

Michael Vogel

**Herstellung von  
Aluminiumnitrid  
Dünnschichten mittels  
Magnetron Sputtern auf  
Diamant für potentielle  
Pseudo-Surface-Acoustic-  
Wave-Anwendungen**

**Schriftenreihe der Arbeitsgruppe  
des Lehrstuhls für Oberflächen- und Werkstofftechnologie  
im Institut für Werkstofftechnik**

**Herausgeber: Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang**

**Band 11**

**Michael Vogel**

Herstellung von Aluminiumnitrid Dünnschichten mittels Magnetron Sputtern  
auf Diamant für potentielle Pseudo-Surface-Acoustic-Wave-Anwendungen

Schriftenreihe der Arbeitsgruppe des Lehrstuhls für Oberflächen- und  
Werkstofftechnologie im Institut für Werkstofftechnik

## **Impressum**

Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang

Lehrstuhl für Oberflächen- und Werkstofftechnologie

Institut für Werkstofftechnik

Universität Siegen

57076 Siegen

ISSN: 2194-0096

Zugl.: Siegen, Univ., Diss., 2016

**HERSTELLUNG VON ALUMINIUMNITRID  
DÜNNSCHICHTEN MITTELS MAGNETRON SPUTTERN AUF  
DIAMANT FÜR POTENTIELLE PSEUDO-SURFACE-  
ACOUSTIC-WAVE-ANWENDUNGEN**

Von der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät  
der Universität Siegen

zur Erlangung des Grades eines Doktors  
der Ingenieurwissenschaften  
genehmigte

**Dissertation**

von:	Dipl.-Ing. Michael Vogel
aus:	Siegen, Deutschland
eingereicht am:	10. Februar 2016
mündliche Prüfung am:	22. Juni 2016
Referent:	Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. Claus-Peter Fritzen



## Kurzfassung

In der vorliegenden Dissertation wurden qualitativ hochwertige, piezoelektrische AlN-Schichten hergestellt und deren Eignung als SAW-Sensormaterial untersucht. Für die Synthese der Schichten wurde das reaktive Radiofrequenz-Magnetron-Sputtern von hochreinem Aluminium unter Beimischung von N<sub>2</sub> verwendet. Zur Bestimmung der optimalen Wachstumsbedingungen und zur Strukturaufklärung wurden Beschichtungsparameter-Studien im Zusammenhang mit umfangreichen Charakterisierungsmethoden durchgeführt. Die Parameterstudien umfassten die RF-Leistung, Substrattemperatur, Gaszusammensetzung (Ar:N<sub>2</sub>-Verhältnis) und den Prozessdruck. Qualitativ hochwertige, (002)-fasertexturierte AlN-Schichten wurden bei Raumtemperatur in reiner N<sub>2</sub>-Atmosphäre hergestellt. Die Schichten sind vollständig c-Achsen orientiert mit einer Halbwertsbreite der (002)-AlN-Rockingkurve von 0,1°. Es sind Schichtdicken bis 6,6 µm mit einer Oberflächenrauheit von weniger als 2 nm hergestellt worden. Mittels Nanoindentierung bestimmt, weisen die Schichten eine Härte von 21,8 GPa und einen E-Modul von 338 GPa auf. Die SAW-, SLAW- und Transversal-Geschwindigkeiten wurden mit 5,7 km/s, 10,9 km/s bzw. 6,7 km/s mittels Rasterultraschallmikroskopie bestimmt. Für den Aufbau einer PSAW-Teststruktur wurden mittels Mikrowellenplasma-unterstützter CVD hergestellte, polierte, nanokristalline Diamantschichten (NCD) als Substratmaterial für die AlN-Abscheidung verwendet. Die nötige AlN-Schichtdicke für die Anregung von PSAW-Moden wurde simuliert und erfolgreich realisiert. Zur Erzeugung der Oberflächenwellen wurden IDT-Strukturen mittels FIB-SEM sowohl durch Pt-Abscheidung als auch mittels Elektronenstrahlolithographie hergestellt. Es wurde eine Symmetrische Kammstruktur mit einer Fingerbreite und -abstand von jeweils 2 µm gewählt, was einer Wellenlänge von 8 µm entspricht. Gemäß Simulation ergibt sich daraus eine AlN-Schichtdicke von 720 nm zum Erreichen der ersten PSAW-Mode. Die als SAW-Filter angeordneten IDTs zeigten bei den Messungen mittels Frequenzgeber und Oszilloskop eine Resonanzfrequenz von 1 GHz im AlN-Si-System und 2 GHz im AlN-NCD-System. Die dazugehörige Phasengeschwindigkeit der PSAWs ist 8,2 km/s und 16,1 km/s im Falle des AlN-Si- bzw. AlN-NCD-Systems. Die Simulation stimmt mit den hier gemessenen Werten mit einer Abweichung von nur 1 % überein und bestätigt die erfolgreiche Anregung von PSAW-Moden. Die hier gefundenen Ergebnisse zeigen die Überlegenheit der Materialkombination AlN-NCD gegenüber anderen Piezomaterialien. Zusammen mit der Möglichkeit beide Materialien in Form von Schichten herzustellen, erweitert das deren Einsatzgebiete immens, da die Substrat-Schichtkombination nahezu beliebig ist.

## Abstract

In this dissertation high quality, piezoelectrical AlN coatings were synthesized and their suitability as SAW sensor material have been tested. For thin film synthesis reactive radiofrequency magnetron sputtering of high purity aluminum in a N<sub>2</sub> atmosphere was utilized. For the optimization of the growth mechanisms and to elucidate the coatings' structure the process parameters in correlation to comprehensive materials characterization studies were carried out. In detail, the investigated process parameters were rf-power, substrate temperature, composition of process gases and the process pressure. High quality (002)-fibretextured AlN coatings were synthesized at room temperature in pure N<sub>2</sub> atmosphere. These films were fully c-axis oriented with a (002)-AlN-rocking-curve exhibiting 0.1° of full width at half maximum. The thickness and surface roughness of the synthesized coatings were 6.6 μm and less than 2 nm, respectively. Measurements by means of nanoindentation displayed hardness values of 21.8 GPa and Young's modulus of 338 GPa. According to scanning acoustic microscopy the SAW-, SLAW-, and transversal-velocities were 5.7 km/s, 10.9 km/s and 6.7 km/s, respectively. To test the feasibility of PSAW devices based on AlN coatings, nanocrystalline, polished diamond substrates, synthesized by microwave-plasma-enhanced CVD were utilized as substrate material. The AlN coatings' thickness was simulated and tested successfully to match the needs for a successful PSAW stimulation. To generate surface waves IDT structures were produced in a FIB-SEM by Platinum deposition and electron beam lithography. A symmetrical comb structure with finger thickness of 2 μm each have been chosen corresponding to a wavelength of 8 μm. As per simulation the AlN film thickness should be 720 nm for excitation of the first PSAW mode. The IDTs were arranged to work as a SAW filter showing a resonance frequency at 1 GHz in the case of AlN-Si-systems and 2 GHz in the case of AlN-NCD. Measurements were conducted by employing a frequency generator and an oscilloscope. The corresponding phase velocity of measured PSAWs were 8.2 km/s and 16.1 km/s in the case of AlN-Si and AlN-NCD, respectively. Simulation matched the measurements with a deviation of 1 % only, thus confirming the successful stimulation of the PSAW modes. The results found in this study present the advantage of AlN-NCD compared to other piezoelectric materials. Moreover, the possibility of combining the piezoelectric thin-film material (AlN) with a variety of substrate materials tremendously extends its applications.

## Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei meinem Doktorvater, Professor Dr. Xin Jiang für seine umfangreiche Unterstützung bei der Umsetzung dieser Arbeit bedanken. Sein tiefes Verständnis und Fachwissen für die Oberflächentechnik waren mir Hilfe und Inspiration. Darüber hinaus bin ich für das große Vertrauen, die Freiheit und die Unterstützung dankbar, die er mir bei der Beantragung, Umsetzung und Leitung von Projekten, Planung und Entwicklung neuer Anlagen und Labore sowie bei zahlreichen Lehrveranstaltungen entgegengebracht hat. Für die finanzielle Beihilfe bedanke ich mich bei der hochschulinternen Förderung im Rahmen des multidisziplinären Zentrums für innovative Materialien Cm.

Mein Dank gebührt Professor Dr. Claus-Peter Fritzen für die gute Zusammenarbeit während des Projektes und die bereitwillige Unterstützung bei der Begutachtung dieser Arbeit. Professor Dr. Chuanzeng Zhang möchte ich ebenfalls für die gute Zusammenarbeit im Rahmen des Projektes danken und ebenfalls, zusammen mit Professor Dr. Robert Brandt für die Bereitwilligkeit bei der Mitwirkung in der Promotionskommission.

Diese Arbeit wäre nicht möglich gewesen ohne die Unterstützung meiner Freunde und Kollegen des Lehrstuhls für Oberflächen- und Materialtechnologie. Ein besonderer Dank geht dabei an folgende Personen: Thorsten Staedler für die Nanoindentierung und der unschätzbaren Hilfe bei Projektanträgen und vielem mehr. Thomas Degen für seine Hilfe in allen technischen Angelegenheiten und bei allen wichtigen Dingen im Leben, dessen Humor und Lebensfreude mir z. Z. sehr fehlen. Zhuang Hao für die Hilfe bei allem was mit Diamantwerkstoffen zu tun hat und die gute Zusammenarbeit bei den gemeinsamen Projekten. Hisham Abu Samra für die vielen, fruchtbaren Diskussionen sowie der Hilfe bei den XRD-Messungen und unzähligen anderen Dingen. Carsten Muders für die Hilfe an den zahlreichen Baustellen und den vielen, wichtigen Gesprächen. Jan Meyer für die vielen Stunden am FIB. Regina Fuchs für zahlreiche schöne AFM-Messungen und Nanoindentierungen. Zhang Lei für Probenpräparation und Messung der TEM-Proben. Petra auf dem Brinke für die Unterstützung bei Rasterelektronen- und Lichtmikroskopie. Claudia Kretzer für die Hilfe bei Probenpräparation und den unzähligen organisatorischen Dingen und Päckchen. Andrea Brombach, ohne die es einfach nicht laufen würde. Svetlana Wybornov, der Seele der Galvanik, für die HT-Probenpräparation. Danke für viele schöne Erinnerungen und Eindrücke, sowie fruchtbare Diskussionen Chrsitoph Schlemper, Wang Tao, Didem Oksaksin, Zhuang Chunqiang, Christian Weimer, Steffen Heuser, Sun Xiao, Ma Song, Heidi Thomas, Ma Yao, Srikanth Vadali und Igor Aronov.

Ein besonderer Dank geht an die Projektpartner, die an dieser Arbeit maßgeblich mitgewirkt haben. Zunächst an Dr. Habib Anowarul, Arbeitsgruppe Festkörperphysik, Prof. Dr.



Ullrich Pietsch, für die gute Zusammenarbeit während des Projektes und den vielen XRD- und SAM-Messungen. Dr. Heiko Schäfer und Dr. Rainer Bornemann, Lehrstuhl für Höchstfrequenztechnik und Quantenelektronik, Prof. Dr. Peter Haring Bolívar, für die IDT-Präparation, Transmissionsmessungen und die Unterstützung beim FIB. Cheng Yang, Arbeitsgruppe Technische Mechanik, Prof. Dr. Claus-Peter Fritzen und Dr. Liming Gao, Lehrstuhl für Baustatik, Prof. Dr. Chuanzeng Zhang, für die P/SAW-Simulationen. Ali El-Chaikh und Wolfgang Kramer, Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung, Prof. Dr. Hans-Jürgen Christ, für die HT-Versuche bzw. der Hilfe bei XRD-Messungen und den vielen Rechnerproblemen.

Ganz besonders möchte ich mich für die großartige Zusammenarbeit und Gastfreundschaft unsrer Kollegen in Shenyang, China am Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Functional Films and Interfaces Division bedanken. Insbesondere bei Prof. Dr. Liu Baodan und Dr. Huang Nan für die wunderbare Zeit in China und zahlreicher Raman-, XPS- und TEM-Messungen sowie vieler inspirierender Diskussionen.

Ohne die Unterstützung meiner Eltern und Geschwister wäre ich nicht so weit gekommen. Daher möchte ich meinen Eltern für all den großartigen Beistand während dieser Arbeit und weit darüber hinaus danken. Und meinen Geschwistern, hier insbesondere meiner Schwester für die vielen Stunden, die sie für die Korrekturen dieser Arbeit geopfert hat.

Zu guter Letzt möchte ich den wichtigsten Personen in meinem Leben meine tiefste Dankbarkeit aussprechen. Meiner Frau, die mich mit endloser Geduld und Rückendeckung durch all unsere gemeinsamen Projekte begleitet hat und bei all den Höhen und Tiefen an meiner Seite stand; die die Dinge von der anderen Seite aus betrachten kann und ohne deren Liebe ich diese Arbeit nicht hätte zu einem guten Ende bringen können. Und meiner drei wundervollen Töchter, durch die ich erkenne, was das Leben wirklich lebenswert macht.

# Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung.....	I
Abstract .....	II
Danksagung.....	III
Inhaltsverzeichnis.....	V
Verzeichnis der verwendeten Symbole und Abkürzungen .....	VII
1 Einleitung .....	1
1.1 SAW-Bauteile.....	1
1.2 Zielsetzung und Motivation der Arbeit .....	5
1.3 Gliederung .....	7
2 Theoretische Grundlagen .....	9
2.1 Aluminiumnitrid.....	9
2.2 Piezoelektrizität .....	11
2.3 SAW-Grundlagen .....	13
2.3.1 Einflüsse auf die SAW – Dämpfung, Streuung und Phasenverschiebung .....	17
2.4 Interdigital Transducer (IDT).....	20
2.4.1 Methoden zur Herstellung von Gitterstrukturen .....	23
2.5 Materialkonzept.....	24
2.5.1 CVD-Diamant.....	24
2.5.2 Silizium und Saphir .....	27
3 Experimentelle Methoden .....	28
3.1 Beschichtung .....	28
3.1.1 Konzeptionierung und Umbau der Beschichtungsanlage .....	28
3.1.2 Das Beschichtungswerkzeug .....	30
3.1.3 Vorgehen .....	31
3.2 Materialcharakterisierung.....	33
3.2.1 Visuelle und lichtmikroskopische Untersuchung .....	33
3.2.2 Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie..	34
3.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	34
3.2.4 Röntgenfeinstrukturanalyse.....	35
3.2.5 Rasterkraftmikroskopie (AFM) .....	36
3.2.6 Nanoindentierung.....	36
3.2.7 Bestimmung der optischen Konstanten .....	37
3.2.8 Rasterultraschallmikroskopie.....	39

3.3 Interdigitalwandler (IDT) .....	41
3.3.1 Modellierung der Gitterstruktur.....	42
4 Herstellung piezoelektrischer AlN-Schichten.....	44
4.1 AlN auf Silizium.....	44
4.1.1 Einfluss des Sauerstoffpartialdrucks.....	44
4.1.2 Einfluss der RF-Leistung.....	47
4.1.2.1 Energieübertrag auf das Substrat.....	52
4.1.3 Einfluss der Substrattemperatur.....	54
4.1.4 Einfluss des Prozessdrucks.....	62
4.1.5 Einfluss der Prozessgaszusammensetzung.....	67
4.2 Messungen an texturierten AlN-Proben .....	70
4.3 AlN auf Saphir (Transmissionsmessung).....	76
4.4 AlN auf CVD-Diamant.....	78
4.4.1 Herstellung der Diamantschichten.....	78
4.4.2 AlN-Beschichtung.....	81
4.5 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen.....	82
5 SAW-Filter .....	85
5.1 PSAW-Simulation .....	85
5.2 Herstellung der IDT-Strukturen .....	87
5.2.1 Ionenstrahlätzen .....	87
5.2.2 Pt-Abscheidung .....	88
5.2.3 Elektronenstrahlithographie (EBL) .....	90
5.2.4 Drahtbonden.....	93
5.3 Messung der SAW-Filter.....	94
5.4 Zusammenfassung und Diskussion .....	96
6 Schlussfolgerungen und Ausblick.....	99
6.1 Hochtemperaturkorrosion bei AlN-Beschichtungen – ein Ausblick.....	103
A. Anhang .....	107
A.1 Röntgenographische Grundlagen des AlN.....	107
A.2 Matrizen und Vektoren der SAW-Grundlagen .....	108
Literaturverzeichnis.....	111
Curriculum Vitae.....	133

## Verzeichnis der verwendeten Symbole und Abkürzungen

### Abkürzungen

AFM	Atomic Force Microscopy (Rasterkraftmikroskopie)
AMS	Acoustic material signature (akustische Materialsignatur)
BAW	Bulk Acoustic Wave (Körperschallwelle)
BGS	Bleustein-Gulyaev-Shimizu-Wellen
CVD	Chemical Vapor Deposition (chemische Gasphasenabscheidung)
DC	Direct Current (Gleichstrom)
EBL	Electron Beam Lithography (Elektronenstrahlolithographie)
EDX	Energy Dispersive X-Ray (Energiedispersive Röntgenanalyse)
FEM	Finite-Elemente-Methode
FIB	Focused Ion Beam (Ionenfeinstrahlanlage)
FIB-SEM	Focused Ion Beam-Scanning Electron Microscope (Ionenfeinstrahlanlage mit Rasterelektronenmikroskop)
HiPIMS	High Power Impulse Magnetron Sputtering (Hochleistungsimpuls Magnetron Sputtern)
HPHT	High Pressure High Temperature (Hochdruck-Hochtemperatur-Verfahren)
IDT	Interdigital transducer (Interdigitalwandler)
IC	Integrated Circuit (Integrierter Schaltkreis)
LSAW	Leaky SAW, s. auch PSAW (Leck-SAW)
MBE	Molecular Beam Epitaxy (Molekularstrahlepitaxie)
MFC/MFK	Mass Flow Controller (Massenstrom Regler)
MFW	Mittlere freie Weglänge
MOCVD	Metal-Organic Chemical Vapor Deposition (Metall-organische CVD)
MOMBE	Metal-Organic Molecular Beam Epitaxy (Metall-organische Molekularstrahlepitaxie)
MWCVD	Microwave plasma enhanced CVD (Mikrowellenplasma-unterstützte CVD)
NCD	Nano-Crystalline Diamond (nanokristalliner Diamant)
PCD	Poly-Crystalline Diamond (polykristalliner Dimant)

---

PEALD	Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition (plasmaunterstützte Atomlagenabscheidung)
PLD	Pulsed Laser Deposition (Laserstrahlverdampfung)
PSAW	Pseudo SAW, s. auch LSAW
PVD	Physical Vapor Deposition (physikalische Gasphasenabscheidung)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RF	Radiofrequenz
RFMS	Radiofrequenz Magnetron Sputtern
RT	Raumtemperatur
SAED	Selected area electron diffraction (Elektronenbeugung im $\rightarrow$ TEM)
SAM	Scanning acoustic microscope (Rasterultraschallmikroskop)
SAW	Surface Acoustic Wave (Akustische Oberflächenwellen)
SH-Welle	Shear Horizontal (horizontale Transversalwelle)
SLAW	Skimming longitudinal acoustic wave (Streifende, akustische Longitudinalwelle)
STW	Surface-Transverse-Wave (Oberflächen-Querwelle)
SV-Welle	Shear Vertical (vertikale Transversalwelle)
SZM	Structure Zone Model (Strukturzonenmodell)
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TMA	Trimethylaluminium
UHV	Ultra-Hoch Vakuum ( $p < 10^{-7}$ hPa)
UNCD	Ultra-Nano-Crystalline-Diamond (ultrananokristalliner Diamant)
WLAN	Wireless Local Area Network (Lokales Funknetz zur digitalen Datenübertragung)
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy (Röntgenphotoelektronenspektroskopie)
XRD	X-ray diffraction (Röntgenfeinstrukturanalyse)

**Symbole und Formelzeichen**

a	Gitterparameter und Breite eines IDT-Fingers
A	Korngröße

---

Å	Angström ( $1 \text{ Å} = 0,1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$ )
AlN	Chemische Summenformel für Aluminiumnitrid
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Chemische Summenformel für Aluminiumoxid
A <sub>r,X</sub>	Relative Atommasse des Elementes X
Ar	Argon
A <sub>SL</sub>	Normalisierter Streuungsindex
Au	Aurum, Gold
c	Gitterparameter im hexagonalen Gitter in z-Richtung und Elastizitätskonstante
°C	Grad Celsius ( $1^\circ\text{C} = 273,15 \text{ K}$ ) (Einheit)
CH <sub>4</sub>	Chemische Summenformel für Methan
cm	Zentimeter ( $1 \text{ cm} = 10^{-2} \text{ m}$ ) (Einheit)
Cr	Chrom
d	Piezoelektrischer Dehnungskoeffizient
d <sub>T-S</sub>	Target-Substrat-Abstand
dB	Dezibel ( $1 \text{ dB} = 0,1 \text{ B}$ ) (Einheit)
e	Piezoelektrische Spannungskonstante
E	Elastizitätsmodul
E <sub>g</sub>	Energie der Bandlücke
E <sub>i</sub>	Ionenenergie
E <sub>z</sub>	Elektrisches Feld in z-Richtung
eV	Elektronenvolt (Einheit)
f, f <sub>r</sub>	Frequenz, Resonanzfrequenz
Fe	Ferrum, Eisen
g	Gramm, SI Einheit der Masse
GHz	Gigahertz ( $1 \text{ GHz} = 10^9 \text{ s}^{-1}$ ) (Einheit)
GPa	Gigapascal ( $1 \text{ GPa} = 10^9 \text{ Pa} = 10^7 \text{ mbar} = 7,5 \times 10^6 \text{ Torr}$ ) (Einheit)
h	Schichtdicke
H <sub>2</sub>	Wasserstoff
hPa	Hektopascal ( $1 \text{ hPa} = 100 \text{ Pa} = 1 \text{ mbar} = 0,75 \text{ Torr}$ ) (Einheit)
I	Elektrischer Strom
I <sub>i</sub>	Ionenstrom
K	Kelvin, absolute Temperatur ( $1 \text{ K} = -273,15^\circ\text{C}$ ) (Einheit)

---

$K^2$	Elektromechanischer Kopplungsfaktor
keV	Kiloelektronenvolt (1 keV 1000 eV) (Einheit)
km	Kilometer (1 km = $10^3$ m) (Einheit)
L	Abstand zweier IDTs
LiNbO <sub>3</sub>	Chemische Summenformel für Lithiumniobat
LiTaO <sub>3</sub>	Chemische Summenformel für Lithiumtantalat
m	Meter, SI-Einheit der Länge
min	Minute (1 min = 60 s) (Einheit)
mm	Millimeter (1 mm = $10^{-3}$ m) (Einheit)
MV	Megavolt (1 MV = $10^6$ V) (Einheit)
$\mu$ m	Mikrometer (1 $\mu$ m = $10^{-6}$ m) (Einheit)
N <sub>2</sub>	Stickstoff
[N]	Atomarer Stickstoff
nm	Nanometer (1 nm = $10^{-9}$ m) (Einheit)
p	Periodizität des IDTs
p <sub>0</sub>	Basisdruck vor der Beschichtung
p <sub>1</sub>	Prozessdruck
pm	Pikometer (1 pm = $10^{-12}$ m) (Einheit)
P <sub>RF</sub>	RF-Leistung des Magnetrons
Pt	Platin
q <sub>e</sub>	Elementarladung
Q <sub>S</sub>	Strom von Targetatomen auf das Substrat
R <sub>a</sub> , R <sub>q</sub>	Arithmetische- und Quadratische Mittenrauheit
S	Dehnung in Vektorschreibweise
sccm	Standard cubic centimeter per minute (Einheit) (Kubikzentimeter pro Minute)
T	Mechanische Spannung in Vektorschreibweise
T <sub>m</sub>	Schmelztemperatur
T <sub>S</sub>	Substrattemperatur
u	Verschiebung, Verschiebungsfaktor
U	Elektrische Spannung
U <sub>AS</sub>	Ausgangsspitzenspannung
U <sub>b</sub>	Self-Bias-Spannung der Kathode
U <sub>eff</sub>	Effektivspannung

---

$U_P$	Peak-to-Peak Spannung
$U_S$	Bias-Spannung am Substrat
V	Volt, SI-Einheit der elektrischen Spannung
$V(z)$	Ergebnis der akustischen Mikroskopie, → AMS
$v_L, v_T, v_X$	Geschwindigkeiten: Transversal-, Longitudinal- oder X = Oberflächenwellen (SAW, PSAW)
W	Watt, SI-Einheit der Leistung und Breite der Wellenfront bzw. des IDTs
wt. %	Gewichtsprozent
Y	Zerstäubungsrate (Sputter Yield) und komplexer Übertragungsleitwert
$\Delta z$	Verschiebung in z-Richtung (Abstand von der Probenoberfläche in der → SAM)
ZnO	Chemische Summenformel für Zinkoxid
$\beta$	Beta, Wellenzahl oder Ortsfrequenz ( $1 / \lambda$ )
$\varepsilon$	Epsilon, mechanische Dehnung
$\theta$	Theta, Bragg-Reflektions-Winkel
$\lambda$	Lambda, Wellenlänge
$\lambda_{Al}$	Mittlere freie Weglänge eines Al-Atoms
$\mu$	My, Schubmodul
$\nu$	Ny, Querkontraktionszahl / Poisson Zahl
$\pi$	Pi, die Zahl Pi
$\rho$	Rho, Dichte
$\sigma$	Sigma, mechanische Spannung
$\Omega$	Omega, elektrischer Widerstand





# 1 Einleitung

## 1.1 SAW-Bauteile

Surface Acoustic Wave (SAW, dt. akustische Oberflächenwellen) Bauteile werden als Filter, Resonator, Aktuator und Sensor eingesetzt. Als Bandpassfilter kommen SAW-Filter in der kabellosen Datenübertragung wie z. B. Mobilfunk oder WLAN zum Einsatz. Abbildung 1.1 a) zeigt einen solchen Filter in einem Mobiltelefon. Diese Filter erreichen zusammen mit Duplexern im Jahr 2011 einen Marktwert in Höhe von 1,1 Mrd. US-Dollar (970 Mio. Euro), der jährlich um fast 12 % auf geschätzte 1,8 Mrd. US-Dollar (1,6 Mrd. Euro) bis zum Jahr 2016 heranwachsen wird [7, 8].

Bei Anwendungen mit fester Frequenz, wie z. B. schlüssellose Türöffner, Reifendrucksensoren, kabellose Datenübertragung etc., kommen SAW-Resonatoren zum Einsatz, die eine schmale Empfängerbandbreite und dadurch eine erhöhte Sensitivität und Sicherheit gegenüber äußeren Störeinflüssen besitzen [9-12]. Ultraschallmotoren, als eine Form des Aktuators, kommen aufgrund ihrer hohen Antriebskraft und hohem Antriebsmoment, Laufruhe und der Abwesenheit elektromagnetischer Felder in weiten Bereichen der Luft- und Raumfahrt, Optik und Elektrotechnik zum Einsatz. Die Entwicklung von SAW-Motoren bringt eine weitere Steigerung der Antriebskräfte und –momente sowie erhöhte Geschwindigkeiten als auch die Möglichkeit des reibungslosen Betriebes in Form von berührungslosen (non-

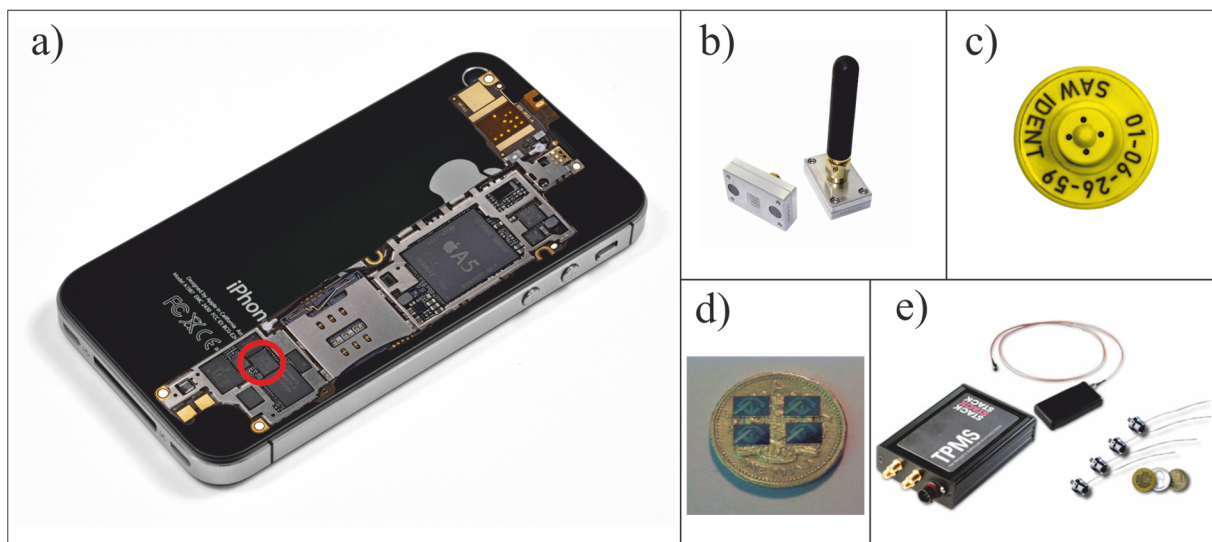


Abbildung 1.1: Beispiele für SAW-Filter und -Sensoren: a) SAW-Filter(rot markiert) der Firma TriQuint im iPhone 4S der Firma Apple [2], b) SAW-Temperatursensor mit Antenne [3], c) SAW-Identmarke für die Verwendung als Ohrenclip bei Kühen [4], d) 4 SAW-Drehmomentsensoren im Größenvergleich auf einer Geldmünze [5], e) Ein vollständiges Reifendrucksensorkit für die Verwendung in Automobilen [6].

contact) SAW-Linearmotoren. Weitere Anwendungsgebiete von SAW-Aktuatoren sind das Transportieren oder Manipulieren von Flüssigkeitstropfen oder Partikeln (z. B. biologische Zellen) entlang von Oberflächen [13-16].

Einen momentan stark prosperierenden Markt, mit einer geschätzten jährlichen Wachstumsrate von über 20 % bildet der Bereich der schallwellenbetriebenen Sensoren wie SAW- und BAW-Sensoren (BAW - bulk acoustic wave) [17]. Der Sensorbereich allein wird Schätzungen zufolge bis 2018 einen Marktwert in Höhe von über 720 Mio. US-Dollar (637 Mio. Euro) erreichen [17]. Vorteile gegenüber anderen Arten von Sensoren sind die hohe Empfindlichkeit, schnelle Reaktionszeiten, kompakte Bauweise und die Möglichkeit, SAW-Sensoren kabellos zu betreiben. Kabellos heißt in diesem Falle auch, dass SAW-Sensoren auch ohne Batterie auskommen und damit wartungsfrei betrieben werden können. Letztere Eigenschaft birgt unschlagbare Vorteile, um die Sensoren an schlecht zugänglichen Stellen zu platzieren und per Funksignal auslesen zu können. In leicht abgewandelter Form kann so auch ein SAW-Sensor zur kabellosen Identifikation (sog. SAW-Tags) genutzt werden, um z. B. Warenflüsse zu kontrollieren. Dies kann im Gegensatz zu den momentan verwendeten Barcode-Kennzeichnungen ohne Zeitverlust geschehen, da die SAW-Tags nur in den Empfangsbereich des Auslesegerätes gebracht werden müssen [9, 18, 19]. Beispiele für SAW-Sensoren zeigt Abbildung 1.1 b) – e).

Der prinzipielle Aufbau eines SAW-Sensors oder SAW-Filters, allgemeiner eines SAW-Elementes, wird in Abbildung 1.2 gezeigt. Auf einen piezoelektrischen Kristall wird mithilfe von Lithografiertechniken eine meist metallische, elektrisch leitfähige Kammstruktur aufgebracht. Die Kammstrukturen werden als Interdigitalwandler oder Interdigitaltransducer (IDT) (lat. *inter* – zwischen, *digitus* – Finger, engl. *transduce* – übermitteln oder auch lat. *trans* – über, *ducere* – leiten [20]) bezeichnet. Das Grundprinzip ist bei allen SAW-Bauteilen dasselbe: Eine elektrische Wechselspannung wird an einer Seite des IDTs angelegt. Dieses Signal (Eingangssignal), meist eine sinusförmige Wechselspannung, wird über die Kammstruktur auf den piezoaktiven Kristall übertragen. Der Piezokristall, z. B. wie in dieser Arbeit das verwendete Aluminiumnitrid (AlN), wandelt die elektrischen Wellen in mechanische Schallwellen um. Diese Schallwellen pflanzen sich innerhalb des Piezokristalls fort. Dabei wird nur ein begrenztes Frequenzband übertragen, abhängig von der Wellenlänge, die durch die Kammstruktur festgelegt wird und von der Schallgeschwindigkeit innerhalb des Piezokristalls. Treffen die Wellenbewegungen auf die zweite, gegenüberliegende Kammstruktur des IDTs, werden die mechanischen Wellenbewegungen wieder in ein elektrisches Signal (Ausgangssignal) umgewandelt und können somit weiter verarbeitet

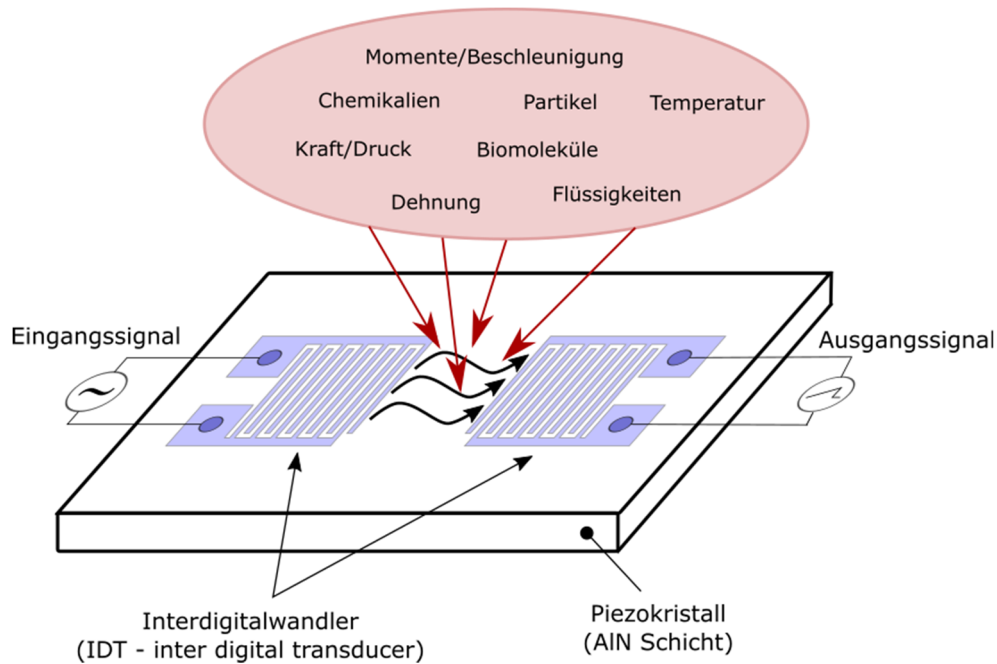


Abbildung 1.2: Prinzipieller Aufbau eines SAW-Elements.

werden. Einen kurzen Überblick über die, in diesem Zusammenhang wichtigsten Grundlagen der Piezoelektrizität, wird in Abschnitt 2.2 behandelt. Grundlagen zur Fortpflanzung von Körperschallwellen werden in Abschnitt 2.3 angesprochen und die Verfahren zur Herstellung der Kammstrukturen werden unter Abschnitt 2.4 vorgestellt.

Die mechanischen Wellen bewegen sich, wie bereits erwähnt, mit Schallgeschwindigkeit durch den Piezokristall und werden daher auch Körperschallwellen genannt. Da diese Schallgeschwindigkeit abhängig von dem Medium ist, in dem sie sich bewegen, führen Änderungen an dieser Geschwindigkeit zu Frequenzänderungen der Wellen [21]. Hierauf beruht das Prinzip der SAW-Sensoren: Änderungen in der Frequenz, die durch äußere Einflüsse wie Temperatur, mechanische Spannungen (zur Druck-, Torsions-, Dehnungs- oder Beschleunigungsmessung) und Massenänderung, z. B. durch Ablagerungen auf der Oberfläche des Sensors, hervorgerufen werden, können im Ausgangssignal erfasst und mit der entsprechenden physikalischen Einflussgröße korreliert werden. Um Chemikalien, Biomoleküle, Gase oder andere reaktive Stoffe zu selektieren, werden meist zwischen den Kammstrukturen Schichtmaterialien aufgebracht, die mit den entsprechenden Stoffen eine chemische oder physikalische Wechselwirkung eingehen und damit indirekt detektiert werden können [21, 22].

Im Falle der Verwendung der SAW-Elemente als Bandpassfilter werden große Anstrengungen unternommen, um die Frequenzen der Bauelemente zu erhöhen, da bei höheren Frequenzen höhere Datenübertragungsraten erreicht werden können. So sind in der digitalen,

kabellosen Datenübertragung Frequenzen im Bereich von 2-5 GHz üblich (Bluetooth, WLAN). Eine Anhebung der Frequenz ist auch für die SAW-Sensoren von besonderer Bedeutung. Eine Erhöhung der Frequenz ist mit einer Verkürzung der Wellenlänge verknüpft. Kürzere Wellenlängen wiederum sorgen für eine erhöhte Auflösung. Die Frequenz  $f$ , die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit  $v$  und die Wellenlänge  $\lambda$  sind über

$$f = \frac{v}{\lambda} \quad (1-1)$$

miteinander verknüpft. Um die Frequenzen eines SAW-Bauelements also zu erhöhen, gibt es prinzipiell zwei Möglichkeiten: Durch Verkürzung der Wellenlänge oder Erhöhung der SAW-Geschwindigkeit. Die Verkürzung der Wellenlänge geschieht durch Verkleinerung der IDT-Kammstruktur. Je schmaler die Fingerbreite und je kleiner die Abstände zwischen den Fingern sind desto kleiner die Wellenlänge. Die in der Massenproduktion eingesetzte optische Lithographie zur Herstellung der Kammstrukturen ist bereits bei kleinstmöglichen Strukturgrößen angekommen. Eine weitere Reduzierung der Strukturgrößen ist z. B. durch Elektronenstrahlithographie möglich. Strukturgrößen im Bereich von wenigen 100 nm bergen jedoch neben prozesstechnischen auch wirtschaftliche Herausforderungen, da die Verfahren zu kleineren Strukturgrößen hin immer teurer werden. Im Bereich der Dünnschicht-Resonatoren, bei denen anstelle des Piezokristalls in Abbildung 1.2 eine piezoelektrische, dünne Schicht auf einem Substrat abgeschieden wird, macht sich der immer stärker werdende Einfluss der Oberflächenrauheit bei immer kleiner werdenden Strukturgrößen negativ bemerkbar. Die Erhöhung der Schallgeschwindigkeit ist daher Gegenstand aktueller Forschungen [23-29]. Die Anhebung der Schallgeschwindigkeit ist natürlicher Weise mit der Suche nach neuen Materialien verknüpft, da die Schallgeschwindigkeiten eines Stoffes eng mit dessen mechanischen Konstanten verknüpft sind und somit diesem inhärent sind. Das Material mit den höchsten Schallgeschwindigkeiten spielt auf der Suche nach Höchstfrequenzen natürlich eine bedeutende Rolle. Der Diamant besitzt die höchste Schallgeschwindigkeit aller bekannten Stoffe. Einziger Nachteil: Diamant ist nicht piezoaktiv und kommt daher als Piezokristall nicht in Betracht. Auf der Suche nach dem „schnellsten“ Piezokristall trifft man auf Aluminiumnitrid (AlN), dessen Untersuchung im Hinblick auf SAW-Bauelemente allerdings erst mit der Synthese durch die vakuumbasierten Technologien der chemischen (CVD) und physikalischen Gasphasenabscheidung (PVD) möglich wurde. AlN wird mit diesen Synthesemethoden in Form von dünnen Schichten mit Schichtdicken von wenigen 10 nm bis hin zu einigen Mikrometern hergestellt. Die Herstellung von PVD/CVD-Schichten geschieht auf Substratmaterialien, deren Eigenschaften die Schichteigenschaften immer in einem gewissen Maße mit beeinflussen. Kristallinität, Korngröße, Textur, Substrat-Schicht Interface, bis hin zur

Oberflächenmorphologie sind mehr oder weniger abhängig von der Auswahl des Substrates [30, 31]. Die Auswahl des Substrates hat aber auch entscheidende Auswirkungen auf die Eigenschaften der Wellenausbreitung innerhalb des Schicht-Substrat Verbundes. Prinzipiell gibt es drei Arten der Oberflächenwellen. Die „reinen“ Oberflächenwellen vom *Rayleigh*-Typ, *SH-Wellen* (engl. Shear Horizontal, Längsschubwellen), die ihrerseits wieder in Love-Wellen, Bleustein-Gulyaev-Shimizu-Wellen (BGS) und STW, Surface-Transverse-Waves (Oberflächen-Querwelle) unterteilt werden können und die LSAW (engl. Leaky Surface Acoustic Wave, Leck-Oberflächenwelle) oder Pseudo-SAW (PSAW). Den letztgenannten PSAWs kommt im Rahmen dieser Arbeit besondere Bedeutung zu. Diese Art der Oberflächenwellen strahlt einen Teil ihrer Energie in Richtung der Oberflächennormalen ab und damit auch in das Substratmaterial hinein. Bei geschickter Wahl der Schichtdicke sind PSAWs mit geringen Verlusten möglich, sodass die Wellenausbreitungsgeschwindigkeiten im Substratmaterial ausgenutzt werden können. Damit bietet die Kombination von Diamant als Substratmaterial und AlN als Schichtmaterial enormes Potential in Bezug auf die Erhöhung der Wellenausbreitungsgeschwindigkeit und damit verknüpft, eine Erhöhung der erreichbaren Frequenzen bei gleichbleibender Strukturgröße des IDT [32-41].

## 1.2 Zielsetzung und Motivation der Arbeit

Der enorme Zuwachs an Telekommunikationssystemen in all seinen Formen der kabellosen Datenübertragung führt zu immer enger werdenden Frequenzbändern und höheren Frequenzen im GHz-Bereich. Für eine präzise Frequenzsteuerung werden SAW- und BAW-Bauteile in der Konsumerelektronik, Luft- und Raumfahrttechnik und vielen anderen Bereichen verwendet. Klassische piezoelektrische Werkstoffe wie Quarz, Saphir,  $\text{LiNbO}_3$ ,  $\text{LiTaO}_3$  und weitere haben eine Reihe von Nachteilen wie niedrige SAW-Geschwindigkeiten, geringe Einsatztemperaturen und mangelnde Kompatibilität zu bestehenden IC-Technologien. Mittlerweile gibt es eine Vielzahl an piezoelektrischen Materialien in Form von Kompositen oder als Polymermaterial wie  $\text{La}_3\text{Nb}_{0.5}\text{Ga}_{5.3}\text{Al}_{0.2}\text{O}_{14}$  [42] bzw. Polyvinylidendifluorid (PVDF) [43]. Diese adressieren einige dieser Schwächen, können aber in anderen Bereichen nicht punkten oder sind teuer oder aufwändig in der Fertigung. Die Herstellung piezoelektrischer Werkstoffe in Schichtform eröffnet den SAW-Bauteilen neue Anwendungsfelder. Die hohe Flexibilität bei der Wahl der Schicht-Substratkombination eröffnet nicht nur der IC-Technologie die Möglichkeit der elektroakustischen Integration. Es stellt die Elektroakustik auch für völlig neue Anwendungsfelder zu Verfügung. Ein Bereich ist das Structural Health Monitoring (SHM), also die Überwachung eines Bauteils im Betrieb. So z. B. im Bereich von Hochtemperaturanwendungen mechanischer Bauteile oder allgemein überall dort, wo die

Überwachung eines für den Betrieb oder die Sicherheit kritisches Bauteil wünschenswert oder sogar notwendig ist. Eine Abscheidung von korrosions- und temperaturbeständigen, piezoelektrischen Materialien direkt auf den zu überwachenden Bauteilen könnte sowohl das Bauteil vor korrosiven Einflüssen schützen als auch als SAW-Sensorschicht die Integrität des Bauteils überwachen. Durch die Herstellungsverfahren eröffnen sich zusätzlich neue Wege zu völlig neuen Piezomaterialien. Eine der interessantesten Piezoschichten ist AlN, die durch die erfolgreiche Herstellung qualitativ hochwertiger Schichten mittels Magnetron Sputtern derzeit viel Aufmerksamkeit erfährt. AlN besitzt gute piezoelektrische Eigenschaften, eine sehr gute Wärmestabilität und Korrosionsbeständigkeit. Weiterhin ist es das Material mit der höchsten SAW-Geschwindigkeit aller momentan bekannten Piezomaterialien. In Kombination mit CVD-Diamantschichten können diese Phasengeschwindigkeiten maximiert werden. Daher ist die Kombination dieser beiden Materialien von hohem Interesse.

Ziel der Arbeit ist 1. Die Herstellung qualitativ hochwertiger AlN-Schichten, inclusive vollständiger Charakterisierung, 2. die Herstellung von Teststrukturen auf CVD-Diamant und damit verbunden die Herstellung von Diamantschichten sowie der IDT-Strukturen und 3. die Messung der Teststrukturen.

Zunächst werden AlN-Schichten mittels Radiofrequenz-Magnetron-Sputtern hergestellt und der Einfluss der Beschichtungsparameter auf das Wachstumsverhalten der Schichten untersucht. Dafür werden Parameterstudien auf (111)-Si durchgeführt, die durch umfangreiche Charakterisierungsmethoden begleitet werden. Grundvoraussetzung für gute piezoelektrische Eigenschaften sind dabei (002)-faserorientierte AlN-Schichten. Daher gilt als schärfstes Kriterium für eine qualitativ hochwertige Schicht der Grad der Fasertexturierung. Vornehmliches Ziel ist es die optimalen Wachstumsbedingungen für die piezoelektrischen AlN-Schichten zu finden und aufzuklären. Die Herstellung nanokristalliner Diamantschichten (NCD) erfolgt mittels Mikrowellenplasma-unterstützter CVD. Da die Rauheit der NCD-Schichten sehr hoch ist, müssen für die Teststruktur polierte NCD-Schichten verwendet werden. Um die hohen Phasengeschwindigkeiten innerhalb des NCD nutzen zu können, muss die Schichtdicke der Piezoschicht so angepasst werden, dass die Körperschallwellen sich im NCD-Substrat fortpflanzen. Hierzu werden Simulationen durchgeführt, um eine optimale Kopplung und höchste Phasengeschwindigkeit zu erreichen. Für die Herstellung der IDT-Kammstrukturen, die für das Testelement benötigt werden, wird ein FIB-SEM verwendet. Die Möglichkeiten und Grenzen dieser Methode werden kurz beleuchtet. Abschließend werden Testmessungen an den entwickelten Strukturen durchgeführt, um die Möglichkeiten der verwendeten Techniken zu bewerten.

Die Ergebnisse könnten zur Nutzbarmachung weit höherer Frequenzen bei gleichbleibender Strukturgröße in der Kommunikationstechnik führen. Die hervorragende Materialkombination von AlN und NCD in Kombination mit den Möglichkeiten der verwendeten Beschichtungstechnologie könnte ein attraktives System für zukünftige SHM-Systeme darstellen.

### 1.3 Gliederung

Kapitel 1 gibt einen allgemeinen Überblick über die Verwendung und Funktion von SAW-Bauteilen. Es folgt die Motivation hinter dieser Arbeit und deren Gliederung.

Kapitel 2 gibt einen Überblick über die Herstellungsverfahren incl. eines Stands der Technik für die Herstellung von AlN, insbesondere mittels Sputtern. Anhand des AlN werden dann die Grundlagen zur akustischen Wellenausbreitung und insbesondere deren Randbedingungen erläutert. Anschließend wird kurz auf die Grundlagen zur Generierung von SAWs mittels IDT und deren Herstellungsverfahren eingegangen. Das Kapitel schließt mit Informationen zu den verwendeten Substratmaterialien.

Kapitel 3 beschreibt den experimentellen und methodischen Teil dieser Arbeit. Das Beschichtungswerkzeug wird beschrieben und die einzelnen Arbeitsschritte zur Herstellung der AlN-Schichten werden detailliert dargestellt. Anschließend werden die verwendeten Charakterisierungsmethoden kurz vorgestellt und deren wichtigsten Grundlagen erläutert, die im Zusammenhang mit den hier untersuchten Proben stehen. Zum Abschluss dieses Kapitels werden die Methoden und das Modell zur Herstellung der IDTs vorgestellt.

Kapitel 4 befasst sich mit den Ergebnissen der Experimente und deren Charakterisierungen. Die einzelnen Beschichtungsparameter RF-Leistung, Substrattemperatur, Prozessdruck, Prozessgaszusammensetzung und der Einfluss von Sauerstoffverunreinigungen bilden jeweils ein abgeschlossenes Kapitel, in dem die Ergebnisse dargestellt und am Ende des jeweiligen Kapitels diskutiert werden. Das Ergebnis sind qualitativ hochwertige, vollständig (002)-fasertexturierte AlN-Schichten. Nachdem die optimalen Beschichtungsparameter gefunden sind, werden die (002)-fasertexturierten Schichten umfangreich analysiert und charakterisiert. Im Rahmen dieser Arbeit werden auch NCD-Schichten mittels MWCVD hergestellt. Die Ergebnisse incl. eines kurzen Überblicks zum Stand der Technik befinden sich im vorletzten Unterkapitel. Das Kapitel schließt mit einer Zusammenfassung und den Schlussfolgerungen.

Im 5. Kapitel werden die Erkenntnisse der vorangegangenen Kapitel genutzt, um ein SAW-Filter herzustellen. Ein Filter bzw. eine Verzögerungsstrecke wird hier genutzt, um die Anregung von PSAW-Moden zu erzeugen und zu messen. Dafür wird zunächst die SAW-



Anregung im System AlN-Diamant simuliert und die SAW-Phasengeschwindigkeiten über der normierten AlN-Schichtdicke dargestellt. Das Ergebnis ist eine optimale AlN-Schichtdicke zur Anregung einer verlustarmen PSAW-Mode. Es folgen die Ergebnisse der IDT-Herstellung mit einer kurzen Diskussion. Danach werden die Messergebnisse der SAW-Filter dargestellt und ausgewertet. Das Kapitel schließt mit einer kurzen Zusammenfassung der Ergebnisse incl. eines Überblicks über den Stand der Technik des Schichtsystems AlN-Diamant und damit verbunden einer kritischen Bewertung der Ergebnisse.

Die Arbeit schließt mit dem 6. Kapitel, in dem diese zusammengefasst wird und ein Ausblick auf nachfolgende Forschungsarbeiten in diesem Themenbereich gegeben wird.

Der Anhang enthält die simulierten XRD-Pulverdaten von AlN, die mithilfe des Programms PowderCell erstellt wurden [44]. Die Literatur, die in dieser Arbeit verwendet wird, wird im Text durch fortlaufende Nummern in eckiger Klammer gekennzeichnet. Im Literaturverzeichnis sind die Zeitschriftenartikel folgendermaßen gekennzeichnet: Name des Autors, *Titel*, Zeitschrift, Erscheinungsjahr, **Band**, Seiten.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Aluminiumnitrid

Bevor die Grundlagen über die Piezoelektrizität, die damit verbundene Wellenausbreitung in Festkörpern und die Herstellung der IDT-Kammstrukturen in den folgenden Abschnitten 2.2 bis 2.4 beleuchtet werden, soll in diesem Abschnitt das Piezomaterial der Wahl vorgestellt werden.

Erstmals erwähnt wird die Synthese von AlN in nennenswerter Reinheit in einem US-Patent von 1907 von Serpek [45]. Siebzehn Jahre später führt Ott röntgenographische Messungen an AlN-Whiskern durch, die mit eben diesem Serpek-Verfahren hergestellt wurden und ermittelt präzise die Gitterkonstanten und die Struktur [46]. Weitere 36 Jahre später werden abermals AlN-Whisker untersucht und unter Anderem die hohe Wärmeleitfähigkeit erwähnt [47]. Die Herstellung von großen, technisch nutzbaren AlN-Einkristallen steht bis heute aus. Daher beginnt die ernsthafte Untersuchung der piezoelektrischen Eigenschaften und deren Nutzbarmachung im Bereich der SAW-Anwendungen erst 1963 mit der Herstellung von AlN als Schichtmaterial mittels Gasentladung [48]. Die Herstellung von AlN mittels Beschichtungsverfahren umfasst eine Fülle von Verfahren in beiden Bereichen der vakuumbasierten Beschichtungstechnologien (CVD und PVD). CVD-Verfahren, wie thermische CVD, MOCVD oder PEALD verwenden eine Mischung aus TMA (Trimethylaluminum,  $(\text{CH}_3)_3\text{Al}$ ) und Ammoniak ( $\text{NH}_3$ ) bei Temperaturen um  $1200^\circ\text{C}$  bzw.  $200^\circ\text{C}$  im Falle der PEALD [49-53]. PVD-Verfahren sind weit mehr untersucht worden als CVD-Verfahren. Die thermische Verdampfung unter  $\text{NH}_3$ -Atmosphäre [54, 55], wie auch das verwandte Ionenplattieren [56], findet man in neuerer Literatur nicht mehr. Wichtige Vertreter für die Grundlagenforschung sind die Reaktive- [57] oder MO-MBE [58] und die PLD [59-61]. Mittels Ionenimplantation können ebenfalls AlN-Schichten hergestellt werden. Diese haben jedoch noch keine Anwendung gefunden [62-64]. Die überwiegende Mehrheit der Untersuchungen stützt sich auf gesputterte Schichten. Das Sputtern ist auch das Verfahren der Wahl, wenn es um die Umsetzung zu industriellen Anwendungen geht. Die ersten Versuche mittels Diodensputtern [65] oder RF-Sputtern in  $\text{NH}_3$  [66] geschahen bei sehr hohen Temperaturen von bis zu  $1200^\circ\text{C}$ . Es folgten Versuche mittels Sputter-Gun [67], die aber nicht weiter verfolgt wurden. Die ersten Versuche zur Herstellung von AlN-Schichten bei Raumtemperatur mittels RF-Sputtern von Aita et al. 1982 brachten die Sputtertechnik in den Fokus der Aufmerksamkeit [68]. Es folgten DC- und RF-Magnetron Sputtern auf (111)-Si [69-71] und die ersten, vielversprechenden Ergebnisse bei Messungen an SAW-Bauteilen mittels

RFMS 1994 [72]. Diese und ähnliche Erfolge führen schließlich zu umfangreichen Studien, die bis heute andauern [66, 68, 73-85]. Nach Entwicklung der gepulsten DC-Magnetron Sputtertechnik Mitte der 1990er Jahre und der Entwicklung der High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) Technik Anfang der 20er-Jahre [86], sind kürzlich die ersten Ergebnisse für piezoelektrische AlN-Schichten veröffentlicht worden, die mit diesen Verfahren hergestellt wurden [87-90].

Aluminiumnitrid gehört zur Familie der III-V-Halbleiter. Die Gleichgewichtsform, der als  $\alpha$ -AlN bezeichneten Konfiguration, ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Die hexagonale Wurtzit-Struktur gehört zur Raumgruppe  $P6_3mc$ . Jedes Al-Atom besitzt 4 N-Bindungspartner und umgekehrt, jedes N-Atom besitzt ebenfalls 4 Al-Bindungspartner, jeweils in tetraedischer Koordination. Diese hexagonal-dichteste Packung (hdp) besitzt idealer Weise ein

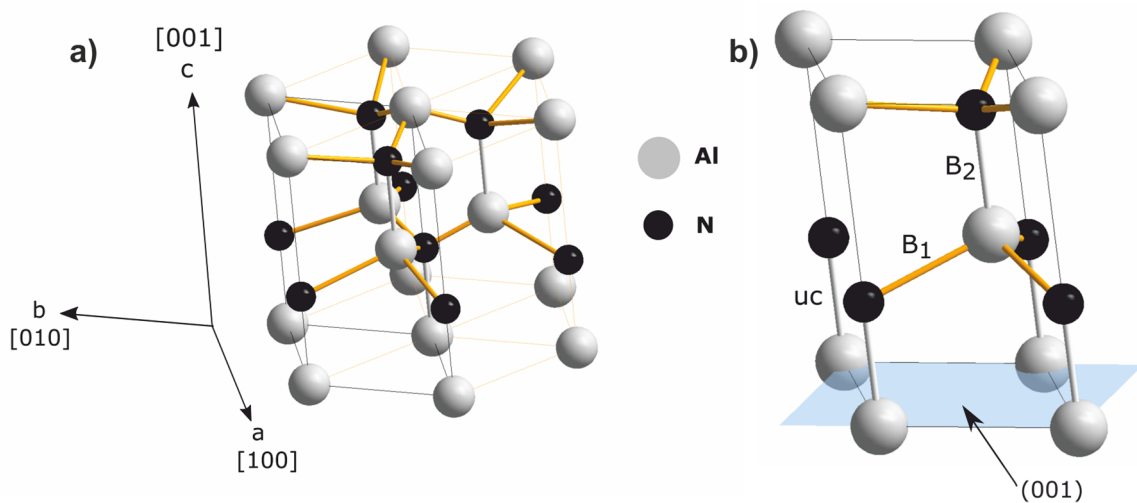


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der a) hexagonalen Wurtzit - Struktur und b) der Elementarzelle von AlN.

Gitterparameter Verhältnis  $c/a$  von  $\sqrt{8/3} = 1,633$ , wenn alle beteiligten Atome den gleichen Atomradius besitzen. Bei Wurtzit-AlN durchdringen sich zwei hexagonale Untergitter, die um  $uc$  entlang der  $c$ -Achse verschoben sind. In Abbildung 2.1 bilden die Al-Kationen das Wirtsgitter und die N-Anionen das darin verschobene Untergitter. Die N-Anionen füllen die Tetraederlücken des Al-Wirtsgitters, sodass die Tetraeder leicht verformt sind. Die Gitterparameter des Wurtzit-AlN sind  $a = 3,112 \text{ \AA}$  und  $c = 4,982 \text{ \AA}$  [91], damit ist das  $c/a$ -Verhältnis von 1,601 kleiner und  $u$  mit 0,385 größer als der Idealwert. Durch diese Gitterverzerrung kann die, im Vergleich zu anderen halbleitenden Materialien, große spontane Polarisation (Trennung von positivem und negativem Ladungsschwerpunkt der Elementarzelle) und eine sehr große Bandlücke von  $E_g = 6,2 \text{ eV}$  [92] erklärt werden. Aufgrund dieser hohen Bandlücke ist AlN in einem weiten Wellenlängenbereich bis hinab auf ca. 500 nm transparent

[76]. Messungen dazu werden in Abschnitt 4.3 gezeigt. Weitere herausragende Eigenschaften des AlN sind die hohe Wärmeleitfähigkeit ( $2,85 \text{ W cm}^{-1} \text{ K}$  bei  $300 \text{ K}$  [93]), eine hohe elektrische Durchschlagsfestigkeit ( $1,2 - 1,8 \text{ MV cm}^{-1}$  [92]) und eine hohe Schmelztemperatur ( $2705^\circ\text{C}$  in Stickstoffatmosphäre [92]). Die chemisch-thermische Stabilität in sauerstoffreicher Atmosphäre ist bis zu einer Temperatur von ca.  $800^\circ\text{C} - 850^\circ\text{C}$  gegeben [94-97]. Untersuchungen dazu werden in Abschnitt 6.1 vorgestellt. Eine umfangreiche Parametersammlung und Vergleiche zu anderen III-V-Halbleitern bietet Goldberg [92] und Strite [98].

Neben der Wurtzit-Konfiguration des AlN existieren noch zwei metastabile Konfigurationen: Die kubische Zinkblende-Struktur in der Raumgruppe  $F\bar{4}3m$  und die Steinsalz-Struktur in der Raumgruppe  $Fm\bar{3}m$ . Die Zinkblende-Struktur ist experimentell nur bei ultradünnen Schichten ( $1,5 - 2 \text{ nm}$ ) nachgewiesen worden [99] und mittels ab-initio Berechnungen weiter untersucht worden [100-103]. AlN in der Steinsalz-Konfiguration entsteht aus der Wurtzit-Phase unter sehr hohem Druck ( $\sim 20 \text{ GPa}$ ) [104]. Weitere Untersuchungen beschränken sich ebenfalls auf ab-initio Berechnungen [105-107].

Die im Zusammenhang mit den piezoelektrischen Eigenschaften und akustischen Wellenausbreitungsgeschwindigkeiten stehenden Werkstoffkennwerte werden in den nächsten Abschnitten angegeben bzw. berechnet.

## 2.2 Piezoelektrizität

Die Piezoelektrizität wurde 1880 von den Brüdern Pierre und Paul-Jacques Curie entdeckt [108, 109]. Der Name, *piezoelektron* (piezo, altgriechisch „drücken“ und elektron „Bernstein“) wurde ein Jahr später von Wilhelm Hankel zusammen mit ersten quantitativen Messungen in einer umfangreichen Abhandlung vorgeschlagen und fand allgemeine Akzeptanz [110]. Erst weitere vierzig Jahre später entwickelte Walter Cady 1921 den ersten Quarz Resonator, woraufhin der piezoelektrische Effekt oder Piezoeffekt (direkter Piezoeffekt) und der inverse Piezoeffekt in weiten Bereichen der Wissenschaft und Technik erforscht und weiterentwickelt wurde [111].

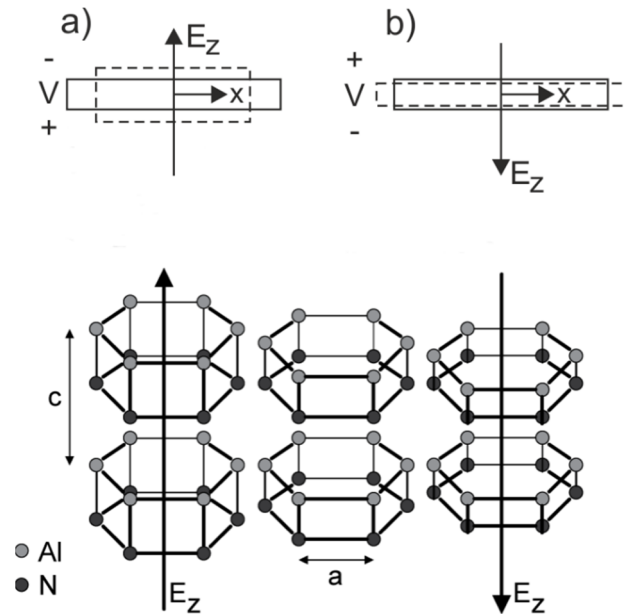


Abbildung 2.2 Inverser piezoelektrischer Effekt am Beispiel einer AlN-Platte. Je nach Ausrichtung des von außen angelegten elektrischen Feldes  $E_z$ , wird die Platte a) gestaucht oder b) gestreckt. Unten ist aus den Platten stellvertretend eine hexagonale Struktur mit den Gitterparametern  $a$  und  $c$  dargestellt. Die mittleren Strukturen zeigen den Ausgangszustand.

Der direkte Piezoeffekt beschreibt das Auftreten einer elektrischen Spannung bei elastischer Verformung des piezoelektrischen Materials, wohingegen der inverse Piezoeffekt auftritt, wenn das piezoelektrische Material einem elektrischen Feld ausgesetzt wird und sich das Material daraufhin verformt. Im Zusammenhang mit SAW-Bauteilen, wird sowohl der direkte, als auch der inverse Piezoeffekt genutzt. Der inverse Piezoeffekt soll anhand der hexagonalen Struktur des Aluminiumnitrid (s. Abschnitt 2.1, Abbildung 2.1 a) veranschaulicht werden. Entfernt man alle Ionen innerhalb der hexagonalen Wurtzit-Struktur und lässt die Basalebene (001) weg, erhält man die für den piezoelektrischen Effekt verantwortliche Anordnung von Al-Kationen und N-Anionen, die in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt ist. Wird ein elektrisches Feld  $E_z$  in z-Richtung der Elementarzelle angelegt, werden diese, je nach Richtung des Feldes gestreckt oder gestaucht. Reiht man viele dieser Elementarzellen aneinander, wie es in einem Einkristall oder einer c-Achsen orientiert aufgewachsenen Schicht der Fall ist, erhält man einen piezoaktiven Kristall. Analoges gilt für den direkten Piezoeffekt, also bei mechanischem Druck auf den Kristall: Drückt man den Piezokristall zusammen, entsteht das in Abbildung 2.2 b) gezeigte Feld. Die einzelnen Verschiebungen  $\mathbf{u}$  der Ionen in den Elementarzellen summieren sich zu einer „makroskopischen“ Dehnung der Platte wie in Abbildung 2.2 a) und b) als gestricheltes Rechteck dargestellt. In Matrix-Vektorform notiert erfährt der Kristall eine Dehnung  $\mathbf{S}$ , die nach Hookeschem Gesetz proportional zur Spannung

$\mathbf{T}$  und ebenfalls proportional zum angelegten elektrischen Feld  $\mathbf{E}$  ist:

$$\mathbf{S} = \mathbf{s}^E \mathbf{T} + \mathbf{d}^t \mathbf{E} \quad (2-1)$$

Hierbei bildet  $\mathbf{s}^E$  die elastische Antwort des Materials (Compliance) bei konstantem elektrischem Feld (Exponent E) ab und  $\mathbf{d}^t$  ist die transponierte (Exponent t), piezoelektrische Dehnungskoeffizientenmatrix [111]. Durch die kristallographische Symmetrie bei  $6mm$ -Materialien, wie bei AlN der Fall und einem elektrischen Feld ( $E_z = E_3$ ) das nur in z-, bzw. 3-Richtung wirkt, vereinfacht sich der Dehnungstensor zu einer Dehnung  $S_3$  in z-Richtung

$$S_3 \propto d_{33} E_z. \quad (2-2)$$

Das Zustandekommen einer Verformung bei äußeren elektrischen Feldern, setzt eine kristallographische Asymmetrie voraus. Oder anders ausgedrückt, alle piezoelektrischen Materialien sind anisotrop [112]. Diese Anisotropie erklärt auch die Forderung nach einkristallinen Werkstoffen oder wie im vorliegenden Fall, nach c-Achsen orientiert aufwachsenden AlN-Schichten. Der piezoelektrische Koeffizient  $d_{33}$  ist nach (2-2) definiert als

$$d_{33} = \frac{\text{Dehnung}}{\text{elektrische Feldstärke}} = \frac{u_3/t}{U/t} = \frac{u_3}{U}, \quad (2-3)$$

mit der Verschiebung  $u_3$ , der Dicke der AlN-Schicht  $t$  und der angelegten elektrischen Spannung  $U$ . Aus (2-3) kann der piezoelektrische Koeffizient  $d_{33}$  z. B. mittels Interferometrie ermittelt werden, indem an eine AlN-Schicht eine elektrische Spannung mittels zweier Elektroden angelegt wird und die dabei entstehende Dickenänderung der Schicht interferometrisch sehr genau erfasst wird. Dadurch kann ein  $d_{33}$ -Wert für AlN von  $(5,1 \pm 0,1) \text{ pm V}^{-1}$  ermittelt werden [113].

Ein Maß für die Effizienz zur Umwandlung von elektrischer in mechanische Energie und umgekehrt ist der elektromechanische Kopplungsfaktor  $K^2$ . Er ist für den ersten Fall definiert als

$$K^2 = \frac{\text{gespeicherte mechanische Energie}}{\text{eingespeiste elektrische Energie}} = \frac{d^2}{\epsilon_0 \epsilon s^E}, \quad (2-4)$$

mit dem piezoelektrischen Koeffizienten  $d$ , den Permittivitäten  $\epsilon_0$  und  $\epsilon$  sowie dem elastischen Koeffizienten  $s^E$ . Der Wert für AlN liegt bei  $k^2 = 6 \%$  [114].

### 2.3 SAW-Grundlagen

Für ein fundiertes Verständnis der Erzeugung, Ausbreitung und des Detektierens von Körperschallwellen wird auf die umfangreiche Literatur zu diesem Thema verwiesen [112, 115, 116]. Hier werden nachfolgend die wichtigsten Grundlagen und die sich daraus ergebenden

Rahmenbedingungen für diese Arbeit lediglich kurz dargestellt.

Wirkt eine von außen angreifende Kraft auf einen Festkörper, wird sich dieser verformen. Geht der Körper nach Entlastung wieder in seine Ausgangsform zurück, spricht man von elastischer Verformung. Bleibt ein Teil der Verformung irreversibel, spricht man von plastischer Verformung. Die in Abschnitt 2.2 besprochene Verformung eines Piezokristalles bzw. der AlN-Schicht durch ein angelegtes, elektrisches Feld erzeugt eine elastische Verformung. Die Materialteilchen verschieben sich um den Betrag  $u$  und die Dehnung ist somit

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right). \quad (2-5)$$

Um nun die Kraft, die auf den Festkörper wirkt, zu erfassen, muss nicht nur die Richtung, sondern auch die Fläche, auf die diese wirkt, berücksichtigt werden. In der Indexschreibweise ist dann die Spannung  $\sigma_{ij}$  die Kraft in Richtung  $x_j$ , die auf die Fläche mit der Flächennormalen in  $x_i$ -Richtung wirkt. Im elastischen Bereich der Verformung verknüpft das Hookesche Gesetz Spannungen und Dehnungen über die Elastizitätskonstanten  $c_{ijkl}$  zu

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl}. \quad (2-6)$$

In Abschnitt 2.2 wird die auftretende Dehnung in Abhängigkeit des angelegten, elektrischen Feldes gesetzt. Es können nun die auftretenden Spannungen, die durch eine Dehnung verursacht werden, oder umgekehrt berechnet werden. Das elektrische Feld  $\mathbf{E}$  induziert also gleichfalls eine (mechanische) Spannung  $\mathbf{T}$  und man kann in Matrix-Vektorform schreiben,

$$\mathbf{T} = \mathbf{c}^E \mathbf{S} - \mathbf{e}^t \mathbf{E}, \quad (2-7)$$

wobei  $\mathbf{c}^E$  wiederum die elastischen Konstanten bei konstantem, elektrischem Feld repräsentiert und  $\mathbf{e}^t$  die transponierte Matrix der piezoelektrischen Spannungskonstanten ist. Die erwähnten Verschiebungen  $u$  verursachen Bewegungen innerhalb des Festkörpers, die durch die folgende Newton-Gleichung beschrieben werden können:

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \sum_{j=1}^3 \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} \quad (i = 1, 2, 3), \quad (2-8)$$

mit der Dichte  $\rho$ . Mit Hilfe der Newton Gleichung können nun Wellenbewegungen innerhalb von Festkörpern beschrieben werden. Betrachtet wird eine ebene Körperschallwelle in  $x_3$ -Richtung (z-Richtung, s. Abschnitt 2.2) und eine in  $x_1$ -Richtung. Beide unabhängig voneinander und unter Berücksichtigung der  $6mm$ -Symmetrie einer AlN-Schicht. Dann erhält man eine Reihe linearer Differentialgleichungen mit denen wir einige wichtige Eigenschaften

von Körperschallwellen ableiten können:

$$\text{Ebene Welle in } x_3\text{-Richtung} \quad \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = c_{44} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2} \quad (2-9)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2} = c_{44} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_3^2} \quad (2-10)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = c_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + e_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2} \quad (2-11)$$

$$0 = e_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} - \epsilon_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2} \quad (2-12)$$

$$\text{Ebene Welle in } x_1\text{-Richtung} \quad \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = c_{11} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_1^2} \quad (2-13)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2} = c_{66} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_1^2} \quad (2-14)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = c_{44} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_1^2} + e_{15} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_1^2} \quad (2-15)$$

$$0 = e_{15} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_1^2} - \epsilon_{11} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_1^2} \quad (2-16)$$

mit der Dichte  $\rho$ , Verschiebung  $u_i$ , den Elastizitätskonstanten  $c_{ij}$ , piezoelektrischen Spannungskonstanten  $e_{ij}$  und den dielektrischen Konstanten  $\epsilon_{ij}$ . Eine detaillierte Aufstellung der Vektoren und Matrizen, sowie der vollständigen Herleitungen der Differentialgleichungen findet sich in Anhang A.2. Im ersten Fall koppelt lediglich die Longitudinalwelle mit den piezoelektrischen Eigenschaften der Schicht (2-11). Im zweiten Fall koppelt die SV-Welle (in  $x_3$ -Richtung polarisiert) (2-15). Weiterhin sieht man, dass sich alle drei Körperschallwellen mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten bewegen. Die Bewegungen breiten sich wellenförmig als Longitudinal- oder als Transversalwelle im Festkörper aus und werden allgemein als Bulk Acoustic Wave (BAW) bezeichnet. Die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit ist sowohl in isotropen als auch besonders in anisotropen Medien unterschiedlich. Aus (2-13) bzw. (2-10) folgt:

$$v_L = \sqrt{c_{11}/\rho} \quad (2-17)$$

$$v_T = \sqrt{c_{44}/\rho} \quad (2-18)$$

AlN, mit einer Dichte von  $\rho = 3,23 \text{ g cm}^{-3}$  und den elastischen Konstanten  $c_{11} = 410 \text{ GPa}$  und  $c_{44} = 125 \text{ GPa}$  [92] hat demnach eine Wellenausbreitungsgeschwindigkeit von



$v_L = 11.266 \text{ m s}^{-1}$  und  $v_T = 6.220 \text{ m s}^{-1}$ . Bei Diamant sind die elastischen Konstanten  $c_{11} = 1080 \text{ GPa}$  und  $c_{44} = 578 \text{ GPa}$ , Dichte  $\rho = 3,512 \text{ g cm}^{-3}$  [117] und nach (2-17) und (2-18) ist  $v_L = 17.536 \text{ m s}^{-1}$  und  $v_T = 12.828 \text{ m s}^{-1}$ .

Weiterhin können bei anisotropen Festkörpern Normal- und Schubspannungen jeweils Dehnungen sowohl in Normalrichtung als auch innerhalb der Ebene, auf der die Spannung wirkt erzeugen, wenn die Hauptspannung schräg zur Ebene eingebracht wird. Das heißt, dass in anisotropen Festkörpern für die meisten Ausbreitungsrichtungen beide Wellenformen gleichzeitig vorkommen und Longitudinal- und Transversalwellen miteinander koppeln. Wird eine linienförmige Quelle zum Einbringen der Festkörperwellen genutzt, wie z. B. ein IDT, koppelt die entstehende Longitudinalwelle mit der vertikalen Komponente der Transversalwelle und bilden eine akustische Oberflächenwelle, die Surface Acoustic Wave (SAW) nach Rayleigh [118]. Transversalwellen werden der Einfachheit halber in ihrer Polarisation relativ zur Substratoberfläche als horizontale und vertikale Transversalwelle (SH-wave, shear horizontal und SV-wave, shear vertical) bezeichnet. Steht die Polarisation senkrecht zur Oberfläche, handelt es sich um eine SV-Welle; steht sie horizontal, um eine SH-Welle. Da die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit der SV-BAW größer ist als die der SAW, konzentriert sich die Wellenenergie der SAW auf eine Tiefe von einer Wellenlänge, wobei die Eindringtiefe über

$$x_e = \frac{1}{\beta_s \sqrt{1 - \left(\frac{v_{SAW}}{v_{BAW}}\right)^2}}, \quad (2-19)$$

mit der Wellenzahl der SAW  $\beta_s$ , abhängig von der der SAW- und BAW-Wellengeschwindigkeit  $v_{SAW}$  bzw.  $v_{BAW}$  ist. Koppelt die SAW allerdings mit einer langsameren SH-BAW, ist die Energie nach (2-19) nicht länger an der Oberfläche gebündelt, sondern leckt in das Vollmaterial (Bulk) hinein. Die SAW wird zu einer Leck-Welle (Leaky-SAW) oder auch Pseudo-SAW. Ist die Kopplung mit der SH-Komponente gering, wird auch der Übertragungsverlust gering. Diese Verluste sind stark Abhängig von der kristallographischen Anisotropie, der Stärke der piezoelektrischen Konstanten, den mechanischen Konstanten wie z. B. der Poisson-Zahl und den Oberflächen- bzw. Interface-Randbedingungen [32, 119]. Besonders interessant für die Entwicklung von SAW-Bauteilen sind natürlich diejenigen PSAWs mit geringer Dämpfung bei gleichzeitig hohem elektromechanischem Kopplungsfaktor  $K^2$ . Letzterer gibt das Umsetzungsverhältnis von elektrischer in mechanische Energie an. In geschichteten Systemen, wie AlN auf Diamant, sind diese dämpfungsarmen Moden abhängig von der Dicke der piezoelektrischen Schicht. Um die optimale Dicke der AlN-Schicht zu bestimmen, wurden FEM-Simulationen [120] und Berechnungen mittels Integral Methode

[121, 122] durchgeführt. Diese Berechnungen sind im Rahmen des Projektes durchgeführt worden, in das diese Arbeit eingebettet ist. Die Ergebnisse der Simulationen werden kurz in Abschnitt 5.1 vorgestellt.

### 2.3.1 Einflüsse auf die SAW – Dämpfung, Streuung und Phasenverschiebung

In den Simulationen werden einige Einflussfaktoren nicht berücksichtigt. Für die Interpretation der Ergebnisse können diese aber nicht vollständig vernachlässigt werden. Aus diesem Grund werden im Folgenden die Wichtigsten kurz zusammengefasst.

Die Amplitude aller oben beschriebenen Festkörperwellen nimmt mit zunehmender Ausbreitung ab. Diese Dämpfung wird durch mehrere Faktoren beeinflusst. Zunächst gibt es dem Werkstoff intrinsische Faktoren, die somit auch nicht durch prozesstechnische Manipulationen geändert werden können. Das sind zum einen Streuverluste durch thermische Gitterbewegungen. Diese sind immer vorhanden und nehmen mit steigender Temperatur zu. Zum anderen durch Longitudinalwellen verursachte Dichteveränderungen. Hierdurch werden Temperaturfelder erzeugt, die mittels thermischer Diffusion ausgeglichen werden. Dieser Effekt kann auch bei PSAWs zu Energieverlusten führen. In diesem Zusammenhang sei auf die Temperaturstabilität des Piezokristalls hingewiesen, die ein wichtiger Parameter ist, gerade im Hinblick auf den Einsatz bei hohen Temperaturen. Die Resonanzfrequenz  $f_r$ , und damit einer der wichtigsten Kennzahlen eines SAW-Bauteils ist abhängig von der Temperatur  $T$ . Je nach Temperatur verschiebt sich die Resonanzfrequenz zu höheren oder niedrigeren Frequenzen. Der dazugehörige Kennwert ist der Temperaturkoeffizient der Frequenz (TCF, temperature coefficient of frequency), der gegeben ist durch [123]

$$TCF = f_r^{-1} \frac{\partial f_r}{\partial T}. \quad (2-20)$$

Es folgen weitere Faktoren, die die Ausbreitung der SAWs beeinflussen, die aber durch Anpassung der Mikrostruktur und Morphologie der Piezoschicht und durch die Geometrie der IDT-Gitterstruktur beeinflussbar sind. Zunächst gibt es durch *Inhomogenitäten* im Ausbreitungsmedium verursachte Streuverluste [112]. Dies ist besonders zu berücksichtigen bei fasertexturierten Piezokristallen, wie im Falle der AlN-Schicht. Korngrenzen, Punktfehler und der Grad der Texturierung sind entscheidend an der Dämpfung beteiligt [124]. In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage nach dem Einfluss der Korngrenzen auf die Ausbreitung von Körperschallwellen. Gerade im Hinblick auf das polykristalline AlN und dem ebenfalls polykristallinen CVD-Diamant spielen Korngrenzen evtl. eine bedeutende Rolle. Allgemein ist diese Frage zu vernachlässigen, wenn die Korngröße

viel kleiner als die Abmessungen der Probe und der Wellenlänge ist. Dann können homogenisierte, elastische Konstanten für die Modellierung angewendet werden [125]. Um den Einfluss der Korngrenzen abschätzen zu können, ist in Abbildung 2.3 exemplarisch der Streuungsindex über dem Produkt der Wellenzahl  $\beta$  mit der Korngröße  $A$  für polykristallines Kupfer berechnet worden. Die Kurve ist charakteristisch für polykristalline Werkstoffe und bestätigt die getroffene, allgemeine Aussage, dass hinreichend kleine Korngrößen, bei genügend hohen Wellenlängen, einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Ausbreitung von

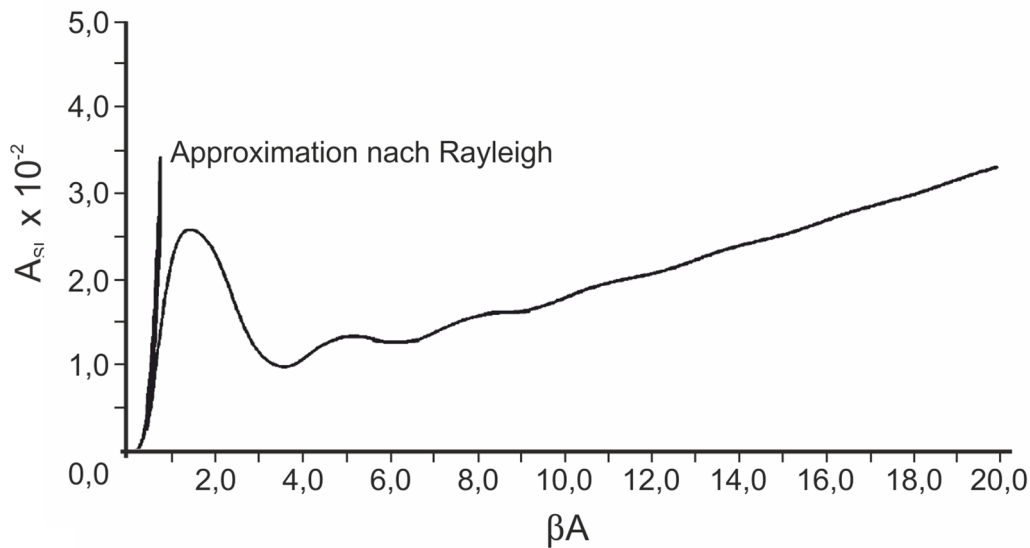


Abbildung 2.3: Berechnungen des normalisierten Streuungsindex  $A_{SL} = a_{SL} / \beta$  von Longitudinalwellen in polykristallinem Cu, über dem normalisierten Kornradius  $\beta A$ , mit Wellenzahl  $\beta$  [126].

Körperschallwellen haben. Im Frequenzbereich von einigen GHz liegen die Wellenlängen allerdings im Bereich von wenigen Mikrometern bis einige 100 nm. Bei Korngrößen im gleichen Bereich, wie sie bei polykristallinem Diamant durchaus üblich sind, wäre das Produkt  $\beta A \approx 1$ , was in jedem Falle zu hohen Streuungen führen würde.

Besonderes Augenmerk muss auf die *Oberflächenrauheit* der Piezokristalle gelegt werden. Prinzipiell gilt, je rauer die Oberfläche desto stärker kommt es zur Streuung und Frequenzverschiebung der SAWs [127-129]. Die Theorie kann diese Effekte aber noch nicht zur vollständigen Zufriedenheit erklären, stimmt aber weitgehend darüber überein, dass die Phasengeschwindigkeit der SAWs  $V_S$  bei der Frequenz  $\omega$  mit dem Quadrat der Mittenrauheit  $R_a$  abnimmt:

$$\frac{V_S}{V_0} \sim -\frac{\delta^2}{a^2} \omega \Omega, \quad (2-21)$$

mit der SAW-Geschwindigkeit  $V_0$  bei theoretischer Abwesenheit von Rauheit (optimal glatt),

einer Gauss-verteilten Rauheit mit Mittenrauheit  $\delta$  und einer Querverteilung dieser Rauheit über der Länge  $a$  sowie der Konstanten  $\Omega$ , die ein Maß für die elastischen Eigenschaften des Materials ist. Der Einfluss der Oberflächenrauheit auf PSAWs ist bis jetzt noch nicht betrachtet worden. Flannery et al. haben aber beobachtet, dass PSAWs sogar stärker gestreut werden als SAWs [130]. In Abbildung 2.4 ist diese SAW-Streuung an angerauten (001)-Si-Wafern über der Frequenz gemessen worden. Wie (2-21) bereits verrät, sieht man hier die deutliche Minderung der Phasengeschwindigkeit bei steigender Rauheit. Wichtig ist im Zusammenhang mit der vorliegenden Arbeit aber auch die steigende Streuung an rauen Oberflächen bei höheren Frequenzen.

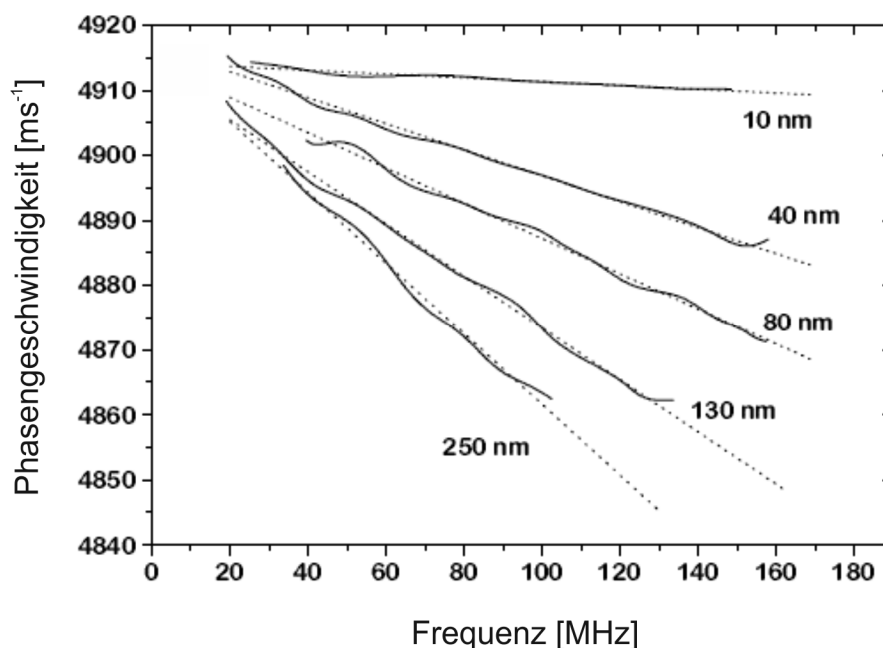


Abbildung 2.4: Gemessene SAW-Streuung auf (001) Si [130].

Abschließend wird das Phänomen der *Beugung* betrachtet, dem eine gebündelte Wellenfront unterliegt. Wichtig ist dies zur Bestimmung des maximalen Abstandes der IDTs. Die Wellenfront wird nach einer charakteristischen Weglänge  $x_c$  aufgeweitet und wird schließlich kreisförmig. Die Fresnel-Region ist gegeben durch

$$x_c = \frac{(1+\gamma)W^2}{\lambda}, \quad (2-22)$$

mit der Breite der Wellenfront  $W$ , Wellenlänge  $\lambda$  und dem Faktor  $\gamma$ , der ein Maß für die Anisotropie des Werkstoffes und  $\gamma = 0$  für isotrope Werkstoffe ist. Im Falle des IDTs ist  $W$  gleich der Breite der Kammstruktur - oft auch als Apertur bezeichnet - und  $\lambda$  gleich der doppelten Periodizität der Kammstruktur (s. Abschnitt 2.4).

## 2.4 Interdigital Transducer (IDT)

Um SAWs zu erzeugen und zu detektieren, werden überwiegend IDTs eingesetzt [24, 26, 131-139]. Die dem IDT zugrunde liegende Kammstruktur ist in Abbildung 2.5 a) dargestellt. Die beiden dargestellten IDTs bestehen aus mehreren, parallelen Streifen (Finger), die abwechselnd über zwei Hauptstränge (Bus) miteinander verbunden sind. Die dargestellten Rechtecke am jeweiligen Ende der Busse dienen als Kontaktfläche für die periphere Elektronik. Wie in Abbildung 2.6 dargestellt, werden verschiedene Strategien zur Herstellung von periodischen Gitterstrukturen verwendet. Hierzu gehören (b) Ätzen [140, 141], (c) Ionenimplantation [142], (d) thermische Diffusion [143, 144] und (a) Abscheiden geeigneter Materialien als häufigste anzutreffende Methode. Die Methode der Wahl für die Herstellung von IDT-Gitterstrukturen, ist die Abscheidung von Metallen auf ein geeignetes Substrat. Alle anderen, aufgeführten Methoden werden als Wellenführungen (c) und Resonatoren (b), (d) verwendet. Sie spielen bei der Herstellung von IDTs keine Rolle [115]. Dennoch ist der Ansatz der Ionenimplantation zur Herstellung des IDTs im Hinblick auf Hochtemperaturanwendungen untersucht worden (siehe Kapitel 5).

Wird an die Kammstruktur eine elektrische Wechselspannung angelegt (Eingangssignal), entsteht ein elektrisches Feld zwischen den Fingern des IDTs. Die entsprechenden Feldlinien sind in Abbildung 2.5 b) für den Zeitpunkt  $t_0$  zu Anfang einer Halbwelle und  $t_0 + 0,5f^{-1}$  zum Ende einer Halbwelle gezeigt. Dies führt zu Dehnungen bzw. Spannungen im piezoelektrischen Kristall (siehe Abschnitt 2.2) und das elektrische Wechselfeld wird somit in Form von akustischen Oberflächenwellen (SAW) übertragen. Die Stärke jedes Fingers  $a$  sowie die Abstände zwischen diesen sind in den hier verwendeten IDTs immer gleich groß (siehe Abbildung 2.5 a). Die Wellenlänge  $\lambda$  der SAWs ist über die Bragg-Bedingung mit diesen Abständen bzw. der Periodizität  $p$  des IDTs verknüpft:

$$4a = 2p = \lambda. \quad (2-23)$$

Definieren wir die äquivalente Phasengeschwindigkeit der SAWs in der Gitterstruktur mit  $v_s$ , wird (2-23) durch die Bragg-Frequenz

$$\omega = \pi \frac{v_s}{p} \quad (2-24)$$

erfüllt. Denn es gilt allgemein

$$f = \frac{v}{\lambda} \quad \text{mit} \quad f = \frac{\omega}{2\pi}, \quad (2-25)$$

mit (1-1) in Abschnitt 1.1 bereits erwähnt.

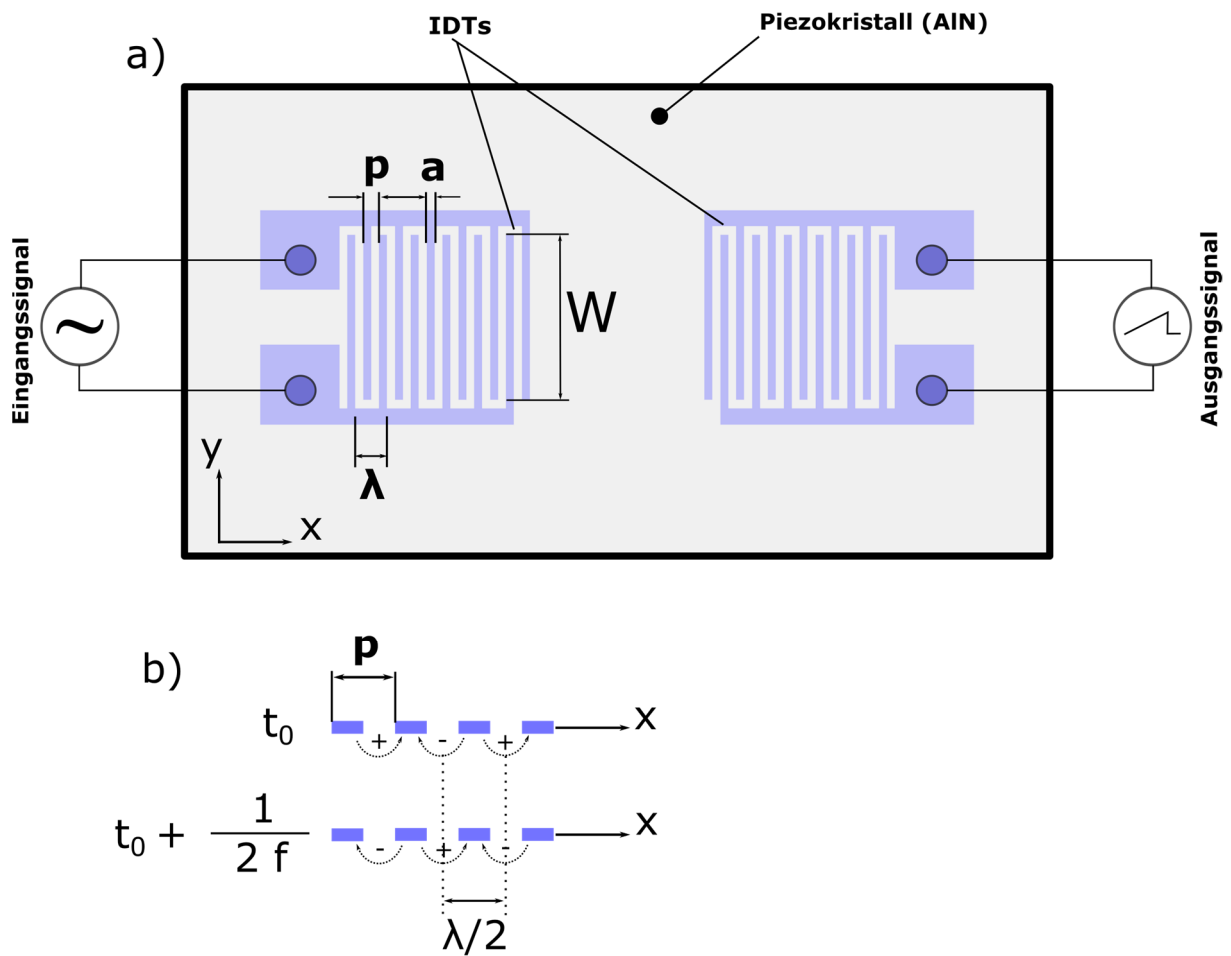


Abbildung 2.5: IDT-Grundlagen: a) IDT-Anordnung als SAW-Filter, b) zeitlicher Verlauf der Wellenbewegung innerhalb der Gitterstruktur.

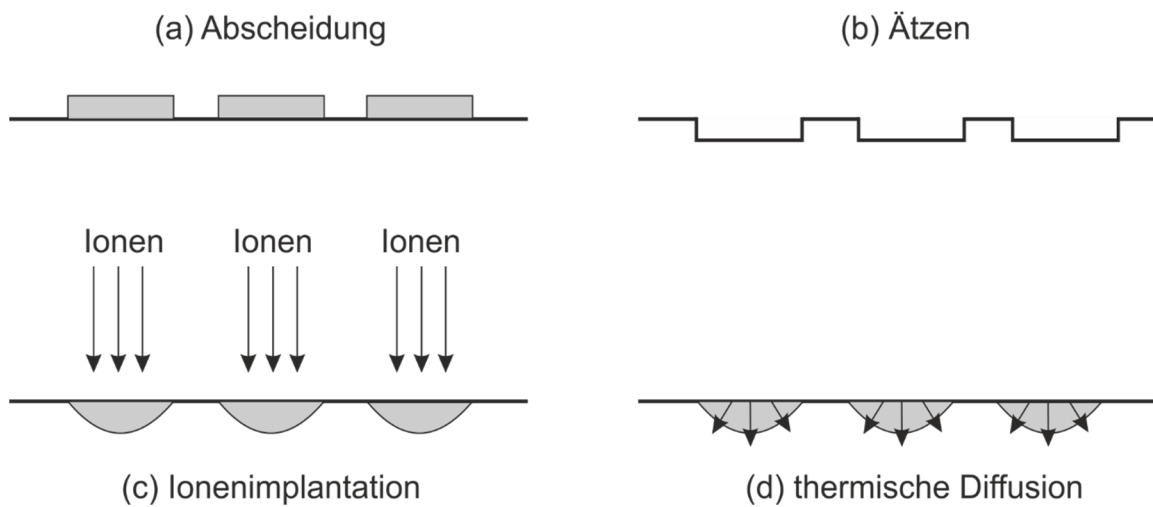


Abbildung 2.6: Verschiedene Methoden zur Herstellung von Gitterstrukturen nach [1].

Die mechanischen Wellen erreichen dann den gegenüberliegenden IDT. Da diese

mechanischen Schwingungen durch den direkten Piezoeffekt mit einem elektrischen Feld gekoppelt sind, können die mechanischen Wellen wieder in ein elektrisches Signal umgewandelt werden. Die Charakteristik eines IDT wird bestimmt durch die Fingergeometrie, dem Substratmaterial und der Anzahl der Finger. Hierzu soll in aller Kürze auf das Delta-Funktions-Modell eingegangen werden, das für das Design von IDTs herangezogen werden kann [145]. Der komplexe Leitwert oder die Admittanz des IDT ist das Verhältnis der angelegten Spannung am sendenden IDT  $U_1$  zum resultierenden Strom im empfangenden IDT  $I_2$ :

$$Y = \frac{I_2}{U_1} \quad (2-26)$$

Der komplexe Übertragungsleitwert ist dann

$$Y = 2\omega\eta^2 C_S K^2 e^{-j\beta L} \frac{\sin^2(\beta N p)}{\sin^2(\beta p)}, \quad (2-27)$$

mit Bragg-Frequenz  $\omega$ , Element-Faktor  $\eta$ , statischer Kapazität  $C_S$ , elektromechanischem Kopplungsfaktor  $K^2$ , Wellenzahl  $\beta = 2\pi / \lambda$ , Abstand der IDTs  $L$ , Anzahl der Finger  $N$  (wenn  $N(\text{IDT}_1) = N(\text{IDT}_2)$ ) und Periodizität  $p$  (siehe Abbildung 2.5 a)).  $\eta$  gibt die Anregungseffizienz an und ist das Verhältnis aus reduzierter SAW-Anregungseffizienz aufgrund der Ladungsverteilung zwischen den IDT-Fingern zur bestmöglichen Anregung. Bestmögliche Anregung wäre nur möglich ohne Metallisierung der Oberfläche ( $\eta = 1$ ). Bei dem meistgewählten Metallisierungsverhältnis, nach (2-23) von  $a / \lambda = 0,25$ , ist  $\eta = 0,84722$  [146].  $C_S$  ist proportional zur Breite des IDTs  $W$  sowie zur Permittivität des Piezokristalls und ist ebenfalls abhängig von dem Metallisierungsverhältnis  $a / \lambda$ .

Es wird nun auch klar warum die Suche nach Piezomaterialien mit hohen Phasengeschwindigkeiten, hohem elektromechanischem Kopplungsfaktor und hoher Temperaturstabilität wünschenswert bzw. notwendig ist. Im Hinblick auf die Telekommunikationsanwendungen sind die hohen Phasengeschwindigkeiten des AlN und Diamants unmittelbar einzusehen, da bei gleichbleibender Strukturgröße des IDTs höhere Frequenzen erreicht werden können. Im Zusammenhang mit der SAW-Sensorik bieten hohe Frequenzen eine höhere Sensitivität. Wie bereits in Abschnitt 1.1 angesprochen kann die Sensitivität gegenüber einer Messgröße  $x$  definiert werden als  $df / dx$ . Ein typisches Beispiel ist die Massenzunahme durch Ablagerungen auf dem Sensorfeld. Diese Massenzunahme  $\Delta m$  führt zu einer Verschiebung  $\Delta f$  der Resonanzfrequenz  $f_0$ . Für einen Quarzkristallresonator ist diese Frequenzverschiebung durch die Sauerbrey-Gleichung definiert:

$$\Delta f \sim - f_0^2 \Delta m \quad (2-28)$$

Demnach ist bei hohen Basisfrequenzen  $f_0$  die Frequenzverschiebung viel höher bei gleichem gemessenem Wert als dies der Fall wäre bei niedrigeren Basisfrequenzen.

#### 2.4.1 Methoden zur Herstellung von Gitterstrukturen

Für die Herstellung von Gitterstrukturen allgemein und im vorliegenden Falle speziell für die Herstellung von IDT-Strukturen, werden die im vorigen Abschnitt bereits erwähnten Methoden aus Abbildung 2.6 verwendet. Dabei ist (a) das Abscheiden von metallischen Strukturen die wichtigste und wird auch im späteren Verlauf dieser Arbeit verwendet. Im Folgenden soll kurz auf die Möglichkeiten zur Herstellung dieser abgeschiedenen Strukturen eingegangen werden. Für Strukturgrößen im Sub-Mikrometer Bereich werden Methoden der Lithografie angewendet. Allerdings handelt es sich hierbei nicht um Lithografie im klassischen Sinne, also um Steindruck, sondern um Foto-, Elektronenstrahl-, Ionenstrahl- oder Interferenzlithografie [147, 148]. Alle diese Verfahren haben gemeinsam, dass ein zuvor aufgebracht strahlungssensitives Material, als Lack oder Resist bezeichnet, auf das Substrat aufgebracht wird und mittels Photonen, Elektronen oder Ionen so bestrahlt wird, dass sich das gewünschte Muster im Lack abbildet. Der beleuchtete Teil des Lacks ändert durch die Bestrahlung seine chemischen und / oder physikalischen Eigenschaften. Ein nachfolgender Entwicklungsprozess, bei dem die beleuchteten Regionen des Lacks entfernt werden (positiv), oder die nicht beleuchteten Regionen entfernt werden (negativ), bildet dann das Muster auf dem Substrat ab. Die eigentliche Gitterstruktur, die auf die entstandene Lack-Maske aufgebracht wird, wird dann mittels Metall-Beschichtung z. B. Verdampfung oder Sputtern hergestellt. In Abbildung 5.5 (Abschnitt 5.2.3) werden diese Prozessschritte schematisch anhand der in dieser Arbeit verwendeten Elektronenstrahlolithografie (EBL), dargestellt. Die möglichen Strukturgrößen sind abhängig von der Lithografie Technik und sind prinzipiell auf die jeweilige kleinstmögliche Wellenlänge der eingesetzten Belichtungsquelle zurückzuführen. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Techniken und deren erreichbare Auflösung. Die Fotolithografie ist die älteste Technik und wird industriell weit verbreitet eingesetzt. EBL ist in vielen Spezialanwendungen zu finden. Die Ionenstrahlolithografie ist noch eine Nischentechnologie mit viel Potential. Die Interferenzlithografie ist die Technik, die in der Prozessortechnologie derzeit Strukturgrößen von 14 nm in Massenproduktion zulässt (Intel Core Prozessoren) [149] und durch den Einsatz von extrem-Ultraviolett-Lichtquellen oder weicher Röntgenstrahlung das Potential zu sub-10 nm Strukturen hat.



Tabelle 1: Lithographie-Techniken und deren erreichbare Auflösung.\* Theoretischer Wert.

Lithografie-Technik	Strukturgröße
Fotolithographie	> 0,5 $\mu\text{m}$ [150]
Elektronenstrahlithographie (EBL)	$\sim 10$ nm [151]
Ionenstrahlithographie	< 1 nm* [152]
Interferenzlithographie (EUV und Röntgen)	$\sim 7$ nm [148]

## 2.5 Materialkonzept

Neben dem Protagonisten dieser Arbeit AlN sind die Substratwerkstoffe von entscheidender Bedeutung für das SAW-Bauteil. Im Zusammenhang mit den hier untersuchten PSAWs sind die mechanischen Konstanten der Substratmaterialien wichtiger für die Ausbreitung der mechanischen Wellen als die der Piezoschicht. Daher sollen in diesem Abschnitt kurz die verwendeten Substratmaterialien vorgestellt werden.

### 2.5.1 CVD-Diamant

Um die erreichbaren Frequenzen bei gleichbleibender IDT-Strukturgröße zu maximieren, liegt es nahe den Werkstoff zu verwenden, der die höchsten Wellenausbreitungsgeschwindigkeiten aller bekannten Werkstoffe aufweist. Diamant ist der wohl bekannteste Edelstein, nicht zuletzt wegen seiner außergewöhnlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften [153-155]. Insbesondere die mechanischen Konstanten, z. B.  $c_{11}$  und  $c_{44}$  haben die höchsten Werte aller bekannten Werkstoffe, was nach (2-17) und (2-18) letztendlich auch der Grund für die höchste Phasengeschwindigkeit ist (siehe Abschnitt 2.3).

Die Nutzung von Diamant in industriellen Anwendungen ist aber stark eingeschränkt, da die Verfügbarkeit natürlich vorkommender Diamanten sehr gering ist [153]. Die Herstellung künstlicher, einkristalliner Diamanten unter hohem Druck und Temperatur (HPHT) ist mittlerweile großtechnisch möglich und kann Diamanten in großen Stückzahlen zu Verfügung stellen [153, 156]. Diese Diamanten sind aber nach wie vor zu teuer und zu klein (< 1 mm), was sie ungeeignet macht für die Verwendung in elektronischen- oder Sensor-Bauteilen. Nicht unerwähnt soll die kürzlich, erfolgreiche Synthese von 10 - 12 mm durchmessenden, hochreinen (Typ IIa) Diamanten mittels HPHT bleiben [157], wobei die Kostenfrage weiterhin ungelöst bleibt und auch die Frage der Einbettung in eine Si-dominierte Halbleitertechnik.

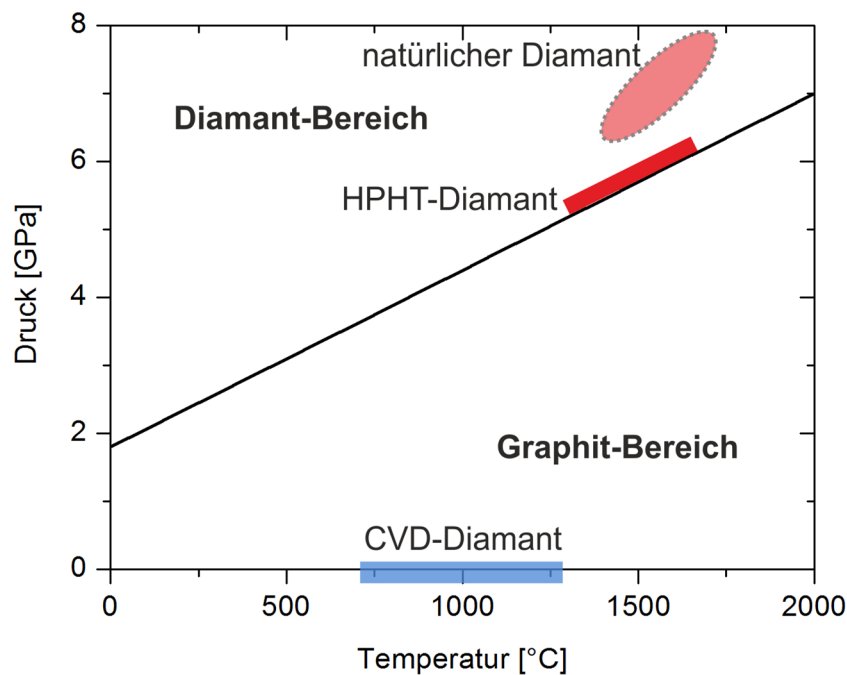


Abbildung 2.7: Phasendiagramm des Graphits mit den Druck- und Temperaturbereichen der natürlichen und künstlichen Diamantsynthese, nach [155].

Ein weiterer Weg zur Synthese von Diamant geht über die Herstellung im Niederdruckbereich in Form von Diamantbeschichtungen. Das Graphit-Phasendiagramm in Abbildung 2.7 zeigt den Temperatur- und Druckbereich, der für die Synthese von Diamant benötigt wird. Das wichtigste Herstellungsverfahren für die Abscheidung von Diamantschichten ist die Mikrowellen-Plasma CVD (MWCVD) [158]. Diese Technik ist vergleichsweise preiswert und die Ausgangsstoffe (Präkursoren) denkbar einfach: Methan ( $\text{CH}_4$ ) und Wasserstoff ( $\text{H}_2$ ). Dabei ist  $\text{CH}_4$  das Kohlenstoffträgergas und wird mit 0,1 – 10 % in  $\text{H}_2$  beigemischt.  $\text{H}_2$  ist dabei entscheidend für das Wachstum der Diamantschicht, da es zum einen für die Dissoziation des  $\text{CH}_4$  in der Gasphase und auf der Wachstumsfront verantwortlich ist. Zum anderen ist atomarer Wasserstoff im Plasma vorhanden, der  $\text{sp}$  und  $\text{sp}^2$  Kohlenstoffbindungen sehr effektiv wegätzt, sodass das Wachstum von graphitischen Bindungen unterbunden wird. Der atomare Wasserstoff trägt damit entscheidend zur kristallinen Qualität der Diamantschicht bei [159].

Damit der oben beschriebene Mechanismus auf verschiedenen Substratmaterialien greifen kann, muss eine ausreichend hohe Dichte an Diamant Keimen auf dem Substrat vorhanden sein. Dazu kann das Substrat durch Impfen mittels Diamantkörnern aktiv bekeimt werden (seeding), oder mittels Bias unterstützter Keimbildung (BEN, engl. Bias enhanced nucleation) eine ausreichend hohe Keimdichte erreicht werden. Einen detaillierten Einblick in

verwendeten Anlagentechnik und Methoden, die in der vorliegenden Arbeit verwendet wurden, liefert Zhuang [160].

Im Zusammenhang mit Abschnitt 2.3.1 soll im Folgenden kurz auf die wichtigsten Voraussetzungen eingegangen werden, die die Diamantschichten erfüllen müssen, um als Substratmaterial für die piezoelektrischen AlN-Schichten zu fungieren. Wichtigster Einflussfaktor ist die Oberflächenrauheit des Substrates. Ist das Schicht-Substrat-Interface rau, wird auch die Schichtoberfläche rau. Beide Rauheiten werden für eine erhöhte Streuung der Körperschallwellen sorgen, die mit der Frequenz zunimmt. Die Diamantschichten müssen daher möglichst glatt sein. Ein Blick in Abbildung 2.4 macht deutlich, dass die Mittenrauheit möglichst unterhalb 10 nm liegen muss, um größere Streuungen zu vermeiden, da die Rauheit nach (2-21) quadratisch in die Streuverluste eingeht. Gleichung (2-21) legt ebenfalls nahe, dass die Verluste linear mit der Frequenz ansteigen und würden dann bei 10 nm Mittenrauheit im Si-Beispiel der Abbildung 2.4 bei wenigen Prozent liegen (1,5 %, bei  $f = 2$  GHz).

Die Frage zum Einfluss der Korngröße auf eine Körperschallwelle im angestrebten GHz-Bereich ist ebenfalls kritisch im Zusammenhang mit Diamantschichten, da die Korngrößen durchaus im Bereich der Wellenlängen liegen können [160]. Abbildung 2.3 legt hier nahe, dass die Korngrößen möglichst weit unterhalb der Wellenlänge liegen müssen, um Streuungen zu vermeiden.

Weitere Anforderungen an die Diamantschicht sind, neben möglichst vollständiger Abwesenheit von Verunreinigungen, eine möglichst geringe Anisotropie also auch keine präferierte Orientierung und es dürfen keine Schwankungen der Dichte auftreten [126].

Dieses oben beschriebene Anwendungsprofil lässt sich durch die Verwendung von nanokristallinen- und ultrananokristallinen Diamantschichten (NCD bzw. UNCD) erfüllen. Von NCD wird in der Literatur gesprochen wenn die Korngröße unterhalb von 100 nm und von UNCD, wenn sie unterhalb von 10 nm liegt [161]. Letzteres kann durch die Substitution von  $H_2$  in Ar erreicht werden bei relativ hohen Prozessdrücken ( $p_1 \sim 200$  hPa) [161-163]. Bei sehr kleinen Korngrößen steigt allerdings der Anteil an  $sp$ - und  $sp^2$ -hybridisiertem Kohlenstoff in der Schicht, was inakzeptabel für die Verwendung der Schichten als SAW-Bauteil ist [164]. Der Kompromiss liegt bei Korngrößen von einigen 10 nm. Damit steigt aber auch die Oberflächenrauheit, die eine Funktion der Korngröße ist. Hinzu kommt, dass die Korngröße durch Keim-Neubildung bei steigender Schichtdicke wiederum zunimmt [164]. Daher ist es ggf. nötig die Diamantschichten zu polieren. Das Polieren von einkristallinem Diamant ist ein Jahrhunderte altes Handwerk. Die klassischen Methoden des mechanischen Polierens sind aber für industrielle Massenproduktion nicht geeignet da sie zeitaufwändig und damit teuer sind.

Aktuelle geeignete Methoden für das polieren polykristalliner Diamantschichten sind das Thermo-Mechanische-, Chemo-Mechanische-Polieren und das Polieren mittels Ionenstrahl-Ätzen [165]. Eine relativ neue Technik ist das abrasionsfreie Verfahren mittels katalytisch wirkender Metallplatte (Fe), die durch Reibhitze einen thermo-chemischen Materialabtrag verursacht [166]. Mithilfe solcher Polierverfahren kann die Oberflächenrauheit von Diamantschichten auf wenige Nanometer reduziert werden.

### 2.5.2 Silizium und Saphir

Um den Parametereinfluss auf den Beschichtungsprozess aufzuklären werden umfangreiche Beschichtungsserien auf Si-Wafern durchgeführt. Die einkristallinen Si-Scheiben bieten für die nachfolgende Charakterisierung der Schichten unschlagbare Vorteile. Wichtigster Vorteil ist der vollständige Datensatz, der für Si zu Verfügung steht. Da bei der Schichtcharakterisierung immer ein Substrateinfluss mitgemessen wird, ist es möglich diesen Einfluss relativ einfach zu identifizieren und in die Analyse mit aufzunehmen bzw. „heraus zu rechnen“. Daneben ist das Material kommerziell verfügbar und in unterschiedlichen kristallographischen Orientierungen und Dotierungen erhältlich. Die Rauheit bei polierten Si-Wafern liegt auf der atomaren Skala bei  $R_a < 1$  nm.

Um die optischen Eigenschaften der AlN-Schicht zu charakterisieren wurden Saphir Wafer verwendet. Diese einkristallinen  $Al_2O_3$ -Scheiben haben im Prinzip die gleichen Vorteile wie die Si-Wafer. Entscheidender Unterschied ist, dass es sich nicht um ein halbleitendes Material handelt. Für die Messungen des Brechungsindex und des Absorptionskoeffizienten der AlN-Schicht ist die hohe optische Transparenz in einem weiten Bereich (150 – 5500 nm) von besonderer Bedeutung. Die wichtigsten Eigenschaften der Substratmaterialien sind in Tabelle 2 zusammengefasst. In beiden Fällen, Si oder  $Al_2O_3$ , wird der Wafer in 10 x 10 bis 20 x 20 mm<sup>2</sup> große Stücke geschnitten bevor diese dann beschichtet werden.

*Tabelle 2: Die wichtigsten Eigenschaften der verwendeten Substrate. \*SSP-single side polish, DSP-double side polish*

Werkstoff	Orientierung	Durchmesser/ Dicke	Dotierung	spez. Widerstand	Oberfläche
Silizium (Si)	(111)	100 mm/525 $\mu$ m	p (Bohr)	1-10 $\Omega$ cm <sup>-1</sup>	SSP*
Saphir ( $Al_2O_3$ )	(001)	50,8 mm/400 $\mu$ m	--	10 <sup>16</sup> $\Omega$ cm <sup>-1</sup>	DSP*

## 3 Experimentelle Methoden

### 3.1 Beschichtung

#### 3.1.1 Konzeptionierung und Umbau der Beschichtungsanlage

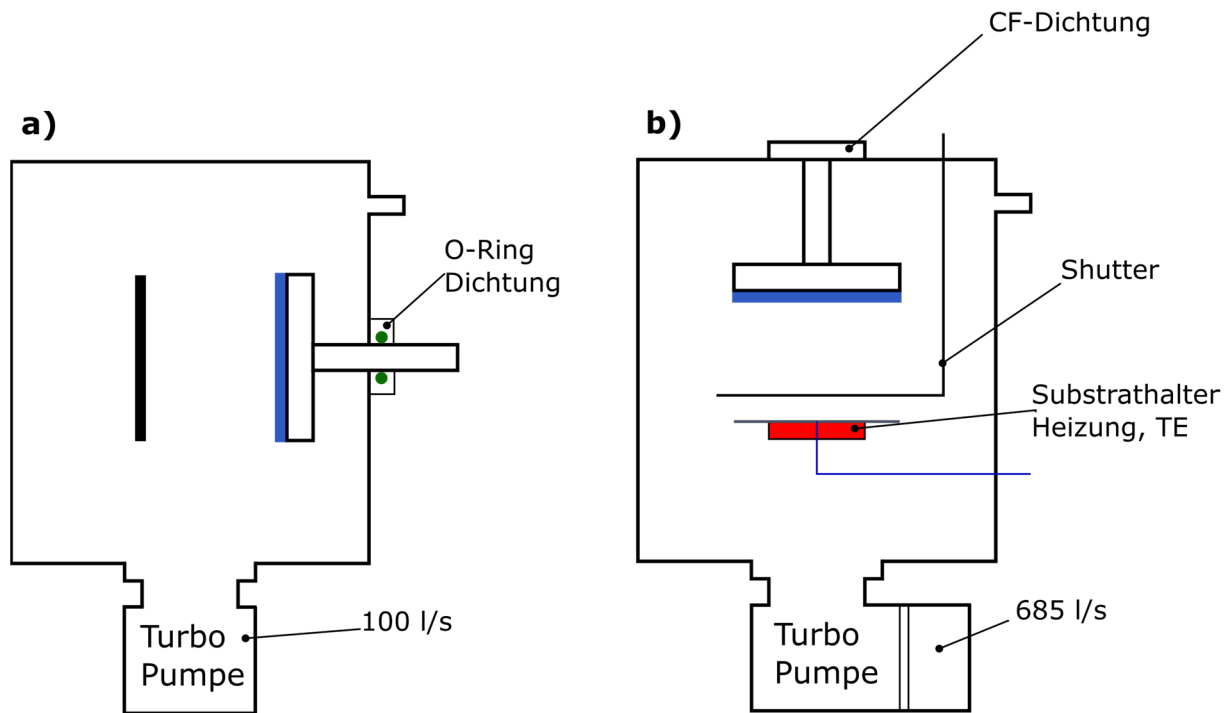


Abbildung 3.1.: Schematische Darstellung der Beschichtungsanlage in der a) ursprünglichen Anlagendesign und der b) für diese Arbeit modifizierten Konfiguration.

Die in der vorliegenden Arbeit verwendete Beschichtungsanlage basiert auf einer am Fraunhofer Institut für Schicht und Oberflächentechnik (IST) in Braunschweig konzeptionierten Forschungsanlage. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit musste diese Anlage nahezu vollständig rekonzeptioniert und entsprechend umgebaut werden. In diesem Abschnitt werden die umfangreichen Umbaumaßnahmen kurz dargestellt, bevor im folgenden Abschnitt auf das aktuelle Beschichtungswerkzeug eingegangen wird.

In Abbildung 3.1 a) ist die ehemalige Konfiguration des Beschichtungswerkzeugs dargestellt. Für die vorliegende Arbeit von großem Nachteil sind die vertikale Anordnung des Substrattisches, das Fehlen eines Kathoden- bzw. Substratshutters, die nicht vorhandene Substratheizung, und, wie in Abschnitt 4.1.1 diskutiert wird, der Gesamtzustand des Rezipienten, der kein ausreichend hohes Vakuum zulässt. Die Umgestaltung der Anlage ist in Abbildung 3.1 b) dargestellt. Zunächst wurde ein neuer Substrathalter entwickelt und gefertigt. Im Gegensatz zum alten Design, das ein Festklemmen der Substrate nötig machte, da es für

die vertikale Beschichtung ausgelegt war, ist es nun möglich, die Substrate in einfacher Weise auf den Probenstisch zu legen. Das macht den Probenwechsel nicht nur einfacher, sondern verhindert auch ein Verschmutzen der Substrate während der Montage, da das Hantieren innerhalb des Rezipienten durch den kleinen Zugang schwierig ist. Das top-down Sputtern (von oben nach unten) hat aber weitere Vorteile. Zum einen wird das Substrat nicht mehr durch die Klemme abgedeckt. Zum anderen bildet sich um die Klemme herum ein elektrisches Feld bei Beschuss mit Plasmaelektronen / -ionen oder bei der Verwendung einer Biasspannung. Das entstehende Störfeld führt zur inhomogenen Beschichtung um die Klammer herum. Der neue Substrathalter ist nun mit einer resistiven Heizplatte und einem Thermoelement zur Kontrolle der Substrattemperatur ausgestattet. Weiterhin wurde dieser so ausgelegt, dass das Substrat während des Beschichtungsvorganges vor der Beschichtungsquelle rotiert werden kann. Eine Rotation soll die Schichtdickenhomogenität erhöhen, wurde aber später nicht für die piezoelektrischen AlN-Schichten eingesetzt, da die Bewegung einem kontrollierten, gerichteten Kornwachstum entgegensteht. Eine entscheidende Umbaumaßnahme betraf die Beschichtungsquelle. Die Magnetron Kathode im alten System war mit einer Elastomerdichtung an einer verstellbaren Stange versehen (siehe Abbildung 3.1 a)). Dies erlaubte das Verstellen des Abstandes der Kathode zum Substrat, begrenzte aber den erreichbaren Basisdruck im Rezipienten auf  $5 \times 10^{-5}$  hPa. Die Kathode, inklusive Durchführungen wurde daher gegen eine UHV-Kathode mit entsprechenden Metalldichtungen (Conflat, CF) ausgetauscht. In diesem Zusammenhang wurde der fehlende Shutter zwischen Beschichtungsquelle und Substrat ergänzt. Abschließend wurde das komplette Pumpensystem erneuert und mit einer neuen Turbomolekularpumpe (HiPace® 700, Fa. Pfeiffer Vacuum) in Kombination mit einer Drehschieberpumpe (Penta 20, Fa. Pfeiffer Vacuum), ausgestattet. Wichtig in diesem Zusammenhang ist die Installation einer Zeolithfalle, die das Rückströmen von Kohlenwasserstoffen vom Hochdruckbereich der Drehschieberpumpe in den Hochvakuumbereich des Rezipienten verhindert. Zum Abschluss der Maßnahmen wurde noch ein System zum Ausheizen des Rezipienten bis auf Temperaturen von  $300^{\circ}\text{C}$  installiert, das in Abbildung 3.1 nicht dargestellt ist. Um die Kohlenwasserstoffe zu entfernen, musste der Rezipient einmalig über zwei Tage bei  $250^{\circ}\text{C}$  ausgeheizt werden. Nach vollständigem Umbau wird ein Basisdruck unterhalb des Druckbereichs des UHV-Sensors (Kaltkathode) von  $p_0 < 1 \times 10^{-7}$  hPa erreicht.

### 3.1.2 Das Beschichtungswerkzeug

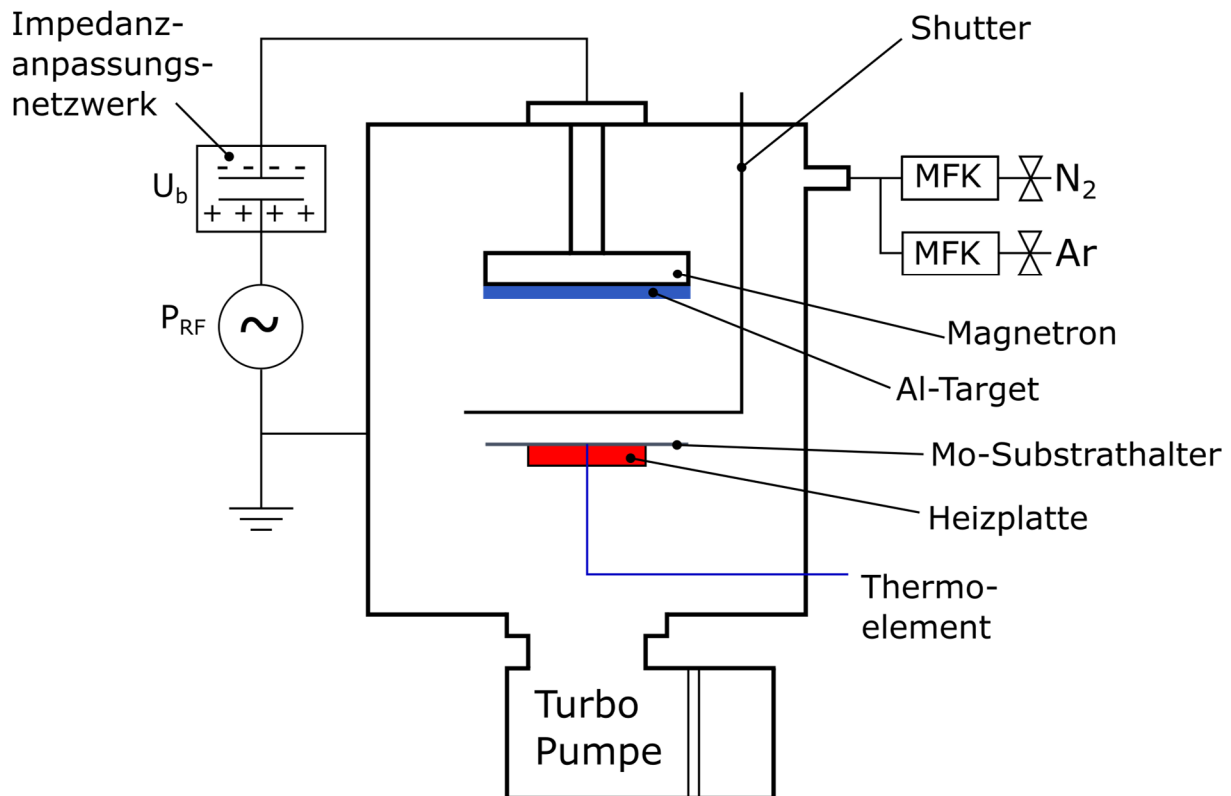


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der in dieser Arbeit verwendeten RF-Magnetron Sputteranlage.

Die in dieser Arbeit hergestellten AlN-Schichten wurden mittels Radiofrequenz-Magnetron-Sputtern (RFMS) hergestellt. Das hierfür verwendete Beschichtungswerkzeug ist in Abbildung 3.2 schematisch dargestellt. In der zylindrischen Vakuumkammer (Rezipient) befinden sich die Sputter-Kathode, auch oft als Magnetron bezeichnet (ION'X-4“ UHV, Fa. Thin Film Consulting) und der Substrathalter, die sich in einem Abstand von 8 cm zueinander befinden. Zwischen Kathode und Substrathalter ist eine Blende (Shutter) installiert, um das Substrat, während des Freisputterns (presputtern) der Kathode abdecken zu können. Innerhalb der Kathode, direkt hinter dem Target, befinden sich Permanentmagnete, die ein Magnetron bilden. Die Verwendung eines Magnetrons zur Erhöhung der Plasmadichte und damit letztendlich zur Erhöhung der Beschichtungsrate ist sowohl in der Forschung als auch bei industriellen Anwendungen weit verbreitet [30]. Die wassergekühlte Kathode ist über ein Impedanz-Anpassungsnetzwerk (ATX-600, Fa. Advanced Energy) [167] an eine RF-Spannungsquelle (RFX-600, Fa. Advanced Energy) angeschlossen. Die Substrate werden auf eine Molybdänplatte gelegt unter der sich eine Heizplatte befindet, die Substrattemperatur von

bis zu 800°C zulässt. Die Temperatur wird unterhalb der Molybdänplatte mittels Thermoelement (Typ K, Ni-Cr / Ni-Al) gemessen. Der Substrathalter befindet sich auf Erdpotential, es werden bei allen Beschichtungen keine Biasspannungen verwendet. Der Rezipient wird mittels Turbomolekularpumpe (HiPace® 700, Fa. Pfeiffer Vacuum) auf ein Basisvakuum von mindestens  $1,0 \times 10^{-7}$  hPa evakuiert. Um einen solch niedrigen Druck in möglichst kurzer Zeit zu erreichen, ist es nötig den Rezipienten unter hohem Vakuum auszuheizen. Der Rezipient ist daher mit Heizbändern umwickelt, um dieses Ausheizen vor dem eigentlichen Beschichtungsprozess durchzuführen. Die Prozessgase N<sub>2</sub> und Ar, die für die Abscheidung der Schichten zum Einsatz kommen, haben beide eine Reinheitsklasse von 5.0 (99,999 %). Die Gase werden über Massenflussregler (1179B, Fa. MKS) in die Kammer geleitet. Das verwendete Targetmaterial ist hochreines, schmelzmetallurgisch hergestelltes Aluminium mit einer Reinheit von 99,999 %. Grundlageninformationen zur physikalischen Gasphasenabscheidung (PVD) und dem Sputtern im speziellen liefert z. B. Mahan [30].

Im Rahmen dieser Arbeit wird nanokristalliner Diamant (NCD) mit AlN beschichtet. Die Herstellung des NCD geschieht mittels Mikrowellen Plasma unterstützter chemischer Gasphasenabscheidung (MWCVD – engl. microwave plasma enhanced chemical vapour deposition). Eine knappe Beschreibung des Verfahrens und des Vorgehens befinden sich in Abschnitt 4.4.1. Die verwendete Anlage und damit verbundenen Techniken sind bei Zhuang [160] ausführlich darstellt.

### 3.1.3 Vorgehen

Das Substratmaterial zur Herstellung und Charakterisierung der Schichten sind (111)-Si-Wafer. Neben Silizium wird Saphir (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) in (001)-Orientierung verwendet. Alle Substratmaterialien werden vor der Beschichtung in einem Aceton Ultraschallbad für 15 Minuten gereinigt und mit destilliertem Wasser abgespült. Danach werden sie mit Stickstoff (Reinheitsklasse 5.0) abgeblasen und getrocknet. Si-Wafer besitzen eine natürliche Oxidschicht von einigen Nanometern Dicke. Um den Effekt dieser nativen SiO<sub>2</sub>-Schicht zu untersuchen, wurde diese mittels gepufferter Fluorwasserstoffsäure (BHF – engl. buffered hydrofluoric acid) entfernt. Die zugrunde liegende Reaktion ist  $SiO_2 + 6HF \rightarrow H_2SiF_6 + H_2O$ , wobei H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> wasserlöslich ist. Es wird folgendes Mischungsverhältnis verwendet: 6 Teile NH<sub>4</sub>F (40 %) auf 1 Teil HF (49 %). Um ca. 300 ml Lösung anzusetzen kann z. B. 111 g NH<sub>4</sub>F (98 %) in 161 ml H<sub>2</sub>O gelöst werden und 28 ml HF (49 %) zugegeben werden. Der Vorteil der gepufferten Fluorwasserstoffsäure gegenüber ungepufferter liegt in der konstanten, niedrigeren Ätzrate. Bei der hier verwendeten BHF liegt die Ätzrate bei Raumtemperatur bei ca. 100 nm / min.



Die vorbereiteten Proben werden auf den Probenhalter gelegt und mittig ausgerichtet. Die Positionierung der Probe auf dem Probenhalter spielt eine nicht zu vernachlässigende Rolle für die aufwachsende Schicht: Zum einen wachsen die Schichten mit einem Dickengradienten auf. Dies liegt an der radial inhomogenen Plasmadichtenverteilung des Magnetrons [30]. Zum anderen wachsen die einzelnen Schichtkörner schräg zur Substratoberfläche auf, beschichtet man im Randbereich des Magnetronplasmas. Es ist also darauf zu achten, dass die Substrate immer an derselben Position liegen.

Die Kammer wird nun geschlossen, das Vorvakuumventil geöffnet und mittels Drehschieberpumpe auf einen Vordruck von mindestens  $3 \times 10^{-3}$  hPa evakuiert. Nach Erreichen des Vordrucks wird das Vorvakuumventil geschlossen und das Schiebeventil zur Turbopumpe geöffnet. Die Turbopumpe wird eingeschaltet und gleichzeitig die Substratheizung auf die gewünschte Temperatur hochgeregelt.

Wassermoleküle, die durch Öffnen der Kammer beim Probenwechsel unvermeidlich in die Kammer gelangen, binden durch ihren Dipolcharakter mittels Van-der-Waals Kräften relativ stark an die Kammerwände. Wird die Kammer evakuiert desorbieren die Wassermoleküle nur sehr langsam und der benötigte Basisdruck wird nur langsam erreicht. Durch Erhitzen der Kammerwand wird der Desorptionsprozess deutlich beschleunigt und der Basisdruck kann schneller erreicht werden. Der entscheidende Grund für ein Ausheizen der Kammer vor jedem Beschichtungsprozess ist aber nicht etwa die Zeitersparnis, sondern vielmehr das Wassermolekül selbst. Ist nämlich während der Beschichtung Wasser in der Kammer vorhanden, werden Sauerstoffverunreinigungen in den Schichten gefunden. Daher ist das Ausheizen der Kammer entscheidend für die Schichtqualität. Während des Ausheizens wird die Substrattemperatur auf die gewünschte Beschichtungstemperatur eingestellt. Auch bei den Versuchen bei Raumtemperatur wird während des Ausheizprozesses die Substrattemperatur auf

*Tabelle 3: Parameterbereich zur Herstellung der AlN-Schichten mittel RF-Magnetron Sputtern.*

<b>Parameter</b>	<b>Wertebereich</b>	<b>Einheit</b>
RF-Leistung	100 – 500	W
Plasmaenergiedichte	1,3 – 6,4	W / cm <sup>2</sup>
Substrattemperatur	RT – 700	°C
Prozessdruck	$2 \times 10^{-3} - 4,4 \times 10^{-2}$	hPa
Prozessgasgemisch	30:70 – 0:100	sccm Ar:N <sub>2</sub>
Target-Substrat-Abstand	8	cm

100°C angehoben, um ein Adsorbieren von Gasen und insbesondere von Wasser zu reduzieren. Vor jeder Beschichtung wird ein Presputtern bei geschlossenem Shutter mit Ar für mindestens 30 Minuten und mit Prozessgasgemisch ( $N_2 / N_2 + Ar$ ) für weitere 15 Minuten durchgeführt. Das Presputtern mit Argon geschieht bei einer Flussrate von  $Q_{Ar} = 100$  sccm. Das Presputtern mit Prozessgasgemisch geschieht mit einer Gesamtflussrate von  $Q_g = 100$  sccm und dem entsprechend eingestellten Verhältnis von  $N_2$  zu Ar. Gerade bei der Verwendung von hochreinem Aluminium (Targetmaterial) ist dieser lange Presputter-Prozessschritt wichtig. Durch das Öffnen der Kammer gelangt nicht nur, wie bereits beschrieben Wasser, sondern auch Sauerstoff aus der Umgebungsluft in die Kammer. Da Al eine hohe Affinität zu Sauerstoff besitzt, bildet sich augenblicklich eine dünne oxydische Schicht auf dem Targetmaterial. Diese Oxidschicht muss vor der eigentlichen Beschichtung durch diesen Presputterprozessschritt entfernt werden. Die 15-minütige Presputterphase mit Prozessgasgemisch dient dazu, ein Gleichgewichtszustand zu erreichen, damit nach Öffnen des Shutters alle Parameter konstant bleiben. Dies setzt allerdings voraus, dass ab diesem letzten Presputterschritt alle Parameter für die Beschichtung erreicht worden sein müssen. Die eigentliche Beschichtung schließt sich dem Presputtern an und wird bei konstanten Parametern durchgeführt. Der Parameterbereich, der im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, ist in Tabelle 3 zusammengefasst.

Nach Ablauf der Beschichtungszeit wird die RF-Spannung ausgeschaltet. Nun wird das Schiebeventil zur Turbopumpe geschlossen und der Druck erhöht sich in den Bereich von 1 hPa. Erst danach wird der Prozessgasfluss unterbrochen. Die Substrateheizung wird oberhalb einer Temperatur von 150°C stufenweise heruntergeregelt. Ab 150°C wird die Stromzufuhr komplett ausgeschaltet. Die Proben werden in Reinraum-Wischtücher (Kimtech-Pure, Fa. Kimberly-Clark) eingefaltet und in PE-Probenbehälter aufbewahrt.

## 3.2 Materialcharakterisierung

Zur Beurteilung der Schichteigenschaften werden unterschiedliche Methoden zur Werkstoffcharakterisierung eingesetzt. Die Messungen geben nach der Schichtherstellung Aufschluss über die Wirkung der einzelnen Parametervariationen und sind somit eng mit der eigentlichen Herstellung der Schichten verknüpft. Die in dieser Arbeit verwendeten Verfahren zur Schichtcharakterisierung werden im Folgenden kurz vorgestellt.

### 3.2.1 Visuelle und lichtmikroskopische Untersuchung

Nach dem Fluten des Rezipienten mit Stickstoff werden die Proben aus der Beschichtungskammer herausgenommen, in Probenbehälter gelegt und dieser dann verschlossen. Eine erste Untersuchung der hergestellten Schichten mit dem bloßen Auge oder

dem Lichtmikroskop gibt bereits Hinweise auf deren Qualität. Die Farbe und die Art der Oberflächenreflexion der Schicht geben Hinweise auf Dicke, Homogenität und Werkstoffreinheit bzw. deren Rauheit.

### 3.2.2 Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie

Das Standardverfahren zur Beurteilung der Schichtqualität bildet die Rasterelektronenmikroskopie (REM). Verwendet wird ein hochauflösendes Feld-Emission-Rasterelektronenmikroskop *Ultra 55* der Firma *Zeiss*. Bei dieser Technik wird ein fokussierter Elektronenstrahl über die Probe gerastert. Die durch diesen Elektronenbeschuss emittierten Sekundärelektronen werden zur Bildgebung genutzt [168]. Da die hier untersuchten Schichten nicht leitend bzw. halbleitend mit einer Bandlücke von 6,2 eV sind, sind hochauflösende Strukturuntersuchungen nur bei relativ niedrigen Beschleunigungsspannungen oder durch Beschichten der Probe mit einer wenige Nanometer dicken Goldschicht möglich. Die sonst auftretende Aufladung der Probe führt zur Verschlechterung der Auflösung.

Bei den untersuchten AlN- und Diamantschichten werden Beschleunigungsspannungen im Bereich von 1 – 5 keV verwendet. Treffen diese Primärelektronen auf Materie bzw. auf die Probe, werden nicht nur, wie oben beschriebenen, Sekundärelektronen frei, sondern auch Röntgenstrahlung. Diese für das emittierende Material charakteristische Röntgenstrahlung wird mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX, engl. energy dispersive x-ray spectroscopy) zur Aufklärung der in der Probe vorhandenen Elemente und deren Verteilung genutzt [168]. Bei den AlN-Schichten ist vor allen anderen Verunreinigungen Sauerstoff die kritischste und kann mit Hilfe der EDX-Messung untersucht werden.

### 3.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Für die hochauflösende Strukturaufklärung der Schichten, die in dieser Arbeit untersucht wurden, bietet die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) unverzichtbare Einblicke. Für die sichere Interpretation der Ergebnisse der anderen Charakterisierungsmethoden, die einen relativ großen Bereich der zu untersuchenden Schichten beleuchten, bietet die TEM wichtige, komplementäre Einblicke auf der Nanoskala. Im Zusammenhang mit der in einem TEM durchführbaren Elektronenbeugung (SAED, engl. selected area electron diffraction), können aufschlussreiche Informationen zu Schichtmorphologie, Korngröße, -grenze und -textur sowie zum Grenzflächenaufbau zwischen Substratoberfläche und Schicht gewonnen werden. Das in dieser Arbeit verwendete TEM ist ein CM200-FEG-UT der Firma Philips.

Die Probenpräparation für eine TEM-Untersuchung ist aufwendig und erfordert ein hohes Maß an Ausdauer und Knowhow. Für die Herstellung eines Querschnitts muss die Probe

auf wenige 10-100 nm ausgedünnt werden. Hierzu werden dünne Lamellen aus einer Probe sowohl durch eine Kombination aus Schleifen und Ionendünnung als auch mittels fokussiertem Ionenstrahl in einem Focused-Ion-Beam-Mikroskop (FIB) hergestellt. Zum Herausheben der Schichtlamellen wird die AlN-Schicht mit wenige Nanometer dickem Platin (Pt) beschichtet.

### 3.2.4 Röntgenfeinstrukturanalyse

Die Röntgenfeinstrukturanalyse, Röntgenbeugung oder Röntgendiffraktometrie (XRD, engl. X-ray diffraction) wird in dieser Arbeit verwendet, um die mikrostrukturelle Charakterisierung, Phasenanalyse und die Orientierung der Schichtkristalle zu untersuchen. Die Beugungsuntersuchungen werden an verschiedenen Systemen durchgeführt (Seifert XRD3000PTS, Phips X'Pert). Die Messungen werden sowohl symmetrisch ( $\theta$ - $2\theta$ ) als auch asymmetrisch ( $\omega$ - $2\theta$ ) durchgeführt, wobei die Röntgenquelle fest sitzt und sowohl die Probe als auch der Detektor mit dem Winkel  $\theta$  bzw.  $2\theta$  rotieren. Für die Messungen an dünnen Schichten wird mit streifendem Einfallswinkel gearbeitet und ausschließlich der Detektor entlang  $2\theta$  bewegt. Der Einfallswinkel zwischen Probe und Röntgenquelle wird auf einen festen Winkel  $\alpha$  eingestellt. Wird der Detektor auf die Position des doppelten Bragg-Winkels ( $2\theta$ ) einer Netzebene fest eingestellt und die Probe um ein Intervall  $\Delta\theta$  bewegt vom einfachen Bragg-Winkel ausgehend gekippt, können Rockingkurven aufgenommen werden. Durch die Intensität und Halbwertsbreite der Kurve kann die Gleichmäßigkeit der Kristallorientierungen in der Schicht orthogonal zur Substratoberfläche bewertet werden. Für Untersuchungen von Kristallorientierungen in der Schichtebene wird eine Euler-Wiege eingesetzt. Dieses Goniometer erweitert den Messaufbau um zwei weitere, einstellbare Winkel auf ein 4-Achsen-System. Die Probe kann um den Winkel  $\varphi$  gedreht und um den Winkel  $\chi$  gekippt werden (Abbildung 3.3). Die daraus entstehenden Ring oder Punktmuster werden Polfiguren genannt.

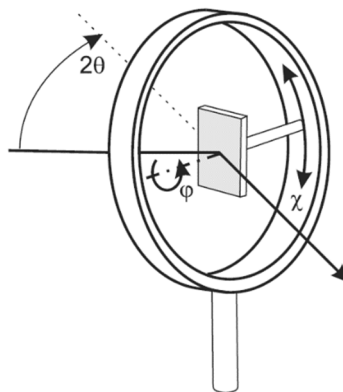


Abbildung 3.3: Goniometer zur Messung von Polfiguren [169].

Ein weiteres Verfahren, das zur Anwendung kommt ist das Debye-Scherrer-Verfahren. Hierbei wird die Probe ebenfalls mit streifendem Einfallswinkel beleuchtet. Den Detektor bildet bei diesem Verfahren aber eine Bildplatte und erlaubt somit eine zweidimensionale Darstellung der entstehenden Beugungsringe.

Für alle Untersuchungen wurde eine Cu-Anode eingesetzt. Im Falle der Untersuchungen mit dem Seifert XRD3000PTS sind  $K\alpha_1 = 1,5406 \text{ \AA}$  und  $K\alpha_2 = 1,54443 \text{ \AA}$  mit  $K\alpha_1 / K\alpha_2 = 0,5$  und  $K\beta$  gefiltert. Die hochauflösenden Untersuchungen verwenden ausschließlich  $K\alpha_1$ -Strahlung. Für die qualitative Untersuchung der Schichtorientierung werden die XRD-Spitzen-Höhen untereinander verglichen mit entsprechender Gewichtung aus Puderinformationen. Das zugrundeliegende Pulverdiffraktogramm mit den Informationen zur Gewichtung und Informationen der Braggpositionen findet sich im Anhang.

### 3.2.5 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Zur topographischen Charakterisierung der hergestellten Schichten werden die Oberflächenmorphologie und die Rauheit der hergestellten Schichten mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM, engl. Atomic Force Microscopy) untersucht. Das Rastersondenmikroskop XE-100 (PSIA jetzt Park Systems) wird hierfür im Nicht-Kontakt-Modus betrieben. Es kommen Standardspitzen ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) zum Einsatz mit einem üblichen Spitzenradius von 10 nm. Die Probenoberflächen werden an verschiedenen Stellen mit einer Fläche von  $0,75 \times 0,75 \mu\text{m}^2$  bis  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  bei einer Auflösung von  $128 \times 128 \text{ pixel}^2$  bis  $1024 \times 1024 \text{ pixel}^2$  gescannt. Aus diesen Oberflächenscans können dann der Mittenrauwert  $R_a$  und die quadratische Rauheit  $R_q$  der Probenoberfläche bestimmt werden.

### 3.2.6 Nanoindentierung

Für die Bestimmung der mechanischen Kennwerte wie E-Modul und Härte, werden Nanoindentierungen (TriboIndenter, Fa. Hysitron) an den Schichten in normaler Laboratmosphäre (Raumtemperatur ca.  $22^\circ\text{C}$  und –Feuchtigkeit ca. 40%) durchgeführt. Der Eindringkörper ist eine dreiseitige, pyramidale Diamantspitze vom Berkovich-Typ mit einem Spitzenradius von ca. 100 nm. Die Flächenfunktion des Eindringkörpers wird vor und nach der Messung durch ein Standardverfahren kalibriert, indem bei unterschiedlichen Lasten Eindrücke in ein Quarzglas mit bekannten mechanischen Kennwerten durchgeführt werden. Durch das wiederholte Kalibrierungsverfahren während einer Serie von Messungen können mögliche Änderungen der Spitzengeometrie des Eindringkörpers erfasst werden. Alle Messungen werden in einem kraft gesteuerten Modus durchgeführt, bei dem die Normalkraft über eine definierte Kraft-Zeit-Funktion programmgesteuert aufgebracht und die resultierende Eindringtiefe

kontinuierlich aufgezeichnet wird. Die Kraft-Zeit-Funktion wird mit einer Steigung von  $250 \mu\text{N} / \text{s}$  bei Be- und Entlastung eingestellt, wobei dazwischen eine Verweilzeit von 10 s bei maximaler Last eingestellt wird, um den Einfluss des Fließens des Werkstoffes zu reduzieren [170].

Jede Probe wird an drei Punkten untersucht. An jedem dieser Punkte werden 100 Einzelmessungen in einem  $10 \times 10$  Raster mit einem Zeilen- und Spaltenabstand von jeweils  $20 \mu\text{m}$  durchgeführt. Die Maximalkraft  $F_{\text{max}}$  wird während der 50 Einzelmessungen von 0,1 mN bis auf maximal 10 mN schrittweise, pro Messpunkt erhöht. Bei sehr dünnen Schichten ( $<300 \text{ nm}$ ) muss die Höchstlast herabgesetzt werden, da die Messspitze zu weit in die Schicht eindringt und Substrateffekte die Messung verfälschen [171]. Die Messergebnisse werden schließlich mit Hilfe der von Oliver und Pharr vorgeschlagenen Methoden ausgewertet [172, 173], deren wichtigste Zusammenhänge im Folgenden kurz wiedergegeben werden.

Die Härte  $H$  ist gegeben durch

$$H = \frac{F_{\text{max}}}{A}, \quad (3-1)$$

wobei  $F_{\text{max}}$  die Maximalkraft (s.o.) und  $A$  die projizierte Fläche des Eindrucks ist. Diese ist eine Funktion der Eindringtiefe (siehe eingefügtes Diagramm in Abbildung 4.17 a)) und wird mittels der Anfangsneigung der Entlastungskurve  $S = dF / dh$ , ermittelt. Hierbei ist  $S$  die Steifigkeit der Probe und  $h$  ist die Verschiebung bzw. Eindringtiefe. Die Steifigkeit der Probe kann als

$$S = \frac{dF}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (3-2)$$

beschrieben werden.  $E_r$  in (3-2) ist das reduzierte E-Modul, das gegeben ist durch

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}. \quad (3-3)$$

Hierbei sind  $\nu$  und  $\nu_i$  die Querkontraktionszahlen (Poisson-Zahlen) der Probe bzw. des Eindringkörpers und  $E$  und  $E_i$  die Elastizitätsmodule der Probe bzw. des Eindringkörpers. Abbildung 4.17 a) zeigt eine Kraft-Weg-Kurve einer AlN-Schicht, in der die wichtigsten Größen eingetragen sind.

### 3.2.7 Bestimmung der optischen Konstanten

Um die optischen Konstanten der AlN-Schichten zu bestimmen, werden Transmissionsmessungen an AlN-Schichten auf Saphir mit einem Spektrophotometer durchgeführt. Die Kennwerte werden mithilfe der auftretenden Interferenzmuster nach Swanepoel bestimmt [174]. Die wichtigsten Zusammenhänge werden im Folgenden kurz vorgestellt.

Ziel dieser Untersuchung ist die Ermittlung des komplexen Brechungsindex

$$\mathbf{n} = n - ik. \quad (3-4)$$

Hierbei ist  $n$  der Brechungsindex und  $k$  der Extinktionskoeffizient. Letzterer kann auch in Form des Absorptionskoeffizienten

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda}, \quad (3-5)$$

über die Wellenlänge  $\lambda$  ausgedrückt werden. Das  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat ist um einige Größenordnungen dicker als die aufgebrauchte  $\text{AlN}$ -Schicht und hat einen Absorptionskoeffizienten  $\alpha_s = 0$ . Damit kann der Brechungsindex  $s$  des unbeschichteten Substrates mit

$$s = \frac{1}{T_s} + \sqrt{\left(\frac{1}{T_s^2} - 1\right)} \quad (3-6)$$

bestimmt werden, wobei  $T_s$  die Transmission desselben ist. Voraussetzung für die Interferenzmuster ist eine Schicht ohne Dickengradient. Andernfalls ist die Transmissionskurve glatt und die vorliegende Methodik nicht anwendbar. Zeigt die Messung die wellenförmigen Interferenzmuster, wird die Einhüllende gebildet (siehe Abbildung 4.19). Diese liefert zu jedem, lokalen Maximum  $T_M$  das korrespondierende Minimum  $T_m$  und umgekehrt und der Brechungsindex  $n$  der Schicht kann bestimmt werden durch

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - s^2}}, \quad (3-7)$$

mit

$$N = 2s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{s^2 + 1}{2}. \quad (3-8)$$

Die Schichtdicke  $d$  kann nun anhand der Abstände zweier, benachbarter Maxima oder Minima  $M_1$  ( $\lambda_1, n_1$ ) und  $M_2$  ( $\lambda_2, n_2$ ) berechnet werden

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)}. \quad (3-9)$$

Da die Interferenzmuster immer bei einem ganzen Vielfachen  $m$  der Wellenlänge auftreten,

$$2nd = m\lambda, \quad (3-10)$$

wobei  $m$  eine ganze Zahl für ein Maximum und eine halbe Zahl für ein Minimum ist, kann die Dicke noch genauer durch eine lineare Approximation bestimmt werden.

Fehlt noch der Extinktionskoeffizient  $k$ : Dieser ergibt sich ebenfalls aus den Hüllkurven des Transmissionsspektrums. Bei den vorliegenden Auswertungen wurde die Einhüllende der

Maximalwerte  $T_M$  herangezogen. Es gilt

$$\alpha = -\frac{\ln x}{d}, \quad (3-11)$$

mit

$$x = \frac{E_M - \sqrt{E_M^2 - (n^2 - 1)^3(n^2 - s^4)}}{(n - 1)^3(n - s^2)}, \quad (3-12)$$

wobei

$$E_M = \frac{8n^2s}{T_M} - (n^2 - 1)(n^2 - s^2) \quad (3-13)$$

ist. Aus (3-5) und (3-11) folgt dann k.

### 3.2.8 Rasterultraschallmikroskopie

Um die mechanischen Eigenschaften der AlN-Schichten zu untersuchen und insbesondere die Wellenausbreitungsgeschwindigkeiten zu messen, wird die quantitative Rasterultraschallmikroskopie (SAM, engl. scanning acoustic microscopy) verwendet. Das SAM ist mit einem Breitband Transducer ausgestattet, dessen Frequenz bei allen Experimenten bei  $f = 1,2$  GHz liegt (PVA TePla Analytical systems GmbH, Westhausen). Die Signalerfassung erfolgt bei einer Auflösung von 10 bit und einer Abtastrate von 500 MHz. Als Kopplungsmedium kommt doppelt destilliertes Wasser bei einer Temperatur von  $22^\circ\text{C}$  zum Einsatz. Die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit in diesem Medium liegt bei  $V_K(T = 22^\circ\text{C}) = 1488$  m/s [175]. Da die Schallgeschwindigkeiten in Wasser stark

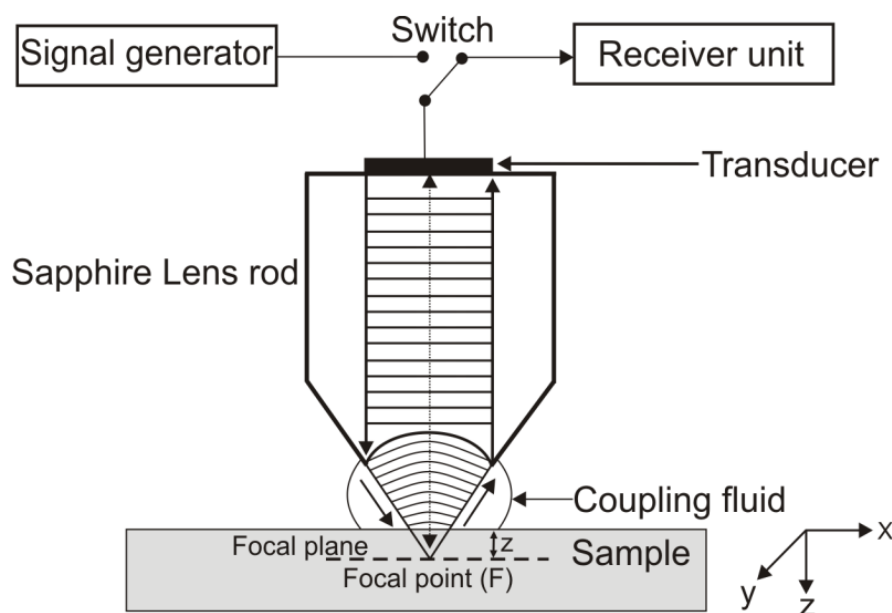


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Rasterultraschallmikroskopie.



temperaturabhängig sind, ist auf eine konstante Temperatur zu achten. Abbildung 3.4 zeigt den schematischen Aufbau des Experimentes. Ein ZnO-Transducer ist auf einem Saphirzylinder angebracht, der am anderen Ende eine konkave Fläche besitzt, die dann durch das Kopplungsmedium mit der Probe in Kontakt gebracht wird. Durch einen Signalgenerator wird ein Wechsellspannungs-Puls generiert, der durch den Transducer in dem Saphirzylinder in eine ebene Schallwelle umgewandelt wird (in der Abbildung durch parallel angeordnete Striche dargestellt). Diese setzt sich durch den Saphirzylinder fort, koppelt in die Koppelflüssigkeit ein und wird durch die konkave Linsenfläche auf einen Punkt fokussiert. Der Fokuspunkt der akustischen Linse hat eine laterale Ausdehnung von  $0,8 \mu\text{m}$  und ist anfangs auf die Probenoberfläche fokussiert. Durch schrittweises Anheben der Probe in z-Richtung verschiebt sich der Fokuspunkt bzw. die Fokusebene in die Probe hinein. Der Abstand von Fokusebene zur Oberfläche  $z$  wird von  $z = 0 \mu\text{m}$  (Probenoberfläche) bis  $z = 60 \mu\text{m}$  mit einer Schrittweite von  $\Delta z = 1 \mu\text{m}$  verändert. Auf jeder Fokusebene wird eine Abtastfläche von  $200 \times 200 \mu\text{m}$  aufgenommen. Die eintreffenden Wellen werden im Zentrum des Fokuspunktes auf demselben Weg reflektiert, in Abbildung 3.4 als bidirektionaler Pfeil in der Achse der Abbildung dargestellt. Wellen am Rande des Kristalls, ebenfalls in der Abbildung als Pfeil dargestellt (gegen den Uhrzeigersinn), werden durch die konkave Linse schräg auf die Oberfläche als SAW in die Probe eingekoppelt. Bei Änderung von  $z$  können nun diese beiden Wellen in Phase oder gegenphasig den Transducer erreichen. Hier werden die mechanischen Wellen wieder in elektrische Signale umgewandelt und am Empfänger aufgezeichnet. So erhält man konstruktive oder destruktive Interferenzen als Funktion von  $z$ . Diese aufgezeichnete Signalamplitude über  $z$  liefert die akustische Materialsignatur (AMS, engl. acoustic material signature), im Folgenden AMS oder  $V(z)$  genannt. Um aus diesen Daten die Wellengeschwindigkeit zu gewinnen, werden die AMS-Kurven mit den Modellen von Kundu und Jørgensen [176] ausgewertet. Im Folgenden werden die wichtigsten Zusammenhänge kurz erläutert.

Die Geschwindigkeit der SAW können anhand der AMS direkt ermittelt werden, indem die jeweiligen Abstände der Interferenzspitzen  $\Delta z$  in der AMS gemessen werden. Hierbei gibt es die Möglichkeit die Interferenzen erster Ordnung oder höherer Ordnung zu verwenden. Entsprechend gilt

$$V_{SAW} = \frac{V_K}{\sqrt{\frac{V_K}{\Delta z f} - \left(\frac{V_K}{2\Delta z f}\right)^2}} \quad (3-14)$$

für die Interferenzen erster Ordnung und

$$V_{SAW} = \frac{V_K}{\sqrt{\frac{V_K}{2\Delta z f} - \left(\frac{V_K}{4\Delta z f}\right)^2}} \quad (3-15)$$

für Interferenzen höherer Ordnung, die mit der Fouriertransformierten der  $V(z)$ -Kurve ermittelt werden können. In (3-15) und (3-14) sind  $V_K$  die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit im Kopplungsmedium und  $f$  die Anregungsfrequenz (s.o.). Durch dieses Verfahren kann neben dem Rayleigh-Typ auch die Wellengeschwindigkeit der streifenden Longitudinalwellen gemessen werden, da diese als oberflächennahe Wellen, den sogenannten Skimming Longitudinal Acoustic Waves (SLAW), existieren können. Ist eine dritte Interferenzspitze zwischen longitudinal und Rayleigh-Welle in der Fouriertransformierten der  $V(z)$ -Kurve vorhanden, kann auch die Transversalgeschwindigkeit ermittelt werden. Letztere kann auch aus der Rayleigh Dispersionsgleichung

$$\left(2 - \frac{V_{SAW}^2}{V_T^2}\right)^2 - 4 \sqrt{1 - \frac{V_{SAW}^2}{V_{SLAW}^2}} \sqrt{1 - \frac{V_{SAW}^2}{V_T^2}} = 0 \quad (3-16)$$

ermittelt werden. Mithilfe der Dichte  $\rho$  kann dann auch das Elastizitätsmodul  $E$ , die Querkontraktionszahl  $\nu$  und das Schubmodul  $\mu$  mittels Gleichungen (3-17) bis (3-19) ermittelt werden [177]:

$$V_T = V_{SLAW} \sqrt{\frac{1 - 2\nu}{2(1 - \nu)}} \quad (3-17)$$

$$V_L = \sqrt{\frac{E(1 - \nu)}{\rho(1 + \nu)(1 - 2\nu)}} \quad (3-18)$$

$$V_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (3-19)$$

Die SAM-Messungen werden in Kooperation mit der Arbeitsgruppe für Festkörperphysik der Universität Siegen, Prof. Dr. Ullrich Pietsch, durchgeführt. Eine detaillierte Beschreibung der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten SAM-Experimente an den AlN-Schichten sowie einen tieferen Einblick in die Theorie, liefert die Arbeit von Habib [178] und [179].

### 3.3 Interdigitalwandler (IDT)

Zur Festlegung der zu verwendenden Wellenlänge und damit verbunden der Strukturgröße des IDTs wurden zunächst die Rahmenbedingungen, denen diese Arbeit unterlag, abgesteckt. Hauptaugenmerk liegt hierbei bei den herstellbaren Strukturgrößen und

deren weiteren Verarbeitung sowie der späteren Signalverarbeitung. Um hohe Frequenzen erreichen zu können, sollen die Strukturgrößen möglichst klein sein. Dies setzt eine fortschrittliche Lithographietechnik und dafür wiederum eine geeignete Probengeometrie voraus. Die kleinen Strukturen müssen im weiteren Verlauf an den Teststand angeschlossen werden können, was erhöhte Anforderungen an die Bonding-Technik stellt. Die Hardware für Signalgenerierung und -analyse muss letztendlich eine genügend hohe Bandbreite zur Verfügung stellen.

Das FIB bietet die Möglichkeit kleinste Strukturen sowohl mittels Ionenbeschuss als auch durch Abscheiden von Platinstrukturen herzustellen. Die Software des Instruments kann die dafür nötigen Prozesse automatisiert durchführen, sodass der Aufwand gerechtfertigt erscheint. Auch ist die FIB-Methode nicht an Probengeometrien gebunden und bietet damit eine hervorragende Testumgebung für die Untersuchungen von IDT-Strukturen. Das verwendete Helios NanoLab der Fa. FEI wurde zum Ende dieser Arbeit mit einer Erweiterung (ELPHY Quantum, Fa. Raith GmbH) ausgestattet, mit der es möglich ist, die Elektronenoptik des FIB als Lithographie Werkzeug einzusetzen. Die letzte Probe dieser Arbeit konnte damit hergestellt und erfolgreich getestet werden. Für den Anschluss der IDTs an die Testelektronik müssen die Strukturen mittels Drahtbonden an einen SMA-Stecker angeschlossen werden. Die kleinste Kontaktfläche, die die Wirebonding Anlage (4523D, Fa. Kulicke & Soffa) sicher kontaktieren kann, beträgt  $80 \times 80 \mu\text{m}$ . Die Hardware für die Signalerstellung ist auf 2,5 GHz beschränkt. Für die Modellierung der Gitterstruktur muss dieser Umstand besonders berücksichtigt werden.

### 3.3.1 Modellierung der Gitterstruktur

Um die Gitterstrukturen der IDTs herzustellen, wurde das FIB (Helios NanoLab, Fa. FEI) verwendet. Drei unterschiedliche Strategien zur Herstellung der IDT-Strukturen wurden verfolgt:

- Mittels Ionenstrahlätzen,
- Platinabscheidung durch Pt-Präkursor  
(Trimethyl(methylcyclopentadienyl)platinum(IV))
- und Elektronenstrahlolithographie (EBL) mit Hilfe der FIB-ELPHY-Erweiterung.

Für die ersten beiden Methoden wurde das integrierte Softwaremodul des FIB genutzt. Mit diesem ist es möglich eine 2D-Zeichnung einer IDT-Struktur mittels Ionenstrahl in die Probe zu ätzen oder mittels Platin-Abscheidung aufzubringen. Für beide Methoden ist keine weitere Probenpräparation erforderlich. Die FIB-EBL nutzt eine separate Steuersoftware

und -hardware, die den Elektronenstrahl des FIB-SEM nutzt, um die vorbereitete Probe zu beleuchten. Zur Vorbereitung der Proben müssen diese mit einem Lithographie Lack beschichtet werden. Die dafür nötigen Prozessschritte werden im Einzelnen in Abschnitt 5.2.3 erläutert.

Die oben angesprochenen Rahmenbedingungen legen die Geometrie des IDT-Modells fest. Dieses 2D-Modell wird mit der Software CleWin (Fa. WieWeb Software) erstellt und ist in Abbildung 3.5 gezeigt. Die eingetragenen Hauptabmessungen legen die Charakteristik des SAW-Filters fest. Die Wellenlänge der Oberflächenwellen beträgt nach (2-23)  $\lambda = 2p = 8 \mu\text{m}$ . Die Länge der Verzögerungsstrecke liegt bei  $100 \mu\text{m}$  und die Überlappung der Finger bei  $70 \mu\text{m}$ . Die Fingerzahl beträgt insgesamt 62, 31 auf jeder Seite. Dies ergibt eine aktive Länge eines einzelnen IDTs von  $L = 62 \times 2 \mu\text{m} + 61 \times 2 \mu\text{m} = 246 \mu\text{m}$ . Die Bondpads sind  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  groß. Bei der später verwendeten FIB-EB-Lithographie sind diese auf  $120 \times 120 \mu\text{m}^2$  vergrößert worden, um den Anschluss mittels Wirebonding zu erleichtern.

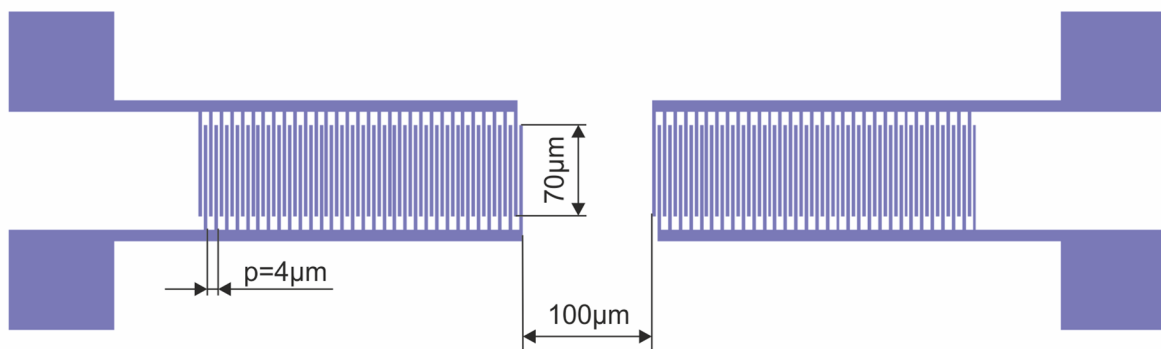


Abbildung 3.5: Mittels Layout Editor entworfene Struktur für die Herstellung der IDTs (Wellenlänge  $\lambda = 8 \mu\text{m}$ ).

## 4 Herstellung piezoelektrischer AlN-Schichten

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Schichtherstellung piezoelektrischer AlN-Schichten auf unterschiedlichen Substraten vorgestellt. Eine differenzierte Parameterstudie auf Si führt zu einem tieferen Verständnis in die Vorgänge des Schichtwachstums. Das Ergebnis sind qualitativ hochwertige, fasertexturierte Schichten, die daraufhin auch auf Saphir und Diamant abgeschieden werden. Die Parameter für die Abscheidung qualitativ hochwertiger AlN-Schichten sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

*Tabelle 4: Beschichtungsparameter zur Herstellung qualitativ hochwertiger, piezoelektrischer Schichten.*

Parameter	Wert	Einheit
RF-Leistung	300	W
Plasmaenergiedichte	3,8	W / cm <sup>2</sup>
Substrattemperatur	180	°C
Prozessdruck	4,5 x 10 <sup>-3</sup>	hPa
Prozessgasgemisch	0:100	sccm Ar:N <sub>2</sub>
Target-Substrat-Abstand	8	cm
Basisdruck	< 1 x 10 <sup>-7</sup>	hPa
Ausheizen	min. 70	°C

### 4.1 AlN auf Silizium

Um ein generelles Verständnis für die Zusammenhänge zwischen Beschichtungsparametern und den Schichteigenschaften zu bekommen, wurden umfangreiche Parameterstudien auf Silizium Einkristallen mit <111>-Orientierung durchgeführt. Nach grundsätzlichen Untersuchungen des Einflusses von Sauerstoffkontaminationen auf den Schichtwachstum zu Beginn dieses Kapitels, werden anschließend nacheinander die Parameter RF-Leistung, Substrattemperatur, Prozessgaszusammensetzung und Druck untersucht. Darüber hinaus sind alle weiteren Verfahren zur Herstellung der IDTs und Messungen der SAW-Eigenschaften an diesen Modellsubstraten durchgeführt worden, um diese zu etablieren und zu validieren.

#### 4.1.1 Einfluss des Sauerstoffpartialdrucks

Zu Beginn der Arbeit erlaubte der vorhandene Versuchsaufbau ein Basisvakuum von 5,0 x 10<sup>-5</sup> hPa. Die Schichten sind von hellgrauer Farbe und changieren bei Verkipfung im

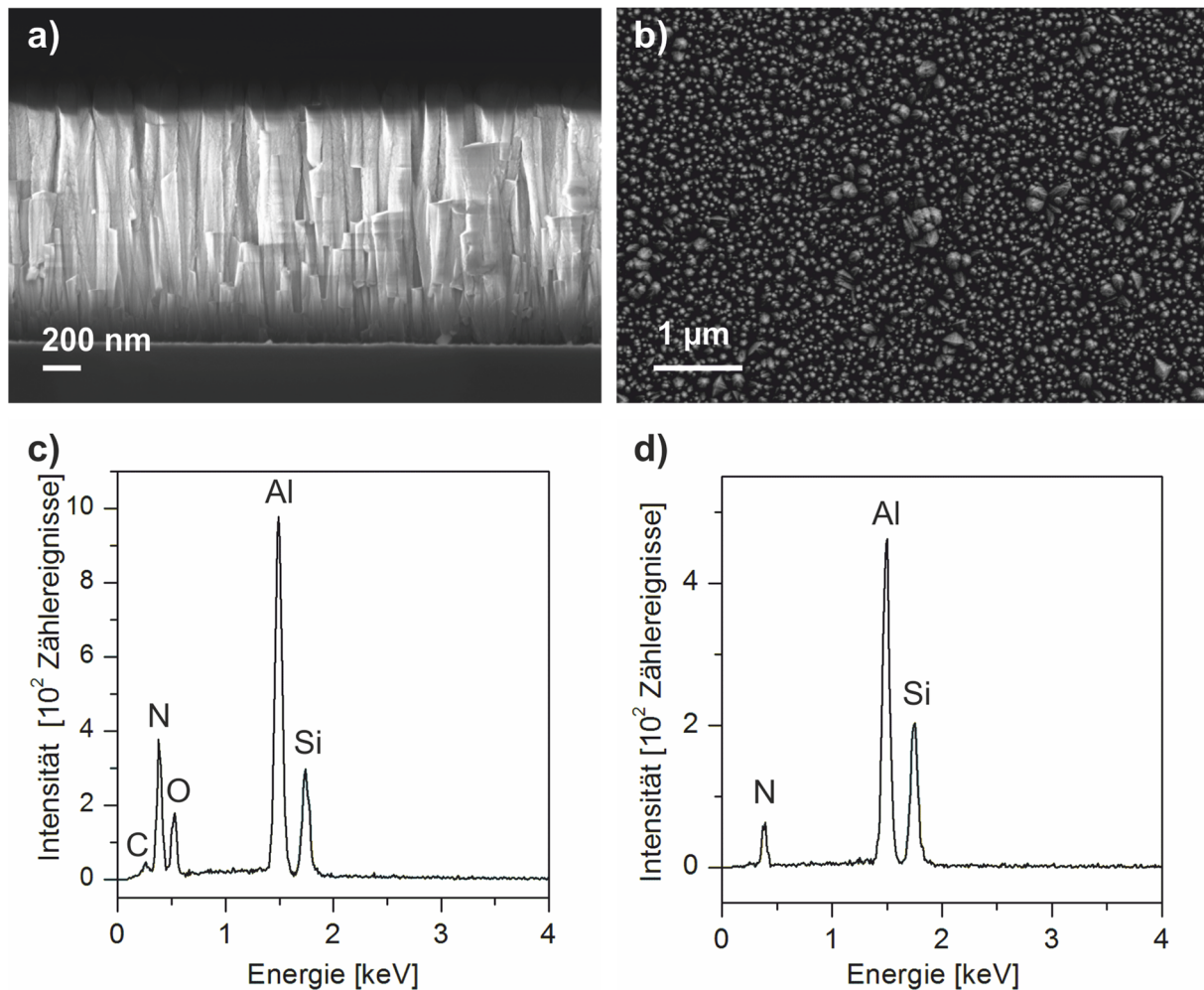


Abbildung 4.1: REM- und EDX-Untersuchungen von AlN-Schichten auf Si. REM-Aufnahmen in a) Querschnitt und b) Aufsicht. EDX-Analyse von einer c) kontaminierten Probe und d) einer nicht kontaminierten Probe nach Umbau und Ausheizen des Rezipienten.

Licht in hellgrauen Tönen. Die Farbe gibt einen deutlichen Hinweis auf Verunreinigungen, da AlN ein farbloser, klarer Werkstoff ist. Das Changieren ist auf die Oberflächenmorphologie zurückzuführen. Die EDX-Analyse einer solchen Schicht ist in Abbildung 4.1 c) gezeigt. Das Spektrum zeigt neben den zu erwartenden Si-, Al- und N-Spitzen auch einen deutlichen Sauerstoffanteil O und einen nicht zu vernachlässigenden Kohlenstoffanteil C. Da die EDX-Analysen im Querschnitt der Proben durchgeführt werden (siehe Abbildung 4.1 a)), ist die Si-Spitze des Substrats immer zu sehen. Die Schichtqualität kann durch Parametervariation kaum verbessert werden, da Aluminiumoxidverbindungen durch den zu hohen Sauerstoffanteil im Basisvakuum gebildet werden. Der hohe O-Anteil lässt auf einen Komposit von Al-N-O-Bindungen in der Schicht schließen. Die hohe Affinität zu Sauerstoff bei Aluminium wird auch bei kleinsten Sauerstoffpartialdrücken ( $pO_2$ ) während des Beschichtungsprozesses zur Bildung von Al-O-Bindungen führen. Der O-Anteil in den Schichten hat erwartungsgemäß

entscheidenden negativen Einfluss auf die piezoelektrischen Eigenschaften [180]. Daneben ist die Schichtmorphologie in den REM-Aufnahmen typisch für eine Schicht mit hohem O-Anteil. Abbildung 4.1 a) und b) zeigen die Schicht im Querschnitt bzw. in Draufsicht. Die Schicht ist säulenförmig aufgebaut. Die spitz zulaufenden Enden der einzelnen Säulen sind von tiefen Tälern umgeben. Das führt zu hohen Oberflächenrauheiten ( $R_a > 50 \text{ nm}$ ), was wiederum zur starken Streuung der SAW führen würde (siehe Abschnitt 2.3.1). Zur Reduzierung des  $p_{O_2}$  musste die Beschichtungsanlage umgebaut werden, wie in Abschnitt 3.1.1 bereits beschrieben. Nach diesem Umbau liegt der Basisdruck des Rezipienten unterhalb des Messbereiches der Kaltkathoden-Messröhre von  $p_0 < 1 \times 10^{-7} \text{ hPa}$ . Mittels Massenspektrometer wird die Qualität des Basisvakuums genauer untersucht. Die Sauerstoffkonzentration sinkt erst nach Unterschreiten des Basisdruckes  $p_0$  deutlich ab. Weiterhin sind aber schwache Banden von O-H Gruppen zu erkennen. Wird der Rezipient ausgeheizt verschwinden auch diese Banden. Das Ausheizen führt zur schnellen Desorption des an der Kammerwand gebundenen Wassers, das nach jedem Probenwechsel durch die einströmende Atmosphäre in den Rezipienten eindringt und an der Kammerwand adsorbiert. Es sei hier noch angemerkt, dass das Ausheizen auch zur Reduzierung des C-Anteils beiträgt. C-Verunreinigungen werden meist durch Verunreinigungen der Probe oder durch das Rückströmen von Kohlenwasserstoffen aus den Pumpen verursacht. Letzteres wird ebenfalls durch die Umbaumaßnahmen unterbunden (siehe Abschnitt 3.1.1). Das Ausheizen ist somit wichtiger Bestandteil der Parameter für die Herstellung qualitativ hochwertiger AlN-Schichten und hat daher auch Einzug in die Parameter-Tabelle 4 gefunden.

Da der Rezipient beim Probenwechsel naturgemäß der Laboratmosphäre ausgesetzt ist, werden sich Al-O-Bindungen auf der Targetoberfläche bilden. Daher ist es unverzichtbar vor jeder Beschichtung ein Presputtern durchzuführen, um diese Al-O-Verunreinigung zu entfernen.

Das Resultat des Umbaus und des Ausheizens vor jedem Beschichtungsgang ist in Abbildung 4.1 d) zu sehen. In dieser EDX-Analyse sind keine Kontaminationen durch O oder C mehr zu erkennen. In diesem Zusammenhang sei auf einen weiteren wichtigen Punkt bei der Herstellung von AlN-Schichten hingewiesen. Da Al eine hohe Affinität zu Sauerstoff besitzt, sollte das Targetmaterial nicht mittels pulvermetallurgischer Prozesse hergestellt werden. Die Porosität dieser Materialien führt zu erhöhter Ad- bzw. Absorption von Wassermolekülen und Al-O-Bindungen innerhalb des Targetmaterials. Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit schmelzmetallurgisch hergestelltes Aluminium verwendet.

Ein Blick auf die thermodynamischen Eigenschaften einer Al-N- bzw.

Al – O - Verbindung zeigt, dass beide Reaktionen exotherm und exergon sind. Die Standard, molare Reaktionsenthalpie für AlN liegt bei  $\Delta_f H^0(\text{AlN}) = -318 \text{ kJ/mol}$  und die Standard molare Gibbs-Energie (freie Enthalpie) liegt bei  $\Delta_f G^0(\text{AlN}) = -287 \text{ kJ/mol}$ . Für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  liegen die Werte bei mehr als dem fünffachen:  $\Delta_f H^0(\text{Al}_2\text{O}_3) = -1675,7 \text{ kJ/mol}$  und  $\Delta_f G^0(\text{Al}_2\text{O}_3) = -1582,3 \text{ kJ/mol}$  [181]. Der große Unterschied in den Enthalpien ist ein deutlicher Hinweis darauf, dass die Bildung von Aluminiumoxid der von Aluminiumnitrid vorgezogen wird. Die viel höhere Affinität des Aluminiums zu Sauerstoff verlangt, dass der Prozess frei von Sauerstoff-Quellen ( $\text{O}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) ist.

#### 4.1.2 Einfluss der RF-Leistung

Um den Einfluss der eingespeisten RF-Leistung auf das Wachstumsverhalten der AlN-Schichten zu untersuchen, wurde eine Probenserie bei unterschiedlichen RF-Leistungen hergestellt. Die RF-Leistung wird über ein Impedanz-Anpassungsnetzwerk ( $50 \Omega$ ) über den Kathodenkopf in das Plasma eingekoppelt. Diese Leistung verteilt sich auf die Kathoden- bzw. Targetfläche, die im vorliegenden Falle  $A_{\text{Kath}} = 78,5 \text{ cm}^2$  beträgt. Die Leistungsdichte wird zwischen  $1,27 \text{ W/cm}^2$  und  $6,37 \text{ W/cm}^2$  variiert. Das entspricht einer Leistungsvariation von  $P_{\text{min}} = 100 \text{ W}$  bis  $P_{\text{max}} = 500 \text{ W}$ . Stickstoffkonzentration  $c_{\text{N}_2}$  und Druck  $p_1$  sind bei dieser Untersuchung konstant bei  $c_{\text{N}_2} = 100\%$  und  $p_1 = 3,5 \times 10^{-3} \text{ hPa}$ . Vor dem Öffnen des Shutters wird die Substrattemperatur  $T_s$  auf  $T_s = 400^\circ\text{C}$  eingestellt. Während der Beschichtung steigt die Substrattemperatur von  $P_{\text{min}}$  bis  $P_{\text{max}}$  um  $\Delta T_s = 150^\circ\text{C}$  an. Bei der Untersuchung der Proben mit dem bloßen Auge fällt auf, dass die Schichten bei geringen RF-Leistungen kräftige grüne bis rote Farben aufweisen. Diejenigen, die bei hohen RF-Leistungen abgeschieden werden weisen diese Farben nicht auf. Diese Farben sind bei sehr dünnen Schichten häufig zu beobachten und sind auf die bekannte Interferenz bei der Reflexion von Lichtwellen an unterschiedlich brechenden Medien (Luft-Schicht, Schicht-Substrat) zurückzuführen. Die unterschiedlichen Farben geben dabei Hinweise auf Schichten mit unterschiedlicher Dicke ( $\rightarrow$  Interferenz an dünnen Schichten).



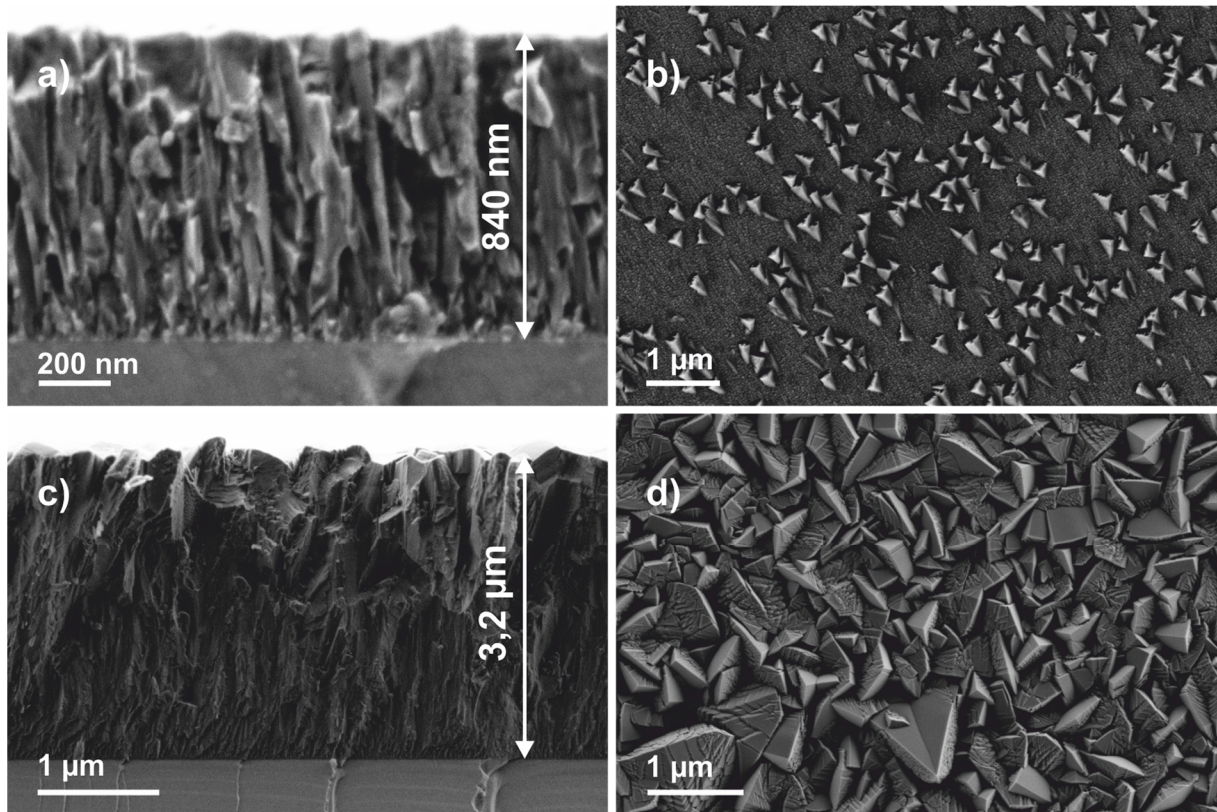


Abbildung 4.2: (a, c) REM-Querschnitt- und (b, d) Aufsicht-Aufnahmen zweier AlN-Schichten, abgeschieden mit unterschiedlicher Kathodenleistung (a, b) 200 W und (c, d) 500 W.

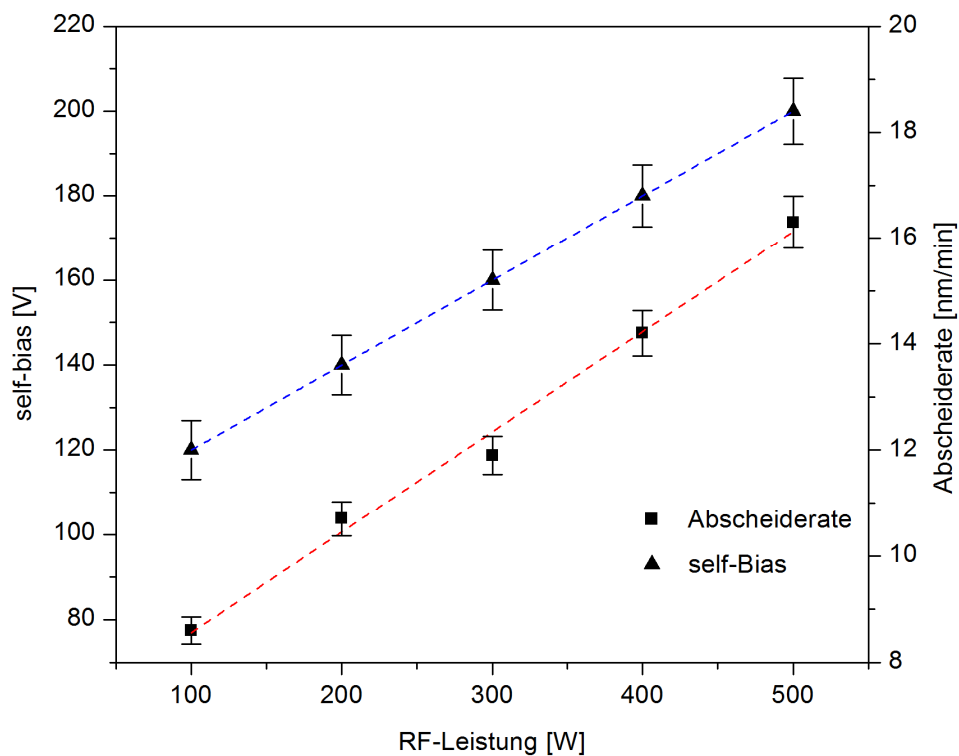


Abbildung 4.3: Abscheiderate und self-Bias als Funktion der Kathodenleistung.

Durch rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen kann die Schichtdicke an Querschnittsaufnahmen der Proben genau bestimmt werden. Abbildung 4.2 a) und c) zeigen den Querschnitt einer Probe bei 200 W bzw. 500 W Kathodenleistung. Es zeigt sich, dass die AlN-Schichten wie erwartet mit unterschiedlicher Dicke aufgewachsen sind. Wird die Schichtdicke mit der Beschichtungszeit ins Verhältnis gesetzt, erhält man die Abscheiderate. Die Abscheiderate ist in Abbildung 4.3 über der RF-Leistung abgetragen. Es zeigt sich, dass es in dem untersuchten Leistungsbereich einen linearen Zusammenhang zwischen Abscheiderate und RF-Leistung gibt. Die Morphologie in den REM-Aufnahmen zeigt bei niedrigen Leistungen ein faserförmiges Wachstum, während bei hohen Leistungen Säulen mit nach oben hin größer werdenden Durchmessern aufwachsen. Der Blick auf die Oberfläche der Schichten in Abbildung 4.2 b) und d) komplementiert diese Beobachtung. Bei niedriger RF-Leistung sind feine Faserköpfe von wenigen 10 nm Durchmesser zu erkennen. Diese betten große pfeilspitzenförmige Kristallite ein. Hohe RF-Leistungen führen hingegen zu facettierten Oberflächen mit mehreren 100 nm großen Kristallen.

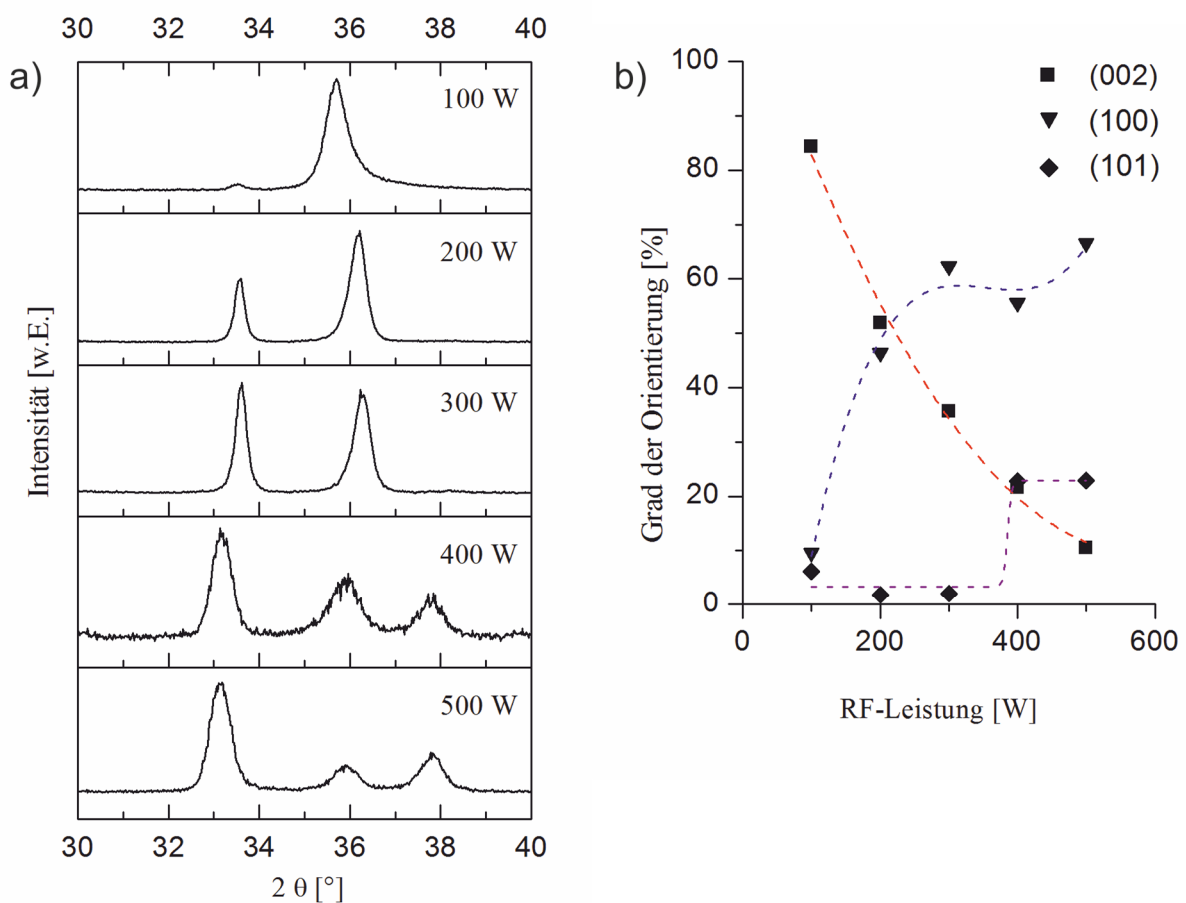


Abbildung 4.4: XRD-Untersuchungen an AlN-Schichten bei unterschiedlichen RF-Leistungen abgeschieden. a)  $\theta$ - $2\theta$  Diffraktogramme, b) Auswertung der präferierten Schichtorientierung über der Kathodenleistung.

Um die Kristallinität der Schichten aufzuklären, werden diese mittels XRD untersucht. Abbildung 4.4 a) zeigt Röntgendiffraktogramme von AlN-Schichten gestaffelt nach RF-Leistung. Die Diffraktogramme zeigen unterschiedlich stark ausgeprägte Spitzen bei  $2\theta \approx 33^\circ$ ,  $36^\circ$  und  $38^\circ$ . Dies entspricht den Braggpositionen der (100)-, (002)- bzw. (101)-Ebenen des AlN-Kristalls. Für die Auswertung der Diffraktogramme werden die Intensitäten der einzelnen Reflexe mit den Intensitäten des Pulverstandards normiert und ins Verhältnis zueinander gesetzt. Die Auswertung der Textur der AlN-Schichten mit Hilfe der  $\theta$ - $2\theta$ -Scans als Quotient der Intensitäten der  $\{hkl\}$  Reflexe einer Pulverprobe ist nur dann gesichert, wenn eine Fasertextur mittels Polfiguren nachgewiesen wird. Die Achse der Fasertextur könnte gegen die Messrichtung gekippt sein. Für eine qualitative Bestimmung, ob eine Textur vorliegt, ist diese Methode allerdings durchaus brauchbar, auch vor dem Hintergrund, dass die Ergebnisse durch die begleitenden Analysemethoden validiert werden.

Die Auswertung der Diffraktogramme in Abbildung 4.4 b) weist eine deutliche Abhängigkeit der Fasertextur zur RF-Leistung nach. Zu hohen Leistungen hin sinkt der Anteil an (002)-orientiert aufgewachsenen Körnern, wohingegen der Anteil an Kristallen mit (100)-Orientierung ansteigt. Mit Einsetzen des Wachstums (101)-orientierter Körner, ab einer RF-Leistung von  $P_{RF} = 400 \text{ W}$ , nimmt der Anteil der (100)-Orientierungen ab bzw. stagniert. Ein hoher Anteil an (002)-orientierten Kristallen ist demnach bei geringen RF-Leistungen zu erwarten. Diese Beobachtung korreliert mit den Aufsichtaufnahmen der REM-Untersuchung aus Abbildung 4.2 b) und d). Wie später in Abschnitt 4.2 zweifelsfrei bestätigt werden wird, sind die feinen Faserenden in Abbildung 4.2 b) (002)-texturiert. Mit steigender Anzahl an pfeilspitzenförmigen Kristallen nimmt die Fasertextur ab und verschwindet ganz bei Abwesenheit der Fasern (Abbildung 4.2 d)).

Zunächst wird das Phänomen der steigenden Schichtdicke bei steigender Prozessleistung geklärt. Dafür werden zunächst alle anderen Phänomene, wie Thermalisation (Abbremsen von Teilchen), Haftkoeffizient, Resputtereffekte etc. ausgeblendet und nur der Strom von Targetatomen auf das Substrat  $Q_s$  [Atome / s] betrachtet. Dieser ist abhängig von der Zerstäubungsrate  $Y$  (sputter yield) und dem Ionenstrom  $I_i$  über  $Q_s = Y I_i / q_e$ , wobei  $q_e$  die Elementarladung ist ( $1,6 \times 10^{-12} \text{ C}$ ). Die Zerstäubungsrate  $Y$  [Atome / Ion] ist ein Maß für die Anzahl an zerstäubten Targetatomen pro eintreffendem Prozessgasion. Sie ist abhängig vom Massenverhältnis der Sputterionen zu den Targetatomen und in ausreichender Genauigkeit proportional zur Wurzel der eintreffenden Ionenenergie  $E_i$ . Der Ionenstrom  $I_i$ , der auf das Target trifft, ist über die einfache Beziehung  $P \approx I_i U_b$  gegeben [182], wobei  $U_b$  die Biasspannung an der Kathode darstellt. Letztere steigt proportional zur Ladung des Kondensators im

Anpassungsnetzwerk der Spannungsversorgung und wird allein durch die am Target eintreffenden Elektronen verursacht („self-bias“). In Abbildung 4.3 ist  $U_b$  über der Prozessleistung abgetragen. Der lineare Anstieg ist auf den ebenfalls linearen Anstieg der Elektronendichte  $n_e$  zurückzuführen. Die RF-Leistung koppelt hauptsächlich kapazitiv in das Plasma ein, wobei die angegebenen Leistungswerte  $P$  die im Plasma tatsächlich umgesetzte Leistung wiedergeben ( $P =$  eingespeiste Leistung abzüglich reflektierte Leistung). Bei steigender Kathodenleistung nehmen Elektronendichte und Elektronenenergie zu. Steigt die Elektronendichte so steigt auch die Zahl an Kollisionen pro Zeiteinheit zwischen den Elektronen und neutralen Prozessgasteilchen mit der Folge, dass der Ionisationsgrad des Plasmas steigt. Das sind zwei Effekte, die direkt Einfluss nehmen auf die Anzahl der gesputterten Al-Atome: Erstens steigt  $U_b$  durch den vermehrten Beschuss der Kathode mit Elektronen bei Erhöhung der Elektronendichte. Die kinetische Energie der eintreffenden Ionen  $E_i$  ist aber von  $U_b$  abhängig über  $E_i \approx U_b q_e$ . Damit steigt  $Q_s$  durch Erhöhung der Zerstäubungsrate in gewissen Grenzen an. Ein Abfall der Zerstäubungsrate bei sehr hohen Ionenenergien ist erst bei einigen keV zu erwarten [183]. Der zweite und maßgebliche Grund für einen Anstieg von  $Q_s$  ist die steigende Zahl von Ionen, die auf das Target treffen. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass das Sputtern mittels  $N_2$  Gegenstand aktueller Forschung ist. Während der Sputtervorgang mittels monoatomarer Projektile (z. B. Ar) gut erklärt werden kann, z. B. [183, 184], sind die Vorgänge beim Sputtern mittels reaktiver Moleküle weitgehend ungeklärt [185-187]. Zusammenfassend gilt also, dass bei erhöhtem Ionisierungsgrad mehr Prozessgasionen zu Verfügung stehen und die Eintreffrate der Ionen am Target steigt. Die Eintreffrate gibt an wie viele Plasma-Ionen pro Zeiteinheit auf das Target treffen. Gleichzeitig steigt durch die erhöhte kinetische Energie der Ionen die Zerstäubungsrate. Beide Phänomene führen letztendlich dazu, dass bei steigender RF-Leistung die Beschichtungsrate steigt.

Die oben beschriebenen Phänomene können aber noch nicht die morphologischen und kristallographischen Unterschiede erklären, die an den AlN-Schichten beobachtet werden. Wichtigste Parameter für eine Änderung der Wachstumsbedingungen von PVD-Schichten sind die Substrattemperatur und die Abscheiderate [188]. Die Substrattemperatur variiert von  $400^\circ\text{C}$  bei  $P_{\min}$  bis  $550^\circ\text{C}$  bei  $P_{\max}$ . Durch die erhöhte Substrattemperatur wird die Oberflächendiffusion der Adatome erleichtert, was zu einer gröberen Mikrostruktur führt. Umgekehrt wird die Mikrostruktur bei Verringerung der Oberflächendiffusion feiner. Dieser Effekt allein würde bereits die Beobachtungen in den REM-Untersuchungen erklären, wie auch bei Kusaka et al. geschehen, wo die Differenz nur  $50^\circ\text{C}$  betrug [189]. Eine weitere Rolle für die Kristallstruktur der Schicht spielt aber auch die Abscheiderate, die mit steigender RF-Leistung

im untersuchten Rahmen linear ansteigt (Abbildung 4.3). Tendenziell werden bei hohen Abscheideraten die Diffusionsmechanismen unterbunden, da die Adatome unter den schnell ankommenden Al-Atomen „begraben“ werden, bevor sie eine energetisch günstige Stelle auf dem Substrat oder der aufgewachsenen Schicht gefunden haben. Mit anderen Worten, die Diffusionsmechanismen sind unterbunden. Das Wachstumsverhalten wechselt von einem kinetisch kontrollierten zu einem thermodynamisch regulierten, das Wachstum ist kinetisch blockiert. Das würde zu einem sehr feinen Kristallwachstum oder gar zu amorphen Schichten führen und steht dem erstgenannten Mechanismus entgegen. Mit der Aufwärmung des Substrats und der steigenden Abscheiderate ist der beobachtete Effekt also nicht hinreichend zu erklären. Aus diesem Grund werden im folgenden Abschnitt weitere wichtige Effekte, die bei Plasma-Prozessen eine wesentliche Rolle für den Wachstumsprozess spielen, beleuchtet.

#### 4.1.2.1 Energieübertrag auf das Substrat

In einem plasmaunterstützten Beschichtungsprozess wie dem Sputtern wirken neben der Substrattemperatur und der Beschichtungsrate weitere Phänomene auf den Wachstumsprozess ein. Die Untersuchungen dieser Phänomene haben dazu geführt, dass die klassischen Modelle [190, 191] erst in den letzten 10 Jahren erweitert worden sind [192] und kürzlich in ein erweitertes Strukturzonenmodell (SZM) mündeten [193]. Betrachtet werden alle möglichen Einflüsse, die für sich genommen wohl kaum auf den Wachstumsprozess Einfluss nehmen könnten, da sie mit einem zu geringen Energieübertrag beteiligt sind, zusammengenommen aber einen signifikanten Gesamt-Energieübertrag erreichen. Im Einzelnen sind das die *kinetische und potentielle* (in Form von Kondensations- und Reaktionswärme) *Energie der gesputterten Atome, reflektierte, neutrale Gasmoleküle, Plasmastrahlung, kinetische und potentielle* (in Form von Rekombinationswärme) *Energie der Elektronen und Ionen* sowie *Wärmestrahlung*. Das Problem ist, dass diese Prozessparameter sich einer Messung entziehen und damit in der Vergangenheit und auch in neueren Publikationen nicht diskutiert werden [90, 194] und zu Fehlinterpretationen führen. Die indirekte, kalorimetrische Messung führt zu einem grundsätzlichen Verständnis der Zusammenhänge dieser Einflussgrößen auf den Gesamtprozess [195-197]. Einen Überblick dieser Einflussgrößen und ein Versuch diese zu modellieren liefert [198]. Im Rahmen dieses Abschnittes werden kurz die Einflussgrößen diskutiert, die mit der RF-Leistung skalieren.

Der Energieübertrag der *gesputterten Al-Atome* und AlN-Moleküle auf die Wachstumsfront der Schicht steigt mit Erhöhung der RF-Leistung an, da deren kinetische Energie steigt und die Reaktions- und Sublimationswärme (s. u.) aufgrund des gesteigerten  $Q_s$  zunimmt. Letzteres wurde oben bereits diskutiert. Die Sublimationswärme wird bei der

Kondensation am Substrat wieder frei. Zusätzlich ist beim reaktiven Sputtern mit  $N_2$  die Reaktionswärme durch die sich neu bildenden Bindungen signifikant. Die kinetische Energie eines gesputterten Atoms folgt einer Verteilung nach Thompson [199], dessen Maximum im Bereich der halben Bindungsenergie des gesputterten Teilchens liegt (Sublimationswärme) und proportional mit  $1 / E_i^2$  abfällt und somit nahezu *unabhängig* von der Energie des eintreffenden Ions ist. Allerdings weist die Verteilung zu höheren Energiewerten einen (langen) Schweif auf, sodass einige gesputterte Al-Atome bei hohen RF-Leistungen doch das Substrat mit erhöhter kinetischer Energie erreichen und den Schichtaufbau somit nachhaltig beeinflussen können [200].

Untersuchungen der Energieübertragung durch am Target *reflektierte, neutrale Atome* sind bis jetzt nur auf Inertgasatome wie Ar beschränkt [201]. Generell hängt aber der Energieübertrag von dem Größenverhältnis des eintreffenden Ions zum Targetmaterial und vom Potentialgefälle am Target ab. Damit steigt der Energieübertrag bei kleiner werdendem Ion und größer werdendem Targetatom. Eintreffende, rekombinierende Stickstoffionen ( $A_{r,[N]} = 14$ ) können also beim Eintreffen auf Al ( $A_{r,Al} = 27$ ) hohe kinetische Energien erreichen und damit einen erheblichen Beitrag zur Energieübertragung leisten. Das Potentialgefälle ist im Falle des RFMS  $U_b$  und linear proportional zur RF-Leistung wie oben ausgeführt. Der Beschuss mit neutralen  $N_2$  Molekülen wird also ebenfalls mit steigender RF-Leistung intensiviert.

*Plasmastrahlung* liegt in einem großen elektromagnetischen Energiebereich zwischen Mikrowellen und harter Röntgenstrahlung und kann bei hohen RF-Leistungen zum Energiepool auf das Substrat beitragen, ist aber stärker vom Prozessdruck abhängig.

Der Energieübertrag durch die *geladenen Teilchen* ist schwierig zu bewerten, da keine ausreichenden Studien hinsichtlich reaktiver Ionen vorliegen, wie im vorliegenden Falle [N]. Sicher ist, dass keine Energie durch eintreffende Ionen mit erhöhter kinetischer Energie ( $U_s < 0$ ) und ebenfalls nicht durch Elektronen ( $U_s > 0$ ) übertragen wird, da die geladenen Teilchen den Anodenfall nicht überwinden können und im Rahmen dieser Arbeit keine Substrat-Biasspannung  $U_s$  verwendet wurde, das Substrat also potentialfrei ( $U_s = 0$ ) ist. Ladungsträger treffen aber dennoch durch Diffusionsmechanismen aus dem Plasma auf die Schicht und rekombinieren dort. Da es sich bei der AlN-Schicht um eine nicht-leitfähige Schicht handelt ( $E_g = 6,2$  eV), sodass die aufwachsende Schicht sich in einem „schwimmenden“ Bias (floating bias) befindet, können die Ladungen nicht abgeführt werden und die Schicht kann sich aufladen. Da der Summenstrom von Ionen und Elektronen null ist, werden diese Ladungen immer wieder ausgeglichen [192]. Hier spielt der Energieübertrag durch die Rekombination und die mögliche Reaktion mit Al-Atomen eine wesentliche Rolle.

Bei steigender RF-Leistung steigt die Anzahl der eintreffenden Teilchen pro Zeiteinheit auf das Substrat. Daher ist bei höheren Leistungen ein vermehrter Energieübertrag durch  $N_2^*$ - und [N]-Ionen zu erwarten.

Durch *Wärmestrahlung* übertragene Energie auf das Substrat wird meist bei Sputterprozessen vernachlässigt, da die Kathode durch eine effiziente Wasserkühlung keine Wärmestrahlung abgibt. Ekpe et al. haben aber festgestellt, dass das Anodenschild um die Kathode herum eine nicht zu vernachlässigende Strahlungsquelle darstellt [202]. In Ihrer Studie heizt sich das Schild bei nur 200 W RF-Leistung innerhalb von 15 Minuten auf eine Temperatur von 70°C auf. Obwohl nicht untersucht, wird vermutet, dass diese Temperatur bei höheren RF-Leistungen weiter ansteigt.

Zusammenfassend gilt, dass die oben genannten Effekte vor dem Hintergrund der hier gefundenen Ergebnisse nicht vernachlässigt werden können. Die Schwierigkeit der Quantifizierung ist der größte Hinderungsgrund für eine tiefgreifendere Untersuchung [203] [202, 204, 205].

#### 4.1.3 Einfluss der Substrattemperatur

Die Substrattemperatur wurde im Bereich von  $T_{S,min} = RT$  und  $T_{S,max} = 700^\circ C$  variiert, um deren Einfluss auf das Wachstumsverhalten der AlN-Schichten zu untersuchen. Für diese Versuche wurde die Stickstoffkonzentration  $c_{N_2}$ , RF-Leistung  $P_{RF}$  und der Druck  $p_1$  konstant bei  $c_{N_2} = 100\%$ ,  $P_{RF} = 300\text{ W}$  und  $p_1 = 3,5 \times 10^{-3}\text{ hPa}$  gehalten. Die Abscheidung bei Raumtemperatur (RT)  $T_{S,min}$  ist die einzige Temperatur, die während des kompletten Abscheideprozesses nicht konstant gehalten werden kann. Je nach Dauer des Prozesses steigt die Temperatur auf bis zu 150°C an, ohne dass zusätzlich geheizt wird. Der Grund hierfür wird im weiteren Verlauf dieses Abschnittes diskutiert. Trotz des zügigen Anstiegs der Substrattemperatur auf  $T_{S,min}^* = 150^\circ C$  wird hier weiterhin von „RT-Proben“ gesprochen, da dies die Ausgangssituation dieses Beschichtungsprozesses ist.

Abbildung 4.5 und Abbildung 4.6 zeigen rasterelektronenmikroskopische Querschnitts- und Aufsichtaufnahmen von insgesamt sieben Proben, aufgeteilt in den Temperaturbereich von RT bis 350°C bzw. 400°C bis 700°C. Bei den Proben bis 350°C sind feine, nadelförmige Kristalle in den Querschnittsaufnahmen zu sehen, die in den Aufsichtaufnahmen in kleinen, hellen, runden Punkten enden. Die Durchmesser dieser Punkte liegen bei ~10 nm bis ~80 nm. Bei steigender Temperatur werden größere Kristallite in einer Matrix aus diesen nadelförmigen Kristallen sichtbar. In Abbildung 4.5 d) ist ein solcher, eingebetteter Kristall in der

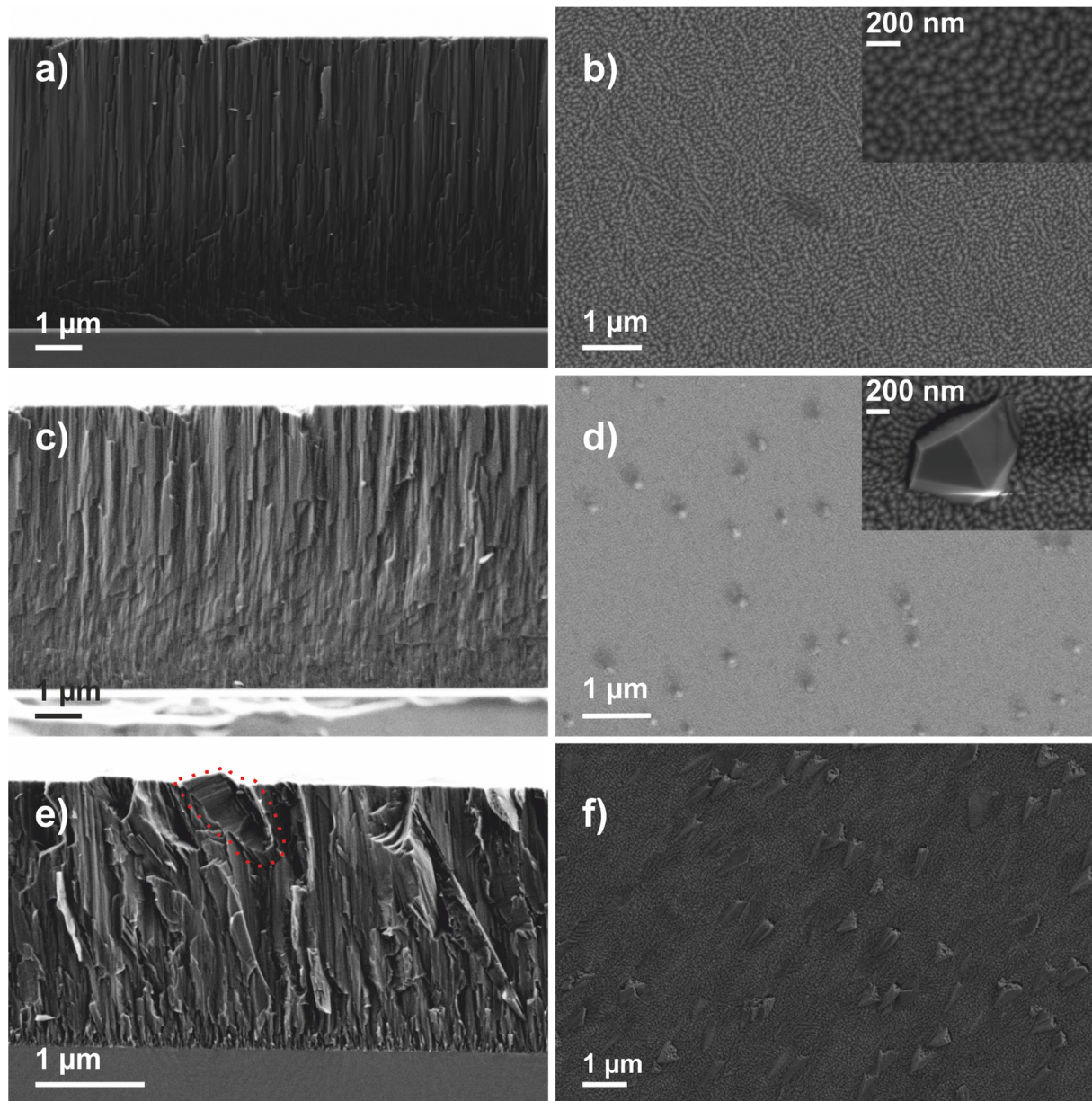


Abbildung 4.5: REM-Querschnitts- und Aufsicht-Aufnahmen von AlN-Schichten, die bei unterschiedlichen Substrattemperaturen abgeschieden wurden: (a, b) RT bis 150°C, (c, d) 220°C, (e, f) 350°C.

eingeschobenen Vergrößerung zu sehen. Die Facettierung lässt auf einen eingeschlossenen Einkristall schließen. Ein solcher Kristall ist auch in Abbildung 4.5 e) im Querschnitt zu sehen. Der rot umrandete Bereich kennzeichnet den Kristall, der anhand des unterschiedlichen Bruchverlaufes zu erkennen ist. Die Bruchlinienverläufe lassen die Vermutung zu, dass diese eingebetteten Kristalle eine von den nadelförmigen unterschiedliche kristalline Ausrichtung haben. Diese Vermutung wird im weiteren Verlauf dieser Untersuchung durch röntgenographische Texturuntersuchungen untermauert. Die in Abbildung 4.5 f) zu sehenden pfeilförmigen Kristalle waren auch schon in Abschnitt 4.1.2 zu sehen und sind in Abbildung 4.6 ab einer Substrattemperatur von 400°C ausschließlich zu sehen.



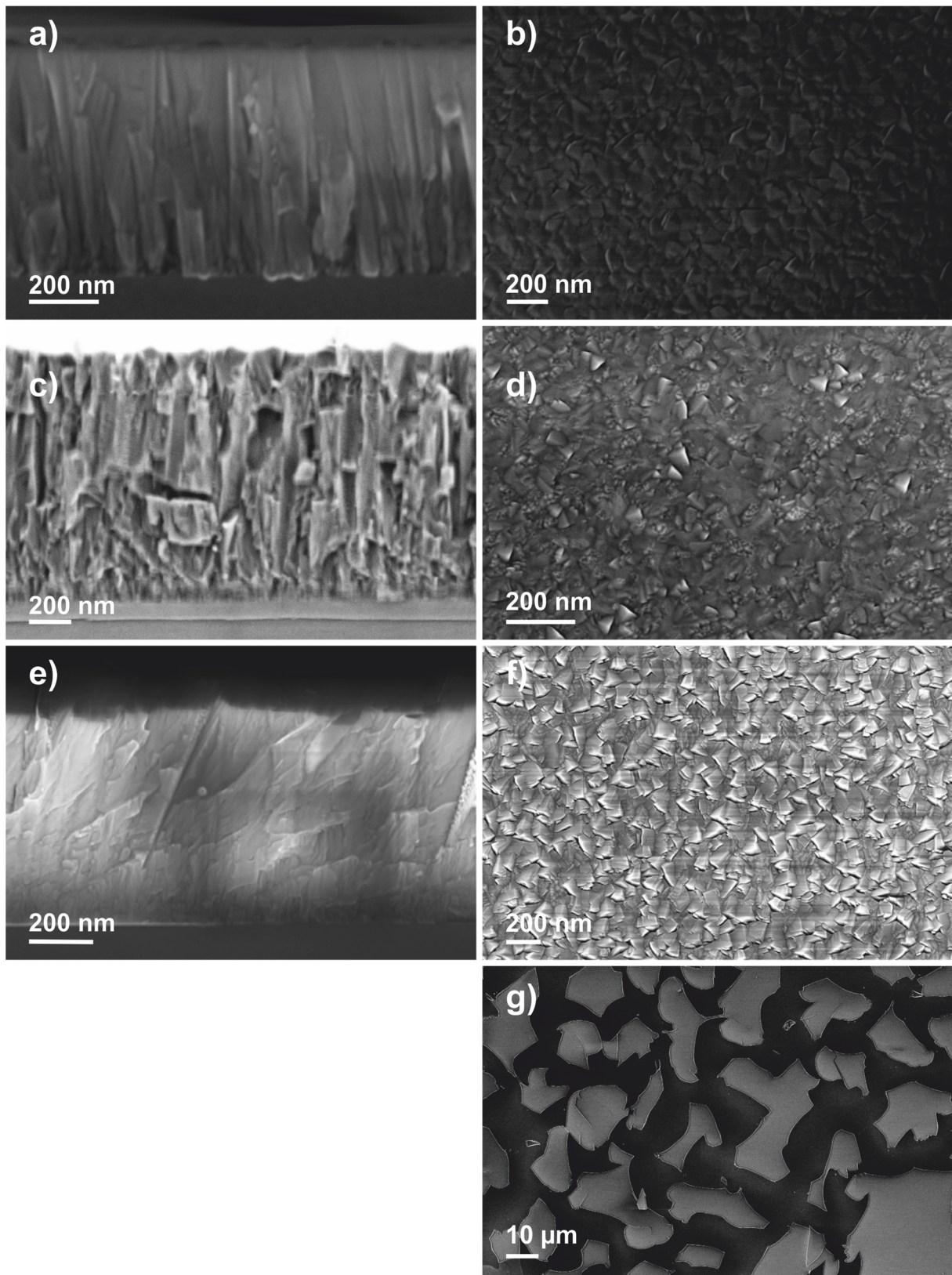


Abbildung 4.6: REM-Querschnitts- und Aufsicht-Aufnahmen von AlN-Schichten, die bei unterschiedlichen Substrattemperaturen abgeschieden wurden: (a, b) 400°C, (c, d) 500°C, (e, f) 600°C, g) 700°C.

Das enge Zusammenspiel der Prozessparameter wird hier deutlich: Bei  $T_s = 400^\circ\text{C}$  und  $P_{\text{RF}} = 300\text{ W}$  sind in dieser Untersuchung keine nadelförmigen Kristalle mehr zu sehen (siehe

Abbildung 4.6 (a, b)). Bei  $T_S = 420^\circ\text{C}$ , aber nur  $P_{RF} = 200\text{ W}$ , wie es in Abbildung 4.2 b), im vorherigen Abschnitt der Fall war, sind die nadelförmigen Kristalle noch vorhanden. Wird die Temperatur weiter angehoben, ändert sich die Morphologie der Oberfläche bis  $T_{S,max}$  kaum, wie Abbildung 4.6 b), d) und f) zeigen. Die Querschnittsaufnahmen dieser Schichten in Abbildung 4.6 a), c) und e) weisen dagegen eine signifikante Vergrößerung der Kristallstrukturen auf. Während bei  $T_S = 400^\circ\text{C}$  und  $500^\circ\text{C}$  die Nadeln zu breiten, säulenförmigen Stengeln angewachsen sind, ist in Abbildung 4.6 e) kein Säulenwachstum mehr zu erkennen. Bei  $T_{S,max}$ , in Abbildung 4.6 g) ist zu sehen, dass die Schicht über große Bereiche hinweg delaminiert (flaking).

Um die Kristallinität der AlN-Schichten aufzuklären, werden XRD-Untersuchungen durchgeführt. Abbildung 4.7 zeigt die gestaffelten Röntgendiffraktogramme in normaler Bragg-Brentano Anordnung der Proben von  $T_{S,min}$  bis  $T_S = 600^\circ\text{C}$ . Bei den RT-Proben ist ausschließlich die (002)-Spitze bei  $2\theta = 36^\circ$  zu sehen. Mit steigender Temperatur nimmt die Intensität der (100)-Spitze bei  $33^\circ$  zu. Die (101)-Spitze bei  $38^\circ$  ist hier, im Gegensatz zu den Proben bei hoher RF-Leistung (siehe Abschnitt 4.1.2), nicht bzw. nur sehr schwach bei  $500$  und  $600^\circ\text{C}$  zu sehen. Weiterhin ist bei den Proben ab  $400^\circ\text{C}$  die (110)-Spitze bei  $59,4^\circ$  schwach ausgeprägt. Da die  $400 - 600^\circ\text{C}$  Proben dünner sind, ist bei  $28,9^\circ$  zusätzlich die (111)-Si Spitze sichtbar. Die Auswertung der diffraktometrischen Untersuchungen ist in Abbildung 4.8 a) zusammengefasst. Es wird deutlich, dass die Proben bis  $T_S = 350^\circ\text{C}$  eine deutliche Fasertextur aufweisen, die scheinbar schlagartig bei  $T_S > 350^\circ\text{C}$  verloren geht. Die Korrelation zwischen den rasterelektronenmikroskopischen Aufsicht-Aufnahmen in Abbildung 4.5 und Abbildung 4.6 mit der Fasertextur wird hier sehr deutlich: Bei Auftreten der feinen Faserköpfe in den REM-Aufnahmen stellt man ohne Ausnahme eine [001]-Vorzugsrichtung fest. Da die Fasertexturbestimmung mittels normaler Bragg-Brentano Anordnung nicht risikofrei ist (siehe Abschnitt 3.2.4), wurde die {102} Polfigur der  $T_{S,min}$  Probe gemessen, siehe Abbildung 4.8 b). Die Polfigur zeigt einen Ring bei  $\chi = 42^\circ$ . Neben dem Ring sind Punktreflexe zu sehen, die den {311} und {022} Si-Reflexen zugeordnet werden können und somit vom Substratmaterial stammen. Das Vorhandensein eines einzelnen Ringes bestätigt die (002)-Textur der Schicht, zeigt aber auch deutlich, dass die Fasern innerhalb der Schichtebene keinerlei Orientierung aufweisen. Die Fasern sind also um ihre jeweilige Achse herum beliebig gedreht.

Die Rauheit der Probenoberfläche korreliert deutlich mit der Prozesstemperatur. Dies ist schon in den oben gezeigten REM-Untersuchungen zu erkennen. Um die Topographie der

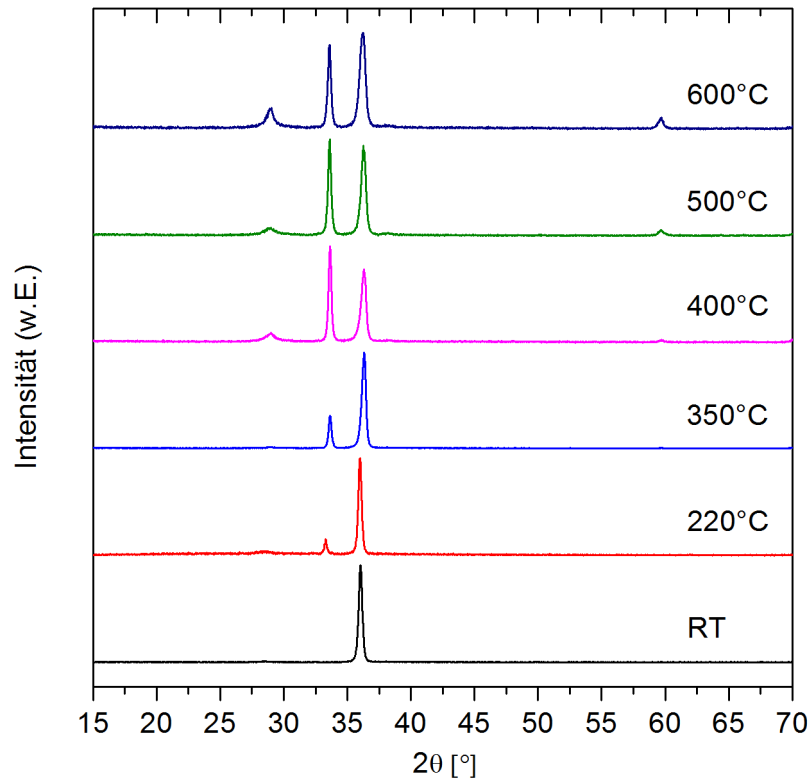


Abbildung 4.7: Röntgendiffraktogramme der AlN-Schichten bei unterschiedlichen Substrattemperaturen hergestellt.

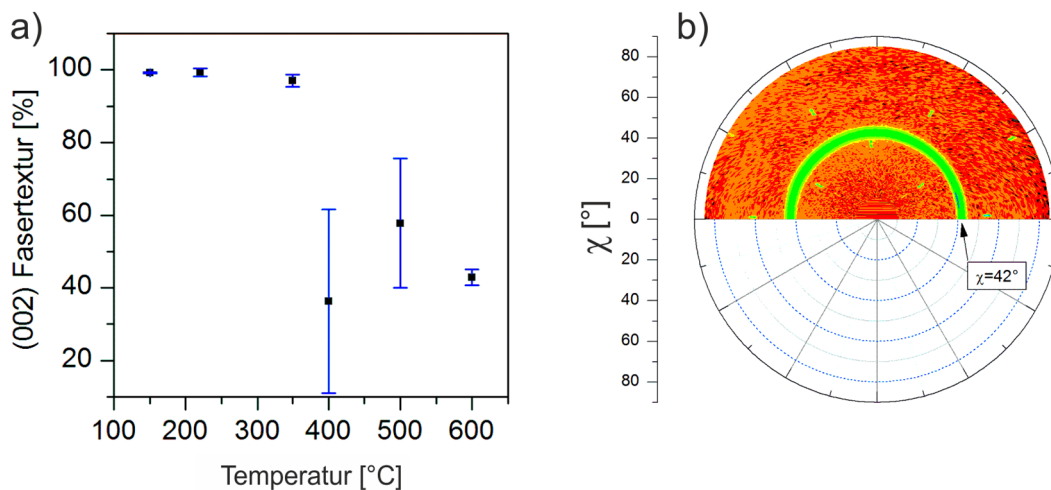


Abbildung 4.8: a) Fasertextur in Abhängigkeit der Substrattemperatur  $T_s$ .  
b) Röntgenographische  $\{102\}$ -Polfigur der AlN-Schicht, abgeschlossen bei  $T_{s,min} = RT$ ,  $2\theta = 49,8^\circ$ .

Schichtoberfläche genauer zu untersuchen und deren Rauigkeit zu quantifizieren, wurden die Schichten mittels AFM untersucht. Abbildung 4.9 zeigt die AFM-Aufnahmen der Proben bei

$T_{s,min} = RT$  und  $T_{S2} = 220^\circ C$ , die auch bei der REM-Untersuchung in Abbildung 4.5 b) und d) gezeigt wurden. Die mittlere Rauheit liegt bei  $R_a(T_{s,min}) = 1,93 \text{ nm}$ , die quadratische Rauheit bei  $R_q(T_{s,min}) = 2,41 \text{ nm}$  im Falle der Raumtemperaturprobe. Bei der  $220^\circ C$ -Probe ist  $R_a(T_{S2}) = 3,74 \text{ nm}$  und  $R_q(T_{S2}) = 5,77 \text{ nm}$ . Die Aufnahmen zeigen die spitz zulaufenden Fasern mit einem Durchmesser von wenigen  $10 \text{ nm}$ . In Abbildung 4.9 b) ist eines der in die Matrixfasern eingebetteten Kristalle zu sehen, die auch schon in der Vergrößerungsansicht in Abbildung 4.5 d) gezeigt wurden. Diese Kristalle sind entlang der rot eingezeichneten Linie in der AFM-Aufnahme genauer vermessen worden und haben eine Höhe von  $20 \pm 5 \text{ nm}$  von der mittleren Profillinie aus gemessen. Die Profillinie einer solchen Messung ist exemplarisch unterhalb der Topographieaufnahme in Abbildung 4.9 b) dargestellt. Das Vorhandensein dieser hervorstehenden Kristalle lässt den  $R_q$  im Verhältnis zum  $R_a$  erwartungsgemäß deutlich ansteigen. Nach Auswertung aller AFM-Messungen in Abbildung 4.9 c) stellt man fest, dass sich der Rauheitsverlauf über der Beschichtungstemperatur offenbar in zwei Bereiche aufteilt.

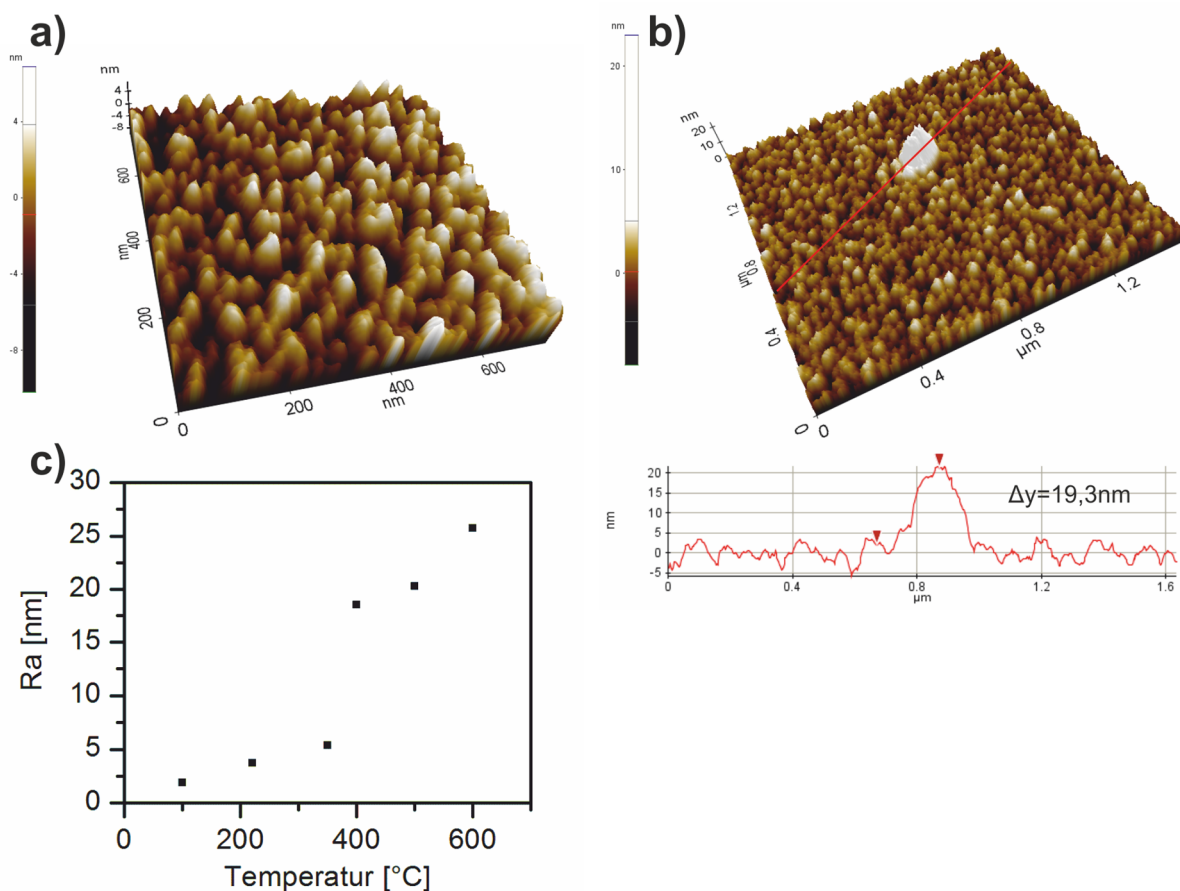


Abbildung 4.9: AFM-Untersuchungen an AlN-Schichten zur Aufklärung der Oberflächenmorphologie und Rauheit. a)  $T_s = RT$  und b)  $T_s = 220^\circ C$  mit Rauheitsprofil entlang der eingezeichneten, roten Linie (s. dazu auch REM-Vergrößerungen in Abbildung 4.5b) bzw. d)). c) Mittenrauheit  $R_a$  der AlN-Schichten über der Beschichtungstemperatur.

Die Proben bis 350°C weisen einen  $R_a < 6$  nm auf. Ab einer Beschichtungstemperatur von 400°C springt der Rauheitswert auf  $R_a > 18$  nm.

Zu Beginn der Diskussion der Ergebnisse soll das Phänomen des Temperaturanstiegs der RT-Proben kurz erläutert werden. Der Anstieg der Substrattemperatur ist ein dem Abscheidungsprozess innewohnendes Phänomen. Sobald der Shutter geöffnet wird setzt ein Energieübertrag von allen am Prozess beteiligten freien Teilchen wie Elektronen, Ionen, neutrale Gasteilchen und den gesputterten Targetatomen ein. Diese geben ihre kinetische und potentielle Energie beim Eintreffen am Substrat ab und erwärmen das Substrat. Potentielle Energie wird von den gesputterten Al-Atomen in Form thermodynamisch gespeicherter Wärme bei der Kondensation freigegeben und durch Reaktionswärme beim Übergang von Al zu AlN. Diese und weitere wichtige Energieübertragungsphänomene sind bereits in Abschnitt 4.1.2.1 im Zusammenhang mit der RF-Leistung diskutiert worden.

Die Substrattemperatur ist neben der Abscheiderate und dem Beschuss mit energiereichen Teilchen der wichtigste Parameter für das Wachstumsverhalten von gesputterten Schichten. Die Abscheiderate, genau wie der Beschuss durch energiereiche Teilchen, ist innerhalb dieser Versuchsreihe im Gegensatz zur Untersuchung der RF-Leistung in Abschnitt 4.1.2 konstant. Die morphologischen Unterschiede können durch einen Blick auf die Strukturzonenmodelle erklärt werden. Movchan und Demchishin haben 1969 in ihrem verblüffend einfachen SZM drei Zonen, Z1, Z2 und Z3 festgelegt, die ein unterschiedliches Kristallwachstum in Abhängigkeit der homologen Substrattemperatur repräsentieren [191]. Die homologe Temperatur ist definiert als der Quotient aus Substrattemperatur und Schmelztemperatur des Schichtmaterials  $T_s / T_m$ . Das SZM wurde dann 1974 entscheidend um eine Übergangszone TZ (transition zone) durch Thornton erweitert [190]. Typisch für diese TZ sind feine Fasern, wie sie in der REM-Querschnittsaufnahme der RT-Probe (Abbildung 4.5 a) deutlich zu sehen sind. Diese entstehen in plasmaunterstützten Prozessen, wenn die Diffusionslänge kleiner als der Abstand der Energiesenken auf der Oberfläche ist, auf der sich das Adatom niederlässt. Diese Diffusionslänge steigt exponentiell mit der Temperatur an. Bei der RT-Probe wachsen die Fasern vom Substrat bis zur Oberfläche mit gleichbleibender lateraler Ausdehnung. Steigt die Temperatur an, kann man ein Mischwachstum zwischen TZ und Z2 feststellen. In Z2 steigt die Oberflächendiffusion signifikant an und der Faserdurchmesser wächst mit steigender Temperatur zu Säulen heran. Diese Säulen sind an der Oberfläche dann meist facettiert. In den REM-Aufnahmen der 220 und 350°C Schichten (Abbildung 4.5 c-f)) ist dieses Wachstumsverhalten gemischt mit dem der TZ zu beobachten. Die eingebetteten, größeren Kristalle beginnen in der Matrix aus Fasern zu wachsen. Das

Faserwachstum beginnt auf dem (111)-Si Substrat aufgrund der günstigen Gitterpassung der  $(111)_{\text{Si}} \parallel (002)_{\text{AlN}}$  nach Art des Volmer-Weber-Wachstums. In Abschnitt 4.2 wird dieses Wachstumsverhalten noch genauer untersucht. Ist die Keimbildung abgeschlossen und das Substrat bedeckt, beginnt das Faserwachstum. Durch die erhöhte Substrattemperatur sind aber gleichzeitig nun auch verstärkt Oberflächendiffusionsmechanismen möglich. Im beobachteten Übergangsbereich bis  $T_{\text{S}} = 350^{\circ}\text{C}$  tritt nun ein Effekt auf, der die Adatome von den kleineren Faser-Enden auf benachbarte größere Fasern diffundieren lässt, die dann im späteren Verlauf immer größer werden und die beobachteten, eingebetteten Kristalle bilden. Dieser Mechanismus liegt darin begründet, dass die Oberflächenenergie mit sinkendem End-Radius der Fasern abnimmt. Fasern mit kleiner, lateraler Ausdehnung haben einen kleineren Spitzenradius als größere Säulen. Dies zeigen auch die AFM-Untersuchungen der AlN-Schichten in Abbildung 4.9. Da im Allgemeinen der Abbau von Oberflächenenergie angestrebt wird, bildet dies bei Vorhandensein einer genügend hohen Temperatur die Triebkraft von kleinen Fasern zu größeren Säulen. Es gibt einen bekannten Mechanismus, der für das zufällig verteilte Auftreten der größeren Kristalle in der Matrix der Fasern eine Rolle spielen könnte und in diesem Zusammenhang nicht unerwähnt bleiben soll. In den Modellen, die zur Erklärung der beobachteten Phänomene herangezogen werden, wird von einer spontanen, statistisch verteilten Keimbildung ausgegangen. In der Praxis zeigt sich aber, dass die Keimbildung vornehmlich an Defekten jeglicher Art beginnt. Diese Defekte können kleinste Fehler in der Atomanordnung des einkristallinen Substrates wie z. B. Stufen, oder größere Defekte, wie Kratzer bis hin zu Kontaminationen auf der Oberfläche, wie z. B. Staub sein. An diesen Fehlstellen bilden sich dann größere Keime, die evtl. auch zu dem beobachteten Phänomen führen könnten. Die REM-Querschnittsaufnahmen können diese Theorie zwar nicht bestätigen, da die größeren Kristalle erst im oberen Bereich der Schicht auftreten, es ist aber nicht gänzlich ausgeschlossen, dass dieser Effekt mit eine Rolle spielt.

Das plötzliche Verschwinden der Fasern bei  $T_{\text{S}} > 350^{\circ}\text{C}$  markiert den vollständigen Übergang von einem TZ-Wachstum in den Z2-Bereich des SZM. Da  $T_{\text{S}} / T_{\text{m}}$  exponentiell in die Oberflächendiffusion eingeht, ist der Übergang nicht fließend. Bei diesen hohen Temperaturen ist die Oberflächendiffusion dominierend am Keimwachstum beteiligt und das Schichtwachstum wechselt von einem kinetisch gehemmten zu einem kinetisch dominierten Prozess. Resultat sind die viel größere, säulenartige Kornstruktur und die facettierte Oberfläche. Steigt die Temperatur weiter auf  $T_{\text{S}} = 600^{\circ}\text{C}$  kommt es zur Korn-Vergrößerung und einer Struktur, die im SZM als Z3 beschrieben wird. Diese Vergrößerung wird klassischerweise mit einer Ostwald-Reifung [206] in Verbindung gesetzt, die aber in neueren Untersuchungen durch,

z. B. Monte-Carlo-Simulationen durch neuere Modelle erweitert wird [207-209]. Die Delamination der Schicht bei  $T_s = 700^\circ\text{C}$  ist häufig bei hohen Temperaturen und unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat- und Schichtmaterial anzutreffen. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten bei Raumtemperatur für AlN (entlang der c-Achse) und Si sind  $5,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [91] bzw.  $2,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [210]. Sie führen damit zu Druckspannungen in der Schicht und letztendlich zum Versagen des Schicht-Substrat-Interfaces.

Die gefundenen Ergebnisse sind konsistent mit der in der Literatur verwendeten Substrattemperatur bei der Verwendung von RFMS und liegen meist bei  $T_s < 200^\circ\text{C}$  [68, 73, 75, 211-214] bis maximal  $267^\circ\text{C}$  [77]. Der Einfluss der Substrattemperatur wird in [215] im Bereich von  $100 - 400^\circ\text{C}$  genauer untersucht. Die dort gefundenen XRD-Ergebnisse zeigen eine (002)-orientierte AlN-Schicht bei niedrigeren Temperaturen von  $100^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$  bei einer Oberflächenrauigkeit von  $R_a = 2$  bzw.  $3 \text{ nm}$ . Bei höheren Temperaturen zeigen die XRD-Ergebnisse deutliche Schultern, was auf Kornvergrößerung und Verlust der Fasertextur zurückzuführen ist. In einer weiteren Studie zur Substrattemperatur in [216] korreliert  $T_s$  mit der Halbwertsbreite der Rocking-Kurve. Hierbei zeigt sich ebenfalls, dass bei niedrigen Temperaturen die ausgeprägtesten (002)-Fasertexturen zu erreichen sind mit einem Optimum bei  $T_s = 250^\circ\text{C}$  und  $P = 170 \text{ W}$ . Letzteres ist in völliger Übereinstimmung mit den bisherigen Ergebnissen und Diskussionen.

#### 4.1.4 Einfluss des Prozessdrucks

Der Gesamtvolumenstrom aller Prozessgase in den Rezipienten bestimmt, in Verbindung mit der Pumpenleistung und Anlagenkonfiguration (Größe des Rezipienten, Einsatz von Drosselventilen), den erreichbaren minimalen und maximalen Prozessdruck. Um den Einfluss des Prozessdrucks auf die Wachstumseigenschaften der AlN-Schichten zu untersuchen, ist dieser von  $p_{\min} = 2 \times 10^{-3} \text{ hPa}$  bis  $p_{\max} = 4,4 \times 10^{-2} \text{ hPa}$  variiert worden. Wiederum sind hierbei alle anderen Parameter konstant bei  $P_{\text{RF}} = 300 \text{ W}$ ,  $T_s = 220^\circ\text{C}$  und  $c_{\text{N}_2} = 100 \%$ . Unterhalb eines Druckes von  $p_{\min}$  wird das Plasma instabil und beginnt zu flackern. Deutlich unter  $p_{\min}$  erlischt das Plasma gänzlich. Gleiches gilt bei der Überschreitung von  $p_{\max}$  im umgekehrten Sinne.

Bei Prozessdrücken bis ca.  $3,0 \times 10^{-3} \text{ hPa}$  sind bei allen Schichten Delaminationen zu erkennen. Erst ab einem Druck von  $3,3 \times 10^{-3} \text{ hPa}$  werden geschlossene Schichten beobachtet. Abbildung 4.10 zeigt die REM-Aufsicht Aufnahmen einer Auswahl von Schichten, die eine deutliche Abhängigkeit der Morphologie zum Prozessdruck zeigen. Die bereits erwähnten

Delaminationen bei sehr niedrigen Prozessdrücken sind in Abbildung 4.10 a) zu sehen. Bei dieser Probe ist die Schicht vollständig abgeblättert. Wird der Druck in den Bereich des optimalen Prozessdrucks erhöht (siehe Tabelle 4), dann zeigen sich die feinen Faserköpfchen, die auf eine (002)-Fasertextur hindeuten, wie bereits in den vorherigen Abschnitten beobachtet. Bei Überschreiten dieses Druckbereiches ( $\sim 5 \times 10^{-3}$  hPa) vergrößern sich die Kristalle bis hin zu mehreren 100 nm großen, facettierten Körnern. Die Auswertung der XR-Diffraktogramme in normaler Bragg-Brentano Anordnung ist in Abbildung 4.11 gezeigt. Hier bestätigt sich die Vermutung, die bereits durch die REM-Untersuchung aufgestellt wurde, dass die Proben bei  $p_1 < 5 \times 10^{-3}$  hPa eine deutliche Fasertextur zeigen. Diese Fasertextur geht bei Überschreiten dieses Grenzdruckes verloren.

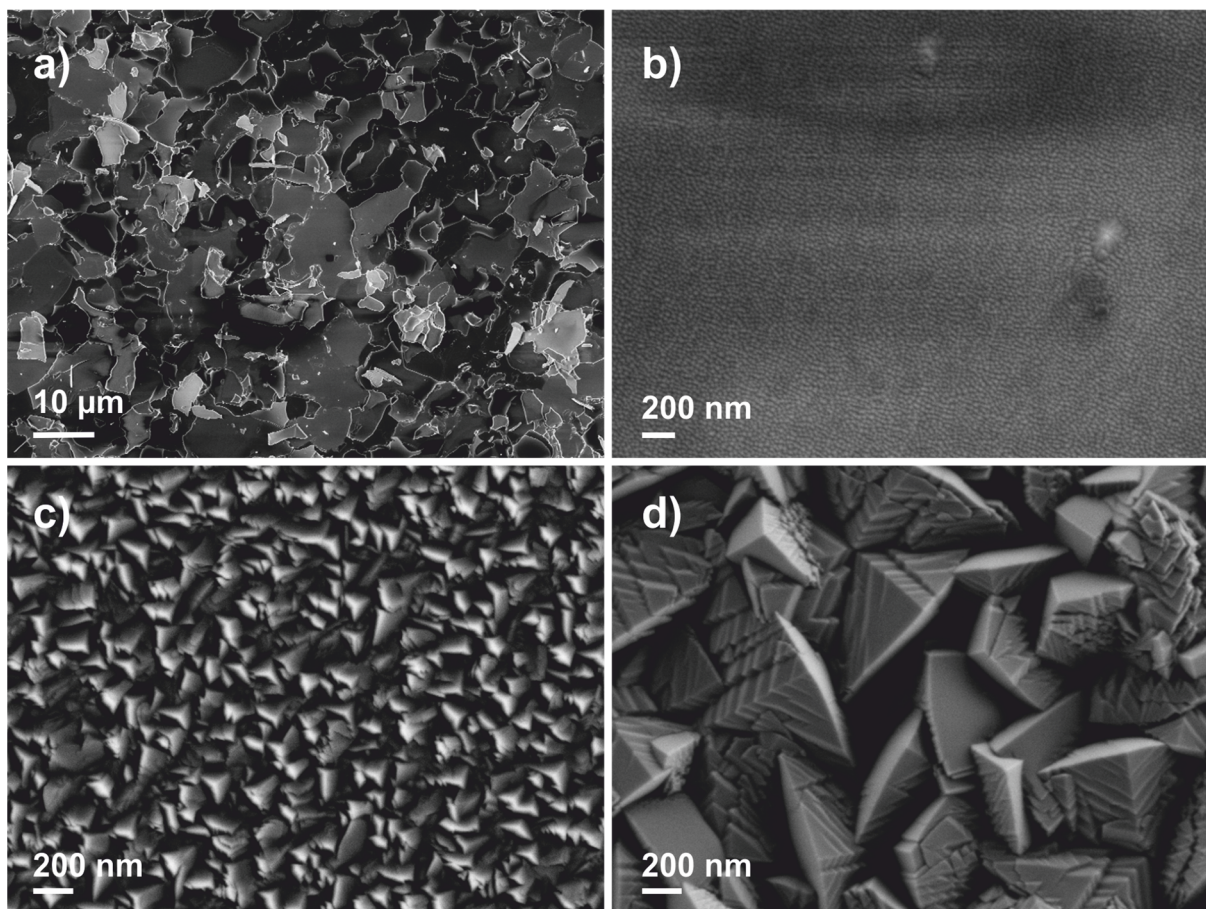


Abbildung 4.10: REM-Aufsicht-Aufnahmen von AlN-Schichten, abgeschieden bei unterschiedlichen Prozessdrücken. a)  $2 \times 10^{-3}$  hPa, b)  $4,3 \times 10^{-3}$  hPa, c)  $8,6 \times 10^{-3}$  hPa, d)  $1,1 \times 10^{-2}$  hPa



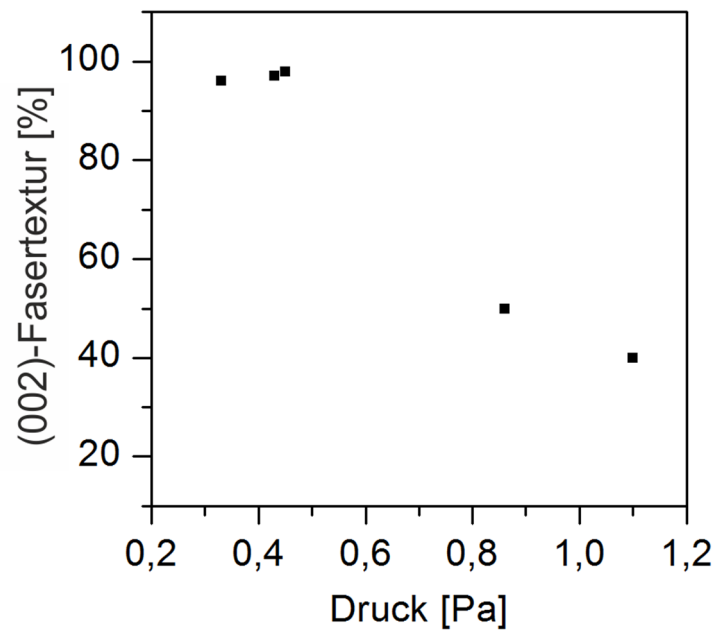


Abbildung 4.11: XRD-Fasertextur Bestimmung mittels  $\theta$ - $2\theta$ -Scan.

Zur Aufklärung der beobachteten Phänomene werden zunächst die Rahmenbedingungen erläutert, denen ein plasmaunterstützter Prozess wie dem Sputtern unterliegt. Der Prozessdruck in einem Plasmaprozess muss zunächst hoch genug sein, sodass genügend Elektronen-Kollisionen stattfinden können, um das Plasma aufrecht zu erhalten. Wird ein gewisser Grenzdruck unterschritten, erlischt das Plasma. Im vorliegendem Fall liegt dieser Druck bei  $p_1 < 2 \times 10^{-3}$  hPa. Ist der Druck wiederum zu hoch (hier  $p_1 > 4,4 \times 10^{-2}$  hPa), ist die mittlere freie Weglänge der Elektronen zu gering, um die nötigen Stoßprozesse mit genügend hoher Energie durchzuführen. Diese beiden physikalischen Grenzen bilden die prozesstechnisch möglichen Grenzen der Beschichtung.

Im Zusammenhang mit der Substrattemperatur in Abschnitt 4.1.3 wurde bereits das Thornton-Modell [190] zur Aufklärung des Schichtwachstums erläutert. In diesem Modell findet neben der Übergangszone (TZ) auch der Prozessdruck Einzug in die Parameterabhängigkeit der dort beschriebenen Schichtmorphologie. Das Modell macht deutlich, dass eine Kristallstruktur, die bei niedrigen homologen Temperaturen ( $T_s / T_m$ ) beobachtet wird, auch bei erhöhter  $T_s / T_m$  festgestellt werden kann, vorausgesetzt  $p_1$  ist hoch. Dieser Effekt wird bei Thornton bis  $T_s / T_m \sim 0,3$  beobachtet. Danach hat der Prozessdruck keine größeren Auswirkungen mehr auf die Schichtstruktur. Die Erklärung dafür liegt in der verringerten Adatommobilität aufgrund vermehrt adsorbierter Gasatome auf dem Substrat bei hohem  $p_1$  [190]. Dieses Modell ist bei der vorliegenden Arbeit nicht zutreffend. Hier werden Kristallstrukturen bei moderaten, konstanten Temperaturen ( $T_s = 220^\circ\text{C}$ ) erreicht, die sonst nur

bei hohen Substratenergiedichten  $T_s = 600^\circ\text{C}$ , vgl. Abbildung 4.6 f), oder  $P_{\text{RF}} = 500\text{ W}$ , vgl. Abbildung 4.2 d), erreicht werden. Eine mögliche Ursache dafür ist die veränderte, mittlere freie Weglänge (MFW) aller am Prozess beteiligten Teilchen. Das für den Beschichtungsprozess wichtigste Teilchen ist das gesputterte Al-Atom bzw. AlN-Molekül. Die MFW eines Al-Atoms in einer Stickstoff Atmosphäre  $\lambda_{\text{Al,N}}$  ist

$$\lambda_{\text{Al,N}} = \frac{1}{\pi d_{\text{Al,N}}^2 n_N} \sqrt{\frac{1 + v_N^2}{v_{\text{Al}}^2}} \quad (4-1)$$

mit der Anzahl der Stickstoffgasteilchen  $n_N \sim p_1$  über das ideale Gasgesetz, dem mittleren Kollisionsdurchmesser des Al- und N-Atoms  $\pi d_{\text{Al,N}} = \pi(d_{\text{Al}} + d_{\text{N}}) / 2$  ( $d_{\text{Al}} = 2,63\text{ \AA}$ ,  $d_{\text{Ar}} = 1,42\text{ \AA}$ ,  $d_{\text{N}} = 1,12\text{ \AA}$  [217]) sowie den mittleren Geschwindigkeiten  $v_N$  und  $v_{\text{Al}}$  unter Annahme einer Boltzmann Geschwindigkeitsverteilung. Für die Berechnung wird eine Temperatur der Al-Atome von  $T_{\text{Al}} = 19.726\text{ K}$  und des  $\text{N}_2$ - bzw. Ar-Prozessgases von  $T_{\text{N}} = T_{\text{Ar}} = 350\text{ K}$  angenommen.  $T_{\text{Al}}$  entspricht dem Maximum der Thompsonverteilung bei  $U_b / 2 = 1,7\text{ eV}$  [218] mit der Oberflächenbindungsenergie  $U_b$ . Bei der Prozessgastemperatur kann

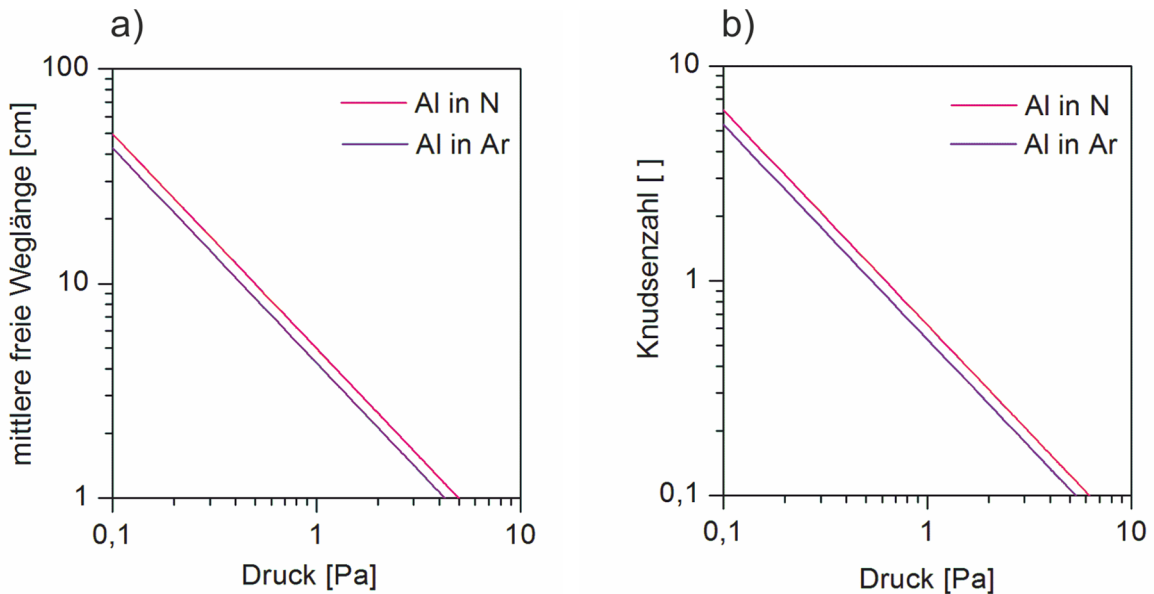


Abbildung 4.12: Mittlere freie Weglänge und Knudsen Zahl (mit  $d_{T-S} = 8\text{ cm}$ ) eines Al-Atoms jeweils in 100 % Stickstoff und 100 % Argon Prozessgas.

niedrigen Ionisationsrate ( $10^{-3} - 10^{-4}$  [219]) der Glimmentladung die Temperatur des Hintergrundgases ( $\sim RT$ ) angenommen werden. Für Al in 100 % Ar gilt (4-1) mit den Werten für Ar und Al analog. Die MFW für Al in N und Al in Ar ist in Abbildung 4.12 a) über dem Prozessdruck doppellogarithmisch aufgetragen. In dem untersuchten Druckbereich fällt die MFW von  $p_{\text{min}}$  bis  $p_{\text{max}}$  exponentiell um  $\Delta\text{MFW} \approx 33\text{ cm}$  von 35 cm auf 1,6 cm ab. Um die

Auswirkungen dieses starken MFW-Abfalls zu bewerten ist in Abbildung 4.12 b) die Knudsenzahl  $Kn = \lambda_{Al} / d_{T-S}$  über dem Prozessdruck ebenfalls doppellogarithmisch aufgetragen.  $Kn$  gibt das Verhältnis von MFW zum Target-Substrat-Abstand  $d_{T-S}$  an. Mit  $Kn$  lässt sich abschätzen, wie viele Stöße ein Al-Atom auf seinem Weg vom Target zum Substrat im Mittel mit einem Gasteilchen eingeht. Im molekularen Strömungsbereich ( $Kn \gg 1$ ) geht ein Al-Atom keine Stöße mit Gasmolekülen ein und trifft mit der „ungebremsten“ Thompson-Energieverteilung auf das Substrat auf, bei der die meisten Al-Atome mit  $E_{Al} = 1,7$  eV auftreffen [199]. Dieser molekulare Strömungsbereich ist bis zu einem Druck von  $p_1 \approx 6 \times 10^{-2}$  hPa gegeben. Wird dieser Druck überschritten gehen die Al-Atome vermehrt Stoßprozesse mit den Gasmolekülen ein. Je geringer die MFW bzw.  $Kn$  ist desto mehr Stoßereignisse geschehen auf dem Weg zum Substrat. Die Konsequenz ist eine Thermalisierung der Al-Atome, da die Al-Atome bei jedem Stoß Energie abgeben. Dieser Vorgang ist auch Gegenstand aktueller Untersuchungen mittels Monte-Carlo-Simulationen [220, 221]. Ein umfangreicher Überblick ist bei Depla und Leroy zu finden [222]. Diese Thermalisierung der Al-Atome führt zu den beobachteten Strukturänderungen in der Schicht [223] auf folgende Weise: Im molekularen Strömungsbereich, nahe  $Kn = 1$ , treffen die Al-Atome und auch alle anderen Teilchen (z. B. die Neutral-Gas-Teilchen, siehe Abschnitt 4.1.2.1) mit hoher Energie auf dem Substrat auf und führen zum Wachstum der (002)-fasertexturierten, feinen Kristall-Nadeln. Wird der Druck weiter reduziert, wie in Abbildung 4.10 a) ( $p_1 = 2 \times 10^{-3}$  hPa  $\rightarrow Kn \approx 3$ ), nehmen die Stöße durch Neutralteilchen und gesputterte Teilchen weiter zu, sind gerichteter und energiereicher und es kommt zu Spannungen in der Schicht, die ggf. zur Delamination führen können. Das Phänomen der Spannungszunahme in der Schicht bei niedrigeren Prozessdrücken ist bei Kusaka und Lee et al. ebenfalls beobachtet worden [224, 225]. Die (002)-Fasertextur bei niedrigen Prozessdrücken deckt sich ebenfalls mit der Literatur [77, 85, 225]. Bei den Schichten der Abbildung 4.10 c) und d) liegt die Knudsenzahl bei  $Kn$  ( $8,6 \times 10^{-3}$  hPa)  $\approx 0,7$  bzw.  $Kn$  ( $1,1 \times 10^{-2}$  hPa)  $\approx 0,5$ . Die meisten Al-Atome kommen also erst nach mehreren Stößen mit Gasteilchen auf dem Substrat an und somit mit geringerer Energie und nicht mehr gerichtet. Weiterhin nimmt die Abscheiderate mit zunehmendem Prozessdruck ab. Bei Proben mit  $p_1 = 1,1 \times 10^{-2}$  hPa liegt die Abscheiderate bei 8,5 nm / min, während bei Proben mit  $p_1 = 4,4 \times 10^{-3}$  hPa diese bei 15,5 nm / min liegt. Die langsamere Beschichtung führt ggf. zum Wechsel von thermodynamisch kontrolliertem Wachstum in ein kinetisch kontrolliertes Wachstum, bei dem die Adatommobilität durch Oberflächendiffusionsmechanismen zum Wachstum größerer Körner führt.

#### 4.1.5 Einfluss der Prozessgaszusammensetzung

Für die Herstellung der AlN-Schichten werden Argon (Ar) und Stickstoff (N<sub>2</sub>) als Prozessgase eingesetzt. Der Volumenanteil der beiden Gase am Gesamtvolumenstrom in die Prozesskammer bestimmt über das im Rezipienten vorhandene Mischungsverhältnis der beiden Gase. Der Einfluss dieses Mischungsverhältnisses auf die Wachstumseigenschaften der AlN-Schicht wird im Folgenden untersucht. Für die Untersuchung sind die RF-Leistung  $P_{RF}$ , Substrattemperatur  $T_s$  und der Druck  $p_1$  konstant bei  $P_{RF} = 300 \text{ W}$ ,  $T_s = 410^\circ\text{C}$  bzw.  $p_1 = 3,5 \times 10^{-3} \text{ hPa}$ . Das Mischungsverhältnis der Prozessgase wird über deren Massenströme eingestellt. Der in den Massenstrom-Reglern (MFC) gemessene Massenstrom wird von der Regler-Elektronik in einen Volumenstrom bei Standardbedingungen ( $T_s = 271,15 \text{ K}$ ,  $p_s = 1013,25 \text{ kPa}$ ) umgerechnet. Daher werden im Folgenden, und in der Beschichtungstechnik allgemein, Flussraten in Kubikzentimeter pro Minute (sccm, engl.: standard cubic centimeter per minute) angegeben. Die brutto Flussrate in den Rezipienten betrug bei allen Experimenten  $Q_g = 100 \text{ sccm}$ . Ar und N<sub>2</sub> wurden von  $Q_{Ar,max} = 30 \text{ sccm}$  bis  $Q_{Ar,min} = 0 \text{ sccm}$  und entsprechend von  $Q_{N_2,min} = 70 \text{ sccm}$  bis  $Q_{N_2,max} = 100 \text{ sccm}$  eingestellt. Bei einer Änderung der Gaszusammensetzung muss die Kalibrierung der Drucksensoren beachtet werden. Werden nämlich verschiedene Verhältnisse von N<sub>2</sub> zu Ar ( $Q_{N_2} / Q_{Ar}$ ) eingestellt, ändert sich der Druck am Anzeigegerät, obwohl  $Q_g = \text{konstant}$ . Der Druck in der Kammer ist nach dem Gesetz von Avogadro aber unabhängig von der Gaszusammensetzung. Der auftretenden Diskrepanz wird Rechnung getragen, indem für den Pirani Drucksensor ein Korrekturfaktor für Ar von 1,39 angesetzt wird. Da alle eingesetzten Drucksensoren auf N<sub>2</sub> geeicht sind, muss dieser Korrekturfaktor, gewichtet mit dem Volumenstromverhältnis, für den abgelesenen Druck angesetzt werden, sobald Ar im Prozessgasgemisch vorhanden ist.

Mit der Variation der Prozessgaspartialdrücke kann beim reaktiven Sputtern Einfluss auf die Stöchiometrie der aufwachsenden Schicht Einfluss genommen werden [198, 226, 227]. Um den Einfluss der N<sub>2</sub>-Konzentration auf den Bindungszustand in den AlN-Schichten zu bewerten, wurden FTIR-Messungen durchgeführt. In früheren Untersuchungen ist der Übergang von der rein metallischen Al-Abscheidung zu AlN untersucht worden. Bei der Beschichtung in reiner Ar-Atmosphäre wird erwartungsgemäß eine reine Al-Schicht abgeschieden. Geringe Konzentrationen N<sub>2</sub> ( $Q_{N_2} < 4 \text{ sccm}$ ) führen zu einer nicht-stöchiometrischen Al<sub>x</sub>N<sub>y</sub>-Schichtzusammensetzung oder zu nicht-texturiertem Kornwachstum [68, 74, 228-230]. Außerdem ist die Prozesskontrolle schwierig in diesem Übergangsbereich, da aufgrund der Getter-Effekte und einsetzenden Targetvergiftung die Sputterrate über  $Q_{N_2}$  in eine Hysterese versetzt wird [231, 232] [233].

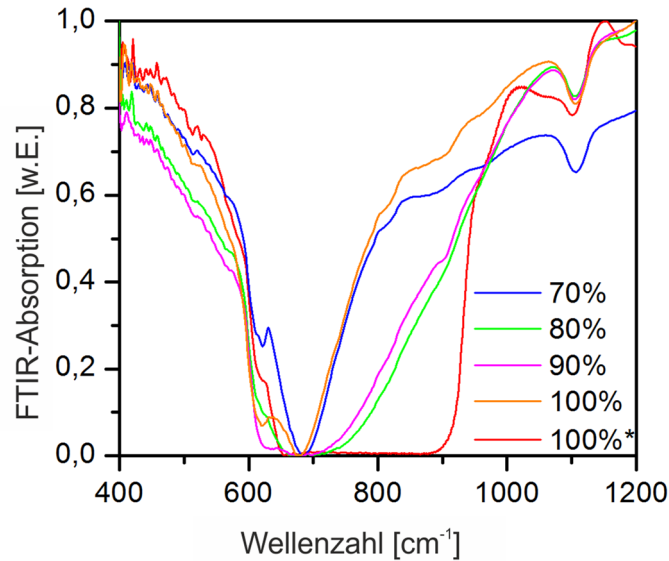


Abbildung 4.13: FTIR-Messung an AlN-Proben, die mit unterschiedlicher  $N_2$ -Konzentration hergestellt wurden. \* Vergleichsmessung einer fasertexturierten AlN-Schicht, abgeschieden bei optimalen Beschichtungsparametern.

Abbildung 4.13 zeigt die FTIR-Spektren von AlN-Schichten, die bei unterschiedlichen Prozessgaszusammensetzungen hergestellt wurden. Allen Spektren gemein ist das deutliche Absorptionsband bei Wellenzahl  $680\text{ cm}^{-1}$ , was dem  $E_1$  (TO, transverse optical) Band des hexagonalen AlN entspricht [234, 235]. Bei allen hier gemessenen Proben zeigen die XRD-Untersuchungen keine Fasertextur. Entsprechend fehlt das  $E_1$  (LO, longitudinal optical), das bisher nur in einkristallinen Whiskern nachgewiesen wurde [236]. In Abbildung 4.13 ist zum direkten Vergleich das Spektrum einer fasertexturierten Probe, die in Abschnitt 4.2 genauer untersucht werden, eingefügt. Hier zeigt sich ein deutliches AlN-Reststrahlenband zwischen dem TO- und LO-Phononen, was bisher nur an Einkristallen nachgewiesen wurde [237]. Weiterhin ist zu beobachten, dass sich das TO-Hauptband aufteilt und ein kleineres Band bei Wellenzahl  $621\text{ cm}^{-1}$  auftaucht. Dieses kann der  $A_1$  (TO) zugeordnet werden und wird bei Cheng et. al. [228] auch bei sinkender Stickstoffkonzentration beobachtet. Wie bei Cheng bereits erwähnt, sind die Änderungen in den Spektren nicht auf eine geänderte Stöchiometrie zurückzuführen, sondern ausschließlich auf die polykristalline Natur der AlN-Schichten. Bestätigt wird dies durch die Kurve der Probe bei 100 % Stickstoff in Abbildung 4.13, die ebenfalls das  $A_1$  (TO) Band zeigt. Da die XRD-Untersuchungen dieser Probe keinerlei präferierte Orientierung zeigt, wird auch kein Reststrahlenband beobachtet wie bei der texturierten Vergleichsprobe in Abbildung 4.13. Weiterhin ist ein deutliches Band bei  $\sim 1100\text{ cm}^{-1}$  bei allen Proben zu sehen. Dies kann dem Si-O-Streckband zugeordnet werden, das erwartungsgemäß am Si-Substrat gemessen wird [238].

Die Ergebnisse zeigen, dass der Bindungszustand in der Schicht nicht von der Prozessgaszusammensetzung abhängt. Dies ist auch zu erwarten, da die Stöchiometrie der AlN-Schichten erst deutlich unterhalb 25 % N<sub>2</sub> gestört ist [68]. Die FTIR-Spektren werden aber von der Fasertextur und der Kristallinität in der Schicht beeinflusst [236]. Für die Fasertextur wird in einigen Untersuchungen der Einfluss des Ar-N<sub>2</sub>-Verhältnisses beleuchtet. Assouar et al. findet das Optimum bei 40 % N<sub>2</sub> und vergleichbaren Parametern (RFMS, Substrat-Target-Abstand 80 mm, T<sub>S</sub> = 400°C), aber bei niedrigerem P<sub>RF</sub> = 170 W und höherem p<sub>1</sub> = 4,7 x 10<sup>-3</sup> hPa [79]. Bei Kuska et al. ist keine Texturabhängigkeit gefunden worden, sobald die N<sub>2</sub>-Konzentration über 50 % steigt [225]. Die Parameter sind auch hier vergleichbar (RFMS, Substrat-Target-Abstand 75 mm, P<sub>RF</sub> = 250 W, p<sub>1</sub> = 5 x 10<sup>-3</sup> hPa, T<sub>S</sub> = 307°C). Cheng et al. findet die beste Fasertextur bei 100 % N<sub>2</sub> [228] und Kar et al. bei 80 % N<sub>2</sub> [239]. In anderen Untersuchungen sind ebenfalls sehr unterschiedliche Ar:N<sub>2</sub>-Verhältnisse mit Erfolg verwendet worden [78, 90, 240-242]. Warum liegen die Prozessgaszusammensetzungen in der Literatur so weit auseinander bei vergleichbaren Ergebnissen der Fasertextur? Die Antwort kann mit den bisher gefundenen Ergebnissen zur RF-Leistung, Substrattemperatur und des Drucks sowie den diskutierten Parametern aus Abschnitt 4.1.2.1 gefunden werden. Die Beimischung von Ar in das Prozessplasma löst eine Fülle von plasmaphysikalischen Änderungen wie z. B. Elektronendichte, Ionisationsgrad, Plasmastrahlung etc. aus. Die wichtigsten Parameter sind zum einen die veränderte Zerstäubungsrate und die damit verbundene Erhöhung der Abscheiderate, zum anderen die veränderte MFW der gesputterten Al-Atome und AlN-Moleküle. Mit der Zunahme des Argon Partialdruckes im Prozessplasma wächst die Anzahl der schwereren Ar-Ionen. Da die Zerstäubungsrate mit der Masse des eintreffenden Ions zunimmt (siehe Abschnitt 4.1.2), steigt diese mit zunehmendem Ar-Gehalt. Moreira et al. [243] und Kusaka et al. [225] fanden, dass die Abscheiderate mit einer Zunahme des Stickstoffgehaltes bis ca. 40 % N<sub>2</sub> abnimmt und dann nicht mehr nennenswert abfällt. Dies wäre ein Grund für das große Prozessfenster in Bezug auf die Stickstoffkonzentration. Die MFW ist ebenfalls von den im Prozessgas vorhandenen Gassorten abhängig. In Abbildung 4.12 ist die MFW und die Knudsenzahl Kn für Al in N<sub>2</sub> und Ar berechnet worden. In dem für das RFMS interessanten Druckbereich erkennt man, dass die MFW für Stickstoff und Argon auseinander liegen (z. B. für p<sub>1</sub> = 3,5 x 10<sup>-3</sup> hPa ist MFW (N<sub>2</sub>) = 14 cm und MFW (Ar) = 12 cm) und steil abfällt. Die gesputterten Al-Teilchen werden in einer Ar-reichen Atmosphäre also schneller thermalisiert (Kn < 1) als in einer N<sub>2</sub>-reichen Atmosphäre (Kn > 1). Das wiederum ist aber abhängig vom Target-Substrat-Abstand und Druck, wie in Abschnitt 4.1.4 bereits diskutiert. Wird also der Druck und / oder der Target-Substrat-Abstand in geringem Maße angepasst sind große

Änderungen bei Kn zu erwarten und damit im Schichtaufbau.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass auch mit Beimischungen von Ar ein texturiertes Wachstum generell möglich ist. Dafür müssen dann in erster Linie der Druck bzw. Target-Substrat-Abstand und evtl. die RF-Leistung und Substrattemperatur entsprechend eingestellt werden.

## 4.2 Messungen an texturierten AlN-Proben

Nachdem ein Parameterfenster für das Wachstum qualitativ hochwertiger, fasertexturierter AlN-Schichten gefunden und der Einfluss der verschiedenen

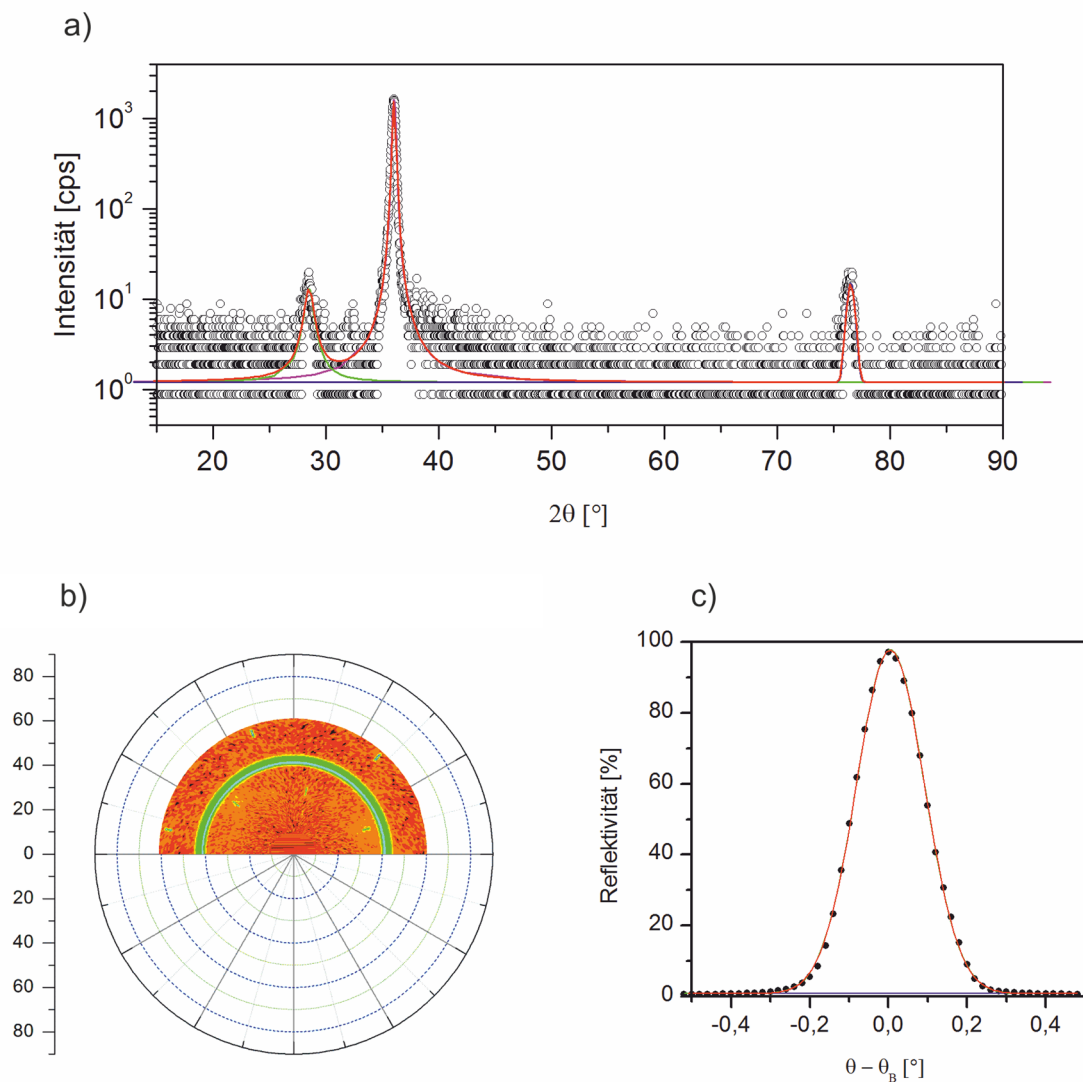


Abbildung 4.14: XRD-Messungen an Fasertexturierten AlN-Schichten. a)  $\theta - 2\theta$  Diffraktogramm mit Voigt-Anpassung, b)  $\{102\}$ -Polfigur und c) Rockingkurve, Halbwertsbreite  $0,2^\circ$ .

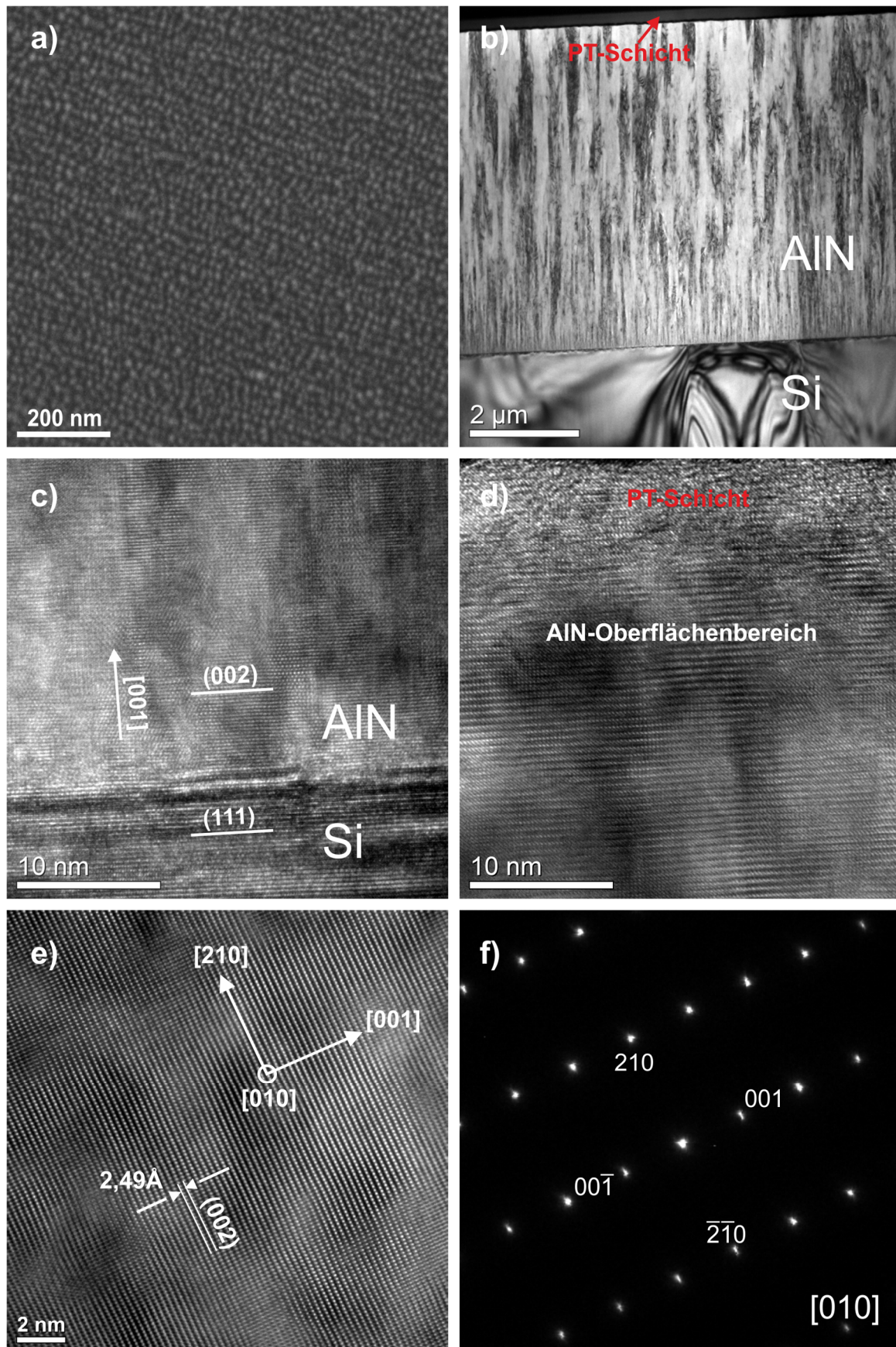


Abbildung 4.15: REM- und TEM-Untersuchungen von heteroepitaktischen AlN-Schichten. a) REM-Oberflächenaufnahme, b) TEM-Übersicht des untersuchten Querschnitts, c) HRTEM-Aufnahme des Interface und d) der Oberfläche, e) Untersuchung des Netzebenenabstandes und f) des korrespondierenden SAED-Musters.



Beschichtungsparameter auf das Wachstumsverhalten verstanden wurde, werden diese fasertexturierten Proben genauer hinsichtlich ihrer Kristallorientierung, Oberflächenrauheit und -morphologie sowie Bindungszustand überprüft. Dazu werden XRD-, AFM- und REM-Messungen durchgeführt. Hochauflösende TEM-Untersuchungen geben Aufschluss über die Kristallitgröße und die Interfacestruktur zwischen Substrat und Schicht. Ebenfalls werden abschließend in diesem Kapitel die Messungen der akustischen Wellenausbreitungsgeschwindigkeiten mittels Rasterultraschallmikroskopie vorgestellt. Die Beschichtungsparameter der nachfolgend verwendeten Proben sind in Tabelle 4 (s. S. 44) zusammengefasst.  $\theta$  -  $2\theta$  Messungen der AlN-Schichten zeigen bei fasertexturierten Proben die dominierende (002)-AlN-Spitze bei  $2\theta = 36^\circ$ , die korrespondierende (004)-Spitze bei  $2\theta = 76,5^\circ$  und, je nach Dicke der Schicht, auch die Substrat Spitzen. In Abbildung 4.14 a) ist die  $\theta$  -  $2\theta$ -Messung einer 300 nm dicken AlN-Schicht gezeigt. Die logarithmische Darstellung mit den Voigt-Anpassungen zeigt neben der dominierenden (002)-AlN-Spitze bei  $2\theta = 36,0^\circ$  auch die viel schwächere (004)-AlN-Spitze bei  $2\theta = 76,5^\circ$  und eine Spitze bei  $2\theta = 28,5^\circ$ , die dem (111)-Si-Reflex zugeordnet werden kann. Alle Schichten zeigen weiterhin keine Kristallorientierung innerhalb der Schichtebene, wie bereits in Abschnitt 4.1.3 untersucht. Hierzu wurden stichprobenhaft  $\{102\}$ -Polfigurmessungen durchgeführt, die alle einen Ring bei  $\chi = 42^\circ$  aufweisen. Abbildung 4.14 b) zeigt die Polfigur einer 2,5  $\mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht. Die Texturschärfe kann mithilfe von  $\omega$ -Scans (Rockingkurve) ermittelt werden. Für eine 6,4  $\mu\text{m}$  dicke AlN-Schicht ist in Abbildung 4.14 c) die Rockingkurve um  $2\theta = 36,0^\circ$  gezeigt. Die Halbwertsbreite der Rockingkurven bewegt sich zwischen  $0,1$  und  $0,3^\circ$ .

Um die Kristallstruktur und das Interface zwischen Substrat und Schicht zu untersuchen, wurden hochauflösende TEM-Untersuchungen durchgeführt. Abbildung 4.15 a) und b) zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Oberfläche und die dazugehörige transmissionselektronenmikroskopische Aufnahme einer 6  $\mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht. Wie in Abschnitt 4.1.3 schon gesehen, zeigt die REM-Aufnahme die Spitzen der feinen AlN-Fasern. Der Faserdurchmesser wurde mittels REM- und TEM-Messungen bestimmt und bewegt sich zwischen 20 und 60 nm. Die Untersuchungen des Interface zwischen Schicht und Substrat zeigen ein heteroepitaktisches Wachstumsverhalten. Der Übergang ist in Abbildung 4.15 c) zu sehen. Die AlN-Schicht wächst mit  $[001]_{\text{AlN}} \parallel [111]_{\text{Si}}$  und  $(002)_{\text{AlN}} \parallel (111)_{\text{Si}}$  bei einem scharfen Interface. In der starken Vergrößerung von Abbildung 4.15 e) ist die Orientierung der Schicht eingetragen, die durch das korrespondierende SAED-Bild f) ermittelt wurde. Der (002)-Ebenenabstand kann in der hochauflösenden Aufnahme sehr genau bestimmt werden und beträgt  $2,49 \pm 0,01 \text{ \AA}$ . An der Oberfläche der Schicht sind bis in die letzten Nanometer der Schicht

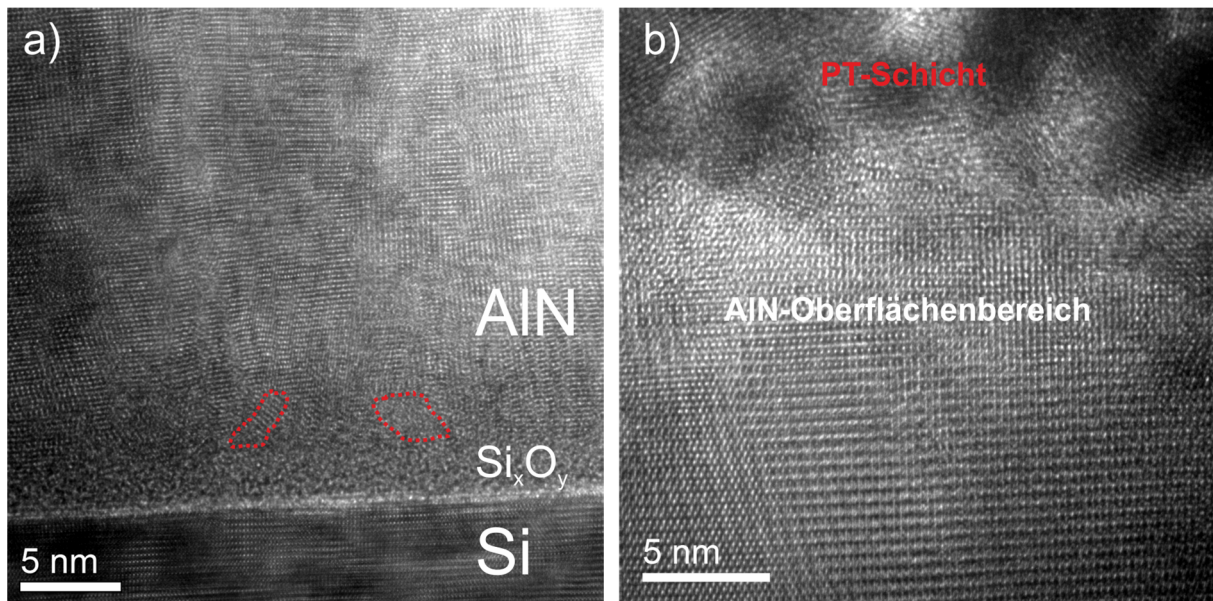


Abbildung 4.16: TEM-Aufnahmen einer AlN-Schicht auf einer thermisch gewachsenen, amorphen  $\text{Si}_x\text{O}_y$ -Zwischenschicht. a) Interface Si- $\text{Si}_x\text{O}_y$ -AlN, b) Oberfläche der Probe.

deutlich die (002)-Ebenen zu erkennen (s. Abbildung 4.15 d). Befindet sich auf dem Si-Wafer eine native oder thermisch gewachsene, amorphe  $\text{Si}_x\text{O}_y$ -Schicht, können ebenfalls AlN-Schichten mit (002)-Fasertexturen aufwachsen. Das Interface ist aber dann nicht mehr scharf, sondern es zeigt wenige Nanometer große Bereiche mit verschiedener Kornorientierung oder mit amorphen Anteilen. In Abbildung 4.16 a) sind diese Bereiche rot umrandet hervorgehoben. Nach diesem 0 - 3 nm dickem Übergangsbereich beginnt das (002)-orientierte, texturierte Wachstumsverhalten.

Abbildung 4.17 a) zeigt eine typische Kraft-Weg-Kurve einer (002)-faserorientierten AlN-Schicht, die mittels Nanoindentierung gemessen wurde. Eingetragen sind die wichtigsten Größen und das Verhältnis von Eindringtiefe und Kraft als eingefügtes Diagramm. Hierauf wurde in Abschnitt 3.2.6 bereits eingegangen. Die Kurve zeigt ein elasto-plastisches Verhalten [244] ohne Kriechverhalten bei einer Haltezeit von 10 Sekunden unter Höchstlast  $F_{\max}$  [171]. In Abbildung 4.17 b) sind die Härte  $H$  und die Werte des reduzierten E-Moduls  $E_r$  einer Messung mit 100 Einzelmessungen über der Eindringtiefe aufgetragen. Die Härtemessungen zeigen keinerlei „indentation-size-Effekte“, wie sie in der Literatur häufig auftreten [171, 173, 244-246]. Diese Effekte werden unterschiedlichen Ursachen zugeschrieben wie Ungenauigkeiten in der Berechnung der Kontaktfläche, Oberflächeneffekte wie Abrasion oder Kontamination, tiefenabhängige Dehnungsgradienten, die durch die Kanten des Eindringkörpers entstehen und Gradienten in nulldimensionalen, kristallographischen Defekten und der Stöchiometrie [171]. Die Abwesenheit dieses „size-Effektes“ ist ein wichtiger Hinweis

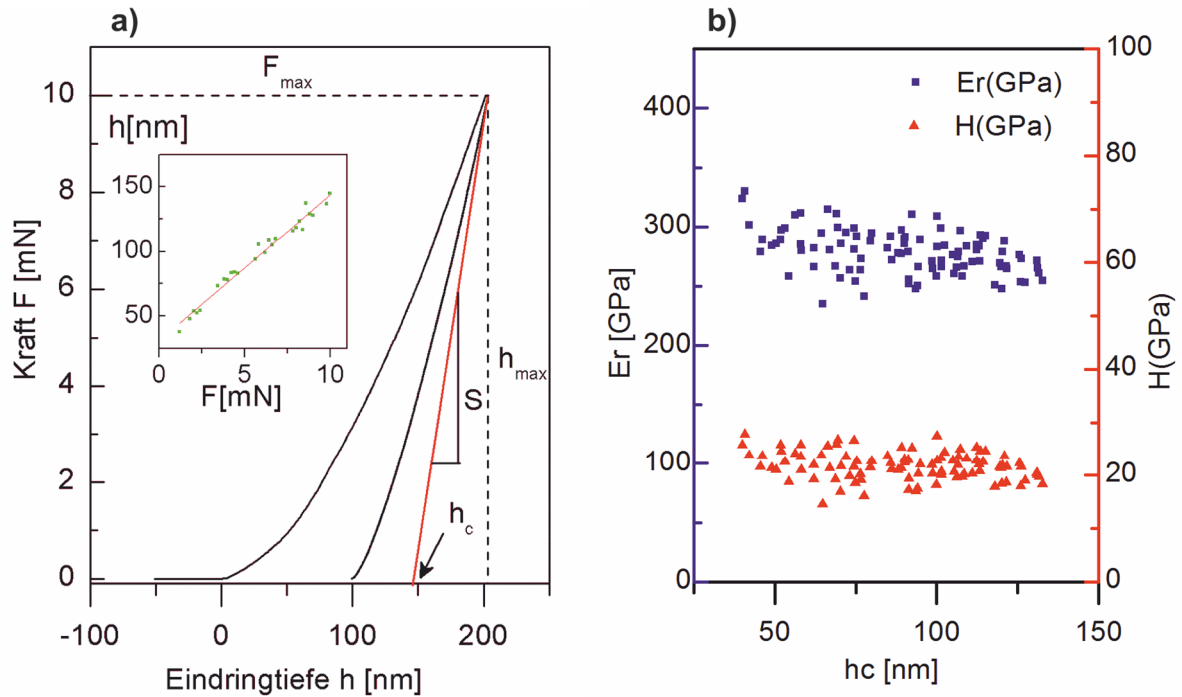


Abbildung 4.17: Messergebnisse der Nanoindentierung einer Fasertexturierten, 5  $\mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht auf Si. a) Eine typische Kraft-Weg-Kurve eines Messpunktes. Das eingebettete Diagramm zeigt die lineare Abhängigkeit der Eindringtiefe zur Kraft. b) Reduziertes E-Modul und Härte bei unterschiedlichen Eindringtiefen.

auf eine fehlerfreie Messung und qualitativ hochwertige Schichten. Bei den AlN-Schichten mit (002)-Fasertextur ist eine Schichthärte von  $H = 21,8 \pm 2,1$  GPa ermittelt worden.

Das reduzierte E-Modul aller Messungen kann mit (3-3) in das E-Modul umgerechnet werden. Die benötigten mechanischen Kennwerte für den Diamanteindringkörper vom Berkovich-Typ sind der E-Modul  $E_i = 1141$  GPa und die Querkontraktionszahl  $\nu_i = 0,07$  [247]. Für die Querkontraktionszahl der AlN-Schicht wird  $\nu = 0,287$  [248] gesetzt. Daraus ergibt sich ein E-Modul von  $E = 338$  GPa  $\pm 14,8$ . Die Messung in Abbildung 4.17 b) zeigt einen leichten Abfall bei  $E_r$  über  $h_c$  mit zunehmendem  $h_c$ . Dieser Effekt ist darauf zurückzuführen, dass im vorliegenden Falle eine Schicht auf einem Substrat abgeschieden wurde, deren beider E-Module sich stark unterscheiden. Das E-Modul der AlN-Schicht ist nahezu doppelt so hoch wie das des Si-Wafers (185 GPa für [111]). Bei solch stark unterschiedlichen, mechanischen Kennwerten zwischen Schicht und Substrat wird immer ein Substrateinfluss messbar sein. Dieser Einfluss kann aber minimiert werden, indem die Eindringtiefe nicht zu hoch gewählt wird. Eine empirische „Faustregel“, die in der Literatur weitgehend Anwendung findet, ist die 10 %-Regel [244]. Diese besagt, dass die Eindringtiefe während der Messung 10 % der Schichtdicke nicht überschreiten darf, um den Substrateinfluss gering zu halten. Diese Regel fand auch bei den vorliegenden Messungen Anwendung.

Die gemessene Härte liegt in guter Übereinstimmung mit denen in der Literatur gemessenen Werten [249, 250]. Das ermittelte E-Modul liegt um ca. 40 GPa höher als bei den in der Literatur zu findenden Werten ( $\sim 300$  GPa) [249-252]. Dies ist in erster Linie der höheren Reinheit der in dieser Arbeit hergestellten Schichten zurückzuführen. Taylor und Lenie haben Messungen an AlN-Einkristallen von hoher Reinheit durchgeführt und einen E-Modul von 344 GPa ermittelt, der den hier gemessenen Werten sehr nahe kommt [47]. Das E-Modul sinkt mit steigender Querkontraktionszahl  $\nu$  und umgekehrt (siehe (3-3)), sodass bei extremen  $\nu$  von  $0,2 < \nu < 0,3$  ein E-Modul von  $353,8 \text{ GPa} < E < 335,4 \text{ GPa}$  zu erwarten wäre. Weiterhin sind die mechanischen Kennwerte abhängig von dem Schichtspannungszustand [253] und bei sehr dünnen Schichten ( $< 300 \text{ nm}$ ) von der Schichtdicke [254].

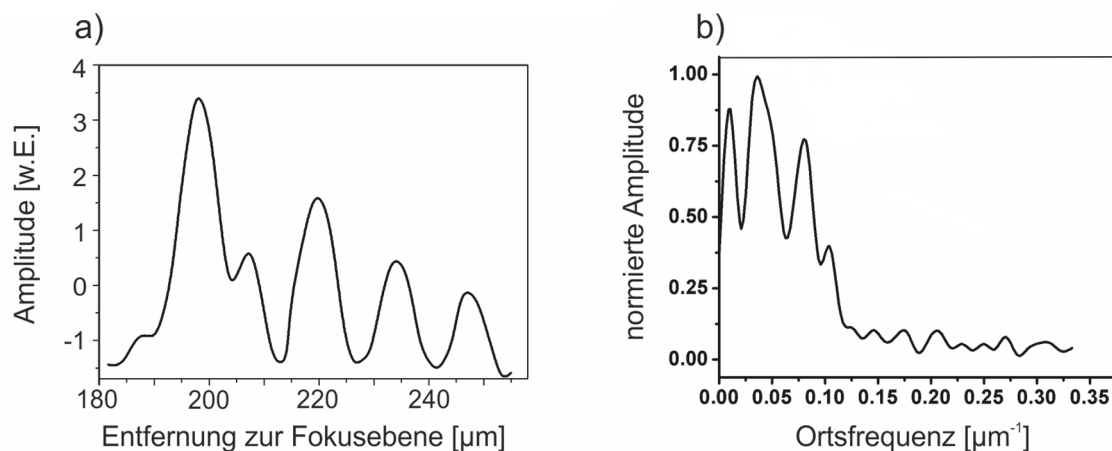


Abbildung 4.18: a) Akustische Materialsignatur (AMS),  $V(z)$  einer  $6,6 \mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht auf Si bei einer Anregungsfrequenz von  $1,2 \text{ GHz}$ . b) Fouriertransformierte der  $V(z)$  Kurve.

Die akustischen Materialeigenschaften werden an ausgewählten Schichten mittels Rasterultraschallmikroskopie (SAM) analysiert. Abbildung 4.18 a) zeigt das Ergebnis einer SAM-Analyse in Form der akustischen Materialsignatur (AMS) an einer  $6,6 \mu\text{m}$  dicken AlN-Schicht und einer Anregungsfrequenz von  $f = 1,2 \text{ GHz}$ . Mithilfe der Fourier Transformierten von  $V(z)$  nach  $V(f)$  in Abbildung 4.18 werden die Interferenzen höherer Ordnung deutlich sichtbar. Die Ortsfrequenz der Longitudinalwelle liegt bei  $\beta = 0,03 \mu\text{m}^{-1}$ , was einem  $\Delta z = 33 \mu\text{m}$  entspricht. Nach (3-15) folgt eine Geschwindigkeit für die SLAW von  $V_{\text{SLAW}} = 10,9 \text{ km/s}$ . Genauso kann die Geschwindigkeit der SAW gefunden werden, deren Ortsfrequenz bei  $\beta = 0,11 \mu\text{m}^{-1}$  liegt, was einem  $\Delta z = 9 \mu\text{m}$  entspricht und wiederum zu  $V_{\text{SAW}} = 5,7 \text{ km/s}$  führt. Zwischen den beiden Spitzen der SLAW und der SAW befindet sich eine weitere Spitze, die der Transversalwelle zugeordnet werden kann. Die Spitze liegt bei Ortsfrequenz  $\beta = 0,08 \mu\text{m}^{-1}$  ( $\Delta z = 12,5 \mu\text{m}$ ), die Geschwindigkeit der Transversalwelle ist damit  $V_{\text{T}} = 6,7 \text{ km/s}$ . Letztere kann auch über die Rayleigh Dispersions-Gleichung (3-16)

ermittelt werden und ist dann  $V_T^* = 6,2 \text{ km/s}$  schnell. Damit sind alle Bedingungen erfüllt, um mittels AMS die Werkstoffkonstanten  $\nu$ ,  $E$  und  $\mu$ , Poisson-Zahl, E-Modul und Schubmodul zu berechnen. (3-17) liefert die Poisson-Zahl  $\nu = 0,26$ . Über (3-18) und (3-19) wird  $E = 315 \text{ GPa}$  und  $\mu = 125 \text{ GPa}$ . Dabei wurde die durch Röntgenreflektometrie ermittelte Dichte  $\rho = 3260 \text{ kg/m}^3$  verwendet [178]. Alle verwendeten bzw. ermittelten Geschwindigkeiten und mechanischen Kennwerte sind in Tabelle 5 zusammengefasst und werden dort mit Literaturwerten verglichen.

*Tabelle 5: Ermittelte mechanische und akustische Kennwerte der AlN-Schichten im Vergleich zu Literaturwerten. <sup>1</sup> AlN-Schichten auf Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> mittels DC-Sputtern, Brillouin-Streuung. <sup>2</sup> AlN auf unbekanntem Substrat mittels gepulstem DC-Sputtern, Nanoindentierung, <sup>3</sup> AlN-Schichten auf Saphir mittels MO-CVD, <sup>4</sup> gesintertes, polykristallines AlN.*

Quelle	E [GPa]	H [GPa]	$\mu$ [GPa]	$V_{\text{SAW}}$ [km/s]	$V_{\text{SLAW}}$ [km/s]	$V_T$ [km/s]
Diese Arbeit						
Nanoindent.	338	21,8	131			
SAM	315		125	$5,7 \pm 0,15$	10,9	6,7
[255] <sup>1</sup> , [249] <sup>2</sup>	300	22		5,3 - 5,6	10,0 – 10,5	5,7 – 6,0
[256] <sup>3</sup> , [251] <sup>4</sup>	308			5,6	10,1	6,3

### 4.3 AlN auf Saphir (Transmissionsmessung)

Die Herstellung von AlN-Schichten auf einkristallinem  $\alpha$ -Aluminiumoxid (Saphir, Korund) wurde in der Vergangenheit eingehend studiert [66, 94, 216]. Der entscheidende Vorteil der Abscheidung von AlN, oder allgemein von Halbleitermaterialien, auf Saphir ist das spannungsarme, heteroepitaktische Aufwachsen der Schichten. Dies vergrößert das Prozessfenster für ein texturiertes Wachstum und ermöglicht sogar das Abscheiden einkristalliner Schichten. Letzteres ist (noch) nicht gelungen im Falle von AlN, aber für viele andere Materialien inklusive GaN [257]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden AlN-Schichten auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit denselben Abscheideparametern für qualitativ hochwertige, fasertexturierte Schichten auf Si-(111) hergestellt, um die optischen Eigenschaften der Schichten zu charakterisieren. Hierfür werden Transmissionsmessungen durchgeführt und die optischen Konstanten mit den Methoden aus Abschnitt 3.2.7 bestimmt. Die Beschichtungszeit betrug 60 Minuten, die Schichtdicke wurde mittels REM-Querschnittsaufnahme an einer Si

Referenzprobe gemessen und betrug 820 nm. Auch diese Schichten auf Saphir zeigen fasertexturiertes Wachstum in den XRD-Untersuchungen und sind für das bloße Auge farblos und transparent.

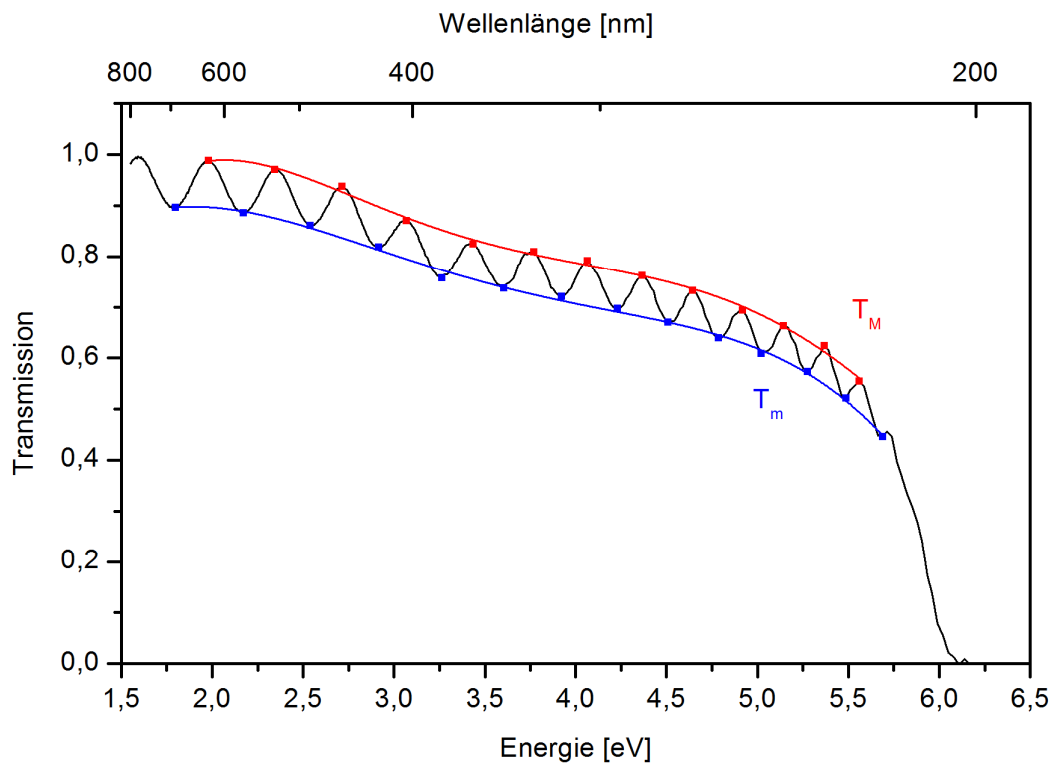


Abbildung 4.19: Transmissionsspektrum einer AlN-Schicht auf Saphir. Die Hüllkurven  $T_M$  und  $T_m$ , sind rot bzw. blau eingezeichnet.

In Abbildung 4.19 ist das Transmissionsspektrum einer AlN-Schicht auf einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat gezeigt. Ebenfalls zu sehen sind die berechneten Hüllkurven  $T_M$  und  $T_m$ . Zunächst fällt die hohe, optische Transparenz über einem weiten Wellenlängenbereich bis hinein in den mittleren UV-Bereich auf. Ab einer Photonenenergie von 5,6 eV sinkt die Transmission unter 50 % und innerhalb weiterer 0,4 eV bis auf nahe Null. Dieser starke Abfall fällt mit der bekannten Bandlücke des AlN von 6,2 eV zusammen [98, 258, 259]. Die hohe Transparenz konnte bisher nur bei sehr reinen (keine Sauerstoffverunreinigung oder N-Lücken) Schichten, die mittels Atomlagenabscheidung (ALD) [53] oder Molekularstrahlepitaxie (MBE) [235] hergestellt wurden, beobachtet werden. Aus dem Interferenzmuster in Abbildung 4.19 werden die optischen Konstanten und die Schichtdicke bestimmt. Hierfür sind in Abbildung 4.20 a) die Ergebnisse aus (3-6)-(3-10) zusammengefasst. Es ergibt sich ein Brechungsindex von  $n = 2,14 \pm 0,06$  und eine Schichtdicke von  $d = 834$  nm. Die berechnete Dicke aus den optischen Daten weicht zu nur 1,7 % von dem rasterelektronenmikroskopisch gemessenen Wert ab. Mit

der Bestimmung der Schichtdicke kann nun der Absorptionskoeffizient  $\alpha$  mittels (3-11) - (3-13) bestimmt werden. In Abbildung 4.20 b) ist dieser über der Photonenenergie gezeigt.  $\alpha$  fällt bei einer Photonenenergie von 3,3 eV auf nahe Null ab und steigt exponentiell bis 5,5 eV an. In der Nähe der Bandlücke bei 6,2 eV wird die Absorption dann maximal [260, 261].

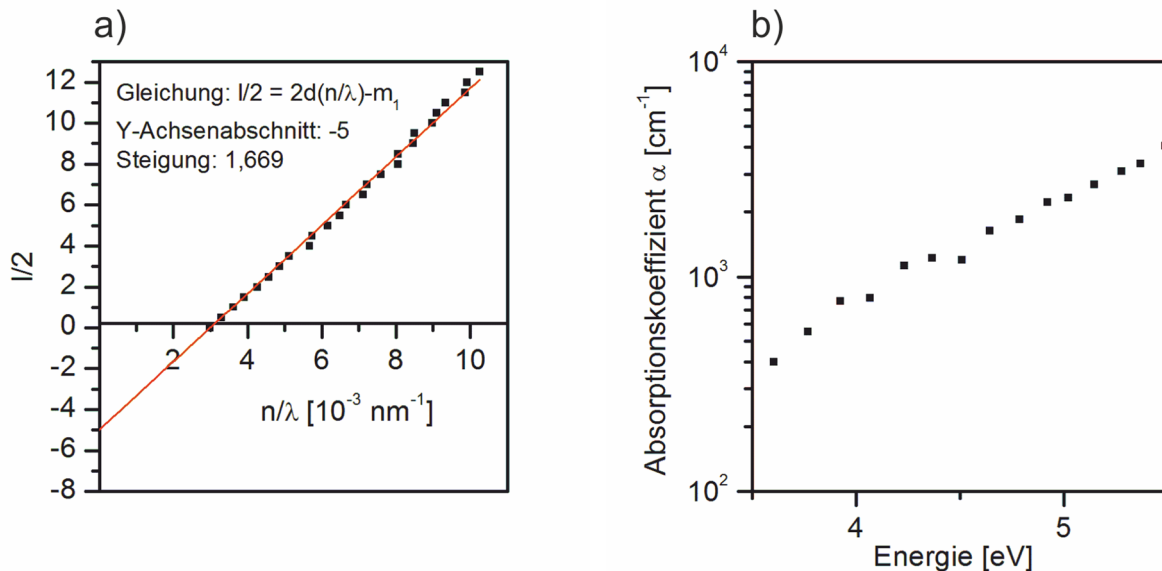


Abbildung 4.20: a) Lineare Approximation der Schichtdicke und Bestimmung des Wellenzahlvielfachen  $m$ . b) Absorptionskoeffizient der AlN-Schicht über der Photonenenergie.

Die in dieser Arbeit gemessenen optischen Parameter sind in guter Übereinstimmung mit denen in der Literatur gemessenen Werten an qualitativ hochwertigen AlN-Schichten oder Einkristallen, die erst in den letzten 10 Jahren entstanden sind [53, 262-264]. Ebenfalls decken sich die Ergebnisse mit kürzlich durchgeführten ab-initio-Rechnungen für AlN-Einkristalle [265].

## 4.4 AlN auf CVD-Diamant

### 4.4.1 Herstellung der Diamantschichten

Für die Herstellung von nanokristallinen Diamant (NCD) Schichten werden (100)-Si-Wafer mittels Ultraschall-Bekeimung vorbereitet [160, 266]. Hierfür werden die Wafer in einer Diamant Kolloid Suspension (Fa. New Metals & Chemicals Corp., Japan) 30 Minuten lang im Ultraschallbad bekeimt. Die Diamantpartikel haben eine mittlere Größe von 9,7 nm und sind mit einer Konzentration von 0,05 wt. % in Wasser gelöst. Nach der Bekeimung wird die Probe unter fließendem, destilliertem Wasser abgespült und mit  $\text{N}_2$  abgeblasen und getrocknet.

Die Synthese der NCD-Schicht erfolgt mittels Mikrowellenplasma-unterstützter chemischer Gasphasenabscheidung (MWCVD) in einer kommerziellen Anlage (A5000i, Fa.

ASTeX). Details zur Anlage sind in [160] zu finden.

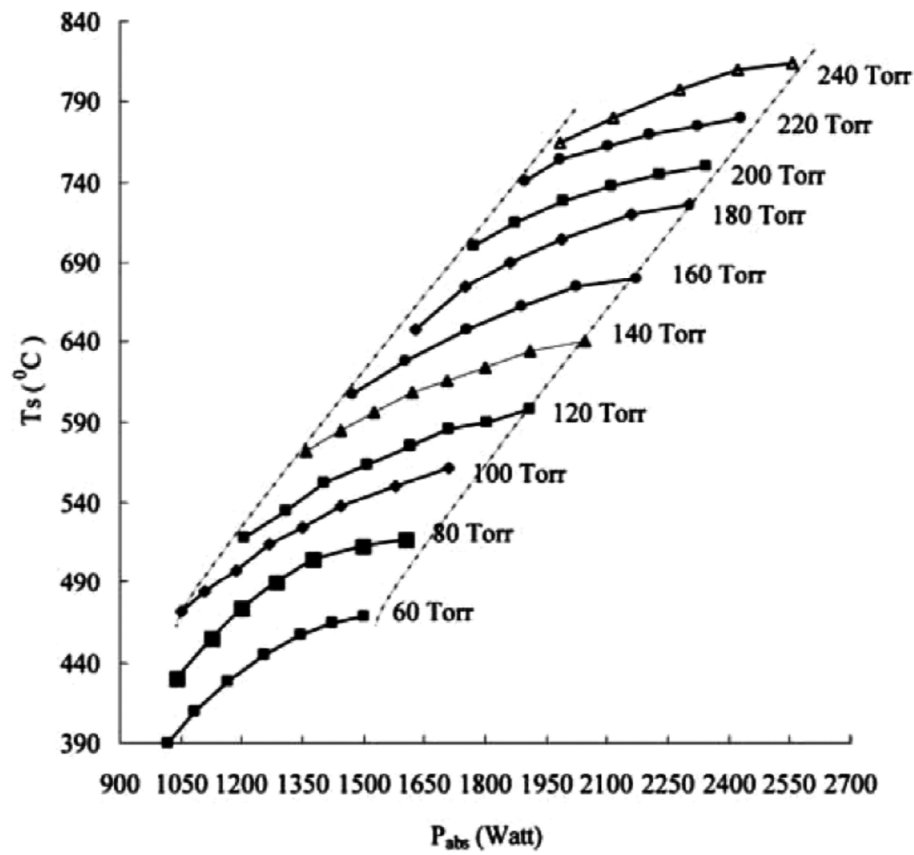


Abbildung 4.21: MWCVD-Parameterfeld für eine Gaszusammensetzung von  $Ar:H_2:CH_4 = 100:4:1$  sccm (1 Torr = 1,33 hPa) [267].

Für die Versuche wurde zusätzlich zu den vorhandenen  $CH_4$ - und  $H_2$ -Gasanschlüssen auch Ar angeschlossen. Die Proben werden in der Anlage auf einen Keramikhalter gelegt, der die Proben thermisch vom wassergekühlten Substrathalter trennt. Auf eine zusätzliche Substratheizung kann verzichtet werden, da die Proben durch das Plasma aufgeheizt werden. Die Temperatur kann innerhalb des Prozessfensters durch Einstellen der Mikrowellenleistung eingestellt werden. In Abbildung 4.21 ist die Substrattemperatur  $T_s$  über der eingekoppelten Mikrowellenleistung  $P_{abs}$  bei verschiedenen Prozessdrücken aufgetragen. Das Diagramm zeigt ein Prozessfenster, welches durch gestrichelte Linien abgetrennt ist. Die von Dzung et al. verwendete Anlagenkonfiguration für die Erstellung des Diagramms lässt die Herstellung von NCD innerhalb dieser Grenzen zu. Für die vorliegende Arbeit und weitere Arbeiten an NCD-Schichten kann dieses Prozessfenster zur Orientierung verwendet werden. In Tabelle 6 sind die verwendeten Prozessparameter zur Herstellung der NCD-Schichten in der vorliegenden Arbeit zusammengefasst. Probe A wurde mit den Herstellungsparametern einer typischen polykristallinen Diamantschicht (PCD) hergestellt. Probe D ist eine Vergleichsprobe, die in



einer speziellen Prozesskammer und gradierten CH<sub>4</sub>-Fluss hergestellt wurde, siehe z. B. [268].

*Tabelle 6: Prozessparameter für die Herstellung von NCD-Schichten. \*Probe D dankenswerter Weise zum Vergleich bereitgestellt vom Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Freiburg, siehe auch [269].*

<b>Probe</b>	<b>Ar/H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> Gasfluss</b> [sccm]	<b>Druck</b> [hPa]	<b>Leistung</b> [kW]
A	0 / 400 / 7	73	2,2
B	400 / 33 / 7	240	1,5
C	400 / 60 / 3	160	1,5
D*	0 / 200 / 8 - 2	30	2,0

Die Kammer wird zunächst auf einen Basisdruck von  $p_0 = 1,33 \times 10^{-2}$  hPa evakuiert. Ist  $p_0$  erreicht wird H<sub>2</sub> in die Kammer eingelassen und der Druck auf ca. 10 hPa mittels Drosselventil eingestellt und das Plasma bei  $P_{\text{abs}} = 500$  W gezündet. Die reflektierte Leistung wird durch Einstellen der Höhe des Substrattisches und durch Feineinstellungen dreier Stichleitungen (Stub-Tuner) im Mikrowellen-Hohlleiter minimiert. Schrittweise wird nun Ar in die Kammer eingelassen und der Druck schrittweise erhöht. Gleichzeitig wird  $P_{\text{abs}}$  ebenfalls schrittweise erhöht, bis die Sollwerte erreicht sind. Währenddessen werden die Stub-Tuner und evtl. der Substrattisch so eingestellt, dass die reflektierte Leistung minimal ist. Sind alle Sollwerte erreicht und das Plasma stabil, wird CH<sub>4</sub> in die Kammer eingelassen und die Beschichtung beginnt. Nach der gewünschten Beschichtungszeit wird zuerst das Präkursorgas abgeschaltet und dann die Mikrowellenleistung abgeschaltet. Bei  $P_{\text{abs}} > 1$  kW wird die Leistung in Schritten zu 200 W auf 1 kW abgesenkt und dann ausgeschaltet. Danach wird der Druck in der Kammer reduziert und mit dem verbleibenden Ar-Gasfluss über 20 Minuten das Substrat abgekühlt. Ist die Abkühlung abgeschlossen wird das Ventil zur Pumpe geschlossen, die Ar-Zufuhr gestoppt und die Kammer belüftet.

In Abbildung 4.22 sind die REM-Aufsicht-Aufnahmen der hergestellten Diamantschichten zusammengestellt. Die Schicht in Abbildung 4.22 a) zeigt eine typische polykristalline Diamantschicht (PCD) mit Korngrößen im Bereich eines Mikrometers (Probe A). Bei den Aufnahmen b) und c), die die Proben B bzw. C zeigen, sinkt die Korngröße deutlich unter 1  $\mu\text{m}$ . Die Vergleichsprobe D in Abbildung 4.22 d) zeigt Korngrößen im Bereich von 100 nm.

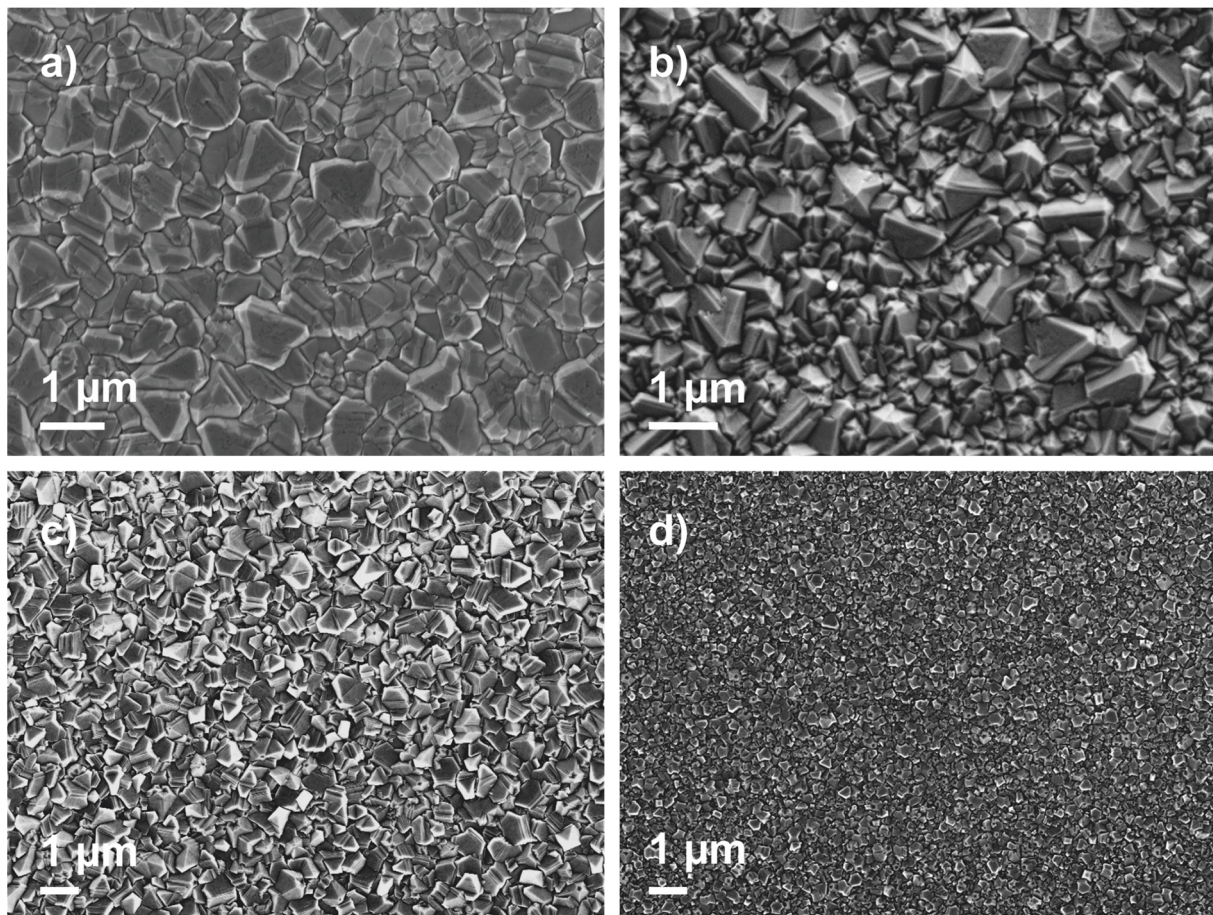


Abbildung 4.22: REM-Aufnahmen der NCD-Schichten bei unterschiedlichen Abscheidparametern. Probe A-D ist a) bis d) zugeordnet, siehe Tabelle 6.

Generell gibt es folgende Beobachtungen, die durch die aktuelle Literatur im Umfeld der NCD-Herstellung untermauert werden: Die Beimischung von Ar in weit größeren Anteilen als  $H_2$  führt zu Korngrößen, weit kleiner als herkömmliche PCD-Schichten. Bei extremen Bedingungen, z. B. 99 % Ar und  $\sim 1$  %  $CH_4$  können ultrananokristalline Diamantschichten (UNCD) hergestellt werden, mit entsprechend glatten Oberflächen im Bereich  $R_a \sim 15$  nm. Dabei nimmt aber die Konzentration amorphem Kohlenstoffs in den Korngrenzen signifikant zu [161, 162, 267]. Für den Test der SAW-Filter in Abschnitt 5 wird eine polierte, freistehende NCD-Probe verwendet (Fa. Diamond Materials, Freiburg). Die Oberflächenrauheit liegt bei  $R_a = 3$  nm.

#### 4.4.2 AlN-Beschichtung

Die Beschichtung der Diamantproben geschieht mit denselben Parametern, wie sie für (002)-fasertexturiertes AlN auf Si und  $Al_2O_3$  verwendet wurden, siehe Tabelle 4. Da die AlN-Schichtdicke für die Anregung verlustfreier PSAW-Moden präzise eingestellt werden muss, werden zuvor Simulationen durchgeführt. Diese sind in Abschnitt 5.1 zusammengestellt und

ergeben eine Schichtdicke von 720 nm. Mit einer Abscheiderate von 15 nm / min ergibt das eine Beschichtungszeit von 48 Minuten.

In Abbildung 4.23 sind die REM-Aufnahmen einer AlN-NCD-Probe abgebildet. Die Aufsichtaufnahme in Abbildung 4.23 a) zeigt die feinen Spitzen der AlN-Fasern, wie sie bereits von den AlN-Si- und AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Proben bekannt sind. Diese Topographie weist eindeutig auf eine (002)-Fasertextur hin. In der Querschnittsaufnahme in Abbildung 4.23 b) sind die feinen Fasern zu erkennen.

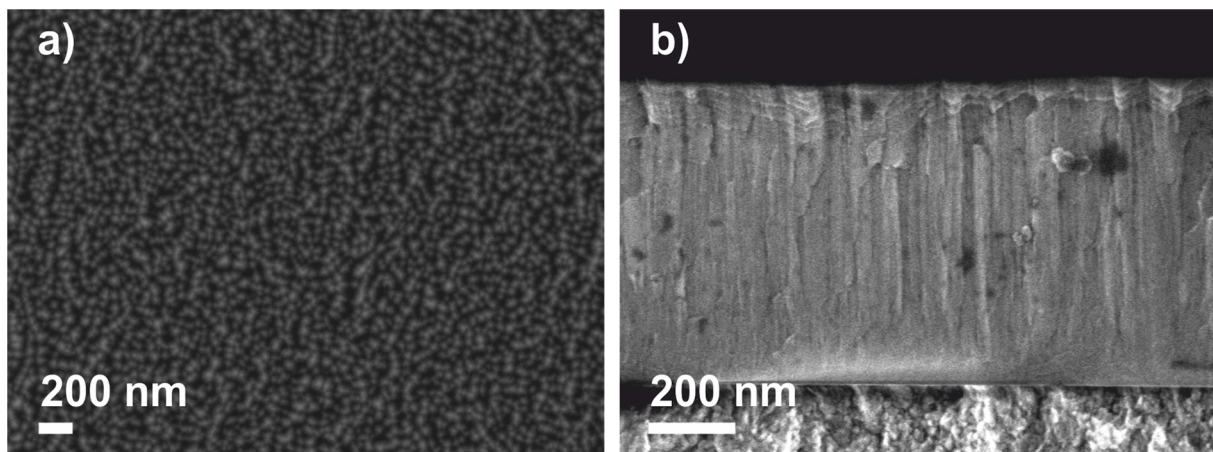


Abbildung 4.23: REM-Aufnahmen einer AlN-Schicht auf NCD. a) Aufsichtaufnahme, b) Querschnittsaufnahme.

#### 4.5 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Voraussetzung für die Herstellung von AlN-Schichten, die eine maximale piezoelektrische Reaktion zeigen, ist das Aufwachsen der Kristalle in [001]-Richtung. Diese c-Achsen Orientierung ist abhängig von den Beschichtungsparametern. Im Rahmen dieser Arbeit sind qualitativ hochwertige, (002)-fasertexturierte Schichten auf (111)-Si, (001)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und NCD mittels RF-Magnetron Sputtern hergestellt worden. Der Einfluss der RF-Leistung, Substrattemperatur, Gaszusammensetzung und des Prozessdrucks auf das Wachstumsverhalten der AlN-Schichten wurde untersucht und diskutiert. Die Ergebnisse führen zu dem Schluss, dass der Wachstumsprozess von AlN-Schichten von mehreren, verschiedenen Beschichtungsparametern abhängt. Die Interaktion dieser Parameter untereinander stellt den Beschichtungsprozess vor besondere Herausforderung.

Grundvoraussetzung für das Wachstum qualitativ hochwertiger AlN-Schichten ist die Abwesenheit von Sauerstoff, da die Affinität des Aluminiums zu Sauerstoff um ein vielfaches größer ist, als das zu Stickstoff. Die Bildung von Al – O-Verbindungen beeinträchtigt die piezoelektrischen Merkmale auch bei kleinsten Sauerstoffverunreinigungen. Um diese

Kontaminationen zu vermeiden muss ein ausreichend hohes Basisvakuum im Bereich  $10^{-7}$  hPa erreicht werden und alle anderen Sauerstoff Kontaminationsquellen von Target und Kammerwand entfernt werden.

Die Änderung der RF-Leistung bringt eine Fülle von Einflüssen auf das Wachstumsverhalten der AlN-Schichten mit sich. Neben der Änderung der Abscheiderate sind viele weitere Effekte beteiligt, deren Einfluss aber noch nicht quantifiziert werden kann und die evtl. noch nicht identifiziert sind. Gerade im Bereich des reaktiven Sputterns sind die theoretischen Grundlagen für die Energieübertragungsmechanismen nicht hinreichend vorhanden. Der geänderte Energieübertrag auf die Wachstumsfront der Schicht bei sich ändernder RF-Leistung trägt aber maßgeblich zum Wachstumsverhalten bei. Eng mit der RF-Leistung verknüpft ist die Substrattemperatur. Diese stellt ebenfalls Energie an der Wachstumsfront bereit und ist, im Gegensatz zu den Energieübertragungen die durch das Plasma stattfinden, gut quantifizierbar. Daher ist die Substrattemperatur mit der wichtigste Parameter in diesem Beschichtungsprozess. Zusammen mit dem Prozessdruck kann mit diesen drei Parametern das Wachstumsverhalten entscheidend manipuliert werden. Der Prozessdruck ist zum einen entscheidend für die plasmaphysikalischen Rahmenbedingungen einer Glimmentladung. Zum anderen ist dieser maßgeblich für die Energieverteilung der eintreffenden Targetteilchen verantwortlich. Hohe Prozessdrücke führen zur Thermalisierung der Teilchen und damit zu einem stark veränderten Wachstumsverhalten.

Bei der Formierung der (002)-Textur spielt die Adatommobilität eine maßgebliche Rolle. Diese ist hoch, wenn genügend Energie zu Verfügung steht und ausreichend Zeit für die Diffusion vorhanden ist. Unter Verwendung der klassischen Strukturzonenmodelle, denen die homologe Temperatur  $T_s / T_m$  zugrunde liegt, stößt man im vorliegendem Falle auf deren Grenzen. Die Schmelztemperatur von AlN liegt bei  $T_m = 2750^\circ\text{C}$  [92]. Die Höchste Substrattemperatur in den Versuchsreihen liegt bei  $T_s = 600^\circ\text{C}$ . Dies entspricht einer homologen Temperatur von  $T_s / T_m = 22 \%$ . Eine ausreichend hohe Diffusion ist erst bei Temperaturen von 30 % der Schmelztemperatur zu erwarten. Eine Rekristallisation ist erst ab 50 % der Schmelztemperatur in ausreichend kurzer Zeit zu erwarten. Letzteres konnte aber in den vorliegenden Untersuchungen bei  $T_s / T_m = 22 \%$  beobachtet werden. Dies spricht dafür, dass das Plasma einen starken Einfluss auf das Wachstumsverhalten von Sputterprozessen hat. Weiterhin handelt es sich im vorliegenden Falle um reaktives Sputtern unter  $\text{N}_2$ -Atmosphäre. Die diskutierten Wärmeübertragungsphänomene bei reaktiven Prozessen sind entscheidend für das Kornwachstum in den Schichten. Unter 100 %  $\text{N}_2$ -Plasma werden AlN-Moleküle und Al-Atome gesputtert. Treffen die AlN-Moleküle auf das Substrat, werden keine

Energieübertragungen durch exotherme Reaktionen stattfinden und die Diffusionswahrscheinlichkeit ist aufgrund der niedrigen homologen Temperatur gering. Der Anteil der Al-Atome, die auf die Wachstumsfront treffen, ist nicht ohne weiteres bestimmbar. Man kann aber davon ausgehen, dass der Anteil an Al-Atomen signifikant hoch ist. So könnte der große Unterschied in der Kristallstruktur erklärt werden, die in einem relativ kleinen Temperatur- oder besser Energiebereich zu beobachten ist. Mit  $T_m(\text{Al}) = 660^\circ\text{C}$  und  $T_s = 600^\circ\text{C}$  liegt die homologe Temperatur bei über 90 % und die beobachtete Kornvergrößerung wäre damit zu erklären. Ein phänomenologisches Modell für diesen Vorgang könnte dann eine Mischung aus  $T_m(\text{AlN})$  und  $T_m(\text{Al})$  beinhalten. Die dafür nötige theoretische Grundlage ist aber in der Literatur nicht vorhanden. Sowohl theoretische als auch praktische Untersuchungen beschränken sich z. Z. auf Abscheidungsvorgänge in Inertgas-Umgebungen und/oder unter Abwesenheit von Plasma.

Der Einfluss der Gaszusammensetzung konnte als nicht kritischer Parameter eingestuft werden. Die Beimischung von Ar-Gas führt zu erhöhten Abscheideraten und einem geänderten Ionisationsgrad des Plasmas. Durch anpassen der RF-Leistung und/oder des Prozessdruckes können Parameterfenster bei unterschiedlichen Ar:N<sub>2</sub>-Verhältnissen eingestellt werden, in denen eine (002)-Fasertextur vorliegt. Erst nach Unterschreiten einer kritischen N<sub>2</sub>-Konzentration bei ca. 5 % N<sub>2</sub> wird die Stöchiometrie der AlN-Schicht gestört.

## 5 SAW-Filter

### 5.1 PSAW-Simulation

Die Betriebsfrequenz eines SAW- oder PSAW-Sensors ist durch Gleichung (2-24) bestimmt. Die Wellenlänge ist dabei durch die Periode der Kammstruktur des IDTs und die Geschwindigkeit durch das piezoelektrische Material festgelegt. Um eine hohe Sensitivität eines SAW-Bauteils zu gewährleisten, muss die Betriebsfrequenz hoch genug sein. Dies kann durch zwei Möglichkeiten realisiert werden: Erstens durch die Erhöhung der Wellengeschwindigkeit und zweitens durch die Reduzierung der Wellenlänge. Eine Reduzierung der Wellenlänge ist mit der Verkleinerung der Periode des IDTs verbunden und kann zu enormen Schwierigkeiten für dessen Herstellung, Zuverlässigkeit und Funktionalität führen. Aus diesem Grund ist es sinnvoll, die Wellengeschwindigkeit bei einer festgelegten Wellenlänge zu erhöhen. Die bisherigen theoretischen und experimentellen Untersuchungen haben gezeigt, dass zu diesem Zweck ein geschichtetes System bestehend aus einer piezoelektrischen Schicht und einer Diamantschicht eine gute Lösung für hochfrequente SAW-Filter und Sensoren darstellt [33-35, 270, 271].

Zum besseren und vertiefenden Verständnis der Ausbreitungen akustischer Oberflächenwellen in geschichteten Systemen wurden analytische Modellierungen und numerische Simulationen durchgeführt. Dabei wurden unterschiedliche Systeme behandelt, von denen hier das AlN/Diamant-Schichtsystem vorgestellt wird. Die Ergebnisse der Simulationen sind in enger Kooperation mit Cheng Yang, Arbeitsgruppe Technische Mechanik, Prof. Dr. C.-P. Fritzen, und Dr. Liming Gao, Lehrstuhl für Baustatik, Prof. Dr. C. Zhang entstanden. Details zu den Modellen und Simulationen können [23, 120, 121, 272] entnommen werden. In Abbildung 5.1 ist die Phasengeschwindigkeit der SAWs und PSAWs über dem Verhältnis von Schichtdicke der AlN-Schicht  $h$  zur Wellenlänge  $\lambda$  aufgetragen. Hier zeigt sich, dass es mehrere SAW-Moden in einer geschichteten Struktur gibt. Drei der in Abbildung 5.1 gezeigten Moden haben eine Phasengeschwindigkeit unterhalb der Transversalgeschwindigkeit des Diamants  $V_T^{\text{Dia}}$ . Mode 0 geht von der Rayleigh-Geschwindigkeit des Diamants aus und klingt auf die der AlN-Schicht ab ( $V_R^{\text{AlN}}$ ). Die Moden 2 und 4 gehen von  $V_T^{\text{Dia}}$  aus und klingen zur Transversalgeschwindigkeit des AlN  $V_T^{\text{AlN}}$  ab. Neben diesen SAW-Moden gibt es aber auch die Moden 1 und 3, die bei der Longitudinalgeschwindigkeit des Diamants  $V_L^{\text{Dia}}$  beginnen, im weiteren Verlauf steil abfallen, um sich dann  $V_T^{\text{AlN}}$  zu nähern. Dies sind die Leckwellen oder PSAWs. Die PSAW ist eine komplexe Geschwindigkeit, dessen Realteil die Phasengeschwindigkeit bezeichnet, während der Imaginärteil die Dämpfung entlang der

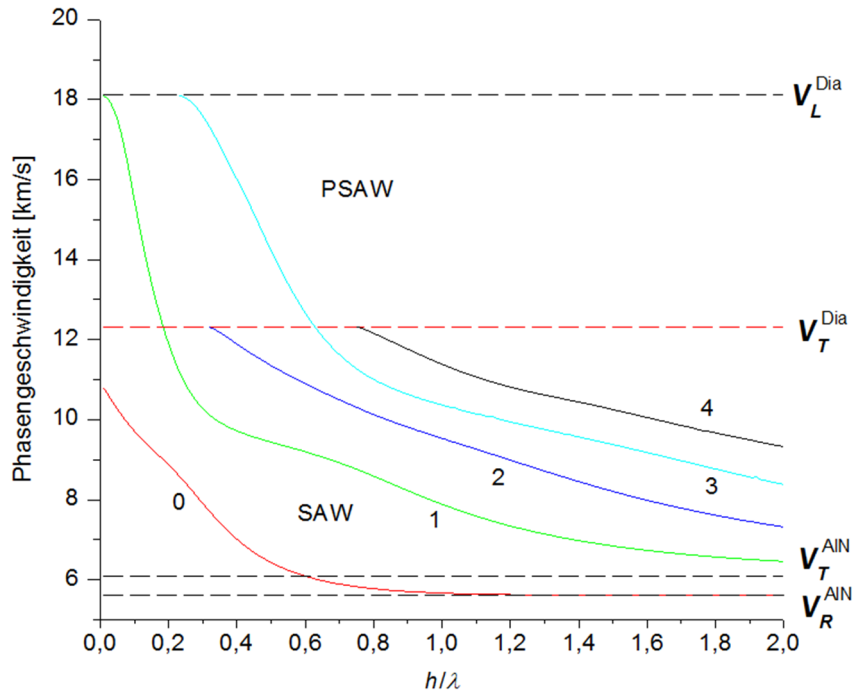


Abbildung 5.1: Simulation der Phasengeschwindigkeiten über der mittels Wellenlänge  $\lambda$  normalisierten Dicke  $h$  der AlN-Schicht. Der Realteil der komplexen PSAW-Geschwindigkeit bewegt sich zwischen transversal- und longitudinal Geschwindigkeit von Diamant,  $V_T^{Dia}$  bzw.  $V_L^{Dia}$ . Weiterhin sind die Phasengeschwindigkeiten der Transversal- und Rayleigh-Welle in AlN angegeben,  $V_T^{AlN}$  bzw.  $V_R^{AlN}$ .

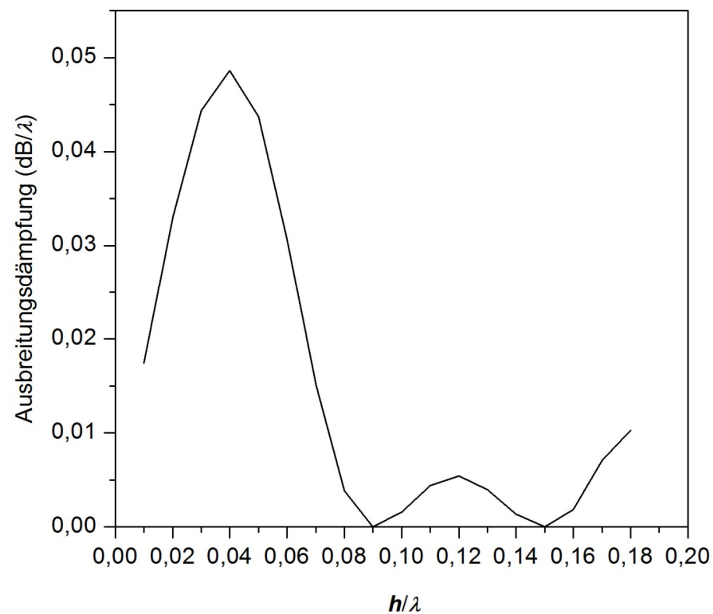


Abbildung 5.2: Simulation der Ausbreitungsdämpfung der 1. Mode aus Abbildung 5.1.

Richtung der Ausbreitung darstellt. Abbildung 5.1 zeigt also den Realteil der PSAW. Der Imaginärteil ist in Abbildung 5.2 für die 1. Mode der Phasengeschwindigkeit, ebenfalls über  $h/\lambda$  aufgetragen. Um nun eine günstige Schichtdicke zu wählen, müssen beide Teile der komplexen PSAW-Geschwindigkeit berücksichtigt werden. Durch die Kombination beider Simulationen wird deutlich, dass es eine optimale Schichtdicke bei  $h/\lambda = 0,09$  gibt. Die Ausbreitungsdämpfung ist dort Null, während die Phasengeschwindigkeit laut Simulation bei 15,9 km/s liegt. Da die Wellenlänge des IDTs bereits in Abschnitt 3.3.1 auf  $\lambda = 8 \mu\text{m}$  festgelegt worden ist, ergibt sich eine Schichtdicke von  $h = 720 \text{ nm}$ .

## 5.2 Herstellung der IDT-Strukturen

Wie in Abschnitt 3.3.1 bereits ausgeführt, wurden drei Methoden zur Herstellung der IDT-Strukturen getestet. Dieses Kapitel fasst die Ergebnisse dieser Methoden zusammen und geht kurz auf das Herstellungsverfahren mittels Elektronenstrahlolithographie (EBL) ein. Es folgt eine kurze Darstellung der Ergebnisse des Drahtbondens, bevor das Kapitel mit den Messergebnissen der SAW-Filter und deren Diskussion abschließt.

### 5.2.1 Ionenstrahlätzen

Das Ionenstrahlätzen ist in der Literatur im Zusammenhang mit Resonatoren als Resonatorgitter oder Wellenführung diskutiert worden [142, 273]. Für den Einsatz als aktive Struktur gibt es keine Literatur, dabei bietet das Ionenstrahlätzen, z. B. mittels FIB auf den ersten Blick einige Vorteile, gerade im Hinblick auf Hochtemperaturanwendungen. Zunächst haben Ionenstrahl geätzte Strukturen den Vorteil der hohen Strukturschärfe. Die Abstände zwischen den einzelnen Fingern und die Stärken der Finger des IDTs können sehr exakt hergestellt werden. Da die Strukturen direkt in die piezoelektrische Schicht eingeätzt werden, sind diese kaum mehr anfällig für Hochtemperaturkorrosion oder Diffusion, wie es bei den üblichen Metallabscheidungen unausweichlich der Fall ist. Selbst bei der Verwendung von Refraktär Metallen ist zumindest mit einer Agglomeration aufgrund von Kornwachstum zu rechnen, was die Leitfähigkeit der Struktur nachhaltig verschlechtert [274]. Die Leitfähigkeit der IDT-Struktur wird aber auch der Schwachpunkt der mittels Ionenstrahlätzen hergestellten Strukturen sein. Bei den vorliegenden Versuchen scheiterte der Test der Leitfähigkeit an der Anbindung der Strukturen mittels Drahtbondens (s. Abschnitt 5.2.4). Die Drähte halten nicht auf den nicht-metallisierten Flächen. In Abbildung 5.3 ist die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des, mittels FIB hergestellten IDTs zu sehen. Die Strukturen sind schnell und mit hoher Präzision herstellbar. Es ist die Meinung des Autors, dass trotz der offensichtlichen Schwierigkeiten bei der elektrischen Leitfähigkeit weitere Untersuchungen lohnenswert sind.



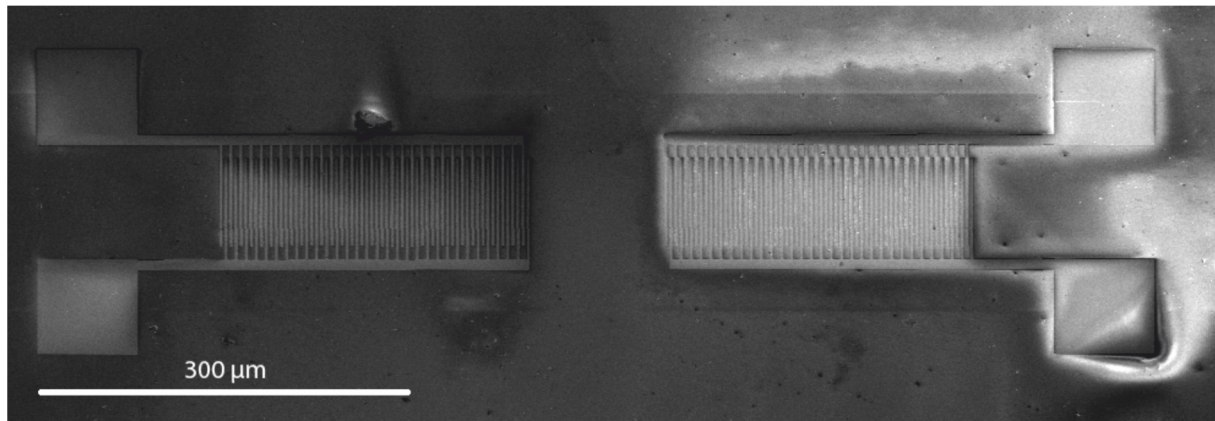


Abbildung 5.3: IDT-Struktur auf AlN mittels Ionenstrahlätzen im FIB.

Insbesondere vor dem Hintergrund, dass die Technik mit einer Ionenimplantation kombiniert werden könnte, um die Leitfähigkeiten zu erhöhen. Außerdem ist die Abscheidung von Metallen in die geätzten Strukturen denkbar. Dies hätte den Vorteil der Verringerung der Oberfläche der Metallstrukturen und somit würde es zu verbesserten Hochtemperatureigenschaften kommen.

### 5.2.2 Pt-Abscheidung

Die Platin Abscheidung mittels FIB-SEM stellte die zur Ionenstrahlätzung alternative Herstellungsmethode für IDTs dar. Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme in Abbildung 5.4 a) zeigt die hergestellte Struktur. Der vergrößerte Bereich in Abbildung 5.4 b) zeigt die Probleme, die sich bei den Versuchen wiederholt gezeigt haben: Die Strukturen weisen einen Versatz von einigen 10 nm auf. Dieser Versatz ist für die weitere Verwendung der Struktur inakzeptabel. Diesem Problem wurde begegnet, indem Markierungen in Form von Kreuzen um die Strukturen herum aufgebracht wurden. Damit kann das System die Position des Tisches zum Elektronenstrahl genauer ausrichten und der Versatz kann unterbunden werden. Ein weiteres Problem dieser Methode sind die ungenauen bzw. uneinheitlichen Breiten der Finger des IDTs und damit die Variation des Abstandes zwischen den Fingern. Dies wirkt sich negativ auf den Wirkungsgrad der Kammstruktur aus. Ein verschieben der Kammstruktur kann die Anregung der Körperschallwellen stören, da die Periodizität genau auf die zu generierende Wellenlänge abgestimmt werden muss. Ist diese Periodizität unpräzise, kommt es zu Interferenzen und letztendlich zu abgeschwächten oder deformierten Amplituden. Die Ursachen für diese Fehler liegen zum einen darin, dass die Software des FIBs das 2D-Modell in Sektoren aufteilt, da die gewählte Strukturgröße für die Pt-Abscheidung bereits extrem groß ist. Beim Wechsel dieser Sektoren entstehen dann die Probleme des Versatzes. Eine weitere Schwierigkeit stellen die nicht-leitfähigen AlN-Schichten dar. Der Pt-Präkursor wird mit dem

Elektronenstrahl des FIB-SEM aufgespalten und metallisches Pt scheidet sich auf der AlN-Schicht ab. Der Elektronenstrahl lädt aber auch die Schicht auf, was zu den ungenauen

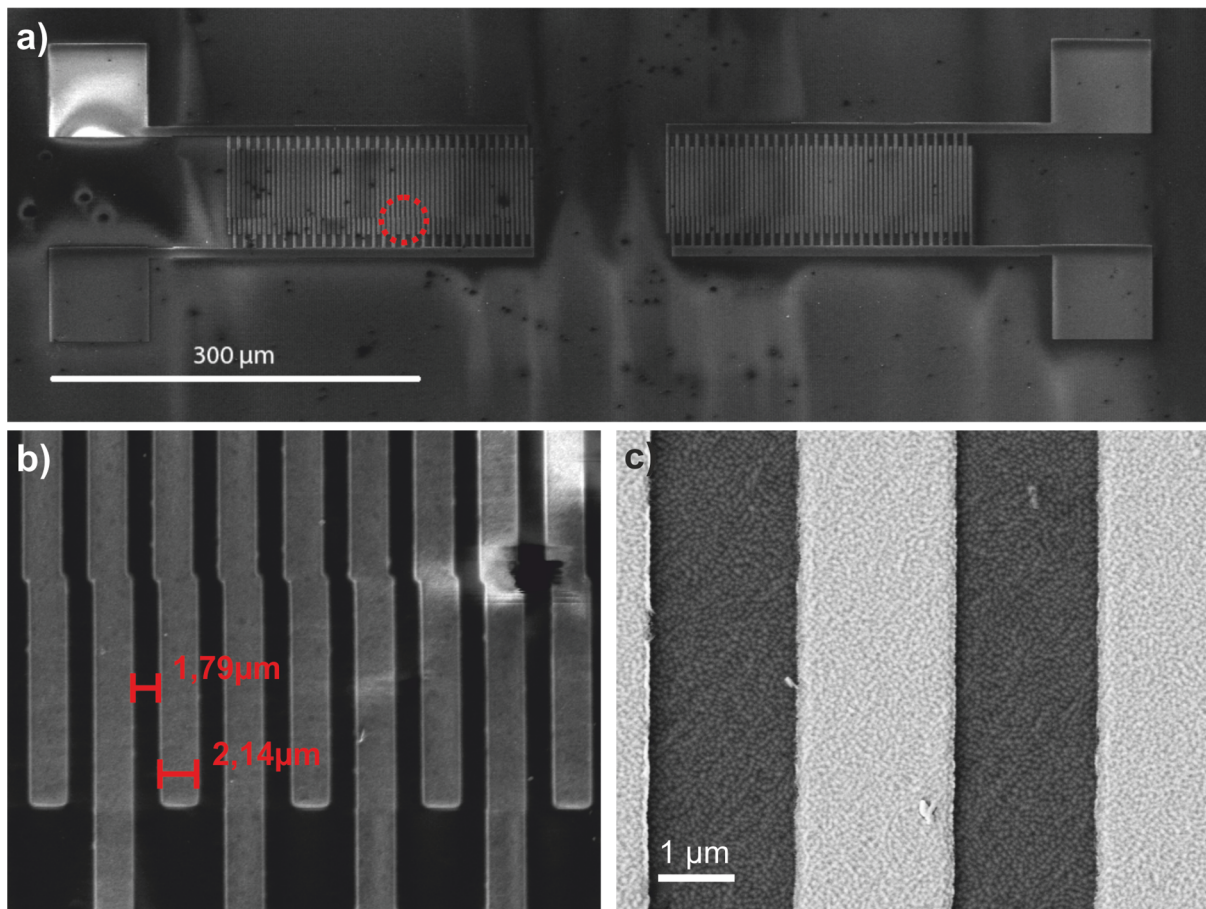


Abbildung 5.4: REM-Aufnahmen der IDT-Struktur auf Si-AlN mittels Pt-Abscheidung im FIB-SEM. a) Übersicht der IDT-Struktur, b) vergrößerte Darstellung des in a) markierten Bereichs, c) Oberflächenmorphologie.

Fingerbreiten bzw. -abständen führt. Generell ist das Verfahren der Pt-Abscheidung mittels FIB-SEM hervorragend geeignet, um kleinste Strukturen sehr präzise abzuschneiden. In Abbildung 5.4 c) ist die Nahaufnahme einer der Finger einer IDT-Kammstruktur gezeigt. Die Ränder sind gerade und weisen scharfe Konturen auf. Für große, mehrere 100 Mikrometer lange Strukturen ist dieses Verfahren aber nicht geeignet. Neben den angesprochenen Problemen der Formtreue ist die Herstellung einer großen Struktur mit dieser Methode sehr zeitaufwändig und damit sehr teuer.

### 5.2.3 Elektronenstrahlolithographie (EBL)

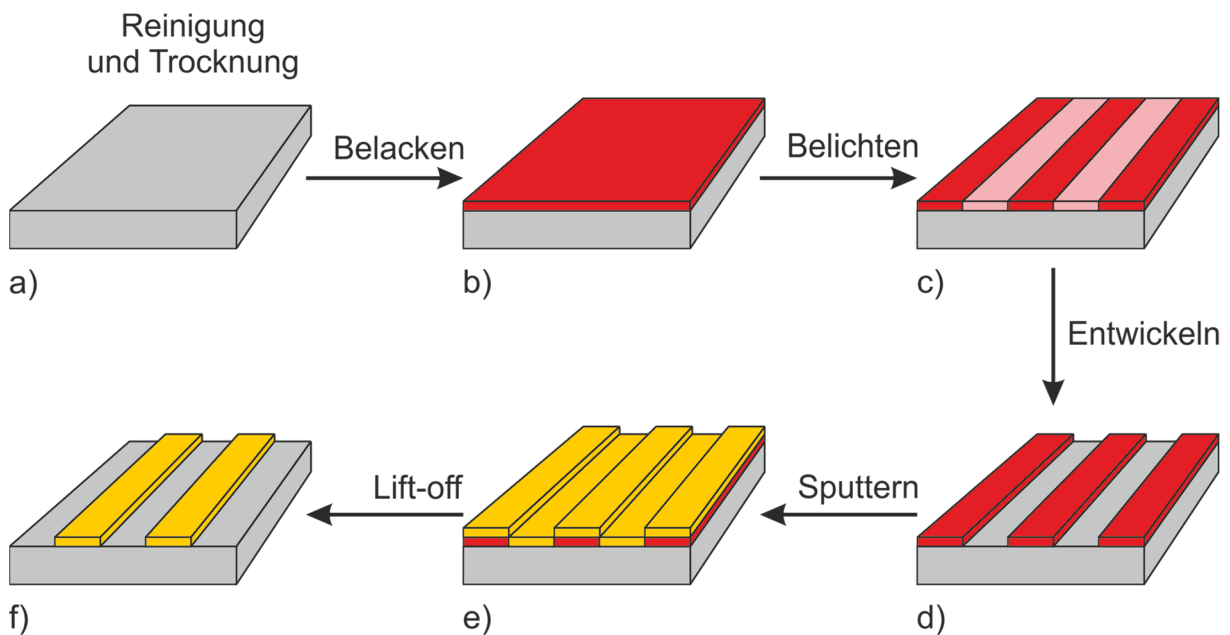


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Prozessschritte zur Herstellung der IDT-Strukturen mittels EBL.

Die Herstellung der IDT-Strukturen mittels EBL geschieht in mehreren Schritten. Das Prozessschema ist in Abbildung 5.5 a) bis f) gezeigt. (a) Die Proben werden zunächst in einem Aceton-, dann Ethanol-Ultraschallbad gereinigt, mit deionisiertem Wasser abgespült und abschließend zum Trocknen mit Stickstoff abgeblasen. Es folgt eine Trocknung bei 180°C für eine Stunde, um eine gute Haftung des E-Beam Lacks (Resist) zu gewährleisten. (b) Der verwendete PMMA-positiv-Resist (AR-P 679.02, Fa. ALLRESIST GmbH) wird mittels Spincoating für 3 Sekunden bei 500 U/min und 50 Sekunden bei 2000 U/min auf den Proben verteilt und hat danach eine Dicke von 100 nm. Der aufgebrauchte Resist wird anschließend bei 160°C für 150 Sekunden getempert. Zur Vermeidung von Aufladungen während der Fokussuche im FIB-SEM kann der Resist mit einer ca. 8 nm dicken Goldschicht bedampft werden. Bei den hier verwendeten relativ großen Strukturen für eine EBL wurden keine Proximity Korrekturen angewendet. Proximity Parameter können aber mit Hilfe der EBL-Software NanoPECS (Fa. RAITH GmbH) simuliert und anschließend für den spezifischen Versuch hinterlegt werden. (c) Die Belichtung der Struktur erfolgt dann im FIB-SEM bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV, einem Strahlstrom von 2.7 nA und einem Arbeitsabstand von 8 mm mit den zuvor im GDSII-Editor erstellten Struktur (siehe Abschnitt 3.3.1). Die in Abbildung 5.5 c) hell-rot dargestellten Streifen stellen die belichteten Bereiche dar. (d) Nach dem Belichten der Probe folgt die Entwicklung mittels Methylisobutylketon (MIBK, AR 600-56, Fa. ALLRESIST GmbH) und nachfolgendem Stopper (Dimethylcarbinol,

2-Hydroxypropan, 2-Propanol, Isopropanol, AR 600-60, Fa. ALLRESIST GmbH) für 75 Sekunden bzw. 30 Sekunden. Der belichtete Teil des Resists ist nun entfernt (Positivlack) und die IDT-Struktur ist im verbliebenen Resist abgebildet. (e) Anschließend wird die Struktur metallisiert. Hierzu wird bei 50 W und für 15 Sekunden eine dünne Cr-Schicht aufgesputtert. Danach wird, ebenfalls bei 50 W, für 3 Minuten eine Au-Schicht aufgesputtert. (f) Nach einer Sichtkontrolle wird mittels Remover, ein  $\gamma$ -Lactam (N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), AR 300-70, Fa. ALLRESIST GmbH), die Resist-Maske über Nacht bei 60°C entfernt. Abschließend wird die Probe mit Aceton und Ethanol jeweils für 3 Min. in einem Ultraschallbad gereinigt.

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 5.6 zeigen wohldefinierte Gitterstrukturen ohne Versatz und präzise übertragene Geometrievorschriften. In Abbildung 5.6 b) wird aber auch deutlich, dass diese Technik ein hohes Maß an Erfahrung benötigt. Die Steifen sind zwar sehr regelmäßig in Breite und Abstand mit einem gemittelten Fehler von  $\pm 30$  nm. Die Kanten sind aber nicht so präzise, wie das bei der Pt-Abscheidung der Fall war (s. Abbildung 5.4 c). Da die Größenordnung der Fransen im Bereich von 3 % der Fingerbreite, bzw. des Fingerabstands liegt, ist kaum mit Beeinträchtigungen der Funktionsweise der Struktur zu rechnen. Stärkere Auswirkungen hat die Unregelmäßigkeit im Abstand der Finger, wie bei der Pt-Abscheidung im vorigen Abschnitt angesprochen.

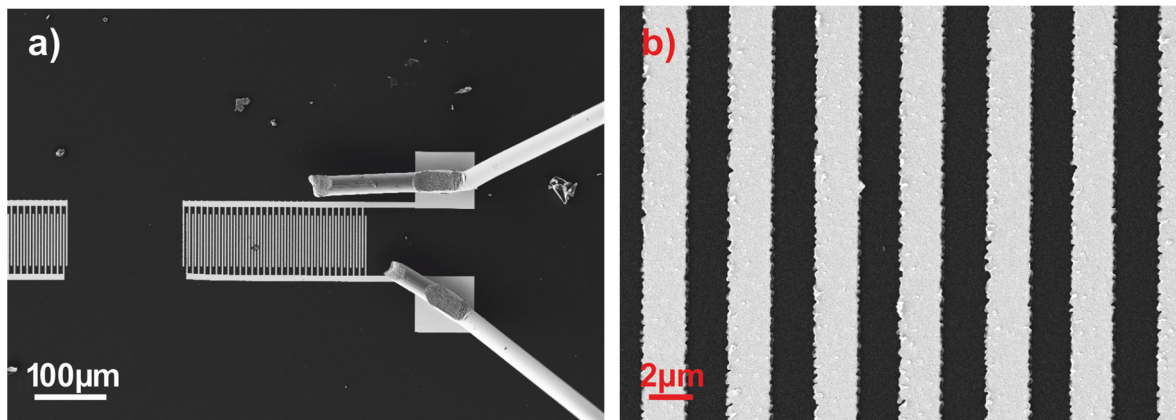


Abbildung 5.6: REM-Aufnahmen der IDT-Struktur auf Diamant-AlN mittels EBL. a) Eine Seite des IDTs mit Bonddraht, b) Vergrößerung der Kammstruktur.

Die Fransenbildung spielt in den hier verwendeten Größenordnungen kaum eine Rolle. Dennoch wird an dieser Stelle eine kurze Analyse der Ursachen erstellt, deren Ergebnisse nach Abschluss dieser Arbeit in weiterführende Arbeiten einfließen können. Die Ursache liegt in den Interaktionsmechanismen von Elektronen mit dem Resist oder allgemein mit Materie. Treffen Elektronen mit genügend hoher kinetischer Energie (einige 10 keV) auf Materie, werden die Trajektorien der Elektronen durch starke Wechselwirkung innerhalb der Materie abgelenkt und der ursprünglich wenige Nanometer durchmessende Elektronenstrahl weitet sich auf. Beim

Eintreffen der Elektronen in den PMMA-Resist wird also durch Aufweitung des Elektronenstrahls ein zu großer Bereich beleuchtet. In Abbildung 5.7 sind die Eindringbirnen der Elektronen anhand einer Monte-Carlo-Simulation von 100 Elektronenbahnen in PMMA auf Silizium bei zwei unterschiedlichen Elektronenenergien gezeigt.

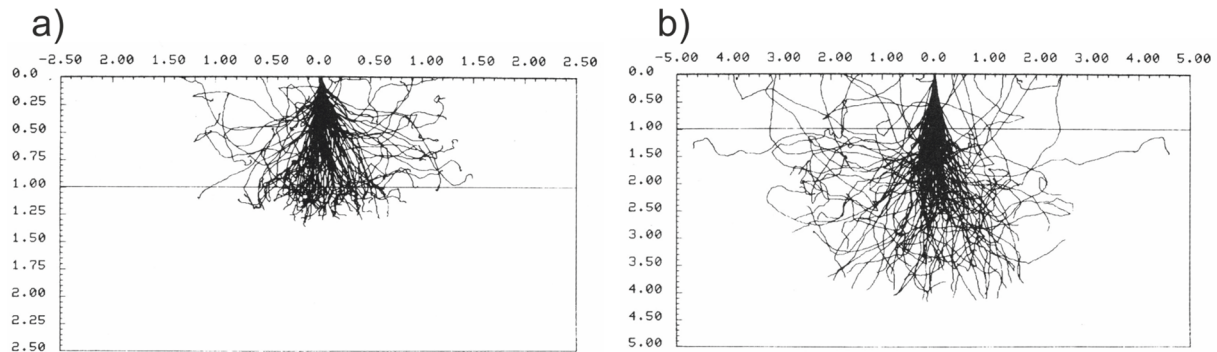


Abbildung 5.7: Monte-Carlo-Modell von 100 Elektronenbahnen, die auf ein  $1\mu\text{m}$  dicken PMMA-Resist auf einem Siliziumsubstrat mit a) 10 keV und b) 25 keV Primärenergie treffen [28].

Es liegt auf der Hand, dass die Bereiche, die durch Streuelektronen ungewollt beleuchtet werden, ebenfalls im Entwicklungsschritt (s. Abbildung 5.5) entfernt werden. Der darauffolgende Beschichtungsschritt mit Cr und Au führt dann zu den gezeigten Fransen an den Rändern der Finger der Kammstruktur. Diesem sog. Proximity Effekt kann durch vorherige Analyse der Bedingungen, mit der das EBL durchgeführt wird, begegnet werden, indem die Parameter vorher, wie in Abbildung 5.7 gezeigt, simuliert werden und durch mehrere Testläufe die besten Parameter für eine bestimmte Materialkombination gefunden werden. Zu den wichtigsten Parametern gehört die Beschleunigungsspannung der Primärelektronen. Diese ist maßgeblich an der lateralen Ausdehnung des Beleuchtungsbereiches beteiligt, wie im Vergleich der Abbildung 5.7 a) mit b) gut zu erkennen ist. Weitere wichtige Parameter sind die Dicke der Resistschicht, die Größe der Atome des Substrates, an denen der Elektronenstrahl reflektiert wird (je größer die Ordnungszahl, desto stärker werden Elektronen reflektiert), die Dichte und die Struktur. Dazu kommen Aufladungseffekte des nichtleitfähigen PMMA-Resist oder, wie im vorliegenden Falle, die ebenfalls nicht leitfähige AlN-Probe. Diese lokalen Aufladungen führen ebenfalls zum Verlust des Elektronenstrahlfokus durch lokale Felder. Zur Reduzierung kann der Strahlstrom des Primärelektronenstrahls eingestellt werden. Thermische Effekte, sprich Aufwärmung der Probe durch den Beschuss mit hochenergetischen Elektronen, kann zum Zerstören der Probe oder des Resists führen. Als letzter Parameter sind chemische Effekte zu beachten. Der hier verwendete positiv Resist reagiert bei Beschuss durch Elektronen mit dem Aufbrechen der Hauptpolymerkette und führt damit zur Reduzierung des Molekulargewichtes. Da sich PMMA mit niedrigem Molekulargewicht selektiv lösen lässt,

können diese Bereiche gelöst werden, während die nicht-beleuchteten Bereiche dem Lösungsmittel widerstehen. Dieser Effekt kann nur optimal in bestimmten Energiegrenzen (maximale/minimale Beschleunigungsspannung bzw. Strahlstromstärke) genutzt werden. Zur Proximity-Korrektur kann die Software NanoPECS eingesetzt werden. Wichtige Grundlagen werden in [275] und [28] dargestellt. Sehr gute Review Artikel inklusive kürzlich veröffentlichter Beiträge sind in [38, 39, 271, 276-278] zu finden.

#### 5.2.4 Drahtbonden

Bevor die hergestellten IDTs als Filter getestet werden können, müssen die wenige zehn Mikrometer kleinen Strukturen an die Testinfrastruktur angebunden werden können. Dazu wird ein Testmodul entworfen, das in Abbildung 5.8 a) gezeigt ist. Zu sehen ist die schwarze Probe (Si-AlN oder Diamant-AlN), eine Montageplatte, auf die die Probe geklebt wird und zwei SMA-Stecker befestigt werden. Die vorgesehenen  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  bzw.  $120 \times 120 \mu\text{m}^2$  großen Anschlussstellen am IDT (s. z. B. Abbildung 3.5) werden mittels Drahtbonden an die SMA-Stecker angeschlossen. Das verwendete Ultraschall-Bonden oder Thermosonic-Bonding (4523D, Fa. Kulicke & Soffa) stellt eine stoffschlüssige Verbindung zwischen den Verbindungspartnern her. Dazu wird der Bonddraht mit einer nadelförmigen Spitze auf die Fügestelle mit definierter Anpresskraft aufgedrückt. Die Position wird dabei lichtmikroskopisch über einen hochpräzisen Objektisch eingestellt. Ein kurzer Ultraschallimpuls, der durch die Spitze in den Draht geleitet wird, sorgt dann für eine stoffschlüssige Reibschweißverbindung. Vier Parameter sind dabei kritisch: Die Substrattemperatur, Anpresskraft, Ultraschalleistung und die Prozesszeit. Diese Parameter sind stark abhängig von den beteiligten Materialpaarungen, also Bonddraht und dem Material der Anschlussstelle [279, 280]. Daher wurden im Vorfeld Tests an den vergoldeten SMA-Steckern durchgeführt, um diese Parameter zu finden. Für das Drahtbonden wird ein  $17,5 \mu\text{m}$  durchmessender Aluminium Draht verwendet. Die Probe wird über den beheizbaren Tisch der Maschine auf  $120^\circ\text{C}$  aufgewärmt. Dann wird der Draht mit einer Kraft von  $0,15 \text{ N}$  auf die Fügestelle gedrückt und für  $0,2$  Sekunden mit  $12 \text{ W}$  Ultraschalleistung gespeist. Ein Foto des fertigen Moduls in der Drahtbondmaschine eingespannt ist in Abbildung 5.8 b) zu sehen. Die Bonding-Stellen sind in der REM-Aufnahme in Abbildung 5.6 a) zu erkennen.

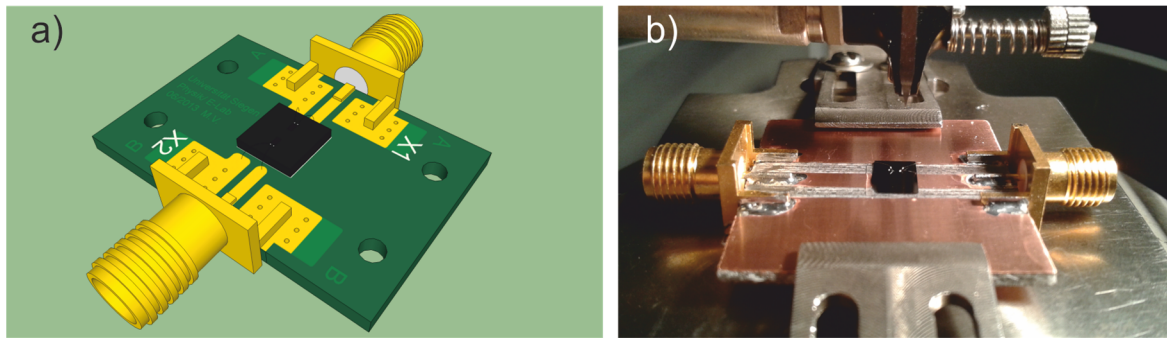


Abbildung 5.8: Drahtbonden der IDT-Strukturen. a) CAD-Modell des Testmoduls, b) Diamant-AlN-Probe mit IDT in der Bildmitte. Zu erkennen sind die Bonddrähte auf der Probe, weiterhin die SMA-Stecker für den Anschluss an das Testequipment und von oben die Bonding-Nadel.

### 5.3 Messung der SAW-Filter

Um die fertigen Module zu testen, wird ein Testnetzwerk bestehend aus Signalgeber, dem SAW-Modul und einem Oszilloskop aufgebaut. Eine der beiden gegenüber liegenden Kammstrukturen des IDTs wird mit dem Signalgeber (HP 8657B, Fa. Hewlett-Packard bis 2,05 GHz und MAX 2870 EVKIT, Fa. MAXIM Integrated ab 2 GHz) verbunden. Die zweite, empfangende Kammstruktur wird mit einem Oszilloskop (DSA 70804C, Tektronix Inc.) verbunden. Die Verbindung geschieht über geschirmte Koaxialleitungen. Der Signalgeber wird mit einer Ausgangsspitzenspannung von  $U_{AS} = 473 \text{ mV}$  betrieben mit  $U_{AS} = \sqrt{2} U_{\text{eff}} \Leftrightarrow U_{\text{eff}} = 334,5 \text{ mV}$ . Die Frequenz wird in Schritten zu 50 MHz von 100 – 2600 MHz gesteigert. In der Nähe der Resonanzfrequenz wird die Schrittweite auf 10 MHz und in Resonanz auf 1 MHz verkürzt, um eine möglichst hohe Auflösung der Resonanzspitze zu erhalten. Die entsprechende Frequenzantwort wird als Spitze-zu-Spitze (Peak-to-Peak) Wert  $U_P$  am Oszilloskop abgelesen. Das Ergebnis der Messung von AlN auf Si ist in Abbildung 5.9 zu sehen. Die gemessenen Peak-to-Peak Werte in Millivolt werden mit der Eingangsspannung  $U_{AS}$  über

$$IL[dB] = 20 \log \frac{U_P}{U_{AS}} \quad (5-1)$$

als Einfügungsdämpfung (insertion loss) über der Frequenz aufgetragen.

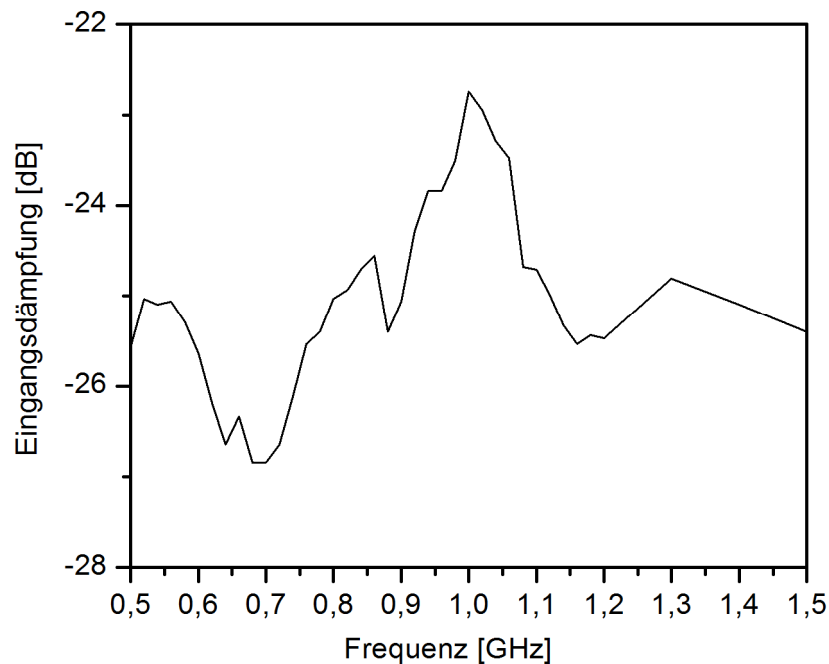


Abbildung 5.9: Signalantwort des SAW-Bauteils mit AlN auf Si. Resonanzfrequenz  $f_0 = 1,00 \text{ GHz}$

Die gemessene Signalantwort zeigt eine deutliche Resonanzspitze bei  $f_0 = 1 \text{ GHz}$ . Die mittels Pt-Abscheidung eingestellten Werte des IDTs sind  $2 \mu\text{m}$  Fingerabstand und  $2 \mu\text{m}$  Fingerbreite. Wie in Abschnitt 5.2.2 gesehen sind diese Abstände nicht regelmäßig. Der mittlere Fingerabstand liegt bei  $1,76 \mu\text{m}$ , die Fingerbreite bei  $2,32 \mu\text{m}$ , rasterelektronenmikroskopisch vermessen. Nach (2-23) und (2-25) folgt für die Wellenlänge und die Wellengeschwindigkeit

$$\lambda = 2 \cdot 1,76 \mu\text{m} + 2 \cdot 2,32 \mu\text{m} = 8,16 \mu\text{m}$$

$$v = f_0 \lambda = 1,0 \cdot 10^9 \frac{1}{\text{s}} \cdot 8,16 \cdot 10^{-6} \text{m} = 8,16 \frac{\text{km}}{\text{s}}$$

Das gewählte Verhältnis von Schichtdicke zu Wellenlänge beträgt  $h/\lambda = 0,09$ . Die Wellenausbreitungsgeschwindigkeit von  $8,2 \text{ km/s}$  liegt deutlich über der Rayleigh-Geschwindigkeit von  $v_{\text{SAW}} = 4,77 \text{ km/s}$  in AlN. Die Geschwindigkeit liegt zwischen der Longitudinal- und der Transversalgeschwindigkeit von Silizium  $v_l = 9 \text{ km/s}$  und  $v_t = 4,7 \text{ km/s}$  [281].

Das SAW-Bauteil mit Diamantsubstrat wird unter denselben Bedingungen getestet, wie das mit Silizium-Substrat. Das Ergebnis der Messung ist in Abbildung 5.10 gezeigt. Die Resonanzfrequenz liegt in diesem Falle bei  $f_0 = 2,014 \text{ GHz}$ . Die IDT-Struktur weist bei der EBL-Methode keine Abweichungen auf und die Wellenlänge bzw. die Geschwindigkeit kann ebenfalls mit (2-23) und (2-25) bestimmt werden:



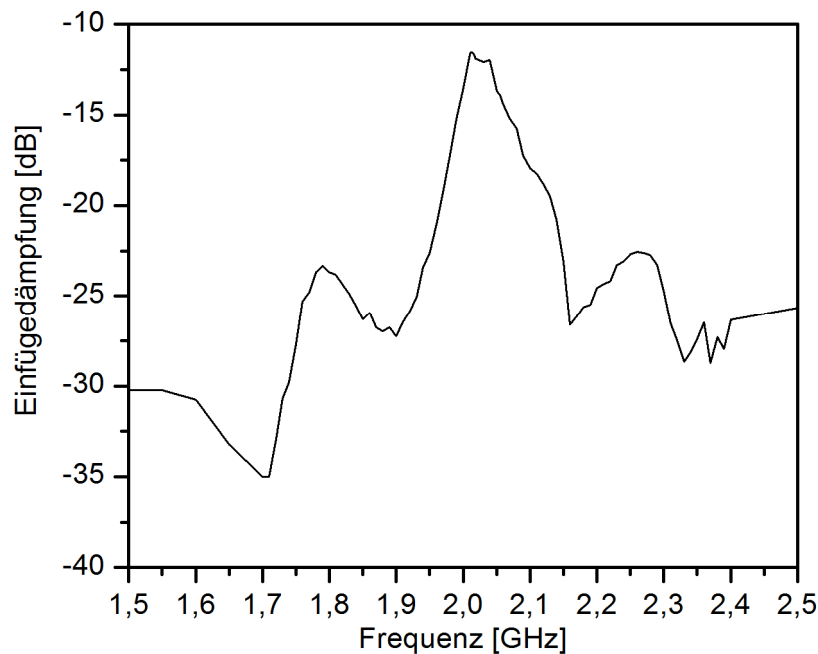


Abbildung 5.10: Signalantwort des SAW-Bauteils mit AlN auf Diamant. Resonanzfrequenz  $f_0 = 2,014$  GHz.

$$\lambda = 2 \cdot 2,0\mu\text{m} + 2 \cdot 2,0\mu\text{m} = 8\mu\text{m}$$

$$v = f_0 \lambda = 2,014 \cdot 10^9 \frac{1}{\text{s}} \cdot 8 \cdot 10^{-6} \text{m} = 16,112 \frac{\text{km}}{\text{s}}$$

Das gewählte Verhältnis von Schichtdicke zu Wellenlänge beträgt auch in diesem Falle  $h/\lambda = 0,09$ . Die ermittelte Geschwindigkeit von  $16,1$  km/s liegt zwischen der Longitudinal- und Transversalgeschwindigkeit von Diamant  $v_l = 18,3$  km/s und  $v_t = 11,7$  km/s [281].

Die SAW- und Transversal-Geschwindigkeit der AlN-Schichten wurde in Abschnitt 4.2 mit  $v_{\text{SAW}} = 5,7$  km/s bzw.  $v_T = 6,7$  km/s gemessen. Die hier gemessene SAW-Geschwindigkeit des AlN-NCD-Filters liegt mit  $16,1$  km/s weit oberhalb der für AlN möglichen Geschwindigkeiten. Dies zeigt, dass die erzeugten SAWs vom Sezawa-Typ oder Pseudo-Akustischen Oberflächenwellen (PSAW) sind. Die erfolgreiche Erzeugung von PSAWs erlaubt die Herstellung von SAW-Bauteilen im Gigahertz-Bereich bei einer IDT-Strukturgröße von  $2 \mu\text{m}$ . Die niedrigen Verluste von  $-12$  dB zeigen, dass bei geschickter Wahl der Schichtdicke der piezoelektrischen Schicht PSAWs angeregt werden können die nur geringe Verluste aufweisen.

#### 5.4 Zusammenfassung und Diskussion

Die Kombination von piezoelektrischen AlN-Schichten mit NCD resultiert in gesteigerten Phasengeschwindigkeiten. Diese Steigerung kann maximiert werden,

berücksichtigt man die Voraussetzungen für die Anregung von PSAW-Moden. Abhängig von dem Verhältnis Wellenlänge zur Dicke der piezoelektrischen Schicht können verlustarme PSAW-Moden erzeugt werden, deren Phasengeschwindigkeiten zwischen der Transversal- und Longitudinalgeschwindigkeit des Diamants liegen. Die Simulationsergebnisse sagen bei der gewählten Geometrie eine Phasengeschwindigkeit der PSAW von 15,9 km / s voraus. Die hier hergestellten AlN-NCD-Filter zeigen eine Resonanzfrequenz bei 2 GHz. Dies entspricht einer Phasengeschwindigkeit von 16,1 km / s. Die Ergebnisse liegen nur um 1 % auseinander. Die Abweichung zu höheren Phasengeschwindigkeiten kann ihre Ursache in einer leichten Variation der AlN-Schichtdicke haben. Diese liegt vermutlich wenige 10 nm niedriger als vorausgesagt, sodass die gemessene Geschwindigkeit höher ist als mit der berechneten Schichtdicke von 720 nm. Der Unterschied in der Einfügedämpfung der AlN-Si- und AlN-NCD-Messungen ist mit den unterschiedlichen Verfahren zur Herstellung der IDT-Strukturen und den Substratmaterialien selbst zu erklären. Während bei der AlN-Si-Probe die Pt-Abscheidung mittels FIB benutzt wurde, kam bei der AlN-NCD-Probe die EBL-Methode zum Einsatz. Die damit verbundenen Ungenauigkeiten wurden bereits in Abschnitt 5.2.2 und 5.2.3 gezeigt. Die Substratmaterialien selbst tragen natürlich auch entscheidend zur Fortpflanzung der Körperschallwellen bei. Die Ausbreitung der Wellenbewegung in einem anisotropen Medium ist stark von der Kristallrichtung abhängig. Ist die Anregungsquelle, in diesem Falle also der IDT, nicht exakt an die Kristallrichtungen angepasst, wird es zur SAW-Strahlabweichung (beam steering) kommen. Starke Dämpfungen sind die Folge, siehe z. B. [123]. Dies könnte die hohen Verluste bei der einkristallinen Si-Probe erklären.

Die Idee zur Kombination von Diamant mit einer piezoelektrischen Beschichtung kam direkt mit der erfolgreichen Synthese der ersten CVD-Diamantschichten in den 1980er Jahren auf [282]. Da die Synthese von AlN noch in den Kinderschuhen steckte, wurden zunächst die etablierten, piezoelektrischen Materialien mit CVD-Diamant kombiniert, z. B. ZnO [136]. Die erste Kombination von AlN und Diamant wird dann 2002 erwähnt und zeigte vielversprechend hohe SAW-Geschwindigkeiten [283]. Es folgten einige Veröffentlichungen auf Konferenzen, in denen die Möglichkeiten dieser Kombination mittels Simulationen [39, 284] und Experimenten [275, 276, 285, 286] diskutiert wurden. Bei den verwendeten polykristallinen Diamantproben werden sowohl polierte [24, 287] als auch freistehende Diamantschichten verwendet. Bei Letzteren wird die AlN-Schicht auf der Keimbildungsseite abgeschieden [27, 288]. Die Ergebnisse dieser Studien zeigen ebenfalls hohe SAW-Geschwindigkeiten von bis zu 14,5 km / s bei unterschiedlichen Schichtdicken und Wellenlängen [287]. Bei sorgfältiger Wahl der AlN-Schichtdicke sind ganz ähnliche Geschwindigkeiten zu denen in der vorliegenden

Arbeit berichteten von Benetti et al. gefunden worden [24]. Die Dämpfungen in diesen Publikationen sind aber hoch und liegen bei -70 dB. Die hohe Dämpfung könnte ein Hinweis auf die Streuungen an Korngrenzen sein, die in Abschnitt 2.3.1 bereits erörtert wurden. Die Korngröße der PCD-Substrate ist in den Publikationen nicht ersichtlich, liegt aber üblicherweise in der Größenordnung von wenigen Mikrometern bis einigen 100 nm, siehe auch Abbildung 4.22 a). Nimmt man eine Korngröße von  $A = 1 \mu\text{m}$  an, so wäre z. B. bei Benetti et al. [24] das Produkt aus Wellenzahl  $\beta$  und Korngröße  $A$ ,  $\beta \times A = 0,8$  und damit im Rayleigh-Streuungsbereich an den Korngrenzen. Erst kürzlich sind erste Untersuchungen von AlN-NCD veröffentlicht worden [25]. Hierbei wurden Diamantschichten mit extrem kleinen Körnern von 3 – 5 nm verwendet (UNCD). Der Vorteil gegenüber den NCD-Schichten ist, dass diese Schichten mit einer sehr geringen Oberflächenrauheit von  $10 < R_a < 14 \text{ nm}$  abgeschieden werden können und direkt verwendet wurden, ohne die Oberflächen zu polieren [289]. Die gemessenen SAW-Geschwindigkeiten liegen bei maximal 9,3 km / s. Da UNCD-Schichten einen sehr hohen Anteil amorphen Kohlenstoffs aufweisen, könnte dies die geringen SAW-Geschwindigkeiten erklären [290].

Werden die Erkenntnisse der vorliegenden Arbeit mit denen in der Literatur zusammengeführt, lässt dies den Schluss zu, dass es evtl. einen Kompromiss aus Oberflächenrauheit, amorpher Kohlenstoffkonzentration, Korngröße und Aufwand der Substratpräparation geben könnte. Wünschenswert wären UNCD-Schichten ohne  $\text{sp}^2$  Anteile oder NCD-Schichten, deren Oberflächenrauheit bei oder unter  $R_a \approx 10 \text{ nm}$  liegen.

## 6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die vorliegende Arbeit fasst die Ergebnisse der Forschungsarbeit an AlN-Schichten zusammen, die zur Entwicklung von Oberflächenwellensensoren (SAW-Sensoren) für die Bauteilüberwachung (SHM, Structural Health Monitoring) hergestellt wurden. Der Schwerpunkt der Arbeit liegt dabei auf der Herstellung piezoelektrischer AlN-Schichten und deren umfangreiche Charakterisierung zur Aufklärung des Zusammenhangs zwischen dem Wachstumsverhalten der Schichten einerseits und deren kristallographischen und piezoelektrischen Eigenschaften andererseits. Zur Validierung der Ergebnisse wurden Prototypen von SAW-Sensoren hergestellt. Bei entsprechender Wahl der Substrat-Schichteigenschaften konnte die Anregung von Pseudo-SAWs nachgewiesen werden, die für das SHM eine bedeutende Rolle spielen können.

Die Herstellung qualitativ hochwertiger, piezoelektrischer AlN-Schichten geschah mittels reaktivem RF-Magnetron Sputtern. Als einer der kritischsten Parameter zur Schichtherstellung erwies sich die Prozessreinheit: Zur Vermeidung von Sauerstoffkontaminationen ist ein Basisdruck von mindestens  $p_0 = 1 \times 10^{-7}$  hPa und das Ausheizen des Rezipienten nötig. Das Vorhandensein von kleinsten Mengen Sauerstoff in Form von  $O_2$  oder  $H_2O$  als Adsorbat in der Kammer führt zu messbaren O-Konzentrationen in der Schicht und unweigerlich zur Retardierung der Schichteigenschaften im Hinblick auf deren Piezoelektrizität. Diese Prozessreinheit mag in vielerlei Hinsicht als Voraussetzung erwartet werden, ist aber im Zusammenhang mit Sputter-Werkzeugen keineswegs Standard. So liegt der Basisdruck in industriellen Anlagen z. B. zur Herstellung von tribologischen Schichten bei minimal  $p_0^* \sim 1 \times 10^{-5}$  hPa. Die zu erwartende Sauerstoffverunreinigung spielt hier aber keine Rolle, da sie zum einen eher einen positiven Effekt auf die Schichthärte hat und zum anderen eine viel geringere Reaktivität zwischen Restsauerstoff und den eingesetzten Targetmaterialien wie z. B. Ti, Cr, Ni herrscht. Im Falle von Aluminium, das bekanntlich heftig mit Sauerstoff reagiert, daher auch nicht in gediegener Form auf der Erde vorkommt, ist die Abwesenheit von Sauerstoff offensichtlich Grundvoraussetzung, um dessen Nitrid-Verbindungen herzustellen. Umso wichtiger ist dies bei der Herstellung piezoelektrischer AlN-Kristalle.

Ein piezoelektrisches Verhalten der AlN-Schichten ist nur dann zu erwarten, wenn die Schicht vollständig oder zumindest überwiegend kristallographisch orientiert aufwächst. Im Falle von AlN wachsen die Schichten polykristallin auf mit einer faserartigen Morphologie, wobei die Fasern senkrecht auf dem Substrat stehen. Damit nun die Fasern entlang ihrer Achse mit einer (002)-Orientierung aufwachsen, also (002)-fasertexturiert sind, haben sich die Substrattemperatur zusammen mit der Plasmaenergie als die entscheidenden Einflussgrößen

erwiesen. Beide Parameter sind für die Adatommobilität verantwortlich. Es ist bekannt und auch unmittelbar einleuchtend, dass bei erhöhter Energie, thermischer wie kinetischer, die Adatommobilität steigt und es zum Wachstum größerer Körner kommt. Diese weisen aber im Falle der vorliegenden Untersuchungen an AlN keine Textur auf, es gibt also keine kristallographische Vorzugsrichtung, die Körner wachsen mit beliebiger Kornorientierung auf. Wird die Substrattemperatur zusammen mit der Plasmaenergie auf einen optimalen Wert eingestellt, wachsen die Schichten mit einer (002)-Fasertextur auf. Entscheidend ist, dass Substrattemperatur und Plasmaenergie eng zusammenspielen und ein relativ breites Prozessfenster eröffnen können, wenn beide Parameter proportional zueinander angepasst werden. Abbildung 6.1 ist ein Vorschlag für ein Prozessfenster zur Abscheidung (002)-fasertexturierter AlN-Schichten unter folgenden, weiteren Bedingungen: a) der Beschichtungsprozess findet unter 100 % N<sub>2</sub>-Atmosphäre statt, b) der Druck liegt in dem für das Sputtern üblichen Bereich, c) es handelt sich um einen RF-Magnetron-Sputterprozess und d) der Target-Substrat-Abstand  $d_{T-S}$  liegt bei  $d_{T-S} = 50$  mm. In der Abbildung sind zum Vergleich weitere Studien angegeben, in denen AlN-Schichten mit (002)-Vorzugsrichtung hergestellt wurden. Diese fügen sich in das vorgeschlagene Prozessfenster ein. Die mit \* gekennzeichneten Studien sind mit einem erhöhten  $d_{T-S}$  hergestellt worden. Diese wurden unter der Annahme, dass die Intensität des Plasmaeinflusses auf das Substrat mit dem Quadrat des Abstandes  $d_{T-S}^2$  abnimmt, auf 50 mm normiert. Die Studie von Paci et al. [138] bei Position [v] in Abbildung 6.1 verwendet hohe Temperaturen bei gleichzeitig hohen Plasma-Leistungsdichten und fällt damit aus dem vorgeschlagenen Prozessfenster heraus. In dieser Studie wird direkt auf poliertem Diamant abgeschieden, der vor dem Beschichtungsprozess mittels reaktivem Ionenätzen (O<sub>2</sub>) behandelt wurde. Außerdem wird nicht auf die Morphologie der Schichten eingegangen, sodass einige Fragen hinsichtlich der Schichtqualität offen bleiben. Um das vorgeschlagene Prozessfenster zur Herstellung von (002)-texturierten AlN-Schichten abschließend zu verifizieren, sind weitere Parameterstudien vonnöten.

Neben der Prozessreinheit, der Substrattemperatur und der Plasmaenergie wurden die Prozessgaszusammensetzung und der Prozessdruck untersucht. Wie in der vorliegenden Studie gezeigt wurde, hat die Prozessgaszusammensetzung keinen Einfluss auf die Stöchiometrie oder die Fasertextur der AlN-Schichten, solange die N<sub>2</sub>-Konzentration größer als 25 % ist. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wurden die (002)-texturierten AlN-Schichten mit einer N<sub>2</sub>-Konzentration von 100 % hergestellt. Der Prozessdruck ist eng mit dem Target-Substrat-Abstand  $d_{T-S}$  über die Knudsenzahl  $Kn = \lambda_{Al} / d_{T-S}$  verknüpft. Liegt  $Kn$  bei 1, können (002)-texturierte Schichten hergestellt werden. Verringert sich der Druck, erhöht sich die

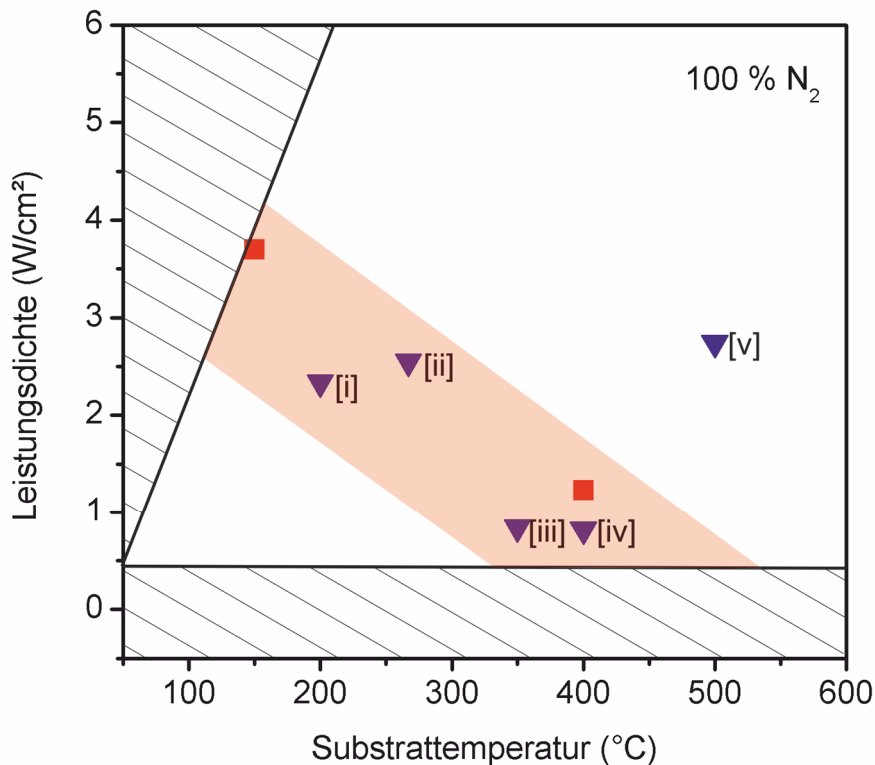


Abbildung 6.1: Prozessfenster für die Herstellung (002)-fasertexturierter AlN-Schichten, rot abgegrenzt. Der schraffierte Bereich ist prozesstechnisch nicht zugänglich. Quadrate zeigen die obere und untere Prozessgrenze dieser Studie, Dreiecke markieren die Prozesse in vergleichbaren Studien: [i] - [v] = [212], [77]\*, [228]\*, [79]\*, [138]. \* Der Substrat – Target – Abstand ist auf 50 mm normiert worden, siehe Text.

Schichtspannung und es kann zu Delaminationen kommen. Wird der Druck wiederum erhöht, kommt es zur Thermalisierung der eintreffenden Teilchen und die Schichtmorphologie ändert sich, was mit einer Abnahme der (002)-Textur einhergeht. Dieser Zusammenhang ist seinerseits von Substrattemperatur und Plasmaenergie abhängig. Zusammenfassend ist festzuhalten, dass der Prozessdruck optimaler Weise bei  $p_1 = 4 - 5 \times 10^{-3}$  hPa liegt, was einer  $Kn = 1$  im vorliegenden Falle entspricht.

Die Überführung der Ergebnisse, die auf einkristallinen Modellsubstraten gefunden wurden, auf NCD-Substrate erwies sich als unkritisch. Die Herstellungsparameter mussten dafür nicht angepasst werden. Zur Herstellung der SAW-Filter muss bei einkristallinen Piezokristallen auf die Kristallorientierung der Oberfläche geachtet werden. Dazu werden Abflachungen (Flats) oder Kerben (Notch) an bestimmten Winkelorientierungen angebracht. Mit deren Hilfe kann dann der IDT auf der Oberfläche, abhängig von der Genauigkeit der Markierungen und des IDT-Verfahrens, ausgerichtet werden. Kleinste Abweichungen bei

dieser Ausrichtung führen zu Energieverlusten der Oberflächenwelle (beam steering). Im Falle der AlN-Schichten der vorliegenden Studie handelt es sich um polykristalline Schichten, die eine (002)-Fasertextur in der Schichtdicke, aber keinerlei Orientierung innerhalb der Schichtfläche aufweisen. Auf eine Orientierung der IDTs hinsichtlich der Kristallorientierung der Piezoschicht kann also verzichtet werden. Wie in den theoretischen Grundlagen in Abschnitt 2.3.1 dargestellt, ist bei genügend kleinen Korngrößen und entsprechend großen Wellenlängen weder mit einem Streuverlust noch mit einer merklichen Abnahme der Geschwindigkeiten der Oberflächenwellen zu rechnen. Im Falle der AlN-NCD-Technik kann die Wellenlänge im  $\mu\text{m}$ -Bereich liegen, um Frequenzen im GHz-Bereich zu erhalten. Es konnte gezeigt werden, dass die Kombination aus AlN-Piezoschicht und einem NCD-Substrat bei geschickter Wahl der AlN-Schichtdicke zu relativ dämpfungsarmen Anregungen von PSAWs führt. Um die Qualität der erzeugten PSAWs weiter zu erhöhen, und dabei geht es in erster Linie um die Vermeidung oder Verringerung von Dämpfungsmechanismen, sind mehrere Einflussfaktoren zu berücksichtigen. Zunächst müssen die AlN-Fasern möglichst zu 100 % die erforderliche (002)-Orientierung aufweisen. Abweichungen führen unweigerlich zur Retardierung der Ausbreitungsmechanismen. Darüber hinaus ist die Grenze von NCD-Substrat zu AlN-Schicht und AlN-Schicht zu IDT, die Korngröße sowohl in der AlN-Schicht als auch innerhalb des NCD-Substrates und die Defektdichte und -art entscheidend für eine fehlerfreie Funktion eines PSAW-AlN-NCD-Bauteils. Um belastbare Aussagen zu den genannten Kriterien zu treffen, sind weitere Studien an PSAW-Bauteilen nötig. Basierend auf den Daten der vorliegenden Arbeit können aber folgende Schlussfolgerungen getroffen werden, die Basis für weitere Studien sein können:

- i) Bei Auftreten einer Übergangsschicht zwischen NCD und AlN muss diese viel kleiner als die Zielwellenlänge sein.
- ii) Die Rauheit aller Grenzen (NCD-AlN, AlN-IDT) muss bei Frequenzen im GHz-Bereich unterhalb weniger 10 nm liegen.
- iii) Die Korngrößen (AlN-Schicht und NCD) müssen im Bereich von wenigen 10 nm liegen. Besonders bei NCD ist dies zu berücksichtigen. Korngrößen um 100 nm haben, abhängig von der angestrebten Frequenz, voraussichtlich hohe Streuverluste zur Folge.

Neben den 2D-Kristalldefekten wie Korngrenzen und Oberflächen sind auch folgende 1D- und 0D-Defekte zu berücksichtigen: Versetzungen, Leerstellen, Zwischengitteratome, Einlagerungsatome oder Substitutionsatome. Diese messbar zu machen erweist sich aber regelmäßig als mit sehr hohem Aufwand verbunden. Um die Defektdichte so gering wie

möglich zu halten, gibt es eine Reihe prozesstechnischer Möglichkeiten, um die aufwachsende Schicht defektarm aufwachsen zu lassen: Verringerung des Beschusses mit energiereichen Teilchen (Plasmaenergie, Druck), Prozessreinheit (saubere Kammer, hohes Basisvakuum, reinste Präkursoren) und angepasster Prozessdruck. Letzteres wurde bereits ausführlich im Rahmen dieser Arbeit untersucht.

Die Herstellung piezoelektrischer Materialien in Form von dünnen Schichten birgt den großen Vorteil auch größere Flächen zu beschichten und damit, bei geschickter Wahl der IDT-Positionen, ganze Bauteile zu überwachen. Dann muss gewährleistet sein, dass die strukturelle Integrität der Schichten und der IDT-Strukturen während des Betriebes gewährleistet bleibt. Da AlN eine sehr hohe Temperaturbeständigkeit aufweist mit einem Schmelzpunkt von  $T_m = 2705^\circ\text{C}$ , ist im Rahmen des Projektes, in das diese Arbeit eingebettet war, auch die Beständigkeit der AlN-Schichten gegenüber Hochtemperaturkorrosion untersucht worden. Erste Ergebnisse sollen im folgenden Abschnitt kurz zusammengefasst dargestellt werden, um weitere Hinweise für zukünftige Forschungsarbeiten innerhalb dieses Gebietes zu geben.

## 6.1 Hochtemperaturkorrosion bei AlN-Beschichtungen – ein Ausblick

Die vorliegende Arbeit schafft die Grundlagen zu potentiellen weiteren Forschungsarbeiten im Bereich der Bauteilüberwachung oder oft auch im deutschen als Structural Health Monitoring (SHM) bezeichnet. Unter SHM versteht man insbesondere die kontinuierliche oder periodische Zustandsüberwachung eines Objektes im Betrieb. In besonders kritischen Bereichen, wie z. B. dem Inneren von Gasturbinen, wo hohe Temperaturen in korrosiven Medien bei hohen Kräften auf die Turbinenschaufeln wirken, wäre eine kontinuierliche Überwachung der strukturellen Integrität besonders wichtig. Die Idee eine Turbinenschaufel mit NCD-AlN zu beschichten und mit einer geschickten Anordnung von IDTs das gesamte Bauteil oder zumindest die kritischsten Bereiche zu überwachen würde einen erheblichen Sicherheits- und Kostenvorteil bei der Wartung von Gasturbinen mit sich bringen. Im Folgenden werden Ergebnisse präsentiert, die das Hochtemperatur-Oxidationsverhalten von AlN zeigen und damit wichtige Hinweise liefern, welche Herausforderungen an ein stabiles Schichtsystem gestellt werden, das den schwierigen Bedingungen in einer Gasturbine widersteht und gleichzeitig als Sensorschicht für ein SHM-System eingesetzt werden kann. Die nachfolgenden Ergebnisse sind in enger Zusammenarbeit mit Ali El-Chaikh am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung, Prof. Dr. H.-J. Christ, entstanden.

Als Substratmaterial kommt eine  $\gamma$ -TiAl-Legierung der dritten Generation (TNM, Ti-42Al-3.4Nb-1Mo-0.07Si, Fa. Böhler) zum Einsatz. Die Proben werden mit AlN beschichtet und thermogravimetrisch untersucht. Dabei werden die Proben bei  $850^\circ\text{C}$  in normaler



Laboratmosphäre für bis zu 100 h in einer Magnetschwebethermowaage (Fa. Rubotherm) gegläht und deren Massenzunahme kontinuierlich aufgezeichnet. Nach dem Versuch werden die Proben mit einer galvanischen Ni-Schicht geschützt, mit einer Standard Einbettmasse eingebettet, ein Querschnitt erzeugt, geschliffen und poliert. Der präparierte Querschnitt der Probe wird dann rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Abbildung 6.2 a) zeigt die REM-Querschnittsaufnahme einer solchen Probe. Die AlN-Beschichtung ist nur noch im markierten Bereich zu erkennen. Die restliche Schicht ist in ein spongiöses Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> umgewandelt worden. Die unterschiedlich hellen Bereiche im Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> können als unterschiedliche Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Phasen identifiziert werden ( $\delta$  und  $\theta$ ). Durch die hohe Sauerstoffdiffusion innerhalb des spongiösen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kommt es am Schicht-Substrat-Interface zur Bildung von TiO<sub>2</sub> und erhöhter Porenbildung. Ein vielversprechender Lösungsansatz zur Vermeidung der AlN-Umwandlung ist die Abscheidung einer Al-Schicht auf die AlN-Schicht. Prozesstechnisch ist dies eine elegante Lösung, da lediglich die N<sub>2</sub>-Zufuhr gestoppt und durch Ar substituiert werden muss. Die Al-Schicht wandelt sich dann in eine dichte, nicht-spongiöse Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schutzschicht um. Diese verhindert die Diffusion von O<sub>2</sub> in die Schicht und damit die Umwandlung von AlN zu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. In Abbildung 6.2 b) ist die REM-Querschnittsaufnahme eines solchen oxidierten Schichtsystems gezeigt. Trotz der entstandenen, dichten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schutzschicht ist offensichtlich O<sub>2</sub> an das Substratmaterial diffundiert und es ist zur massiven Oxidation des Substratmaterials gekommen. Ursache hierfür sind offenbar Risse in der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schutzschicht, die auch deutlich

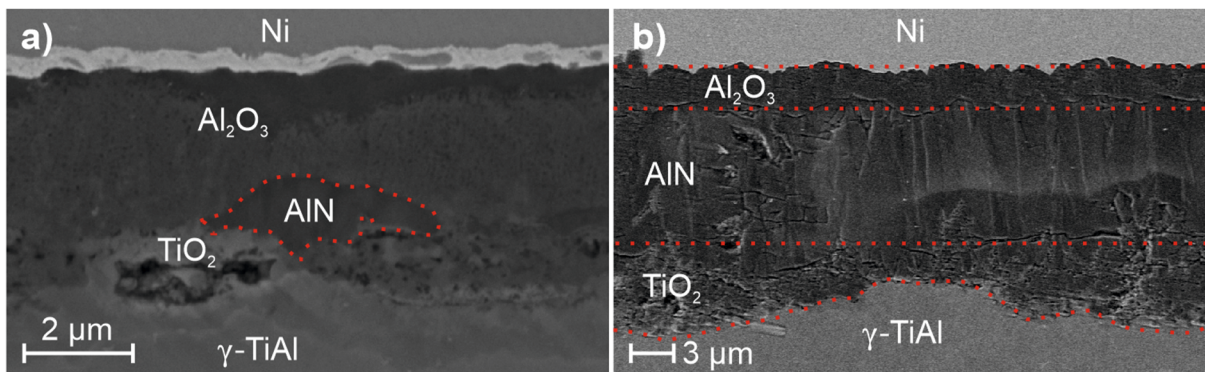


Abbildung 6.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen oxidierter  $\gamma$ -TiAl-AlN Proben, a) ohne Al-, b) mit Al-Schutzschicht.

in der REM-Aufnahme zu sehen sind. Die thermogravimetrischen Messungen in Abbildung 6.3 zeigen vier Messungen an beschichteten Proben C1-C4 und die Referenzmessung einer unbeschichteten Probe bei 850 °C. Eine unbeschichtete TNM-Probe hat einen typischen parabolischen Verlauf, der auf eine diffusionskontrollierte Oxidation hinweist. Die AlN-beschichtete TNM-Probe C1 weist nach anfänglicher langsamer Oxidation ebenfalls den gleichen parabolischen Verlauf auf, der mit den REM-Beobachtungen aus Abbildung 6.2 a)

korreliert. Wird der TNM-AlN-Verbund mit einer zusätzlichen Al-Schicht versehen, erhält man den Kurvenverlauf C4. Der anfänglich starke Anstieg weist auf die Umwandlung der Al-Schicht zu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hin. Nach Abschluss dieser Umwandlung flacht die Kurve deutlich ab und verläuft dann linear. Letzteres deutet auf einen porösen Schichtaufbau oder eine abblätternde Schicht hin. Letzteres konnte in den REM-Aufnahmen nicht bestätigt werden, während ersteres durch das Vorhandensein von Rissen in der Deckschicht bestätigt werden kann.

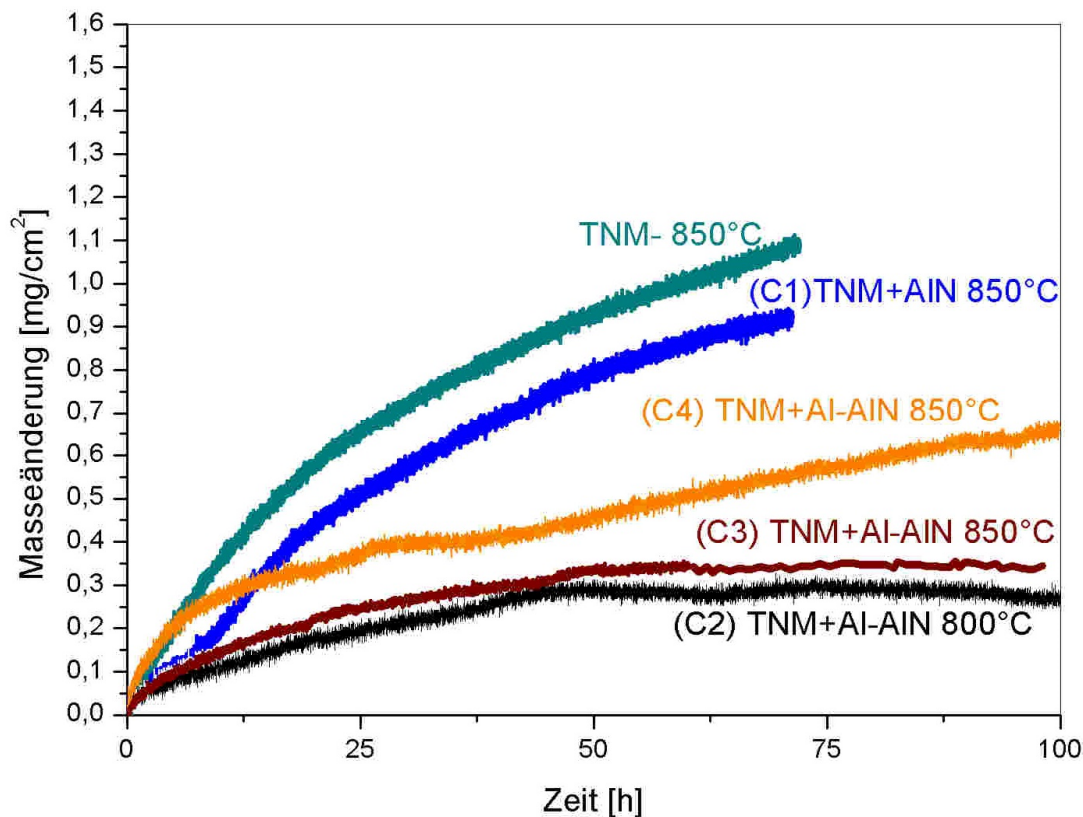


Abbildung 6.3: Thermogravimetrische Messungen an Al-AlN-beschichteten TNM-Proben. Die türkise Messkurve zeigt eine unbeschichtete TNM-Referenz Kurve.

Wird zusätzlich eine Zwischenschicht von Al auf das TNM-Substrat aufgebracht (TNM-Al-AlN-Al), erhält man den Kurvenverlauf C3, der ein logarithmisches Wachstumsgesetz widerspiegelt. Die beiden Al-Schichten wandeln sich zu einer geschlossenen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht um und die  $\text{O}_2$ -Diffusion kommt effektiv zum Erliegen. Thermogravimetrische Versuche unterhalb oder maximal bei  $800^\circ\text{C}$ , wie in C2 gezeigt, zeigen logarithmische Verläufe, wobei C2 lediglich eine Al-Deckschicht aufweist.

Zusammenfassend können zwei wichtige Punkte festgehalten werden, die in späteren Forschungsarbeiten berücksichtigt werden müssen:

- i) AlN ist bis  $800^\circ\text{C}$  in  $\text{O}_2$ -haltiger Atmosphäre stabil. Darüber hinaus wandelt sich AlN in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  um.

- ii) Die AlN-Beschichtung kann effektiv durch eine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht geschützt werden, die mittels Al-Beschichtung im Betrieb gebildet wird.

Weitere wichtige Fragestellungen sind die erfolgreiche Realisierung einer Diamant-Zwischenschicht auf dem metallischen Substratmaterial des Bauteils (hier TNM). Größte Herausforderungen werden hierbei thermisch, zyklische Belastungen aufgrund der stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Metall-Substrats und der Diamantschicht sein. Eine Diamant-Zwischenschicht ist in jedem Falle erforderlich, um die in dieser Arbeit beschriebenen PSAWs zu generieren. Soll eine Sensorschicht ausschließlich auf AlN-Basis aufgebaut werden, ist es aber dennoch wichtig eine elektrische Trennung des Piezomaterials von dem metallischen Substratmaterial zu erreichen, da das elektrische Feld sonst in das Substrat koppelt, siehe Abschnitte 2.2 und 2.3. Bei der Wahl einer solchen Zwischenschicht ist die Schallgeschwindigkeit dieses Materials entscheidend für das Ausbreitungsverhalten der Festkörperwellen (siehe Abschnitt 2.3). In jedem Falle ist das Schichtsystem vor Hochtemperaturkorrosion zu schützen. Die ersten Ergebnisse mittels Al-Deckschicht sind in diesem Falle vielversprechend. Die metallischen IDT-Strukturen sind ebenfalls vor den Mechanismen der Hochtemperaturkorrosion zu schützen. Die Verwendung von Refraktärmetallen (z. B. Pt) ist hierbei angezeigt. Das Problem der Agglomeration bei hohen Temperaturen der feinen IDT-Strukturen muss hierbei untersucht werden. Dieser auf Oberflächendiffusion basierender Mechanismus kann dazu führen, dass Teile der IDT-Kammstruktur die elektrische Leitfähigkeit verliert und damit der Sensor seine Funktion. Ein letzter interessanter Forschungsbereich wird die thermische Stabilität des Piezomaterials sein. Nach Formel (2-20) ändert ein Piezomaterial seine Frequenz über der Temperatur, wobei die geschickte Kombination von Schicht- und Substratmaterial mit entgegengesetztem TCF zu einem Sensor mit hoher Temperaturstabilität führen kann.

## A. Anhang

### A.1 Röntgenographische Grundlagen des AlN

In Abbildung A.1 ist das Pulverdiffraktogramm von AlN gezeigt, das mittels PowderCell 2.4 [44] erstellt worden ist. Für die Simulation des Pulverdiffraktogramms wurde die AlN-Einheitszelle mit den Parametern aus Tabelle A.1 und folgende weitere Parameter verwendet:

Cu-K $\alpha_1$  = 1,5406 Å und Cu-K $\alpha_2$  = 1,54443 Å, mit  $K\alpha_1/K\alpha_2 = 0,5$

Raumgruppennummer: 186

Raumgruppe: P6<sub>3</sub>mc

Gitterparameter: a = 3,1114 Å, b = 3,1114 Å, c = 4,9784 Å [291, 292]

Tabelle A.1: Parameter der Einheitszelle von Wurtzit-AlN.

Ion	Wyckoff	x	y	z	B (temp)
Al	2b	1/3	2/3	0	0,442 [291]
N	2b	1/3	2/3	0,38460 [291]	0,559 [291]

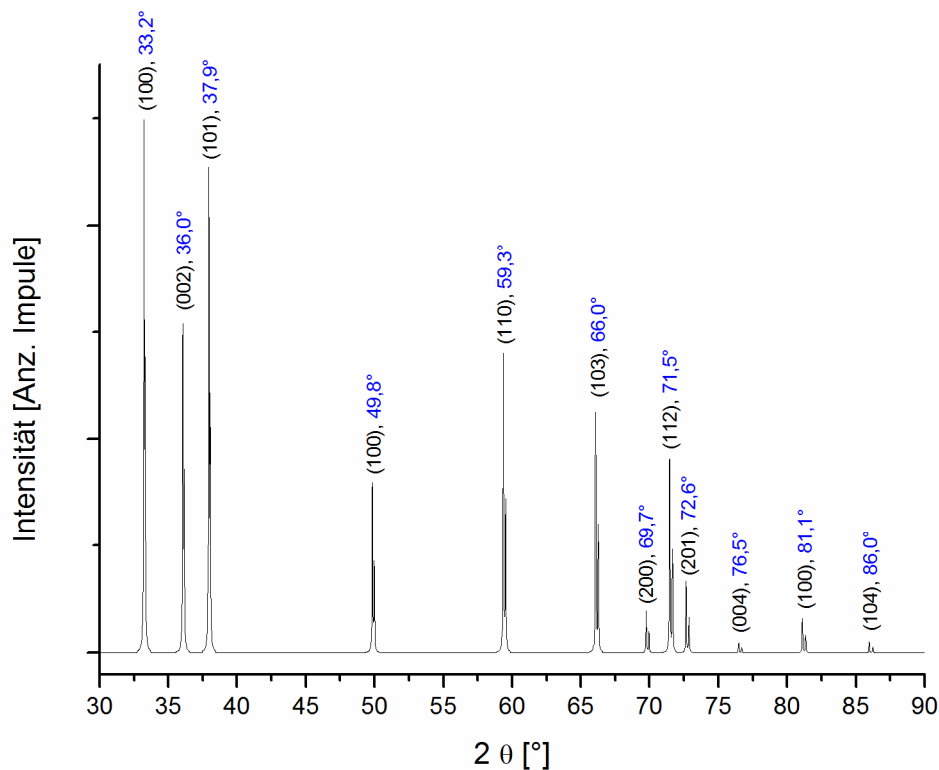


Abbildung A.1: Simuliertes Pulver-Diffraktogramm von Wurtzit-AlN. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle A.1 und im Text aufgeführt.

Tabelle A.2 gibt die genauen Bragg-Positionen mit deren relativer Intensität, die in obiger Abbildung simuliert wurden in tabellarischer Form wieder.

Tabelle A.2: Berechnete Bragg-Reflexionen und deren Intensität.

(hkl)	$2\theta$ [°]	I [relativ]
100	33,2	100
002	36,0	63,1
101	37,9	91,4
102	49,8	33,5
110	59,3	57,4
103	66,0	48,8
200	69,7	8,1
112	71,5	39,3
201	72,6	13,7
004	76,5	2,0
202	81,1	6,6
104	86	2,2

## A.2 Matrizen und Vektoren der SAW-Grundlagen

Der Zusammenhang zwischen Spannungsvektor  $\mathbf{T}$ , Dehnungsvektor  $\mathbf{S}$  und elektrischem Feldvektor  $\mathbf{E}$  ist

$$\mathbf{T} = \mathbf{c}^E \mathbf{S} - \mathbf{e}^t \mathbf{E}, \quad (2-7)$$

über die elastischen Konstanten bei konstantem, elektrischem Feld  $\mathbf{c}^E$  und der transponierten Matrix der piezoelektrischen Spannungskonstanten  $\mathbf{e}^t$ , siehe Kapitel 2.3.

Unter Berücksichtigung der  $6mm$ -Symmetrie ergibt sich (2-7) ausgeschrieben zu

$$\begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{22} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{33} \\ 0 & e_{15} & 0 \\ e_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix}.$$

Dabei gilt folgende Konvention

$$\begin{pmatrix} T_1 & T_6 & T_5 \\ T_6 & T_2 & T_4 \\ T_5 & T_4 & T_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} & T_{13} \\ T_{12} & T_{22} & T_{23} \\ T_{13} & T_{23} & T_{33} \end{pmatrix} \text{ und } \begin{pmatrix} S_1 & S_6 & S_5 \\ S_6 & S_2 & S_4 \\ S_5 & S_4 & S_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & 2S_{12} & 2S_{13} \\ 2S_{12} & S_{22} & 2S_{23} \\ 2S_{13} & 2S_{23} & S_{33} \end{pmatrix}.$$

Die Dehnung  $\mathbf{S}$  kann durch die örtliche, partielle Ableitung der Verschiebung  $\mathbf{u}$  der Materialteilchen in Matrix-Form beschrieben werden:

$$\mathbf{S} = \nabla \mathbf{u}, \text{ wobei } \nabla = \begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial x_1} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial x_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial x_3} \\ 0 & \frac{\partial}{\partial x_3} & \frac{\partial}{\partial x_2} \\ \frac{\partial}{\partial x_3} & 0 & \frac{\partial}{\partial x_1} \\ \frac{\partial}{\partial x_2} & \frac{\partial}{\partial x_1} & 0 \end{pmatrix} \text{ der Nabla-Operator ist.}$$

Für  $T_1$  ergibt sich

$$T_1 = c_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + c_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + c_{13} \frac{\partial u_3}{\partial x_3} + e_{31} \frac{\partial \varphi}{\partial x_3},$$

ebenso für  $T_2$  bis  $T_6$ . Setzt man nun  $T_1$  bis  $T_6$  in die Newton-Gleichung (2-8) ein, erhält man das Gleichungssystem

$$\rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = c_{11} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_1^2} + c_{66} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_2^2} + c_{44} \frac{\partial^2 u_1}{\partial x_3^2},$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2} = c_{66} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_1^2} + c_{11} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_2^2} + c_{44} \frac{\partial^2 u_2}{\partial x_3^2},$$

$$\rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2} = c_{44} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_1^2} + c_{44} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_2^2} + c_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3^2} + e_{15} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_1^2} + e_{15} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_2^2} + e_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2},$$

welches in  $x_3$ - bzw.  $x_1$ -Richtung die Gleichungen (2-9) - (2-11) bzw. (2-13) - (2-15) ergeben.

Weiterhin gilt die Maxwell-Gleichung  $\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}$ , mit der quasi-elektrostatischen Approximation  $\nabla \times \mathbf{E} = 0$ , da die Änderung des magnetischen Feldes bei der SAW-Ausbreitung keine Rolle spielt. Mit dieser Näherung kann dann das elektrische Feld durch die örtliche Änderung des elektrischen Potentials beschrieben werden:  $\mathbf{E} = -\nabla \phi$ . Damit besteht über  $\nabla \cdot \mathbf{D} = q$  ein direkter Zusammenhang der elektrischen Flussdichte  $\mathbf{D}$  und der elektrischen Ladungsdichte  $q$ , wobei letztere bei piezoelektrischen Werkstoffen vernachlässigbar ist und man kann schreiben  $\nabla \cdot \mathbf{D} = 0$ , d.h. die Divergenz der elektrischen Flussdichte in piezoelektrischen Werkstoffen ist Null.

Der Zusammenhang zwischen elektrischer Flussdichte  $\mathbf{D}$ , Dehnung  $\mathbf{S}$  und dem elektrischen Feld  $\mathbf{E}$ , wiederum bei  $6mm$ -Symmetrie ist

$$\begin{pmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix}.$$

Daraus ergibt sich, mit der o.g. Schreibweise für  $\mathbf{S}$  das Gleichungssystem

$$\frac{\partial D_1}{\partial x_1} = e_{15} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_1} - \epsilon_{11} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_1^2} = 0,$$

$$\frac{\partial D_2}{\partial x_2} = e_{15} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_2} - \epsilon_{11} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_2^2} = 0,$$

$$\frac{\partial D_3}{\partial x_3} = e_{33} \frac{\partial^2 u_3}{\partial x_3} - \epsilon_{33} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x_3^2} = 0,$$

welches wiederum die Gleichungen (2-12) und (2-16) für ebene Wellen in  $x_3$ - bzw.  $x_1$ -Richtung ergeben.

## Literaturverzeichnis

1. Hashimoto, K.-y., *Grating*, in *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications*. 2000, Springer: Berlin Heidelberg New York. p. 25-46.
2. [www.ifixit.com](http://www.ifixit.com). *iPhone 4S Teardown*. Teardown 2011 [cited 2013 07. Mai 2013]; Teardowns provide a look inside a device and should not be used as disassembly instructions.]. Available from: <http://www.ifixit.com/Teardown/iPhone+4S+Teardown/6610/1>.
3. SENSEOR. *Wireless Passive SAW Temperature Sensors TSE F160*. 2015 [cited 2015 24.05.2015]; Available from: <http://www.sensor.com>.
4. SAW\_COMPONENTS\_Dresden\_GmbH. *STCET2450 - electronic cow earmark*. [cited 2015 24.05.2015]; Available from: [www.sawcomponents.de](http://www.sawcomponents.de).
5. Transense\_Technologies\_plc. *Contactless Torque Transducer*. [cited 2015 24.05.2015]; Available from: <http://www.transense.co.uk>.
6. STACK\_Ltd. *Tyre Pressure Monitoring Systems*. [cited 2015 24.05.2015]; Available from: <http://www.stackltd.com>.
7. Research, B., *Surface Acoustic Wave (SAW) Devices : Technologies and Global Markets*. 2012, BCC Research LLC: <http://www.bccresearch.com/>.
8. *Market for RF filters/duplexers, PAs and antenna switches to reach \$4.7bn in 2016*. semiconductorTODAY Compounds&AdvancedSilicon, 2012. 7(5): p. 104-105.
9. Ji, X., et al., *A wireless demodulation system for passive surface acoustic wave torque sensor*. Review of Scientific Instruments, 2014. 85(12): p. 125001.
10. Campbell, C., *Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications*. 1998: Academic Press. 631.
11. G. Schimetta, F.D., R. Weigel, *TIRE PRESSURE MEASUREMENT USING A SAW HYBRID SENSOR*. XVI IMEKO World Congress, Vienna, AUSTRIA, 2000, 2000.
12. Nederlof, A.J. and M.S. Nieuwenhuizen, *An automated system for testing surface acoustic wave gas sensors*. Review of Scientific Instruments, 1993. 64(2): p. 501-506.
13. Cheng, S.-y.Z.a.L.-p., *Surface Acoustic Wave Motors and Actuators: Structure, Mechanism, Characteristic and Application*, in *Acoustic Waves*, D. Dissanayake, Editor. 2010, InTech. p. 434.
14. Kurosawa, M., M. Takahashi, and T. Higuchi, *Friction drive surface acoustic wave motor*. Ultrasonics, 1996. 34(2-5): p. 243-246.



15. Cheng, S.-y.Z.a.L.-p., *Surface Acoustic Wave Motors and Actuators: Structure, Mechanism, Characteristic and Application*, in *Acoustic Waves*, D. Dissanayake, Editor. 2010, Sciyo. p. 207-232.
16. Baker, J.P., M. Epstein, and A.P. van den Heuvel, *Precision micropositioning using acoustic surface wave variable delay lines*. *Review of Scientific Instruments*, 1974. **45**(1): p. 25-27.
17. marketsandmarkets.com, *Acoustic Wave Sensor (SAW And BAW) Market - Global Forecast, Trend & Analysis - Segmentation By Sensing Parameters [Pressure, Temperature, Mass, Torque, Humidity, Chemical, Touch, Others], Applications And Geography (2013-2018)*. 20112, marketsandmarkets.com.
18. Teminove, R., *Einsatz von passiven funkabfragbaren Oberflächenwellensensoren in der elektrischen Energietechnik*, in *Elektrotechnik und Informationstechnik*. 2007, Technischen Universität Darmstadt: Darmstadt. p. 165.
19. Varadan, V.K., V.V. Varadan, and H. Subramanian, *Fabrication, characterization and testing of wireless MEMS-IDT based microaccelerometers*. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2001. **90**(1–2): p. 7-19.
20. Stowasser, J.M., *Stowasser*. Oldenbourg Schulbuchverlag. 608.
21. Gautschi, G., *Piezoelectric Sensorics*. 2002: Springer-Verlag. 264.
22. (Ed.), A.A., *Piezoelectric Transducers and Applications*. 2004: Springer. 319.
23. Fan, L., et al., *Theoretical investigation of acoustic wave devices based on different piezoelectric films deposited on silicon carbide*. *Journal of Applied Physics*, 2013. **114**(2): p. 024504.
24. Benetti, M., et al., *Gigahertz-range electro-acoustic devices based on pseudo- surface-acoustic waves in AlN/diamond/Si structures*. *Applied Physics Letters*, 2005. **87**(3): p. 033504-3.
25. Dow, A.B.A., et al., *Super-high-frequency SAW transducer utilizing AlN/ultrananocrystalline diamond architectures*. *Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, IEEE Transactions on, 2013. **60**(8): p. 1581-1586.
26. Rodriguez-Madrid, J.G., et al., *Super-High-Frequency SAW Resonators on AlN/Diamond*. *Electron Device Letters*, IEEE, 2012. **33**(4): p. 495-497.
27. Kirsch, P., et al., *5 GHz surface acoustic wave devices based on aluminum nitride/diamond layered structure realized using electron beam lithography*. *Applied Physics Letters*, 2006. **88**(22): p. 223504-3.

28. Benetti, M., et al., *Gigahertz-range electro-acoustic devices based on pseudo-surface-acoustic waves in AlN / diamond / Si structures*. Applied Physics Letters, 2005. **87**(3): p. 033504.
29. Soltani, A., et al. *Theoretical and experimental investigation of Lamb waves characteristics in AlN/TiN and AlN/TiN/NCD composite membranes*. in *Ultrasonics Symposium (IUS), 2014 IEEE International*. 2014.
30. Mahan, J.E., *Physical Vapor Deposition of Thin Films*. 2000, USA: John Wiley & Sons, Inc. 312.
31. Smith, D.L., *Thin Film Deposition Principles and Practice*. 1995: McGraw-Hill, Inc. 616.
32. da Cunha, M.P. and E.L. Adler, *High velocity pseudosurface waves (HVPSAW)*. Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, IEEE Transactions on, 1995. **42**(5): p. 840-844.
33. Sato, T. and H. Abe. *Longitudinal leaky surface waves for high frequency SAW device applications*. in *Ultrasonics Symposium, 1995. Proceedings., 1995 IEEE*. 1995.
34. Maznev, A.A., A. Akthakul, and K.A. Nelson, *Surface acoustic modes in thin films on anisotropic substrates*. Journal of Applied Physics, 1999. **86**(5): p. 2818-2824.
35. Chong, N., et al. *High velocity pseudo-SAWs on CVD diamond substrate*. in *Microwave Conference, 2001. APMC 2001. 2001 Asia-Pacific*. 2001.
36. Knuuttila, J.V., et al. *Imaging of acoustic fields generated in a longitudinal leaky SAW resonator*. in *Ultrasonics, 2003 IEEE Symposium on*. 2003.
37. Makkonen, T., et al., *Surface-acoustic-wave devices for the 2.5–5 GHz frequency range based on longitudinal leaky waves*. Applied Physics Letters, 2003. **82**(19): p. 3351-3353.
38. Benetti, M., et al. *Theoretical and experimental investigation of PSAW and SAW properties of AlN films on isotropic diamond substrates*. in *Ultrasonics Symposium, 2005 IEEE*. 2005.
39. Benetti, M., et al. *P3O-7 Theoretical Investigation of PSAW Generation and Propagation in AlN/Isotropic Diamond/Si Structure*. in *Ultrasonics Symposium, 2006. IEEE*. 2006.
40. Ruyen, R., et al., *Theoretical analysis of SAW propagation characteristics in (100) oriented AlN/diamond structure*. Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, IEEE Transactions on, 2010. **57**(1): p. 46-51.

41. Talbi, A., et al., *Theoretical study of Lamb acoustic waves characteristics in a AlN/diamond composite membranes for Super High Frequency range operating devices*. Diamond and Related Materials, 2012. **22**: p. 66-69.
42. Zhang, S., et al., *Growth and characterization of high temperature La<sub>3</sub>Nb<sub>0.5</sub>Ga<sub>5.3</sub>Al<sub>0.2</sub>O<sub>14</sub> (LNGA) and La<sub>3</sub>Ta<sub>0.5</sub>Ga<sub>5.3</sub>Al<sub>0.2</sub>O<sub>14</sub> (LTGA) piezoelectric single crystals*. Solid State Communications, 2008. **148**(5–6): p. 213-216.
43. Bar-Cohen, Y., *8 - Electroactive polymers as actuators*, in *Advanced Piezoelectric Materials*, K. Uchino, Editor. 2010, Woodhead Publishing. p. 287-317.
44. W. Kraus, G.N., *PowderCell*. 2000, German Federal Institute for Materials Research and Testing: Berlin.
45. Serpek, O., *Method of producing Aluminum Nitride*, U.S.P. Office, Editor. 1907: Switzerland. p. 1.
46. Ott, H., *Das Gitter des Aluminiumnitrids (AlN)*. Zeitschrift für Physik, 1924. **22**(1): p. 201-214.
47. Taylor, K.M. and C. Lenie, *SOME PROPERTIES OF ALUMINUM NITRIDE*. Journal of the Electrochemical Society, 1960. **107**(4): p. 308-314.
48. Pastrňák, J. and L. Součková, *Herstellung dünner Schichten von Aluminium-, Gallium- sowie Indiumnitrid unter einer Gasentladung*. physica status solidi (b), 1963. **3**(2): p. K71-K74.
49. Hagon, P.J., L. Dyal, and K.M. Lakin. *Wide Band UHF Compression Filters Using Aluminum Nitride on Sapphire*. in *1972 Ultrasonics Symposium*. 1972.
50. Lakin, K.M., J. Liu, and K. Wang. *Aluminum Nitride on Sapphire*. in *1974 Ultrasonics Symposium*. 1974.
51. Kagiwada, R.S., K.H. Yen, and K.F. Lau. *High Frequency SAW Devices on AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*. in *1978 Ultrasonics Symposium*. 1978.
52. Tang, X., et al., *Near band-edge transition in aluminum nitride thin films grown by metal organic chemical vapor deposition*. Applied Physics Letters, 1998. **72**(12): p. 1501-1503.
53. Alevli, M., et al., *Optical properties of AlN thin films grown by plasma enhanced atomic layer deposition*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2012. **30**(2): p. 021506.
54. Noreika, A.J., M.H. Francombe, and S.A. Zeitman, *Dielectric Properties of Reactively Sputtered Films of Aluminum Nitride*. Journal of Vacuum Science & Technology, 1969. **6**(1): p. 194-197.

55. Yoshida, S., S. Misawa, and A. Itoh, *Epitaxial growth of aluminum nitride films on sapphire by reactive evaporation*. Applied Physics Letters, 1975. **26**(8): p. 461-462.
56. Murayama, Y., K. Kashiwagi, and M. Kikuchi, *Aluminum nitride films by rf reactive ion - plating*. Journal of Vacuum Science & Technology, 1980. **17**(4): p. 796-799.
57. Yoshida, S., et al., *Reactive molecular beam epitaxy of aluminium nitride*. Journal of Vacuum Science & Technology, 1979. **16**(4): p. 990-993.
58. Gherasoiu, I., et al., *Growth mechanism of AlN by metal-organic molecular beam epitaxy*. Journal of Applied Physics, 2004. **96**(11): p. 6272-6276.
59. Norton, M.G., P.G. Kotula, and C.B. Carter, *Oriented aluminum nitride thin films deposited by pulsed - laser ablation*. Journal of Applied Physics, 1991. **70**(5): p. 2871-2873.
60. Vispute, R.D., H. Wu, and J. Narayan, *High quality epitaxial aluminum nitride layers on sapphire by pulsed laser deposition*. Applied Physics Letters, 1995. **67**(11): p. 1549-1551.
61. Lu, Y.F., et al., *Ion-assisted pulsed laser deposition of aluminum nitride thin films*. Journal of Applied Physics, 2000. **87**(3): p. 1540-1542.
62. Lieske, N. and R. Hezel, *Formation of Al - nitride films at room temperature by nitrogen ion implantation into aluminum*. Journal of Applied Physics, 1981. **52**(9): p. 5806-5810.
63. Fitz, T. and W. Möller, *AlN growth kinetics during ion nitriding of aluminum*. Journal of Applied Physics, 2002. **92**(11): p. 6862-6867.
64. Shen, L., R.K.Y. Fu, and P.K. Chu, *Synthesis of aluminum nitride films by plasma immersion ion implantation–deposition using hybrid gas–metal cathodic arc gun*. Review of Scientific Instruments, 2004. **75**(3): p. 719-724.
65. Wauk, M.T. and D.K. Winslow, *VACUUM DEPOSITION OF AlN ACOUSTIC TRANSDUCERS*. Applied Physics Letters, 1968. **13**(8): p. 286-288.
66. Shuskus, A.J., T.M. Reeder, and E.L. Paradis, *rf - sputtered aluminum nitride films on sapphire*. Applied Physics Letters, 1974. **24**(4): p. 155-156.
67. Onishi, S., et al., *Colorless, transparent, c - oriented aluminum nitride films grown at low temperature by a modified sputter gun*. Applied Physics Letters, 1981. **39**(8): p. 643-645.
68. Aita, C.R., *Basal orientation aluminum nitride grown at low temperature by rf diode sputtering*. Journal of Applied Physics, 1982. **53**(3): p. 1807-1808.

69. Meng, W.J., J. Heremans, and Y.T. Cheng, *Epitaxial growth of aluminum nitride on Si(111) by reactive sputtering*. Applied Physics Letters, 1991. **59**(17): p. 2097-2099.
70. Militello, M.C., S.W. Gaarenstroom, and S.J. Simko, *Epitaxial Aluminum Nitride Film on Silicon(111) Grown by Reactive DC Magnetron Sputter Deposition*. Surface Science Spectra, 1992. **1**(1): p. 3-7.
71. Chourasia, A.R., D.R. Chopra, and T.K. Hatwar, *Sputter Deposited Aluminum Nitride on Si(111)*. Surface Science Spectra, 1992. **1**(1): p. 75-79.
72. Okano, H., et al., *Preparation of aluminum nitride thin films by reactive sputtering and their applications to GHz - band surface acoustic wave devices*. Applied Physics Letters, 1994. **64**(2): p. 166-168.
73. Shiosaki, T., et al., *Low-temperature growth of piezoelectric AlN film by rf reactive planar magnetron sputtering*. Applied Physics Letters, 1980. **36**(8): p. 643-645.
74. Aita, C.R. and C.J. Gawlak, *The dependence of aluminum nitride film crystallography on sputtering plasma composition*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1983. **1**(2): p. 403-406.
75. Xinjiao, L., et al., *On the properties of AlN thin films grown by low temperature reactive r.f. sputtering*. Thin Solid Films, 1986. **139**(3): p. 261-274.
76. Randriamora, F., J.C. Bruyère, and A. Deneuille, *Synthesis of AlN by reactive sputtering*. Materials Science and Engineering: B, 1997. **50**(1-3): p. 272-276.
77. Drüsedau, T.P. and J. Bläsing, *Optical and structural properties of highly c-axis oriented aluminum nitride prepared by sputter-deposition in pure nitrogen*. Thin Solid Films, 2000. **377-378**(0): p. 27-31.
78. Assouar, M.B., et al., *Reactive DC magnetron sputtering of aluminum nitride films for surface acoustic wave devices*. Diamond and Related Materials, 2002. **11**(3-6): p. 413-417.
79. Assouar, M.B., et al., *Synthesis and microstructural characterisation of reactive RF magnetron sputtering AlN films for surface acoustic wave filters*. Diamond and Related Materials, 2004. **13**(4-8): p. 1111-1115.
80. Zhang, J.X., et al., *Growth of AlN films on Si (100) and Si (111) substrates by reactive magnetron sputtering*. Surface and Coatings Technology, 2005. **198**(1-3): p. 68-73.
81. Valcheva, E., et al., *Epitaxial growth and orientation of AlN thin films on Si(001) substrates deposited by reactive magnetron sputtering*. Journal of Applied Physics, 2006. **100**(12): p. 123514-6.

82. Yao, Z.Q., et al., *Microstructure analysis of c-axis oriented aluminum nitride thin films by high-resolution transmission electron microscopy*. Applied Physics Letters, 2007. **90**(12): p. 121907-3.
83. Iriarte, G.F., J.G. Rodríguez, and F. Calle, *Synthesis of c-axis oriented AlN thin films on different substrates: A review*. Materials Research Bulletin, 2010. **45**(9): p. 1039-1045.
84. Jin, H., et al., *Deposition of c-axis orientation aluminum nitride films on flexible polymer substrates by reactive direct-current magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 2012. **520**(15): p. 4863-4870.
85. Wei, Q.-p., et al., *Effects of sputtering pressure on nanostructure and nanomechanical properties of AlN films prepared by RF reactive sputtering*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014. **24**(9): p. 2845-2855.
86. Sarakinos, K., J. Alami, and S. Konstantinidis, *High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art*. Surface and Coatings Technology, 2010. **204**(11): p. 1661-1684.
87. Dubois, M.-A. and P. Muralt, *Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering*. Journal of Applied Physics, 2001. **89**(11): p. 6389-6395.
88. Stoeckel, C., et al., *Pulsed DC magnetron sputtered piezoelectric thin film aluminum nitride – Technology and piezoelectric properties*. Journal of Applied Physics, 2014. **116**(3): p. 034102.
89. Moreira, M.A., et al., *Deposition of highly textured AlN thin films by reactive high power impulse magnetron sputtering*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2015. **33**(2): p. 021518.
90. Chang, C.-T., et al., *The influence of deposition parameters on the structure and properties of aluminum nitride coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 2014. **572**(0): p. 161-168.
91. Levinshtein, M.E., Rumyantsev, Sergey L., Shur, Michael S. (Hrsg.), *Properties of Advanced Semiconductor Materials, GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe*. 2001: John Wiley & Sons. 216.
92. Goldberg, Y., *Aluminium Nitride (AlN)*, in *Properties of Advanced Semiconductor Materials*, S.L.R. Michael E. Levinshtein, Michael S. Shur, Editor. 2001, John Wiley & Sons: Canada. p. 31 - 46.
93. Slack, G.A., et al., *The intrinsic thermal conductivity of AlN*. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 1987. **48**(7): p. 641-647.

94. Aubert, T., et al., *Investigations on AlN/Sapphire Piezoelectric Bilayer Structure for High-Temperature SAW Applications*. Ieee Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control, 2012. **59**(5): p. 999-1005.
95. Ansart, F., et al., *Study of the oxidation of aluminium nitride coatings at high temperature*. Thin Solid Films, 1995. **260**(1): p. 38-46.
96. Hou, X., et al., *Oxidation kinetics of aluminum nitride at different oxidizing atmosphere*. Journal of Alloys and Compounds, 2008. **465**(1–2): p. 90-96.
97. Chaudhuri, J., et al., *Thermal oxidation of single crystalline aluminum nitride*. Materials Characterization, 2007. **58**(8–9): p. 672-679.
98. Strite, S. and H. Morkoç, *GaN, AlN, and InN: A review*. Journal of Vacuum Science & Technology B, 1992. **10**(4): p. 1237-1266.
99. Hultman, L., et al., *Interfacial reactions in single-crystal-TiN (100)/Al/polycrystalline-TiN multilayer thin films*. Thin Solid Films, 1992. **215**(2): p. 152-161.
100. Siegel, A., K. Parlinski, and U.D. Wdowik, *Ab initio calculation of structural phase transitions in AlN crystal*. Physical Review B, 2006. **74**(10): p. 104116.
101. Christensen, N.E. and I. Gorczyca, *Calculated structural phase transitions of aluminum nitride under pressure*. Physical Review B, 1993. **47**(8): p. 4307-4314.
102. Christensen, N.E. and I. Gorczyca, *Optical and structural properties of III-V nitrides under pressure*. Physical Review B, 1994. **50**(7): p. 4397-4415.
103. Sen, B., M. Stroschio, and M. Dutta, *Piezoelectricity in zincblende polar semiconductor nanowires: A theoretical study*. Journal of Applied Physics, 2012. **111**(5): p. 054514.
104. Ueno, M., et al., *X-ray observation of the structural phase transition of aluminum nitride under high pressure*. Physical Review B, 1992. **45**(17): p. 10123-10126.
105. Durandurdu, M., *Pressure-induced phase transition of zinc-blende AlN: An ab initio molecular dynamics study*. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2008. **69**(11): p. 2894-2897.
106. Goumri-Said, S., et al., *Prediction of structural and thermodynamic properties of zinc-blende AlN: molecular dynamics simulation*. Chemical Physics, 2004. **302**(1–3): p. 135-141.
107. Verma, U.P. and P.S. Bisht, *Ab-initio study of AlN in zinc-blende and rock-salt phases*. Solid State Sciences, 2010. **12**(5): p. 665-669.
108. Jaques Curie, P.C., *Développement, par pression, de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées*. Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, 1880. **91**: p. 294-295.

109. Jaques Curie, P.C., *Sur l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées*. Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, 1880. **91**: p. 383-387.
110. Hankel, W.G., *Über die Aktino- und Piezoelektrischen Eigenschaften des Bergkrystalles und ihre Beziehung zu den Thermoelktrischen*. Abhandlungen der Mathematisch-Physischen Klasse der Königlich-Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften, 1881. **12**: p. 459-547.
111. Ballato, A. *Piezoelectricity: history and new thrusts*. in *Ultrasonics Symposium, 1996. Proceedings., 1996 IEEE*. 1996.
112. Hashimoto, K.-y., *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications*. 2000, Berlin Heidelberg New York: Springer. 330.
113. Lueng, C.M., et al., *Piezoelectric coefficient of aluminum nitride and gallium nitride*. Journal of Applied Physics, 2000. **88**(9): p. 5360-5363.
114. Yokoyama, T., et al. *Analysis on electromechanical coupling coefficients in AlN-based bulk acoustic wave resonators based on first-principle calculations*. in *Ultrasonics Symposium (IUS), 2012 IEEE International*. 2012.
115. White, R.M., *Surface elastic waves*. Proceedings of the IEEE, 1970. **58**(8): p. 1238-1276.
116. Lüthi, B., *Physical Acoustic in the Solid State*. Springer Series in Solid State Science 148, ed. P.F. M. Cardona, K.v. Klitzing, H.-J. Queisser, R. Merlin, H. Störmer. Vol. 148. 2007, Berlin: Springer. 420.
117. McSkimin, H.J. and P. Andreatch, *Elastic Moduli of Diamond as a Function of Pressure and Temperature*. Journal of Applied Physics, 1972. **43**(7): p. 2944-2948.
118. Rayleigh, *On waves propagated along the plane surface of an elastic solid*. Proc. Lond. Math. Soc., 1885. **17**: p. 4-11.
119. Adler, E.L. *SAW and pseudo-SAW properties using matrix methods*. in *Ultrasonics Symposium, 1992. Proceedings., IEEE 1992*. 1992.
120. C. Yang, C.-P.F., *Damage Detection of Layered Structures Using Surface Acoustic Waves*. Proceedings of the Fifth European Workshop on Structural Health Monitoring 2010, 2010: p. 572-577.
121. Gao, L.M., et al., *Propagation of SAW and PSAW in a Smart AlN/Diamond/ $\gamma$ -TiAl Structure*, in *IUTAM Symposium on Multiscale Modelling of Fatigue, Damage and Fracture in Smart Materials*, M. Kuna and A. Ricoeur, Editors. 2011, Springer Netherlands. p. 207-217.



122. Glushkov, E., N. Glushkova, and C. Zhang, *Surface and pseudo-surface acoustic waves piezoelectrically excited in diamond-based structures*. Journal of Applied Physics, 2012. **112**(6): p. 064911.
123. Hashimoto, K.-y., *Selection of Substrate Material*, in *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications*. 2000, Springer: Berlin Heidelberg New York. p. 163-190.
124. Liaw, H.M., W. Cronin, and F.S. Hickernell. *The SAW characteristics of sputtered aluminum nitride on silicon*. in *Ultrasonics Symposium, 1993. Proceedings., IEEE 1993*. 1993.
125. A. G. Every, A.A.M., *Dispersion of an acoustic pulse passing through a large-grained polycrystalline film* journal of the Acoustical Society of America, 2012. **131**.
126. Hirsekorn, S., *The scattering of ultrasonic waves by polycrystals* Journal of the Acoustical Society of America, 1982. **72**.
127. Shchegrov, A.V., *Propagation of surface acoustic waves across the randomly rough surface of an anisotropic elastic medium*. Journal of Applied Physics, 1995. **78**(3): p. 1565-1574.
128. Flannery, C.M. and H. von Kiedrowski, *Effects of surface roughness on surface acoustic wave propagation in semiconductor materials*. Ultrasonics, 2002. **40**(1–8): p. 83-87.
129. Eguiluz, A.G. and A.A. Maradudin, *Frequency shift and attenuation length of a Rayleigh wave due to surface roughness*. Physical Review B, 1983. **28**(2): p. 728-747.
130. Flannery, C.M. and H. von Kiedrowski. *Dispersion of surface acoustic waves on rough anisotropic materials*. in *Ultrasonics Symposium, 2001 IEEE*. 2001.
131. Aubert, T., et al., *Behavior of Platinum/Tantalum as Interdigital Transducers for SAW Devices in High-Temperature Environments*. Ieee Transactions on Ultrasonics Ferroelectrics and Frequency Control, 2011. **58**(3): p. 603-610.
132. Benetti, M., et al., *Growth and characterization of piezoelectric AlN thin films for diamond-based surface acoustic wave devices*. Thin Solid Films, 2006. **497**(1–2): p. 304-308.
133. Benetti, M., et al., *Growth of AlN piezoelectric film on diamond for high-frequency surface acoustic wave devices*. Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on, 2005. **52**(10): p. 1806-1811.
134. Wu, S., et al., *High velocity shear horizontal surface acoustic wave modes of interdigital transducer/(100) AlN/(111) diamond*. Applied Physics Letters, 2009. **94**(9): p. 092903.
135. Wu, S., et al., *Rayleigh surface acoustic wave modes of interdigital transducer/(100) AlN/(111) diamond*. Journal of Applied Physics, 2008. **104**(6): p. 064919.

136. Nakahata, H., et al. *SAW devices on diamond*. in *Ultrasonics Symposium, 1995. Proceedings., 1995 IEEE*. 1995.
137. Rodriguez, J.G., et al. *Sputter optimization of AlN on diamond substrates for high frequency SAW resonators*. in *Electron Devices (CDE), 2011 Spanish Conference on*. 2011.
138. Paci, B., et al., *A study of highly c-axis oriented AlN films for diamond-based surface acoustic wave devices: Bulk structure and surface morphology*. *Sensors and Actuators a-Physical*, 2007. **137**(2): p. 279-286.
139. Bond, W.L., et al., *Surface acoustic wave probing with spaced interdigital transducers*. *Review of Scientific Instruments*, 1977. **48**(6): p. 682-687.
140. Uno, T. and H. Jumonji, *Optimization of Quartz SAW Resonator Structure with Groove Gratings*. *Sonics and Ultrasonics, IEEE Transactions on*, 1982. **29**(6): p. 299-309.
141. Li, R.C.M., J.A. Alusow, and R.C. Williamson. *Experimental Exploration of the Limits of Achievable Q of Grooved Surface-Wave Resonators*. in *1975 Ultrasonics Symposium*. 1975.
142. Hartemann, P., *Ion - implanted acoustic - surface - wave resonator*. *Applied Physics Letters*, 1976. **28**(2): p. 73-75.
143. Schmidt, R.V., *Acoustic surface wave velocity perturbations in LiNbO3 by diffusion of metals*. *Applied Physics Letters*, 1975. **27**(1): p. 8-10.
144. Boyd, G.D., R.V. Schmidt, and F.G. Storz, *Characteristics of metal - diffused LiNbO3 for acoustic devices*. *Journal of Applied Physics*, 1977. **48**(7): p. 2880-2881.
145. Tancrell, R.H. and M.G. Holland, *Acoustic surface wave filters*. *Proceedings of the IEEE*, 1971. **59**(3): p. 393-409.
146. Hashimoto, K.-y., *Interdigital Transducers*, in *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications*. 2000, Springer: Berlin Heidelberg New York. p. 47-84.
147. D.S. Alles, C.P.A., N. Eib, M. Feldman, R. Hershel, D. Kyser, C.A. Mack, D. Nyssonen, R. Pyle, B.M. Siegel, M.G.R. Thomson, R.K. Watts, *VLSI Electronics Microstructure Science* 1ed. *Lithography for VLSI*, ed. R.K.W. Norman G. Einspruch. Vol. 16. 1987, Orlando, Florida 32887: ACADEMIC PRESS, INC. 361.
148. Mojarad, N., J. Gobrecht, and Y. Ekinici, *Interference lithography at EUV and soft X-ray wavelengths: Principles, methods, and applications*. *Microelectronic Engineering*, 2015. **143**(0): p. 55-63.
149. Corp., I., *Desktop 5th Generation Intel® Core™ Processor Family*. 2015: p. 132.

150. Watts, R.K., *Optical Lithography*, in *VLSI Electronics, Microstructure Science, Lithography for VLSI*, R.K.W. Norman G. Einspruch, Editor. 1987, ACADEMIC PRESS, INC.: Orlando, Florida 32887. p. 1 - 17.
151. Chen, Y., *Nanofabrication by electron beam lithography and its applications: A review*. *Microelectronic Engineering*, 2015. **135**(0): p. 57-72.
152. Baglin, J.E.E., *Ion beam nanoscale fabrication and lithography—A review*. *Applied Surface Science*, 2012. **258**(9): p. 4103-4111.
153. Christoph E. Nebel, J.R., *Thin-Film Diamond I*. 1st ed. *Semiconductors and Semimetals*, ed. E.R.W. Robert K. Willardson. Vol. 76. 2003: Elsevier. 480.
154. Christoph E. Nebel, J.R., *Thin-Film Diamond II*. 1st ed. *Semiconductors and Semimetals*, ed. E.R.W. Robert K. Willardson. Vol. 77. 2004: Elsevier. 410.
155. Balmer, R.S., et al., *Chemical vapour deposition synthetic diamond: materials, technology and applications*. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2009. **21**(36): p. 364221.
156. Fukunaga, O., *Fabrication Process of Diamond Materials by HPHT Methods*, in *Materials Science Monographs*, M.Y.M.M. Y. Tzeng and A. Feldman, Editors. 1991, Elsevier. p. 469.
157. Sumiya, H., *3.09 - HPHT Synthesis of Large, High-Quality, Single Crystal Diamonds*, in *Comprehensive Hard Materials*, V.K. Sarin, Editor. 2014, Elsevier: Oxford. p. 195-215.
158. Kamo, M., et al., *Diamond synthesis from gas phase in microwave plasma*. *Journal of Crystal Growth*, 1983. **62**(3): p. 642-644.
159. Butler, J.E., et al., *Thin Film Diamond Growth Mechanisms [and Comment]*. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1993. **342**(1664): p. 209-224.
160. Zhuang, H., *Fabrication of CVD Diamond,  $\beta$ -SiC and Diamond/ $\beta$ -SiC Composite Films for Potential DNA Biosensor Applications*. 2012, Universität Siegen: Siegen. p. 153.
161. Williams, O.A. and M. Nesládek, *Growth and properties of nanocrystalline diamond films*. *physica status solidi (a)*, 2006. **203**(13): p. 3375-3386.
162. Gruen, D.M., *NANOCRYSTALLINE DIAMOND FILMS*. *Annual Review of Materials Science*, 1999. **29**(1): p. 211-259.
163. Liu, Y.K., et al., *Growth of microcrystalline and nanocrystalline diamond films by microwave plasmas in a gas mixture of 1% methane/5% hydrogen/94% argon*. *Diamond and Related Materials*, 2004. **13**(10): p. 1859-1864.

164. Williams, O.A., *Nanocrystalline diamond*. *Diamond and Related Materials*, 2011. **20**(5–6): p. 621-640.
165. Schuelke, T. and T.A. Grotjohn, *Diamond polishing*. *Diamond and Related Materials*, 2013. **32**: p. 17-26.
166. Yiqing Chen, L.Z., *Polishing of Diamond Materials*. *Engineering Materials and Processes*, ed. B. Derby. 2013, London: Springer. 174.
167. Mazza, N.M., *Automatic Impedance Matching System for RF Sputtering*. *IBM Journal of Research and Development*, 1970. **14**(2): p. 192-193.
168. Goldstein, J., et al., *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. 2002: Springer.
169. Lothar Spieß, G.T., Robert Schwarzer, Herfried Behnken, Christoph Genzel, *Röntgenographische Texturanalyse*, in *Moderne Röntgenbeugung*. 2009, Vieweg + Teubner: Wiesbaden. p. 383-442.
170. Briscoe, B.J., L. Fiori, and E. Pelillo, *Nano-indentation of polymeric surfaces*. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1998. **31**(19): p. 2395.
171. Ljungcrantz, H., et al., *Nanoindentation studies of single - crystal (001) -, (011) -, and (111) - oriented TiN layers on MgO*. *Journal of Applied Physics*, 1996. **80**(12): p. 6725-6733.
172. Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. *Journal of Materials Research*, 1992. **7**(06): p. 1564-1583.
173. Fischer-Cripps, A.C., *Nanoindentation*. 2nd ed. *Mechanical Engineering Series*. 2004, New York: Springer Verlag.
174. Swanepoel, R., *Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon*. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 1983. **16**(12): p. 1214.
175. Del Grosso, V.A. and C.W. Mader, *Speed of Sound in Pure Water*. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 1972. **52**(5B): p. 1442-1446.
176. Kundu, T. and C.S. Jørgensen, *Measuring elastic properties of bones and silicon from  $V(z)$  curve generated by multiply reflected signals*. *Ultrasonics*, 2002. **39**(7): p. 515-524.
177. Habib, A., et al., *Mechanical characterization of sintered piezo-electric ceramic material using scanning acoustic microscope*. *Ultrasonics*, 2012. **52**(8): p. 989-995.
178. Habib, A., *Ultrasonic characterization and defect detection in piezoelectric materials*, in *Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät 2013*, Universität Siegen: Siegen. p. 104.

179. Habib, A., et al., *Quantitative Ultrasonic Characterization of c-Axis Oriented Polycrystalline AlN Thin Film for Smart Device Application*. Acta Acustica united with Acustica, 2015. **101**(4): p. 675-683.
180. Akiyama, M., et al., *Influence of oxygen concentration in sputtering gas on piezoelectric response of aluminum nitride thin films*. Applied Physics Letters, 2008. **93**(2): p. 021903-3.
181. *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 95th Edition*. 95 ed. 2014: CRC Press.
182. Smith, D.L., *Glow-Discharge Plasmas*, in *Thin Film Deposition Principles and Practice*. 1995, McGraw-Hill, Inc. p. 453-555.
183. Mahan, J.E., *Sputtering*, in *Physical Vapor Deposition of Thin Films*. 2000, John Wiley & Sons, Inc.: USA. p. 199-264.
184. Smith, D.L., *Energy Beams*, in *Thin Film Deposition Principles and Practice*. 1995, McGraw-Hill, Inc. p. 371-452.
185. Jacob, W., C. Hopf, and M. Schlüter, *Chemical sputtering of carbon by nitrogen ions*. Applied Physics Letters, 2005. **86**(20): p. 204103.
186. Bystrov, K., et al., *Chemical sputtering of graphite by low temperature nitrogen plasmas at various substrate temperatures and ion flux densities*. Journal of Applied Physics, 2013. **114**(13): p. 133301.
187. Möller, W. and D. Güttler, *Modeling of plasma-target interaction during reactive magnetron sputtering of TiN*. Journal of Applied Physics, 2007. **102**(9): p. 094501.
188. L. B. Freund, S.S., *Introduction and Overview*, in *Thin Film Materials*. 2003, University Press, Cambridge: United Kingdom. p. 1-85.
189. Kusaka, K., et al., *Effect of input power on crystal orientation and residual stress in AlN film deposited by dc sputtering*. Vacuum, 2000. **59**(2-3): p. 806-813.
190. Thornton, J.A., *Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings*. Journal of Vacuum Science & Technology, 1974. **11**(4): p. 666-670.
191. B.A. Movchan, A.V.D., *Study of the Structure and Properties of Thick Vacuum Condensates of Nickel, Titanium, Tungsten, Aluminum Oxide, and Zirconium Dioxide*. Fizika Metallov i Metallovedenie, 1969. **28**: p. 653.
192. Samuel D. Ekpe, S.K.D., *Energy Deposition at the Substrate in a Magnetron Sputtering System*, in *Reactive Sputter Deposition*, S.M. Diederik Depla, Editor. 2008, Springer Berlin Heidelberg. p. 229-254.

193. Anders, A., *A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching*. Thin Solid Films, 2010. **518**(15): p. 4087-4090.
194. Chen, A.Y., et al., *Deposition-rate dependence of orientation growth and crystallization of Ti thin films prepared by magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 2015. **574**: p. 71-77.
195. Kersten, H., et al., *The energy balance at substrate surfaces during plasma processing*. Vacuum, 2001. **63**(3): p. 385-431.
196. Drüsedau, T.P., et al., *Investigations on energy fluxes in magnetron sputter-deposition: implications for texturing and nanoporosity of metals*. Surface and Coatings Technology, 2000. **133–134**: p. 126-130.
197. Drüsedau, T.P. and K. Koppenhagen, *Substrate heating by sputter-deposition of AlN: the effects of dc and rf discharges in nitrogen atmosphere*. Surface and Coatings Technology, 2002. **153**(2–3): p. 155-159.
198. *Reactive Sputter Deposition*. Springer Series in Materials Science, ed. S.M. Diederik Depla. 2008: Springer Berlin Heidelberg. 570.
199. Thompson, M.W., *Physical mechanisms of sputtering*. Physics Reports, 1981. **69**(4): p. 335-371.
200. M. Stepanova, S.K.D., *Estimates of differential sputtering yields for deposition applications*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2001. **19**.
201. Tilo P. Drüsedau, T.B., Thomas-Maik John, Frank Klabunde and Wolfgang Eckstein, *Energy transfer into the growing film during sputter deposition: An investigation by calorimetric measurements and Monte Carlo simulations*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 1999. **17**.
202. Samuel D. Ekpe, S.K.D., *Theoretical and experimental determination of the energy flux during magnetron sputter deposition onto an unbiased substrate* Journal of Vacuum Science & Technology A, 2003. **21**.
203. Naoki Mizutani, T.H., *Ion energy and angular distribution at the radio frequency biased electrode in an inductively coupled plasma apparatus* Journal of Vacuum Science & Technology A, 2001. **19**.
204. L. R. Shaginyan, M.M., S. Kadlec, L. Jastrabík, A. Macková, V. Peřina, *Mechanism of the film composition formation during magnetron sputtering of WTi*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2001. **19**.

205. Nandasiri, M.I., et al., *Influence of growth rate on the epitaxial orientation and crystalline quality of CeO<sub>2</sub> thin films grown on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)*. Journal of Applied Physics, 2011. **109**(1): p. 013525.
206. Zinke-Allmang, M., L.C. Feldman, and M.H. Grabow, *Clustering on surfaces*. Surface Science Reports, 1992. **16**(8): p. 377-463.
207. Shi, F., Y. Shim, and J.G. Amar, *Parallel kinetic Monte Carlo simulations of two-dimensional island coarsening*. Physical Review E, 2007. **76**(3): p. 031607.
208. Kaganer, V.M., K.H. Ploog, and K.K. Sabelfeld, *Coarsening of faceted two-dimensional islands by dynamic coalescence*. Physical Review B, 2006. **73**(11): p. 115425.
209. Lo, A. and R.T. Skodje, *Kinetic and Monte Carlo models of thin film coarsening: Cross over from diffusion-coalescence to Ostwald growth modes*. The Journal of Chemical Physics, 2000. **112**(4): p. 1966-1974.
210. Okada, Y. and Y. Tokumaru, *Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K*. Journal of Applied Physics, 1984. **56**(2): p. 314-320.
211. Kumar, N., et al. *RF Reactively Sputtered Aluminum Nitride Thin Films*. in *Applications of Ferroelectrics. 1986 Sixth IEEE International Symposium on*. 1986.
212. Caliendo, C., P. Imperatori, and E. Cianci, *Structural, morphological and acoustic properties of AlN thick films sputtered on Si(001) and Si(111) substrates at low temperature*. Thin Solid Films, 2003. **441**(1-2): p. 32-37.
213. Caliendo, C. and P. Imperatori, *Structural, optical, and acoustic characterization of high-quality AlN thick films sputtered on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001) at low temperature for GHz-band electroacoustic devices applications*. Journal of Applied Physics, 2004. **96**(5): p. 2610-2615.
214. Galca, A.C., et al., *Structural and optical properties of c-axis oriented aluminum nitride thin films prepared at low temperature by reactive radio-frequency magnetron sputtering*. Thin Solid Films, 2012. **524**: p. 328-333.
215. Kar, J.P., G. Bose, and S. Tuli, *Correlation of electrical and morphological properties of sputtered aluminum nitride films with deposition temperature*. Current Applied Physics, 2006. **6**(5): p. 873-876.
216. Aubert, T., et al., *Highly textured growth of AlN films on sapphire by magnetron sputtering for high temperature surface acoustic wave applications*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2011. **29**(2).

217. E. Clementi, D.L.R., W. P. Reinhardt, *Atomic Screening Constants from SCF Functions. II. Atoms with 37 to 86 Electrons*. Journal of Chemical Physics, 1967. **47**.
218. Yamamura, Y. and H. Tawara, *ENERGY DEPENDENCE OF ION-INDUCED SPUTTERING YIELDS FROM MONATOMIC SOLIDS AT NORMAL INCIDENCE*. Atomic Data and Nuclear Data Tables, 1996. **62**(2): p. 149-253.
219. Chapman, B., *Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching*. 1980. 432.
220. Erik Särhammar, E.S., Nicolas Martin, Tomas Nyberg, *Sputter Rate Distribution and Compositional Variations in Films Sputtered from Elemental and Multi-Element Targets at Different Pressures*. International Journal of Materials Science and Applications, 2014. **3**(2): p. 29-36.
221. Takeo, N. and B. Shigeru, *Estimation of the pressure?distance product for thermalization in sputtering for some selected metal atoms by Monte Carlo simulation*. Japanese Journal of Applied Physics, 2014. **53**(3): p. 038002.
222. Depla, D. and W.P. Leroy, *Magnetron sputter deposition as visualized by Monte Carlo modeling*. Thin Solid Films, 2012. **520**(20): p. 6337-6354.
223. Somekh, R.E., *The thermalization of energetic atoms during the sputtering process*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 1984. **2**(3): p. 1285-1291.
224. Lee, S.-H., et al., *Relationship between residual stress and structural properties of AlN films deposited by r.f. reactive sputtering*. Thin Solid Films, 2003. **435**(1–2): p. 193-198.
225. Kusaka, K., et al., *Effect of sputtering gas pressure and nitrogen concentration on crystal orientation and residual stress in sputtered AlN films*. Vacuum, 2002. **66**(3–4): p. 441-446.
226. Berg, S., et al., *Predicting thin -film stoichiometry in reactive sputtering*. Journal of Applied Physics, 1988. **63**(3): p. 887-891.
227. Terai, T., et al., *Fabrication and properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and AlN coatings for fusion reactor blanket by sputtering method*. Surface and Coatings Technology, 1998. **106**(1): p. 18-22.
228. Cheng, H., et al., *AlN films deposited under various nitrogen concentrations by RF reactive sputtering*. Journal of Crystal Growth, 2003. **254**(1–2): p. 46-54.
229. Aita, C.R. and W.S. Tait, *Nanocrystalline aluminum nitride: Growth by sputter deposition, optical absorption, and corrosion protection behavior*. Nanostructured Materials, 1992. **1**(4): p. 269-282.



230. Siettmann, J.R. and C.R. Aita, *Growth of Al and Al nitride films in N<sub>2</sub>--Ne and N<sub>2</sub>--(Ne+Ar) discharges: Construction of a ternary gas phase diagram*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1988. **6**(3): p. 1712-1716.
231. S. Berg, T.N., H.-O. Blom, C. Nender, *Computer modeling as a tool to predict deposition rate and film composition in the reactive sputtering process* Journal of Vacuum Science & Technology A, 1998. **16**.
232. Berg, S. and T. Nyberg, *Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes*. Thin Solid Films, 2005. **476**(2): p. 215-230.
233. S. Berg, T.N., T. Kubart, *Modelling of Reactive Sputtering Processes*, in *Reactive Sputter Deposition*, S.M. Diederik Depla, Editor. 2008, Springer Berlin Heidelberg. p. 131-152.
234. Hobert, H., et al., *Infrared and Raman spectroscopic investigation of thin films of AlN and SiC on Si substrates*. Vibrational Spectroscopy, 1999. **19**(2): p. 205-211.
235. Krupitskaya, R.Y. and G.W. Auner, *Optical characterization of AlN films grown by plasma source molecular beam epitaxy*. Journal of Applied Physics, 1998. **84**(5): p. 2861-2865.
236. Bickermann, M., et al., *Orientation-dependent phonon observation in single-crystalline aluminum nitride*. Applied Physics Letters, 2005. **86**(13): p. 131904-3.
237. Kazan, M., *Crystal orientation by unpolarized infrared reflectivity application to aluminum nitride*. Journal of Applied Physics, 2007. **102**(7): p. 073532-6.
238. Luna-López, J.A., et al., *FTIR, AFM and PL properties of thin SiO<sub>x</sub> films deposited by HFCVD*. Materials Science and Engineering: B, 2010. **174**(1-3): p. 88-92.
239. Kar, J.P., G. Bose, and S. Tuli, *Influence of nitrogen concentration on grain growth, structural and electrical properties of sputtered aluminum nitride films*. Scripta Materialia, 2006. **54**(10): p. 1755-1759.
240. Yao, Z.Q., et al., *Growth and photoluminescence studies of AlN thin films with different orientation degrees*. Diamond and Related Materials, 2008. **17**(7-10): p. 1785-1790.
241. Choudhary, R.K., et al., *Synthesis of aluminum nitride thin films and their potential applications in solid state thermoluminescence dosimeters*. Journal of Luminescence, 2014. **155**(0): p. 32-38.
242. Deniz, D., T. Karabacak, and J.M.E. Harper, *Competitive growth mechanisms of aluminum nitride thin films deposited by off-normal reactive magnetron sputtering*. Journal of Applied Physics, 2008. **103**(8): p. 083553.

243. Moreira, M.A., et al., *Electrical characterization and morphological properties of AlN films prepared by dc reactive magnetron sputtering*. Microelectronic Engineering, 2011. **88**(5): p. 802-806.
244. Menčík, J., *Uncertainties and Errors in Nanoindentation*, in *Nanoindentation in Materials Science*, D.J. Nemecek, Editor. 2012, InTech.
245. Pharr, G.M. and W.C. Oliver, *Nanoindentation of silver-relations between hardness and dislocation structure*. Journal of Materials Research, 1989. **4**(01): p. 94-101.
246. Ma, Q. and D.R. Clarke, *Size dependent hardness of silver single crystals*. Journal of Materials Research, 1995. **10**(04): p. 853-863.
247. Field, J.E., *The mechanical and strength properties of diamond*. Reports on Progress in Physics, 2012. **75**(12): p. 126505.
248. Thokala, R. and J. Chaudhuri, *Calculated elastic constants of wide band gap semiconductor thin films with a hexagonal crystal structure for stress problems*. Thin Solid Films, 1995. **266**(2): p. 189-191.
249. Mortet, V., et al., *Physical properties of polycrystalline aluminium nitride films deposited by magnetron sputtering*. Diamond and Related Materials, 2004. **13**(4–8): p. 1120-1124.
250. Takikawa, H., et al., *Effect of substrate bias on AlN thin film preparation in shielded reactive vacuum arc deposition*. Thin Solid Films, 2001. **386**(2): p. 276-280.
251. Gerlich, D., S.L. Dole, and G.A. Slack, *Elastic properties of aluminum nitride*. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 1986. **47**(5): p. 437-441.
252. Boch, P., et al., *Sintering, oxidation and mechanical properties of hot pressed aluminium nitride*. Ceramics International, 1982. **8**(1): p. 34-40.
253. Schneider, M., A. Bittner, and U. Schmid, *Thickness dependence of Young's modulus and residual stress of sputtered aluminum nitride thin films*. Applied Physics Letters, 2014. **105**(20): p. 201912.
254. Hähnlein, B., P. Schaaf, and J. Pezoldt, *Size effect of Young's modulus in AlN thin layers*. Journal of Applied Physics, 2014. **116**(12): p. 124306.
255. Carlotti, G., et al. *The elastic constants of sputtered aluminum nitride films*. in *Ultrasonics Symposium, 1995. Proceedings., 1995 IEEE*. 1995.
256. Tsubouchi, K., K. Sugai, and N. Mikoshiba. *AlN Material Constants Evaluation and SAW Properties on AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and AlN/Si*. in *1981 Ultrasonics Symposium*. 1981.

257. Asif Khan, M., et al., *Deposition and surface characterization of high quality single crystal GaN layers*. Journal of Applied Physics, 1993. **73**(6): p. 3108-3110.
258. Loughin, S., et al., *Electronic structure of aluminum nitride: Theory and experiment*. Applied Physics Letters, 1993. **63**(9): p. 1182-1184.
259. Strassburg, M., et al., *The growth and optical properties of large, high-quality AlN single crystals*. Journal of Applied Physics, 2004. **96**(10): p. 5870-5876.
260. Aita, C.R., C.J.G. Kubiak, and F.Y.H. Shih, *Optical behavior near the fundamental absorption edge of sputter - deposited microcrystalline aluminum nitride*. Journal of Applied Physics, 1989. **66**(9): p. 4360-4363.
261. Joo, H.-Y., et al., *Spectrophotometric analysis of aluminum nitride thin films*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 1999. **17**(3): p. 862-870.
262. Van Bui, H., et al., *Initial growth, refractive index, and crystallinity of thermal and plasma-enhanced atomic layer deposition AlN films*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2015. **33**(1): p. 01A111.
263. Easwarakhanthan, T., S.S. Hussain, and P. Pigeat, *Spectroellipsometric investigation of optical, morphological, and structural properties of reactively sputtered polycrystalline AlN films*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2010. **28**(3): p. 495-501.
264. Watanabe, N., T. Kimoto, and J. Suda, *The temperature dependence of the refractive indices of GaN and AlN from room temperature up to 515 °C*. Journal of Applied Physics, 2008. **104**(10): p. 106101.
265. Cheng, Y.C., et al., *Optical properties of rocksalt and zinc blende AlN phases: First-principles calculations*. Journal of Applied Physics, 2008. **103**(7): p. 073707.
266. Williams, O.A., et al., *Enhanced diamond nucleation on monodispersed nanocrystalline diamond*. Chemical Physics Letters, 2007. **445**(4-6): p. 255-258.
267. Dzung T. Tran, W.-S.H., Jes Asmussen, Timothy A. Grotjohn, Donnie K. Reinhard, *Synthesis of Ultrananocrystalline Diamond Films by Microwave Plasma-Assisted Chemical Vapor Deposition*. New Diamond and Frontier Carbon Technology, 2006. **16**(6).
268. Hees, J., et al., *Piezoelectric actuated micro-resonators based on the growth of diamond on aluminum nitride thin films*. Nanotechnology, 2013. **24**(2): p. 025601.
269. Fünér, M., C. Wild, and P. Koidl, *Novel microwave plasma reactor for diamond synthesis*. Applied Physics Letters, 1998. **72**(10): p. 1149-1151.

270. Dreifus, D.L., et al. *Experimental observation of high velocity pseudo-SAWs in ZnO/diamond/Si multilayers.* in *Ultrasonics Symposium, 1997. Proceedings., 1997 IEEE.* 1997.
271. Benetti, M., et al. *Growth of AlN piezoelectric films on diamond for high frequency SAW devices.* in *Ultrasonics, 2003 IEEE Symposium on.* 2003.
272. L.-M. Gao, C.Z., Z. Zhong, C.-P. Fritzen, X. Jiang, H.-J. Christ, U. Pietsch, *Propagation of SAW and PSAW in a Smart AlN/Diamond/y-TiAl Structure.* Proceedings of the IUTAM Symposium on Multiscale Modelling of Fatigue, Damage and Fracture in Smart Materials, 2009: p. 207-2017.
273. Hartemann, P., P. Cauvard, and D. Desbois, *Ion - implanted surface - acoustic - wave guides on lithium niobate.* Applied Physics Letters, 1978. **32**(5): p. 266-268.
274. Aubert, T., et al., *Surface acoustic wave devices based on AlN/sapphire structure for high temperature applications.* Applied Physics Letters, 2010. **96**(20): p. 203503-3.
275. Omori, T., et al. *Deposition of piezoelectric AlN thin film on diamond substrate for SHF SAW devices.* in *Applications of Ferroelectrics, 2007. ISAF 2007. Sixteenth IEEE International Symposium on.* 2007.
276. Benetti, M., et al., *Growth of AlN piezoelectric film on diamond for high-frequency surface acoustic wave devices.* Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, IEEE Transactions on, 2005. **52**(10): p. 1806-1811.
277. Benetti, M., et al. *Thin film bulk acoustic wave resonator (TFBAR) gas sensor.* in *Ultrasonics Symposium, 2004 IEEE.* 2004.
278. Benetti, M., et al. *SAW sensors on Aln/diamond/Si structures.* in *Sensors, 2004. Proceedings of IEEE.* 2004.
279. Breach, C.D. and F.W. Wulff, *A brief review of selected aspects of the materials science of ball bonding.* Microelectronics Reliability, 2010. **50**(1): p. 1-20.
280. Xu, H., et al., *A micromechanism study of thermosonic gold wire bonding on aluminum pad.* Journal of Applied Physics, 2010. **108**(11): p. 113517.
281. Vadim Siklitsky, A.T. *New Semiconductor Materials. Characteristics and Properties.* 2001 [cited 2015 30.08.2015]; Available from: <http://www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/Semicond/index.html>.
282. Yamanouchi, K., N. Sakurai, and T. Satoh. *SAW propagation characteristics and fabrication technology of piezoelectric thin film/diamond structure.* in *Ultrasonics Symposium, 1989. Proceedings., IEEE 1989.* 1989.

283. Mortet, V., et al., *Surface acoustic wave propagation in aluminum nitride-unpolished freestanding diamond structures*. Applied Physics Letters, 2002. **81**(9): p. 1720-1722.
284. Fedosov, V.I., et al. *Application of compound matrices to the study of SAW and PSAW propagation in layered structures*. in *Ultrasonics Symposium, 2008. IUS 2008. IEEE*. 2008.
285. Elmazria, O., et al., *High velocity SAW using aluminum nitride film on unpolished nucleation side of free-standing CVD diamond*. Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, IEEE Transactions on, 2003. **50**(6): p. 710-715.
286. Fujii, S., et al. *Development of a 6GHz resonator by using an AlN diamond structure*. in *Ultrasonics Symposium, 2008. IUS 2008. IEEE*. 2008.
287. Iriarte, G.F., *Surface acoustic wave propagation characteristics of aluminum nitride thin films grown on polycrystalline diamond*. Journal of Applied Physics, 2003. **93**(12): p. 9604-9609.
288. Assouar, M.B., et al., *High-frequency surface acoustic wave devices based on AlN/diamond layered structure realized using e-beam lithography*. Journal of Applied Physics, 2007. **101**(11): p. -.
289. Reinhard, D.K., et al., *Fabrication and properties of ultranano, nano, and microcrystalline diamond membranes and sheets*. Journal of Vacuum Science & Technology B, 2004. **22**(6): p. 2811-2817.
290. Saravanan, A., et al., *Fast growth of ultrananocrystalline diamond films by bias-enhanced nucleation and growth process in CH<sub>4</sub>/Ar plasma*. Applied Physics Letters, 2014. **104**(18): p. 181603.
291. Wang, J., et al., *Debye temperature of wurtzite AlN determined by X-ray powder diffraction*. Powder Diffraction, 2014. **29**(04): p. 352-355.
292. Paszkowicz, W., S. Podsiadło, and R. Minikayev, *Rietveld-refinement study of aluminium and gallium nitrides*. Journal of Alloys and Compounds, 2004. **382**(1-2): p. 100-106.