



DISSERTATION

---

# Robuste Dünnschicht-Dehnmessstreifen für Hochtemperatur-Drucksensoren

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor der technischen Wissenschaften (Dr.techn.)

am Institut für Sensor- und Aktuatorssysteme  
der Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik  
der Technische Universität Wien

**Peter Schmid**  
Matrikelnummer: 0929516

Wien, 2020

Verteidigung: Wien, 2020

Betreuer: Univ.-Prof. Dr.rer.nat. Ulrich Schmid  
Technische Universität Wien, Österreich

Gutachter: Prof. Dr.rer.nat. Andreas Dietzel  
Technische Universität Braunschweig, Deutschland

Univ.-Prof. Dr.sc. Silvan Schmid  
Technische Universität Wien, Österreich

# Danksagung

Ich bedanke mich bei Univ.-Prof. Dr. Ulrich Schmid für die Betreuung dieser Arbeit an seinem Institut. Seine Tür stand mir über die Jahre stets offen, er hatte immer ein offenes Ohr und Geduld für mich und stand mir mit gutem Rat zur Seite.

Bei Dr. Michael Schneider bedanke ich mich für seine aufmunternden Worte und seine kompetente Hilfe bei den vielen Herausforderungen, die es im Laufe dieser Dissertation zu meistern gab.

Dr. Christof Zarfl danke ich für die freundschaftliche Zusammenarbeit bei der Inbetriebnahme des k-Faktor-Messplatzes und der Durchführung und Interpretation unserer Experimente.

Außerdem möchte ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Abteilung Mikrosystemtechnik des Instituts für Sensor- und Aktuatorssysteme für die kollegiale Zusammenarbeit, das freundliche Miteinander und die Unterstützung bedanken.

Insbesondere danke ich Martina Nuhsbaumer für ihre herzliche und hilfsbereite Art und ihre Hilfe bei allerlei administrativen Aufgaben. Bei Andreas Astleitner bedanke ich mich für seine stets unkomplizierte und rasche Hilfe bei IT-Problemen aller Art.

Franz Prewein danke ich für die Unterstützung beim Aufbau und der Reparatur von Messplätzen und Messgeräten, sowie für unsere vielen (manchmal auch hitzig geführten) Diskussionen in unserem gemeinsamen Büro. Patrick Meyer gebührt mein Dank für seine Hilfe bei der Probenherstellung und die viele Arbeit, die er mir im Reinraum abgenommen hat.

Bei Dr. Sabine Schwarz sage ich Danke für die freundliche Unterstützung bei der Durchführung der TEM-Untersuchungen. Werner Artner gebührt für seine Hilfe bei der Durchführung und Interpretation der XRD-Messungen ebenfalls mein Dank.

Fabian Triendl möchte ich besonders für seine hervorragende Arbeit, die er im Rahmen seiner studentischen Mitarbeit am Institut für dieses Projekt vollbracht hat, danken.

Nicht zuletzt möchte ich mich herzlich bei meinen Freunden und meiner Familie für ihr Verständnis fürs oftmalige „Keine-Zeit-haben“, für ihre Geduld bis „das letzte Kapitel“ endlich fertig war und für die moralische Unterstützung in manch schwieriger Phase der Dissertation bedanken!

Insbesondere möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mich all die Jahre bedingungslos unterstützt haben und immer hinter mir gestanden sind. Ohne euch wäre meine Dissertation nicht möglich gewesen! Danke!

# Kurzfassung

Auf Grund der chemischen Robustheit ist die Integration von Dünnschicht-Dehnmessstreifen aus Platin (Pt) ein gängiger Ansatz, um hochtemperaturstabile Drucksensoren in Mikrotechnik zu realisieren. In dieser Arbeit werden daher der Einfluss der Schichtdicke, der Haftvermittlerwahl und der Sputter-Parameter, wie der Sputterleistung und der Substrattemperatur, auf die elektro-mechanischen Eigenschaften von Pt-Dünnschichten untersucht. Bei den untersuchten Haftvermittlern handelt es sich um gesputtertes Titan (Ti), Chrom (Cr) und rutil Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ).

In den Experimenten kann kein signifikanter Einfluss der Schichtdicke auf die elektro-mechanischen Eigenschaften von Pt-Dünnschichten bei Messtemperaturen bis  $500^\circ\text{C}$  festgestellt werden. Es zeigt sich jedoch, dass die bei einem Hochtemperaturschritt (engl. *post deposition annealing*, durchgeführt bei  $700^\circ\text{C}$  und höher) auftretende Diffusion von Cr und Ti in die Platin-Schicht einen signifikanten Einfluss auf den k-Faktor hat. Bei dem  $\text{TiO}_2$ /Pt-Schichtsystem findet indessen keine Diffusion des Haftvermittlers in die Pt-Schicht statt. Im Falle der Ti-Haftsicht führt die starke Diffusion zu einem deutlichen Anstieg des Messfehlers und es wird offenkundig, dass Ti/Pt-Mäander für Hochtemperaturanwendungen nicht geeignet sind. Bei dem Cr/Pt-Schichtsystem zeigt sich, dass der k-Faktor bei Raumtemperatur durch die Diffusion im Vergleich zu den Werten der  $\text{TiO}_2$ /Pt-Schicht von 4,3 auf 2,4 beinahe halbiert wird. Außerdem wird gezeigt, dass sich eine erhöhte Sputterleistung und Substrattemperatur positiv auf die Kristallinität der Pt-Schicht und damit auf den k-Faktor auswirken. Durch die Erhöhung der auf die Targetgröße bezogenen Sputterleistung von  $1,9 \text{ W/cm}^2$  auf  $3,4 \text{ W/cm}^2$  und dem zusätzlichen Heizen des Substrates auf  $600^\circ\text{C}$  kann der k-Faktor eines  $10 \text{ nm Cr} / 50 \text{ nm Pt}$ -Mäanders bei Raumtemperatur von 2,6 auf 3,2 angehoben werden.

Auf Grund des hohen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes weisen Dünnschicht-Dehnmessstreifen aus Platin jedoch eine hohe Temperatursensivität auf. Dies erschwert ihre Anwendung bei hohen, oftmals sich verändernden Umgebungstemperaturen deutlich.

Um dem entgegenzuwirken, wird in dieser Arbeit ein Ansatz präsentiert, mit dem sich der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes verringern lässt, während der k-Faktor unverändert bleibt oder sogar erhöht werden kann. Dafür werden in abwechselnder Folge nanoskalige Schichten aus Platin und Aluminiumnitrid (AlN) abgeschieden. Es werden zehn ca.  $10 \text{ nm}$  dünne Doppelschichten aus AlN und Pt übereinander gestapelt und einem *post deposition annealing* ausgesetzt. Anschließend werden die elektro-mechanischen Eigenschaften dieser Schichtstapel sowohl im *as deposited* Zustand als auch nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten charakterisiert. Ferner wird auch der Einfluss des AlN/Pt-Verhältnisses untersucht. Es wird gezeigt, dass durch die Kombination von AlN und Pt im Verhältnis 1:1 und einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h ein Dünnschicht-Dehnmessstreifen hergestellt werden kann, der im Vergleich zu dem aus reinem Platin einen leicht erhöhten k-Faktor bei Raumtemperatur von 4,7 ( $\pm 0,3$ ) und einen um den Faktor 3 - 4 niedrigeren Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes aufweist.

Abschließend wird noch die Herstellung und Charakterisierung einer Membran für einen hochtempe-



raturstabilen Dünnschicht-Dehnmessstreifen-Drucksensor diskutiert. Es folgt ein kurzer Überblick über die verfügbaren Substrate und eine Diskussion der elektrischen Passivierung von leitenden Membranmaterialien. Abschließend werden die ersten Messergebnisse von Platin-Dehnmessstreifen auf einer Membran aus Nickel-Basislegierung vorgestellt.

# Abstract

Due to their chemical robustness the integration of platinum (Pt) thin film strain gauges is a straightforward approach to realise high temperature stable micro-machined pressure sensors for harsh environmental applications. The influence of film thickness, adhesion promoter choice, as well as sputter parameters (such as the plasma power and the substrate temperature) on the electro-mechanical properties of Pt thin films is investigated in this thesis to evaluate their potential. Sputter-deposited titanium (Ti), chromium (Cr) and rutile titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) are used as adhesion promoters.

At temperatures ranging from room temperature up to  $500^\circ\text{C}$  no substantial impact of the Pt film thickness on the electro-mechanical properties is determined. However, the diffusion of Ti and Cr into the Pt thin film influences the gauge factor significantly during post deposition annealing steps at annealing temperatures of  $700^\circ\text{C}$  or higher. Contrary to that, no diffusion of the  $\text{TiO}_2$  adhesion promoter into the Pt thin films is found. The diffusion of the Ti leads to a vastly higher scatter range of the gauge factors and it is shown that Ti/Pt thin films are not suitable for high temperature applications. Although it is possible to fabricate thermally stable Cr/Pt thin film strain gauges, it becomes evident that the diffusion of Cr is significantly decreasing the gauge factor. Compared to the  $\text{TiO}_2$ /Pt strain gauges, the gauge factor is reduced from 4.3 to 2.4. Furthermore, it is shown that higher sputtering power and substrate heating during deposition lead to an increased crystallinity of the Pt thin film and thus promotes higher gauge factors. The gauge factor of a 50 nm thin Cr/Pt strain gauge can be enhanced from 2.6 to 3.2 by increasing the sputtering power, which is related to the target size, from  $1.9 \text{ W/cm}^2$  to  $3.4 \text{ W/cm}^2$ , while simultaneously heating the substrate to  $600^\circ\text{C}$ .

Due to the high temperature coefficient of resistance (TCR) of Pt, pure platinum thin film strain gauges display a high temperature cross-sensitivity. Hence, their strain detection capability is strongly limited, especially in timely varying high temperature environments. To increase the range of material parameter tuning, nanolaminates represent an innovative approach to decrease the TCR, while preserving or even enhancing the gauge factor at the same time. Therefore, to manipulate the electro-mechanical properties of the thin film strain gauges, multilayered thin films consisting of 10 approximately 10 nm thin bi-layers of aluminum nitride (AlN) and platinum are fabricated. The electro-mechanical properties of these multilayers are characterized in their *as deposited* state and after different post deposition annealing steps. Additionally, the impact of the AlN/Pt ratio is investigated. It is shown that it is possible to fabricate a thin film strain gauge offering a gauge factor of 4.7 ( $\pm 0.3$ ) at room temperature and a TCR, which is decreased by a factor of 3 – 4, by mixing AlN and Pt in a 1:1 ratio and annealing it in argon (Ar) atmosphere for 1 h at  $900^\circ\text{C}$ .

Finally, the fabrication and characterisation of membranes for a high temperature pressure sensor prototype is outlined. A discussion of the possible membrane materials and the challenges of providing an electrically insulating passivation layer for metallic membranes are presented. The first measurements of Pt thin film strain gauges fabricated on a nickel-base alloy membrane are presented.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>ii</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>iii</b>
<b>Abstract</b>	<b>v</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>vi</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Einführung . . . . .	1
1.2 Drucksensorik . . . . .	2
1.2.1 Definitionen/Grundlagen . . . . .	2
1.2.2 Hochtemperaturdrucksensoren . . . . .	2
1.2.3 Stand der Technik . . . . .	2
1.2.4 Beschreibung der Messprinzipien . . . . .	3
1.3 Struktur der Arbeit . . . . .	6
<b>2 Grundlagen und Messmethoden</b>	<b>7</b>
2.1 Elektro-mechanische Eigenschaften dünner Schichten . . . . .	7
2.1.1 Spezifischer elektrischer Widerstand . . . . .	7
2.1.2 Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes . . . . .	7
2.1.3 Dehnungskoeffizient des elektrischen Widerstandes . . . . .	8
2.1.4 Spezifischer elektrischer Widerstand polykristalliner Dünnschichten . . . . .	9
2.1.5 Dehnungskoeffizient des elektrischen Widerstandes polykristalliner Dünnschichten . . . . .	11
2.1.6 Diskussion des T-T-P-Modells . . . . .	12
2.2 Prozesstechnologie . . . . .	16
2.2.1 Sputtern . . . . .	16
2.2.2 Fotolithografie . . . . .	17
2.3 Messmethoden . . . . .	18
2.3.1 Elektro-mechanische Charakterisierung von Dünnschichten . . . . .	18
2.3.2 Van der Pauw Messplatz . . . . .	23
2.3.3 Elektronenmikroskopie . . . . .	23
2.3.4 Röntgendiffraktometrie . . . . .	25
<b>3 Robuste Platin-Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen</b>	<b>27</b>
3.1 Probenherstellung . . . . .	27
3.2 Post Deposition Annealing . . . . .	28
3.2.1 Thermische Stabilität der Kristallstruktur des Pt-Dünnschichtfilms . . . . .	29

3.2.2	Elektrische Stabilität der Haftsichten . . . . .	31
3.3	Elektro-mechanische Stabilität der Schichtsysteme . . . . .	33
3.3.1	Einfluss der thermischen und elektro-mechanischen Belastung auf die Kristallinität des Pt-Dünnsfilms . . . . .	33
3.3.2	Einfluss der thermischen und elektro-mechanischen Belastung auf die elektrischen Eigenschaften der Schichtsysteme . . . . .	34
3.3.3	Elektro-mechanische Eigenschaften der Cr/Pt- und Ti/Pt-Schichtsysteme . . . . .	36
3.3.4	Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung der Schichtsysteme . . . . .	38
3.4	Einfluss der Schichtdicke, Haftsicht und Sputterparameter auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilmen . . . . .	42
3.4.1	Einfluss der Schichtdicke auf den k-Faktor . . . . .	42
3.4.2	Einfluss des Haftvermittlers auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilm DMS . . . . .	43
3.4.3	Einfluss des Sputterparameter auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilm DMS . . . . .	44
3.5	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands der Pt-Dünnsfilme . . . . .	45
3.6	Zusammenfassung . . . . .	47
<b>4</b>	<b>Elektro-mechanische Eigenschaften von AlN/Pt-Multilayern</b>	<b>48</b>
4.1	Probenherstellung . . . . .	48
4.2	Elektro-mechanische Eigenschaften der AlN/Pt-Multilayern . . . . .	49
4.2.1	Post Deposition Annealing . . . . .	49
4.2.2	Elektro-mechanische Charakterisierung . . . . .	55
4.2.3	Untersuchung der Schichtstruktur . . . . .	58
4.3	Einfluss des AlN/Pt-Verhältnisses auf die elektro-mechanischen Eigenschaften der Multilayer . . . . .	60
4.3.1	Post Deposition Annealing . . . . .	60
4.3.2	Untersuchung der Schichtstruktur . . . . .	63
4.3.3	Charakterisierung der elektro-mechanischen Eigenschaften . . . . .	67
4.3.4	TCR bei höheren Temperaturbereichen . . . . .	70
4.3.5	XRD-Untersuchung der AlN/Pt-Multilayer . . . . .	71
4.4	Zusammenfassung und Diskussion . . . . .	73
<b>5</b>	<b>Sensorherstellung</b>	<b>75</b>
5.1	Substratauswahl . . . . .	75
5.2	Elektrisch isolierende Passivierung . . . . .	76
5.2.1	Aluminiumnitrid . . . . .	77
5.2.2	Aluminiumnitrid/Siliziumnitrid-Passivierung . . . . .	78
5.2.3	Mehrlagige AlN-Passivierung . . . . .	79
5.3	Sensordesign . . . . .	80
5.4	Sensorherstellung und Charakterisierung . . . . .	81
5.4.1	Fertigungsprozess . . . . .	81
5.4.2	Charakterisierung . . . . .	82
5.5	Zusammenfassung . . . . .	83
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>84</b>
<b>A</b>	<b>Auswerteskript</b>	<b>86</b>

<i>INHALTSVERZEICHNIS</i>	viii
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>93</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>97</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>98</b>
<b>Nomenklatur</b>	<b>107</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

### 1.1 Einführung

Bereits 1896 diskutierte Savante Arrhenius die von der Menschheit verursachte Zunahme der  $\text{CO}_2$ -Konzentration in der Erdatmosphäre durch das Verbrennen fossiler Brennstoffe und den Einfluss dieses Konzentrationsanstiegs auf die Temperatur [1]. Heute ist sich die Wissenschaft nahezu geschlossen einig, dass die global messbare Erderwärmung keine statistische Schwankung darstellt, sondern vom Menschen verursacht wird und ernsthafte Konsequenzen für die Menschheit haben wird [2, 3].

Daher werden mittlerweile stetig neue Umweltgesetze verabschiedet, welche zum Ziel haben, die erlaubten Grenzwerte für den Ausstoß von Treibhausgasen wie beispielsweise  $\text{CO}_2$  kontinuierlich zu reduzieren. In den USA, welche nach China den zweitgrößten  $\text{CO}_2$ -Ausstoß verursachen, werden ca. 67% des  $\text{CO}_2$ -Ausstoßes durch Verbrennungsmotoren erzeugt, die entweder für den Fracht- oder Personentransport oder für die Erzeugung von elektrischer Energie benötigt werden [5, 6]. Es ist daher – neben dem Erforschen und Einführen erneuerbarer Energiequellen und alternativen Antriebskonzepten – von größter ökonomischer und ökologischer Wichtigkeit, die Effizienz von Verbrennungsmotoren weiter zu verbessern, um die gesetzlichen Vorgaben zu erfüllen und den rasanten Anstieg der Erderwärmung begrenzen zu können. Für eine weitere Effizienzsteigerung von Verbrennungsmotoren ist der Druckverlauf während des Verbrennungsprozesses in der Brennkammer eine Kenngröße von hoher Aussagekraft und sollte deshalb zuverlässig mit einer hohen örtlichen und zeitlichen Auflösung bestimmt werden [7]. Der Verfügbarkeit von geeigneten, miniaturisierten Drucksensoren mit hoher Zuverlässigkeit, die sich in gängige Verbrennungskraftmaschinen mit geringem Aufwand integrieren lassen, kommt dabei eine wichtige Bedeutung zu.

Ähnliche Anforderungen an die Drucksensorik finden sich noch bei vielen anderen Anwendungsgebieten wie beispielsweise in Bohrköpfen für die Erdölförderung oder auch in Industrieanlagen vieler Chemieunternehmen, in denen die höchstgenaue Überwachung der Prozessdrücke nicht nur aus sicherheitstechnischen, sondern auch aus prozesstechnischen Gründen essentiell ist.

Seit Evangelista Torricelli im Jahr 1643 erstmals mit Hilfe des von ihm erfundenen Quecksilber-Barometers den Luftdruck gemessen hat [4], war die exakte Messung des Drucks für Jahrhunderte eine der für die Industrie und Wissenschaft technisch höchst anspruchsvolle Herausforderung [8]. Während die Druckmessung anfangs auf rein mechanischen Prinzipien beruhte, wie beispielsweise die Flüssigkeitsbarometer oder das auf der Bourdonfeder basierende Dosenbarometer, setzten sich im Laufe der Zeit Wandlermechanismen auf Basis von kapazitiven, piezoresistiven oder piezoelektrischen Prinzipien durch, um beispielsweise die Auslenkung einer Membran in ein elektrisches Signal zu überführen [9]. Durch den stetigen Fortschritt der Mikrosystemtechnik in den letzten Jahrzehnten begannen schließ-

lich MEMS-Drucksensoren in Silizium-Mikrotechnik (MEMS: Abkürzung für *micro electro-mechanical systems*) eine bedeutende Rolle in der Druckmesstechnik zu spielen.

Die zuvor beschriebenen Anwendungsgebiete stellen neben der geforderten Sensitivität der MEMS-Drucksensoren jedoch hohe Ansprüche an ihre thermische, mechanische und chemische Stabilität, da meist hohe Temperaturen von bis zu 1500°C in Kombination mit hoher Vibrationsbelastung von teilweise 50 g [10] in korrosiver Umgebung (z.B. Verbrennungsgase) auftreten. Da die Entwicklung dieser hochtemperaturstabilen und korrosionsbeständigen Drucksensoren eine technisch sehr herausfordernde Aufgabe darstellt [7, 11], ist insbesondere das Thema Hochtemperaturdruck-Sensorik inklusive der notwendigen Aufbau- und Verbindungstechnik auch fast 400 Jahre nach der Erfindung des ersten Quecksilberbarometers immer noch Thema aktueller Forschungsarbeiten.

## 1.2 Drucksensorik

### 1.2.1 Definitionen/Grundlagen

Als Druck ist die auf eine beliebige Oberfläche wirkende Normalkraft, die beispielsweise durch ein Gas oder eine Flüssigkeit ausgeübt wird, definiert und wird üblicherweise in Pascal ( $\text{Pa} = \text{N}/\text{m}^2 = \text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-2}$ ) angegeben. Bei meteorologischen Messungen wird für den atmosphärischen Gasdruck oft auch die physikalische Einheit bar ( $1 \text{ bar} = 105 \text{ Pa}$ ) verwendet.

Bei der Druckmessung unterscheidet man üblicherweise zwischen Absolut-, Relativ- und Differenzdruck. Während sich die Messung des absoluten Drucks auf Vakuum als Referenzniveau bezieht, wird bei der relativen Druckmessung die Druckdifferenz zwischen zwei Messbereichen unterschiedlicher Druckbelastung erfasst. Bei der Differenzdruckmessung wird die Druckdifferenz zum Umgebungsdruck (gewöhnlich ca. 1 bar) angegeben.

Zusätzlich kann bei der Druckmessung noch zwischen statischer und dynamischer Druckmessung unterschieden werden. Während bei der statischen Druckmessung nur ein konstanter Druck gemessen wird, müssen bei der dynamischen Druckmessung teilweise sehr schnell (teilweise bis zu 1 MHz [12]) auftretende Druckänderungen detektiert werden.

### 1.2.2 Hochtemperaturdrucksensoren

Die Einsatztemperatur eines Drucksensors, ab der es sich um eine Hochtemperaturanwendungen handelt, ist in der Literatur nicht exakt definiert und hängt unter anderem auch von den verwendeten Materialien und Messprinzipien ab. Während Silizium-basierte Bauteile bereits ab Einsatztemperaturen von 150°C als Hochtemperatursensoren gelten, verschiebt sich diese Grenze bei der Verwendung von anderen Materialien wie beispielsweise Siliziumcarbid auf 600°C und mehr.

Da es sich bei Silizium-basierten Bauteilen um die am weitest verbreiteten, mikro-mechanisch hergestellten Drucksensoren handelt, wird in dieser Arbeit die Grenze zum Hochtemperaturbereich mit 150°C definiert.

### 1.2.3 Stand der Technik

Angefangen bei *surface acoustic wave* (SAW)-Drucksensoren, welche von mechanischen Dehnungen verursachte Änderungen der Phasenlaufzeit von akustischen Oberflächenwellen auf piezoelektrischen Materialien detektieren [13–16], über optische Drucksensoren, welche die druckinduzierte Veränderung der Intensität, der Polarisation, der Phase oder des Spektrums von optischen Signalen detektieren [17–20],

bis hin zu den weit verbreiteten kapazitiven [21–24], piezoelektrischen [25–28] und piezoresistiven [29–32] Drucksensoren, sowie Sensoren, die mit Hilfe von metallbasierten Dehnmessstreifen (DMS) [33, 34] den Druck messen, gibt es eine Vielzahl an unterschiedlichen Wandlermechanismen und Konzepte für miniaturisierte Drucksensoren.

In Tabelle 1.1 wird ein kompakter Überblick über die am weitest verbreiteten Drucksensor-Prinzipien gegeben. Es werden oftmals verwendete Materialien sowie die maximale Betriebstemperatur der jeweiligen Ausführungsbeispiele angeführt.

Messprinzip	Material	T <sub>max</sub> [°C]	Ref
Piezoelektrisch	Quarz(SiO <sub>2</sub> )	bis 573°C	[28]
	Galliumorthophosphat (GaPO <sub>4</sub> )	bis 970°C	[35]
	LGS(La <sub>3</sub> Ga <sub>5</sub> SiO <sub>14</sub> )	bis 750°C	[36]
Kapazitiv	Silizium (Si)	bis 150-200°C	[37]
	Siliziumcarbid (SiC)	bis 850°C	[38]
Piezoresistiv	Silizium (Si)	bis 150-200°C	[37]
	Siliziumcarbid (SiC)	bis 600°C	[39]
Metallbasierende Dünnschicht- DMS	Nickel-Chrom (NiCr)	bis 700°C (mit Passivierung)	[40]
	Konstantan (CuNi)	R driftet ab 65°C	[41]
	Platin (Pt)	bis 850°C	[42]
	Aluminiumnitrid (AlN <sub>x</sub> )	bis 1100°C	[43]
	Platin-Palladium (PtPd)	bis 800°C (mit Passivierung)	[44]
	Platin-Siliziumdioxid (PtSiO <sub>2</sub> )	bis 600°C (in Vakuum)	[45]

Tabelle 1.1: Drucksensor-Konzepte und ihre maximale Einsatztemperatur.

### 1.2.4 Beschreibung der Messprinzipien

Bei SAW- und optischen Drucksensoren handelt es sich um Systeme, die einen vergleichsweise komplexen Aufbau bzw. eine sehr aufwändige Auswertelektronik benötigen. Sensoren, die auf diesen beiden Messprinzipien beruhen, können daher kaum in bestehende piezoelektrische Sensoren integriert werden. Sie werden deshalb in dieser Arbeit nicht tiefergehend betrachtet.

Im Folgenden werden die Messprinzipien der neben den piezoelektrischen Drucksensoren am weitesten verbreiteten Drucksensortypen kurz beschrieben, sowie ihre Vor- und Nachteile und ihre Eignung für den Hochtemperatureinsatz diskutiert.

#### Kapazitive Drucksensoren

Die Kapazität  $C$  eines Plattenkondensators lässt sich wie folgt beschreiben:

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{A}{d} \quad (1.1)$$

$A$  steht hierbei für die Fläche der Kondensatorplatten,  $d$  für den Abstand zwischen den Kondensatorplatten,  $\varepsilon_0$  für die Permittivität des Vakuums und  $\varepsilon_r$  für die relative Permittivität des Dielektrikums.

Das kapazitive Messprinzip bei Drucksensoren beruht darauf, dass die mechanisch induzierte Änderung des Abstandes  $d$  zwischen den zwei Kondensatorplatten eine Änderung der Kapazität  $C$  eines Plattenkondensators zur Folge hat, welche elektrisch detektiert werden kann.



Dazu wird bei einem kapazitiven Drucksensor auf der Membran eine Elektrode realisiert, die einer ortsfesten Elektrode gegenüber positioniert ist. Der Abstand zwischen den beiden Elektroden ist dabei abhängig von dem auf der Membran anliegenden Druck. Über die Veränderung der Kapazität kann so die Auslenkung der Membran bestimmt werden, aus der sich unter Berücksichtigung der mechanischen Eigenschaften der Membran der anliegende Druck berechnen lässt.

Kapazitive Drucksensoren bieten eine hohe Sensitivität, sowie im Vergleich mit anderen membranbasierten Drucksensoren eine geringe Temperaturabhängigkeit. Für die Auswertung von kleinsten Kapazitätsänderungen ist jedoch eine vergleichsweise komplexe Auswerteelektronik nötig, die auf Grund der parasitären Kapazität der Messzuleiter relativ nah an den Elektroden liegen soll, um die Sensitivität nicht negativ zu beeinflussen. Zusätzlich kann es notwendig sein, die Messelektrode bzw. die Zuleitungen zur Auswerteelektronik gegenüber starken elektromagnetischen Feldern zu schirmen. Dies führt dazu, dass die Herstellung von kapazitiven MEMS-Drucksensoren aus für den Hochtemperaturbereich geeigneten Materialien relativ herausfordernd ist [46].

### Piezoresistive Halbleiter-Drucksensoren

Der piezoresistive Effekt beschreibt die Änderung des spezifischen elektrischen Widerstandes eines Metalls oder Halbleiters auf Grund einer mechanischen Druck- oder Zugbelastung. Während metallische Leiter ein meist vernachlässigbares, piezoresistives Verhalten aufweisen, welches in den meisten Fällen kleiner ist als die durch die geometrische Querschnittsveränderung verursachte Widerstandsänderung, ist der piezoresistive Effekt bei Halbleitern sehr viel stärker ausgeprägt. Daher bieten die weitverbreiteten piezoresistiven Drucksensoren auf Silizium-Basis eine sehr hohe Sensitivität und können außerdem mit den gut kontrollierbaren Standard-Prozessen der Mikrosystemtechnik und Mikroelektronik kosteneffizient hergestellt werden.

Bei diesen Sensoren aus Silizium sind piezoresistive Widerstände auf einer Membran so platziert, dass sie den auf die Membran wirkenden Druck in eine mechanische Dehnung der Widerstände umsetzen. Diese Dehnung der Piezowiderstände bewirkt eine Änderung ihres elektrischen Widerstandes, die relativ einfach ohne hohen Schaltungsaufwand gemessen werden kann.

Halbleiter-basierte Piezowiderstände weisen allerdings eine sehr starke Temperaturabhängigkeit auf und dies führt zu einer vergleichsweise hohen Temperaturempfindlichkeit der piezoresistiven Drucksensoren. Da mit Hilfe der Silizium-Standardprozesse integrierte Widerstände mit sehr genau abgestimmten Widerstandswerten hergestellt werden können, lässt sich die Temperaturempfindlichkeit der Sensoren mit einer Wheatstoneschen Messbrücke deutlich reduzieren. Die Temperaturempfindlichkeit von piezoresistiven Si-Drucksensoren bleibt jedoch im Vergleich mit anderen Messprinzipien hoch.

Die elektrische Isolierung der Piezowiderstände zum Substrat erfolgt bei Silizium-basierten piezoresistiven Drucksensoren typischerweise mit Hilfe eines p/n-Übergangs. Bei Betriebstemperaturen oberhalb von 200°C treten bei Silizium jedoch bereits derart hohe Leckströme auf, sodass ihr parasitärer Effekt auf die Bestimmung der Widerstandsänderung nicht mehr vernachlässigt werden kann. Um auch bei höheren Temperaturen die elektrische Isolation der Widerstände zu gewährleisten, müssen daher spezielle Substrate wie z.B. SOI (*silicon on insulator*)-Substrate oder alternative MEMS-Materialien (beispielsweise Siliziumcarbid) verwendet werden. Dies führt dann wiederum zu deutlich komplexeren Herstellprozessen und damit verbunden zu höheren Kosten [47].

### Metallische DMS-Drucksensoren

Da der mechanische Einfluss auf den spezifischen elektrischen Widerstand in Metallen im Vergleich zu Halbleitern deutlich geringer ausfällt, wird die Widerstandsänderung maßgeblich durch geometrische

Effekte (die durch die Dehnung bzw. Stauchung hervorgerufene Querschnittsänderung) erzielt. Drucksensoren basierend auf metallischen Dehnmessstreifen weisen daher im Vergleich mit piezoresistiven Halbleiter-Drucksensoren eine deutlich geringere Sensitivität, aber dafür auch eine geringere Temperaturempfindlichkeit auf. Während Platin beispielsweise bei Raumtemperatur einen linearen Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes von  $3,85 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  [48] aufweist, beträgt der lineare Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes von monokristallinem Silizium  $75 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  [49].

Wie auch bei den piezoresistiven Halbleiter-Drucksensoren werden die Dehnmessstreifen auch bei den DMS-Drucksensoren so an der Membran angebracht, dass die druckinduzierte Auslenkung der Membran in einer Dehnung bzw. Stauchung der DMS resultiert. Meist sind auf der Membran vier in einer Wheatstoneschen Brücke verschaltete DMS angebracht, um die Temperaturempfindlichkeit zu reduzieren.

Üblicherweise werden metallische DMS auf einer Polymerfolie abgeschieden, welche dann aufgeklebt werden kann. Mit Hilfe der Prozesse der Mikrosystemtechnik können allerdings auch Dünnschicht-DMS unter der Verwendung von chemischen oder physikalischen Abscheideprozessen direkt auf eine Membran aufgebracht werden. Dabei ist jedoch darauf zu achten, dass entweder die Membran aus einem elektrisch isolierenden Material besteht, oder vor dem Aufbringen der Dünnschicht-DMS eine zusätzliche elektrisch isolierende Passivierungsschicht abgeschieden wird.

Der Einsatz von DMS auf Polymerfolien in Drucksensoren für Hochtemperaturen ist auf Grund der niedrigen Temperaturfestigkeit der Folien bzw. der Klebstellen nicht möglich. Daher kommen für Hochtemperaturenanwendungen nur direkt auf die Membran aufgebrachte Dünnschicht-DMS in Frage. Diese zeichnen sich bei passender Materialauswahl durch eine gute thermische Stabilität und einen Herstellprozess unter Verwendung bekannter Abscheidetechnologien, wie z.B. Sputtern oder Aufdampfen, aus. Bei Membranen aus einem elektrisch leitenden Material muss jedoch auf eine geeignete, hochtemperaturstabile Isolationsschicht geachtet werden.

### Zusammenfassung/Vergleich

Vergleicht man die drei genauer vorgestellten Drucksensortypen, lassen sich folgende zentrale Aussagen treffen:

- Kapazitive und halbleiterbasierte, piezoresistive Drucksensoren weisen im Vergleich zu metallischen DMS-Drucksensoren eine deutlich höhere Sensitivität auf.
- Die thermische Quersensitivität der kapazitiven Sensoren ist relativ gering, während halbleiterbasierte, piezoresistive Drucksensoren eine im Vergleich hohe Temperaturabhängigkeit aufweisen.
- Die Auswertung der relativ kleinen Kapazitätsänderung (die Änderung ist geometrieabhängig, üblicherweise aber im Bereich von wenigen Picofarad) erfordert eine aufwändigere Elektronik als die Messung der Widerstandsänderung bei den halbleiterbasierten und metallischen Drucksensoren. Zusätzlich ist bei kapazitiven Drucksensoren oft eine aufwändige Schirmung vor elektromagnetischen Störsignalen, insbesondere bei dem Betrieb unter den rauen Bedingungen, notwendig.
- Der Herstellprozess von kapazitiven und piezoresistiven Drucksensoren ist für Hochtemperaturenanwendungen relativ komplex und teuer, da spezielle Substrate oder Materialien verwendet werden müssen. Im Gegensatz dazu können metallische DMS-Drucksensoren vergleichsweise einfach auch auf anderen Substraten hergestellt werden. Dies liegt neben den bereits zuvor genannten Herausforderungen auch daran, dass bei metallischen Dehnmessstreifen kein hochtemperaturstabiler Metall-Halbleiter-Kontakt realisiert werden muss.

Betrachtet man neben den zuvor getroffenen Aussagen noch die Möglichkeit der Integration in ein bestehendes piezoelektrisches System (wie beispielsweise piezoelektrische Drucksensoren der Firmen Piezocryst bzw. Kistler), erscheinen metallische DMS daher als der vielversprechendste Ansatz und stehen deshalb im Fokus dieser Arbeit.

### 1.3 Struktur der Arbeit

Diese Arbeit soll einen Beitrag dazu leisten, robuste Dünnschicht-Dehnmessstreifen herzustellen und ihr Potential für hochtemperaturstabile Drucksensoren zu bewerten. Der Fokus der Arbeit liegt dabei hauptsächlich auf den Materialeigenschaften der Funktionsschicht. Daher werden in Kapitel 2 zuerst die theoretischen Grundlagen von polykristallinen, metallischen Dünnschicht-Dehnmessstreifen erörtert, sowie die für die Herstellung und elektro-mechanische Charakterisierung notwendigen Methoden beschrieben.

Bisherige Forschungsarbeiten [50–52] haben gezeigt, dass Platin (Pt) auf Grund seines hohen Schmelzpunktes und seiner hohen chemischen Robustheit ein vielversprechendes Material für metallische Dünnschicht-DMS ist. Gesputterte Platin-Dünnschicht-DMS können bei Temperaturen bis zu 850°C eingesetzt werden. Sie benötigen jedoch auf Grund ihrer geringen Schichthaftung eine zusätzliche Haftvermittlerschicht. In Kapitel 3 werden daher der Einfluss der Sputter-Parameter sowie der Einfluss der verwendeten Haftschicht auf die elektro-mechanischen Eigenschaften von Platin-Dünnschicht-DMS mit unterschiedlichen Schichtdicken im Bereich von 25 nm bis 100 nm bei Temperaturen bis zu 500°C an Luft untersucht.

Wie in [45] gezeigt, kann durch das Co-Sputtern von Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ) und Pt eine Kompositschicht mit deutlich verbesserter Sensitivität erzeugt werden, bei der zusätzlich über das  $\text{SiO}_2/\text{Pt}$ -Verhältnis die Temperaturempfindlichkeit eingestellt werden kann. Weitere Untersuchungen an Aluminiumnitrid-Dünnschichten haben außerdem ergeben, dass das hochtemperaturstabile und chemisch sehr widerstandsfähige Aluminiumnitrid (AlN) ebenfalls als Material für Dünnschicht-DMS geeignet ist [43]. In Kapitel 4 wird daher ein neues, mehrlagiges Schichtsystem vorgestellt, welches aus mehreren, sehr dünnen AlN und Pt Dünnschichten (in dieser Arbeit künftig mit AlN/Pt-Multilayer abgekürzt) besteht. Die Schwerpunkte liegen neben der Herstellung der Multilayer auf dem Einfluss des AlN/Pt-Verhältnisses und des *post deposition annealings* auf die elektro-mechanischen Eigenschaften. Die experimentiellen Ergebnisse werden vorgestellt und ausführlich diskutiert.

Kapitel 5 behandelt schließlich die Herausforderungen bei der Herstellung eines hochtemperaturstabilen Drucksensors basierend auf einer Membran aus Nickel-Basislegierung. Besonderes Augenmerk wird dabei auf die Problematik der elektrischen Passivierung dieser Membranen gelegt.

Abschließend werden in Kapitel 6 die Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst und ein Ausblick auf weitere, vielversprechende Ansätze für hochtemperaturstabile MEMS-Drucksensoren aufgezeigt.

## Kapitel 2

# Grundlagen und Messmethoden

Im folgenden Kapitel werden die theoretischen Grundlagen der in dieser Arbeit betrachteten physikalischen Effekte dargelegt und diskutiert. Des Weiteren werden die verwendeten Prozesstechnologien und Messmethoden kompakt vorgestellt. Für weiterführende Informationen sei auf die jeweils referenzierte Fachliteratur verwiesen.

### 2.1 Elektro-mechanische Eigenschaften dünner Schichten

#### 2.1.1 Spezifischer elektrischer Widerstand

Der elektrische Widerstand  $R$  eines homogenen Leiters mit der Länge  $L$  und dem Querschnitt  $A$  lässt sich wie in Gleichung 2.1 gezeigt darstellen. Der Parameter  $\rho$  steht hierbei für den spezifischen elektrischen Widerstand des Materials.

$$R = \rho \frac{L}{A} \quad (2.1)$$

Für Metalle lässt sich  $\rho$  ausgehend von der Modellvorstellung des Elektronengases und der Matthiessenschen Regel näherungsweise als die Summe von zwei unterschiedlichen Streuprozessen beschreiben:

- Elektronenstreuung an Gitterfehlern und anderen Störstellen
- Elektronenstreuung an den Gitterschwingungen des Kristallgitters (Phononen)

Im Gegensatz dazu muss zur Beschreibung der elektrischen Leitfähigkeit von Halbleitern und Isolatoren das Bändermodell herangezogen werden. Bei diesen beiden Materialgruppen liegt das Fermi-Niveau in der Bandlücke zwischen Valenz- und Leitungsband. Das Leitungsband ist daher bei 0 K unbesetzt, d.h. es existieren keine freien Ladungsträger. Um nun Ladungstransport im undotierten Fall zu ermöglichen, müssen erst Elektronen vom Valenz- ins Leitungsband gehoben werden. Dies geschieht beispielsweise durch das Anlegen eines elektrischen Feldes und/oder durch thermische Anregung. Je größer die Bandlücke eines Materials ist, umso mehr Energie ist notwendig, um Elektronen ins Leitungsband zu heben. Daraus ergibt sich die Einteilung in Halbleiter (Bandlücke von rund 0,1 bis 4 eV) und Isolatoren (Bandlücke  $> 4$  eV) [53].

#### 2.1.2 Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes

Der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes (engl. *temperature coefficient of resistance*, daher meist mit TCR abgekürzt) beschreibt die Änderung des elektrischen Widerstandes bei einer

Änderung der Temperatur.

Oft wird nur der lineare Temperturkoeffizient des elektrischen Widerstands  $\alpha$  angegeben. Um jedoch das Temperaturverhalten der untersuchten Materialien ausreichend genau beschreiben zu können, wird im Rahmen dieser Arbeit, wie in Gleichung 2.2 gezeigt, auch der quadratische Koeffizient des elektrischen Widerstandes  $\beta$  berücksichtigt. Der Parameter  $R_0$  steht dabei für den elektrischen Widerstand bei einer Referenztemperatur – üblicherweise der Raumtemperatur  $T_R = 20^\circ\text{C}$ .

$$R(T) = R_0 (1 + \alpha \Delta T + \beta \Delta T^2) \quad (2.2)$$

Wie bereits in Kapitel 2.1.1 erwähnt, lässt sich in Summe der spezifische Widerstand eines Metalls in guter Näherung durch die Streueffekte an Gitterfehlern bzw. an Störstellen und der Elektronen-Phononen-Streuung beschreiben. Während die Elektronen-Streuung an Störstellen ein weitgehend temperaturunabhängiger Effekt ist [54], nimmt die Anzahl der Elektronen-Phononen-Streuungen mit steigender Temperatur zu. Im Allgemeinen steigt daher der spezifische elektrische Widerstand von reinen Metallen mit steigender Temperatur.

Im Gegensatz dazu führt steigende Temperatur bei Halbleitern und Isolatoren zu einer ansteigenden Wahrscheinlichkeit für thermische Anregung von Elektronen aus dem Valenz- ins Leitungsband. Dieser Effekt ist dabei gegenüber der ebenso zunehmenden Elektronen-Phononen-Streuung dominierend. Der spezifische Widerstand dieser Materialien kann deshalb in gewissen Temperaturbereichen bei steigender Temperatur sinken.

### 2.1.3 Dehnungskoeffizient des elektrischen Widerstandes

Wird ein elektrischer Leiter mechanisch gedehnt oder gestaucht, so kann der Zusammenhang zwischen der Änderung des elektrischen Widerstandes  $\Delta R$  und der Änderung der Länge  $\Delta L$  wie folgt angegeben werden:

$$\frac{\Delta R}{R} = k \frac{\Delta L}{L} \quad (2.3)$$

$k$  gibt dabei den Dehnungskoeffizienten des elektrischen Widerstandes (meist nur kurz k-Faktor genannt) an und lässt sich wie folgt herleiten: Aus der in Gleichung 2.1 gezeigten Definition des elektrischen Widerstands  $R$  und der Gleichung für die allgemeine Widerstandsänderung bei mechanischer Belastung

$$\Delta R = \frac{\delta R}{\delta \rho} \Delta \rho + \frac{\delta R}{\delta L} \Delta L - \frac{\delta R}{\delta A} \Delta A \quad (2.4)$$

ergibt sich schließlich die relative Widerstandsänderung des Leiters unter Annahme eines kreisrunden Querschnitts mit dem Durchmesser  $D$  zu:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta L}{L} - \frac{2\Delta D}{D} \quad (2.5)$$

Führt man nun für die relative Längenänderung  $\varepsilon$  den Ausdruck

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \quad (2.6)$$

ein und beschreibt mit Hilfe der Poissonzahl  $\mu$  den Zusammenhang zwischen relativer Längen- und Querschnittsänderung wie in Glg. 2.7 gezeigt,

$$\frac{\Delta D}{D} = -\mu \varepsilon \quad (2.7)$$

ergibt sich der in Gleichung 2.3 beschriebene Zusammenhang, wobei  $k$  wie folgt definiert ist:

$$k = (1 + 2\mu) + \frac{\Delta\rho}{\rho \varepsilon} \quad (2.8)$$

Wie in Gleichung 2.8 zu sehen ist, setzt sich der  $k$ -Faktor aus zwei unterschiedlichen, physikalischen Effekten zusammen. Zum Teil begründet sich die Änderung des elektrischen Widerstandes  $R$  auf dem rein geometrischen Effekt der Veränderung des Querschnitts auf Grund einer Längenänderung. Dieser Effekt wird in Gleichung 2.8 mit dem ersten Term  $(1 + 2\mu)$  beschrieben. Die meisten Metalle weisen eine Poissonzahl im Bereich von 0,25 bis 0,45 auf [49] und damit ergibt sich für den rein geometrischen Beitrag zum  $k$ -Faktor ein Bereich von üblicherweise 1,5 bis 1,9.

Da der gemessene  $k$ -Faktor von Metallen jedoch teilweise deutlich höher liegt (beispielsweise 4,8 für Pt und 3,3 für Cu [55]), muss auch der zweite Term aus Gleichung 2.8 genauer betrachtet werden. Dieser Teil berücksichtigt andere physikalische Effekte, welche sich direkt auf den spezifischen Widerstand  $\rho$  auswirken, und wird daher in der Fachliteratur oft als Dehnungskoeffizient des spezifischen Widerstands  $\gamma$  bezeichnet:

$$\gamma = \frac{\delta\rho}{\rho \varepsilon} \quad (2.9)$$

Bereits in den 1950er Jahren diskutierten Kuczynski [56], Lawson [57] und Smith [58] den Dehnungskoeffizienten des spezifischen Widerstands verschiedenster Materialien eingehend und präsentierten folgende Erklärungen:

- Bei vielen (Edel)Metallen wie beispielsweise auch Platin kann die Erhöhung von  $\gamma$  ausreichend gut mit Hilfe der Grüneisen-Konstante  $g$  durch folgenden Zusammenhang beschrieben werden:

$$\frac{\delta\rho}{\rho \varepsilon} = 1 + 2g(1 - 2\mu) \quad (2.10)$$

Durch die Grüneisen-Konstante wird hierbei in guter Näherung beschrieben, wie die mechanische Spannung eine Veränderung der thermischen Gitterschwingung des Kristalls (Phononen) und damit eine Änderung der Elektronen-Phononen-Streuung im Leiter zur Folge hat.

- Halbleiter weisen oft einen deutlich höheren Dehnungskoeffizienten des spezifischen Widerstands auf. Bei diesen Materialien verändern sich durch die mechanisch induzierte Deformation des Kristallgitters als dominierender Effekt die Bandlücke des Materials und damit die Anzahl der zum Ladungstransport zur Verfügung stehenden Ladungsträger. Dieser Effekt ist unter dem Namen „piezoresistiver Effekt“ weitgehend bekannt.
- Bei einigen Metallen wie Nickel, Eisen und Cobalt kann eine Änderung von  $\gamma$  durch die durch mechanische Belastung induzierte Magnetisierung (Magnetostriktion) erklärt werden, welche auf Grund des magneto-resistiven Effekts zu einer Veränderung des spezifischen Widerstandes führt.

#### 2.1.4 Spezifischer elektrischer Widerstand polykristalliner Dünnschichten

Wie in Kapitel 2.1.1 beschrieben, lässt sich der spezifische elektrische Widerstand eines makroskopischen Leiters als die Summe zweier fundamentaler Streumechanismen (der Streuung der Elektronen an Störstellen und der Streuung der Elektronen an Phononen) ausreichend gut beschreiben. Im Falle eines metallischen Dünnschicht zeigt sich jedoch, dass mit abnehmender Dicke auch die spezifische Leitfähigkeit des Dünnschicht deutlich abnimmt. Dieses Phänomen ist allgemein unter dem Namen „Size-Effekt“ bekannt.

Ausgehend von der Sommerfeld-Theorie für Metalle postulierte K. Fuchs, dass das Ansteigen des spezifischen elektrischen Widerstands mit abnehmender Schichtdicke auf Streuprozesse der Elektronen an der Oberfläche des Dünnsfilms zurückzuführen sei [59]. E. H. Sondheimer erweiterte das Modell von Fuchs zur bekannten Fuchs-Sondheimer Gleichung [60]:

$$\frac{\rho_0}{\rho_f} = 1 - \left(\frac{3}{2\kappa}\right) (1-p) \int_1^\infty \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5}\right) \frac{1 - e^{-\kappa t}}{1 - p e^{-\kappa t}} dt \quad (2.11)$$

Die Parameter  $\rho_0$  und  $\rho_f$  stehen dabei für den intrinsischen spezifischen Widerstand des einkristallinen Voll- bzw. Bulk-Materials und des Dünnsfilms. Der Fuchs'sche Reflektions-Parameter  $p$  gibt die Wahrscheinlichkeit für die Reflektion der auf die Grenzflächen des Dünnsfilms treffenden Elektronen an und kann einen Wert zwischen 0 und 1 einnehmen. Die reduzierte Schichtdicke des Dünnsfilms  $\kappa$  ist im Fuchs-Sondheimer Modell wie folgt definiert:

$$\kappa = \frac{a}{l_0} \quad (2.12)$$

$l_0$  gibt die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Bulk-Material an und  $a$  die Schichtdicke des Dünnsfilms. Die Fuchs-Sondheimer Gleichung ermöglicht so eine sehr einfache Abschätzung des Size-Effektes.

Mayadas und Shatzkes erweiterten das Fuchs-Sondheimer Modell um die Streuung der Elektronen an Korngrenzen für den eindimensionalen Fall [61]. Tellier, Tossier und Pichard führten das Mayadas-Shatzkes Modell schließlich in das dreidimensionale T-T-P Modell über, welches eine sehr gute Beschreibung der elektrischen Leitfähigkeit von metallischen Dünnsfilmen darstellt [62–64]. Für das dreidimensionale Modell wird angenommen, dass der Querschnitt des Leiters in der  $yz$ -Ebene liegt und der Strom in  $x$ -Richtung fließt. Der spezifische Widerstand des metallischen Dünnsfilms  $\rho_f$  kann laut dem T-T-P Modell für ein in  $x$ -Richtung anliegendes elektrisches Feld wie folgt angegeben werden:

$$\frac{\rho_0}{\rho_f} = M(\nu_x, \nu_y, \alpha) = [F(\nu_x)]^{-1} + [G(\nu_y)]^{-1} + [G(\alpha)]^{-1} - 2 \quad (2.13)$$

Die Funktion

$$F(\nu_x) = 3\nu_x \left[ \frac{1}{2} - \nu_x + \nu_x^2 \ln(1 + \nu_x^{-1}) \right] \quad (2.14)$$

stellt den Anteil der Elektronen-Streuung an den Korngrenzen des polykristallinen Leiters in  $x$ -Richtung dar, die Funktion

$$G(\nu_y) = \frac{3}{2} \nu_y \left[ \nu_y - \frac{1}{2} + (1 - \nu_y^2) \ln(1 + \nu_y^{-1}) \right] \quad (2.15)$$

den Anteil in  $y$ -Richtung und die Funktion

$$G(\alpha) = \frac{3}{2} \alpha \left[ \alpha - \frac{1}{2} + (1 - \alpha^2) \ln(1 + \alpha^{-1}) \right] \quad (2.16)$$

den Anteil der Elektronenstreuung an den Korngrenzen in  $z$ -Richtung, sowie den vom F-S Modell beschriebenen Einfluss der Streuprozesse an den Grenzschichten des Dünnsfilms. Die Parameter  $\nu_i$ ,  $\alpha$  und  $\kappa$  sind dabei im T-T-P Modell wie folgt definiert:

$$\nu_i = a_i l_0^{-1} \left( \ln \left( \frac{1}{\tau} \right) \right)^{-1} \quad \text{für } i = x, y, z \quad (2.17)$$

$$\alpha^{-1} = \kappa^{-1} + \nu_z^{-1} \quad (2.18)$$



$$\kappa = a l_0^{-1} \left[ \ln \left( \frac{1}{p} \right) \right] \quad (2.19)$$

Die Konstante  $a_i$  gibt dabei die durchschnittliche Korngröße in die jeweilige Raumrichtung an und  $\tau$  beschreibt den isotropen Transmissionskoeffizienten von Elektronen an Korngrenzen.

### 2.1.5 Dehnungskoeffizient des elektrischen Widerstandes polykristalliner Dünnsfilme

Neben dem Einfluss der Schichtdicke und der Korngrenzen auf den spezifischen elektrischen Widerstand von metallischen Dünnsfilmen formulierten Tellier, Tosser und Pichard auch ein Modell für deren Einfluss auf den zuvor besprochenen Dehnungskoeffizienten des spezifischen Widerstands  $\gamma$  [65–67].

Erfährt das Substrat eine longitudinale mechanische Belastung  $dL/L$  in x-Richtung, so wird auch in y-Richtung eine mechanische Spannung  $dW/W$  erzeugt, welche mit Hilfe der Poisson-Zahl des Substrates als  $dW/W = -\mu_s(dL/L)$  beschrieben werden kann. Unter der Annahme, dass der metallische Dünnsfilm fest mit dem Substrat verbunden ist, hat dessen mechanische Verspannung auch eine Dehnung bzw. Stauchung der Korngrenzen zur Folge. Dies kann für alle 3 Raumrichtungen wie folgt beschrieben werden:

$$\frac{da_x}{a_x} \approx \frac{dL}{L} \quad (2.20)$$

$$\frac{da_y}{a_y} \approx \frac{dW}{W} = -\mu_s \frac{dL}{L} \quad (2.21)$$

$$\frac{da_z}{a_z} \approx \frac{da}{a} \approx -\frac{1-\mu_s}{1-\mu} \frac{dL}{L} = -\mu' \frac{dL}{L} \quad (2.22)$$

Folgt man der in Gleichung 2.9 gezeigten Definition für  $\gamma$  und wendet diese für metallische, polykristalline Dünnsfilme an, ergibt sich Gleichung 2.23 für den Dehnungskoeffizienten des spezifischen Widerstandes für polykristalline metallische Dünnsfilme  $\gamma_f$ :

$$\gamma_f = \left( \frac{d\rho_f}{\rho_f} \right) (dL/L)^{-1} \quad (2.23)$$

Geht man davon aus, dass es sich um einen metallischen Dünnsfilm mit isotropen Materialeigenschaften handelt und die mechanisch induzierte Änderung seines spezifischen elektrischen Widerstandes nur auf eine Veränderung der thermischen Gitterschwingungen des Kristalls zurückzuführen ist, gelten für  $l_0$  und  $\rho_0$  die Zusammenhänge aus Gleichungen 2.24 und 2.25. Der Parameter  $\eta$  ist dabei über die Grüneisen-Konstante  $g$  zu  $\eta = 2g(1 - 2\mu)$  definiert.

$$\frac{\ln(l_0)}{d\varepsilon} = -\eta \quad (2.24)$$

$$\frac{\ln(\rho_0)}{d\varepsilon} = \eta + 1 \quad (2.25)$$

Formt man nun Gleichung 2.13 um, dividiert durch  $dL/L$  und setzt die Ausdrücke aus den Gleichungen 2.20 bis 2.25 ein, ergibt sich für den longitudinalen Dehnungskoeffizienten des spezifischen elektrischen Widerstands für polykristalline, metallische Dünnsfilme  $\gamma_{fL}$  folgender Ausdruck:



$$\gamma_{fL} = (\eta + 1) - \eta [M(\nu_x, \nu_y, \alpha)]^{-1} [F^*(\nu_x) + G^*(\nu_y) + G^*(\alpha)] + [M(\nu_x, \nu_y, \alpha)]^{-1} [\mu_s G^*(\nu_y) - F^*(\nu_x) + \mu' G^*(\alpha)] \quad (2.26)$$

Die Funktionen  $F^*$  und  $G^*$  sind dabei wie folgt definiert:

$$F^*(\nu) = \nu f(\nu) [F(\nu)]^{-2} \quad (2.27)$$

mit

$$f(\nu) = \frac{dF(\nu)}{d\nu} \quad (2.28)$$

$$G^*(\alpha) = \alpha g(\alpha) [G(\alpha)]^{-2} \quad (2.29)$$

mit

$$g(\alpha) = \frac{dG(\alpha)}{d\alpha} \quad (2.30)$$

### 2.1.6 Diskussion des T-T-P-Modells

Um die später in den Kapiteln 3 und 4 präsentierten Messergebnisse einordnen und den Einfluss der verschiedenen Parameter des T-T-P-Modells auf den k-Faktor besser einschätzen zu können, werden im Folgenden k-Faktor Berechnungen mit variierenden Parametern durchgeführt und grafisch dargestellt.

Es wird versucht den Einfluss der durchschnittlichen Korngröße  $a_i$ , des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$ , des isotropen Transmissionskoeffizienten von Elektronen an Korngrenzen  $\tau$  sowie der Schichtdicke  $a$  auf den k-Faktor möglichst übersichtlich darzustellen. Für die Berechnungen werden die in Tabelle 2.1 gezeigten Parameter verwendet.

Mittlere freie Weglänge der Elektronen $l_0$ in Pt bei $T_R$	20 nm [66]
Grüneisen-Parameter $g$ von Pt	2,54 [49]
Poisonzahl $\mu$ von Pt	0,38 [49]
Poisonzahl $\mu_s$ von $\text{Al}_2\text{O}_3$	0,27 [49]

Tabelle 2.1: Parameter für die k-Faktor-Berechnungen nach dem T-T-P-Modell [67].

Da der Einfluss von  $p$  auf den k-Faktor auch stark von der Schichtdicke abhängig ist, werden für drei unterschiedlich dicke Platin-Dünnschichten Berechnungen mit variierendem  $p$  durchgeführt. Abb. 2.1, 2.2 und 2.3 zeigen die relative Änderung des berechneten k-Faktors  $k/k_0$  eines 100 nm, 25 nm und 5 nm dünnen Pt Dünnschicht jeweils für verschiedene durchschnittliche Korngrößen  $a_i$  in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$  bei dem für Pt typischen Wert von  $\tau = 0,7$  [68]. Der Bezugswert  $k_0$  ist der berechnete k-Faktor bei  $p = 0,1$  sowie  $a_i = 1$  nm und  $\tau = 0,7$ .

Wie in Abb. 2.1 zu sehen ist, lässt sich bei einem 100 nm dünnen Pt-Dünnschicht bei gegebener durchschnittlicher Korngröße  $a_i$  kein signifikanter Einfluss des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$  auf den k-Faktor erkennen. Bei der in Abb. 2.2 gezeigten 25 nm dünnen Pt Schicht kann bei gegebener Korngröße ein leichtes Absinken des k-Faktors bei steigendem  $p$  beobachtet werden. Die Änderungen betragen allerdings maximal rund 3 % und sind daher auch bei dieser Schichtdicke nicht signifikant.

Betrachtet man die effektive mittlere freie Weglänge der Leitungselektronen  $l_e$ , kann dieser geringe Einfluss von  $p$  auf den k-Faktor von 100 nm und 25 nm dünnen Pt-Schichten erklärt werden.  $l_e$  ist die durch die in polykristallinen Materialien auftretenden Streueffekte an Korngrenzen verminderte mittlere freie Weglänge der Leitungselektronen  $l_0$  und sinkt deutlich mit abnehmender durchschnittlicher

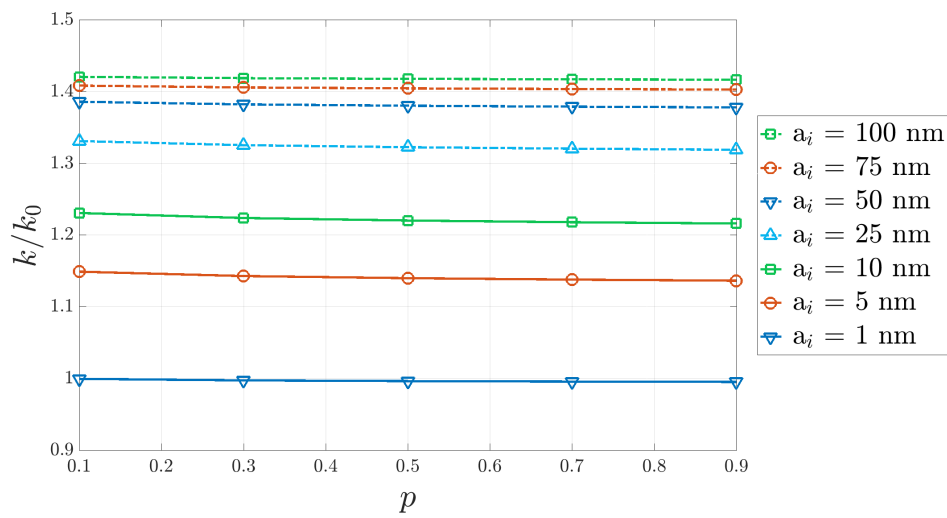


Abbildung 2.1: Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$  für verschiedene Korngrößen  $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei  $\tau = 0,7$ .

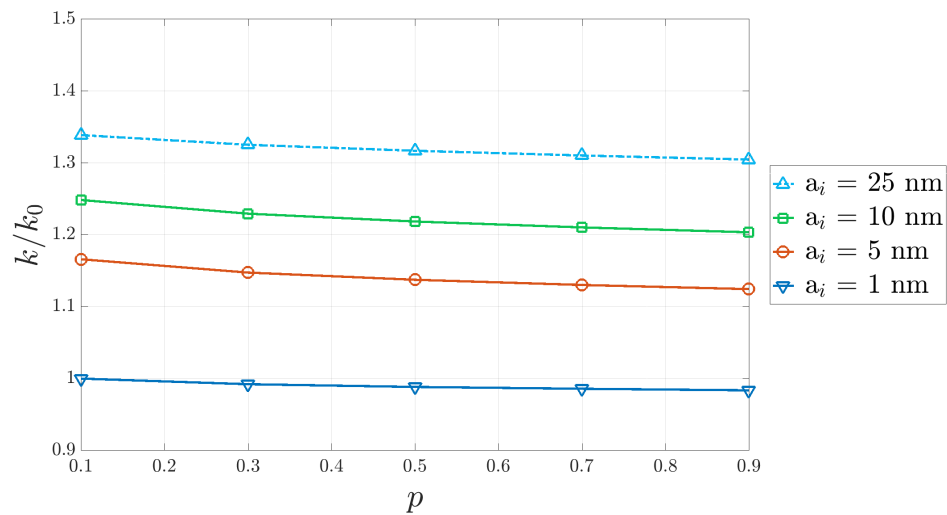


Abbildung 2.2: Relative Änderung des k-Faktors eines 25 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$  für verschiedene Korngrößen  $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei  $\tau = 0,7$ .

Korngröße  $a_i$  [63]. Wie in Tab. 2.1 gezeigt, beträgt  $l_0$  für Pt bei Raumtemperatur rund 20 nm und somit ist die nochmals reduzierte effektive mittlere freie Weglänge der Leitungselektronen  $l_e$  kleiner als die beiden betrachteten Schichtdicken und erklärt somit den kaum vorhandenen Einfluss von  $p$ .

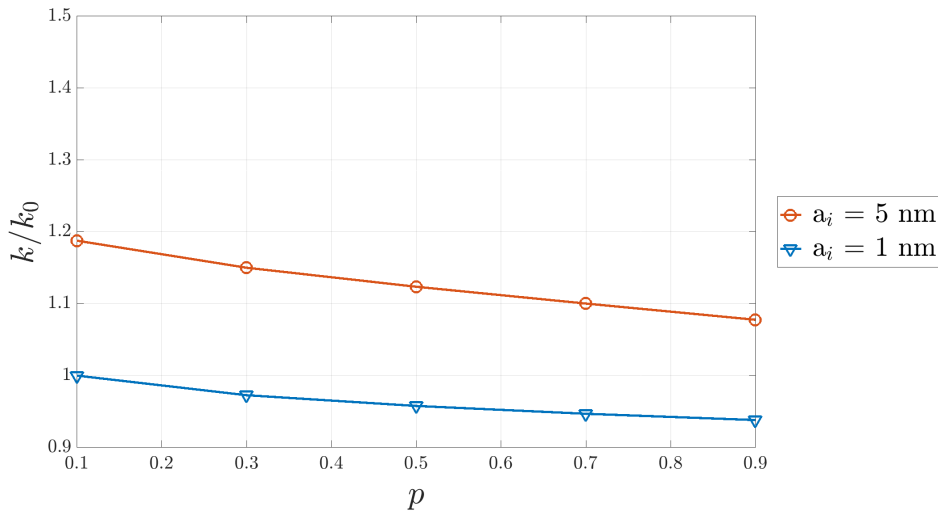


Abbildung 2.3: Relative Änderung des k-Faktors eines 5 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters  $p$  für verschiedene Korngrößen  $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei  $\tau = 0,7$ .

Bei den in Abb. 2.3 präsentierten k-Faktor-Berechnungen für eine 5 nm dünne Pt-Schicht zeigt sich im Gegensatz zu den anderen beiden Schichtdicken ein deutlicherer Einfluss von  $p$  auf den berechneten k-Faktor. Auch hier steigt der Einfluss von  $p$  mit steigender Korngröße, aber bereits für eine Korngröße von  $a_i = 1$  nm lässt sich eine von  $p$  abhängige Änderung des k-Faktors von rund 6 % beobachten.

Um außerdem den Einfluss des isotropen Koeffizienten der Elektronentransmission durch Korngrenzen  $\tau$  auf den k-Faktor zu illustrieren, wird in Abb. 2.4 die relative Änderung des berechneten k-Faktors  $k/k_0$  eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms für verschiedene durchschnittliche Korngrößen  $a_i$  in Abhängigkeit von  $\tau$  bei dem für Pt typischen Wert von  $p = 0,6$  [69] gezeigt. Die Bezugsgröße  $k_0$  ist dabei der berechnete k-Faktor bei  $\tau = 0,1$  sowie  $a_i = 1$  nm und  $p = 0,7$ . Da  $\tau$  von der Schichtdicke unabhängig ist, werden die Ergebnisse nur für eine 100 nm dünne Pt-Schicht gezeigt.

Wie in Abb. 2.4 zu sehen ist, lässt sich für alle Korngrößen  $a_i$  ein eindeutiger Einfluss von  $\tau$  auf den berechneten k-Faktor eines 100 nm Pt Dünnsfilms feststellen. Der k-Faktor ändert sich in Abhängigkeit von  $\tau$  um bis zu 34 %. Außerdem zeigt sich in allen vorgestellten Berechnungen eine signifikante Abhängigkeit des k-Faktors von der Korngröße  $a_i$ . Mit steigender Korngröße nimmt beispielsweise der k-Faktor eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms um rund 42 % zu, wenn sich die durchschnittliche Korngröße von  $a_i = 1$  nm auf  $a_i = 100$  nm erhöht.

Um schließlich noch den Einfluss der Schichtdicke  $a$  auf den k-Faktor zu veranschaulichen, werden Berechnungen mit variierender Schichtdicke für  $p = 0,6$  und  $\tau = 0,7$  durchgeführt und in Abb. 2.5 dargestellt. Die Bezugsgröße  $k_0$  ist dabei der berechnete k-Faktor für  $a_i = 1$  nm bei  $a = 1$  nm.

Wie in Abb. 2.5 zu sehen ist, wirkt sich die Schichtdicke  $a$  bei Schichtdicken unter 10 nm signifikant auf den k-Faktor aus. Verringert man bei einer angenommenen durchschnittlichen Korngröße  $a_i = 5$  nm die Schichtdicke von  $a = 10$  nm auf  $a = 1$  nm, erhöht sich der k-Faktor um rund 12 %. Eine Änderung der Schichtdicke von  $a = 50$  nm auf  $a = 10$  nm hat nur eine Änderung von 5 % zur Folge. Bei Schichtdicken von  $a > 50$  nm zeigt sich kein nennenswerter Einfluss von  $a$  auf den k-Faktor.

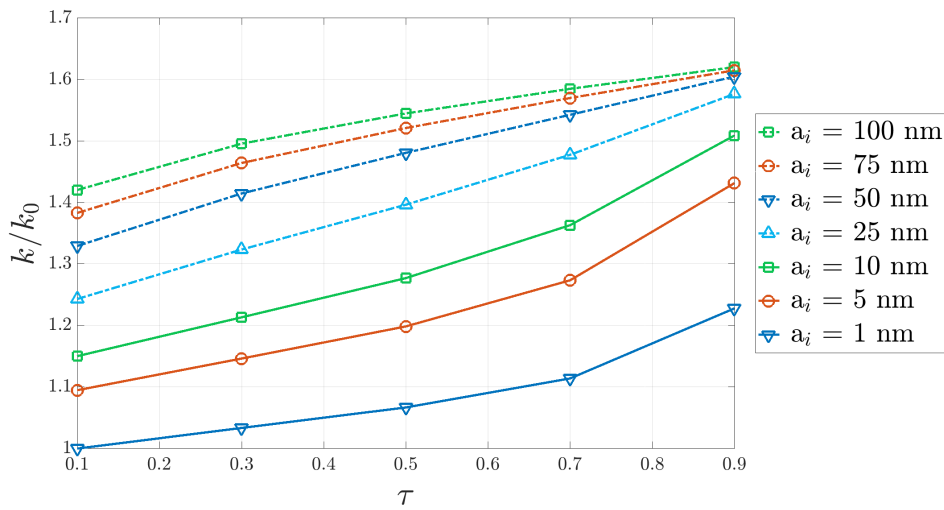


Abbildung 2.4: Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des isotropen Koeffizienten der Elektronentransmission  $\tau$  für verschiedene Korngrößen  $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei  $p = 0,6$ .

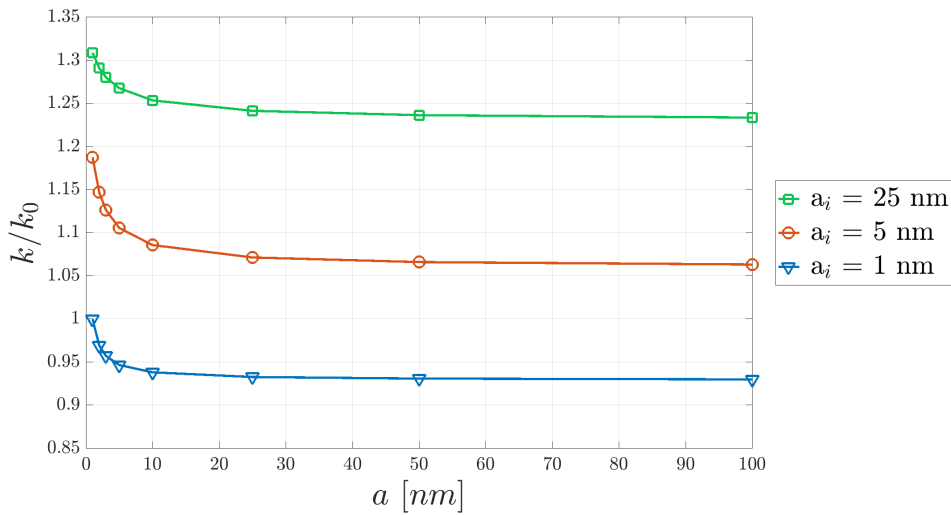


Abbildung 2.5: Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit der Schichtdicke  $a$  für verschiedene Korngrößen  $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei  $\tau = 0,7$  und  $p = 0,6$ .

## 2.2 Prozesstechnologie

### 2.2.1 Sputtern

Das Sputtern – auch unter dem Namen Kathodenzerstäuben bekannt – ist neben dem Aufdampfen eine in der Mikrosystemtechnik weit verbreitete Methode zur physikalischen Gasphasenabscheidung dünner Schichten [70].

Beim klassischen DC-Sputter-Prozess (DC steht für *direct current*, engl. für Gleichstrom) sind, wie in Abb. 2.6 schematisch gezeigt, eine Scheibe des abzuscheidenden Materials – typischerweise Target genannt – und das Substrat in der Prozesskammer wie bei einem Plattenkondensator mit einem Abstand von wenigen Zentimetern angeordnet.

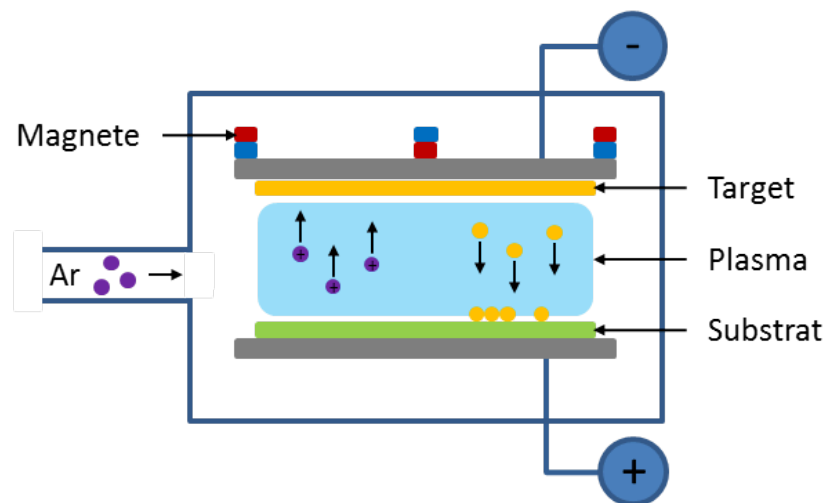


Abbildung 2.6: Schematischer Aufbau einer DC-Sputterkammer.

Um die Reinheit der abgeschiedenen Schichten garantieren zu können, wird die Prozesskammer vor Prozessbeginn zunächst evakuiert und anschließend mit dem Prozessgas geflutet, so dass sich ein geregelter Prozessdruck einstellt, welcher üblicherweise im Bereich weniger  $\mu\text{bar}$  liegt.

Durch das Anlegen einer Gleichspannung wird das Prozessgas zwischen Target und Substrat zu einem Plasma ionisiert. Da das Target beim Anlegen des elektrischen Feldes als Kathode verwendet wird, werden die positiv geladenen ionisierten Gas-Atome in Richtung des Targets beschleunigt. Der physikalische Impulsübertrag der Gasionen auf der Targetoberfläche führt dazu, dass ungeladene Targetatome herausgeschlagen werden, sich durch die übertragene kinetische Energie unbeeinflusst vom elektrischen Feld in Richtung des Substrates bewegen und dort als Schicht kondensieren. Weil bei diesem Vorgang das als Kathode agierende Target abgetragen wird, wird das Sputtern auch Kathodenzerstäuben genannt.

Da mit steigender Atommasse die kinetische Energie der beschleunigten Gasionen und daraus folgend auch die Anzahl der durch Stoßprozesse freigesetzten Targetatome ansteigt, wird als Prozessgas meist Argon (Ar) verwendet. Dies hat neben der sich daraus ergebenden hohen Sputterrate auch den Vorteil, dass Argon ein Edelgas ist, welches nicht mit den Targetatomen reagiert und mit 15,56 eV im Vergleich zu beispielsweise Helium (24,59 eV) oder Neon (21,56 eV) eine geringe Ionisierungsenergie aufweist.

Zusätzlich kann oberhalb der Prozesskammer ein Magnet angebracht werden, durch dessen Magnetfeld die Elektronen im Plasma auf eine Spiralbahn gezwungen werden. Dies hat einen höheren Ionisierungsgrad des Prozessgases und damit verbunden eine weitere Erhöhung der Sputterrate beim sogenannten Magnetron-Sputtern zur Folge.

Soll mit Hilfe des Sputter-Prozesses ein nichtleitendes Material abgeschieden werden, führt das zu Aufladungseffekten, welche zur elektrischen Abstoßung der Gasionen an der Targetoberfläche und somit zum Zusammenbruch des Sputter-Prozesses führen können. Um diese Aufladungseffekte an der Targetoberfläche zu verhindern, wird beim sogenannten RF-Sputtern (RF steht für *radio frequency*, engl. für Hochfrequenz) der Sputterprozess mittels hochfrequenter Wechselspannung betrieben.

Wird ein reaktives Prozessgas verwendet, spricht man von reaktivem Sputtern. Durch das Verwenden von reaktivem Prozessgas bzw. reaktiven Prozessgasanteilen bilden sich im Gas durch die Plasmazündung Radikale, welche mit den herausgeschlagenen Targetatomen reagieren. Eine so abgeschiedene Schicht setzt sich sowohl aus Target- als auch aus Prozessgasatomen zusammen.

Werden Kathode und Anode vertauscht, so dass die ionisierten Prozessgasatome in Richtung des Substrates beschleunigt werden, spricht man vom sogenannten Sputterätzen. Der kinetische Einschlag der Ionen führt dabei zu Materialabtrag am Substrat. Dies wird oft zur Reinigung des Substrates verwendet oder aber um gezielt wenige Atomlagen von einer Oberfläche abzutragen [71, 72].

### 2.2.2 Fotolithografie

Um die in der Mikrosystemtechnik erforderlichen Strukturgrößen im  $\mu\text{m}$ -Bereich zuverlässig realisieren zu können, wurde die aus der Leiterplattentechnik bekannte Fotolithografie weiterentwickelt und ist heute ein Standardprozess der Mikrosystemtechnik. Abb. 2.7 zeigt schematisch den Ablauf der standardisierten Prozessschritte der Fotolithografie [71].

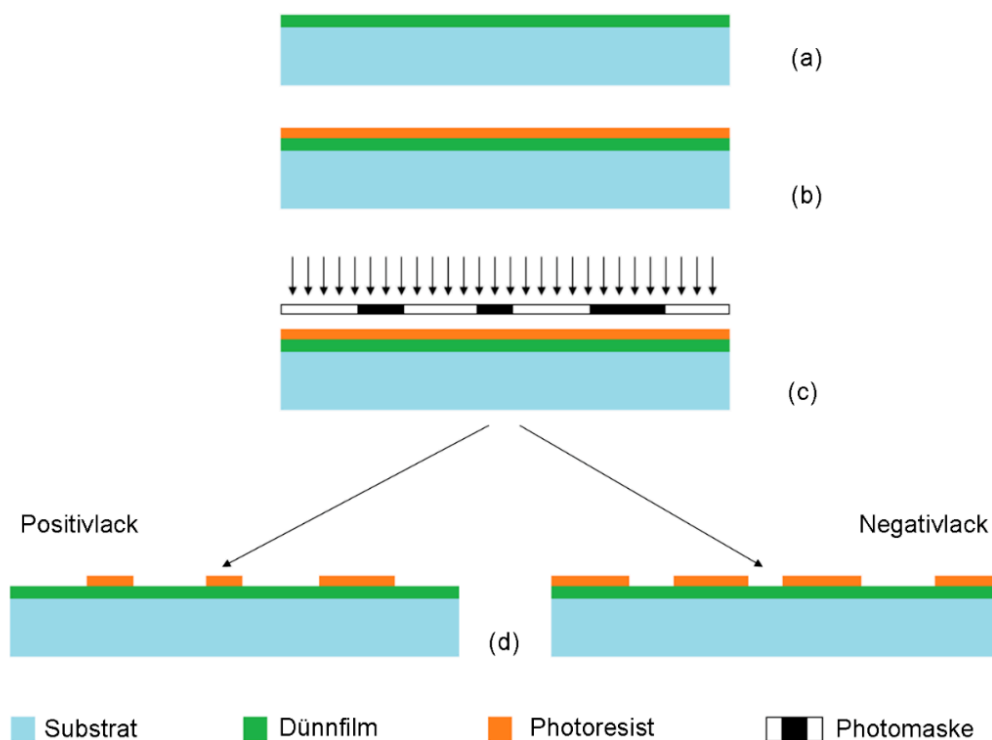


Abbildung 2.7: Schematischer Ablauf eines Fotolithografieprozesses [73].

Auf das beschichtete und gereinigte Substrat (a) wird als erster Schritt eine dünne Schicht photosensitiver Lack – oft auch Photoresist oder nur Resist genannt – aufgebracht (b). Dies erfolgt üblicherweise

mittels Rotationsbelackung (*spin coating*), mitunter aber auch mittels Sprühbelackung (*spray coating*) oder Tauchbelackung (*dip coating*).

Nach einem Ausheizschritt bei erhöhter Temperatur – dem so genannten *soft bake* –, bei dem die Lösungsmittelreste aus dem Resist verdampft werden, erfolgt die Belichtung des Photoresists (c). Hierbei werden mittels UV-Licht die Strukturen einer Photomaske auf den Lack übertragen. Je nach Abstand zwischen Maske und Lack wird zwischen *Proximity*- oder *Contact*-Belichtung unterschieden. Bei Positiv-Lacken hat die Belichtung mit UV-Licht zur Folge, dass die belichteten Bereiche anschließend von der Entwicklerflüssigkeit gelöst werden können, während die unbelichteten Bereiche unlöslich bleiben. Im Gegensatz dazu führt die Belichtung bei Negativ-Lack dazu, dass sich die Polymere in den belichteten Bereichen des Lackes vernetzen und so nicht mehr vom Entwickler gelöst werden können.

Nach dem Entwickeln der belichteten Lackschichten (d) werden die erzeugten Strukturen oft noch einem abschließenden Ausheizschritt (*hard bake*) unterzogen, um ihre mechanische und chemische Widerstandsfähigkeit zu erhöhen.

Eine Spezialform des Photoresists stellen Umkehr-Lacke (*image reversal resists*) dar. Umkehr-Lacke können wie Standard-Lacke prozessiert werden und verhalten sich dabei wie ein Positiv-Resist. Wird jedoch zwischen dem Belichten mit der Photomaske und dem Entwickeln ein weiterer Ausheizschritt sowie anschließend eine Flutbelichtung durchgeführt, hat dies eine Umkehr des Lacks vom Positiv- zum Negativ-Lack zur Folge. Charakteristisch für Umkehr-Lacke sind die teils stark negativen Flanken.

Für den Lift-Off-Prozess, ein spezielles Strukturierungsverfahren für dünne Schichten, erweisen sich diese negativen Flanken als sehr vorteilhaft. Um mittels Lift-Off einen Dünnschicht zu strukturieren, wird erst auf dem Substrat lithografisch ein negatives Abbild der Maske erzeugt, so dass die Bereiche, an denen später der Dünnschicht die Substratoberfläche bedecken soll, frei von Lack sind. Anschließend wird die gewünschte Schicht abgeschieden. Dabei führen die negativen Flanken des Umkehr-Lacks dazu, dass die seitlichen Flanken der Lackschicht nicht bedeckt werden. Anschließend können der Lack und die auf dem Lack liegenden unerwünschten Teile der abgeschiedenen Schicht mittels Aceton und Ultraschall entfernt werden.

Bei manchen Abscheideprozessen sind sehr hohe Substrattemperaturen erforderlich, welche die Zerstörung des Lift-Off-Lackes zur Folge haben. Daher muss zur Strukturierung dieser Dünnschichten eine Adaption des klassischen Lift-Off-Prozesses angewendet werden. Anstelle des Umkehr-Lackes wird dabei strukturiertes Titan als Opferschicht verwendet. Nach dem Abscheideprozess werden dann das Titan und die darüber liegenden Teile der abgeschiedenen Schichten mit Hilfe von Flußsäure (HF) entfernt.

## 2.3 Messmethoden

### 2.3.1 Elektro-mechanische Charakterisierung von Dünnschichten

Mit dem hier beschriebenen Messaufbau ist es möglich den Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands sowie den k-Faktor von Dünnschichten zu messen. Der Messaufbau wurde von Sören Fricke während seiner Doktorarbeit [42] konzipiert und erstmals aufgebaut. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde der Messplatz erneut aufgebaut, modernisiert und weiter adaptiert. Es wurde unter anderem die Steuerungssoftware neu geschrieben und ein überarbeitetes Auswerteskript programmiert, so dass auch Saphir als Substrat für die Balken verwendet werden kann. Da Saphir-Wafer mit einer sehr geringen Oberflächenrauigkeit verfügbar sind ( $R_a < 0,3$  nm), ermöglicht dies auch Untersuchungen von metallischen Dünnschichten mit einer Schichtdicke von nur wenigen Nanometern.

Im Folgenden wird der Aufbau allgemein beschrieben und auch die durchgeführten Änderungen werden diskutiert. Für weiterreichende Informationen zur Konzeption des Messaufbaus sei bereits an



dieser Stelle auf die Dissertation von Sören Fricke [42] verwiesen.

### Hochtemperatur k-Faktor-Messplatz

Abb. 2.8 zeigt den schematischen Aufbau des Messplatzes. Ein Balken mit den darauf abgeschiedenen Teststrukturen wird zwischen zwei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramikblöcken eingeklemmt und diese werden mit Hilfe einer metallischen Spannfeder fixiert.

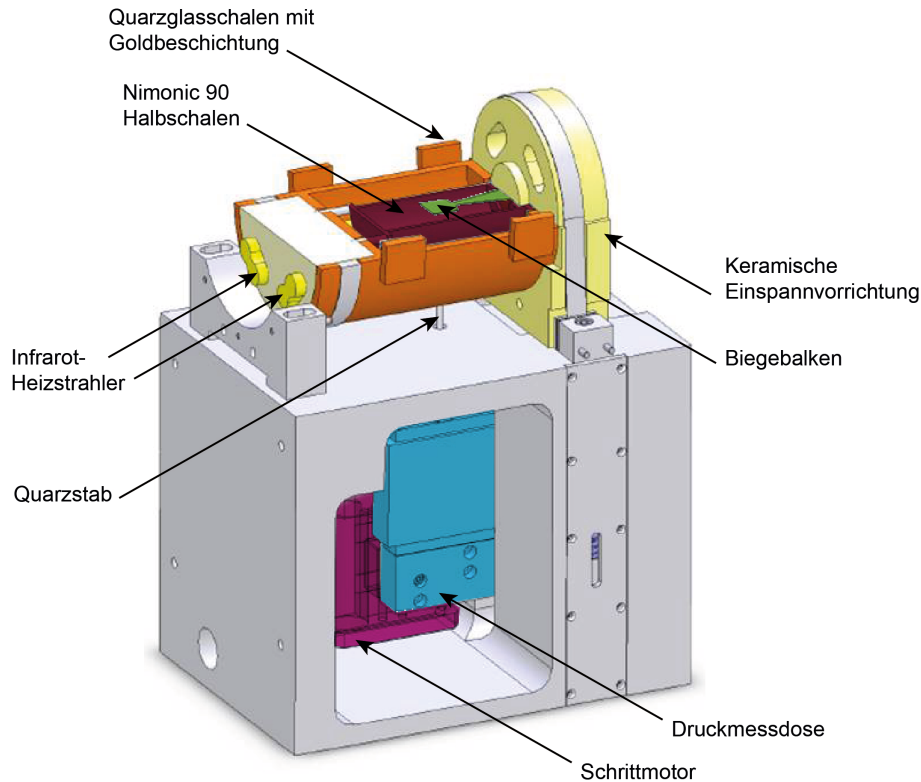


Abbildung 2.8: CAD-Zeichnung des Hochtemperatur k-Faktor-Messplatzes.

Direkt den vorderen Teil des Saphirbalkens umgebend befinden sich zwei Halbschalen aus Nimonic 90®, welche der thermischen Stabilisierung der Probe dienen. Diese metallischen Halbschalen werden von vier symmetrisch angeordneten Infrarotstrahlern (kurzwellige Zwillingrohr-Infrarotstrahler der Firma Heraeus Noblelight) geheizt. Um die Strahlungsverluste nach außen gering zu halten, wurden die beiden Quarzhalbschalen, in welchen die Infrarotstrahler montiert sind, innen mit Gold beschichtet. Die Temperatur wird mittels Phasenanschnittsteuerung von einem PID-Regler (Eurotherm 818) geregelt, der mittels RS232-Schnittstelle mit dem Steuer-PC verbunden ist.

Zur mechanischen Auslenkung der Probe wird ein Mikrolineartisch (M-112.1DG von PI) mit einer Minimalschrittweite von  $0,05 \mu\text{m}$  verwendet. Auf dem linearen Schrittmotor ist eine Kraftmessdose (SMT1-5N von Interfaceforce) montiert, welche die Auslenkung des Motors über einen am Kopf abgerundeten Quarzstab auf die Probe überträgt. Der Mikrolineartisch wird dabei von einem Controller (C-862.00 von PI) gesteuert, der ebenfalls über eine RS232-Schnittstelle kommuniziert. Die Kraftmessdose wird mit einem HP 3852A Data Acquisition System verbunden und ausgelesen, welches über eine IEE-488 Schnittstelle mit der Steuer-Software kommuniziert.

Die elektrische Kontaktierung der Proben wird durch acht Federkontaktstifte erreicht, wobei jeweils vier Federstifte auf der Ober- und vier auf der Unterseite der Saphirbalken kontaktieren können. Dies ist notwendig, um den k-Faktor sowohl bei Zug- (die Teststruktur befindet sich dabei auf der Oberseite), als



auch bei Druck-Spannung (die Teststruktur befindet sich dabei auf der Unterseite) messen zu können. Die elektrische Widerstandsmessung wird mit einem Keithley 2400 SourceMeter durchgeführt, welches ebenfalls über eine IEE-488 Schnittstelle angesteuert wird.

Um bei längeren Messungen ein Überhitzen des Aufbaus zu verhindern, wird der Grundkörper aus Aluminium aktiv mit Wasser gekühlt.

### Balken und Teststruktur

Um die Untersuchung von Dünnschichten mit Schichtdicken von teilweise deutlich unter 100 nm zu ermöglichen, wurde als Substratmaterial einseitig polierter c-plane-orientierter Saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) verwendet. Die Wafer haben auf ihrer polierten Seite ähnlich wie Silizium-Wafer eine sehr glatte Oberfläche ( $R_a < 0.3 \text{ nm}$ ) und ermöglichen so das Herstellen von Teststrukturen mit einer Schichtdicke von wenigen Nanometern. Laut Herstellerdaten beträgt das E-Modul der Saphir-Wafer 350 GPa, die Poisson-Zahl 0,25. Beide Material-Parameter weisen laut Herstellerangaben im untersuchten Temperaturbereich der Messung eine vernachlässigbare temperaturbedingte Änderung von rund 5 % auf.

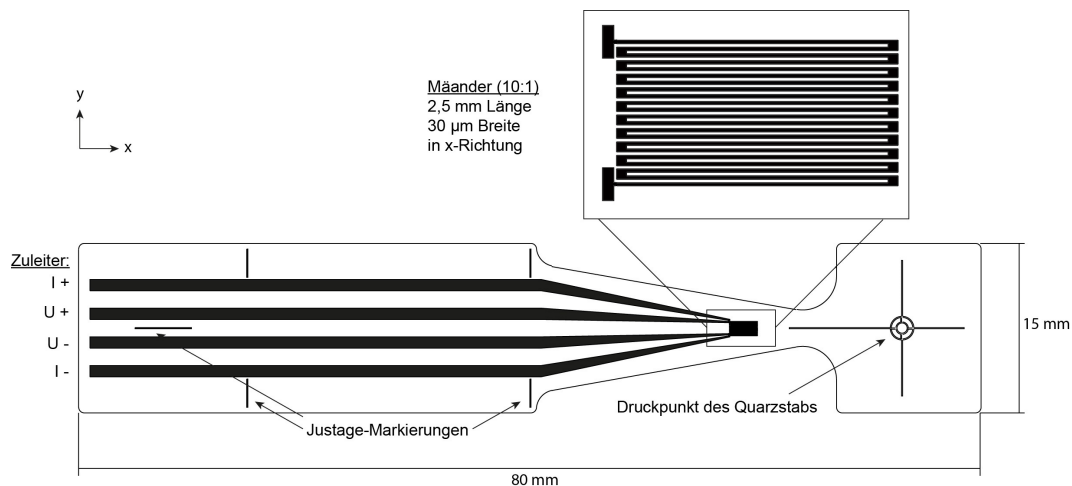


Abbildung 2.9: Schematische Zeichnung der verwendeten Balken samt aufgebrachtener Teststrukturen.

Für die Herstellung der in Abb. 2.9 gezeigten Proben wurden die bereits beschriebenen Fertigungstechniken der Lithografie (im speziellen Lift-Off) und des Sputterns verwendet. Die Schichtdicken der Mäander wurden zwischen 25 und 100 nm variiert, die Schichtdicke der vier Zuleiter wurde mit 500 nm konstant gehalten.

Der in Abb. 2.9 zu sehende Balken wird im hinteren Teil geklemmt und anschließend mittels eines am oberen Ende abgerundeten Glasstabes an einem genau definierten Punkt am Kopf des Balkens ausgelenkt. Wie in [42] gezeigt, wurde durch die taillierte Geometrie des Balkens erreicht, dass sich im Bereich der meanderförmigen Teststruktur nur geringe, lokale Änderungen der Dehnungs- bzw. Stauchungswerte ( $\pm 0,8 \%$ ) ergeben.

### Einfluss von thermischen Schwankungen auf die k-Faktor Messungen

Berechnet man auf Basis der vom Hersteller genannten Materialparameter des Substrates sowie der für die Auswertung durchgeführten FEM-Simulationen beispielhaft die relative Widerstandsänderung eines 50 nm dicken Pt-Mäanders bei Raumtemperatur und einer Belastung mit 1,6 N, ergibt sich eine relative Änderung des gemessenen Widerstandes von rund 0,05 %.

Betrachtet man nun den linearen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes von gesputterten Pt-Dünnfilmen, welcher in [48] bei Raumtemperatur mit  $3,85 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  ermittelt wurde, zeigt sich, dass Temperaturschwankungen des Mäanders im Bereich von 0,1 K bereits eine relative Widerstandsänderung von rund 0,04 % hervorrufen.

Es zeigt sich, dass Temperaturschwankungen im Bereich von 0,1 K eine ähnliche große relative Widerstandsänderung zur Folge haben, wie die Belastung der Probe mit 1,6 N. Da es nicht möglich ist die Temperatur der Probe während der laufenden Messungen perfekt konstant zu halten, sondern es zu einer leichten, stetigen Erwärmung des Messaufbaus kommt (bis zu 0,15 K/h), muss daher der Temperaturschwankung bei der Messung und speziell bei der Auswertung besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden.

**Messroutine**

Für jeden Temperaturschritt wird zu Beginn jedes Messzyklus der Widerstand der eingespannten Probe ohne mechanische Belastung ermittelt. Der Widerstand wird dabei mit einer Messspannung von 1 Volt 25 Mal gemessen und anschließend gemittelt. Der so ermittelte Widerstand der unbelasteten Probe wird für die Berechnung des k-Faktors sowie für die Berechnung des spezifischen Widerstandes und des TCRs verwendet.

Um den k-Faktor zu ermitteln, wird der Balken anschließend zu vordefinierten Positionen ausgelenkt und für jede Position der Widerstand des Mäanders wie oben beschrieben gemessen. Der gemittelte Widerstand wird zusammen mit der aktuellen Auslenkung, der anliegenden Kraft und der aktuellen Temperatur abgespeichert. Für jeden Messzyklus werden die definierten Positionen sowohl bei ansteigender als auch bei abnehmender mechanischer Belastung gemessen.

Da die k-Faktor Messungen wie zuvor beschrieben sehr temperaturempfindlich sind, werden für jeden Temperaturschritt mehrere Be- und Entlastungszyklen gemessen, um so die Temperaturschwankung bei der Auswertung kompensieren zu können. Die Auslenkungspunkte werden durch das Vorgeben von Kräften definiert, die vor Beginn der Messung vom Messprogramm in eine definierte Schrittmotorposition umgerechnet werden und durch den Quarzstab auf die Balkenstruktur übertragen werden.

Gesteuert wird der Messaufbau mit einem neu erstellten LabVIEW-Programm, dessen Benutzeroberfläche in Abb. 2.10 zu sehen ist.

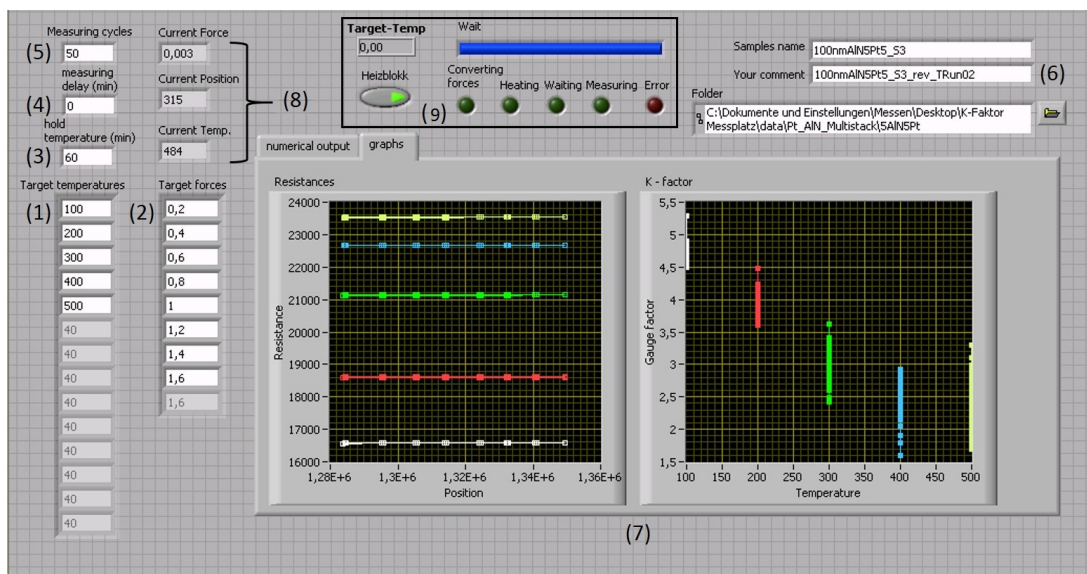


Abbildung 2.10: Benutzeroberfläche der LabVIEW-Steuerungssoftware.

In dem Programm können neben den Messtemperaturen (1) sowie den bei jeder Temperatur anzulegenden Kräfte (2) auch eine Verzögerungszeit nach dem Erreichen der Soll-Temperatur (3), eine Verzögerungszeit vor jedem einzelnen Messpunkt (4) und die Anzahl der Messzyklen bei jedem Temperaturschritt (5) eingestellt werden. Drei Texteingabefelder (6) ermöglichen die Eingabe des Namens der Probe, zusätzlicher Kommentare sowie des Speicherpfades.

Während der Messung wird jeweils der k-Faktor berechnet und zusammen mit den gemessenen Widerstandswerten grafisch dargestellt (7). So können Fehler bei der Messung frühzeitig erkannt und korrigiert werden. Durch die Anzeige-Elemente „Current Temp.“, „Current Position“ und „Current Force“ (8) lassen sich außerdem zu jeder Zeit des Messzyklus die aktuelle Temperatur, die aktuelle Position des Schrittmotors und die an der Probe anliegende Kraft auslesen. Mit Hilfe der Kontrollleuchten und dem „Wait-Balken“ (9) kann man außerdem jederzeit erkennen, in welchem Zustand sich der Messaufbau befindet.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurden standardmäßig mit den in Tabelle 2.2 gezeigten Parametern durchgeführt:

Parameter	Werte
Messtemperatur $T_M$	$T_R$ , 100, 200, 300, 400, 500
Angelegte Kräfte [N]	0,2 bis 1,6 in 0,2er Schritte
Anzahl der Messzyklen	50
Verzögerung nach Erreichen der Soll-Temperatur [min]	60
Verzögerung vor jedem Messpunkt [min]	0

Tabelle 2.2: Standard-Messparameter für die elektro-mechanische Charakterisierung.

### Auswertung des k-Faktors und der TCR-Werte

Die Auswertung der Daten erfolgt mit einem MATLAB-Skript. Erst werden die gesamten Rohdaten auf die verschiedenen Temperaturschritte aufgeteilt. Aus den Widerstandsmessungen im unbelasteten Zustand lassen sich unter Berücksichtigung der Geometrie des Mäanders der spezifische Widerstand für alle Temperaturen und der TCR berechnen.

Anschließend wird für die relative Widerstandsänderung jeder gemessenen Be- und Entlastungskurve ein Polynom-Fit ersten Grades durchgeführt. Aus der Steigung der Geraden und dem in COMSOL MULTIPHYSICS berechneten Zusammenhang zwischen der Auslenkung des Balkens und der Längenänderung des Mäanders wird schließlich der k-Faktor berechnet.

Die berechneten Ergebnisse werden schließlich in einem Box-Plot dargestellt. Der Box-Plot wurde als Darstellungsform gewählt, da er eine sehr gute Einschätzung des k-Faktors unter Berücksichtigung von Messungenauigkeiten zulässt, wie sie sich durch z.B. Temperaturschwankungen ergeben können.

Neben dem finalen Box-Plot werden bei der Auswertung der Messdaten auch weitere Diagramme zur Kontrolle der Auswertung erstellt. So werden die rohen Messdaten, die reale und die relative Widerstandsänderung in Abhängigkeit der Auslenkung für jeden Temperaturschritt, sowie die berechneten Polynom-Fits graphisch dargestellt.

Das für die Auswertung verwendete MATLAB-Skript ist im Anhang zu finden.

### 2.3.2 Van der Pauw Messplatz

Leo J. Van der Pauw zeigte 1958, dass der spezifische Widerstand jeder beliebig geformten Dünnschicht bekannter Dicke mit 4 Messleitern bestimmt werden kann, wenn folgende Bedingungen erfüllt werden [74]:

- Die Kontakte sind an der Peripherie der Probe angebracht.
- Die Kontaktflächen sind sehr klein.
- Die Probe ist gleichmäßig dick.
- Die Oberfläche der Probe ist durchgehend leitend (sprich keine isolierenden Einschlüsse oder unbeschichtete Bereiche).

Ist die zu untersuchende Probe außerdem, wie in Abb. 2.11 links gezeigt, symmetrisch geformt, kann der spezifische elektrische Widerstand  $\rho$  wie in Gleichung 2.31 angegeben berechnet werden.  $a$  steht dabei für die Dicke des Dünnsfilms und  $R_{12,34}$  für den gemessenen Widerstand. Der Strom wird dabei zwischen Kontakt 1 und 2 eingepreßt, die Spannung zwischen Kontakt 3 und 4 gemessen [75].

$$\rho = \frac{\pi}{\ln(2)} a R_{12,34} \quad (2.31)$$

Um den Einfluss der Kontaktierung zu minimieren und die Messgenauigkeit zu verbessern, wird die in Abb. 2.11 rechts gezeigte Kleeblattstruktur verwendet. Die untersuchten Proben wurden mit Hilfe von Schattenmasken erzeugt.

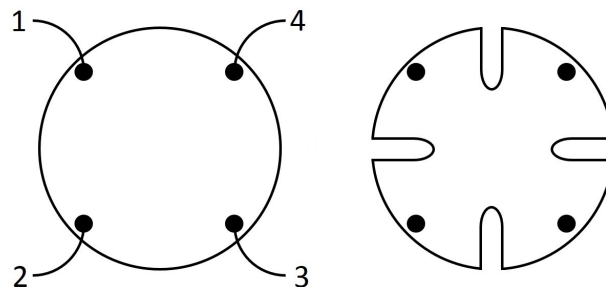


Abbildung 2.11: Typisches Proben-Design und Nadelspitzen-Anordnung für Van der Pauw Messungen.

Zur Messung der hergestellten Proben wurde ein Aufbau verwendet, den Frank Steinhäuser im Rahmen seiner Dissertation aufgebaut hat. Der Aufbau ermöglicht es, im Bereich von Raumtemperatur bis 330°C den spezifischen elektrischen Widerstand von Dünnschichten zu vermessen. Die VdP-Messungen wurden mit einem Anrege-Strom von 30 mA durchgeführt und bei der anschließenden Auswertung der Messergebnisse kann  $\rho$  mit einer Abweichung im Bereich von  $10^{-5} \mu\Omega \text{ cm}$  berechnet werden. Für weitere Informationen sei an dieser Stelle auf [76] und [77] verwiesen.

### 2.3.3 Elektronenmikroskopie

Wie von Ernst Abbe im 19. Jahrhundert beschrieben, ist die Auflösungsgrenze der klassischen Lichtmikroskopie direkt von der Wellenlänge des verwendeten Lichts abhängig und damit bei rund 200 Nanometer begrenzt.

Um die Auflösung weiter zu verbessern, wird bei der Elektronenmikroskopie anstatt von sichtbarem Licht ein Elektronenstrahl als Beleuchtungsquelle verwendet. Da die De-Broglie Wellenlänge der Elektronen deutlich kleiner als jene von sichtbarem Licht ist, kann dadurch eine theoretische Auflösungsgrenze im Pikometer-Bereich erreicht werden [78].

Der dabei verwendete Elektronenstrahl wird im Hochvakuum erzeugt und mit Hilfe von Hochspannung in Richtung der zu untersuchenden Probe beschleunigt. Der Elektronenstrahl wird auf seinem Weg Richtung Probe von einem elektromagnetischen Linsensystem fokussiert.

Durch die Wechselwirkung des primären Elektronenstrahls mit der Probe kommt es zu verschiedensten Effekten wie auch beispielsweise der Emission von Sekundärelektronen oder charakteristischer Röntgenstrahlung aus den Atomen der untersuchten Probe und der Rückstreuung von Primärelektronen.

Mit Hilfe von verschiedenen Detektoren können diese Informationen aus den unterschiedlichen Wechselwirkungsmechanismen erfasst werden. Aus den Sekundärelektronen kann Information über die Topografie der Probe gewonnen werden und die (rück)gestreuten Primärelektronen lassen wiederum Rückschlüsse auf beispielsweise die Ordnungszahl des untersuchten Materials zu.

### Rasterelektronenmikroskopie

In einem Rasterelektronenmikroskop (kurz REM) wird die Oberfläche einer Probe mit einem stark fokussierten Elektronenstrahl in einem definierten Bereich zeilenweise abgerastert. Die Elektronen des primären Elektronenstrahls dringen dabei unterschiedlich tief in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung in die Probenoberfläche ein. Daraus resultierend bildet sich durch die Streuung der Primärelektronen an den Atomen der Probe eine Streubirne aus, welche oft einen deutlich größeren Durchmesser als der einfallende Elektronenstrahl aufweist und so zu einer Reduktion der maximalen Auflösung führt. Auch die Ortsauflösung einer EDX-Messung wird durch diese Streueffekte begrenzt.

Mit einem REM lassen sich Bilder mit einer Auflösung im Bereich weniger Nanometer und einer sehr guten Tiefenschärfe erstellen. Der große Vorteil der Rasterelektronenmikroskopie gegenüber der anschließend beschriebenen Transmissionselektronenmikroskopie besteht in der simplen Handhabung der Proben. Elektrisch leitfähige Proben lassen sich ohne weitere Präparation direkt mit dem REM untersuchen. Bei Isolatoren kann es notwendig sein, die Proben mit einem wenige Nanometer dünnen, elektrisch leitfähigen Film zu besputtern, um Aufladungseffekte zu verhindern.

Zum Erstellen der in dieser Arbeit verwendeten REM-Aufnahmen wird ein SU8030 Rasterelektronenmikroskop der Firma Hitachi mit einer Beschleunigungsspannung von 1 bis 5 keV verwendet.

### Transmissionselektronenmikroskopie

Bei einem Transmissionselektronenmikroskop (kurz TEM) durchstrahlt der primäre Elektronenstrahl die Probe. Die bildgebenden Informationen werden dann schließlich aus den transmittierten Elektronen gewonnen, welche in der Probe elastisch und inelastisch gestreut wurden. Die Probe kann dabei flächig durchstrahlt werden, oder mit einem fokussierten Elektronenstrahl abgerastert werden (dabei spricht man dann von einem *scanning transmission electron microscope*, kurz STEM).

Um sicherzustellen, dass eine ausreichend große Anzahl von Primärelektronen die Probe durchdringen, muss diese auf Grund der hohen Absorptionsrate von Elektronen in Feststoffen sehr dünn sein. Dies führt zu einer recht aufwändigen Probenpräparation, welche üblicherweise mittels Schleifen bzw. einem fokussierten Ionenstrahl durchgeführt wird.

Durch die sehr geringe Probendicke (üblicherweise unter 100 nm) wird der zuvor bei der Rasterelektronenmikroskopie beschriebene Effekt der Streubirne minimiert. Dadurch lassen sich Bilder mit einer Auflösungsgrenze im Angström-Bereich aufnehmen und es sind auch EDX-Messungen mit einer

sehr hohen Ortsauflösung im Bereich weniger Nanometer möglich (auch unter dem Begriff *Elemental Mapping* bekannt).

Die im Rahmen dieser Arbeit gezeigten TEM-Bilder wurden mit einem FEI TECNAI F20 Transmissionselektronenmikroskop bei 200 kV Beschleunigungsspannung aufgenommen. Die EDX-Messungen am Transmissionselektronenmikroskop wurden mit einem EDAX Apollo XLTW SDD bei STEM spot 6 mit einer Energieauflösung von  $<129$  eV durchgeführt.

### Fokussierter Ionenstrahl

Bei einem fokussierten Ionenstrahl (engl. *focused ion beam*, kurz FIB) wird im Hochvakuum ein Strahl aus Ionen (oft Gallium) mit Hilfe einer Beschleunigungsspannung in Richtung der zu bearbeitenden Probe beschleunigt. Ähnlich wie beim REM wird auch bei einem FIB der Ionenstrahl mit Hilfe einer elektromagnetischen Optik fokussiert und abgelenkt, so dass mit einer Ortsauflösung im Bereich weniger Nanometer gezielt Material abgetragen werden kann.

Ein FIB wird oft zur Herstellung von TEM-Proben bzw. zum Erzeugen von Schnitten für REM-Proben zur Untersuchung des Querschnitts von Schichtsystemen verwendet. Die in dieser Arbeit gezeigten TEM-Lamellen wurden mit einem FEI Quanta 200 3D Dual Beam Focused Ion Beam hergestellt.

### Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Die Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. *Energy dispersive X-ray spectroscopy*, kurz EDX) ist ein Messverfahren, mit dem sich die chemische Zusammensetzung einer Probe bestimmen lässt. Wird in einem Elektronenmikroskop durch den primären Elektronenstrahl ein Elektron aus einer der inneren Schalen eines Atoms der Probe herausgeschlagen, wird diese Lücke durch ein Elektron aus einer der äußeren Schalen aufgefüllt und dabei entsteht ein materialspezifisches Röntgenquant. Durch das energieaufgelöste Messen dieser charakteristischen Röntgenstrahlung kann die Probe so bezüglich ihrer chemischen Zusammensetzung analysiert werden.

Für die EDX Messungen am Hitachi SU8030-Rasterelektronenmikroskop wird ein Oxford Instruments X-Max 50 mm<sup>2</sup> mit 15 keV Beschleunigungsspannung benutzt.

### 2.3.4 Röntgendiffraktometrie

Mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie (engl. *X-ray diffraction*, kurz XRD) lassen sich zerstörungsfrei die kristallinen Eigenschaften eines Materials untersuchen.

Das Messprinzip beruht auf der Beugung von Röntgenstrahlung an den Atomen des untersuchten kristallinen Materials. Wie in Abb. 2.12 schematisch dargestellt, wird ein Teil der einfallenden Strahlung an den Kristallebenen reflektiert.

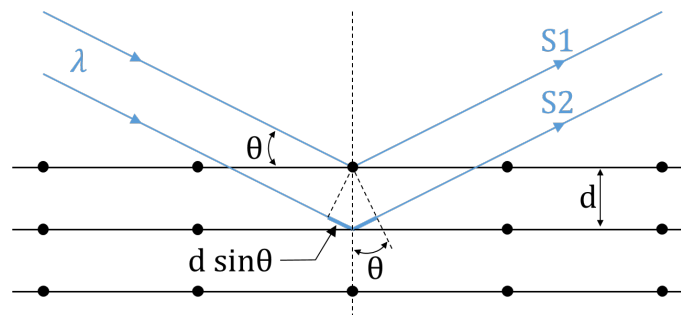


Abbildung 2.12: Schematische Darstellung der Reflexion von Röntgenstrahlung an Gitterebenen für die Herleitung der Bragg-Gleichung.



Die Bedingungen für das Auftreten von konstruktiver Interferenz wurden 1912 von William Lawrence Bragg und William Henry Bragg in der Bragg-Gleichung wie folgt formuliert [79]:

$$n\lambda_R = 2d \sin(\theta) \quad (2.32)$$

Der Parameter  $d$  steht dabei für den Abstand zwischen den zwei Gitterebenen,  $\lambda_R$  für die Wellenlänge der Röntgenstrahlung,  $\theta$  für den Einfallswinkel zwischen Röntgenstrahlung und Gitterebene (oft auch Bragg-Winkel genannt) und  $n$  für die Beugungsordnung.

Gleichung 2.32 wird somit erfüllt, wenn der in Abb. 2.12 gezeigte Laufunterschied von Teilstrahl S2 zu Teilstrahl S1 ein  $n$ -faches der verwendeten Wellenlänge  $\lambda_R$  beträgt. Aus der Bragg-Gleichung kann somit bei bekannter Wellenlänge der benutzten Röntgenstrahlung und bekanntem Bragg-Winkel der Netzebenenabstand eines Kristalls berechnet werden.

Bei polykristallinen Materialien lässt sich außerdem auf Grund der Halbwertsbreite (engl. *full width half maximum*, daher oft mit FWHM abgekürzt) des gemessenen Peaks  $B$  des mit Hilfe der Scherrer Gleichung [80]

$$a_i = \frac{\lambda}{B \cos(\theta)} \quad (2.33)$$

eine Aussage über die durchschnittliche Korngröße  $a_i$  treffen.  $B$  wird dabei im Bogenmaß angegeben und muss um die vom Messgerät verursachte Peakverbreiterung korrigiert werden.

Eine wichtige Einschränkung bei der Anwendung der Scherrer Gleichung ist, dass sie nur für Korngrößen im Nanometer-Bereich angewendet werden kann. Außerdem ist zu berücksichtigen, dass die mit Hilfe der Scherrer-Gleichung ermittelten Werte oft unterhalb der tatsächlichen Korngröße liegen. Diese Ungenauigkeit ist neben dem (best möglich korrigierten) Einfluss des Messequipments vorallem auf den Einfluss verschiedener Effekte (wie beispielsweise Korngrenzen, Schichtstress und Kristall- bzw. Gitterfehler) auf die gemessene Peakbreite zurückzuführen. Da die in dieser Arbeit untersuchten Schichten nanokristallin sind, ist es jedoch möglich, mit Hilfe der Scherrer Gleichung zumindest eine qualitative Aussage über deren Korngrößen zu treffen [81].

Die in dieser Arbeit präsentierten XRD-Messungen werden mit Hilfe des „*grazing incidence diffraction*“-Verfahrens erstellt. Dieses Messverfahren zeichnet sich durch sehr flache Einfallswinkel (materialabhängig, üblicherweise  $\theta < 3^\circ$ ) aus und ist auf Grund der daraus resultierenden sehr geringen Eindringtiefe sehr gut für die Untersuchung von Dünnschichten geeignet [82]. Die gezeigten Messungen werden an einem Malvern Panalytical Empyryon Diffraktometer durchgeführt. Die Wellenlängen der verwendeten CuK -Strahlung betragen  $\lambda_1 = 1,5406$  und  $\lambda_2 = 1,5444$ . Das Diffraktometer ist primärseitig mit einem Parallelstrahlspiegel für Kupferstrahlung ausgerüstet. Sekundärseitig werden ein Parallelplattenkollimator mit  $0,18^\circ$  und ein Punkt-Szintillations-Detektor verwendet.

## Kapitel 3

# Robuste

# Platin-Dünnschicht-Dehnmessstreifen

Auf Grund seiner herausragenden thermischen und chemischen Stabilität ist Platin ein vielversprechendes Material für Dünnschicht-DMS in Hochtemperaturanwendungen. Da die Schichthftung von Pt auf dielektrischen Oberflächen jedoch gering ist, ist der Einsatz einer Haftvermittlerschicht notwendig. In diesem Kapitel werden daher Chrom (Cr), Titan (Ti) und Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) auf ihre Eignung als hochtemperaturstabile Haftvermittler untersucht und bewertet. Zusätzlich werden verschiedene *post deposition annealing* Schritte zur thermischen Stabilisierung der Schichtsysteme erprobt. Abschließend werden sowohl der Einfluss des verwendeten Haftvermittlers, als auch der Einfluss der Schichtdicke und der Sputterparameter auf die elektro-mechanischen Eigenschaften von Pt-Dünnschichten bei Mess-temperaturen bis zu  $500^\circ\text{C}$  an Luft untersucht. Neben der Bestimmung des k-Faktors wird für alle charakterisierten Schichtsysteme der TCR als Maß für die Temperaturquerempfindlichkeit ermittelt.

### 3.1 Probenherstellung

Um die elektro-mechanischen Eigenschaften von Platin Dünnschichten zu untersuchen, werden Kleeblatt-Teststrukturen für die Van-der-Pauw-Messungen (siehe Kapitel 2.3.2) sowie Proben für die Charakterisierung am k-Faktor-Messplatz (siehe Kapitel 2.3.1) hergestellt. Als Substratmaterial werden für die VdP-Messungen doppelseitig polierte Si-Wafer mit einem  $2\ \mu\text{m}$  dicken thermischen Oxid verwendet. Für die Proben zur elektro-mechanischen Charakterisierung werden mit einem Laser vorgeschchnittene, einseitig polierte Saphir-Wafer ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , c-plane) als Substrat verwendet. Die Substrate werden vor Beginn des Fertigungsprozesses in einem Ultraschall-Aceton-Bad gereinigt und anschließend mit Isopropanol gespült.

Alle in diesem Kapitel untersuchten Proben werden mit dem in Kapitel 2.2.1 beschriebenen DC-Sputter-Verfahren in einer „Von Ardenne LS730S“ Magnetron-Sputteranlage abgeschieden. Tabelle 3.1 zeigt die Abscheideparameter für alle verwendeten Dünnschichten.

Der Ausdruck „Pt(lp)“ in Tabelle 3.1 steht auf Grund der verwendeten niedrigeren Sputterleistung und keiner zusätzlichen Substratheizung für „*low power*“, der Ausdruck „Pt(hp)“ wegen der höheren Sputterleistung sowie der zusätzlichen Substratheizung für „*high power*“.

Bis auf die Pt(hp) Schichten werden alle Dünnschichten mit dem in Kapitel 2.2.2 beschriebenen Standard-Lift-Off-Verfahren strukturiert. Als Umkehr-Lack wird der AZ 5214E verwendet. Da die hohe Sputter-



	Cr	Ti	TiO <sub>2</sub>	Pt(lp)	Pt(hp)
Target	Cr 6"	Ti 6"	Ti 6"	Pt 4"	Pt 6"
Leistung	500 W	500 W	800 W	150 W	600 W
Abstand Target - Substrat	65 mm	65 mm	65 mm	65 mm	65 mm
Gasfluss	60 sccm Ar	60 sccm Ar	20 sccm O <sub>2</sub>	60 sccm Ar	60 sccm Ar
Kammerdruck	3 $\mu$ bar	3 $\mu$ bar	2 $\mu$ bar	3 $\mu$ bar	3 $\mu$ bar
Substrat-temperatur	Selbst-erwärmung	Selbst-erwärmung	Selbst-erwärmung	Selbst-erwärmung	600°C

Tabelle 3.1: Sputter-Parameter für die Herstellung von Pt-Dünnschicht-DMS.

leistung und das zusätzliche Aufheizen des Substrats auf 600°C zur Zerstörung des Lift-Off-Lacks führt, wird bei den Pt(hp) Schichten ein vorstrukturierter Titan-Dünnschicht als Opferschicht verwendet, welcher nach dem Abscheiden der Pt(hp) Schicht mit Flußsäure (HF) geätzt wird. Diese Modifikation des klassischen Lift-Off-Verfahrens wurde auch schon in [83] zur Strukturierung von AlN-Dünnschichten verwendet und beschrieben.

Die Cr/Pt und die Ti/Pt Doppelschichten werden direkt aufeinanderfolgend gesputtert, ohne die Sputterkammer zu belüften. Im Gegensatz dazu wird die ganzflächig gesputterte TiO<sub>2</sub> Dünnschicht vor dem Sputtern des Platins aus der Sputterkammer ausgeschleust und in einem Röhrenofen in O<sub>2</sub>-Atmosphäre einem Hochtemperaturschritt („*pre-annealing*“) unterzogen. Wie in [84] beschrieben, führt ein *pre-annealing*-Schritt bei Temperaturen von mindestens 800°C zu einem irreversiblen Phasenübergang von der Anatas-Phase zur rutilen Phase. Dieser *pre-annealing*-Schritt wird durchgeführt, um mikrostrukturelle Veränderungen der Probe während der elektrischen Hochtemperaturcharakterisierung auf ein Minimum zu reduzieren. Danach werden die Proben erneut mit Aceton und Isopropanol gereinigt, der Lift-Off-Lack aufgebracht und anschließend der Pt-Dünnschicht gesputtert.

Als Schichtdicken für die Haftvermittler wurden für Cr und Ti 10 nm gewählt, für die TiO<sub>2</sub>-Schicht 45 nm. Da Cr ( $\rho_{Cr} = 12,5 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ ) [49] und Ti ( $\rho_{Ti} = 42 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ ) [49] bei Raumtemperatur einen ähnlichen spezifischen elektrischen Widerstand wie Pt ( $\rho_{Pt} = 10,5 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ ) [49] aufweisen, wurde die Schichtdicke für diese beiden Materialien mit 10 nm gewählt. Dies soll den Einfluss der Haftschiicht auf die elektro-mechanischen Eigenschaften minimieren, während das Abscheiden einer die Oberfläche vollständig bedeckenden Dünnschicht gewährleistet ist [49]. Da es sich bei TiO<sub>2</sub> im Gegensatz zu metallischem Cr und Ti um einen Isolator handelt ( $\rho_{TiO_2} \sim 10^{11} \Omega \text{ cm}$ ) [85], kann ein Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften des Platins ausgeschlossen werden. Daher wurde für die TiO<sub>2</sub>-Haftschiichten eine Schichtdicke von 45 nm gewählt, um bei dem reaktiven Sputterprozess reproduzierbare und qualitativ hochwertige Schichten zu gewährleisten.

Um den Einfluss der Schichtdicke auf die elektro-mechanischen Eigenschaften zu überprüfen, wurden Proben mit einer Pt-Schichtdicke von 25, 50 und 100 nm hergestellt. Proben mit einer geringeren Platin-Schichtdicke als 25 nm wurden nicht hergestellt, da sehr dünne Pt-Schichten bei Temperaturen über 600°C zu einem verstärkten Entnetzungsverhalten („*Dewetting*“) neigen [86, 87].

## 3.2 Post Deposition Annealing

Wie in [64, 88, 89] für unterschiedliche Abscheidemethoden beschrieben, führt eine thermische Behandlung von Pt Dünnschichten zu Stressrelaxations- und Rekristallisationsprozessen. Da die Korngröße von metallischen, polykristallinen Dünnschichten, wie in den Kapiteln 2.1.4 und 2.1.5 beschrieben, einen signifikanten Einfluss auf deren elektrische Leitfähigkeit und k-Faktor hat, muss das Auftreten dieser thermisch

induzierten Prozesse vor der elektro-mechanischen Charakterisierung ausgeschlossen werden, um auch bei höheren Temperaturen eine zuverlässige Messung zu ermöglichen. Da die maximale Messtemperatur  $T_M=500^\circ\text{C}$  beträgt, wird nach dem Abscheiden der Pt-Dünnschicht ein sogenannter „*post deposition annealing*“ Schritt bei Annealingtemperaturen  $T_a$  im Bereich von  $600^\circ\text{C}$  bis zu  $800^\circ\text{C}$  durchgeführt.

Neben der thermisch induzierten Änderung der Kristallinität der Pt Schicht können auch Diffusions- und Oxidationseffekte des Haftvermittlers während der elektro-mechanischen Charakterisierung das Ergebnis wesentlich beeinflussen. Daher wird in Kapitel 3.2.2 auch das thermisch induzierte Diffusionsverhalten der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Haftvermittler Chrom, Titan und Titandioxid nach dem *post deposition annealing* untersucht.

### 3.2.1 Thermische Stabilität der Kristallstruktur des Pt-Dünnschicht unter Schutzgasatmosphäre

Um die geeigneten *post deposition annealing* Parameter zu ermitteln, wird eine 100 nm dicke Pt(lp) Schicht mit einem 10 nm Cr Haftvermittler in einem mit Argon gespülten Röhrenofen bei  $T_a = 600, 700$  und  $800^\circ\text{C}$  für unterschiedliche Annealingzeiten  $t_a$  einem Hochtemperaturschritt unterzogen. Anschließend wird die Kristallinität der Proben durch röntgendiffraktometrische Messungen (siehe Kapitel 2.3.4) charakterisiert. Abbildung 3.1 zeigt den Einfluss des *post deposition annealing* auf die Kristallinität der Proben an Hand des Pt (111) Peaks, da dieser im aufgenommenen XRD-Spektrum der dominierende Peak ist. Der Pt (111) Peak tritt bei Referenz-Messungen an Pulverproben bei  $2\theta = 39,9^\circ$  auf.

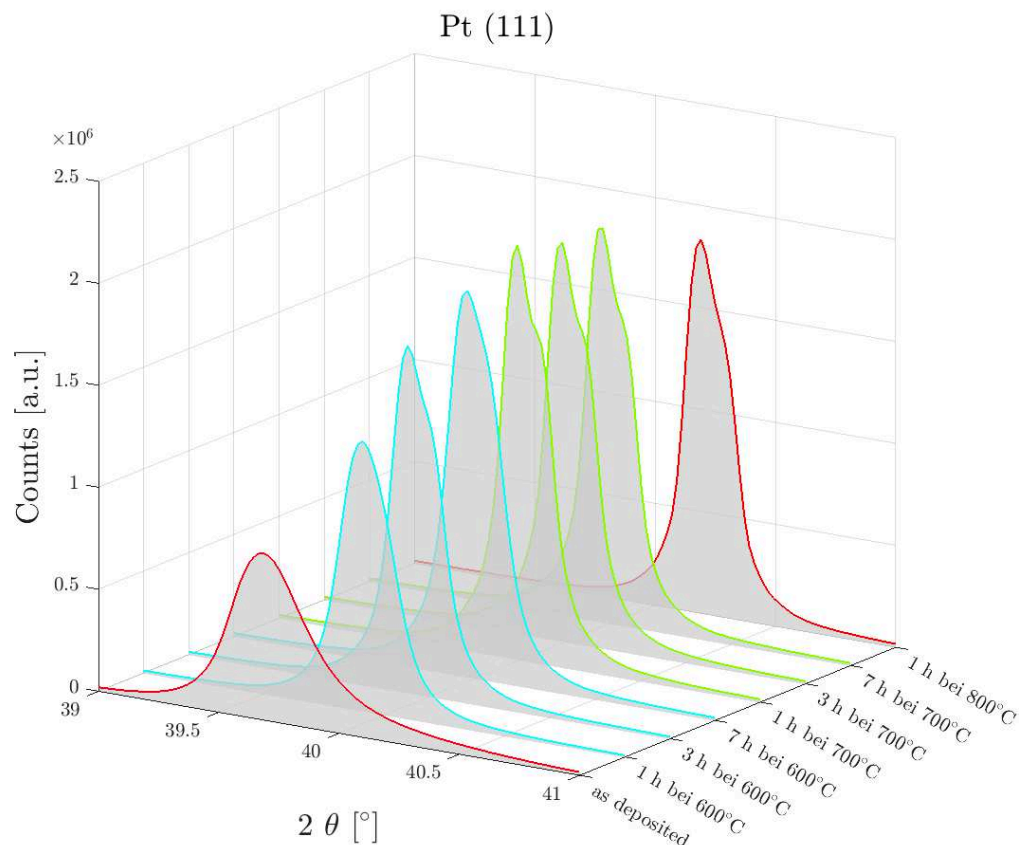


Abbildung 3.1: Pt (111)-Peakverlauf einer XRD-Messung eines 100 nm Pt(lp) Dünnschicht auf 10 nm Cr als Haftvermittler nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten unter Ar-Atmosphäre.

Wie in Abb. 3.1 gezeigt, hat ein *post deposition annealing* Schritt einen deutlichen Einfluss auf den Pt (111) Peak und damit die Kristallstruktur des Pt-Dünnsfilms. Im *as deposited* Zustand tritt der Pt (111) Peak bei  $2\theta = 39,7^\circ$  auf und weicht somit geringfügig um  $0,2^\circ$  vom Referenzwert aus der Literatur ab. Jedoch bereits nach einem *post deposition annealing* für  $t_a = 1$  h bei  $T_a = 600^\circ\text{C}$  (und auch nach allen anderen *post deposition annealing* Schritten) verschiebt sich der gemessene Pt (111) Peak zu dem erwarteten Wert von  $2\theta = 39,9^\circ$ , was auf thermisch induzierte Stressrelaxation und Defektreduktion zurückgeführt werden kann [90].

Um den Einfluss der Annealingtemperatur und -dauer genauer zu untersuchen, werden auch die Halbwertsbreiten der Pt (111) Peaks ausgewertet. Wie bereits in Kapitel 2.3.4 erwähnt, stellt das FWHM eine Kennzahl für die Kristallinität der Schicht dar. Je geringer der gemessene FWHM-Wert ist, umso höher ist der Kristallinitätsgrad der untersuchten Schicht. Zusätzlich lässt sich, wie in Kapitel 2.3.4 beschrieben, auf Basis des FWHM mit Hilfe der Scherrer-Gleichung auch der Einfluss des Annealings auf die Korngröße  $a_i$  abschätzen. Abbildung 3.2 zeigt die FWHM für alle untersuchten Proben.

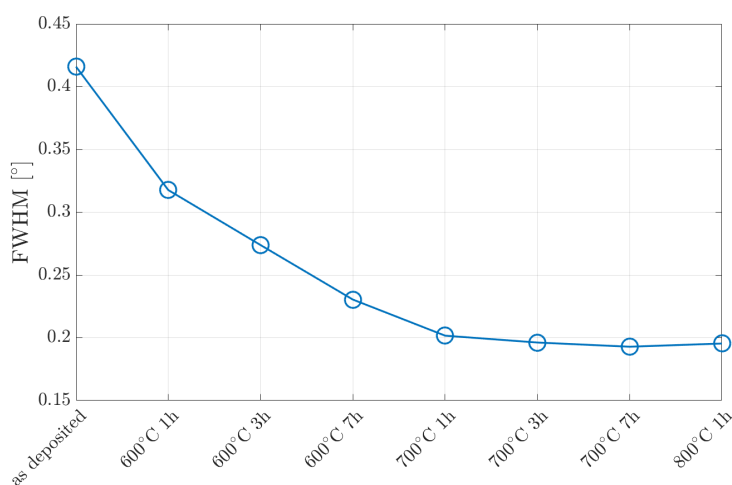


Abbildung 3.2: FWHM des Pt (111) Peaks eines 100 nm Pt-Dünnsfilms auf 10 nm Cr nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten unter Ar-Atmosphäre.

Die Auswertung des FWHM zeigt, dass der Kristallinitätsgrad während dem *post deposition annealing* bei  $T_a = 600^\circ\text{C}$  mit ansteigender Annealingdauer  $t_a$  deutlich zunimmt. Es findet also ein thermisch induzierter Rekristallisationsprozess statt und die Körner wachsen. Nach einem weiteren Kornwachstum bei einem einstündigen Annealing bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  ändern sich die Kristallinität und die Korngröße anschließend auch bei einer längerer Annealingdauer  $t_a$  oder einer höheren Annealingtemperatur von  $T_a = 800^\circ\text{C}$  nicht mehr merklich.

Auf eine genaue Untersuchung des Annealing-Einflusses auf die Pt(hp) Schichten wird verzichtet, da eine höhere Sputterleistung und Substrattemperatur bei der Abscheidung zu einer intrinsisch höheren Kristallinität der Pt-Dünnsfilme führen [91, 92]. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass die Rekristallisationsprozesse in den Pt(hp) Schichten bei gleichen Annealing-Bedingungen bereits weitgehend abgeschlossen sind und sie daher ebenfalls bei Temperaturen von bis zu  $800^\circ\text{C}$  stabil sind. Dieselbe Annahme gilt auch für Pt(lp) und Platin (hp) Dünnsfilme mit einer geringeren Schichtdicke [92]. Dies bestätigt sich auch in den später durchgeführten k-Faktor-Messungen.

Auf Grund dieser Ergebnisse wird für alle in diesem Kapitel untersuchten Proben vor der elektromechanischen Charakterisierung ein *post deposition annealing* bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h unter Ar-Atmosphäre durchgeführt.

### 3.2.2 Elektrische Stabilität der Haftsichten

Nach dem Abscheiden des 100 nm Pt(lp)-Dünnsfilms auf den jeweiligen Haftvermittler wird für alle Proben wie zuvor beschrieben ein *post deposition annealing* Schritt bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h unter Ar-Atmosphäre durchgeführt. Anschließend werden die Proben beginnend bei  $200^\circ\text{C}$  nacheinander in  $100^\circ\text{C}$ -Schritten bis  $600^\circ\text{C}$  für jeweils 6 h in Luft thermisch belastet und anschließend bei Raumtemperatur elektrisch vermessen.

Um die Stabilität der Haftvermittler zu überprüfen, wird jeweils der spezifische elektrische Widerstand  $\rho$  der Proben mit Hilfe der in Kapitel 2.3.2 beschriebenen Van-der-Pauw-Methode bestimmt. Der spezifische elektrische Widerstand  $\rho$  wird für alle Schichtsysteme direkt nach dem Abscheiden des Platins, nach dem *post deposition annealing* und nach jedem der Temperschritte an Luft gemessen.

Abbildung 3.3 zeigt die relative Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands  $\rho/\rho_0$  für alle drei Schichtsysteme nach den verschiedenen Temperatur-Schritten. Der Parameter  $\rho_0$  bezeichnet den spezifischen elektrischen Widerstand der Probe im *as deposited* Zustand bei Raumtemperatur.

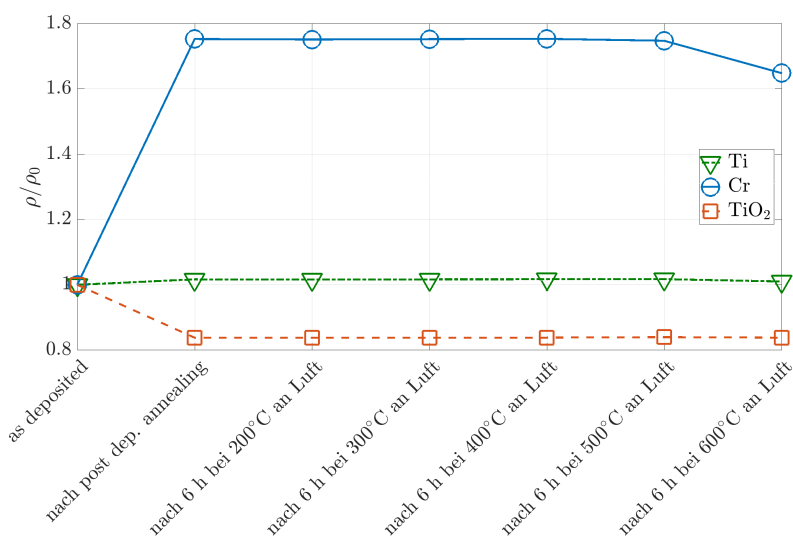


Abbildung 3.3: Relativer spezifischer elektrischer Widerstand des 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf einer Ti, Cr oder TiO<sub>2</sub> Haftsicht im *as deposited* Zustand, nach dem *post deposition annealing* bei  $700^\circ\text{C}$  für 1 h in Ar-Atmosphäre und nach unterschiedlichen Temperschritten an Luft für jeweils 6 h.

Wie in Abbildung 3.3 gezeigt, sinkt der spezifische elektrische Widerstand der TiO<sub>2</sub>/Pt-Schicht durch das *post deposition annealing* deutlich ab. Im Gegensatz dazu nimmt der spezifische elektrische Widerstand des Cr/Pt Schichtsystems durch das *post deposition annealing* deutlich zu, während er sich bei der Ti/Pt Schichtsystem kaum verändert.

Da es sich bei TiO<sub>2</sub> um einen Isolator handelt, der bereits Annealing-Temperaturen von  $800^\circ\text{C}$  ausgesetzt war, wird die Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit des TiO<sub>2</sub>/Pt-Schichtsystems hauptsächlich auf Modifikationen im Pt-Dünnsfilm zurückgeführt. Betrachtet man die Ergebnisse der zuvor in Abb. 3.1 und 3.2 gezeigten XRD-Messungen und bezieht die in Kapitel 2.1.4 beschriebene Abhängigkeit des spezifischen elektrischen Widerstandes von polykristallinen, metallischen Dünnsfilmen von ihrer Korngröße mit ein, lässt sich die Abnahme des elektrischen Widerstandes der TiO<sub>2</sub>/Pt Schichten durch das Kornwachstum in der Pt-Schicht erklären. Da der durch das *post deposition annealing* induzierte Rekristallisationsprozess auch bei den Ti/Pt bzw. Cr/Pt Schichten auftritt, muss der gleich bleibende bzw. stark ansteigende spezifische elektrische Widerstand dieser beiden Schichtsysteme auf die Oxidation bzw. die Diffusion des ebenfalls elektrisch leitenden Haftvermittlers zurückgeführt werden, welche

die Gesamtleitfähigkeit des Schichtsystems negativ beeinflusst.

Allen drei Schichtsystemen ist jedoch gemein, dass sie nach dem *post deposition annealing* in Ar bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h an Luft bei Temperaturen von bis zu  $500^\circ\text{C}$  stabil sind. Die relative Änderung ihres spezifischen elektrischen Widerstands durch die jeweils sechsstündige thermische Belastung an Luft bei Temperaturen von  $200^\circ\text{C}$  bis  $500^\circ\text{C}$  liegt jeweils unter 1 %. Während für die Schichtsysteme mit Ti und  $\text{TiO}_2$  als Haftvermittler die relative Änderung von  $\rho$  auch nach einer thermischen Belastung bei  $600^\circ\text{C}$  unter 1 % liegt, beträgt diese bei der Cr/Pt-Dünnschicht etwa 5 %. Somit sind alle drei Schichtsysteme grundsätzlich für die Realisierung von hochtemperaturstabilen Dünnschicht-DMS und für die elektro-mechanische Charakterisierung bei Messtemperaturen von bis zu  $T_M = 500^\circ\text{C}$  an Luft geeignet.

Um den Einfluss des *pre-annealing*-Schrittes, welcher zur Phasenstabilisation der  $\text{TiO}_2$  Haftschicht vor der Pt-Abscheidung durchgeführt wird, auf die elektrischen Eigenschaften der  $\text{TiO}_2/\text{Pt}$  Schichten untersuchen zu können, wurden Proben mit unterschiedlichen  $\text{TiO}_2$ -Annealingzeiten hergestellt und wie schon zuvor beschrieben mittels VdP-Messungen charakterisiert. Abbildung 3.4 zeigt die relative Änderung des spezifischen elektrischen Widerstandes  $\rho$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf unterschiedlich vorbehandelten  $\text{TiO}_2$ -Haftschichten nach verschiedenen, sechsstündigen Temperschritten an Luft.

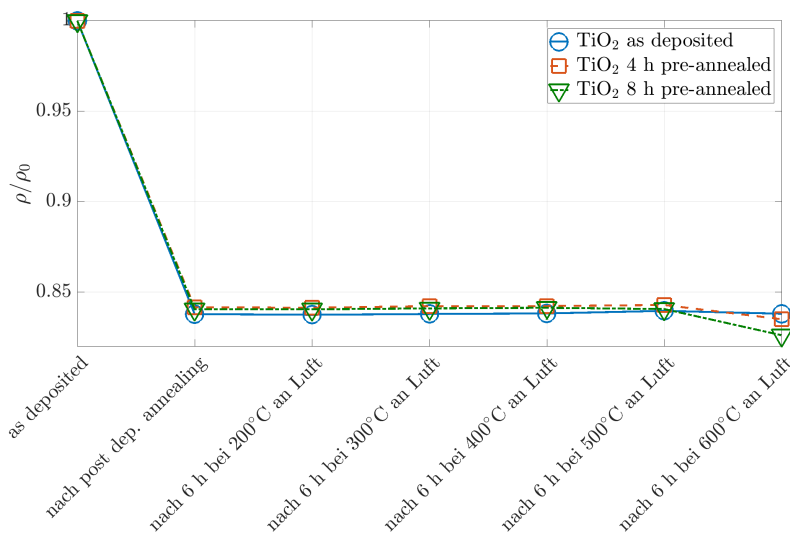


Abbildung 3.4: Relative Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf verschieden vorbehandelten 45 nm  $\text{TiO}_2$  Haftschichten im *as deposited* Zustand, nach dem *post deposition annealing* und unterschiedlichen Temper-Schritten an Luft.

Es zeigt sich, dass das Pre-Annealing zur Phasenumwandlung der  $\text{TiO}_2$  Haftschicht vor der Pt-Abscheidung bis zu einer thermischen Belastung bei  $500^\circ\text{C}$  keinen Einfluss auf die thermische Stabilität der elektrischen Eigenschaften des gesamten  $\text{TiO}_2/\text{Pt}$ -Schichtsystems hat. Die relativen Änderungen liegen unter 1 %. Erst nach einem sechsstündigen Temperschritt bei  $600^\circ\text{C}$  an Luft zeigen sich Unterschiede im Bereich von maximal 3 %. Basierend auf diesen Messergebnissen wurde bei den im Folgenden zur elektro-mechanischen Charakterisierung verwendeten  $\text{TiO}_2/\text{Pt}$  Proben die  $\text{TiO}_2$  Haftschicht vor der weiteren Pt-Abscheidung für 4 h bei  $800^\circ\text{C}$  in  $\text{O}_2$ -Atmosphäre *pre-annealed*, um jeglichen Einfluss einer etwaigen Phasentransformation während der elektro-mechanischen Charakterisierung ausschließen zu können.



### 3.3 Elektro-mechanische Stabilität der Schichtsysteme

Um die Stabilität der Schichtsysteme während der k-Faktor-Messung an Luft sicher zu stellen, wird der Einfluss der dabei auftretenden thermischen und elektro-mechanischen Belastung überprüft. Es werden die Änderung der Kristallinität der Pt-Dünnschichten sowie die Änderungen der elektrischen Eigenschaften der Schichtsysteme untersucht.

#### 3.3.1 Einfluss der thermischen und elektro-mechanischen Belastung auf die Kristallinität des Pt-Dünnschicht

Zur Untersuchung des Einflusses der Kristallinität des Platin-Dünnschicht auf die gemessenen k-Faktoren, wurde ein 100 nm Pt(lp) Mäander auf 10 nm Cr im *as deposited* Zustand, nach dem *post deposition annealing* und nach jeder temperaturabhängigen k-Faktor-Messung mittels XRD charakterisiert. Abb. 3.5 illustriert die Kristallinität der untersuchten Proben wieder an Hand des Pt(111)-Peaks, da dieser im aufgenommenen XRD-Spektrum der dominierende Peak ist.

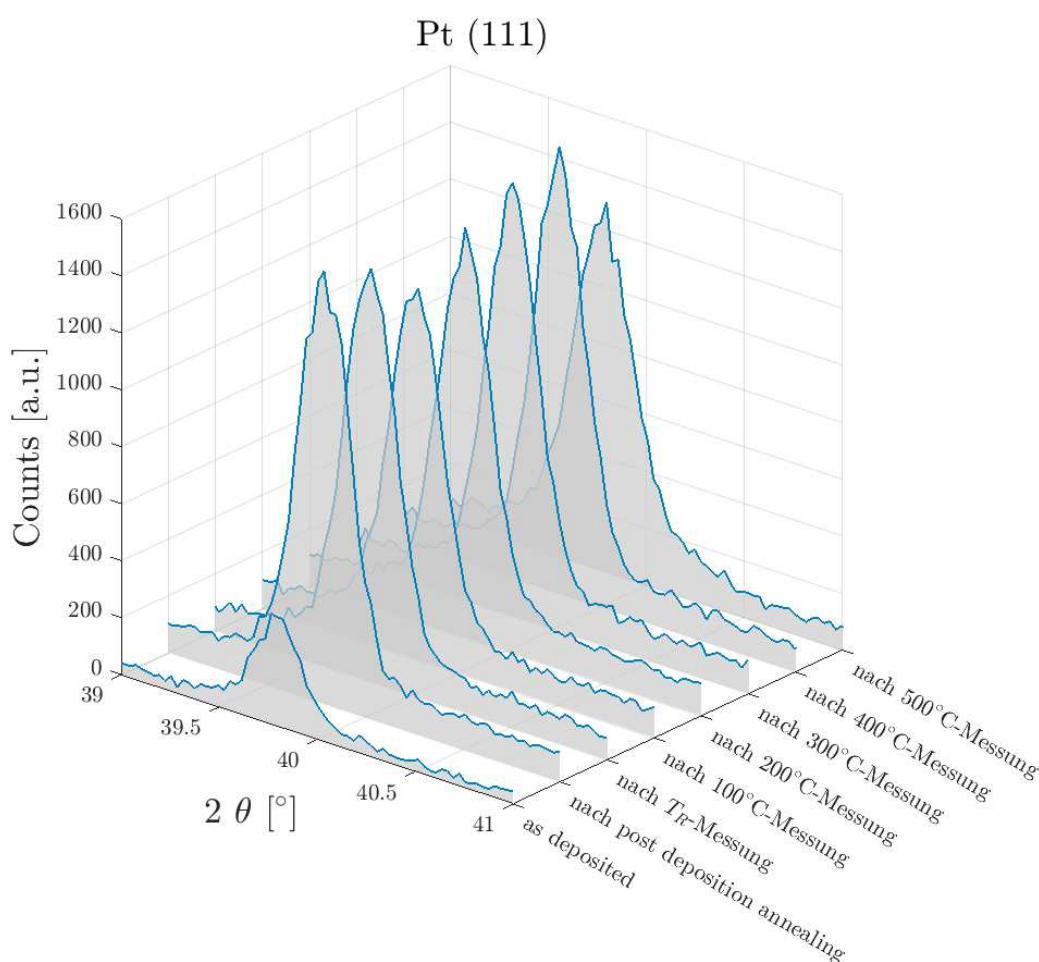


Abbildung 3.5: Pt (111)-Peaks der XRD Messung eines 100 nm Pt(lp) Dünnschicht auf 10 nm Cr im *as deposited* Zustand, nach dem *post deposition annealing* unter Ar-Atmosphäre und nach jeder temperaturabhängigen k-Faktor-Messung an Luft.

In Abb. 3.5 ist zu sehen, dass einzig das *post deposition annealing* unter Ar-Atmosphäre eine signifikante Änderung des Kristallinitätsgrades der Pt-Schicht zur Folge hat. Während der k-Faktor-Messung

ist der 100 nm Pt(lp) Dünnschicht mikrostrukturell als stabilisiert anzusehen und es kommt im Rahmen der Messgenauigkeit zu keinen signifikanten Änderungen.

### 3.3.2 Einfluss der thermischen und elektro-mechanischen Belastung auf die elektrischen Eigenschaften der Schichtsysteme

Wie bereits in Kapitel 2.3.1 beschrieben, wird bei der elektro-mechanischen Charakterisierung der Proben am k-Faktor-Messplatz der Widerstandsverlauf sowohl während der mechanischen Be- als auch der Entlastung des Balkens gemessen. Abbildungen 3.6 bis 3.8 zeigen für verschiedene Messtemperaturen  $T_M$  die relative Widerstandsänderungen  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnschicht auf den drei unterschiedlichen Haftvermittlern Cr, Ti und TiO<sub>2</sub>. In der vorliegenden Messkonfiguration wird Druckbelastung während der Auslenkung des Biegebalkens auf den Dünnschicht übertragen, da er auf der Oberseite des Balkens angeordnet ist.  $R_0$  steht dabei für den Widerstand des Mänders ohne mechanische Belastung und  $\Delta R$  für die mechanisch induzierte Widerstandsänderung bei einer gegebenen Messtemperatur. Die während der schrittweisen Zunahme der mechanischen Belastung gemessenen Widerstandsänderungen werden in den Diagrammen mit den blauen (Kreis) Datenpunkten dargestellt, der Widerstandsverlauf während der Entlastung mit roten (Quadrat) Datenpunkten. Da der Temperaturregler des Messaufbaus erst bei Messtemperaturen von 100°C und höher zuverlässig betrieben werden kann, ist die Temperatur bei den Messungen bei Raumtemperatur  $T_R$  nicht geregelt und beträgt üblicherweise 22°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ).

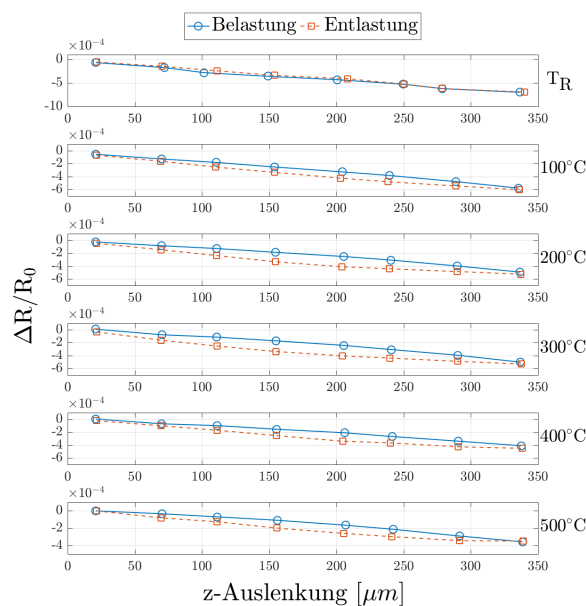


Abbildung 3.6: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnschicht auf 10 nm Cr bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Vergleicht man den Verlauf der Widerstandsänderung der drei Materialsysteme bei Raumtemperatur  $T_R$ , lässt sich kein signifikanter Unterschied erkennen. Ab einer Messtemperatur von  $T_M = 100^\circ\text{C}$  zeigt sich jedoch ein deutlich unterschiedlicher Widerstandsverlauf.

Das in Abb. 3.8 gezeigte TiO<sub>2</sub>/Pt(lp) Schichtsystem weist die erwartete lineare Abhängigkeit des Widerstandes von der z-Auslenkung auf. Die unterschiedliche Steigung des Widerstandsverlaufs bei der Be- und Entlastung lässt sich auf die nicht vollständig vermeidbare Selbsterwärmung des Messaufbaus während der Messung zurückführen. Während der pro Temperaturschritt ca. 4-5 h andauernden Messung kommt es zu einer kontinuierlichen Erwärmung des Messaufbaus samt Probe im Bereich von 0,2



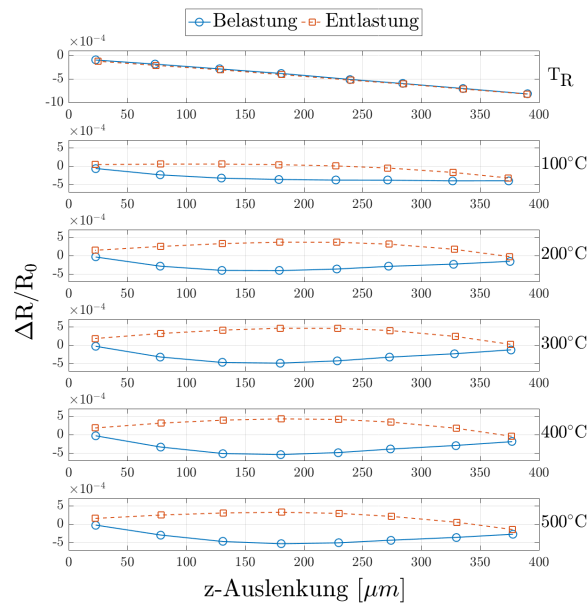


Abbildung 3.7: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Ti bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

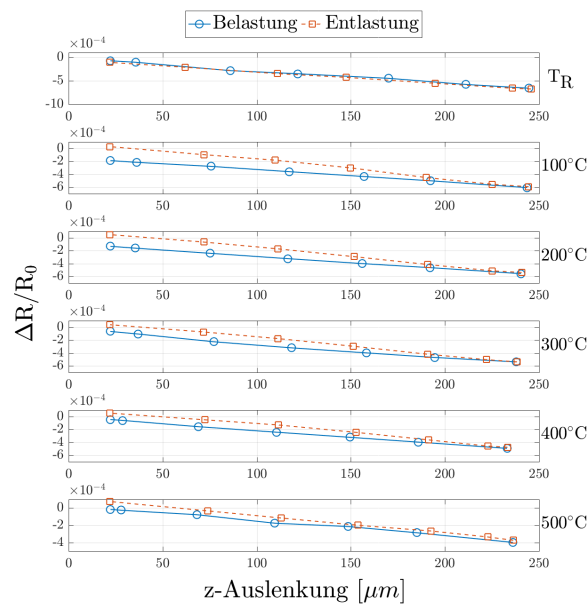


Abbildung 3.8: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 45 nm  $TiO_2$  bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

bis  $0,7^\circ\text{C}$  im Verlauf aller Be- und Entlastungszyklen während eines jeden Temperaturschrittes. Dies hat auf Grund des relativ hohen TCRs von Pt einen kontinuierlichen, messbaren Anstieg des gemessenen Widerstandes zur Folge. Während der Zunahme der Druckbelastung, welche eine Stauchung des Mäanders und damit eine Abnahme des Widerstandes zur Folge hat, führt dieser Temperaturdrift in Summe zu einer leicht verminderten Widerstandsabnahme. Im Gegensatz dazu führt bei der Entlastung des Balkens, die zu einer Widerstandszunahme führt, der Temperaturdrift zu einer leichten Überhöhung der Widerstandszunahme.

Das in Abb. 3.6 gezeigte Cr/Pt Schichtsystem weist hingegen einen nicht-linearen Widerstandsverlauf in Form einer schwachen Hysterese auf. Dieser nichtlineare Verlauf ist bei den in Abb. 3.7 zu sehenden Messungen des Ti/Pt Mäanders nochmals deutlich stärker ausgeprägt.

### 3.3.3 Elektro-mechanische Eigenschaften der Cr/Pt- und Ti/Pt-Schichtsysteme

Um den Einfluss der in Abb. 3.6 und 3.7 gezeigten Nichtlinearitäten im Verlauf der Widerstandsänderung bei der mechanischen Be- und Entlastung des Mäanders auf dessen k-Faktor zu untersuchen, werden für die Cr/Pt(lp) und Ti/Pt(lp) Schichtsysteme k-Faktor-Messungen unter Druck- und Zugbelastung durchgeführt. Abb. 3.9 und 3.10 zeigen jeweils die k-Faktoren eines 10 nm Cr / 50 nm Pt(lp) bzw. eines 10 nm Ti / 50 nm Pt(lp) Mäanders bei Druck- und Zugbelastung für Messtemperaturen bis  $T_M = 500^\circ\text{C}$ . Es sei angemerkt, dass die k-Faktoren mit Hilfe eines linearen Fits der zuvor präsentierten Messdaten berechnet werden. Dies hat bei dem Ti/Pt-Schichtsystem auf Grund der unzureichenden thermischen Stabilität und des daraus resultierenden nichtlinearen Widerstandsverlaufs einen signifikant größeren Fehler zur Folge. Die gemessenen k-Faktoren sind in Form eines Box-Plots dargestellt. Jede der farbigen Boxen steht für die mittleren 50 % der Messdaten, wobei die Einkerbung in der Box den Median angibt. Das obere und untere Quartil der Daten wird jeweils mit sogenannten „whiskers“ angegeben.

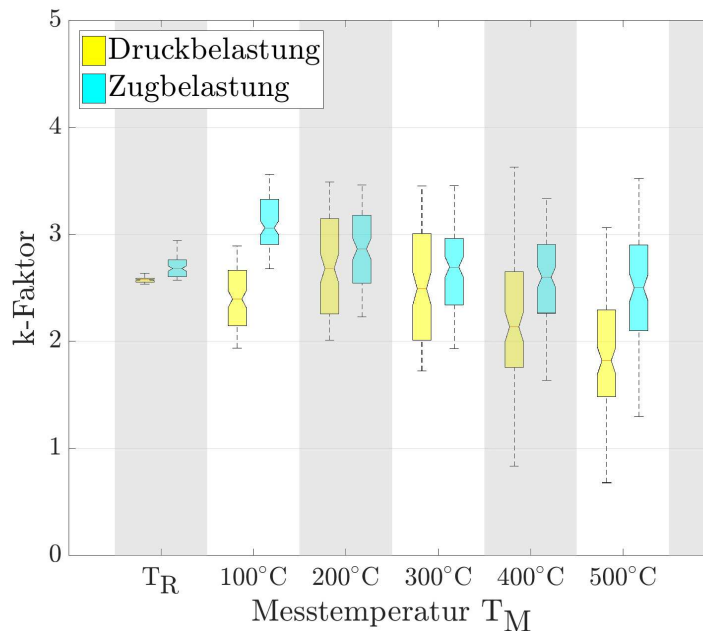


Abbildung 3.9: k-Faktoren eines 50 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung.

Bei Raumtemperatur  $T_R$  zeigen beide Schichtsysteme keinen Unterschied zwischen den bei Druck-

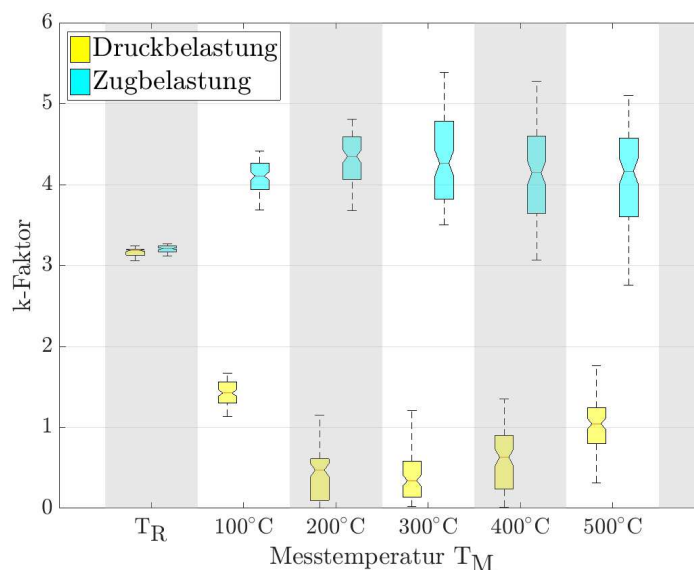


Abbildung 3.10: k-Faktoren eines 50 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Ti bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung.

oder Zugbelastung gemessenen k-Faktoren. Das Ti/Pt(lp)- Schichtsystem weist bei beiden Belastungsarten bei Raumtemperatur einen k-Faktor von 3,2 auf, das Cr/Pt(lp)-Schichtsystem einen k-Faktor von 2,6.

Bei ansteigender Messtemperatur zeigen sich bei dem Cr/Pt(lp) Mäander leichte Unterschiede im k-Faktor bei Druck- oder Zugbelastung. Unter Zugspannung wird bei Messtemperaturen ab  $T_M = 100^\circ\text{C}$  ein erhöhter k-Faktor gemessen. Zusätzlich zeigt sich, dass der k-Faktor ab Messtemperaturen von  $T_M = 400^\circ\text{C}$  beginnt abzufallen und der Median der Messdaten bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$  nur mehr im Bereich von 1,8 bis 2,5 liegt.

Im Gegensatz dazu weisen die Ti/Pt(lp) Mäander bei Messtemperaturen ab  $T_M = 100^\circ\text{C}$  unter Zug- oder Druckbelastung ein deutlich unterschiedliches elektro-mechanisches Verhalten auf. Wie in Abb. 3.10 gezeigt steigt der k-Faktor unter Zugbelastung bei  $T_M = 100^\circ\text{C}$  auf 4,1 an und bleibt anschließend bei weiter ansteigender Messtemperatur beinahe konstant. Im Gegensatz dazu fällt der unter Druckspannung gemessene k-Faktor des Ti/Pt(lp) Schichtsystems bei steigender Messtemperatur stark ab und erreicht bei  $T_M = 300^\circ\text{C}$  sein Minimum von 0,35, um anschließend wieder auf einen k-Faktor von 1,05 bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$  anzusteigen.

Betrachtet man zusätzlich das zuvor in Kapitel 3.3.2 gezeigte Be- und Entlastungsverhalten der beiden Schichtsysteme, zeigt sich, dass bei  $T_M = T_R$  die Be- und Entlastungskurven beinahe den gleichen Verlauf aufweisen und auch die gemessenen k-Faktoren der beiden Schichtsysteme unabhängig von der mechanischen Belastung beinahe gleich sind. Ab Messtemperaturen von  $T_M = 100^\circ\text{C}$  beginnen die Be- und Entlastungskurven einen von einander unterschiedlichen Verlauf aufzuweisen. Diese Unterschiede fallen bei dem Cr/Pt(lp)-Schichtsystem sehr gering aus und auch die unter Zug- und Druckbelastung gemessenen k-Faktoren haben vergleichsweise geringe Unterschiede. Im Gegensatz dazu driften die Be- und Entlastungskurven des Ti/Pt(lp) Mäanders bei höheren Messtemperaturen sehr stark auseinander und auch die gemessenen k-Faktoren unter Zug- und Druckbelastung sind signifikant unterschiedlich.

Um außerdem die statistische Verteilung der gemessenen k-Faktoren bei den unterschiedlichen Messtemperaturen genauer zu analysieren, werden in Abb. 3.11 und 3.12 beispielhaft die Histogramme der unter Druckbelastung ermittelten k-Faktoren des Ti/Pt(lp) und des Cr/Pt(lp) Mäanders bei Raumtem-

peratur  $T_R$  sowie bei den Messtemperaturen  $T_M = 100^\circ\text{C}$  und  $T_M = 500^\circ\text{C}$  gezeigt.

Es zeigt sich bei Raumtemperatur  $T_R$  für beide Schichtsysteme eine Gaußsche Verteilungskurve der ermittelten k-Faktoren um den Median. Ab einer Messtemperatur von  $T_M = 100^\circ\text{C}$  führt das in Abb. 3.6 bzw. 3.7 gezeigte unterschiedliche elektro-mechanische Verhalten bei der Be- und Entlastung dazu, dass sich zwei leicht versetzte Gauß'sche Verteilungskurven bilden. Diese überlappen bei ansteigender Messtemperatur  $T_M$ , sodass auf Grund der größeren Temperaturschwankung eine Gauß-Funktion mit deutlich größerer Standardabweichung resultiert.

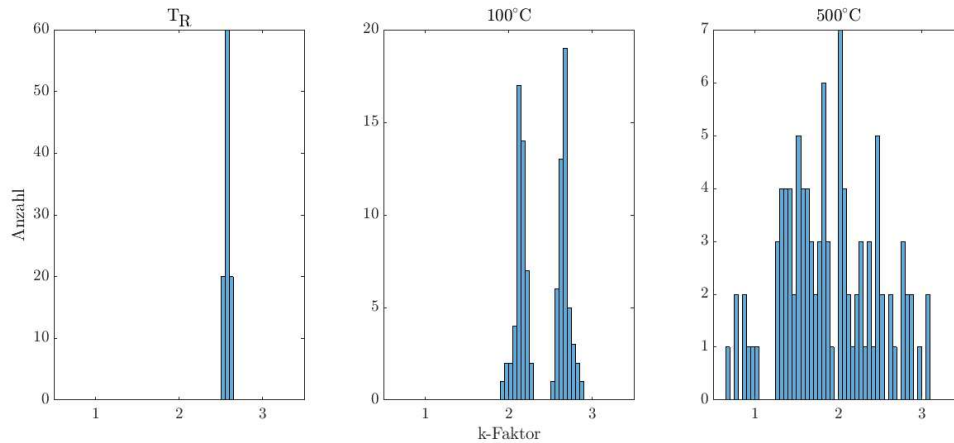


Abbildung 3.11: Histogramm der unter Druckspannung ermittelten k-Faktoren eines Cr/Pt(lp) Mäanders bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$ .

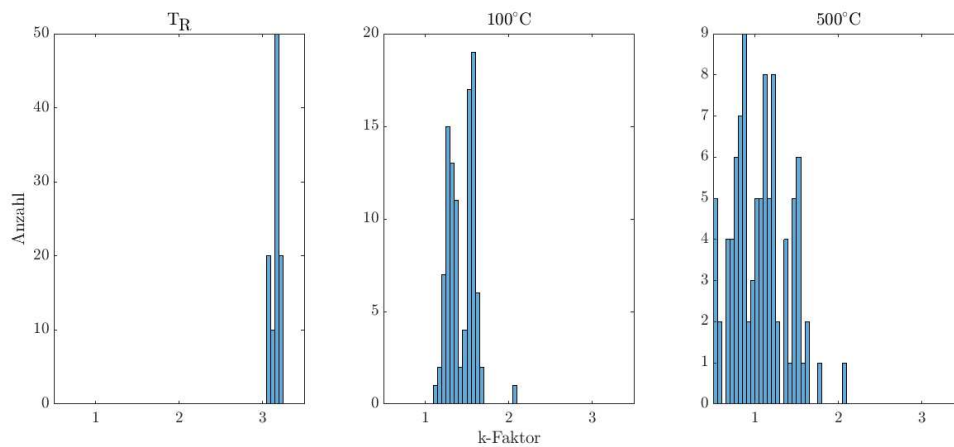


Abbildung 3.12: Histogramm der unter Druckspannung ermittelten k-Faktoren eines Ti/Pt(lp) Mäanders bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$ .

### 3.3.4 Untersuchung der Mikrostruktur und der chemischen Zusammensetzung der Schichtsysteme

Um den Einfluss der Haftvermittlerwahl auf die elektro-mechanischen Eigenschaften der Pt-Dünnschichten genauer zu untersuchen, wurden an allen drei Schichtsystemen TEM-Analysen und EDX *line scans* durchgeführt. Das in den in Abb. 3.13 und 3.14 vorhandene Palladium (Pd) bzw. Wolfram (W) und die darüber liegenden Schichten wurden bei der Herstellung der TEM-Lamellen als Schutzschicht aufgebracht und sind nicht Teil der zuvor untersuchten Proben. Die Höhe der Peaks (*counts*) bei den

EDX-Messungen wird neben der Detektorempfindlichkeit für die unterschiedlichen Materialien auch von der Dicke der TEM-Lamelle bestimmt und lässt daher nur eine qualitative Aussage zu.

Wie in den TEM-Bildern in Abb. 3.13 zu sehen ist, führt ein *post deposition annealing*-Schritt bei 700°C unter Ar-Atmosphäre für eine Stunde bei den Cr/Pt Schichtsystemen zu einer starken Diffusion des Chroms. Nach dem Annealing-Schritt ist beinahe das gesamte Cr in oder durch den Pt-Dünnsfilm diffundiert. Betrachtet man die in Abb. 3.14 gezeigten EDX *line scans*, so zeigt sich, dass sich das Cr gleichmäßig im Pt Dünnsfilm verteilt und an der Oberfläche trotz der inerten Gasatmosphäre eine  $\text{Cr}_x\text{O}_y$ -Schicht bildet.

Bei dem Ti/Pt-Schichtsystem hat das *post deposition annealing* eine deutlich schwächere Diffusion des Titans in den Pt-Dünnsfilm zur Folge und es verbleibt noch ein Großteil des Titans als Haftschicht am Interface zum Substrat. Es zeigt sich in den EDX *line scans*, dass keine Oxidation des Titans an der Oberfläche des Pt-Dünnsfilms auftritt.

Diese beiden Beobachtungen bestätigen auch die in Kapitel 3.2.2 getätigte Annahme, dass sich die durch das *post deposition annealing* verursachte Änderung des spezifischen Widerstandes der Ti/Pt und Cr/Pt Schichtsysteme hauptsächlich auf Diffusions- und Oxidationsprozesse zurückführen lässt.

Im Gegensatz dazu lässt sich bei dem  $\text{TiO}_2$ /Pt-Schichtsystem keine Änderung der Schichtstruktur auf Grund des *post deposition annealing* Schrittes feststellen. Sowohl in den in Abb. 3.13 gezeigten TEM-Analysen als auch in den in Abb. 3.14 gezeigten *line scans* lassen sich keine Oxidations- oder Diffusionsprozesse nachweisen.

Die stark nichtlineare Be- und Entlastungskurve des Ti/Pt Mäanders und die deutliche Differenz des k-Faktors unter Zug- oder Druckbelastung scheint ein Resultat der noch nicht abgeschlossenen Diffusion und Oxidation der Ti-Haftschicht zu sein. Während die Diffusion und die Oxidation der Haftschicht bei der Cr/Pt Doppelschicht bereits als komplett abgeschlossen betrachtet werden kann und es bei der  $\text{TiO}_2$  Haftschicht bei Temperaturen von  $T < 700^\circ\text{C}$  zu keiner thermisch induzierten Diffusion kommt, treten bei den Ti/Pt-Mäandern während der k-Faktor-Messungen an Luft bei Messtemperaturen ab  $T_M = 100^\circ\text{C}$  weitere Diffusions- und Oxidationsprozesse auf, welche die Gesamtstabilität der Schicht negativ beeinflussen [93, 94]. Auch die Rohdaten der k-Faktor-Messungen unterstützen diese Annahme, da der Anstieg des elektrischen Widerstands der mechanisch unbelasteten Mäander beispielsweise bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$  bei dem Ti/Pt Schichtsystem im Vergleich zu den Cr/Pt und  $\text{TiO}_2$ /Pt Dünnsfilmen viermal so hoch ist. Bei den Cr/Pt- und den  $\text{TiO}_2$ /Pt-Mäandern kann dieser Anstieg, wie bereits in Kapitel 3.3.2 beschrieben, durch das leichte Erwärmen des gesamten Messaufbaus während der Messung erklärt werden. Der deutlich stärkere Anstieg bei dem Ti/Pt-Mäander ist daher wohl auf die zusätzlich ablaufenden Diffusions- und Oxidationsprozesse zurückzuführen.

In der Arbeit von Sören Fricke [42] wird über eine ähnliche Diskrepanz im k-Faktor unter Zug- oder Druckbelastung bei Temperaturen oberhalb der Raumtemperatur berichtet. Im Gegensatz zu den hier präsentierten Dünnsfilmen wird für die Pt-Dünnschicht-DMS in der Arbeit von Sören Fricke jedoch eine Platinoxid Schicht als Haftvermittler verwendet und die Pt-Schichten werden bei sehr viel höheren Leistungen von 4 W/cm<sup>2</sup> und mehr (im Vergleich zu 0,5 bis 1,9 W/cm<sup>2</sup> in dieser Arbeit) gesputtert. Beachtet man jedoch die in [95] beschriebene begrenzte Stabilität von Platinoxiden bei erhöhten Temperaturen, könnte die Änderung der Haftschicht auch bei den in [42] untersuchten Platin-Mäandern der Grund für das unterschiedliche Verhalten unter Zug- bzw. Druckspannung sein.

Obwohl die in Abb. 3.3 gezeigte Untersuchung des Einflusses der Haftschichten auf die thermische Stabilität des elektrischen Widerstands darauf schließen lässt, dass alle drei untersuchten Materialsysteme temperaturstabil sind, scheint dies bei dem Ti/Pt(lp) Schichtsystem nicht auf die elektromechanischen Eigenschaften zuzutreffen. Titan erweist sich daher auf Grund des in Abb. 3.7 und 3.10 nachgewiesenen negativen Einflusses als ungeeignetes Haftvermittlermaterial für hochtemperaturtaug-



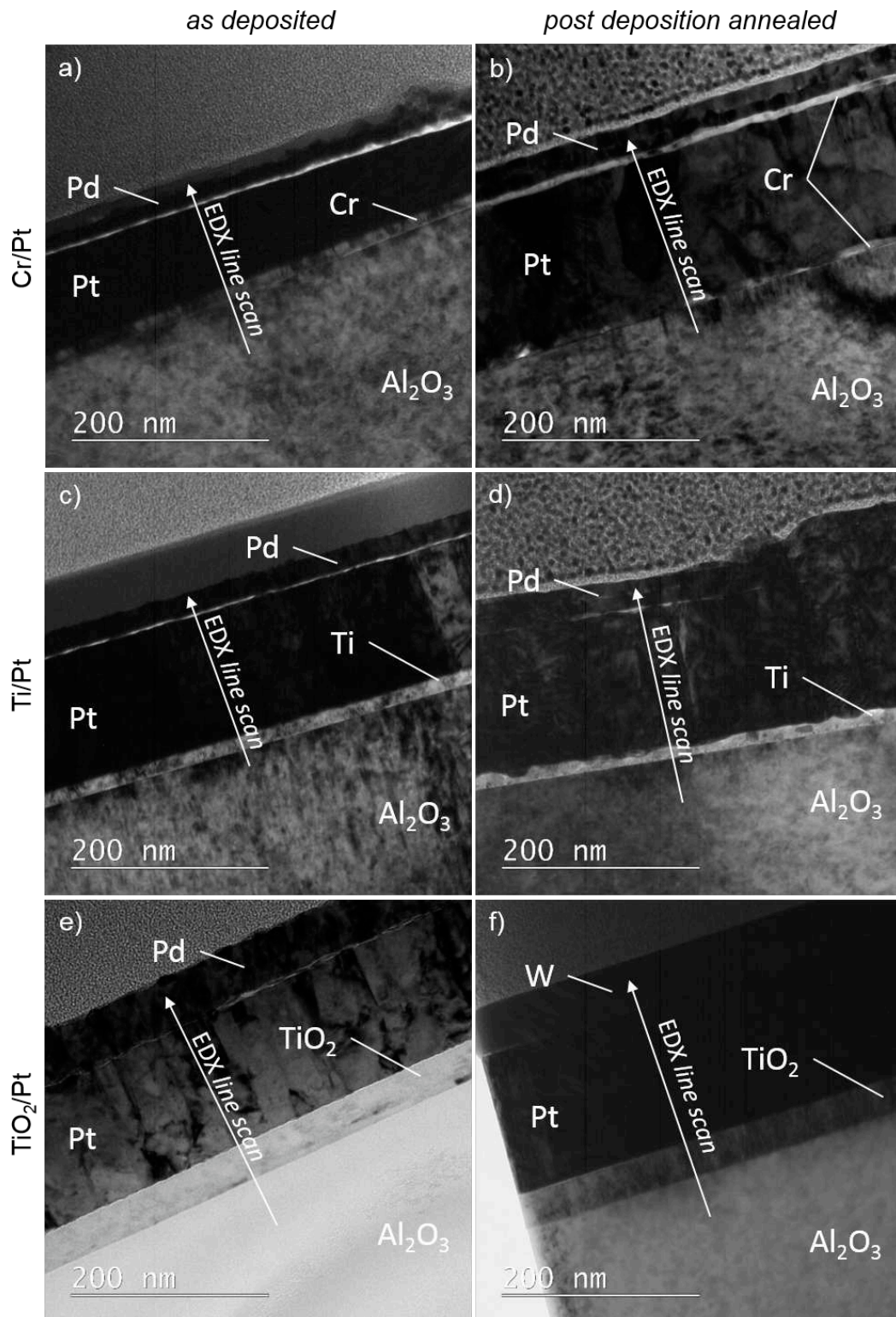


Abbildung 3.13: TEM-Bilder von 100 nm Pt(lp) Dünnsfilmen auf Cr, Ti und TiO<sub>2</sub> als Haftermittler im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 700°C für 1 h unter Ar-Atmosphäre.

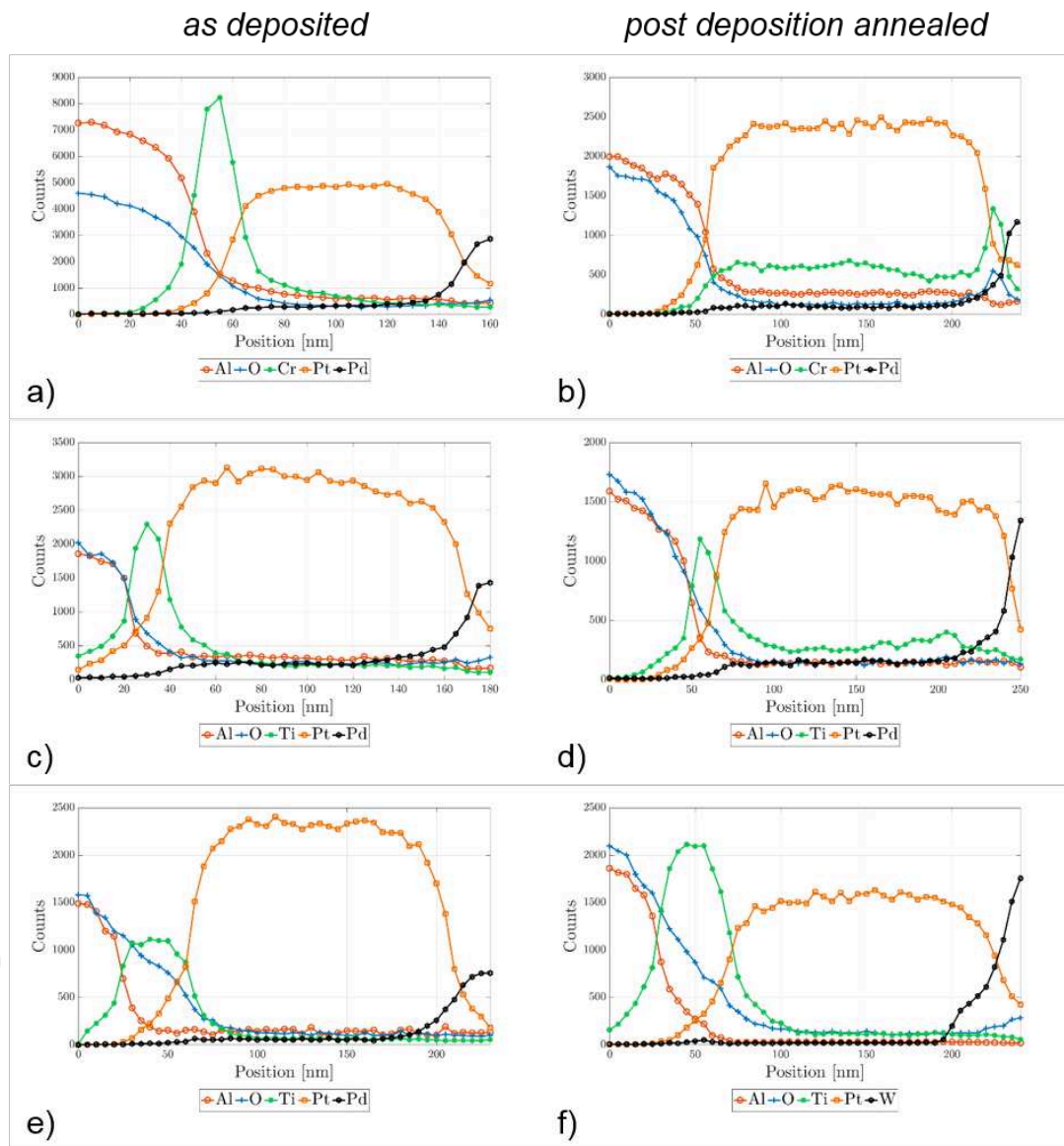


Abbildung 3.14: EDX line scans von 100 nm Pt(lp) Dünnschichten auf Cr, Ti und TiO<sub>2</sub> als Haftmittler im *as deposited* Zustand und nach dem *post deposition annealing* bei 700°C für 1h unter Ar-Atmosphäre.



liche Pt-Dünnfilm-DMS und wird daher bei den folgenden Untersuchungen des k-Faktors nicht weiter untersucht.

### 3.4 Einfluss der Schichtdicke, Haftschrift und Sputterparameter auf den k-Faktor von Pt-Dünnfilmen

Nachdem die elektro-mechanische Stabilität der verschiedenen Schichtsysteme eingehend untersucht wurde, können zuverlässige k-Faktor-Messungen zur Untersuchung des Einflusses der Schichtdicke, der Haftschrift und der Sputterparameter auf den k-Faktor von Pt-Dünnfilmen bei Messtemperaturen bis zu 500°C durchgeführt werden.

#### 3.4.1 Einfluss der Schichtdicke auf den k-Faktor

Um den Einfluss der Pt-Schichtdicke auf den k-Faktor zu untersuchen, werden 25, 50 und 100 nm dünne Pt(lp) Mäander mit 10 nm Cr als Haftvermittler im k-Faktor-Messplatz unter Druckbelastung charakterisiert. Abb. 3.15 zeigt die ermittelten k-Faktoren für die drei unterschiedlich dicken Schichtsysteme bei Messtemperaturen  $T_M$  bis zu 500°C an Luft.

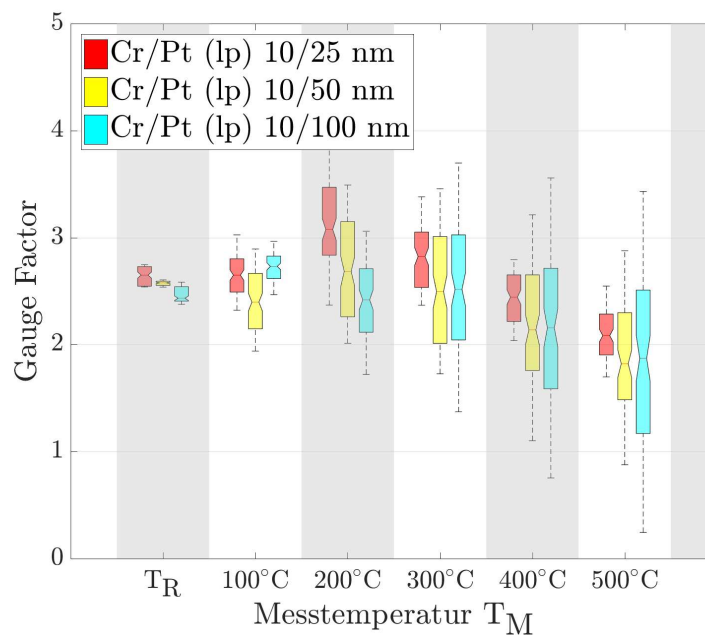


Abbildung 3.15: k-Faktor von 25, 50 und 100 nm Pt(lp) Dünnfilmen auf 10 nm Cr unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Ausgehend von einem k-Faktor von rund 2,5 bei Raumtemperatur sinkt der k-Faktor mit ansteigender Messtemperatur  $T_M$  auf ca. 1,9 bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$ . Ein signifikanter Einfluss der Schichtdicke auf die gemessenen k-Faktoren kann nicht festgestellt werden. Dies deckt sich mit den in Kapitel 2.1.6 illustrierten Berechnungen auf Basis des T-T-P-Modells. Es lässt sich außerdem für alle Schichtdicken wie schon bereits in [42] berichtet ein deutliches Absinken des k-Faktors bei ansteigender Temperatur erkennen. Dies kann, wie in [42] eingehend diskutiert, auf die starke Zunahme der Gitterschwingungen bei ansteigender Temperatur zurückgeführt werden, welche eine temperaturbedingte signifikante Verringerung der effektiven mittleren freien Weglänge der Elektronen  $l_e$  zur Folge hat. Der Einfluss der

mechanischen Belastung auf die effektive mittlere freie Weglänge der Elektronen nimmt daher ab und dies führt zu einem verminderten k-Faktor.

Als einzig signifikanter Unterschied lässt sich beobachten, dass die Streubreite der Messdaten mit zunehmender Schichtdicke vor allem bei höheren Messtemperaturen  $T_M$  deutlich zunimmt.

### 3.4.2 Einfluss des Haftvermittlers auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilm DMS

Wie bereits in den Kapiteln 3.3.2 und 3.3.3 gezeigt, hat der verwendete Haftvermittler erhebliche Auswirkungen auf die elektro-mechanische Stabilität der Pt-Dünnsfilm-DMS. Um auch den Einfluss der Haftschiicht auf den k-Faktor der Schichtsysteme zu untersuchen, werden 100 nm Pt(lp) Dünnsfilme auf 10 nm Cr oder 45 nm  $\text{TiO}_2$  am k-Faktor-Messplatz charakterisiert.

Abbildung 3.16 zeigt den Vergleich der k-Faktoren für die Cr/Pt(lp) bzw.  $\text{TiO}_2$ /Pt(lp)-Schichten bei Druckbelastung. Es zeigt sich, dass der k-Faktor des  $\text{TiO}_2$ /Pt(lp) Schichtsystems bei allen Messtemperaturen  $T_M$  signifikant über dem des Cr/Pt(lp) liegt und die Haftschiicht somit nicht nur einen nachhaltigen Einfluss auf die elektro-mechanische Stabilität der Dünnsfilm-DMS hat, sondern auch den k-Faktor maßgeblich beeinflusst.

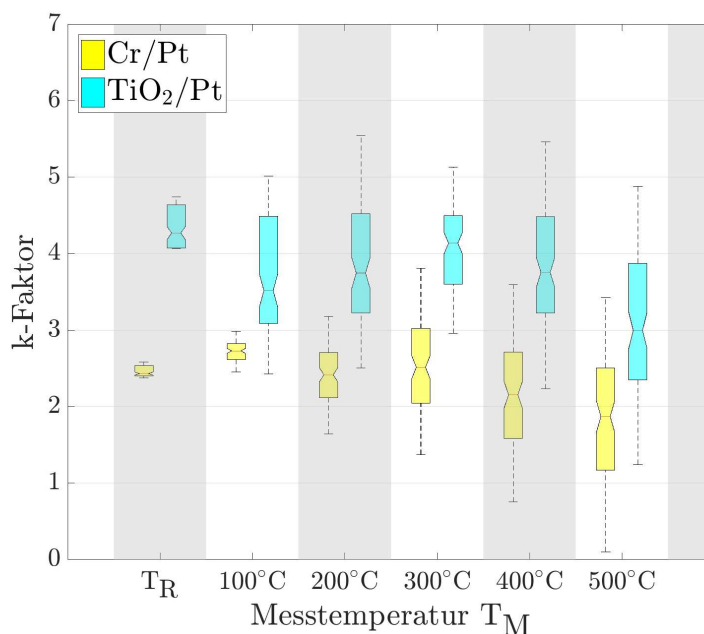


Abbildung 3.16: k-Faktoren von 100 nm Pt(lp) auf 10 nm Cr bzw. 45 nm  $\text{TiO}_2$  unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Das in Kapitel 2.1.5 beschriebene T-T-P-Modell für den Dehnungskoeffizienten polykristalliner Dünnsfilme besagt, dass der k-Faktor von 100 nm dünnen Pt-Schichten hauptsächlich von der durchschnittlichen Korngröße  $a_i$  und dem isotropen Transmissionskoeffizienten für Elektronen an Korngrenzen  $\tau$  abhängt. Da beide in Abb. 3.16 verglichenen Pt-Dünnsfilme bei gleicher Substrattemperatur und mit gleicher Sputterleistung abgeschieden wurden, kann man davon ausgehen, dass es keinen signifikanten Unterschied in ihrer durchschnittlichen Korngröße  $a_i$  gibt.

Es ist deshalb zu vermuten, dass der deutlich höhere k-Faktor der  $\text{TiO}_2$ /Pt Mäander seinen Ursprung in einem unterschiedlichen Transmissionskoeffizienten  $\tau$  hat. Wie in Abb. 2.5 gezeigt, steigt der k-Faktor – unabhängig von der durchschnittlichen Korngröße  $a_i$  – mit steigendem  $\tau$  an. Wie in Abb. 3.13 und 3.14 gezeigt, führt das *post deposition annealing* zu einer Diffusion und Oxidation des Cr-Haftvermittlers,

während der  $\text{TiO}_2$  Haftvermittler unverändert bleibt. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass diese mit der Cr-Schicht verbundenen Diffusions- und Oxidationseffekte die Elektronentransmission zwischen den Pt-Körnern behindern und damit den k-Faktor negativ beeinflussen.

### 3.4.3 Einfluss des Sputterparameter auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilm DMS

Zur Untersuchung des Einflusses der Sputterleistung und der Substrattemperatur während der Abscheidung auf die elektro-mechanischen Eigenschaften der Pt-Dünnsfilme werden 50 nm dünne Pt(lp) bzw. Pt(hp) Mäander auf einer jeweils 10 nm dünnen Cr-Haftschrift hergestellt und am k-Faktor-Messplatz charakterisiert. Da der HF-Lift-Off-Prozess für die Pt(hp) Schichten bei dünneren Schichtdicken wesentlich zuverlässiger ist und die Schichtdicke, wie in Abb. 3.15 gezeigt, keinen signifikanten Einfluss auf den k-Faktor hat, werden 50 nm dünne Pt-Schichten untersucht.

Es zeigt sich, dass die Sputterleistung und die Substrattemperatur während der Abscheidung ebenfalls einen erheblichen Einfluss auf den k-Faktor des Dünnsfilm-DMS haben. Wie in Abbildung 3.17 deutlich zu sehen ist, weist das Cr/Pt(hp) Schichtsystem bei allen Messtemperaturen  $T_M$  einen signifikant höheren k-Faktor auf als die Cr/Pt(lp) Doppelschicht.

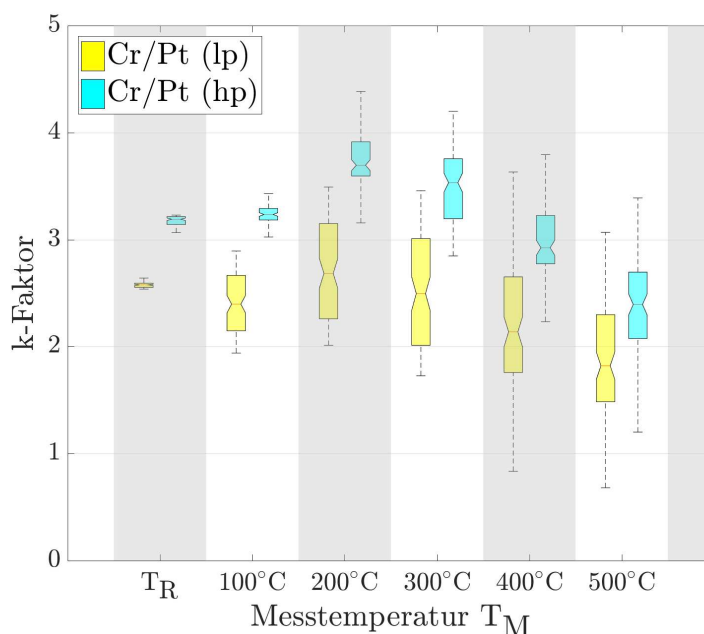


Abbildung 3.17: k-Faktoren von 50 nm Pt(lp) bzw. Pt(hp) auf 10 nm Cr unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Wie in [91, 96] beschrieben, führen eine höhere Sputterleistung sowie eine höhere Substrattemperatur bei der Abscheidung von polykristallinen, metallischen Dünnsfilmen zu einem höheren Kristallinitätsgrad und einer höheren, mittleren Korngröße  $a_i$ . Um den Einfluss der Sputterparameter auf das Schichtgefüge der zuvor untersuchten Mäander genauer zu untersuchen, werden von Cr/Pt(lp) und Cr/Pt(hp) Schichtsystemen TEM-Bilder erstellt.

In Abb. 3.18 (a) ist das Schichtgefüge eines Cr/Pt(hp) Mäanders nach dem *post deposition annealing* sowie der Charakterisierung am k-Faktor-Messplatz zu sehen. Es zeigt sich eine polykristalline Mikrostruktur mit einer durchschnittlichen Korngröße  $a_i$  von ca. 60 bis 70 nm. Im Gegensatz dazu lassen sich in den (HR)TEM-Aufnahmen des Cr/Pt(lp)-Schichtsystems in Abb. 3.18 (b) und (c) keine Pt-Körner erkennen. Dies deutet auf eine amorphe bzw. nanokristalline Mikrostruktur des Pt(lp)-Dünnsfilms hin.

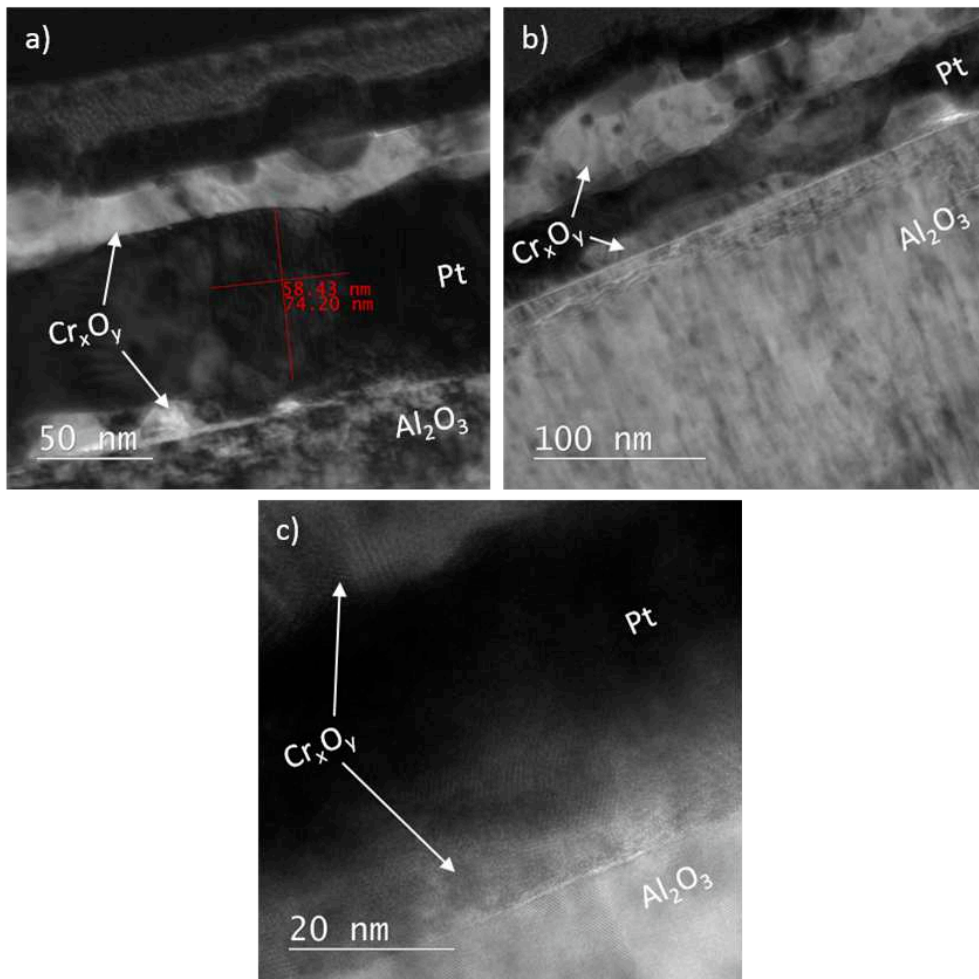


Abbildung 3.18: (HR)TEM-Bilder eines (a) Pt(hp) und (b) & (c) Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr nach dem einstündigen *post deposition annealing* bei 700°C unter Ar-Atmosphäre sowie k-Faktor-Messungen bis zu 500°C an Luft.

Die in Abb. 2.1 bis 2.5 in Kapitel 2.1.6 präsentierten Berechnungen auf Basis des T-T-P Modells verdeutlichen eine starke Abhängigkeit des k-Faktors von der durchschnittlichen Korngröße  $a_i$ . Betrachtet man die in Abb. 3.18 gezeigten Bilder des Schichtgefüges der beiden Pt-Schichtsysteme, kann der deutlich höhere k-Faktor des Pt(hp) Dünnsfilms daher auf die signifikant höhere Korngröße  $a_i$  des Pt(hp) Dünnsfilms zurückgeführt werden.

### 3.5 Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands der Pt-Dünnsfilme

Wie bereits in Kapitel 2.3.1 dargelegt, ist der vergleichsweise hohe Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes von Platin der Grund dafür, dass bereits kleinste Temperaturschwankungen die k-Faktormessung parasitär beeinflussen. Daher ist es für die Hochtemperatur-Anwendung von Pt-Dünnschicht-DMS wichtig, deren Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands zu bestimmen, um das Ausmaß der Querempfindlichkeit abschätzen zu können.

Um den TCR der zuvor am k-Faktor-Messplatz charakterisierten Schichtsysteme zu bestimmen, wurden die bei jedem Temperaturschritt bei mechanisch unbelasteter Probe ermittelten Widerstandswerte

mit Hilfe eines MATHEMATICA Skripts an die in Kapitel 2.1.2 gezeigte Formel des TCRs gefittet und so der lineare und quadratische Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands bestimmt. Abb. 3.19 bis 3.21 zeigen die Messdaten, den berechneten Fit sowie den linearen und quadratischen TCR der  $\text{TiO}_2/\text{Pt}(\text{lp})$ -,  $\text{Cr}/\text{Pt}(\text{lp})$ - und  $\text{Cr}/\text{Pt}(\text{hp})$ -Schichtsysteme.

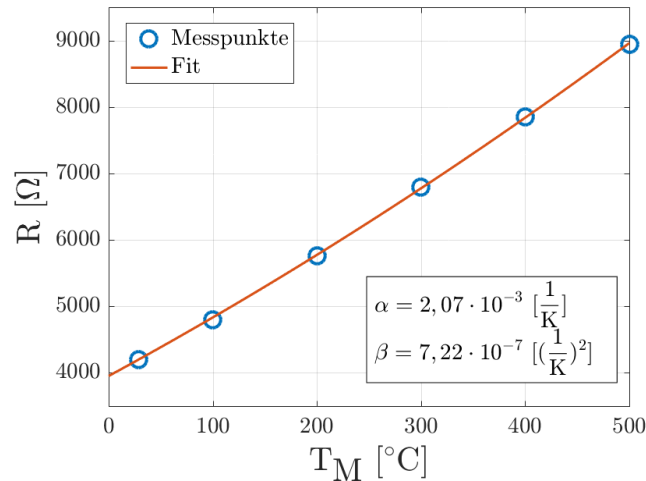


Abbildung 3.19: Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm  $\text{Pt}(\text{lp})$  Mäanders auf 45 nm  $\text{TiO}_2$ .

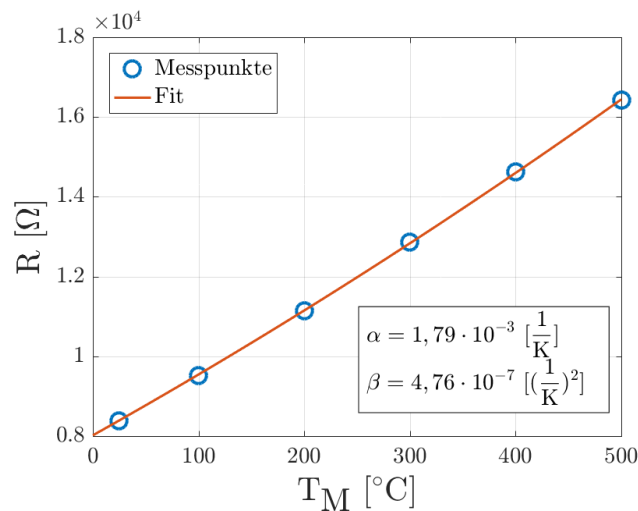


Abbildung 3.20: Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm  $\text{Pt}(\text{lp})$  Mäanders auf 10 nm Cr.

Es zeigt sich, dass bei allen drei Schichtsystemen der TCR unter dem in der Literatur genannten Wert von  $\alpha_{Pt} = 3,85 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  [48] liegt. Dies liegt wie in [48] beschrieben, sehr wahrscheinlich an der geringen Kristallinität der untersuchten Proben sowie an dem Cr, das aus der Haftschrift in Platin-Schicht diffundiert ist und den TCR verringert. Diese beiden Effekte beeinflussen jedoch auch den k-Faktor der Proben und bei einer Optimierung der Sputter-Parameter zur Verbesserung des k-Faktors würde auch der TCR der Pt-Schichten steigen. Dies führt dazu, dass Platin-DMS auf jeden Fall eine stabile und verlässliche Temperaturkompensation benötigen, um eine präzise Messung der mechanischen Dehnungswerte zu ermöglichen.

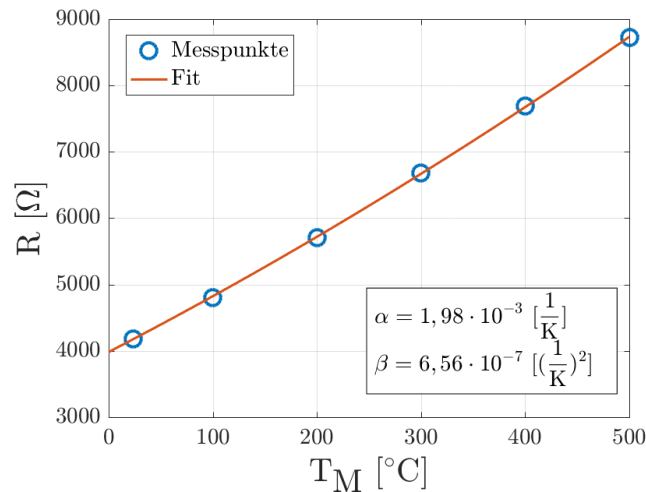


Abbildung 3.21: Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm Pt(hp) Mäanders auf 10 nm Cr.

### 3.6 Zusammenfassung

Die in Kapitel 3.4 präsentierten Messergebnisse lassen erkennen, dass die Kristallinität des Pt-Dünnsfilms sowie das Diffusions- bzw. Oxidationsverhalten der Haftschrift einen signifikanten Einfluss auf den k-Faktor von Pt-Dünnsfilm-DMS haben.

In Übereinstimmung mit dem T-T-P-Modell zeigt sich, dass sich bei höherer Sputterleistung und Substrattemperatur bei der Abscheidung von Cr/Pt-DMS größere Pt-Körner bilden und dadurch ein höherer k-Faktor erreicht werden kann. Im Vergleich mit den in Sören Fricke's Arbeit [42] präsentierten Werten weisen die Cr/Pt-DMS bei Raumtemperatur  $T_R$  einen niedrigeren k-Faktor auf. Dies ist teilweise auf die niedrigere Sputterleistung bei der Pt-Abscheidung der Cr/Pt-DMS zurückzuführen. Außerdem kann vermutet werden, dass zumindest Teile des Cr-Haftvermittlers in die Pt-Schicht eindiffundieren und die Elektronentransmission durch die Pt-Korngrenzen herabgesetzt wird. Daraus resultiert ein geringerer k-Faktor. Dieser Effekt konnte durch das Verwenden von einem  $TiO_2$ -Haftvermittler vermieden werden. Die untersuchten  $TiO_2$ /Pt-DMS weisen bei Raumtemperatur einen mit [42] vergleichbaren k-Faktor auf.

In Kapitel 3.3 wird gezeigt, dass die Verwendung von Titan als Haftschrift zu einer unzureichenden thermischen Stabilität des Pt-Dünnsfilm-DMS führt. Bei Messtemperaturen  $T_M = 100^\circ\text{C}$  und höher kann ein nichtlineares Verhalten der Widerstandsänderung bei der mechanischen Be- und Entlastung beobachtet werden, welches wiederum zu einem unterschiedlichen k-Faktor unter Zug- und Druckbelastung führt. Ein ähnliches Verhalten wird auch in [42] beschrieben. Ebenso tritt bei allen hier präsentierten Schichtsystemen die in [42] beschriebene signifikante Reduktion des k-Faktors bei steigender Temperatur auf.

Es wird gezeigt, dass durch die Wahl von geeigneten Sputterparametern und einer temperaturstabilen Haftschrift Pt-Dünnsfilm-DMS mit k-Faktoren größer als 4 hergestellt werden können, die für den Einsatz in Hochtemperaturanwendungen geeignet sind. Auf Grund des hohen TCRs von Platin ist jedoch eine exakte Temperaturkompensation notwendig, um eine verlässliche Dehnungsmessung bei sich verändernden Umgebungstemperaturen garantieren zu können.

## Kapitel 4

# Elektro-mechanische Eigenschaften von AlN/Pt-Multilayern

Wie in Kapitel 3 gezeigt, haben Platin-Dünnschichten einen vergleichsweise hohen positiven Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands und erfordern daher eine verlässliche Temperaturkompensation, um bei sich ändernden Messtemperaturen präzise Dehnungsmessungen zu ermöglichen. Aus diesem Grund wird in Kapitel 4 ein Ansatz untersucht, mit dem der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands von Platin-basierten Dünnschichten reduziert werden kann, ohne dabei die elektro-mechanischen Eigenschaften negativ zu beeinflussen bzw. diese im Idealfall sogar zu verbessern. Dies soll durch eine geeignete Kombination der Pt-Dünnschichten mit anderen, robusten Materialien, welche einen negativen TCR aufweisen, erreicht werden.

Berücksichtigt man die Anforderungen einer Hochtemperaturanwendung in korrosiver Umgebung an die chemische und thermische Stabilität, erscheint Aluminiumnitrid (AlN) als Material vielversprechend. Neben einem negativen TCR [97] weist AlN auch eine hohe chemische Stabilität [98] auf und eignet sich außerdem, wie in [43] berichtet, als Material für hochtemperaturstabile Dünnschicht-Dehnmessstreifen.

Daher werden in Kapitel 4 die elektro-mechanischen Eigenschaften von Schichtsystemen (künftig AlN/Pt-Multilayer genannt) charakterisiert, welche aus gestapelten dünnen AlN- und Pt-Schichten mit einer Schichtdicke von jeweils  $< 10$  nm bestehen. Neben dem Einfluss des *post deposition annealings*, das für eine thermische Stabilisierung der Multilayer und das Durchmischen der AlN- und Pt-Sublayer notwendig ist, wird auch die Änderung der elektro-mechanischen Eigenschaften auf Grund einer Variation des AlN/Pt-Verhältnisses untersucht.

### 4.1 Probenherstellung

Zur Charakterisierung der elektro-mechanischen Eigenschaften der AlN/Pt-Multilayer werden Kleeblatt-Teststrukturen für die VdP-Messungen (siehe Kapitel 2.3.2) sowie Proben für die Untersuchung am k-Faktor-Messplatz (siehe Kapitel 2.3.1) hergestellt. Für die Herstellung der VdP-Proben werden 4“ doppelseitig polierte Si-Wafer mit einem thermischen Oxid von  $2 \mu\text{m}$  als Substratmaterial verwendet. Für die Proben zur Untersuchung am k-Faktor-Messplatz werden vorgeschchnittene, einseitig polierte Saphir-Wafer ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , c-plane) als Substrat verwendet. Alle Substrate werden vor Beginn des Fertigungsprozesses in einem Ultraschall-Aceton-Bad gereinigt und anschließend mit Isopropanol gespült.

Die in diesem Kapitel untersuchten Dünnschichten werden mit dem in Kapitel 2.2.1 beschriebenen DC-Sputter-Verfahren in einer „Von Ardenne LS730S“ Magnetron-Sputteranlage abgeschieden. In Tabelle



4.1 sind die Abscheideparameter für alle verwendeten Dünnschichten angegeben.

	Cr	AlN	Pt
Target	Cr 6"	Al 6"	Pt 4"
Leistung	500 W	355 W	150 W
Abstand Target - Substrat	65 mm	65 mm	65 mm
Gasfluss	60 sccm Ar	50 sccm N <sub>2</sub>	60 sccm Ar
Kammerdruck	3 $\mu$ bar	2 $\mu$ bar	3 $\mu$ bar
Substrattemperatur	Selbsterwärmung	Selbsterwärmung	Selbsterwärmung

Tabelle 4.1: Sputter-Parameter für die Herstellung von AlN/Pt-Multilayer.

Alle in Kapitel 4 untersuchten Multilayer haben eine Schichtdicke von nominell 100 nm und bestehen aus zehn ca. 10 nm dünnen AlN/Pt-Doppelschichten, wobei das AlN zu Pt Dickenverhältnis in einer Probe konstant gehalten wird. Um die Schichthaftung zu verbessern, wird vor dem Abscheiden der Doppelschichten eine rund 20 nm Cr-Haftschiicht aufgesputtert. Nach dem Abscheiden der zehn Doppelschichten wird abschließend noch eine rund 10 nm dünne AlN Passivierungsschicht aufgebracht. Alle Dünnschichtsysteme werden in einem Prozesszyklus hergestellt, ohne dass die Anlage belüftet wurde.

Zur Herstellung der gewünschten Teststrukturen wird das in Kapitel 2.2.2 beschriebene Standard-Lift-Off-Verfahren mit einem AZ5214E Umkehr-Lack angewendet.

## 4.2 Elektro-mechanische Eigenschaften der AlN/Pt-Multilayer

In [99] wird beschrieben, dass ein Multilayer bestehend aus mehreren 7 nm dünnen AlN und 3 nm dünnen Pt-Schichten (künftig AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayer genannt) ein sogenanntes Übergitter (engl. *superlattice*) bildet. Bei Temperaturen von 800°C oder höher werden die Übergänge zwischen den einzelnen Lagen auf Grund von Diffusionsprozessen jedoch „unscharf“, sodass die ursprüngliche Lagenstruktur nicht mehr erkennbar ist. Des Weiteren wurde in Kapitel 3 gezeigt, dass das *post deposition annealing* von Pt-Dünnschichten einen signifikanten Einfluss auf deren elektrische, kristallografische und damit auch elektro-mechanische Eigenschaften hat.

Es ist daher davon auszugehen, dass sowohl der Temperatureinfluss auf die Eigenschaften der einzelnen AlN- und Pt-Dünnschichten als auch die bei höheren Temperaturen auftretende Vermischung der unterschiedlichen Schichten eine signifikante Änderung des elektro-mechanischen Verhaltens zur Folge hat. Daher ist es notwendig, den Einfluss des *post deposition annealings* auf die Eigenschaften des AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayers im Detail zu untersuchen, um das Schichtsystem zuerst thermisch zu stabilisieren und anschließend eine zuverlässige elektro-mechanische Charakterisierung zu ermöglichen.

### 4.2.1 Post Deposition Annealing

Um thermisch stabile AlN/Pt-Multilayer herzustellen, werden unterschiedliche *post deposition annealing* Schritte in einem Röhrenofen durchgeführt, welcher vor dem Annealing evakuiert und anschließend mit Argon gespült wird. Spuren von Restgasen in dem Röhrenofen können allerdings nicht völlig ausgeschlossen werden, sodass auftretende Oxidationseffekte während dem *post deposition annealing* möglich sind. Um den Einfluss eines Annealingschrittes abschätzen zu können, werden Proben mit den in Kapitel 2.3.2 beschriebenen Kleblattstrukturen bei  $T_a = 800^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  und  $1000^\circ\text{C}$  für Annealingzeiten von

$t_a = 1, 4, 10$  und  $24$  h gealtert und anschließend charakterisiert.

### Post deposition annealing-Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften

Mit Hilfe von Van der Pauw-Messungen wird der spezifischen Widerstand der Proben nach unterschiedlichen *post deposition annealings* bei  $30^\circ\text{C}$  untersucht. Abb. 4.1 zeigt den dabei ermittelten spezifischen elektrischen Widerstand  $\rho$  bei  $30^\circ\text{C}$  eines nominell  $100$  nm dünnen AlN7Pt3-Multilayers sowohl in seinem *as deposited* Zustand als auch nach den verschiedenen *post deposition annealing* Schritten. Als Vergleich wird der entsprechende Wert eines gesputterten, reinen Pt-Dünnsfilms mit gleicher Schichtdicke angeführt.

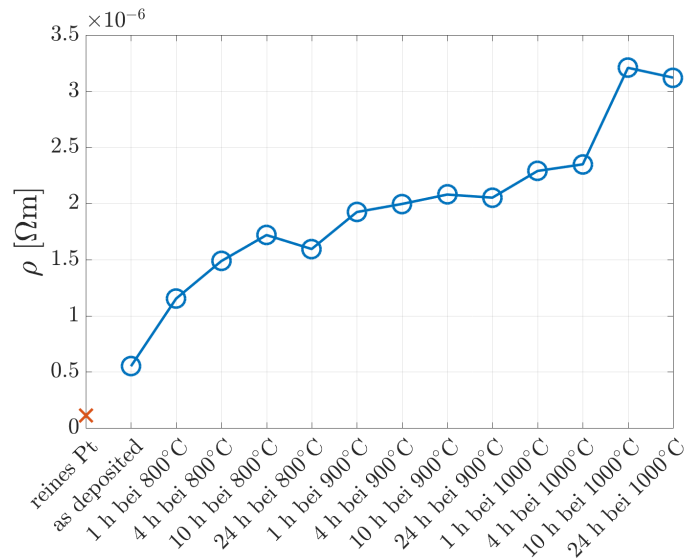


Abbildung 4.1: Spezifischer Widerstand  $\rho$  einer  $100$  nm dünnen reinen Pt Schicht bzw. von AlN7Pt3 Multilayern nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen bei  $30^\circ\text{C}$  an Luft.

Wie in Abbildung 4.1 zu sehen, ist der spezifische elektrische Widerstand des AlN7Pt3-Multilayers im *as deposited* Zustand rund 5-mal so hoch, wie der eines reinen Pt Dünnsfilms ähnlicher Dicke. Außerdem zeigt sich, dass der spezifische Widerstand mit ansteigender Annealingtemperatur  $T_a$  und Annealingdauer  $t_a$  zunimmt. Während bei  $T_a = 800^\circ\text{C}$  die Annealingdauer  $t_a$  einen signifikanten Einfluss hat, nimmt dieser bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  deutlich ab. Des Weiteren zeigt sich bei  $T_a = 1000^\circ\text{C}$  kaum ein Unterschied zwischen einer Annealingdauer von  $1$  h und  $4$  h. Ab  $t_a = 10$  h bei  $T_a = 1000^\circ\text{C}$  tritt eine starke Erhöhung des spezifischen Widerstands auf, deren Ursache später genauer untersucht wird.

Da es sich bei AlN um einen elektrischen Isolator handelt [100], ist davon auszugehen, dass der Stromfluss durch den AlN7Pt3 Multilayer hauptsächlich von den Pt-Schichten getragen wird. Da die Gesamtdicke der einzelnen Pt-Schichten im Multilayer nur ca.  $30$  nm beträgt, lässt sich der deutlich höhere spezifische elektrische Widerstand des Multilayers hauptsächlich durch den reduzierten Leiterquerschnitt erklären. Zusätzlich führt der in Kapitel 2.1.4 beschriebene *size effect* und die erhöhte Rauigkeit im Übergangsbereich zwischen den einzelnen Schichten zu einer weiteren Erhöhung des spezifischen Widerstands der Pt-Schichten.

Diese Annahme wird durch die deutlich ansteigende Oberflächenrauigkeit der Multilayer mit steigender Annealingtemperatur und -dauer gestützt. Um die Änderung der Oberflächenrauigkeit zu verdeutlichen, werden in Abb. 4.2 ausgewählte REM-Bilder der Oberfläche der AlN7Pt3-Multilayer im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für  $4$  h bzw.  $1000^\circ\text{C}$  für  $10$  h

gezeigt. Nach einem Annealingschritt bei  $T_a = 800^\circ\text{C}$  zeigt sich noch keine signifikante Änderung der Oberflächentopologie. Neben dem thermisch induzierten Kornwachstum der Pt-Körner, ist höchst wahrscheinlich auch die später in Kapitel 4.2.3 gezeigte Diffusion des Cr-Haftvermittlers an die Oberfläche und die dort stattfindende Oxidation des Chroms für die ansteigende Oberflächen-Rauigkeit verantwortlich.

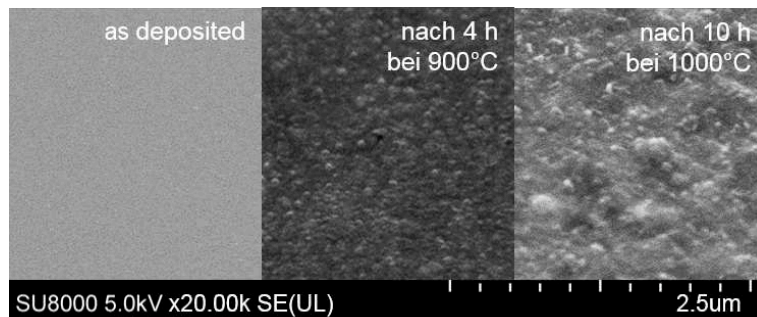


Abbildung 4.2: REM Bilder der Oberfläche von AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub> Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 4 h bzw. bei  $1000^\circ\text{C}$  für 10 h.

Zusätzlich zu den VdP-Messungen bei  $T_M = 30^\circ\text{C}$  wird der spezifische elektrische Widerstand der verschiedenen vorbehandelten AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayer auch in  $30^\circ\text{C}$  Schritten im Temperaturbereich von  $30^\circ\text{C}$  bis  $330^\circ\text{C}$  gemessen. Daraus wird, wie in Abb. 4.3 beispielhaft für die Messungen der Proben im *as deposited* Zustand bzw. nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h gezeigt, der lineare und quadratische Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes bestimmt.

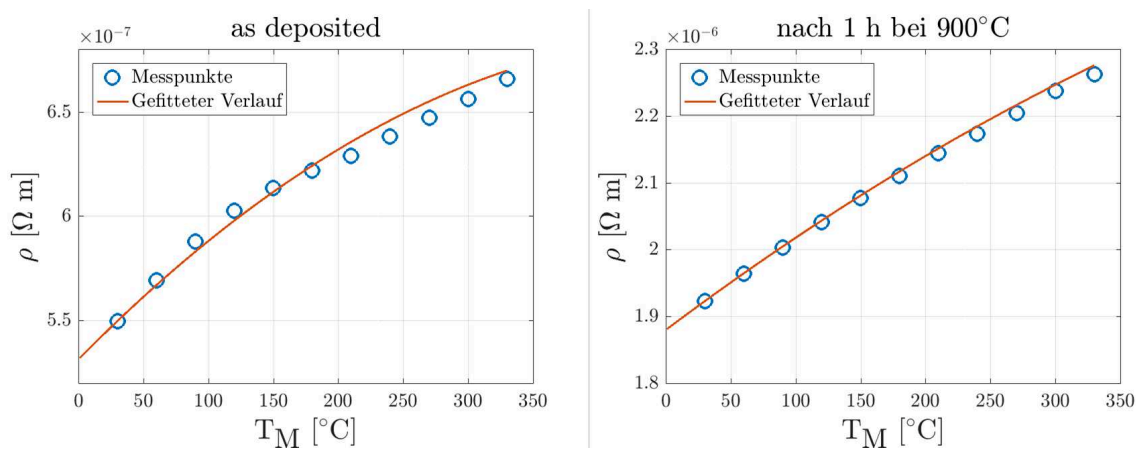


Abbildung 4.3: Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub> Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h im Temperaturbereich von  $30^\circ\text{C}$  bis  $330^\circ\text{C}$ .

Die Abbildungen 4.4 und 4.5 zeigen den so berechneten linearen und quadratischen TCR der unterschiedlichen Multilayer im Vergleich zu einem reinen 100 nm dünnen Pt-Dünnschicht.

Es zeigt sich, dass der AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayer im Vergleich zu reinem Platin einen ca. 3-4 Mal niedrigeren linearen TCR  $\alpha$  aufweist, so dass bei AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Dünnschicht-DMS mit einer verringerten Temperaturquerempfindlichkeit gerechnet werden kann. Zusätzlich wird bei höheren Temperaturen auf Grund des negativen quadratischen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes  $\beta$  der parasitäre Einfluss auf das Messergebnis weiter gesenkt.

Außerdem ist in den Abbildungen 4.4 und 4.5 zu sehen, dass die verschiedenen *post deposition annealing* Schritte bis zu einem *post deposition annealing* von 10 h bei  $900^\circ\text{C}$  alle einen sehr ähnlichen Einfluss

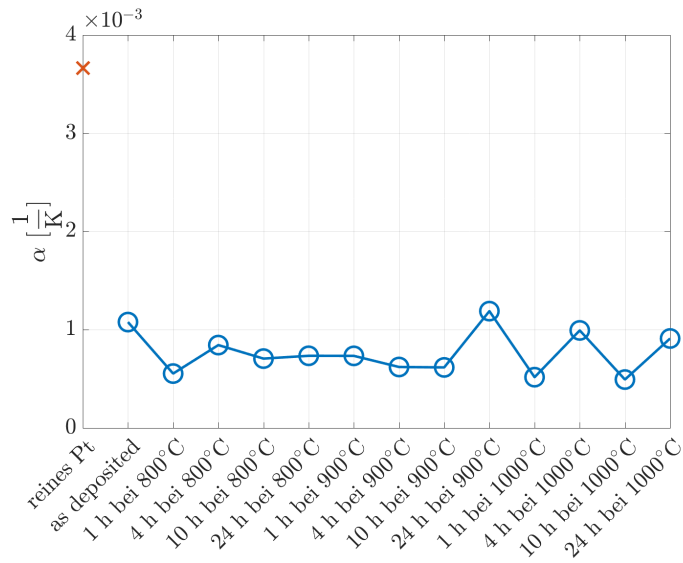


Abbildung 4.4: Linearer Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands  $\alpha$  von einer 100 nm dünnen, reinen Pt Schicht und von AlN7Pt3 Multilayern *as deposited* und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft.

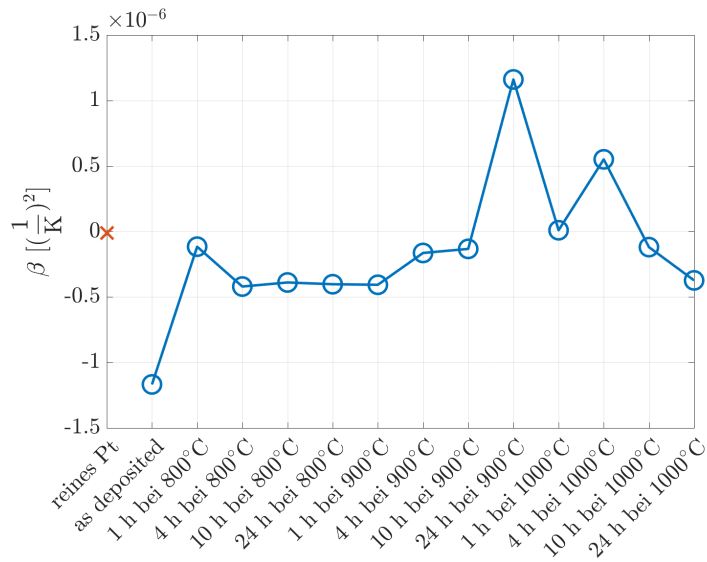


Abbildung 4.5: Quadratischer Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes  $\beta$  von einer 100 nm dünnen, reinen Pt Schicht und von AlN7Pt3 Multilayern *as deposited* und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft.

auf den linearen oder quadratischen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands haben. Der lineare TCR  $\alpha$  schwankt lediglich im Bereich von  $0,55$  bis  $0,84 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ , der quadratische TCR  $\beta$  im Bereich von  $-1,16$  bis  $4,2 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-2}$ . Erhöht man die Annealingdauer und/oder Annealingtemperatur jedoch weiter, zeigen sich deutlich stärkere Änderungen, die keinem klaren Trend folgen.

### Post deposition annealing-Einfluss auf die thermische Stabilität an Luft

Für die elektro-mechanische Charakterisierung bei Messtemperaturen bis zu  $T_M = 500^\circ\text{C}$  ist es unabdingbar, dass der spezifische elektrische Widerstand durch die Temperaturbelastung während der Messung sich nicht erneut verändert. Daher werden die zuvor für die in Abb. 4.1 gezeigten VdP-Messungen verwendeten Proben erneut thermisch bei  $500^\circ\text{C}$  für 2 h an Luft gealtert und dann wieder am VdP-Messplatz charakterisiert. Abb. 4.6 zeigt die relative Änderung des spezifischen Widerstandes bei  $T_M = 30^\circ\text{C}$  durch diese zusätzliche thermische Belastung.  $\rho_0$  steht dabei für den nach dem *post deposition annealing* ermittelten spezifischen elektrischen Widerstand und  $\Delta\rho$  für die Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands durch die zusätzliche thermische Alterung an Luft.

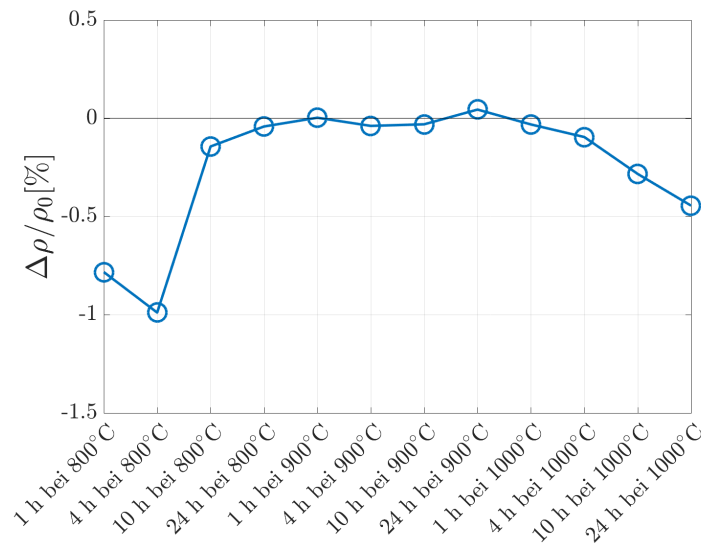


Abbildung 4.6: Relative Änderung des spezifischen Widerstands  $\rho$  von den in Abb. 4.1 gezeigten, unterschiedlich *post deposition annealten* AlN7Pt3 Multilayern auf Grund eines zusätzlichen zweistündigen thermischen Belastungsschrittes bei  $500^\circ\text{C}$  an Luft.

Die in Abb. 4.6 dargestellten Ergebnisse zeigen, dass der spezifische elektrische Widerstand der AlN7Pt3 Multilayer nach jedem *post deposition annealing* Schritt sehr stabil ist. Die durch die zusätzliche thermische Belastung an Luft induzierten Änderungen sind im Bereich  $\leq 1\%$ , wobei die leichte Reduktion des spezifischen Widerstandes bei den für 1 h bzw. 4 h bei  $800^\circ\text{C}$  annealten Proben durch weitere thermisch induzierte Rekristallisationsprozesse erklärt werden kann, welche auf Grund der vergleichsweise niedrigen Annealingtemperatur  $T_a$  bzw. der recht kurzen Annealingdauer  $t_a$  beim *post deposition annealing* noch nicht vollständig abgeschlossen sind.

### Post deposition annealing-Einfluss auf die chemische Zusammensetzung

Um den Einfluss des *post deposition annealings* auf die chemische Zusammensetzung des AlN7Pt3-Multilayers abschätzen zu können, werden nach dem *post deposition annealing* Schritt EDX-Messungen durchgeführt. Auf Grund der Messungengenauigkeit kann die quantitative Schichtzusammensetzung nicht

exakt bestimmt werden. Eine qualitative Aussage über die Schichtzusammensetzung lässt sich auf Grund der in Abb. 4.7 gezeigten Ergebnisse jedoch treffen.

Die hohe Sauerstoffkonzentration in allen Proben wird hauptsächlich durch die  $\text{SiO}_2$ -Schicht des Si-Substrats verursacht. Abgesehen von einem leichten Anstieg des Sauerstoffanteils, welcher vermutlich auf eine Oxidation der Cr-Haftschrift zurückzuführen ist, ändert sich die chemische Zusammensetzung des AlN7Pt3-Multilayers bis zu einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 4$  h nicht merklich. Ab einem Annealing bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 10$  h nimmt die Stickstoffkonzentration innerhalb des Multilayers jedoch kontinuierlich ab, während die Sauerstoffkonzentration zunimmt. Nach einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 1000^\circ\text{C}$  für  $t_a = 10$  h ist schließlich innerhalb des AlN7Pt3-Multilayers kein Stickstoff mehr messbar. Dies ist vermutlich auf die in [101] gezeigte Effusion von Stickstoff und die gleichzeitige Diffusion von Sauerstoff aus der Restgasatmosphäre in die AlN-Schichten bei hohen Temperaturen zurückzuführen.

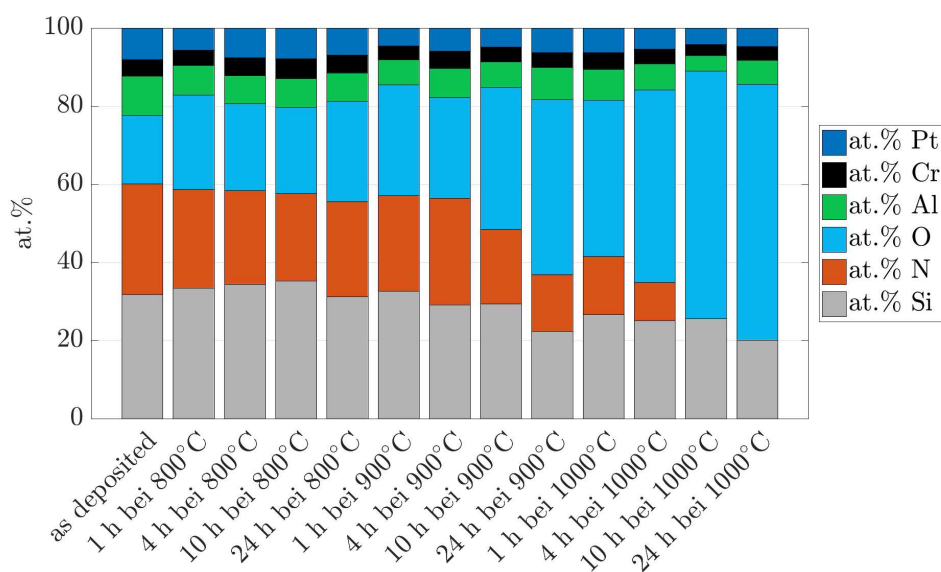


Abbildung 4.7: Chemische Zusammensetzung der AlN7Pt3 Multilayer im *as deposited* Zustand und nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten.

### *Post deposition annealing* Einfluss auf die kristallinen Eigenschaften

Da auch die kristallinen Eigenschaften die elektro-mechanischen Eigenschaften von polykristallinen Dünnschichten beeinflussen, wird mittels XRD-Messungen auch der Einfluss des *post deposition annealings* auf die Kristallstruktur der AlN7Pt3-Multilayer untersucht.

Die XRD-Messungen zeigen in allen Proben keine kristalline AlN-Phase und man kann daher von einer amorphen Schichtstruktur aller AlN-Schichten ausgehen. Dies ist wahrscheinlich auf die niedrige Substrattemperatur bei der Abscheidung sowie auf die hohe Schmelztemperatur von AlN von ca.  $2500^\circ\text{C}$  [49] zurückzuführen und hat, wie in [102, 103] beschrieben, beim Beginn des AlN-Schichtwachstums eine mehrere Nanometer dünne amorphe Startschicht zur Folge. Des Weiteren tritt auch in keiner Probe kristallines  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auf, was für die Bildung von amorphem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (bzw.  $\text{Al}_x\text{N}_y\text{O}_z$ ) bei höheren Annealingtemperaturen und -zeiten spricht.

Im *as deposited* Zustand sowie nach einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 800^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h lässt sich ebenfalls keine signifikante kristalline Pt-Phase messen. Beginnend mit einem Annealing bei  $T_a = 800^\circ\text{C}$  für  $t_a = 4$  h kann jedoch eine deutliche Rekrystallisation der Pt-Dünnschichten beobachtet



werden. Da der theoretisch bei  $2\theta = 39,9^\circ$  auftretende Pt (111) Peak bei allen Proben mit kristalliner Struktur am stärksten ausgeprägt ist, wird in Abb. 4.8 der Einfluss des *post deposition annealing* auf die Kristallstruktur der Pt-Schichten des Multilayers an Hand des Pt (111) Peaks illustriert.

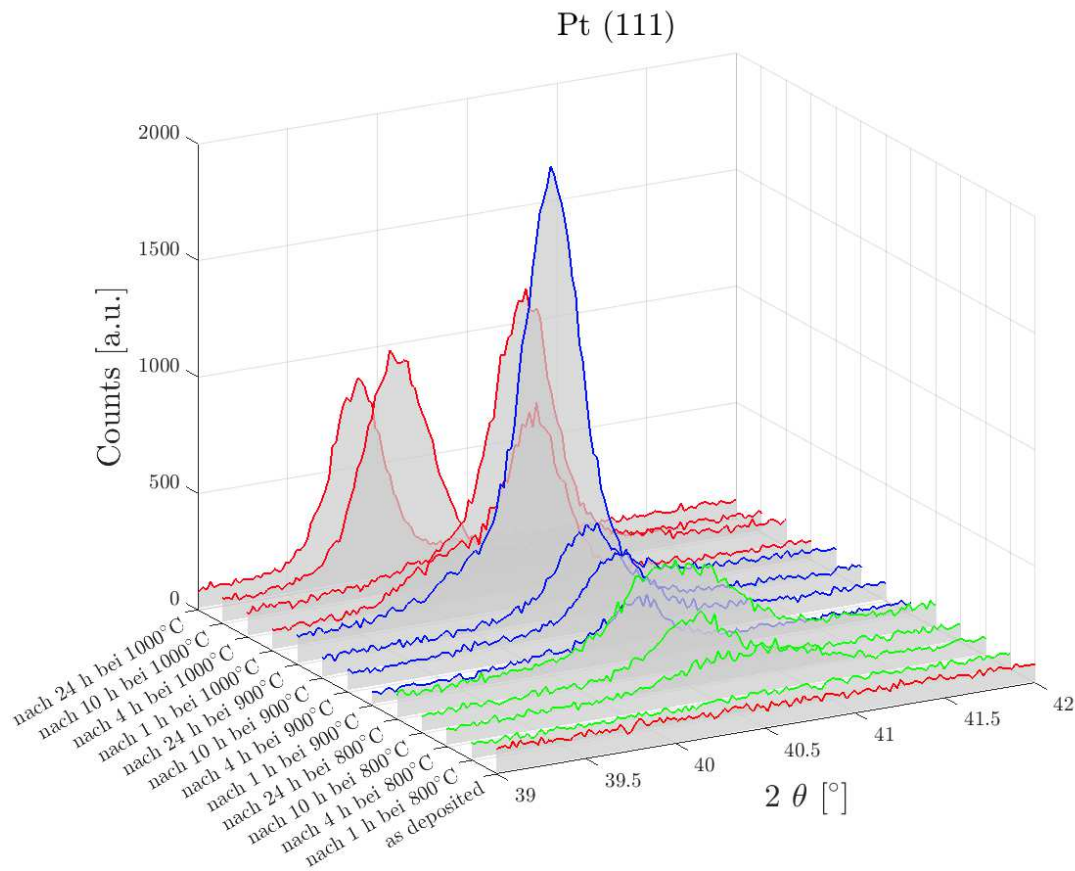


Abbildung 4.8: XRD-Messung des Pt (111) Peaks von AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub> Multilayern im *as deposited* Zustand und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten unter Ar-Atmosphäre.

Wie in Abb. 4.8 zu sehen ist, führt das *post deposition annealing* des AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayers mit ansteigender Annealingtemperatur  $T_a$  und ansteigender Annealingdauer  $t_a$  wie in [90] beschrieben, zu einer Rekristallisation des Platins und der Pt (111) Peak bildet sich anfangs bei  $2\theta = 40,5^\circ$ . Wie in [104] beschrieben, weisen gesputterte Pt-Dünnschichten oft eine Druckspannung von bis zu mehreren GPa auf. Diese Druckspannung führt zu einer Verschiebung der gemessenen XRD-Peaks zu höheren Winkeln und erklärt somit das anfängliche Auftreten der Peaks bei  $2\theta = 40,5^\circ$ . Ab einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 1000^\circ\text{C}$  für  $t_a = 10$  h lässt sich schließlich eine Verschiebung des Pt (111) Peaks zu  $2\theta = 39,9^\circ$  beobachten. Dieser Effekt kann durch die in [90] beschriebenen Stressrelaxationsprozesse bei höheren Temperaturen erklärt werden.

#### 4.2.2 Elektro-mechanische Charakterisierung

Bei der Charakterisierung des Einflusses der unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritte auf die elektrischen, chemischen und kristallographischen Eigenschaften der AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Multilayer in Kapitel 4.2.1 zeigt sich, dass mit einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h eine thermische Stabilisierung erreicht wird ohne dabei eine wesentliche Veränderung der chemischen Schichtzusammensetzung zu bewirken. Die im Folgenden untersuchten AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub>-Proben für den k-Faktor-Messplatz werden daher



alle vor der elektro-mechanischen Charakterisierung diesem *post deposition annealing* unterzogen.

Bei der in Kapitel 2.3.1 beschriebenen k-Faktor-Messung wird der Widerstandsverlauf der määnderförmigen Teststruktur als Funktion der z-Auslenkung sowohl während des schrittweisen Aufbringens der mechanischen Belastung als auch während des Entlastungszykluses gemessen. In Abb. 4.9 ist die relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  für Zug- und Druckbelastung dargestellt.  $R_0$  steht für den Widerstand des mechanisch unbelasteten Mäanders bei der jeweiligen Messtemperatur  $T_M$ ,  $\Delta R$  für die mechanisch induzierte Widerstandsänderung. Die Änderung des Widerstands während der schrittweisen mechanischen Belastung ist mit blauen Kreisen dargestellt und die Änderung während der mechanischen Entlastung mit roten Quadraten. Die Messung bei Raumtemperatur  $T_R$  erfolgt wie bereits in Kapitel 2.3.1 erwähnt ohne Temperaturregelung, wobei  $T_R$  typischerweise  $22^\circ\text{C}$  ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ) beträgt.

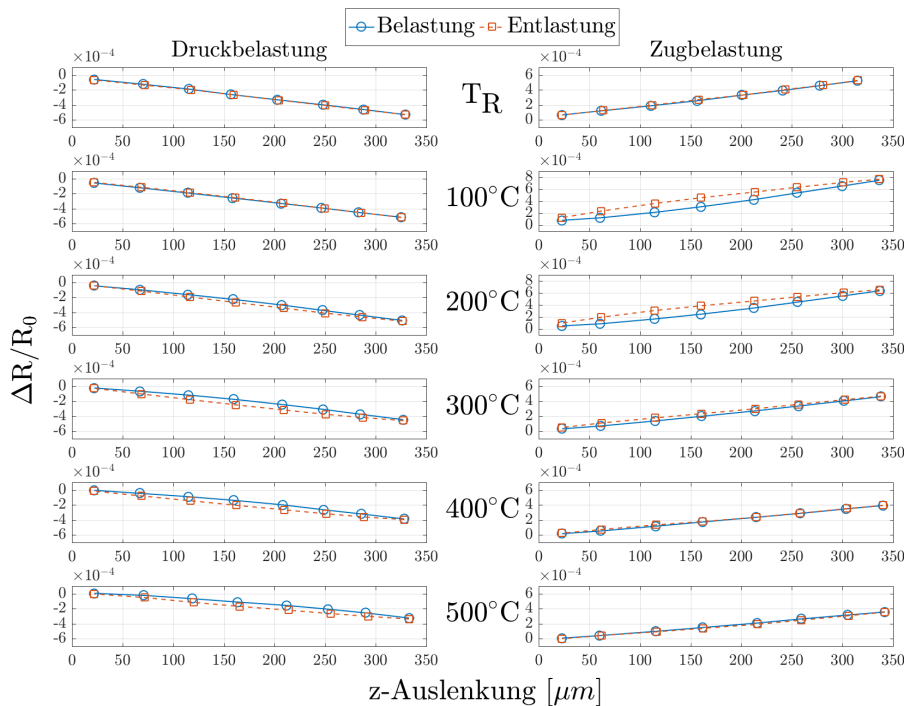


Abbildung 4.9: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines AlN7Pt3 Mäanders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Wie in Abb. 4.9 zu sehen ist, weist die mechanisch induzierte, relative Widerstandsänderung der AlN7Pt3-Mäander bei allen Messtemperaturen  $T_M$  ein stabiles, lineares Verhalten auf. Basierend auf diesen Messdaten kann wie in Kapitel 2.3.1 beschrieben der k-Faktor berechnet werden.

Abb. 4.10 zeigt den k-Faktor eines AlN7Pt3-Mäanders unter Zug- und Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$ . Die Ergebnisse sind in einem Box-Plot dargestellt, in dem jede der farbigen Boxen für die mittleren 50 % der Messdaten steht und die Einkerbung in der Box den Median angibt. Das obere und untere Quartil der Daten wird jeweils mit sogenannten „whiskers“ angegeben.

Es zeigt sich, dass der AlN7Pt3-Mäander bei Messtemperaturen bis zu  $T_M = 200^\circ\text{C}$  einen k-Faktor von rund  $3,2 (\pm 0,2)$  aufweist, der dann mit steigender Temperatur auf einen Wert von rund  $1,8$  sinkt. Diese Ergebnisse sind mit den in Kapitel 3.4.3 präsentierten k-Faktoren von Cr/Pt(hp) Mäandern vergleichbar.

Die  $R_0$ -Messungen (das sind die Messungen im mechanisch unbelasteten Zustand) der k-Faktor-Messung zeigen außerdem, dass die thermisch bedingte Widerstandszunahme des Mäanders im Mess-

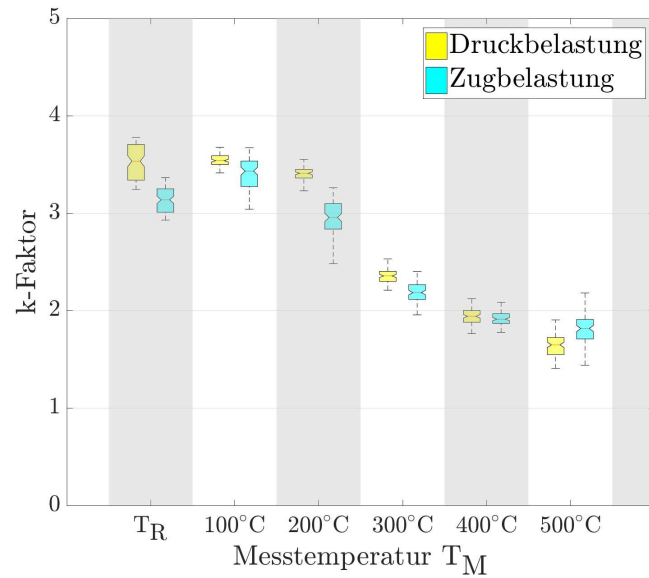


Abbildung 4.10: k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN7Pt3 Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft.

temperaturbereich von  $T_M = 300^\circ\text{C}$  bis  $T_M = 500^\circ\text{C}$  deutlich geringer ist als im Temperaturbereich  $T_M = T_R$  bis  $T_M = 300^\circ\text{C}$ . Während der elektrische Widerstand bei einer Erwärmung von  $T_R$  auf  $300^\circ\text{C}$  um ca. 50 % ansteigt, steigt er bei einer weiteren Erwärmung des Mäanders auf  $500^\circ\text{C}$  nur mehr um ca. weitere 15 %. Abb. 4.11 zeigt den Widerstand des Mäanders im mechanisch unbelasteten Zustand  $R_0$  in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  sowie den berechneten quadratischen Fit, mit dem der lineare und der quadratische Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands berechnet werden.

Wie in Abb. 4.11 zu sehen ist, ist der auf Basis der k-Faktor-Messungen für den Temperaturbereich  $T_R$  bis  $500^\circ\text{C}$  berechnete quadratische Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands  $\beta$  annähernd viermal so hoch, als der auf Basis der VdP-Messungen für den Bereich von  $T_R$  bis  $300^\circ\text{C}$  berechnete. Um den auf Basis der k-Faktor-Messdaten bestimmten TCR mit dem auf den VdP-Ergebnissen basierenden TCR besser vergleichen zu können, wurde der TCR auf Basis der  $R_0$ -Messungen der k-Faktor-Messungen für einen eingeschränkten Temperaturbereich von  $T_M = T_R$  bis  $T_M = 300^\circ\text{C}$  ebenfalls berechnet. Alle Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Messmethode	$\alpha$ [K] <sup>-1</sup>	$\beta$ [K] <sup>-2</sup>
VdP	$7,4 \cdot 10^{-4}$	$-4,8 \cdot 10^{-7}$
k-Faktor, bis $T_M = 300^\circ\text{C}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	$-5,7 \cdot 10^{-7}$
k-Faktor, bis $T_M = 500^\circ\text{C}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$	$-1,6 \cdot 10^{-6}$

Tabelle 4.2: Vergleich des linearen TCRs  $\alpha$  und des quadratischen TCRs  $\beta$  eines bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  und  $t_a = 1$  h *post deposition annealten* AlN7Pt3 Multilayers basierend auf den Ergebnissen der k-Faktor- bzw. VdP-Messungen bei variierenden Temperaturbereichen an Luft.

Obwohl durch das Einschränken des Temperaturbereichs der verwendeten k-Faktor-Messdaten der Unterschied zwischen dem linearen TCR  $\alpha$  auf Basis der VdP Messungen und jenem von den k-Faktor-Messungen abnimmt, unterscheiden sich die berechneten Werte immer noch um ungefähr einen Faktor 2. Es wird vermutet, dass dieser Unterschied hauptsächlich auf die inhomogene Schichtdicke des AlN/Pt-Mäanders, welche durch die unterschiedliche Probengeometrie bedingt ist, sowie auf das unterschiedliche

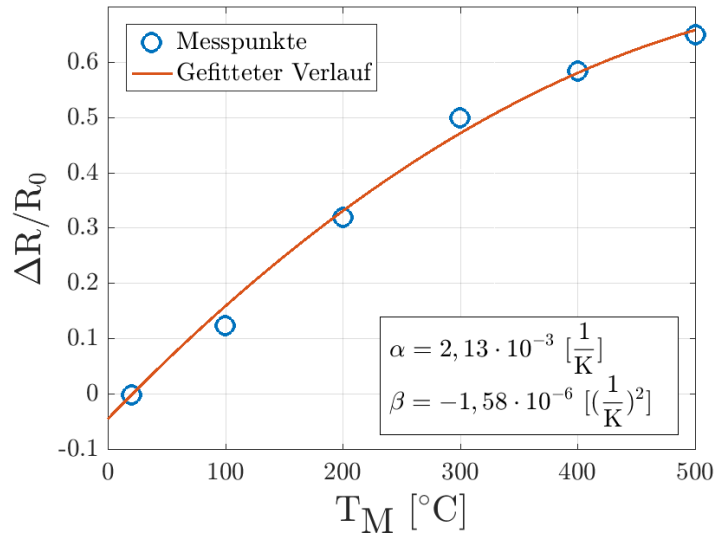


Abbildung 4.11: Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN7Pt3 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei 900°C in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft.

Annealing-Verhalten auf Grund des signifikant unterschiedlichen Oberfläche/Volumen-Verhältnisses der VdP- bzw. k-Faktor-Proben zurückgeführt werden kann. Außerdem besteht die VdP-Probe gänzlich aus einem AlN7Pt3-Multilayer, während bei den k-Faktor-Proben für die Zuleitung Pt-Dünnschichten verwendet werden, welche ebenfalls zu einer Erhöhung des TCRs führen könnten, wenn die Zuleitungen nicht perfekt identisch ausgeführt sind.

Im Gegensatz dazu hat die verwendete Messmethode keinen signifikanten Einfluss auf den quadratischen TCR  $\beta$ , wenn der gleiche Temperaturbereich untersucht wird. Es zeigt sich jedoch ein deutlicher Anstieg von  $\beta$ , wenn der Temperaturbereich, aus welchem die Messdaten verwendet werden, von  $T_R$  bis 300°C auf  $T_R$  bis 500°C erweitert wird. Dieser Anstieg ist möglicherweise darauf zurückzuführen, dass wie in [105] beschrieben, die Leitfähigkeit von AlN ab einer Temperatur von ca. 200°C signifikant zu sinken beginnt und damit auch der Einfluss des Aluminiumnitrids auf den gesamten TCR der Multilayer stärker wird. Dies führt wahrscheinlich zu dem in Abb. 4.11 zu sehenden, verringerten Anstieg des Gesamtwiderstandes der Multilayer ab  $T_M = 300^\circ\text{C}$ .

### 4.2.3 Untersuchung der Schichtstruktur

Zum besseren Verständnis des Einflusses des *post deposition annealings* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h auf die Schichtstruktur der AlN7Pt3-Multilayer werden (HR-)TEM-Bilder sowie EDX *line scans* von AlN7Pt3-Multilayern im *as deposited Zustand* und nach dem *post deposition annealing* erstellt. Die Pt-Layer der *post deposition annealing*-Probe scheinen in den TEM-Aufnahmen teilweise unterbrochen zu sein. Bei genauerer Betrachtung zeigt sich jedoch, dass an diesen Stellen das Platin beim Herstellen der TEM-Lamelle „ausgebrochen“ ist. Die *line scans* wurden an defektfreien Bereichen durchgeführt.

Wie in Abb. 4.12 (a) und (c) zu sehen, sind im *as deposited Zustand* die AlN- und Pt-Schichten noch deutlich voneinander separiert. Diese Beobachtung wird auch von dem in Abb. 4.12 (e) gezeigten EDX *line scan* bestätigt. Durch das *post deposition annealing* „verschimmen“ die ursprünglich eindeutig erkennbaren Übergänge zwischen AlN- und Pt-Schichten und es kommt vermutlich auf Grund von Diffusionsprozessen zu einer starken Durchmischung im gesamten Schichtstapel. Außerdem diffundiert Cr aus der Haftschiicht in den gesamten Multilayer ein. An der Oberfläche des Multilayers zeigt

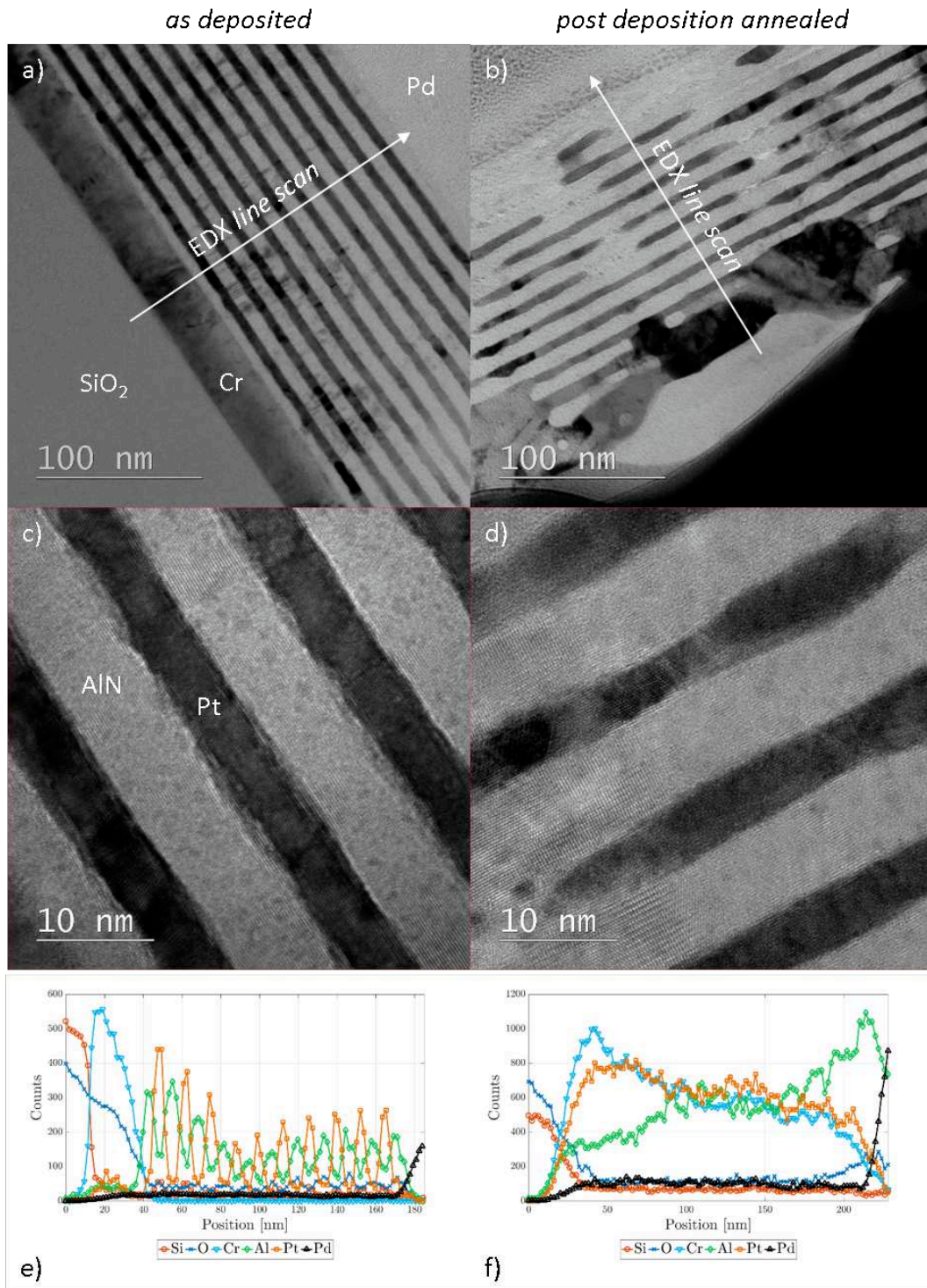


Abbildung 4.12: (HR)TEM Bilder und EDX *line scans* eines AlN/Pt3 Multilayers im *as deposited* Zustand und nach dem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre



sich ein nachhaltiger Anstieg des Sauerstoffgehalts, was auf eine Oxidation des bis auf die Oberfläche diffundierten Chroms so wie der obersten AlN-Schicht schließen lässt.

Außerdem zeigen die TEM-Aufnahmen, dass die angestrebten Schichtdicken von 3 nm Platin und 7 nm AlN im Mittel überhöht wurden, so dass der gesamte AlN7Pt3-Multilayer anstatt der geplanten 100 nm ca. 130 nm dick ist.

## 4.3 Einfluss des AlN/Pt-Verhältnisses auf die elektro-mechanischen Eigenschaften der Multilayer

Da die Kombination aus Pt und AlN-Dünnschichten ein vielversprechender Ansatz zu sein scheint, wird im Folgenden der Einfluss des AlN/Pt-Verhältnisses auf die Eigenschaften der AlN/Pt-Multilayer genauer untersucht. Dazu werden Multilayer bestehend aus 5 nm AlN- und 5 nm Pt- Schichten (AlN5Pt5-Multilayer) bzw. aus 3 nm AlN- und 7 nm Pt-Schichten (AlN3Pt7-Multilayer) hergestellt und charakterisiert. In der Folge werden diese mit den zuvor in Kapitel 4.2 vorgestellten Ergebnissen der AlN7Pt3-Multilayer verglichen.

### 4.3.1 Post Deposition Annealing

Da sich beim *post deposition annealing* der AlN7Pt3-Multilayer eine Annealingtemperatur von  $T_a = 900^\circ\text{C}$  als vorteilhaft herausgestellt hat, wird bei der Untersuchung des Einflusses des *post deposition annealings* auf die verschiedenen AlN/Pt-Multilayer die Annealingtemperatur nicht weiter variiert und es wird nur der Einfluss der Annealingdauer  $t_a$  untersucht. Wie bereits in Kapitel 4.2 werden die Multilayer einem 1-, 4-, 10- oder 24-stündigem *post deposition annealing* unterzogen und anschließend am VdP-Messplatz charakterisiert.

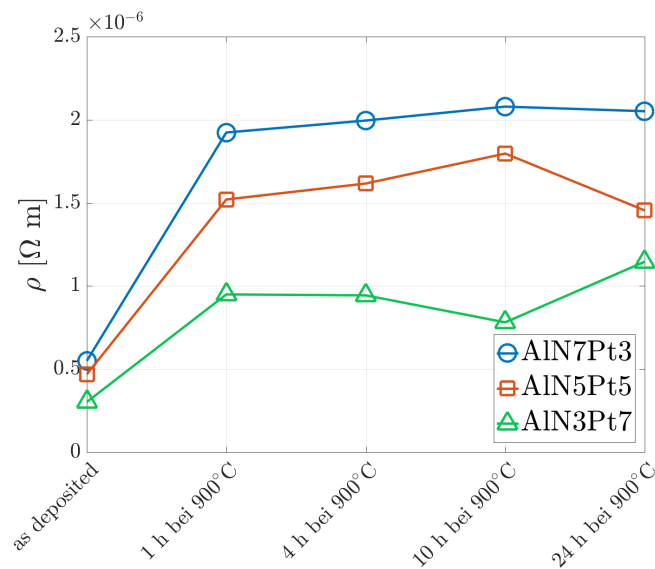


Abbildung 4.13: Vergleich des spezifischen Widerstands  $\rho$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen bei  $30^\circ\text{C}$  an Luft.

Abbildung 4.13 zeigt die Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands  $\rho$  der drei unterschiedlichen AlN/Pt-Multilayer auf Grund der unterschiedlichen langen *post deposition annealing* Schritte bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$ . Es zeigt sich, dass mit ansteigendem Pt-Anteil der bei  $30^\circ\text{C}$  gemessene spezifische elektrische Widerstand  $\rho$  der AlN/Pt-Multilayer sinkt. Dieses Verhalten ist auf Grund des deutlich geringeren

spezifischen elektrischen Widerstands von Pt ( $\rho_{Pt} \sim 10^{-7}$  [49]) im Vergleich zu jenem von AlN ( $\rho_{AlN} \sim 10^{10}$  [49]) zu erwarten. Außerdem steigt  $\rho$  bei allen Multilayern durch das *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für 1 h signifikant an, verändert sich dann aber mit steigender Annealingdauer  $t_a$  im Rahmen der Messgenauigkeit nicht.

Zusätzlich wird  $\rho$  – wie in den Abb. 4.14 und 4.15 exemplarisch für die AlN5/Pt5- und die AlN3/Pt7-Multilayer im *as deposited* Zustand sowie nach dem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h gezeigt – in  $30^\circ\text{C}$  Schritten im Temperaturbereich von  $T_M = 30^\circ\text{C}$  bis  $T_M = 330^\circ\text{C}$  gemessen.

Daraus können erneut der lineare und der quadratische Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands bestimmt werden. Abbildungen 4.16 und 4.17 zeigen zusammengefasst den linearen TCR  $\alpha$  sowie den quadratischen TCR  $\beta$  aller drei AlN/Pt-Multilayer im *as deposited* Zustand sowie nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$ .

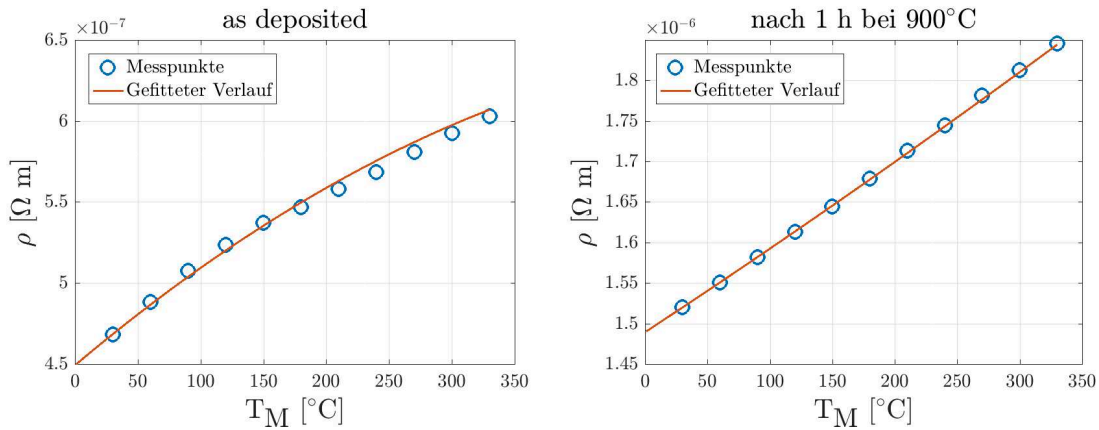


Abbildung 4.14: Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN5Pt5 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h im Temperaturbereich von  $30^\circ\text{C}$  bis  $330^\circ\text{C}$ .

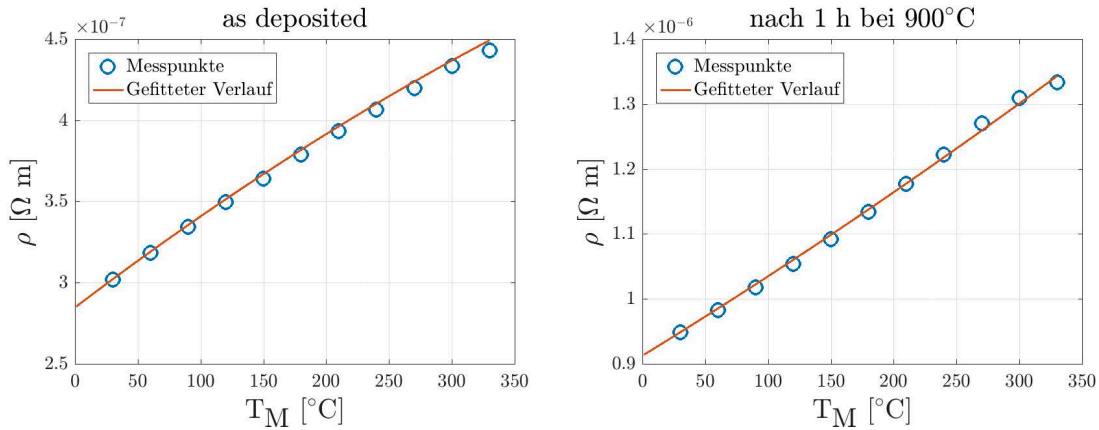


Abbildung 4.15: Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN3Pt7 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  für 1 h im Temperaturbereich von  $30^\circ\text{C}$  bis  $330^\circ\text{C}$ .

Im Vergleich mit Pt ( $\alpha_{Pt} = 3,92 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  [49]) kann bei allen drei AlN/Pt-Multilayer-Systemen eine deutliche Abnahme des linearen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands beobachtet werden. Außerdem zeigt sich in Abb. 4.16, dass im *as deposited* Zustand der lineare TCR mit ansteigendem Pt-Anteil im Multilayer von  $\alpha_{AlN7Pt3} = 1,08 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  auf  $\alpha_{AlN3Pt7} = 1,89 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  zunimmt. Wenn man in einer ersten Näherung davon ausgeht, dass sich der TCR der AlN/Pt-Multilayer anteilmäßig aus den Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands der AlN- und Pt-Einzellagen zusammensetzt,

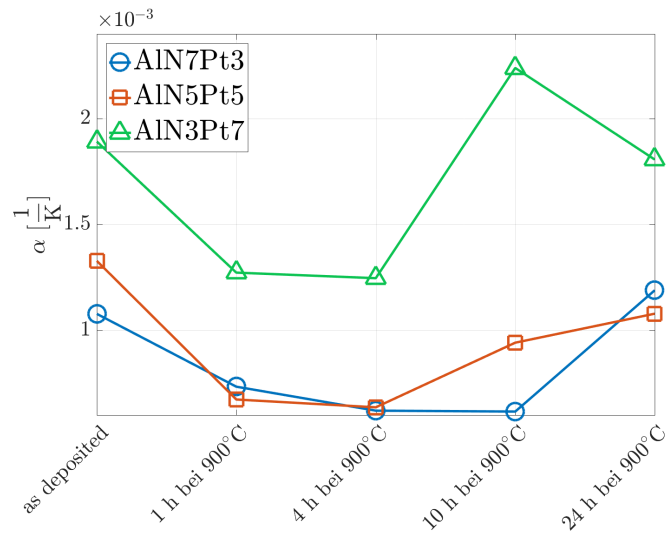


Abbildung 4.16: Lineare Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands  $\alpha$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft.

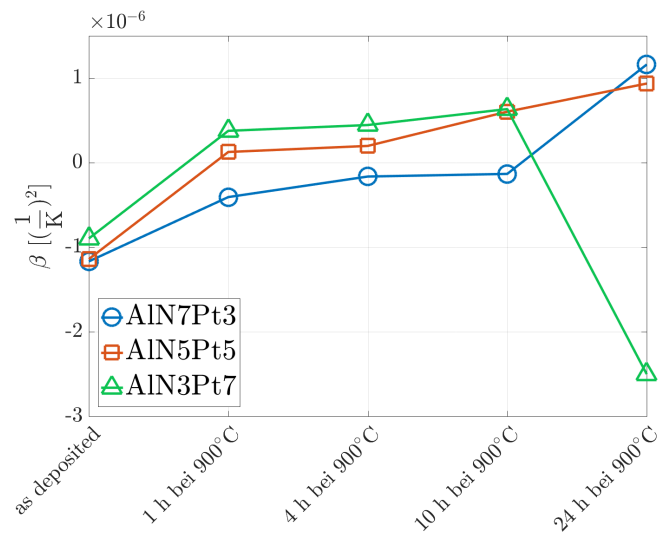


Abbildung 4.17: Quadratische Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands  $\beta$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft.



ist dieses Verhalten zu erwarten.

Durch das *post deposition annealing* sinkt der lineare TCR  $\alpha$  aller AlN/Pt-Multilayer bei Annealingzeiten von  $t_a = 1$  h oder 4 h deutlich, während bei dem quadratischen TCR  $\beta$  nur leichte Veränderungen messbar sind. Setzt man die AlN/Pt-Multilayer länger einer Temperaturbelastung bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  aus, kommt es insbesondere bei dem AlN3Pt7-Multilayer, aber auch bei den anderen Schichtsystemen bei Annealingzeiten von  $t_a = 10$  oder 24 h zu teilweise signifikanten Änderungen. Wie zuvor in Abb. 4.7 in Kapitel 4.2.1 gezeigt, führt bei einem AlN7Pt3-Multilayer ein *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  ab einer Annealingdauer von  $t_a = 10$  h zu einer Effusion des Stickstoffs bei gleichzeitigem Eindiffundieren von Sauerstoff aus der Restgasatmosphäre und damit zu einer Oxidation des AlN-Anteils. Da diese Prozesse bei dünneren AlN-Schichten noch schneller stattfinden, kann davon ausgegangen werden, dass die Veränderungen des TCRs der AlN3Pt7- und AlN5Pt5-Multilayer auf diese Oxidationsprozesse zurückzuführen sind.

Unter Berücksichtigung der in Abb. 4.13, 4.16 and 4.17 präsentierten Ergebnisse scheint es keinen signifikanten Unterschied zwischen einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h oder 4 h zu geben. Da zudem eine Oxidation der AlN-Schichten vermieden werden soll, wird für die weitere Untersuchung der unterschiedlichen AlN/Pt-Multilayer ein *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h durchgeführt, um die Multilayer thermisch zu stabilisieren und die Vergleichbarkeit zu den zuvor präsentierten Ergebnissen der AlN7/Pt3-Multilayer sicher zu stellen.

### 4.3.2 Untersuchung der Schichtstruktur

Um die Mikrostruktur der unterschiedlichen AlN/Pt-Multilayer-Systeme genauer zu untersuchen, werden von allen drei Schichtsystemen im *as deposited* Zustand sowie nach dem *post deposition annealing* TEM-Bilder und EDX *line scans* erstellt.

Wie in Abb. 4.18 und 4.19 zu sehen ist, kommt es bei allen drei AlN/Pt-Multilayer-Schichtsystemen zu einem „Aufweichen“ an den AlN/Pt Übergangsbereichen bis hin zu einer thermisch induzierten Durchmischung der AlN- und Pt-Schichten. Des Weiteren kann beobachtet werden, dass diese Durchmischung mit sinkender Pt-Schichtdicke stärker wird. Während die AlN- und Pt-Schichten in den TEM-Aufnahmen des AlN3Pt7-Multilayers nach dem *post deposition annealing* in Abb. 4.18 (b) und 4.19 (b) noch klar getrennt sind und es nur zu einem kaum detektierbaren Aufbrechen des scharf abgegrenzten Übergangs zwischen den AlN- und Pt-Schichten kommt, lässt sich bei dem AlN5Pt5-Multilayer in Abb. 4.18(d) und 4.19 (d) schon eine stärkere, thermisch induzierte Durchmischung feststellen. Bei dem in Abb. 4.18 (f) und 4.19 (f) gezeigten AlN7Pt3-Multilayer kommt es auf Grund des Annealings zu der stärksten Durchmischung. Die in Abb. 4.20 gezeigten EDX *line scans* unterstützen diese Ergebnisse.

Neben den Diffusionsprozessen sind wahrscheinlich auch die Neigung von Pt-Dünnschichten bei höheren Temperaturen zu entnetzen (auch bekannt unter *dewetting*) [86, 87], sowie die Formation von Nanoporen in AlN-Dünnschichten [106] maßgeblich für die thermisch induzierte Vermischung der AlN- und Pt-Schichten der AlN/Pt-Multilayer verantwortlich. Da der *dewetting*-Effekt mit steigender Temperatur und sinkender Schichtdicke verstärkt auftritt und die Vermischung bei dem AlN7Pt3-Multilayer stärker ausgeprägt ist als bei den anderen AlN/Pt-Multilayer-Schichtsystemen, ist davon auszugehen, dass dieser Effekt entscheidend vom *dewetting* beeinflusst wird.

Außerdem zeigen die TEM-Messungen wie schon bei den AlN7Pt3-Multilayern auch bei den AlN5Pt5- und AlN3Pt7-Schichtsystemen, dass die Sputterraten der einzelnen Pt- und AlN-Schichten beim Abscheiden leicht unterschätzt wurden, so dass die Multilayer alle anstatt der geplanten 100 nm rund 130 nm dick sind.

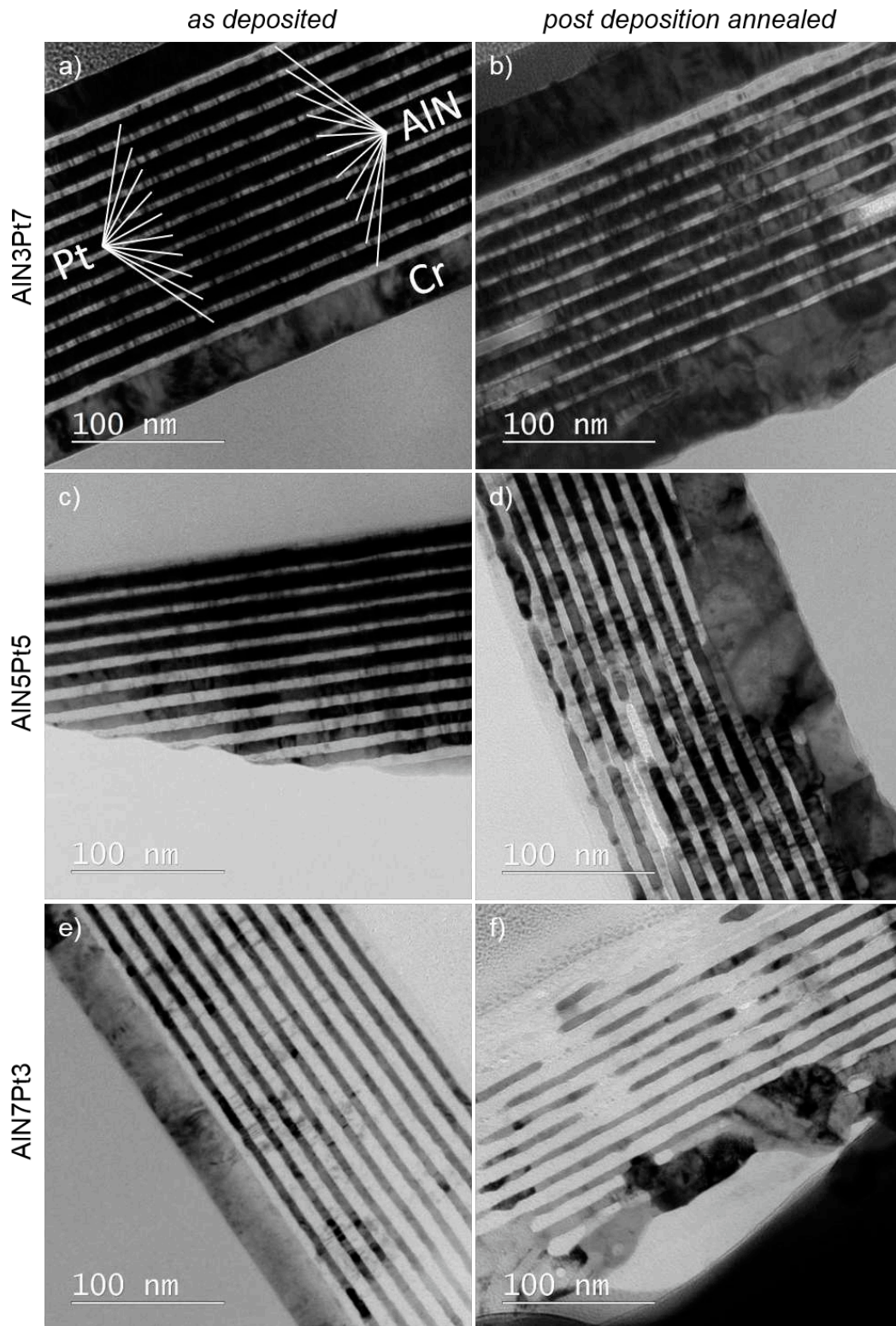


Abbildung 4.18: TEM Bilder von AlN<sub>3</sub>Pt<sub>7</sub>, AlN<sub>5</sub>Pt<sub>5</sub> und AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub> Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre.



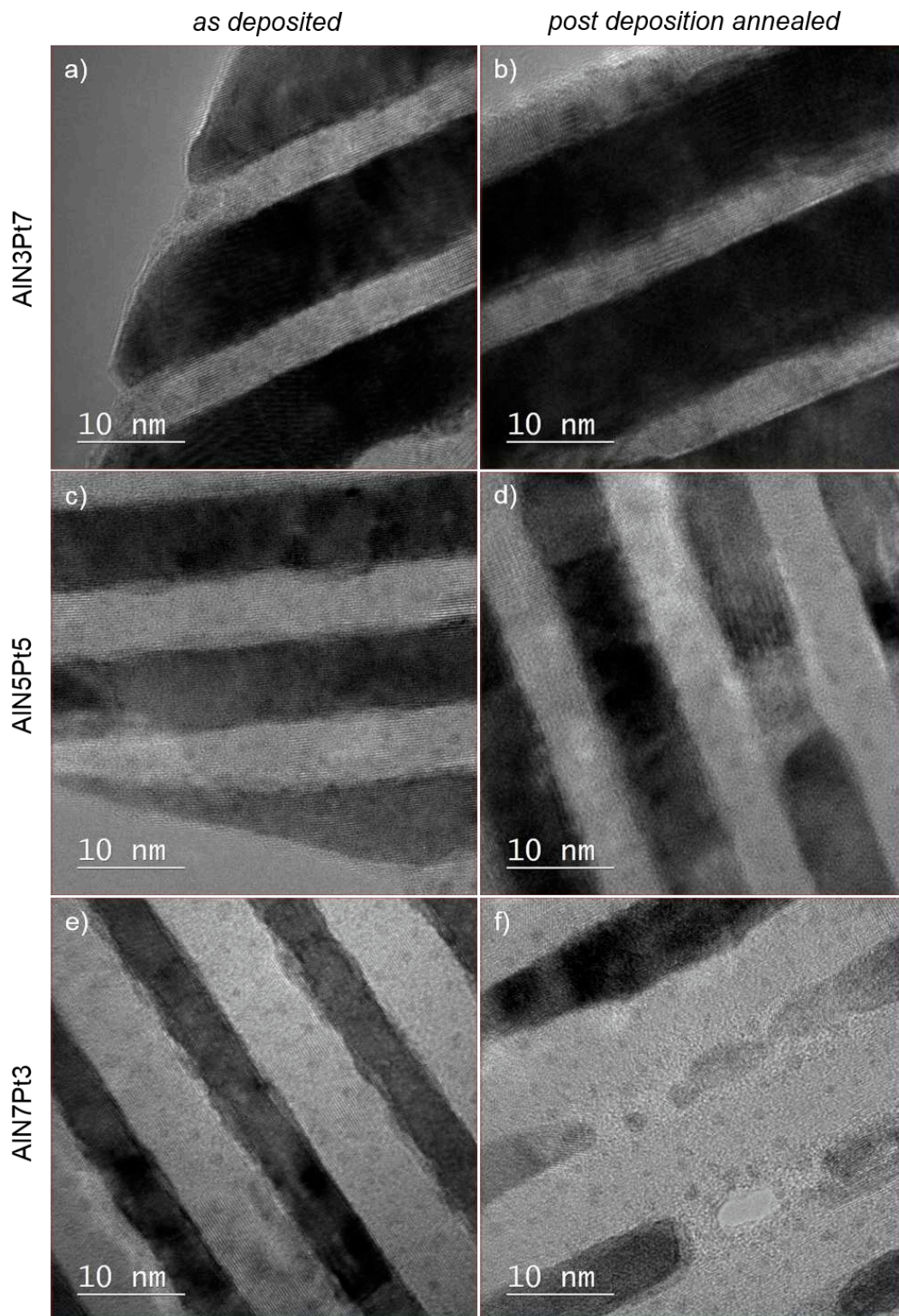


Abbildung 4.19: HR-TEM Bilder von AlN3Pt7, AlN5Pt und AlN7Pt3 Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h Ar-Atmosphäre.

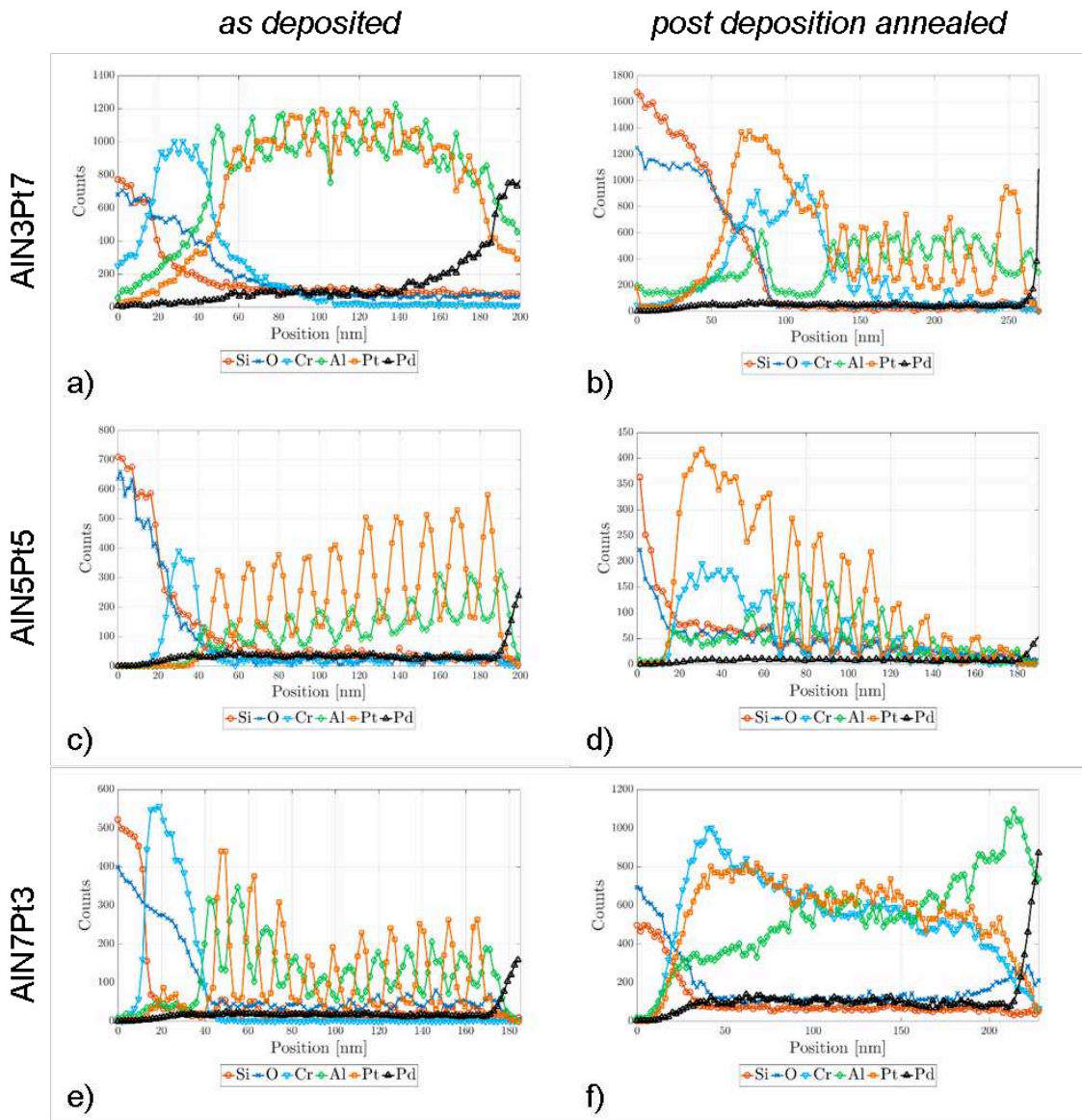


Abbildung 4.20: EDX *line scans* von AlN3Pt7, AlN5Pt5 und AlN7Pt3 Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre.

### 4.3.3 Charakterisierung der elektro-mechanischen Eigenschaften

Um die elektro-mechanischen Eigenschaften der unterschiedlichen ALN/Pt-Multilayer zu vergleichen, werden ALN3Pt7- und ALN5Pt5-Mäander hergestellt und im k-Faktor-Messplatz bei Messtemperaturen  $T_M$  bis zu 500°C charakterisiert. Wie schon zuvor in Kapitel 4.2.2 wird im Folgenden für jeden ALN/Pt-Multilayer erst die relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  auf Grund der z-Auslenkung und anschließend der ermittelte k-Faktor bei variierender Messtemperatur  $T_M$  gezeigt.

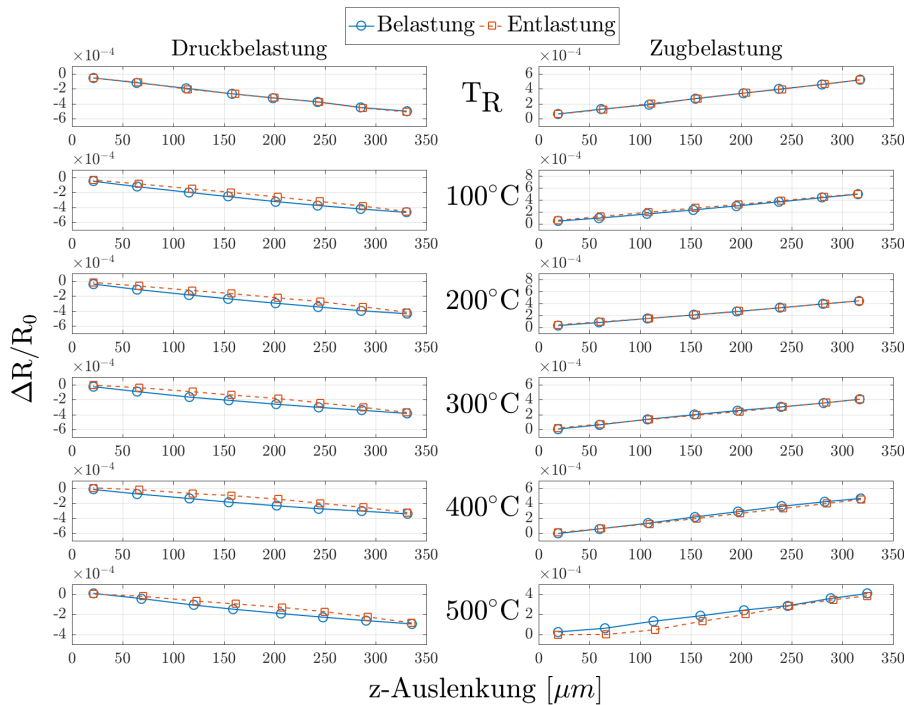


Abbildung 4.21: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines ALN3Pt7 Mäanders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Wie in Abb. 4.21 zu sehen ist, weist der ALN3Pt7 Mäander sowohl unter Zug- als auch unter Druckbelastung bei allen Messtemperaturen einen relativ stabilen, linearen Verlauf auf. Der in Abb. 4.22 gezeigte k-Faktor des ALN3Pt7-Schichtsystems ist bei Raumtemperatur  $T_R$  rund 2,4 und nimmt mit ansteigender Messtemperatur  $T_M$  kontinuierlich ab. Es zeigt sich außerdem, dass unter Zugbelastung bei allen Messtemperaturen ein höherer k-Faktor gemessen wird. Diese Differenz beträgt bei Raumtemperatur rund 0,2 und steigt mit ansteigender Messtemperatur auf bis zu 0,8 an. Des Weiteren nimmt auch die Streuung aller Messwerte mit steigender Messtemperatur deutlich zu. Im Vergleich mit dem zuvor in Kapitel 4.2 präsentierten ALN7Pt3 Multilayer mit einem k-Faktor von 3,5 bei  $T_M = T_R$  unter Druckbelastung sind die k-Faktoren des ALN3Pt7 Multilayers mit 2,4 bei  $T_M = T_R$  unter Druckbelastung auch deutlich geringer. Ein möglicher Grund für den vergleichsweise niedrigeren k-Faktor, die Unterschiede bei Zug- bzw. Druckbelastung sowie die vergleichsweise höhere Streuung der Messwerte wird anschließend in Kapitel 4.3.5 präsentiert.

In Abbildung 4.23 ist die relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung des ALN5Pt5 Mäanders bei Zug- bzw. Druckbelastung für verschiedene Messtemperaturen  $T_M$  zu sehen. Es zeigt sich bei allen Messtemperaturen ein stabiler, beinahe linearer Verlauf. Die daraus berechneten k-Faktoren werden in Abb. 4.24 gezeigt.

Es zeigt sich, dass der ALN5Pt5-Mäander bei allen Messtemperaturen  $T_M$  einen signifikant höheren

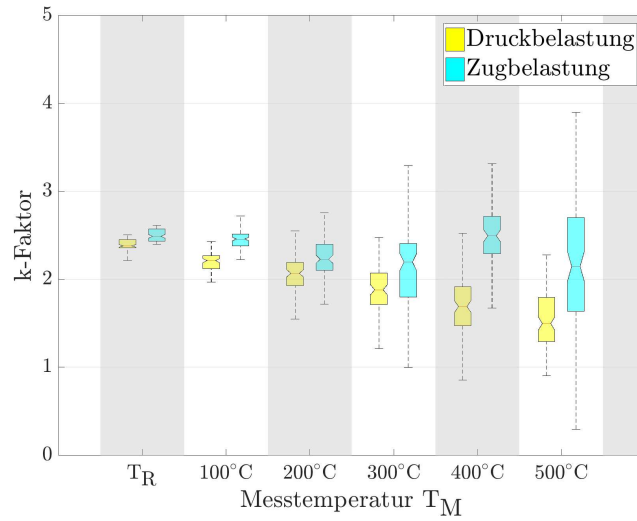


Abbildung 4.22: k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN<sub>3</sub>Pt<sub>7</sub> Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft.

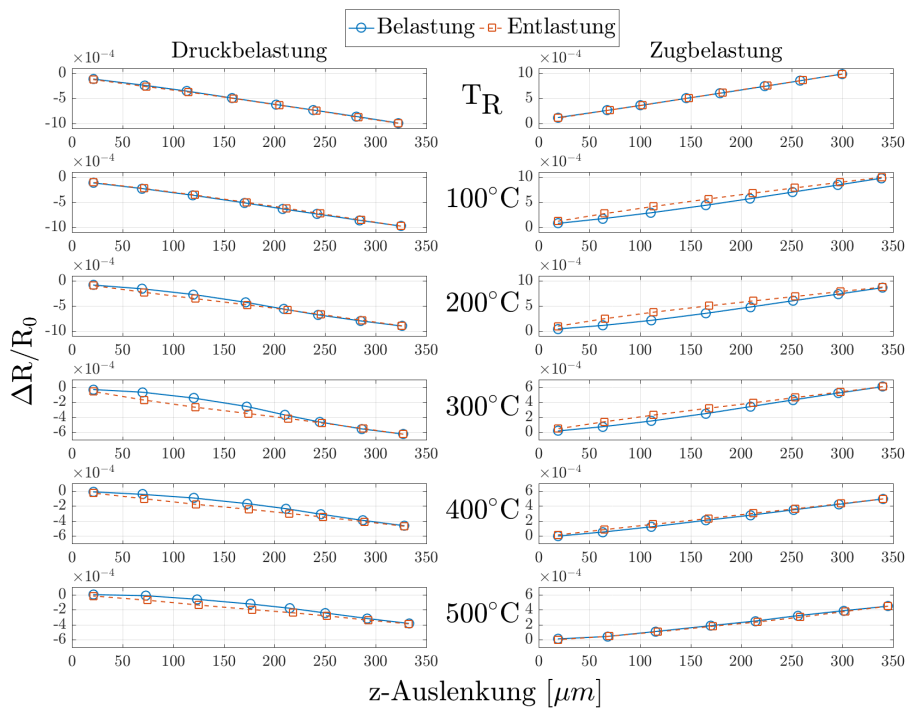


Abbildung 4.23: Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines AlN<sub>5</sub>Pt<sub>5</sub> Mänders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.



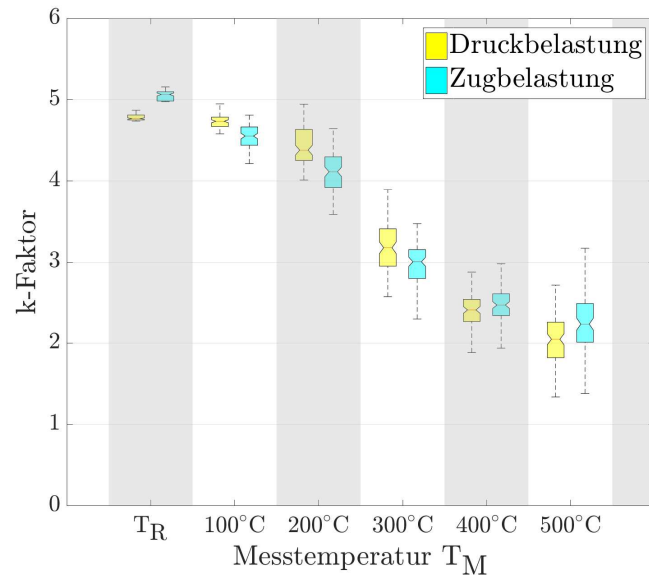


Abbildung 4.24: k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN5Pt5 Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft.

k-Faktor als die anderen beiden Schichtsysteme aufweist. Vor allem bei niedrigen Messtemperaturen bis  $T_M = 200^\circ\text{C}$  weist der AlN5Pt5-Multilayer einen sehr hohen k-Faktor im Bereich von 4 bis 5 auf. Außerdem lässt sich kein signifikanter Unterschied im k-Faktor bei Zug- oder Druckbelastung feststellen. Wie schon bei allen anderen zuvor präsentierten k-Faktor-Messungen nimmt auch der k-Faktor des AlN5Pt5-Multilayers mit steigender Temperatur stark ab und beträgt bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$  nur mehr 2,0 bis 2,2.

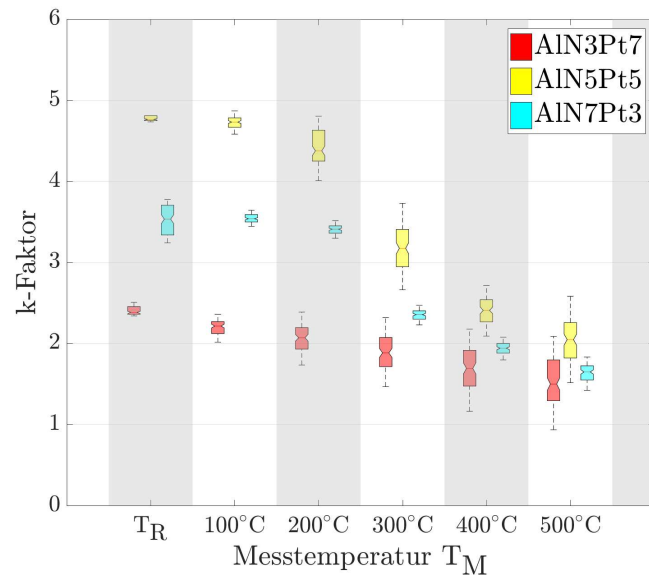


Abbildung 4.25: Vergleich der k-Faktoren bei Druckbelastung von AlN3Pt7, AlN5Pt5 und AlN7Pt3 Multilayern bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft.

Um die elektro-mechanischen Eigenschaften der drei unterschiedlichen AlN/Pt-Multilayer besser miteinander vergleichen zu können, werden ihre k-Faktoren unter Druckbelastung bei allen Messtempe-



raturen  $T_M$  in Abb. 4.25 gegenübergestellt. Speziell im Temperaturbereich  $T_R$  bis  $300^\circ\text{C}$  zeigt sich, dass der AlN5Pt5-Multilayer einen deutlich höheren k-Faktor aufweist, während der des AlN3Pt7-Multilayers deutlich niedriger ausfällt. Die Unterschiede im k-Faktor nehmen mit ansteigender Messtemperatur  $T_M$  jedoch signifikant ab. Es zeigt sich außerdem, dass mit steigendem Pt-Anteil auch die Streuung der ermittelten k-Faktoren zunimmt.

#### 4.3.4 TCR bei höheren Temperaturbereichen

Um wie bereits zuvor in Kapitel 4.2.2 den TCR der AlN/Pt-Mäander bei Temperaturen von  $T_M > 300^\circ\text{C}$  zu untersuchen, werden in Abb. 4.26 und 4.27 die Widerstandswerte der Mäander im mechanisch unbelasteten Zustand für alle während der k-Faktor-Messung untersuchten Messtemperaturen  $T_M$  gezeigt. Außerdem wird der quadratische Fit zur Bestimmung des linearen und des quadratischen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands dargestellt.

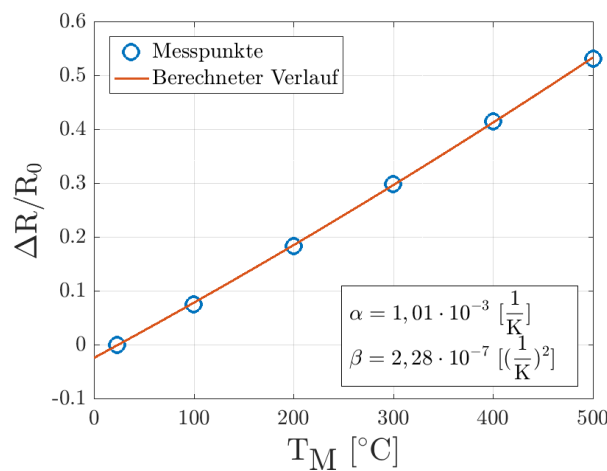


Abbildung 4.26: Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN3Pt7 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft.

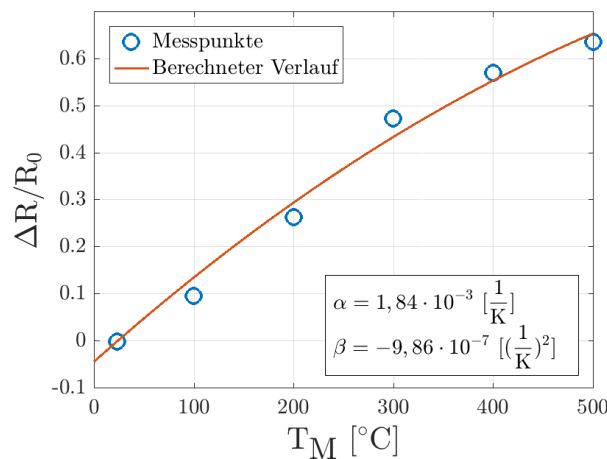


Abbildung 4.27: Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN5Pt5 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei  $900^\circ\text{C}$  in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft.

Es zeigt sich, dass die thermisch induzierte Widerstandszunahme des AlN5Pt5 Mäanders – ebenso wie jene des in Kapitel 4.2.2 gezeigten AlN7Pt3-Mäanders – bei Messtemperaturen von  $T_M < 300^\circ\text{C}$  stark abnimmt. Dies äußert sich in einem vergleichsweise hohen negativen quadratischen TCR  $\beta$ . Im Gegensatz dazu weist der AlN3Pt7-Multilayer bei allen Messtemperaturen einen beinahe linearen Widerstandsverlauf auf und auch der relativ geringe quadratische TCR hat ein positives Vorzeichen.

Um eine Übersicht über die auf Basis der VdP- und k-Faktor-Messung ermittelten Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands der verschiedenen Multilayer zu geben, sind alle Ergebnisse in Tab. 4.3 zusammengefasst.

Schichtsystem	Messmethode	$\alpha$ [K] <sup>-1</sup>	$\beta$ [K] <sup>-2</sup>
AlN3Pt7	VdP, bis $T_M = 330^\circ\text{C}$	$1,27 \cdot 10^{-3}$	$3,77 \cdot 10^{-7}$
	k-Faktor, bis $T_M = 500^\circ\text{C}$	$1,01 \cdot 10^{-3}$	$2,28 \cdot 10^{-7}$
AlN5Pt5	VdP, bis $T_M = 330^\circ\text{C}$	$6,76 \cdot 10^{-4}$	$1,27 \cdot 10^{-7}$
	k-Faktor, bis $T_M = 500^\circ\text{C}$	$1,84 \cdot 10^{-3}$	$-9,86 \cdot 10^{-7}$
AlN7Pt3	VdP, bis $T_M = 330^\circ\text{C}$	$7,34 \cdot 10^{-4}$	$-4,07 \cdot 10^{-7}$
	k-Faktor, bis $T_M = 500^\circ\text{C}$	$2,13 \cdot 10^{-3}$	$-1,58 \cdot 10^{-6}$

Tabelle 4.3: Zusammenfassung der linearen und quadratischen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands basierend auf k-Faktor- und VdP-Messungen.

Vergleicht man die unterschiedlichen Ergebnisse, so zeigt sich, dass der quadratische TCR  $\beta$  mit zunehmendem AlN-Anteil kleiner und schließlich negativ wird. Diese Entwicklung lässt sich schon im geringen Ausmaß bei den VdP-Messungen beobachten, wird dann aber bei den im größeren Temperaturbereich durchgeführten k-Messungen noch offensichtlicher.

Bei den VdP-Messungen zeigt sich, wie bereits zuvor in Kapitel 4.3.1 dargelegt, dass der lineare TCR  $\alpha$  mit steigendem Pt-Anteil zunimmt. Im Gegensatz dazu steigt  $\alpha$  bei den Messungen am k-Faktor-Messplatz mit abnehmendem Pt-Anteil an.

Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten könnten – wie bereits in Kapitel 4.2.2 angedeutet – die unterschiedlichen Strukturgrößen und das daraus resultierende unterschiedliche Oberflächen-/Volumenverhältnis sein, welches ein unterschiedliches Annealing-Verhalten der VdP und k-Faktor-Proben zur Folge hat. Während die Kleeblatt-Strukturen der VdP-Messung einen Durchmesser von ca. 14 mm aufweisen, haben die Mäander der k-Faktor-Proben eine Strukturbreite von ca. 30  $\mu\text{m}$ . Dies führt wahrscheinlich zu einer vergleichsweise stärkeren Rekristallisation des Pt-Anteils der k-Faktor-Proben, was wiederum – wie in [63] beschrieben – zu einer Erhöhung des TCRs des Platins führt.

#### 4.3.5 XRD-Untersuchung der AlN/Pt-Multilayer

Um die Ursache des in Kapitel 4.3 gezeigten Einflusses des AlN/Pt-Verhältnisses auf die elektromechanischen Eigenschaften der AlN/Pt-Multilayer genauer zu untersuchen, wird noch zusätzlich der Temperatureinfluss auf die kristallinen Eigenschaften der Multilayer untersucht.

Daher werden AlN3Pt7 und AlN5Pt5 Multilayer bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  für unterschiedlich lange Annealingzeiten  $t_a$  einem *post deposition annealing* unterzogen und anschließend mittels XRD untersucht. Wie auch zuvor in Kapitel 4.2.1 für die AlN7Pt3 Multilayer beobachtet, weisen auch die AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayer zu keinem Zeitpunkt kristallines AlN auf und im *as deposited Zustand* liegt auch kein kristallines Pt vor. Erst durch ein *post deposition annealing* kommt es zu Rekristallisationsprozessen in den Pt-Schichten der Multilayer, wobei der Pt (111) Peak dominiert. In Abb. 4.28 wird deshalb der Pt (111) Peak aller drei Multilayer-Systeme im *as deposited Zustand* und nach unterschiedlich langen

*post deposition annealing* Schritten bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  gezeigt.

Wie in Abb. 4.28 zu sehen, führt bereits ein einstündiges *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  bei den AlN3Pt3- und AlN5Pt5-Multilayern zu einer Rekristallisation des Platins. Auffallend ist allerdings, dass es nach diesem *post deposition annealing* Schritt in den Pt-Schichten des AlN3Pt7-Multilayers noch kaum kristallines Pt gibt. Erst nach einem längeren *post deposition annealing* für  $t_a = 4$  h oder länger bildet sich auch in dem AlN3Pt7-Multilayer kristallines Pt. Mit ansteigender Annealingdauer  $t_a$  kommt es in allen Multilayern zu einer stärkeren Rekristallisation.

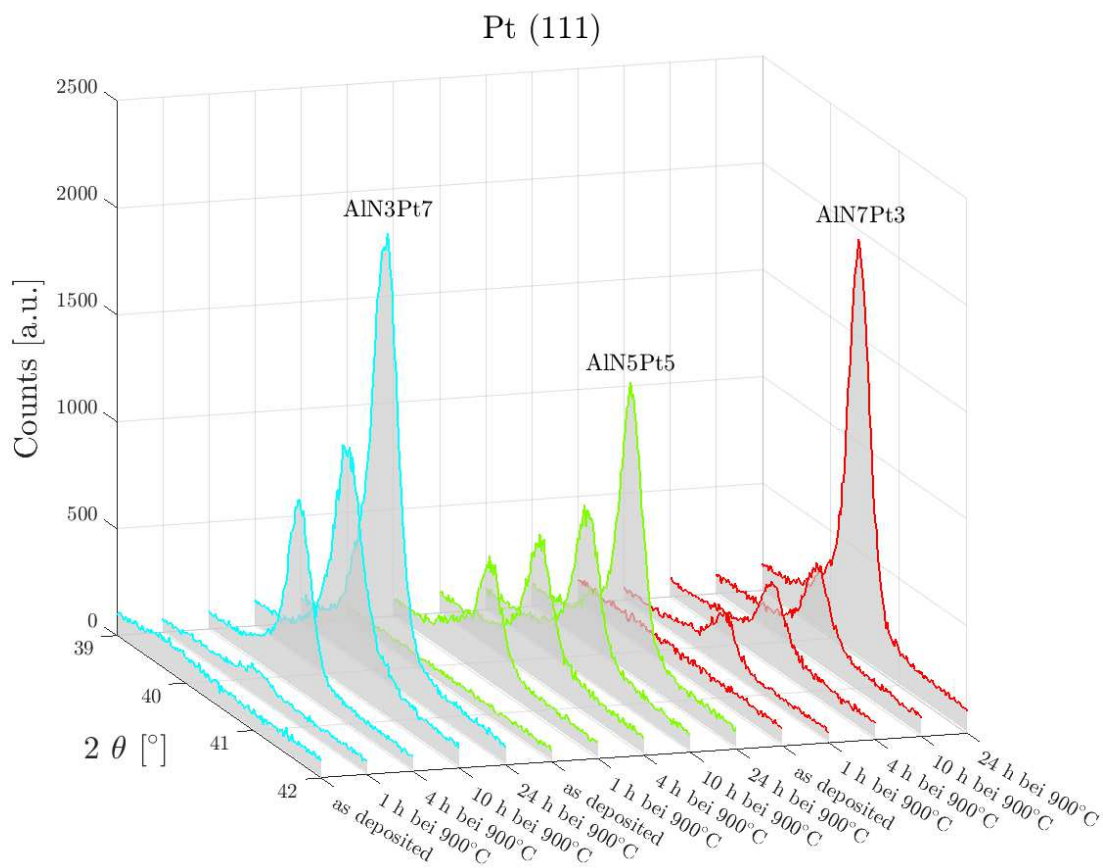


Abbildung 4.28: Pt (111) Peak der XRD Messungen aller Multilayer im *as deposited* Zustand und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten in Ar Atmosphäre.

Berücksichtigt man die sehr geringe Kristallinität des AlN3Pt7-Multilayers, kann der vergleichsweise niedrige k-Faktor der AlN3Pt7-Mäander erklärt werden. Wie in Kapitel 2.1.5 beschrieben, führt laut dem T-T-P-Modell eine steigende durchschnittliche Korngröße  $a_i$  zu einer signifikanten Erhöhung des k-Faktors von polykristallinen Dünnschichten. Da der Strom in den AlN/Pt-Multilayern hauptsächlich in den Pt-Schichten fließen wird, führt die sehr geringe Kristallinität des AlN3Pt7-Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei  $T_a = 900^\circ\text{C}$  zu den in Kapitel 4.3.3 ermittelten, geringeren k-Faktoren. Außerdem ist es ebenfalls sehr wahrscheinlich, dass die zusätzliche thermische und mechanische Belastung während der k-Faktor-Messungen (speziell bei höheren Messtemperaturen  $T_M$ ) einen weiteren Rekristallisationsprozess induziert, welcher zu der Abweichung bei den Ergebnissen der k-Faktor-Messung unter Zug- bzw. Druckbelastung führt, die bei steigender Messtemperatur  $T_M$  auch weiter zunimmt.

Des Weiteren bietet das T-T-P-Modell auch eine mögliche Erklärung für den deutlich höheren k-Faktor der AlN5Pt5-Multilayer. Wie in Kapitel 2.1.5 beschrieben, führt die Reduktion der Schichtdicke

des polykristallinen Dünnschichtfilms in den Sub-10-nm-Bereich zu einer signifikanten Erhöhung des  $k$ -Faktors. Wie in Abb. 4.18 bis 4.20 gezeigt führt das *post deposition annealing* bei den AlN7Pt3-Multilayern zu einer starken Durchmischung der AlN- und Pt-Schichten, während bei den AlN5Pt5-Multilayern die separierten Schichten weitgehend erhalten bleiben. Dies ermöglicht eine Erhöhung des  $k$ -Faktors durch den im T-T-P-Modell beschriebenen Effekt.

## 4.4 Zusammenfassung und Diskussion

Es zeigt sich, dass durch das Herstellen von AlN/Pt-Multilayern und einem anschließenden *post deposition annealing* thermisch stabile Schichtsysteme hergestellt werden können, die einen im Vergleich mit Pt-Dünnschichtfilmen niedrigeren TCR und gleichzeitig vergleichbare oder bessere  $k$ -Faktoren aufweisen.

Durch die Variation des AlN/Pt-Verhältnisses können außerdem der TCR und die elektro-mechanischen Eigenschaften beeinflusst werden. Für den Temperaturbereich von Raumtemperatur  $T_R$  bis  $T_M = 500^\circ\text{C}$  wurden die vielversprechendsten Ergebnisse mit Multilayern bestehend aus 5 nm dünnen AlN- und 5 nm dünnen Pt-Schichten erzielt. Diese AlN5Pt5-Multilayer weisen im Vergleich mit reinen Pt-Dünnschichtfilmen einen höheren  $k$ -Faktor auf, und haben dabei einen um den Faktor 3 - 4 reduzierten TCR.

Bei den AlN7Pt3-Multilayern hat das *post deposition annealing* eine starke Durchmischung der verschiedenen AlN- und Pt-Schichten zur Folge, was den  $k$ -Faktor im Vergleich zu den AlN5Pt5-Multilayern, bei denen die separierten Schichten noch erhalten blieben, verringert. Bei den AlN3Pt7-Multilayern hat die höhere Pt-Schichtdicke zur Folge, dass das einstündige *post deposition annealing* bei  $T_A = 900^\circ\text{C}$  nicht für eine signifikante Rekristallisation in den Pt-Schichten ausreicht, so dass die elektro-mechanischen Eigenschaften des AlN3Pt7-Multilayers auf Grund der geringeren Kristallinität des Platins schlechter sind.

Bei Messtemperaturen von  $T_M > 500^\circ\text{C}$  könnten sich jedoch AlN7Pt3-Multilayer als bessere Alternative herausstellen, da der  $k$ -Faktor bei  $T_M = 500^\circ\text{C}$  schon für alle Schichtsysteme beinahe gleich ist und die AlN7Pt3-Multilayer auf Grund des höheren AlN-Anteils einen niedrigeren TCR aufweisen.

Vergleicht man die elektro-mechanischen Eigenschaften und die thermische Stabilität der AlN/Pt-Multilayer zu bereits untersuchten Dünnschicht-DMS, zeigt sich das Potential des Multilayer-Ansatzes. Während die in [45] präsentierten Pt/SiO<sub>2</sub>-Komposit-Schichten zwar bei Raumtemperatur einen  $k$ -Faktor von bis zu 18 bei einem minimalen TCR von  $-0,6 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  aufweisen, sind sie an Luft nur bis  $300^\circ\text{C}$  stabil. Reines Platin ist zwar bis  $850^\circ\text{C}$  stabil und weist einen  $k$ -Faktor von maximal 4,5 bei Raumtemperatur auf, sein hoher TCR von bis zu  $3,92 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  [42, 49] führt jedoch zu einer hohen Temperaturempfindlichkeit. Im Gegensatz dazu haben Dünnschicht-DMS aus TiAlN<sub>x</sub>O<sub>y</sub> mit  $-0,38 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  einen sehr geringen TCR [107]. Ihr  $k$ -Faktor bei Raumtemperatur ist allerdings mit maximal 3,2 eher gering und bei erhöhten Temperaturen kommt es zur Oxidation der Schicht. Ni-a-C:H-Dünnschicht-DMS weisen bei Raumtemperatur ebenfalls einen sehr hohen  $k$ -Faktor von 8 und einen niedrigen TCR von  $0,3 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  auf, beginnen aber bereits ab  $100^\circ\text{C}$  instabil zu werden [108]. Im Vergleich dazu weisen AlN5/Pt5-Multilayer bei Raumtemperatur einen  $k$ -Faktor von ca. 5 auf und sind bis mindestens  $800^\circ\text{C}$  thermisch stabil. Mit  $1,3 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  weisen sie außerdem einen vergleichsweise geringen TCR auf. Es besteht zudem die Vermutung, dass sich diese Materialparameter durch Optimierungsschritte weiter verbessern lassen.

Um den Multilayer-Ansatz weiter zu verbessern, könnte es vielversprechend sein, anstatt von AlN ein Material mit negativem TCR zu verwenden, welches *post deposition annealing* Schritte bei höheren Temperaturen und für längere Annealingzeiten zulässt, ohne sich dabei chemisch zu verändern. Das längere *post deposition annealing* bei höheren Temperaturen würde wahrscheinlich zu einer stärkeren

Rekristallisation und Stressrelaxation und damit zu besseren elektro-mechanischen Eigenschaften führen. Außerdem könnte es von Vorteil sein, wenn sich die thermisch induzierte Durchmischung während des *post deposition annealings* auch bei der Verwendung von sehr dünnen Pt-Schichten minimieren lässt, um so den im T-T-P-Modell beschriebenen Effekt der k-Faktor-Erhöhung bei sehr dünnen Schichten umfassend nutzen zu können.

# Kapitel 5

## Sensorherstellung

Obwohl der Fokus dieser Arbeit auf der Untersuchung und Weiterentwicklung von robusten Funktionsschichten für Dünnschicht-Dehnmessstreifen liegt, werden auch erste Versuche zur Umsetzung eines hochtemperaturstabilen Drucksensors durchgeführt. Als Funktionsschicht soll dabei auf Grund der einfachen Herstellung ein Platin-Dünnschicht zum Einsatz kommen.

Im Folgenden wird ein Überblick über die Substratauswahl, die Auswahl der Passivierungsschicht, das Sensordesign und den Fertigungsprozess gegeben. Ein Funktionstest eines ersten Prototyps schließt dieses Kapitel ab.

### 5.1 Substratauswahl

Bei der Wahl des Substratmaterials sind neben der mechanischen Stabilität bei hohen Temperaturen auch die chemische Beständigkeit sowie der Wärmeausdehnungskoeffizient des Substratmaterials wichtige Parameter. Außerdem ist von zentraler Bedeutung, dass die druckinduzierte Deformation der Membran reversibel ist und einen hysteresefreien Verlauf aufweist.

Neben metallischen Substraten (wie beispielsweise unterschiedliche Edelstähle oder verschiedene Nickel-Basislegierungen) werden auch spröde Materialien wie Silizium (Si), Saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) oder Siliziumcarbid (SiC) als Material für die Membranen von robusten Drucksensoren verwendet (siehe Kapitel 1.2.3).

Membranen aus Silizium können auf Grund der standardmäßigen Verwendung von Silizium in der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik und den dadurch sehr gut beherrschten Fertigungsprozessen sehr kosteneffizient und zuverlässig hergestellt werden. Es wurde jedoch gezeigt, dass für mechanisch belastetes Silizium der bei allen spröden Materialien auftretende BDT-Punkt (*brittle to ductile transition*) bei Temperaturen von 550-600°C [109] erreicht wird. Dies führt zu irreversiblen Verformungen bei mechanischer Belastung und Betriebstemperaturen, die über diesem BDT-Punkt liegen. Dadurch beträgt die maximale Einsatztemperatur ca. 500°C [110]. Zusätzlich erschwert die vergleichsweise geringe chemische Resistenz der Si-Membranen deren Einsatz in Verbrennungsmotoren [111].

Im Gegensatz dazu wird der BDT-Punkt bei Siliziumcarbid jeweils abhängig vom vorliegenden SiC-Polytypen erst bei Temperaturen von 1030-1100°C erreicht [112]. In Kombination mit seinen hervorragenden elektro-mechanischen Eigenschaften und seiner hohen chemischen Stabilität ist SiC ein vielversprechendes Membranmaterial für hochtemperaturstabile Drucksensoren [113, 114]. Die aufwändige Herstellung [115], sowie die auf Grund der chemischen Stabilität schwierige Bearbeitung der SiC-Substrate erschweren jedoch den Einsatz von SiC-Membranen.

Ähnlich wie SiC weist Saphir ebenfalls einen sehr hohen BDT-Punkt jenseits der 1000°C [116] und



damit eine sehr gute Hochtemperaturstabilität auf. Neben seinen herausragenden mechanischen und chemischen Eigenschaften ist  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auch noch ein guter elektrischer Isolator und daher als Membranmaterial für hochtemperaturstabile Drucksensoren gut geeignet und es erlaubt die direkte Integration von metallischen DMS. Auf Grund seiner hohen mechanischen und chemischen Widerstandsfähigkeit ist das Herstellen von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Membranen jedoch technisch sehr herausfordernd und aufwändig.

Membranen aus Edelstahl weisen meist eine vergleichsweise geringe chemische Beständigkeit auf, die zu einer drastischen Reduktion der maximalen Einsatztemperatur führt. In hochkorrosiven Umgebungen wird die Einsatztemperatur von Edelstahlmembranen üblicherweise auf ca. ein Drittel der Schmelztemperatur des Edelstahls begrenzt, was zu typischen Einsatztemperaturen bis zu ca.  $500^\circ\text{C}$  führt [117]. Aus diesem Grund werden für Hochtemperaturanwendungen oft Nickel-Basislegierungen verwendet, die eine deutlich höhere chemische Resistenz aufweisen und daher Anwendungstemperaturen jenseits der  $1000^\circ\text{C}$  (z.B. HAYNES© 230) ermöglichen. Das Herstellen von Membranen aus Ni-Basislegierungen ist vergleichsweise unkompliziert, allerdings weisen sie im Vergleich zu den bereits vorgestellten Membranen aus spröden Materialien eine hohe Oberflächenrauigkeit auf. Ein weiterer, wichtiger Vorteil von Ni-Basis-Membranen ist, dass für die Gehäuse von hochtemperaturstabilen Sensoren oft auch Ni-Basis-Legierungen verwendet werden. Dadurch ergibt sich keine Differenz in dem thermischen Ausdehnungsverhalten der Membran in Bezug auf das Gehäuse, welche zu einer zusätzlichen mechanischen Belastung der Membran und dadurch zu einer Beeinflussung der Messung führen würde.

Bei bereits verfügbaren hochtemperaturstabilen, piezoelektrischen Drucksensoren (wie beispielsweise der Firmen Kistler GmbH und Piezocryst Advanced Sensorics GmbH) wird bereits die Nickel-Basislegierung NIMONIC© 90 als Membran- bzw. Gehäusematerial verwendet. Es ist das Ziel dieser Arbeit eine Möglichkeit aufzuzeigen, mit der diese bereits verfügbaren Hochtemperatur-Drucksensoren, die jedoch nur eine dynamische Druckmessung bei hohen Temperaturen ermöglichen, mit einer zuverlässigen statischen Druckmessung erweitert werden können. Aus diesem Grund wird für den ersten Prototypen ebenfalls eine Membran aus NIMONIC© 90 verwendet.

## 5.2 Elektrisch isolierende Passivierung

Um einen funktionsfähigen, hochtemperaturstabilen Sensor basierend auf einer NIMONIC© 90-Membran herstellen zu können, muss eine elektrisch isolierende Passivierungsschicht hoher Zuverlässigkeit gefunden werden. Diese Schicht muss eine gute elektrische Isolationsfestigkeit aufweisen und auch hochtemperaturstabil sein. Zusätzlich darf das Material nur eine sehr geringe Ätzrate gegenüber Flußsäure (HF) aufweisen, da während der Sensorherstellung (später in Kapitel 5.4.1 beschrieben) beim Strukturieren der Funktionsschicht der in Kapitel 2.2.2 vorgestellte HF-Lift-Off-Schritt durchgeführt werden muss.

Für die Charakterisierung der elektrischen Isolationsfestigkeit der zu untersuchenden Passivierungsschichten werden die unterschiedlichen Dünnschichten auf NIMONIC© 90-Plättchen mit einem Durchmesser von 15 mm gesputtert. Anschließend werden mit Hilfe einer Schattenmaske  $500\ \mu\text{m}$  durchmessende,  $200\ \text{nm}$  dünne Platin-Pads mit einer darunterliegenden  $10\ \text{nm}$  Ti-Haftvermittlerschicht hergestellt und abschließend in Ar-Atmosphäre bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1\ \text{h}$  einem *post deposition annealing* unterzogen, um die Pads wie in Kapitel 3.2 beschrieben thermisch zu stabilisieren.

Um schließlich die elektrische Isolationsfähigkeit der Passivierungsschichten zu charakterisieren, wird jeweils die unbeschichtete Seite des Substrates geerdet und auf den Test-Pads Spannung angelegt. Die angelegte Spannung wird dabei im Bereich von  $-10$  bis  $+10\ \text{V}$  in  $1\ \text{V}$ -Schritten erhöht und jeweils der resultierende Strom gemessen, wobei für jede Passivierungsschicht 30 Pads vermessen werden. Bei den Messungen wird ein Pad als elektrisch isolierend gewertet, wenn die gemessenen Ströme unterhalb von  $10^{-10}\ \text{A}$  liegen.



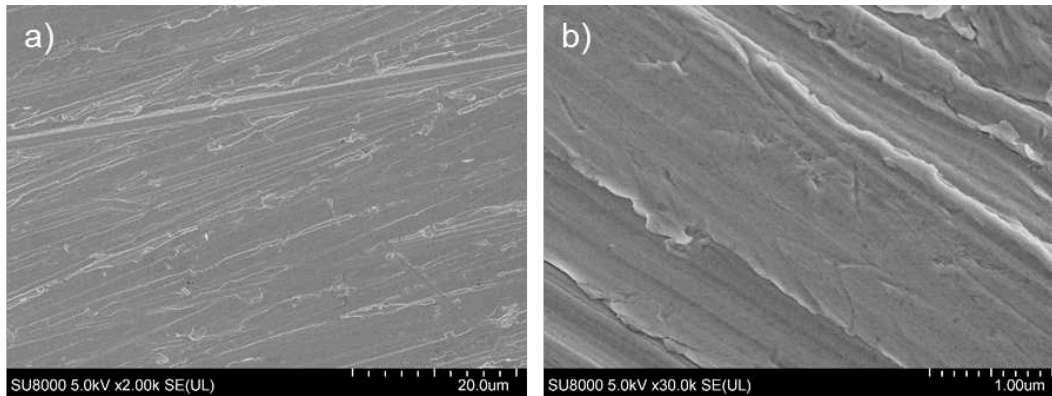


Abbildung 5.1: REM-Aufnahmen der gereinigten Oberfläche des NIMONIC® 90-Substrates vor den weiteren Prozessschritten.

Um vorab die notwendige Dicke der Passivierungsschicht abschätzen zu können, werden Voruntersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt, die – wie in Abb. 5.1 zu sehen – auf eine vergleichsweise hohe Oberflächenrauigkeit hinweisen. Anschließende Messungen mit einem AFM (*atomic force microscope*) zeigen, dass die Oberfläche einen Mittenrauwert  $R_a$  im Bereich von 50 bis 100 nm und eine maximale Rautiefe  $R_t$  im Bereich von 270 bis 550 nm aufweist.

### 5.2.1 Aluminiumnitrid

Wie bereits in Kapitel 4 beschrieben, ist Aluminiumnitrid (AlN) bis zu Temperaturen von 800°C stabil und besitzt auch eine hohe chemische Widerstandsfähigkeit [98, 101]. Ferner besitzt es einen hohen elektrischen Widerstand und eine gute thermische Leitfähigkeit [118]. Aus diesen Gründen sollte sich AlN gut als Material für elektrisch isolierende Passivierungsschichten eignen. Zusätzlich wird AlN in den in Kapitel 4 vorgestellten AlN/Pt-Multilayern ebenfalls verwendet und verspricht daher eine gute Wahl zu sein, da so auch bei der Verwendung von AlN/Pt-Multilayern als Funktionsschicht die Anzahl der verwendeten Materialien gering bleibt. Einzig der Wärmeausdehnungskoeffizient von AlN ist mit ca.  $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  im Vergleich zu ca.  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  von NIMONIC® 90 nicht ideal.

Unter der Berücksichtigung der Rauigkeit der Oberfläche werden erste Versuche mit einer 1 µm dünnen AlN-Passivierungsschicht durchgeführt. Die AlN-Schichten werden mit 800 W bei einem Gasfluss von 50sccm  $\text{N}_2$  und 2 µbar abgeschieden.

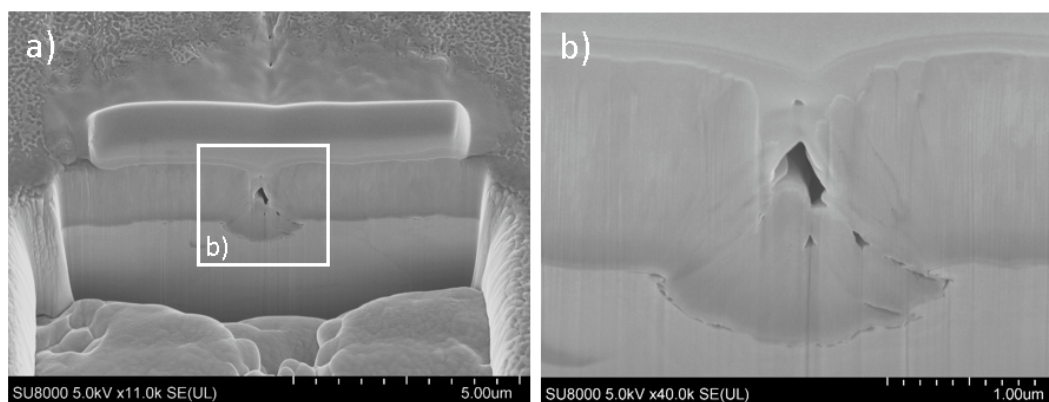


Abbildung 5.2: FIB-Schnitt durch eine ca. 1 µm dicke AlN-Schicht über einem Kratzer in der Oberfläche der Nickel-Basislegierung.

Die Überprüfung der elektrischen Isolierung der 1  $\mu\text{m}$  dünnen AlN-Schicht zeigt jedoch, dass von 30 untersuchten Pads nur ein Pad elektrisch vom Substrat isoliert ist. Wie auf den in Abbildung 5.2 gezeigten REM-Bildern eines FIB-Schnittes zu sehen ist, verursachen Störstellen an der Oberfläche der Nickel-Basislegierung Defekte in der AlN-Schicht, die sich bis zur Oberfläche der Passivierungsschicht fortsetzen und so höchstwahrscheinlich zu den Kurzschlüssen zwischen Mess-Pad und Substrat führen.

Durch das Erhöhen der Schichtdicke auf 2  $\mu\text{m}$  kann zwar eine leichte Verbesserung erzielt werden, jedoch sind auch bei der 2  $\mu\text{m}$  dünnen AlN-Passivierungsschicht nur drei von 30 Mess-Pads elektrisch vom Substrat isoliert. Wie auf den REM-Bildern in Abbildung 5.3 zu sehen ist, treten vergleichbare Effekte wie bei einer 1  $\mu\text{m}$  dünnen AlN-Schicht auf.

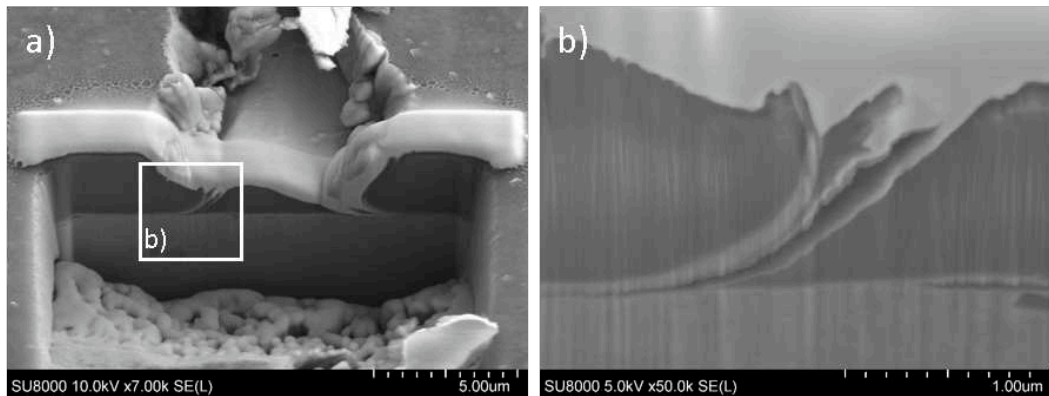


Abbildung 5.3: FIB-Schnitt durch einen Defekt in einer ca. 2  $\mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht auf einem Substrat aus Nickel-Basislegierung.

### 5.2.2 Aluminiumnitrid/Siliziumnitrid-Passivierung

Bei den zuvor beschriebenen Versuchen mit AlN besteht das Hauptproblem darin, dass sich die Defekte in der AlN-Schicht, die sich auf Grund der rauhen Oberfläche der Nickel-Basislegierung am Beginn der Abscheidung bilden, fortpflanzen und sich durch die ganze Schicht ziehen.

Ein möglicher Ansatz, um das Fortpflanzen dieser Defekte zu verhindern, ist das Verwenden eines Schichtstapels aus zwei verschiedenen Materialien. Mit diesem Ansatz können strukturelle Defekte in der Schicht mit höherer Wahrscheinlichkeit überwachsen werden, weil der sonst fortlaufende Schichtwachstumsprozess unterbrochen wird. Diesem Zweck dienen auch Pausen im Sputterprozess.

Siliziumnitrid ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) verfügt neben seinem hohen elektrischen Widerstand (im Bereich von ca.  $10^{14}$  -  $10^{15} \Omega \text{ cm}$  [119]) auch eine sehr gute Hochtemperaturstabilität [120] und ist auch ein weitverbreitetes Material in der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik. Da Siliziumnitrid auch nur eine sehr geringe Ätzrate in Flusssäure aufweist [121], erscheint es als gute Wahl für erste Versuche.

Es wird ein Schichtstapel bestehend aus jeweils 250 nm dünnen AlN- und Siliziumnitrid-Schichten abgeschieden, wobei die AlN-Schichten erneut mit 800 W bei einem Gasfluss von 50 sccm  $\text{N}_2$  und 2  $\mu\text{bar}$  abgeschieden werden. Die  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Schichten werden mit 900W bei 60 sccm  $\text{N}_2$  und einem Kammerdruck von 9  $\mu\text{bar}$  realisiert. Das Substrat wird bei beiden Abscheidungsprozessen nicht zusätzlich beheizt.

Bei den darauf folgenden Messungen zeigt sich im Vergleich mit den reinen AlN-Schichten eine deutliche Verbesserung. Von 30 gemessenen Pads waren 14 Mess-Pads elektrisch vom Substrat isoliert.

Bei der REM-Untersuchung eines FIB-Schnittes in der AlN/ $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Passivierungsschicht zeigt sich, dass die wechselnde Schichtfolge durchaus das Fortsetzen der Defekte erschwert und auch verhindern kann. Größere Defekte können allerdings damit nicht erfolgreich überdeckt werden. In Summe führt

dies zu der immer noch sehr schlechten Isolationsfähigkeit der Passivierungsschicht. In Abb. 5.4 sind die REM-Aufnahmen des FIB-Schnittes zu sehen.

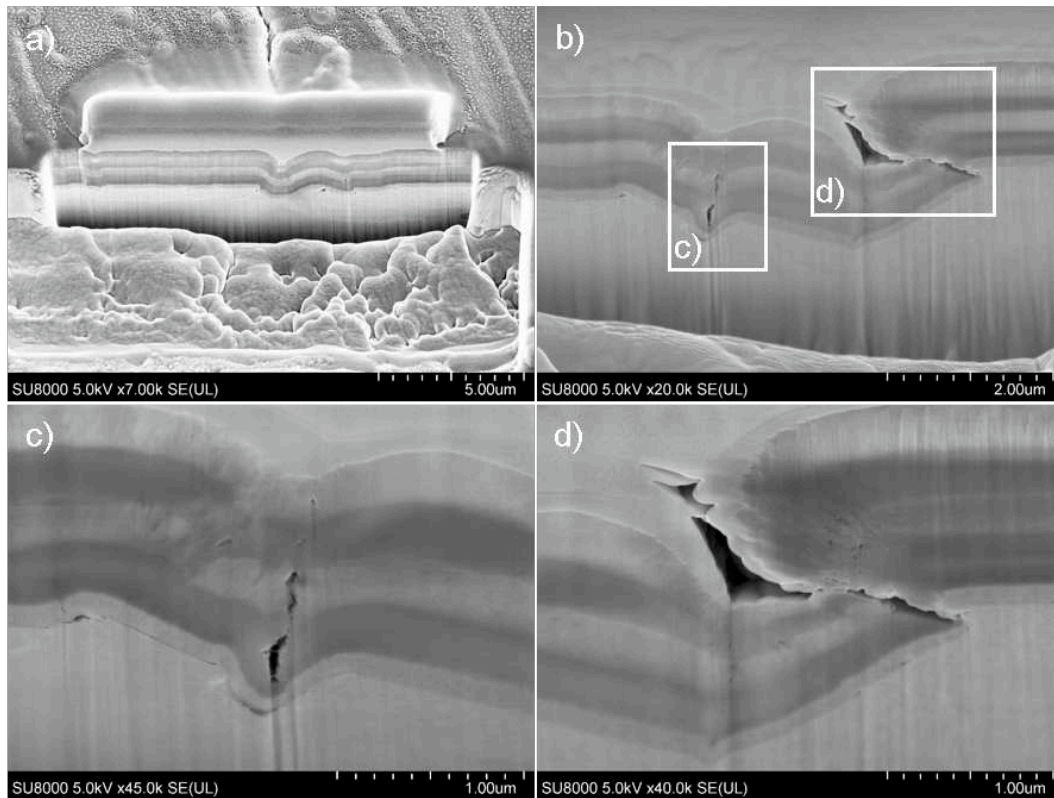


Abbildung 5.4: REM-Aufnahme eines FIB-Schnitts durch die AlN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Passivierungsschicht und den vorhandenen Defekten in dieser Schicht in unterschiedlichen Vergrößerungen.

### 5.2.3 Mehrlagige AlN-Passivierung

Ein weiterer Ansatz, um die Fortpflanzung der durch die raue Oberfläche induzierten Defekte zu verhindern, stellt das Abscheiden der AlN-Schicht in zeitlich getrennten Intervallen dar. Durch das damit verbundene Abkühlen des Substrates während des Sputterprozesses könnte sich zu Beginn der neuen Abscheidung erneut eine amorphe Start-Schicht bilden [122], die zusammen mit einem zusätzlich durchgeführten Sputterätzschritt vor jeder neuen Abscheidung zu einer Reduktion der Defekte führen könnte.

Beim Abscheiden einer 2 μm dicken AlN-Passivierungsschicht mit den bereits in Kapitel 5.2.1 erwähnten Sputterparametern wird der Sputterprozess nach dem Abscheiden von jeweils 500 nm für je 15 min pausiert. Vor dem Abscheiden der nächsten 500 nm wird zusätzlich jeweils ein 15 sec. Sputterätzen in Ar-Atmosphäre mit 600 W durchgeführt. Die AlN-Schichten werden wie bereits in Kapitel 5.2.1 mit 800 W bei einem Gasfluss von 50 sccm N<sub>2</sub>, einem Kammerdruck von 2 μbar und ohne ein zusätzliches Aufheizen des Substrates abgeschieden.

Bei den anschließenden Messungen kann allerdings keine signifikante Verbesserung der Isolationsfähigkeit der AlN-Passivierungsschicht nachgewiesen werden. Es sind weiterhin nur 4 von 30 Platin-Pads elektrisch vom Substrat isoliert.

Scheidet man die AlN-Schichten jedoch wie in Abb. 5.5 gezeigt unter einem Winkel von 30-40° ab und rotiert die Substrate nach jedem der Abscheideschritte um ca. 120°, ergibt sich eine AlN-Passivierungsschicht mit deutlich verbesserter Isolationsfähigkeit.



Abbildung 5.5: Substrat Präparation für das Abscheiden von AlN Schichten unter einem Abscheidewinkel von 30-40°. Zwischen den Abscheideprozessen werden die Substrate rotiert.

Die besten Ergebnisse werden erzielt, indem dreimal in Folge jeweils 1  $\mu\text{m}$  AlN unter einem Abscheidewinkel von 30-40° abgeschieden wird und die Substrate zwischen den Abscheidevorgängen jeweils um 120° rotiert werden.

Bei der elektrischen Überprüfung dieser AlN-Schichtstapel waren von den 30 gemessenen Test-Pads 28 vom Substrat elektrisch isoliert. In Abbildung 5.6 ist die Oberfläche der AlN-Passivierungsschicht über einem Kratzer in der Membran und ein Bild des Querschnitts der Schicht samt Pt-Pad zu sehen.

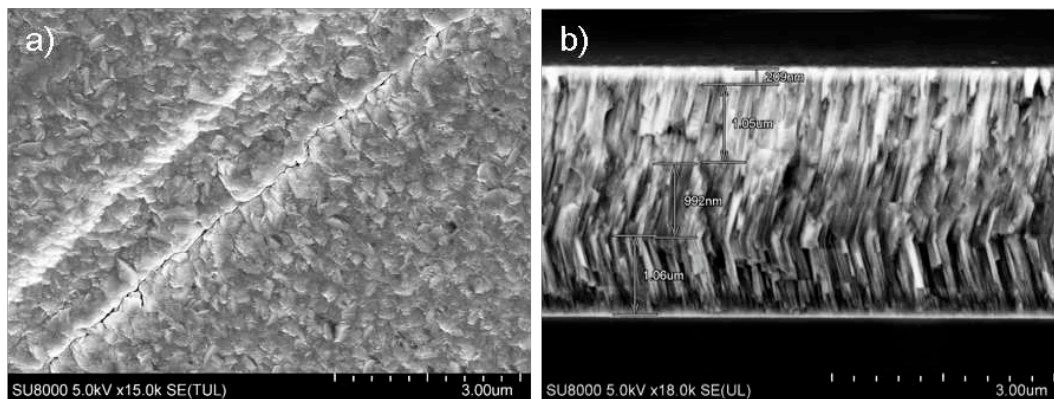


Abbildung 5.6: Oberfläche (a) und Querschnitt (b) der mehrlagigen, gekippt abgeschiedenen AlN-Passivierungsschicht.

Wie in Abb. 5.6 (b) zu sehen ist, hat das Kippen und Rotieren der Proben in den Pausen zwischen den drei Abscheidevorgängen zur Folge, dass sich die Richtung des Kristallwachstums der drei Einzelschichten deutlich unterscheidet. Dies ist möglicherweise eine Erklärung für die deutlich bessere Abdeckung der Oberflächendefekte und damit verbunden für die bessere Isolationsfähigkeit der Passivierungsschicht.

### 5.3 Sensordesign

Um den Einfluss der thermischen Schwankungen auf die Druckmessung zu minimieren, wird auf der Membran eine Wheatstone-Messbrücke realisiert. Abbildung 5.7 zeigt das Layout der für die Lithografie verwendeten Maske sowie das Ersatzschaltbild der Wheatstone-Brücke.

Die Alignment-Strukturen sind so ausgelegt, dass die Strukturen zentral auf die 4,5 mm durchmessende Membran ausgerichtet werden können. Die Widerstände  $R_1$  und  $R_4$  sind derart angeordnet, dass



sie bei einer mechanischen Auslenkung der Membran gedehnt werden. Die Widerstände  $R_2$  und  $R_3$  werden dabei gestaucht.

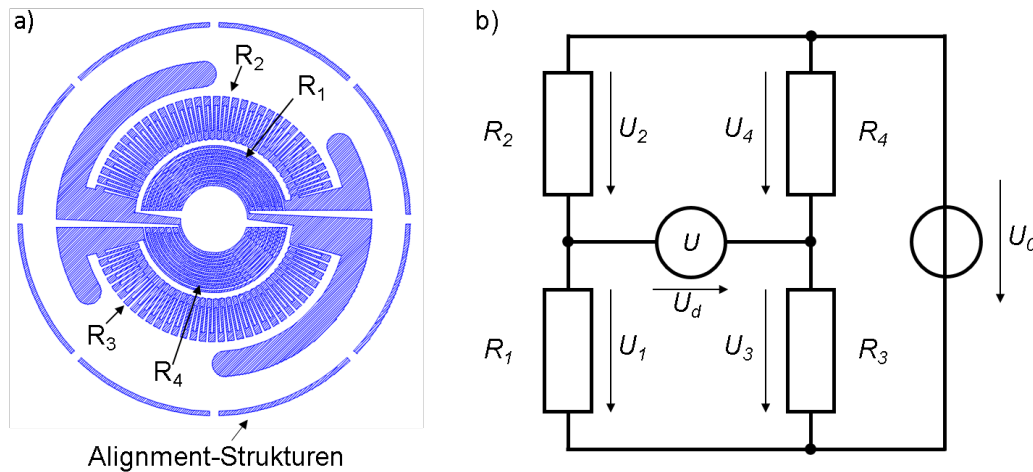


Abbildung 5.7: Layout der Maske zum Strukturieren der Funktionsschicht (a) und Ersatzschaltbild (b).

Die Strukturbreite der Messwiderstände beträgt in Dehnungs- bzw. Stauchungsrichtung  $20\ \mu\text{m}$  und die Verbindungsstücke sind mit  $60\ \mu\text{m}$  dreimal so breit, um deren Einfluss auf die Widerstandsänderung zu minimieren.  $R_1$  bis  $R_4$  sind dabei so dimensioniert, dass sie bei einer Platin-Schichtdicke von  $50\ \text{nm}$  einen Widerstand von jeweils  $100\ \Omega$  aufweisen. Die Schichtdicke der Pt-Funktionsschicht ist mit  $50\ \text{nm}$  sehr dünn und sollte für spätere Anwendungen deutlich erhöht werden. Für die Herstellung des Prototyps wurde sie allerdings aus prozesstechnischen Gründen auf  $50\ \text{nm}$  begrenzt. Die Wheatstone-Brücke soll mit  $U_0 = 5\ \text{V}$  versorgt werden.

## 5.4 Sensorherstellung und Charakterisierung

### 5.4.1 Fertigungsprozess

Die Membranen werden vor den weiteren Prozessschritten jeweils mit Ultraschall erst in Aceton und anschließend in einem Isopropanol-Bad gereinigt. Dafür bleiben die Membranen für je 15 Minuten in dem jeweiligen Ultraschall-Bad bevor sie schließlich mit Druckluft getrocknet werden.

Um die elektrische Isolation der Funktionsschicht gegenüber der elektrisch leitfähigen Membran aus NIMONIC® 90 sicherzustellen, muss anschließend eine elektrisch isolierende Passivierungsschicht abgeschieden werden. Auf Grund der zuvor in Kapitel 5.2 beschriebenen Probleme des elektrischen Kurzschlusses zwischen Substrat und Funktionsschicht auf Grund der sehr rauen Oberfläche der Membranen, werden für die elektrische Isolation der Membran die in Kapitel 5.2.3 vorgestellten mehrlagigen AlN-Passivierungsschichten verwendet.

Als Funktionsschicht wird der in Kapitel 3.4.3 vorgestellte  $50\ \text{nm}$  dünne Pt(hp)-Dünnschicht mit einer  $10\ \text{nm}$  dünnen Cr-Haftschicht verwendet. Um den Pt(hp)-Dünnschicht strukturieren zu können, muss ein HF-Lift-Off-Verfahren eingesetzt werden. Daher wird erst eine  $1\ \mu\text{m}$  dünne Opferschicht aus Titan auf die AlN-Passivierungsschicht gesputtert und anschließend mit Hilfe einer lithografisch erstellten Lack-Maske durch nasschemisches Ätzen mit Flußsäure (HF) strukturiert. Nach dem Ätzen der Titan-Opferschicht werden die Membranen erneut erst in Aceton und anschließend in Isopropanol gereinigt, um die Lackmaske wieder zu entfernen. Anschließend werden die  $10\ \text{nm}$  dünne Cr-Haftvermittlerschicht

und die 50 nm dicke Pt(hp)-Schicht abgeschieden und schließlich mittels dem HF-Lift-Off-Verfahren strukturiert.

Abschließend werden die Membranen einem *post deposition annealing* bei  $T_a = 700^\circ\text{C}$  für  $t_a = 1$  h unter Ar Atmosphäre unterzogen. Dieser Annealing-Schritt führt – wie in Kapitel 3.2 gezeigt – zu einer thermischen Stabilisierung der Pt-Funktionsschicht. Dies hat – wie bereits in Kapitel 4 erläutert – keine negativen Auswirkungen auf die AlN-Passivierungsschicht.

In Tabelle 5.1 sind die Sputter-Parameter für die Schichtabscheidungen zusammengefasst.

	AlN	Cr	Pt
Target	Al 6"	Cr 6"	Pt 6"
Leistung	800 W	500 W	600 W
Abstand Target - Substrat	65 mm	65 mm	65 mm
Gasfluss	50 sccm N <sub>2</sub>	60 sccm Ar	60 sccm Ar
Kammerdruck	2 $\mu\text{bar}$	3 $\mu\text{bar}$	3 $\mu\text{bar}$
Substrattemperatur	Selbst-erwärmung	Selbst-erwärmung	600°C

Tabelle 5.1: Sputter-Parameter für die Herstellung der für den Prototypen verwendeten Dünnschichten.

Nach dem *post deposition annealing* wird überprüft, ob die Pt-Funktionsschicht gegenüber der Membran aus Nickel-Basislegierung elektrisch isoliert ist. Dazu wird, wie in Kapitel 5.2 beschrieben, eine Spannung von -10 V angelegt und in 1 V-Schritten bis +10 V erhöht und dabei jeweils der resultierende Leckstrom gemessen. Da die gemessenen Ströme unterhalb von  $10^{-9}$  A sind, wird davon ausgegangen, dass die Pt-Mäander vom Ni-Basis-Substrat ausreichend elektrisch isoliert sind.

In Abbildung 5.8 werden REM-Aufnahmen der fertig prozessierten Membran gezeigt. Abb. 5.8 (b) zeigt einen Kratzer in der Membranoberfläche, der von der AlN-Passivierungsschicht und der Pt-Funktionsschicht überdeckt wird, ohne einen elektrischen Kurzschluss zur Membran zu verursachen.

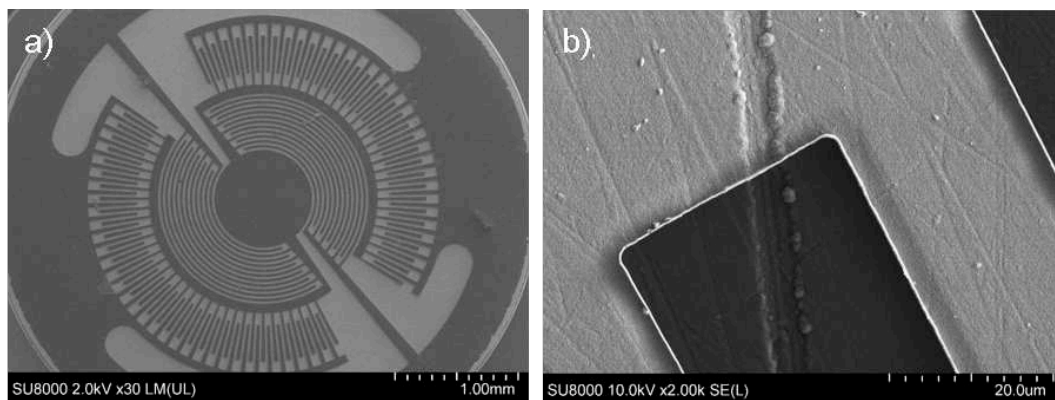


Abbildung 5.8: REM-Aufnahmen (a) der gesamten Membran und (b) eines überdeckten Kratzers in der Prototypen-Membran. Die Platin-Metallisierung ist in den REM-Aufnahmen hellgrau dargestellt, die AlN-Passivierungsschicht dunkelgrau/schwarz.

#### 5.4.2 Charakterisierung

Zum ersten Funktionstest des Prototyps wurde in einem Testaufbau die Kavität unterhalb der Membran evakuiert, um einen Unterdruck von ca. 1 bar zu erzeugen. Nach dem Erreichen des maximal möglichen

Unterdrucks wurde dieser für 15 Sekunden gehalten und anschließend die Vakuumpumpe abgeschaltet. Nach dem Abschalten der Pumpe wurde der Unterdruck wieder langsam abgebaut, bis schließlich wieder Umgebungsdruck erreicht wurde.

Während der Druckänderungen wurde die Wheatstone-Brücke an der Oberseite der Membran mit  $U_0 = 5 \text{ V}$  versorgt und durchgehend die Brückenspannung  $U_d$  gemessen. In Abb. 5.9 ist die Veränderung der auf die Versorgungsspannung genormten Brückenspannung bei der Belastung der Membran durch 1 bar zu sehen. Mit dieser Messung kann die grundsätzliche Funktionalität der hergestellten Membran demonstriert werden.

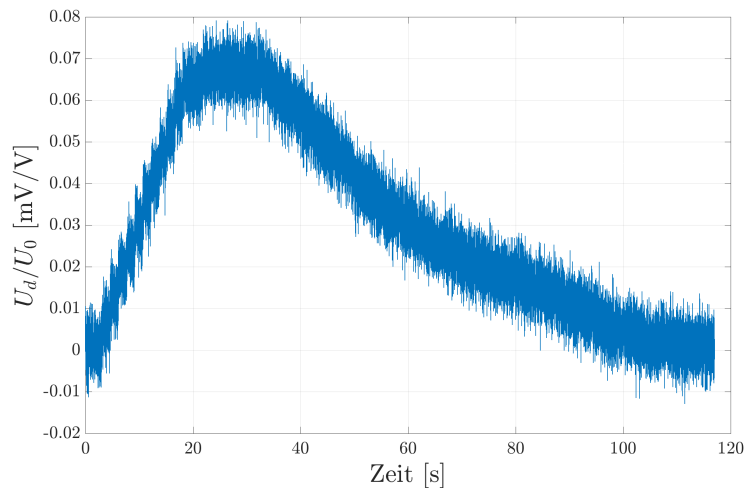


Abbildung 5.9: Änderung der auf die Versorgungsspannung genormten Brückenspannung  $U_d/U_0$  auf Grund einer Druckänderung von 1 bar.

## 5.5 Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass sich ein statischer Drucksensor basierend auf einer Membran aus Nickel-Basislegierung mit metallischer Pt Dünnschicht-DMS realisieren lässt.

Da es sich bei der Nickel-Basislegierung um ein elektrisch leitendes Substrat handelt, sind neben den elektro-mechanischen Eigenschaften der Funktionsschicht auch die Eigenschaften der elektrisch isolierenden Passivierungsschicht zentral.

Das Abscheiden einer zuverlässig elektrisch isolierenden Passivierungsschicht stellt jedoch auf Grund der hohen Anforderungen an die thermische und chemische Stabilität sowie der sehr rauen Oberfläche der Nickel-Basislegierung eine anspruchsvolle Aufgabe dar. Die in Kapitel 5.2.3 präsentierte mehrlagige AlN-Passivierungsschicht scheint ein möglicher Ansatz zu sein. Da es jedoch auch bei dieser Passivierungsschicht noch Probleme mit elektrischen Kurzschlüssen gibt und auch der Wärmeausdehnungskoeffizient nicht optimal an das Substrat angepasst ist, sind weitere Versuche notwendig.

Für den Aufbau eines fertigen Sensors muss außerdem noch die passende Aufbau- und Verbindungstechnik gefunden werden und auch die Integration der metallischen Dünnschicht-Dehnmessstreifen in bereits bestehende piezoelektrische Drucksensoren wird zukünftig noch Entwicklungsarbeit erfordern.



## Kapitel 6

# Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden die elektro-mechanischen Eigenschaften von gesputterten Dünnschichten aus reinem Platin bzw. von Schichtstapeln aus sehr dünnen Platin- und Aluminiumnitridschichten untersucht. Ziel war es, die Dünnschichtsysteme zu charakterisieren und auf ihre Eignung für den Einsatz in Hochtemperatur-Drucksensoren zu untersuchen.

Für Dünnschichten aus reinem Platin konnte gezeigt werden, dass ein einstündiger *post deposition annealing* Schritt bei 700°C zu einer thermischen Stabilisierung der elektrischen Eigenschaften der Platin-Dünnschichten führt und dass bei Temperaturen bis zu 500°C an Luft keine weiteren thermisch induzierten Änderungen der Kristallstruktur oder des elektrischen Widerstandes auftreten.

Anschließend wurde gezeigt, dass Pt-Dünnschichten mit einer Schichtdicke von 25, 50 bzw. 100 nm ähnliche elektro-mechanische Eigenschaften aufweisen und kein Einfluss der Schichtdicke auf den k-Faktor der Platin-Schichten besteht.

Weiters konnte jedoch nachgewiesen werden, dass der verwendete Haftvermittler signifikanten Einfluss auf die elektro-mechanischen Eigenschaften der Pt-Dünnschichten hat. Bei der Verwendung von Titan als Haftvermittler trat bei Messtemperaturen ab 100°C und einer zusätzlichen mechanischen Belastung eine unzureichende Stabilität der elektro-mechanischen Eigenschaften auf. Aus diesem Grund sind Ti/Pt-Dünnschichten als Materialkombination für Dehnungsmessstreifen für Hochtemperatur-Anwendungen nicht geeignet. Im Gegensatz dazu konnte bei der Verwendung von Cr und TiO<sub>2</sub> als Haftvermittler ein temperaturstabiles elektro-mechanisches Verhalten nachgewiesen werden, wobei sowohl der höchste k-Faktor von ca. 4,3 bei Raumtemperatur als auch die beste elektro-mechanische Stabilität bei den TiO<sub>2</sub>/Pt-Dünnschichten bestimmt werden konnte.

Abschließend konnte der Einfluss der Sputterparameter auf den k-Faktor der Pt-Dünnschichten nachgewiesen werden. Eine höhere Sputterleistung und erhöhte Substrattemperatur hatten eine größere Korngröße in der polykristallinen Pt-Schicht zur Folge, die – wie im T-T-P-Modell beschrieben – zu einer Erhöhung des k-Faktors von über 20 % führen. Der k-Faktor bei Raumtemperatur stieg von 2,6 bei Cr/Pt(lp)-Mäandern auf 3,2 bei Cr/Pt(hp)-Schichten.

Nachdem die reinen Platin-Dünnschichtdehnungsmessstreifen mit ca.  $3,7 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  einen relativ hohen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes aufgewiesen haben, wurde anschließend eine Möglichkeit vorgestellt, den TCR der Dünnschicht-DMS zu reduzieren ohne dabei den k-Faktor negativ zu beeinflussen.

Es wurden Schichtsysteme bestehend aus 3 nm dünnen Pt- und 7nm dünnen AlN-Schichten (in dieser Arbeit AlN/Pt-Multilayer genannt) abgeschieden und anschließend durch einen *post deposition annealing* Schritt thermisch stabilisiert. Es konnte gezeigt werden, dass ein einstündiger Annealing-Schritt bei 900°C zu einer teilweisen Vermischung der amorphen AlN- und der polykristallinen Pt-

Schichten führt. Außerdem kam es zu thermisch induzierten Rekristallisationsprozessen, die zusammen mit den Vermischungsprozessen zu einem bei Messtemperaturen von bis zu 500°C stabilen elektro-mechanischen Verhalten führen. Neben den elektro-mechanischen Eigenschaften der Multilayer wurden außerdem die Schichtstruktur und die Kristallinität der Schichtsysteme genauer untersucht.

Zusätzlich wurde der Einfluss des AlN/Pt-Verhältnis untersucht. Zu diesem Zweck wurden Multilayer hergestellt und charakterisiert, die aus Doppelschichten aus 3 nm AlN und 7 nm Pt, 5nm AlN und 5 nm Pt oder 7 nm AlN und 3 nm Pt bestanden. Bei allen drei Multilayer-Systemen konnte gezeigt werden, dass durch die Vermischung von Platin und Aluminiumnitrid der TCR der Dünnschicht-DMS signifikant beeinflusst werden konnte. Zusätzlich konnte sogar eine Verbesserung des k-Faktors erzielt werden. Das beste Ergebnis wurde mit einem AlN/Pt-Multilayer bestehend aus jeweils 5 nm dünnen AlN und Pt-Schichten erzielt, der einem einstündigen *post deposition annealing* bei 900°C unterzogen wurde. Bei den AlN<sub>5</sub>/Pt<sub>5</sub>-Multilayern konnte der TCR um ungefähr den Faktor 3 auf  $1,3 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  gesenkt werden und zusätzlich erhöhte sich der k-Faktor bei Raumtemperatur auf ca. 4,8.

Im letzten Kapitel wurde schließlich noch die Herstellung einer Membran für einen Prototypen eines Drucksensors für Hochtemperatur-Anwendungen diskutiert und der Herstellprozess einer Membran aus Nickel-Basislegierung vorgestellt. Es wurden verschiedene Ansätze für die elektrische Isolation der Pt-Dünnschicht-DMS gegenüber der Membran diskutiert und abschließend wurden erste Messergebnisse einer mit AlN passivierten Membran mit darauf gesputterten Pt-Dünnschicht-DMS präsentiert. Bei der Diskussion des Herstellprozesses zeigte sich, dass neben den elektro-mechanischen Eigenschaften der Funktionsschicht vor allem die Isolationseigenschaften und die Defektanfälligkeit der Passivierungsschichten für die Qualität des Drucksensors kritisch sind.

Ein möglicher Ansatz, an den zukünftige Forschungstätigkeiten anknüpfen könnten, ist die weitere Untersuchung des Einflusses der Haftsicht auf die elektro-mechanischen Eigenschaften von Pt-Dünnschicht-DMS. Das elektro-mechanische Verhalten der Pt-Dünnschicht-DMS bei erhöhten Temperaturen und vor allem die dabei auftretende Instabilität der Ti/Pt-Schichtsysteme konnte nicht restlos geklärt werden.

Des Weiteren würden sich auch fortführende Untersuchungen von Multilayer-Systemen anbieten. Insbesondere die Suche nach Alternativen zu den AlN-Sublayern, welche höhere *post deposition annealing* Temperaturen ermöglichen, wäre vielversprechend. Eine höhere *post deposition annealing* Temperatur könnte zu deutlich stärkeren Rekristallisationseffekten führen, die eine Erhöhung der Korngrößen und damit verbunden höhere k-Faktoren ermöglichen. Außerdem wäre eine Multilayer-Struktur denkbar, die das *dewetting* von unter 10 nm dünnen Pt-Schichten verhindert und somit die Pt-Dünnschichten stabilisiert, so dass die vom T-T-P-Modell vorhergesagte Erhöhung des k-Faktors bei sehr niedrigen Schichtdicken untersucht und genutzt werden könnte.

# Anhang A

## Auswerteskript

```
%k-Faktor-Auswertung
%Auswertung aller k-Faktoren mittels Box-Plot
%Auswertung von Dehnungs- und Stauchungsmessungen inkl. TR-Messung
%Peter Schmid, 07.04.2017

clear all;
close all;

%XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
%EINGABE XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
%XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

%Pfad der Quelldateien
addpath(genpath('C:\Dateiverzeichnis\Messdaten'));

%Speichernamen der Grafik eingeben
save_name = 'Diagramname';

%Kontrollplots ein-/ausschalten
ctrlplot = 1; %0 = aus, 1= ein

%Eingabe der Dateinamen
f_name_comp = 'TempRunStauchung.txt'; %Messung der Stauchung
f_name_ten = 'TempRunDehnung.txt'; %Messung der Dehnung
f_name_comp_RT = 'MessungTRStauchung.txt'; %TR-Messung Stauchung
f_name_ten_RT = 'MessungTRDehnung.txt'; %TR-Messung Dehnung

Dateinamen = {f_name_comp f_name_ten f_name_comp_RT f_name_ten_RT};
AnzahlDateien = length(Dateinamen);

%Plotparameter
bwidth = 0.2; %Breite der Boxen
c1 = 'c'; %Farben der Box fuer Druckbelastung
```

```

c2 = 'y';      %Farben der Box fuer Zugbelastung
d = 0.35;     %Abstand zwischen 2 Boxen eines Temperaturschrittes

fs_leg = 30;  %Fontsize Legende
fs_ax1 = 30;  %Fontsize des Achsenlabels
fs_ax = 30;   %Fontsize der Achsen

xoffleg = 0;  %x-Offset der Legendenposition
yoffleg = 0;  %y-Offset der Legendenposition

grau = [0.7,0.7,0.7]; %Grauwerte der Hintergrundbalken festlegen
trans_bg = .3;      %Transparenz der Hintergrundbalken (0 - 1)

%Eingabe der Messparameter fuer jede Datei
%Stauchungsmessung
T_steps_comp = 5;   %Anzahl der Temperaturschritte
n_cycle_comp = 50;  %Anzahl der Messzyklen
p_cycle_comp = 8;   %Anzahl der Messpunkte
m_start_comp = 2;   %Startpunkt der Mittelung
m_end_comp = 49;    %Endpunkt der Mittelung

%Dehnungsmessung
T_steps_ten = 5;
n_cycle_ten = 50;
p_cycle_ten = 8;
m_start_ten = 2;
m_end_ten = 49;

%TR-Messung Stauchung
T_steps_comp_RT = 1;
n_cycle_comp_RT = 5;
p_cycle_comp_RT = 8;
m_start_comp_RT = 2;
m_end_comp_RT = 5;

%TR-Messung Dehnung
T_steps_ten_RT = 1;
n_cycle_ten_RT = 5;
p_cycle_ten_RT = 8;
m_start_ten_RT = 2;
m_end_ten_RT = 5;

%Zusammenfassen der Temperaturschritte & Messparameter
Temperaturschritte = [T_steps_comp T_steps_ten T_steps_comp_RT
    T_steps_ten_RT];
Messzyklen = [n_cycle_comp n_cycle_ten n_cycle_comp_RT n_cycle_ten_RT];

```

```

AnzahlMesspunkte = [p_cycle_comp p_cycle_ten p_cycle_comp_RT
    p_cycle_ten_RT];
Start = [m_start_comp m_start_ten m_start_comp_RT m_start_ten_RT];
Ende = [m_end_comp m_end_ten m_end_comp_RT m_end_ten_RT];

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%DEFINIEREN DER KONSTANTEN
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

col_R = 1;    %Spalte in der R in der Quelldatei steht
col_F = 2;    %Spalte in der F in der Quelldatei steht
col_T = 3;    %Spalte in der T in der Quelldatei steht
col_pos = 4; %Spalte in der die Position in der Quelldatei steht

swz = 6.9E-6; %mm per count; z-Hub des Motors lt. Datenblatt
dzb = 0.36/5; %mm/N; Stauchung der Messdose bei Belastung
pos_zero = 0; %mm Definieren der Nullposition

dEdz = 6.13E-4; %mm-1, Materialkonstante fuer Saphir aus FEM

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%DATENVORBEREITUNG UND INITIALISIEREN DER VARIABLEN
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

for z=1 : AnzahlDateien

%Importieren der Quelldaten
f_name = Dateinamen{z};
D = load(f_name);

%Einlesen der Temperaturschritte, Messzyklen & Messpunkte
T_steps = Temperaturschritte(z); %Anzahl der Temperaturschritte
n_cycle = Messzyklen(z);        %Anzahl der Meeesyklen;
p_cycle = AnzahlMesspunkte(z);   %Messpunkte pro Messzyklus
p_cycle = p_cycle*2;

%Einlesen der zu mittelnden Zyklen
m_start = Start(z);
m_end = Ende(z);

%Initialisieren der loklen Variablen
row_R = 1;                        %Index fuer die Zeilenzaehlung
row_R0 = zeros(T_steps,1); %Array fuer die Zeilen der R0-Messungen

A = zeros(p_cycle*n_cycle,4); %Pufferarray fuer auszuwertende Daten
R0 = zeros(T_steps,1); %Array fuer die extrahierten R0-Werte

```

```

T = zeros(1, T_steps);           %Array fuer Temperaturen
K = zeros(n_cycle*2, T_steps);

%Extrahieren der R0-Messungen
for n=0 : T_steps-1             %Finden der Zeilen in denen R0 steht
    row_R0(n+1,1) = 1+n*(n_cycle*p_cycle+1);
end
for n=0 : T_steps-1             %Auslesen der R0-Werte
    R0(n+1,1) = D(row_R0(n+1,1),1);
end
D = removerows(D,row_R0);       %Entfernen der R0-Werte aus dem Datensatz

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%BERECHNUNG DER K-FAKTOREN FUER JEDE MESSREIHE EINZELN XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

for n=0 : T_steps-1             %Start der Schleife ueber alle T-Schritte

    %Beschreiben des T-Arrays fuer Plots
    T(n+1) = D(1+n*n_cycle*p_cycle,col_T);

    %Laden der Daten des aktuellen Temperaturzyklus
    c_start = 1 + n*p_cycle*n_cycle; %Startpunkt des Temperaturzyklus
    c_end = (n+1)*p_cycle*n_cycle;   %Endpunkt des Temperaturzyklus
    A = D(c_start : c_end, :);
    R = A(:,col_R);
    F = A(:,col_F);
    pos = A(:,col_pos);               %Auslesen der Pos-Werte
    pos = pos*swz;                    %Umrechnen des Positionswertes in mm
    pos = pos - dzb*F - pos_zero;     %Stauchungs-Korrektur

    for j=0 : (n_cycle*2-1) %Auswerten jeder Be- und Entlastungskurve
        %Laden der benoetigten Daten
        R_d = R(1+j*(p_cycle/2) : (j+1)*(p_cycle/2));
        F_d = F(1+j*(p_cycle/2) : (j+1)*(p_cycle/2));
        pos_d = pos(1+j*(p_cycle/2) : (j+1)*(p_cycle/2));
        %Interpolieren von R0
        R0_interpol_F = polyfit(F_d, R_d,1);
        R0_interpol = polyval(R0_interpol_F,0);
        %Berechnen der relativen Widerstandsaenderung
        dR = (R_d - R0_interpol)/R0_interpol;
        %Berechnen des linearen Fits
        fit_z = polyfit(pos_d,dR,1);
        %Auslesen der Steigung des Fits
        dRdz = abs(fit_z(1));
    end
end

```



```

        %Berechnung des k-Faktors
        k_d = dRdz / dEdz;
        %Speichern des k-Faktors
        K(j+1,n+1) = k_d;
    end
end % Ende Temperaturschleife

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%KONTROLLPLOTS XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

if ctrlplot == 1
    K_avg = zeros(1, T_steps);
    for i = 1 : T_steps
        for j = 1 : n_cycle*2
            K_avg(1,i) = K_avg(1,i) + K(j,i);
        end
    end
    K_avg = K_avg / (n_cycle *2);

    farbe = [c1 c2 c1 c2];

    figure(1)
    plot(T, K_avg, 'ko', 'LineWidth', 6, 'Color', farbe(z))
    grid on
    box on
    hold on
    xlabel('T [°C]', 'fontsize', 24)
    ylabel('Gauge Factor', 'fontsize', 24)
    title('Kontrollplot: Avg k-Faktor', 'fontsize', 24)

end

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%ENDE KONTROLLPLOTS XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

if z == 1
    K_TR_comp = K;
end
if z == 2
    K_TR_ten = K;
end
if z == 3
    K_RT_comp = K;
end
if z == 4
    K_RT_ten = K;
end

```

```

end

end %Ende der Schleife

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%BOX-PLOT %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

%Anpassen der RT-Messungen
K_RT_comp = vertcat(K_RT_comp, K_RT_comp, K_RT_comp, K_RT_comp, K_RT_comp)
;
K_RT_comp = vertcat(K_RT_comp, K_RT_comp);
K_RT_ten = vertcat(K_RT_ten, K_RT_ten, K_RT_ten, K_RT_ten, K_RT_ten);
K_RT_ten = vertcat(K_RT_ten, K_RT_ten);

%Zusammenfassen und Sortieren der k-Faktoren in ein Array
K_G = horzcat(K_RT_comp, K_RT_ten, K_TR_comp(:,1), K_TR_ten(:,1),...
             K_TR_comp(:,2), K_TR_ten(:,2), K_TR_comp(:,3), K_TR_ten(:,3),...
             K_TR_comp(:,4), K_TR_ten(:,4), K_TR_comp(:,5), K_TR_ten(:,5));

%Definieren der x-Position
T_G = [1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12];
positions = [1-d/2 1+d/2 2-d/2 2+d/2 3-d/2 3+d/2 4-d/2 4+d/2 ...
            5-d/2 5+d/2 6-d/2 6+d/2];

%Boxplot
figure(2)
bp=boxplot(K_G,T_G,'Notch','on','positions',positions,'Widths',bwidth);
%Latex Interpreter fuer Achsen
set(0,'DefaultTextInterpreter','latex')
%Ausblenden der Outlier
set(bp(7,:), 'Visible', 'off')
%Beschriften der Y-Achse
ylabel('k-Faktor','fontsize',fs_axl)
%Einschalten der Hilfslinien fuer die y-Achse
set(gca,'ygrid','on')
%Beschriften & Formatieren der x-Achse
set(gca,'xtick',[mean(positions(1:2)) mean(positions(3:4))...
                mean(positions(5:6)) mean(positions(7:8)) mean(positions(9:10))...
                mean(positions(11:12))])
set(gca,'TickLabelInterpreter','latex');
set(gca,'xticklabel',{'$$\mbox{T}_{\mbox{R}}$$', ...
                    '$$100^{\circ}\mbox{C}$$', '$$200^{\circ}\mbox{C}$$', ...
                    '$$300^{\circ}\mbox{C}$$', '$$400^{\circ}\mbox{C}$$', ...
                    '$$500^{\circ}\mbox{C}$$'});
set(gca,'fontsize',fs_ax) %Schriftgroee der Achsenaendern

```

```

hxlabel = xlabel('Temperatur','fontsize',fs_axl);
xlim([0 7])
ylim([0 5])
%Einfärben der Boxen
color = [c1, c2, c1, c2, c1, c2, c1, c2, c1, c2, c1, c2];
h = findobj(gca,'Tag','Box');
for j=1:length(h)
    patch(get(h(j),'XData'),get(h(j),'YData'),color(j),'FaceAlpha',.5);
end
%Erstellen der Legende
c = get(gca, 'Children');
hleg1 = legend(c(1:2), 'Druckbelastung', 'Zugbelastung', ...
    'location', 'northwest');
%Einstellen der Schriftgröße der Legende
set(hleg1, 'fontsize',fs_leg,'interpreter','latex')
%Maximieren des Fensters
set(gcf,'units','normalized','outerposition',[0.04 0.04 0.9 0.9])
%Grauen Hintergrund einfüegen
yl = ylim; %Auslesen der y-Min/Max-Werte der y-Achse
xbg1 = [.5 1.5 1.5 .5];
xbg2 = [2.5 3.5 3.5 2.5];
xbg3 = [4.5 5.5 5.5 4.5];
xbg4 = [6.5 7 7 6.5];
ybg = [yl(1) yl(1) yl(2) yl(2)];
patch(xbg1,ybg,grau,'EdgeColor','none','FaceAlpha',trans_bg)
patch(xbg2,ybg,grau,'EdgeColor','none','FaceAlpha',trans_bg)
patch(xbg3,ybg,grau,'EdgeColor','none','FaceAlpha',trans_bg)
patch(xbg4,ybg,grau,'EdgeColor','none','FaceAlpha',trans_bg)
%Rahmen einschalten
box on
%Legende verschieben
posleg = get(hleg1, 'Position');
set(hleg1, 'Position', posleg + [xoffleg yoffleg 0 0])

%Speichern der Grafik
saveas(figure(2),save_name,'eps');
saveas(figure(2),save_name,'png');

```

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters $p$ für verschiedene Korngrößen $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei $\tau = 0,7$ . . . . .	13
2.2	Relative Änderung des k-Faktors eines 25 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters $p$ für verschiedene Korngrößen $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei $\tau = 0,7$ . . . . .	13
2.3	Relative Änderung des k-Faktors eines 5 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des Fuchs'schen Reflektionsparameters $p$ für verschiedene Korngrößen $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei $\tau = 0,7$ . . . . .	14
2.4	Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit des isotropen Koeffizienten der Elektronentransmission $\tau$ für verschiedene Korngrößen $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei $p = 0,6$ . . . . .	15
2.5	Relative Änderung des k-Faktors eines 100 nm dünnen Pt Dünnsfilms in Abhängigkeit der Schichtdicke $a$ für verschiedene Korngrößen $a_i$ , berechnet nach dem T-T-P-Modell bei $\tau = 0,7$ und $p = 0,6$ . . . . .	15
2.6	Schematischer Aufbau einer DC-Sputterkammer. . . . .	16
2.7	Schematischer Ablauf eines Fotolithografieprozesses [73]. . . . .	17
2.8	CAD-Zeichnung des Hochtemperatur k-Faktor-Messplatzes. . . . .	19
2.9	Schematische Zeichnung der verwendeten Balken samt aufgebrachter Teststrukturen. . .	20
2.10	Benutzeroberfläche der LabVIEW-Steuerungssoftware. . . . .	21
2.11	Typisches Proben-Design und Nadelspitzen-Anordnung für Van der Pauw Messungen. . .	23
2.12	Schematische Darstellung der Reflektion von Röntgenstrahlung an Gitterebenen für die Herleitung der Bragg-Gleichung. . . . .	25
3.1	Pt (111)-Peakverlauf einer XRD-Messung eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr als Haftvermittler nach verschiedenen <i>post deposition annealing</i> Schritten unter Ar-Atmosphäre. . . . .	29
3.2	FWHM des Pt (111) Peaks eines 100 nm Pt-Dünnsfilms auf 10 nm Cr nach unterschiedlichen <i>post deposition annealing</i> Schritten unter Ar-Atmosphäre. . . . .	30
3.3	Relativer spezifischer elektrischer Widerstand des 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf einer Ti, Cr oder TiO <sub>2</sub> Haftschicht im <i>as deposited</i> Zustand, nach dem <i>post deposition annealing</i> bei 700°C für 1 h in Ar-Atmosphäre und nach unterschiedlichen Temperschritten an Luft für jeweils 6 h. . . . .	31
3.4	Relative Änderung des spezifischen elektrischen Widerstands eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf verschieden vorbehandelten 45 nm TiO <sub>2</sub> Haftschichten im <i>as deposited Zustand</i> , nach dem <i>post deposition annealing</i> und unterschiedlichen Temper-Schritten an Luft. . .	32

3.5 Pt (111)-Peaks der XRD Messung eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr im *as deposited* Zustand, nach dem *post deposition annealing* unter Ar-Atmosphäre und nach jeder temperaturabhängigen k-Faktor-Messung an Luft. . . . . 33

3.6 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 34

3.7 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Ti bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 35

3.8 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  eines 100 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 45 nm TiO<sub>2</sub> bei Druckbelastung in Abhängigkeit der z-Auslenkung bei variierenden Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 35

3.9 k-Faktoren eines 50 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung. . . . . 36

3.10 k-Faktoren eines 50 nm Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Ti bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung. . . . . 37

3.11 Histogramm der unter Druckspannung ermittelten k-Faktoren eines Cr/Pt(lp) Mäanders bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$ . . . . . 38

3.12 Histogramm der unter Druckspannung ermittelten k-Faktoren eines Ti/Pt(lp) Mäanders bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$ . . . . . 38

3.13 TEM-Bilder von 100 nm Pt(lp) Dünnsfilmen auf Cr, Ti und TiO<sub>2</sub> als Haftermittler im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 700°C für 1 h unter Ar-Atmosphäre. . . . . 40

3.14 EDX line scans von 100 nm Pt(lp) Dünnsfilmen auf Cr, Ti und TiO<sub>2</sub> als Haftermittler im *as deposited* Zustand und nach dem *post deposition annealing* bei 700°C für 1h unter Ar-Atmosphäre. . . . . 41

3.15 k-Faktor von 25, 50 und 100 nm Pt(lp) Dünnsfilmen auf 10 nm Cr unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 42

3.16 k-Faktoren von 100 nm Pt(lp) auf 10 nm Cr bzw. 45 nm TiO<sub>2</sub> unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 43

3.17 k-Faktoren von 50 nm Pt(lp) bzw. Pt(hp) auf 10 nm Cr unter Druckbelastung bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 44

3.18 (HR)TEM-Bilder eines (a) Pt(hp) und (b) & (c) Pt(lp) Dünnsfilms auf 10 nm Cr nach dem einstündigen *post deposition annealing* bei 700°C unter Ar-Atmosphäre sowie k-Faktormessungen bis zu 500°C an Luft. . . . . 45

3.19 Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm Pt(lp) Mäanders auf 45 nm TiO<sub>2</sub>. . . . . 46

3.20 Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm Pt(lp) Mäanders auf 10 nm Cr. . . . . 46

3.21 Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$  und linearer und quadratischer TCR eines 100 nm Pt(hp) Mäanders auf 10 nm Cr. . . . . 47

4.1 Spezifischer Widerstand  $\rho$  einer 100 nm dünnen reinen Pt Schicht bzw. von AlN<sub>7</sub>Pt<sub>3</sub> Multilayern nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen bei 30°C an Luft. . . . . 50

4.2 REM Bilder der Oberfläche von AlN7Pt3 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 4 h bzw. bei 1000°C für 10 h. . . . . 51

4.3 Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN7Pt3 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900 °C für 1 h im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C. . . . . 51

4.4 Linearer Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands  $\alpha$  von einer 100 nm dünnen, reinen Pt Schicht und von AlN7Pt3 Multilayern *as deposited* und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft. . . . . 52

4.5 Quadratischer Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes  $\beta$  von einer 100 nm dünnen, reinen Pt Schicht und von AlN7Pt3 Multilayern *as deposited* und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten, gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft. . . . . 52

4.6 Relative Änderung des spezifischen Widerstands  $\rho$  von den in Abb. 4.1 gezeigten, unterschiedlich *post deposition annealten* AlN7Pt3 Multilayern auf Grund eines zusätzlichen zweistündigen thermischen Belastungsschrittes bei 500°C an Luft. . . . . 53

4.7 Chemische Zusammensetzung der AlN7Pt3 Multilayer im *as deposited* Zustand und nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten. . . . . 54

4.8 XRD-Messung des Pt (111) Peaks von AlN7Pt3 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten unter Ar-Atmosphäre. . . . . 55

4.9 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines AlN7Pt3 Mäanders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 56

4.10 k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN7Pt3 Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft. . . . . 57

4.11 Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN7Pt3 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei 900°C in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft. . . . . 58

4.12 (HR)TEM Bilder und EDX *line scans* eines AlN7Pt3 Multilayers im *as deposited* Zustand und nach dem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre . . . . . 59

4.13 Vergleich des spezifischen Widerstands  $\rho$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen bei 30°C an Luft. . . . . 60

4.14 Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN5Pt5 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900 °C für 1 h im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C. . . . . 61

4.15 Spezifischer elektrischer Widerstand von AlN3Pt7 Multilayern im *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900 °C für 1 h im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C. . . . . 61

4.16 Lineare Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands  $\alpha$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft. . . . . 62

4.17 Quadratische Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands  $\beta$  von AlN7Pt3, AlN5Pt5 und AlN3Pt7 Multilayern nach unterschiedlichen *post deposition annealing* Schritten gemessen im Temperaturbereich von 30°C bis 330°C an Luft. . . . . 62



4.18 TEM Bilder von AlN3Pt7, AlN5Pt und AlN7Pt3 Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre. . . . . 64

4.19 HR-TEM Bilder von AlN3Pt7, AlN5Pt und AlN7Pt3 Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h Ar-Atmosphäre. . . . . 65

4.20 EDX *line scans* von AlN3Pt7, AlN5Pt und AlN7Pt3 Multilayern in ihrem *as deposited* Zustand und nach einem *post deposition annealing* bei 900°C für 1 h in Ar-Atmosphäre. . . . . 66

4.21 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines AlN3Pt7 Mäanders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 67

4.22 k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN3Pt7 Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft. . . . . 68

4.23 Relative Widerstandsänderung  $\Delta R/R_0$  bei der Be- und Entlastung eines AlN5Pt5 Mäanders unter Druck- und Zugbelastung für unterschiedliche Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 68

4.24 k-Faktor eines nominell 100 nm dünnen AlN5Pt5 Multilayers bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  unter Druck- und Zugbelastung an Luft. . . . . 69

4.25 Vergleich der k-Faktoren bei Druckbelastung von AlN3Pt7, AlN5Pt5 und AlN7Pt3 Multilayern bei unterschiedlichen Messtemperaturen  $T_M$  an Luft. . . . . 69

4.26 Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN3Pt7 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei 900°C in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft. . . . . 70

4.27 Widerstand eines mechanisch unbelasteten AlN5Pt5 Multilayers nach einem einstündigen *post deposition annealing* bei 900°C in Ar-Atmosphäre in Abhängigkeit der Messtemperatur  $T_M$ , gemessen an Luft. . . . . 70

4.28 Pt (111) Peak der XRD Messungen aller Multilayer im *as deposited* Zustand und nach verschiedenen *post deposition annealing* Schritten in Ar Atmosphäre. . . . . 72

5.1 REM-Aufnahmen der gereinigten Oberfläche des NIMONIC© 90-Substrates vor den weiteren Prozessschritten. . . . . 77

5.2 FIB-Schnitt durch eine ca. 1 µm dicke AlN-Schicht über einem Kratzer in der Oberfläche der Nickel-Basislegierung. . . . . 77

5.3 FIB-Schnitt durch einen Defekt in einer ca. 2 µm dicken AlN-Schicht auf einem Substrat aus Nickel-Basislegierung. . . . . 78

5.4 REM-Aufnahme eines FIB-Schnitts durch die AlN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Passivierungsschicht und den vorhandenen Defekten in dieser Schicht in unterschiedlichen Vergrößerungen. . . . . 79

5.5 Substrat Präparation für das Abscheiden von AlN Schichten unter einem Abscheidewinkel von 30-40°. Zwischen den Abscheideprozessen werden die Substrate rotiert. . . . . 80

5.6 Oberfläche (a) und Querschnitt (b) der mehrlagigen, gekippt abgeschiedenen AlN-Passivierungsschicht. . . . . 80

5.7 Layout der Maske zum Strukturieren der Funktionsschicht (a) und Ersatzschaltbild (b). . . . . 81

5.8 REM-Aufnahmen (a) der gesamten Membran und (b) eines überdeckten Kratzers in der Prototypen-Membran. Die Platin-Metallisierung ist in den REM-Aufnahmen hellgrau dargestellt, die AlN-Passivierungsschicht dunkelgrau/schwarz. . . . . 82

5.9 Änderung der auf die Versorgungsspannung genormten Brückenspannung  $U_d/U_0$  auf Grund einer Druckänderung von 1 bar. . . . . 83

# Tabellenverzeichnis

1.1	Drucksensor-Konzepte und ihre maximale Einsatztemperatur. . . . .	3
2.1	Parameter für die k-Faktor-Berechnungen nach dem T-T-P-Modell [67]. . . . .	12
2.2	Standard-Messparameter für die elektro-mechanische Charakterisierung. . . . .	22
3.1	Sputter-Parameter für die Herstellung von Pt-Dünnschicht-DMS. . . . .	28
4.1	Sputter-Parameter für die Herstellung von AlN/Pt-Multilayer. . . . .	49
4.2	Vergleich des linearen TCRs $\alpha$ und des quadratischen TCRs $\beta$ eines bei $T_a = 900^\circ\text{C}$ und $t_a = 1$ h <i>post deposition annealten</i> AlN7Pt3 Multilayers basierend auf den Ergebnissen der k-Faktor- bzw. VdP-Messungen bei variierenden Temperaturbereichen an Luft. . . .	57
4.3	Zusammenfassung der linearen und quadratischen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands basierend auf k-Faktor- und VdP-Messungen. . . . .	71
5.1	Sputter-Parameter für die Herstellung der für den Prototypen verwendeten Dünfilme. .	82

# Literaturverzeichnis

- [1] S. Arrhenius, “On the Influence of Carbonic Acid in the Air upon the Temperature of the Ground”, *Philosophical Magazine and Journal of Science, Series 5, Volume 41*, 237-276, 1896.
- [2] M. R. Allen, O. P. Dube, W. Solecki, F. Aragón-Durand, W. Cramer, S. Humphreys, M. Kainuma, J. Kala, N. Mahowald, Y. Mulugetta, R. Perez, M. Wairiu, K. Zickfeld, “2018: Framing and Context. In: *Global Warming of 1.5°C. An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways, in the context of strengthening the global response to the threat of climate change, sustainable development, and efforts to eradicate poverty*”, [Masson-Delmotte, V., P. Zhai, H.-O. Pörtner, D. Roberts, J. Skea, P.R. Shukla, A. Pirani, W. Moufouma-Okia, C. Péan, R. Pidcock, S. Connors, J.B.R. Matthews, Y. Chen, X. Zhou, M.I. Gomis, E. Lonnoy, T. Maycock, M. Tignor, and T. Waterfield (eds.)], in press, 2018.
- [3] O. Hoegh-Guldberg, D. Jacob, M. Taylor, M. Bindi, S. Brown, I. Camilloni, A. Diedhiou, R. Djallante, K. L. Ebi, F. Engelbrecht, J. Guiot, Y. Hijjoka, S. Mehrotra, A. Payne, S. I. Seneviratne, A. Thomas, R. Warren, G. Zhou, “2018: Impacts of 1.5°C Global Warming on Natural and Human Systems. In: *Global Warming of 1.5°C. An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways, in the context of strengthening the global response to the threat of climate change, sustainable development, and efforts to eradicate poverty*”, [Masson-Delmotte, V., P. Zhai, H.-O. Pörtner, D. Roberts, J. Skea, P.R. Shukla, A. Pirani, W. Moufouma-Okia, C. Péan, R. Pidcock, S. Connors, J.B.R. Matthews, Y. Chen, X. Zhou, M.I. Gomis, E. Lonnoy, T. Maycock, M. Tignor, and T. Waterfield (eds.)], in press, 2018.
- [4] A. Hermann, “*Lexikon Geschichte der Physik A-Z*”, Aulis Verlag Deubner, 1978, ISBN 9783761401545.
- [5] T. A. Boden, G. Marland, R. J. Andres, „National CO<sub>2</sub> Emissions from Fossil-Fuel Burning, Cement Manufacture, and Gas Flaring: 1751-2014”, Carbon Dioxide Information Analysis Center, Oak Ridge National Laboratory, U.S. Department of Energy, DOI 10.3334/CDIAC/00001\_V2017, 2017.
- [6] United States Environmental Protection Agency, “*Inventory of U.S. Greenhouse Gas Emissions and Sinks 1990 - 2015*”, EPA 430-P-17-001, 2015.
- [7] M. P. Boyce, “*Gas Turbine Engineering Handbook*”, Forth Edition, Butterworth-Heinemann, 2011, ISBN 9780123838421.
- [8] W. E. K. Middleton, “The place of torricelli in the history of the barometer”, *Isis*, Vol. 54, 11 - 28, 1963.

- [9] J. G. Webster, H. Eren, „Measurement, Instrumentation, and Sensors Handbook – Spartial, Mechanical, Thermal and Radiation Measurement“, Second Edition, CRC Press, 2014, ISBN 9781138072176.
- [10] A. Taghizadeh-Alisaraei, B. Ghobadian, T. Tavakoli-Hashjin, S. S. Mohtasebi, A. Rezaei-asl, M. Azadbakht, “Characterization of engine’s combustion-vibration using diesel and biodiesel fuel blends by time-frequency methods: A case study”, *Renewable Energy*, Vol. 95, 422-432, 2016.
- [11] C. Soares, “Gas Turbines: A Handbook of Air, Land and Sea Applications”, Second Edition, Butterworth-Heinemann, 2014, ISBN 9780124104617.
- [12] J. Hjelmgren, „Dynamic Measurement of Pressure: A Literature Survey“, SP Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut, 2002, ISBN 9789178489251.
- [13] T. M. Reeder, D. E. Cullen, “Surface-acoustic-wave pressure and temperature sensors”, *IEEE Proceedings*, Vol. 64, 754-756, 1976.
- [14] M. R. Risch, „Precision pressure sensor using quartz SAW resonators“, *Sensors and Actuators*, Vol. 6, 127-133, 1984.
- [15] G. Schimetta, F. Dollinger, R. Weigel, „A wireless pressure-measurement system using a SAW hybrid sensor“, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 48, 2730-2735, 2000.
- [16] B. Drafts, “Acoustic wave technology sensors”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 49, 795-802, 2001.
- [17] J. N. Fields, C. K. Asawa, O. G. Ramer, M. K. Barnoski, “Fiber optic pressure sensor”, *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol. 67, 816, 1980.
- [18] A. Wang, S. He, X. Fang, X. Jin, J. Lin, “Optical fiber pressure sensor based on photoelasticity and its application”, *Journal of Lightwave Technology*, Vol. 10, 1466-1472, 1992.
- [19] M. G. Xu, L. Reekie, Y. T. Chow, J. P. Dakin, “Optical in-fibre grating high pressure sensor”, *Electronics Letters*, Vol. 29, 398-399, 1993.
- [20] Y. Zhu, A. Wang, “Miniature fiber-optic pressure sensor”, *IEEE Photonics Technology Letters*, Vol. 17, 447-449, 2005.
- [21] C. S. Sander, J. W. Knutti, J. D. Meindl, “A monolithic capacitive pressure sensor with pulse-period output”, *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 27, 927-930, 1980.
- [22] Y. S. Lee, K. D. Wise, “A batch-fabricated silicon capacitive pressure transducer with low temperature sensitivity”, *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 29, 42-48, 1982.
- [23] B. Puers, E. Peeters, A. Van Den Bossche, W. Sansen, “A capacitive pressure sensor with low impedance output and active suppression of parasitic effects”, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 21, 108-114, 1990.
- [24] C. H. Mastrangelo, X. Zhang, W. C. Tang, “Surface-micromachined capacitive differential pressure sensor with lithographically defined silicon diaphragm”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 5, 98-105, 1996.

- [25] T. P. Gavrilenko, Y. A. Nikolaev, "Piezoelectric pressure transducer", *Combustion, Explosion, and Shock Waves*, Vol. 18, 378-380, 1982.
- [26] B. Morten, G. De Cicco, M. Prudenziati, "Resonant pressure sensor based on piezoelectric properties of ferroelectric thick films", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 31, 153-158, 1992.
- [27] R. J. Besson, J. J. Boy, B. Glotin, Y. Jinzaki, B. Sinha, M. Valdois, "A dual-mode thickness-shear quartz pressure sensor", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, Vol. 40, 584-591, 1993.
- [28] G. Gautschi, "Piezoelectric Sensorics: Force, Strain, Pressure, Acceleration and Acoustic Emission Sensors, Materials and Amplifiers", Springer, 2006, ISBN 9783642076008.
- [29] K. Yamada, M. Nishihara, R. Kanzawa, R. Kobayashi, "A piezoresistive integrated pressure sensor", *Sensors and Actuators*, Vol. 4, 63-69, 1983.
- [30] T. Ishihara, K. Suzuki, S. Suwazono, M. Hirata, H. Tanigawa, "CMOS integrated silicon pressure sensor", *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, Vol. 22, 151-156, 1987.
- [31] S. Ansermet, D. Otter, R. W. Craddock, J. L. Dancaster, "Cooperative development of a piezoresistive pressure sensor with integrated signal conditioning for automotive and industrial applications", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 21, 79-83, 1990.
- [32] V. Mosser, J. Suski, J. Goss E. Obermeier, "Piezoresistive pressure sensors based on polycrystalline silicon", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 28, 113-132, 1991.
- [33] I. Ayerdi, E. Castano, A. Garcia Alonso, J. Gracia, "High-temperature ceramic pressure sensor", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 60, 72-75, 1997.
- [34] S. Keil, "Technology and Practical Use of Strain Gages: With Particular Consideration of Stress Analysis Using Strain Gages", John Wiley & Sons, 2017, ISBN 9783433032022.
- [35] P. W. Krempl, "Quartz Homeotypic Gallium-Orthophosphate", *Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium*, Vol. 2, 949-954, 1994.
- [36] H. Fritze, H. L. Tuller, G. Borchardt, T. Fukuda, "High-Temperature Properties of Langasite", *Materials for Smart Systems III*, Vol. 604, 1999.
- [37] J. Mohr, O. Paul, W. Menz, "Microsystems Technology", Wiley-VCH, 2000, ISBN 9783527296347.
- [38] D. J. Young, J. Du, C. A. Zorman, W. H. Ko, "High-Temperature Single-Crystal 3C-SiC Capacitive Pressure Sensor", *IEEE Sensors Journal*, Vol. 4, 464-470, 2004.
- [39] R. S. Okojie, R. D. Meredith, C. T. Chang, E. Savrun, "High temperature dynamic pressure measurement using silicon carbide pressure sensor," *International Conference and Exhibition on High Temperature Electronics*, 2014.
- [40] P. Kayser, J. C. Godefroy, L. Leca, "High-temperature thin-film strain gauges," *Sensors and Actuators A*, Vol. 37-38, 328-332, 1993.
- [41] W. N. Sharpe Jr., "Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics", Springer, 2008, ISBN 978-0387268835.
- [42] S. Fricke, „Funktionale Dünnschichten und deren Anwendungen in Hochtemperatur-Drucksensoren“, Shaker Verlag, 2010, ISBN 9783832291891.

- [43] O. J. Gregory, A. B. Slot, P. S. Amons, E. E. Crisman, "High temperature strain gages based on reactively sputtered AlN<sub>x</sub> thin films", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 88, 79-89, 1996.
- [44] J. F. Lei, "A Resistance Strain Gage With Repeatable and Cancellable Apparent Strain for Use to 800°C", NASA Contractor Report 185256, 1990.
- [45] H. Schmid-Engel, S. Uhlig, U. Werner, G. Schultes, "Strain sensitive Pt-SiO<sub>2</sub> nano-cermet thin films for high temperature pressure and force sensors", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 206, 17- 21, 2014.
- [46] M. Soeda, T. Kataoka, Y. Ishikura, S. Kimura, T. Masuda, Y. Yoshikawa, M. Nagata, "Sapphire-based Capacitive Pressure Sensor For High Temperature and Harsh Environment Application", *Proceedings of IEEE Sensors*, Vol. 2, 2002.
- [47] R. S. Okojie, G. M. Beheim, G. J. Saad, E. Savrun, "Characteristics of a hermetic 6H-SiC pressure sensor at 600°C", AIAA Space 2001 Conference and Exposition, Albuquerque, NM, 2001.
- [48] J. Zhang, Y. Nagao, S. Kuwano, Y. Ito, "Microstructure and Temperature Coefficient of Resistance of Platinum Films", *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 36, 834-839, 1997.
- [49] D. R. Lide, "Handbook of Chemistry and Physics, 85<sup>th</sup> Edition 2004-2005", CRC Press LLC, 2004.
- [50] S. Fricke, A. Friedberger, G. Mueller, H. Seidel, U. Schmid, "Strain gauge factor and TCR of sputter deposited Pt thin films up to 850 °C", *IEEE Sensors Conference*, 1532-1535, 2008.
- [51] S. Fricke, A. Friedberger, H. Seidel, U. Schmid, "A robust pressures sensor for harsh environmental applications", *Sensors and Actuators A*, Vol. 184, 16-21, 2012.
- [52] S. Fricke, A. Friedberger, H. Seidel, U. Schmid, "High temperature measurement set-up for the electro-mechanical characterization of robust thin film systems", *Measurement Science and Technology*, Vol. 25, 1-6, 2015.
- [53] H. Bargel, G. Schulze, "Werkstoffkunde, 12. Auflage", Springer, 2018, ISBN 9783662486290.
- [54] C. Erginsoy, "Neutral Impurity Scattering in Semiconductors", *Physical Review*, Vol. 79, Issue 6, 1013-1014, 1950.
- [55] R.L. Parker, A. Krinsky, "Electrical Resistance-Strain Characteristics of Thin Evaporated Metal Films", *Journal of Applied Physics*, Volume 34, 2700-2708, 1963.
- [56] G. C. Kuczynski, "Effect of Elastic Strain on the Electrical Resistance of Metals", *Physical Review*, Volume 94, Number 1, 1954.
- [57] A. W. Lawson, "The effect of hydrostatic pressure on the electrical resistivity of Metals", *Progress in Metal Physics*, Vol. 6, 1-44, 1956.
- [58] C. S. Smith, "Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon", *Physical Review*, Volume 94, Number 1, 1954.
- [59] K. Fuchs, et al., "The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals", *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, Volume 34, Issue 1, 100-108, 1938.



- [60] E.H. Sondheimer, "The mean free path of electrons in metals", *Advances in Physics*, Volume 1, 1952.
- [61] A. F. Mayadas, M. Shatzkes, "Electrical-Resistivity Model of Polycrystalline Films: the Case of Arbitrary Reflection at External Surfaces", *Physical Review B*, Volume 1, Number 4, 1969.
- [62] C.R. Tellier, A.J. Tosser and C Boutrit, "The Mayadas-Shatzkes conduction model treated as a Fuchs-Sondheimer model", *Thin Solid Films*, Volume 44, 201-208, 1977.
- [63] C.R. Tellier, C. R. Pichard and A.J. Tosser, "Statistical model of electrical conduction in polycrystalline metals", *Thin Solid Films*, Volume 61, 349-354, 1979.
- [64] C.R. Tellier, C. R. Pichard and A.J. Tosser, "A three-dimensional model for grain boundary resistivity in metal films", *Thin Solid Films*, Volume 62, 189-194, 1979.
- [65] C.R. Tellier, C.R. Pichard, A.J. Tosser, "Approximate expressions for the product of the resistivity with its TCR in very thin polycrystalline films", *Journal of Physics F: Metal Physics*, Volume 9, 2377-2380, 1979.
- [66] C.R. Tellier, C. R. Pichard and A.J. Tosser, "Three-dimensional analytical expressions of strain gauge coefficients of infinitely thick polycrystalline metal films", *Journal of Materials Science*, Volume 15, 2991-2994, 1980.
- [67] C.R. Tellier, C. R. Pichard and A.J. Tosser, "Three-dimensional strain coefficients of resistivity of thin polycrystalline metal films", *Journal of Materials Science*, Volume 16, 2281-2286, 1981.
- [68] Y. Zhu, X. Lang, W. Zheng, Q. Jiang, "Electron Scattering and Electrical Conductance in Polycrystalline Metallic Films and Wires: Impact of Grain Boundary Scattering Related to Melting Point", *ACS nano*, Vol. 4, 3781-3788, 2010.
- [69] M. Cormier, A. Mougin, J. Ferré, A. Thiaville, N. Charpentier, F. Piéchon, R. Weil, V. Baltz, B. Rodmacq, "Effect of electrical current pulses on domain walls in Pt/Co/Pt nanotracks with out-of-plane anisotropy: Spin transfer torque versus Joule heating", *Physical Review B: Condensed matter and materials physics*, American Physical Society, Vol. 81, 2010.
- [70] U. Hilleringmann, "Silizium Halbleitertechnologie, 5. Auflage", Vieweg + Teubner, 2008, ISBN 3835102453.
- [71] M. Madou, "Fundamentals of Microfabrication, Second Edition", CRC Press, 2002, ISBN 0849308267.
- [72] G. Gerlach, W. Dötzl, "Einführung in die Mikrosystemtechnik", Hanser Fachbuchverlag, 2006, ISBN 3446225587.
- [73] P. Schmid, "Druck- und temperaturabhängiges Resonanzverhalten von Aluminiumnitrid basierten MEMS-Bauelementen", Diplomarbeit am Institut für Sensor- und Aktuatorssysteme, Technische Universität Wien, 2013.
- [74] L. J. van der Pauw, "A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shape", *Philips Research Reports* 13, 1958, 1-9.
- [75] D. K. Schroder, "Semiconductor Material and Device Characterization - 3<sup>rd</sup> Edition", John Wiley & Sons, 2006, ISBN 0471739065.

- [76] F. Steinhäüßer, A. Talai, G. Sandulache, R. Weigel, A. Koelpin, W. Hansal, A. Bittner, U. Schmid, "Pulse plated silver metallization on porosified LTCC substrates for high frequency applications", *Microelectronics Reliability*, Vol. 60, 93-100, 2016.
- [77] F. Steinhäüßer, „Porosizieren von LTCC-Substraten mit Phosphorsäure für Hochfrequenzanwendungen“, Dissertation am Institut für Sensor- und Aktuatorssysteme, Technische Universität Wien, 2015.
- [78] H. Sawada, N. Shimura, F. Hosokawa, N. Shibata, Y. Ikuhara, "Resolving 45-pm-separated Si-Si atomic columns with an aberration-corrected STEM", *Microscopy*, Volume 64, Issue 3, 213-217, 2015.
- [79] W. Bragg, "The diffraction of short electromagnetic waves by a crystal", *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, 1913, 43-57.
- [80] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken, G. Teichert, „Moderne Röntgenbeugung“, 2. Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, 2009, ISBN 3835101668.
- [81] R. Jenkins, R. L. Snyder, "Introduction to X-ray Powder Diffractometry", John Wiley & Sons Inc., 1996, ISBN 9780471513391.
- [82] M. Birkholz, P. F. Fewster, C. Genzel, "Thin film analysis by X-ray scattering", Wiley-VCH, 2006, ISBN 3527310525.
- [83] M. Kucera, T. Manzanuque, J. L. Sánchez-Rojas, A. Bittner, U. Schmid, "Q-factor enhancement for self-actuated self-sensing piezoelectric MEMS resonators applying a lock-in driven feedback loop", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 23, 2013.
- [84] D. Yoo, I. Kim, S. Kim, C. H. Hahn, C. Lee, and S. Cho, "Effects of annealing temperature and method on structural and optical properties of TiO<sub>2</sub> films prepared by RF magnetron sputtering at room temperature", *Applied Surface Science*, Vol. 253, 3888-3892, 2007.
- [85] L. E. Hollander, P. L. Castro, "Dielectric Properties of Single-Crystal Nonstoichiometric Rutile (TiO<sub>2</sub>)", *Journal of Applied Physics*, Vol. 33, 3421-3426, 1962.
- [86] U. Schmid, "The impact of thermal annealing and adhesion film thickness on the resistivity and the agglomeration behaviour of titanium/platinum thin films", *Journal of Applied Physics*, Vol. 103, 054902, 2008.
- [87] J. Lee, B. Kim, „Thermal dewetting of Pt thin film: Etch-masks for the fabrication of semiconductor nanostructures“, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 449-451, 769-773, 2007.
- [88] K. Sreenivas, I. Reaney, T. Maeder, N. Setter, C. Jagadish, R. G. Elliman, "Investigation of Pt/Ti bilayer metallization on silicon for ferroelectric thin film integration", *Journal of Applied Physics*, Vol. 1, 232-239, 1994.
- [89] U. Schmid, H. Seidel, "Influence of thermal annealing on the resistivity of titanium/platinum thin films", *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, Vol 24, 2139-2146, 2006.
- [90] R. J. Corruccini, "Annealing of Platinum for Thermometry", *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Vol. 47, No. 2, 94-103, 1951.

- [91] J. A. Thornton, "Influence of apparatus geometry and deposition conditions and the structure and topography of thick sputtered coatings", *Journal of Vacuum Science and Technology*, Vol. 11, No. 4, 666 - 670, 1974.
- [92] J. D. Wrbanek, K. L. H. Laster, „Preparation and analysis of platinum thin films for high temperature sensor applications“, NASA/TM-2005-213433, 2005.
- [93] U. Schmid, "The impact of thermal annealing and adhesion film thickness on the resistivity and the agglomeration behavior of titanium/platinum thin films", *Journal of Applied Physics*, Vol. 103, 2008.
- [94] A. Ababneh, A. N. Al-Omari, A. M. K. Dagamseh, M. Tantawi, C. Pauly, F. Mücklich, D. Feili, H. Seidel, "Electrical and morphological characterization of platinum thin-films with various adhesion layers for high temperature applications", *Microsystem Technology*, Vol. 23, Issue 3, 703-709, 2017.
- [95] A. Mosquera, D. Horwat, L. Vazquez, A. Gutiérrez, A. Erko, A. Anders, J. Andersson, J. L. Endrino, "Thermal decomposition and fractal properties of sputter-deposited platinum oxide thin films", *Journal of Materials Research*, Vol. 27, Issue 5, 829-836, 2012.
- [96] M. Le, Y. Sohn, J. Jim, G. Choi, „Effect of sputtering power on the nucleation and growth of Cu films deposited by magnetron sputtering“, *Materials Transactions*, Vol. 51, No. 1, 116-120, 2010.
- [97] M. Schneider, A. Bittner, U. Schmid, „Impact of film thickness on the temperature-activated leakage current behavior of sputtered aluminum nitride thin films“, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 224, 177-184, 2015.
- [98] M. Gillinger, M. Schneider, A. Bittner, P. Nicolay, U. Schmid, "Impact of annealing temperature on the mechanical and electrical properties of sputtered aluminum nitride thin films", *Journal of Applied Physics*, Vol. 117, 2015.
- [99] T. Harumoto, J. Shi, Y. Nakamura, „Development of superlattice during thermal annealing in Pt/AlN multilayer films“, *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 83, 2007.
- [100] M. Schneider, A. Bittner, U. Schmid, "Impact of film thickness on the temperature-activated leakagecurrent behavior of sputtered aluminum nitride thin films", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 224, 177-184, 2015.
- [101] M. Gillinger, T. Knobloch, A. Markovic, G. Pfusterschmied, M. Schneider, U. Schmid, „Performance of thin  $Al_xO_y$ ,  $Si_xN_y$  and AlN passivation layers for high temperature SAW device applications“, *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol. 81, 1-6, 2018.
- [102] V. Moraes, H. Riedl, R. Rachbauer, S. Kolozsvári, M. Ikeda, L. Prochasa, S. Paschen, P. H. Mayrhofer, „Thermal conductivity and mechanical properties of AlN-based thin films“, *Journal of Applied Physics*, Vol. 119, 2016.
- [103] T. S. Pan, Y. Zhang, J. Huang, B. Zeng, D. H. Hong, S. L. Wang, H. Z. Zeng, M. Gao, W. Huang, Y. Lin, „Enhanced thermal conductivity of polycrystalline aluminum nitride thin films by optimizing the interface structure“, *Journal of Applied Physics*, Vol. 112, 2012.
- [104] K. Wang, K. Yao, S. J. Chua, "Titanium diffusion and residual stress of platinum thin films on Ti/SiO<sub>2</sub>/Si substrate", *Journal of Applied Physics*, Vol 98, 2005.

- [105] M. Schneider, A. Bittner, A. Klein, U. Schmid, „Impact of film thickness and temperature on the dielectric breakdown behavior of sputtered aluminum nitride thin films”, *Microelectronic Engineering*, Vol. 140, 47-51, 2015.
- [106] A. Ababneh, “Impact of Annealing Temperature on Piezoelectric and Morphological Properties of Aluminium Nitrid Thin Films”, *IEEE Jordan Conference on Applied Electrical Engineering and Computing Technologies (AEECT)*, 2015.
- [107] C. Zarfl, P. Schmid, G. Balogh, U. Schmid, „Electro-mechanical properties and oxidation behaviour of  $\text{TiAlN}_x\text{O}_y$  thin films at high temperatures”, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 226, 143-148, 2015.
- [108] G. Schultes, P. Frey, D. Goettel, O. Freitag-Weber, “Strain sensitivity of nickel-containing amorphous hydrogenated carbon (Ni:a-C:H) thin films prepared by r.f. sputtering using substrate bias conditions”, *Diamond and Related Materials*, Vol. 15, 80-89, 2006.
- [109] J. Samuels, S. G. Roberts, P. B. Hirsch, „The brittle-to-ductile transition in silicon“, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 105, 39-46, 1988.
- [110] M. Gad-el-Hak, „The MEMS Handbook – Second Edition“, CRC Press, 2005, ISBN 9780849321061.
- [111] G. Pfeifer, R. Werthschützky, „Drucksensoren“, VEB Verlag Technik, 1989, EAN 9783341006603.
- [112] P. Pirouz, J. L. Demenet, M. H. Hong, „On transition temperatures in the plasticity and fracture of semiconductors“, *Philosophical Magazine A*, Vol. 81, 1207-1227, 2001.
- [113] P. G. Neudeck, D. J. Spry, L. Y. Chen, G. M. Beheim, R. S. Okojie, C. W. Chang, R. D. Meredith, T. L. Ferrier, L. J. Evans, M. J. Krasowski, N. F. Prokop, „Stable electrical operation of 6H-SiC JFETs and ICs for thousands of hours at 500 degrees C“, *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 29, 456-459, 2008.
- [114] S. M. Savage, A. Konstantinov, A. M. Saroukhan, C. I. Harris, „High temperature 4H-SiC FET for gas sensing applications“, *Materials Science Forum*, Vol. 338-342, Silicon Carbide and Related Materials - 1999, 1431-1434, 2000.
- [115] Y. M. Tairov, V. F. Tsvetkov, „Investigation of Growth Processes of Ingots of Silicon-Carbide Single-Crystals“, *Journal of Crystal Growth*, Vol. 43, 209-212, 1978.
- [116] H. S. Kim, S. Roberts, „Brittle-Ductile Transition and Dislocation Mobility in Sapphire“, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 77, 3099-3104, 1994.
- [117] P. A. Schweitzer, „Metallic Materials: Physical, Mechanical, and Corrosion Properties“, CRC Press, 2003, ISBN 9780824708788.
- [118] S. Strite, H. Morkoc, “GaN, AlN, and InN: A review”, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, Vol. 10, 1237-1266, 1992.
- [119] H. S. Dow, W. S. Kim, J. W. Lee, „Thermal and electrical properties of silicon nitride substrates”, *AIP Advances*, Vol. 7, Issue 9, 2017.
- [120] S. C. Singhal, “Thermodynamic analysis of the high-temperature stability of silicon nitride and silicon carbide”, *Ceramurgia International*, Vol. 2, Issue 3, 123-130, 1976.

- [121] K. R. Williams, K. Gupta, M. Wasilik, “Etch Rates for Micromachining Processing – Part II”, Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 12, No. 6, 761-778, 2003.
- [122] M. Schneider, “Einfluss der Schichtdicke und der Substratvorbehandlung auf die elektromechanischen Eigenschaften von gesputterten Aluminiumnitrid dünnfilmen“, Verlag Dr. Hut, 2014, ISBN 9783843915694.

# Nomenklatur

## Verwendete Formelzeichen

$A$	Querschnitt
$a$	Schichtdicke
$a_i$	durchschnittliche Korngröße
$B$	integrale Peak-Breite
$C$	Kapazität
$D$	Durchmesser
$d$	Abstand
$g$	Grüneisen-Konstante
$k$	Dehnungskoeffizienten des elektrischen Widerstandes, kurz k-Faktor
$L$	Länge
$\Delta L$	Längendifferenz
$l_0$	mittlere freie Weglänge der Elektronen im Bulk-Material
$l_e$	effektive mittlere freie Weglänge der Elektronen
$n$	Beugungsordnung
$p$	Fuchs'sche Reflektionsparameter
$q$	Elementarladung
$R$	elektrischer Widerstand
$R_0$	elektrischer Widerstand bei Raumtemperatur
$R_a$	Mittenrauwert
$R_t$	maximale Rautiefe
$\Delta R$	Widerstandsdifferenz



$T$	Temperatur
$T_a$	Annealingtemperatur
$T_M$	Messtemperatur
$T_R$	Raumtemperatur
$\Delta T$	Temperaturdifferenz
$t$	Zeit
$t_a$	Annealingdauer
$U_0$	Versorgungsspannung
$U_d$	Brückenspannung
$\alpha$	linearer thermischer Koeffizient des elektrischen Widerstandes
$\beta$	quadratische Koeffizient des elektrischen Widerstandes
$\gamma$	Dehnungskoeffizient des spezifischen Widerstands
$\gamma_f$	Dehnungskoeffizient des spezifischen Widerstands von Dünnschichten
$\gamma_f L$	longitudinaler Dehnungskoeffizient des spezifischen Widerstands von Dünnschichten
$\varepsilon$	relative Längenänderung
$\varepsilon_0$	elektrische Feldkonstante
$\varepsilon_r$	relative Permittivität
$\theta$	Einfallswinkel zwischen Röntgenstrahlung und Gitterebene
$\lambda$	Wellenlänge der Röntgenstrahlung
$\mu$	Poissonzahl
$\mu_s$	Poissonzahl des Substrates
$\rho$	spezifischer elektrischer Widerstand
$\rho_0$	spezifischer elektrischer Widerstand des Bulkmaterials
$\rho_f$	spezifischer elektrischer Widerstand des Dünnschichtfilms
$\tau$	isotroper Koeffizienten der Elektronen-Transmission durch Korngrenzen

## Verwendete Abkürzungen

<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	Aluminiumoxid
<b>AlN</b>	Aluminiumnitrid
<b>AlN3Pt7</b>	Multilayer bestehend aus 3 nm AlN-Schichten und 7 nm Pt-Schichten
<b>AlN5Pt5</b>	Multilayer bestehend aus 5 nm AlN-Schichten und 5 nm Pt-Schichten
<b>AlN7Pt3</b>	Multilayer bestehend aus 7 nm AlN-Schichten und 3 nm Pt-Schichten
<b>Ar</b>	Argon
<b>BDT</b>	<i>brittle to ductile transition</i>
<b>CO<sub>2</sub></b>	Kohlenstoffdioxid
<b>Cr</b>	Chrom
<b>Cr<sub>x</sub>O<sub>y</sub></b>	Chromoxid
<b>DC</b>	<i>direct current</i>
<b>DMS</b>	Dehnmessstreifen
<b>EDX</b>	<i>energy dispersive X-ray spectroscopy</i>
<b>FIB</b>	<i>focused ion beam</i>
<b>FWHM</b>	<i>full width half maximum</i>
<b>HF</b>	Flusssäure
<b>HRTEM</b>	<i>high resolution transmission electron microscopy</i>
<b>MEMS</b>	<i>micro electro-mechanical system</i>
<b>N</b>	Stickstoff
<b>O</b>	Sauerstoff
<b>Pd</b>	Palladium
<b>Pt</b>	Platin
<b>Pt(hp)</b>	Platin, abgeschieden mit hoher Sputterleistung und zus. Substratheizung
<b>Pt(lp)</b>	Platin, abgeschieden mit niedriger Sputterleistung
<b>REM</b>	Rasterelektronenmikroskop

<b>RF</b>	<i>radio frequency</i>
<b>SAW</b>	<i>surface acoustic wave</i>
<b>Si</b>	Silizium
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	Siliziumnitrid
<b>SiC</b>	Siliziumcarbid
<b>SiO<sub>2</sub></b>	Siliziumdioxid
<b>SOI</b>	<i>silicon on insulator</i>
<b>STEM</b>	<i>scanning transmission electron microscope</i>
<b>TCR</b>	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes
<b>TEM</b>	Transmissionselektronenmikroskop
<b>Ti</b>	Titan
<b>TiO<sub>2</sub></b>	Titandioxid
<b>VdP</b>	Van der Pauw
<b>W</b>	Wolfram
<b>XRD</b>	<i>X-ray diffraction</i>