

**Abschlussbericht
für das F&E-Förderprojekt 13N8328**

**Prüfmethode zur quantitativen Bestimmung elastischer
Eigenschaften in nanoskaligen Dimensionen mit
Rastersondenmikroskopie**

Optimierte Rasterkraftsonden

Laufzeit: 01.05.2002 - 31.07.2005

Zuwendungsempfänger: Nanoworld Services GmbH (Nanoworld)
Erlangen

Unterauftragnehmer: Fraunhofer Gesellschaft zur Förderung der angewandten
Forschung e.V. (FhG) mit Ihrem
Fraunhofer-Institut für Integrierte Systeme und
Bauelementetechnologie (IISB)
Erlangen

Kooperationspartner: Fraunhofer-Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IzFP)
Saarbrücken

Fries Research & Technology GmbH (FRT)
Bergisch-Gladbach

Robert Bosch GmbH (Bosch)
Stuttgart

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM)
Berlin

Inhalt

1	Einleitung.....	3
1.1	<i>Aufgabenstellung</i>	3
1.2	<i>Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde</i>	3
1.3	<i>Planung und Ablauf des Vorhabens.....</i>	4
1.4	<i>Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde</i>	5
1.5	<i>Zusammenarbeit mit anderen Stellen.....</i>	7
2	Darstellung der Ergebnisse	8
2.1	<i>Weiterentwicklung der Messverfahren zur Charakterisierung der gefertigten Blattfedern</i>	8
2.1.1	<i>Optische Messungen (Mikroskop)</i>	8
2.1.2	<i>Elektronenoptische Messungen (REM)</i>	9
2.1.3	<i>Reflektometrische Bestimmung der Federbalkendicken und –dickenschwankungen</i>	10
2.2	<i>Optimierung der Rasterkraftsonden</i>	12
2.2.1	<i>Optimierung der Federbalkengeometrie.....</i>	13
2.2.2	<i>Modifikation der Tastspitzenform.....</i>	15
2.2.3	<i>Hartstoffbeschichtungen</i>	18
2.3	<i>Kalibrierfederbalken für die in-situ Bestimmung der Federkonstante von Rasterkraftsonden</i>	20
2.3.1	<i>Konzept</i>	21
2.3.2	<i>Realisierung</i>	27
2.3.3	<i>Anwendungstests</i>	29
3	Voraussichtlicher Nutzen	32
4	Fortschritte anderer auf dem Gebiet	34
5	Veröffentlichungen	36
6	Referenzen	36

1 Einleitung

1.1 Aufgabenstellung

Ziel des Projektes war es, optimierte Rasterkraftsonden zur quantitativen Bestimmung von elastischen Oberflächeneigenschaften mittels rastersondenmikroskopischer Techniken zu realisieren. Dabei lag die Fokussierung auf der Weiterentwicklung der Ultraschall-Kraftmikroskopie, bei der die Verschiebung zwischen den freien und den Kontaktresonanzen der Blattfeder von Rasterkraftsonden genutzt wird, um lokale Kontaktsteifigkeiten zu bestimmen und daraus den lokalen E-Modul zu berechnen.

Für die Quantifizierung dieser Methode ist die exakte theoretische Modellierung der mikromechanischen Blattfeder der verwendeten Rasterkraftsonden notwendig, die nur bei Sonden mit reproduzierbaren Geometrien, exakt bestimmten Steifigkeiten und definierten Spitzenradien möglich ist. Um dies zu erreichen, müssen die etablierten Verfahren zur Herstellung von einkristallinen Silizium-Rasterkraftsonden modifiziert und ergänzt werden.

Die Ergebnisse des Vorhabens werden direkt in die industrielle Fertigung von Sonden für Rasterkraftmikroskopieverfahren zur Bestimmung elastischer Eigenschaften eingehen, so dass parallel zur Kommerzialisierung der Ultraschall-Kraftmikroskopie auch die Sonden kommerziell angeboten werden können. Darüber hinaus können die Ergebnisse auch genutzt werden, um Sonden für bereits etablierte Verfahren wie den „Pulsed Force Mode“ [6] oder den „Force Modulation Mode“ [2] zu entwickeln.

1.2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Die im Vorhaben angestrebte Weiterentwicklung der Kontaktresonanzspektroskopie hin zu einem quantitativen Verfahren basierte auf dem fundierten Know-How des Projektpartners FhG-IzfP, der dieses Analyseverfahren in den Jahren vor Projektbeginn entwickelt und vorangetrieben hat. Diese Expertise wurde ergänzt durch Partner mit ausgewiesenem Fachwissen auf Seiten der Materialpräparation (BAM), kommerzieller Fertigung von Rastersondenmikroskopie-Geräten (FRT), kommerzieller Fertigung von Rasterkraftsonden (Nanoworld) und industrielle Anwendung von Rastersondenverfahren zur Bestimmung elastischer Probeneigenschaften (Bosch). Ziel dieser Kooperation war neben der Weiterentwicklung des Analyseverfahrens zur quantitativen Methode eine Hinführung zur kommerziellen Fertigung der notwendigen Geräte und Komponenten sowie zur industriellen Anwendung des Verfahrens.

Im Teilvorhaben „Optimierte Rasterkraftsonden“ konnte auf die vieljährige Erfahrung in der kommerziellen Fertigung von Rasterkraftsonden und die hierfür vorhandene umfangreiche Infrastruktur zurückgegriffen werden. Für eine direkte, lokale Bearbeitung der Spitzen und Federbalken im Nanometer-Maßstab wurde das IISB

eingebunden, das auf umfangreiche Erfahrung in der Materialbearbeitung mittels fokussierten Ionen- und Elektronenstrahlen besitzt. Neben der Modifikation von integrierten Schaltungen war bereits vor Projektbeginn die Modifikation von AFM-Tastspitzen ein Schwerpunkt der Arbeiten des IISB.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Das Teilvorhaben „Optimierte Rasterkraftsonden“ gliederte sich entsprechend der ursprünglichen Planung in diskrete Aufgabenbereiche, die parallel abgearbeitet wurden. Zur Identifikation von „kritischen“ Parametern der Rasterkraftsonden für die Kontaktresonanzspektroskopie und als Grundlage für die Optimierung der Sonden wurden die Messverfahren zur Analyse der Sondengeometrie weiterentwickelt und verfeinert. Die eigentliche Optimierung der Sonden umfasste die Bereiche Federbalkengeometrie, Hartstoffbeschichtungen und Spitzenformmodifikation. Parallel dazu wurden Kalibrierfederbalken entwickelt, die eine in-situ Bestimmung der Federkonstante von Rasterkraftsonden ermöglichen.

Aufgrund der in Zusammenarbeit mit den Projektpartnern gewonnenen Erkenntnisse wurde die Gewichtung der Aufgabenbereiche während der Laufzeit des Vorhabens leicht gegenüber der Planung verändert. Die Optimierung der Federbalkengeometrie konnte nicht im vorgesehenen Umfang vorangetrieben werden, da sich aus den Ergebnissen keine signifikanten Ansatzpunkte für eine Verbesserung ergeben haben. Vielmehr scheint die Anbindung der Federbalken über den Silizium-Chip und den Sondenhalter des Rasterkraftmikroskops und die Übertragung der Schwingungsanregung auf den Balken von entscheidender Bedeutung zu sein. Neben einer bereits durchgeführten Optimierung der Sondenhalterung durch das FhG IZfP wurde deshalb gegen Ende des Projektes versucht, über eine integrierte Anregung der Federbalken eine Einkopplung der Chip- und Halter-Resonanzen zu vermeiden. Andererseits ergaben sich bei der Realisierung der Kalibrierfederbalken unerwartete technische Schwierigkeiten, die zu einem deutlich erhöhten Arbeitsaufwand in diesem Bereich geführt haben.

Im Bereich der Hartstoffbeschichtungen erfolgte eine Konzentration auf die lokalen, durch Ionen- oder Elektronenstrahlinduzierte Abscheidung realisierten Beschichtungen des Unterauftragnehmers FhG IISB. Die Ansätze, flächige Hartstoffbeschichtungen mittels klassischer Abscheideverfahren herzustellen, wurde aufgrund technischer Schwierigkeiten in der Umsetzung und schwindender Notwendigkeit nicht in dem ursprünglich geplanten Umfang durchgeführt werden, sondern lediglich die Machbarkeit dieses Ansatzes demonstriert. Stattdessen wurden

die Arbeiten zur Optimierung der Tastspitzenform im Bereich der Spitzenapizes intensiviert.

Insgesamt ergaben sich durch die unerwarteten technischen Schwierigkeiten und der notwendigen Neuorientierung in Teilbereichen der Sondenoptimierung eine Verzögerung gegenüber dem ursprünglichen Zeitplan, der mit einer kostenneutralen Verlängerung des Vorhabens von 36 auf 39 Monate aufgefangen wurde.

1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde

Mit der Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy, AFM) steht eine Methode zur Verfügung, mit der die Topographie von Oberflächen quantitativ mit höchster Auflösung abgebildet werden kann [1]. Durch die Entwicklung spezieller Rasterkraftmikroskopie-Techniken konnten in den vergangenen Jahren entscheidende Fortschritte bei der mikroskopischen Untersuchung von Elastizitätseigenschaften, Adhäsionsphänomenen und der Nanohärte erzielt werden. Während diese AFM-Techniken qualitativ gute Ergebnisse liefern und sich daher auch immer weiter verbreiten, stellt die quantitative Bestimmung von Oberflächeneigenschaften wie dem Elastizitätsmodul aber immer noch eine Herausforderung dar. Für die technische Verwendbarkeit sind quantifizierte Ergebnisse jedoch unerlässlich, um die rastersondenmikroskopischen Daten mit Ergebnissen anderer mikroskopischer oder makroskopischer Verfahren vergleichen zu können. Auch der kritische Vergleich der Ergebnisse verschiedener AFM Methoden untereinander ist nur über quantitative Ergebnisse möglich. Über die Bestimmung der elastischen Eigenschaften mit nm- Auflösung könnten im Rahmen von Fehleranalysen zum Beispiel kleinste Störungen (Partikel, Materialinhomogenitäten, Verunreinigungen...) identifiziert werden. Dadurch wird die Bestimmung der eigentlichen Fehlerursache und damit die Problembeseitigung bei technischen Produkten erheblich beschleunigt. Es gibt eine zunehmende Zahl von Produkten mit dünnen Schichten. Dazu zählen beispielsweise Verschleißschutzschichten, Funktionsschichten bei Sensoren, Diffusionsbarrieren. Zum Beispiel dient beim mikromechanischen Luftmassensensor in der Kfz-Technik eine ca. 150 nm dicke Platinschicht als Heiz- bzw. Sensorelement. Aufgrund thermisch-mechanischer Verspannungen ist immer wieder eine Blasenbildung zu beobachten. Die Bestimmung der elastischen Eigenschaften dieser dünnen Schicht könnte Aufschluss über die Ursache liefern.

Eine Reihe spezieller Kraftmikroskopie-Verfahren, die neben der reinen Abbildung der Topographie der Oberflächen einen Materialkontrast liefern, sind in der Literatur bekannt und werden zum Teil kommerziell verwertet. Die Technik, die im Zentrum dieses Projektes steht, gehört zu den dynamischen Techniken, d.h. der Federbalken

des Kraftmikroskops wird während der Abbildung in Schwingung versetzt. Die älteste dieser Techniken, die einen Elastizitätskontrast liefern, ist der „Force-Modulation-Mode“ [2], eine neuere an der Bundesanstalt für Materialforschung (BAM) entstandene Weiterentwicklung dieser Technik ist der „Constant Dynamic Indentation Mode“ [3, 4]. Obwohl der „Tapping-Mode“ [5] vorwiegend eine Technik zum Abbilden der Oberflächentopographie ist, konnte gezeigt werden, dass die Phasenverschiebung des Tapping-Signals von der lokalen Dämpfung und in geringem Maße auch von der lokalen Steifigkeit der Probenoberfläche abhängt. Ebenso wie der „Pulsed-Force Mode“ [6], arbeiten diese Verfahren bei oder unterhalb der niedrigsten Biege-Eigenresonanzfrequenz des Federbalkens, die meist im Frequenzbereich zwischen einigen kHz und einigen 100 kHz liegt. Frequenzen oberhalb der ersten Biegeresonanzfrequenz bis in den MHz-Bereich werden von der Ultraschallkraftmikroskopie [7] genutzt. Unter diesen Begriff fallen verschiedene Techniken wie der sogenannte "Mechanical Diode Effect" [8], der die Nichtlinearität der Wechselwirkungskräfte zwischen Sensorspitze und Probe zum Nachweis des Ultraschalls ausnutzt, die "Scanning Local Acceleration Microscopy" [9] und die Kontaktresonanzspektroskopie, die am IZFP entwickelt wurde. Neben den dynamischen Techniken sind die quasistatischen nanoindentierenden Techniken [10] zu erwähnen, die in erster Linie zur Härtemessung dienen, mit denen aber auch elastische Eigenschaften bestimmt werden können. Das „Triboscope“ (Hysitron Inc.) oder das „Indentation-Tool“ (Digital Instruments) sind kommerziell verfügbar und erprobt.

Während die bisher erwähnten Techniken hauptsächlich Kräfte senkrecht zur Probenoberfläche erzeugen und messen, wird in der Reibungskraftmikroskopie ausgenutzt, dass die Torsion des Federbalkens Aufschluss über die Lateralkräfte liefert. Die Messung der Lateralkräfte kann Zusatzinformationen über die Rauigkeit der Oberfläche, die Wechselwirkungskräfte und die Größe der Kontaktfläche liefern, die in die Bestimmung der elastischen Oberflächeneigenschaften einfließen. Wird die Lateralkraftmikroskopie dynamisch und unter Ausnutzung von Oberschwingungen betrieben, kann die Schersteifigkeit von Oberflächen gemessen werden [11]. Da in die Kontaktsteifigkeit, die mit AFM-Sensoren gemessen wird, immer mindestens zwei elastische Konstanten der Probe einfließen, ist neben der Messung der vertikalen Kontaktsteifigkeit eine zweite davon unabhängige Messung notwendig. Die Torsionsresonanzen bieten hier eine Möglichkeit [12].

Die bisher publizierten Ergebnisse bestätigen die qualitative Eignung der verschiedenen Methoden. Die niederfrequenten Techniken sind vorteilhaft an Oberflächen mit niedrigerem Elastizitätsmodul wie z.B. Polymeren. An steiferen Oberflächen, wenn die Kontaktsteifigkeit höher wird als die Federkonstante des

AFM-Federbalkens, nimmt die Empfindlichkeit dieser Techniken ab. Hier eignet sich besonders die Ultraschall-Kraftmikroskopie, die auch höhere Moden des Federbalkens und deren höhere effektive Steifigkeit ausnutzt. In einzelnen Fällen ist es bereits gelungen, quantitative Methoden zu implementieren. Forschungsarbeiten des Projektpartners Fraunhofer IZFP in Saarbrücken haben gezeigt, dass mit Kontaktspektroskopie im MHz-Frequenzbereich die Elastizitätsmoduln von Oberflächen quantitativ bestimmt werden können [13, 14]. An der Universität Hamburg gelang es, durch den Einsatz wohldefinierter, sphärisch symmetrischer Rastersondenmikroskopspitzen reproduzierbare, quantitative Werte von mikroskopischen Reibungskoeffizienten zu erreichen [15]. Während alle Techniken an ausgewählten hochreinen Kalibrationsproben sehr gute Ergebnisse erbringen, zeigt sich jedoch bei der Anwendung auf technische Proben und bei der Quantifizierung eine Komplexität, die einer dringenden Untersuchung und Forschung, sowie eines Vergleiches der Ergebnisse der verschiedenen Verfahren untereinander bedarf. So tritt bei allen Techniken die Schwierigkeit auf, die Kontaktfläche Spitze-Probe, die für die Quantifizierung benötigt wird, zu bestimmen. Dies ist insbesondere deshalb schwierig, da die Sensorspitzen Verschleiß unterworfen sind und daher ihre Form während der Messung ändern können.

Den für die Rasterkraftmikroskopie eingesetzten Sonden kommt eine entscheidende Bedeutung für die quantitative Auswertung der Ergebnisse zu. Diese Sonden werden mittels mikrotechnologischer Verfahren reproduzierbar, in großen Stückzahlen aus einkristallinem Silizium-Scheiben gefertigt. Als weltweit führender Hersteller solcher Sonden mit größten Stückzahlen und umfangreichsten Produktportfolio konnte die Nanoworld Services GmbH auf einem breiten Fundament an Erfahrungen aufbauen. Die kontinuierliche Weiter- und Neuentwicklung von Sonden sowohl für breite Anwendungsbereiche als auch spezielle Applikationen als Unternehmensstrategie bietet einen breiten Fundus an verfügbaren Technologien zur Herstellung von Rasterkraftsonden.

Mit dem Unterauftragnehmer IISB besteht eine langjährige Kooperation zur Modifikation von Rasterkraftsonden mittels fokussierter Ionen- und Elektronenstrahlen aus denen bereits einige Produkte hervorgegangen sind, die erfolgreich gemeinsam kommerziell produziert werden. Von besonderer Bedeutung ist hierbei die Möglichkeit auch extreme Geometrien wie die Tastspitze von Rasterkraftsonden mit Nanometer-Präzision gezielt lokal zu bearbeiten.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Die Arbeiten zu diesem Vorhaben wurden in intensiver Kooperation mit dem Unterauftragnehmer Fraunhofer Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie (IISB) in Erlangen und den Projektpartnern durchgeführt.

Besondere Bedeutung hatte hierbei die Kooperation mit dem Verbundprojektkoordinator Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfmethoden (IzfP), dessen Messergebnisse die essentielle Rückkopplung für die Optimierung der Sonden für die Kontaktresonanzspektroskopie lieferte.

2 Darstellung der Ergebnisse

Im Rahmen des Verbundvorhabens wurden optimierte Sonden für Prüfmethoden zur quantitativen Bestimmung elastischer Eigenschaften mittels Rastersondenverfahren und Kalibrierfederbalken zur in-situ Bestimmung Federkonstanten von Rasterkraftsonden realisiert. Dazu wurden die Messverfahren zur Charakterisierung der gefertigten Federbalken weiterentwickelt, neue Prozesstechnologien und – konzepte erarbeitet und gezielt lokale Bearbeitung mittels fokussierter Ionen- und Elektronenstrahlen eingesetzt (Unterauftrag IISB, siehe Anhang).

2.1 Weiterentwicklung der Messverfahren zur Charakterisierung der gefertigten Blattfedern

Um den Einfluss aufgrund der Fertigungstoleranzen unvermeidbaren kleineren Abweichungen der Federbalkengeometrie von der idealen Sollform auf die Ergebnisse bzw. die Anwendbarkeit in der Kontaktresonanzspektroskopie zu ermitteln, wurden bei mehreren Serien von Rasterkraftsonden jeder einzelne Federbalken exakt vermessen, bevor diese dem Projektpartner FhG IzfP für Anwendungstests zur Verfügung gestellt wurden. Dafür wurden die im Rahmen der Serienfertigung eingesetzten Verfahren ergänzt und zum Teil erheblich weiterentwickelt.

Neben den Grundgeometriedaten Länge, Breite und Dicke der Federbalken wurden die Dickenschwankungen sowie die exakte Form der freien Balkenendes und die exakte Position der Tastspitze auf dem Balken untersucht.

2.1.1 Optische Messungen (Mikroskop)

Für die Bestimmung von Länge und Breite der kommerziell gefertigten Rasterkraftsonden wird ein optisches Messmikroskop eingesetzt, mit dem der Abstand zwischen Tastspitze und Einspannpunkt als Länge des Federbalkens und seine Breite an einer Schnittlinie in der Mitte zwischen Spitze und Einspannpunkt gemessen wird. Da die Balken eines Wafers aufgrund der lithographischen Definition nahezu identisch sind, beschränkt sich die Messung dieser Daten üblicherweise auf einige wenige Sonden pro Wafer. Für die im Rahmen dieses Vorhabens verwendeten Sonden wurde aber eine Einzelcharakterisierung vorgenommen.

Um die Auflösung der Breitenmessung zu verbessern, wurde anstelle der manuellen Breitenmessung eine automatische Bilderkennungsroutine implementiert, die

einerseits durch eine Graustufeninterpolation eine höhere Genauigkeit in der Kantenbestimmung erzielt und andererseits durch Mittlung entlang der Balkenachse einen verlässlicheren Wert für die mittlere Breite liefert. Die Fehler dieser Breitenmessung kann auf weniger als $\pm 0,2 \mu\text{m}$ abgeschätzt werden, während die konventionellen Messungen lediglich eine Genauigkeit von $\pm 0,5 \mu\text{m}$ aufweisen.

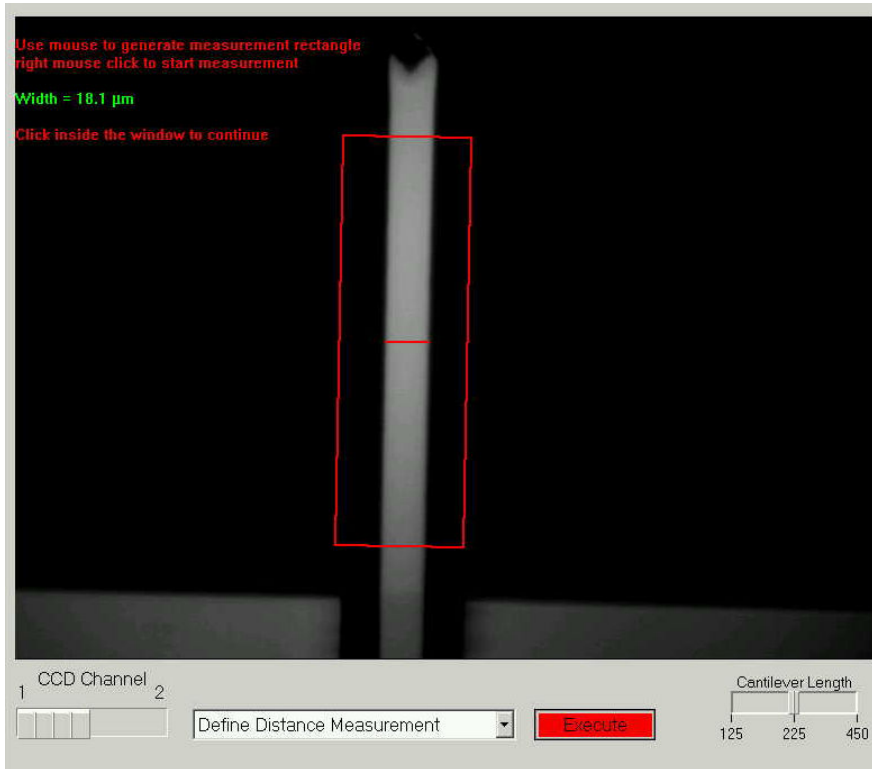


Abb. 1: Automatisierte Breitenmessung durch Bilderkennungsroutrinen mit Kanteninterpolation

Bei der Längenmessung wurde die direkte Messung aus dem Mikroskopbild durch ein indirektes Verfahren ersetzt, bei dem die Länge als Differenz zwischen zwei Positionen des Mikroskoptisches – Einspannpunkt und Tastspitze – bestimmt wird. Dazu wurde ein hochauflösendes x-y-Messsystem in den Tisch des Messmikroskops integriert. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt darin, dass zur Bestimmung des Einspannpunktes und der Position der Tastspitze die höchste Vergrößerung des Mikroskops verwendet werden kann und der Federbalken nicht vollständig im Bildfeld des Mikroskops liegen muss. Die Fehler dieser Längenmessung kann auf weniger als $\pm 1 \mu\text{m}$ abgeschätzt werden, während die konventionellen Messungen lediglich eine Genauigkeit je nach Balkenlänge von ± 2 bis $\pm 5 \mu\text{m}$ aufweisen.

2.1.2 Elektronenoptische Messungen (REM)

Insbesondere zur Charakterisierung der exakten Form des freien Balkenendes mit der integrierten Tastspitze wurden rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen durchgeführt. Als Kenndaten der Sonden des Pointprobe[®]-Typs wurden die Länge

des dreieckig zulaufenden Balkenendes sowie der Abstand zwischen Tastspitze und äußerstem Balkenende bestimmt und dem Projektpartner FhG IzfP zusammen mit den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zur Verfügung gestellt. Für die Sonden des Arrow™-Typs mit festem Abstand zwischen Tastspitze und äußerstem Balkenende wurde die Länge und Breite des dreieckigen, seitlich über die eigentliche Balkenbreite hinausragenden Balkenendes bestimmt.

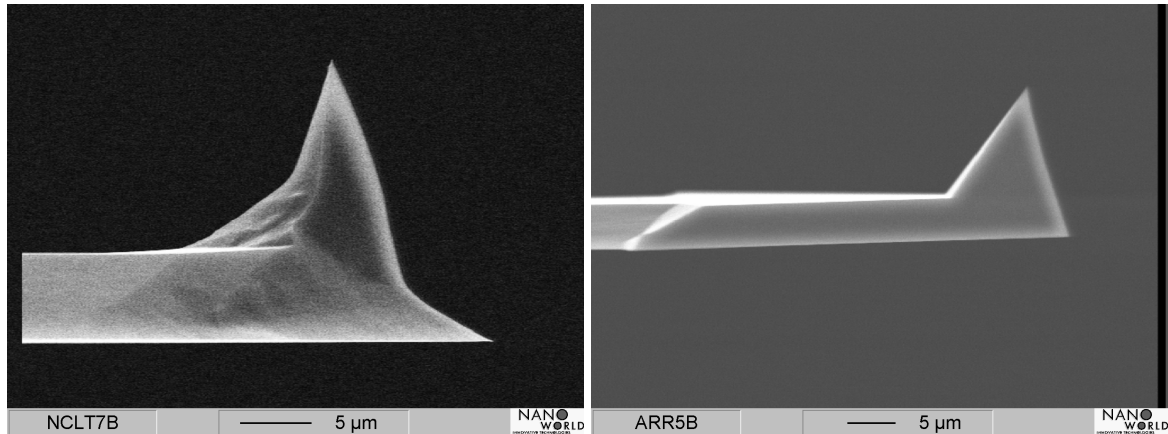


Abb. 2: Rasterelektronenmikroskopie-Aufnahmen der Tastspitzen am freien Ende von AFM-Messsonden (links: Pointprobe®, rechts: Arrow™)

Zusätzlich wurde als Vergleich zu den optischen und reflektometrischen Messungen die Balkenlänge und –breite aus den Rasterelektronenmikroskopaufnahmen bestimmt.

2.1.3 Reflektometrische Bestimmung der Federbalkendicken und –dickenschwankungen

Zur Bestimmung der Federbalkendicke wurden reflektometrische Messverfahren eingesetzt. Bei diesen Verfahren werden die Balken mit einer Weißlichtquelle beleuchtet und die spektrale Verteilung des reflektierten Lichtes analysiert. Durch Interferenzeffekte zwischen dem von der Balkenoberfläche und der von der Rückseite des Balkens reflektierten Lichtes ergibt sich ein charakteristisches Spektrum, dessen Form von den optischen Eigenschaften des Siliziums und der Dicke des Balkens abhängen. Da die optischen Eigenschaften des einkristallinen Siliziums wohlbekannt sind, kann mit diesen Verfahren mit hoher Genauigkeit die Dicke des Balkens bestimmt werden. Entgegen den für solche Geräte üblichen Messungen optisch transparenter Dünnschichten wird bei der Dickenbestimmung der Silizium-Federbalken im Wesentlichen der Wellenlängenbereich im nahen Infrarot ausgewertet, da Silizium erst bei größeren Wellenlängen eine ausreichende Transparenz besitzt.

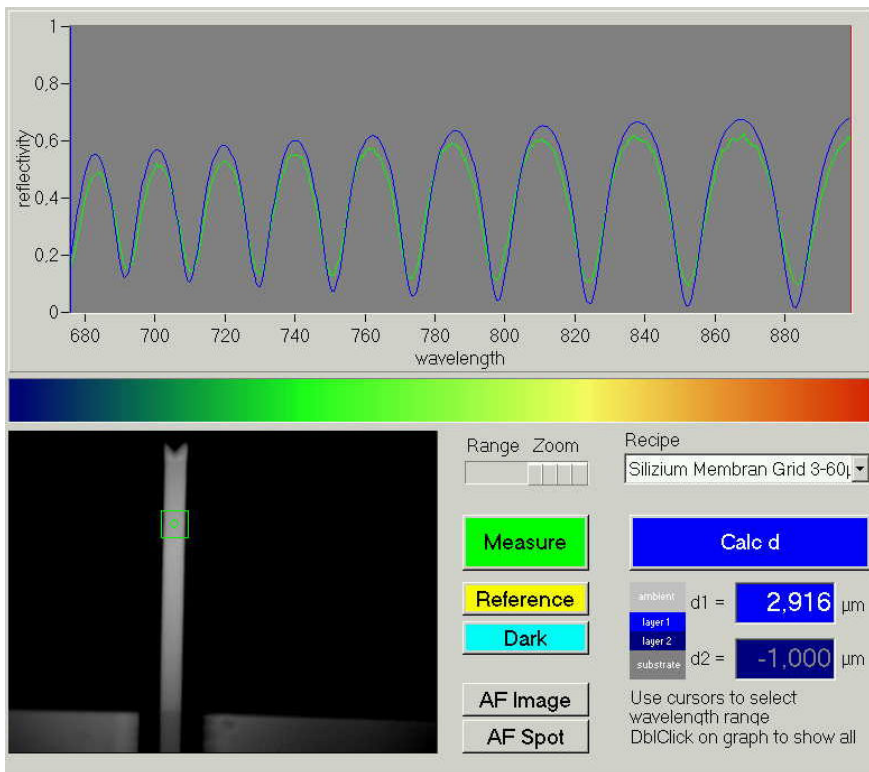


Abb. 3: Messung der Federbalkendicke durch Auswertung des vom Balken reflektierten Weißlichtes

Um den Einfluss von Dickenschwankungen des Federbalkens auf die Kontaktresonanzschwingungen zu untersuchen, wurden Dickenprofile entlang der Längsachse der mikromechanischen Balken aufgenommen. Hierfür wurde der Messfleck durch geeignete Wahl des Beleuchtungsobjektives und Messblende auf einen Durchmesser von ca. 20 μm begrenzt und mit Hilfe eines präzisen, motorisierten Verfahrtes auf dem Balken positioniert. Die Ergebnisse dieser Messungen zeigen, dass die Dickenschwankungen entlang der Balkenachse deutlich unter 100 nm liegen. Bezogen auf die Gesamtdicke des Balkens entspricht dies einer Abweichung von weniger als 3%.

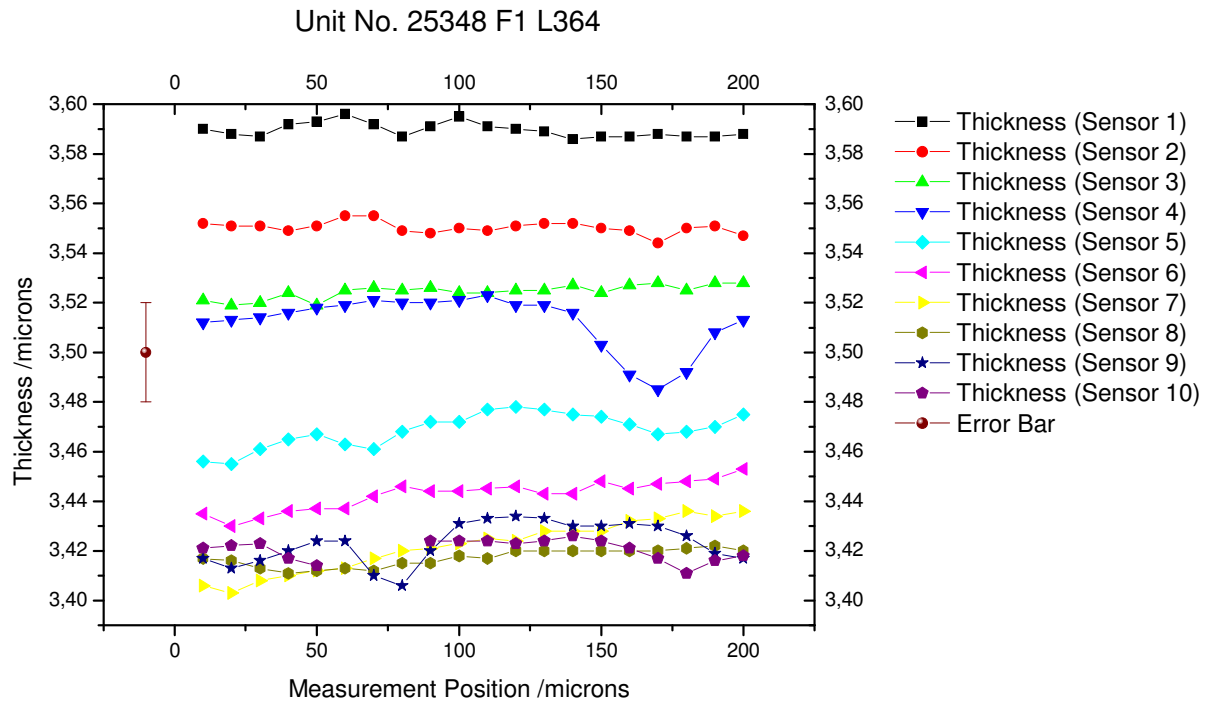


Abb. 4: Reflektometrische Messung der Dickenschwankung von AFM-Federbalken entlang ihrer Achse

2.2 Optimierung der Rasterkraftsonden

Für die spezifische Anwendung der Bestimmung elastischer Eigenschaften der Probenoberfläche mittels Rastersondenverfahren werden insbesondere im Hinblick auf eine quantitative Auswertung der Ergebnisse Anforderungen an die Sonden gestellt, die sich zum Teil deutlich von denen für die topographische Abbildung notwendigen unterscheiden und über diese hinausgehen.

Da die Bestimmung der elastischen Probeneigenschaften auf der Auswertung höherer Schwingungsmoden (Kontaktresonanzspektroskopie), des Abklingverhaltens der Balkenschwingung (Pulsed-Force-Mode) bzw. der Schwingungsdämpfung durch die Spitzen-Proben-Wechselwirkung (Phasenkontrast, Kraftmodulation, etc.) basieren, spielen Details der Federbalkengeometrie, wie die exakte Form der Balkenbefestigung und des freien Balkenendes, die Position der Tastspitze sowie eventuell vorhandene Dicken- und Breitenschwankungen der Balken, eine größere Rolle. Darüber hinaus ist insbesondere bei der Kontaktresonanzspektroskopie die Simulation des Federbalkenverhaltens durch Abweichungen vom einfachen Modell des langen, dünnen, am äußersten Ende belasteten Balkens kompliziert und erschwert damit die quantitative Auswertung der Messergebnisse. Hauptansatzpunkt war hier die Reduzierung des über die Spitze hinausragenden Anteils des Federbalkens.

Ein weiterer Ansatzpunkt für die Sondenoptimierung lag in der Erhöhung der mechanischen Stabilität und Abriebsfestigkeit der Tastspitzen selbst. Konventionelle

Tastspitzen für Topographiemessung sind hinsichtlich maximaler lateraler Auflösung optimiert und weisen daher einen extrem kleinen Krümmungsradius ($<10\text{nm}$) und eine hohes Aspektverhältnis ($>2:1$) auf. Durch die für die Bestimmung elastischer Probeneigenschaften notwendigerweise größeren Kräfte zwischen Spitze und Probe ist der Spitzenverschleiß oft erheblich, sodass sich die Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe während der Messung verändert und eine quantitative Auswertung verhindert wird. Deshalb wurden im Rahmen des Vorhabens verschiedene Ansätze zur Optimierung der Spitzenform sowohl durch parallel auf alle Sonden eines Wafers wirkende Ätzverfahren als auch durch lokale Bearbeitung mittels fokussierten Ionen- und Elektronenstrahlen (Unterauftrag IISB) untersucht.

Die Abriebsfestigkeit der Tastspitzen wurde durch Beschichtung mit Hartstoffschichten verbessert, die entweder durch direkte Ionenstrahl- oder elektronenstrahlinduzierte Abscheidung oder flächige Abscheidung und anschließende lithographische Strukturierung erzeugt wurden.

2.2.1 Optimierung der Federbalkengeometrie

Ein Ansatzpunkt für die Optimierung der Federbalkengeometrie lag darin, den über die Tastspitze hinausragenden Teil des Federbalkens zu reduzieren, um dessen Einfluss auf die Kontaktresonanzen zu reduzieren. Durch eine Erweiterung des zugrunde liegenden Modells ist es dem Projektpartner FhG IZfP zwar gelungen, diesen Überstand in der Auswertung der Ergebnisse mit zu berücksichtigen, die Unsicherheit der Messung kann aber durch die Verkleinerung des Überstandes verbessert werden.

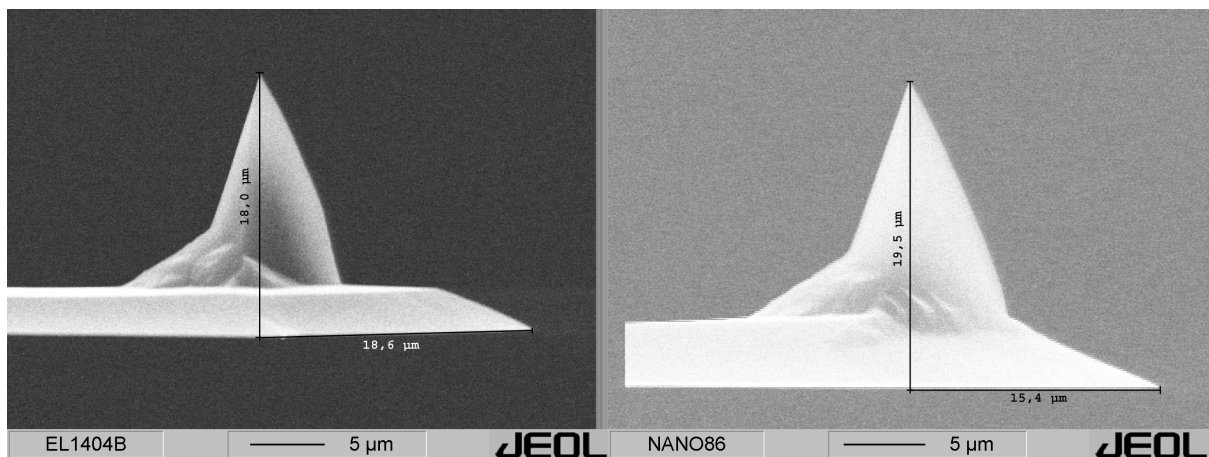


Abb. 5: Spitze mit überstehendem Balkenende (links: vor Optimierung, rechts: nach Optimierung)

Durch Optimierung der Ätzprozesse und Anpassung des Maskenlayouts, konnte der Überstand des Federbalkens hinter der Tastspitze deutlich reduziert werden.

Parallel dazu wurde bei einigen Federbalken mit und ohne Tastspitze, die bereits durch das FhG IZfP hinsichtlich ihrer freien und Kontaktresonanzen charakterisiert

waren, vom Unterauftragnehmer FhG IISB mittels fokussiertem Ionenstrahl definiert das dreieckig zulaufende Ende des Federbalken abgeschnitten. Die Ergebnisse der durch das FhG IzfP durchgeführten Vergleichsmessungen zeigen aber weder bei den mittels FIB nachbearbeiten, noch bei den durch Optimierung des Herstellungsverfahrens verbesserten Sonden eine signifikante Verbesserung der mechanischen Eigenschaften hinsichtlich der Anwendung für Kontaktresonanzmessungen.

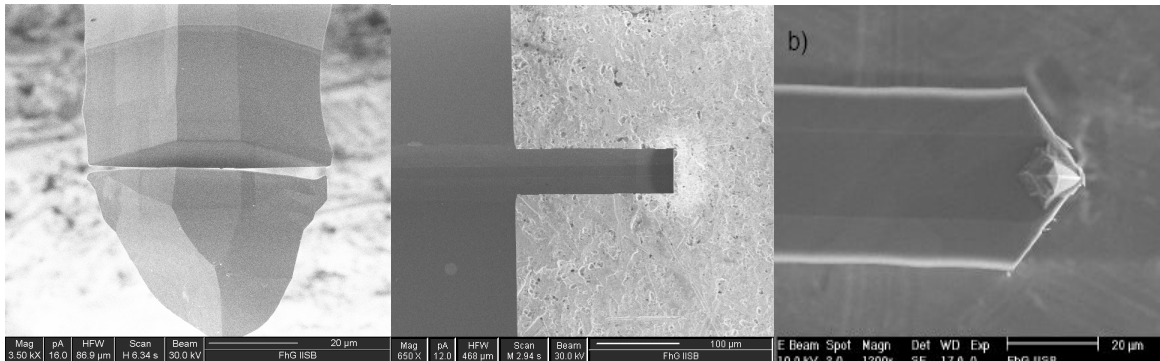


Abb. 6: Abschneiden des Federbalkenendes durch Ätzen mit fokussiertem Ionenstrahl (links und Mitte: Federbalken ohne Tastspitze, rechts Balken mit Tastspitze)

Für eine weitere Anpassung der Federbalkengeometrie, wie einer Optimierung der Spitzenzentrierung auf der Balkenachse oder die Reduzierung von Dicken- und Breitenschwankungen des Balkens ergaben sich keine Erkenntnisse aus den Anwendungsuntersuchungen des FhG IzfP. Die gegen Ende der Projektlaufzeit gewonnenen Erkenntnisse, dass viele parasitäre Resonanzfrequenzen im MHz-Bereich aus Eigenmoden des Haltechips stammen, legt nahe, die Optimierung der Sondengeometrie vom Federbalken auch auf den Haltechip auszudehnen. Durch Modifikation der Befestigung im AFM-Messkopf am FhG IzfP konnten Eigenresonanzen des Haltechips jedoch schon weitgehend unterdrückt werden.

Anstelle der Modifikation des Haltechips zur Reduzierung der parasitären Resonanzen wurden zum Ende der Projektlaufzeit Untersuchungen zur Integration der Anregung in den Federbalken durchgeführt. Ausgehend von der Grundidee des Projektpartners FhG IzfP zur Anregung der Federbalkenoszillation mittels Raumladungsverschiebung im Balken wurden kommerzielle Silizium-AFM-Sonden mit Platin beschichtet und auf diese Art und Weise Schottky-Kontakt auf den Federbalkenoberflächen erzeugt. Die Messungen des Projektpartners FhG IzfP belegen, dass mit diesem Verfahren eine Anregung der Federbalkenschwingungen möglich ist, die Amplituden aber insbesondere bei höheren Schwingungsmoden sehr gering sind.

2.2.2 Modifikation der Tastspitzenform

Für eine quantitative Bestimmung elastischer Probeneigenschaften ist eine wohl definierte und, vor allen Dingen, während der Messung stabile Form der Tastspitze unabdingbar. Aus diesem Grund wurde die Form der Tastspitze sowohl mittels lokaler Ionen- und Elektronenstrahl-Bearbeitung als auch klassischen, parallel arbeitenden Ätzverfahren modifiziert. Ziel war hierbei jeweils eine Reduzierung des Aspektverhältnisses und Erhöhung des Spitzenradius für eine verbesserte Abriebsfestigkeit.

Ausgangspunkt des parallelen Ätzverfahrens sind konventionelle Silizium-AFM-Sonden mit einem Krümmungsradius der Tastspitze von weniger als 10 nm. Mittels isotroper Ätzung wird dieser Krümmungsradius gezielt auf 50 bis 350 nm vergrößert. Hierbei konnte die Homogenität des Ätzverfahrens derart zu optimieren werden, dass die Variation des Spitzenradius fast ausschließlich durch die Variation der Ausgangsradien bestimmt wird und geringer als 10 nm ist.

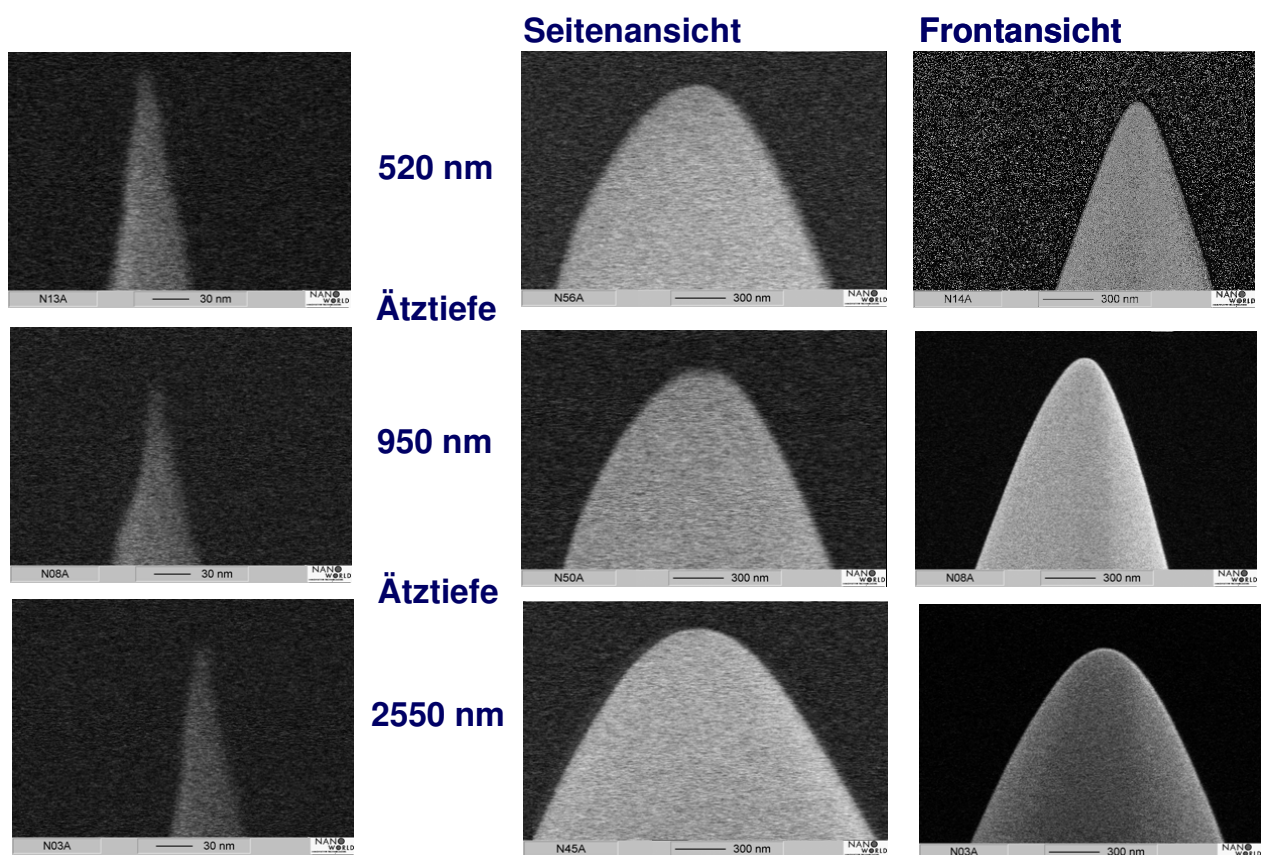


Abb. 7: Verrundungsversuche mit unterschiedlichen Ätztiefen (links: Ausgangsform, Mitte: Seitenansicht nach Verrundung, rechts: Frontansicht nach Verrundung)

Die Modifikation des Spitzenradius durch nachträgliches, isotropes Ätzen der Silizium-Sonden wurde systematisch untersucht und hinsichtlich Homogenität und Reproduzierbarkeit optimiert. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen einen linearen Zusammenhang zwischen der Ätztiefe und dem resultierenden Krümmungs-

radius der Spitzen. Mit Ätztiefen von 0,5 bis 2,5 μm lassen sich Krümmungsradien von 50 bis 350 nm erzeugen.

Leider stellte sich bei den systematischen Untersuchungen auch heraus, dass sich bei dem Nachätzen keine ideal sphärische Spitzenform herausbildet, sondern eine deutliche Asymmetrie zwischen der Ansicht in Federbalkenachse und senkrecht dazu beobachtet werden kann. Da die zugrunde liegenden Spitzen eine ähnliche Asymmetrie im Öffnungswinkel aufweisen, liegt die Vermutung nahe, dass die Krümmungsradien mit den Öffnungswinkeln der Spitze korreliert sind.

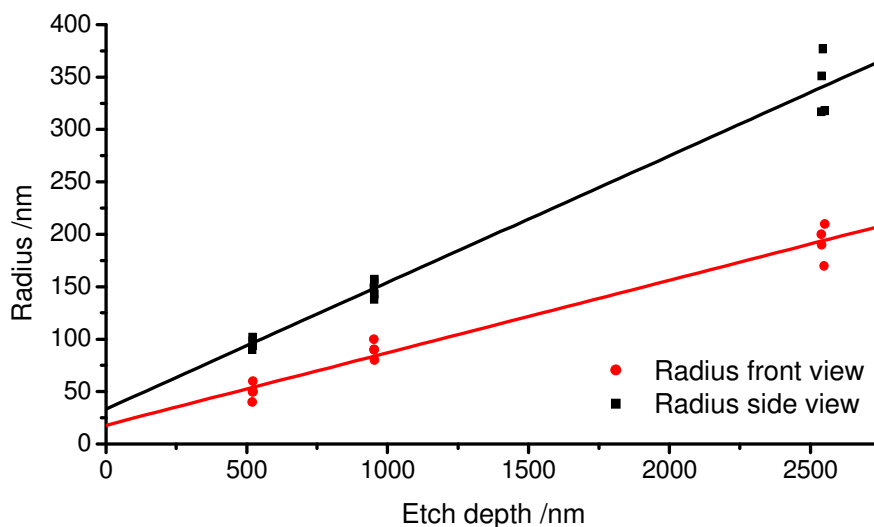


Abb. 8: Radius in Seitenansicht (rot) und Frontansicht (schwarz) in Abhängigkeit von der Ätztiefe

Um die Ursache der asymmetrischen Verrundung zu untersuchen wurden Verrundungsversuche an einer Spitzenform (Arrow™) durchgeführt, die im Gegensatz zur zuvor verwendeten, klassischen Spitzenform symmetrische Öffnungswinkel aufweist. Die durchgeführten Versuche zeigen, dass sich bei solchen, symmetrischen Spitzen mit den entwickelten Techniken tatsächlich symmetrische Verrundungen herstellen lassen. Sowohl in Ansicht entlang der Balkenachse als auch in Seitenansicht lagen die Radien der verrundeten Arrow™-Spitzen bei 170 nm.

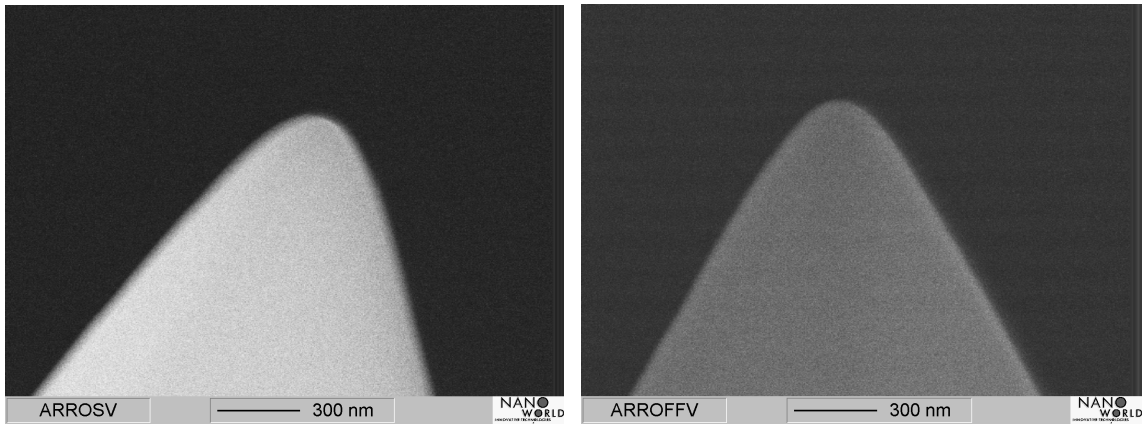


Abb. 9: Seiten- (links) und Frontansicht (rechts) einer „verrundeten“ Arrow™-Spitze

Als zweiter Ansatz zur Modifikation der Tastspitzenform wurden vom Unterauftragnehmer FhG IISB Untersuchungen zur lokalen Abscheidungen auf den Spitzenapex mittels elektronen- und ionenstrahlinduzierter Deposition durchgeführt (siehe Bericht des Unterauftragnehmers IISB im Anhang). Auf diese Art und Weise konnten einerseits Schäfte mit definiertem Durchmesser und andererseits Kappen, die den Apex der Siliziumspitzen bedecken, aus einer sehr harten Platin-Kohlenstoff-Verbindung hergestellt werden. Der Abschluss sowohl der Schäfte als auch der Kappen ist sphärisch ausgebildet.

Um die Haftung insbesondere des aufgewachsenen Schafts zu verbessern, wurde ein Verfahren entwickelt, mit dem zunächst ein Loch in den Spitzenapex geätzt und dieses anschließend mit der Platin-Kohlenstoff-Verbindung aufgefüllt wird, so dass der Schaft in der Siliziumspitze verankert ist.

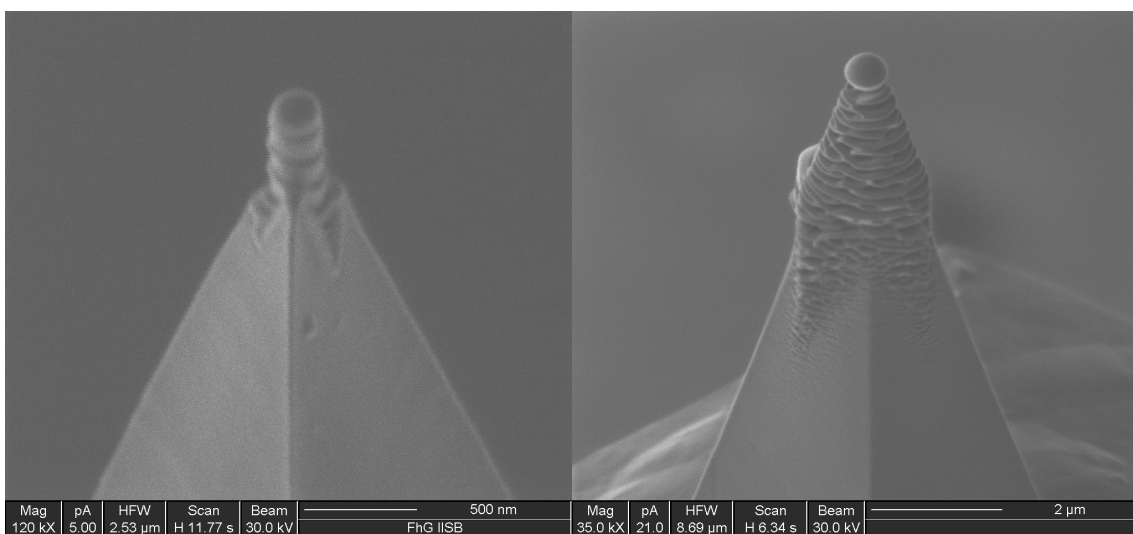


Abb. 10: Lokale Beschichtung der Tastspitze mittels ionenstrahlinduzierter Abscheidung (links: Schaft, rechts: Kappe)

2.2.3 Hartstoffbeschichtungen

Um den Abrieb der Tastspitze während der Messung elastischer Eigenschaften im nanoskaligen Bereich zu verringern und gleichzeitig den Spitzenradius auf einen bekannten Wert zu vergrößern, wurde die Anwendung von Hartstoffbeschichtungen untersucht. Ein bewährtes Verfahren für die Herstellung von beschichteten Tastspitzen ist die flächige Beschichtung ganzer Wafer von SPM-Sonden mittels physikalischer oder chemischer Abscheidung aus der Gasphase. Ein Nachteil dieser Methode liegt in der gleichzeitigen Beschichtung des Federbalkens und der damit verbundenen Änderung der mechanischen Eigenschaften des Balkens. Um eine quantitative Auswertung der Elastizitätsmessungen zu ermöglichen wurden deshalb versucht, lokale Beschichtungen auf der Tastspitze zu realisieren. Untersucht wurde hierbei sowohl eine nachträgliche Strukturierung der Beschichtungen als auch eine direkte lokale Abscheidung auf die Tastspitze mittels ionen- oder elektronenstrahl-induzierter Deposition (Unterauftrag IISB).

Zu Beginn des Vorhabens wurden dem Projektpartner FhG IzfP Proben des bereits als kommerzielles Produkt verfügbaren Sondentyps mit polykristalliner Diamantbeschichtung zur Verfügung gestellt. Die ersten mit diesem Sondentyp durchgeführten Messungen deuteten jedoch rasch darauf hin, dass die, bei dem Herstellungsverfahren unvermeidliche Beschichtung des Balkens, das Schwingungsverhalten bei einer Anregung der Kontaktresonanzen deutlich gegenüber dem Verhalten des unbeschichteten Balkens verändert und damit eine quantitative Auswertung der Messung unmöglich wird. In einem ersten Ansatz wurde deshalb ein anisotropes Trockenätzverfahren auf der Grundlage eines Sauerstoffplasmas entwickelt, mit dem die polykristalline Diamantbeschichtung von der Detektorseite des Federbalkens entfernt werden kann, ohne die Beschichtung auf der Tastspitze zu beschädigen. Eine entscheidende Verbesserung für die Kontaktresonanzmessungen konnten vom Projektpartner FhG IzfP jedoch nicht festgestellt werden.

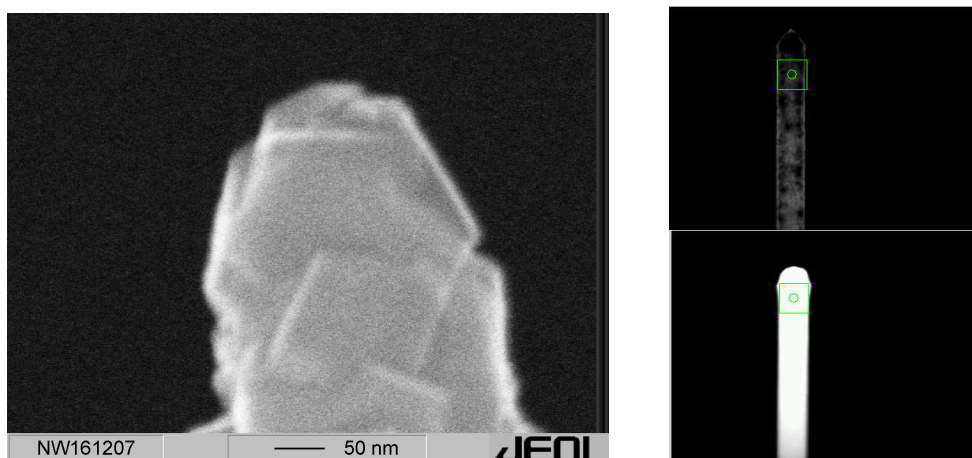


Abb. 11: Apex einer mit polykristalinem Diamant beschichteten Tastspitze (REM-Aufnahme links) und Rückseite eines mit Diamant beschichteten Federbalkens vor (Mikroskopaufnahme rechts oben) und nach Anwendung des Trockenätzverfahrens (Mikroskopaufnahme rechts unten)

Neben der Diamantbeschichtung wurden erste Versuche mit Siliziumnitrid (Si_3N_4) als weitere Hartstoffbeschichtung durchgeführt. Diese Schichten können entweder bei hohen Temperaturen von mehr als 750°C (LPCVD) oder mittels Plasmaunterstützung bei moderaten Temperaturen von 300 bis 400°C (PECVD) aus der Gasphase abgeschieden werden. Das plasmaunterstützte Verfahren bietet die Möglichkeit durch Modulation der Plasmafrequenz die mechanische Spannung der abgeschiedenen Schicht zu kontrollieren – eine Option, die von entscheidender Bedeutung für die Beschichtung von mikromechanischen Federbalken ist. Die ersten mit diesem Verfahren durchgeführten Beschichtungsversuche zeigen, dass eine homogene Beschichtung des Balkens mit Si_3N_4 möglich ist.

Um den Einfluss der Beschichtung auf die mechanischen Eigenschaften des Balkens zu eliminieren, wurde ein Verfahren zur Strukturierung der Beschichtung entwickelt. Dazu wird der Herstellungsprozess der Sonden in einem Stadium unterbrochen, in dem die Tastspitzen bereits fertig geformt, die Balken aber noch nicht aus dem Rohmaterial herausgearbeitet sind. Anschließend erfolgt die Beschichtung mit Si_3N_4 durch plasmaunterstützte Abscheidung. Durch entsprechende Anpassung des Prozessablaufs und des Maskenlayouts konnte in diesen Prozessabschnitt ein zusätzlicher Lithographieschritt zur Strukturierung der Beschichtung integriert werden. Aufgrund der extremen Topographie der Tastspitze (Höhe $>15\mu\text{m}$, Aspektverhältnis $>2:1$, Krümmungsradius $<10\text{nm}$) erforderte die Realisierung der lithographischen Strukturierung den Einsatz eines speziellen Dicklacks und umfangreichen Optimierungsaufwand. Abschließend erfolgt die Fertigung der Federbalken durch lithographisch definierte Maskierung und Ätzen des Siliziums. Auf diese Art und Weise konnten Sonden realisiert werden, deren Federbalkenenden einschließlich der Tastspitze mit Si_3N_4 beschichtet sind, deren Balken selbst aber aus unbeschichtetem, einkristallinem Silizium bestehen.

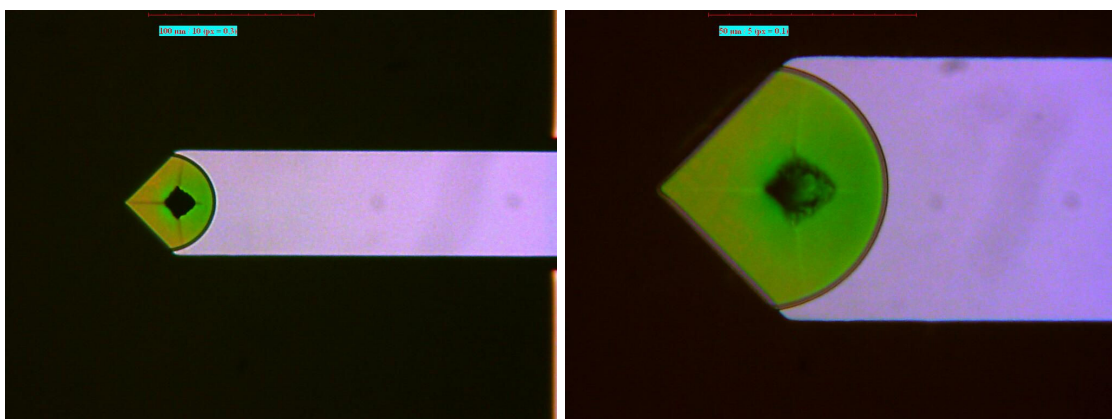


Abb. 12: AFM-Federbalken mit Tastspitze und lokaler, durch nachträgliches Ätzen strukturierter Si_3N_4 -Beschichtung (Mikroskopaufnahmen)

Im Rahmen des Projektes wurden auch Versuche zur Beschichtung mit anderen Hartstoffschichten, wie TiSi und DLC, durchgeführt. Aufgrund der großen Probleme, die mechanischen Spannung dieser Schichten zu kontrollieren und dem, im Vergleich zum Si_3N_4 , höheren Entwicklungsaufwand für die Strukturierung wurden diese Versuche aber wieder eingestellt.

Neben den Untersuchungen zur flächigen Beschichtung der Sonden und Strukturierung der aufgetragenen Hartstoffschichten wurde auch ein Verfahren zur lokalen Beschichtung von Silizium-Spitzen auf Federbalken entwickelt (Unterauftrag IISB, siehe Anhang). Diese Beschichtung ist sowohl mit ionenstrahlinduzierter als auch mit elektronenstrahlinduzierter Abscheidung möglich. Hierbei bleibt die ursprüngliche Form der Spitze im Wesentlichen erhalten, lediglich der Radius der Spitze wird um die Schichtdicke erhöht. Dünne Schichten sind bei beiden Herstellungsverfahren sehr glatt, bei dickeren, mit ionenstrahlinduzierter Abscheidung hergestellten Spitzen ist eine deutliche Rauigkeit der Seitenflanken zu beobachten, am Apex der Spitze bleibt die Schicht aber glatt.

Die entwickelten Verfahren zur lokalen Beschichtung der Spitzen wurden sowohl auf konventionelle Spitzen mit hohem Aspektverhältnis und kleinem Krümmungsradius ($< 10\text{nm}$) als auch auf verrundete Spitzen (siehe oben) angewandt.

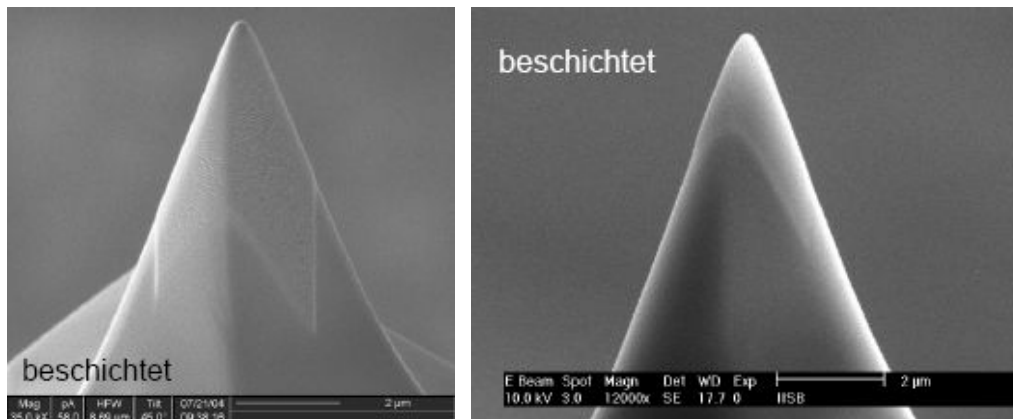


Abb. 13: Verrundete Silizium-Spitzen mit ionenstrahlinduzierter (links) und elektronenstrahlinduzierter Beschichtung (rechts)

2.3 Kalibrierfederbalken für die in-situ Bestimmung der Federkonstante von Rasterkraftsonden

Ein Kernproblem für die quantitative Auswertung von Elastizitätsmessungen mit Rasterelektronenmikroskopieverfahren besteht in der Bestimmung der Federkonstanten des Federbalkens der eingesetzten AFM-Sonde, die bei allen Verfahren eine entscheidende Kenngröße der Sonden darstellt und direkt in die Kalkulation einfließt. Das etablierte Verfahren zur Bestimmung der Federkonstante besteht in der Messung der Federbalkengeometrie und Kalkulation des theoretischen Wertes auf der Basis eines einfachen analytischen Modells entweder durch den Hersteller der Sonden oder durch den Anwender. Da die berechneten Werte aufgrund von

Messungenauigkeiten, Abweichungen der realen Sonden vom einfachen Modell und unbekanntem Materialeigenschaften eine große Unsicherheit aufweisen, ist die direkte Messung der Federkonstante in der aktuellen Forschung und in der Entwicklung von Rastersondenmikroskopen von zunehmender Bedeutung.

Das am weitesten verbreitete Verfahren zur direkten Bestimmung der Federkonstante von AFM-Sonden basiert auf der Auswertung der thermischen Bewegung des Federbalkens bei bekannter Temperatur [16]. Die Amplitude dieser thermischen Bewegung ist direkt mit der Federkonstante des Balkens korreliert. Ein Nachteil dieser Methode ist jedoch, dass aufgrund der kleinen Amplituden sehr hohe Anforderungen an das Messsystem gestellt werden und auch bei „guten“ Geräten nur weiche Federbalken mit einer Steifigkeit von weniger als 10 N/m gemessen werden können.

Im Rahmen des Vorhabens wurde ein alternativer Ansatz zur Bestimmung der Federkonstante verfolgt, der auf wohl definierten Referenzbalken basiert. Durch die Aufnahme und Auswertung von Kraft-Abstandskurven, d.h. Messung der Balkenverbiegung in Abhängigkeit von der Sondenbewegung senkrecht zur Probe, auf Referenzbalken mit bekannter Steifigkeit kann die Federkonstante der Mess-Sonde exakt bestimmt werden. Die hierfür notwendigen Referenzproben wurden im Rahmen des Vorhabens entwickelt und das Verfahren der in-situ Bestimmung der Federkonstante demonstriert.

2.3.1 Konzept

Das Konzept zur in-situ Bestimmung der Federkonstanten von AFM-Sonden im Rastersondenmikroskop mit Hilfe von Referenzbalken basiert auf der inhärenten Möglichkeit des Rastersondenmikroskops, sowohl die z-Auslenkung der Sonde in Richtung der Probe als auch die Verbiegung des Mess-Federbalkens als Reaktion auf diese Bewegung exakt zu messen. Wird eine solche Messung, die als Kraft-Abstands-Messung in nahezu alle kommerzielle Geräte implementiert ist, auf einem Referenzbalken bekannter Steifigkeit durchgeführt, so kann die Federkonstante C_{AFM} der Mess-Sonde aus der Federkonstante des Referenzbalkens C_{ref} , der gemessenen Auslenkung des Messbalkens z_{AFM} und der ebenfalls bekannten z-Bewegung der Mess-Sonde z_{Mess} berechnet werden. Es gilt:

$$C_{AFM} = C_{ref} \left(\frac{z_{Mess} - z_{AFM}}{z_{AFM}} \right) \quad \text{mit} \quad z_{Mess} = z_{ref} + z_{AFM}$$

Da allerdings die Auslenkung des Messbalkens bei den meisten kommerziellen Rastersondenmikroskopen, wie auch bei dem uns zur Verfügung stehenden Gerät des Typs Veeco Dimension 5000, indirekt über die Ablenkung eines auf den Balken fokussierten Laserstrahls und das Differenzsignal einer Segment-Photodiode gemessen wird, steht anstelle der Balkenauslenkung nur ein Spannungswert

(Differenzspannung des Photodetektors) zur Verfügung, der aber in guter Näherung proportional zur Auslenkung ist. Vor der eigentlichen Messung muss deshalb die Verknüpfung zwischen Balkenauslenkung und Spannungssignal kalibriert werden. Dies ist durch Aufnahme einer Kraft-Abstandskurve auf „hartem“ Untergrund möglich. Bei Kontakt zwischen Spitze und Probe entspricht hier die Auslenkung des Messbalkens exakt der bekannten z-Bewegung der Sonde.

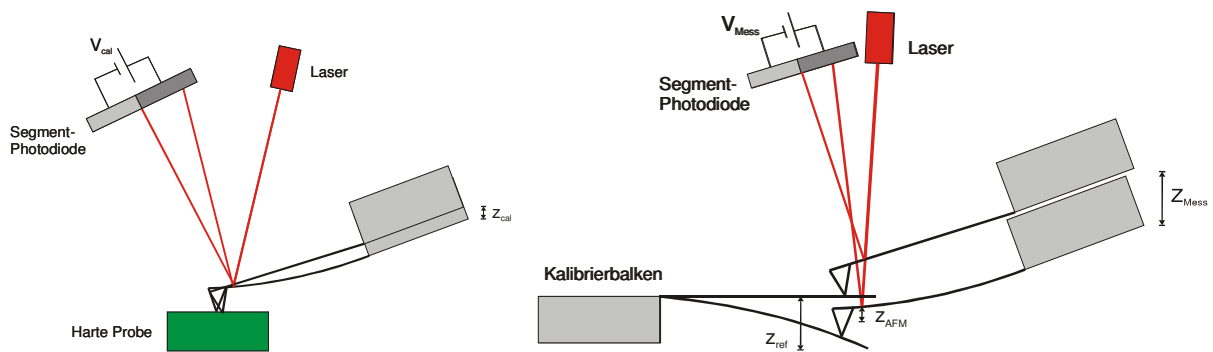


Abb. 14: Schematische Darstellung der Kalibrierung der Federbalken-Auslenkung (links) und der in-situ Bestimmung der Federkonstante mittels Kalibrierfederbalken (rechts)

Anschließend wird eine Kraft-Abstandskurve auf dem Referenzbalken aufgenommen, um die Federkonstante zu bestimmen. Werden in beiden Messungen die Proportionalitätsfaktoren A_{cal} bzw. A_{Mess} zwischen der z-Bewegung der Sonden z_{cal} bzw. z_{Mess} und dem gemessenen Spannungssignal V_{cal} bzw. V_{Mess} bestimmt, so gilt:

$$C_{AFM} = C_{ref} \left(\frac{z_{Mess} - z_{AFM}}{z_{AFM}} \right) = C_{ref} \left(\frac{V_{Mess} / A_{Mess} - 1}{V_{Mess} / A_{cal}} \right) = C_{ref} \left(\frac{A_{cal}}{A_{Mess}} - 1 \right)$$

$$\text{mit } V_{cal} = A_{cal} \cdot z_{cal} \text{ und } V_{Mess} = A_{Mess} \cdot z_{Mess}$$

Um Verschleiß der Spitze insbesondere bei der Messung auf „hartem“ Untergrund zu vermeiden, sollte bei der Kalibriermessung die z-Bewegung der Mess-Sonden und damit die Auslenkung des Messbalkens begrenzt werden. Bei einer geschätzten, maximal tolerierbaren Kraft von 100 nN und den Nominalwerten der kommerziellen Sonden ergeben sich maximal erlaubte Auslenkungen von 2,5 nm für Tapping™-Mode-Sonden und 500 nm für Silizium-Sonden für Contact-Mode.

Sonde (Nanoworld)	Nominelle Federkonstante C_{AFM}	Maximale Auslenkung z_{cal}
Pointprobe® NCH bzw. NCL	40 N/m	2,5 nm
Pointprobe® FM	2,8 N/m	36 nm
Pointprobe® CONT	0,2 N/m	500 nm

Tab. 1: Abschätzung der maximal erlaubten Auslenkung von handelsüblichen AFM-Sonden für eine Normalkraft von weniger als 100 nN

Die Geometrie der Referenzbalken muss so gewählt werden, dass eine möglichst präzise Berechnung der Federkonstanten möglich ist. Dies trifft insbesondere bei einem langen, dünnen, rechteckigen Balken mit rechteckigem Querschnitt zu, dessen Federkonstante sich analytisch berechnen lässt. Im Hinblick auf die Anwendung für rastersondenmikroskopische Messungen sollte die Balkenoberfläche nicht zu klein gewählt werden und eine Referenzmarke in deutlichem Abstand zum freien Ende des Balkens aufweisen, damit die Spitze der Mess-Sonde bei der Charakterisierung stets auf der Referenzbalkenoberfläche bleibt.

Im ursprünglichen Konzept wurde die Federkonstante der Referenzbalken um einen Faktor 10 unterhalb der Steifigkeit der Messsonde gewählt, da theoretisch die Genauigkeit der Referenzmessung mit dem Verhältnis der Steifigkeiten von Referenz- und Messbalken steigt. Größere Unterschiede zwischen den Steifigkeiten von Referenz- und Messbalken erschienen ebenfalls nicht sinnvoll, da die für die Messung notwendige z-Bewegung der Mess-Sonde ebenfalls in diesem Verhältnis zunimmt und die Bestimmung der Federkonstante schnell durch den maximalen z-Hub des AFM-Scanner-Kopfs limitiert wird.

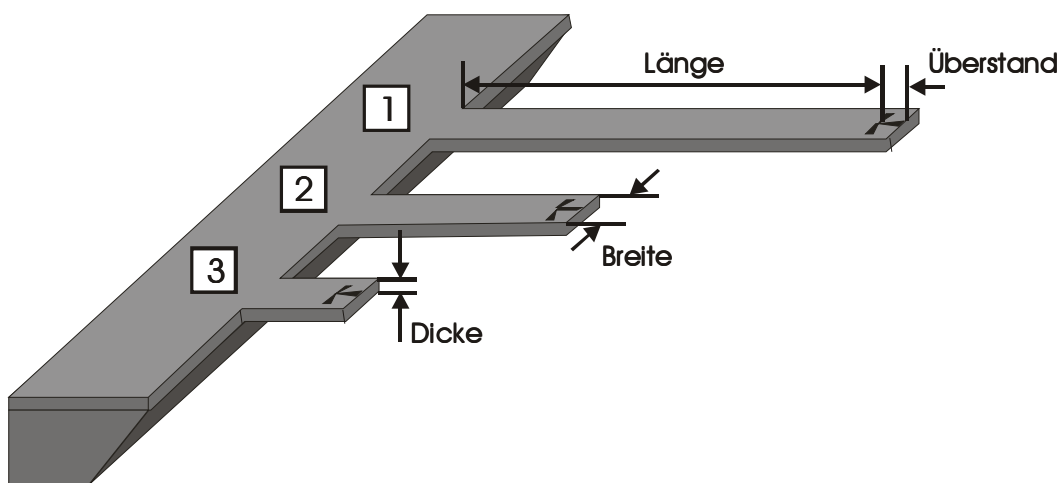


Abb. 15: Schematische Darstellung der Kalibrierfederbalken

Da bei den Untersuchungen zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften mittels Rastersondenverfahren die ganze Bandbreite von verfügbaren Sonden eingesetzt werden, soll als Referenzprobe ein Array von mehreren Balken realisiert werden, die einen großen Bereich der möglichen Federkonstanten abdecken. Angestrebt wurde zunächst eine Serie aus drei Balken mit Steifigkeiten von 0,02 N/m, 0,3 N/m bzw. 4 N/m, die jeweils um einen Faktor 10 kleiner sind als die Steifigkeiten der gebräuchlichsten Mess-Sonden für Non-Contact-Messungen (40 N/m), Force Modulation (3 N/m) und Contact-Mode (0,2 N/m). Die sich daraus unter den obigen

Randbedingungen ergebenden Balkengeometrien sind in der Tabelle 2 dargestellt. Als weitere Randbedingung ist hierbei zu beachten, dass die Dicke der drei Balken aus technologischen Gründen identisch sein muss.

Balken	Federkonst.	Länge (bis Referenzmarke)	Breite	Dicke	Länge des Überstandes
1	0,02 N/m	450 µm	50 µm	1,0 µm	25 µm
2	0,3 N/m	200 µm	50 µm	1,0 µm	25 µm
3	4 N/m	80 µm	50 µm	1,0 µm	25 µm

Tab. 2: Nominelle Geometrie und Federkonstanten der Referenzbalken (1. Charge)

Bei den Anwendungstests der ersten Charge von Kalibrierfederbalken (siehe unten) stellte sich allerdings heraus, dass sowohl die für das Auffinden der exakten Messposition notwendigen Abbildungen der Topographie als auch die eigentlichen Kraft-Abstands-Messungen auf Referenzbalken, deren Steifigkeit deutlich unter der des Messbalkens lag, sehr instabil wurden. Der Regelmechanismus des Rasterkraftmikroskops ließ sich nicht auf das geänderte Verhältnis zwischen Regelgröße (Messbalkenauslenkung) und Stellgröße (z-Bewegung der Sonde) einstellen und die Nicht-Linearitäten des AFM-Scanners werden im Verhältnis der Balkensteifigkeiten verstärkt. Stabile und vertrauenswürdige Bestimmungen der Balkensteifigkeiten konnten nur dann erzielt werden, wenn die Steifigkeiten von Referenzbalken und Messbalken annähernd gleich waren.

Darüber hinaus konnte die Federkonstante der ersten Referenzbalken aufgrund ihrer geringen und ungenügend genau messbaren Dicke nur mit unzufriedenstellender Unsicherheit bestimmt werden.

Um diese Fehler zu reduzieren und die Steifigkeit der Kalibrierbalken an die zu messenden Steifigkeiten anzugleichen wurde eine zweite Charge von Kalibrierbalken gefertigt, bei denen die nominelle Dicke auf 2,15 µm und damit die Federkonstanten auf nominelle Werte von 0,23 N/m, 2,6 N/m und 40 N/m angehoben wurden (siehe Tabelle 3).

Balken	Federkonst.	Länge (bis Referenzmarke)	Breite	Dicke	Länge des Überstandes
1	0,23 N/m	450 µm	50 µm	2,15 µm	25 µm
2	2,6 N/m	200 µm	50 µm	2,15 µm	25 µm
3	40 N/m	80 µm	50 µm	2,15 µm	25 µm

Tab. 3: Nominelle Geometrie und Federkonstanten der Referenzbalken (2. Charge)

Als Referenzmarkierung für die Messlänge des Balkens wurde eine Pfeilstruktur aus drei Pfeilen entworfen, die in Form einer Siliziumdioxidschicht auf der Oberfläche der Balken realisiert wurde. Die Geometrie der Markierung ist so gewählt, dass sich zwischen dem Messpunkt und der Einspannung des Referenzbalkens keine Beschichtung auf der Balkenoberfläche befindet, die die mechanischen Eigenschaften gegenüber den aus den Geometriemessungen berechneten Werten verschieben könnte. Der über diese Markierung hinausragende Teil des Federbalkens betrug bei allen Balken 25 µm.

Für die Umsetzung des Geometrie-Konzeptes basierend auf drei Balken definierter Geometrie in das entsprechende Maskenlayout wurden zunächst Finite-Elemente-Simulationen durchgeführt, mit deren Hilfe insbesondere die technologischen Konzepte zur Definition der Balkenlänge betrachtet wurden. Bei den üblicherweise eingesetzten Verfahren wird die Balkenlänge durch eine geätzte Flanke des Haltechips definiert. Dieses Verfahren hat den Nachteil, dass bei der Definition der Länge die begrenzte Justiergenauigkeit zwischen einer Lithographieebene auf der Wafervorderseite und einer Ebene auf der Rückseite eingeht. Eine exaktere Definition der Balkenlänge wäre möglich, wenn die Länge der Balken direkt in die Lithographieebene der Balken integriert würde. Dies ist aber nur möglich, wenn der Balkenanfang durch ein breites Segel definiert wird, das zumindest um die Größenordnung der Justiertoleranzen über die Kante des Haltechips hinausragt. Da dieses Segel, das notwendigerweise die gleiche Dicke besitzen muss, wie die Federbalken, aber nahezu beliebig breit sein kann, sollte der Einfluss dieses überstehenden Segels auf die mechanischen Eigenschaften der Balken gering sein.

Die Finite-Elemente-Simulationen belegen aber, dass die Veränderung der Federkonstante durch ein solches Segel in der Größenordnung der Justiertoleranzen größer ist als die Verschiebung durch einen aufgrund von Misalignment um den gleichen Betrag zu langen Balken. Auf Grund dieser Ergebnisse wurde im Maskenlayout auf das Konzept des überstehenden Segels verzichtet und die übliche Definition der Federbalkenlänge über die Flanke des Haltechips gewählt.

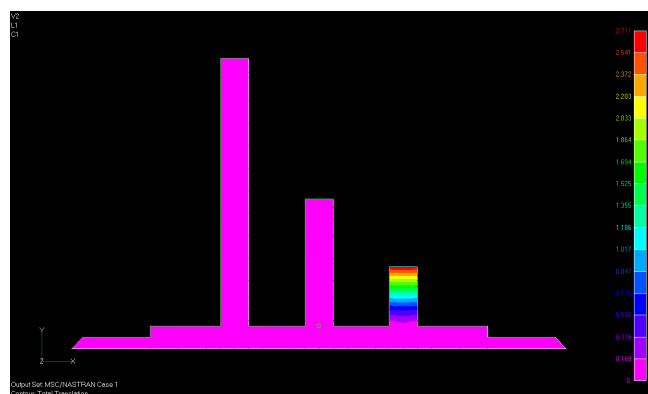


Abb. 16: FE-Simulation der Kalibrierfederbalken an überstehendem Segel

Um die Wahrscheinlichkeit einer Beschädigung der Federbalken beim Handling des Kalibrierchips so gering wie möglich zu halten, ist der Haltechip im Gegensatz zu dem von AFM-Sonden derart konzipiert, dass die Referenzbalken von einem massiven Rahmen umgeben sind und somit gegen seitliche mechanische Einflüsse abgeschirmt sind. Realisiert wurde dies durch einen Haltechip mit einem Fenster, in dem sich die Referenzbalken befinden.

Die Befestigung der Chips im Waferverbund wurde durch eine einseitige, dünne Brücke realisiert, die einerseits eine ausreichende Stabilität bei der Prozessierung des Wafers gewährleistet, andererseits aber eine einfache Entnahme des Chips aus dem Waferverbund durch Herausbrechen erlaubt; eine Vereinzelung durch Sägen ist, wie bei AFM-Sonden auch, aufgrund der fragilen mikromechanischen Strukturen ausgeschlossen. Da die Referenzbalken und die darauf befindlichen Markierungen sehr dünn sind, muss die Haltebrücke entweder durch eine zusätzliche lithographische Ebene definiert oder – wie in diesem Fall geschehen – in das Layout der Halterchips integriert werden.

Als Marken für die Messposition wurden Pfeilstrukturen aus drei Pfeilen entworfen, die in Form einer Siliziumdioxidschicht auf der Oberfläche der Balken realisiert werden sollen. Der Messpunkt wird durch die dem festen Ende der Balken zugewandte Kante der Marke und der Verlängerung des senkrecht darauf stehenden Pfeils definiert. Durch diese Konzeption ist sichergestellt, dass sich zwischen dem Messpunkt und der Einspannung des Referenzbalkens keine Beschichtung auf der Balkenoberfläche befindet, die die mechanischen Eigenschaften gegenüber den aus den Geometriemessungen berechneten Werten verschieben könnte.

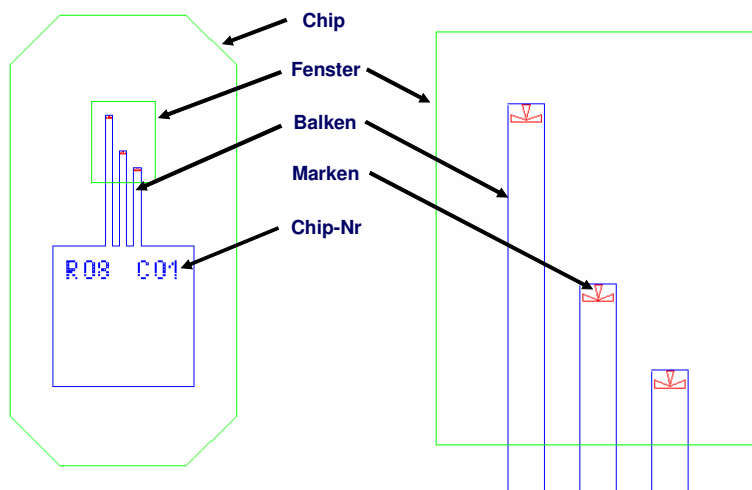


Abb. 17: Layout des Kalibrierchips

2.3.2 Realisierung

Parallel zur Umsetzung des Konzeptes in Maskenlayouts wurden Prozesstechnologien getestet, die für die Herstellung der Kalibrierfederbalken notwendig sind. Das nasschemische, anisotrope Tiefenätzen der Halterchips wird auch bei der Herstellung von Silizium-AFM-Sonden eingesetzt und kann – mit dem auf den Masken entsprechend modifizierten Layout – aus der Produktion der AFM-Sonden übernommen werden.

Im Gegensatz zur Herstellung der AFM-Sonden sollen aber für die Strukturierung der Referenzbalken anisotrope, trockenchemische Ätzverfahren eingesetzt werden, um rechteckige Querschnitte der Balken realisieren zu können. Angestrebt wird hierbei das Ätzen der Balken aus einer Siliziummembrane heraus, deren Dicke zuvor exakt auf die spätere Balkendicke eingestellt wurde. Dieser neue Prozessschritt wurde bereits mit dem zur Verfügung stehenden Equipment getestet und führt zu für die Realisierung von ersten Prototypen zufrieden stellenden Ergebnissen. Im Hinblick auf eine spätere kommerzielle Fertigung der Kalibrierbalken muss aber die Strukturtreue und die Homogenität dieses Prozessschrittes noch verbessert werden. Darüber hinaus wurden Versuchsreihen zum trockenchemischen, anisotropen Ätzen von Siliziumoxid durchgeführt, mit dem die Marken auf den Referenzbalken strukturiert wurden. Mit diesem Verfahren lassen sich definierte, steile Kanten dieser Marken erzeugen, die eine exakte Definition des Messpunktes auf den Referenzbalken erlauben.

Die Herstellung der Prototypen der Kalibrierfederbalken erfolgte durch nasschemisches, lokales, sukzessives Abdünnen des Silizium-Wafers auf die gewünschte Balkendicke, lithographische Definition der Balkengeometrie und trockenchemisches Freilegen der Balken aus der Membrane heraus. Die Referenzmarken wurden ebenfalls mittels Photolithographie aus einem dünnen Siliziumdioxidfilm hergestellt.

Die realisierten Kalibrierchips haben eine Länge von 3,4 mm und eine Breite von 1,6 mm. Durch das trockenchemische Ätzen der Federbalken wird nahezu ein rechteckiger Querschnitt der Balken erzielt. Lediglich an den oberen Kanten der Balken kommt es durch eine unerwünschte Schädigung der Ätzmaskierung während des Ätzprozesses zu einer Abflachung der Strukturkante in einem Bereich von etwa 200 nm (siehe Abbildung 18).

Die realisierten Balken der ersten Charge hatten eine Breite von $47\ \mu\text{m}$, eine Länge von $453\ \mu\text{m}$, $205\ \mu\text{m}$ bzw. $86\ \mu\text{m}$ und eine mittleren Dicke von $(0,79 \pm 0,07\ \mu\text{m})$.

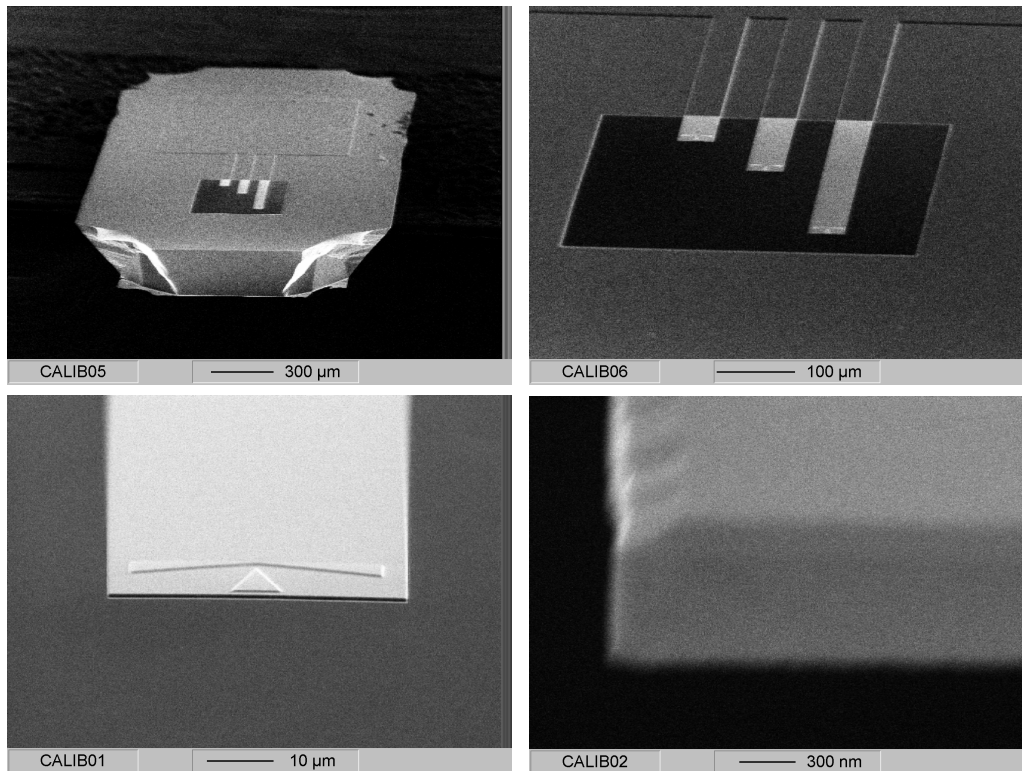


Abb. 18: REM-Aufnahmen eines Kalibrierchips – kompletter Chip (links oben), Kalibrierfederbalken im Fenster des Chips (rechts oben), freies Ende der Balken mit Referenzmarke (links unten) und Seitenflanke der Kalibrierbalken (rechts unten)

Mit Hilfe der im Rahmen des Projektes entwickelten Messtechniken konnte festgestellt werden, dass die Dicke der Balken einen systematischen Gang entlang der Balkenachse aufweisen. Alle Kalibrierbalken der ersten Charge sind, im Gegensatz zu den ähnlich hergestellten AFM-Federbalken, am Einspannpunkt um etwa 100 bis 150 nm dicker als am freien Ende.

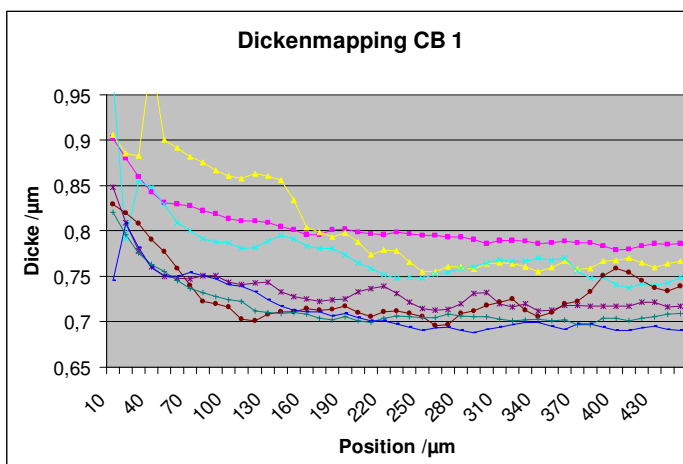


Abb. 19: Messung der Dickenschwankungen von Kalibrierfederbalken der 1. Charge

Als Ursache für diesen Effekt konnte das trockenchemische Freilegen der Federbalken identifiziert werden. Aufgrund einer vorhandenen Variation der Membrandicken auf dem Wafer muss beim Freilegen der Balken eine gewisse Überätzzeit eingehalten werden, bei der die Balken bereits komplett frei liegen. Während dieser Zeit werden die Balken von Ihrer Rückseite leicht angeätzt und so abgedünnt. Aufgrund von Abschirmungseffekten erfolgt dieses Abdünnen aber nicht homogen, sondern an den freien Enden der Balken stärker als am Einspannpunkt. Um die Referenzbalken trotz der systematischen Dickenvariation in der Anwendung testen zu können, wurde die analytische Formel der Federkonstante eines ausgedehnten Balken um eine lineare Dickenänderung ΔT erweitert zu:

$$C = \frac{E \cdot W}{12 \cdot L^3} \cdot \frac{\Delta T^3}{\ln\left(\frac{\Delta T}{T} + 1\right) + \frac{2T}{\Delta T + T} - \frac{T^2}{2(\Delta T + T)^2} - \frac{3}{2}}$$

wobei E: Elastizitätsmodul,
W: Breite des Balkens,
L: Länge des Balkens und
T: Dicke des Balkens am freien Ende

Die mit dieser Näherungsformel ermittelte Erhöhung der Federkonstanten durch die Zunahme der Balkendicke am Einspannpunkt beträgt annähernd 10 Prozent.

Bei der zweiten gefertigten Charge von Kalibrierfederbalken konnte die systematische Dickenvariation der Referenzbalken aufgrund des optimierten Prozessablaufes vermieden werden. Die aufgrund der Fertigungstoleranzen vorhandenen statistischen Dickenschwankungen lagen bei dieser Charge bei weniger als 2,5%, so dass für die Berechnung der Federkonstante die einfache Formel verwendet werden kann:

$$C = \frac{E \cdot W T^3}{4 \cdot L^3}$$

2.3.3 Anwendungstests

Um die Methode der Bestimmung von Federkonstanten mittels Kalibrierbalken zu testen, wurden AFM-Balken deren Geometrie ebenfalls exakt bekannt war mittels Kalibrierbalken charakterisiert. Dazu wurde nach dem Einbau des AFM-Balkens in ein kommerzielles AFM zunächst der Detektor (Lichtzeiger) kalibriert, indem die

AFM-Tastspitze auf einem harten Untergrund – in diesem Fall der Kalibrierchip – aufgesetzt und dann um einen definierten Weg in Richtung Untergrund verfahren wurde, um die Abhängigkeit von Detektorsignal und Balkenbiegung, d.h. Verfahrensweg, zu ermitteln. Um eine Zerstörung der Spitze zu vermeiden muss hierbei der Verfahrensweg sorgfältig gewählt werden (siehe oben).

Für die eigentliche Messung der Federkonstanten wird die Aufzeichnung des Detektorsignals bei gezielter Auslenkung der Sonde wiederholt, wobei sich die Tastspitze aber exakt auf dem Referenzpunkt des Kalibrierbalkens befinden muss. Das Detektorsignal entspricht dann wieder exakt der Verbiegung der zu charakterisierenden AFM-Balken, nicht aber der z-Auslenkung der Sonde. Diese wird durch die Verbiegung von beiden Balken, AFM-Balken und Kalibrierbalken, kompensiert. Mit der bekannten Auslenkung und der über die oben beschriebene Detektorkalibrierung bekannten Verbiegung des AFM-Balkens lässt sich die Verbiegung des Kalibrierbalkens bestimmen. Mit der bekannten Federkonstante des Kalibrierbalkens lässt sich die Kraft auf die beiden Balken und damit auch die Federkonstante des AFM-Balkens berechnen.

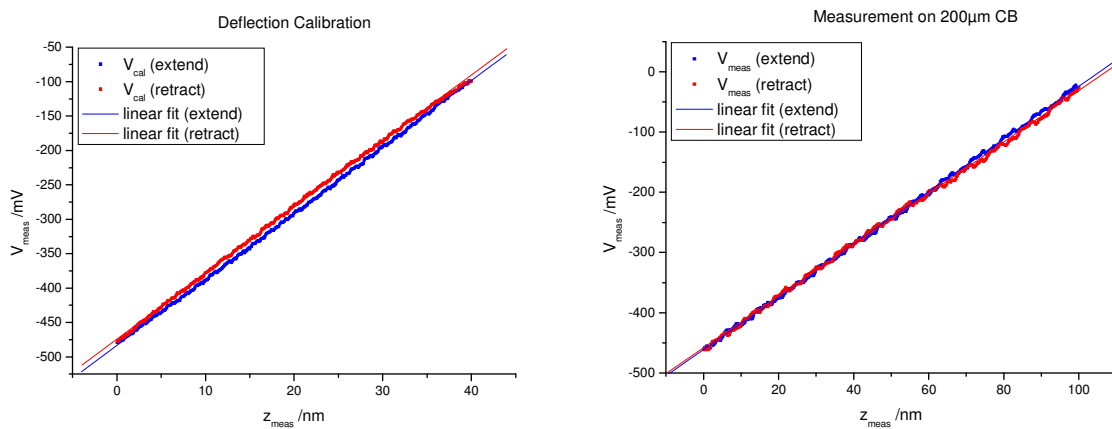


Abb. 20: Kalibrierung der Federbalken-Auslenkung durch Kraft-Abstands-Kurven auf hartem Untergrund (links) und Messung der Federkonstante durch Kraft-Abstands-Kurven auf einem Kalibrierfederbalken (rechts)

Zum Finden der Referenzmarke auf dem Kalibrierbalken wird eine AFM-Aufnahme mit einem adäquaten Scanbereich durchgeführt. Dabei zeigen sich aber bereits erhebliche Probleme, wenn die Steifigkeit des Kalibrierbalkens deutlich, d.h. um zumindest eine Größenordnung, unterhalb der Federkonstante des zu charakterisierenden AFM-Balkens liegt. In solchen Fällen lassen sich in den Messungen Schwingungen beobachten, die der Topographieinformation überlagert sind und

diese zum Teil vollständig überdecken. Ursache für diese Schwingungen ist vermutlich die extreme Verstärkung von Nicht-Linearitäten des Regelkreises sowie des Scanmechanismus durch die Verkleinerung des Regelsignals entsprechend dem Verhältnis der Balkensteifigkeiten.

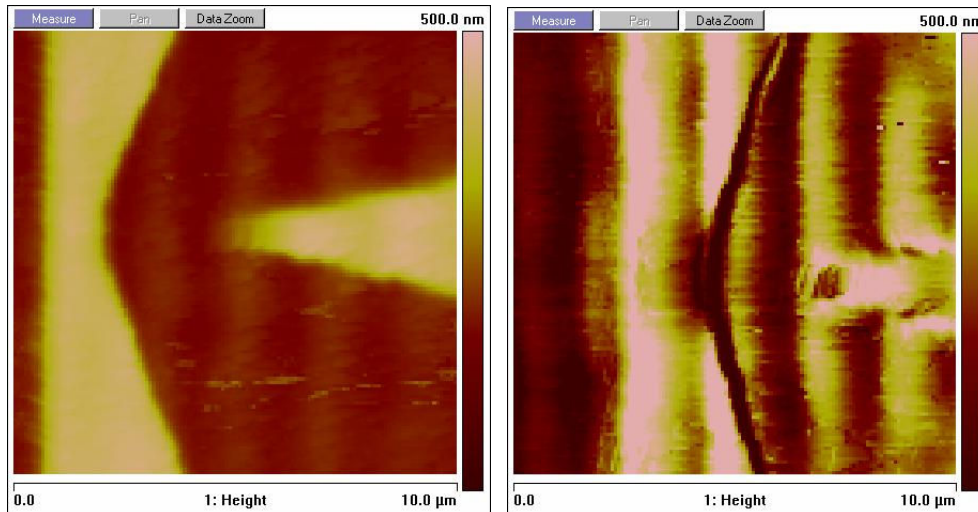


Abb. 21: Contact-Mode-AFM-Aufnahme der Referenzstruktur eines harten Kalibrierbalkens ($C=1,3 \text{ N/m}$) (links) und eines mittleren Kalibrierbalkens ($C=0,12 \text{ N/m}$) (rechts) mit einer AFM-Sonde des Typs FM ($C=2,8 \text{ N/m}$)

In der Auswertung der Kalibrierprozedur selbst lässt sich diese Problematik wieder finden. Während Messungen der Steifigkeit mit Hilfe von Kalibrierbalken, deren Federkonstante annähernd mit der zu messenden übereinstimmt, Ergebnisse liefern, die im Rahmen der Messgenauigkeit mit den aus den Geometriedaten der AFM-Balken ermittelten Federkonstanten übereinstimmen, sind in den Kraft-Abstandskurven deutliche Nicht-Linearitäten und Abweichungen von Hin- und Rückweg zu erkennen und die Ergebnisse aus Messungen auf zu weichen Kalibrierbalken liegen durchweg um mehr als eine Größenordnung von dem erwarteten Wert entfernt.

Die Fehlerbetrachtung der mit der ersten Charge der Kalibrierfederbalken erzielten Ergebnisse, dass auch bei den Messungen auf Kalibrierbalken ähnlicher Steifigkeit die Genauigkeit der Messung noch mit Unsicherheiten von mehr als 20% belastet ist. Hauptursache hierfür sind die Dickenschwankungen der Kalibrierfederbalken, die bezogen auf die geringe Gesamtdicke der Balken zu einem erheblichen Fehler führen.

Die Probleme der Federkonstantenbestimmung bei nicht angepasster Steifigkeit des Referenzbalkens wurden auch mit der zweiten Charge der Referenzbalken bestätigt.

Bei Messungen auf Referenzbalken deren Steifigkeit deutlich über derjenigen des Messbalkens liegt, ist zwar eine Bestimmung der Federkonstante möglich, die Messunsicherheit steigt aber unakzeptabel – im Extremfall auf bis zu 100%. Bei Referenzbalken, die erheblich weicher als die Messbalken sind, ist entweder durch die Instabilität der Regelung gar keine Messung möglich oder die auf den Referenzbalken aufgenommenen Kraft-Abstandskurven zeigen ein instabiles, nichtlineares Verhalten, so dass eine Auswertung der Messung nicht möglich ist.

Bei angepasster Steifigkeit der Referenzbalken lässt sich hingegen für alle untersuchten Sondentypen mit Federkonstanten von 0,05 bis 40 N/m eine Kalibrierung der Federkonstanten durchführen, deren Unsicherheiten erheblich unter den Fehlern der analytisch aus der Geometrie berechneten Werte liegen. In allen Fällen konnte im Rahmen der Messgenauigkeit eine Übereinstimmung der berechneten und der gemessenen Werte nachgewiesen werden.

Sonde (Nanoworld)	Berechnete Federkonstante	Messung 450µm Referenzbalken	Messung 200µm Referenzbalken	Messung 80µm Referenzbalken
Pointprobe® CONT	0,054±0,012 N/m	0,056±0,009 N/m	0,108±0,081 N/m	1,0±1,0 N/m
Pointprobe® FM	2,40±0,36 N/m		2,14±0,16 N/m	2,38±0,89 N/m
Pointprobe® NCH	36±5 N/m			34,0±2,9 N/m

Tab. 4: Ergebnisse der in-situ Bestimmung der Federkonstanten von AFM-Sonden mit bekannter Geometrie mit Hilfer von Kalibrierfederbalken der 2. Charge

3 Voraussichtlicher Nutzen

Die im Rahmen des Vorhabens erzielten Ergebnisse tragen in mehrfacher Weise einen positiven Beitrag zu den sich entwickelnden, auf Rastersondenverfahren basierenden Methoden zur quantitativen Bestimmung elastischer Eigenschaften in nanoskaligen Dimensionen bei. Die mit der Optimierung der Tastspitzenform und den erarbeiteten Verfahren zur lokalen Beschichtung mit Hartstoffen erzielte Erhöhung der Formtreue und Abriebs- bzw. Bruchfestigkeit ist von essentieller Bedeutung für alle Messverfahren, bei denen mittels Rastersondenmikroskopie elastische und inelastische Probeneigenschaften bestimmt werden. Eine bekannte und stabile Form der Kontaktfläche ist für eine quantitative Auswertung der Ergebnisse unabdingbar.

Die Verfahren zur Optimierung der Tastspitzenform wurden bereits kurz nach Abschluss des Vorhabens dazu eingesetzt, kundenspezifische Sondentypen von Rasterkraftsonden kommerziell zu fertigen. Mit der weiter voranschreitenden Verbreitung der Kontaktresonanzspektroskopieverfahren (Lizenznehmer: Veeco, NT-

MDT, FRT. WiTEC) und dem damit verbundenen Marktvolumen für die entsprechend optimierten Sonden ist eine Überführung in die Serienfertigung sowie die Implementierung der Verfahren zur lokalen Beschichtung der Tastspitzen mit Hartstoffschichten geplant.

Das entwickelte Verfahren zur in-situ Kalibrierung der Federkonstante von AFM-Sonden basierend auf Kalibrierfederbalken kann zu einer deutlichen Verringerung der Messunsicherheit bei quantitativen Messungen von elastischen Eigenschaften mittels Rasterkraftmikroskopie beitragen. Selbst im Vergleich zu exakt vermessenen Sonden aus einkristallinem Silizium und Berechnung der Federkonstante ist die Unsicherheit der direkten Messung auf den Kalibrierfederbalken kleiner. Bei unbekanntem Eigenschaften des Balkenmaterials oder komplexeren Balkengeometrien ist eine Messung der Federkonstante unvermeidbar. Hierbei steht das entwickelte Verfahren allerdings in Konkurrenz zu dem bereits etablierten Verfahren basierend auf der Auswertung der thermischen Balkenbewegung. Die Bestimmung der Federkonstanten mit Hilfe von Kalibrierfederbalken hat aber den Vorteil der geringeren Anforderungen an das Messsystem (größere Amplituden) und der Anwendbarkeit auch auf Sonden mit größeren Federkonstanten (>10 N/m).

Für die kommerzielle Verwertung der Kalibrierfederbalken sind allerdings noch eine Weiterentwicklung der Herstellungsverfahren und umfangreichere Anwendungstests notwendig. Layout und Prozessablauf müssen hinsichtlich höherer Ausbeute optimiert, die neu eingesetzten Prozesstechnologien stabilisiert und das Datenmanagement automatisiert werden. In weiterführenden Anwendungsversuchen muss insbesondere die Nutzbarkeit in verschiedenen kommerziellen Rasterkraftmikroskopen unter unterschiedlichen Bedingungen getestet werden.

Die im Rahmen des Vorhabens weiter entwickelten Messmethoden zur Charakterisierung der Federbalken von AFM-Sonden werden zum Teil bereits jetzt in der Serienfertigung eingesetzt und verringern die Unsicherheit der mit den Sonden mitgelieferten Messdaten und daraus berechneten mechanischen Eigenschaften. Weitere Verbesserungen der Messungen und des damit verbundenen Qualitätsmanagements auf der Grundlage der Projektergebnisse sind geplant.

Neben der direkten Umsetzung der Ergebnisse in Produkte und der Implementierung von neuen oder optimierten Messverfahren in die Serienfertigung von AFM-Sonden

können viele Ergebnisse des Projektes für weitere Forschungs- und Entwicklungsarbeiten genutzt werden. Die durch den Unterauftragnehmer IISB entwickelten Verfahren zur direkten, lokalen Beschichtung der Tastspitzen mit Hartstoffschichten können genutzt werden, um integrierte Sensoren, z.B. zur lokalen Messung der Proben temperatur, wirksam vor Verschleiß zu schützen. Von besonderem Vorteil sind hierbei die leichte Integration der Beschichtung in verschiedenste Prozessabläufe und die Anwendbarkeit auf unterschiedlichste Tastspitzenformen. Zur Erleichterung der Integrierbarkeit von Sensoren in die Tastspitze ist die im Rahmen des Projektes erarbeitete Modifikation der Tastspitze hilfreich. Deshalb sollen mit einer Fortsetzung der bewährten Kooperation zwischen Nanoworld Services und dem IISB AFM-Sonden mit integriertem Temperatursensor realisiert werden.

Die für die Herstellung der Sonden mit lokaler Beschichtung sowie zur Realisierung der Kalibrierfederbalken entwickelten Lithographie- und Ätzverfahren liefern einen erheblichen Beitrag zur geplanten Entwicklung von AFM-Sonden mit integriertem Auslenkungs-Aktuator und -Detektor.

Hartstoffbeschichtungen der Tastspitzen sind auch neben den Arbeiten für dieses Vorhaben ein aktueller Forschungsbereich, das weiter verfolgt wird. Von besonderem Interesse sind hier elektrisch leitfähige, harte Beschichtungen, die lokales Messen von Strömen und Spannungen auf nanoskaligen Strukturen ermöglichen und damit von grundlegender Bedeutung für Entwicklungen im Bereich der Nanoelektronik sind. Da die simultane Optimierung von Härte, elektrischer Leitfähigkeit, Schichtdicke und Oberflächengüte oft nicht mit einer Reduzierung der mechanischen Spannungen gegenüber dem Balkenmaterial vereinbar ist, sind die im Rahmen des Vorhabens entwickelten Methoden zur Strukturierung der Schichten ein hilfreiches Mittel zur Vermeidung von inakzeptablen Verbiegungen der Federbalken.

4 Fortschritte anderer auf dem Gebiet

Die Methoden zur Bestimmung elastischer Eigenschaften von Proben mittels Rastersondenmikroskopie sind von breitem Interesse und deshalb Gegenstand intensiver Forschung in zahlreichen Gruppen. Mit der Kontaktresonanzspektroskopie beschäftigt sich neben dem Projektkonsortium insbesondere die japanische Arbeitsgruppe um K. Yamanaka (siehe Abschlussbericht des Projektpartners IzfP). Der Einfluss der Tastspitzenform und ihrer Veränderung während der Messung wird auch von anderen Gruppen als Problem erkannt und untersucht. Arbeiten zur

systematischen Optimierung der Sonden für Messungen zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften sind aber nicht bekannt.

Die Erhöhung der Abriebsfestigkeit von AFM-Tastspitzen durch flächige Beschichtung mit Hartstoffen ist ein weit verbreitetes Verfahren, dass sowohl in kommerziellen Produkten als auch im Forschungsbereich angewandt wird. Neben den bereits vor Beginn des Projektes kommerziell angebotenen Beschichtungen aus polykristallinem Diamant und Silizid sind während der Projektlaufzeit Produkte mit neuen Hartstoffschichten wie „Diamond Like Carbon“ (Veeco Instruments, USA), Titan-Nitrid und Wolframcarbid (NT-MDT, Russland) auf den Markt gekommen. Arbeiten zur Realisierung von lokalen Beschichtungen auf den Tastspitzen sind aber nicht bekannt.

Verfahren zur Bestimmung der Federkonstanten mittels Referenzsystemen sind auch von anderen Gruppen vorangetrieben worden. Besondere Beachtung bedarf hierbei der kommerziell von der Firma Veeco Instruments, USA, angebotene Kalibrierchip, dessen Konzept mit dem in dieser Arbeit verfolgten identisch ist. Der Chip enthält 3 Federbalken deren Geometrie vermessen wird, um möglichst exakt die Federkonstanten berechnen zu können. Mit nominellen Steifigkeiten von 0,157 N/m, 1,3 N/m und 10,4 N/m werden ebenfalls 3 Größenordnungen abgedeckt. Im Vergleich zu den im Projekt entwickelten Prototypen hat das Produkt von Veeco Instruments aber den Nachteil eines trapezförmigen Balkenquerschnitts und eine Markierung für den Messpunkt ist ebenfalls nicht vorhanden. Beides sind deutliche Nachteile gegenüber der eigenen Entwicklung.

Neben diesem kommerziellen Produkt gibt es Forschungsarbeiten, die sich mit mikroelektromechanischen Systemen zur Kalibrierung der Federkonstanten von AFM-Sonden beschäftigen [17]. Die komplexen Systeme sind aber in der Herstellung sehr aufwändig und in der Anwendung in der Regel auf einen relativ kleinen Bereich von Federkonstanten beschränkt. Ein Ansatz zur Bestimmung der Federkonstante ohne die Gefahr einer Beschädigung der Tastspitze während des Kalibriervorgangs kehrt das im Vorhaben beschriebene Konzept um und nutzt einen in das Raster-sondemikroskop eingebauten Referenzbalken zur Charakterisierung eine als Probe montierten AFM-Balkens [18]. Der Vorteil besteht darin, dass die Kalibrierung des Detektionsmechanismus mit dem Referenzbalken erfolgt, der keine empfindliche Tastspitze besitzt, und der Kontakt zwischen Referenzbalken und Mess-Sonde über die der Spitze abgewandte Seite des Messbalkens erfolgt. Da für eine „Nutzung“ der Federkonstante der Detektionsmechanismus des Rastersondenmikroskops aber

kalibriert werden muss, um die tatsächliche Kraft zwischen Spitz und Probe zu berechnen, wird in den meisten Fällen eine zusätzliche Messung von Kraft-Abstands-Kurven auf hartem Untergrund notwendig und der wesentliche Vorteil des Verfahrens entfällt. Außerdem ist die exakte Position der Tastspitze bei kommerziellen AFM-Sonden von der Balkenrückseite nicht zu erkennen, so dass mit einem erheblichen Fehler zu rechnen ist.

5 Veröffentlichungen

Die Ergebnisse des Vorhabens werden in Form dieses Schlussberichtes an der Technischen Informationsbibliothek in Hannover veröffentlicht. Die anwendungsbezogenen Ergebnisse sind vom Projektpartner FhG IzfP in mehreren Publikationen veröffentlicht (siehe Schlussbericht des Partners FhG IzfP).

6 Referenzen

- [1] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber, "Atomic Force Microscope", *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986) 930.
- [2] P. Maivald, H.J. Butt, S.A. Gould, C.B. Prater, B. Drake, J.A. Gurley, V.B. Elings, and P. Hansma, "Using Force Modulation to Image Surface Elasticities with the Atomic Force Microscope", *Nanotechnology* **2** (1991) 103.
- [3] H. Sturm, M. Munz und E. Schulz, "Vorrichtung und Verfahren in der kontaktierenden Rasterkraftmikroskopie mit periodischer Modulation der Auflagekraft zur Messung der lokalen elastischen und anelastischen Eigenschaften von Oberflächen unter Konstanthaltung der Deformation im Kontaktbereich von Meßsonde und Probenoberfläche", Offenlegungsschrift DE 197 28 357 A1, Patent erteilt im Mai 2001, Patentschrift liegt uns noch nicht vor.
- [4] M. Munz, H. Sturm, E. Schulz and G. Hinrichsen, "The Scanning Force Microscope as a Tool for the Detection of Local Mechanical Properties within the Interphase of Fibre Reinforced Polymers", *Composites Part. A* **29** (1998) 1251.
- [5] Q. Zhong, D. Imniss, K. Kjoller, and V.B. Elings, "Fractured Polymer/Silica Fiber Surface Studied by Tapping Mode Atomic Force Microscopy", *Surf. Sci.* **290** (1993) L688.
- [6] H.-U. Krottil, T. Stifter, H. Waschipky, K. Weishaupt, S. Hild, and O. Marti, "Pulsed Force Mode: A New Method for the Investigation of Surface Properties", *Surf. Interface Anal.* **27** (1999) 336.
- [7] U. Rabe, K. Janser, and W. Arnold, "Vibrations of Free and Surface-Coupled Atomic Force Microscope Cantilevers: Theory and Experiment", *Rev. Sci. Instr.* **67** (1996) 3281.

- [8] F. Dinelli, M. R. Castell, D.A. Ritchie, N.J. Mason, G.A.D. Briggs and O.V. Kolosov, "Mapping Surface Elastic Properties of Stiff and Compliant Materials on the Nanoscale Using Ultrasonic Force Microscopy", *Phil. Mag.* **A 80** (2000) 2299.
- [9] N.A. Burnham, A.J. Kulik, G. Gremaud, P.J.Gallo, F. Oulevey, "Scanning Local Acceleration Microcopy", *J. Vac. Sci. Technol.* **B14**, 794 (1996).
- [10] E.T. Lilleodden, W. Bonin, J. Nelson, J.T. WYROBEK, W.W. Gerberich, "In Situ Imaging of mN Load Indents into GaAs", *J. Mater. Res.* **10** (1995) 2162.
- [11] T. Drobek, R. W. Stark, M. Gräber, and W. M. Heckl, "Overtone Atomic Force Microscopy Studies of Decagonal Quasi-Crystal Surfaces", *New Journal of Phys.* **1** (1999) 15.1.
- [12] K. Yamanaka, S. Nakano, "Quantitative Elasticity Evaluation by Contact Resonance in an Atomic Force Microscope", *Appl. Phys.* **A66** (1998) S313.
- [13] E. Kester, U. Rabe, L. Presmanes, Ph. Tailhades, W. Arnold, "Measurement of Young's Modulus of Nanocrystalline Ferrites with Spinel Structures by Atomic Force Acoustic Microscopy", *J. Phys. and Chem. Sol.* **61** (2000) 1275.
- [14] U.Rabe, S. Amelio, E. Kester, V. Scherer, S.Hirse Korn, and W. Arnold, "Quantitative Determination of Contact Stiffness Using Atomic Force Microscopy", *Ultrasonics* **38** (2000) 430.
- [15] U. D. Schwarz, O. Zwörner, P. Köster, and R. Wiesendanger, "Preparation of Probe Tips with Well-Defined Spherical Apexes for Quantitative Scanning Force Spectroscopy", *J. Vac. Sci. Technol.* **B15** (1997) 1527.
- [16] J. L. Hutter, J. Bechhoefer: Calibration of Atomic-Force Microscope Tips, *Review Scientific Instruments*, 64(7), July 1993, p. 1868
- [17] P. J. Cumpson, J. Hedley: Accurate analytical measurements in the atomic force microscopy: a microfabricated spring constant standard potentially traceable to the SI, *Nanotechnology* 14 (2003), pp. 1279-1288
- [18] J. D. Holbery, V. L. Eden, M. Sarikaya, R. M. Fisher: Experimental determination of scanning probe microscope cantilever spring constants utilizing a nanoindentation apparatus, *Review of Scientific Instruments* 71(10), October 2000, pp. 3769-3776

Schlussbericht
für das Forschungs- und Entwicklungsvorhaben

**Entwicklung und Optimierung von Prüfmethoden zur
quantitativen Bestimmung elastischer Eigenschaften in
nanoskaligen Dimensionen mit Rastersondenmikroskopie**

**Teilprojekt:
Optimierte Rasterkraftsonden**

Laufzeit: 01.05.2002 – 31.04.2005

Auftragnehmer: Fraunhofer Institut für Integrierte Systeme und
Bauelementetechnologie (IISB),
Schottkystraße 10, 91058 Erlangen

Auftraggeber: NanoWorld Services GmbH
Schottkystraße 10, 91058 Erlangen

Inhalt

1	EINLEITUNG	3
1.1	Aufgabenstellung	3
1.2	Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde	3
1.3	Planung und Ablauf des Vorhabens	4
1.4	Wissenschaftlicher und technischer Stand an den angeknüpft wurde	5
1.5	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	6
2	ERZIELTE ERGEBNISSE	6
2.1	Optimierung der Form des Biegebalkens	7
2.2	Optimierung der Geometrie der Tastspitze	8
2.3	Erhöhung der Abriebfestigkeit durch lokale Beschichtung	12
2.4	Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse	13
3	FORTSCHRITTE ANDERER AUF DIESEM GEBIET	13
4	VERÖFFENTLICHUNGEN	13

1 Einleitung

1.1 Aufgabenstellung

Aufgabe des Fraunhofer IISB im Forschungs- und Entwicklungsvorhaben war die Optimierung von Rasterkraftsonden für die quantitative Bestimmung elastischer Eigenschaften mittels rastersondenmikroskopischer Techniken. Für die Quantifizierung der Methode der Ultraschallkraftmikroskopie, bei der die Verschiebung zwischen freien Resonanzen und Kontaktresonanzen der Blattfeder von Rasterkraftsonden genutzt wird, um lokale Kontaktsteifigkeiten zu bestimmen und daraus den lokalen E-Modul zu berechnen, ist eine exakte theoretische Modellierung der mikromechanischen Blattfeder sowie der Spitze der verwendeten Rasterkraftsonden notwendig. Aus diesem Grund muss die Geometrie der verwendeten Rasterkraftsonden, deren Steifigkeit und Spitzenradius exakt definiert sein.

Für die Realisierung von optimierten Sonden für die quantitative Bestimmung elastischer Eigenschaften mittels Rastersondenmikroskopie bedarf es neben einer intensiven Charakterisierung fertiger Sonden einer Modifizierung und Ergänzung der Herstellungsverfahren, um einerseits die Blattfeder-/Spitzengeometrie hinsichtlich reproduzierbarer Kontaktresonanzen zu optimieren und andererseits Tastspitzen mit exakt definiertem Krümmungsradius herzustellen. Die Modifizierung der Spitzengeometrie sollte am IISB durch die Bearbeitung mittels fokussierter Teilchenstrahlen durchgeführt werden. Im Gegensatz zu herkömmlichen Lithographieverfahren ermöglicht diese direkt schreibende Strukturierungsmethode auch bei Proben mit ausgeprägter Topographie und hohem Aspektverhältnis die Herstellung von Strukturen mit Dimensionen im Sub-Mikrometer Bereich. Neben der Strukturierung durch Materialabtrag (Sputterabtrag und Ätzen mit fokussierten Ionenstrahlen) sollte zur Modifizierung der Sondenspitzen ebenfalls die elektronen- und ionenstrahlinduzierte Materialabscheidung verwendet werden. Die Spitzenoptimierung mittels Materialabtrag durch fokussierte Ionenstrahlen oder elektronen- bzw. ionenstrahlinduzierte Deposition sollte in Absprache mit den am Verbundprojekt beteiligten Partnern erfolgen. Vorgesehen waren Spitzenradien > 100 nm, wobei der Schwerpunkt auf der Abriebfestigkeit und der Reproduzierbarkeit der Strukturen lag.

1.2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Das Vorhaben war Teil eines Projektes, das von den Projektpartnern NanoWorld Services GmbH (Erlangen), Fraunhofer IZFP (Saarbrücken), BAM (Berlin), FRT GmbH (Bergisch Gladbach) und Forschungsabteilung Robert Bosch GmbH (Stuttgart) durchgeführt wurde. Das Fraunhofer Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie (IISB) war im Rahmen eines Forschungs- und Entwicklungsauftrages für den Auftraggeber NanoWorld Services GmbH im Projekt tätig. Die Arbeitsgebiete und Expertise der teilnehmenden Partner ergänzten sich optimal, so dass alle für die erfolgreiche Durchführung des Projektes notwen-

digen Kenntnisse und Erfahrungen zur Verfügung standen. Von der Herstellung und Modifikation der Rasterkraftsonden, über die Entwicklung und Verbesserung der Methode der Ultraschallkraftmikroskopie bis hin zu Geräteherstellern und Anwendern waren alle Arbeitsbereiche vertreten. Da das Fraunhofer IISB im Projekt die Aufgabe übernommen hatte, die von NanoWorld Services hergestellten Silicium Rasterkraftsonden zu modifizieren, war es selbstverständlich, dass auf diesem Gebiet sehr eng zusammen gearbeitet wurde. NanoWorld Services und das Fraunhofer IISB haben bereits in einigen Projekten erfolgreich zusammengearbeitet. Durch den Umzug der Firma NanoWorld Services nach Erlangen und die damit verbundene Möglichkeit, Ergebnisse und Informationen leichter und schneller austauschen zu können, wurde die Kooperation und die Voraussetzung für das erfolgreiche Umsetzen des Projektzieles zusätzlich verbessert. Ein weiterer wichtiger Kooperationspartner im Projekt war das Fraunhofer IZFP in Saarbrücken. Da die speziell hergestellten Rasterkraftsonden nur dort auf ihre Eignung für die Bestimmung der elastischen Eigenschaften untersucht werden konnten, war die Rückmeldung der erzielten Messergebnisse eine wichtige Voraussetzung für eine gezielte Optimierung der Rasterkraftsonden.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Für die quantitative Bestimmung von elastischen Eigenschaften mittels Rastersondenmikroskopie werden besondere Anforderungen an die verwendeten Messsonden gestellt. Im Vordergrund stehen hierbei die Steifigkeit und das Schwingungsverhalten des Biegebalkens, sowie Stabilität, Abriebfestigkeit und Radius der Messspitze. Da zu Projektbeginn keine Messsonden mit entsprechenden Eigenschaften zur Verfügung standen, war es das Ziel, durch die Materialbearbeitung mit fokussierten Ionen- und Elektronenstrahlen von NanoWorld Services hergestellte Silicium Rasterkraftsonden so zu modifizieren, dass mit ihnen die quantitative Bestimmung elastischer Eigenschaften reproduzierbar möglich ist. Hierzu sollten die Spitzengeometrie und die Form des Biegebalkens gezielt verändert werden. Ebenfalls sollte die Abriebfestigkeit der Sonden durch lokale Beschichtung der Spitzen erhöht werden. Die Art der Änderung, besonders in Bezug auf die Geometrie der Sonden, sollte vom Fraunhofer IZFP vorgegeben werden und bzgl. seiner technologischen Durchführbarkeit mit NanoWorld Services und dem Fraunhofer IISB abgestimmt werden. Um die bestmögliche Interpretation der Messergebnisse zu ermöglichen, sollten die modifizierten Sonden vor und nach der Messung der elastischen Eigenschaften mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) charakterisiert werden. Die am Fraunhofer IZFP erzielten Messergebnisse sollten die Basis für eine weitere Optimierung der Sondereigenschaften als auch der für die Herstellung angewandten Bearbeitungsschritte bilden.

Wie geplant, wurde am Anfang des Projektes begonnen, die Geometrie von Biegebalken und Messspitze gezielt zu verändern, um die Messeigenschaften der Rasterkraftsonden zu verbessern. Da bei der Modifikation der Biegebalken größere Mengen Material abgetragen werden mussten, wurde der Bearbeitungsprozess bezüglich der Bearbeitungszeit optimiert und für die Prozessierung fast ausschließlich ionenstrahlinduziertes Ätzen verwendet. Die

bearbeiteten Sonden wurden mittels REM charakterisiert und zur weiteren Untersuchung ans Fraunhofer IZFP gesendet. Da die Messergebnisse zeigten, dass die Kontaktresonanzen weniger durch Abweichungen der Form der Biegebalken als durch Messartefakte beeinflusst werden, wurden im weiteren Verlauf des Projektes keine Modifikationen an der Form der Biegebalken durchgeführt.

Bei der Herstellung von Rasterkraftsonden mit definiertem Spitzenradius wurde zu Beginn des Projektes versucht, die ursprüngliche Spitzenform (Radius < 10 nm) durch Materialabtrag so zu verändern, dass Spitzen mit Radien größer 100 nm entstehen. Für die Entwicklung der entsprechenden Bearbeitungsprozesse wurden umfangreiche Untersuchungen durchgeführt und wichtige, die Materialbearbeitung beeinflussende Effekte, wie die Abhängigkeit der Materialabtragerate vom Einfallwinkel der Ionen oder der Verweilzeit des Ionenstrahles, bei der Prozessentwicklung berücksichtigt. Obwohl der Abtrag von Material durch physikalisches Sputtern mit einem fokussierten Ionenstrahl als direkt schreibende Bearbeitungsmethode besonders für die Bearbeitung von Proben ausgeprägter Topographie geeignet ist, war es jedoch nicht möglich, die gewünschten Geometrien mit vertretbarem Zeitaufwand und mit ausreichender Genauigkeit reproduzierbar herzustellen.

Als Konsequenz wurden definierte Spitzenradien nicht durch Materialabtrag sondern durch das Aufwachsen von Material auf der Spitze der Sonden erzeugt. Hierfür wurden Prozessschritte entwickelt, die es ermöglichen, mittels Ionen- sowie elektronenstrahlinduzierter Materialabscheidung Strukturen mit definierter Geometrie herzustellen. Basierend auf Ergebnissen zur Untersuchungen der Stabilität dieser abgeschiedenen Spitzen, durchgeführt am IISB und am IZFP, wurden erfolgreich Konzepte entwickelt, um die Stabilität zu erhöhen. Sonden, mit unterschiedlichen Spitzenradien, wurden hergestellt, mittels REM charakterisiert und am Fraunhofer IZFP zu Messungen verwendet.

Die Materialabscheidung wurde ebenfalls verwendet, um die Spitze der Sonden lokal mit einer dünnen Schicht zu überziehen und die Abriebfestigkeit zu erhöhen. Im Laufe des Projektes wurden Prozessschritte erarbeitet, die es ermöglichen, „normale“ Rasterkraftsonden (Spitzenradius < 10 nm) und speziell von NanoWorld Services im Rahmen dieses Projektes angefertigte, „verrundete“ Spitzen (Spitzenradius ca. 100 nm) lokal zu beschichten. Da sich herausgestellt hat, dass die verrundeten Spitzen am besten für die Messung der elastischen Eigenschaften geeignet sind, wurden am Ende des Projektes ausschließlich diese Art von Spitzen beschichtet, mittels REM charakterisiert und dem Fraunhofer IZFP für Messung zur Verfügung gestellt.

1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand an den angeknüpft wurde

Als führender Hersteller von Siliciumsonden besitzt NanoWorld Services langjährige Erfahrung in der Produktion und Entwicklung unterschiedlicher Typen von Rasterkraftsonden. Die hergestellten Sonden zeichnen sich durch nahezu identische Eigenschaften aus. Die nur

geringen Abweichungen zwischen einzelnen Sonden bzgl. Geometrie und Schwingungseigenschaften bilden eine sehr gute Voraussetzung, um sie als Basis für die Herstellung von Rasterkraftsonden für die Anwendung zur quantitativen Bestimmung elastischer Eigenschaften zu verwenden.

Aufgrund ihrer ausgeprägten Topographie kann die Taster Spitze einer Rasterkraftsonde nicht mit konventionellen, auf optischer Lithographie basierenden Methoden strukturiert werden. Aus diesem Grund bietet sich die Materialbearbeitung durch fokussierte Ionen- und Elektronenstrahlen für die Modifikation der Rasterkraftsonden an. Das Fraunhofer Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie (IISB) besitzt langjährige Erfahrung in der Anwendung dieser Techniken, speziell für die Modifikation von Rasterkraftsonden, deren Prozessierung eine genaue Kenntnis der Materialbearbeitung und die Berücksichtigung spezieller Eigenschaften der Rasterkraftsonden erfordert.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Innerhalb des Projektes bestand eine enge Zusammenarbeit mit NanoWorld Services und dem Fraunhofer IZFP. Änderungen an der Geometrie der Taster Spitze oder des Biegebalkens wurden nur in Abstimmung zwischen den Partnern durchgeführt. Die gewünschte Geometrie der Sonden wurde vom Fraunhofer IZFP vorgegeben und bzgl. seiner technologischen Umsetzbarkeit mit NanoWorld Services und dem Fraunhofer IISB diskutiert.

2 Erzielte Ergebnisse

Im Projekt wurden vom Fraunhofer IISB Arbeiten in den Bereichen „Optimierung der Form des Biegebalkens“, „Optimierung der Geometrie der Taster Spitze“ und „Erhöhung der Abriebfestigkeit durch lokale Beschichtung“ durchgeführt. Alle Arbeiten basieren auf der Anwendung fokussierter Ionen- oder Elektronenstrahlen zur lokalen Bearbeitung der Sonden. Diese direkt schreibende Methode der Materialbearbeitung, bei der ein fokussierter Teilchenstrahl digital über die Oberfläche einer Probe gerastert wird, ermöglicht es, mit hoher lateraler Genauigkeit durch physikalisches Sputtern und strahlinduziertes Ätzen Material lokal zu entfernen. Ebenfalls ist es möglich, basierend auf der Wechselwirkung der Teilchenstrahlen mit speziellen chemischen Ausgangsstoffen, die während des Prozesses zur Probenoberfläche gebracht werden, Material unterschiedlicher Eigenschaften lokal aufzuwachsen. Durch die starke Fokussierung der Teilchenstrahlen (Durchmesser des Ionenstrahls 8 nm bei einem Ionenstrom von 1pA) und die Fähigkeit, die zu bearbeitende Probenoberfläche mit hoher lateraler Auflösung abbilden zu können, ist es möglich, dass Strukturen mit Abmessungen von wenigen Nanometern mit großer Genauigkeit und Reproduzierbarkeit hergestellt werden. Zusammen mit der großen Flexibilität dieser Technik, die dadurch entsteht, dass die Bearbeitung sehr schnell variiert werden kann, da keine Masken verwendet werden müssen,

bilden diese Eigenschaften eine sehr gute Voraussetzung für die Modifikation von Rasterkraftsonden.

Die Schwierigkeit bei der Bearbeitung von Rasterkraftsonden mit fokussierten Teilchenstrahlen liegt darin, dass bei der Prozessierung die Eigenschaften der Probe berücksichtigt werden müssen, da diese die Materialbearbeitung beeinflussen. Von besonderer Bedeutung ist hierbei die Topographie der Probe, die z.B. über die Winkelabhängigkeit von Abtrage- und Abscheideraten und über Abschattungseffekte des Gasflusses die Prozessierung bestimmt. Aus diesem Grund wurde bei den in diesem Projekt durchgeführten Arbeiten der Einfluss der Probeneigenschaften auf die Materialbearbeitung untersucht und die Ergebnisse bei der Prozessentwicklung berücksichtigt.

2.1 Optimierung der Form des Biegebalkens

Zu Beginn des Projektes sollten die Schwingungseigenschaften der Biegebalken der von NanoWorld Services hergestellten Silicium Rasterkraftsonden durch die Materialbearbeitung mit fokussierten Ionenstrahlen verändert werden. Diese Arbeiten wurden als notwendig erachtet, da Sensoren aus gleicher Produktionsserie bei der Charakterisierung am Fraunhofer IZFP deutlich unterschiedliche Kontaktresonanzen zeigten. Ursprünglich war geplant, dass die Schwingungseigenschaften auf zwei verschiedene Art und Weisen verändert werden sollten. Zum einen durch die Veränderung der Form des Biegebalkens durch Materialabtrag. Zum anderen durch das Aufbringen zusätzlicher Massen durch ionenstrahlinduzierte Materialabscheidung. Da vermutet wurde, dass das spitz zulaufende und bei jeder Sonde geringfügig unterschiedliche Form aufweisende Ende des Biegebalkens die Ursache für die Variation der Kontaktresonanzen war, wurde entschieden, nur die Form des Balkens durch Materialabtrag zu modifizieren. An Biegebalken mit (Abbildung 1b) und ohne Tastspitze (Abbildung 1a) wurde durch Materialabtrag mit fokussierten Ionenstrahlen das überstehende Ende der Biegebalken abgetrennt.

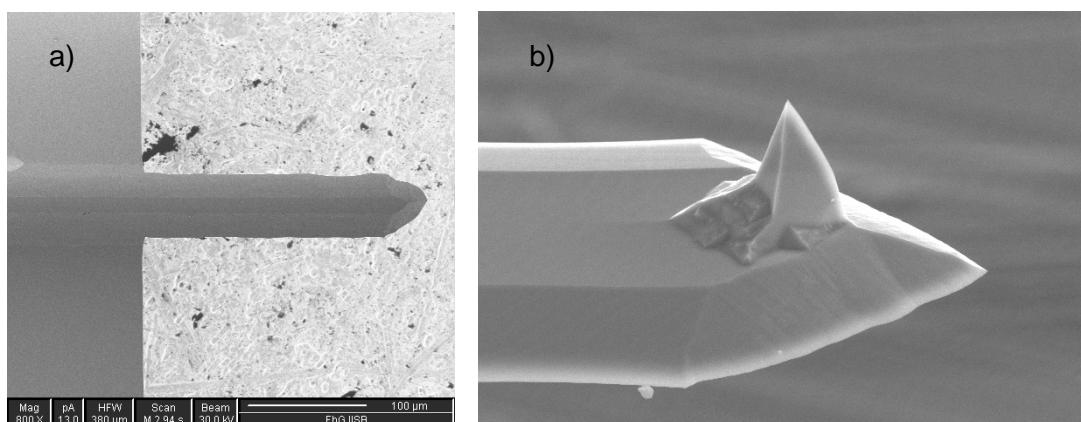


Abb. 1 a) Aufsicht auf den Biegebalken einer Silicium Rasterkraftsonde ohne Tastspitze. b) REM Aufnahme des Endes eines Biegebalkens mit Tastspitze.

Da bei diesem Bearbeitungsschritt keine besonderen Anforderungen an die Materialbearbeitung gestellt werden, war es nicht notwendig, besondere Prozesse zu entwickeln. Für das Abtrennen der Enden des Biegebalkens wurde sowohl Materialabtrag durch Sputtererosion als auch ionenstrahlinduziertes Ätzen verwendet. Da bei der Bearbeitung relativ große Mengen Material entfernt werden müssen (Schnittlänge bis zu 70 μm , Schnittbreite $> 5 \mu\text{m}$), wurde die Bearbeitung in Bezug auf die Prozesszeit optimiert und für die Herstellung der Testproben fast ausschließlich gasunterstütztes Ätzen verwendet. Als Ätzgas wurde Jod verwendet, das bei der Bearbeitung von Silicium im Vergleich zu reinem Sputterabtrag eine Erhöhung des Materialabtrages um etwa einen Faktor 6 bis 10 ermöglicht. Abbildung 2 zeigt Biegebalken mit und ohne Tastspitze nachdem das überstehende Ende der Biegebalken abgetrennt wurde.

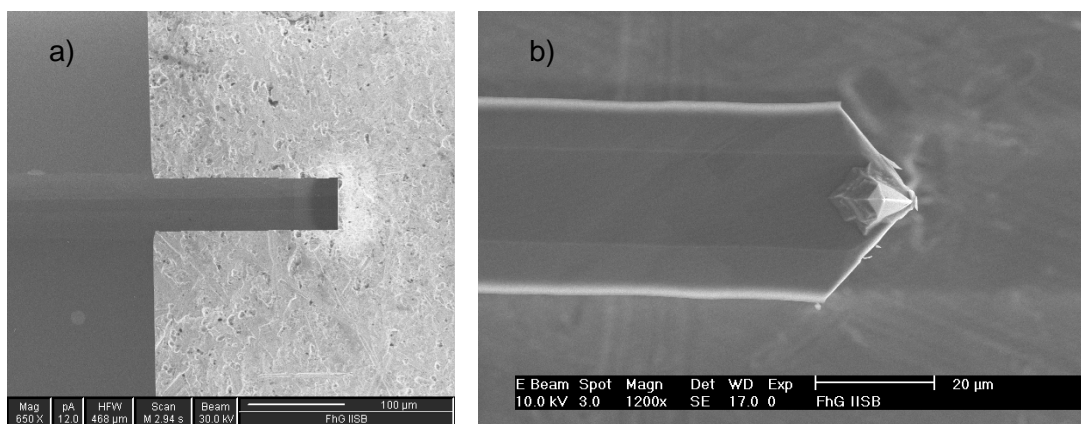


Abb. 2 a) Aufsicht auf den Biegebalken einer Silicium Rasterkraftsonde ohne Tastspitze nach dem Abtrennen des Endes des Biegebalkens. b) REM Aufnahme eines Biegebalkens mit Tastspitze nach dem Abtrennen des Endes des Biegebalkens.

2.2 Optimierung der Geometrie der Tastspitze

Um für die quantitative Bestimmung von elastischen Eigenschaften mittels Rastersondenmikroskopie anwendbar zu sein, müssen die verwendeten Sonden spezielle Eigenschaften besitzen. Neben identischen und sehr guten Schwingungseigenschaften der Biegebalken spielen die Form und der Radius der Tastspitzen eine bedeutende Rolle. Im Gegensatz zu der Mehrzahl der Anwendungen der Rasterkraftmikroskopie, bei denen der Radius der Tastspitze möglichst klein sein soll, ist es für die Methode der Ultraschallmikroskopie erwünscht, dass der Spitzenradius in einem Bereich um die 100 nm liegt. Größere Spitzenradien erhöhen die Stabilität, verringern die Gefahr des Eindringens der Spitze in das Material und verbessern auf diese Weise die theoretische Modellierbarkeit der Messung.

Im Rahmen des Projektes war es geplant, einen auf Materialabtrag mit fokussierten Ionenstrahlen basierenden Prozess zu erarbeiten, der es ermöglicht, konventionelle Silicium Rasterkraftsonden (Spitzenradius $< 10 \text{ nm}$) so zu modifizieren, dass Sonden mit einem Spitzen-

radius von etwa 100 nm reproduzierbar hergestellt werden können. Basierend auf bereits bestehenden und aus speziell durchgeführten Untersuchungen gewonnenen Erkenntnissen über die Bearbeitung von Rasterkraftsonden mit fokussierten Ionenstrahlen wurden verschiedene Bearbeitungskonzepte entwickelt und getestet. Es hat sich gezeigt, dass die Herstellung von Tastspitzen mit Radien von 100 nm aus den konventionellen Sonden durch Materialabtrag nur durch sehr umfangreiche und sehr zeitaufwendige Modifikationen möglich ist. Da aufgrund des umfangreichen Materialabtrages ebenfalls die Reproduzierbarkeit nicht in ausreichendem Maße gewährleistet war, wurde als Alternative zum Materialabtrag das Aufwachsen neuer Spitzen getestet.

Zu Beginn der Entwicklung eines Prozesses für das reproduzierbare Aufwachsen von Spitzen mit definierter Geometrie auf der Spitze einer Rasterkraftsonde wurde der Einfluss wichtiger Prozessparameter (z.B. Beschleunigungsspannung, Ionenstrom, Gasfluss, Strahlrasterung) auf die Form der mittels ionen- und elektronenstrahlinduzierter Materialabscheidung hergestellter Strukturen ermittelt. Abbildung 3 zeigt Aufnahmen von nadelförmigen Strukturen, die auf planaren Proben mittels Ionenstrahl abgeschieden wurden. Als Ausgangsmaterial für die Materialabscheidung wurde eine metallorganische Platinverbindung verwendet.

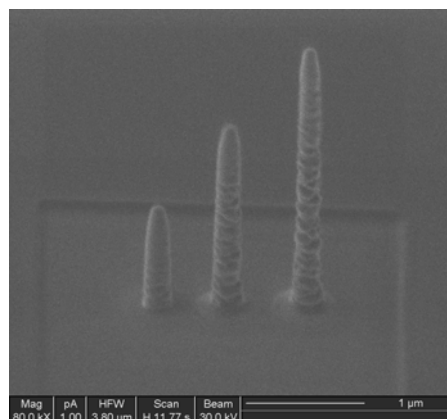


Abb. 3 Aufnahme von nadelförmigen Strukturen, die mittels ionenstrahlinduzierter Materialabscheidung auf planaren Proben hergestellt wurden.

Die auf planaren Proben gewonnenen Ergebnisse bildeten die Grundlage für Entwicklung eines Prozesses für die Herstellung von Spitzen mit definierter Geometrie. Da sich herausstellte, dass der Abscheidprozess durch die Geometrie der Tastspitze beeinflusst wird, mussten die Bearbeitungsparameter für die Abscheidung auf der Sondenspitze angepasst werden, so dass kontrolliert Spitzen mit unterschiedlicher Länge und Durchmesser aufgewachsen werden konnten. Abbildung 4 zeigt eine Rasterkraftsonde, auf die durch ionenstrahlinduzierte Materialabscheidung eine neue Spitze (Höhe ca. 700 nm) mit einem Durchmesser von ca. 200 nm aufgewachsen wurde.

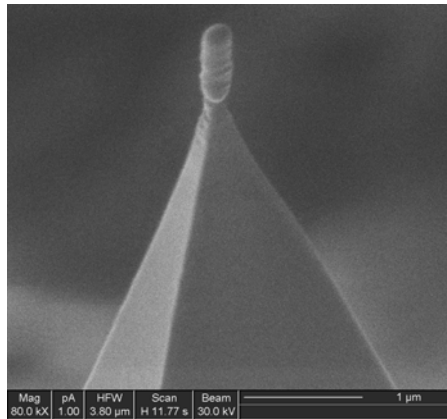


Abb. 4 Rasterkraftsonde, auf die durch ionenstrahlinduzierte Materialabscheidung eine neue Spitze mit einer Höhe von ca. 700 nm und einem Durchmesser von ca. 200 nm aufgewachsen wurde.

Messungen, die mit diesen Sonden im Rasterkraftmikroskop durchgeführt wurde, haben gezeigt, dass die Haftung zwischen der aufgewachsenen Spitze und der Spitze der Siliciumsonde zu gering ist, um die Sonden für die Messung von elastischen Eigenschaften mittels Ultraschallkraftmikroskopie einzusetzen. Aus diesem Grund wurde ein Prozess für die Herstellung von „vergrabenen“ Spitzen entwickelt, die eine deutlich höhere Stabilität der aufgewachsenen Spitzen aufweisen. Der Herstellungsprozess der „vergrabenen“ Spitzen kombiniert Materialabtrag und Materialabscheidung. Zu Beginn des Bearbeitungsprozesses wird mit dem fokussierten Ionenstrahl ein Loch in eine konventionelle Rasterkraftsonde (Abbildung 5) gebohrt. Der Durchmesser der Bohrung muss so gewählt werden, dass ausreichend Raum für die anschließend in die Öffnung abgeschiedene Spitze vorhanden ist (Abbildung 6).

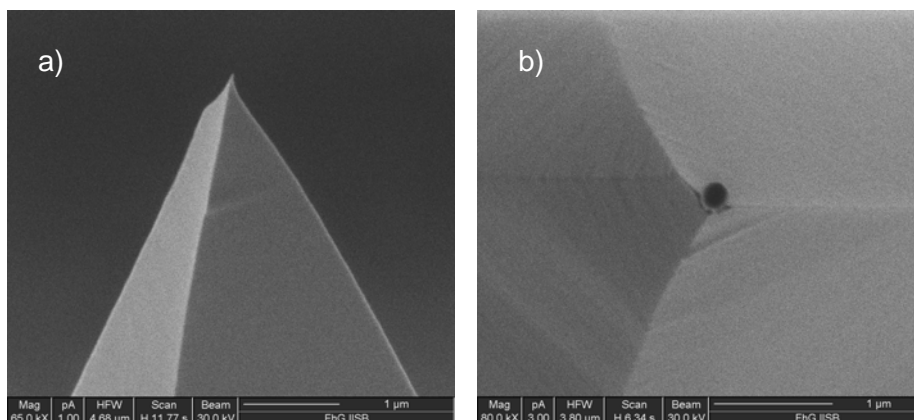


Abb. 5 Herstellung von „vergrabenen“ Spitzen: a) konventionelle Rasterkraftsonde vor der Bearbeitung; b) Aufsicht auf eine Rasterkraftsonde nach dem Bohren eines Loches (Durchmesser ca. 200 nm).

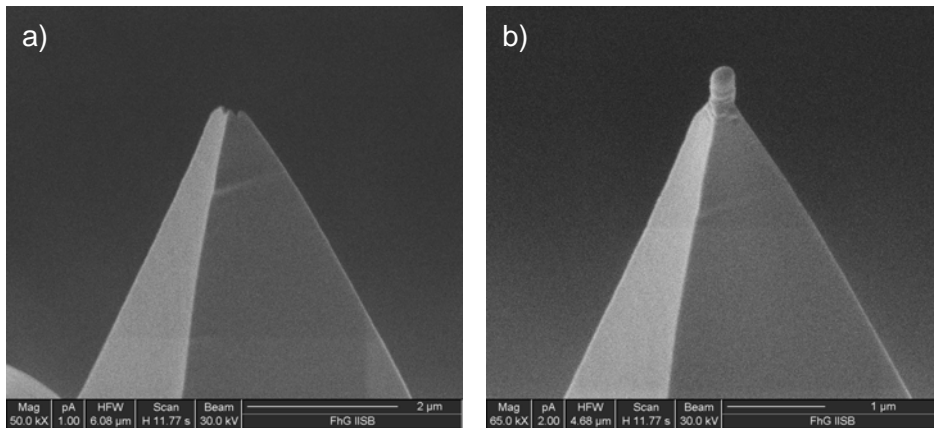


Abb. 6 Herstellung von „vergrabenen“ Spitzen: a) Rasterkraftsonde nach dem Bohren des Loches; b) Rasterkraftsonde nach der ionenstrahlinduzierten Abscheidung einer Spitze (Durchmesser ca. 200 nm, Höhe ca. 380 nm).

„Vergrabene“ Spitzen wurden sowohl durch ionen- als auch durch elektronenstrahlinduzierte Materialabscheidung hergestellt. Da Messergebnisse gezeigt haben, dass die mittels Ionenstrahl abgeschiedenen Spitzen eine höhere Stabilität besitzen, wurde eine weitere Prozessoptimierung nur für die Abscheidung mittels Ionenstrahl durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass es mit diesem Herstellungsprozess möglich ist, definiert Tastspitzen mit unterschiedlichen Radien und Längen herzustellen (Abbildung 7). Die Abriebfestigkeit der Tastspitzen konnte im Vergleich zu Siliciumsonden erhöht werden, was auf eine größere Härte der verwendeten Platinverbindung zurückzuführen ist. Um den Einfluss der Geometrie der aufgewachsenen Spitzen genauer zu untersuchen, wurde eine Serie von Testproben mit unterschiedlichen Spitzenlängen und –durchmessern hergestellt, charakterisiert und dem Fraunhofer IZFP für weitere Untersuchungen zur Verfügung gestellt. Die Spitzen können mit guter Reproduzierbarkeit hergestellt werden. Für einen Spitzendurchmesser von 200 nm liegt der Schwankungsbereich bei $\pm 5\%$.

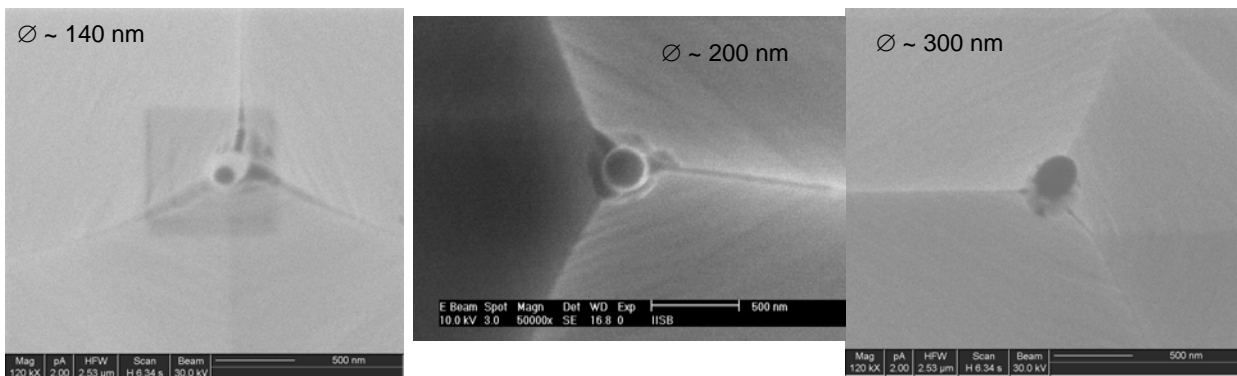


Abb. 7 Aufsicht auf Rasterkraftsonden nach Prozessierung „vergrabener“ Spitzen mit unterschiedlichen Durchmessern.

2.3 Erhöhung der Abriebfestigkeit durch lokale Beschichtung

Für die reproduzierbare Messung elastischer Eigenschaften mittels Ultraschallkraftmikroskopie ist es wichtig, dass Form und Radius der Tastspitzen während oder zwischen Messungen unverändert bleiben. Um die Abriebfestigkeit der Tastspitzen zu erhöhen, wurde die ionen- und elektronenstrahlinduzierte Materialabscheidung für die lokale Beschichtung von Silicium Rasterkraftsonden angewandt. Im Rahmen des Projektes wurden konventionelle Rasterkraftsonden (Spitzenradius < 10 nm) (Abbildung 8a) und von NanoWorld Services speziell hergestellte „verrundete“ Sonden (Spitzenradius ca. 100 nm) (Abbildung 8b) lokal im Bereich der Tastspitze beschichtet. Als Ausgangsmaterial für die Beschichtung wurde eine metallorganische Platinverbindung verwendet.

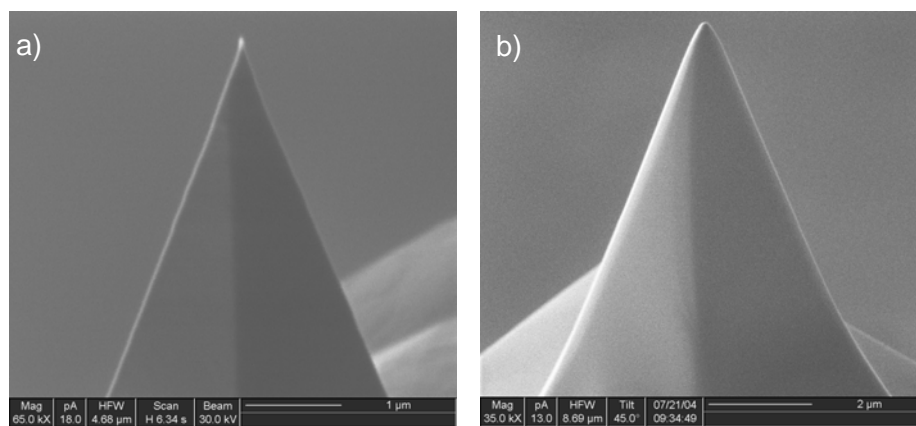


Abb. 8 a) konventionelle Rasterkraftsonde (Spitzenradius < 10 nm) b) Speziell für das Projekt von NanoWorld Services hergestellte „verrundete“ Sonde (Spitzenradius ca. 100 nm).

Bei der Beschichtung der Sonden wurde die Tastspitze gleichmäßig mit dem Ionen- bzw. Elektronenstrahl abgerastert. Die Größe der bearbeiteten Flächen lag zwischen $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ und $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$. Besondere Anpassungen der Bearbeitungsparameter an die Sondengeometrie waren nicht notwendig. Es musste jedoch sichergestellt werden, dass der Gasfluss des Precursors nicht durch die Sonde abgeschattet wurde und alle Bereiche des gerasterten Gebietes gleichmäßig mit Gas versorgt wurden. Abbildung 9 zeigt eine konventionelle und eine „verrundete“ Sonden nach der ionenstrahlinduzierten Abscheidung der Platinverbindung. Durch die Beeinflussung der Abscheidung durch die Geometrie der Tastspitze bildet sich an der sehr scharfen Spitze der konventionellen Sonde eine Kappe aus. Durchmesser und Form dieser Kappe werden durch die Spitzenform und die Abscheidezeit bestimmt. Durch leichte Schwankungen der Spitzenform kann es bei konventionellen Spitzen bei gleicher Prozessierung zu Abweichungen von $\pm 20\%$ kommen. Der Durchmesser der entstehenden Kappe kann dabei in Abhängigkeit von der Form der Spitze in x- und y-Richtung unterschiedlich sein. Die maximale gemessene Abweichung betrug $\pm 10\%$. Bei „verrundeten“ Spitzen konnte die Entstehung von „Kappen“ nicht beobachtet werden. Die Beschichtung erfolgt homogen. Form und Dicke der Beschichtung werden durch die Bearbeitungszeit und die Größe des Rastergebiets vorgegeben.

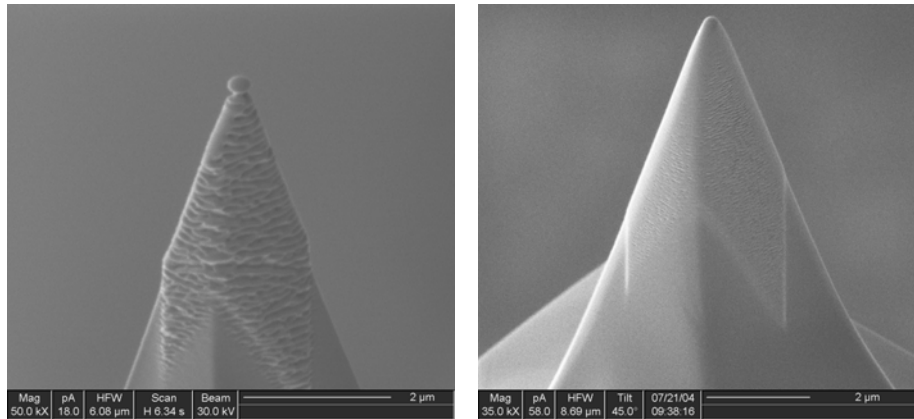


Abb. 9 a) konventionelle Rasterkraftsonden und b) „verrundete“ Sonde nach der lokalen Beschichtung (ionenstrahlinduzierte Abscheidung einer metallorganischen Platinverbindung).

Untersuchungen, die mit den beschichteten Sonden durchgeführt wurden, haben gezeigt, dass durch die Beschichtung die Abriebfestigkeit im Vergleich zu Siliciumsonden erhöht wird. Die Abriebfestigkeit von mit dem Ionenstrahl abgeschiedenen Schichten erwies sich als größer als die von Schichten, die mit dem Elektronenstrahl abgeschieden wurden.

2.4 Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse

Die im Rahmen dieses Projektes erzielten Ergebnisse ermöglichen es, durch die Anwendung der Materialbearbeitung mittels fokussierter Ionen- und Elektronenstrahlen Sonden herzustellen, die speziell auf die Messung elastischer Eigenschaften mittels Ultraschallkraftmikroskopie abgestimmt sind. Durch ihre, im Vergleich zu konventionellen Sonden, deutlich verbesserten Eigenschaften bilden sie die Basis für die Anwendung der Rasterkraftmikroskopie für die quantitative Bestimmung elastischer Eigenschaften. Ob die in diesem Projekt entwickelten Sonden bereits allen Anforderungen genügen oder ob eine weitere Optimierung notwendig ist, kann nur nach Durchführung und Auswertung weiterer Messungen beurteilt werden.

3 Fortschritte anderer auf diesem Gebiet

Während der Projektlaufzeit wurden keine Arbeiten bekannt, die sich mit einem ähnlichen Thema beschäftigen.

4 Veröffentlichungen

Im Rahmen des Projektes wurden vom Fraunhofer IISB keine Veröffentlichungen zu diesem Thema vorgenommen.