 \\ \frac{\tilde{x}^4}{12} - \frac{\tilde{x}^3}{3} + \frac{\tilde{x}^2}{2} + 0,414 \cdot \tilde{x} - 0,0441 & \text{für } \tilde{x} > \tilde{x}_1 \end{cases}, \quad (3.17)$$

wobei $\tilde{x} \equiv x/L$ ist. a wird dabei nach Gleichung (3.9) bzw. (3.15) berechnet, je nachdem, aus wie vielen Schichten die Schaufel besteht.

Der Verlauf der Auslenkung $z(x)$ der neutralen Faser ist für dieses Beispiel in Abbildung 3.9 normiert und im Vergleich zur Auslenkung eines rechteckigen BB dargestellt. Wie zu erwarten ist, ergibt sich für den schaufelartigen Cantilever eine deutlich stärkere Auslenkung. Die Schaufelfläche ist dabei viel schwächer gekrümmt als der Hals des Cantilevers. Für $x = L$ ergibt sich die Auslenkung des freien Schaufelendes zu :

$$\frac{z(L)}{a} = \frac{L^4}{3} + \frac{b_2 - b_1}{b_1} (L^3 x_1 - L^2 x_1^2) - \frac{b_2 - b_1}{6b_1} (x_1^4 - 4Lx_1^3 + 3L^2 x_1^2). \quad (3.18)$$



Die in diesem Unterkapitel und in Anhang A1-A3 dargelegten analytischen Vorhersagen werden im folgenden Kapitel zur Analyse experimenteller Ergebnisse eingesetzt.

Kapitel 4

Nanostrukturierung von Siliziumnitrid-Membranen. Experimente

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die zahlreichen Experimente, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit an und mit SiN-Membranen durchgeführt wurden. Am Anfang stehen die physikalischen und chemischen Eigenschaften der Membranen im Mittelpunkt. Die folgenden Untersuchungen zur Wechselwirkung des Ga⁺-Ionenstrahls mit den Membranen und in Bezug auf die Beschichtung ermöglichen die Präparation für unterschiedliche Anwendungen. Den Schwerpunkt dieses Kapitels bilden die Berichte über die Konzepte und Versuche, Mikrorollen und Cantilever aus den Membranen herzustellen, sowie die Messungen an den in Plattenkondensatoren integrierten Cantilevern. Eine Zusammenfassung schließt das Kapitel.

4.1 Untersuchung und Präparation von Siliziumnitrid-Membranen

4.1.1 Überprüfung der Stöchiometrie und Dicke der SiN-Membranen

Bei FIB-Strukturierungen von SiN-Membranen im Rahmen dieser Arbeit kam es immer wieder zu unterschiedlichsten Ergebnissen, auch wenn die Strukturierungen auf die gleiche Weise durchgeführt und alle äußeren Bedingungen und Parameter kontrolliert identisch gehalten wurden. Dabei fiel auf, dass sich Membranen einer Liefercharge nahezu gleich verhalten, hingegen weichen die Strukturierungsergebnisse bei Membranen aus unterschiedlichen Chargen zum Teil extrem voneinander ab. Daher stellte sich die Frage nach der herstellerseitigen Kontrolle von Stöchiometrie und Eigenspannung der Membranen. Mit Hilfe von energiedispersiver Röntgenspektroskopie (engl.: **E**nergy **D**ispersive **X**-ray spectroscopy, EDX) wurden fünf Membranen des Herstellers Silson aus verschiedenen Lieferungen untersucht und deren chemische Zusammensetzungen verglichen. Die untersuchten Membranen sind in Abbildung 4.1 abgebildet. In Tabelle 4.1 sind die Ergebnisse der EDX-Untersuchungen zusammengetragen.

Die EDX-Messungen zeigen, dass Membranen desselben Herstellers mit angeblich identischen Eigenschaften sich wesentlich unterscheiden können. Es gibt *erhebliche* Unterschiede

Nr.	Dicke (nm)	Lieferung	Stickstoff	Silizium	N/Si	FIB-Verhalten gleichartiger Membranen
			atomarer Anteil (%)			
M1	100	2011-1	51,2	38,9	1,32	geplatzt
M2	100	2010-1	47,6	39,4	1,21	gut
M3	50	2010-2	45,9	35,9	1,28	Streifen hängen
M4	200	2010-3	49,4	28,9	1,71	geplatzt
M5	100	2009	50,0	40,1	1,25	gut

Tabelle 4.1: Zusammenfassung der EDX-Spektren anhand der K-Linien von N und Si. Zum Vergleich: Stöchiometrisches Si₃N₄ hat 42% Silizium und 57% Stickstoff; N/Si = 1,33.

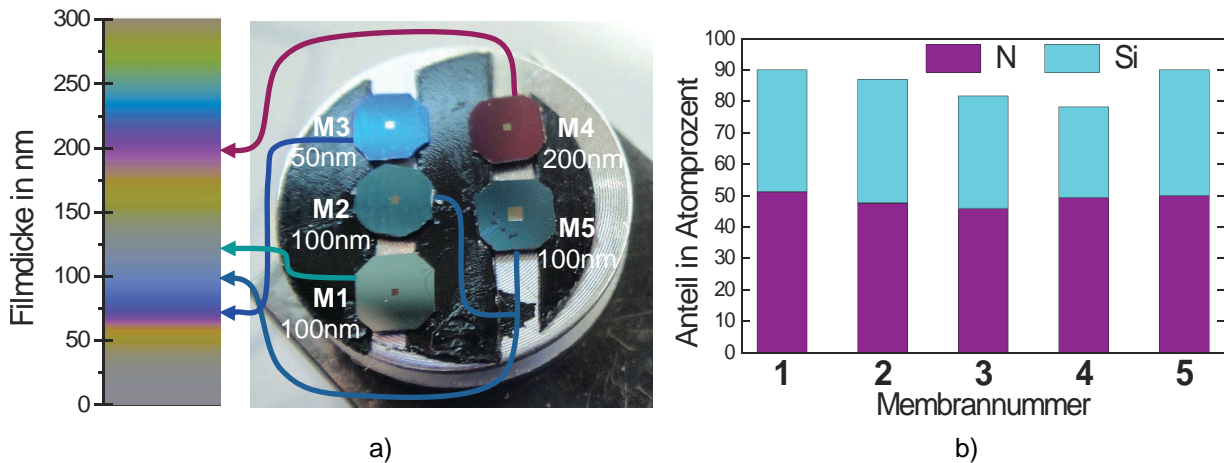


Abbildung 4.1: a) Fünf Membranen, die mittels EDX untersucht wurden (fotografiert unter 26°). Die verschiedenen Farben entsprechen verschiedenen dicken SiN-Schichten. Links ist das Spektrum der Lichtreflexe als Funktion der SiN-Schicht-Dicke auf dem Si-Substrat [Clea12] dargestellt. Die Membranen M1, M2 und M5 haben laut Hersteller die gleiche Dicke 100 nm, stammen aber aus verschiedenen Chargen und haben leicht unterschiedlichen Farbton des reflektierten Lichts. b) Zusammensetzung der 5 Membranen aus a) gemäß EDX-Analyse.

in der Stöchiometrie. Der gemessene atomare Siliziumanteil variiert zwischen knapp 29% und 40%, der Stickstoffanteil zwischen knapp 46% und gut 51%. Membranen, welche aus der selben Charge stammten wie die Membran M4 mit dem geringsten Si-Anteil, platzten bei der Strukturierung mittels FIB ebenso regelmäßig wie Membranen, welche aus der selben Charge stammten wie die Membran M1 mit dem höchsten Stickstoffanteil. Die Membranen M1 und M4 weisen also größere Zug-Eigenspannungen auf. Die im Vergleich besten FIB- Strukturierungs-Ergebnisse ergaben sich bei Membranen aus den Chargen der Membranen M2 und M5 – das sind die beiden untersuchten Membranen mit dem höchsten Si-Anteil. Insofern besteht Übereinstimmung mit der Aussage, dass siliziumreiche Membranen geringe Eigenspannung aufweisen [Gard96]. Zusammenfassend lässt sich sagen: Membranen mit hohem Si-Anteil lassen sich gut strukturieren, da sie ausreichend geringe (Zug-) Eigenspannung haben. Vom gleichen Hersteller erhält man aber in verschiedenen Lieferchargen nominell identisch gefertigte Membranen, die in der Praxis deutlich andere Stöchiometrie und größere Eigenspannung haben, so dass sie bei der Strukturierung per Ionenstrahl reißen.

Betrachtet man die fünf Membranträger (SiN auf Si) in Abbildung 4.1 optisch, so fällt auf, dass sie verschiedene Farben haben, d.h. die Wellenlängenabhängigkeit der Lichtreflexion durch die Membranträger unterscheidet sich. Dies lässt sich wie folgt erklären: Licht, welches auf die SiN-Schicht trifft, wird aufgrund des jeweiligen Unterschieds der Brechungsindizes n sowohl an der Grenzfläche zwischen Luft und SiN ($n \approx 2$), als auch an der Grenzfläche zwischen SiN und Si ($n \approx 4$) jeweils mit Phasensprung um π reflektiert. Je nach Dicke d der SiN-Schicht, und je nach Lichteinfallswinkel (= Reflexionswinkel) α ergibt sich ein anderer Gangunterschied g zwischen den beiden reflektierten Teilwellen:

$$g = 2d \cdot \left(\frac{n_{\text{SiN}}}{\cos \beta} - \sin \alpha \cdot \tan \beta \right) \quad \text{mit} \quad \beta = \sin^{-1} \left(\frac{\sin \alpha}{n_{\text{SiN}}} \right). \quad (4.1)$$

Dementsprechend kommt es je nach Lichtwellenlänge λ und Reflexionswinkel α zu konstruktiver oder destruktiver Interferenz. Im reflektierten Licht dominieren die Lichtwellenlängen λ_m für die sich gemäß

$$g \approx m \cdot \lambda_m \quad \text{mit} \quad m \in \{1; 2; 3; \dots\} \quad (4.2)$$

konstruktive Interferenz ergibt, gegenüber denjenigen Lichtwellenlängen, für die sich die beiden Teilwellen weitgehend auslöschen; $g \approx (m \pm 0,5) \cdot \lambda_m$. Die Farbe des reflektierten Lichts ist folglich ein direkter Hinweis auf Membrandicke und -Brechungsindex. In Abbildung 4.1 a) ist ganz links für den Einfallswinkel $\alpha = 26^\circ$ das Farbspektrum des Lichtreflexes als Funktion der Membrandicke dargestellt (siehe auch Anhang A5). Dieses Farbspektrum ergibt sich durch Integration im sichtbaren Spektralbereich über die Reflektivität $R(\lambda)$, welche je nach Wellenlänge λ und Gangunterschied g zwischen 0 und 1 variiert. Konkret ergibt sich für $d = 100$ nm ein blaugrüner Farbton. Richtig weisen die drei Membranen mit der nominellen Dicke $d = 100$ nm blaugüne Farbtöne auf. Die vorhandenen Unterschiede der Farbtöne deuten auf eine Schwankung der Dicke und/oder des Brechungsindex der SiN-Schicht. Dies ist ein Beleg für die Verschiedenheit der Eigenschaften von Membranen mit nominell identischer Spezifikation. Für die Membran M3 mit der nominellen Dicke 50 nm ergibt sich theoretisch ein gelblicher Farbton, beobachtet wird aber ein blauer Reflex. Hier liegt eine erheblich größere Schichtdicke und/oder ein erhöhter Brechungsindex vor als spezifiziert.

4.1.2 Einfluss von Temperatur und Luftfeuchtigkeit auf die SiN-Membranen

Außer den Parametern der Herstellung der Membranen könnten auch Faktoren der Umgebung einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der dünnen Siliziumnitrid-Filme haben [Gard96]. Es wurde daher geprüft, ob Temperatur und Feuchtigkeit zu Verspannungen führen und das Platzen der Membranen beim Strukturieren verursachen. Der Hersteller SPI Supplies gibt an, dass die SiN-Membranen dazu tendieren, hydrophob zu sein. Um die Feuchtigkeitsbeständigkeit der Membranen zu verifizieren, wurden Membranen in unterschiedlicher Weise Feuchtigkeit ausgesetzt. Nach anschließender Metallisierung wurden mit FIB auf gleiche Weise und bei identischen Strahl-Eigenschaften freistehende viereckige Streifen strukturiert. Die Ergebnisse der Bearbeitung mit dem FIB waren gleich, egal ob die Membranen direkt aus der luftdichten Verpackung des Herstellers genommen, bei unterschiedlichen Luftfeuchtigkeiten gelagert oder sogar vor der weiteren Bearbeitung in ein Wasserbad gesteckt wurden.

In einem weiteren Experiment wurde das Verhalten der Membranen untersucht, nachdem sie verschiedenen Temperaturen ausgesetzt waren. Je eine Membran wurde *vor* der Metall-Beschichtung für je 3 Minuten entweder bis 77°K gekühlt oder bis 200°C geheizt. Zwei weitere Membranen wurden *nach* der Metall-Beschichtung für 3 Minuten bis 77°K gekühlt bzw. bis 200°C geheizt. Diese vier Membranen und eine Referenz-Membran, die immer bei Raumtemperatur gehalten wurde, wurden am selben Tag von beiden Seiten jeweils mit 15 nm Chrom beschichtet. Schließlich wurden aus allen fünf Membranen mittels FIB bei 200 pA Ionenstromstärke jeweils Streifen mit identischen geometrischen Dimensionen ausgeschnitten. Alle ausgeschnittenen Streifen sahen gleich aus und wölbten sich in gleicher Weise in

Strahlrichtung – übereinstimmend mit früheren Ergebnissen mit ungekühlten/ungeheizten Membranen.

In der Zwischenzeit hat die Firma SPI Supplies veröffentlicht, dass das Erhitzen von unbeschichteten Membranen für ein paar Minuten bis zu 1000°C und darauf folgendes Abkühlen auf Raumtemperatur innerhalb von 15 Minuten nicht zum Platzen der Membranen führt [SPI12].

Die Erkenntnis, dass das Verhalten von SiN-Membranen nicht oder kaum von äußeren Bedingungen wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit abhängt, stellt die Frage nach der herstellungsabhängigen Eigenspannung der Membranen in den Mittelpunkt. Die Eigenspannung ist ein wichtiger Parameter, welcher die Funktionsfähigkeit und die Reproduzierbarkeit von Sensoren aus dünnen Membranen entscheidend beeinflusst.

4.1.3 Strahlprofil und Nanoporen

Ausgehend von den Überlegungen in Abschnitt 3.3 wurde in dieser Arbeit experimentell untersucht, in welchem Maße die Membranzusammensetzung durch den Ga⁺-Ionenstrahl verändert wird. Dazu wurde eine Membran mit Paaren gleich großer FIB-Schnitte strukturiert. Ein Schnitte-Paar besteht jeweils aus einem mit Liniendosis in einem Zyklus strukturiertem Schnitt und einem mit Flächendosis in 100 Zyklen strukturiertem Schnitt, wie in Abbildung 4.2 skizziert ist. Die Paare wurden mit verschiedenen Blenden und entsprechend anderen Ionenströmen geschrieben. Für eine Blende (Ionenstrom 200 pA), die am meisten für Strukturieren eingesetzt wird, wurde zusätzlich die deponierte Ionendosis variiert, und zwar die Liniendosis ebenso wie die Flächendosis. Anschließend wurde für alle Schnitte mit EDX senkrecht zur Schnittrichtung ein Linienprofil der Zusammensetzung der Membran erstellt. Zwei Beispiele der EDX-Linienprofile sind in Abbildung 4.3 dargestellt.

Wie zu erwarten, befindet sich direkt an der Schnittkante Gallium in der Membran. Das Gallium-Signal fällt bei allen Schnitten innerhalb von 1 µm Abstand zur Schnittkante auf die Stärke des Untergrundsignals ab. Die EDX-Auflösung ist ungefähr 0,5 µm und erlaubt somit nicht die genaue Strahlprofilbestimmung in den Fällen, in denen die Strahlflanken schmaler als 0,5 µm sind. Es kann aber die Aussage gemacht werden, dass bei denjenigen Schnitten, die mit auf mehrere Zyklen verteilter Flächendosis präpariert wurden, die mit Ga kontaminierten Bereiche schmaler als 0,5 µm (bezogen auf die Nachweisgrenze mittels EDX) sind. Hingegen ist bei den mit Liniendosis erzeugten Schnitten implantiertes Gallium bis zu 0,7-0,8 µm Entfernung vom Schnitt nachweisbar. Die geringere Ausdehnung der Ga-Implantation bei den flächig erzeugten Schnitten lässt sich auf die mäanderförmige Bewegung des Ionenstrahls

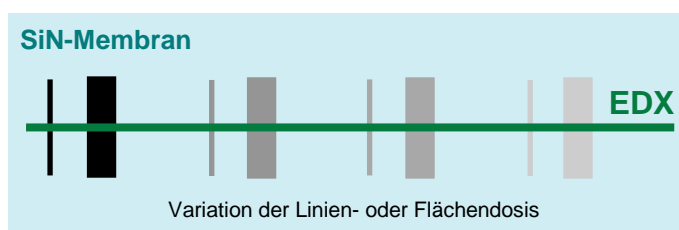


Abbildung 4.2: Schnitte-Paare in SiN-Membran - jeweils ein mit Liniendosis in einem Zyklus strukturierter Schnitt und ein mit Flächendosis in 100 Zyklen strukturierter Schnitt. Entlang der grünen Linie wurde ein EDX-Profil aufgenommen.

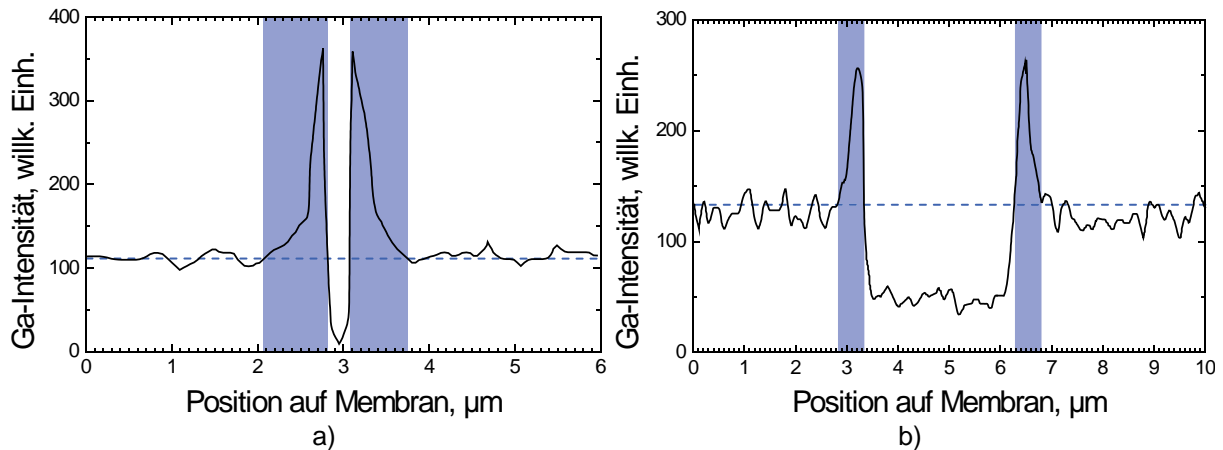


Abbildung 4.3: EDX-Linienprofile von zwei FIB-Schnitten in einer Cr-beschichteten SiN-Membran: a) geschnitten mit einem schnellen Scan mit Liniendosis; b) geschnitten mit Mäanderscan in 100 Zyklen als 3 µm breite Fläche.

zurückführen, denn bei dieser Bewegung ist die Mitte des Ionenstrahls im Mittel weiter von der Schnittkante entfernt als wenn der Ionenstrahl in einem Zyklus entlang der Schnittlinie bewegt wird. Somit ist das flächige, mäanderförmige Schneiden die Strukturierungs-Methode, mit der sich die Ionenimplantation und ihre Konsequenzen reduzieren lassen.

Informationen über das Strahlprofil werden auch aus dem Sputtern kleiner Löcher gewonnen. Durch die Betrachtung der gesputterten Löcher erhält man einen Wert für den Strahldurchmesser. Die Ausdehnung des hell erscheinenden Halo um die Löcher korreliert mit der Breite der Flanken des Strahls. Die Kreissymmetrie des Halos ist dabei ein Indiz für die Güte der Fokussierung des FIB bzw. für den Einfluss von Astigmatismus und/oder Koma. Ein kreisrunder Halo deutet auf eine gut justierte Ionenoptik hin. So ist die schnelle und einfache Prozedur, Löcher zu schießen und zu inspizieren, zur alltäglichen Strahlkontrolle-Methode geworden. Das funktioniert selbstverständlich auch für Bulk-Material.

Bei der Strahlkontrolle auf SiN-Membranen wurde ein interessanter Effekt beobachtet, der sehr ähnlich ist zu dem, was Li et al. 2001 in *Nature* [Li01] berichteten. Li et al. bestrahlten mittels FIB eine freistehende SiN-Membran mit 3 keV Ar^+ -Ionen und erzeugten so Membranöffnungen (Poren) von 60 nm Durchmesser. Die überraschende Beobachtung war, dass diese Poren während des weiteren Ionenbeschusses schrumpften – siehe Abbildung 4.4. Bei ausreichender Dosis schließen sich die Poren ganz, was durch den auf Null sinkenden Ar^+ -Ionen-Strom durch die Poren bestätigt wird. Der Effekt ist bei Beschuss mit gepulstem

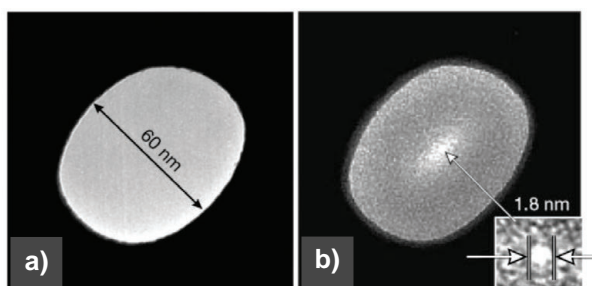


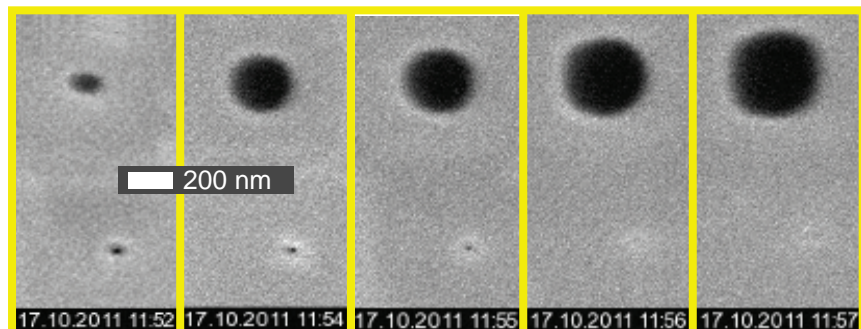
Abbildung 4.4: TEM-Bilder aus [Li01]: a) Mit dem FIB in eine 500 nm dicke SiN-Membran durchgearbeitete Öffnung, b) dieselbe Öffnung, die sich durch weiteres Bestrahlen geschlossen hat.

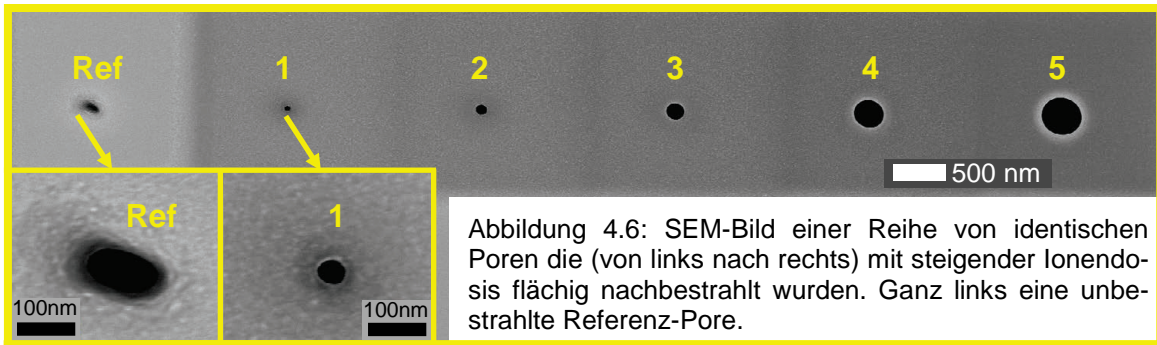
Ionenstrahl ausgeprägter als mit kontinuierlichem Strahl. Die Autoren erklären das Verschließen der Poren durch die Bildung einer sehr dünnen (~ 10 nm) Schicht, die von einem FIB-induzierten lateralen atomaren SiN-Fluss in Richtung Pore erzeugt wird. Sich selbstschließende Poren wurden von Li et. al. erfolgreich für DNA-Untersuchungen eingesetzt und sind seitdem ziemlich schnell beliebt geworden. In der letzten Dekade werden sie in physikalischen und bio-medizinischen Forschungsbereichen als nanoporenbasierte-Biosensoren (für z.B. Einzelmolekül-Nachweis) verwendet [Li01, Geor10].

Im Rahmen dieser Arbeit wurden SiN-Membranen der Dicke $D = 100$ nm mit 30 keV Ga^+ -Ionen bestrahlt. Die Membranen waren mit Chrom oder Gold oder mit Chrom und Gold beschichtet. Die Metallschichtdicke variierte zwischen 10 nm und 40 nm. Strukturiert wurde mit 45 pA Ionenstrom. Poren mit 50 nm bis 140 nm Durchmessern wurden im Spot-Mode erzeugt. Während der weiteren FIB-Einwirkung verkleinert und verschließt sich ein Teil der Poren. Ähnlich wie bei Li mit gepulstem Strahl schließen sich kleine runde Poren, wenn der Stahl rasch aus dem Fokus und zurück gebracht wird – ein Beispiel ist in der unteren Reihe der Abbildung 4.5 gezeigt. Die Poren werden kleiner und schließen sich auch dann, wenn sie gemeinsam mit der Umgebung (einige μm^2) gleichmäßig bestrahlt werden. Allerdings ist es in diesem Fall nicht einfach, die entsprechende Ionendosis zu bestimmen, da eine nur geringfügig zu große Dosis die dünne Schicht in der Pore wieder zerstört.

EDX-Untersuchungen zeigten, dass der Effekt des Schrumpfens nur auftritt, wenn die Ionendosis groß genug ist, um die Metallschicht komplett zu entfernen und das Siliziumnitrid anzugreifen. Somit spielen Beschichtungs-Material und -Dicke hier keine Rolle. Für Membranen mit 100 nm Dicke und einen 45 pA Ga^+ -Strahl mit $U_{\text{acc}} = 30$ keV wurde ein kritischer Porendurchmesser von 90 nm gefunden. Bei etwas größeren Anfangsdurchmessern werden Poren erst kleiner, schließen sich aber nicht komplett sondern werden bei weiterem Ionenbeschuss wieder größer. Poren mit Durchmessern ab 140 nm wachsen kontinuierlich. Für Poren mit einem anfänglichen Durchmesser von 50 nm gelingt es, bis zu 90 % der Poren zu schließen. Der erzielte Porendurchmesser hängt von Stärke und Dauer des Ionenbeschusses ab. Abbildung 4.6 zeigt eine Reihe von Poren, die anfänglich gleichen Durchmesser und gleiche Form hatten und danach, ausgenommen die Referenzpore ganz links, mit steigenden Flächendosen bestrahlt wurden (im Bild von links nach rechts). Bei kleinster Zusatzdosis (Nummer 1 in Abbildung 4.6) beobachtet man eine deutliche Verkleinerung der Pore, alle Poren zeigen dabei eine Veränderung ihrer Form in Richtung besserer Kreisförmigkeit.

Abbildung 4.5: Zeitliche Sequenz von FIB-Bildern zweier Poren mit verschiedenen Ausgangsdurchmessern, die mit gepulstem Strahl 5 Minuten weiter bestrahlt wurden. Die obere Pore ist ca. 140 nm breit und wird immer größer. Die untere Pore ist ca. 60 nm breit und schließt sich.





In den letzten Jahren zeigt sich ein steigendes Interesse an Nanoporen. Es wurde quantitativ untersucht, wie der Porendurchmesser von Anfangsdurchmesser, Ionenstrom und Zeit abhängt. Dabei wurde ein *Memory-Effekt* beobachtet, d.h. Poren gleicher aktueller Größe schließen sich umso schneller, je kleiner sie anfänglich waren [Geor10, Lieb11]. Es ist inzwischen möglich, Poren gewünschter Größe kontrolliert herzustellen. Dabei gibt es noch offene Fragen, z.B. lässt sich die Topographie des Materials, welches die Pore verschließt, theoretisch vorhersagen, aber es gibt noch keine Möglichkeit, diese Topographie zu messen. Dementsprechend gibt es noch viel Raum für weitere Forschung auf diesem Feld.

4.2 Beschichtung von SiN-Membranen (allgemein)

Die Erfordernis, SiN-Membranen leitend zu beschichten, entsteht aus dem Umstand, dass sich nichtleitende Objekte bei der Strukturierung mit einem Ga^+ -Ionenstrahl notwendigerweise elektrisch positiv aufladen. Die Aufladung führt bei Membranen dazu, dass sie in Strahlrichtung ausgelenkt werden, da sie von der Spiegelladung auf dem leitfähigen Probenträger angezogen werden. Dadurch wird das Fokussieren erschwert bzw. nach dem Fokussieren gerät der zu bearbeitende Bereich sehr schnell aus dem Fokus und/oder wölbt sich so, dass der Ionenstrahl nicht mehr senkrecht auf die Membranfläche trifft. Zudem driftet das ganze Bild, da die Aufladung auch den Ionenstrahl ablenkt. Durch das Auslenken der Membran und durch das Driften werden Flächen- und Liniendosis auf eine größere Fläche verteilt als gewünscht, so dass die Dosis stellenweise nicht ausreicht, um die Membran vollständig durchzuschneiden. Das Wölben, Zittern oder Aufstellen der Membran erfolgt in verschiedenen Bereichen des Membranfensters verschieden stark – abhängig von der Nähe zum Fensterrand und von Größe und Form der auszuscheidenden Strukturen. Deswegen lassen sich diese Effekte nicht durch

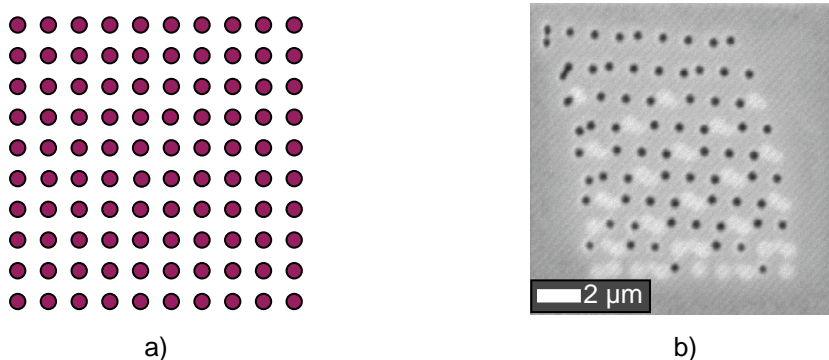


Abbildung 4.7: a) Ein regelmäßiges Layout, welches in eine Membran gearbeitet werden sollte b) Das Ergebnis auf einer dünn (7 nm) mit Gold beschichteten aber schlecht kontaktierten Membran.

einfaches Erhöhen der Dosis ausgleichen. Ein typisches Beispiel für ein starkes Abweichen vom gewünschten Layout wegen schlechter Erdung der Membran ist in Abbildung 4.7 zu sehen. Um solche Ergebnisse auszuschließen, wurden die Membranen vor der Bearbeitung mit FIB immer metallisiert und anschließend in der FIB-Vakuumkammer stets sorgfältig geerdet.

Für die Metallisierung der Membranen wurden zwei „Sputter Coater“ eingesetzt: Emitech K550 für die Holographie-Membranen (siehe unten) und das Nachfolgemodell Emitech K575XD für die Membranen, aus denen Cantilever ausgeschnitten wurden. Einsatzzweck des Emitech K575XD ist die Herstellung elektrisch leitender Beschichtungen für Elektronenmikroskopie und Dünnschichttechnik. Das Gerät ist ein so genannter Chrom- oder Hochvakuum-Sputter-Coater; er verfügt über zwei Targets (Gold & Chrom). Es gibt die Möglichkeit, Targets einzeln auszuwählen oder zeitsparend eine sequentielle Beschichtung mit zwei verschiedenen Sputtermaterialien ohne Vakuumbruch zu programmieren. Des Weiteren erlaubt die Anlage die Dauer der Beschichtung oder direkt die Schichtdicke zu programmieren. Im letzteren Fall wird die Dicke mit einem Schwingquarz kontrolliert. Mit der Schwingquarz-Messtechnik wird die Massenzunahme eines dem Dampf ausgesetzten oszillierenden Quarzplättchens über die Änderung seiner Resonanzfrequenz bestimmt; daraus wird auf die Schichtdicke auf dem Substrat geschlossen. Diese Technik ermöglicht *in situ* Messungen der Schichtdicke und der Aufwachsrate während der Beschichtung.

4.2.1 Beschichtung und Bearbeitung von SiN-Membranen für Röntgenholografie

Für röntgenholografische Experimente werden im IAP der Universität Hamburg röntgenoptisch undurchsichtige Proben mit einem Fenster und mehreren Referenzlöchern benötigt. Als die Entscheidung getroffen war, diese Proben mit Hilfe vom FIB aus SiN-Membranen herzustellen, stellte sich die Frage nach der erforderlichen Beschichtung der Membranen. Zuerst wurde Gold als Beschichtungsmaterial ausgewählt. Dafür gibt es neben der starken Röntgenabsorption zwei Gründe: Erstens macht die hohe Abtragsrate von $1,6 \mu\text{m}^3/\text{nC}$ die Strukturierung per Ionenstrahl sehr zeitsparend. Zweitens sorgt die große Sekundärelektronen-Ausbeute für einen hohen Kontrast bei der Betrachtung mit FIB. Schon die ersten Experimente zeigten, dass die Beschichtung der Membran nur mit Gold nicht zum gewünschten Ergebnis führen kann. Der Grund dafür ist stark ausgeprägtes Channeling der Ga^+ -Ionen in den Gold-Mikrokristalliten, was zu ungleichmäßigem Materialabtrag führt. Abbildung 4.8 zeigt FIB-Bilder einer Membranoberfläche, die mit 600 nm Gold bedampft ist, und in die mit homogener

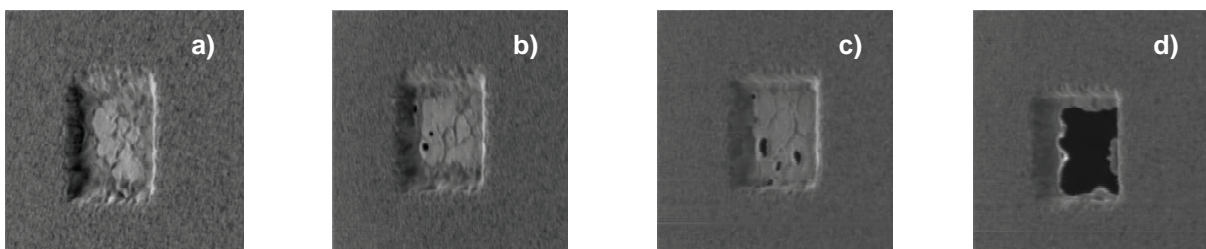


Abbildung 4.8: Vier zeitlich aufeinander folgende FIB-Aufnahmen (unter 45° betrachtet) derselben Stelle auf einer SiN-Membran, die lokal von Gold befreit werden sollte um ein transparentes Fenster von $3 \times 3 \mu\text{m}$ zu präparieren. Schon nach kurzer Zeit entstehen erste Löcher in der Membran (b), die sich weiter vergrößern (c und d) und so diesen Ansatz unbrauchbar machen.

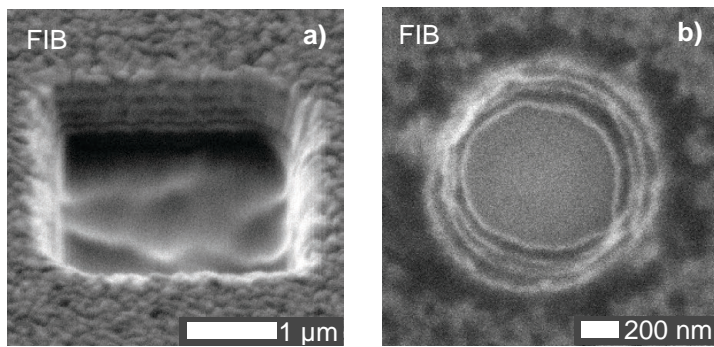


Abbildung 4.9: FIB-Aufnahmen von Gräben, die durch $(\text{Au}_{100\text{nm}}\text{Pd}_{100\text{nm}})_4$ -Schichten auf den Si-Rahmen eines Membranhalters geschrieben wurden. a) Strukturierung in 100 Zyklen, Betrachtung unter 45° ; b) eine kegelförmige Öffnung, die sich bei der Strukturierung in einem Zyklus ergibt, die Au- und Pd-Schichten kommen als Ringe zum Vorschein.

Ionenbestrahlung ein $3 \times 3 \mu\text{m}$ großes Viereck gesputtert wurde. Dabei sieht man in der zeitlichen Abfolge, dass es bereits an einigen Stellen zu Löchern in der Membran kommt, während die Goldschicht in anderen Bereichen noch nicht vollständig abgetragen ist. Erst erkennt man Unebenheiten der Oberfläche, dann stark ausgeprägte Inseln und schließlich entstehen Löcher in der Membran, noch bevor die Gold-Inseln verschwinden. Dieses Problem wurde gelöst durch das abwechselnde Aufdampfen von Gold- und Palladium-Schichten.

Die Pd-Schichten begrenzen Wachstum und Größe der Goldkristalle. Die neuartige Membranbeschichtung besteht also aus je vier Mal abwechselnd 100 nm Au und 100 nm Pd. Abbildung 4.9 a) zeigt FIB-Aufnahmen so einer Schichtstruktur auf Silizium, die nach dem lokalen Abtrag der Schichten aufgenommen wurden. Deutlich erkennt man abwechselnd helle und dunkle Streifen, die Gold und Palladium entsprechen. Palladium-Schichten sehen heller aus, da bei 30 keV Ga^+ Palladium eine höhere SE-Ausbeute aufweist. Sehr helle Ringe in Abbildung 4.9 b) sind Folge des Kanteneffekts an den Grenzflächen Au/Pd bzw. Pd/Au.

Die Feststellung, dass sich die Sekundärelektronen-Ausbeuten von Gold und Palladium so deutlich und sichtbar unterscheiden, führte zu der Idee, das Abtragen mit dem Ionenstrahl live

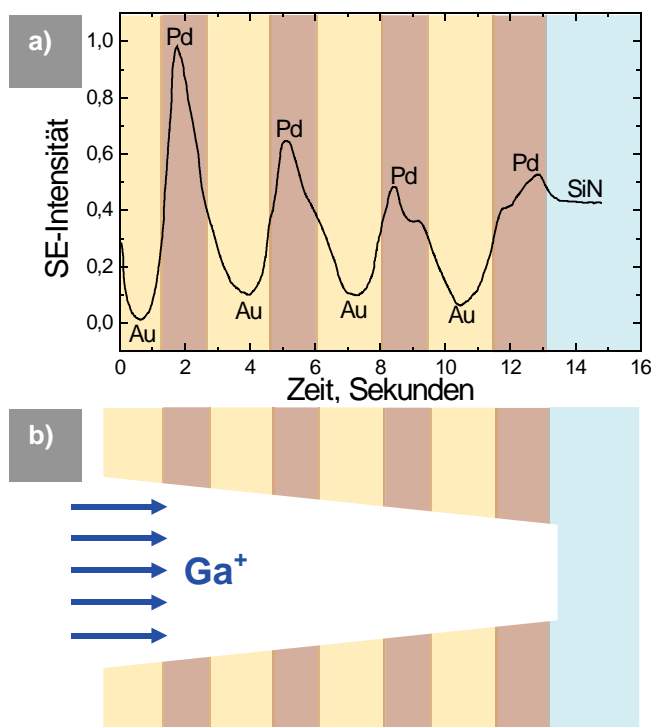
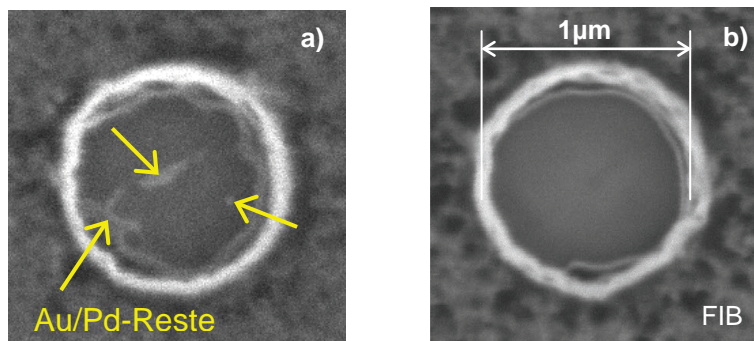


Abbildung 4.10: a) Das typische SE-Signal beim Abtragen einer $(\text{Au}_{100\text{nm}}\text{Pd}_{100\text{nm}})_4$ -Schicht. Das Signal zeigt die wechselnde Helligkeit mit der Zeit bzw. Ga^+ -Ionendosis zwischen Au- und Pd-Schichten und den Übergang zu SiN. b) Schematische Zeichnung des entstehenden Objektlochs.

Abbildung 4.11: a) Au/Pd-Reste auf SiN-Oberfläche nach computergesteuertem FIB-Sputtern, b) die gleiche SiN-Oberfläche nachdem manuell mit Ionenstrahl „geputzt“ wurde.



mit dem SE-Detektor zu beobachten. Wie erwartet, konnte man beim Übergang zwischen den Schichten die Änderung der Helligkeit beobachten. Somit entstand eine zuverlässige Methode, den Fortschritt des Materialabtrags bei der Objektlochstrukturierung zu kontrollieren: Es wurden Flächen benötigter Geometrie mit dem FIB-Strahl strukturiert, dabei wurde das Sekundärelektronensignal aufgezeichnet, es weist abwechselnd Maxima für Palladium und Minima für Gold auf. So hat man genügend Zeit zu reagieren und den Ionenstrahl abzuschalten, bevor ein Loch in der Membran entsteht. Abbildung 4.10 a) zeigt den typischen Signalverlauf. Auf diese Weise bekommt man ein Objektloch mit wenigen Resten der letzten Deckschicht auf der Oberfläche. Diese Gold-Palladiumreste haben wesentlich geringere Höhe als bei reiner Goldbeschichtung. Sie lassen sich mit dem FIB-Strahl gezielt manuell abtragen, ohne die Membran selbst zu beschädigen. Abbildung 4.11 b) zeigt ein Endergebnis dieser Methode: Ein sauberes, rundes SiN-Fenster ohne Schaden, in welchem die Metalle vollständig entfernt sind.

Leider war aus technischen Gründen (zeitweiser Ausfall der FIB-Anlage) eine Fortsetzung der Arbeit an den Membranen für Röntgenholografie im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich. Doch das oben entwickelte Verfahren wurde übernommen und sehr erfolgreich für die Herstellung von Proben für die Röntgenholografie eingesetzt [Stre09, Stic10].

4.2.2 Beschichtungsmaterialien für Cantilever-Sensoren

Wie schon im vorangehenden Abschnitt erwähnt wurde, hat Gold als Beschichtungsmaterial eine hohe Sekundärelektronen-Ausbeute, was die Beobachtung der Bearbeitung der Probe mit dem Ionenstrahl erleichtert. Außerdem oxidiert Gold nicht und hat eine hohe Abtragsrate ($1,6 \mu\text{m}^3/\text{nC}$), was zu kurzen Bearbeitungszeiten führt. Das ist einerseits vorteilhaft für die Herstellung großer Strukturen, andererseits müssen dickere Schichten aufgedampft werden, damit während der Vorbereitungen zur Strukturierung und der begleitenden FIB-Aufnahmen die Metallschicht nicht komplett abgetragen wird. Ein anderer Nachteil in Bezug auf die Metallisierung von SiN-Membranen ist die Tatsache, dass Gold als Edelmetall (Van-der-Waals-Bindung) schlecht auf Si und SiN haftet, daher leicht von diesen Materialien abplatzt und deswegen für weitere Kontaktierungsschritte, wie Bonden oder Aufkleben von Kontakten, ungeeignet ist. Aus diesem Grund wurde für weitere Experimente Chrom als Beschichtungsmaterial ausgesucht. Chrom haftet sehr gut auf der Oberfläche, da es kovalente Bindungen eingeht. Chrom bietet ausreichend guten Kontrast bei der Bearbeitung. Nach eigenen Messungen hat Chrom im Vergleich zu Gold eine deutlich kleinere Abtragsrate $R_{\text{Cr}} = 0,32 \mu\text{m}^3/\text{nC}$, die aber immer noch größer ist als die Abtragsrate von SiN,

$R_{\text{SiN}} = 0,18 \mu\text{m}^3/\text{nC}$, welche auf Grund der dominierenden Dicke der SiN-Membran letztlich die Bearbeitungszeiten bestimmt. Ein weiterer Vorteil ist, dass eine durch Sputtern erzeugte dünne Chrom-Schicht besonders kleine Korngrößen ($< 0,5 \text{ nm}$) hat, wodurch unerwünschte Channeling-Effekte vermieden werden.

Sensoren mit Gold-Beschichtung sind zudem besonders temperaturempfindlich – damit das Signal nicht von thermischer Drift überdeckt wird, muss die Temperatur in der Messumgebung hinreichend konstant gehalten werden [Jens02]. Ein weiterer Grund, Chrom als Beschichtungsmaterial für Sensoren zu verwenden, ist, dass der thermischer Ausdehnungskoeffizient von Chrom, $\alpha_{\text{Cr}}=4,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, drei Mal kleiner ist als $\alpha_{\text{Au}}=14,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und somit wesentlich näher an dem Ausdehnungskoeffizienten von Siliziumnitrid $\alpha_{\text{SiN}}=3,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ist.

4.2.3 Kissenbildung

Ein bemerkenswerter Aspekt bei der Membranbeschichtung ist, dass die Membran auf der „Fensterseite“ um ca. $200 \mu\text{m}$ gegenüber dem Si-Trägermaterial versenkt ist. Durch den Ätzprozess bedingt steigt der Si-Rahmen unter ca. 45° nach oben. Dadurch schirmt er während der Beschichtung ein Teil der einfliegenden Atome ab, die beim Sputterprozess wegen vielfacher Stöße mit den Argonatomen eine sehr breite Richtungsverteilung erhalten. In eine SiN-Membran mit 100 nm Gold auf der Fensterseite wurden mit dem Ionenstrahl acht Quadrate von $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ geschrieben. Sie wurden nacheinander geschrieben mit einer Dosis, die ausreichte, um im jeweiligen Quadrat die Metallschicht und die Membran vollständig abzutragen, und die über 200 Zyklen verteilt war. Auf diese Weise trägt der Ionenstrahl bei jedem Zyklus eine geringe Menge des Materials ab. Erst wird die Goldschicht vollständig abgetragen und schließlich entsteht in der SiN-Membran eine quadratische Öffnung. Während dieses Vorgangs wurde das Sekundärelektronen-Signal gemessen. Zu dem Zeitpunkt, zu dem die Hälfte der Quadratfläche frei von Gold ist, ändert sich das SE-Signal maximal, d.h. die erste Ableitung des SE-Signals nimmt ein Maximum an. Diese Zeitpunkt gibt die Dicke der Goldschicht an. In Abbildung 4.12 a) sind die Ergebnisse zusammengefasst – dargestellt ist die normierte Schichtdicke der Goldschicht auf der SiN-Oberfläche als Funktion ihrer Position auf der Membran.

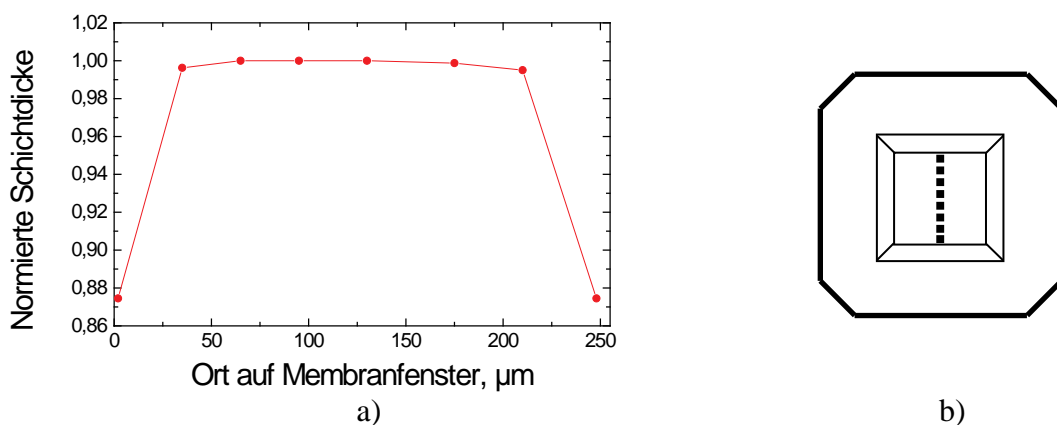


Abbildung 4.12: a) normierte Schichtdicke des Goldfilms als Funktion des Ortes auf der Membran (man beachte die Nullpunktunterdrückung!); b) Skizze von Membran und Membranhalter mit Messpunkten. Die Quadrate sind im Experiment $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ groß.

Wie man sieht, hat die Beschichtung in den zentralen Bereichen bis hin zu 30 μm Abstand vom Rand nahezu konstante Dicke. Nah am Rand der Membran führt die Abschattung durch den Si-Rahmen zu einer Verminderung der Schichtdicke um ca. 13%. Das spielt eine Rolle bei der Herstellung ausgedehnter Strukturen, die direkt am Fensterrahmen hängen. Die geringere gesamte Dicke am Membranrand ist auch für die Bestimmung der für das Strukturieren erforderlichen Ionendosis wesentlich. Wird die Ionendosis aus Platzgründen nah am Membranrand bestimmt, muss sie für die Membranmitte korrigiert werden.

4.3 Alternative Methoden zur Strukturierung von SiN-Membranen

Die im Rahmen dieser Arbeit angewandte Methode, Mikro- oder Nanosensoren durch FIB-Strukturierung aus SiN-Membranen herzustellen, befindet sich in Konkurrenz zu zahlreichen weiteren Mikrostrukturierungs-Methoden, welche zumeist seit längerem entwickelt, gut erprobt und daher auch weiter verbreitet sind [Völk06]. Abhängig von den Relationen zwischen Höhe und Breite einer Struktur wird bei der Herstellung zwischen zwei- und dreidimensionalen Strukturierungsmethoden unterschieden. Für die Herstellung dreidimensionaler Mikrostrukturen werden gegenwärtig überwiegend unterschiedliche Varianten der LIGA-Technik⁶ eingesetzt. Für teilbewegliche Strukturen, auf die Kräfte einwirken sollen (z.B. Sensoren) wird zumeist die Opferschichttechnologie verwendet. Diese Methoden werden auch zur Herstellung von Strukturen aus SiN-Membranen verwendet. Eine etablierte Vorgehensweise hierfür ist folgende: Auf einem Si-Substrat wird per LPCVD ein SiN-Film deponiert. Aus dem Film wird dann die gewünschte Struktur mit Hilfe Reaktiven Ionenätzens (RIE) ausgeätzt. Schließlich wird das Silizium unter dem SiN-Film durch Ätzen mit Kaliumhydroxid entfernt. Ein Vorteil dieser Methode ist die große Stückzahl gleichzeitig erzeugter Strukturen.

Eine weitere Möglichkeit ist, Membranen mit einem Laserstrahl zu strukturieren. Laserstrahlung ist ein inzwischen unentbehrliches Werkzeug für Mikrostrukturierung geworden, wobei Laser materialmodifizierend, materialabtragend oder materialauftragend eingesetzt werden [Völk06].

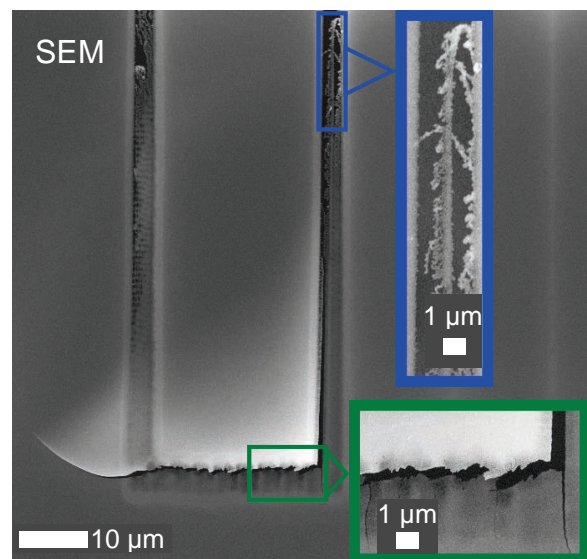


Abbildung 4.13: Ein mit Laser ausgeschnittener Streifen, der am Membranrahmen aufgehängt ist (oberer Bildrand), mit Ausschnittvergrößerungen.

⁶ LIGA – Lithographie, Galvanik, Abformung.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden SiN-Streifen mit einem Laserstrahl der Wellenlänge $\lambda = 405 \text{ nm}$ bei $P = 40 \text{ mW}$ optischer Leistung ausgeschnitten. Der Laser ist Teil eines „µPG 101“-Laser-Lithographie-Systems (Laser Pattern Generator) von Heidelberg Instruments. Das Gerät kann in einer Gesamtfläche von bis zu 9 cm^2 Strukturen beliebiger Größe und Zahl mit $1 \text{ }\mu\text{m}$ Ortsauflösung erzeugen. Wie bei der Strukturierung mit Ionenstrahl kann das Layout für Strukturen unkompliziert geändert werden. Beim Schneiden mit Laserstrahl bleibt die Membran chemisch unverändert, sie wird aber entlang der Schnittkanten kurzzeitig stark erhitzt. Daher sehen die Schnittkanten unsauber und geschmolzen aus wie man in Abbildung 4.13 sieht.

Bei dem Experiment wurden trotz stets gleicher Laserstrahl-Charakteristik manche SiN-Membranen gar nicht geschnitten. Vermutlich wurde das Laserlicht von der im sichtbaren Spektralbereich weitgehend transparenten SiN-Membran in zu geringem Maße absorbiert. Die Tatsache, dass sich manche Membranen doch schneiden ließen, ist wieder ein Hinweis auf die Verschiedenheit der Membranen untereinander: Stöchiometrische Unterschiede bewirken entsprechende Unterschiede im Abstand der Bänder, woraus große Unterschiede im Absorptionsverhalten bei der Lichtwellenlänge $\lambda = 405 \text{ nm}$ resultieren. Beispielsweise stellten Jellison et al. [Jell98] mittels PECVD SiN-Schichten her, deren Brechungsindizes zwischen $n = 2,1$ und $n = 3,75$ variierte, und der Extinktionskoeffizient variierte zwischen $k = 0,0$ und $k = 1,1$ (jeweils bei $\lambda = 405 \text{ nm}$).

Die Methoden der Membran-Strukturierung durch reaktives Ionen-Ätzen bzw. durch Laser haben beide den Vorteil, dass die Membranen nicht beschichtet werden müssen. So entsteht kein Mehrschichten-System, und das Modellieren/Simulieren/Berechnen wird einfacher und genauer. Dieser Vorteil wird zum Nachteil, wenn für die Anwendung ohnehin eine Beschichtung erforderlich ist, z.B. wenn der Cantilever für den Einsatz als Kondensatorplatte doch später metallisiert werden muss.

4.4 Membran-Sensoren in Form einer Rolle

Eine der Fragestellungen der vorliegenden Arbeit ist herauszufinden, ob sich Strukturierung mittels FIB eignet, einen hochsensiblen Sensor in Form einer Rolle oder Spirale aus einer SiN-Membran herzustellen. Die Rollenform eignet sich zur Anwendung nach dem Funktionsprinzips eines Bimetallthermometers. Mit einer Spirale lassen sich größere Auslenkungen proportional zu aufgewickelter Spirallänge erzielen. Darüber hinaus sind in letzter Zeit diverse Untersuchungen unter optischer und magnetischer Anregung in hoch aufgerollten Systemen mit gekoppelten Lagen gemacht worden. In dem Zusammenhang besteht großes Interesse an der Herstellung und Untersuchung der aufgerollten zweidimensionalen Elektronensysteme, die beispielsweise zur Erzeugung einer Modulation der senkrechten Magnetfeldkomponente in Magnetotransportmessungen eingesetzt werden können [Mend05]. Solche von Prinz et al. 1998 erstmals präsentierten Strukturen [Prin99, Prin00] bieten die Möglichkeit, Quan-

tensysteme, die üblicherweise nur in planarer Form realisierbar sind, in die Zylindergeometrie zu überführen [Mend05, Schw09,11,12, Mans12]. Nanoringe, -Röhrchen oder -Spiralen lassen sich durch halbleitertechnische Verfahren aus dünnen, verspannten Zweischichtsystemen (InGaAs/GaAs oder Si/SiGe) erzeugen [Dene02, Huan05]. Die Struktur rollt sich entsprechend dem vorhandenen Unterschied der Eigenspannungen auf.

FIB-Strukturierung bietet sich als eine alternative Methode für das Aufrollen von planaren Objekten zu Mikro- und Nanorollen an. Weist ein flächiges Objekt wie eine SiN-Membran z.B. herstellungsbedingt unterschiedliche Eigenspannungen von Ober- und Unterseite auf, so sollte sich die Struktur aufrollen, wenn sie mittels FIB freigeschnitten wird. Alternativ sollte sich eine anfangs spannungsfreie, mittels FIB freigeschnittene planare Struktur aufrollen, wenn vor oder nach dem Freischneiden durch Ionenimplantation unterschiedliche Eigenspannungen an Ober- und Unterseite der Struktur erzeugt werden. Die in Abbildung 3.2 b) und c) gezeigte Rolle gibt einen Hinweis auf das Vorhandensein eines herstellungsbedingten Eigenspannungsunterschieds. Sie entstand unbeabsichtigt während der FIB-Strukturierung einer 100 nm dicken, 250x250 μm großen, beidseitig metallisierten SiN-Membran. Die Membran riss und rollte sich mit ca. 25 μm Radius entlang des Membranrahmens vollständig auf. Andere Membranen, die bei FIB-Strukturierungen rissen, rollten sich in beliebigen Richtungen mit weniger schönem Ergebnis (siehe Abbildung 3.2 a)). Es wurden einige Experimente durchgeführt mit der Absicht, Membran-Rechtecke, die mindestens eine Größenordnung kleiner sind, und die an einer kurzen Seite mit der Restmembran verbunden bleiben, kontrolliert aufrollen zu lassen. Hierfür wurden Membranen verschiedener Dicke verwendet.

Die Versuche beruhten anfangs auf der Annahme, dass die ausgeschnittenen Membranstreifen eine ausreichende Neigung haben, sich aufzurollen und dass diese Neigung nur in geeigneter Weise gesteuert werden muss. Der erste Ansatz für kontrolliertes Aufrollen war die Vorstrukturierung des Membranstreifens mit parallelen Linien in regelmäßigen Abstand (blaue Linien in Abb. 4.14 a)). Die Linien bilden ein „Profil“ und sollen die Richtung des Rollens vorgeben bzw. ein Rollen parallel zur kurzen Rechteckseite verhindern. Nach dem Schreiben der Profil-Linien werden die beiden langen Seiten des Rechtecks (rote Linie in der Skizze) geschnitten, zuletzt die kurze Seite. Wie in Abb. 4.14 a) zu sehen ist, rollt sich der Streifen nicht auf, sondern er verbiegt sich, wobei die Profil-Linien nicht genügen, um die Biegerichtung zu kontrollieren. Weitere Experimente zeigten, dass die Linien etwa die Hälfte der Fläche des Streifens abdecken sollen, um das Rollen in eine ungewünschte Richtung zuverlässig zu verhindern.

Außerdem zeigten Experimente, dass die Reihenfolge, in welcher die Seiten des vorstrukturierten Rechtecks freigeschnitten werden, eine wesentliche Rolle spielt. Wenn die zwei langen Seiten schon frei sind und der Streifen an beiden kurzen Seiten noch festgehalten wird, bildet der Streifen eine Art Brücke und zieht sich in der Mitte etwas zusammen. Diese Verformung genügt, um nachfolgendes Aufrollen zu verhindern. Beim nächsten Ansatz (siehe Abb. 4.14 b)) wurden mit dem FIB-Strahl entlang der langen Streifenseiten zunächst Vierecke ausgeschnitten, die anschließend mit dünnen Schnitten verbunden wurden. So sollte der Streifen immer weiter stückweise frei werden, und der freigewordene Bereich hätte sich nach und nach aufrollen sollen. Das Ergebnis zeigt aber, dass das alleine nicht genügt: Der freigeschnit-

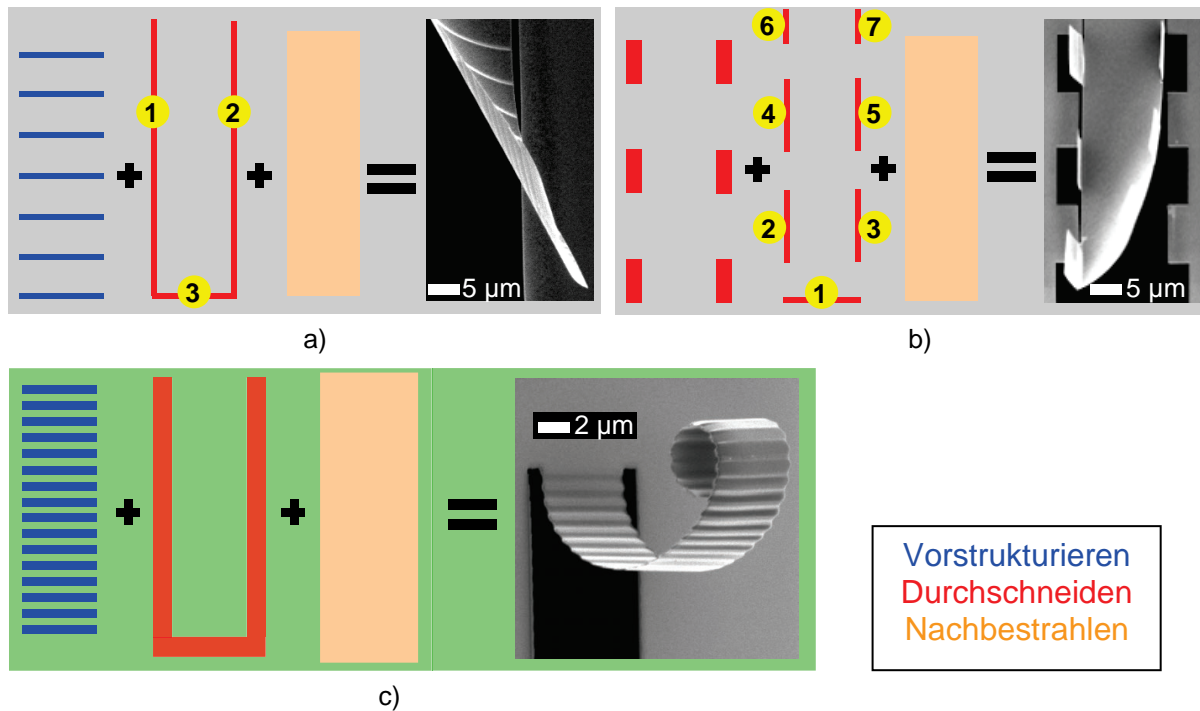


Abbildung 4.14: Drei Ansätze, Membran-Streifen aufzurollen in Schemazeichnungen für den Strukturierungsvorgang und in entsprechenden FIB-Aufnahmen⁷. In a) und b) wurden 100 nm dicke SiN-Membranen strukturiert, beschichtet mit 100 nm Permalloy auf der glatten Seite, 5 nm Cr + 30 nm Au auf der Fenster-Seite. c) die beste Methode und das erreichte Ergebnis mit einer 50 nm dicken SiN-Membran mit 20 nm Cr auf der Fensterseite (Aufnahme unter 45°).

tene Membranstreifen ist nicht fähig, sich aufzurollen, oder diese Fähigkeit wurde während der Bearbeitung zerstört. Aus dieser Beobachtung folgt: Damit sich ein Streifen aufrollen kann, muss ein Spannungsunterschied zwischen Ober- und Unterseite konserviert oder neu erzeugt werden.

Als erfolgreich erwies sich der in Abbildung 4.14 c) dargestellte Ansatz. Der rechteckige Membranstreifen wird zuerst mit vielen „Linien“ (genauer: schmalen Rechteckflächen) profiliert, wobei der Abstand dieser Profillinien gleich der Linienbreite ist. Anschließend wird der Bereich um den Streifen mit Flächendosis und Mäander-Scan entfernt. Dabei ist die schnelle Scanrichtung gleich der gewünschten Rollrichtung. Nach diesem Freischneiden ist der Streifen in der Regel erst leicht nach unten gebogen. Schließlich wird die gesamte Fläche des Membranstreifens gleichmäßig mit Ionen bestrahlt. Erst während dieser Bestrahlung nach dem Freischneiden rollt sich der Streifen in Richtung Ionenquelle. Wird nur vor oder während des Freischneidens eine Ionendosis auf den Streifen aufgebracht, so rollt sich der Streifen nicht auf. Allerdings beschleunigt eine ggf. vor dem Freischneiden aufgebrauchte Ionendosis das Aufrollen, falls nach dem Ausschneiden weiter bestrahlt wird. Die gesamte Dosis, die für das Rollen erforderlich ist, bleibt konstant. Da Membran-, Metall- und Ionenstrom-Eigenschaften sowie die Vorgehensweise beim Strukturieren Einfluss auf das Aufrollen haben, wurden zahlreiche weitere Experimente durchgeführt. Sie befassten sich mit der Auswirkung von verschiedenen Parametern auf das Rollen. Die Variationen und die Beobachtungen sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

⁷ Wenn nichts anderes angegeben ist, sind Aufnahmen von den ausgeschnittenen Strukturen FIB-Aufnahmen.

Was wurde variiert	Wie wurde variiert		Beobachtungen
SiN-Dicke	50 nm		Wichtig ist das Verhältnis der Strukturfläche zu ihrer Dicke. Dünnere Membranen verbiegen sich leichter und schneller unter Ionenstrahl-Beschuss. Für Strukturen mit lateralen Größen < 30 µm sind 100 nm Membranen zu starr, für größere Strukturen sind sie vorteilhaft.
	100 nm		
Ga ⁺ -Stromstärke	200 pA		Je kleiner der Strom ist, desto sauberer sind die Schnitte, aber er hat keinen Einfluss auf das Rollen.
	45 pA		
	12 pA		
Metall für Beschichtungen	Permalloy, Cr, Cr+Au		Am besten nur ein Metall. Cr ist gut geeignet (haftet sehr gut, hat kleine Korngröße und hohen SE-Yield).
Metallbeschichtung	beidseitig	symmetrisch	Unsymmetrische Beschichtung ist ungünstig, wenn die Metallschicht auf der Unterseite dicker ist. Die Dicke der Beschichtung sollte zwischen 10 und 30 nm liegen: kleinere Dicken erschweren die Bearbeitung, größere machen den Streifen zu starr.
		unsymmetrisch	
	einseitig	Seite zum Strahl hin	Die beste Variante. Mit 15 nm Chrom.
		abgewandte Seite	So präparierte Streifen benehmen sich kaum anders als die mit Metall auf Strahlseite.
Abstand, Breite und Tiefe der Profillinien	Breite < Abstand, geringe Tiefe		Streifen biegen sich in ungewünschte Richtungen.
	Breite = Abstand, Tiefe = 0,5*Materialdicke		Streifen rollen sich parallel zur langen Streifenseite.
Geometrie des Rechtecks	Verhältnis Länge:Breite von 4:1 auf 8:1 vergrößert		Alles was größer ist als 4:1, stellt sich dem Strahl in den Weg und wird dadurch zerklüftet.
	2 µm ≤ Streifenbreite ≤ 20 µm		Absolutwert der Breite ist unwichtig.
Art des Schneidens (siehe Abb.4.15)	Seiten mit Liniendosis in einem Zyklus schneiden, Reihenfolge variieren		Streifen verziehen sich.
	mit Flächendosis und 200 Zyklen alle Seiten gleichzeitig schneiden		Profilierte Streifen sind nicht verzogen und rollen sich beim folgenden Bestrahlen gleichmäßig zu Halbröllchen auf.
deponierte Ionen-dosis	vor dem Ausschneiden		Siehe Abb. 4.16 a): Jedes nächste Rechteck wurde mit größerer Flächendosis vorbestrahlt, dann alle in gleicher Weise ausgeschnitten. Beim weiteren Bestrahlen biegen die Streifen sich um so stärker zum Strahl hin, je größer die vorbestrahlte Dosis war.
	während des Ausschneidens		Der Streifen rollt sich nicht auf.
	nach dem Ausschneiden		Sehr gut in Abbildung 4.17 zu sehen: Der Streifen rollt sich dem Ionenstrahl entgegen bis zu einer Halbröle.

Tabelle 4.2: Überblick über die Variationen von Parametern bei den Versuchen, Membranstreifen so zu strukturieren, dass sie sich aufrollen.

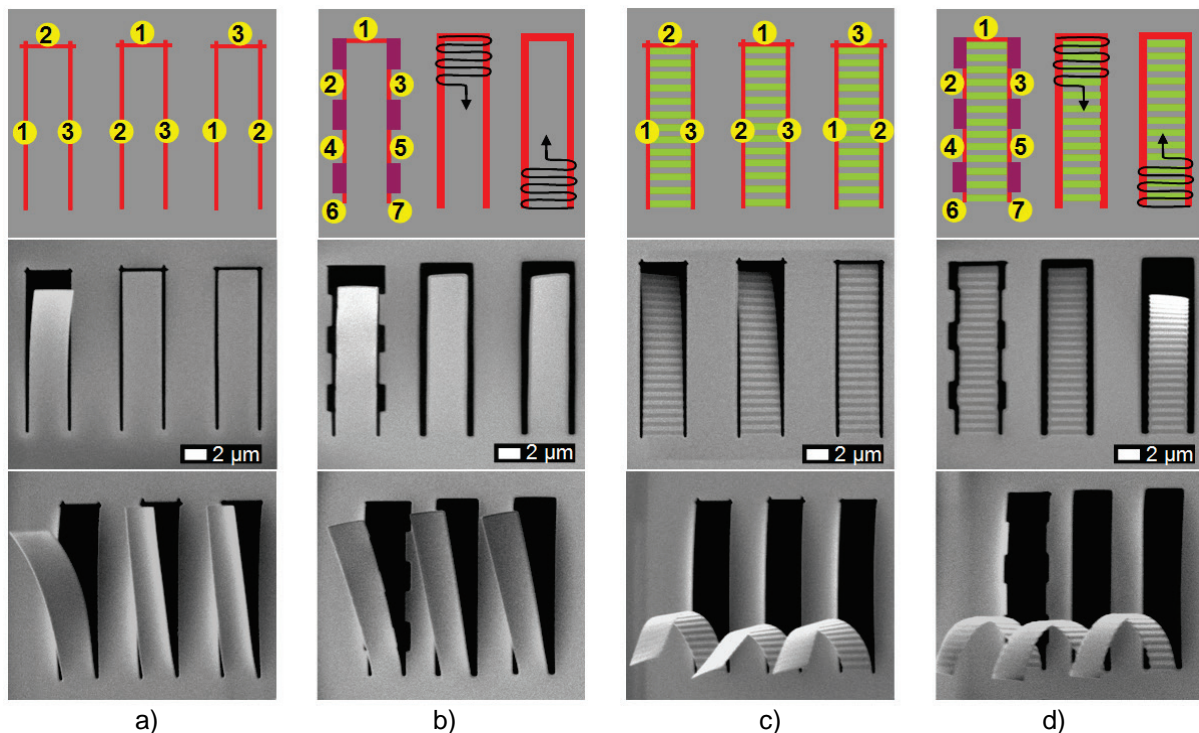


Abbildung 4.15: Vier verschiedenen Methoden, Membranstreifen freizuschneiden, ohne und in Kombination mit Profillinien. Die erste Reihe zeigt schematische Darstellungen der Schnittfolge und -methode (Liniendosis, Flächendosis). Die zweite Reihe zeigt das Ergebnis des Freischneidens an einer 100 nm dicken SiN-Membran. In der dritten Reihe sind die freigeschnittenen und anschließend mit Ionen flächig bestrahlten Streifen unter 45° gezeigt.

Da der Schwerpunkt dieser Forschungsarbeit das eigentliche Strukturieren mit dem FIB ist, wird hier etwas detaillierter auf diesen Aspekt eingegangen. Abbildung 4.15 stellt eine anschauliche Zusammenfassung der Vorgehensweisen und die Ergebnisse einiger Untersuchungen zur Methodik des Freischneidens dar. Es zeigte sich, dass sich der Membranstreifen bei jeder der untersuchten Schneidemethoden beim anschließenden Bestrahlen in die Richtung der Ionenquelle biegt und zu einer halben Rolle rollt, wenn und nur wenn der Membranstreifen zuvor mit dichten, d.h. die Hälfte der Streifenfläche bedeckenden Linien parallel zur kurzen Streifenseite (bzw. parallel zur Achse der gewünschten Rollweise) profiliert wurde. Fehlen die Profillinien, so verbiegt sich der Membranstreifen meistens um eine gedachte Achse parallel zu den langen Streifenseiten. Diese ungewünschte Verbiegung bildet ihrerseits ein Profil, welche das Rollen auf die angestrebte Weise weitgehend verhindert. Beim Freischneiden wirkt sich die Verwendung einer in viele Zyklen verteilten Flächendosis vorteilhaft aus – siehe Abbildung 4.15 d) – hier rollen sich die Streifen wie angestrebt zu einer gleichmäßig gekrümmten halben Rolle. Mit Liniendosis ausgeschnittene Streifen rollen sich zwar in die richtige Richtung, aber die Halbrolle bleibt nicht senkrecht zu Membranfenster sondern verzieht sich zur Seite – siehe Abbildung 4.15 c).

Die Auswirkungen der Bestrahlung mit 30 keV Ga⁺-Ionen auf die Zusammensetzung der Membranstreifen wurden mit Hilfe von energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht. Dazu wurden aus einer mit 15 nm Cr auf der Fensterseite beschichteten SiN-Membran fünf Streifen freigeschnitten (siehe Abb. 4.16 a)). Vor dem Freischneiden wurden die Streifenflächen und die oben jeweils angrenzenden Bereiche (im Bild dunkler) mit

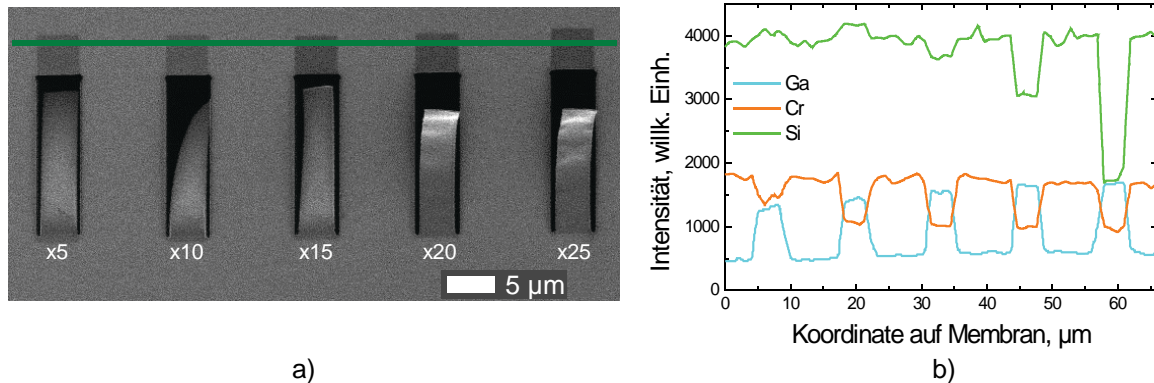


Abbildung 4.16 a): Nach Bestrahlung mit Ga^+ (Flächendosis = $1\ \text{mC}/\text{cm}^2$ mal Faktor $f=5,10,15,20,25$) wurden aus einer SiN-Membran 5 Streifen ausgeschnitten. Anschließend wurde die Membran weiter bestrahlt, wobei sich die drei am stärksten vorbestrahlten Streifen zum Strahl vorbiegen. b) EDX-Zählraten für die Elemente Si, Cr und Ga entlang der grünen Linie oben im Bild a).

Ga^+ -Dosen zwischen $5\ \text{mC}/\text{cm}^2$ (ganz links) und $25\ \text{mC}/\text{cm}^2$ (ganz rechts) bestrahlt. Nach dem Schneiden wurde auf die Membran noch die Dosis $5\ \text{mC}/\text{cm}^2$ aufgebracht. Dabei biegen sich die mit den größten Ionendosen vorbestrahlten Streifen der Ionenquelle entgegen, während die mit $5-10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ bestrahlten Streifen nach unten gebogen bleiben. Schließlich wurden entlang der in Abbildung 4.16 a) eingezeichneten grünen Linie mittels EDX (10 keV) die in der Membran vorhandenen Elemente ortsaufgelöst nachgewiesen. Der Verlauf der in Abbildung 4.16 b) gezeigten Messkurven zeigt folgendes: Die Chrom-Zählrate erreicht schon beim 3. Streifen ihr Minimum, d.h. bei insgesamt $15\ \text{mC}/\text{cm}^2$ Ionendosis ist die Chromschicht abgetragen. Die Si-Zählrate nimmt ab dem 2. Streifen ab, d.h. ab einer Ga^+ -Dosis von $10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ wird die eigentliche SiN-Membran angegriffen; ein zunehmender Anteil der Primärelektronen durchdringt die Membran komplett, so dass die Silizium-Zählrate geringer wird. Die Gallium-Zählrate, die der Menge implantierter Ga-Ionen entspricht, bleibt ab dem 2. Streifen, d.h. ab $10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ konstant; bei der Bestrahlung der Streifenfläche über $10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ hinaus besteht also ein Gleichgewicht zwischen zusätzlicher Ga-Implantation und dem Abtrag schon implantierten Galliums.

Diese Beobachtungen kann man so interpretieren, dass eine Biegung des freigeschnittenen Streifens nach unten erfolgt, solange der Ionenstrahl primär die Chromschicht abträgt und dort Ionen implantiert. Ist die Chromschicht abgetragen, d.h. Abtrag und Ionenimplantation erfolgen nur noch im SiN, biegt sich der Streifen in Richtung Ionenquelle. Zur Erklärung dieses Verhaltens kann an die Veröffentlichung von Kim et al. [Kim06] und auf die darauf beruhenden Überlegungen aus Abschnitt 3.3 angeknüpft werden: Durch die gleichmäßige Bestrahlung der Streifen kommt es bevorzugt auf der Streifenoberseite zu Strukturveränderungen und Ionenimplantation. Die Eigenspannungen von Ober- und Unterseite können sich dadurch wie bei einer Bimetallstruktur unterscheiden, so dass materialabhängig ein Biegemoment entsteht, welches den freigeschnittenen Membranstreifen dazu bringt, sich zu krümmen –

- vom Ionenstrahl weg – solange die Chromschicht verändert wird,
- zum Ionenstrahl hin – wenn die Veränderungen im SiN erfolgen.

Dies geschieht aber nur, wenn der Streifen schon freigeschnitten ist. Anderenfalls baut sich kein ausreichendes bleibendes Biegemoment auf.

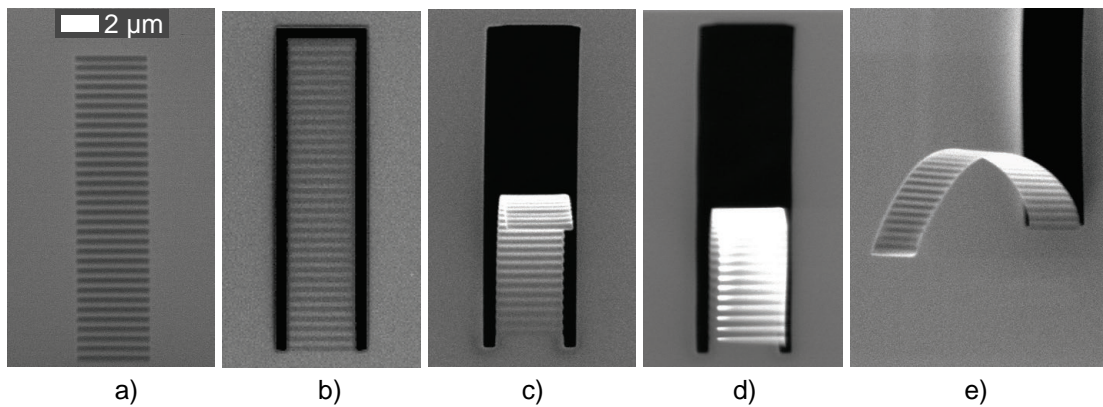


Abbildung 4.17: Herstellung von Membranhälbröllchen. a) Profilierung mit dichten parallelen Linien; b) Mit Flächendosis freigeschnittener Streifen; c) Derselbe Streifen nach Deposition der Ionendosis $2000 \mu\text{C}/\text{cm}^2$; d) Noch einmal wurden $2000 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ deponiert, e) Aufnahme von d) unter 45° .

Diese Beobachtung lässt sich wie folgt erklären: Unter Ionenbeschuss wird an der Membranoberseite immer wieder lokal entlang der Ionenbahnen die Fließtemperatur überschritten, so dass sich in dem Bereich zuvor vorhandene Spannungen abbauen. Die Stelle erkaltet durch Abgabe der Wärmeenergie an die Umgebung so schnell, dass beim Unterschreiten der Fließtemperatur neue Spannungen entstehen. Die neuen Spannungen führen zu einem Biegemoment. Ist der Streifen schon freigeschnitten, so führt das Biegemoment sofort zu einer Krümmung des Streifens. Dabei wird das Biegemoment reduziert. Ist der Streifen noch nicht freigeschnitten, so werden Spannungen und Biegemoment bei erneuter Überschreitung der Fließtemperatur während des weiteren Ionenbeschusses wieder und wieder abgebaut. Beim späteren Freischneiden des immer noch ebenen Streifens sind nur die Biegemomente vorhanden, die durch die jeweils letzten Ionentreffer lokal entstanden sind. Die Tatsache, dass freigeschnittene Streifen auf zusätzliche Ionendosis mit zusätzlicher Krümmung reagieren, zeigt, dass diese Streifen gute Sensoren für Ionendosis sind.

In Abbildung 4.17 sind alle wesentlichen Strukturierungsschritte für die Herstellung einer Membranhälbrölle dargestellt. Nach der Profilierung mit Linien wird um den Streifen mit Flächendosis eine U-förmige Fläche aus der Membran entfernt. Danach folgt die homogene Bestrahlung des Streifens mit Ga^+ -Ionen, wobei sich der Streifen der Ionenquelle entgegen krümmt. Wenn eine halbe Windung vorhanden ist, schattet das emporragende Ende des halbrund gebogenen Streifens das andere, mit der Restmembran verbundene Streifenende ab. Ab diesem Zeitpunkt liegt am emporragenden Streifenende die Unterseite oben, so dass schließlich beide Seiten bestrahlt werden und die Krümmung wieder zurückgeht oder/und das Streifenende „zerknetet“ wird. Unter Berücksichtigung dieser Begrenzung eignet sich die beschriebene Methode zuverlässig dazu, Rollen mit einer halben Wicklung zu erzeugen.

Im Intervall von $10 \mu\text{m}$ bis $150 \mu\text{m}$ Streifenlänge lassen sich Halbrollen mit dem Verhältnis Radius:Streifenlänge = 1:5 kontrolliert reproduzieren. Membranen mit 50 nm Dicke eignen sich für ca. $10 \mu\text{m}$ langen Streifen. Membranen mit 100 nm Dicke eignen sich für bis zu $150 \mu\text{m}$ lange Streifen, die ein- oder beidseitig mit $15\text{-}30 \text{ nm}$ Chrom metallisiert sind. Dabei ist das Verhältnis Fläche zu Dicke wichtiger als die absolute Membrandicke. Das beste Verhältnis Länge zu Breite ist 4:1. Positiv hervorzuheben ist auch der kleine mittlere Krümmungsradius r der Halbrollen: Es lassen sich Werte hinunter bis zu $r = 3 \mu\text{m}$ erzielen.

4.5 Membran-Sensoren in Cantilever-Form

Die im Rahmen dieser Arbeit primär angestrebten Cantilever-Sensoren aus SiN-Membranen sind gewisserweise das Gegenteil und doch enge Verwandte der im vorigen Abschnitt betrachteten Membranrollen. Erstere sollen bei Abwesenheit einer äußeren Kraft möglichst plan, letztere möglichst gekrümmt sein. Die Herstellung beider Sensor-Arten erfordert Kontrolle über die Krümmung der metallisierten SiN-Membran. Ebenso ist es in beiden Fällen erforderlich, die Sensorfläche so freizuschneiden, dass die gewünschte Biegsamkeit bzw. Krümmung des Sensors nicht beeinträchtigt bzw. verändert wird. Die Erkenntnisse des vorigen Abschnitts, vor allem die Einsicht in den Zusammenhang aus Ionenimplantation und Krümmung, sind auch für die Herstellung planer Cantilever-Sensoren aus SiN-Membranen wesentlich. Besonders wichtig ist zu beachten, dass der freigeschnittene Cantilever-Sensor nur sehr kleinen ($< 10 \mu\text{C}/\text{cm}^2$) Ionendosen ausgesetzt werden darf, um unerwünschte Krümmungen zu vermeiden.

Neben der Krümmung gibt es einen weiteren Unterschied der hier im Fokus stehenden Cantilever-Sensoren zu den Membranrollen, nämlich die erforderliche geometrische Größe. Natürlich ist es besonders herausfordernd, möglichst kleine Cantilever herzustellen und einzusetzen. Mit der Auflösung von $\sim 20 \text{ nm}$, über welche die FIB-Anlage verfügt, bietet es sich sogar an, Strukturen mit Ausdehnungen im Nanometerbereich herzustellen. Aber man muss die Auslenkung des Cantilevers auch auslesen können, was die Minimierung der Größe des Cantilevers begrenzt. In dieser Arbeit erfolgt das Auslesen auf drei Wegen: kapazitiv, optisch und elektronenoptisch. Für kapazitive Messungen muss der Cantilever-Sensor eine Mindestkapazität aufweisen. Für einen Plattenkondensator berechnet sich die Kapazität gemäß

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \cdot \frac{A}{d}. \quad (4.3)$$

Die Fläche A des Sensorstreifens ergibt sich demnach aus der erforderlichen Kapazität C und dem kleinsten experimentell realisierbaren Abstand d zwischen den Kondensatorplatten. Dieser Mindestabstand betrug im Rahmen dieser Arbeit mindestens $25 \mu\text{m}$ (siehe Abschnitt 4.5.4). Damit ergibt sich gemäß Gl. (4.3) für einen Plattenkondensator mit quadratischen Flächen und $100 \mu\text{m}$ Kantenlänge die Kapazität von $3,5 \text{ fF}$. Dies ist mit Geräten hoher Präzision gerade noch messbar.

Im Rahmen dieser Arbeit erfolgte die Auslenkung des Cantilevers durch die elektrostatische Anziehung einer gegenüber liegenden Kondensatorplatte. Erfolgt der Nachweis der Cantilever-Auslenkung optisch, so können Kapazität und Breite des Cantilevers zwar reduziert werden, aber der Cantilever muss lang genug bleiben, so dass die elektrisch bewirkte Auslenkung gut beobachtet werden kann. Wie im Theorieabschnitt 3.5.1 dargelegt ist, wird ein 100 nm dicker und $30 \mu\text{m}$ langer, quaderförmiger Cantilever bei $25 \mu\text{m}$ Abstand der Kondensatorplatten erst bei ca. 123 V Spannung um $1 \mu\text{m}$ ausgelenkt. Ein $100 \mu\text{m}$ langer Cantilever gleicher Dicke und Breite wird hingegen schon bei 30 V Spannung um $7,4 \mu\text{m}$ ausgelenkt.

An dieser Stelle muss man erwähnen, dass Strukturen mit Abmessungen von Größenordnung $100 \mu\text{m}$ deutlich größer sind als die Strukturgrößen, die man gewöhnlich mit einem FIB ausschneidet. Hier kommen nicht nur lange Belichtungszeiten ins Spiel, sondern auch einige Ef-

efekte, die für kleinere Strukturen keine oder eine vernachlässigbare Rolle spielen. Zu diesen Effekten gehören:

- Strahldefokussierung mit der Zeit,
- Drift der Probe,
- Verbiegung der ausgeschnittenen Teile,
- Aufladung der Membran,
- Vermehrte Änderung der Zusammensetzung der Membran durch Ga-Implantation entlang der Schnittkanten, da man für große Strukturen einen entsprechend starken und dadurch breiteren Ionenstrahl benötigt,
- Ionenverschweißen bereits gemachter Schnitte.

Es ist nötig, ein Optimum zu finden zwischen der Ionenstromstärke und folglich Strahlbreite und Schnittqualität einerseits und der für die Strukturierung erforderlichen Zeit andererseits. Da bei der verwendeten FIB-Anlage der Strahl mit der Zeit aus dem Fokus läuft, wird dadurch die maximale Zeit für die Herstellung einer Struktur definiert. Daraus resultiert eine Beschränkung der Dicke der Membranbeschichtung, die folglich von der Abtragsrate des gewählten Beschichtungsmaterials abhängt.

Es wurden viele geometrische Gestaltungen des Cantilevers vorgeschlagen und ausprobiert. Die unterschiedlichen Formen haben sich „historisch“ entwickelt und wurden den Eigenschaften des Siliziumnitrids, dem Verhalten des Ionenstrahls und der Auslenkungsnachweismethode angepasst. Sie sind auf iterativ-kreative Weise entstanden und werden in den folgenden Abschnitten vorgestellt. Die Form des Cantilevers muss den folgenden Anforderungen entsprechen:

- Sie muss groß genug sein im Vergleich zum Abstand zur anderen Kondensatorplatte,
- die Cantileverfläche muss bei der Strukturierung plan bleiben,
- der Cantilever soll durch die angelegte Spannung nachweisbar ausgelenkt werden, dabei darf der Plattenabstand nicht überbrückt werden, um einen Kurzschluss der Kondensatorplatten zu vermeiden.

4.5.1 Schaufelartige Cantilever

Als erster Ansatz für die Form des Cantilevers wurde eine sogenannte „Schaufel“ gewählt. Die $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ große Schaufel-Fläche „hängt“ über einen $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$ großen Hals an der restlichen Membran bzw. am Membranhalter. Die geringere Breite des Halses soll zu einer stärkeren Auslenkung führen. In Abbildung 4.18 ist ein schaufelförmiger Cantilever und seine Platzierung im Membranfenster skizziert.

Eine einfach ausgeschnittene Schaufel ohne Freibereich, wie sie in Abbildung 4.19 a) gezeigt ist, kann sich mit der restlichen Membran verkeilen, sobald die Schaufel in Bewegung gesetzt

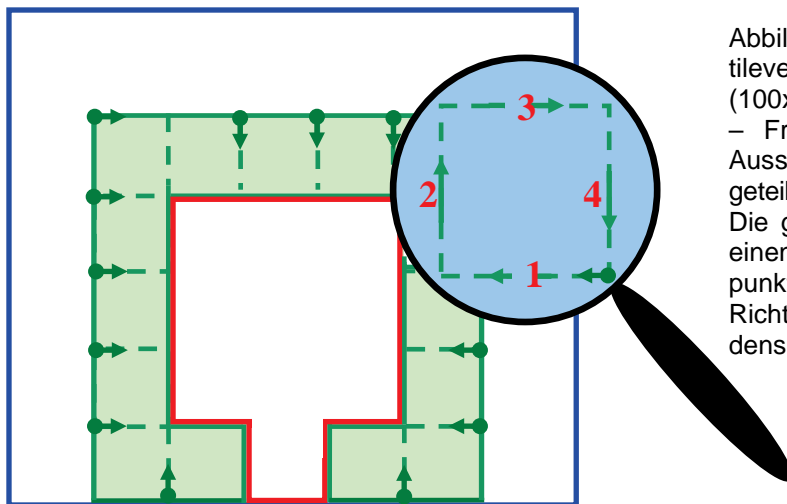


Abbildung 4.18: Schaufelförmiger Cantilever. Rot – die eigentliche Schaufel (100x100µm) mit Hals (30x30µm); Grün – Freibereich um die Schaufel, zum Ausschneiden in Quadrate (30x30µm) geteilt; Blau – SiN-Fenster (250x250µm). Die grünen Pfeile kennzeichnen jeweils einen der möglichen Schneide-Startpunkte. Unter der Lupe: Beispiel für Richtung und Reihenfolge des Schneidens eines einzelnen Quadrates.

wird, da sich die ausgeschnittene Struktur ebenso wie stehengebliebene Teile der Membran beim Strukturieren verziehen können. Für die Bewegungsfreiheit der Schaufel muss sie tatsächlich frei stehen. Dazu wird der grüne Bereich in Abbildung 4.18 entfernt, wobei die Methode, mit der man diesen Bereich entfernt, genaue Überlegung erfordert: Wenn das „grüne“ Feld um Schaufel herum einfach entlang der grünen durchgehenden Linie in Abb. 4.18 geschnitten wird, verdreht und verkeilt sich der ausgeschnittene Bereich und bleibt in dem Membranfenster. Entweder legt er sich auf die Schaufel und verändert dadurch ihr weiteres Verhalten, oder er hängt herunter und führt bei späteren Messungen zum Kurzschluss. Ein anschauliches Beispiel hierfür zeigt Abbildung 4.19 b). Um dies zu vermeiden, wird das grüne Feld in 15 Quadrate zerlegt. Es ist aus der Praxis bekannt, dass sich am Rand ausgeschnittene Flächen (Quadrate, Kreise und auch komplizierte Strukturen) zum Ionenstrahl hin aufstellen bevor der Strahl die letzten paar Nanometer durchtrennt. Deswegen muss die Reihenfolge, in der man die Seiten jedes Quadrats schneidet, so gewählt werden, dass sich das Quadrat von der Schaufel weg klappt. Im Bild 4.18 ist unter der Lupe die richtige Reihenfolge des Schneidens skizziert. In Abbildung 4.19 c) erkennt man auf der linken oberen Ecke der Schaufels ein Quadrat, das fehlerhaft zuletzt an der rot markierten Seite geschnitten wurde: Es stellt sich unter einen steilem Winkel zum Ionenstrahl hin, so dass der Strahl das Stück nur streift und der Schnitt nicht

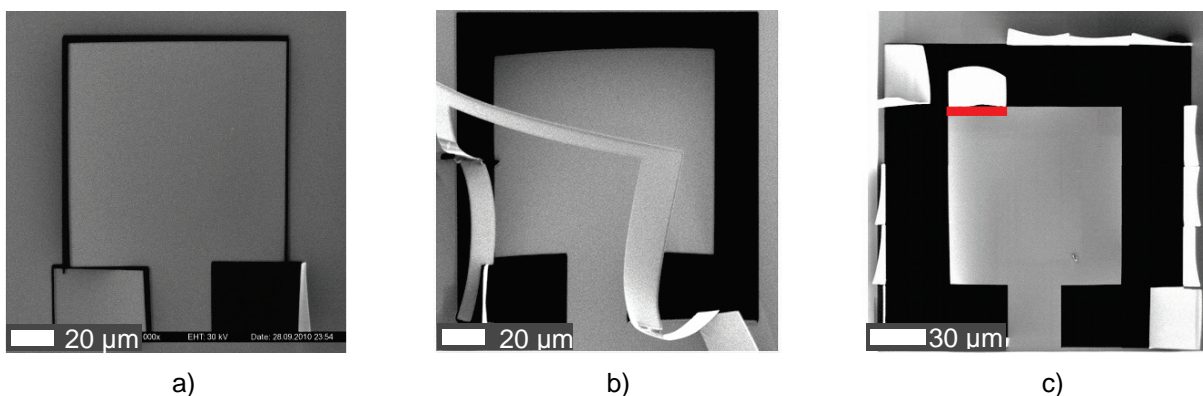
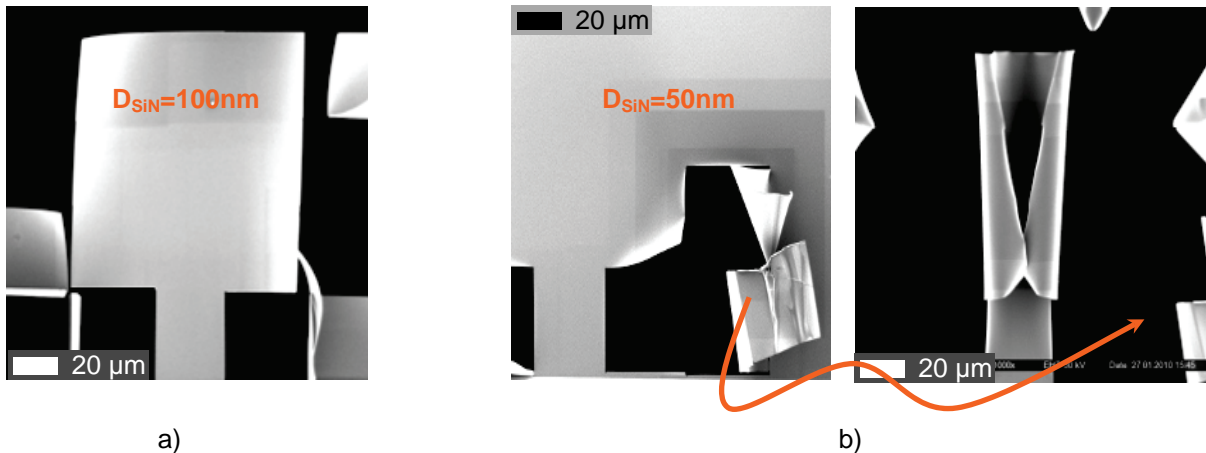


Abbildung 4.19: a) Aus der Membran ausgeschnittene, schlecht als Kondensatorplatte geeignete Schaufel ohne Freibereich; b) Schaufel und umgebendes, „grünes“ Feld, ausgeschnitten entlang der durchgehenden grüne Linie aus Abb. 4.18; c) freistehende Schaufel mit einem Quadrat oben links, das sich zu Strahl hin geklappt hat, bevor es durchgeschnitten wurde. Alle Schaufeln sind aus 100 nm SiN hergestellt.

vollendet wird. Das Ausschneiden der 15 Quadrate um die Schaufel herum ist zeitaufwändig. Vor dem Ausschneiden jedes Quadrats wird der FIB-Strahl nachfokussiert und seine Strahlstärke geprüft. Das darf keinesfalls auf der Schaufel-Fläche stattfinden, da es sonst durch Materialveränderung zu einer Verbiegung der Schaufel kommen kann. Nach dem Nachfokussieren auf dem Membran-Träger wird das nächste Quadrat mit richtiger Schneidereihenfolge ausgewählt und manuell gestartet. Der Vorgang lässt sich nicht voll automatisieren, so dass menschlichen Fehler auftreten können – siehe noch mal Abbildung 4.19 c): Das fehlerhafte Stück oben links verursachte beim weiteren Einsatz dieses Schaufel-Cantilevers einen Kurzschluss, was zum sofortigen Verglühen des Cantilevers führte. Hat man genügend Erfahrung und vermeidet derartige Fehler, so lässt sich die vorstehend beschriebene Methode erfolgreich anwenden.

Die ersten Schaufel-Cantilever wurden aus 100 nm dünnen Membranen hergestellt. Sie waren beidseitig und unsymmetrisch mit Chrom und Gold und/oder Permalloy beschichtet. Die einzelnen Schichten waren zwischen 40 nm und 100 nm dick. Alle solchen Cantilever erwiesen sich als fragil und unelastisch. Spätestens wenn sie mit einer elektrischen Spannung ausgelenkt werden, knicken bzw. brechen die Schaufeln im Hals-Bereich ab. Um die Schaufeln elastischer zu machen und gleichzeitig die Herstellungszeiten zu minimieren, wurden Membran- und Metallschichtdicken variiert. Außerdem wurden Membranen verschiedener Hersteller (Silson und SPI) verglichen. Aus den Beobachtungen zahlreicher Experimente lässt sich Folgendes zusammenfassen:

- Das Verhalten gleich beschichteter und identisch strukturierter Membranen von Silson und SPI unterscheidet sich nicht mehr als das Verhalten der Membranen aus verschiedenen Chargen eines Herstellers.
- Membranen mit $D_{\text{SiN}} = 200$ nm platzen beim Strukturieren mittels FIB ausnahmslos, egal wie man die Strahl-Charakteristiken oder die Schichtdicken variiert. Sie sind für die im Rahmen dieser Arbeit angestrebten Zwecke nicht geeignet.
- Membranen mit $D_{\text{SiN}} = 100$ nm und Metallschichten mit über 80 nm Gesamtdicke platzen oft.
- Membranen mit $D_{\text{SiN}} = 100$ nm und Metallschichten mit einer Gesamtdicke zwischen 20 nm und 60 nm liefern die besten Ergebnisse.
- Symmetrie ist vorteilhaft: Soweit Eigenspannungen und ggf. Wärmeausdehnungskoeffizienten der Metallschichten und der Membran eine Rolle spielen, sollten beide Membranseiten gleich beschichtet werden, so dass sich die Auswirkungen kompensieren. Die besten Schaufeln entstanden aus nur mit Chrom symmetrisch bedampften, 100 nm dicken Membranen.
- Werden Cantilever-Strukturen aus 50 nm dünnen SiN-Membranen freigeschnitten und anschließend unter Einsatz des FIB-Strahls betrachtet, so rollen sie sich besonders schnell auf. Als Beispiel hierfür zeigt Abbildung 4.20 das unterschiedliche Verhalten von zwei Membranen die sich nur in der SiN-Dicke (50 nm bzw. 100 nm) unter-



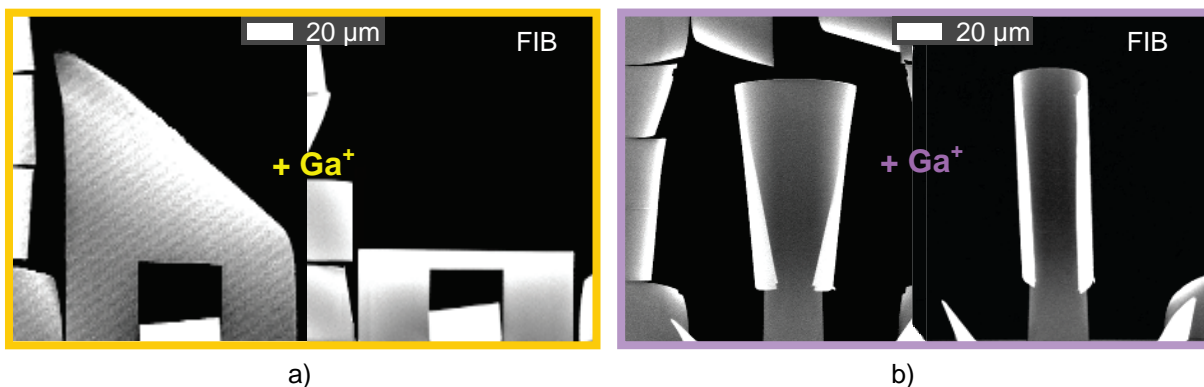
a) b)

Abbildung 4.20: Zwei Membranen mit identischen symmetrischen Beschichtung (15nm Cr je Seite), die mit identischen FIB-Parametern und auf gleiche Weise freigeschnitten wurden. a) Membran der Dicke $D_{\text{SiN}} = 100 \text{ nm}$ – Ergebnis ist eine fast ebene Schaufel. b) zwei FIB-Aufnahmen einer Membran der Dicke $D_{\text{SiN}} = 50 \text{ nm}$ – während und nach dem Schneiden rollen sich die freien Membranteile auf.

scheiden. Beide Membranen sind vom selben Hersteller, haben identische Beschichtung (15 nm Cr je Seite) und sind auf gleiche Weise präpariert und ausgeschnitten.

Beispiele für die Veränderung von Schaufelcantilavern durch Ionen-Beschuss nach dem Strukturieren sind in den Abbildungen 4.20 und 4.21 zu sehen. Während die Probe mittels FIB betrachtet wird, verändern die Schaufel sowie die umgebenden, freigeschnittenen Quadrate ihre Krümmung. Dies ähnelt dem Aufrollen der Membranhalfbrollen (siehe Abschnitt 4.4) und hat dieselbe Ursache, d.h. durch die Ionenbestrahlung entstehen tiefenabhängig Eigenspannungen und Biegemomente. Der Cantilever in Abbildung 4.21 a) ist stabiler gegen Aufrollen quer zur Auslenkungsrichtung als Cantilever in Schaufelform, rollt sich aber letztendlich (vergleichsweise langsam) vom Ionenstrahl weg.

Es wurde außerdem ein Versuch durchgeführt zur Prüfung, ob die Verbiegung einer Schaufel durch Aufladung verursacht sein könnte. Dazu wurde die Aufladung beim Schneiden gleichmäßig über die Membranfläche verteilt. Anders als beim Schneiden mit Linien oder schmalen Flächen, wobei der Strahl länger auf einer Seite der Struktur verbleibt, wurden zum Durch-



a) b)

Abbildung. 4.21: a) „Zweibeinige“ Schaufel. Links: FIB-Aufnahme mit 45 pA-Ionenstrahl sofort nach dem Ausschneiden. Rechts: weitere FIB-Aufnahme nach 12 Minuten Bestrahlung mit 200pA Ionenstrahl. b) Beispiel wie das Aufrollen einer Schaufel aus SiN-Membran durch ca. 2 Minuten fortlaufenden Ionenbeschuss zunimmt.

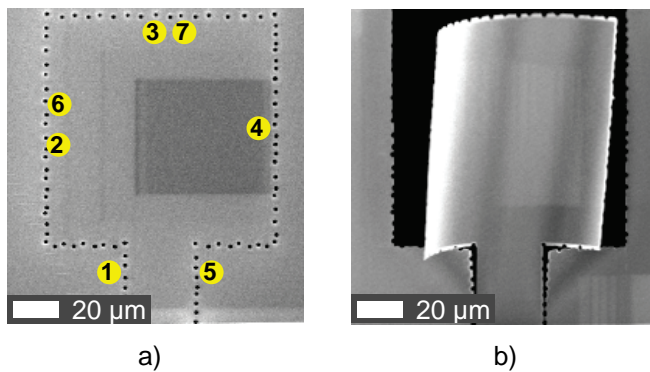


Abbildung 4.22: a) Um das Aufrollen der Membran zu reduzieren, wurden Punkte abwechselnd unten-links-oben-rechts usw. durchgebohrt (die gelben Punkte zeigen beispielhaft den Anfang der Punktfolge). b) Als Ergebnis sieht man eine verbogene Schaufel.

trennen der Membran punktförmige Bohrungen entlang der Schaufelkante immer in 50 µm Abstand von der letzter Bohrung gemacht – siehe Abbildung 4.22. Trotzdem verbiegt sich die Membran unsymmetrisch. Das bestätigt, dass die Ursache des Rollens und Biegens nicht Aufladungen sondern innere Spannungen im SiN und in den Metallschichten und die sich daraus ergebenden Biegemomente sind.

Alle nicht verbogenen Schaufeln wurden auf Chipcarriern, bzw. Glasträgern befestigt und entsprechend kontaktiert. Die Auslenkung des Cantilevers bei Anlegen von Gleichspannung wurde mit einem Tolansky-Interferometer beobachtet. Die durch die Gleichspannung induzierte Änderung der Kapazität wurde mit einer Kapazitätsmessbrücke vermessen. Daraus wurde iterativ der SiN-Elastizitätsmodul bestimmt, $E_{\text{SiN}} = 264 \text{ GPa}$, der sehr nahe beim Literaturwert $E_{\text{SiN}} = 260 \text{ GPa}$ liegt (siehe Tabelle 3.2). Die Messung ist im Abschnitt 4.6.1 beschrieben. Die entsprechende Rechnung befindet sich in Anhang A.4.

Es wurde also experimentell eine Vorgehensweise zur Herstellung von Schaufelcantilevern mit geringer Biegung gefunden: 100 nm-SiN-Membranen werden mit demselben Metall von beiden Seiten, mit Schichtdicken von $10 \text{ nm} \leq D \leq 30 \text{ nm}$ pro Seite beschichtet, und sie werden möglichst „blind“, d.h. ohne Ionenbeschuss der eigentlichen Schaufeloberfläche, strukturiert. Für diese Präparation wäre die Verwendung einer Dual-Beam-Anlage sehr hilfreich. Die Vorgehensweise ändert allerdings nichts daran, dass bei der Membranherstellung von Charge zur Charge Unterschiede auftreten, und folglich sich die Ergebnisse der FIB-Strukturierung unterscheiden. Beispiele dafür sind in Abbildung 4.23 dargestellt – trotz identischer Strukturierung verhalten sich alle dargestellten Schaufeln verschieden.

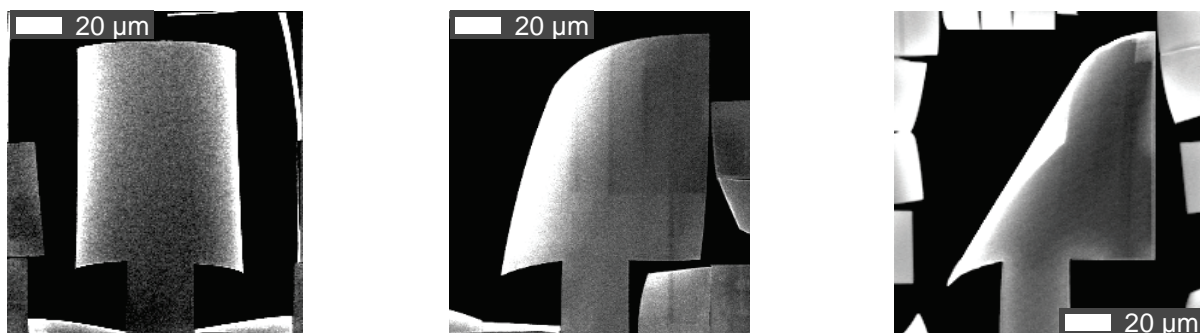


Abbildung 4.23: Alle drei Schaufeln sind aus Membranen mit $D_{\text{SiN}} = 100 \text{ nm}$, allerdings aus verschiedenen Lieferungen hergestellt. Alle wurden gleich beschichtet und mit gleichen FIB-Strahl Parametern strukturiert.

4.5.2 Streifenförmige Cantilever

Abbildung 4.24 zeigt mehrere Ansätze auf dem Weg zu einem sensortauglichen Cantilever in Form eines quaderförmigen Biegebalkens. Alle gezeigten Varianten wurden, wie in Abschnitt 4.5.4 beschrieben, zu einem Kondensator zusammengebaut. Es wurde jeweils elektrische Spannung angelegt und die Auslenkung oder andere Effekte wurden abgelesen bzw. beobachtet. Hier folgt eine kurze Zusammenfassung der experimentellen Erkenntnisse.

- Auf Bild 4.24 a) ist ein einfach ausgeschnittener Streifen zu erkennen. In den meisten Fällen lässt sich so ein Streifen durch Anlegen einer Spannung nicht einfach auslenken, sondern er krümmt sich hauptsächlich um eine Achse parallel zu den langen Streifen-Seiten. Diese Verkrümmung wirkt wie ein Profil, welches die reguläre Auslenkung (um eine Achse parallel zur kurzen Streifen-Seite) weitgehend verhindert.
- Auf Bild b) sieht man ein Streifen mit vorstrukturierten Linien, die eine bevorzugte Richtung des Biegens durch das Minimieren von Eigenspannungen von SiN und Metallschicht verhindern sollten. Der Versuch war nicht erfolgreich, vielleicht weil die Ionendosis für das Vorstrukturieren nicht ausreichend war.
- Bild c) zeigt einen Streifen mit diagonalen Schnitten, die bis zu ein Drittel der Streifenbreite in den Streifen hinein ragen. Diese Schnitte hatten ebenfalls die Aufgabe, den Streifen zu entspannen. Bei Anlegen einer Spannung werden die „Zweige“ deutlich stärker ausgelenkt als der ganze Streifen und machen ihn somit unbrauchbar.
- Auf Bild d) ist ein mit Profillinien vorstrukturierter Cantilever dargestellt. Die Tiefe der Profillinien beträgt etwa die Hälfte der gesamten Dicke von Membran und Beschichtung. Die Linien bedecken die Hälfte der Cantilever-Fläche. Wenn die Membran- und Beschichtung-Dicken stimmen, und wenn das Verhältnis zwischen Breite und Länge des Streifens günstig gewählt ist, erhält man so einen sicher funktionierenden Cantilever.
- Bild e) zeigt eine mögliche Abwandlung von d), die zeitsparender herzustellen ist. Hier hat der Cantilever nur vier Profillinien am freien Ende. Diese genügten aber nicht immer.

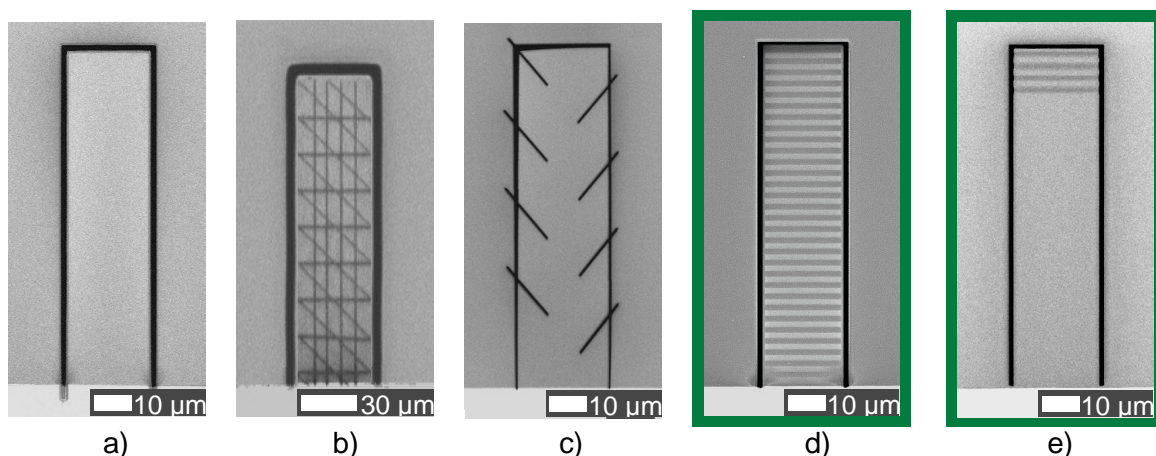


Abbildung 4.24: Fünf verschiedene Ansätze, streifenförmige Cantilever mit FIB zu präparieren.

Es liegt nicht ausreichend Statistik vor, um ein endgültiges Urteil zu treffen. Das ist sicher ein verfolgenswerter Ansatz, wenn es sich um so großflächige oder zahlreiche Strukturen handelt, dass der Zeitaufwand der Strukturierung zu einem kritischen Parameter wird.

Wie oben schon erwähnt wurde, spielt das Verhältnis Breite zu Länge eines Cantilevers eine wesentliche Rolle. Es hat sich experimentell herausgestellt, dass das Verhältnis 1:4 das Günstigste ist. Wichtig sind auch die Dicken der SiN-Membran und der Metall-Beschichtung sowie die Vorgehensweise beim Ausschneiden. Die besten Ergebnisse lassen sich aus 100 nm dicken SiN-Membranen mit 10 bis 30 nm Chrom durch das flächige Freischneiden an allen Seiten gleichzeitig in vielen Zyklen erzielen. Detaillierte Information hierzu sind in Abschnitt 4.4 in Abbildung 4.15 zu finden.

Außerdem führt die Ionenimplantation bei zusätzlicher Bestrahlung auch hier zur Verbiegung des Cantilevers und muss stets vermieden werden. Die Bewegungsfreiheit des Cantilevers gegen die Restmembran muss selbstverständlich gewährleistet werden.

4.5.3 Alternative Cantilever-Formen und Hängematten

Alternativ zu rechteckigen Streifen oder Schaufeln kann man andere Cantilever-Formen entwerfen, bei denen die Auslenkung unter elektrischer Spannung möglichst wenig durch eine Verkrümmung senkrecht zur Soll-Auslenkungs-Richtung blockiert wird. Abbildung 4.25 zeigt drei Beispiele: Zwei Cantilever, bei denen ein breiter bzw. schmaler werdendes Trapez jeweils an zwei „Beinen“ aufgehängt ist, und ein Cantilever in der Form eines Bogens.

Die Trapezform verhindert die Bildung einer gleichmäßigen Krümmung senkrecht zur Soll-Biegerichtung. Ungleichmäßige Krümmungen beliebiger anderer Richtung werden aber nicht unterdrückt, wie man in Abbildung 4.25 b) anhand der nach oben gebogenen Cantileverecke unten rechts erkennen kann. Die geometrische Form des Cantilevers kann also unerwünschte Krümmung reduzieren aber nicht vollständig verhindern. Dennoch eignen sich das schmaler werdende Trapez und der Sichelbogen gut als Cantilever. Bei dem ersten Trapez (Abb. 4.25 a)) muss der umgebende Bereich breiter ausgeschnitten werden, damit das Trapez sich bei Auslenkung nicht verkeilt. Vorteil des Bogens ist seine runde Form: er lässt sich sehr gut freischneiden, er kann sich wieder verdrehen noch verkeilen, und er hat keine Ecken, die unter Spannung stärker ausgelenkt werden als der Rest. Alle drei Formen sind in sich stabil und bieten auch gute Möglichkeit, die Fläche des Cantilevers zu vergrößern.

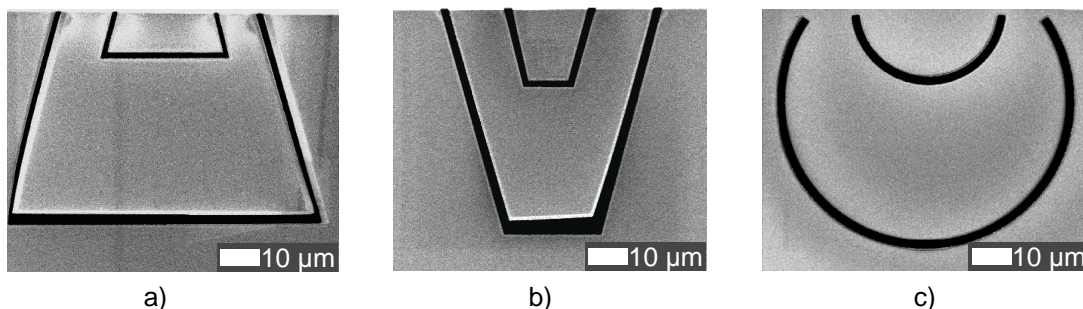


Abbildung 4.25: Cantilever mit der Form: a) eines breiter werdenden Trapezes, b) eines schmaler werdenden Trapezes, c) eines Bogens.

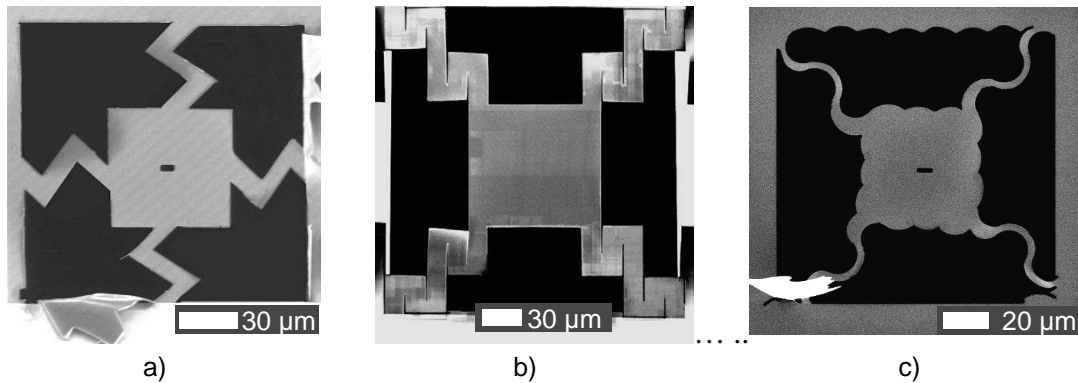


Abbildung 4.26: a) Hängematte (die Idee stammt aus [Völk06]), b) eckige Hängematte, c) Hängematte mit gerundeten Rändern. Alle Hängematten wurden mit FIB aus 100 nm dünnen SiN-Membranen ausgeschnitten. Die Schlitze in der Mitte von a) und c) dienen zum besseren Fokussieren auf die Mitte der Struktur während der Auslenkung (Höhenänderung).

Eine weitere alternative Form sind sogenannte „Hängematten“. Das sind großflächige, meist quadratische Strukturen, die an vier relativ dünnen „Schnüren“, die sich dehnen oder entfalten können, aufgehängt sind. Solche Strukturen haben folgende Vorteile:

- Da sie an vier Stellen festgehalten werden, können sie sich nicht stark verkrümmen oder wölben, auch nicht unter nachfolgender Ionen-Bestrahlung.
- Daher können sie deutlich größer sein als schaufel- oder streifenförmige Cantilever.

Es wurde beobachtet, dass vorhandene Ecken in den Strukturen (z.B. wie in Abbildung 4.26 a) und b)) stärker ausgelenkt werden als die sonstige Cantileverfläche. Die Abbildung zeigt die Entwicklung der Form von eckigen Hängematten hin zu eckenlosen, abgerundeten. Konsequenz zu Ende gedacht führt das zu kreisförmigen Hängematten. Darauf wird im Ausblick am Ende dieses Kapitels noch hingewiesen.

4.5.4 Zusammenbau der Membranen zu einem Kondensator

Die mittels FIB hergestellten Cantilever werden mit einigen anderen Komponenten so zu einem Kondensator zusammengebaut, dass sich die Auslenkung des Cantilevers optisch oder elektronenoptisch als Funktion der Spannung U , welche an den Kondensator angelegt wird, untersuchen lässt. Der Aufbau des Kondensators ist in den Abbildungen 4.27 und 4.28 demonstriert. Eine Stahlplatte mit drei Gewindebohrungen dient als die dem Cantilever gegenüberliegende Kondensatorplatte. Darüber liegen eine Isolationsfolie, ein mittleres und ein oberes Stahlblech. Alle haben jeweils drei Bohrungen und in der Mitte eine Aussparung. Die Aussparung in der Isolationsfolie gibt dem Cantilever Bewegungsfreiheit. Die Aussparung im

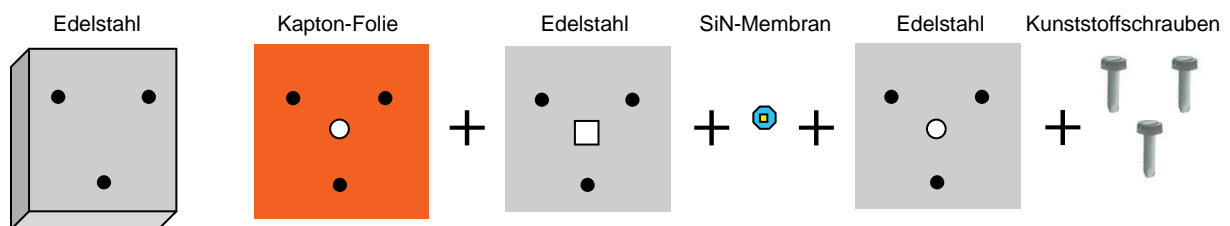


Abbildung 4.27: Bestandteile aus denen der Kondensator zusammengebaut wird.

mittleren Blech definiert eine feste Position für den Membranrahmen mit Cantilever, während die Aussparung im oberen Blech die Beobachtung des Cantilevers ermöglicht. Kunststoffschrauben befestigen oberes und mittleres Blech und Isolationsfolie an der Stahlplatte. Oberes Blech und die Stahlplatte sind mit einer Spannungsquelle verbunden. Die Stahlplatte hat die Maße $35 \times 35 \times 7 \text{ mm}^3$ (L/B/H), sie ist also im Vergleich zum Membranhalter groß und schwer. Das erleichtert die Handhabung, und die Notwendigkeit einer Fixierung während des Experimentierens entfällt. Für den „richtigen Einsatz“ können die Abmessungen (L/B) selbstverständlich bis auf die Größe des eigentlichen SiN-Membranhalters reduziert werden.

Die Isolationsfolie soll gewährleisten, dass die Kondensatorplatten sich möglichst dicht beieinander befinden aber elektrisch voneinander sicher isoliert sind. Nach Experimenten mit Zigarettenpapier, Tesa®-Film, Glimmer und verschiedenen Folien fiel der Wahl auf die von Du Pont hergestellte Kapton®-Polyimidfolie. Polyimide (Kurzzeichen PI) sind Hochleistungskunststoffe, die in der Elektrotechnik wegen ihrer Hitzebeständigkeit, geringer Ausgasung, Strahlungsbeständigkeit und wegen ihrer guten Isoliereigenschaften in Form von hellbräunlichen, halbtransparenten Folien zur Anwendung kommen. Einer der bekanntesten Typen ist eben die Kapton-Folie. Die Folie hat im Temperaturbereich bis 400°C zuverlässig sehr gute physikalische, elektrische und mechanische Eigenschaften⁸. Kapton ist schwer entflammbar, selbstverlöschend und verkohlt erst ab 800°C . Die minimale erhältliche und in dieser Arbeit eingesetzte Dicke der Folie ist $0,025 \text{ mm}$.

Somit ist durch die Kapton-Folie zuverlässige Isolierung gewährleistet. Die anzulegende Spannung wird durch Geometrie und Elastizität des Cantilevers begrenzt: Wird der Cantilever durch das elektrische Feld bis zur gegenüberliegenden Platte ausgelenkt, kommt es zum Kurzschluss. Damit es nicht zu elektrischen Überschlügen kommt, und der Cantilever nicht beschädigt oder zerstört wird, ist der Kondensator mit einem $1 \text{ M}\Omega$ -Widerstand in Reihe geschaltet.

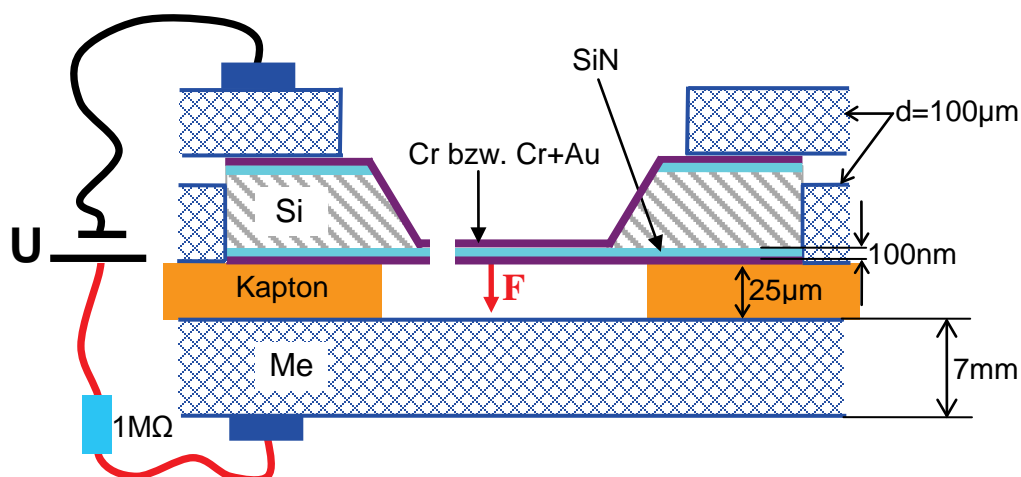


Abbildung 4.28: Zusammengebauter Kondensator mit Cantilever.

⁸ Einige Charakteristiken der Kapton®-Polyimidfolie von Du Pont: Spezifischer Widerstand: $10^{16} \Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$, Dichte: $1,42 \text{ g/cm}^3$, Thermische Leitfähigkeit: $0,16 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$, relative Permittivität (Dielektrizitätszahl): 3,4. Kapton ist chemisch sehr beständig; ein organisches Lösungsmittel ist nicht bekannt.

4.6 Messungen an verschiedenen Typen von Cantilevern

4.6.1 Kapazität und E-Modul eines schaufelförmigen Cantilevers

Eine 100 nm dicke SiN-Membran wurde beidseitig mit Chrom und Gold beschichtet. Die Gesamtdicke von Membran und Metallschichten beträgt $d = 145$ nm. Daraus wurde ein schaufelförmiger Cantilever freigeschnitten, wie in Abb. 4.18 oder 4.20 a) dargestellt ist. Dabei ist der „Hals“ je $30 \mu\text{m}$, die Schaufel je $100 \mu\text{m}$ lang und breit. Die gesamte Fläche des Cantilevers beträgt also $A = 10900 \mu\text{m}^2$. Der Cantilever wurde in einen Plattenkondensator mit $D = 30 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$ Plattenabstand integriert.

Die Kapazität wurde gemessen mit einer Kapazitätsmessbrücke des Typs AH 2500A von Andeen-Hagerling, welche dank eines temperaturstabilisierten Quarzglas-Kapazitätsstandards aktuell mit die größte Messgenauigkeit hat. In Abbildung 4.29 ist das Funktionsprinzip der Messbrücke dargestellt. Die so bestimmte Gesamtkapazität des Kondensators beträgt $5,5$ pF. Der Beitrag des freigeschnittenen Schaufelcantilevers (siehe Abschnitt 3.5.1, Fall 2) zur Kapazität ist nur

$$C = \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{2D} = 1,61 \text{ fF}. \quad (4.4)$$

Bei Anlegen der Spannung $U = 27$ V an den Kondensator vergrößert sich die Kapazität des Kondensators um $\Delta C = 0,5 \text{ fF} \pm 0,05 \text{ fF}$, denn durch die Spannung wird der Cantilever von der gegenüberliegenden Kondensatorplatte angezogen. Der Plattenabstand wird kleiner, der Beitrag des Cantilevers zur Kapazität entsprechend größer. Aus der Kapazitätsänderung lässt sich die mittlere Auslenkung ΔD des Cantilevers bestimmen:

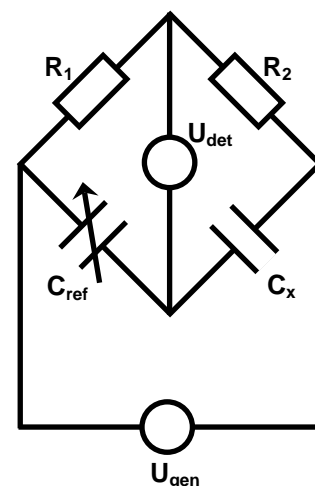
$$\Delta D = \bar{z} = \frac{\Delta C \cdot 2D^2}{\varepsilon_0 \cdot A + \Delta C \cdot 2D} = 7,1 \mu\text{m} \pm 1,4 \mu\text{m} \quad (4.5)$$

gemäß Gleichung (A.27) in Anhang A4. Die mittlere Cantilever-Auslenkung lässt sich andererseits nach Gleichung (A.28) berechnen:

$$\Delta D = \bar{z} = \frac{1}{A} \cdot \int_0^L b(x) \cdot z(x) dx = a_k \cdot 89 \cdot 10^6 \mu\text{m}^4, \quad (4.6)$$

mit $k = 5$ Schichten.

Abbildung 4.29: Schaltplan einer Kapazitätsmessbrücke. Ein Generator erzeugt eine 1 kHz Wechselspannung U_{gen} . Die Kapazitätsreferenz C_{ref} kann so eingestellt werden, dass keine Spannung U_{det} am Detektor abfällt. Die zu bestimmende Kapazität C_x ergibt sich aus den Werten R_1 , R_2 und C_{ref} der anderen Bauteile.



Setzt man die Gleichungen (4.5) und (4.6) gleich, so erhält man $a_{k=5} = (80 \pm 16) \cdot 10^9 / \text{m}^3$. Andererseits ergibt sich $a_{k=5}$ nach Gl. (3.15) aus den Dicken d_i und Elastizitätsmodulen E_i der fünf Schichten des Cantilevers zu

$$a_{k=5} = \frac{3\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2 \cdot \sum_{i=1}^5 E_i \cdot \left[\left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]} \quad (4.7)$$

Setzt man a_k in Gleichung (4.7) ein und verwendet die Literaturwerte der Elastizitätsmodule von Chrom und Gold, so ergibt sich daraus der Elastizitätsmodul für Siliziumnitrid $E_{\text{SiN}} = 264 \text{ GPa} \pm 50 \text{ GPa}$ (für detaillierte Rechnung siehe Anhang A4). Dieser Wert stimmt sehr gut mit den Literaturwerten gemäß Tabelle 3.2 überein und deutet darauf hin, dass die Beweglichkeit des Cantilevers nicht wesentlich durch Verkrümmung gestört ist.

4.6.2 Messmethoden für die Cantilever-Auslenkung unter elektrischer Spannung

Die Kapazitätsmessbrücke weist die Auslenkung von Cantilevern über die geänderte Kapazität, d.h. nur indirekt nach. Direkter erfolgt der Nachweis durch elektronenoptische oder optische Beobachtung des Cantilevers. Ersteres wurde realisiert, indem die zu Kondensatoren ergänzten Cantilever relativ zum Elektronenstrahl um 45° geneigt in ein SEM (Philips 505) eingebracht wurden. Der Neigungswinkel ermöglicht die Beobachtung der Auslenkung des Cantilevers schräg von der Seite. Zur optischen Beobachtung wurde zunächst ein Tolansky-Interferometer verwendet, das im Prinzip den Vorteil bietet, dass das Krümmungsprofil der gesamten Cantileverfläche ausgemessen werden kann. Diese Technik benötigt allerdings einen Abstand von wenigen Wellenlängen zwischen der Membran und der teilreflektierenden Optik. Dies war durch die Dicke des Siliziumrahmens von $200 \mu\text{m}$ bzw. mit dem Kondensatoraufbau aus Abschnitt 4.5.4 nicht realisierbar; sehr kleine Kontraste erlaubten keine reproduzierbaren Messungen. Im Weiteren erfolgte die Beobachtung der Cantileverauslenkung, von den Messungen mittels SEM abgesehen, wie in Abbildung 4.30 dargestellt. Der kontaktierte und an eine Spannungsquelle angeschlossene Cantilever-Kondensator wird senkrecht von oben durch ein optisches Mikroskop bei 50-facher Vergrößerung beobachtet. Mit Hilfe eines computergesteuerten, durch Piezoaktoren bewegten Objektivs (PIFOC[®] von Physik Instrumente) wird das Mikroskop so eingestellt, dass sich der Cantilever in der Schärfentiefezone ($1,6 \mu\text{m}$) des Objektivs befindet. Wird an den Cantilever nun eine Spannung angelegt, oder die angelegte Spannung wird verändert, so bewegt sich die beobachtete Stelle auf dem Cantilever aus der Schärfentiefezone heraus. Das Objektiv wird nachjustiert, so dass diese Stelle wieder scharf abgebildet wird. Dabei wird der Verstellweg des Objektivs über einen internen Sensor des PIFOC-Systems gemessen. Durch dreimaliges Wiederanfahren des Fokuspunktes bei konstanter angelegter Spannung am Cantilever lässt sich die Auslenkung des Cantilevers mit einer Genauigkeit von $0,5 \mu\text{m}$ bestimmen.

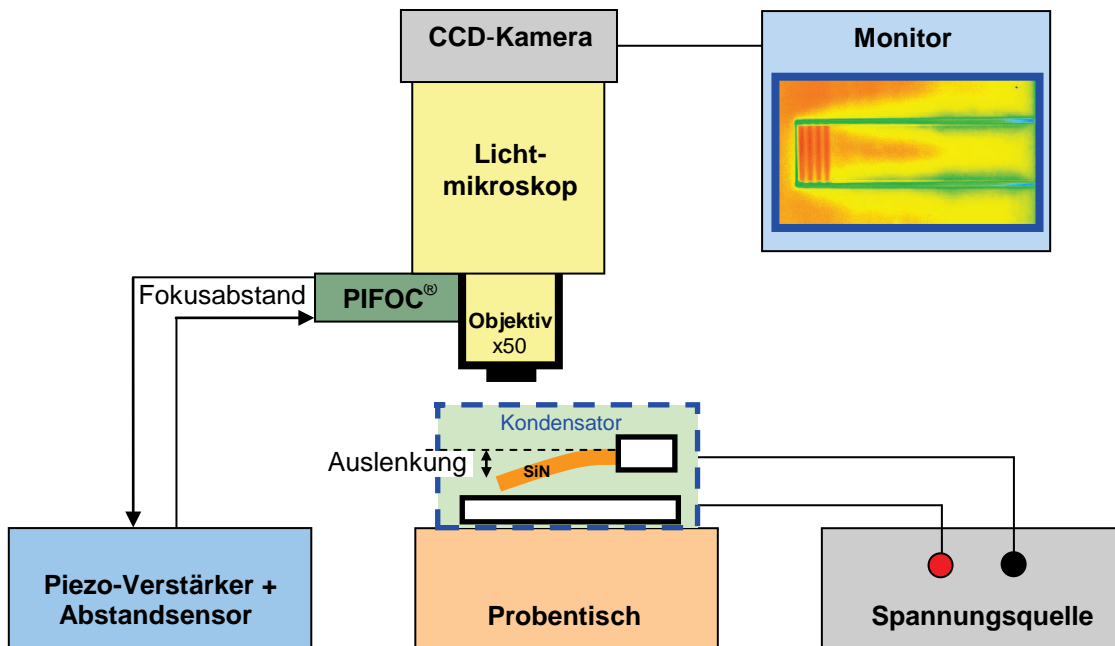


Abbildung 4.30: Messaufbau für berührungsfreie Beobachtung und Messung der Auslenkung von Cantilevern im Lichtmikroskop unter Anlegen einer elektrischen Spannung. Der Cantilever Cr11_10 ist in Falschfarben abgebildet (Messung dazu siehe Abb.4.33 b)).

4.6.3 Auslenkung streifenförmiger Cantilever unter elektrischer Spannung

Abbildung 4.31 zeigt die im SEM beobachteten Auslenkungen von fünf jeweils $30\ \mu\text{m} \times 90\ \mu\text{m}$ großen Membranstreifen ohne Profil aus einer $100\ \text{nm}$ dicken SiN-Membran mit beidseitiger $10\ \text{nm}$ Chrombeschichtung. Alle fünf Streifen sind in dieselbe Membran geschnitten, und folglich auch Teil desselben Kondensators. Für diese Messung wurde speziell ein Kondensator gebaut mit einer Grundplatte in Form eines massiven gleichschenkligen Dreiecks, damit die Proben im SEM unter 45° beobachtet werden konnten. Ein weiterer Unterschied zum in Abbildung 4.28 dargestellten Aufbau ist, dass der Abstand zwischen den Kondensatorplatten gleich $(44 \pm 2)\ \mu\text{m}$ ist. Die gemessenen Cantilever-Auslenkungen bis über $30\ \mu\text{m}$ sind hier nicht mehr klein relativ zum Plattenabstand. Die in Abschnitt 3.3 für kleine Auslenkungen dargelegte Theorie ist daher auf dieses Experiment nur beschränkt anwendbar.

Die am Kondensator anliegende Spannung wurde von $0\ \text{V}$ um jeweils $10\ \text{V}$ bis $90\ \text{V}$ und weiter auf $94\ \text{V}$ erhöht und dann in umgekehrter Reihenfolge wieder zurückgefahren. Dieser Spannungszyklus wurde mehrfach wiederholt. Die Auslenkung der Cantilever wurde aus den SEM-Abbildungen bestimmt bei $63\ \mu\text{m}$ Abstand vom fixierten Cantileverende. Abbildung 4.31 a) zeigt Variationen im Verhalten der Streifen beim ersten Hochfahren der Spannung: Sie bewegen sich mehr (Streifen 2 (rot) und 3 (schwarz)) oder weniger (alle anderen Streifen) in Richtung der gegenüberliegenden Kondensatorplatte. Dabei kann der Unterschied der Auslenkung der Streifen nicht auf eine abnehmende Dicke der Chromschicht zum Membranrand hin (wegen des Kisseneffektes, siehe Abschnitt 4.2.3) zurückgeführt werden, denn der „beweglichste“ Streifen Nr. 3 ist gleich weit vom Membranrand entfernt wie der „steifste“ Streifen Nr. 1. Alle Streifen sind schon bei $0\ \text{V}$ um einige Mikrometer relativ zur Membranebene ausgelenkt. Beim ersten Spannungszyklus erfolgt bis $30\ \text{V}$ bzw. $40\ \text{V}$ bzw. $70\ \text{V}$ fast

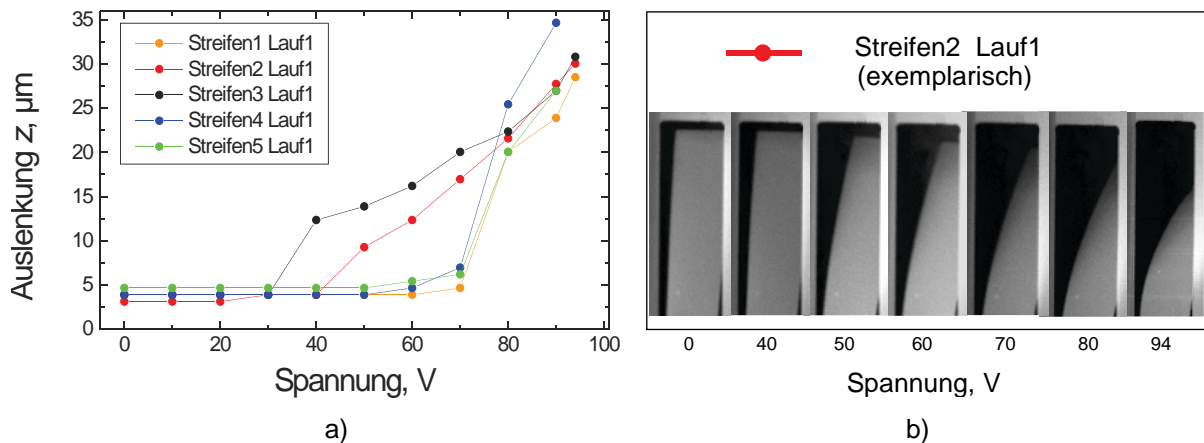


Abbildung 4.31: Mit SEM unter 45° gemessene Auslenkung von fünf je $90 \mu\text{m}$ langen Cantilevern, jeweils angegeben für $63 \mu\text{m}$ Abstand vom Cantileveranfang. Die Cantilever sind zunächst mehr (Nr. 1, 4, 5) oder weniger (2, 3) steif. In Graph a) ist die Auslenkung bei erstmaliger Auslenkung der Streifen beim Hochfahren der Spannung von 0 bis 94 V dargestellt. b) SEM-Bilder von Streifen 2.

keine zusätzliche Auslenkung. Erst bei 40 V bzw. 50 V bei den Streifen 2 und 3, und sogar erst bei 80 V bei den übrigen Streifen erfolgt sprunghaft starke zusätzliche Auslenkung. Dies kann so gedeutet werden, dass eine Mindestkraft erforderlich ist, um die Verkrümmung der Streifen zu überwinden und den Streifen in einen anderen Zustand zu versetzen. Diese Mindestkraft ist umso größer, je stärker die Streifen in sich (senkrecht zur langen Streifenseite) verkrümmt sind.

Passt man an die Daten der Streifen Nr. 2 und 3 oberhalb 40 V bzw. 30 V eine Parabel $z = z_0 + B_{\text{exp}} \cdot U^2$ an, so erhält man Auslenkungsparameter $B_{\text{exp}} \approx 3 \text{ nm/V}^2$ (siehe Abb. 4.32). In anschließend folgenden Spannungszyklen ist die Auslenkung des Cantilevers deutlich geringer und hängt von 0 V bis 90 V durchgehend quadratisch von der angelegten Spannung ab. Das unterschiedliche Verhalten beim ersten Spannungszyklus ist folglich nicht auf die elastischen Eigenschaften des Streifens sondern auf den anfänglichen Verkrümmungszustand zurückzuführen. Der Auslenkungsparameter, der sich für die weiteren Spannungszyklen ergibt, ist $B_{\text{exp}2} = (1,8 \pm 0,06) \text{ nm/V}^2$ (Streifen 2) bzw. $B_{\text{exp}3} = (1,1 \pm 0,04) \text{ nm/V}^2$ (Streifen 3).

Theoretisch erwartet man für einen $90 \mu\text{m}$ langen, 100 nm dicken SiN-Cantilever ($E_{\text{SiN}} = 260 \text{ GPa}$), der beidseitig 10 nm dick mit Chrom ($E_{\text{Cr}} = 289 \text{ GPa}$) beschichtet ist, bei

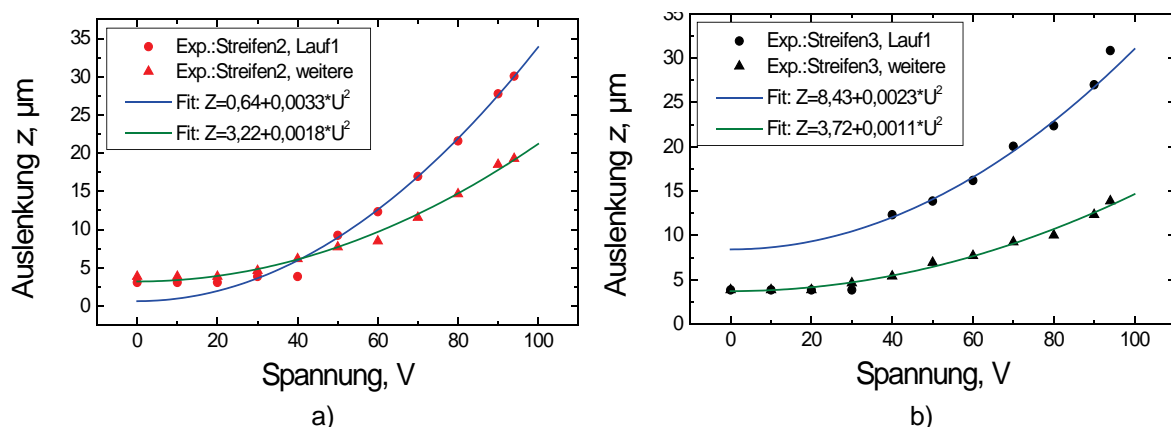


Abbildung 4.32: a) und b) zeigen die Auslenkung und Anpassung der zwei weniger steifen (da weniger verkrümmten) Streifen 2 und 3 im ersten Spannungszyklus und bei weiteren Spannungszyklen sowie jeweils angepasste Parabeln (in Lauf 1 jeweils ohne Berücksichtigung der ersten Messpunkte).

$x = 63 \mu\text{m}$ Abstand vom festen Cantileverende gemäß den Gl. (3.14) und (3.15) die Auslenkung

$$z_{63\mu\text{m}}(U) = B \cdot U^2, \quad (4.8)$$

mit $B_{\text{theor}} = 0,57 \text{ nm/V}^2$ (bei $D = 44 \mu\text{m}$ Kondensatorplattenabstand). Die Cantilever werden ab dem zweiten Lauf also 90% bzw. 215% stärker ausgelenkt, als theoretisch zu erwarten ist. Mögliche Erklärungen für diese Unterschiede sind Elastizitätsmodule des Siliziumnitrids und des Chroms, die herstellungsbedingt oder durch Ionenimplantation in Wirklichkeit kleiner sind als die oben eingesetzten Werte. Auch die Schichtdicken oder der Kondensatorplattenabstand können abweichen und/oder das feste Cantileverende kann bei der plötzlichen Ablenkung im ersten Spannungszyklus geknickt oder angebrochen sein.

Dabei muss angemerkt werden, dass die Streifen beim ersten Spannungszyklus zu stark ausgelenkt wurden und einen Kurzschluss erlitten. Durch den kurzzeitigen Stromfluss könnten sich Materialeigenschaften verändern. So wurden die Cantilever „trainiert“, d.h. der anfängliche, störende Einfluss einer Eigenspannung bzw. Verkrümmung quer zu der langen Seite des Cantilevers wurde beseitigt. Das kann durch das Biegen über eine kritische Grenze hinaus erfolgt sein. Ab dem zweiten Lauf verhalten sich die Cantilever reproduzierbar und weisen sogar nach dem Schaufelcantilever die höchste Empfindlichkeit (Auslenkung je Kraft) auf, wie in der Zusammenfassung des Kapitels in Tabelle 4.2 gezeigt wird.

Für die folgenden Messungen wurde anstelle des SEM das PIFOC[®] System benutzt. Die Cantilever wurden von oben betrachtet und in den Fokus gebracht (und können nicht von der Restmembran verdeckt werden wie bei der seitlichen Betrachtung im SEM). Auch die untere Kondensatorplatte kann so in den Fokus gebracht werden und der Abstand D zum Cantilever kann dank der geringen Tiefenschärfe präzise und bequem bestimmt werden. Für die Messungen mit dem PIFOC[®]-System wurden Proben mit nur einem Cantilever pro Membran verwendet, um die Probe mit hoher Vergrößerung und entsprechender Messgenauigkeit zu untersuchen, ohne das Risiko, dass ein anderer, gerade nicht beobachteter Streifen einen Kurzschluss verursacht. Jeder Messpunkt wurde mehrfach angefahren.

Abbildung 4.33 zeigt die mit PIFOC gemessene Auslenkung der Enden zweier $50\mu\text{m} \times 12\mu\text{m}$ großer Cantilever. Beide Cantilever unterscheiden sich lediglich dadurch, dass die dafür verwendeten SiN-Membranen aus zwei nacheinander folgenden Lieferungen stammen. Die Cantilever haben nominelle Membranendicken von 100 nm, eine 15 nm dicke Chrom-Beschichtung auf der Fensterseite, und sie wurden auf identische Weise mit dem FIB strukturiert, wobei jeweils vier Profillinien am freien Streifenende erzeugt wurden, um eine Verkrümmung des Cantilevers senkrecht zur gewünschten Auslenkungsrichtung zu verhindern. Die Messungen erfolgten mit dem Kondensatoraufbau, der in Abbildung 4.28 dargestellt ist. Der gemessene Kondensatorplattenabstand beträgt $30\mu\text{m} \pm 1\mu\text{m}$.

Bei beiden Cantilevern ist die Auslenkung des freien Cantileverendes bis ca. 150 V proportional zu U^2 . Oberhalb 150 V steigt die Auslenkung des Cantilevers stärker an, da die elektrische Anziehungskraft mit der Annäherung an die gegenüberliegende Kondensatorplatte zunimmt. Dies ist im Modell (siehe Abschnitt 3.5) nicht berücksichtigt, weshalb die Messwerte

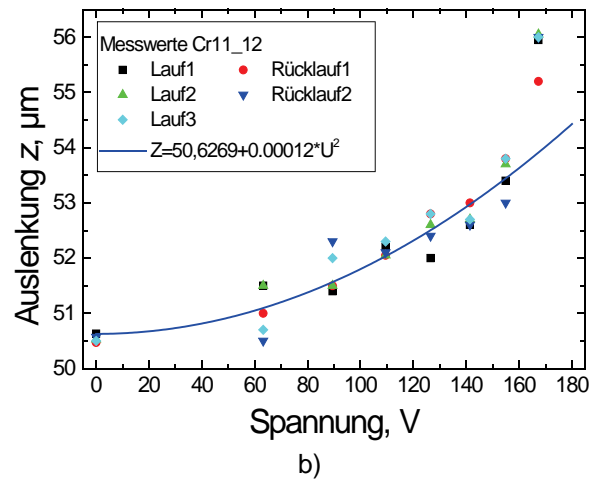
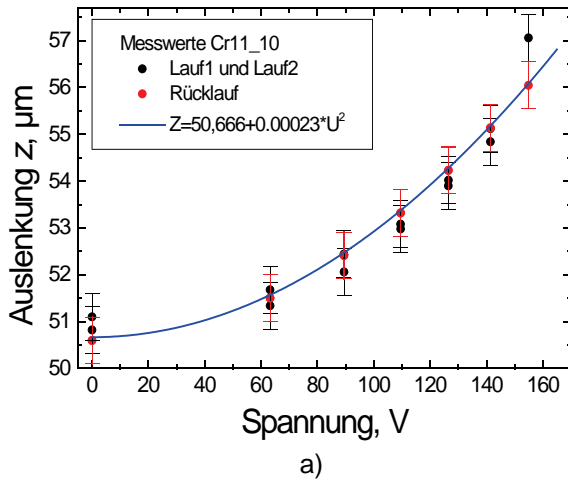


Abbildung 4.33: Auslenkung zweier Cantilever mit je vier Profillinien am freien Ende, gemessen mit PIFOC®. Es wurde jeweils eine Parabel angepasst, wobei die Messpunkte mit mehr als 55 μm Auslenkung nicht berücksichtigt wurden. Der Cantilever Cr11_10 ist in Abbildung 4.30 zu sehen.

oberhalb 150 V mit mehr als 4 μm zusätzlicher Auslenkung gegenüber der Auslenkung bei $U = 0\text{ V}$ in der Anpassung nicht berücksichtigt wurden. Theoretisch ist gemäß den Gleichungen (3.30) und (3.31) die Auslenkung am freien Cantileverende $z(L) = B \cdot U^2$ mit $B_{\text{theor}} = 0,226\text{ nm/V}^2$ zu erwarten (für einen 50 μm langen, 100 nm dicken SiN-Cantilever, einseitig mit 15 nm Chrom beschichtet, bei $D = 30\text{ }\mu\text{m}$ Kondensatorplattenabstand). Für den Cantilever Cr11_10 in Abb. 4.33 a) stimmt der aus den Messwerten bestimmte Auslenkungsparameter $B_{\text{expCr11}_10} = (0,23 \pm 0,01)\text{ nm/V}^2$ genau mit der theoretischen Erwartung überein. Für den anderen Cantilever (Cr11_12 Abb. 4.33 b)) ist der experimentelle Parameter $B_{\text{expCr11}_12} = (0,12 \pm 0,01)\text{ nm/V}^2$ um dem Faktor 2 kleiner als theoretisch erwartet.

Man könnte spekulieren, dass die vier Profilstreifen am freien Ende des Cantilevers nicht ausreichen, um eine Verkrümmung vollständig zu verhindern, die eine stärkere Auslenkung unterdrückt. Dies hätte man mit weiteren Profillinien vermeiden können. Allerdings wäre es bei Profilierung der gesamten Cantileverfläche nicht mehr sinnvoll, die gemessene Auslenkung mit der theoretischen Auslenkung eines nicht profilierten Cantilevers zu vergleichen.

Die Untersuchung der Schichtdicken der beiden Membranen liefert aber eine einfachere Erklärung des unterschiedlichen Verhaltens der beiden Cantilever. Die Lichtreflexe der Membranträger weisen deutlich verschiedene Blautöne auf – siehe Abbildung 4.34 – was auf

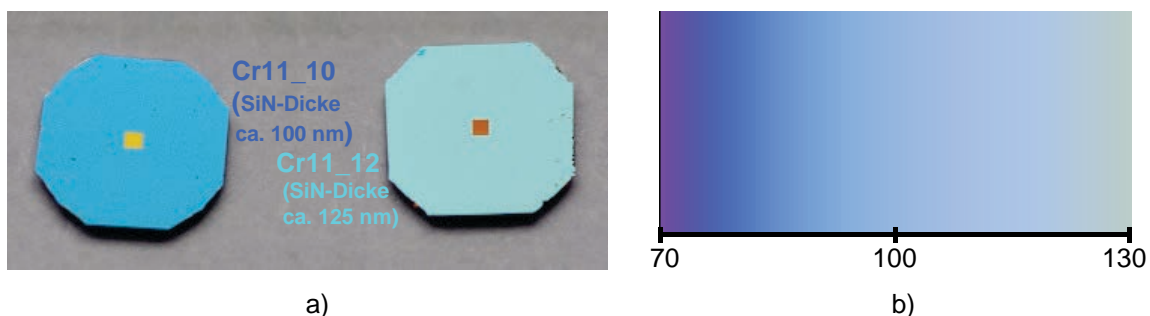


Abbildung 4.34: a) zwei Membranen aus verschiedenen Lieferchargen, die laut Hersteller die gleiche Dicke 100 nm haben (fotografiert unter 25°). b) Ausschnitt aus dem Spektrum der Lichtreflexe der SiN-Schicht auf dem Si-Substrat als Funktion der SiN-Schicht-Dicke [Clea12]. Die Farbe des Lichtreflexes links entspricht etwa 100 nm SiN-Dicke, bei der Membran rechts etwa 125 nm.

verschiedene Dicken und/oder Zusammensetzungen SiN-Schichten hindeutet. Der hellere Farbton des Lichtreflexes der steiferen Membran (Cr11_12 in Abb. 4.34 a)) deutet auf eine Membrandicke von $125 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$. Mit dieser Membrandicke (und 15 nm Cr) ergibt sich theoretisch nach Gl. (3.30) und (3.31) der Auslenkungsparameter $B_{\text{theor}} = (0,126 \pm 0,014) \text{ nm/V}^2$, was in sehr guter Übereinstimmung mit dem experimentellen Wert $B_{\text{exp1112}} = (0,12 \pm 0,01) \text{ nm/V}^2$ ist. Analog zur Erklärung in Abschnitt 4.1.1 wird auch hier bestätigt, dass sich die Dicken und/oder Brechungsindizes der SiN-Schichten bei Membranen aus verschiedenen Chargen unterscheiden. Somit sind Membranen dieser Art leider gegenwärtig ungeeignet zu Massenerstellung von identischen Objekten – innerhalb einer Charge sind die Ergebnisse aber gut reproduzierbar.

4.6.4 Auslenkung der Hängematten und Cantilever anderer Form

In Abbildung 4.26 sind FIB-Aufnahmen dreier Hängematten dargestellt. Abbildung 4.35 zeigt Lichtmikroskopbilder zweier dieser Hängematten, welche in Kondensatoren integriert und mittels des PIFOC-Systems untersucht wurden. Die Messung erfolgte in Falschfarbenmodi (siehe Bilder 4.35 a) und b)), da der Übergang scharf/unscharf beim Verfahren des Objektivs hier zusätzlich von einer Farbänderung begleitet wird, was die Ablesegenauigkeit erhöht. Außerdem enthalten die Farben Information über die Oberflächenhelligkeit und somit über die Neigung der Flächen. Insbesondere bei der Hängematte mit den runden Kanten (Abb. 4.35 b)) ist gut zu erkennen, dass die Ränder und Schnüre geneigt sind. Die Auslenkungen der Hängematten wurden mit dem PIFOC-System jeweils in mehreren Spannungszyklen gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.36 a) und b) dargestellt: Die Hängematte mit geraden Rändern, welche an besonders langen, gefalteten „Schnüren“ aufgehängt ist, zeigt in der Mitte eine starke Auslenkung, die mit der Spannung ($\sim 100 \text{ nm/V}$) linear erfolgt. Die Hängematte mit den runden Kanten zeigt in ihrer Mitte im Vergleich eine viel kleinere Auslenkung, die in Bezug auf die Spannung sowohl lineare als auch quadratische Anteile aufweist. Der Grund dafür ist die kleinere Mattenfläche und die Gesamtlänge der Schnüre, die mit

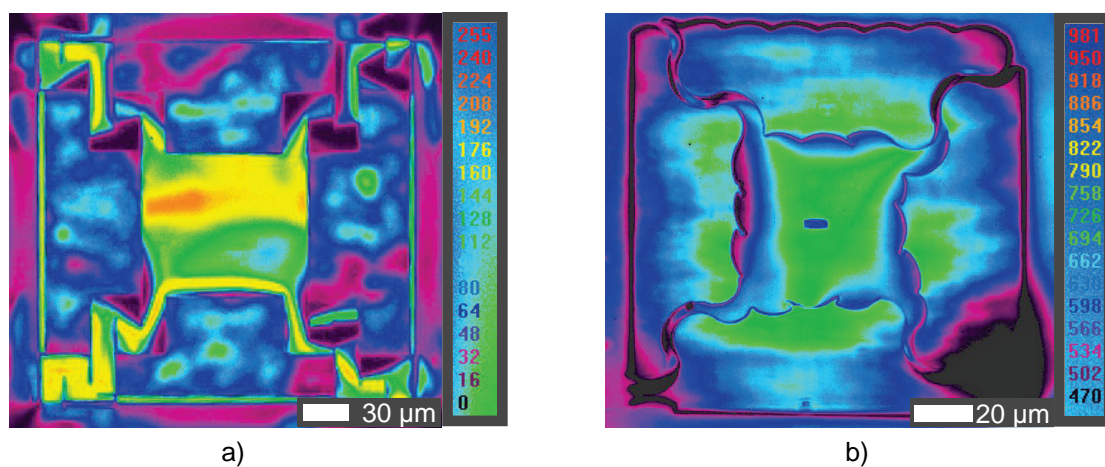


Abbildung 4.35: Unter dem Lichtmikroskop vermessene Hängematten: a) – eckig und b) – abgerundet. Letztere besitzt einen Schlitz in der Mitte, der bequemere und genauere Fokussierung ermöglicht. Die Zahlen rechts in den Bildern sind proportional zur Lichtintensität auf dem Sensor der CCD-Kamera und entsprechen somit der Oberflächenhelligkeit bzw. Neigungen und Schatten der Flächen.

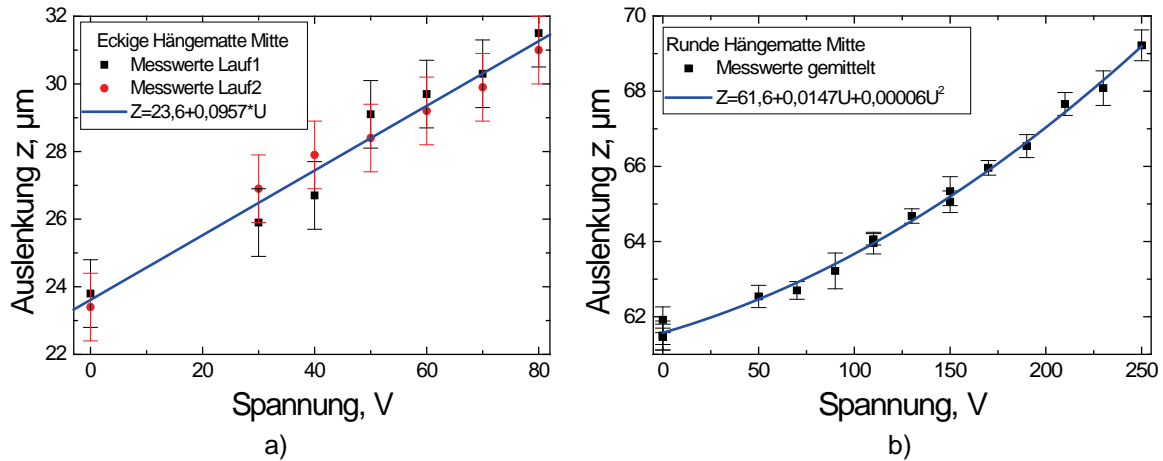


Abbildung 4.36: Auslenkung der Hängematten, gemessen – a) in der Mitte der Hängematte mit geraden Rändern und b) in der Mitte der Hängematte mit runden Rändern.

$(60 \pm 3) \mu\text{m}$ viel kürzer sind als $(205 \pm 5) \mu\text{m}$ bei der Hängematte mit den geraden Kanten. Die Hängematten sind an allen vier Ecken am Membranrahmen befestigt, daher bewirkt eine Auslenkung nicht nur eine Biegung, sondern auch eine Dehnung der Schnüre. Eine exakte Modellierung der hergestellten Hängematten ist aufgrund des komplexen dreidimensionalen Verbiegungszustandes der Schnüre in einer Simulation mit finiten Elementen nicht einfach. Es lässt sich aber eine phänomenologische Beschreibung geben analog zu dem Fall der unstrukturierteren quadratischen Membran unter homogenem Druck. Leicht unterschiedliche analytische Rechnungen für diesen Fall, der der bereits erwähnten Bulge-Methode zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls zugrunde liegt, sind in [Zhan06] aufgelistet. Gemeinsam können sie durch

$$P \propto C_1 (z - z_0) + C_2 (z - z_0)^3 \propto U^2 \quad (4.9)$$

beschrieben werden. Dabei ist P der Druck auf die Membran. Im hier vorliegenden Fall ist P durch die elektrostatische Anziehung hervorgerufen und proportional zu U^2 (siehe Gl. (3.7)). Der Faktor C_1 hängt dabei, abgesehen von der Geometrie, nur von der Vorspannung der Membran ab, während C_2 vom Elastizitätsmodul abhängt. Die exakte Beschreibung dieser Abhängigkeiten ist für die Hängematten sicher eine andere als für die geschlossene Membran. Trotzdem

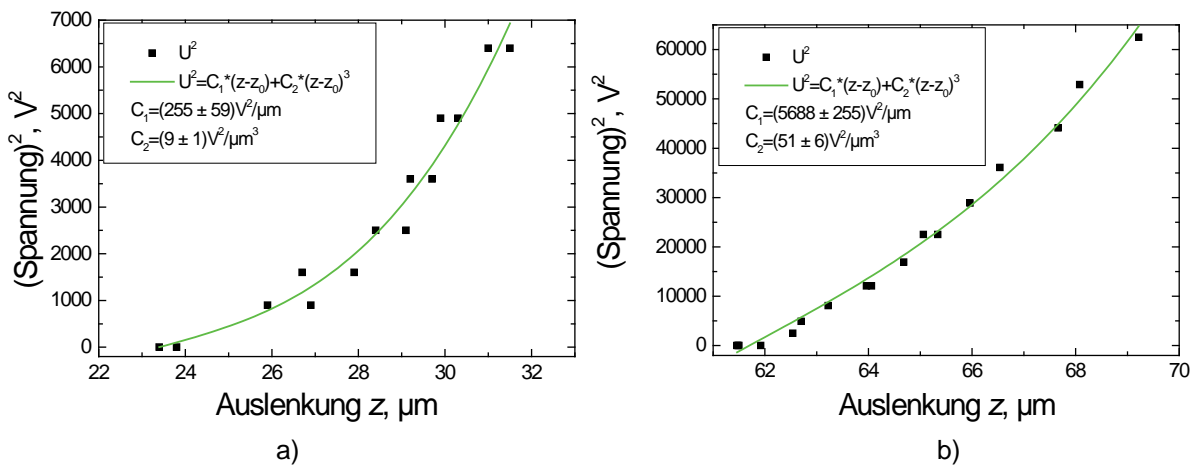


Abbildung 4.37: Die Daten aus Abbildung 4.36 in einer anderen Auftragung um die Auslenkung der Hängematten mit der Beschreibung geschlossener Membranen zu vergleichen. a) Hängematte mit geraden Rändern und b) halb so große Hängematte mit runden Rändern.

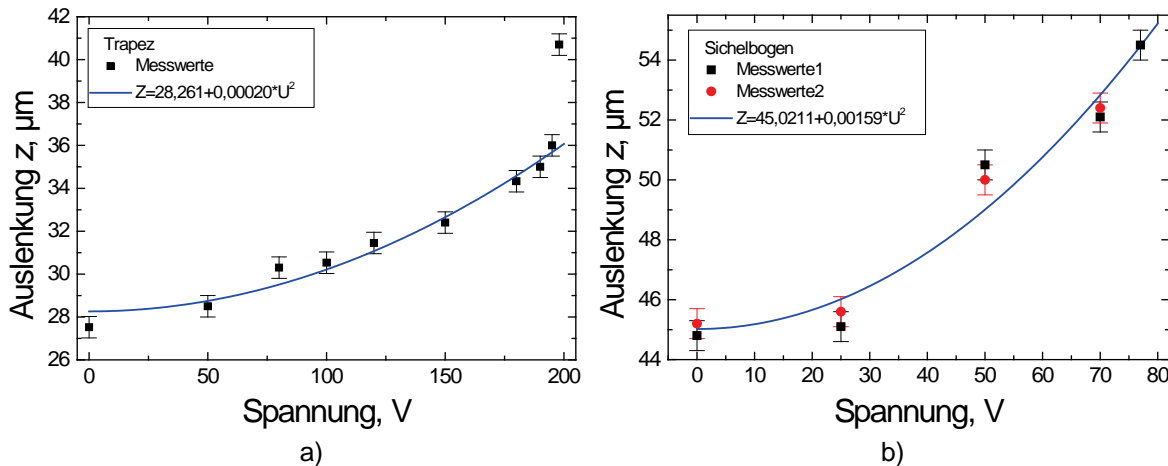


Abbildung 4.38: a) Ergebnisse der PI-FOC-Messung an der Kante des schmalen Trapezes. b) Ergebnisse der PI-FOC-Messung am äußeren Rand des Bogens aus Abb. 4.23 c).

zeigen die Kurvenanpassungen in Abbildung 4.37, dass das gefundene Verhalten sich in einer solchen Form beschreiben lässt. Gegenüber Abbildung 4.36 wurden hier für die Anpassung die Achsen vertauscht, da sich die Funktion 4.9 nur unschön invertieren lässt, sowie das Quadrat der Spannung (entsprechend dem Druck) als Ordinate aufgetragen. Der deutliche Anteil der dritten Ordnung bei der Hängematte mit geraden Kanten lässt vermuten, dass Schnüre dieser Form schon in diesem Bereich zu einem stärkeren Teil gedehnt werden. Bei der kleineren Hängematte ist der Beitrag erster Ordnung dominant – ihre stärker verdrehten Arme erfahren hauptsächlich eine Änderung ihrer inneren Krümmung.

Schließlich zeigt Abbildung 4.38 die Ergebnisse der PIFOC-Messungen an dem Trapez und dem Sichelbogen aus Abbildungen 4.25 b) und c). Die Auslenkung beider Cantilever folgt dem Quadrat der angelegten Spannung, wobei sich der Bogen mit $B_{\text{exp}} = (1,6 \pm 0,3) \text{ nm/V}^2$ deutlich beweglicher zeigt als das Trapez mit $B_{\text{exp}} = (0,20 \pm 0,02) \text{ nm/V}^2$. Demnach ist der Bogen weniger verkrümmt bzw. seine Verkrümmung versteift den ganzen Cantilever weniger.

4.7 Zusammenfassung und Ausblick

Freischwingende Biegebalken oder Cantilever aus ätzresistenten Isolationsschichten wie Si_3N_4 bieten sich als Grundstrukturen für vielfältige Arten von Sensoren an. Hängematten-ähnliche Strukturen können als Drucksensoren, resonante Substanzsensoren oder als Aktoren (z.B. Mikroventile und -Pumpen) eingesetzt werden. Im Rahmen dieses Teils dieser Arbeit wurden aus SiN-Membranen Cantilever verschiedene Formen hergestellt. Sie wurden jeweils zu Kondensatoren zusammengebaut, und ihre Auslenkung unter elektrischer Spannung wurde vermessen. Ein Schwerpunkt lag dabei auf der Entwicklung der Methodik des Strukturierens von SiN-Membranen mit fokussierten Ga^+ -Ionen. Andererseits wurde angestrebt, das verwendete SiN-Material und seine Wechselwirkung mit Ga^+ -Ionen zu erforschen. Für die gemachten Beobachtungen (Auslenkung der Cantilever) wurde ein analytisches Modell ausgearbeitet, das die Cantilever-Auslenkung auf die geometrischen und elastischen Eigenschaften des Cantilevers zurückführt. Als experimentelles Ergebnis können drei Typen funktionierender Mikrostrukturen präsentiert werden:

- Halbrollen,
- Cantilever (inkl. Schaufel, Trapez und Sichelbogen),
- Hängematten.

Ein entscheidender Faktor für das Gelingen der Strukturierung sind Profillinien, die vor dem Freischneiden der jeweiligen Struktur eingebracht werden. Sie ermöglichen die Kontrolle über die Richtung, in welche sich freigeschnittene Membranstrukturen verbiegen. Der zweite entscheidende Faktor ist die gezielte Anwendung oder Vermeidung der Ionenbestrahlung der schon freigeschnittenen Struktur und somit der Erzeugung des Biegemomentes, welches durch die Veränderung der Membranstruktur durch Ionenbeschuss entsteht.

Mittels FIB hergestellte Cantilever und Hängematten könnten eingesetzt werden, um durch ihre Auslenkung oder Resonanzfrequenzänderung z.B. die Magnetisierung magnetischer Nanopartikel zu messen oder ein adsorbiertes Molekül zu detektieren. Die Herstellung von sensorgeeigneten Cantilevern und Hängematten ist nach langer Suche letztlich reproduzierbar (innerhalb einer Membrancharge) gelungen. Die Eigenschaften einiger erprobter Cantilever sind in der Tabelle 4.2 zusammengefasst. Mit Hilfe elektrostatischer Auslenkung ließ sich in den meisten Fällen die Proportionalitätskonstante zwischen der angelegten, gleichmäßig auf die Cantileverfläche wirkenden Kraft und der Auslenkung bestimmen. Wie zu erwarten, werden die längsten Cantilever und die größten Hängematten mit den längsten Schnüren am stärksten ausgelenkt ($\sim L^4$). Bei rechteckigen Biegebalken und Schaufelcantilevern stimmt die Proportionalitätskonstante der Auslenkung oftmals, aber nicht immer, überein mit der theoretischen Vorhersage. Fällt die Auslenkung geringer aus, lässt sich das auf eine (durch Profillinien vermeidbare) unerwünschte Verkrümmung des Cantilevers quer zur Soll-Auslenkungsrichtung zurückführen.

Es ist also möglich, mittels FIB Cantileversensoren aus SiN-Membranen herzustellen und die gewünschte Empfindlichkeit z.B. über die Biegebalkenlänge einzustellen. Es wurde aber noch nicht herausgearbeitet, inwieweit die Herstellung mittels FIB Vorteile gegenüber der LIGA-Technik hat, oder ob die Herstellung mittels LIGA-Technik schlicht einfacher und für größere Stückzahlen zweidimensionalen Strukturen besser geeignet ist. Für dreidimensionale Objekte – solche wie Membranhalbrollen – bietet FIB-Strukturierung ein großes Feld neuer alternativer Möglichkeiten. Durch Variationen der Größe und des Krümmungsradius können neuartige Sensoren und Aktoren geschaffen werden.

Halbrollen, die mit der hier ausgearbeiteter Methode – Vorstrukturierung mit Profilstreifen über die ganze Fläche und vollständige Abtragung der Chromschicht – hergestellt sind, sind dünner, elastischer und daher wahrscheinlich insgesamt biegsamer und sensibler als plane SiN-Cantilever. Es wäre aufschlussreich, die Auslenkung der Halbrollen als Funktion der einwirkenden Kraft und somit die Federkonstante z.B. durch Nanoindentierung zu bestimmen. Auch der Übergang von der Halbrolle zu geschlossenen Mikro- oder Nanoröhrchen ist denkbar durch Variation der FIB-Strukturierungsmethode und bei Verwendung eines Materials mit

Cantilever	L (μm)	A (μm^2)	D (μm)	b (nm/V^2)	k (m/N)	$k_{\text{kor.}}$ (m/N)	Federk. (N/m)
Biegebalken (Cr_{11_12})	50	600	30 ± 2	0,12	20	54	0,018
Biegebalken (Cr_{11_10})	50	600	30 ± 2	0,23	39	104	0,0096
Biegebalken (SEM, Streifen 2)	90	2700	44 ± 2	1,8	146	640	0,0069
Biegebalken (SEM, Streifen 3)	90	2700	44 ± 2	1,1	89	390	0,011
Schaufel	130	10900	30 ± 2	9,74	192		
Hängematte (abgerundet)	60	2770	$27,5 \pm 2$	0,12	7,4	-	(0,14)
Trapez	53	1625	$27,5 \pm 2$	0,2	10,5	-	
Bogen	55	2790	$27,5 \pm 2$	1,6	49	-	

Tabelle 4.2: Eigenschaften der erprobten Cantilever. Symbole: L – Länge des Cantilevers bzw. die Länge der „Schnüre“ der Hängematten, A – Cantileverfläche, D – Abstand zwischen den Kondensatorplatten, b – Proportionalitätskonstante zwischen dem Quadrat der angelegten Spannung U und der resultierenden Auslenkung Δz des Cantilevers: $\Delta z = b \cdot U^2$, $k = \Delta z/F$ – Auslenkung pro Einheitskraft (Kehrwert der Federkonstante), $k_{\text{kor.}}$ – Auslenkung des Cantileverendes pro Einheitskraft auf das Cantileverende. Für rechteckige Cantilever ist $k_{\text{kor.}}$ um den Faktor $8/3$ größer als k , wenn die Kraft gleichmäßig über den gesamten Cantilever wirkt; die Federkonstante ist gleich $1/k_{\text{kor.}}$ ($1/k$ bei Hängematten).

genügend Eigenspannung. Anregung in diese Richtung gibt das Herstellungsverfahren von Luchnikov et al. [Luch06], bei dem unterschiedliche Eigenspannungen von Ober- und Unterseite einer zweilagigen Polymerschicht im Anschluss an das Freischneiden mittels FIB durch eine chemische Behandlung erzeugt werden⁹. Im Unterschied zur chemischen Produktion erlaubt die manuelle bzw. computergesteuerte FIB-Strukturierung die exakte Positionierung auf der Substratoberfläche. Das kann entscheidende Bedeutung für die Konstruktion der Geräte, die derart gerollte Elemente beinhalten, haben. Außerdem können solche Rollen mit Hilfe des FIB anschließend lokal mit diversen Schnitten, Gittern usw. modifiziert werden. Möglich ist auch die Vorstrukturierung der inneren Wand der Rolle.

Aus der vorliegenden Arbeit heraus können für die weitere Forschung folgende Vorschläge gemacht werden:

- **Technisch zum Strukturieren:** Um Ionenimplantation, die zu unerwünschten Veränderungen der Membranstruktur führen kann, zu reduzieren, ist es sinnvoll, Membranen mit einer Dual-Beam-Maschine zu strukturieren, die außer einer FIB-Säule auch über eine SEM-Säule verfügt. Die Verbiegung der Membranen entlang der Schnittkanten lässt sich dadurch natürlich nicht vermeiden.
- **Methodisch zum Strukturieren:** Zur Verminderung unerwünschter Krümmungen könnten Cantilever in zwei Etappen ausgeschnitten werden: Halb von einer Seite d.h. im abzutragenden Bereich würde nur die Metallschicht dieser Seite und die Hälfte der SiN Membran abgetragen, dann würde die Membran umgedreht und das Freischneiden von der anderen Seite vollendet. Auf diese Weise würden beide Membranseiten mit den auf-

⁹ Nach dem Schneiden einer H-Form in Al+Poly(4-Vinylpyridin)+Polystyren mit dem FIB, ätzen Luchnikov et al. die Polymerschichten in Flusssäure und induzieren auf diese Weise das Aufrollen zu Mikroröllchen [Luch06].

gedampften Metallschichten in vergleichbarer Weise durch Ionenbeschuss verändert, und die Wirkungen von Ionenimplantation und anderen Effekten würden sich ausgleichen.

- **Technisch für die Anwendung (gff. Messung):** Zur Verbesserung des zusammengebauten Cantilever-Kondensators könnte eine zusätzliche durchgehende Schicht Kapton-Folie eingebaut werden. Dies würde Beschädigung oder Zerstörung des Cantilevers durch Auslenkung bis zu gegenüberliegenden Platte (Kurzschluss) ausschließen und gleichzeitig das Anlegen größerer Spannungen erlauben. Die zusätzliche Kapton-Schicht würde aufgrund ihrer relativen Permittivität von 3,4 die Kapazität nur wenig reduzieren.
- **Methodisch zur Optimierung:** Da sich hängemattenförmige Sensorstrukturen gut bewährt haben, ist es denkbar, weitere Schritte in diese Richtung zu gehen. In Bezug auf den Schwerpunkt Strukturierung kann man an die Optimierung der Strukturformen denken. Vier Layouts sind in der Abb. 4.37 vorgeschlagen, sie alle haben quasi kreisförmige Sensorflächen, die an der einen oder anderen Art von Spiralarmlen aufgehängt sind. Auf dem Bild links ist eine mit dem FIB ausgeschnittene Struktur zu sehen, Abb. 4.37 b) zeigt ein einsatzfertiges Mikroventil von [Csep84], das elektrostatisch ausgelenkt wird. Auf dem Bild 4.37 c) ist eine ebenfalls mit FIB von D. Stickler angefertigte verzwickte Spirale abgebildet, das Bild ganz rechts zeigt eine einfache Spirale. Es bietet sich an, bei diesen Strukturen das Flächenverhältnis zwischen Sensorfläche und Spiralarmlen sowie Breite oder Dicke der Spiralarmlen zu variieren. Eckenfreie, rundliche Formen sind angesichts der FIB-Strukturierung vorteilhaft, und das Verhalten solcher einfacher bzw. regelmäßiger Strukturen lässt sich mit analytischen Modellen, bei denen der Einfluss von Parametern (Materialeigenschaften, Abmessungen) explizit erkennbar ist, gut simulieren.

Diese Liste macht deutlich, dass es noch viel Raum gibt für die weitere Untersuchung, Entwicklung und Anwendung von mittels FIB strukturierten Mikro- und Nanosensoren. Dabei sollte man immer bedenken, dass der Aspekt der Miniaturisierung makroskopischer Komponenten allein noch nicht das eigentliche Potenzial der Mikrosystemtechnik erfasst. Erst der Systemgedanke führt durch die Verknüpfung vieler mikro/nanotechnischer Komponenten zu einem komplexen Mikrosystem [Völk06]. Die Integration FIB-strukturierter Cantilever-, Halbbrollen- oder Hängematten-Sensoren in verschiedene Mikrosysteme stellt daher ein weites Feld zukünftiger Forschungs- und Entwicklungsmöglichkeiten dar.

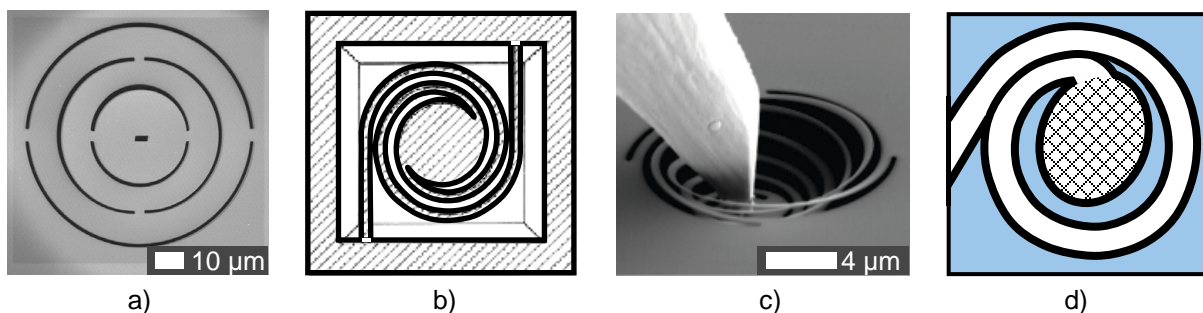


Abbildung 4.37: a) FIB-Aufnahme einer mit FIB ausgeschnittenen „Korb“-Hängematten – die kreisförmige Sensorfläche in der Mitte hat einen Schlitz zur optischen Messung der Auslenkung. b) Schematische Darstellung eines Mikroventils aus [Csep84], das von der Form her auch ein Hängematten-Sensor sein könnte. c) Spirale von D. Stickler [IAP13] d) Schematische Darstellung eines Sensors mit der Möglichkeit, die Armlänge zu variieren.

Zusammenfassung

Diese Arbeit verfolgt mehrere miteinander verwobene Zielsetzungen: Mit einem Strahl fokussierter Gallium-Ionen werden verschiedene Mikro- und Nanostrukturen erzeugt. Durch Analyse der Strukturierungsergebnisse soll physikalisch verstanden werden, wie die Wechselwirkung der Ionen mit dem Festkörper diese Ergebnisse bestimmt. Mit diesem Wissen sollen die Kontrolle des Strukturierungsprozesses, die Reproduzierbarkeit sowie die Vielfalt der möglichen Strukturierungen erhöht werden. Diese Zielsetzungen durchziehen die beiden experimentellen Schwerpunkte der vorliegenden Arbeit, die Untersuchungen rund um den Sputter-Yield ebenso wie die Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen für die Herstellung von Sensoren.

Der erste Teil dieser Arbeit ist der Frage gewidmet, wie groß der Sputter-Yield, d.h. die Zahl der abgetragenen Atome je einfliegendem Ion, ist, wenn ein Gallium-Ionenstrahl der Energie 30 keV einen Festkörper zerstäubt. Die Sputter-Yield-Werte sind insbesondere für den praktischen FIB-Betrieb relevant, bei dem üblicherweise Galliumionen dieser Energie eingesetzt werden. Der Sputter-Yield wird durch ein neues präzises Messverfahren, das auf der geometrischen Messung des abgetragenen Volumens beruht, bestimmt. So wurde der Yield von amorphen Graphit, polykristallinem Kobalt, Silizium(001), Galliumarsenid(001) und Permalloy bei senkrechtem Ioneneinfall gemessen. Für einige Einkristalle (Eisen, Wolfram, Vanadium, Blei und Nickel) wurde zusätzlich die Abhängigkeit des Sputter-Yields von der Orientierung des Kristallgitters zum Ionenstrahl untersucht. Dieser winkelabhängige Sputter-Yield weist ausgeprägte Maxima und Minima auf; insgesamt ergab sich eine Variation um bis zu einem Faktor 10. Die Minima treten bei Kristallorientierungen mit niedrigen Millerschen Indizes auf und werden daher mit einer Kanalisierung (Channeling) der Ionen erklärt.

Es gibt verschiedene Ansätze zur Modellierung des Channelings: Im Modell nach Onderdelinden wird bei Einfall des Ionenstrahls in der Nähe niedrigindizierter Richtungen ein Teil der Ionen zwischen den regelmäßig angeordneten Gitteratomen in die Tiefe des Kristalls geführt und trägt so nicht zur Zerstäubung des Kristalls bei. Die Voraussagen dieses Modells stimmen für Eisen, Wolfram und Nickel quantitativ weitgehend mit der hier gemessenen Winkelabhängigkeit des Sputter-Yields überein. Alternativ lassen sich die experimentellen Ergebnisse durch eine je nach Winkel vorliegende Transparenz der oberen Kristallschichten für die Ionen interpretieren. Ein Modell der Transparenz, das im Rahmen dieser Arbeit um die Idee des Channeling erweitert wird, stimmt noch etwas besser mit den Messergebnissen überein, erfordert aber eine größere Zahl von Anpassungsparametern als das Channeling-Modell nach Onderdelinden. Jedoch entsprechen nicht alle experimentellen Ergebnisse den Modellen: Im Falle von Vanadium ist die Amplitude der Variation des winkelabhängigen Sputter-Yields deutlich kleiner als vorhergesagt.

Für Kristallorientierungen, bei denen kein Channeling auftritt, sowie für amorphe und polykristalline Materialien entsprechen die meisten gemessenen Sputter-Yield-Werte den Vorhersagen von Simulationsrechnungen des bekannten SRIM/TRIM-Algorithmus, welcher auf einer Transporttheorie und der Annahme linearer Stoßkaskaden beruht. Eine Ausnahme bildet Blei mit seiner sehr niedrigen Schmelztemperatur. Erstens ist der gemessene Sputter-Yield für Richtungen ohne Channeling um den Faktor zwei bis drei größer als durch TRIM vorhergesagt. Dies lässt sich so deuten, dass es in Blei unter Ionenbeschuss vermehrt zu nichtlinear ablaufenden Stoßprozessen (Temperaturspikes) kommt, die den Kristall lokal kurzzeitig verflüssigen, so dass Material aus dem Inneren auf die Oberfläche fließt oder sogar Mikroexplosionen erfolgen, was den Sputter-Yield beträchtlich erhöht. Zweitens entstehen auf der Oberfläche des Bleikristalls Nanotropfen aus Gallium. Treffen die Ga-Ionen nicht senkrecht sondern schräg auf den Kristall, so bilden sich unter den Gallium-Tropfen pyramidenartige Strukturen aus. Dieser Effekt lässt sich auf den sehr hohen (~20) Sputter-Yield von Blei zurückführen. Die Bleiatome werden wesentlich schneller abgetragen als das durch den Ionenstrahl implantierte Gallium. Daher bildet sich auf der Kristalloberfläche freies Gallium und schirmt, zu Tropfen vereint, darunter liegende Bereiche ab. Eine genauere experimentelle Untersuchung der Prozesse, die bei der Zerstäubung von Blei mit Ga^+ auftreten, bietet ein spannendes Feld für eine weiterführende Arbeit.

Der zweite Teil dieser Arbeit widmet sich der Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen mittels Ionenstrahl. Hauptziel dieser Strukturierung ist die Herstellung verschiedener hochempfindlicher Mikrocantilever, welche für magnetische, elektrische oder andere Messungen verwendet werden können. Das Verhalten und die Veränderung der Eigenschaften der Siliziumnitrid-Membranen unter dem Einfluss des Ionenstrahls wurden untersucht. Dabei zeigten aus Membranen ausgeschnittene Strukturen Krümmungen, deren Ausmaß von Umfang und Zeitpunkt (vor, während oder nach dem Ausschneiden) der aufgebracht Ionendosis abhing. Diese Beobachtungen lassen sich wiederum auf Temperaturspikes zurückführen: Wird die Membran von einem Ion getroffen, schmilzt das Material entlang der Ionenbahn. Dadurch werden vorhandene mechanische Spannungen und Biegemomente abgebaut. Beim sofort folgenden Erstarren entsteht ein neues Biegemoment, das eine Krümmung der Membran bewirkt, wenn diese nicht fixiert ist. Durch Anwendung dieser Erkenntnisse wurde eine neuartige Technik des Vorstrukturierens und Ausschneidens der Membran entwickelt. Damit wurden streifenförmige und hängemattenartige Cantilever sowie Mikroröllchen kontrolliert und reproduzierbar erzeugt. Zur Messung der Empfindlichkeit bzw. Auslenkung der Cantilever als Funktion der angelegten elektrischen Spannung wurden einige Cantilever als eine der Platten in einen Plattenkondensator integriert und die statische Auslenkung unter Spannung gemessen. Die experimentellen Ergebnisse stimmen gut mit quantitativen Berechnungen zur mechanischen Verbiegung von Cantilevern unter dem Einfluss elektrostatischer Kräfte überein. Aus dem so gewonnenen Verständnis der Wechselwirkung des Ionenstrahls mit der Membran wurde eine neue Methode für reproduzierbare Strukturierung von Siliziumnitrid-Membranen zu Mikrocantilevern entwickelt. Schließlich werden weitere technische und methodische Optimierungsvorschläge zur Strukturierung und Anwendung von Mikrostrukturen aus Siliziumnitrid-Membranen

gemacht, die auf denkbare weiterführende Arbeiten weisen.

Auch bei den Untersuchungen rund um den (winkelabhängigen) Sputter-Yield gelang es, die Strukturierungsergebnisse mit dem modellgeführten physikalischen Verständnis weitgehend in Einklang zu bringen. Für ein noch genaueres Verständnis wäre eine theoretische Arbeit erforderlich, um für Blei oder Siliziumnitrid die durch Gallium-Ionen induzierten nichtlinearen Stoßprozesse und deren Auswirkungen mit Hilfe von Molekulardynamik-Simulationen nachzuvollziehen.

Literaturverzeichnis

- [Adam03] D. P. Adams, M. J. Vasile, T. M. Mayer, and V. C. Hodges:
Focused ion beam milling of diamond: Effects of H₂O on yield, surface morphology and microstructure
Journal of Vacuum Science & Technology B **21**(6), 2334-2343 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1619421>
- [Adam06] D. P. Adams, T. M. Mayer, M. J. Vasile, and K. Archuleta:
Effects of evolving surface morphology on yield during focused ion beam milling of carbon
Applied Surface Science **252**(6), 2432-2444 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2005.06.013>
- [Alle89] M. P. Allen and D. J. Tildesley:
Computer Simulation of Liquids
Oxford University Press, Oxford (1989).
- [Alme61] O. Almen and G. Bruce:
Collection and sputtering experiments with noble gas ions
Nuclear Instruments and Methods **11**, 257 (1961).
- [Aver94] R. S. Averback and Mai Ghaly:
A model for surface damage in ionirradiated solids
Journal of Applied Physics **76**, 3908 (1994);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.357398>
- [Bell09] Bell, D. C., Lemme, M. C., Stern, L. A., Williams, J. R., and Marcus, C. M.:
Precision cutting and patterning of graphene with helium ions
Nanotechnology **20**(45), 455301 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/20/45/455301>
- [Bert1790] F. J. Bertuch:
Bilderbuch für Kinder, Band I, Der Phönix
Verlag des Industrie-Comptoirs, Weimar (1790);
<http://digi.ub.uni-heidelberg.de/diglit/bertuch1801bd1/0190>
- [Besl04] M. P. Besland and M. Lapeyrade, F. Delmotte, G. Hollinger:
Interpretation of stress variation in silicon nitride films deposited by electron cyclotron resonance plasma
Journal of Vacuum Science & Technology A **22**, 1962-1970 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1776179>
- [Beye12] Björn Beyersdorff, Sebastian Hankemeier, Stefan Rößler, Yuliya Stark, Robert Frömter, and Hans Peter Oepen:
Thermal effects in spin-torque assisted domain wall depinning
Physical Review B **86**(18), 184427 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.86.184427>

- [Binn86] G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber:
Atomic force microscope
Physical Review Letters **56**, 930–933 (1986);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.56.930>
- [Bisc00] L. Bischoff, J. Teichert, S. Hausmann, T. Ganetsos, G. L. R. Mair:
Investigation and optimization of the emission parameters of alloy liquid metal ion sources
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **161**, 1128–1131 (2000);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(99\)00859-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X(99)00859-9)
- [Blan96] N. Blanc, J. Brugger, N. F. D. Rooij, U. Durig:
Scanning Force Microscopy in the Dynamic Mode Using Microfabricated Capacitive Sensors
Journal of Vacuum Science & Technology B **14**(2), 901–905 (1996);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.589171>
- [Blic02] R. H. Blick, A. Erbe, L. Pescini, A. Kraus, D. V. Scheible, F. W. Beil, E. Hoehberger, A. Hoerner, J. Kirschbaum, H. Lorenz, and J. P. Kotthaus:
Nanostructured silicon for studying fundamental aspects of nanomechanics
Journal of Physics: Condensed Matter **14**, R905–R945 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0953-8984/14/34/202>
- [Boch12] *Fokussierte Ionenstrahlen*
https://wiki.physik.ruhr-uni-bochum.de/fpsowas/index.php/Fokussierte_Ionenstrahlen
Ruhr-Universität Bochum (2010); Stand: 26.11.2012
- [Boot04] H. J. Booth:
Recent applications of pulsed lasers in advanced materials processing
Thin Solid Films **453–454**, 450–457 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2003.11.130>
- [Brod11] A. Brodyanski, S. Blomeier, H. Gnaser, W. Bock, B. Hillebrands, M. Kopnarski, B. Reuscher:
Interplay of energy dissipation, ion-induced mixing, and crystal structure recovery, and surface effects in ion-irradiated magnetic Fe/Cr/Fe trilayers
Physical Review B **84**, 214106 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.84.214106>
- [Bron00] M. L. Brongersma, E. Snoeks, T. van Dillen, and A. Polman:
Origin of MeV ion irradiation-induced stress changes in SiO₂
Journal of Applied Physics **88**, 59–64 (2000);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.373624>
- [Brus85] Brusilovsky B. A.:
Directional effects in kinetic ion-emission
Vacuum **35**, 595–615 (1985);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0042-207X\(85\)90322-7](http://dx.doi.org/10.1016/0042-207X(85)90322-7)
- [Bube11] Moritz Bubek:
Maskentechnik zur Erzeugung epitaktischer Nanostrukturen und Modifikation der magnetischen Anisotropie von ultradünnen Co/Au(111)-Filmen durch Ionenätzen
Dissertation, Hamburg (2011).

- [Buch97] Lionel Buchailot, Etienne Farnault, Moussa Hoummady, and Hiroyuki Fujita:
Silicon Nitride Thin Films Young's Modulus Determination by an Optical Non Destructive Method
Journal of Applied Physics **36**, L794-L797 (1997);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.36.L794>
- [Butt96] Hans-Jürgen Butt:
A sensitive method to measure changes in the surface stress of solids
Journal of Colloid and Interface Science **180**, 251-260 (1996);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1006/jcis.1996.0297>
- [Cast11] Vincenzo Castaldo, Josephus Withagen, Cornelius Hagen, Pieter Kruit, and Emile van Vedhoven:
Angular Dependence of the Ion-Induced Secondary Electron Emission for He⁺ and Ga⁺ Beams
Microscopy and Microanalysis **17**, 624-636 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S1431927611000225>
- [Chab03] Michelle D. Chabot, John Moreland:
Micrometer-scale magnetometry of thin Ni₈₀Fe₂₀ films using ultrasensitive microcantilevers
Journal of Applied Physics **93**(10), 7897-7899 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1557759>
- [Chab05] Michelle D. Chabot, John M. Moreland, Lan Gao, Sy-Hwang Liou, Casey W. Miller:
Novel fabrication of Micromechanical Oscillators with Nanoscale Sensitivity at Room Temperature
Journal of Micromechanical Systems **14**, 1118-1125 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1109/JMEMS.2005.851869>
- [Chen95] G. Y. Chen, T. Thundat, E. A. Wachter, and R. J. Warmack:
Adsorption-induced surface stress and its effects on resonance frequency of microcantilevers
Journal of Applied Physics **77**, 3618-3622 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.359562>
- [Chou07] Arnab Choudhury, Peter J. Hesketh, Thomas Thundat, and Zhiyu Hu:
A piezoresistive microcantilever array for surface stress measurement: curvature model and fabrication
Journal of Micromechanics and Microengineering **17**, 2065-2076 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0960-1317/17/10/019>
- [Chua04] Wen-Hsien Chuang, Thomas Luger, Rainer K. Fetting, and Reza Ghodssi:
Mechanical Property characterization of LPCVD Silicon Nitride Thin films at cryogenic temperature
Journal of Microelectromechanical Systems **13**(5), 870-879 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1109/JMEMS.2004.836815>
- [Clea12] *Silicon Dioxide/Nitride Color vs. Film Thickness and Viewing Angle Calculator*
http://www.cleanroom.byu.edu/color_chart.phtml
Brigham Young University; Stand 30.10.2012

- [Cohe08] David Cohen-Tanugi and Nan Yao:
Superior imaging resolution in scanning helium-ion microscopy: A look at beam-sample interactions
Journal of Applied Physics **104**, 063504 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2976299>
- [Crew68] A. V. Crewe, D. N. Eggenberger, J. Wall, and L. M. Welter:
Electron Gun Using a Field Emission Source
Review of Scientific Instruments **39**, 576 (1968);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1683435>
- [Crys12] *Abscheidung von Siliciumnitrid-Schichten Si₃N₄*
<https://www.crystec.com/kllnitrd.htm>
Crystec Technology Trading GmbH, Altötting; Stand: 6.6.2012
- [Csep84] L. Csepregi, K. Kühl, R. Nießl, R. Seidel:
Technologie dünngeätzter Siliziumfolien im Hinblick auf monolithisch integrierbare Sensoren
BMFT-Forschungsbericht T84-209 (1984);
<http://hdl.handle.net/10068/173653>
- [Demt94] Wolfgang Demtröder:
Experimentalphysik 1
Springer-Verlag, Berlin (1994);
ISBN: 3-540-56543-4
- [Dene02] C. Deneke, C. Muller, N. Y. Jin-Phillipp, and O. G. Schmidt:
Diameter scalability of rolled-up In(Ga)As/GaAs nanotubes
Semiconductor Science and Technology **17**, 1278 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0268-1242/17/12/312>
- [Desh99] M. M. Deshmukh, D. C. Ralph, M. Thomas, and J. Silcox:
Nanofabrication using a stencil mask
Applied Physics Letters **75**, 1631-1633 (1999);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.124777>
- [Diaz90] Diaz de la Rubia, M. W. Guinan:
Progress in the development of a molecular dynamics code for high-energy cascade studies
Journal of Nuclear Materials **174**, 151-157 (1990);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115\(90\)90229-G](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115(90)90229-G)
- [Dill01] T. van Dillen, A. Polman, W. Fukarek, and A. van Blaaderen:
Energy-dependent anisotropic deformation of colloidal silica particles under MeV Au irradiation
Applied Physics Letters **78**, 910 (2001);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1345827>
- [Dill03] T. van Dillen, A. Polman, C. M. van Kats, A. van Blaaderen:
Ion beam-induced anisotropic plastic deformation at 300 keV
Applied Physics Letters **83**, 4315 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1629793>

- [Dill04] T. van Dillen, M. Y. S. Siem, and A. Polman:
Stress map for ion irradiation: Depth-resolved dynamic competition between radiation-induced viscoelastic phenomena in SiO₂
Applied Physics Letters **85**, 389-391 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1773927>
- [Dill05] T. van Dillen, A. Polman, P. R. Onck, and E. van der Giessen:
Anisotropic plastic deformation by viscous flow in ion tracks
Physical Review B **71**, 024103 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.71.024103>
- [Donn05] S. E. Donnelly, R. C. Birtcher, K. Nordlund:
Single Ion Induced Spike Effects on Thin Metal Films: Observation and Simulation
in: *Engineering Thin Films and Nanostructures with Ion Beams*
Editor: Emile Knystautas, CRC Press, Boca Raton, Florida (2005);
ISBN: 0-8247-2447-X
- [Edwa04] R. L. Edwards, G. Coles, W. N. Sharpe Jr:
Comparison of tensile and bulge tests for thin-film silicon nitride
Experimental Mechanics **44**(1), 49-54 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1177/0014485104039749>
- [Eich97] Stefan Eichler:
Untersuchungen zu leerstellenartigen Kristalldefekten nach Ionenimplantation in Halbleitern
Dissertation, Dresden (1997).
- [Eise04] S. Eisebitt, J. Lüning, W. F. Schlotter, M. Lörger, O. Hellwig, W. Eberhardt, J. Stöhr:
Lensless imaging of magnetic nanostructures by X-ray spectro-holography
Nature **432**, 885-888 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1038/nature03139>
- [Eise05] S. Eisebitt, M. Lörger, W. Eberhardt, J. Lüning, and J. Stöhr:
Lensless X-ray imaging of magnetic materials: basic considerations
Applied Physics A **80**, 921-927 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s00339-004-3117-9>
- [Eise08] Stefan Eisebitt:
X-ray holography: The hole story
Nature Photonics **2**, 529-530 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1038/nphoton.2008.182>
- [Emsd12] *Silicon Nitride Mesh and Films*
http://www.emsdiasum.com/microscopy/products/films/silicone_nitride.aspx
Electron Microscopy Sciences, Hatfield, Pennsylvania; Stand: 5.11.2012
- [Erla88] R. Erlandsson, G. M. McClelland, C. M. Mate, S. Chiang:
Atomic force microscopy using optical interferometry
Journal of Vacuum Science & Technology A **6**(2), 266-270 (1988);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.575440>

- [Esco75] W. H. Escovitz, T. R. Fox and R. Levi-Setti:
Scanning Transmission Ion Microscope with a Field Ion Source
Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America **72**(5), 1826-1828 (1975);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1073/pnas.72.5.1826>
- [Fass08] J. Fassbender and J. McCord:
Magnetic patterning by means of ion irradiation and implantation
Journal of Magnetism and Magnetic Materials **320**, 579–596 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.07.032>
- [Firs58] O. B. Firsov:
Scattering of ions by atoms
Soviet Physics – JETP **7**, 308-311 (1958);
J. Exptl. Theoret. Phys. (USSR) **34**, 447-452 (1958).
- [Firs59] O. B. Firsov:
A qualitative interpretation of the mean electron excitation energy in atomic collisions
Soviet Physics – JETP **36**, 1076-1080 (1959);
J. Exptl. Theoret. Phys. (USSR) **36**, 1517 (1959).
- [Fisc04] A. C. Fischer-Cripps:
Nanoindentation
Springer-Verlag, New-York (2004);
ISBN: 978-0387220451
- [Flui62] J. M. Fluit, P. K. Rol, J. Kistemaker:
Angular-Dependent Sputtering of Copper Single Crystals
Journal of Applied Physics **34**, 690-691 (1962).
- [Forb97] Forbes, R. G.:
Understanding how the liquid-metal ion source works
Vacuum **48**, 85-97 (1997);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X\(96\)00227-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X(96)00227-8)
- [Frad96] J. Fraden:
Handbook of Modern Sensors: Physics, Design, and Applications
2nd Edition, Springer-Verlag, New York, 556 (1996).
- [Fran70] L. Francken and D. Onderdelinden:
Influence of planar channeling on single crystal sputtering
in: *Atomic Collision Phenomena in Solids: Proceedings of an Intern. Conference held at the Univ. of Sussex, Brighton, England, from 7th to 12th Sept., 1969*, 266-277,
Editors: D. W. Palmer, M. W. Thompson, P. D. Townsend, Amsterdam (1970).
- [Fran88] Franklin R. E, Kirk E. C. C., Cleaver J. R. A., and Ahmed H.:
Channelling ion image contrast and sputtering in gold specimens observed in a high-resolution scanning ion microscope
Journal of Materials Science Letters **7**, 39-41 (1988);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/BF01729909>

- [Gard96] J. G. E. Gardeniers, H. A. C Tilmans, C. C. G. Visser:
LPCVD silicon-rich silicon nitride films for applications in micromechanics, studied with statistical experimental design
Journal of Vacuum Science & Technology A **14**(5), 2879-2892 (1996);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.580239>
- [Gärt97] K. Gärtner:
Axial dechanneling in compound crystals with point defects and defect analysis by RBS
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **132**, 147-158 (1997);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(97\)00381-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X(97)00381-9)
- [Gell77] W. Gellert, H. Küstner, M. Hellwich, H. Kästner (Editoren):
Kleine Enzyklopädie Mathematik
2. Auflage, VEB Bibliographisches Institut, Leipzig (1977);
ISBN: 387 144 323 9
- [Geor10] H. Bola George, Yuye Tang, Xi Chen, Jiali Li, John W. Hutchinson, Jene A. Golovchenko, and Michael J. Aziz:
Nanopore fabrication in amorphous Si: Viscous flow model and comparison to experiment
Journal of Applied Physics **108**(1), 014310 (2010);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3452390>
- [Ghal94] Mai Ghaly and R. S. Averback:
Effect of viscous-flow on ion damage near solid-surfaces
Physical Review Letters **72**(3), 364-367 (1994);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.72.364>
- [Ghal99] Mai Ghaly, Kai Nordlund, R. S. Averback:
Molecular dynamics investigations of surface damage produced by kiloelectronvolt self-bombardment of solids
Philosophical Magazine A **79**(4), 795-820 (1999);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/01418619908210332>
- [Gian05] Lucille A. Giannuzzi, Fred A. Stevie (editors):
Introduction to Focused Ion Beams
Springer Science+Business Media LLC, New York (2005);
ISBN: 0-387-23116-1
- [Gian11] Lucille A. Giannuzzi:
Imaging and Patterning with a Focused Ion Beam
IGERT: Focused Ion Beam Nanomachining (2011);
<http://ebookbrowse.com/5-fib-nanomachining-pdf-d16565660>
http://www.ccmr.cornell.edu/igert/modular/docs/5_FIB_Nanomachining.pdf
- [Gimz94] J. K. Gimzewski, Ch. Gerber, E. Meyer, and R. R. Schlittler:
Observation of a chemical reaction using a micromechanical sensor
Chemical Physics Letters **217**(5,6), 589-594 (1994);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0009-2614\(93\)E1419-H](http://dx.doi.org/10.1016/0009-2614(93)E1419-H)

- [Glüc05] Markus Glück:
MEMS in der Mikrosystemtechnik. Aufbau, Wirkprinzipien, Herstellung und Praxiseinsatz mikroelektromechanischer Schaltungen und Sensorsysteme
Vieweg+Teubner-Verlag, (2005);
ISBN-13: 9783519005209
ISBN-10: 3519005204
- [Goet88] G. Goetz, K. Gärtner (editors):
High Energy Ion Beam Analysis of Solids
Akademie-Verlag, Berlin (1988).
- [Gome61] R. Gomer:
Field Emmission and Field Ionization
Harvard University Press, Cambridge (1961).
- [Gons09] Julian Gonska:
Mikromechanische Biegebalken als hochsensitive Sensoren
Dissertation, Freiburg im Breisgau (2009).
- [Gros07] L. Gross, R. R. Schlittler, G. Meyer, A. Vanhaverbeke, and R. Allenspach:
Fabrication of ultrathin magnetic structures by nanostencil lithographie in dynamic mode
Applied Physics Letters **90**, 093121 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2710202>
- [Grov52] W. R. Grove:
On the Electro-Chemical Polarity of Gases
Philosophical Transactions of the Royal Society of London **142**, 87-101 (1852);
<http://www.jstor.org/stable/108536>
- [Gupt04] A. Gupta, D. Akin und R. Bashir:
Single virus particle mass detection using microresonators with nanoscale thickness
Applied Physics Letters **84**(11), 1976-1978 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1667011>
- [Hank08] S. Hankemeier, K. Sachse, Y. Stark, R. Frömter, H. P. Oepen:
Ultrahigh current densities in Permalloy nanowires on diamond
Applied Physics Letters **92**, 242503 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2937842>
- [Hank10] Sebastian Hankemeier:
The Magnetic Fine Structure of Thin-Film Elements
Dissertation, Hamburg (2010);
<http://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:gbv:18-49908>
- [Hell06] Olav Hellwig, Stefan Eisebitt, Wolfgang Eberhardt, William F. Schlotter, Jan Lüning, and Joachim Stöhr:
Magnetic imaging with soft x-ray spectroholography
Journal of Applied Physics **99**, 08H307 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2165925>

- [Hens57] E. B. Henschke:
Deposit Spot Patterns from Low - Index Planes of Metal Single Crystals in a New Theory of Cathode Sputtering
Journal of Applied Physics **28**, 411-420 (1957);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1722764>
- [Hill06] Ulrich Hilleringmann:
Mikrosystemtechnik: Prozessschritte, Technologien, Anwendungen
1. Auflage, Vieweg+Teubner, 2006;
ISBN: 3-835-10003-3
- [Hill01] Michael Hillmann:
3-dimensionale Nanostrukturierung mittels fokussierter Ionenstrahlolithographie
Dissertation, Ruhr-Universität Bochum (2001);
<http://www-brs.ub.ruhr-uni-bochum.de/netahtml/HSS/Diss/HillmannMichael/diss.pdf>
- [Hoog08] B. W. Hoogenboom, P. L. T. M. Frederix, D. Fotiadis, H. J. Hug, and A Engel:
Potential of interferometric cantilever detection and its applications for SFM/AFM in liquids
Nanotechnology **19**, 384019 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/19/38/384019>
- [Horv07] E. Horváth, A. Németh, A. A. Koós, M. C. Bein, A. L. Tóth, Z. E. Horváth, L. P. Biró, and J. Gyulai:
Focused ion beam based sputtering yield measurements on ZnO and Mo thin films
Superlattices and Microstructures **42**, 392–397 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.spmi.2007.04.047>
- [Huan05] M. Huang, C. Boone, M. Roberts, D. E. Savage, M. G. Lagally, N. Shaji, H. Qin, R. Blick, J. A. Nairn, and F. Liu:
Nanomechanical architecture of Strained Bi-layer Thin Films: from design principles to experimental fabrication
Advanced Materials **17**, 2860-2864 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/adma.200501353>
- [IAP13] *Grenz- und Oberflächenphysik*
http://iap.physnet.uni-hamburg.de/group_g/
Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik; Stand: 27.3.2013
- [Ilic05] Ilic, B., Yang, Y., Aubin, K., Reichenbach, R., Krylov, S., Craighead, H. G.:
Enumeration of DNA molecules bound to a nanomechanical oscillator
Nano Letters **5**(5), 925-929 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1021/nl050456k>
- [Inai07] K. Inai, K. Ohya, T. Ishitani:
Simulation study on image contrast and spatial resolution in helium ion microscope
Journal of Electron Microscopy **56**(5), 163-169 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/dfm024>
- [Ishi94] Ishitani, T., Tsuboi, H., Yaguchi, T., Koike, H.:
Transmission electron microscope sample preparation using a focused ion beam
Journal of Electron Microscopy **43**, 322–326 (1994).

- [Ishi02] T. Ishitani, Y. Madokoro, M. Nakagawa, K. Ohya:
Origins of material contrast in scanning ion microscope images
Journal of Electron Microscopy **51**(4), 207-213 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/51.4.207>
- [Jell98] G. E. Jellison, Jr., F. A. Modine, P. Doshi, A. Rohatgi:
Spectroscopic ellipsometry characterization of thin-film silicon nitride
Thin Solid Films **313**, 193-197 (1998).
- [Jens02] Henriette Jensenius:
Microcantilever-based studies of bio-chemical systems
Ph. D. Thesis, Lyngby, Denmark (2002);
<http://orbit.dtu.dk/services/downloadRegister/5253689/Jensenius.pdf>
- [Kemp01] B. W. Kempshall, S. M. Schwarz, B. I. Prenitzer, L. A. Giannuzzi, R. B. Irwin,
F. A. Stevie:
Ion Channeling effects on the focused ion beam milling of Cu
Journal of Vacuum Science Technology B **19**(3), 749-754 (2001);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1368670>
- [Khan04] A. Khan, J. Philip, P. Hess:
Young's modulus of silicon nitride used in scanning force microscope cantilevers
Journal of Applied Physics **95**(4), 1667-1672 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1638886>
- [Kim03] B. H. Kim, O. Mader, U. Weimar, R. Brock, and D. P. Kern:
Detection of antibody peptide interaction using microcantilevers as surface stress sensors
Journal of Vacuum Science & Technology B **21**, 1472-1475 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1582459>
- [Kim06] Y. R. Kim, Y. Rok, P. Chen, M. J. Aziz, D. Branton, and J. Vlassak:
Focused ion beam induced deflection of freestanding thin films
Journal of Applied Physics **100**(10), 104322 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/0021-8979>
- [Kish73] L. M. Kishinevsky:
Estimation of electron potential emission yield dependence on metal and ion parameters
Radiation Effects **19**, 23-27 (1973);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/00337577308232211>
- [Kube87] R. L. Kubena and J. W. Ward:
Current-density profiles for a Ga⁺ ion microprobe and their lithographic implications
Applied Physics Letters **51**, 1960-1962 (1987);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.98313>
- [Kugl08] Martin Kugler:
Siliziumnitrid: Der „Stahl“ unter den Keramiken
Die Presse, Print-Ausgabe vom 1.10.2008, Wien;
http://diepresse.com/home/techscience/hightech/418843/Siliziumnitrid_Der-Stahl-unter-den-Keramiken

- [Kuhn00] Jonathan L. Kuhn, Rainer K. Fetting, Samuel H. Moseley, Alexander S. Kutylev, Jon Orloff:
Fracture Tests of Etched Components using a Focused Ion Beam Machine
Proc. SPIE 4180, MEMS Reliability for Critical Applications, 40-48 (2000);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1117/12.395707>
- [Kyas93] A. Kyas, J. Fleischhauer, E. Steinmetz, and H. Wilhelmi:
Investigations concerning the work function of doped graphite
Plasma Chemistry and Plasma Processing **13**, 223-235 (1993);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/BF01466043>
- [Lehm01] G. Lehmann, P. Hess, J.-J. Wu, C. T. Wu, T. S. Wong, K. H. Chen, L. C. Chen, H.-Y. Lee, M. Amkreutz, Th. G. Frauenheim:
Structure and elastic properties of amorphous silicon carbon nitride films
Physical Review B **64**, 165305 (2001);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.64.165305>
- [Lesl94] Leslie, A.:
Proc. Characterization and applications of FIB/SIMS for microelectronic materials and devices
5th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis, 43-50 (1994).
- [Levi74] Levi-Setti, R.:
Proton scanning microscopy: feasibility and promise
Scanning Electron Microscopy, 125-134 (1974).
- [Levi83] Riccardo Levi-Setti, Timothy R. Fox, Kin Lam:
Ion Channeling Effects in Scanning Ion Microscopy with a 60 keV Ga⁺ Probe
Nuclear Instruments and methods **205**, 299-309 (1983);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0167-5087\(83\)90201-6](http://dx.doi.org/10.1016/0167-5087(83)90201-6)
- [Levy96] R. A. Levy, X. Lin, J. M. Grow, H. J. Boeglin, R. Shalvoy:
Low pressure chemical vapor deposition of silicon nitride using the environmentally friendly tris(dimethylamino)silane precursor
Journal of Material Research **11**, 1483-1488 (1996);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1996.0184>
- [Li01] J. Li, D. Stein, C. McMullan, D. Branton, M. J. Aziz, and J. A. Golovchenko:
Ion-beam sculpting at nanometre length scales
Nature **412**, 166-169 (2001);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1038/35084037>
- [Lieb11] Yael Liebes, Binyamin Hadad, and Nurit Ashkenasy:
Effects of electrons on the shape of nanopores prepared by focused electron beam induced etching
Nanotechnology **22**(28), 285303 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/22/28/285303>
- [Lind61] J. Lindhard, M. Scharff:
Energy Dissipation by Ions in the keV Region
Physical Review **124**, 128-130 (1961);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.124.128>

- [Lind63] J. Lindhard, M. Scharff, and H. E. Schiøtt:
Range Concepts on Heavy Ion Ranges, (Notes on Atomic Collisions II)
Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. **33**, 15 (1963).
- [Lind65] J. Lindhard:
Influence of Crystal Lattice on Motion of Energetic Charged Particles
Mat.-Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. **34**(14), 1-6 (1965).
- [Litv02] Dmitri Litvinov and Sakhrat Khizroev:
Focused ion beams in future nanoscale probe recording
Nanotechnology **13**(2), 179–184 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/13/2/310>
- [Luch06] V. Luchnikov, M. Stamm, Ch. Akhmadaliev, L. Bischoff, and B. Schmidt:
Focused-ion-beam-assisted fabrication of polymer rolled-up microtubes
Journal of Micromechanics and Microengineering **16**, 1602-1605 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0960-1317/16/8/022>
- [Lugs02] A. Lugstein, B. Basnar, and E. Bertagnolli:
Study of focused ion beam response of GaAs in the nanoscale regime
Journal of Vacuum Science & Technology B **20**(6), 2238-2242 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1517261>
- [Lugs04] A. Lugstein, B. Basner, E. Bertagnolli:
Size and site controlled Ga nanodots on GaAs seeded by focused ion beams
Journal of Vacuum Science & Technology B **22**, 888-892 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1695334>
- [Lugs04a] A. Lugstein, B. Basnar, E. Bertagnolli:
Study of the chemical and morphological evolution of the GaAs surface after high fluence focused ion beam exposure
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **217**, 402-408 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.nimb.2003.11.010>
- [Lugs05] A. Lugstein, E. Bertagnolli:
A new Approach for the Formation of Size and Site controlled Metallic Nano Dots Seeded by Focused Ion Beams
Proceedings of the Gille Forum, 35-39 (2005);
http://gme.tuwien.ac.at/forum2005/HV_Lugstein.pdf
- [Mans12] S. Mansfeld, J. Topp, J. N. Toedt, K. Martens, W. Hansen, D. Heitmann, and S. Mendach:
Spin Wave Diffraction and Perfect Imaging of a Grating
Physical Review Letters **108**(4), 047204 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.108.047204>
- [Mart87] Y. Martin, H. K. Wickramasinghe:
Magnetic imaging by „force microscopy“ with 1000 Å resolution
Applied Physics Letters **50**, 1455-1457 (1987);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.97800>
- [Mart64] Yu. V. Martynenko:
Theory of single crystal sputtering
Fizika Tverdogo Tela **6**(7), 2003-2009 (1964);
Engl. Übersetzung: Soviet Physics – Solid State **6**(7), 1581-1585 (1965).

- [Masa01] Masashi Shiraishi, Masafumi Ata:
Work function of carbon nanotubes
Carbon **39**, 1913-1917 (2001);
<http://144.206.159.178/FT/145/43049/780355.pdf>
- [Mash63] E. S. Mashkova, V. A. Molchanov and D. D. Odintsov:
Anisotropy of ion-electron emission coefficient of single crystals
Dokl. Akad. Nauk SSSR **151**, 1074 (1963);
Engl. Übersetzung: Soviet Physics „Doklady“ **6**, 806 (1964).
- [Mash64] E. S. Mashkova and V. A. Molchanov:
Angular regularities in sputtering and ion-electron emission for ions incident on a target at large angles
Zh. Tekn. Fiz. **9**, 2081 (1964);
Engl. Übersetzung: Soviet Physics – Technical Physics USSR **9**, 1601 (1965).
- [Matt12] *Eigenspannungen*
<http://www.mat-tec.ch/de/services/eigenspannungen.html>
Mat-Tec AG, Winterthur, Schweiz; Stand: 24.4.2012
- [Maye70] J. W. Mayer, L. Eriksson, and J. A. Davies:
Ion Implantation in Semiconductors
Academic Press, New York (1970).
- [Maye07] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino, and J. Michael:
TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage
MRS Bulletin **32**, 400-407 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/mrs2007.63>
- [Mein99] I. Meinel, T. Hengstmann, D. Grundler, and D. Heitmann, W. Wegscheider and M. Bichler:
Magnetization of the Fractional Quantum Hall States
Physical Review Letters **82**(4), 819–822 (1999);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.82.819>
- [Mend05] Stephan Mendach:
InGaAs-Mikro- und Nanoröhrchen
Dissertation, Hamburg (2005).
- [Meye88] G. Meyer, N. M. Amer:
Novel optical approach to atomic force microscopy
Applied Physics Letters **53**, 1045-1047 (1988);
DOI: <http://dx.doi.org/+10.1063/1.100061>
- [Midd89] S. Middlehoek und S. A. Audet:
Silicon Sensors, Microelectronics and Signal Processing
Academic Press (1989);
ISBN: 0124950515, 9780124950511
- [Mobe07] W. J. MoberlyChan, D. P. Adams, M. J. Aziz, G. Hobler, and T. Schenkel:
Fundamentals of Focused Ion Beam Nanostructural Processing: Below, At, and Above the Surface
MRS Bulletin **32**, 424-432 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/mrs2007.66>

- [Molc61] V. A. Molchanov, V. G. Tel'kovskii, V. M. Chicherov:
Anisotropy of Cathodic Sputtering of Single Crystals
Dokl. Akad. Nauk SSSR **137**, 58 (1961);
Engl. Übersetzung: Soviet Physics – “Doklady” **6**, 222 (1961).
- [Morg06] John Morgan, John Notte, Raymond Hill, Bill Ward:
An Introduction to the Helium Ion Microscope
Microscopy Today **14**(4), 24-31 (2006);
http://www.microscopy-today.com/jsp/print_archive/print_archive.jsf
- [Mork98] T. L. Morkved, W. A. Lopes, J. Hahm, S. J. Sibener, and H. M. Jaeger:
Silicon nitride membrane substrates for the investigation of local structure in polymer thin films
Polymer **39**(16), 3871–3875 (1998);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0032-3861\(97\)10218-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0032-3861(97)10218-X)
- [Müll69] Erwin W. Müller, Tien Tzou Tsong:
Field-Ion Microscopy; Principles and Applications
Elsevier, Amsterdam (1969);
ISBN: 0444000623, 9780444000620
- [Nano12] *eLitho Lithography System*
<http://www.nanonic.de/elitho.html>
nanonic GmbH, Regensburg; Stand: 10.10.2012
- [Nast96] Michael Nastasi, James W. Mayer, James K. Hirvonen:
Ion-Solid-Interactions: Fundamentals and Interactions
Cambridge University Press, Cambridge (1996);
ISBN: 0 521 37376 X
- [Nord95] K. Nordlund:
Molecular dynamics simulation of ion ranges in the 1–100 keV energy range
Computation Materials Science **3**, 448-456 (1995);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0927-0256\(94\)00085-Q](http://dx.doi.org/10.1016/0927-0256(94)00085-Q)
- [Nord98] K. Nordlund, M. Ghaly, R. S. Averback, M. Caturla, T. Diaz de la Rubia, and J. Tarus:
Defect production in collision cascades in elemental semiconductors and fcc metals
Physical Review B **57**, 7556-7570 (1998);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.57.7556>
- [Nord99] K. Nordlund, J. Keinonen, M. Ghaly, R. S. Averback:
Recoils, flows and explosions: surface damage mechanisms in metals and semiconductors during 50 eV – 50 keV ion bombardment
Nuclear Instruments and Methods in Physics research B **148**, 74-82 (1999);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(98\)00819-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X(98)00819-2)
- [Nosk88] A. G. Noskov, E. B. Gorokhov, G. A. Sokolova, E. M. Trukhanov, S. I. Stenin:
Correlation between Stress and Structure in Chemically Vapour Deposited Silicon Nitride Films
Thin Solid Films **162**, 129-143 (1988);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(88\)90201-5](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(88)90201-5)

- [Odin63] D. D. Odintsov:
Dependence of single-crystal sputtering on the direction of incidence of particles
Soviet Physics – Solid State **5**(4), 813-815 (1963).
- [Oech75] H. Oechsner:
Sputtering – Review of Some Recent Experimental and Theoretical Aspects
Applied Physics **8**, 185-198 (1975);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/BF00896610>
- [Ohya03] K. Ohya, T. Ishitani:
Comparative study of depth and lateral distributions of electron excitation between scanning ion and scanning electron microscopes
Journal of Electron Microscopy **52**(3), 291-298 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/52.3.291>
- [Ohya03a] K. Ohya, T. Ishitani:
Simulation study of secondary electron images in scanning ion microscopy
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **202**, 305-311 (2003);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(02\)01874-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-583X(02)01874-8)
- [Oliv89] A. Oliva:
Historical Overview on the Fundamentals of Sputtering
in: *Materials Modification by High-fluence Ion Beams*
Editors: Roger Kelly, M. Fernanda da Silva
NATO ASI series., Series E, Applied sciences **155**,
Kluwer Academic Publishers, Netherlands (1989);
ISBN: 0792300351, 9780792300359
- [Onde66] D. Onderdelinden:
The Influence of Channeling on Cu Single-Crystal Sputtering
Applied Physics Letters **8**, 189 (1966);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1754548>
- [Orlo75] Orloff, J. and Swanson, L.:
Study of a field-ionization source for microprobe applications
Journal of Vacuum Science & Technology **12**(6), 1209-1213 (1975);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.568497>
- [Orlo93] Jon Orloff:
High-resolution focused ion beam
Review of Scientific Instruments **64**, 1105-1130 (1993);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1144104>
- [Orlo95] Jon Orloff.:
Limits on imaging resolution of focused ion beam systems
International Society for Optics and Photonics SPIE **2522**, 412 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1117/12.221599>
- [Orlo97] J. Orloff:
Handbook of Charged Particle Optics
CRC Press, New York (1997);
ISBN: 0-8493-2513-7

- [Orlo03] Jon Orloff, Mark Utlaut, and Lyndon Swanson:
High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications
Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York (2003);
ISBN: 0-306-47350-X
- [Orsa13] *Cobra-FIB*
<http://www.orsayphysics.com/product-Cobra-FIB.html>
Orsayphysics, Fuveau, Frankreich; Stand: 30.1.2013
- [Pam190] W. Pamler, K. Wangemann, S. Kampermann, W. Hösler:
Depth resolution in Auger depth profile analysis of aluminum metallization in microelectronics: The effect of crystalline texture
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **51**, 34-40 (1990);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0168-583X\(90\)90536-4](http://dx.doi.org/10.1016/0168-583X(90)90536-4)
- [Pav195] A. Pavlovska, D. Dobrev, E. Bauer:
Facet grown of spherical lead crystals
Surface Science **326**(1-2), 101-112 (1995);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0039-6028\(94\)00770-5](http://dx.doi.org/10.1016/0039-6028(94)00770-5)
- [Pren98] B. I. Prenitzer, L. A. Giannuzzi, K. Newman, S. R. Brown, R. B. Irwin,
T. L. Shofner, and F. A. Stevie:
Transmission electron microscope specimen preparation of Zn powders using the focused ion beam lift-out technique
Metallurgical and Materials Transactions A **29**, 2399–2406 (1998);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-998-0116-z>
- [Pren99] Brenda I. Prenitzer:
Investigation of variables affecting focused ion beam milling as applied to specimen preparation for electron microscopy: a correlation between Monte Carlo based simulation and empirical observation
Dissertation, University of Central Florida, Orlando (1999).
- [Pren03] B. I. Prenitzer, C. A. Urbanik-Shannon, L. A. Giannuzzi, S. R. Brown,
R. B. Irwin, T. L. Shofner, and F. A. Stevie:
The Correlation between Ion Beam/Material Interactions and Practical FIB Specimen Preparation
Microscopy & Microanalysis **9**, 216–236 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S143192760030034>
- [Prin99] V. Ya. Prinz, V. A. Seleznev, and A. K. Gutakovsky:
Self-formed InGaAs/GaAs nanotubes: Concept, fabrication, properties
in: *Proc. of the 24th International Conference on the Physics of Semiconductors*
World Scientific, Singapur (1999);
ISBN: 981-02-4030-9 (CD)
- [Prin00] V. Ya. Prinz, V. A. Seleznev, A. K. Gutakovsky, A. V. Chehovskiy,
V. V. Preobrazhenskii, M. A. Putyato, and T. A. Gavriloa:
Free-standing and overgrown InGaAs/GaAs nanotubes, nanohelices and their arrays
Physica E **6**, 828-831 (2000);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S1386-9477\(99\)00249-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1386-9477(99)00249-0)

- [Raff06] V. Raffa, P. Castrataro, A. Menciassi, and P. Dario:
Focused Ion Beam as a Scanning Probe: Methods and Applications
Applied Scanning Probe Methods II, (Editors: Bhushan, B, Fuchs, H.), 361-412, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (2006).
- [Ran12] G. Ran, S. H. Wu, X. Liu, J. H. Wu, N. Li, X. T. Zu, and L. M. Wang:
The effect of crystal orientation on the behavior of a polycrystalline tungsten surface under focused Ga⁺ ion bombardment
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **289**, 39-42 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.nimb.2012.08.008>
- [Regu08] Christoph Regula:
Herstellung und Untersuchung von magnetischen Mikrostrukturfeldern
Diplomarbeit, Hamburg (2008).
- [Reim98] Ludwig Reimer:
Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis
2nd Edition, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (1998);
ISBN: 3540639764, 9783540639763
- [Reit95] Roberto Raiteri and Hans-Jürgen Butt:
Measuring electrochemically induced surface stress with an atomic force microscope
Journal of Physical Chemistry **99**(43), 15728-15732 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1021/j100043a008>
- [Roge03] B. Rogers, L. Manning, M. Jones, T. Sulchek, K. Murray, B. Beneschott, J. D. Adams, Z. Hu, T. Thundat, H. Cavazos, and S. C. Minne:
Mercury vapor detection with a self-sensing, resonating piezoelectric cantilever
Review of Scientific Instruments **74**, 4899 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1614876>
- [Rol59] P. K. Rol, J. M. Fluit, F. P. Viehböck, M. de Jong:
in: *Proceedings of the 4th International Conference on Ionization Phenomena in Gases, Uppsala*,
Editor: N. R. Nilsson, North-Holland Publ. Co, Amsterdam, 257 (1959).
- [Ronn03] Carsten Ronning und Paul Ziemann:
Ionenbestrahlung: neue Physik mit altem Prinzip
Physik Journal **2**, 37-42 (2003);
<http://www.pro-physik.de/details/articlePdf/1108109/issue.html>
- [Roos81] Hans E. Roosendaal:
Sputtering Yields of Single Crystalline Targets
in: *Sputtering by Particle Bombardment I*
Editor: Rainer Behrisch, Springer-Verlag, Berlin (1981);
ISBN: 3540105212, 9783540105213
- [Rowl99] Joanne K. Rowling:
Harry Potter und die Kammer des Schreckens
Carlsen Verlag, Hamburg (1999);
ISBN: 3-551-55168-5

- [Ruga89] D. Rugar, H. J. Mamin, and P. Guethner:
Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy
Applied Physics Letters **55**, 2588-2590 (1989);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.101987>
- [Ruge91] Ingolf Ruge, Hermann Mader:
Halbleiter-Technologie, Band 4 von Halbleiter-Elektronik-Serie
Springer-Verlag, (1991);
ISBN: 3642582354, 9783642582356
- [Ruhe06] N. Ruhe, J. I. Springborn, and Ch. Heyn:
Simultaneous measurement of the de Haas-van Alphen and the Shubnikov-de Haas effect in a two-dimensional electron system
Physical Review B **74**, 235326 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.74.235326>
- [Ruhe09] N. Ruhe, G. Stracke, Ch. Heyn, D. Heitmann, H. Hardtdegen, Th. Schäpers, B. Rupprecht, M. A. Wilde, and D. Grundler:
Origin and limiting mechanism of induced nonequilibrium currents in gated two-dimensional electron systems
Physical Review B **80**, 115336 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.80.115336>
- [Same07] J. Samela and K. Nordlund:
Origin of nonlinear sputtering during nanocluster bombardment of metals
Physical Review B **76**, 125434 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.76.125434>
- [Same08] J. Samela, K. Nordlund:
Atomistic Simulation of the Transition from Atomistic to Macroscopic Cratering
Physical Review Letters **101**, 027601 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.101.027601>
- [Sand95] D. Sander, A. Enders, and J. Kirschner:
A simple technique to measure stress in ultrathin films during growth
Review of Scientific Instruments **66**, 4734 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1145316>
- [Sand00] Dirk Sander:
Mechanische Spannungen und magnetische Anisotropie ultradünner Filme
1. Auflage, Verlag für Wissenschaft und Forschung, Berlin (2000);
ISBN: 3-89700-239-6
- [Sand09] R. L. Sandberg, D. A. Raymondson, C. La-o-vorakiat, A. Paul, K. S. Raines, J. Miao, M. M. Murnane, H. C. Kapteyn, and W. F. Schlotter:
Tabletop soft-x-ray Fourier transform holography with 50 nm resolution
Optics Letters **34**, 1618-1620 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1364/OL.34.001618>
- [Sant97] D. Santamore, K. Edinger, J. Orloff, and J. Melngailis:
Focused ion beam sputter yield change as a function of scan speed
Journal of Vacuum Science & Technology B **15**(6), 2346-2349 (1997);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.589643>

- [Saut93] Dieter Sautter und Hans Weinert:
Lexikon Elektronik und Mikroelektronik
2. Auflage, VDI-Verlag, Düsseldorf (1993);
ISDN: 3540621318, 9783540621317
- [Sche07] A. Scherz, W. F. Schlotter, K. Chen, R. Rick, J. Stöhr, J. Lüning, I. McNulty, C. Günther, F. Radu, W. Eberhardt, O. Hellwig, and S. Eisebitt:
Phase imaging of magnetic nanostructures using resonant soft x-ray holography
Physical Review B **76**, 214410 (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.76.214410>
- [Sche08] A. Scherz, D. Zhu, R. Rick, W. F. Schlotter, S. Roy, J. Lüning, and J. Stöhr:
Nanoscale Imaging with Resonant Coherent X-Rays: Extension of Multiple-Wavelength Anomalous Diffraction to Nonperiodic Structures
Physical Review Letters **101**, 076101 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.101.076101>
- [Schl06] W. F. Schlotter, R. Rick, K. Chen, A. Scherz, J. Stöhr, J. Lüning, S. Eisebitt, C. Günther, W. Eberhardt, O. Hellwig, I. McNulty:
Multiple reference Fourier transform holography with soft x rays
Applied Physics Letters **89**, 163112 (2006);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2364259>
- [Scho01] Volker Schoß:
Martensische Umwandlung und Ermüdung austenitischer Edelstähle, Gefügeveränderungen und Möglichkeiten der Früherkennung von Ermüdungsschädigungen
Dissertation, Freiberg (2001).
- [Schw09] S. Schwaiger, M. Bröll, A. Krohn, A. Stemmann, C. Heyn, Y. Stark, D. Stickler, D. Heitmann, and S. Mendach:
Rolled-Up Three-Dimensional Metamaterials with a Tunable Plasma Frequency in the Visible Regime
Physical Review Letters **102**, 163903 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.102.163903>
- [Schw11] S. Schwaiger, M. Klingbeil, J. Kerbst, A. Rottler, R. Costa, A. Koitmäe, M. Bröll, C. Heyn, Y. Stark, D. Heitmann, and S. Mendach:
Gain in three-dimensional metamaterials utilizing semiconductor quantum structures
Physical Review B **84**, 155325 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.84.155325>
- [Schw12] S. Schwaiger, J. Kerbst, A. Stemmann, W. Hansen, D. Heitmann, and S. Mendach:
Transmission Enhancement in Active Rolled-Up Metamaterials Utilizing Fabry-Pérot Resonances
Metamaterials 2012 Conf. Proc., 715-717 (2012).
- [Schw00] M. P. Schwarz, D. Grundler, I. Meinel, Ch. Heyn, and D. Heitmann:
Micromechanical cantilever magnetometer with an integrated two-dimensional electron system
Applied Physics Letters **76**(24), 3564 (2000);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.126708>

- [Schw02] M. P. Schwarz, M. A. Wilde, S. Groth, D. Grundler, C. Heyn, D. Heitmann:
Sawtoothlike de Haas-van Alphen oscillations of a two-dimensional electron system
Physical Review B **65**, 245315 (2002);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.65.245315>
- [Seil83] H. Seiler:
Secondary-Electron emission in the scanning electron microscope
Journal of Applied Physics **54**(11), R1-R18 (1983);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.332840>
- [Seli79] R. Seliger, J. W. Ward, V. Wang, and R. L. Kubena:
A high-intensity scanning ion probe with submicrometer spot size
Applied Physics Letters **34**(5), 310-312 (1979);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.90786>
- [Sigm69] Peter Sigmund:
Theory of Sputtering. I. Sputtering Yield of Amorphous and Polycrystalline Targets
Physical Review **184**, 383-416 (1969);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.184.383>
- [Sigm72] Peter Sigmund:
Collision Theory of Displacement, Damage, Ion Ranges, and Sputtering
Revue Roumaine de Physique **17**(7), 823 (1972).
- [Sigm87] Peter Sigmund:
Mechanisms and Theory of Physical Sputtering by Particle Impact
Nuclear Instruments and Methods in Physics B **27**, 1-20 (1987);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0168-583X\(87\)90004-8](http://dx.doi.org/10.1016/0168-583X(87)90004-8)
- [Sigm11] Peter Sigmund:
Elements of Sputtering Theory
in: *Nanofabrication by Ion-Beam Sputtering*
<http://static.sdu.dk/mediafiles/9/8/4/%7B984B2092-78B7-4EDC-9C91-3409C4941BFD%7DP.sigmund.elementsofsputteringtheory.pdf>
Editors: T. Som, D. Kanjilal, Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., Singapur (2012);
ISBN: 9814303755, 978-9814303750
- [Sigm12] Peter Sigmund:
Recollections of fifty years with sputtering
Thins Solid Films **520**, 6031-6049 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2012.06.003>
- [Simo97] M. Simon, J. Schieferdecker, M. Schulze, K. Storck, M. Rothley, E. Zabler:
Thermopile-Zeilensensor und Arrays kleiner Elementzahl für Positions- und Anwesenheitserkennung
in: *IRS² 97 - Infrarot-Sensoren und –Systeme*
Band 4 der *Dresdner Beiträge zur Sensorik*
herausgegeben von G. Gerlach, Dresden University Press, 65-69 (1997);
ISBN: 3-931828-66-2
- [Smit86] Henry I. Smith:
A statistical analysis of ultraviolet, x-ray, and charged-particle Lithographies
Journal of Vacuum Science & Technology B **4**, 148-153 (1986);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.583367>

- [Smit97] Roger Smith (Editor):
Atomic & ion collisions in solids and at surfaces: theory, simulation and applications
Cambridge University Press (1997);
ISBN-13: 978-0521440226
- [Somm71] H. Sommerfeldt, E.S. Mashkova, V.A. Molchanov:
Die Amorphisierung von Kristallen durch Ionenbeschuss und Mechanismen von Sekundärprozessen
Radiation Effects **9**, 267-271 (1971);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/00337577108231059>
- [SPI12] *SPI Supplies® Brand Silicon Nitride Membrane Window Grids for TEM*
<http://www.2spi.com/catalog/grids/silicon-nitride.php>
SPI Supplies/Structure Probe, Inc., West Chester, Pennsylvania, USA,
Stand: 20.01.2012
- [Spri07] Jan Ivo Springborn:
Magnetometrie an Halbleiter-Nanostrukturen mit wenigen Elektronen
Dissertation, Hamburg (2007).
- [Stad08] L.-M. Stadler, C. Gutt, T. Autenrieth, O. Leupold, S. Rehbein, Y. Chushkin,
and G. Grübel:
Hard X-Ray Holographic Diffraction Imaging
Physical Review Letters **100**, 245503 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.100.245503>
- [Star12] Johannes Stark, G. Wendt:
Über das Eindringen von Kanalstrahlen in feste Körper
Annalen der Physik **38**, 921-940 (1912).
- [Star12a] Johannes Stark:
Bemerkung über Zerstreung und Absorption von β -Strahlen und Röntgen-Strahlen in Kristallen
Physikalische Zeitschrift **13**, 973-977 (1912).
- [Star09] Y. Stark, R. Frömter, D. Stickler, H. P. Oepen:
Sputter yields of single- and polycrystalline metals for application in focused ion beam technology
Journal of Applied Physics **105**(1), 013542 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3056161>
- [Ster53] Sternglass E. J.:
An Experimental Investigation of Electron Back-Scattered and Secondary Electron Emission from solids
Ph. D. thesis, Cornell University (1953).
- [Ster57] Sternglass E. J.:
Theory of secondary electron emission by high-speed ions
Physical Review **108**, 1-12 (1957);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.108.1>

- [Stic07] Daniel Stickler:
Herstellung von Nanostrukturen mit Hilfe der Focused Ion Beam Technologie
Diplomarbeit, Hamburg (2007).
- [Stic10] Daniel Stickler:
Abbildung von magnetischen Mikrostrukturen mittels Fourier-Transformations-Holografie
Dissertation, Hamburg (2010).
- [Stic10a] D. Stickler, R. Frömter, H. Stillrich, C. Menk, C. Tieg, S. Streit-Nierobisch, M. Sprung, C. Gutt, L.-M. Stadler, O. Leupold, G. Grübel, and H. P. Oepen:
Soft x-ray holographic microscopy
Applied Physics Letters **96**, 042501 (2010);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3291942>
- [Stil07] Holger Stillrich:
Magnetische Nanostrukturen basierend auf Co/Pt-Multilagen, hergestellt mittels selbstorganisierter Masken aus Blockcopolymer-Micellen
Dissertation, Hamburg (2007).
- [Stre09] S. Streit-Nierobisch, D. Stickler, C. Gutt, L.-M. Stadler, H. Stillrich, C. Menk, R. Frömter, C. Tieg, O. Leupold, H. P. Oepen, and G. Grübel:
Magnetic soft x-ray holography study of focused ion beam-patterned Co/Pt multilayers
Journal of Applied Physics **106**, 083909 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3246724>
- [Stof96] A. Stoffel, A. Kovács, W. Kronast, and B. Müller:
LPCVD against PECVD for micromechanical applications
Journal of Micromechanics and Microengineering **6**, 1-13 (1996);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0960-1317/6/1/001>
- [Swan94] L. W. Swanson:
Use of liquid metal ion source for focused beam application
Applied Surface Science **76**, 80-88 (1994);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0169-4332\(94\)90327-1](http://dx.doi.org/10.1016/0169-4332(94)90327-1)
- [Taba89] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, and I. Igarashi:
Mechanical Property Measurements of thin film using load-deflection of composite rectangular membranes
Sensors and Actuators **20**, 135-141 (1989);
DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0250-6874\(89\)87111-2](http://dx.doi.org/10.1016/0250-6874(89)87111-2)
- [Tao90] T. Tao, J. Ro, J. Melngailis, Z. Xue, and H. D. Kaesz:
Focused ion beam induced deposition of platinum
Journal of Vacuum Science & Technology B **8**, 1826-1829 (1990);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.585167>
- [Tayl91] J. Ashley Taylor:
The mechanical properties and microstructure of plasma enhanced chemical vapor deposited silicon nitride thin films
Journal of Vacuum Science & Technology A **9**, 2464-2468 (1991);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.577257>

- [Teic94] Christian Teichert, Michael Hohage, Thomas Michely, George Comsa:
Nuclei of the Pt(111) network reconstruction created by single ion impacts
Physical Review Letters **72**, 1682-1685 (1994);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.72.1682>
- [Thom03] C. D. Thomson, V. Zavyalov, and J. R. Dennison:
Instrumentation for Studies of Electron Emission and Charging from Insulators
8th Spacecraft Charging Technology Conference, Marshall Space Flight
Center, Huntsville, AL, 20-24 (2003).
- [Thun94] T. Thundat, R. J. Warmack, G. Y. Chen, and D. P. Allison:
Thermal and ambient-induced detections of scanning force microscope cantilevers
Applied Physics Letters **64**(21), 2894-2896 (1994);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.111407>
- [Thun95] T. Thundat, S. L. Sharp, W. G. Fisher, R. J. Warmack, and E. A. Wachter:
Micromechanical radiation dosimeter
Applied Physics Letters **66**(12), 1563-1565 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.113647>
- [Thun95a] T. Thundat, E. A. Wachter, S. L. Sharp, and R. J. Warmack:
Detection of mercury vapor using resonating microcantilevers
Applied Physics Letters **66**(13), 1695-1697 (1995);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.113896>
- [Thun97] T. Thundat, P. I. Oden, and R. J. Warmack:
Microcantilever Sensors
Microscale Thermophysical Engineering **1**, 185-199 (1997).
- [Tole01] P. Toledano, G. Krexner, M. Prem, H.-P. Weber, and V. P. Dmitriev:
Theory of the martensitic transformation in cobalt
Physical Review B **64**(14), 144104 (2001);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.64.144104>
- [Tond05] V. N. Tondare:
Quest for high brightness, monochromatic noble gas ion sources
Journal of Vacuum Science & Technology A **23**(6), 1498-1508 (2005);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.2101792>
- [Tsen04] Ampere A. Tseng:
Recent developments in micromilling using focused ion beam technology
Journal of Micromechanics and Microengineering **14**, R15-R34 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0960-1317/14/4/R01>
- [Vash07] Sandeep Kumar Vashist:
A Review of Microcantilevers for Sensing Applications
AZojono Journal of Nanotechnology online (2007);
DOI: <http://dx.doi.org/10.2240/azojono0115>
- [Vasi97] M. J. Vasile, Z. Niu, R. Nassar, W. Zhang, and S. Liu:
Focused ion beam milling: Depth control for three-dimensional microfabrication
Journal of Vacuum Science & Technology B **15**(6), 2350-2354 (1997);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.589644>

- [Vila03] M. Vila, D. Cáceres, C. Prieto:
Mechanical properties of sputtered silicon nitride thin films
Journal of Applied Physics **94**, 7868-7873 (2003);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1626799>
- [Vlas92] J. J. Vlassak, W. D. Nix:
New bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films
Journal of Materials Research **7**, 3242–3249 (1992);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1992.3242>
- [Völk06] Friedemann Völklein, Thomas Zetterer:
Praxiswissen Mikrosystemtechnik. Grundlagen. Technologien. Anwendungen
2. Aufl., Friedr. Vieweg und Sohn Verlag/GWV Fachverlage, Wiesbaden (2006);
ISBN: 3528138912, 9783528138912
- [Wagn90] A. Wagner, J. P. Levin, J. L. Mauer, P. G. Blauner, S. J. Kirch, and P. Longo:
X-Ray mask repair with focused ion-beams
Journal of Vacuum Science & Technology B **8**(6), 1557-1564 (1990);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.585115>
- [Wang12] Tianhan Wang, Diling Zhu, Benny Wu, Catherine Graves et al.:
Femtosecond Single-Shot Imaging of Nanoscale Ferromagnetic Order in Co/Pd Multilayers Using Resonant X-Ray Holography
Physical Review Letters **108**, 267403 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.108.267403>
- [Ward87] J. W. Ward, M. W. Utlaut, and R. L. Kubena:
Computer simulation of current density profiles in focused ion beams
Journal of Vacuum Science & Technology B **5**, 169-174 (1987);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.583856>
- [Webe94] M. Weber, R. Koch, and K. H. Rieder:
UHV Cantilever Beam Technique for Quantitative Measurements of Magnetization, Magnetostriction, and Intrinsic Stress of Ultrathin Magnetic Films
Physical Review Letters **73**, 1166-1169 (1994);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.73.1166>
- [Webo12] *Web of Science (ISI Web of Knowledge)*
Thomson Reuters, Stand 20.11.2012.
- [Wehn56] G. K. Wehner:
Controlled Sputtering of Metals by Low Energy Hg Ions
Physical Review **102**, 690-704 (1956);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.102.690>
- [Wei08] Qiangmin Wei, Kun-Dar Li, Jie Lian, Lumin Wang:
Angular dependence of sputtering yield of amorphous and polycrystalline materials
Journal of Physics D – Applied Physics **41**, 172002 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/41/17/172002>

- [Wei09] Q. Wei, M. Eddy, K-D. Li, and L. Wang:
Influence of surface morphology on sputtering yields
Journal of Physics D – Applied Physics **42**(16), 165304 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/42/16/165304>
- [Wend06] U. Wendt:
Zusammenhang von Kristallorientierung, Channellingkontrast und Sputtertopography bei Cu untersucht mit FIB, EBSD, SEM und AFM
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Institut für Werkstoff- und Fügetechnik, DGE FIB-AK 22.-23.5, Dresden (2006).
- [Werc12] *Siliziumnitrid*
http://www.werco.de/pdf/9_HM_Silizium_Nitrid.PDF
Hans G. Werner Industrieteknik GmbH, Reutlingen; Stand: 7.4.2012
- [Wolf11] M. F. H. Wolff, D. Görlitz, K. Nielsch, M. E. Messing and K. Deppert:
Synthesis and magnetic characterization of MnAs nanoparticles via nanoparticle conversion
Nanotechnology **22**, 055602 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/22/5/055602>
- [Wrig77] A. W. Wright:
On the Production of Transparent Metallic Films by the Electrical Discharge in Exhausted Tubes
The American Journal of Science and Arts **13**, 49-55 (1877);
<http://www.biodiversitylibrary.org/page/36846277>
- [Xu92] X. Xu, A. D. Dellaratta, J. Sosonkina, and J. Melngailis:
Focused ion-beam induced deposition and ion milling as a function of angle of ion incidence
Journal of Vacuum Science & Technology B **10**(6), 2675-2680 (1992);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1116/1.586024>
- [Yahi04] Y. Yahiro, K. Kaneko, T. Fujita, W.-J. Moon, and Z. Horita:
Crystallographic orientation contrast associated with Ga⁺ ion channelling for Fe and Cu in focused ion beam method
Journal of Electron Microscopy **53**(5), 571-576 (2004);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/dfh075>
- [Zank04] Sergiy Zankovych:
Nanoimprint lithography as an alternative fabrication technique: towards applications in optics
Doktorarbeit, Wuppertal (2004);
<http://elpub.bib.uni-wuppertal.de/servlets/DerivateServlet/Derivate-1079/de0406.pdf>
- [Zaut92] R. Zauter, F. Petry, M. Bayerlein, C. Sommer, H.-J. Christ, and H. Mughrabi:
Electron channelling contrast as a supplementary method for microstructural investigations in deformed metals
Philosophical Magazine A **66**(3), 425-436 (1992);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/01418619208201567>

- [Zeis13] *Your 3-in-1 Multibeam Ion Microscope for Sub-10nm Nanostructuring*
http://microscopy.zeiss.com/microscopy/en_de/products/ion-microscopes/orion-nanofab-for-materials.html
 Carl Zeiss Microscopy; Stand 1.02.2013
- [Zhan00] T. Y. Zhang, Y. J. Su, C. F. Qian, M. H. Zhao:
Microbridge testing of silicon nitride thin films deposited on silicon wafers
 Acta Materialia **48**, 2843–2857 (2000);
 DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00088-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00088-4)
- [Zhan06] Rongjing Zhang:
Mechanical characterization of thin films with application to ferroelectrics
 Dissertation (Ph.D), California Institute of Technology (2006);
<http://thesis.library.caltech.edu/420/>
- [Zieg85] J. F. Ziegler, J. P. Biersack, U. Littmarck:
The Stopping and Range of Ions in Solids
 Pergamon Press, New York (1985);
 ISBN: 008021603X, 9780080216034
- [Zieg12] James F. Ziegler, Jochen P. Biersack, Matthias D. Ziegler:
The Stopping and Range of Ions in Matter
 SRIM Co., Chester, Maryland, USA (2008);
 ISBN: 096542071X, 780965420716
 Das gleichnamige Programm ist unter www.SRIM.org erhältlich.
- [Zsch64] H. Zscheile:
Sekundärelektronenemission und Reflexion von Ionen und Neutralteilchen an Kupfereinkristallen
 Physica Status Solidi B **6**, K87–K90 (1964);
 DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/pssb.19640060231>
- [Zsch65] H. Zschelle:
Zur Richtungsabhängigkeit der Sekundärelektronenausbeute von Kupfereinkristallen bei Ionenbeschuß
 Physica Status Solidi **11**, 159 (1965).
- [Zsch66] H. Zschelle:
Messungen der ionenausgelösten Sekundärelektronenemission und der Ionenreflexion an kugelförmigen Einkristallen
 Physica Status Solidi **14**, K15 (1966).

Veröffentlichungen und Konferenzbeiträge

Liste der Veröffentlichungen

S. Hankemeier, K. Sachse, Y. Stark, R. Frömter, H. P. Oepen:
Ultrahigh current densities in Permalloy nanowires on diamond
Applied Physics Letters **92**(24), 242503 (2008);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2937842>

Y. Stark, R. Frömter, D. Stickler, H. P. Oepen:
Sputter yields of single- and polycrystalline metals for application in focused ion beam technology
Journal of Applied Physics **105**(1), 013542 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3056161>

S. Schwaiger, M. Bröll, A. Krohn, A. Stemmann, Ch. Heyn, Y. Stark, D. Stickler, D. Heitmann, and S. Mendach:
Rolled-up three-dimensional metamaterials with tunable plasma frequency in the visible regime
Physical Review Letters **102**(16), 163903 (2009);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.102.163903>

S. Schwaiger, A. Rottler, M. Klingbeil, J. Kerbst, R. Costa, A. Koitmäe, M. Bröll, Y. Stark, Ch. Heyn, D. Heitmann, and S. Mendach:
Active Three-Dimensional Metal/Semiconductor Metamaterials including Ag Gratings
Metamaterials 2011 Conf. Proc., 417-419 (2011).

S. Schwaiger, M. Klingbeil, J. Kerbst, A. Rottler, R. Costa, A. Koitmäe, M. Bröll, C. Heyn, Y. Stark, D. Heitmann, and S. Mendach:
Gain in three-dimensional metamaterials utilizing semiconductor quantum structures
Physical Review B **84**(15), 155325 (2011);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.84.155325>

Björn Beyersdorff, Sebastian Hankemeier, Stefan Rößler, Yuliya Stark, Robert Frömter, and Hans Peter Oepen:
Thermal effects in spin-torque assisted domain wall depinning
Physical Review B **86**(18), 184427 (2012);
DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.86.184427>

Cornelius Bausch, Aune Koitmäe, Eric Stava, Amanda Price, Pedro Resto, Yu Huang, David Sonnenberg, Yuliya Stark, Christian Heyn, Justin Williams, and Erik Dent:
Guided Neuronal Growth on Arrays of Biofunctionalized GaAs/InGaAs Semiconductor Microtubes
Submitted to Nano Letters in November 2012.

Liste der Konferenzbeiträge

Yuliya Stark, Robert Frömter, Daniel Stickler, Hans Peter Oepen:
Messung der winkelabhängigen Sputter- und der Sekundärelektronenausbeute bei der FIB-Bearbeitung von ein- und polykristallinen Metallen
DPG-Tagung 2007, Regensburg, Germany (2007).

Yuliya Stark, Robert Frömter, Daniel Stickler, Hans Peter Oepen:
Sputter- und Sekundärelektronen-Ausbeute in ein- und polykristallinen Metallen
Workshop: "Arbeitskreis FIB" SSOM – DGM/DGE – ASEM 2008, Luzern, Schweiz (2008).

M. Bröll, S. Schwaiger, N. Gerken, Y. Stark, A. Stemmann, D. Heitmann, and S. Mendach:
Rolled-up Metamaterials
Medi Nano, Istanbul, Turkey (2008).

M. Bröll, S. Schwaiger, N. Gerken, Y. Stark, A. Stemmann, D. Heitmann, and S. Mendach:
Transmission Measurements through Rolled-up Ag/InGaAs Microtubes
Medi Nano, Istanbul, Turkey (2008).

S. Schwaiger, M. Bröll, A. Rottler, Y. Stark, D. Heitmann, and S. Mendach:
Transmission and Reflection Measurements on Metamaterials
Graduate Class Workshop, Schwerin, Germany (2009).

M. Bröll, S. Schwaiger, Y. Stark, A. Stemmann, S. Mendach, and D. Heitmann:
Metamaterials based on rolled-up radial metal/semiconductor superlattices
3rd Graduate Class Summer School, Hamburg, Germany (2009).

M. Bröll, S. Schwaiger, A. Stemmann, Y. Stark, D. Heitmann, and S. Mendach:
Metamaterials Based On Rolled-up Radial Metal/Semiconductor Superlattices
2nd Nanometa, Seefeld, Austria (2009).

Jochen Kerbst, Stephan Schwaiger, Markus Broell, Ricardo Costa, Jens Ehlermann, Andrea Stemmann, Yuliya Stark, Detlef Heitmann, and Stefan Mendach:
Optical spectroscopy on rolled-up metal semiconductor microtubes in the visible and infrared regime
DPG-Tagung 2010, Regensburg, Germany (2010).

Stephan Schwaiger, Markus Broell, Jochen Kerbst, Jens Ehlermann, Ricardo Costa, Andrea Stemmann, Yuliya Stark, Detlef Heitmann, and Stefan Mendach:
Transmission and Reflection Measurements on Rolled-up Microtubes
DPG-Tagung 2010, Regensburg, Germany (2010).

Anhang

A1 Herleitung: Auslenkung eines homogenen, rechteckigen Biegebalkens

Ein rechteckiger Biegebalken (BB) der Länge L , der Breite b und der Dicke d ist Teil eines Plattenkondensators mit Plattenabstand D und wird durch eine Spannung U bzw. durch die resultierende homogene elektrostatische Kraft gemäß Gleichung (3.8) ausgelenkt – siehe Abbildung 3.7. Im gebogenen BB gibt es eine *neutrale Faser*, deren Länge sich beim Biegen nicht ändert. Sie hat im Abstand x zum fixierten Ende des BB den Krümmungsradius $r(x)$. Im Abstand \bar{z} von der neutralen Faser ändert sich die Länge jedes BB-Längenelements dx um $dx \cdot (\bar{z}/r)$. Daher tritt ober- bzw. unterhalb der neutralen Faser Zugspannung bzw. Kompressionsdruck σ auf:

$$\sigma = E \cdot \frac{\bar{z}}{r}. \quad (\text{A.1})$$

Auf einen rechteckigen BB-Querschnitt der Breite b , der Höhe $d\bar{z}$ und im Abstand \bar{z} zur neutralen Faser (siehe Abbildung 3.7) wirken die Kraft dF und das Drehmoment dM :

$$dF = \sigma \cdot b \cdot d\bar{z} = \frac{E(\bar{z}) \cdot b \cdot \bar{z}}{r} d\bar{z}, \quad (\text{A.2})$$

$$dM_{\sigma} = \bar{z} \cdot dF = \frac{E(\bar{z}) \cdot b \cdot \bar{z}^2}{r} d\bar{z}. \quad (\text{A.3})$$

Integriert man über die Dicke d des Biegebalkens, so ergibt sich:

$$F = \frac{b}{r} \cdot \int_{\bar{z}_0}^{\bar{z}_0+d} E(\bar{z}) \bar{z} d\bar{z} \stackrel{?}{=} 0 = \frac{b \cdot E}{r} \cdot \int_{-\frac{d}{2}}^{\frac{d}{2}} \bar{z} d\bar{z} \quad \text{und} \quad (\text{A.4})$$

$$M_{\sigma}(x) = \frac{b}{r(x)} \cdot \int_{\bar{z}_0}^{\bar{z}_0+d} E(\bar{z}) \bar{z}^2 d\bar{z} \stackrel{?}{=} \frac{b \cdot E}{r} \cdot \int_{-\frac{d}{2}}^{\frac{d}{2}} \bar{z}^2 dz = \frac{Ed^3b}{12r(x)}. \quad (\text{A.5})$$

Das jeweils durch ein Fragezeichen markierte Gleichheitszeichen gilt nur, falls E unabhängig von z und konstant ist, d.h. wenn der BB aus nur einem, homogenem Material besteht. Das Drehmoment M nach Gl. (A.5) wird durch elastische Kräfte erzeugt und wirkt der BB-Biegung entgegen. Die Biegung ist aber durch die Wirkung der elektrostatischen Kräfte an allen Stellen $\tilde{x} > x$ verursacht; sie erzeugen an jeder betrachteten Stelle x jeweils das Drehmoment

$$dM_{\text{es}} = dF \cdot (\tilde{x} - x). \quad (\text{A.6})$$

Integration über dM_{es} von $\tilde{x} = x$ bis $\tilde{x} = L$ ergibt:

$$M_{\text{es}}(x) = \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2 \cdot b}{D^2} \cdot \int_x^L (\tilde{x} - x) d\tilde{x} = \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2 \cdot b}{D^2} \cdot \left[\frac{1}{2} (\tilde{x} - x)^2 \right]_x^L = \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2 \cdot b}{2D^2} \cdot (L - x)^2. \quad (\text{A.7})$$

Der BB biegt sich so, dass das rücktreibende Drehmoment nach Gl. (A.5) gleich dem äußeren Drehmoment nach Gl. (A.7) ist. Gleichsetzen dieser Gleichungen liefert die Krümmung

$$\frac{1}{r} = \frac{6 \cdot \varepsilon_0 \cdot U^2}{E \cdot d^3 D^2} \cdot (L-x)^2. \quad (\text{A.8})$$

Für den Krümmungsradius r einer differenzierbaren Kurve $z(x)$ gilt nach [Gell77]:

$$\frac{1}{r} = \frac{z''(x)}{\left(1 + (z'(x))^2\right)^{3/2}}. \quad (\text{A.9})$$

Für kleine Durchbiegungen ist $z'(x) \ll 1$, d.h. $\frac{1}{r} \approx z''(x)$. Durch Integration der Gleichung

$$z''(x) = a \cdot (L-x)^2 \quad (\text{A.10})$$

ergibt sich mit den Randbedingungen $z(0) = z'(0) = 0$ die Kurve $z(x)$, die den Verlauf der neutralen Faser des elektrostatisch ausgelenkten BB beschreibt:

$$z(x) = a \cdot \left(\frac{x^4}{12} - \frac{Lx^3}{3} + \frac{L^2 x^2}{2} \right) = \frac{\varepsilon_0 U^2}{D^2} \frac{6}{E \cdot d^3} \cdot \left(\frac{x^4}{12} - \frac{Lx^3}{3} + \frac{L^2 x^2}{2} \right). \quad (\text{A.11})$$

Den Faktor a erhält man durch Vergleich der Gleichungen (A.8) und (A.10):

$$a = \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2}{D^2} \frac{6}{E \cdot d^3}. \quad (\text{A.12})$$

Der Verlauf von $z(x)$ ist in Abbildung 3.8 in normierter Weise dargestellt und wird in Abschnitt 3.5.1 erläutert.

A2 Herleitung: Auslenkung eines rechteckigen Biegebalkens aus mehreren Materialien

Wie zuvor wird ein rechteckiger Biegebalken (Länge L , Breite b) betrachtet, der Teil eines Plattenkondensators (Plattenabstand D , Spannung U) ist und elektrostatisch ausgelenkt wird. Der Biegebalken besteht nun aus k Schichten, wobei die i -te Schicht die Dicke d_i und den Elastizitätsmodul E_i aufweist.

Zur Bestimmung der vertikalen Position der neutralen Faser geht man von Gleichung (A.4) aus: Das Integral über dF verschwindet und erlaubt daher die Bestimmung der Position der neutralen Faser als Ursprung der \hat{z} -Koordinate. Zum Beispiel: Ein SiN-BB der Dicke d_1 ist einseitig mit einer Chromschicht der Dicke d_2 beschichtet. Bei Biegung des BB nach unten gleicht der Kompressionsdruck unterhalb der neutralen Faser die Zugspannung oberhalb der neutralen Faser aus. Das Integral $\int dF$ verschwindet, d.h.:

$$\begin{aligned} 0 &= F \cdot \frac{2r}{b} = \int_{\hat{z}_0}^{\hat{z}_0+d_1+d_2} 2E(\hat{z}) \hat{z} d\hat{z} = E_1 \cdot \left[\hat{z}^2 \right]_{\hat{z}_0}^{\hat{z}_0+d_1} + E_2 \cdot \left[\hat{z}^2 \right]_{\hat{z}_0+d_1}^{\hat{z}_0+d_1+d_2} \\ &= E_1 \cdot \left(2\hat{z}_0 d_1 + d_1^2 \right) + E_2 \cdot \left(2\hat{z}_0 d_2 + 2d_1 d_2 + d_2^2 \right) \end{aligned}$$

$$\Leftrightarrow \bar{z}_0 = -\frac{\frac{1}{2}E_1d_1^2 + E_2 \cdot (d_1d_2 + \frac{1}{2}d_2^2)}{E_1d_1 + E_2d_2}. \quad (\text{A.13})$$

Für einen Biegebalken aus k verschiedenen Schichten ergibt sich entsprechend

$$\bar{z}_0 = -\frac{\frac{1}{2} \cdot \sum_{i=1}^k E_i d_i^2 + \sum_{i=1}^k \left(E_i d_i \cdot \sum_{j=1}^i d_j \right)}{\sum_{i=1}^k E_i d_i} = -\frac{\sum_{i=1}^k E_i d_i \cdot \left(\frac{1}{2} d_i + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)}{\sum_{i=1}^k E_i d_i}. \quad (\text{A.14})$$

Das rücktreibende Drehmoment, das durch die Krümmung des Biegebalkens entsteht, ergibt sich nach Gl. (A.5) für zwei Schichten gemäß

$$M_\sigma = \frac{b}{r} \cdot \int_{\bar{z}_0}^{\bar{z}_0+d_1+d_2} E(\bar{z}) \bar{z}^2 d\bar{z} = \frac{b}{3r} \cdot \left(E_1 \cdot [\bar{z}^3]_{\bar{z}_0}^{\bar{z}_0+d_1} + E_2 \cdot [\bar{z}^3]_{\bar{z}_0+d_1}^{\bar{z}_0+d_1+d_2} \right). \quad (\text{A.15})$$

Für k Schichten ergibt sich entsprechend das Drehmoment

$$M_\sigma = \frac{b}{r} \cdot \int_{\bar{z}_0}^{\bar{z}_0+\sum_{i=1}^k d_i} E(\bar{z}) \bar{z}^2 d\bar{z} = \frac{b}{3r} \cdot \sum_{i=1}^k E_i \cdot \left[\left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]. \quad (\text{A.16})$$

Gleichsetzen von $M_{es} = M_\sigma$ und der entsprechenden Gleichungen (A.16) und (A.7) ergibt:

$$\frac{1}{r} = z''(x) = \frac{3\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2} \cdot \frac{(L-x)^2}{\sum_{i=1}^k E_i \cdot \left[\left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]}. \quad (\text{A.17})$$

Für die Auslenkung der neutralen Faser ergibt sich hieraus (ganz analog zur Herleitung ab Gleichung (A.8) für den homogenen Biegebalken):

$$z(x) = \frac{a_k}{12} \cdot \left(4L^3 \cdot x + (L-x)^4 - L^4 \right) = \frac{a_k x^4}{12} - \frac{a_k L x^3}{3} + \frac{a_k L^2 x^2}{2}, \quad (\text{A.18})$$

mit

$$a_k = \frac{1,5 \cdot \varepsilon_0}{\sum_{i=1}^k E_i \cdot \left[\left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\bar{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]} \cdot \frac{U^2}{D^2}. \quad (\text{A.19})$$

A3 Herleitung: Auslenkung eines Schaufelcantilevers

Betrachtet wird ein schaufelförmiger Cantilever der Länge L , dessen Breite sich an der Stelle x_1 von b_1 auf b_2 vergrößert – siehe Abbildung A.1. Die Gleichungen (A.1) bis (A.6) gelten unverändert. Erst ab Gleichung (A.7) wirkt sich die veränderliche Breite bei der Berechnung des Drehmoments an einer Stelle x des Cantilevers aus: Integration über dM von x bis L ergibt

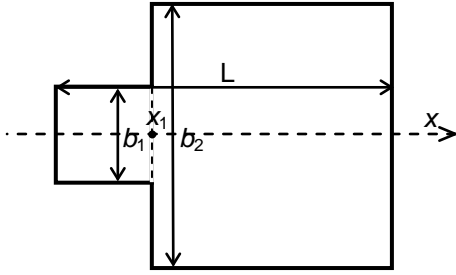


Abbildung A.1: Skizze eines schaufelförmigen Cantilevers.

$$\begin{aligned}
 M_{\text{es}}(x) &= \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2}{D^2} \cdot \int_x^L b(\tilde{x}) \cdot (\tilde{x} - x) d\tilde{x} = \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2} \cdot \left\{ b_1 \cdot [(\tilde{x} - x)^2]_x^{x_1} + b_2 \cdot [(\tilde{x} - x)^2]_{x_1}^L \right\} \\
 &= \begin{cases} \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2} \cdot [(b_1 - b_2) \cdot (x_1 - x)^2 + b_2 \cdot (L - x)^2] & \text{für } x < x_1 \\ \frac{\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2} \cdot b_2 \cdot (L - x)^2 & \text{für } x > x_1 \end{cases} . \quad (\text{A.20})
 \end{aligned}$$

Genau wie beim rechteckigen Biegebalken wird auch die Biegung der Schaufel dadurch bestimmt, dass das rücktreibende Drehmoment, welches durch Gleichung (A.5) beschrieben wird, das äußere Drehmoment nach Gl. (A.20) kompensiert. Gleichsetzen von Gl. (A.5) und Gl. (A.20) ergibt die Krümmung der Schaufel:

$$\frac{1}{r(x)} = z''(x) = \begin{cases} \frac{6 \cdot \varepsilon_0 \cdot U^2}{E \cdot d^3 \cdot D^2} \cdot \frac{(b_1 - b_2) \cdot (x_1 - x)^2 + b_2 \cdot (L - x)^2}{b_1} & \text{für } x < x_1 \\ \frac{6 \cdot \varepsilon_0 \cdot U^2}{E \cdot d^3 \cdot D^2} \cdot (L - x)^2 & \text{für } x > x_1 \end{cases} . \quad (\text{A.21})$$

Durch Integration von Gl. (A.21) ergibt sich mit den Randbedingungen $z(0) = z'(0) = 0$ sowie aus der Forderung, dass $z(x)$ und $z'(x)$ bei $x = x_1$ stetig sein sollen, die Kurve des Verlaufs der neutralen Faser des elektrostatisch ausgelenkten Schaufelcantilevers:

$$\frac{z(x)}{a} = \begin{cases} \frac{x^4}{12} + \left(\frac{b_2 - b_1}{b_1} x_1 - \frac{b_2}{b_1} L \right) \cdot \frac{x^3}{3} + \left(\frac{b_2}{b_1} L^2 - \frac{b_2 - b_1}{b_1} x_1^2 \right) \cdot \frac{x^2}{2} , & \text{für } x < x_1 \\ \frac{x^4}{12} - \frac{Lx^3}{3} + \frac{L^2 x^2}{2} + \frac{b_2 - b_1}{b_1} (L^2 x_1 - Lx_1^2) \cdot x - \frac{b_2 - b_1}{6b_1} \cdot (x_1^4 - 4Lx_1^3 + 3L^2 x_1^2), & \text{für } x > x_1. \end{cases} \quad (\text{A.22})$$

Der Faktor a ergibt sich dabei nach Gl. (A12) oder nach Gl. (A19), je nachdem, ob der Cantilever aus einem Material oder aus mehreren Schichten verschiedener Materialien besteht. Bei einer homogenen Schaufel ergibt sich z.B. für $L = 130 \mu\text{m}$, $x_1 = b_1 = 30 \mu\text{m}$ und $b_2 = 100 \mu\text{m}$

$$\frac{z(x)}{aL^4} = \begin{cases} \frac{\tilde{x}^4}{12} - 0,932\tilde{x}^3 + 1,60 \cdot \tilde{x}^2 & \text{für } \tilde{x} < \tilde{x}_1 \\ \frac{\tilde{x}^4}{12} - \frac{\tilde{x}^3}{3} + \frac{\tilde{x}^2}{2} + 0,414 \cdot \tilde{x} - 0,0441 & \text{für } \tilde{x} > \tilde{x}_1 \end{cases} , \quad (\text{A.23})$$

wobei $\tilde{x} \equiv x/L$. Für dieses Beispiel ist der Verlauf von $z(x)$ in Abbildung 3.9 normiert und im Vergleich zur Auslenkung eines rechteckigen BB dargestellt. Wie zu erwarten ist, wird der

schaufelartige Cantilever deutlich stärker ausgelenkt. Die Schauffel fläche ist dabei viel schwächer gekrümmt als der Hals des Cantilevers. Für $x = L$ ergibt sich die Auslenkung des freien Cantilever-Endes:

$$\frac{z(L)}{a} = \frac{L^4}{3} + \frac{b_2 - b_1}{b_1} (L^3 x_1 - L^2 x_1^2) - \frac{b_2 - b_1}{6b_1} \cdot (x_1^4 - 4Lx_1^3 + 3L^2 x_1^2). \quad (\text{A.24})$$

A4 Auswertung der Messung der Kapazitätsänderung bei einem Schauffel-Cantilever

Der in Abschnitt 4.5.1 untersuchte Schauffelcantilever hat einen je $30 \mu\text{m}$ langen und breiten Hals. Die Schauffel selbst ist je $100 \mu\text{m}$ lang und breit. Die gesamte Cantileverfläche beträgt $A = 10900 \mu\text{m}^2$. Der Cantilever besteht aus Si_3N_4 und ist beidseitig mit Chrom und Gold beschichtet. Die Gesamtdicke des Cantilevers ist $d = 145 \text{ nm}$. Der Cantilever ist Teil eines Plattenkondensators mit Plattenabstand $D = 30 \mu\text{m}$. Bei Anlegen der Spannung $U = 27 \text{ V}$ vergrößert sich die gemessene Gesamtkapazität $5,5 \text{ pF}$ durch Verbiegung des Cantilevers um $\Delta C = 0,5 \text{ fF} \pm 0,05 \text{ fF}$. Um den Cantilever wurde die Membran entfernt. Gegenüber liegt eine wesentlich größere Kondensatorplatte. Die Cantilever-Kapazität ist daher so groß wie bei einem Plattenkondensator mit gleich großen Platten im doppelten Abstand:

$$C = \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{2D} = 1,61 \text{ fF}, \quad (\text{A.25})$$

mit $\varepsilon_0 = 8,8544 \cdot 10^{-12} \text{ C/Vm}$. Dies lässt sich durch die Methode der Spiegelladungen begründen. Beim Anlegen einer Spannung U wird der Cantilever angezogen und ausgelenkt, der mittlere Abstand des Cantilevers zur gegenüberliegenden Kondensatorplatte wird kleiner. Die Kapazität wird entsprechend größer. Wenn die Abstandsänderung ΔD klein ist im Vergleich zum Plattenabstand D , dann lässt sich nähern:

$$\Delta C = C(D - \Delta D) - C(D) = \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{2(D - \Delta D)} - \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{2D} = \frac{\varepsilon_0 \cdot A}{2} \cdot \frac{\Delta D}{D \cdot (D - \Delta D)} \quad (\text{A.26})$$

Auflösen dieser Gleichung nach ΔD ergibt:

$$\Delta D = \frac{\Delta C \cdot 2D^2}{\varepsilon_0 \cdot A + \Delta C \cdot 2D} \quad (\text{A.27})$$

Mit $\Delta C = 0,5 \text{ fF} \pm 0,05 \text{ fF}$ und $D = 30 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$ ergibt sich daraus die mittlere Auslenkung des Cantilevers zu $7,1 \mu\text{m} \pm 1,4 \mu\text{m}$. Andererseits lässt sich die mittlere Auslenkung nach Gleichung (A.22) bzw. (A.23) berechnen:

$$\begin{aligned} \bar{z} &= \frac{1}{A} \cdot \int_0^L b(x) \cdot \frac{z(x)}{a} dx = \frac{1}{A} \left[\frac{b_1 \cdot x^5}{60} + ((b_2 - b_1)x_1 - b_2 L) \cdot \frac{x^4}{12} + (b_2 L^2 - (b_2 - b_1)x_1^2) \cdot \frac{x^3}{6} \right]_0^{x_1} \\ &+ \frac{b_2}{A} \left[\frac{x^5}{60} - \frac{Lx^4}{12} + \frac{L^2 x^3}{6} + \frac{b_2 - b_1}{2b_1} (L^2 x_1 - Lx_1^2) \cdot x^2 - \frac{b_2 - b_1}{6b_1} \cdot (x_1^4 - 4Lx_1^3 + 3L^2 x_1^2) x \right]_{x_1}^L \quad (\text{A.28}) \\ &= 89,277 \cdot 10^6 \mu\text{m}^4. \end{aligned}$$

Für $D = 30 \mu\text{m}$ und $d = 145 \text{ nm}$ ergibt sich durch Multiplikation mit

$$a = \frac{\varepsilon_0 U^2}{D^2} \frac{6}{E \cdot d^3} = \frac{6 \cdot 8,8544 \cdot 10^{-12} \text{ C/Vm } U^2}{(30 \mu\text{m})^2 \cdot (0,145 \mu\text{m})^3} \frac{1}{E} = 1,9362 \cdot 10^{-5} \frac{\text{Nm}}{\mu\text{m}^4 \text{V}^2 \text{m}^2} \frac{U^2}{E} \quad (\text{A.29})$$

die über die Schauffelfläche gemittelte Auslenkung des Cantilevers zu

$$\bar{z} = 89,277 \cdot 10^6 \mu\text{m}^4 \cdot \frac{\varepsilon_0 U^2}{D^2} \frac{6}{E \cdot d^3}. \quad (\text{A.30})$$

Löst man diese Gleichung nach E auf, so ergibt sich mit $\bar{z} = 7,1 \mu\text{m} \pm 1,4 \mu\text{m}$, $d = 145 \text{ nm}$ und $D = 30 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$, $U = 27 \text{ V}$ der Elastizitätsmodul:

$$E = \frac{6\varepsilon_0 U^2}{d^3 D^2} \cdot \frac{89,277 \cdot 10^{-18} \text{ m}^4}{\bar{z}} = 177 \text{ GPa} \pm 50 \text{ GPa}. \quad (\text{A.31})$$

Das Ergebnis liegt im unteren Bereich der Literaturwerte aus Tabelle 3.2. Jedoch wurde in der Rechnung nicht berücksichtigt, dass der Cantilever aus mehreren Schichten bzw. mehreren Materialien besteht. Man muss den Faktor a genauer nach Gleichung (A.19) berechnen. Da der Cantilever nicht symmetrisch beschichtet ist, wird zuvor nach Gleichung (A.14) \hat{z}_0 berechnet aus den Dicken d_i und Elastizitätsmodulen E_i der Cantilever-Schichten. Beim Schauffel-Cantilever sind die in Tabelle A.1 aufgelisteten fünf Schichten vorhanden. Problematisch dabei ist, dass gerade der E-Modul der zentralen SiN-Schicht bestimmt werden soll. Das Problem lässt sich aber iterativ lösen.

Setzt man $E_{\text{SiN}} = 340 \text{ GPa}$ an, so folgt aus der Gl. (A.14) $\hat{z}_0 = -75,75 \mu\text{m}$. Damit folgt

$$\begin{aligned} \frac{\bar{z}}{a_k} &= \frac{7,11 \mu\text{m}}{a_k} = 89,277 \cdot 10^6 \mu\text{m}^4 \\ \Rightarrow a_k &= \frac{7,11 \mu\text{m}}{89,277 \cdot 10^6 \mu\text{m}^4} = \frac{3\varepsilon_0 \cdot U^2}{2D^2} \cdot \frac{1}{\sum_{i=1}^k E_i \cdot \left[\left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]}. \end{aligned} \quad (\text{A.32})$$

Geht man weiter zum Elastizitätsmodul über, so ergibt sich:

$$\begin{aligned} E_{\text{SiN}} &= \frac{\frac{\varepsilon_0 U^2 \cdot 18,83 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3}{D^2} - \sum_{i=1,2,4,5} E_i \cdot \left[\left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^i d_j \right)^3 - \left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^{i-1} d_j \right)^3 \right]}{\left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^3 d_j \right)^3 - \left(\hat{z}_0 + \sum_{j=1}^2 d_j \right)^3} = \\ &= 264,1 \text{ GPa} \end{aligned} \quad (\text{A.33})$$

Setzt man dieses Ergebnis in Gleichung (A.14) ein, so folgt $\hat{z}_0 = -75,92 \mu\text{m}$. Setzt man diesen Wert wiederum in Gl. (A.33) ein, so ergibt sich schließlich $E_{\text{SiN}} = 263,7 \text{ GPa}$. Somit liegt der Elastizitätsmodul $E_{\text{SiN}} = 264 \text{ GPa}$ nahe beim Literaturwert $E_{\text{SiN}} = 260 \text{ GPa}$.

i	Material	Dicke d_i (nm)	E-Modul E_i (GPa)
5	Au	10	81
4	Cr	10	289
3	SiN	100	?
2	Cr	5	289
1	Au	20	81

Tabelle A.1: Schichten des Schaufelcantilevers.

A5 Dickenabhängiger Farbverlauf bei der Lichtreflexion einer Si_3N_4 -Schicht auf Si

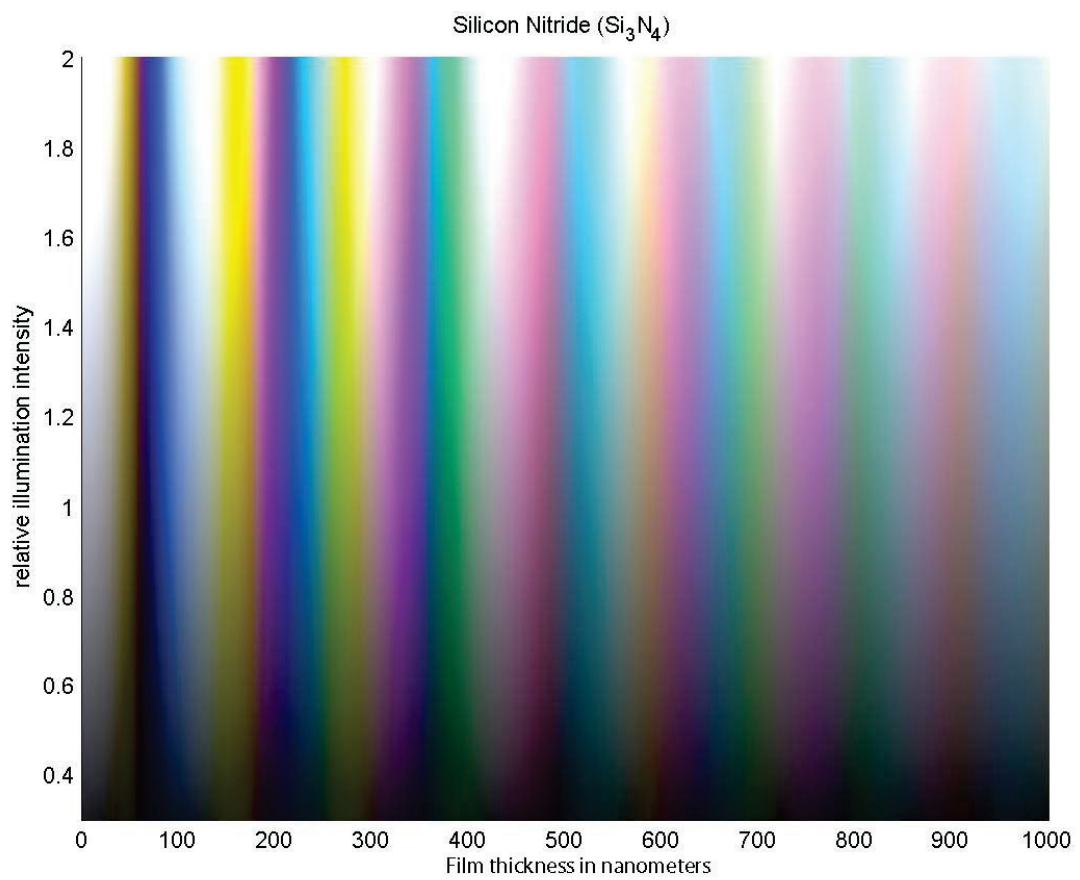


Abbildung A.2: Spektrum des visuellen Farbeindrucks der Lichtreflexe einer SiN-Schicht auf Si-Substrat als Funktion von Schichtdicke und Lichtintensität [Clea12].

Danksagung

Für die Ermöglichung dieser Arbeit und für die geschaffene Möglichkeit, Familie und Promotion zu vereinbaren, danke ich Herrn Professor Dr. Hans Peter Oepen.

Für die langjährige Betreuung dieser Arbeit, für die Kurven-Simulation sowie für unzählige, wichtigere Dinge, die ich von ihm gelernt habe, meinen herzlichen Dank an Herrn Dr. Robert Frömter.

Für die Übernahme der Zweitgutachten vielen Dank an die Professoren Robert Blick und Kornelius Nielsch.

Bei Daniel Stickler bedanke ich mich für die anfängliche Einführung in die FIB-Welt und für die Ansteckung mit Begeisterung dafür.

Ich danke Sebastian, Moritz, Eszti, Natascha, Stephan und Judith für die wirksame Unterstützung in kritischen Momenten. Jeder von Euch zeigte mir eine neue Tür an den Stellen, wo ich dachte, dass es nicht weiter geht.

Ich danke André und auch Philipp für Ausstrahlung der Ruhe – sehr wichtig in manchen Augenblicken!

Allen Mitgliedern der Gruppe G danke ich für schöne Gespräche, lustige Abende und nettes Arbeitsklima.

Für das sorgfältige Durchlesen des Manuskripts und die geduldig-konstruktive Kritik danke ich herzlich Herrn Professor Dr. Wolfgang Scobel.

Herrn Biedermann mein großen Dank für die immer sofortige Bereitschaft, sich um meine Elektronik zu kümmern.

Herrn Benecke und den Mitarbeitern der feinmechanischen Werkstatt danke ich für immer freundlichen Empfang und schnelle Anfertigungen.

Für finanzielle Unterstützung in der Endphase dieser Arbeit und für viele interessante Workshops möchte ich mich bei ProExzellenzia bedanken.

Meiner lieben Familie – Eltern, Arnold, Lena und die Kinder-Bande – danke ich für Liebe und für unendliche Geduld, für das alles, was Ihr im Laufe dieser Jahre mitgemacht und mitgetragen habt, sowie mitgedacht, mitgespielt, mitgestritten, mitgeweint, mitgelacht, mitgewachsen....das alles miterlebt und letztendlich mitabgeschlossen. Ich danke für jeden einzelnen aus so vielen Glückmomenten, die Ihr mir dazwischen geschenkt habt. Und ich danke dafür, dass wir immer ein Team waren und sind. **Energie!**