

Sachbericht zum Verwendungsnachweis

Zuwendungsempfänger: Fraunhofer- Institut für Organische Elektronik, Elektronenstrahl- und Plasmatechnik (FEP)

Förderkennzeichen: 16ESE0380S

Vorhabenbezeichnung

Teilvorhaben Fraunhofer FEP, Dresden:

„Piezoelektrische Dünnschichten zur Aktuierung deformierbarer Spiegel“

im Rahmen des Gesamtvorhabens

„Pilot Integration 3nm Semiconductor Technology (PIn3S)“

Laufzeit: 01.10.2019 - 30.04.2023

Berichtszeitraum: 01.10.2019 - 30.04.2023

Teil I: Kurzbericht

Ursprüngliche Aufgabenstellung sowie der wissenschaftliche und technische Stand, an den angeknüpft wurde

Die zunehmende Miniaturisierung der Mikroelektronik erforderte den Übergang zu immer kleineren Wellenlängen in der Lithografie und schließlich zu röntgenbasierten Optiken für die zur Strukturierung erforderliche Belichtung, die sogenannte EUV-Lithografie. Auch hier setzt sich der Trend zu immer weiter verbesserter Auflösung und damit noch kleineren Strukturbreiten fort. Für die verbesserte Auflösung ist eine immer höhere Präzision der verwendeten optischen Komponenten, insbesondere der Spiegel erforderlich, wobei hier physikalische und fertigungstechnische Limitierungen bestehen.

Eine Möglichkeit, unvermeidliche Fehler in den Optiken zu kompensieren, ist das Konzept der deformierbaren Spiegel. Mittels lokal ansteuerbarer Deformationen der Spiegel im nm-Bereich sollen Abbildungsfehler höherer Ordnungen korrigiert werden. Dazu wird eine Lösung zur Aktuation der Deformation benötigt. Hier verfolgte FhG-FEP das Ziel, piezoelektrische Materialien sowie Sputterverfahren zu deren Abscheidung zu entwickeln. Aufgrund des piezoelektrischen Effekts soll mittels Anlegens einer elektrischen Spannung die Aktuierung der angestrebten deformierbaren Spiegel erfolgen.

Ziel waren piezoelektrische Schichten oder Schichtstapel mit folgenden Eigenschaften:

- Erreichbarer Hub mit Spannungen $\leq \pm 100\text{V}$: 10nm...15nm
- Hysterese $\leq 1\%$
- Ausreichende Durchbruchfeldstärke für Hub von 10nm...15 nm
- Schichtdicke $< 10 \mu\text{m}$
- Schichtabscheidung auf ULE (Ultra low expansion) –Glas
- Defektarmut für Funktionsfähigkeit des Gesamtarrays

Angestrebte Abscheidung dieser Schichten mit dem Vakuumverfahren des Magnetronspitterns mit folgenden Anforderungen:

- Abscheiderate $> 0,2 \text{ nm/sec}$
- Hohe Prozessstabilität und Reproduzierbarkeit
- Niedrige mechanische Spannungen der Schichten
- Maximale Abscheidetemperatur $< 300^\circ\text{C}$
- Grundsätzliche Skalierbarkeit des Verfahrens auf Substratdurchmesser max. ca. 1 m
- Eignung zur Beschichtung gekrümmter Substrate einschließlich Orientierung der piezoelektrischen Aktivität (typischerweise c-Achsen-Orientierung) in Richtung der Substratnormalen, d.h. kein schräges Schichtwachstum bei schrägem Teilcheneinfall auf gekrümmte Substrate!
- Einbindbarkeit der Piezoabscheidung in Gesamttechnologie zur Herstellung deformierbarer Spiegel

Angeknüpft wurde im Projekt insbesondere an die aus der Hochfrequenztechnik bekannte Abscheidung von piezoelektrisch wirksamen Aluminium-Nitrid (AlN) und Scandium-dotierten AlN-Schichten (AlScN), die in sogenannten Bulk Acoustic Wave (BAW) -Filtern zum Einsatz kommen. Dabei unterscheiden sich die Anforderungen hinsichtlich Basis-Substrat, Schichtdicke und mechanischen Schichteigenschaften aber beträchtlich.

Ablauf des Vorhabens und Zusammenarbeit mit anderen Forschungseinrichtungen

Der Ablauf des Vorhabens gliederte sich in folgende parallel und nacheinander bearbeitete Hauptetappen:

AlScN-Abscheidung: Im Hauptteil des Projektes wurde untersucht, inwiefern mittels Sputter-Verfahren abgeschiedene AlScN-Schichten die Anforderungen an deformierbare Spiegel erfüllen können. Die Schichtabscheidung dazu erfolgte an der Anlage C250 des FEP.

Blei-Zirkon-Titanat (PZT)-Abscheidung: In Zusammenarbeit mit dem Unterauftragnehmer TU Dresden erfolgte eine Machbarkeitsstudie, die zeigen sollte, inwiefern sich durch Magnetronspittern piezoelektrisch wirksame PZT-Schichten abscheiden lassen. Die Versuche erfolgten an der Anlage LS730S der TU Dresden.

Abscheidung von Elektroden und Seed-Schichten: Für alle untersuchten Piezoschichten wurden Elektroden und Seed-Schichten entwickelt, charakterisiert und regelmäßig abgeschieden. Diese Versuche erfolgten an den Anlagen magna, C300 und PreciTurn des FEP.

Alternative Piezomaterialien: Da mit dem Material AlScN die Ansteuerung der Schichten als problematisch eingeschätzt wurde, erfolgte eine Änderung der Projektplanung. Es erfolgte ein Screening potenzieller Alternativen und erste evaluierende Untersuchungen mit einem als erfolgversprechend eingeschätzten Material. Diese Versuche erfolgten in der Anlage C300 des FEP.

Aufskalierung: In enger Zusammenarbeit mit dem Projektpartner scia Systems erfolgte die Entwicklung von Konzepten zur Aufskalierung der betrachteten Sputterprozesse. Zur Klärung bestimmter Teilaspekte erfolgten experimentelle Untersuchungen an den Sputteranlagen des FEP sowie Simulationsrechnungen mit der Software COMSOL.

Funktionsmusterherstellung: Zur Bewertung des Potenzials des aktuellen Standes beim Projektpartner Zeiss wurden Funktionsmuster bestehend aus Haftschichten, Bottom-Elektroden, Seed-Schichten, Piezoschichten, Top-Elektroden, mehrlagigen Isolationsschichten sowie Leiterbahnschichten angefertigt, sowie Prozesse zur strukturierten Abscheidung der jeweiligen Schichten entwickelt. Die Abscheidung erfolgte an den Anlagen magna, C250, magna und PreciTurn des FEP.

Im Projekt wurde sehr intensiv insbesondere mit dem Partner Zeiss zusammengearbeitet. Durch scia erfolgten Unterstützungsleistungen für Teilespekte der Projektbearbeitung. Mit dem Koordinator und den weiteren Projektpartnern erfolgte eine Abstimmung im Rahmen der halbjährlichen Projekttreffen.

Wesentliche Ergebnisse

In Bezug auf das primär untersuchte Piezomaterial AlScN zeigte sich, dass dieses in der Lage ist, Auslenkungen in der gewünschten Größenordnung zu erzielen. Außerdem konnten grundlegende Anforderungen an die Aufskalierbarkeit des Sputter-Beschichtungsprozesses wie eine flächige Isolation, eine hohe Abscheiderate in einem langzeitstabilen Prozess sowie relativ niedrige Abscheidetemperaturen erzielt werden. Allerdings zeigte sich, dass die Ansteuerung der Schichten vom Projektpartner als nicht beherrschbar eingeschätzt wurde, so dass an Stelle des AlScN alternative Piezomaterialien untersucht wurden (vgl. Änderungsantrag vom 28.11.2022).

In Bezug auf Haftvermittler-, Elektroden- und Seed-Schichten wurden erfolgreich Schichtstapel entwickelt, die haftfest auf dem Material ULE bei hohen Temperaturen und auch in der folgenden Schicht-Abscheidung von Piezoschichten waren. Zur Herstellung von Funktionsmustern wurden außerdem Strukturierungsmöglichkeiten für Elektroden- und Leiterbahnschichten geschaffen. Die erzeugten Funktionsmuster konnten beim Projektpartner Zeiss erfolgreich charakterisiert werden.

Die Untersuchungen zur Aufskalierung der Prozesse ermöglichten es dem Partner scia, geeignete Anlagenkonzepte zu entwickeln und eine sinnvolle Auslegung hinsichtlich Substratheizung, Anordnung sowie Bewegungsgeschwindigkeiten von Beschichtungsquellen und Substraten zu finden.

Teil II: Ausführlicher Bericht

1. Wissenschaftlich-technische Ergebnisse

1.1 Arbeitspaket 1 AlScN Abscheidung

1.1.1 Einrichtungsvorbereitung

Im Rahmen dieses Arbeitspakets erfolgte die Vorbereitung der verschiedenen Beschichtungsanlagen für die einzelnen Schichten bzw. Schichtsysteme. Dafür erfolgten jeweils die Vorbereitungen der Magnetrons, der Gasversorgung, der Substrathalterungen und ggfls. Modifikationen an den Substratplattformen. Beispielhaft gezeigt ist das in Abbildung 1 an der Substratplattform der Beschichtungsstation für die Abscheidung der geheizten Elektrodenschichten für AlScN (siehe Abschnitt 1.1.5) gezeigt. Im linken Bild gezeigt ist der an die Substratplattform montierte Heizeraufbau und im rechten Bild zusätzlich der zugehörigen Spezialcarrier zum Handling der Wafer.



Abbildung 1: Strahlungsheizer ohne (links) und mit Substrat Carrier (rechts, mit daneben liegendem 4" Si-Wafer zur Veranschaulichung)

Im Rahmen der Vorbereitung der verschiedenen Varianten der AlScN-Abscheidung (Co-Sputtern, Sputtern vom Kacheltarget) erfolgten Modifikationen am Anodenraum des Magnetrons, um sicheres Zünden und Betrieb auch bei niedrigen Arbeitsdrücken zu gewährleisten.

Im Rahmen der Umrüstungen und Anlagenvorbereitungen wurden auch die Temperaturregime qualifiziert und eingerichtet. Hierfür wurden das in dem Heizer integrierte Thermoelement mit einem auf einen Testwafer angebrachten Thermoelement verglichen. In Abbildung 2 sind beispielhaft 2 Heizerkurven mit zugehörigen Wafer Temperaturen für den Substrattemperaturbereich 600°C bis 640°C gezeigt.

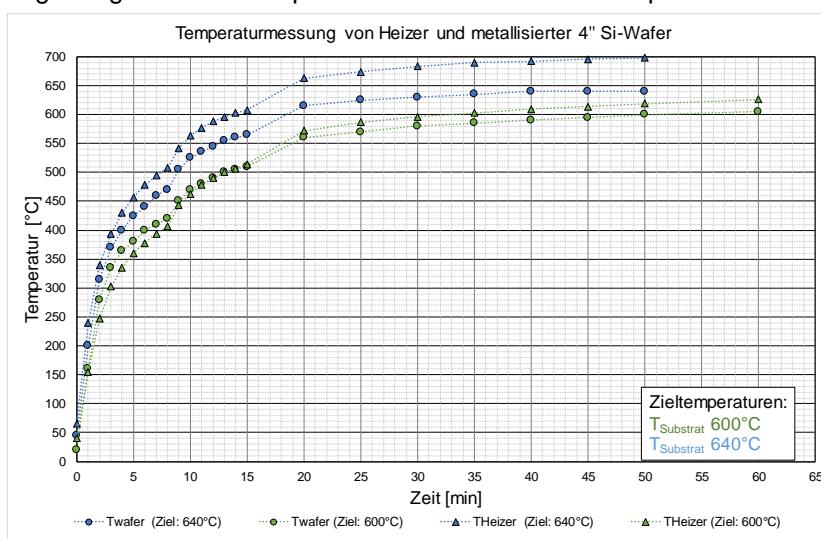


Abbildung 2: Heizerkurven von metallisierten 4" Si-Wafern (Kreise) im Setup aus Abbildung 1 im Vergleich mit Heizertemperatur der Prozesssteuerung (Dreiecke)

Neben den Anlagenvorbereitungen erfolgte in diesem Arbeitspaket auch die Fertigung der Masken für die Teststrukturen. Für die Charakterisierung der elektrischen und piezoelektrischen Eigenschaften der abgeschiedenen Dünnschichten ist eine geeignete Teststruktur notwendig. Diese Struktur muss gleichzeitig verschiedenen Ansprüchen genügen:

- Die Elektrodengrößen sollten nahe an den für den Demonstrator angedachten Größen angelehnt sein, um eine direkte Vergleichbarkeit zu gewährleisten.
- Die Elektroden müssen verschiedene Größen haben, um die exakte Bestimmung der piezoelektrischen Materialparameter durch Herausrechnen des Substrateinflusses in der laserinterferometrischen Auslenkungsmessung zu ermöglichen.
- Darüber hinaus soll für die beiden angedachten Größen der Testsubstrate, 1“ und 4“, eine gewisse statistische Absicherung erfolgen. Dies bedeutet, dass möglichst viele Strukturen auf der Fläche vorhanden und gleichmäßig radial verteilt sein sollten.
- Die Abscheidung mittels keramischer Schattenmaske muss gegeben sein. Das limitiert die minimalen möglichen Strukturbreiten.

Die Abbildung 3 zeigt die beiden finalen Layouts der Elektrodenstrukturen für beide Substratgrößen. Das 4“ Substrat ist dabei in gleichmäßige 17mm x 17mm Raster eingeteilt, um eine automatisierte laserinterferometrische Messung möglich zu machen und dadurch den Aufwand für Messung und Auswertung zu verringern. Die Abscheidung der Keim- und Elektrodenschichten unterhalb der piezoelektrischen Schicht erfolgte Vollflächig. Die Maskierung der piezoelektrischen Schicht erfolgte nur am Rand der Substrate, um eine möglichst vollflächige Beschichtung zu gewährleisten.

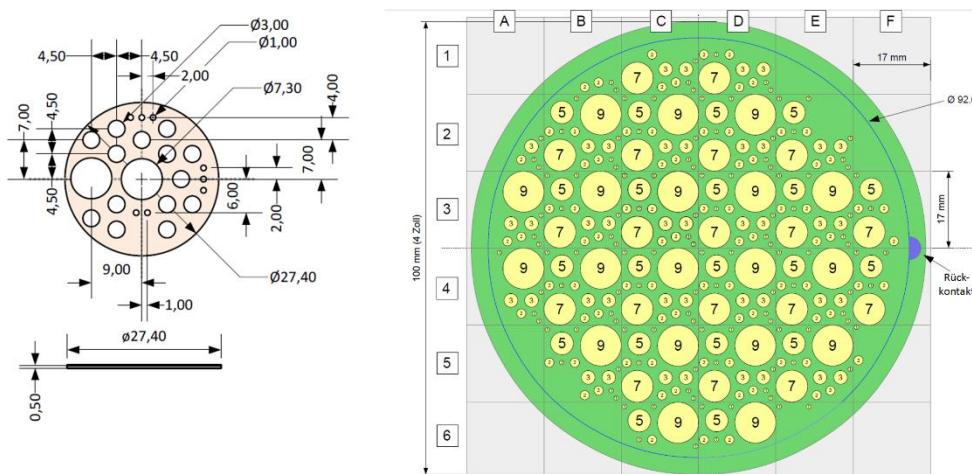


Abbildung 3: Layout der Masken für Teststrukturen der piezoelektrischen Schichten, links: für Ø1 Zoll Substrate, rechts: für Ø100mm Substrate

Im Rahmen der weiteren Entwicklungen erfolgte eine Anpassung des Elektrodenlayouts zur besseren Charakterisierung, vor allem in Hinblick auf bessere statistische Absicherung der Ergebnisse. Die Einteilung erfolgte in 12 mm x 12 mm Raster, wobei auf die Ø7 mm und Ø9 mm Elektroden verzichtet wurde, da für dünneren Si-Substraten (Dicke <2 mm) kein Mehrwert an Informationen vorhanden ist¹. Gleichzeitig wurden Elektrodendurchmesser von Ø0,5 mm und Ø0,75 mm hinzugefügt, um den relevanten Messbereich für dünneren Si-Substraten vollständig abzudecken². In Abbildung 4 sind sowohl das Gesamtlayout als auch Einzel-Layout der Raster dargestellt. Die Anzahl an Elektroden pro Fläche für die Ø1 mm, Ø2 mm und Ø3 mm Elektroden konnte um mehr als Faktor 2 erhöht werden. Die Anforderungen, die zu Beginn für die Masken definiert wurden, blieben bestehen. Für die dickeren ULE-Substrate wird weiterhin die Maske aus dem ersten Projektzeitraum verwendet, da die größeren Elektroden dort für die Charakterisierung von Vorteil sind.

¹ S. Sivaramakrishnan, J. Appl. Phys. 123, 014103 (2018); <https://doi.org/10.1063/1.5019568>

² S. Sivaramakrishnan, J. Appl. Phys. 123, 014103 (2018); <https://doi.org/10.1063/1.5019568>

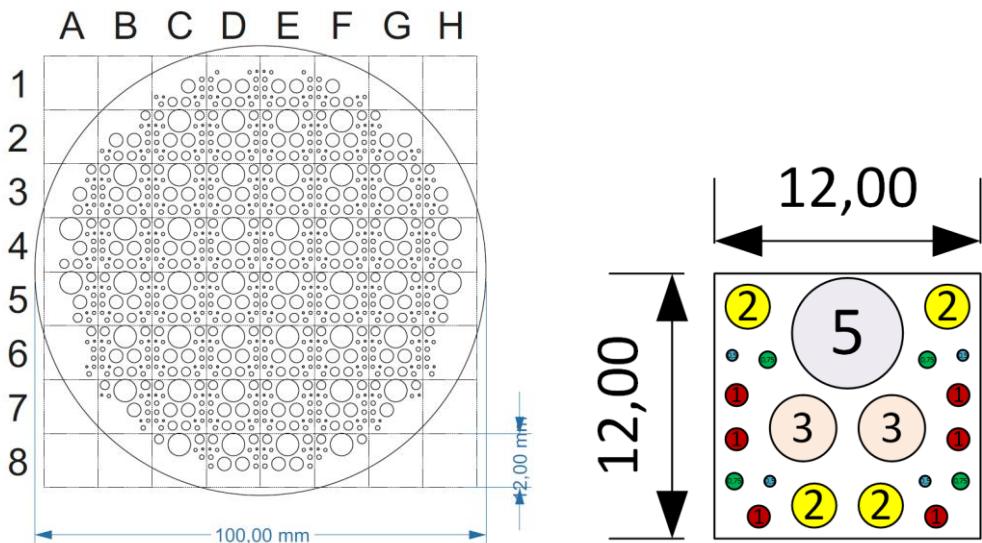


Abbildung 4: Layout der Maske für Teststrukturen der piezoelektrischen Schichten auf Si; links: Gesamtlayout, rechts: Ausschnitt Einzelraster mit verschiedenen (farblich markierten) Maßen der Elektrodendurchmesser

1.1.2 Elektronikentwicklung

Für die Abscheidung der PZT-Dünnenschichten (siehe Abschnitt 1.3) war die vorhandene Prozessregelung mit DC-Generator nicht ausreichend. In Unterstützung der PZT-Abscheidung wurde daher die Puls-Einheit UBS-C2 des Fraunhofer FEP dahingehend modifiziert, dass sie auch für einen Betrieb ohne die in den FEP-Anlagen verwendete Prozessteuerung betrieben werden kann. Durch diese „Stand-alone“ Modifizierung der Einheit konnte die Energieeinspeisung in den Prozess MF-gepulst erfolgen und eine Arc-Abschaltung implementiert werden. Dies ermöglicht eine stabilere und reproduzierbarere Prozessführung und eröffnete weitere Parameterbereiche, die in einem reinen DC-Prozess nicht möglich sind.

Im Rahmen des Arbeitspaket erfolgte außerdem die Elektronik-Anpassung der Impedanzregelung an das AlSc Legierungstarget-Sputtern hinsichtlich Reaktionszeiten und Wertebereich der Regelparameter.

1.1.3 Prozessentwicklung

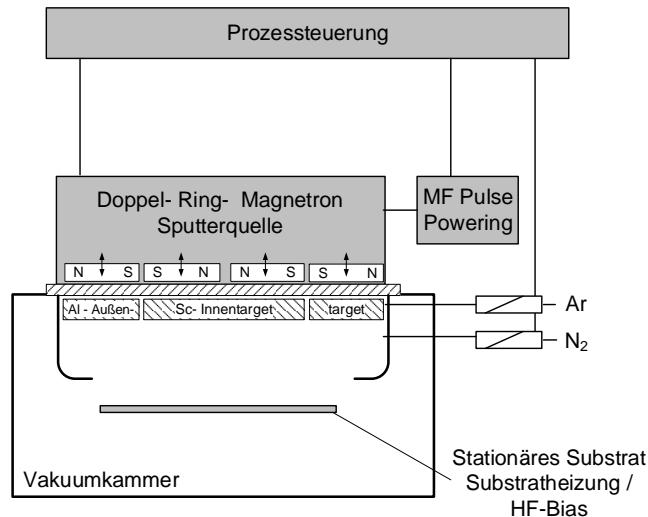


Abbildung 5: Beschichtungssetup für Co-Sputtern: Magnetron mit Al-Außen- und Sc-Innentarget

Beim primär untersuchten Co-Sputter-Prozess werden 2 Targets mit unterschiedlicher Materialzusammensetzung verwendet, um Schichten mit gemischter Zusammensetzung abscheiden zu können. Im vorliegenden Fall können durch Nutzung eines reinen Al- und Sc-Targets $Al_xSc_{1-x}N$ -Schichten abgeschieden werden. Untersuchungen des FEP bzw. Literaturquellen belegen ein Maximum der piezoelektrischen Eigenschaften bei ca. 43 at.% Sc, also $Al_{0.57}Sc_{0.43}N$, mit einem scharfen Abfall der Werte bei

höheren Sc-Gehalten. Durch Einstellen des Leistungsverhältnisses der Targets kann die Schichtzusammensetzung angepasst werden. Dies ist für 4 verschiedene Leistungsverhältnisse in Abbildung 6 anhand des Sc zu Al+Sc Verhältnisses an verschiedenen Punkten auf der Probe gezeigt. Deutlich sichtbar ist dabei auch der nach außen hin abfallende Anteil des Scandiums, da aufgrund der Geometrie der Beschichtungseinrichtung in den äußeren Bereichen mehr Material vom Außen- als vom Innentarget auftrifft. Mit dem Leistungsverhältnis 4 können Schichten mit einem möglichst hohen Piezokoeffizienten d_{33} abgeschieden werden. Das Leistungsverhältnis 3 führt in der Mitte bereits zu einer Überschreitung des Maximums von 43at.% Sc. Dieses Leistungsverhältnis 4 kann daher für die weiteren Beschichtungen verwendet werden.

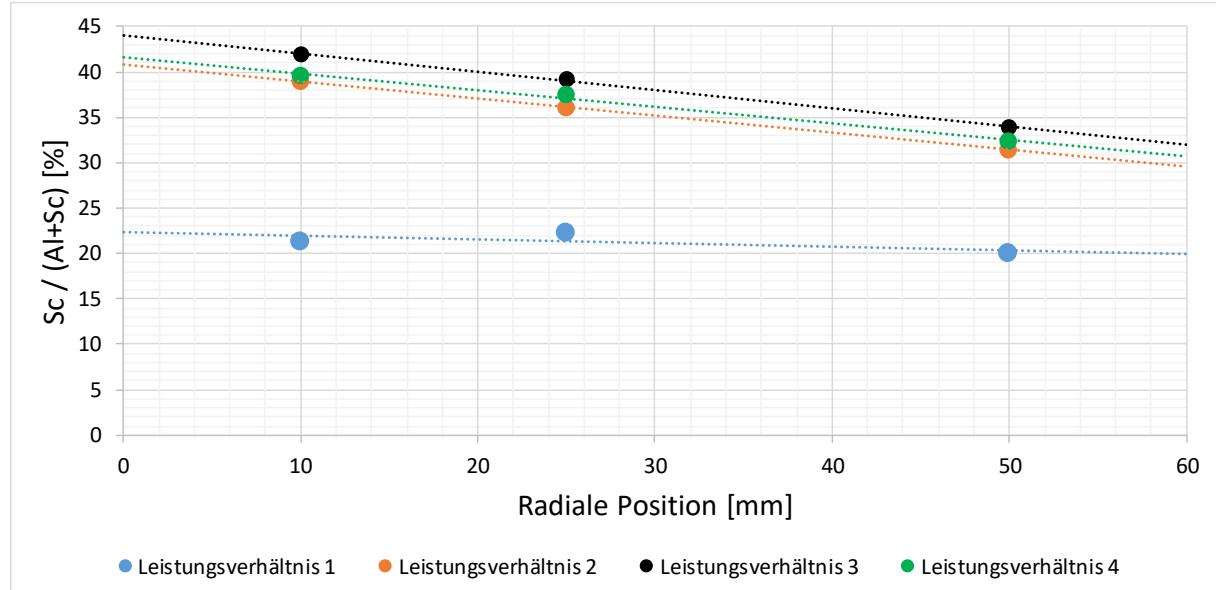


Abbildung 6: Scandium Anteil in Abhängigkeit von der radialen Position (X = 0 mm entspricht Position direkt unter Zentrum des Magnetrons)

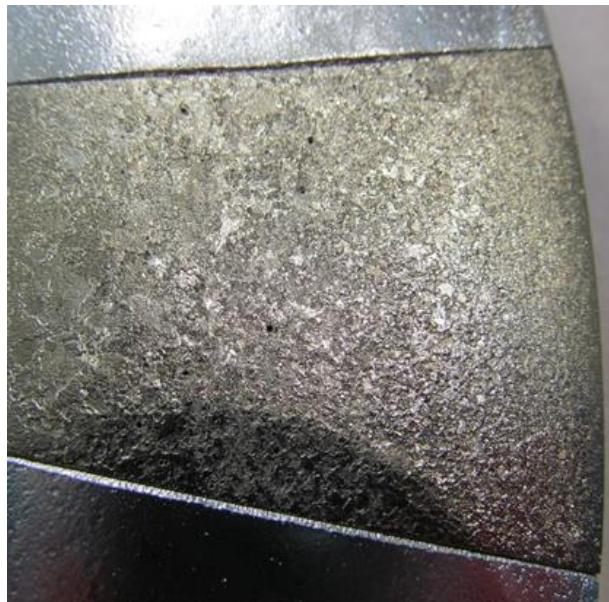


Abbildung 7: Scandium-Kachel (Mitte) zwischen 2 Al-Kacheln (oben und unten), deutlich sichtbar sind die Spalten zwischen den Kacheln als potentieller zusätzlicher Ausgangspunkt für Partikelbildung

Beim außerdem untersuchten Sputtern vom Kacheltarget werden 2 Targets verwendet, die aus einzelnen, abwechselnd angeordneten Al- bzw. Sc- Kacheln bestehen. Aufgrund dessen ist die Schichtzusammensetzung durch das Verhältnis der Materialien vorgegeben (abhängig vom Flächenanteil und der Sputterausbeute der Materialien) und kann nicht mehr variiert werden. Gemeinsam mit einer Rotation des Substrats ergibt sich daraus eine homogene Schichtzusammensetzung über die Fläche. Ein Flächenanteil des Scandiums von 36,5% resultiert in einer Schichtzusammensetzung von $\text{Al}_{0,66}\text{Sc}_{0,24}\text{N}$. Die

Segmentierung mit einzelnen Kacheln hat allerdings den Nachteil, dass die Spalten zwischen den Kacheln als Ausgangspunkt für Partikelbildung dienen und damit insgesamt die Partikeldichte erhöht sein könnte (siehe Abbildung 7).

Der Hauptteil der Untersuchungen erfolgte mit Legierungstargets von AlSc mit 30at.% Sc. Durch Verwendung von Legierungs- statt Kacheltargets fällt die Problematik der höheren Partikelbildung durch die Spalten zwischen den Kacheln weg. Damit sollten insgesamt weniger Partikel belastete und damit besser isolierende Schichten abscheidbar sein. Darüber hinaus sollte sich der Homogenitätsbereich signifikant gegenüber dem Co-Sputter Prozess erweitern, da auch bei größeren Beschichtungsradien noch eine hohe Sc-Konzentration möglich ist. Dies wird in den Abschnitten 1.1.7, 1.1.8 und 1.4 näher beschrieben.

1.1.4 Untersuchung zur Reduktion von Verunreinigungen

AlScN Schichten reagieren stark auf Verunreinigungen. Bereits geringe Konzentrationen an Verunreinigungen können zu einer Verschlechterung der piezoelektrischen Eigenschaften führen. Insbesondere Sauerstoff ist hierfür problematisch. Es muss daher dafür gesorgt werden, dass das Grundvakuumniveau der Anlage möglichst gut ist. Das Vakuumniveau der verwendeten Beschichtungsanlage konnte bis auf $2 \cdot 10^{-7}$ mbar gesenkt werden.

In Abbildung 8 ist das GD-OES Tiefenprofil der Zusammensetzung einer $\text{Al}_{0,6}\text{Sc}_{0,4}\text{N}$ Schicht mit Unterelektrode auf Si-Wafer dargestellt. Beim GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy, dt. Glimmentladungsspektroskopie) wird die Schicht abgesputtert und die Emission der angeregten Teilchen detektiert. Dies wird mit Referenzproben abgeglichen um die Zusammensetzung zu bestimmen. Die X-Achse entspricht dementsprechend dem Abstand von der Schichtoberfläche bis hinein in das Si-Substrat. Die ersten 100-200 nm von der Oberfläche aus gesehen sollten aufgrund des Einflusses von Sauerstoff und v.a. Wasserstoff des Oberflächenwassers auf das Messsignal nicht bewertet werden. Deutlich sichtbar ist die homogene Zusammensetzung über das Schichtwachstum, mit konstantem Verhältnis der Elemente. Der Sauerstoffgehalt in den Schicht liegt bei ca. 0,5 at.% (im Diagramm zur besseren Sichtbarkeit mit Faktor 10 multipliziert), Kohlenstoff (0,02 at.%) und Wasserstoff (0,5 at.%) befinden sich ebenfalls nahe der Auflösungsgrenzen.

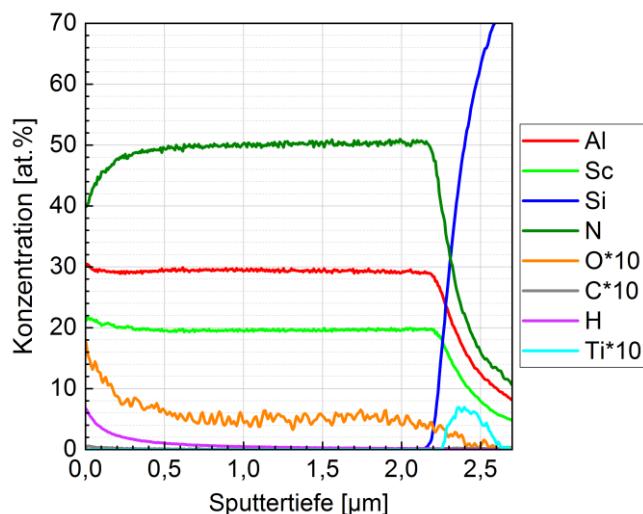


Abbildung 8: Tiefenprofil der Zusammensetzung einer $2,3\mu\text{m}$ dicken $\text{Al}_{0,6}\text{Sc}_{0,4}\text{N}$ Schicht; O, C und Ti zur besseren Darstellung mit Faktor 10 multipliziert)

Ein wichtiger Aspekt für die Schichtqualität ist die Lagerung der Targets und eventuell auftretende Kontaminationen. Bei Lagerung an Luft nehmen die Sc-Targets kontinuierlich Sauerstoff auf. Dieser Sauerstoff kann später beim Sputtern in die AlScN Schicht eingebaut werden und bildet neben Vakuumlecks und dem Substrat Carrier die dritte potentielle Quelle von Sauerstoff im Prozess. Eine Targetlagerung an Luft kann für die Sc-Targets also nicht verwendet werden. Die ersten Lagerungstests für die Scandium-haltigen Targets wurden daher in einem Vakuumrezipienten durchgeführt. Der Rezipient wurde dabei durch Vakuumpumpen in einem Druckbereich $10^{-2}\dots10^{-1}$ mbar gehalten. Es zeigte sich allerdings, dass sich zwar die Kontamination der Targets gegenüber Lagerung an Luft verringerte, das Niveau aber dennoch nicht ausreichte um die Verunreinigung der Targets ausreichend zu verhindern.

Nach ca. einem Jahr Lagerung wurden mittels GD-OES in den damit abgeschiedenen $\text{Al}_x\text{Sc}_{1-x}\text{N}$ Schichten teilweise 1...1,5 at.% O detektiert. Ursache ist vermutlich das Wasser im Restgas bzw. der durch Lecks kontinuierlich eingebrachter Sauerstoff. Dies reicht bereits für eine negative Wirkung auf die Schichteigenschaften. Aus diesem Grund wurde eine alternative Lagermöglichkeit entwickelt.



Abbildung 9: Rezipient für Targetlagerung mit Vakuumpumpe, Stickstoffflutung, Druck- und Feuchtemessung

In Abbildung 9 ist der entwickelte Rezipient zur trockenen und Sauerstoff-freien Lagerung von Scandium-haltigen Targets gezeigt. An den Rezipienten angeschlossen sind eine Vakuumpumpe, ein Flutventil für Stickstoff, ein Überdruckventil, sowie eine Druck- und Feuchtemessung. Durch Evakuieren des Rezipienten und anschließender permanenter Spülung mit reinem Stickstoff (Reinheit 5N) wird eine Kontamination der Targets mit Wasser und Sauerstoff stark verhindert. Dabei wird darauf geachtet, dass permanent ein leichter Überdruck im Rezipienten herrscht, um das Eindringen von Wasser bzw. Sauerstoff zu verhindern. Die Monitorierung des Wassergehalts ergibt einen Messwert von ca. 4 ppm im stationären Zustand, was der unteren Detektionsgrenze des verwendeten Messgeräts entspricht. Der reale Wert wird also höchstwahrscheinlich noch niedriger sein.

Nachfolgende Untersuchungen zeigten, dass diese Maßnahmen die Verunreinigung der Schichten mit Sauerstoff erfolgreich verhinderten (siehe Abschnitt 1.4.1).

1.1.5 Untersuchungen zum Elektrodenmaterial

Für die elektrische Kontaktierung und das kristalline Wachstum der piezoelektrischen AlScN -Schichten sind leitfähige Schichten zwischen Substrat und AlScN notwendig. Deren Struktur hat großen Einfluss auf die Eigenschaften und Haftung der Schichten. Es wurden verschiedene Elektrodenschichten auf ULE getestet. Abhängig vom Schichtstapel und dessen Abscheidebedingungen ergaben sich signifikante Unterschiede hinsichtlich Schichthaftung und kristalliner Qualität der nachfolgend abgeschiedenen AlScN -Schichten. Mit optimiertem Schichtsystem lag sowohl nach Abscheidung als auch nach Lagerung eine sehr gute Haftung auf ULE vor (Abbildung 10).

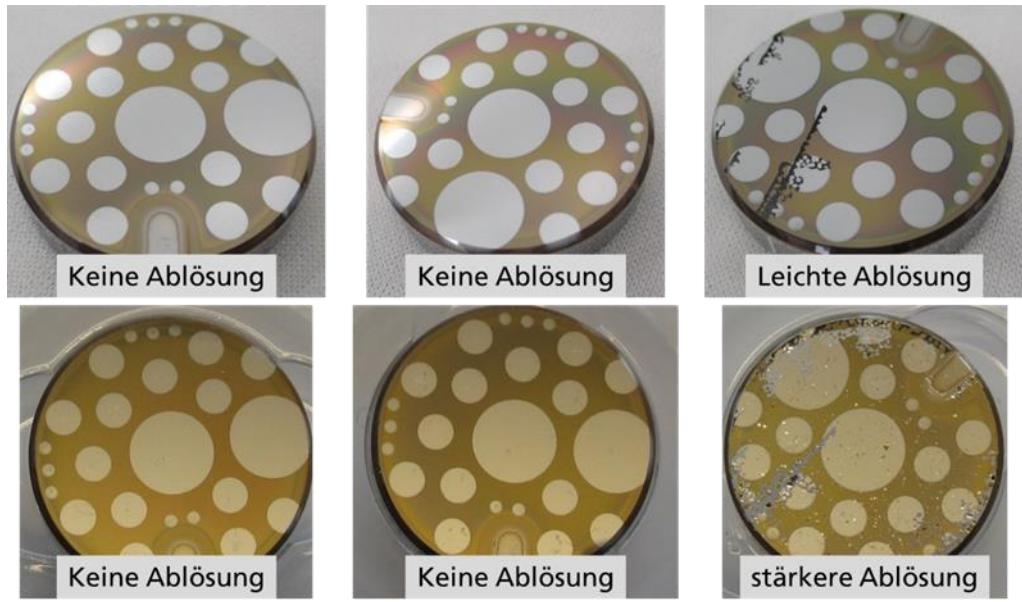


Abbildung 10: Untersuchung der Haftung mittels Tape Test (obere Reihe), sowie Aussehen nach 2 Monaten für verschiedene Elektrodenschichtstapel

1.1.6 Untersuchungen zum Verbesserungspotential der Isolationseigenschaften

Die Charakterisierung der elektrischen Isolationseigenschaften wird in Abschnitt 1.4.3 näher beschrieben. Die Untersuchungen erfolgten dabei direkt auf Si-Wafern wie auch auf ULE-Glassubstraten mit angepassten Keim- und Elektrodenschichten.

1.1.7 Schichtspannungsoptimierung

Die mechanischen Schichtspannungen wurden mittels profilometrischer Messung der Waferdurchbiegung bestimmt. Mithilfe der Stoney- Gleichung lassen sich aus der Differenz der Waferdurchbiegung vor und nach der Beschichtung die mechanischen Schichtspannungen der Dünnschicht berechnen.

In Abbildung 11 sind die mechanischen Spannungen von AlScN-Schichten, gesputtert vom Legierungstarget, bei verschiedenen Schichtdicken und 2 unterschiedlichen Parametersätzen gezeigt. Aufgrund der geringen Schichtdicke weisen die Schichten Druckspannungen auf, die mit Parametersatz 1 abgeschiedene Schicht ist darüber hinaus wesentlich stärker und inhomogener druckverspannt. Der Energieeintrag in die Schicht ist für diesen Parametersatz wesentlich höher und inhomogener, was sich in den stärkeren Druckspannungen bemerkbar macht.

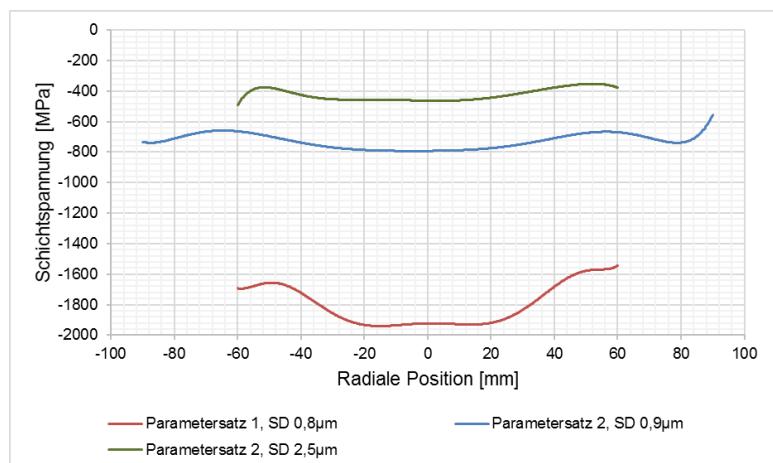


Abbildung 11: Schichtspannungsverteilung von AlScN (gesputtert vom Legierungstarget) mit verschiedenen Schichtdicken und Beschichtungsparametern: Parametersatz 1 bei 0,8µm Schichtdicke, Parametersatz 2 bei 0,9µm bzw. 2,5µm Schichtdicke

1.1.8 Gesamt-Optimierung der Piezo-Eigenschaften

Im Rahmen des Arbeitspakets erfolgte die Entwicklung der AlScN- Abscheidung vom AlSc- Legierungstarget wie in Abschnitt 1.1.3 beschrieben. Im ersten Schritt wurden die Hysteresen bei verschiedenen Prozessparameter- Kombinationen aufgenommen und der Arbeitsbereich eingegrenzt. Anschließend wurde die Homogenität der Zusammensetzung über den gesamten Beschichtungsbereich untersucht. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 1.4.1 beschrieben. Sie bestätigen die Erwartung, dass durch Verwendung von Legierungstargets der mögliche Beschichtungsbereich mit hohem Sc-Anteil gegenüber dem Co-Sputtern signifikant erweitert werden kann. Ausgehend davon erfolgte die iterative Weiterentwicklung des Abscheideprozesses. Die Charakterisierung erfolgte dabei v.a. in Hinblick auf Struktur und piezoelektrische Eigenschaften (siehe Abschnitte 1.4.1 und 1.4.2). Die Variation der Pulsparameter und des Arbeitspunkts ermöglichen eine signifikante Erhöhung der piezoelektrischen Aktivität und eine Homogenisierung der Eigenschaften über den gesamten Beschichtungsbereich (siehe z.B. Abbildung 32 in Abschnitt 1.4.2).

Es wurde weiter evaluiert, inwiefern mit dem Material AlN eine definiertere Ansteuerbarkeit der Schichten möglich ist. Dazu wurden Untersuchungen zur Abscheidung poröser Schichten, zur Schrägbeschichtung und HF-Bias-Unterstützung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 1.4 näher beschrieben. Weiterführenden Untersuchungen zur Verbesserung der Schichteigenschaften, z. B. hinsichtlich Stöchiometrie und Fremdatomeinbau oder angepasstem Energieeintrag erzielten allerdings keine weitere Verbesserung gegenüber den bereits erreichten Ergebnissen hinsichtlich der angestrebten stängeligen Struktur bei gleichzeitigen guten Piezoeigenschaften. Daher wurden die Untersuchungen zu AlScN nicht fortgeführt.

1.2 Arbeitspaket 2: Materialscreening alternative Piezomaterialien

1.2.1 Adaptionen am Magnetron

Im Rahmen des Materialscreenings (siehe Abschnitt 1.2.3) wurden Modifikationen am Magnetron durchgeführt. Zum einen erfolgten dabei Modifikationen, die ein Sputtern von Magnetmaterialien zur Abscheidung von Bismuth-Eisen-Oxid-Schichten (BFO) ermöglicht. Zum anderen wurde der Aufbau des Magnetrons so geändert, dass ein gleichzeitiger Betrieb von DC und HF Powering möglich wird. Hierzu mussten die stromführenden Teile so angepasst werden, so dass die HF-Leistung ohne große Verluste übertragen werden konnte. Gleichzeitig wurde eine HF Matchbox an der Anlage installiert.

1.2.2 Voruntersuchungen

Im Rahmen dieses Arbeitspakets erfolgte eine Materialstudie bezüglich alternativer, mittels Sputter verfahren herstellbarer, Piezomaterialien. Als Bewertungskriterien wurden dabei angesetzt:

- ein möglichst hoher piezoelektrischer Koeffizient d_{33} ,
- eine hohe elektrische Isolationsfestigkeit
- Vorhandensein einer Hysterese
- Herstellungsverfahren, insbesondere: Prozessgase, Temperaturen, Temperschritte, speziell notwendige Substrate/Unterschichten, Prozessfenster
- Kompatibilität mit den weiteren Prozessschritten

Die Zusammenfassung der Ergebnisse ist in Tabelle 1 gelistet.

Es wurden diverse Materialien mit höheren d_{33} -Werten identifiziert. Aufgrund der extrem hohen Anforderungen der EUV-Lithografie-Optiken ist die Akzeptanz für einige der dort beinhalteten Materialien seitens Zeiss aber momentan nicht gegeben. Daher wurde das Material BFO weiter untersucht. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 1.2.3 näher beschrieben.

Tabelle 1: Materialübersicht für alternative Piezomaterialien mit berichteten d_{33} -Werten, sowie Vor- und Nachteilen

Material	d_{33} lt. Literatur	Vorteile	Nachteile
BFO (BiFeO ₃)	20 (Sputtern) 70 (PLD) 132 (MOCVD)	Potenziell hoher Piezokoeffizient	Eigenschaften stark Parameter- und Zusammensetzung-Sensitiv Abscheidung bei >600°C
V-dotiertes ZnO	110	Hoher Piezokoeffizient undotiertes ZnO ist etabliertes Material mit gut beherrschbarem Sputterprozess	Zn hoher Dampfdruck Sehr enges Prozessfenster Tempern bei 600°C
Fe-dotiertes ZnO	127	Hoher Piezokoeffizient undotiertes ZnO ist etabliertes Material mit gut beherrschbarem Sputterprozess	Zn hoher Dampfdruck Sehr enges Prozessfenster Tempern bei 600°C
LiNbO ₃	Auf Si: 20		Wahrscheinlich epitaktische Abscheidung nötig
(Ba,Sr)TiO ₃	150	Hoher Piezokoeffizient	Kristallines Wachstum nötig aufwändige Prozessführung erwartet ggfls. Dotierung
KNN (K,Na)NbO ₃	45		Kammerverunreinigung durch K, Na
NBT (Na _{0,5} Bi _{0,5})TiO ₃	80		Kammerverunreinigung durch Na

1.2.3 Untersuchung zur Schichtabscheidung

Als ein alternatives piezoelektrisches Material wurde Bismuth-Eisen-Oxid, BiFeO₃ (BFO) für eine nähere experimentelle Betrachtung ausgewählt. Das Beschichtungssetup wurde in Abschnitt 1.2.1 näher beschrieben. Die Schichtzusammensetzung wurde durch das Leistungsverhältnis der beiden Targets eingestellt. Die inhärente radiale Änderung der Zusammensetzung analog der AlScN Untersuchungen (siehe Abschnitt 1.1.3) besteht hier ebenfalls. Dies zeigt sich z.B. in der Bewertung des piezoelektrischen Koeffizienten d_{33} in Abbildung 12 bei zwei unterschiedlichen Abscheidetemperaturen der Schichten. Die Messung erfolgte mittels Piezometer und zeigt ein Maximum des d_{33} im radialen Bereich ca. 20...30mm. Die gemessenen d_{33} -Werte liegen zwischen -6 pm/V und -10 pm/V, wobei die Abscheidung bei 600°C höhere Werte liefert. Weiterführende Untersuchungen, z.B. hinsichtlich Polungsverhalten und Hystereseverhalten stehen noch aus.

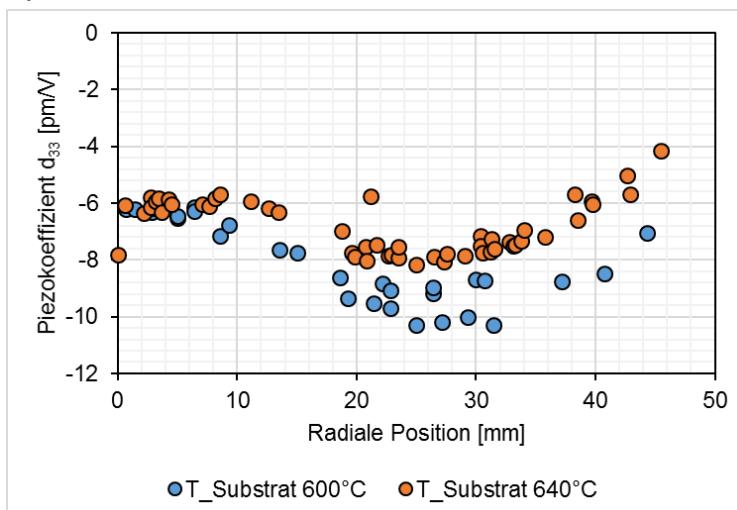


Abbildung 12: Messung der piezoelektrischen Koeffizienten d_{33} in Abhängigkeit der radialen Position und Substrattemperatur während der Abscheidung von BFO auf Si

1.3 Arbeitspaket 3: Gesputterte PZT-Dünnschichten

1.3.1 Begleitung des Unterauftrages an TUD/ IFE

Beschichtungsversuche zum PZT wurden an der TU Dresden mit einer Cluster-Drehstelleranlage (LS730S, Von Ardenne Anlagentechnik) mit 4 planaren Magnetron-Sputterquellen in Sputter-Up Geometrie durchgeführt. Jedes Magnetron verfügt über einen eigenen O₂- Einlass via MFC, der mittels optischer Plasma-Emissionsspektrometrie geregelt werden kann. Die 4x 6“ Substratpositionen können maximal auf etwa 650°C geheizt werden.



Abbildung 13: Innenraum der PZT Sputteranlage, der Kammerdeckel mit eingebautem Substratheizer ist seitlich weggeschwenkt. Links: Drehsteller entfernt und Blick auf die Magnetrons und die rotierbaren Shutter. Rechts: Drehsteller eingebaut

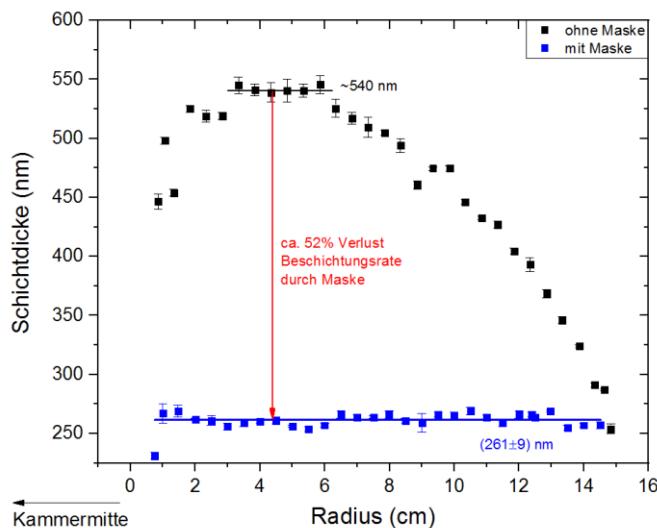


Abbildung 14: Einfluss der Homogenisierungsmaske auf die Schichtdicke einer auf 6“ Si Wafer gesputterten Ti Schicht.

Vor Beginn der Beschichtungsversuche zum PZT wurden die Einbauteile der Anlage (Magnetronbleche, Shutter, Drehsteller, Substratringe) mittels Sandstrahlen von Materialrückständen gereinigt und die Kühlwasserkreise gereinigt. In Zusammenarbeit mit dem Anlagenhersteller wurden am Drehsteller defekte Isolatorbuchsen ausgetauscht, die elektrische Beschaltung der optischen Emissions- Detektoren und Plasma-Stromversorgungen geprüft und der ursprüngliche Zustand wiederhergestellt. Anschließend wurden die Targets an allen Quellen umgebaut und in Betrieb genommen.

Aufgrund der Anlagengeometrie mit Drehsteller ergibt sich eine inhomogene Schichtdickenverteilung, die zum äußeren Rand der Substrate abfällt. Daher werden oft speziell geformte Homogenisierungs-Masken zwischen Magnetron und Substrat verwendet. Diese führen zu homogener Schichtdicke, aber halbieren in etwa die Beschichtungsrate (Abbildung 14).



Abbildung 15: Neu gefertigter Mo-Probenhalter bestückt mit 4“ Si-Wafer und 1“ Glassubstraten in der Vakuumschleuse der PZT-Beschichtungsanlage.

Bei früheren PZT-Versuchen am IFE/TUD hatte sich gezeigt, dass sich von diesen Masken nach kurzer Zeit größere Mengen gesputterter Schichten ablösen und auf die Targets fallen – insb. am Pb Target. Das führte zu Prozessinstabilität und zog eine häufige Öffnung & Reinigung der Anlage nach sich. Insgesamt ergaben sich daraus gravierende Nachteile für die Reproduzierbarkeit der PZT-Schichteigenschaften. Außerdem ergab sich an Anhand einer ersten Abschätzung aus der von IFE/TUD berichteten PZT-Beschichtungsrate von ca. 300 nm/h bei einer gewünschten Schichtdicke von bis zu 5 µm, eine sehr lange Prozesszeit von über 16 h. Um die Anlagenstandzeit zu erhöhen, die Reproduzierbarkeit zu verbessern und die Entwicklung des PZT-Prozesses zu beschleunigen, wurde beschlossen zunächst ohne die Homogenisierungs-Masken auf 1-4 Zoll Substraten zu arbeiten.

Anhand der ermittelten Schichtdickenprofile wurden neue Probenträger aus Mo gefertigt, mit denen die Proben optimal angeordnet sind. Die neuen Probenträger, funktionieren gleichzeitig auch als Schattenmaske, um am Rand ein ca. 1,5mm großes Kontaktpad für den Rückkontakt zu erzeugen.

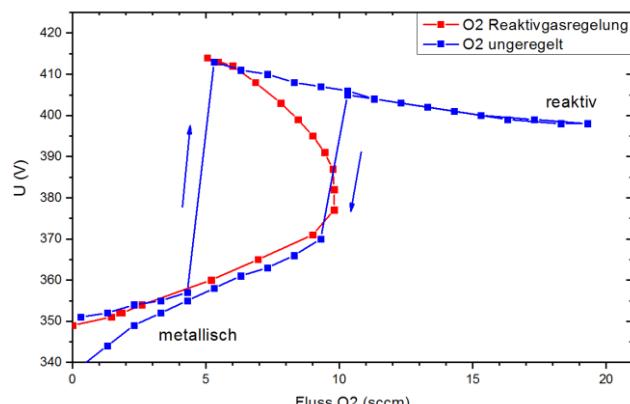


Abbildung 16: Abhängigkeit der Ti- Targetsspannung bei 1000 W Leistung vom eingelassenen Sauerstofffluss. Während der ungeregelte Prozess (blaue Kurve) eine starke Hysterese im Übergangsbereich zwischen metallischem und reaktivem Arbeitsbereich zeigt, ermöglicht die Reaktivgasregelung einen stabilen Prozess (rote Kurve).

Die Abscheidung der PZT-Schichten erfolgte reaktiv von drei metallischen Targets (Pb, Zr, Ti). Alle Targets laufen im konstant-Leistungsmodus. Theoretisch können bis zu drei Regelkreise für den O₂ Einlass betrieben werden. Aufgrund der Kopplung der reaktiven Prozesse durch O₂ Flüsse zwischen den drei Entladungen innerhalb der Vakuumkammer und den prozessbedingten Hysterese-Effekten ist eine Mehrfach-Regelung des reaktiven Sputter-Prozesses sehr komplex. Da das Pb-Target in O₂ nur eine geringe reaktive Hysterese zeigt, wurde es ungeregelt mit festem O₂ Einlass betrieben, während an den Zr und Ti Targets die optische Reaktivgasregelung verwendet wurde. Um Arcing der teilweise oxidierten Zr und Ti Targets zu vermeiden, wurden diese mit gepulster DC-Spannung betrieben.

Bei Vorversuchen zu dieser gekoppelten Reaktivgasregelung stellte sich heraus, dass sich aufgrund von Kammergeometrie und Überschneidungen im optischen Emissionsspektrum der Zr und Ti Plasmen,

die Regelungen der beiden Targets gegenseitig beeinflussen. Dieser Effekt konnte durch umfangreiche Messungen optischer Emissionsspektren aller Targets und Auswahl geeigneter optischer Filter stark verringert werden.

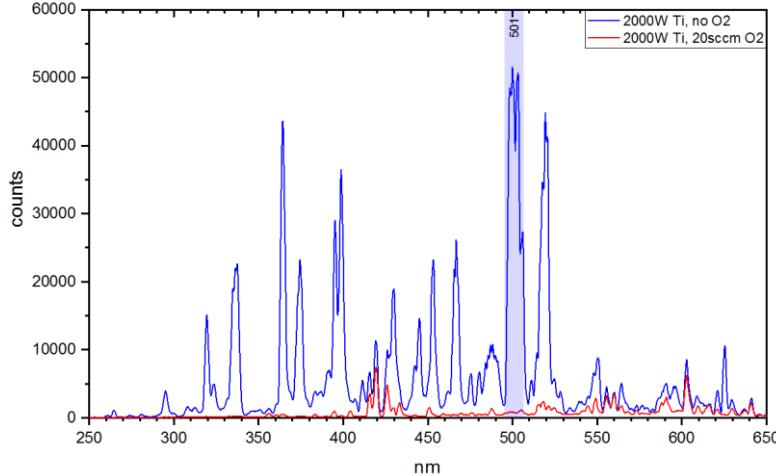


Abbildung 17: Plasmaemissionsspektrum des Ti Targets im metallischen (blau) und im vollreaktiven Arbeitsbereich (rot). Zur Regelung dieses Targets wurde ein 501nm Bandpass-Filter ausgewählt, der den markierten Wellenlängenbereich herausfiltert.

Dadurch wurde die Prozessstabilität und Genauigkeit der Reaktivgas-Regelung deutlich verbessert. Im Ergebnis ist es gelungen einen stabilen Arbeitsbereich für Regelung zu ermitteln, in dem zunächst stöchiometrische Zr_xTi_{1-x}O₂ Schichten abgeschieden werden konnten.

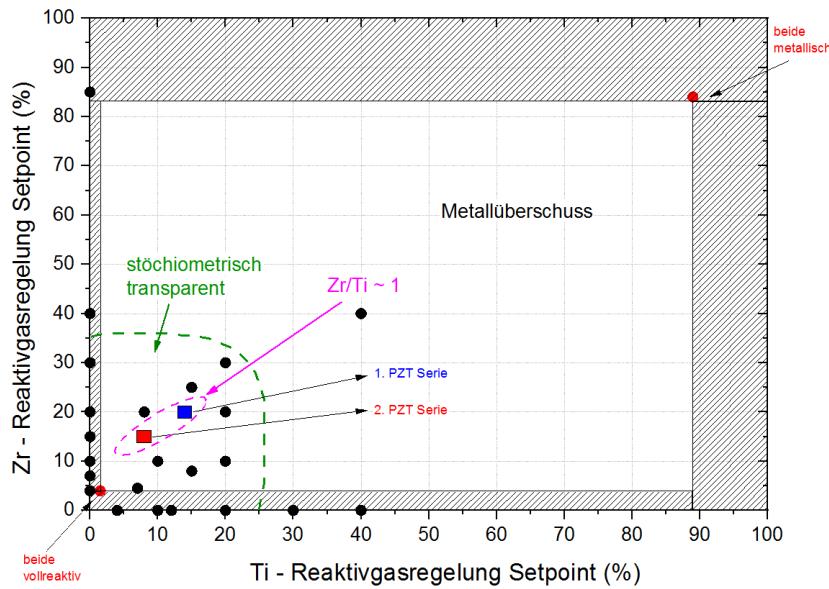


Abbildung 18: Schematische Darstellung des Arbeitsbereichs der gekoppelten Reaktivgas-Regelung für Zr und Ti. Jeder Punkt stellt eine abgeschiedene Zr_xTi_{1-x}O₂ Schicht dar. Proben innerhalb des grünen Bereichs sind stöchiometrisch. Proben innerhalb des violetten Bereichs haben das für piezoelektrisches PZT gewünschte Zr/Ti Verhältnis. Die farbig markierten Arbeitspunkte wurden zur Abscheidung von PZT-Schichten durch Zuschalten des Pb Targets ausgewählt.

Durch Einstellung der Arbeitspunkte der Regelung, d.h. der relativen Sputterraten beider Targets, konnten Schichten in mit der gewünschten Zusammensetzung nahe x~0,5 abgeschieden werden. Die chem. Zusammensetzung der Schichten wurde mittels EDX am REM bestimmt.

Im nächsten Schritt wurde das Pb-Target im DC-Betrieb dazu geschaltet mit dem Ziel piezoelektrische PbZr_xTi_{1-x}O₃ (x~0.52) Schichten abzuscheiden. Dabei wurde bei festem Arbeitspunkt der Zr/Ti -Reaktivgasregelung die Substrattemperatur und die Pb-Sputterleistung variiert, um die gewünschte chemische Zusammensetzung und Kristallstruktur zu erreichen. Dabei wurde eine starke Abhängigkeit des Pb Gehalts in den Schichten von der Substrattemperatur und dem Arbeitspunkt der O₂-Regelung beobachtet.

Durch Optimierung aller Prozessparameter konnten bei 550°C stöchiometrische PZT-Schichten mit einem Pb Gehalt nahe 20 at.% und einem Zr Anteil von $x \sim 0,5$ abgeschieden werden (siehe Abschnitt 1.4.4). Die Beschichtungsrate betrug hier ~ 1800 nm/h, was etwa einer Steigerung um den Faktor 6x zum bisherigen PZT-Prozess des IFE/TUD entspricht.

Bei der Untersuchung der Kristallstruktur mittels XRD stellte sich jedoch heraus, dass trotz der korrekten chemischen Zusammensetzung die Schichten nicht die gewünschte piezoelektrische Perovskit-Struktur aufwiesen, sondern eine nanokristalline Struktur – erkennbar an der großen Halbwertsbreite der XRD-Peaks. Das Beugungsmuster konnte keiner Kristallstruktur eindeutig zugeordnet werden (siehe Abbildung 37).

Weitergehende Analyse der Schichten mittels FE-REM an ionengeätzten Schichtquerschnitten zeigten eine nano-laminare Schichtstruktur, wobei die Anzahl der Teilschichten der Anzahl der Umdrehungen des Probentellers entspricht. Es ist davon auszugehen, dass sich aufgrund der hohen Beschichtungsrate die drei gesputterten Materialien nicht vollständig durchmischen. Die Kristallisation wird durch Ausbildung der vielen Grenzflächen behindert und die für gesputterte Schichten typische kolumnare Mikrostruktur kann sich nicht ausbilden. Außerdem ist anhand der Variation des REM-Kontrastes eine erhöhte Pb Konzentration im unteren Teil der Schicht erkennbar, wobei die scharfe Grenzfläche zum Si darauf hindeutet, dass bei 550°C noch keine Mischungs-Reaktionen zwischen PZT-Schicht und Si-Substrat stattfinden.

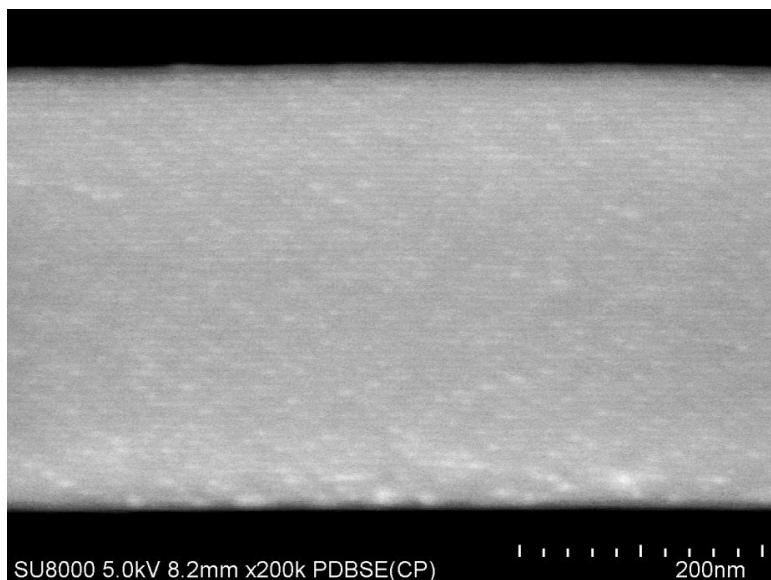


Abbildung 19: FE-REM-Querschnittsaufnahme einer 380 nm dicken PZT-Schicht mit 21,4 at% Pb und einem Zr Anteil von $x=0,51$. Die wenige nm dicken Teilschichten sind gut erkennbar.

Um die Kristallisation der PZT-Schichten zu verbessern, ist es folglich notwendig entweder die Beschichtungsrate zu senken. Dazu muss ein komplett neuer Parametersatz für den reaktiven Sputterprozess etabliert werden, so dass:

- (1) die bereits erreichte gewünschte chemische Zusammensetzung beibehalten wird
- (2) der Prozess weiterhin stabil und reproduzierbar läuft
- (3) die Beschichtungsrate so weit abgesenkt wird, dass sich keine Nano-Teilschichten mehr ausbilden

In folgenden Untersuchungen wurde die Beschichtungsrate gesenkt, um die Ausbildung der Multilayer zu verhindern. Dies machte eine Neuoptimierung der Prozessparameter hinsichtlich Leistungsverhältnisse und Prozessregelung notwendig. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 1.4.4 näher beschrieben.

1.3.2 Abscheiden von Elektroden- und Hilfsschichten

Als Bottom-Elektrode zur Kontaktierung der Rückseite der PZT-Schichten sind vollflächige Pt Schichten vorgesehen. Als Haftvermittler zum Substrat soll eine dünne ZrO_2 Schicht dienen. Ziel ist eine (111) Orientierung der Pt Elektrode sowie eine geringe Diffusion der Haftschicht in die Pt Elektrode, um die Bildung von sogenannten „Hillocks“ (=Oberflächendefekte) zu vermeiden. Die Haftung der Pt Schicht muss außerdem hoch genug sein, damit bei der nachfolgenden PZT-Beschichtung bei bis zu 600°C keine Ablösung stattfindet.

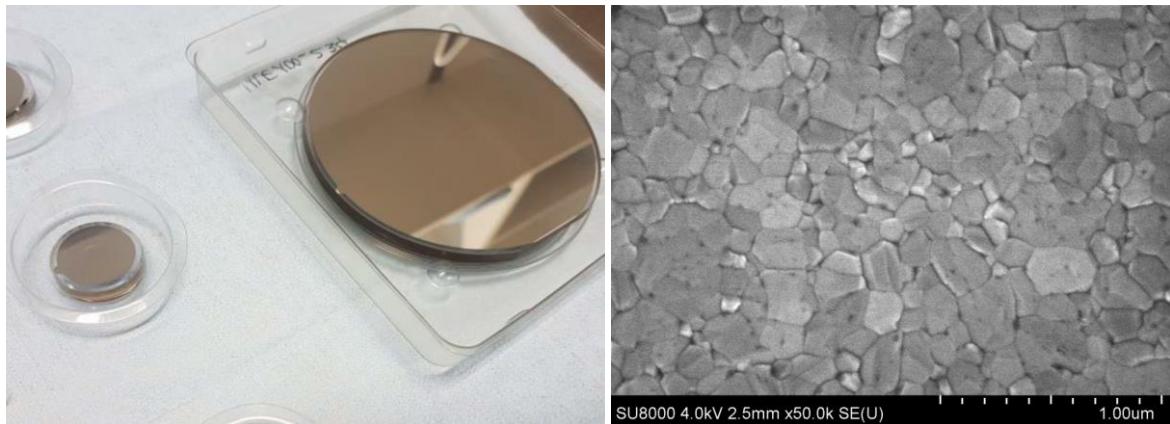


Abbildung 20: Links: Mit Pt Elektrode und ZrO₂ Haftvermittler beschichtete 1“ und 4“ Glassubstrate. Am Rand ist jeweils das ca. 1.5mm Kontaktpad erkennbar. Rechts: FE-REM Abbildung der Oberfläche einer 45nm dicken Pt Elektrode. Die KristallitgröÙe liegt in etwa zwischen 100 nm und 300 nm.

Als Top-Elektroden für die Kontaktierung der PZT-Schichten sollen auf Empfehlung des IFE/TUD thermisch verdampfte NiCr Schichten dienen. Eine Vakuum-Verdampferanlage, die bis zu 4“ Substrate mit NiCr bedampfen kann, steht am IFE/TUD zur Verfügung. Für die Bedampfung der Substrate durch neu gefertigte Keramik-Kontaktmaske (Abbildung 3) wurde ein neuer Proben- & Maskenhalter aus Edelstahl gefertigt.

Ein Vorversuch zur maskierten NiCr Bedampfung auf einem TiO₂ beschichteten 4“ Wafer zeigte eine akzeptable Schichtdickenhomogenität von unter \pm 6%. Es wurde keine Haftungsprobleme der NiCr Schichten bis zu einer Dicke von 280 nm beobachtet, wobei eine Dicke von 150 nm für spätere elektrische Untersuchen an PZT ausreichend ist. Die Ränder der 1-9 mm großen Kontaktpads sind sehr gut definiert. Daher wird diese Methode insgesamt als geeignet zur Herstellung der Top-Elektroden angesehen.

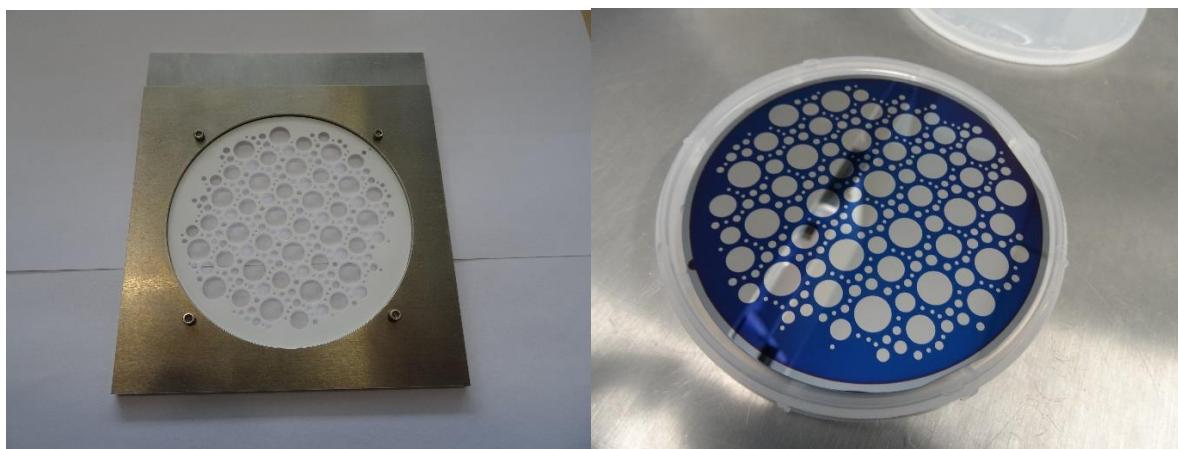


Abbildung 21: Links: Proben- & Maskenhalter für NiCr Bedampfung mit eingeglegter Schattenmaske. Rechts: NiCr Top-Elektroden auf 4“ Wafer hergestellt mit Schattenmaske.

1.4 Arbeitspaket 4: Charakterisierung

1.4.1 Struktur, Zusammensetzung, mechanische Eigenschaften von AlScN

Im Rahmen der Beschichtungsexperimente wurden verschiedene Analytik Verfahren verwendet, um die Schichten zu charakterisieren. Partiell sind die Ergebnisse aufgrund des engen Zusammenhangs der Prozessentwicklung und der Schichtcharakterisierung in den vorangegangenen Abschnitten bereits thematisiert worden.

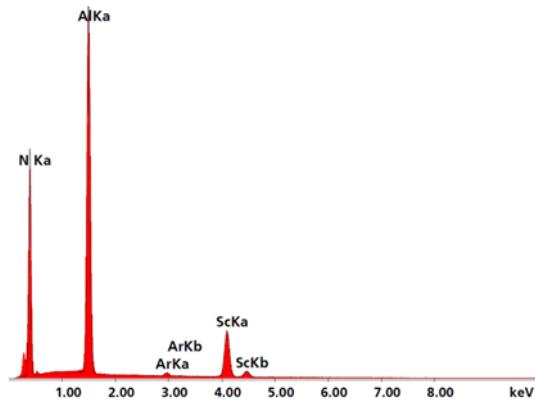


Abbildung 22: EDS-Spektrum von AlScN, sichtbare Peaks von Al, Sc, N und Ar

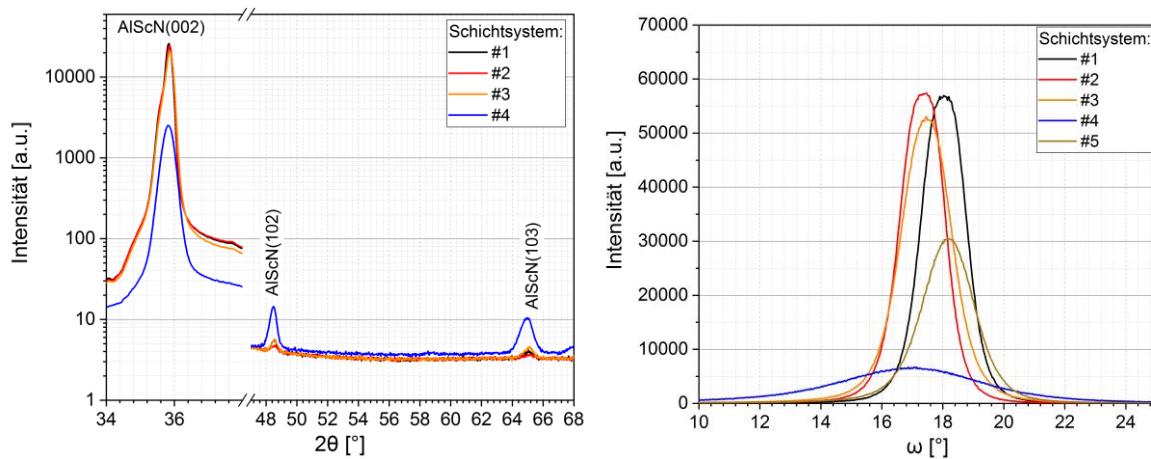


Abbildung 23: XRD-Untersuchungen von AlScN Schichten auf Glassubstraten für verschiedene Bottom-Elektroden Materialien; links: Theta-2Theta Scan und rechts: Rocking Kurven der (002) Peaks für verschiedene Bottom-Elektroden Materialien auf Glas

In Abbildung 23 sind die XRD-Ergebnisse von AlScN Schichten auf Glas in Abhängigkeit der verschiedenen Keimschichten gezeigt. Im Theta-2Theta Scan ist für alle Proben deutlich der (002) Wurtzit Peak von AlScN der mit Abstand stärkste Peak. Abhängig vom Elektrodenschichtsystem sind jedoch auch die Orientierungen (102) und (103) mit signifikanten Peaks sichtbar. Dies deutet auf ein teils gestörtes Gefüge hin. Dies zeigt sich auch in der zugehörigen Rocking Kurve, die eine hohe Halbwertsbreite von 5,25° aufweist. Im Gegensatz dazu weisen die Schichten mit optimaler Keimschicht eine wesentlich bessere Orientierung auf, die Halbwertsbreiten der Rocking Kurven liegen im Bereich 1,65° bzw. 1,91°.

In Abbildung 24 ist die REM-Aufnahme einer 2,4 µm dicken AlScN Schicht zu sehen. Die Schicht weist ein dichtes, hoch orientiertes Gefüge auf. Die mittlere Korngröße ist ca. 100 nm, mit einer kleineren mittleren Korngröße nahe dem Substrat.

Auf die profilometrische Charakterisierung der beschichteten Substrate zur Bestimmung der Schichtspannungen über die Substrat Durchbiegung wurde bereits in Abschnitt 1.1.7 eingegangen.

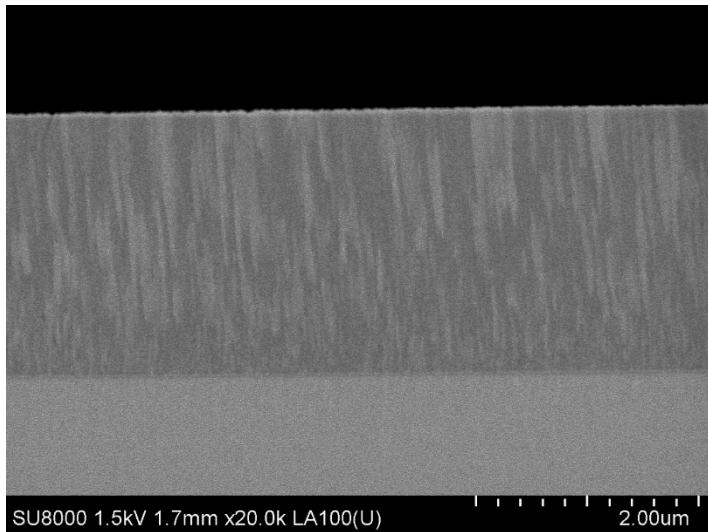


Abbildung 24: REM-Aufnahme einer AlScN-Schicht direkt auf Si-Wafer abgeschieden bei radialer Position $r = 70$ mm, Schichtdicke 2,4 µm, Laterale Korngröße an Schichtoberfläche ca. 100 nm

Mit dem Übergang zum Sputtern von $\text{Al}_{0,7}\text{Sc}_{0,3}$ Legierungstargets wurden Zusammensetzungs- und Strukturuntersuchungen an den abgeschiedenen AlScN-Schichten durchgeführt.

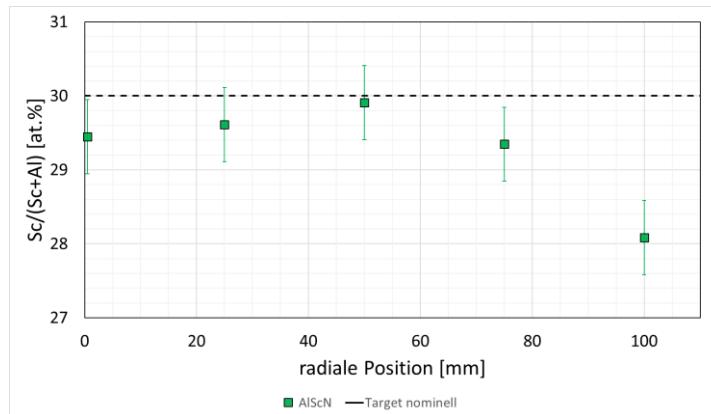


Abbildung 25: Zusammensetzung von $\text{Al}_x\text{Sc}_{1-x}\text{N}$, gesputtert vom $\text{Al}_{0,7}\text{Sc}_{0,3}$ Legierungstarget auf Si-Wafer in Abhängigkeit der radialen Position (EDS-Messung, Position 0 mm direkt gegenüber Zentrum des Magnetrons DRM400)

Die Untersuchung der Schichtzusammensetzung über den Beschichtungsbereich ist in Abbildung 25 gezeigt. Sichtbar ist, dass im mittleren Bereich bis ca. 70 mm Radius die nominelle Schichtzusammensetzung im Rahmen der Messgenauigkeit ungefähr erreicht wird. Im weiter außen liegenden Beschichtungsbereich nimmt der Sc-Gehalt leicht ab. Die Ursache ist noch unklar, könnte aber an Abschattungseffekten und der Emissionscharakteristik der beiden Elemente Al und Sc liegen, die sehr unterschiedliche Atommassen aufweisen. Unabhängig davon ist allerdings der Unterschied in einem vertretbaren Bereich von kleiner $\pm 5\%$.

Die Strukturuntersuchungen erfolgten an einem Schichtsystem auf Si mit optimierten Keim- und Elektrodeneschicht. Im Theta-2Theta Scan in Abbildung 26 ist für die Positionen deutlich der (002) Wurtzit Peak von AlScN der mit Abstand stärkste Peak und auch der zugehörige (004) Peak ist stark ausgeprägt. Für die äußere Beschichtungsposition sind jedoch auch die Orientierungen (102) und (103) mit signifikanten Peaks sichtbar. Dies deutet auf ein teils gestörtes Gefüge hin. Dies zeigt sich auch in der zugehörigen Rocking Kurve, die eine wesentlich niedrigere Intensität und höhere Halbwertsbreite von 2,65° (im Vergleich zu 1,53°) gegenüber der inneren Position aufweist. Das heißt, dass im Mittel die c-Achse der Kristallite stärker gegenüber der Oberflächennormalen verkippt sind. Darüber hinaus zeigt sich, v.a. beim Vergleich der 2Theta Positionen des (004) Peaks von AlScN eine Verschiebung der Peakposition zu höheren Winkeln. Dies bedeutet ein niedrigerer Wert der c-Achse und ist damit ein Indikator für geringere Druckspannungen in der Schicht.

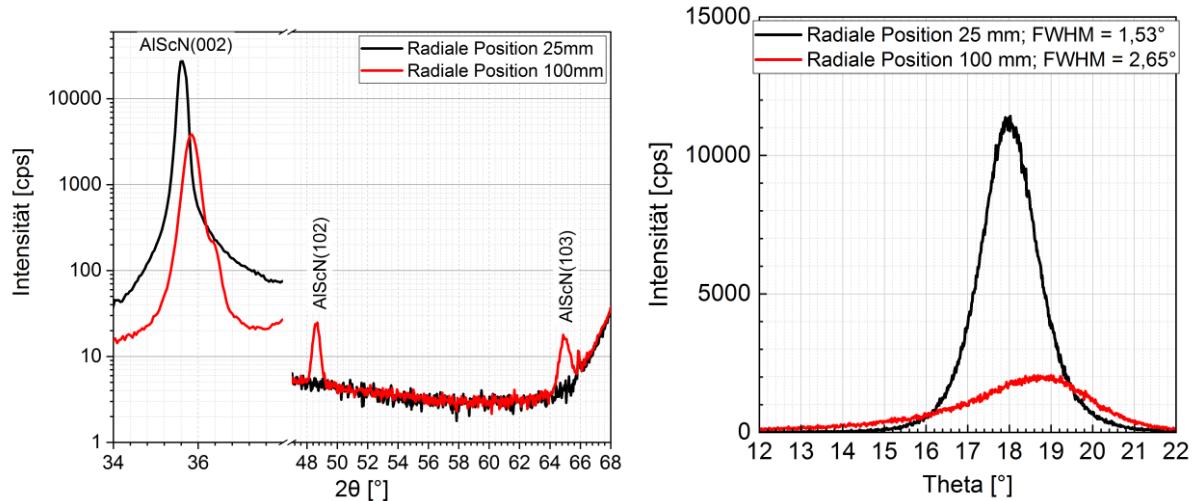


Abbildung 26: XRD Diagramm von AlScN auf Si mit Keim- und Elektrodenschicht; links: Theta-2Theta scan mit sichtbaren AlN(102) und AlN(103) Peaks bei radialer Position 100 mm, rechts: Rocking Kurve der AlN(002) Peaks mit Angabe der Halbwertsbreite (FWHM)

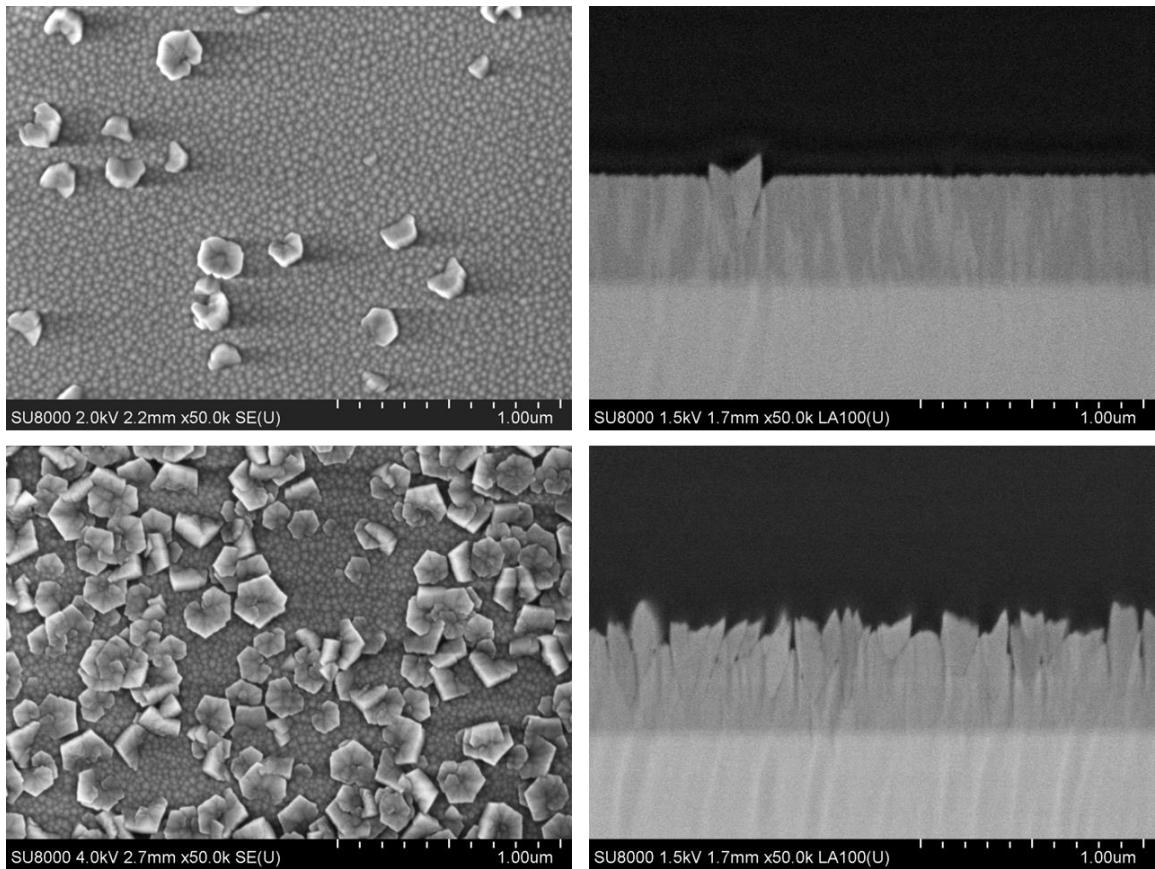


Abbildung 27: REM-Aufnahmen der Oberflächen und Querschnitte von AlN-Schichten auf Si bei hohen Temperaturen und Parametern zur Abscheidung poröser Schichten, oben: 800°C, unten: 600°C

Ein weiterer Arbeitspunkt im Berichtszeitraum war die Abscheidung von AlN Schichten zur Untersuchung der Möglichkeit einer definierteren Ansteuerbarkeit (siehe Abschnitt 1.1.8). In Abbildung 27 sind REM-Aufnahmen zweier AlN Schichten bei hohen Temperaturen gezeigt. Deutlich sichtbar sind die aus der Oberfläche ragenden großen Körner mit unterschiedlicher Orientierung. Im Querschnitt zeigt sich eine gewisse Porosität an den Korngrenzen. Dies ist besonders ausgeprägt bei niedrigeren Temperaturen. Zwischen diesen Körnern ist das Gefüge allerdings weiterhin dicht.

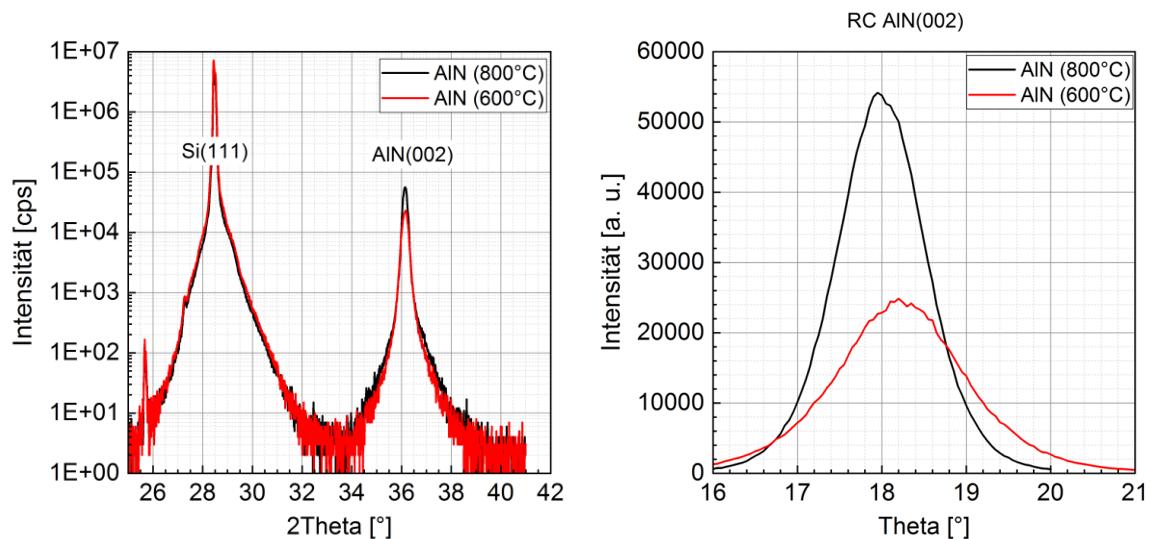


Abbildung 28: XRD-Untersuchungen von AlN bei hohen Temperaturen aus Abbildung 27: links: Theta-2Theta Scan, nur Si(111) und AlN(002) Peaks sichtbar; rechts: AlN(002) Rocking Kurve

Die Schichten aus Abbildung 27 zeigen in den XRD-Untersuchungen eine sehr gute Struktur (Abbildung 28). Im Theta-2Theta Scan sind nur die AlN(002) Peaks sichtbar und die Rocking Kurven beider Proben sind stark ausgeprägt mit Halbwertsbreiten von 1,22° und 1,72°.

1.4.2 Charakterisierung der piezoelektrischen Eigenschaften von AlScN

Die piezoelektrische Charakterisierung erfolgte mit zwei verschiedenen Messverfahren. Zum einen wurde ein PiezoMeter („Berlincourt“ Methode) verwendet, bei der an die Probe periodisch eine Kraft angelegt wird, die generierten Ladungen gemessen und mit einer PZT-Referenzprobe verglichen werden. Für die Untersuchung von AlScN auf Si-Wafer ergibt sich dabei das Bild in Abbildung 29. Die gemessenen d_{33} -Werte betragen ca. 20...27 pC/N (bzw. pm/V) mit dem charakteristischen, dem Co-Sputter Prozess inhärenten, radialen Verlauf der Zusammensetzung mit Abfall der d_{33} -Werte nach außen.

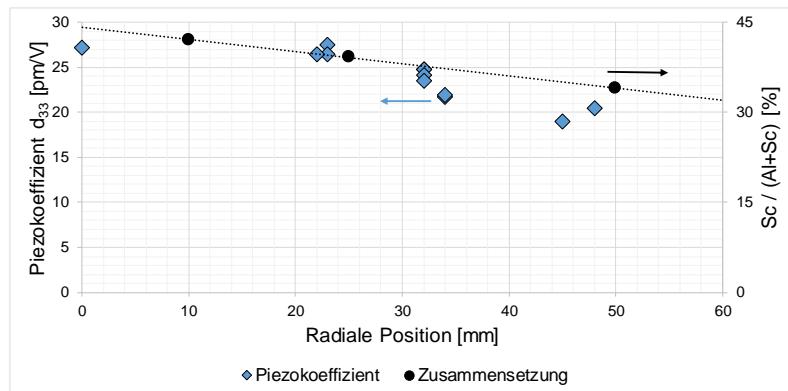


Abbildung 29: Piezometer Untersuchung der d_{33} -Werte und Zusammensetzung von $\text{Al}_x\text{Sc}_{1-x}\text{N}$ auf Si-Wafern in Abhängigkeit der radialen Position (Position 0 mm direkt gegenüber Zentrum des Magnetrons DRM400)

Das zweite Messverfahren erfolgt mittels Laser-Doppler-Interferometers (DBLI) der Firma aixACCT, bei der die Probe elektrisch angeregt wird und mittels eines Laser-Interferometers die Bewegung (Durchbiegung) der Elektrodenoberfläche und der Rückseite des Substrats gemessen wird. Da diese Auslenkung stark von den mechanischen und geometrischen Eigenschaften von Substrat und Schicht abhängt (Padsize Effekt), kann durch Rückrechnung der Messungen verschiedener Elektrodengrößen der Materialwert für AlScN ermittelt werden³.

³ S. Sivaramakrishnan, J. Appl. Phys. 123, 014103 (2018); <https://doi.org/10.1063/1.5019568>

In Abbildung 30 sind die Einzelmesswerte der Elektroden einer 5 μm AlScN Schicht auf Keimschichten auf ULE-Substrat dargestellt. Der daraus über den Padsize Effekt errechnete Materialwert $d_{33,\text{f}}$ der AlScN-Schicht beträgt $13,6 \pm 0,5 \text{ pm/V}$.

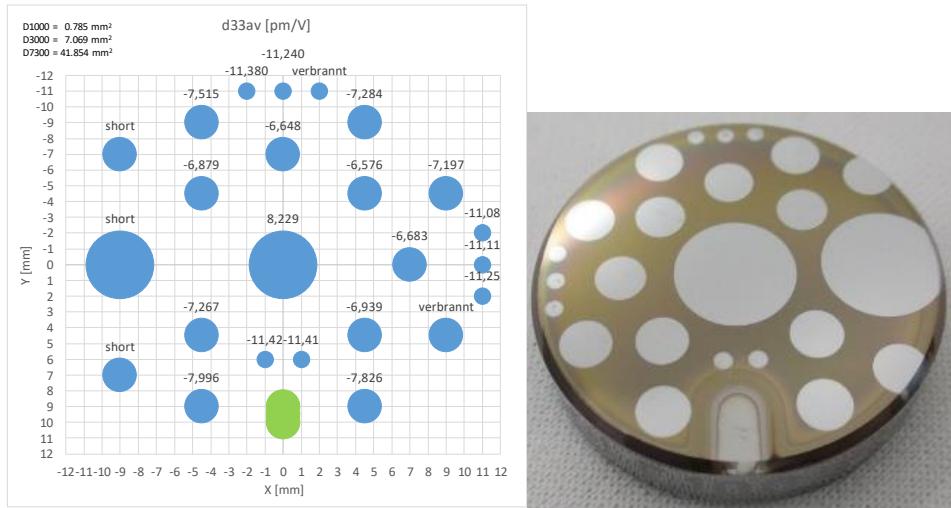


Abbildung 30: DBLI-Messwerte $d_{33,\text{f,meas}}$ von 5 μm AlScN auf 1" ULE mit Positionen und Durchmessern der einzelnen Elektroden

Abbildung 31 zeigt die Langzeitstabilität der Auslenkung auf ULE im Rahmen von Fatigue-Messungen. Dabei 10^9 Zyklen von -100 V bis +100 V angesteuert und periodisch die Auslenkungsamplituden gemessen. Die Auslenkung in jede Richtung beträgt ca. 1, 1nm und ist im Rahmen der Messgenauigkeit konstant.

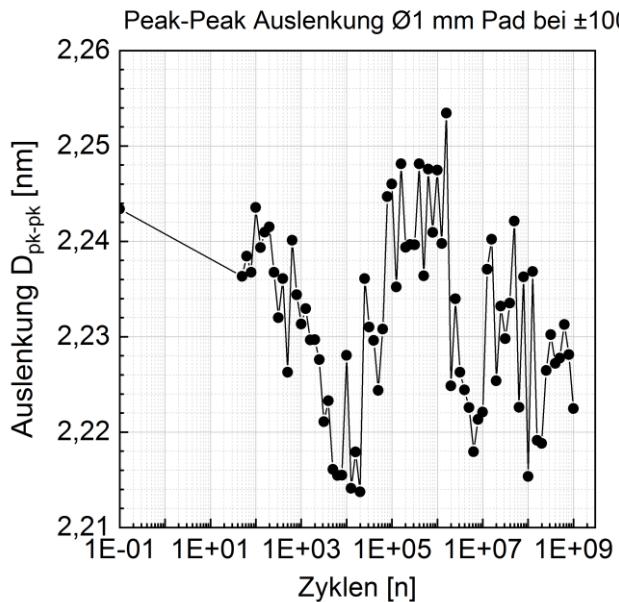


Abbildung 31: Fatigue Messungen von 5 μm AlScN auf ULE ($d_{33,\text{f}}$ 13,6 pm/V): maximale Auslenkung (Peak-Peak) bei Spannungsbeaufschlagung von -100 V zu +100 V über 10^9 Zyklen

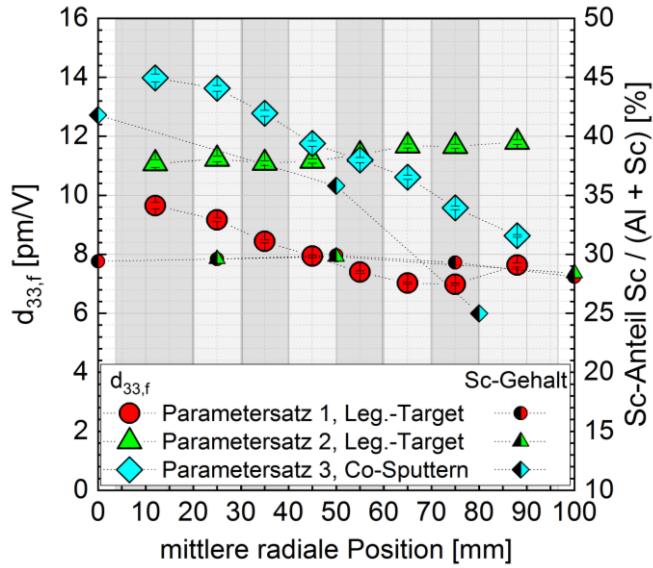


Abbildung 32: Radiale Verteilung des Piezokoeffizienten (wahrer Materialwerts $d_{33,f}$) von 1 μ m AlScN mittels DBLI und der Zusammensetzung mittels EDS für verschiedene Prozessparametersätze und Vergleich Co-Sputtern und Sputtern vom Legierungstarget

Das geringere Niveau der piezoelektrischen Eigenschaften im äußeren Beschichtungsbereich bestätigt sich in der Messung des d_{33} mittels DBLI und der aus den Messwerten berechenbaren Materialwerte $d_{33,f}$. In Abbildung 32 ist zeigt sich dies am starken Abfall des $d_{33,f}$ um ca. 30% zum Rand hin (beschriftet mit „Parametersatz 1“). Demgegenüber zeigt der verbesserte Prozess („Parametersatz 2“) eine homogener und insgesamt höhere piezoelektrische Aktivität mit ca. 11-12 pm/V. Ebenfalls im Abbildung 32 dargestellt sind die Materialwerte für mittels Co-Sputtern vom Al- und Sc-Target abgeschiedene Schichten („Parametersatz 3“). Aufgrund des 12 at.% höheren Sc-Anteils ist der $d_{33,f}$ der mittels Co-Sputtern abgeschiedenen Schichten in der Mitte mit ca. 14 pm/V größer. Allerdings ist der Abfall des $d_{33,f}$ nach außen hin aufgrund der Zusammensetzungänderung wesentlich stärker.

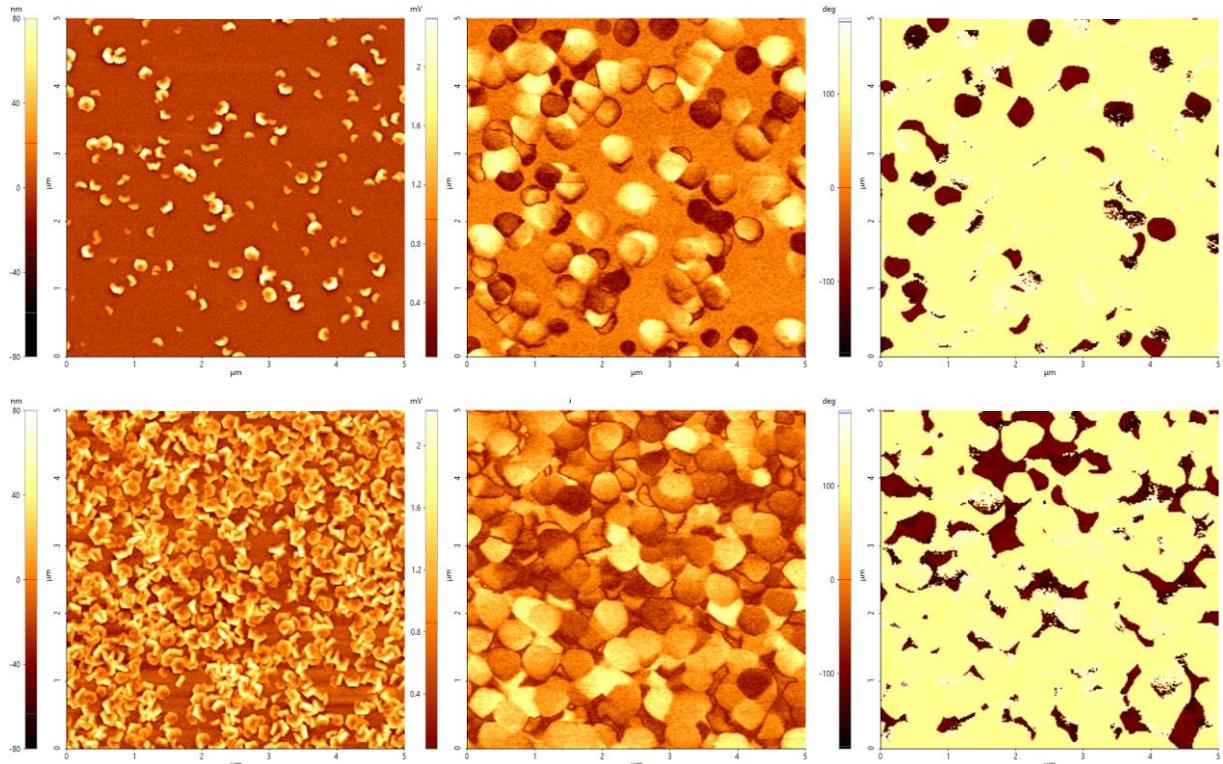


Abbildung 33: Piezoresponse Force Microscopy von AlN auf Si aus Abbildung 27 und Abbildung 28 auf einer 5 μ m x 5 μ m Fläche; oben: 800°C, unten: 600°C; von links nach rechts: Topographie der Oberfläche, Amplitude und Phase der piezoelektrischen Aktivität

In Abbildung 33 sind die Piezoresponse Force Microscopy Ergebnisse für die beiden AlN Proben aus Abbildung 27 und Abbildung 28 gezeigt. Analog zu den REM-Untersuchungen zeigen die Oberflächen-topographien ein stark gestörtes Wachstum. Dies gilt vor allem für die untere Probe. Zwischen diesen Körnern zeigt sich jedoch ein dichtes kolumnares Gefüge. Die Amplitude der piezoelektrischen Aktivität streut stark, bei höheren Temperaturen existieren aber auch homogene Bereiche der Amplitude. Diese sind allerdings nicht deckungsgleich mit den homogenen Bereichen der Topographie. Die piezoelektrische Phase ist in beiden Fällen bipolar, mit einem stark überwiegenden Al-polaren Anteil und ebenfalls keiner offensichtlichen Verbindung zu den homogenen Topographie- oder Amplituden-Bereichen. Damit sind die Schichten nicht geeignet für das angestrebte Ziel eines hohen Piezokoeffizienten.

1.4.3 Charakterisierung der Isolationseigenschaften von AlScN

Die Charakterisierung der Isolationseigenschaften der AlScN-Schichten erfolgte anhand der Untersuchung der Spannungsfestigkeit bei Anlegen einer diskret steigenden DC-Spannung. In Abbildung 34 sind für mehrere Elektroden die gemessenen Leckströme in Abhängigkeit der angelegten DC-Spannung gezeigt. Die Spannung wurde dabei alle 15 s in 25 V-Schritten erhöht bis zur Messgrenze des Geräts bei max. 500 V. Die Elektroden zeigen auch bei einer angelegten DC-Spannung von 500 V (bzw. umgerechnet in die Feldstärke 2 MV/cm) nur Leckströme von $<0,1 \mu\text{A}/\text{mm}^2$. Aufgrund von Defekten in der Schicht zeigten allerdings einige Elektroden bereits vorher Durchbrüche an (z.B. Elektrode #2 bei 250 V bzw. Elektrode #5 bei 50 V). Eine weitere Verbesserung der Isolationseigenschaften ist daher notwendig.

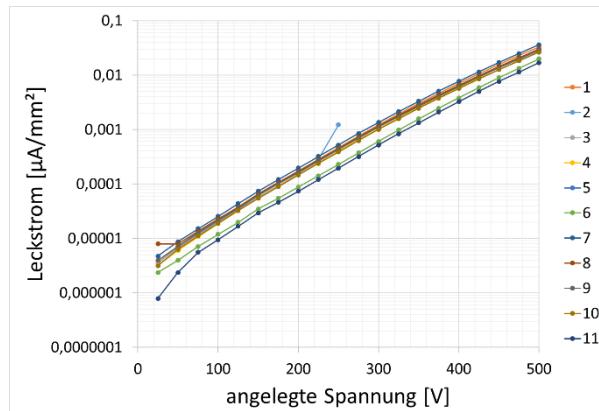


Abbildung 34: gemessene Leckströme von 11 Messelektroden (normiert auf die Elektrodenfläche) bei DC-Spannungstest bis 500 V von 2,5 μm AlScN auf Si-Wafer für 12,6 mm^2 bzw. 25 mm^2 Elektrodenflächen

1.4.4 Zusammensetzung und Struktur von PZT

Die Charakterisierung der PZT-Schichten konzentrierte sich vor allem auf die Bestimmung von Schichtdicken und Wachstumsraten mittels spektroskopischer Ellipsometrie und die Analyse der chemischen Zusammensetzung mittels REM-EDX. Außerdem wurden von ausgewählten Schichten FE-REM Querschnitte angefertigt und XRD-Messungen zur Untersuchung der Kristallstruktur durchgeführt.

Neben dem Zr/Ti Konzentrationsverhältnis ist auch der Pb Gehalt der Schicht entscheidend für die Ausbildung der piezoelektrischen PZT Perovskit-Struktur. Als praktischer Parameter zum Vergleich der Schichten wurde das Verhältnis Pb/(Zr+Ti) gewählt. Wobei Pb/(Zr+Ti)=1 stöchiometrischem PZT entspricht. Abbildung 36 zeigt dieses Zusammensetzungsvorhältnis als Funktion der Sputterleistung am Pb Target für zwei verschiedene Arbeitspunkte der gekoppelten Reaktivgas- Regelung an den Zr/Ti Targets (vgl. Abbildung 18). Wird ein eher metallischer Arbeitspunkt mit zu geringem O₂ Partialdruck gewählt, verdampft überschüssiges Pb (blaue Kurve) aufgrund des hohen Dampfdrucks von Pb. Für einen reaktiveren Arbeitspunkt mit entsprechend höherem O₂ Partialdruck wurde im Bereich von 250-300 W am Pb Target die optimale chem. Zusammensetzung der PZT-Schichten erreicht. Das Zr/Ti Verhältnis der Schichten beträgt an diesem Punkt 1,03 bis 1,09.

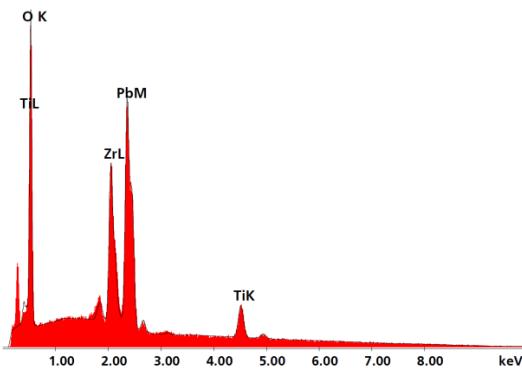


Abbildung 35: Typisches REM-EDX Spektrum einer 640nm dicken PZT Schicht auf Si-Wafer bei Anregung mit 10keV Elektronen. Für die Analyse der chemischen Zusammensetzung wurden die O-K, Zr-L, Pb-M und Ti-K Linien verwendet.

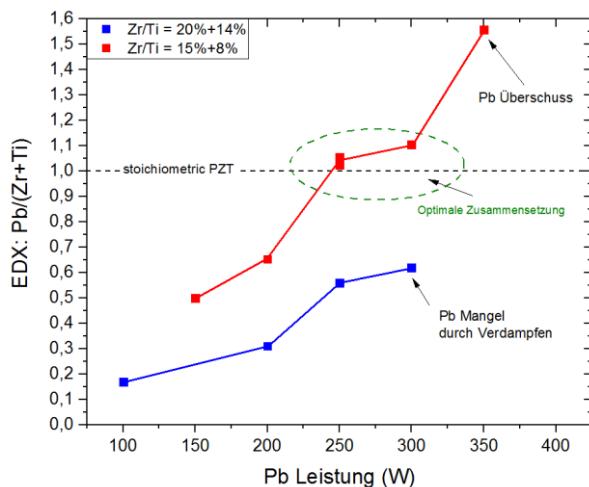


Abbildung 36: Pb Gehalt bzw. Konzentrationsverhältnis der Metalle in PZT-Schichten als Funktion der Pb-Sputterleistung für zwei verschiedene Arbeitspunkte der gekoppelten Reaktivgas- Regelung bei einer festen Substrattemperatur von 550°C.

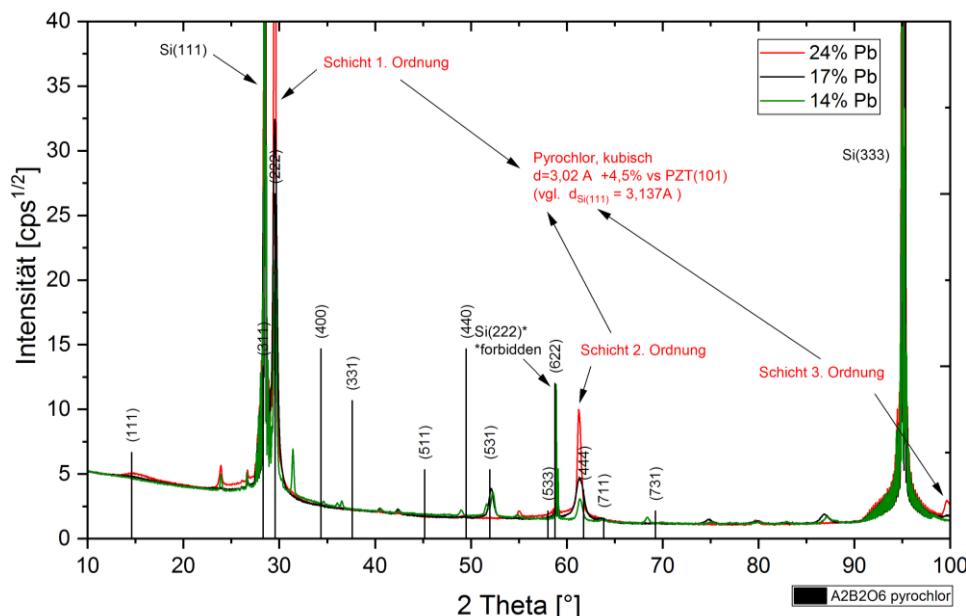


Abbildung 37: XRD Untersuchung von PZT Schichten mit verschiedener Pb Konzentration auf Si(111) Wafern. Sehr scharfe XRD-Peaks weisen auf große, orientierte Kristallite hin, allerdings ist die Struktur nahezu ausschließlich die kubische (111) Pyrochlor Phase mit weiteren Sekundärphasen

Abbildung 37 zeigt die XRD-Ergebnisse. Neben den scharfen Beugungspeaks des Si(111) Substrats erkennt man mehrere sehr breite Beugungspeaks der Schichten. Deren Position und Intensität sich nur unwesentlich mit dem Pb Gehalt ändert. Sehr ähnliche XRD-Ergebnisse wurde auch an weiteren PZT-Schichten beobachtet, die bei anderen Arbeitspunkten, Substrattemperaturen und Prozessdrücken abgeschieden wurden. Die große Halbwertsbreite der XRD-Peaks ist ein Hinweis auf eine sehr geringe Kristallitgröße im Bereich von < 5 nm (Scherrer-Gleichung), was wiederum auf ein stark gestörtes Schichtwachstum hindeutet. Als Ursache konnte eine nanolaminare Struktur der PZT-Schichten identifiziert werden (siehe Abbildung 19).

Durch Reduktion der Abscheiderate konnte die Ausbildung einer Multilayer Struktur konnte erfolgreich verhindert werden. Die Pb-Zr-Ti Durchmischung wurde erreicht und es bilden sich große Kristallite aus. In den XRD-Untersuchungen in Abbildung 37 sind dementsprechend für 24% Pb, aber auch bereits für 14 bzw. 17% Pb scharfe Peaks sichtbar. Allerdings zeigt der Theta - 2 Theta Scan fast ausschließlich die kubische Pyrochlor Phase. Damit ist die notwendige Kristallstruktur für hoch piezoelektrisches PZT noch nicht erreicht. Da die PZT-Schichten bisher nicht die erforderliche Kristallstruktur aufweisen, erschien eine elektrische und piezoelektrische Charakterisierung nicht sinnvoll und wurde daher nicht durchgeführt.

1.5 Arbeitspaket 5: Aufskalierung

Im Rahmen der Projektbearbeitung wurde in Abstimmung mit den Projektpartnern beschlossen, eine kleinere Funktionsmustergröße zu verwenden, um die grundsätzliche Funktionalität zu zeigen. Aufgrund der geänderten Größe konnte für die Beschichtung dieser Funktionsmuster damit auf die stationären Beschichtungsanlagen des FEP zurückgegriffen werden.

1.5.1 Voruntersuchungen am FEP: Anlagenvorbereitung

In einem ersten Schritt wurden die notwendigen Schichten und Ihre Funktion definiert. Hierbei war insbesondere das Augenmerk auf den elektrischen Eigenschaften. Beispielsweise sollten nur unterhalb der Topelektroden elektrische Felder zur Aktivierung der piezoelektrischen Schicht führen. Des Weiteren sollten die Topelektroden von außen kontaktierbar sein, die dafür notwendigen Leiterbahnen allerdings zu keiner Auslenkung der Piezoschicht führen und keine Kurzschlüsse verursachen.

Darauf aufbauend erfolgte die Materialauswahl. Als Keim- und Elektrodenschichten auf den Glassubstraten wurden die in Arbeitspaket 1.5 entwickelten Schichten verwendet. Darauf folgte eine AlScN-Schicht, eine strukturierte Elektrodenstruktur zur gezielten Ansteuerung der piezoelektrischen Schicht, eine isolierende Schicht, um ein Übersprechen der Kontakte bzw. Kurzschlüsse zu vermeiden, sowie die Leiterbahnstruktur zur Kontaktierung der Topelektroden und eine abschließende Isolationsschicht. Zur strukturierten Abscheidung dieser einzelnen Schichten wurden dementsprechend 5 verschiedene Maskentypen gefertigt.

1.5.2 Adaption Magnetron und Regelung an selektierten Prozess

Im Rahmen des Arbeitspakets erfolgten diverse Anpassungen an der Hardware. Aufgrund der angepassten Größe der Funktionsmuster konnte auf die vorgesehene Verwendung ausgedehnter Linearquellen verzichtet werden. Anstelle dessen erfolgte eine Anpassung des Anodenraums des Magnetrons an das Legierungstarget-Sputtern. Darüber hinaus musste eine geeignete Regelung etabliert werden, um die Kombination aus DC-Puls-Sputtern und RF-Bias zuverlässig und stabil für die Untersuchungen auch von gekrümmten Substraten zu realisieren. Die Ergebnisse sind in Abschnitten 1.6.1 und 1.6.3 näher beschrieben.

1.5.3 Voruntersuchungen am FEP: Prozessübertragung

Aufbauend auf den Untersuchungen in Abschnitt 1.1 und Abschnitt 1.6 wurde begonnen, die notwendigen Prozessparameter und Anlagenvoraussetzungen zur Abscheidung von AlScN Schichten an scia zu übertragen. Dies umfasste beispielsweise die notwendigen Prozessstationen für die Abscheidung der Elektroden- und Bekeimungsschichten und ihre Anforderungen, die Anforderungen an den möglichen Temperaturbereich der Substratheizung, das Vakuumniveau der Beschichtungsanlagen oder die Bereiche des Target-Substrat-Abstandes.

1.5.4 Unterstützung scia: Prozessübertragung

Im Rahmen der Neuorientierung auf alternative Piezomaterialien haben sich auch die Anforderungen an eine potentielle Produktionsanlage signifikant geändert. Neu ist insbesondere der Bedarf an einer Substratheizung bis 700°C. Die dafür nötigen Auslegungsarbeiten erfolgten überwiegend beim Projekt-partner scia Systems GmbH. FEP hat mit folgenden Zuarbeiten unterstützt:

- Beschichtung von ULE-Substraten mit Wärme-absorbierenden Metallisierungsschichten. Dies sollte bei scia und Partnern realistische Test-Messungen der Erwärmung mit Hilfe einer Strahlungsheizung ermöglichen. Entwickelt wurde in mehreren Iterationen ein Schichtsystem auf ULE, das bis zu einer Temperatur von >700°C stabil war (siehe Abbildung 38).
- Durchführung von thermischen Simulationsrechnungen mit Hilfe von COMSOL zur Optimierung der Lampenanordnung in einer zukünftigen Produktionsanlage.

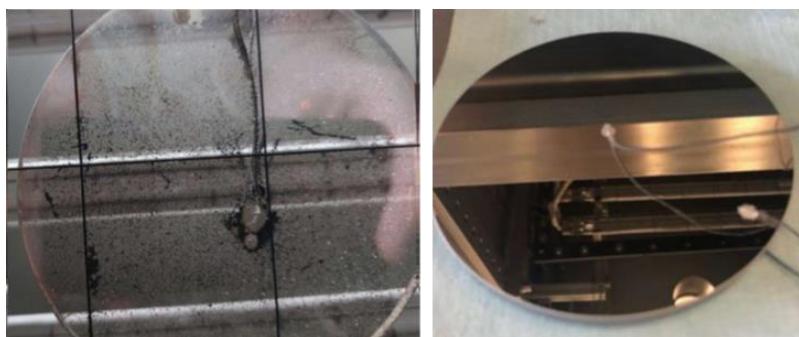


Abbildung 38: Metallisierungsschichten des FEP auf ULE nach 700°C Heizungstests durch Projektpartner scia (mit noch aufgeklebten Thermoelementen zur Temperaturmonitorierung); links: erste Iteration (Schichtablösung), rechts: finale Iteration (keine Schichtablösung)

1.6 Arbeitspaket 6: Untersuchungen für gekrümmte Substrate und Funktionsmuster-Beschichtung

1.6.1 Voruntersuchungen zu gekrümmten Substraten

Für die Untersuchung zur Abscheidung auf gekrümmten Substraten wurden Beschichtungen in stationärer Beschichtungsanordnung am FEP durchgeführt. Als Material wurde aufgrund des vorhandenen Entwicklungsstands AlScN ausgewählt. Es wurden dazu planar beschichtete Substrate mit solchen verglichen, die in einer separaten Halterung schräg aufgestellt wurden. Der Winkel betrug dabei 14°, um den Krümmungsradius des Substrats zu simulieren.

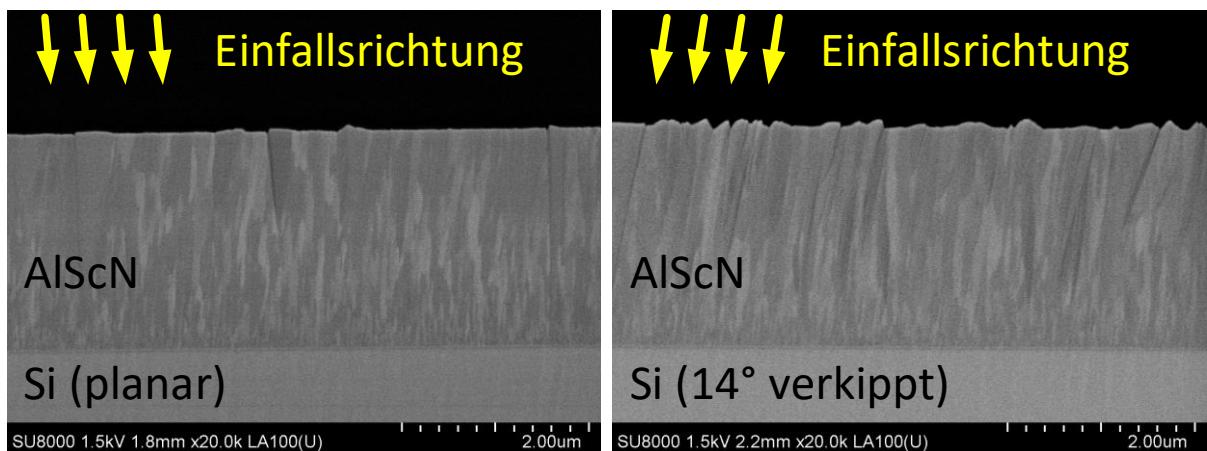


Abbildung 39: REM-Querschnittsaufnahmen von AlScN auf Si in planarer (links) bzw. 14° schräger Beschichtungsanordnung (rechts) inklusive eingezeichneter Einfallsrichtung der Teilchen vom Magnetron

Ein REM-Querschnitt eines planaren Substrates in Abbildung 39 zeigt ein annähernd senkrecht wachstum mit keinem sichtbaren Neigungswinkel. Dies entspricht in etwa der Richtung und dem Winkel

des hauptsächlichen Teilcheneinfalls vom Magnetron. Die Schicht weist ein sehr ausgeprägtes und homogenes Kornwachstum auf. Vereinzelt sind größere Körner sichtbar, die auch aus der Oberfläche herausragen. Die mittlere laterale Korngröße ist ca. 150 nm. Demgegenüber bildet sich bei schräger Positionierung der Probe ein stärker gestörtes Gefüge aus (siehe Abbildung 39). Es bilden sich mehr größere Körner aus als bei der planaren Anordnung aus, die laterale Korngröße an der Oberfläche ist mit ca. 160 nm leicht höher. Darüber hinaus existiert eine höhere Oberflächenrauheit bzw. teilweise Porosität an den Korngrenzen. Es ist damit davon auszugehen, dass sowohl die piezoelektrische Aktivität als auch die Isolationseigenschaft der Schicht geringer sind.

1.6.2 Substrat-Einfluss- und Anwachsschichten bei gekrümmten / geneigten Substraten

Im Berichtszeitraum wurden Schichten auf polierten Si-Substraten abgeschieden und charakterisiert. Die Ergebnisse sind in Abschnitten 1.6.1 und 1.6.3 beschrieben.

1.6.3 Substrat-Bias

Durch die Unterstützung mit HF Bias erhöht sich die Energie der schichtbildenden Teilchen und der Einfall erfolgt gerichteter. Damit sollte das Schichtwachstum verbessert werden. Auch sollte durch die elektrischen Felder ein besser senkrecht zur Oberfläche orientiertes Gefüge entstehen, um die Auslenkung in dieser Richtung zu erhöhen.

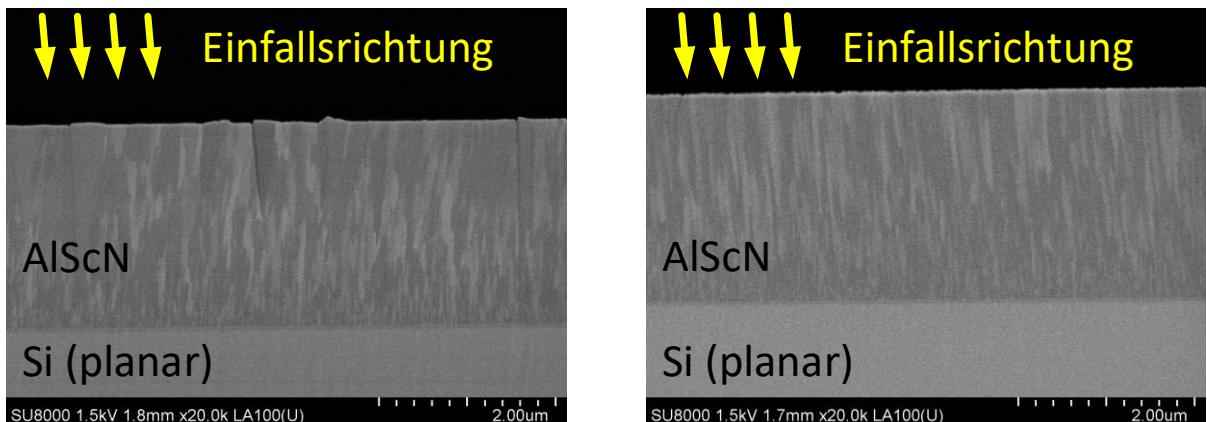


Abbildung 40: REM-Querschnittsaufnahmen von AlScN auf Si bei planarer Beschichtungsanordnung ohne (links) bzw. mit Bias Unterstützung (rechts) inklusive eingezeichneter Einfallsrichtung der Teilchen vom Magnetron

In Abbildung 40 sind die REM-Querschnitte von mit AlScN beschichteten planaren Si-Substraten gezeigt. Deutlich sichtbar ist die wesentlich homogenere Struktur der mit HF-Bias abgeschiedenen Schicht. Es sind keine vereinzelten großen Körner sichtbar. Die mittlere laterale Korngröße ist dementsprechend ca. 100 nm. Allerdings weist die Schichten eine stärkere Verkipfung der Kornorientierung auf. Diese ist allerdings immer noch wesentlich kleiner als 5°.

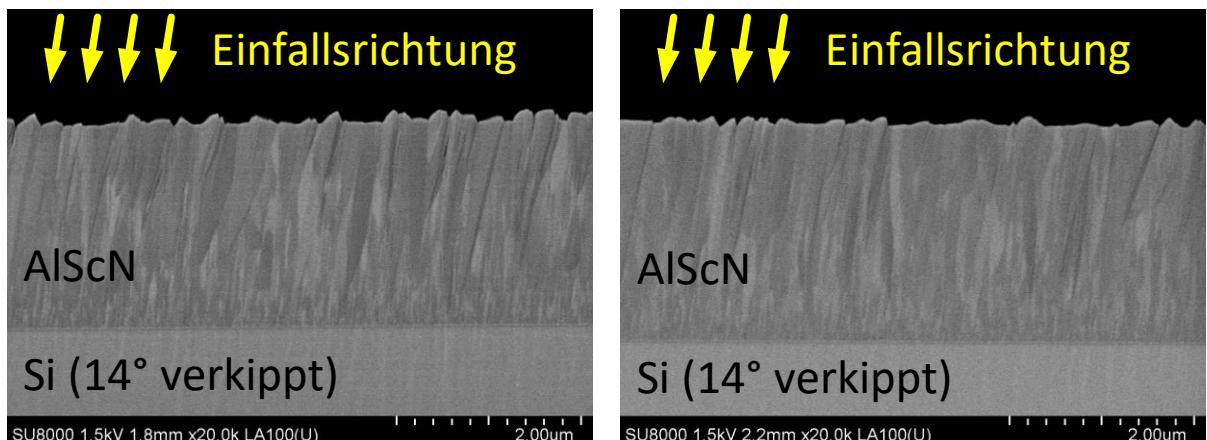


Abbildung 41: REM-Querschnittsaufnahmen von AlScN auf Si bei 14° schräger Beschichtungsanordnung ohne (links) bzw. mit Bias Unterstützung (rechts) inklusive eingezeichneter Einfallsrichtung der Teilchen vom Magnetron

In Abbildung 41 sind REM-Querschnitte von geneigt abgeschiedenen Schichten ohne bzw. mit Bias gezeigt. Aufgrund der Verkippung des Substrats ist der Einfallswinkel der Teilchen zur Substratoberfläche wesentlich größer als bei den planar liegenden Substraten. Dies bildet sich im Kornwachstum ab, das für die schräg liegenden Substrate eine deutlich geneigte Struktur aufweist. Die Orientierung der Körner entspricht wieder in etwa dem Einfallswinkel der Schicht- bildenden Teilchen. Die Probe ohne HF Bias weist dabei eine größere Streuung der Orientierung auf als mit HF Bias. Deutlich sichtbar ist die Verringerung der Oberflächenrauheit, sowie eine Verringerung der mittleren lateralen Korngröße an der Oberfläche von 160 nm auf ca. 140 nm durch HF-Bias. Auch ist die Porosität wesentlich geringer.

1.6.4 Material-Selektion

Als Voraussetzung sowohl für Heizertests durch den Projektpartner scia als auch für die geheizte Schichtabscheidung auf ULE-Substrate wurden verschiedene Schichtsysteme als Haftvermittler / Bottom-Elektrode/ Seed-Schicht abgeschieden und durch Heizen bei 800°C an Luft getestet. Abbildung 42 zeigt Beispiele dieser Untersuchungen. Während bei ungeeigneten Schichtsystemen entweder Schichthaftung oder signifikante Transmissionsveränderungen der metallischen Schichten auftraten (Abbildung 42 a und d), zeigten sich bei geeigneten Schichtsystemen nur Änderungen der kristallinen Struktur hin zu größeren Kristalliten (Abbildung 42 c),

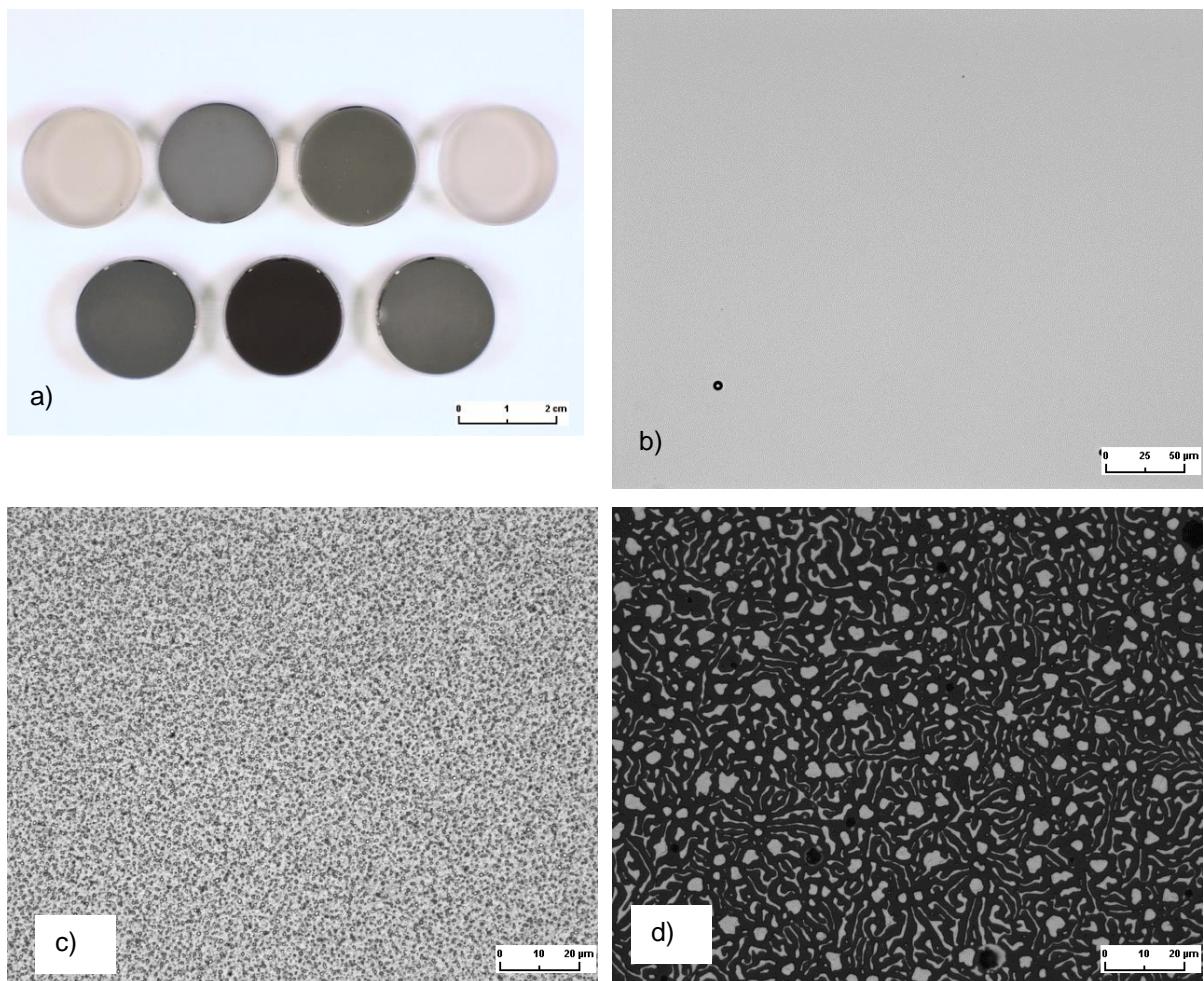


Abbildung 42: a) verschiedene Haftschichtsysteme nach Tempern bei 800°C an Luft; b) mikroskopische Untersuchung des Ausgangszustandes; c) Probe 5 nach 800°C: nur geringfügige Änderungen; d) Probe 7 nach 500°C: signifikante Änderungen

1.6.5 Funktionsmuster-Beschichtung in stationärer FEP- Anlage

Wie in Abschnitt 1.5 beschrieben, konnten aufgrund der geänderten Größe die Funktionsmuster vollständig in den stationären Beschichtungsanlagen des FEP beschichtet werden (siehe auch Änderungsantrag vom 28.11.2022). Das Schichtsystem bestand aus Keim- und Elektrodenschichten, der strukturierten piezoelektrischen AlScN-Schicht, einer strukturierten Elektroden- und Leiterbahnstruktur und mehreren Isolationsschichten (siehe Abschnitt 1.5.1). In Abbildung 43 ist das Funktionsmuster nach Beschichtung der letzten Isolationsschicht gezeigt. Deutlich sichtbar sind die einzelnen runden Elektroden zur Aktivierung der darunterliegenden piezoelektrischen Schicht und die Leiterbahnstrukturen zur Kontaktierung der Elektroden über die äußeren Kontaktpads.

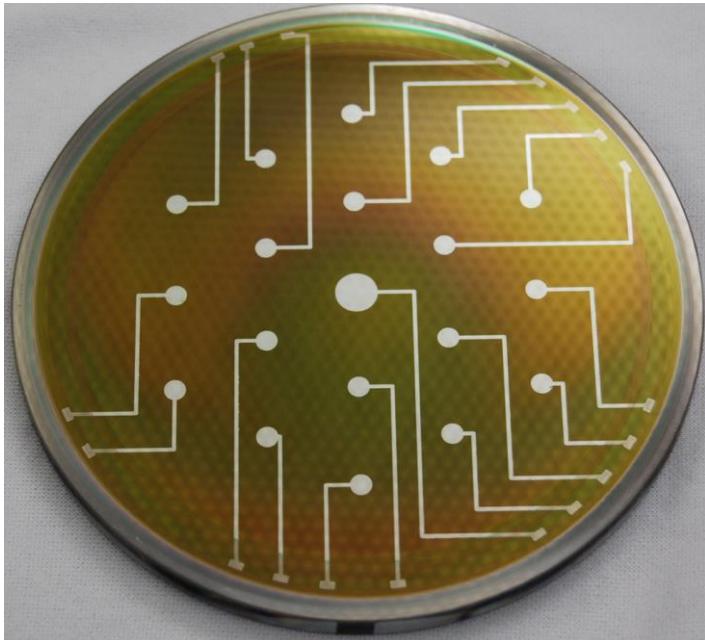


Abbildung 43: Beschichtetes Funktionsmuster mit vollständigen Schichtsystem

1.6.6 Schichtabscheidung für Funktionsmuster

Eine erste Serie von Funktionsmustern auf Basis einer AlScN-Piezoschicht wies als Topelektrode Punktelektroden auf. Entsprechend zeigten diese in der Bewertung bei Zeiss im Wesentlichen eine Deformation an den Punkten.

Um den Einfluss von flächigen Top-Elektroden auf die Piezo-Deformation studieren zu können, erfolgte die Präparation einer weiteren Serie von Funktionsmustern. Diese wies zwischen Piezoschicht und Top-Elektroden eine schwach leitfähige Vermittlerschicht, um das elektrische Feld flächig an die Piezoschicht anlegen zu können.

Das Funktionsmuster wurde bei Zeiss charakterisiert. Die Messergebnisse zeigen zum einen, dass eine nennenswerte Auslenkung der Schichten in z-Richtung durch Anlegen einer Spannung möglich ist. Zum anderen bestätigen sie anhand der Abhängigkeit der z-Richtungs-Auslenkung vom Radius der Elektroden die starke Kopplung der Piezoschichten zum Substrat.

2. Ergänzende Projektinformationen

Erläuterungen zu Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Position	Erläuterung
Personalkosten	Geleistete Arbeit im Projekt, insbes. hinsichtlich: <ul style="list-style-type: none"> • Projektleitung • Wissenschaftliche Projektarbeit • Technische Projektarbeit • Mechanik-Entwicklung • Elektronik-Entwicklung • Musterbau • Substratreinigung • Schichtcharakterisierung
Sachkosten	<ul style="list-style-type: none"> • Siliziumwafer: Für Beschichtungsversuche im Projekt • Sputtertargets: Basismaterial zur Schichtabscheidung • Frachtkosten: Versand von Material und zu charakterisierenden Wafern zu Projektpartnern • Reisekosten: Teilnahme an Projekttreffen, Reisen zu Projektpartnern, Reisen zu Fertigungsdienstleistern • Material, Halbzeuge und Materialbearbeitung: benötigt zur Fertigung von Komponenten für das angepasste Magnetron DRM 400 • Elektronikbauelemente, Sicherheitsschalter: Elektronische Steuer-, Regel- und Sicherheitskomponenten

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

Die Aufgabenstellung war außerordentlich komplex, da neben den verschiedenen piezoelektrischen Schichten und Schichtsystem, die im Fokus der Untersuchungen standen, noch weitere Haftvermittler-, Seed-, Elektroden- und Isolationsschichten untersucht wurden. Außerdem ging es immer auch darum, aufskalierbare Verfahren zu deren Abscheidung zu entwickeln. Teilweise waren Hardware-Modifikationen erforderlich, um effektiv arbeiten zu können.

Angesichts des Umfangs dieser Aufgaben waren die geleisteten Projektarbeiten notwendig, angemessen und effektiv. Der Einsatz von Material erfolgte sparsam.

Im Sine einer effizienten Mittelverwertung wurden gemeinsam mit dem Projektpartner Zeiss die Projektergebnisse regelmäßig besprochen. Auf Basis der erzielten Ergebnisse wurden wiederholt Korrekturen am Arbeitsplan vorgenommen, um die Anforderungen der Anwendung möglichst umfassend zu erfüllen.

Voraussichtlicher Nutzen, insbesondere die Verwertbarkeit des Ergebnisses - auch konkrete Planungen für die nähere Zukunft - im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Im Projekt wurden Schichten basierend auf piezoelektrischen Materialien sowie Verfahren zu deren Abscheidung entwickelt. Basierend auf den Projektergebnissen konnten konkretere Entwicklungsziele für die Anwendung in der EUV-Lithographie definiert und in der Beantragung eines weiteren Vorhabens berücksichtigt werden, dass inzwischen gestartet ist (KDT-Projekt 14AMI). Außerdem werden direkte Industrieaufträge auf diesem Arbeitsgebiet erwartet.

Unabhängig von der sich weiter in der Entwicklung befindlichen Technologie zur Wellenfrontkorrektur sind die piezoelektrischen Schichten und die Verfahren zu deren Abscheidung für zahlreiche weitere Anwendungen relevant, z.B.

- Mikro Energy Harvesting
- Ultraschall-Mikroskopie
- Quantenkommunikation
- Elektroakustische Filter (SAW und BAW)
- MEMS-Bauelemente
- Sensorik

Auch hier flossen und fließen die Projektergebnisse sowohl in die Beantragung und Bearbeitung neuer F&E -Projekte als auch in die Akquise direkter Industrieerträge ein.

Während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Uni Twente hat Ergebnisse zu Demonstratoren für die Wellenfrontkorrektur veröffentlicht, die auf piezoelektrischen PZT-Schichten basieren, die mit dem Verfahren Pulse Laser Deposition (PLD) abgeschieden wurden. Auslenkungen im Bereich ...-2 nm...+6 nm wurden gezeigt. Damit konnte das Prinzip einer lokalen Auslenkung basierend auf einem piezoelektrisch wirksamen Schichtsystem bestätigt werden. Allerdings weist das Beschichtungsverfahren PLD nur sehr geringe Abscheideraten und erlaubt nur die Beschichtung sehr kleinen Flächen, so dass eine Aufskalierung sehr schwierig ist.

Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Stephan Barth, Tom Schreiber, Steffen Cornelius, Olaf Zyowitzki, Thomas Modes, Hagen Bartzsch: High rate deposition of piezoelectric AlScN films by reactive magnetron sputtering from AlSc alloy targets on large area, *Micromachines* 2022, 13, 1561. <https://doi.org/10.3390/mi13101561>