

Elementare Prozesse der Nanotribologie in Rasterkraftmikroskopie- experimenten

Inauguraldissertation
zur Erlangung der Würde einer Doktorin der Philosophie
vorgelegt der
Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Basel

von
Bettina Baumeister
aus Marl,
Deutschland

Basel, 2001

Genehmigt von der Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
auf Antrag der Herren Prof. Dr. E. Meyer und Dr. T.A. Jung

Basel, den 23. Oktober 2001

Prof. Dr. Friedrich-Karl Thielemann
Dekan

Für Jan

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Das Rasterkraftmikroskop	10
2.1	Funktionsweise	10
2.2	Kräfte	12
3	Herstellung von Nanotürmen mit Hilfe der Laserinterferenz- lithographie	15
3.1	Stand der Technik	15
3.2	Verbesserungen	17
4	Mechanische Modifikation und Entfernung von Nanotürmen	20
4.1	Modifikationstechniken	20
4.2	Modifikationsprozesse	21
4.3	Mustererzeugung mit Nanotürmen	28
5	Lateralkraftmessungen	32
5.1	Lateralkraftmessungen in Wasser	32
5.2	Bestimmung der Reibungskoeffizienten in verschiedenen Flüssigkeiten	37
6	Kraftstatistische Untersuchungen	42
6.1	Statistische Messungen in Wasser	42
6.2	Vergleichende Untersuchungen in Wasser, Hexanol und Silikonöl	46
6.3	Korrosionsprozesse in wäßriger Kochsalzlösung	49
7	Anwendungspotential der beschriebenen Techniken	55
7.1	Datenspeicherung	55
7.2	Mikroelektromechanische Systeme	58
7.3	Silicon-on-Insulator Technologie	59
8	Zusammenfassung und Ausblick	62

Literaturverzeichnis	65
Danksagung	71
Publikationsverzeichnis	72
Curriculum vitae	74

Kapitel 1

Einleitung

Tribologie ist die Wissenschaft von Reibung, Verschleiß und Schmierung. Der Name ist vom griechischen Wort für Reibung ($\tau\rho\iota\beta\omicron\varsigma$) abgeleitet. Das wissenschaftliche Interesse an diesem Gebiet beruht auf der Tatsache, daß Wechselwirkungen zwischen Oberflächen die Funktionsfähigkeit nahezu aller technischen Entwicklungen bestimmen und kontrollieren [1].

Obwohl David Tabor in den 1950er Jahren die Tribologie als physikalische Wissenschaft etablierte [2], liegen ihre Ursprünge im Bereich der Ingenieurwissenschaften. Sie liegen mehr als 5000 Jahre zurück [3]. Archäologisch belegte Beispiele für frühe tribologische Anwendungen sind die Verwendung von Lagern in Türfassungen in assyrischen Dörfern vor 4000 v.Chr. oder die Nutzung der lubrikativen Eigenschaften von Flüssigkeiten beim Transport griechischer Statuen ca. 1880 v.Chr. [1].

Die makroskopischen Grundlagen der Reibung, die auch heute noch in den Schulen gelehrt werden, sind bereits mehrere Jahrhunderte alt. Die drei wesentlichen Gesetze gehen auf Leonardo da Vinci (1452-1519), Guillaume Amontons (1663-1705) und Charles Augustin Coulomb (1736-1806) zurück [4]:

- Die Reibung ist unabhängig von der (scheinbaren) Kontaktfläche.
- Amontonsches Gesetz: Die Reibungskraft F_L ist proportional zur Normalkraft F_N . Das Verhältnis $\mu = F_L/F_N$ wird Reibungskoeffizient genannt. Der Haftreibungskoeffizient ist immer größer als der Gleitreibungskoeffizient.
- Coulombsches Gesetz: Die Gleitreibungskraft ist von der Geschwindigkeit unabhängig.

Heutzutage ist bekannt, daß die Mikro- und Nanostruktur eines Materials von zentraler Bedeutung für seine tribologischen Eigenschaften sind. Die mikro-

skopischen Eigenschaften eines Materials sind vielfältig. Sie umfassen Kristallfehler wie Versetzungen und Korngrenzen, Grenzflächen zwischen verschiedenen Materialien, Rißentstehung und -ausbreitung. Die Mikrostruktur eines Materials ist nicht durch ihre chemische Zusammensetzung definiert, sondern kann durch mechanische oder thermische Einflüsse verändert werden [5]. Für viele technische Anwendungen wie beispielsweise auf dem Gebiet der Mikroelektronik müssen Materialien vorgegebene Eigenschaften erfüllen. Das betrifft insbesondere elektronische und magnetische Charakteristika. Aber auch chemische und mechanische Eigenschaften haben einen großen Einfluß auf die Funktionsfähigkeit mikroelektronischer Geräte [6]. Ergebnisse aus mechanischen Untersuchungen sind daher von großer Bedeutung für mikrotechnologische Prozesse.

Mit den Rastersondenmikroskopen (RSM) wurden Hilfsmittel für die Untersuchung der Mikro- und Nanostruktur von Oberflächen zur Verfügung gestellt. Sie sind jedoch mehr als nur Mittel zur Erstellung von Bildern kleinster Strukturen. Vielmehr können diese Geräte selbst als experimentelles Werkzeug eingesetzt werden, wobei die Abbildung der Strukturen eine wesentliche Voraussetzung für Experimente auf der Mikro- und Nanometerskala darstellt. Solche Experimente bestehen beispielsweise in der Nutzung der RSM-Spitze als experimentelles Hilfsmittel zur Handhabung kleinster Strukturen. Eine mögliche Verwendung ist die Manipulation von Mikro- und Nanoobjekten auf Oberflächen. Das Positionieren von Partikeln [7], einzelnen Molekülen [8] und sogar Atomen [9] konnte erfolgreich durchgeführt werden. Es erfolgte auch eine Ausdehnung dieser Methodik auf biologische Proben wie DNA-Moleküle [10].

Im Zusammenhang mit Oberflächenmodifikationen sind auch die Kräfte interessant, die für Prozesse auf kleiner Skala benötigt werden. Nanotribologische Untersuchungen mit simultanen Messungen der Topographie und der Lateralkraft können mit Hilfe des Rasterkraftmikroskops (RKM) durchgeführt werden [11]. Die Kräfte, die beim Gleiten und Rollen von Nanokristallen [12] und Nanokohlenstoffröhren [13] auftreten, wurden mit rastersondenmikroskopischen Mitteln studiert. Die tribologischen Anwendungen des RSM wurden beispielsweise auch auf Nanoindentationsexperimente und -simulationen ausgedehnt [14, 15].

In der vorliegenden Arbeit werden tribologische Untersuchungen von Nanostrukturen mit einem RKM beschrieben. Bei den Nanostrukturen handelt es sich um mikrotechnologisch hergestellte Siliziumdioxid (SiO_2)-Nanotürme auf einem Silizium (Si)-Substrat. Diese Strukturen werden mit Hilfe des RKM modifiziert und auf Verschleißerscheinungen und Bruchverhalten untersucht.

Seit Beginn des letzten Jahrhunderts ist bekannt, daß Bruch in amorphem SiO_2 auf atomarer Skala eintritt. Man stellt sich den Bruchvorgang als Bewe-

gung einer Reißspitze vor, wenn die Dehnungsspannung einen kritischen Wert übersteigt [16]. Für die Bruchuntersuchungen in dem in dieser Arbeit verwendeten System kommt zusätzlich der SiO_2/Si -Grenzfläche eine entscheidende Bedeutung zu [17, 18]. In den Experimenten wird der Einfluß verschiedener Flüssigkeiten auf den Bruchprozeß untersucht. Neben der Darstellung der beobachteten Modifikationsprozesse werden insbesondere die Kräfte untersucht, die in diese Prozesse involviert sind. Sowohl die normale als auch die laterale Komponente der Kraft tragen zum Bruchprozeß bei. Diesem Umstand wird durch Lateralkraftmessungen in den verschiedenen Flüssigkeiten Rechnung getragen. Die normale Komponente der Kraft wird bei allen beschriebenen RKM-Messungen kontrolliert.

In Kapitel 2 werden die Grundlagen für die Experimente in dieser Arbeit zusammengefaßt: die Funktionsweise des RKM und die Kräfte zwischen RKM-Spitze und Substrat. Anschließend wird der Stand der Technik der Probenherstellung mit Hilfe der Laserinterferenzlithographie (Abschnitt 3.1) und Verbesserungen beschrieben, die im Rahmen dieser Arbeit entwickelt wurden (Abschnitt 3.2). Die Ergebnisse im Zusammenhang mit dem RKM werden in den folgenden drei Kapiteln dargestellt. Zunächst geht es in Kapitel 4 um die Beschreibung der entwickelten Modifikationstechniken (4.1) und die daraus resultierenden Modifikationsprozesse (4.2). In Abschnitt 4.3 wird die Anwendung der Techniken zur Erstellung von Nanomustern erläutert. Die simultane Messung von Lateralkraft und Topographie wird im ersten Abschnitt von Kapitel 5 vorgestellt und diskutiert. Da für den weiteren Verlauf der Arbeit die Reibungskoeffizienten benötigt werden, folgt deren Bestimmung in Abschnitt 5.2. In Kapitel 6 werden kraftstatistische Untersuchungen an Nanotürmen in verschiedenen Flüssigkeiten erläutert (Abschnitte 6.1 und 6.2). Der korrosive Einfluß von Kochsalzlösung auf die Nanostrukturen wird in Abschnitt 6.3 beschrieben. Aus den Resultaten ergeben sich vielfältige potentielle Anwendungen [19], die in Kapitel 7 diskutiert werden. Abschließend folgt in Kapitel 8 eine Zusammenfassung der in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse mit einem Ausblick auf weitere Forschungsmöglichkeiten auf diesem Gebiet.

Kapitel 2

Das Rasterkraftmikroskop

In diesem Kapitel sollen die wichtigsten Grundlagen für die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente dargestellt werden. Im ersten Abschnitt 2.1 wird die Funktionsweise des RKM inklusive einiger wichtiger Details beschrieben. Anschließend werden in Abschnitt 2.2 die Kräfte zwischen RKM-Spitze und Substrat vorgestellt und diskutiert.

2.1 Funktionsweise

Für die Experimente in dieser Arbeit wurde ein kommerzielles RKM vom Typ „Explorer“ der Firma Topometrix verwendet. Es kann in zwei Moden betrieben werden: dem „Kontaktmodus“ und dem „Nicht-Kontaktmodus“. Der Kontaktmodus wurde in dem Artikel von Binnig, Quate und Gerber [20] beschrieben, in dem erstmals das Prinzip des RKM vorgestellt wurde. Der wesentliche Zweck der Entwicklung dieses Gerätes war, die Möglichkeiten des Rastertunnelmikroskops auf Isolatoren zu erweitern [21]. Im Kontaktmodus wird die Verbiegung eines Federbalkens, des sogenannten „Cantilevers“, als Maß für die Topographie der Probe verwendet. In den Cantilever ist eine Spitze integriert, die während eines Rasterprozesses die Oberfläche abtastet. Die Verbiegung des Cantilevers wird bei dem verwendeten Gerät mit Hilfe eines Laserstrahls detektiert, der an der Cantileveroberfläche reflektiert wird. Es wurden Cantilever der Firma Park (Microlever) mit einem Spitzenradius von 20 nm verwendet. Die Kalibration erfolgte mit der von Hutter et al. entwickelten Methode [22]. Die Detektion des Laserstrahls erfolgt mit einem Vier-Quadranten-Detektor, der sowohl die Messung der normalen als auch der lateralen Komponente der Kraft ermöglicht (s. Abbildung 2.1). Die Experimente in dieser Arbeit sind im Kontaktmodus durchgeführt worden.

Im Nicht-Kontaktmodus wird der Cantilever in Schwingungen versetzt.

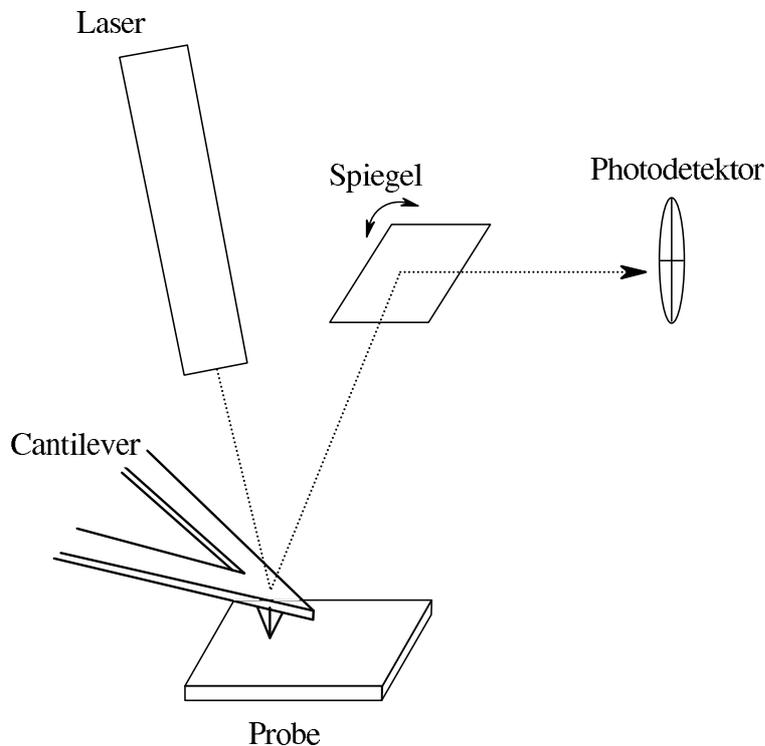


Abbildung 2.1: Im Kontaktmodus wird die Verbiegung eines Federbalkens, des sogenannten „Cantilevers“, als Maß für die Topographie der Probe verwendet. Sie wird mit Hilfe eines Laserstrahls detektiert.

Die über das Lasersignal meßbare Schwingung des Cantilevers wird bei Annäherung an die Probe gedämpft. Diese Dämpfung wird als Maß verwendet, um die Distanz zwischen Spitze und Substrat konstant zu halten [21]. Der Vorteil dieses Modus besteht darin, daß die auf die Probe ausgeübte Kraft wesentlich geringer ist als im Kontaktmodus. Ein geeignetes Anwendungsgebiet ist daher die zerstörungsfreie Abbildung weicher Proben. Nachteilig wirkt sich aus, daß der Nicht-Kontaktmodus nicht zur Messung von Lateral Kräften verwendet werden kann.

In der Rastersondenmikroskopie muß die relative Position der Sonde zur Probe mit hoher Genauigkeit kontrolliert werden. Entweder die Sonde oder die Probe sind mit einem Aktuator verbunden, der die Rasterbewegung ausführt und den Abstand Sonde-Probe justiert. Diese Aktuatoren bestehen meistens aus piezokeramischem Material, das Verschiebungen mit der erforderlichen Präzision über eine Spannungsregelung ermöglicht.

Piezoelektrische Materialien werden aufgrund der Verschiebung von Ladungen deformiert, wenn ein elektrisches Feld angelegt wird. Dieser Effekt

wird inverser oder indirekter piezoelektrischer Effekt genannt und wurde zuerst bei Quarz und Turmalin beobachtet. Heutzutage verwendet man als piezoelektrische Materialien keramische Stoffe wie Blei-, Zirkonium- oder Titanoxid, da sie im Vergleich zum Quarz einen um eine Größenordnung höheren piezoelektrischen Effekt aufweisen.

Die Stärke des piezoelektrischen Effekts wird über die piezoelektrische Spannungskonstante angegeben, die von der Richtung des angelegten elektrischen Feldes abhängt. Außerdem besteht eine Abhängigkeit dieser Konstanten von der Temperatur. Die Werte bei 4 K betragen nur etwa ein Viertel der Werte bei Raumtemperatur [21]. Obwohl die Raumtemperatur in der Regel während der Messung kaum variiert, muß berücksichtigt werden, daß gerade zu Beginn einer Messung durch den Laser und die Elektronik starke Temperaturschwankungen ausgelöst werden können. Dies führt zu thermischer Drift und einer Verzerrung des Bildes.

Außerdem ist die Deformation eines Aktuators zeitabhängig. Ein plötzlicher Spannungsanstieg oder -abfall bewirkt eine schnelle und starke Deformation des Aktuators. Es folgt dann ein langsames „Kriechen“ in die endgültige Position, das etwa einem logarithmischen Gesetz gehorcht [21]. Diese Bewegung wird als „Piezokriechen“ bezeichnet und kann zu einer starken Verzerrung des Bildes führen. Sie tritt insbesondere am Anfang eines Rastervorgangs auf.

Zusätzlich kann auch die Nichtlinearität des Piezomaterials, d.h. die nicht-lineare Abhängigkeit zwischen Piezodeformation und angelegter Spannung, zu Bildverzerrungen führen. Das wird bei dem verwendeten Gerät durch eine Hardware- und Softwarekontrolle weitgehend ausgeglichen, so daß diese Abhängigkeit für die beschriebenen Experimente keine Rolle spielt.

2.2 Kräfte

In der Rastersondenmikroskopie treten eine Vielzahl von Kräften zwischen Spitze und Substrat auf. Im Falle der langreichweitigen Kräfte wie der van der Waals Kraft oder der elektrostatischen Kraft trägt ein großer Teil der Spitze zu der Wechselwirkung bei. Bei den kurzreichweitigen Kräften dagegen spielen nur die Atome im Abstand von wenigen Å vom Substrat eine Rolle.

Van der Waals Kräfte treten zwischen allen Atomen und Molekülen auf und beruhen auf Dipol-Dipol-Wechselwirkungen. Es handelt sich dabei um induzierte Dipole. Die attraktive van der Waals Kraft zwischen Atomen ist proportional zu $1/r^7$, wobei r der Abstand zwischen den Atomen ist. Diese Kraft zählt zu den langreichweitigen Kräften und wirkt über Distanzen von einigen Å bis zu mehreren Hundert Å [4].

Um die Wechselwirkung zwischen der Spitze eines RSM und einer flachen Probe abzuschätzen, nähert man das vordere Ende der Spitze durch eine Kugel mit Radius R an. Die van der Waals Kraft zwischen einer Kugel mit Radius R und einer flachen Probe im Abstand D beträgt

$$F(D) = -AR/6D^2 \quad (2.1)$$

mit der Hamaker-Konstanten A . Dieses Ergebnis geht von der Additivität der Wechselwirkung aus, die das Auftreten von Mehrfachreflexionen unberücksichtigt läßt. Die Lifschitz-Theorie beschreibt den exakteren Weg für die Berechnung, wobei das Ergebnis von der Form mit Gleichung 2.1 identisch ist. Der Unterschied liegt lediglich in den Werten für die Konstante A [4].

Die Situationen, in denen die van der Waals Kraft die einzige Wechselwirkung darstellt, sind auf wenige einfache Systeme beschränkt. In Flüssigkeiten sind Oberflächen in der Regel geladen, so daß außer der van der Waals Kraft eine elektrostatische Kraft auftritt. Die Wechselwirkung zwischen zwei elektrischen Ladungen im Abstand r ist proportional zu $1/r^2$. Sie ist für gleichnamige Ladungen repulsiv und für entgegengesetzte Ladungen attraktiv [23]. Die Oberflächenladung hängt vom pH-Wert der Flüssigkeit ab. Sie ist für niedrige pH-Werte positiv und für hohe pH-Werte negativ. An einem bestimmten pH-Wert enthält die Oberfläche die gleiche Anzahl positive und negative Ladungen, so daß sie insgesamt neutral ist. Dieser pH-Wert wird als „isoelektrischer Punkt“ bezeichnet und ist eine materialspezifische Größe [24].

Betrachtet man das in dieser Arbeit untersuchte System einer Si_3N_4 -Spitze, die in Flüssigkeit ein SiO_2 -Substrat abtastet, so ergibt sich in Abhängigkeit vom pH-Wert der Flüssigkeit eine anziehende oder abstoßende elektrostatische Wechselwirkung. SiO_2 hat mit pH 2 einen sehr niedrigen isoelektrischen Punkt [24, 25] und ist damit in den meisten Fällen negativ geladen. Das Spitzenmaterial Si_3N_4 hat dagegen einen isoelektrischen Punkt von etwa pH 6, ist darunter also positiv, darüber negativ geladen [25, 26]. Daher ergibt sich aufgrund der elektrostatischen Wechselwirkung eine attraktive Kraft zwischen pH 2 und pH 6 der Flüssigkeit, darüber ist die Kraft repulsiv.

Weitere langreichweitige Kräfte sind magnetische und Kapillarkräfte. Magnetische Kräfte treten bei der Untersuchung magnetischer Proben mit einer ferromagnetischen Spitze auf. Diese Art der Rastersondenmikroskopie wird als magnetische Kraftmikroskopie bezeichnet. In dieser Arbeit spielen magnetische Kräfte aufgrund der verwendeten Materialien keine Rolle. Für kraftmikroskopische Untersuchungen an Luft ist bekannt, daß der Kontakt zwischen Spitze und Substrat als Kondensationskeim wirkt. Das führt zu einer Kapillarkraft. Diese Kraft kann die üblicherweise in der Rasterkraftmikroskopie

verwendeten Kräfte um ein bis zwei Größenordnungen übersteigen. Bei RKM-Messungen in Flüssigkeit verschwindet die Kapillarkraft vollständig [4]. Deshalb muß sie für die Messungen in dieser Arbeit ebensowenig berücksichtigt werden wie die magnetische Kraft.

Neben den langreichweitigen Kräften treten zwischen RSM-Spitze und Substrat auch kurzreichweitige Wechselwirkungen auf. Die aus dem Pauli-Prinzip resultierende Abstoßung und die ionische Repulsion verhindern beispielsweise die Zerstörung des Substrats durch die Spitze. Die abstoßende Wirkung kommt zum einen durch die starke Überlappung der Elektronenwolken zustande, die zu einer Coulomb-Abstoßung führen. Zum anderen muß bei dem Überlapp das Pauli-Prinzip berücksichtigt werden. Eine Verletzung dieses Prinzips kann nur durch die Erhöhung der Energie eines Elektrons verhindert werden, was eine repulsive Wechselwirkung zur Folge hat. Diese repulsiven Kräfte sind sehr kurzreichweitig ($\approx \text{Å}$) und können durch ein Kraftgesetz der Form

$$F = \text{const}/r^n \tag{2.2}$$

mit $n > 8$ beschrieben werden.

Eine attraktive kurzreichweitige Kraft ist durch Physisorption und Chemisorption gegeben. Zwischen manchen Materialien existiert ein anziehende Kraft, weil das Spitzenmaterial mit dem Substratmaterial Bindungen eingeht [4]. Neben diesen beiden kurzreichweitigen Kräften gibt es in Abhängigkeit von den verwendeten Materialien eine Vielzahl weiterer Wechselwirkungen, die ausführlich in [4] beschrieben werden.

Kapitel 3

Herstellung von Nanotürmen mit Hilfe der Laserinterferenzlithographie

Für die Herstellung der Proben wurde ein etabliertes Laserinterferenzlithographie-Verfahren verwendet. Der Stand der Technik vor Beginn dieser Arbeit wird in Abschnitt 3.1 beschrieben. Es hat sich jedoch gezeigt, daß bei dem Prozeß noch einige Probleme ungelöst waren. Vorschläge zur Lösung dieser Probleme werden in Abschnitt 3.2 vorgestellt.

3.1 Stand der Technik

Laserinterferenzlithographie ist seit vielen Jahren als Verfahren für das Erstellen periodischer Strukturen auf kleiner Skala bekannt [27]. Diese Lithographietechnik dient besonders der großflächigen Fabrikation von Strukturen im Submikrometerbereich [28].

Der in dieser Arbeit verwendete Lithographieprozeß ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Die für den Prozeß verwendeten Chemikalien sind von der Firma Shipley. Ein Silizium-Wafer, der mit einer 120 nm dicken Oxidschicht versehen ist, wird mit Microposit Remover gereinigt. Anschließend wird der Wafer mit je einer Schicht von 0,1 ml Haftvermittler Primer Solar und Photolack S1805 bedeckt. Die Belichtung erfolgt mit Hilfe von interferierenden Laserstrahlen, die weiter unten ausführlich beschrieben wird. Die Entwicklung wird mit einer Mischung von Microposit Developer MF-319 (70 ml) und deionisiertem Wasser (10 ml) durchgeführt. Man erhält so die gewünschte Struktur in der Photolackschicht. Nach dem Ätzprozeß werden der Photolack und die Teile der Oxidschicht, die der Strahlung ausgesetzt waren, mit

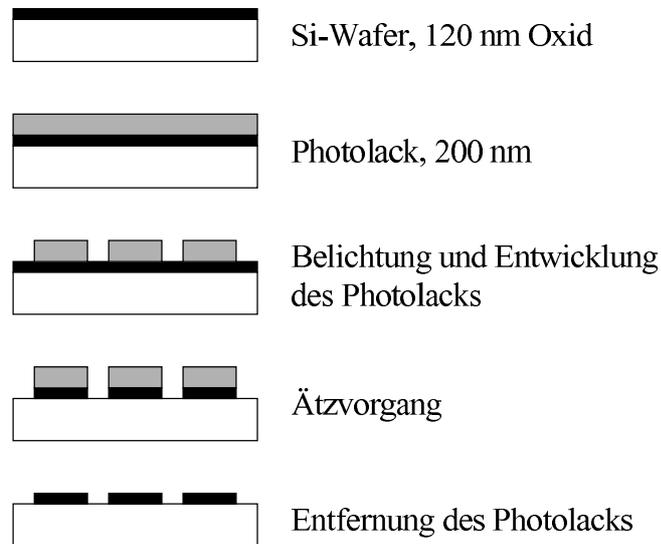


Abbildung 3.1: Herstellung der Nanotürme mittels Laserinterferenzlithographie [29].

Microposit Remover 1165 entfernt [29, 30]. Man erhält auf diese Weise Proben, die aus SiO_2 -Nanotürmen auf einem Si-Substrat bestehen. Die Türme sind quadratisch angeordnet. Die Periodizität beträgt 680 nm, die Höhe der Türme 120 nm.

Für die Belichtung werden zwei kohärente Lichtwellen der Wellenlänge λ unter einem Winkel θ überlagert (s. Abbildung 3.2). Im Kreuzungsraum bildet sich ein Linienmuster stehender Wellen aus, deren Wellenlänge Λ durch

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta/2)} \quad (3.1)$$

gegeben ist. Belichtet man mittels eines solchen Wellenfeldes eine Photolackschicht, so wird in dieser ein Abbild der stehenden Welle erzeugt. Dieses Verfahren wird als „Laserinterferenzlithographie“ oder „holographische Lithographie“ bezeichnet. Bei dem hier verwendeten HeCd-Laser (Liconix 4270NB) mit einer Wellenlänge λ von 442 nm und einer Leistung von etwa 60 mW und einem Winkel θ von 39° ergibt sich die Periodizität der Strukturen von 680 nm. Wird die Probe um 90° gedreht und die Belichtung erneut durchgeführt, so erhält man anstelle des Linienmusters ein Punktmuster, was nach Abschluß des Prozesses zu den benötigten Nanotürmen führt [29].

Um die Überlagerung der zwei kohärenten Wellen zu ermöglichen, sind zwei Verfahren etabliert. Beim „Einspiegel-Prinzip“ wird die eine Hälfte eines aufgeweiteten Laserstrahls direkt auf die zu belichtende Probe geleitet,

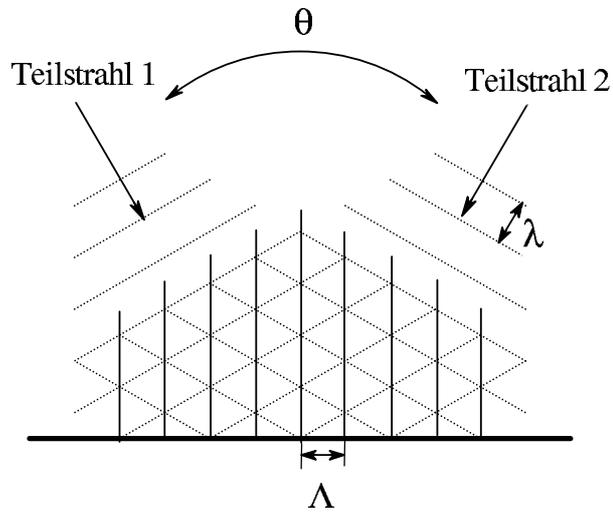


Abbildung 3.2: Die Mustererzeugung mittels Laserinterferenzlithographie erfolgt durch stehende Wellen, die in dem Kreuzungsraum zweier Teilstrahlen eines Lasers entstehen [29].

die andere Hälfte wird an einem auf der Probe senkrecht stehenden Spiegel reflektiert und trifft dann auf die Probe. Da mit diesem Verfahren nur auf kleiner Fläche Strukturen erzeugt werden können, wird für die großflächige Erzeugung von Nanotürmen das „Teilstrahlen-Prinzip“ verwendet, das schematisch in Abbildung 3.3 dargestellt ist. Hier wird der Laserstrahl durch einen Strahlteiler aufgespalten und anschließend auf dem Substrat wieder vereinigt [29].

3.2 Verbesserungen

Es hat sich gezeigt, daß es bisweilen unmöglich ist, ein stabiles Interferenzmuster im Lack zu erzeugen. Außerdem wurde beobachtet, daß das Substrat, das den Photolack trägt, einen Einfluß auf die Belichtungszeit [29] und die Qualität des Interferenzmusters hat. Das führt dazu, daß bei jedem neuartigen Substrat die Prozeßparameter neu bestimmt werden müssen.

Zur Verbesserung des bestehenden Prozesses wurden daher folgende Änderungen vorgenommen. Die Photolackschichtdicke, die nach dem in [29] beschriebenen Verfahren nur mit ca. 100 nm angegeben wurde, wurde verdoppelt¹. Auf diese Weise läuft der Prozeß wesentlich stabiler ab. In Abbildung

¹Die Literatur [29] ist hinsichtlich der verwendeten Parameter zum Aufbringen des Photolacks und der ermittelten Photolackschichtdicke widersprüchlich und daher nicht

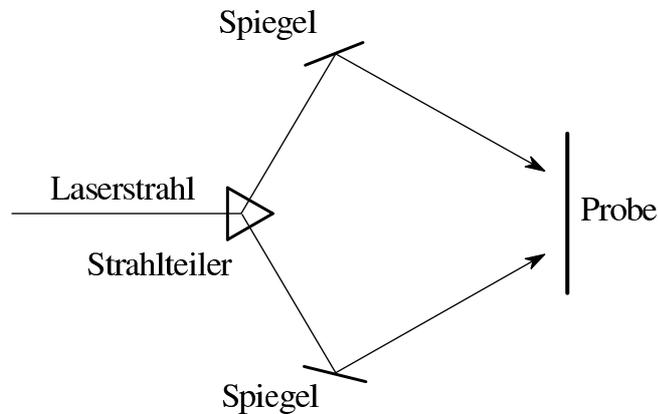


Abbildung 3.3: Schema des Teilstrahlenprinzips zur Interferenzbelichtung [29].

3.1 ist bereits diese korrigierte Schichtdicke angegeben. Die Erklärung für die Verbesserung liegt in der Wellenlänge der stehenden Wellen senkrecht zum Substrat. Entsprechend der Berechnung der Wellenlänge der stehenden Wellen in der Substratebene läßt sich auch diese Wellenlänge bestimmen. Durch geometrische Überlegungen anhand der Abbildung 3.2 ergibt sich hier ein Wert für den Abstand von Wellenberg zu Wellenberg von 470 nm. Die Distanz von Schwingungsknoten zu Schwingungsknoten bzw. von Schwingungsbauch zu Schwingungsbauch beträgt die Hälfte dieses Wertes, also 235 nm. Verwendet man nun eine Photolackschicht von nur 100 nm Dicke, so ist die Wahrscheinlichkeit, daß sich in dieser Schichtdicke ein Maximum der stehenden Welle befindet, sehr gering. Es wird dann zu wenig Lichtenergie in den Photolack übertragen, was zu einer schlechten Qualität der Strukturen führt. Durch die auf 200 nm erhöhte Schichtdicke, die nahezu dem Abstand von Schwingungsbauch zu Schwingungsbauch entspricht, kann das Verfahren daher wesentlich reproduzierbarer durchgeführt werden.

Außerdem spielen in der Photolithographie Dünnschicht-Interferenzeffekte eine bedeutende Rolle. Wenn ein dünner dielektrischer Film zwischen zwei Medien monochromatischem Licht ausgesetzt wird, bilden sich dort stehende Wellen aus, da sich ein- und auslaufende Wellen überlagern [31]. Sie treten sowohl im Photolack als auch in funktionellen Schichten auf dem Wafer (z.B. SiO_2 , Si_3N_4) auf. Das kann den Kontrast im Photolack stark beeinträchtigen. Durch solche unbeabsichtigten Interferenzeffekte, die in Abbildung 3.4 schematisch dargestellt sind, läßt sich die Erfolgsabhängigkeit

verwertbar. Maßgeblich für die Probenherstellung ist eine Schichtdicke von mindestens 200 nm.

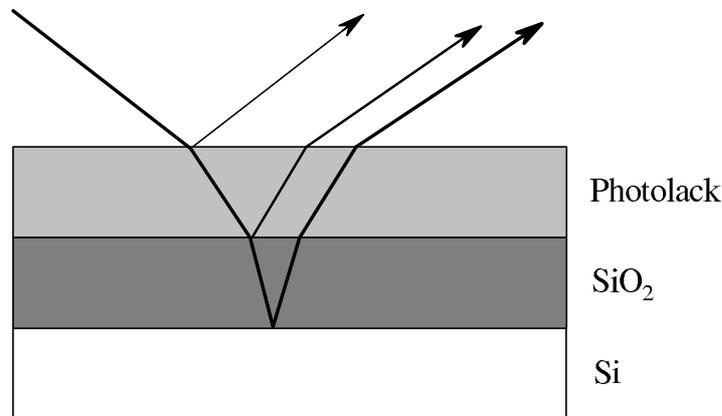


Abbildung 3.4: Reflexionen des Lichts an jeder Schicht des Substrates können zu unbeabsichtigten Belichtungen im Photolack führen.

des Prozesses vom Substrat erklären. Unter Verwendung der Fresnelschen Formeln kann man beispielsweise den reflektierten Anteil der Strahlung an der SiO_2 -Schicht zu etwa 20% abschätzen. Die transmittierte Strahlung wird dann teilweise am Silizium reflektiert, der Rest wird in der Probe absorbiert. Es liegen hier also Störungen von nicht zu vernachlässigender Größenordnung vor. Sie führen dazu, daß auch Bereiche im Photolack, die eigentlich unbelichtet sein sollten, dennoch belichtet werden. Die Interferenzeffekte im Photolack lassen sich kaum verhindern. Die Effekte in den darunterliegenden Schichten können jedoch weitgehend ausgeschlossen werden, indem man das Substrat vor der Zugabe der Photolackschicht mit einer Chromschicht von einigen zehn Nanometern Dicke überzieht. Chrom ist in diesem Fall ein sehr gut geeignetes Material, da es am Ende des Lithographieprozesses leicht wieder entfernt werden kann. Auf diese Weise liegt genau eine reflektierende Schicht unter dem Photolack vor, so daß man von einem wohlkontrollierten Prozeß sprechen kann, der nicht von dem darunterliegenden Substrat abhängt.

Kapitel 4

Mechanische Modifikation und Entfernung von Nanotürmen

In diesem Kapitel werden rasterkraftmikroskopische Untersuchungen zur Modifikation von Nanotürmen in bidestilliertem Wasser vorgestellt. Im ersten Abschnitt 4.1 werden die Techniken beschrieben, die im Rahmen dieser Arbeit zur Modifikation von Nanostrukturen entwickelt wurden. Anschließend werden in Abschnitt 4.2 die beobachteten Modifikationsprozesse vorgestellt und diskutiert. Die Verwendung der Methodik zur Erzeugung von Mustern auf der Nanometerskala wird im letzten Abschnitt 4.3 dieses Kapitels beschrieben.

4.1 Modifikationstechniken

Eine wesentliche Voraussetzung für die kontrollierte Modifikation von Nanostrukturen besteht darin, ein Gerät zur Verfügung zu haben, das sowohl die Strukturen abbilden als auch modifizieren kann. Nur auf diese Weise kann zeitaufwendiges Suchen nach den modifizierten Strukturen wie bei einem Wechsel zwischen Modifikations- und Abbildungsgerät vermieden werden. Zusätzlich sollte das Gerät als Detektor für die Kräfte auf der Nanonewtonskala dienen, die bei den Modifikationsprozessen auftreten. Mit einem RKM hat man einen Teil dieser Voraussetzungen automatisch erfüllt: Unter Verwendung definierter Kräfte können kleinste Strukturen abgebildet werden (s. Abbildung 4.1).

Für die mechanische Modifikation und Entfernung von Nanotürmen mit Hilfe der RKM-Spitze wurden folgende Techniken entwickelt: Zunächst wird die Probe im Kontaktmodus mit minimaler Kraft von etwa 4 nN abgebildet. Dieser Modus wird im Folgenden als „Abbildungsmodus“ bezeichnet. Dann

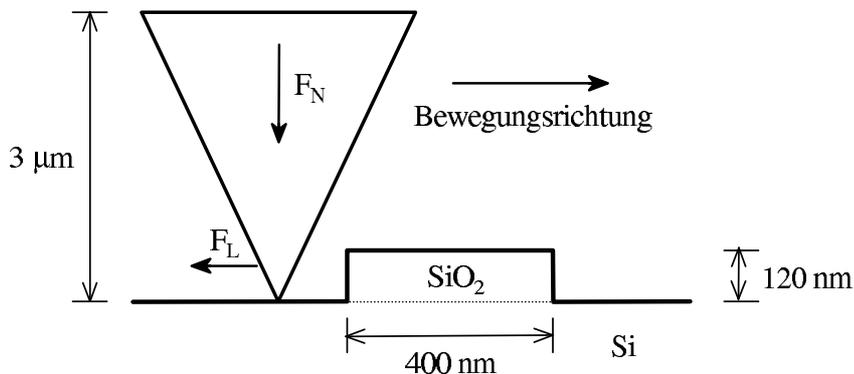


Abbildung 4.1: Mit Hilfe der RKM-Spitze können Oberflächen mit definierter Normalkraft F_N abgebildet werden. Die Lateralkraft F_L kann im Kontaktmodus ebenfalls bestimmt werden [17].

erfolgt die Modifikation der Probe, wobei hier zwei mögliche Methoden zur Verfügung stehen: Im „statischen Modifikationsmodus“ wird die Normalkraft der RKM-Spitze auf die Probe im Vergleich zum Abbildungsmodus erhöht. Die Werte für die Kraft reichen von $8\ \text{nN}$ bis $70\ \text{nN}$. Im „dynamischen Modifikationsmodus“ wird zum einen die Normalkraft im Vergleich zum Abbildungsmodus verdoppelt, zum anderen wird der Cantilever in Schwingungen versetzt. Diese Schwingung erfolgt mit einer Frequenz von $1,75\ \text{kHz}$ und einer Amplitude von $25\ \text{nm}$ (s. Abbildung 4.2). Es hat sich gezeigt, daß die Frequenz für den Modifikationsprozeß nicht ausschlaggebend ist. Zwischen $1\text{-}3\ \text{kHz}$ erhält man vergleichbare Ergebnisse [17]. Im Anschluß an die Modifikation wird die Probe erneut abgebildet, um den Erfolg des Modifikationsprozesses zu kontrollieren. Es besteht also mit der entwickelten Technik die Möglichkeit, zwischen Abbildungs- und Modifikationsmodus hin- und herzuschalten. Damit sind alle Grundvoraussetzungen für die Modifikation von Nanostrukturen und die Detektion der Kräfte mit einem Gerät erfüllt.

4.2 Modifikationsprozesse

Bei Anwendung der in Abschnitt 4.1 beschriebenen Techniken auf SiO_2 -Nanotürme sind mehrere Modifikationsprozesse zu beobachten. In Abbildung 4.3 ist eine typische Modifikation eines ausgewählten Turmes dargestellt, die sowohl im statischen als auch im dynamischen Modifikationsmodus beobachtet wird: Der mittlere Turm in 4.3 a) wird abgebrochen und mit der RKM-Spitze verschoben (4.3 b). Der Bruch tritt am unteren Ende des Turmes auf [17]. Die Rauigkeit der Oberfläche nach dem Bruch ist kleiner als

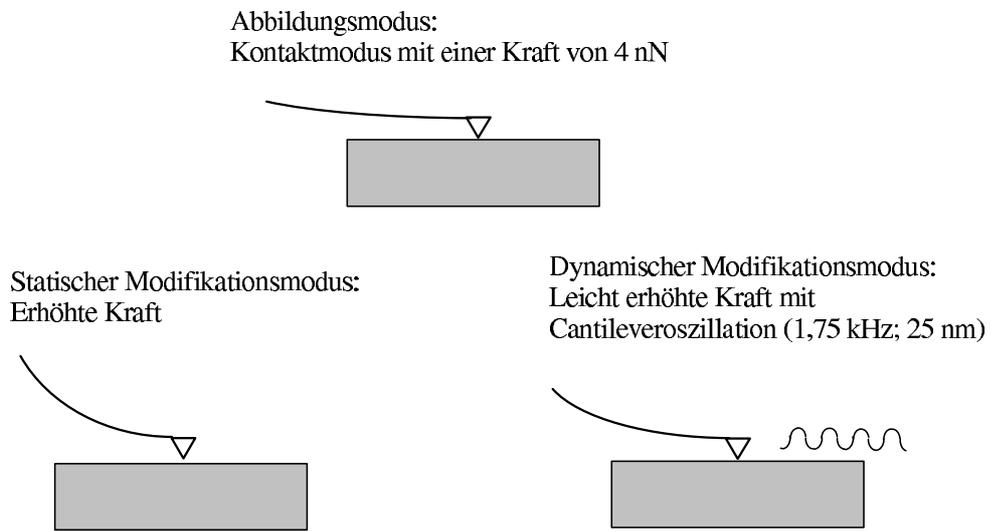


Abbildung 4.2: Techniken für die Abbildung und Modifikation von Nanostrukturen mit Hilfe des RKM [18]

2 nm (s. Abbildung 4.4). Insbesondere ist in der Mitte der ehemalige Standort des entfernten Turmes zu erkennen. Diese neue Oberfläche ist nahezu atomar glatt. Im Vergleich zu der alten Oberfläche in der Umgebung des Turmes fällt eine Stufe in der Topographie auf. Am ehemaligen Standort ist die Oberfläche etwa 1 nm niedriger als in der Umgebung. Dies ist darin begründet, daß die alte Oberfläche der Luftfeuchtigkeit ausgesetzt war. Das hat zur Entstehung einer natürlichen Oxidschicht geführt. Die Dicke dieser natürlichen Oxidschicht hängt von der Umgebung ab und von der Dauer, in der sich die Probe in dieser Umgebung befindet. So ergeben Mes-

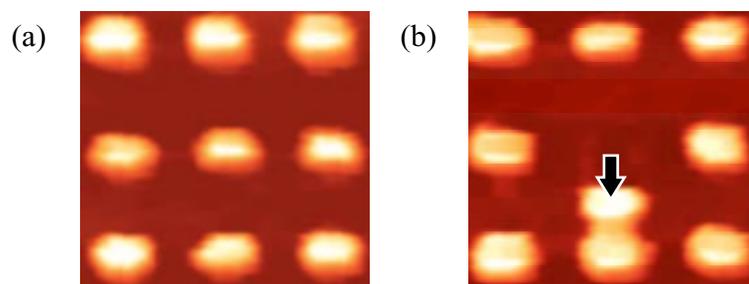


Abbildung 4.3: Durch statische und dynamische Modifikation kann ein Abbrechen des Nanoturmes erreicht werden. Der Turm wird anschließend mit der RKM-Spitze verschoben [17].

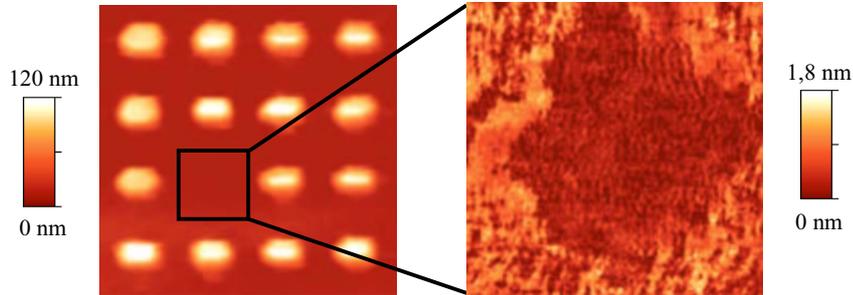


Abbildung 4.4: Probe mit einem entfernten Nanoturm (links) und einem Ausschnitt, der die Bruchfläche zeigt (rechts)

sungen von Morita et al. Werte von bis zu 1 nm Oxidschichtdicke, wenn die Probe 7 Tage bei Raumtemperatur der Luft ausgesetzt ist [32]. Spült man die Probe mit sauerstoffgesättigtem Wasser, so ergibt sich eine vergleichbare Schichtdicke bereits nach 8 Minuten [33]. Die Oxidationsrate nimmt mit abnehmendem Sauerstoffgehalt im Wasser und mit abnehmender Feuchtigkeit an Luft ab [32]. Diese Werte wurden auf unstrukturierten Substraten gemessen. Möglicherweise beeinflusst die Strukturierung der Proben die Dicke der natürlichen Oxidschicht. Dennoch ist mit einer Oxidschichtdicke von mindestens 1 nm zu rechnen, weil die für die Bruchexperimente verwendeten Proben einige Wochen an Luft lagerten und die Messungen in Wasser durchgeführt wurden. Die Stufe in der Topographie von Abbildung 4.4 besagt, daß der Bruch unterhalb der natürlichen Oxidschicht aufgetreten ist. Aufgrund der Höhe der Stufe von etwa 1 nm und der atomar glatten Bruchfläche liegt die Vermutung nahe, daß der Bruch an der SiO_2/Si -Grenzfläche zwischen Turm und Substrat stattfindet.

Diese Überlegung wird durch weitere Tatsachen gestützt: Dies sind zum einen bekannte Eigenschaften des untersuchten Systems und zum anderen neue Finite-Element-Analysen (FEA). Bereits seit den 1960er Jahren ist bekannt, daß SiO_2 -Filme auf Si-Substraten einer Kompressionsspannung ausgesetzt sind [34]. Neuere Messungen ergeben Werte von 40 GPa für eine SiO_2 -Schicht von 120 nm Dicke [35]. Bei Silicon-on-Insulator Wafern wurden an der SiO_2/Si -Grenzfläche Spannungen festgestellt, die auf Versetzungsdefekte zurückgeführt werden [36]. Spannung führt zu einer Schwächung der Grenzfläche, was eine zusätzliche Erklärung für einen Bruch an genau dieser Stelle darstellt.

FEA ergeben eine maximale Spannung am linken Rand des Turmes von

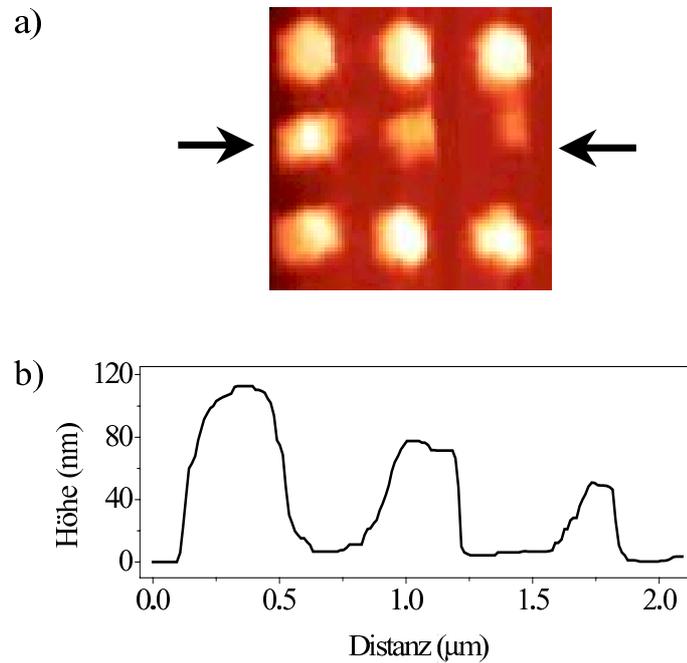


Abbildung 4.5: Graduelle Erosion der Nanotürme im dynamischen Modifikationsmodus [18]

0, 16 GPa [37]. Für Gläser und Keramiken liegen die Werte für die Dehngrenze bei 1 – 10 GPa [38]. So beträgt beispielsweise die mittlere Bruchfestigkeit für Silizium 2,8 GPa [39]. Die Bruchfestigkeit entspricht für spröde Materialien - also Stoffe, bei denen keine plastische Verformung auftritt - der Streckgrenze der Belastung [40]. Diese Grenze ist mit dem berechneten Wert von 0, 16 GPa bei weitem nicht erreicht. Damit ist ein weiterer Hinweis für den Einfluß der Grenzfläche auf das Bruchverhalten der Nanotürme gegeben. Insgesamt läßt sich also festhalten, daß die SiO_2/Si -Grenzfläche als wohldefinierte Sollbruchstelle in dem untersuchten System dient.

Sollbruchstellen sind von großem technologischem Interesse. Im Rahmen von Sicherheitseinrichtungen finden sie auf makroskopischer Skala weite Verbreitung. Als alltägliche Beispiele sind Windschutzscheiben in Autos oder Skistöcke zu nennen. Die in dieser Arbeit beschriebene Funktion der SiO_2/Si -Grenzfläche stellt die erste Beschreibung einer Sollbruchstelle auf der Skala im Nano- und Mikrometerbereich dar. Daraus ergeben sich vielfältige Anwendungsmöglichkeiten, auf die in Kapitel 7 ausführlich eingegangen wird.

Neben dem Bruch der Nanotürme an der SiO_2/Si -Grenzfläche wird im dynamischen Modifikationsmodus ein weiterer Modifikationsprozeß beobachtet: die Erosion der Türme von der Turmspitze her. In Abbildung 4.5 a)

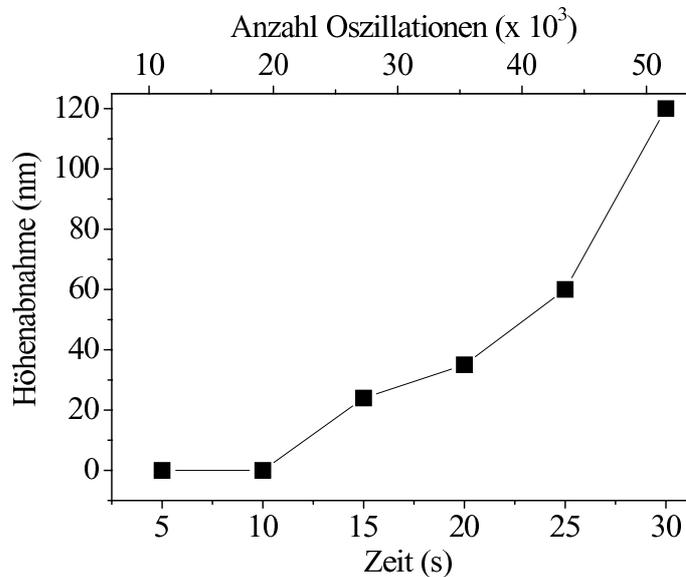


Abbildung 4.6: Die Höhenabnahme der Nanotürme bei dynamischer Modifikation hängt von der Dauer ab, während der sich die Spitze an dem Turm befindet. Diese Dauer läßt sich in Cantilever-Oszillationen umrechnen, die mit der Anzahl „Attacken“ auf den Turm übereinstimmt.

wurden die beiden rechten Türme in der mittleren Reihe mit unterschiedlicher Dauer dynamisch modifiziert. Die Modifikation wurde dabei auf der gesamten Turmoberfläche durchgeführt. Abbildung 4.5 b) zeigt den Querschnitt durch das Bild in a) an der durch die Pfeile markierten Stelle. Hier ist die Abnahme der Turmhöhe und des Turmdurchmessers deutlich zu erkennen. Die Turmhöhe nimmt monoton mit der Modifikationsdauer ab. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 4.6 dargestellt. Die obere x-Achse setzt die verbliebene Turmhöhe mit der Anzahl Oszillationen der RKM-Spitze an dem Turm in Beziehung. Diese Anzahl entspricht den „Attacken“ der Spitze auf die Probe. Für diese Experimente im dynamischen Modifikationsmodus wurde die Kraft, die auf die Türme wirkt, auf 8 nN gesetzt, zuzüglich einer modulierten Kraftamplitude von 1 nN.

In einem weiteren Experiment wird die Veränderung eines Turmes bei dynamischer Modifikation in genau einem Punkt untersucht. Die Modifikation wird hier im Zentrum des Turmes angesetzt. In Abbildung 4.7 wird ein Vergleich der Form des Turmes vor und nach dynamischer Modifikation angestellt: Abbildung 4.7 a) zeigt das Topographiebild eines unmodifizierten Turmes mit dem zugehörigen Querschnitt, der in dem Bild durch die weiße Linie gekennzeichnet ist. Die dynamische Modifikation wird an der durch das

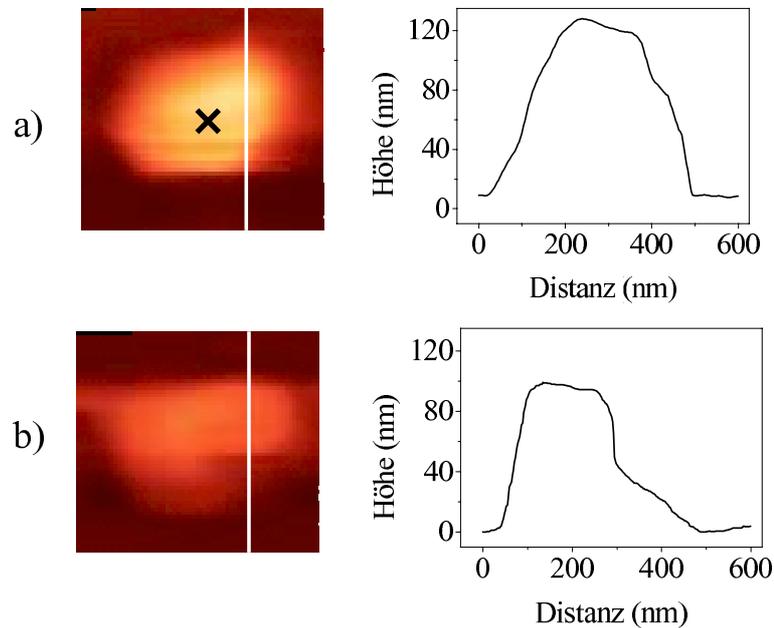


Abbildung 4.7: Asymmetrische Erosion eines ausgewählten Nanoturmes bei dynamischer Modifikation im Zentrum des Turmes (schwarzes „X“) [18]

schwarze „X“ bezeichneten Stelle durchgeführt [18].

Eine dynamische Modifikation in dem gewählten Symmetriepunkt läßt eine symmetrische Veränderung der Form des Turmes erwarten. Nach dem Modifikationsexperiment ergibt sich jedoch folgendes Bild (s. Abbildung 4.7 b): Wegen des Erosionsprozesses ist die maximale Turmhöhe von 120 nm auf 100 nm gesunken. Über die erwartete Modifikation in der markierten Position hinaus wird eine Erosion der gesamten Hälfte des Nanoturmes im unteren Teil des Topographiebildes beobachtet. Hier ist die Höhenabnahme im Vergleich zur oberen Hälfte mehr als verdoppelt. Die dynamische Modifikation in einem Symmetriepunkt führt hier also zu einer asymmetrischen Veränderung der Turmform.

Eine Erklärung für dieses zunächst erstaunliche Resultat wird durch den im Folgenden beschriebenen und in Abbildung 4.8 skizzierten Mechanismus geliefert: Zunächst wird durch Erosion eine Vertiefung an der gekennzeichneten Stelle erzeugt. Dies entspricht der erwarteten Modifikation. Wenn mit der RKM-Spitze diese Vertiefung mit einer definierten, minimalen Normalkraft abgebildet wird, ist gemäß Ogletree et al. [41] die Lateralkraft auf der Seite mit positiver Steigung erhöht. Diese vergrößerte Kraft führt zu einem partiellen Abbrechen des verbleibenden Turmes und zu der beobachteten asymmetrischen Gestalt [18]. Der Bruch des verbleibenden Turmes wird

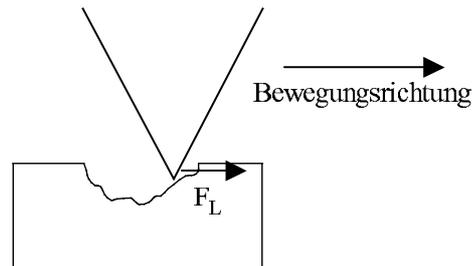


Abbildung 4.8: Durch eine erhöhte Lateralkraft in Bereichen mit positiver Steigung werden bei der Modifikation verbliebene Teile nachträglich entfernt.

möglicherweise auch durch eine Schwächung des gesamten Turmmaterials während der Modifikation erleichtert. Die beobachtete asymmetrische Form ist also ein Resultat aus dynamischer Modifikation kombiniert mit dem anschließenden Abbildungsvorgang. Auch bei der minimalen Kraft, die im Abbildungsmodus auf die Probe wirkt, läßt sich eine Zusatzmodifikation nicht vermeiden.

Bei der Verwendung vergleichbarer Parameter und derselben Spitze wurden im dynamischen Modifikationsmodus reproduzierbar sowohl Bruch als auch Erosion beobachtet. Die Modifikationsart wird durch die Position der Spitze relativ zu dem Nanoturm festgelegt. Zwei wichtige Positionen sind in Abbildung 4.9 durch das schwarze und das weiße „X“ gekennzeichnet. Eine dynamische Modifikation in der Mitte eines Turmes (schwarzes „X“) führt ausschließlich zu Erosion. Bewegt man die Spitze von der Mitte zum Rand des Turmes, so steigt die Wahrscheinlichkeit, daß ein Bruch beobachtet wird. Die maximale Bruchwahrscheinlichkeit tritt auf, wenn die Spitze sich unmittelbar neben dem Turm befindet, wie es durch das weiße „X“ markiert ist. Der Bruch wird dann über die Flanke der Spitze ausgelöst [18].

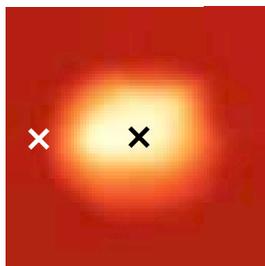


Abbildung 4.9: In Abhängigkeit von der Position der Spitze relativ zum Turm tritt entweder Erosion oder Bruch auf. Das schwarze und das weiße „X“ stellen die beiden ausgezeichneten Spitzenstellungen dar.

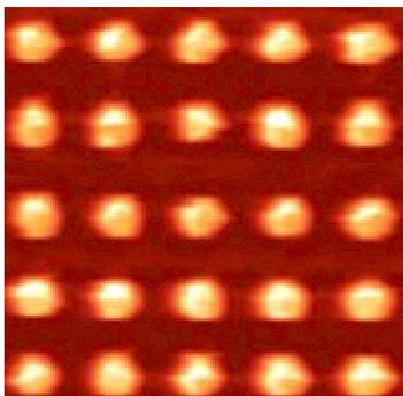
4.3 Mustererzeugung mit Nanotürmen

Mit der Kombination von Abbildungs- und dynamischem Modifikationsmodus steht eine Technik zum kontrollierten Entfernen von Nanotürmen zu Verfügung. Nach der Optimierung aller relevanten Parameter im Modifikationsmodus können einzelne Türme ausgewählt und entfernt werden. Nach jeder Modifikation wird die Probe und das sukzessiv entstehende Muster abgebildet. Mit Hilfe dieser Technik können Muster auf der Nanometerskala generiert werden [17].

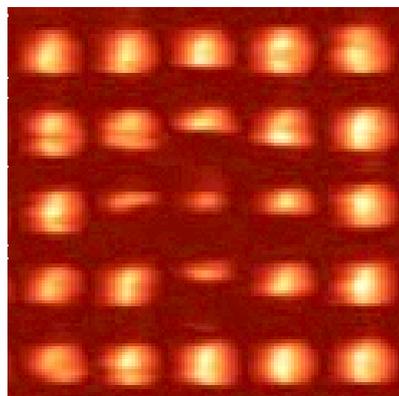
In Abbildung 4.10 ist die Generierung eines Musters in Form eines Kreuzes dargestellt: Abb. 4.10 a) zeigt einen Ausschnitt der Probe vor der Modifikation. Von b) bis e) kann die sukzessive Entfernung der Türme verfolgt werden, die in den meisten Fällen zunächst durch Erosion und anschließend durch Bruch des verbleibenden Turmrestes verläuft. In f) ist schließlich das vollendete Nanomuster in Form eines Kreuzes dargestellt.

Beim Vergleich der verbleibenden Türme in der äußersten Turmreihe mit denjenigen in der unmittelbaren Nähe des Kreuzes scheinen die letzteren in ihrer Gestalt ebenfalls verändert worden zu sein. Dies wird durch eine Analyse des Querschnittes durch das Nanomuster bestätigt (s. Abbildung 4.11). Der rechte der dargestellten Nanotürme befindet sich in der äußeren Reihe um das Muster herum, der linke Turm stellt eine Ecke des Kreuzes dar. In der linken Hälfte des Höhenprofils ist eine deutliche Veränderung des Turmes erkennbar. Der Durchmesser ist auf etwa 70%, die Höhe auf 80% reduziert. Die Gründe für diese unbeabsichtigte Modifikation liegen in der thermischen Drift und dem Piezo-Kriechen (vgl. Kapitel 2), die das präzise Positionieren der Spitze zum Zeitpunkt der Modifikation erschweren. Dieses Problem kann jedoch umgangen werden, indem das Muster von oben nach unten hergestellt wird, d.h. zunächst werden die Türme in der im Bild obersten Reihe entfernt, dann die in der nächsten Reihe etc. Die Probe muß dann nicht vollständig abgebildet werden, um den vorhergegangenen Modifikationsprozeß zu kontrollieren. Es genügt die Abbildung der oberen, modifizierten Turmreihen. Da in diesem Fall die für die Abbildung benötigte Zeit wesentlich kürzer ist als bei Erstellung eines ganzen Bildes, spielen Drift und Piezo-Kriechen eine entsprechend geringere Rolle. Die Positionierung der Spitze kann daher deutlich präziser erfolgen.

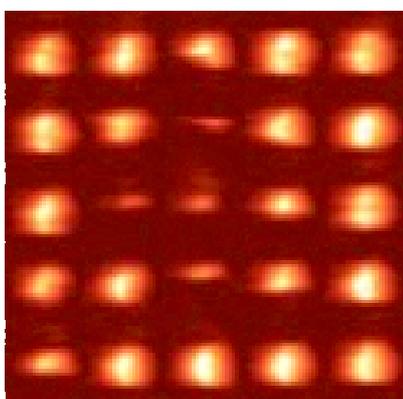
Mit Hilfe dieses verbesserten Modifikationsprozesses werden auch bei komplexeren Nanomustern nur die Türme verändert, bei denen dies auch beabsichtigt ist. Als Beispiel ist in Abbildung 4.12 das Logo des Labors für Mikro- und Nanotechnologie (LMN) abgebildet, an dem diese Arbeit durchgeführt wurde.



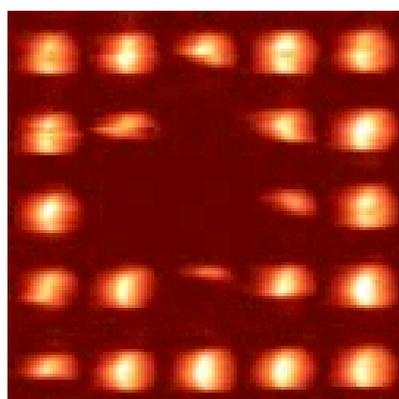
a)



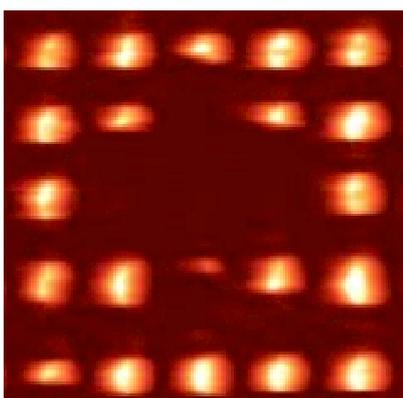
b)



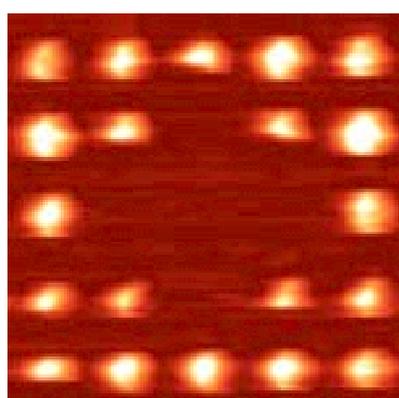
c)



d)



e)



f)

Abbildung 4.10: Sukzessive Generierung eines Nanomusters mit Hilfe des dynamischen Modifikationsmodus

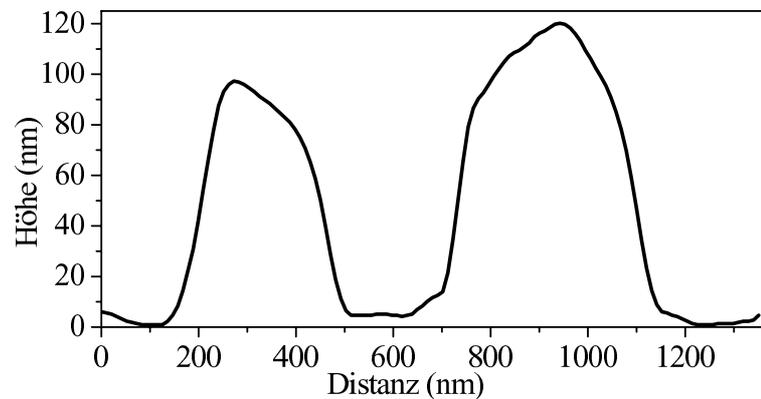


Abbildung 4.11: Vergleich der Querschnitte zweier benachbarter verbleibender Türme bei der Nanomustererstellung aus Abbildung 4.10

Sowohl das Kreuz als auch das LMN wurden mit einer Spitze geschrieben und abgebildet. Es ist kein Unterschied in der Bildqualität vor und nach der Modifikation erkennbar. Dies deutet darauf hin, daß die Spitze durch die Prozedur höchstens minimal beschädigt wird. Dies wird durch eine vergleichende Analyse der Spitze mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) vor und im Anschluß an die Modifikation bestätigt. Bei der neuen Spitze beträgt der Radius des Scheitelpunkts weniger als 50 nm, was die Auflösungsgrenze des REMs darstellt. Der Hersteller gibt sogar einen Wert von 20 nm an.

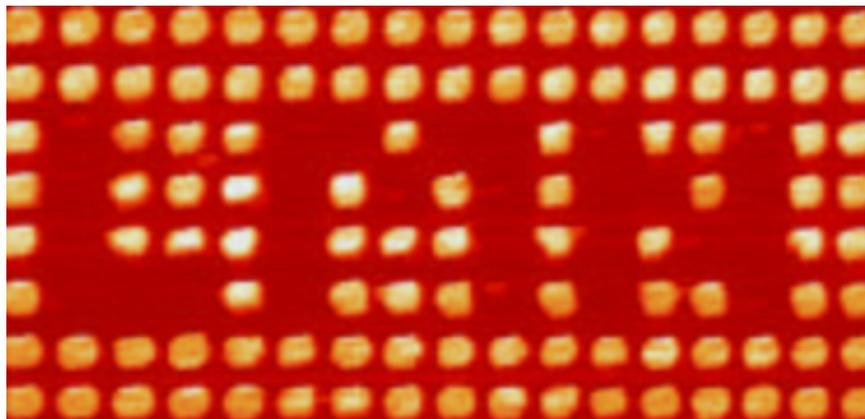


Abbildung 4.12: Unter Verwendung einer Kombination von Abbildungsmodus und dynamischer Modifikation ergibt sich eine Methode, mit der kontrolliert einzelne Türme entfernt und Muster erzeugt werden können. Als Beispiel für ein komplexes Ergebnis dieser Technik ist hier das Logo des Labors für Mikro- und Nanotechnologie (LMN) gezeigt [17].

Nach der Modifikation mehrerer hundert Türme hat sich der Radius auf etwa 100 nm vergrößert. Der Spitzenradius ist immer noch ausreichend, um Strukturen in der gegebenen Größe abzubilden. Es stellt sich heraus, daß nach der intensiven Nutzung der vorderste Teil der Spitze abgebrochen ist, der im Herstellungsprozeß chemisch angespitzt wurde. Würde man diese Spitze für weitere Modifikationsexperimente verwenden, ist mit einer langsameren Zunahme des Spitzenradius zu rechnen. Das Spitzenmaterial Si_3N_4 weist im Vergleich zur Probenoberfläche aus SiO_2 etwa die dreifache Härte auf (14,4 GPa bzw. 4,4 GPa). Es ist also bei einer längeren Verwendungsdauer eine gewisse Abnutzung der Spitze zu erwarten [18].

Kapitel 5

Lateralkraftmessungen

Mit dem RKM im Kontaktmodus kann sowohl die Normalkraft der Spitze auf die Probe als auch die Lateralkraft bestimmt werden. Für den Bruchprozeß sind beide Kräfte von Bedeutung. In Abschnitt 5.1 werden Lateralkraftmessungen in bidestilliertem Wasser beschrieben und simultane Messungen von Lateralkraft und Topographie diskutiert. Im anschließenden Abschnitt 5.2 werden dann Messungen in verschiedenen Flüssigkeiten dargestellt. In diesem Zusammenhang erfolgt die Bestimmung der Reibungskoeffizienten und die Untersuchung der Lateralkraft in Abhängigkeit von der Rastergeschwindigkeit.

5.1 Lateralkraftmessungen in Wasser

Die Lateralkraft während eines Rastervorgangs läßt sich mit dem RKM im Kontaktmodus Linie für Linie verfolgen. In Abbildung 5.1 sind unten die Topographiedaten während des Bruchvorgangs in bidestilliertem Wasser gezeigt. In der Topographiedarstellung wird der Bruch durch die gerade Linie am unteren Turmende angezeigt. Unterhalb dieser Linie ist der Turm nicht mehr vorhanden, also von der Spitze aus dem Bildbereich entfernt. Oben sind die zugehörigen Lateralkraftmessungen für die letzte Rasterlinie unmittelbar vor dem Bruch, die Rasterlinie während des Bruches und diejenige direkt im Anschluß an den Bruch dargestellt. Die Lateralkraft für die drei abgebildeten Türme steigt in der letzten Rasterlinie vor dem Bruch jeweils auf etwa 13 nN an. Die Kurven weisen eine scharfe Spitze am linken Rand der Topographie des Turmes auf. Während des Bruches bricht der Anstieg der Kurve für den mittleren, abgebrochenen Turm bei 10 nN ab. Dies ist der Wert für die Lateralkraft, der für das Abbrechen des Nanoturmes in Wasser benötigt wird. Der Turm hält also zunächst einer maximalen Lateralkraft von 13 nN stand,

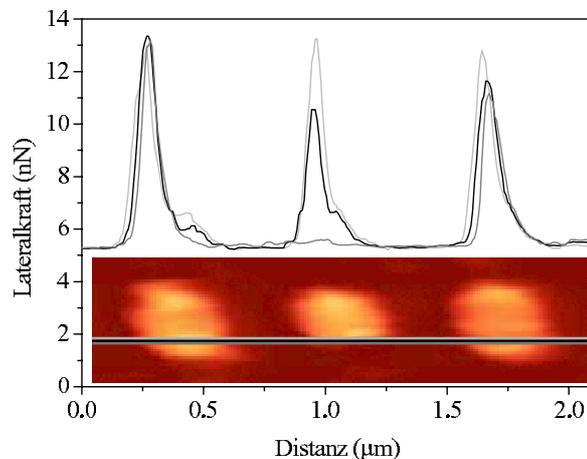


Abbildung 5.1: Lateralkraftmessungen in bidestilliertem Wasser unmittelbar vor dem Bruch (hellgrau), während des Bruches (schwarz) und direkt im Anschluß an den Bruch (dunkelgrau).

um bei der nächsten Rasterlinie bereits bei 10 nN abzurechnen. Das deutet darauf hin, daß es sich bei dem Prozeß um einen Ermüdungsbruch handelt.

Zyklische Ermüdung tritt bei RKM-Untersuchungen durch den Rastervorgang zum Abbilden der Strukturen auf. Die Türme werden dadurch einer wiederholten Be- und Entlastung ausgesetzt. Sowohl statische als auch zyklische Ermüdung führt zu einer Verringerung der Lebensdauer und zu einem Anstieg der Versagenswahrscheinlichkeit [42]. In Abhängigkeit von der Vorgeschichte der Probe kann der Bruch auch schon bei kleinerer Lateralkraft als der hier gemessenen von 10 nN erfolgen. Durch Ermüdung kann die Probe und insbesondere die Sollbruchstelle an der SiO_2/Si -Grenzfläche geschwächt sein. Versagensmessungen an Verbundmaterialien haben ergeben, daß die Grenzfläche zwischen den verschiedenen Materialien stets eine Schwachstelle im System darstellen [43].

Im Anschluß an den Bruch ist der Bereich des mittleren Turmes flach und weist eine geringe Rauigkeit auf. Dies wurde bereits für die Topographiedarstellung 4.4 in Kapitel 4.2 beschrieben und deutet wiederum auf den Bruch des Turmes an seinem unteren Ende, der SiO_2/Si -Grenzfläche, hin. Die dargestellten Lateralkraftmessungen liefern im Zusammenhang mit Finite-Element-Analysen (FEA) einen weiteren Hinweis für die Bedeutung der SiO_2/Si -Grenzfläche in dem Bruchprozeß: Unter Berücksichtigung der Kompressionsspannung an der Grenzfläche läßt sich mit Hilfe der FEA die für einen Bruch benötigte Kraft berechnen. Mit einer leichten Ungenauigkeit in der Größe der Kontaktfläche zwischen Spitze und Turm erhält man einen

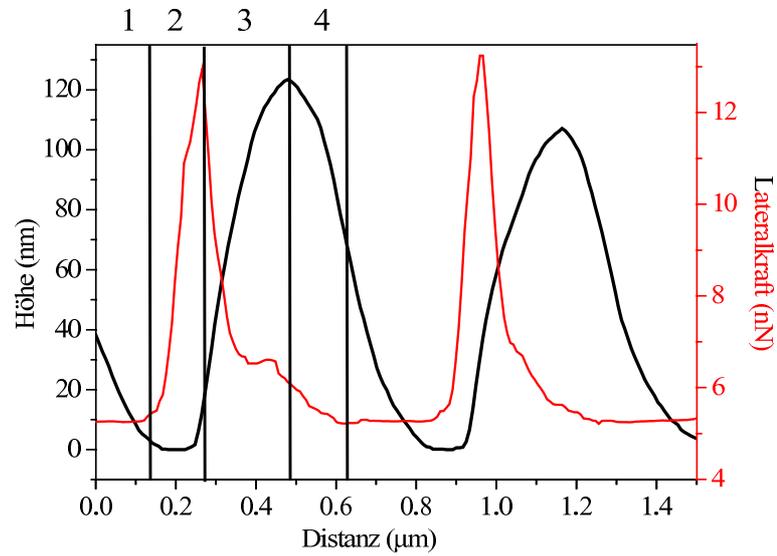


Abbildung 5.2: Simultane Messung von Topographie und Lateralkraft zweier Nanotürme

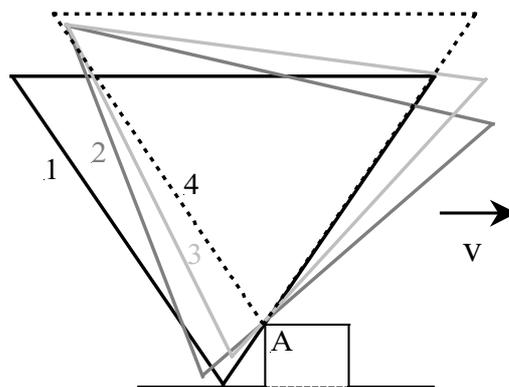


Abbildung 5.3: Schematische Darstellung der Spitzenbewegung während der Abbildung eines Nanoturmes. Die Phasen von 1 bis 4 entsprechen den Bezeichnungen in Abbildung 5.2.

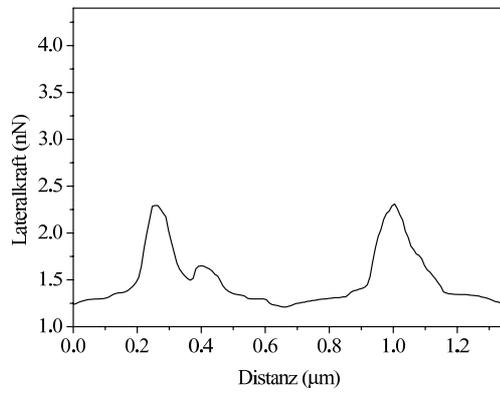
Wert für die Lateralkraft von 29 nN [37], also fast das 3-fache des gemessenen Wertes (10 nN).

Die Bestimmung der Lateralkraft kann mit dem RKM simultan zur Topographiemessung durchgeführt werden. Das Ergebnis für zwei Nanotürme ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Der Querschnitt des Topographie-Bildes ist in schwarz gezeigt, die simultane Lateralkraftmessung in grau. Die mit 1 bis 4 markierten Zonen entsprechen den einzelnen Phasen des Bewegungsvorgangs der RKM-Spitze bei der Abbildung der Türme:

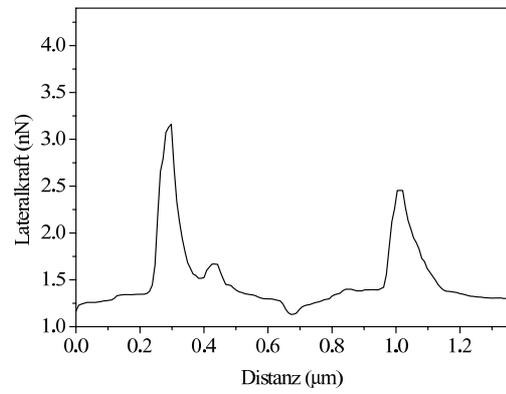
- 1 Die Spitze nähert sich dem Turm bei konstanter Lateralkraft, die beim Rastern in der Ebene auftritt. Die RKM-Spitze tritt mit dem Nanoturm an der linken oberen Ecke des Turmes in Kontakt.
- 2 Die Verdrillung des Cantilevers steigt aufgrund von Haftreibung im Berührungspunkt an. Das führt zu einem Anstieg des Lateralkraftsignals.
- 3 Die Haftreibung im Berührungspunkt geht in Gleitreibung über, die rechte Flanke des Cantilevers bewegt sich nach rechts oben und das Lateralkraftsignal verringert sich wieder.
- 4 Erreicht die RKM-Spitze den oberen Rand des Turmes, so wird die Verdrillung des Cantilevers auf seinen Ausgangswert reduziert.

Diese Bewegung ist schematisch in Abbildung 5.3 gezeigt. Die Phasen der Spitzenbewegung sind in verschiedenen Grautönen dargestellt. Der Punkt, an dem die Spitze auf den Nanoturm trifft, ist mit A bezeichnet. Die Spitzenbewegung ist eine Überlagerung aus horizontaler, konstanter Rasterbewegung mit vertikalen Auslenkungen des Cantilevers. Diese vertikalen Auslenkungen sind ein Ergebnis der Oberflächentopographie und der Verdrillung des Cantilevers.

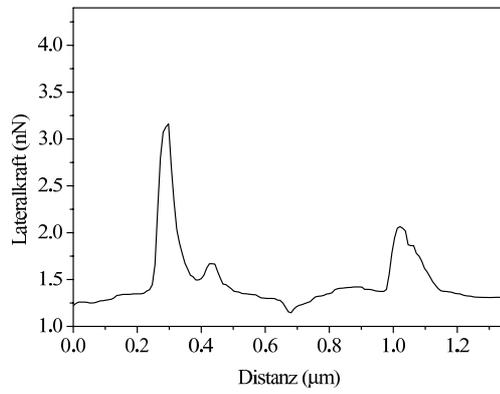
In manchen Fällen wird der Nanoturm nach dem Bruch nicht aus dem Bildbereich verschoben, sondern bleibt an einem anderen Turm hängen und kann so auch hinterher noch abgebildet werden. Eine solche Situation ist in Abbildung 5.4 geschildert. In den Lateralkraftmessungen von sechs aufeinanderfolgenden Rasterlinien ist der Bruchvorgang dokumentiert. Die geringeren Werte für die Lateralkraft beim Bruch im Vergleich zu Abbildung 5.1 sind durch den zyklischen Ermüdungsprozeß vielfachen Rasterns zu erklären. Zu Beginn (Abbildung 5.4 a) weisen beide Türme eine ähnliche Gestalt der Lateralkraftkurve auf. Die Höhe der Kurvenspitze beträgt etwa 2,2 nN. Der linke Nanoturm weist am rechten Rand der Lateralkraftkurve bei 420 nm eine kleine Zusatzspitze auf, die auf eine leichte Rauigkeit des Turmes auf seiner Oberfläche hindeutet. Bis zum Bruch in Abbildung 5.4 c) nimmt die



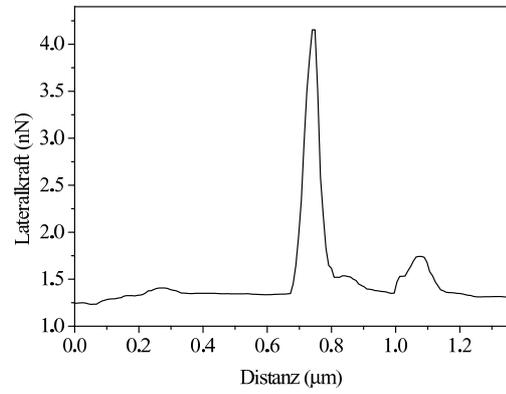
a)



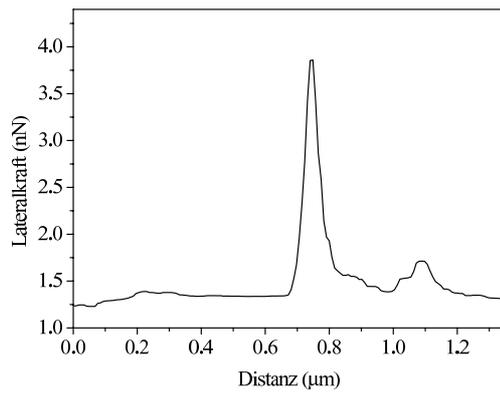
b)



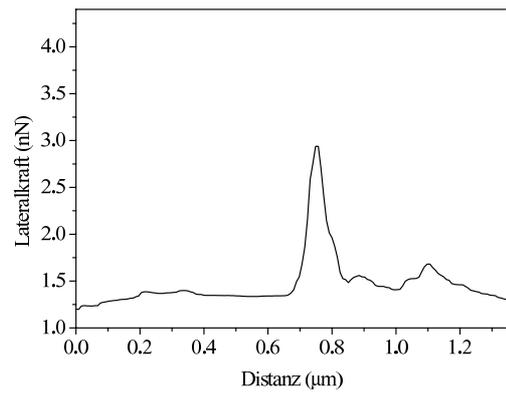
c)



d)



e)



f)

Abbildung 5.4: Lateralkraftmessung während eines Bruches mit anschließender Verschiebung eines Nanoturmes durch die RKM-Spitze

Höhe der Spitze um etwa 1 nN zu. Nach dem Bruch tritt die Kurvenspitze etwa 400 nm weiter rechts auf. Der Turm wurde also nach rechts verschoben. Die Oberfläche an dem ursprünglichen Ort des Turmes ist flach (5.4 d). Die Höhe der linken Spitze hat nochmals um 1 nN zugenommen. Auffällig ist die deutlich kleinere Lateralkraft am rechten Turm im Vergleich zu den Werten vor dem Bruch. Der verschobene linke und der rechte Turm stehen nun so nahe beieinander, daß die RKM-Spitze den Boden nicht mehr erreicht. Die Verdrillung nimmt daher nicht mehr den vorherigen Wert an. Im Verlauf der letzten beiden Messungen 5.4 e) und f) werden beide Kurvenspitzen wieder kleiner. Die beiden Türme werden durch die RKM-Spitze beim Rastervorgang näher aneinandergerückt.

5.2 Bestimmung der Reibungskoeffizienten in verschiedenen Flüssigkeiten

In vielen Fällen ergibt sich auf makroskopischer Skala für Normal- und Lateralkraft ein linearer Zusammenhang, der eine Bestimmung des Reibungskoeffizienten μ ermöglicht [4]:

$$F_L = \mu \cdot F_N \quad (5.1)$$

Obwohl die lineare Abhängigkeit für makroskopische Experimente häufig auftritt, wird diese Beobachtung für mikroskopische Versuche mit nur einer Kontaktfläche nicht erwartet. Die lineare Abhängigkeit auf makroskopischer Skala wird durch eine Zunahme der Kontaktflächen mit ansteigender Last verursacht. Da dies für Experimente mit einer einzelnen Kontaktfläche nicht gelten kann, ist im mikroskopischen Fall im allgemeinen mit einem nichtlinearen Zusammenhang zu rechnen [4]. Eine Ausnahme von dieser Regel wird beispielsweise von Mate et al. für Wolfram-Spitzen auf Graphit beschrieben. Hier ergibt sich eine nahezu lineare Abhängigkeit der Lateralkraft von der Normalkraft mit einem Reibungskoeffizienten von 0,01 [4, 44].

Eine Bestimmung der Reibungskoeffizienten wird im Folgenden für das in dieser Arbeit untersuchte System von Siliziumnitrid-Spitzen auf einem Substrat aus Silizium bzw. natürlichem Siliziumoxid beschrieben. Diese Daten erlauben eine Interpretation der Einflüsse der verschiedenen Flüssigkeiten im Nanoturm-Bruchprozeß. Ein wesentlicher Aspekt liegt in den unterschiedlichen lubrikativen Eigenschaften der verwendeten Flüssigkeiten. Das Maß für die Schmierung einer Materialkombination durch eine Flüssigkeit wird durch den Reibungskoeffizienten dargestellt.

In Abbildung 5.5 ist die Abhängigkeit der Lateralkraft von der Normal-

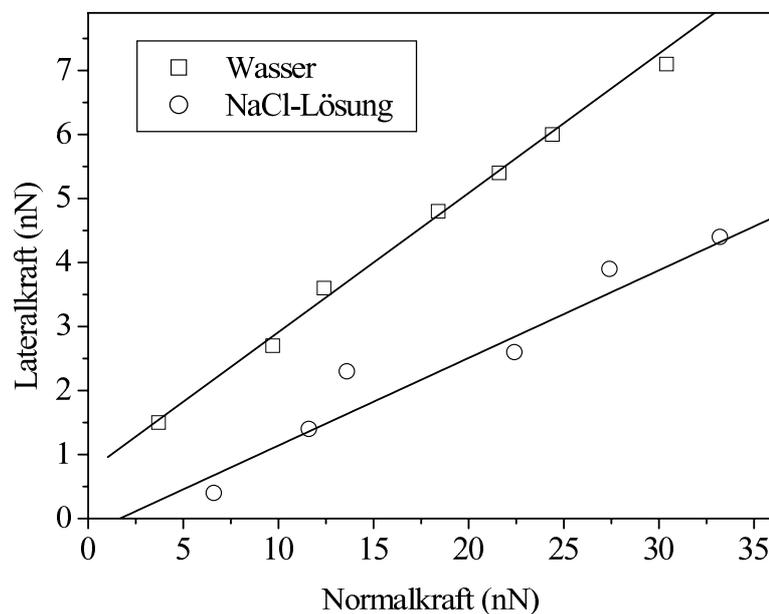


Abbildung 5.5: Lateralkraft in Abhängigkeit von der Normalkraft in Wasser und Kochsalzlösung.

kraft für bidestilliertes Wasser und Kochsalzlösung gezeigt. Die Quadrate sind die Datenpunkte für Wasser, die Kreise diejenigen für die Kochsalzlösung. Es ist ein nahezu linearer Zusammenhang erkennbar. Die Regressionsgeraden schneiden die y-Achse bei Werten, die deutlich kleiner als 1 nN sind. Da die Ungenauigkeit der Messung bei dem verwendeten Gerät schon in dieser Größenordnung liegt, ist diese Abweichung vom Koordinatenursprung vernachlässigbar. Die Steigung der Regressionsgeraden gibt also entsprechend der obigen Gleichung den Reibungskoeffizienten an. Dieser beträgt für Wasser 0,22, für NaCl-Lösung 0,15. Ist der Schwellenwert für die Bruchkraft der Nanotürme nur durch die Schmierwirkung der Flüssigkeit gegeben, so müssten die Türme in Wasser bei einer meßbar geringeren Normalkraft abbrechen. Dies wird in Abschnitt 6.3 untersucht werden.

Die entsprechenden Daten für Hexanol und Silikonöl (beide von der Firma Fluka) sind in Abbildung 5.6 im Vergleich zu denen von Wasser dargestellt. Die Abweichung der Meßpunkte von der Regressionsgeraden ist hier verglichen mit den Daten für Wasser etwas größer. Das liegt hauptsächlich an den geringen Lateralkräften von weniger als 2 nN, die hier gemessen wurden und die schon nahe an der Auflösungsgrenze sind. Die Regressionsgeraden für Hexanol und Silikonöl liegen sehr nahe beieinander. Beide schneiden die y-Achse bei sehr kleinen Lateralkraftwerten, so daß man auch hier von einem linearen Zusammenhang sprechen kann. Die Steigung der Regressionsgeraden und da-

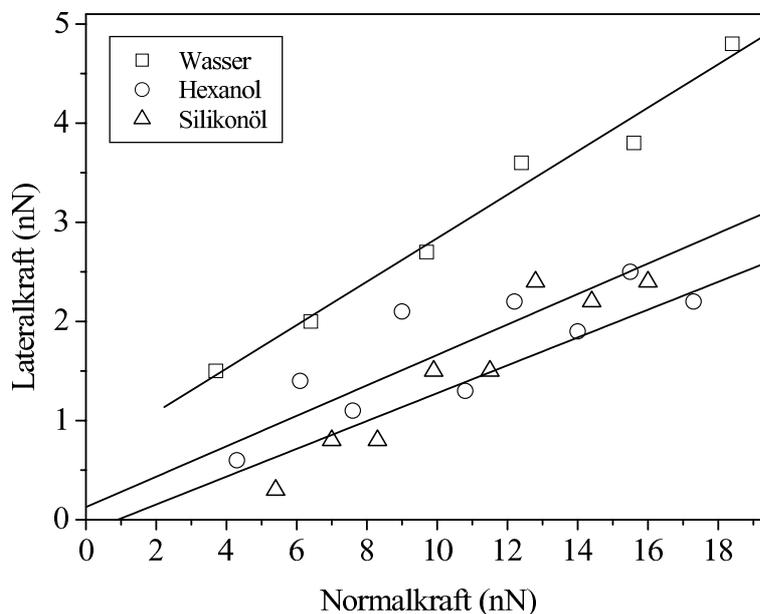


Abbildung 5.6: Lateralkraft in Abhängigkeit von der Normalkraft in Wasser, Hexanol und Silikonöl.

mit der Wert des Reibungskoeffizienten beträgt für das gegebene System in Hexanol 0,15 und in Silikonöl 0,14. Setzt man diese Werte noch in Relation zu dem Reibungskoeffizienten in Wasser von 0,22, so ist zu erwarten, daß die Normalkraft, die zum Abbrechen der Nanotürme benötigt wird, in der Reihenfolge Wasser, Hexanol und Silikonöl zunimmt.

Obwohl die Ursprünge von Reibung schon seit Jahrhunderten diskutiert werden, wurden bis vor wenigen Dekaden ausschließlich makroskopische Studien vorgenommen [45]. Auf makroskopischer Skala ist die Reibung von der Gleitgeschwindigkeit nahezu unabhängig [2]. Bei mikroskopischen Untersuchungen geht man heutzutage von einem linearen Reibungsgesetz aus: $F_L \propto v$ mit der Reibungs- oder Lateralkraft F_L und der Gleitgeschwindigkeit v . Änderungen der Reibungseigenschaften, die beim Übergang von der makroskopischen zur mikroskopischen Skala auftreten, sind für mikromechanische Systeme von großer Bedeutung. Funktionsweise und Haltbarkeit können dadurch unter Umständen stark beeinflusst werden.

Mikroskopische Messungen der Reibungskraft in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit werden beispielsweise für das System Saphir auf natürlichem Siliziumoxid von Liu et al. [46] beschrieben. Hier ergibt sich bei Verwendung der hohen Last von $800 \mu\text{N}$ mit zunehmender Geschwindigkeit eine Abnahme der Reibungskraft auf ca. $2/3$ des Anfangswertes. Die Geschwindigkeit wurde von $0,1$ bis $60 \mu\text{m/s}$ variiert [46]. Diese Ergebnisse

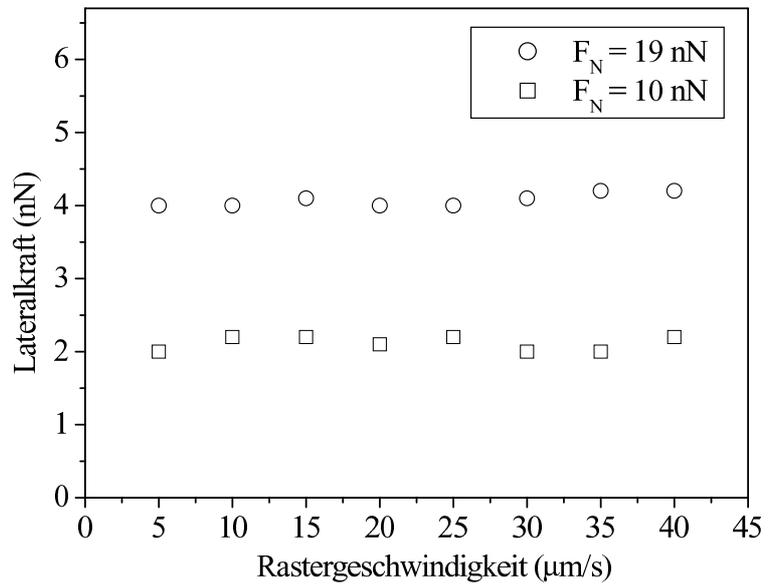


Abbildung 5.7: Lateralkraft in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit der RKM-Spitze in Wasser.

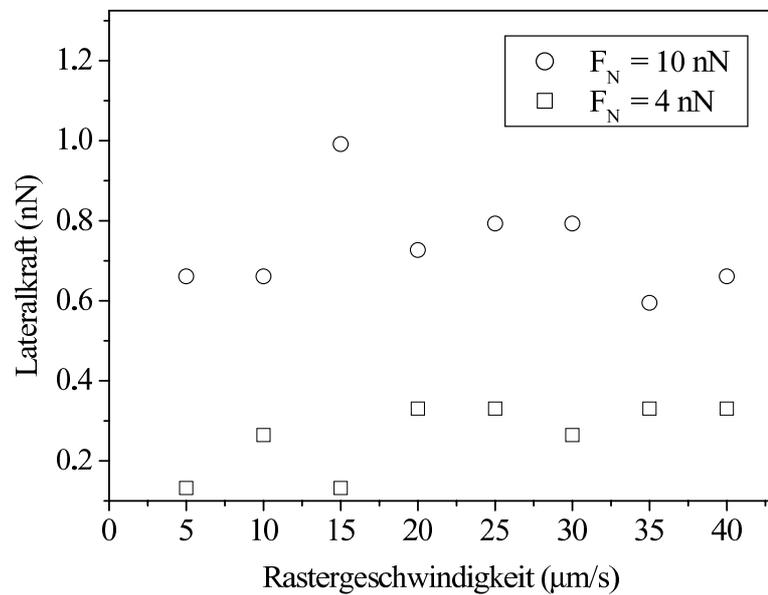


Abbildung 5.8: Lateralkraft in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit der RKM-Spitze in Hexanol.

können aufgrund der unterschiedlichen Materialien, der verschiedenen Umgebung und der um fünf Größenordnungen höheren Last nicht auf das in dieser Arbeit untersuchte System übertragen werden.

Die Abhängigkeit der Lateralkraft von der Gleitgeschwindigkeit einer Siliziumnitrid-Spitze auf dem natürlichen Oxid des Silizium-Substrates wird im Folgenden erläutert. In Abbildung 5.7 ist die Messung für das gegebene System in Wasser für Geschwindigkeiten von 5 bis 40 $\mu\text{m/s}$ dargestellt. Für die Last wurden zwei fixe Werte von 10 nN und 19 nN gewählt. In diesem Fall ist die Reibungskraft über den gesamten Meßbereich konstant, also unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit. Die Reibungseigenschaften dieses Systems entsprechen also eher denjenigen auf makroskopischer als auf mikroskopischer Skala. Dieses Ergebnis ist auf dieselbe Materialkombination in Hexanol übertragbar. In 5.8 sind diese Resultate abgebildet. Abgesehen von einer größeren Schwankung der Werte, die auf größere Ungenauigkeiten bei Kräften unter 1 nN zurückzuführen sind, ist auch hier die konstante Lateralkraft bei einer Geschwindigkeitsvariation von 5 bis 40 $\mu\text{m/s}$ zu erkennen. Nach diesen Ergebnissen kann davon ausgegangen werden, daß die Bruchkraft der Nanotürme nicht oder nur unwesentlich von der Geschwindigkeit der Spitze abhängt.

Kapitel 6

Kraftstatistische Untersuchungen

Im statischen Modifikationsmodus erfolgt die Entfernung der Türme beim Rastervorgang. Auf diese Weise wird die vorgegebene Kraft auf eine Vielzahl von Türmen innerhalb kurzer Zeit ausgeübt. Daher eignet sich dieser Modifikationsmodus besonders, um kraftstatistische Untersuchungen durchzuführen. Im ersten Abschnitt dieses Kapitels werden statistische Messungen in bidestilliertem Wasser beschrieben und diskutiert. Im Vergleich dazu werden in den folgenden Abschnitten 6.2 und 6.3 Experimente in anderen Flüssigkeiten und die sich daraus ergebenden Modifikationsformen vorgestellt.

6.1 Statistische Messungen in Wasser

Im statischen Modifikationsmodus kann durch Variation der definierten Kraft und der Anzahl der Abbildungsvorgänge der Prozentsatz der abgebrochenen Türme festgelegt werden. In Abbildung 6.1 ist das Resultat einer statischen Modifikation in einem $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ großen Feld dargestellt. Aus diesem Übersichtsbild, das im Anschluß an die Modifikation im Abbildungsmodus erstellt wurde, kann der Prozentsatz der entfernten Türme ermittelt werden.

Für den Bruchvorgang sind sowohl die normale als auch die laterale Komponente der Kraft verantwortlich. Zwischen beiden besteht gemäß Abschnitt 5.2 ein linearer Zusammenhang. Für die Auswertung der statistischen Messungen wird daher die Normalkraft als die direkt zugängliche Kraft verwendet.

Werden die Experimente in bidestilliertem Wasser durchgeführt, so ergeben sich die in Abbildung 6.2 gezeigten Daten. Für eine Reihe der oben beschriebenen Experimente mit variiertem Modifikationskraft von 5 – 25 nN

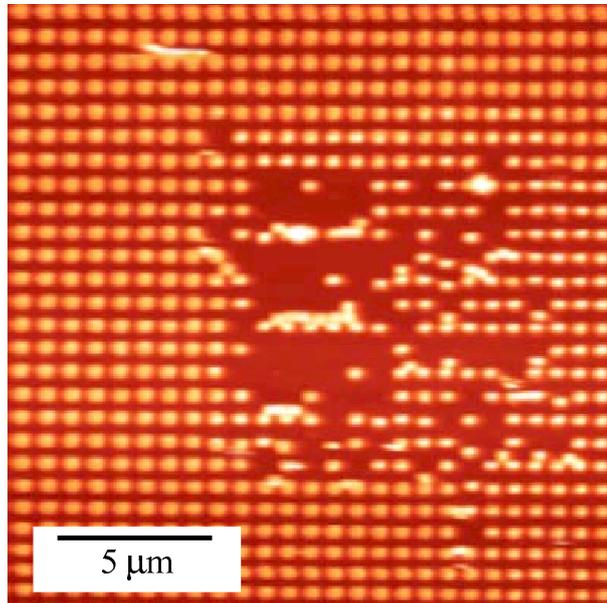


Abbildung 6.1: Übersichtsbild nach statischer Modifikation in einem $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ großen Feld

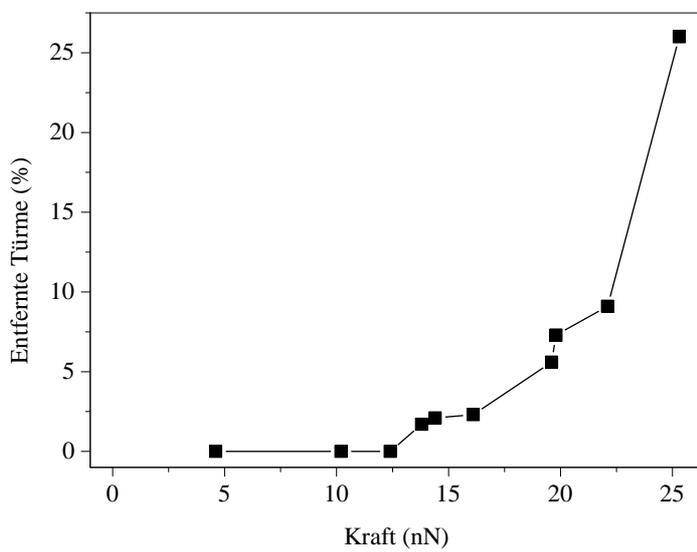


Abbildung 6.2: Anteil der entfernten Türme in Abhängigkeit von der Modifikationskraft.

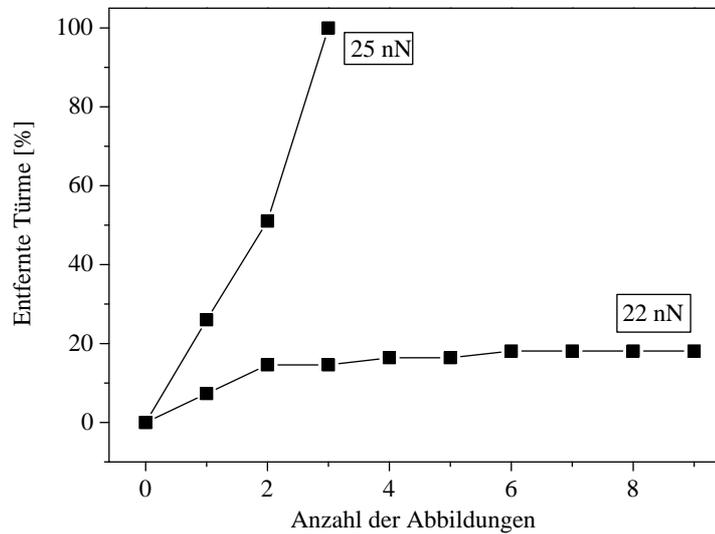


Abbildung 6.3: Anteil der entfernten Türme in Abhängigkeit von der Anzahl der Rasterabbildungen.

ist der Anteil der entfernten Türme aufgetragen. Unterhalb eines Kraftschwellenwertes von 13 nN wird keine Modifikation der Probe beobachtet. Über diesem Schwellenwert steigt die Zahl der entfernten Türme monoton an. Der gemessene Schwellenwert von 13 nN für die Bruchkraft ist charakteristisch für das verwendete System SiO_2/Si in bidestilliertem Wasser.

Wiederholtes Abbilden im statischen Modifikationsmodus läßt die Anzahl der abgebrochenen und entfernten Türme monoton ansteigen (s. Abbildung 6.3). Wird eine Kraft von 22 nN auf die Oberfläche ausgeübt, so erreicht der Anteil der entfernten Nanotürme asymptotisch einen Wert von 18%. Nach drei Rasterabbildungen mit 25 nN sind dagegen sämtliche Türme abgebrochen und verschoben. Es entscheidet also die Kraftdifferenz ΔF von 3 nN darüber, ob 18% oder 100% der Türme entfernt werden. Unter der Annahme, daß dieses ΔF nur durch die Dickenvarianz der Nanotürme gegeben ist, ergibt sich eine solche von 35%. Überprüft man dieses rechnerische Ergebnis mit dem RKM, so erhält man eine Dickenvarianz von weniger als 10%. Diese Abweichung beweist, daß die Dickenvarianz als alleinige Erklärung für die minimale Kraftdifferenz von 3 nN nicht ausreicht. Dies ist eine weitere Bestätigung für die bereits in Abschnitt 4.2 diskutierte Rolle der Grenzfläche zwischen dem Turmmaterial SiO_2 und dem Substratmaterial Si.

Zusätzlich zum Einfluß der Grenzfläche auf den Bruchprozeß muß die

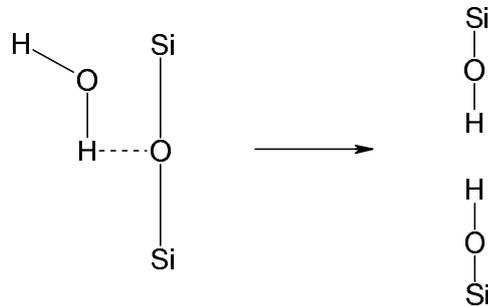


Abbildung 6.4: Spannungsinduzierte chemische Reaktion an der Spitze eines Risses in Wasser [47]

Rolle der Flüssigkeit berücksichtigt werden, in der die Experimente stattfinden. Die bisher beschriebenen Experimente wurden in bidestilliertem Wasser durchgeführt. In Untersuchungen von Lawn [42] werden die chemischen Wechselwirkungen von Wasser an Bruchgrenzflächen in Glimmer beschrieben. Die Experimente zeigen, daß das Wasser die Grenzflächenenergie verringert, so daß eine geringere Kraft zur Bruchinitialisierung benötigt wird. Diese Resultate gelten entsprechend für andere spröde Materialien, zu denen auch SiO_2 zählt. Abschätzungen zeigen, daß die Grenzflächenenergie von Silica in Wasser mit 4 mJ/m^2 nur etwa ein Achtel des Wertes für Luft (31 mJ/m^2) beträgt [48].

Ein zweiter Einfluß des Wassers besteht darin, daß in dieser Umgebung die Rißausbreitung in SiO_2 beschleunigt wird. Dies wird auf eine spannungsinduzierte chemische Reaktion an der Rißspitze zurückgeführt. Die von Michalske et al. vorgeschlagene Reaktion von Wassermolekülen an der Si – O-Bindung einer Rißspitze ist in Abbildung 6.4 dargestellt [47]. Dieses Modell liefert zur Zeit den wahrscheinlichsten Mechanismus für das Bruchverhalten von SiO_2 in der Gegenwart von Wasser [16]. Kinetische Studien zeigen, daß auf Spannungen zurückführbare Oberflächendefekte als starke Säure/Base-Zentren fungieren. Sie reagieren mit Chemikalien wie beispielsweise Wasser etwa 100000mal schneller als Siloxan-Brücken, die nicht unter Spannung stehen [49]. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Rissen in SiO_2 wird durch Wasser um 12 Größenordnungen erhöht [50]. In der Gegenwart von Wasser ist die Energie zum Aufbrechen der Si – O-Bindung im Vergleich zu dem Vorgang in trockener Umgebung wesentlich reduziert. Dies führt dazu, daß die Festigkeit des Materials an Stellen mit mechanischen Spannungen durch Wasser verringert wird.

6.2 Vergleichende Untersuchungen in Wasser, Hexanol und Silikonöl

Wasser kommt, wie in Abschnitt 6.1 beschrieben, in Bruchprozessen eine besondere Rolle zu. Nach den kraftstatistischen Messungen in Wasser wurden entsprechende Untersuchungen auch in anderen Flüssigkeiten durchgeführt. In Abbildung 6.5 sind die Ergebnisse für die entsprechenden Experimente in den drei Medien Wasser, Hexanol und Silikonöl dargestellt. Für Hexanol

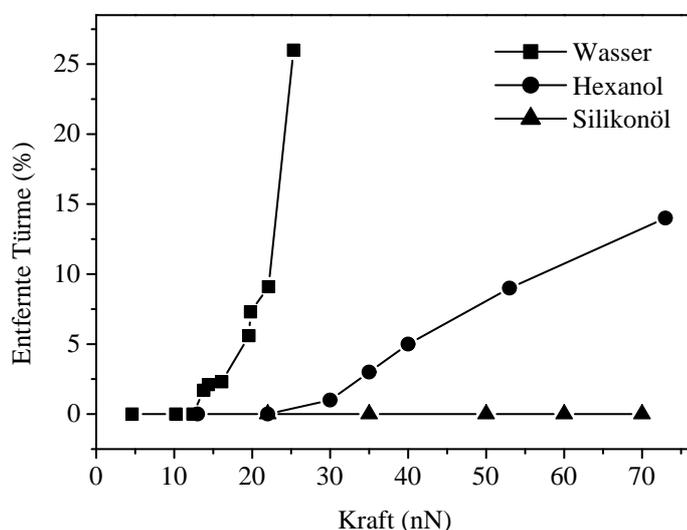


Abbildung 6.5: Kraftstatistische Messungen in verschiedenen Flüssigkeiten.

erhält man ein zum Wasser vergleichbares Resultat: Bis zu einem definierten Schwellenwert für die Kraft ist kein Bruch zu beobachten. Der Schwellenwert von Hexanol ist jedoch mit 25 nN nahezu doppelt so groß wie der für Wasser. In Silikonöl führt selbst die maximal anwendbare Kraft von 70 nN nicht zu einem Bruch der Türme. Dieses Ergebnis entspricht den Erwartungen, da die Schmierfähigkeit der Flüssigkeiten in der Reihenfolge Wasser, Hexanol und Silikonöl zunimmt (vgl. Abschnitt 5.2).

Auch der chemische Einfluß der flüssigen Umgebung paßt mit diesen Ergebnissen zusammen. In Abschnitt 6.1 wurde eine spannungsinduzierte chemische Reaktion von Wassermolekülen an der Reißspitze beschrieben. Eine entsprechende Reaktion ist auch in Hexanol vorstellbar (s. Abbildung 6.6). Die im Vergleich zum Wasser verringerte Säurestärke der

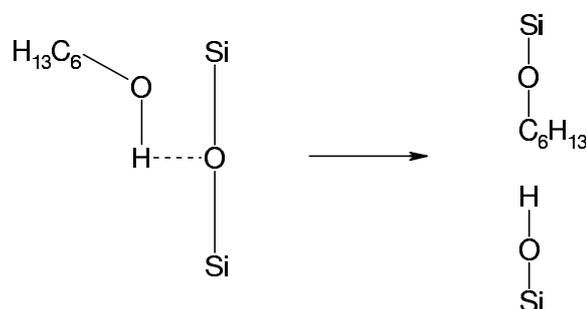


Abbildung 6.6: Spannungsinduzierte chemische Reaktion an der Spitze eines Risses in Hexanol

Flüssigkeitsmoleküle führt jedoch dazu, daß die Reaktion in Hexanol weniger leicht stattfindet. Die beschriebenen Ergebnisse stimmen daher mit Überlegungen bezüglich des Einflusses der Säurestärke auf die Reißgeschwindigkeit überein [42, 47]. Außerdem stellt die relative Größe des Hexanolmoleküls eine Erschwernis dar, die nur atomar große Reißspitze zu erreichen. Neben chemischen Gründen sprechen also auch sterische Argumente dafür, daß die Reaktion in Wasser mit einer größeren Wahrscheinlichkeit auftritt als in Hexanol.

Beides gilt in noch verstärktem Maße für Silikonöl: Diese polymere Flüssigkeit ist chemisch inert und besteht aus großen Molekülen, deren Masse die der Hexanolmoleküle um drei Größenordnungen übersteigt. Das erklärt die Tatsache, daß in Silikonöl auch bei maximaler Kraft kein Bruch zu beobachten ist. In allen Flüssigkeiten muß außerdem davon ausgegangen werden, daß sich auf der Probenoberfläche Wasser befindet, weil die Proben an Luft gelagert wurden. Die Lösungsmittel enthalten aus demselben Grund geringe Mengen Wasser. Dies wird im Bruchprozeß auch eine Rolle spielen.

Es gibt noch einen dritten Punkt, der im Zusammenhang mit den Ergebnissen in verschiedenen Flüssigkeiten diskutiert werden sollte, wenn auch seine Bedeutung im Vergleich zu den oben genannten Einflüssen gering ist. Es muß berücksichtigt werden, daß es sich bei Silikonöl um eine „aprotische“

Flüssigkeit	Kationenkonzentration (Ionen/l)	Kraftschwellenwert (nN)
Wasser, bidestilliert	$6,0 * 10^{18}$	13
Hexanol	$1,7 * 10^{13}$	25
Silikonöl	10^{-4}	> 70

Tabelle 6.1: Zusammenhang zwischen der Ionenkonzentration und dem Schwellenwert für die Kraft

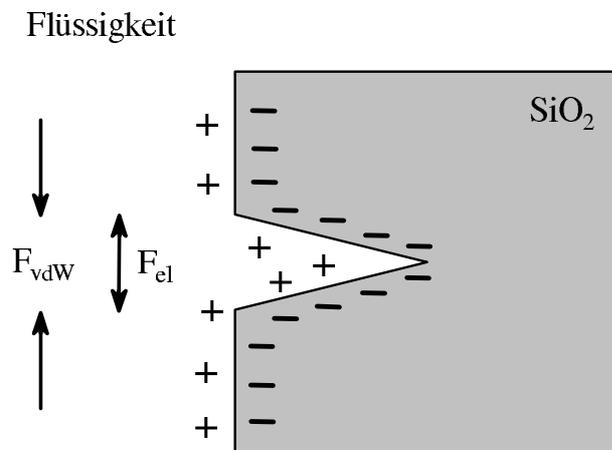


Abbildung 6.7: Modell zur Beschreibung der beobachteten Reduktion des Kraftschwellenwertes bei elektrostatischer Wechselwirkung.

Flüssigkeit handelt, d.h. die Moleküle enthalten kein ionisierbares Proton, das freigesetzt werden könnte [51]. Im Gegensatz dazu ist dies bei Hexanol und Wasser möglich; sie werden daher als „protische“ Lösungsmittel bezeichnet [51]. In dem aprotischen Medium Silikonöl ist die Oberfläche der Probe ungeladen. Die einzigen Kräfte, die hier in einem Riß wirken sind daher attraktive van der Waals Kräfte. Die Situation ist daher derjenigen an Luft vergleichbar, was eine hohe Kraft zum Abbrechen der Türme zur Folge hat.

In den protischen Lösungsmitteln Wasser und Hexanol ist die Probenoberfläche dagegen geladen. Die attraktive van der Waals Wechselwirkung wird daher in diesen Flüssigkeiten durch eine repulsive elektrostatische Wechselwirkung reduziert (s. Abbildung 6.7). Dies erklärt auch die geringeren Bruchkräfte in Wasser und Hexanol im Vergleich zu Silikonöl. Für steigende Ionenkonzentrationen nähert sich die Wechselwirkung aufgrund der Abschirmung wieder dem Wert für die van der Waals Kraft [23]. Die Ionenkonzentrationen der verwendeten Flüssigkeiten sind in Tabelle 6.1 aufgelistet. Demnach wäre für Wasser wegen einer höheren Ionenkonzentration eine höhere Bruchkraft als für Hexanol zu beobachten, was jedoch nach Abbildung 6.5 nicht der Fall ist. Der Einfluß der elektrostatischen Kräfte muß also im Vergleich zu den Schmiereigenschaften der Flüssigkeiten und den spannungsinduzierten chemischen Reaktionen eine untergeordnete Rolle spielen.

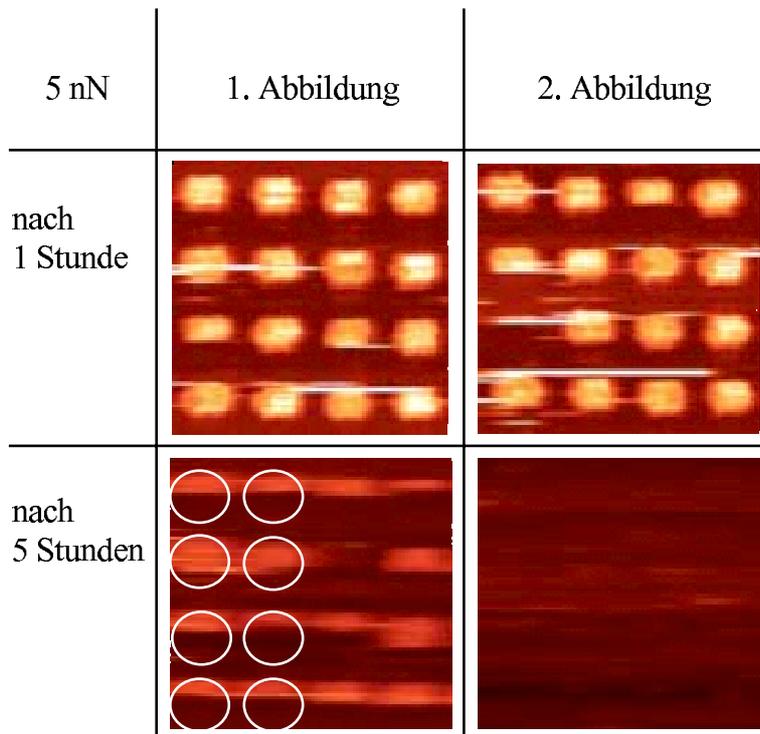


Abbildung 6.8: Abbildung der Nanotürme bei konstanter Kraft von 5 nN in Kochsalzlösung

6.3 Korrosionsprozesse in wässriger Kochsalzlösung

Kraftstatistische Messungen wurden des weiteren in Kochsalzlösung durchgeführt, um den Einfluß einer elektrolytischen Lösung zu untersuchen. Die Konzentration der verwendeten Lösung betrug 0,25 mol/l. Es hat sich jedoch erwiesen, daß dieser Versuch nicht durchführbar ist. Bereits mit einer sehr kleinen Kraft von 5 nN im Abbildungsmodus tritt bei dem Substrat Erosion auf. Dieser Effekt verstärkt sich mit der Dauer der Messung, also der Dauer, in der sich die Probe in der Kochsalzlösung befindet. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 6.8 in Form einer Matrix für eine konstante Kraft von 5 nN dargestellt. Nach einer Stunde werden beim Rastern kleine Stücke der Türme abgebrochen, die in Abbildung 6.8 oben links als helle Striche erscheinen. Bei einem anschließenden zweiten Abbildungsvorgang (oben rechts) wird bereits ein Nanoturm entfernt. Wird dieses Experiment nach 4 Stunden wiederholt, so werden bereits beim ersten Abbilden alle Türme entfernt. Dies äußert

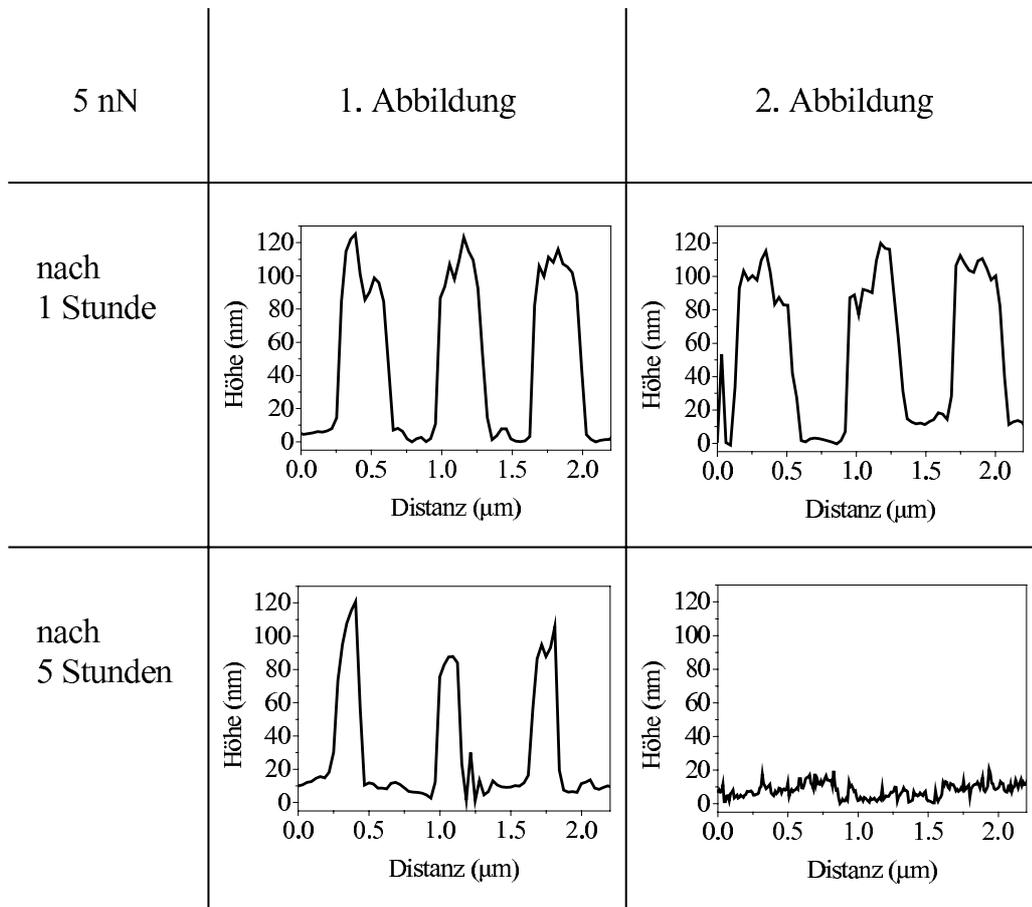


Abbildung 6.9: Querschnitte von jeweils drei Nanotürmen zu den Bildern in Abbildung 6.8

sich zum einen in den geraden Linien am unteren Ende der Türme in der Abbildung unten links, die ein Wegschieben der Türme während des Rastervorgangs signalisieren, und zum anderen in der zweiten Abbildung (unten rechts), die das ebene Substrat ohne Strukturierung zeigt.

Um diesen Erosionsvorgang weiter zu verdeutlichen, ist in Abbildung 6.9 eine Matrix mit den Querschnitten von jeweils drei Nanotürmen zu den Bildern in Abbildung 6.8 dargestellt. Die Spitzen in den Querschnitten nach einer Stunde in Salzlösung in Abbildung 6.9 oben bestätigen die schon aus dem Bild hervorgegangene Interpretation, daß Teile des Nanoturmes beim Rasterprozeß abgetragen werden. Die Turmhöhe hat hier noch nicht signifikant abgenommen. Nach fünf Stunden ist bei zwei der dargestellten Türme die Höhe auf 80 nm respektive 100 nm reduziert (unten links). Die etwa 30 nm hohe Spitze neben dem mittleren Turm deutet auf ein Bruchstück hin, das bei

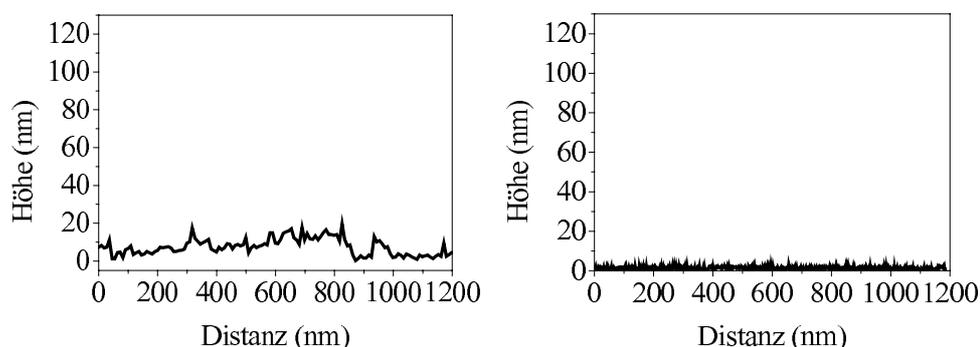


Abbildung 6.10: Vergleich der Querschnitte nach der Turmentfernung in Salzlösung (links) und Wasser (rechts)

der Spitzenbewegung mitgenommen wird. Bei der zweiten Abbildung (unten rechts) ist die Oberfläche verhältnismäßig flach. Es sind keine Türme mehr zu erkennen, die Rauigkeit beträgt ca. 20 nm. Ein Vergleich mit dem Rauigkeitswert, der für die Oberfläche nach einem Bruch in Wasser beobachtet wurde (< 2 nm), wird in Abbildung 6.10 gezeigt. Nach dem Erosionsprozeß in Kochsalzlösung ergibt sich demnach im Vergleich zu dem entsprechenden Experiment in Wasser eine 10-fache Rauigkeit. Das ist ein Hinweis auf einen veränderten Modifikationsprozeß in Kochsalzlösung im Vergleich zum Wasser.

Zur weiteren Verdeutlichung dieses Erosionsvorgangs ist in Abbildung 6.11 ein Vergleich zwischen der Abbildung der Nanotürme in Salzlösung (links) und Wasser (rechts) dargestellt. Die Turmquerschnitte weisen bei Messungen in Kochsalzlösung scharfe Spitzen auf, die auf abgebrochene Turmteile zurückzuführen sind. Abbildungen in Wasser zeigen dagegen gleichmäßig glatte Querschnitte.

Die Experimente in Kochsalzlösung entsprechen einer statischen Modifikation, wobei hier schon sehr kleine Kräfte zur Modifikation der Probe führen. Zusätzlich hängen die für die Veränderung der Türme benötigten Kräfte von der Zeit ab, so daß die Erstellung einer Statistik nicht möglich ist. Während im Wasser bei der statischen Modifikation der Bruch an der SiO_2/Si -Grenzfläche stattfindet, also am unteren Ende des Turmes (s. Abschnitt 4.2), liegt in Kochsalzlösung eine Erosion vom oberen Turmende her vor. Dies führt zu einer größeren Rauigkeit der Probe nach der Entfernung der Türme. Dieser Modifikationsprozeß ist im statischen Modifikationsmodus ausschließlich in Kochsalzlösung festgestellt worden. In den anderen untersuchten Flüssigkeiten wird nur der Bruch am unteren Ende des Turmes beobachtet.

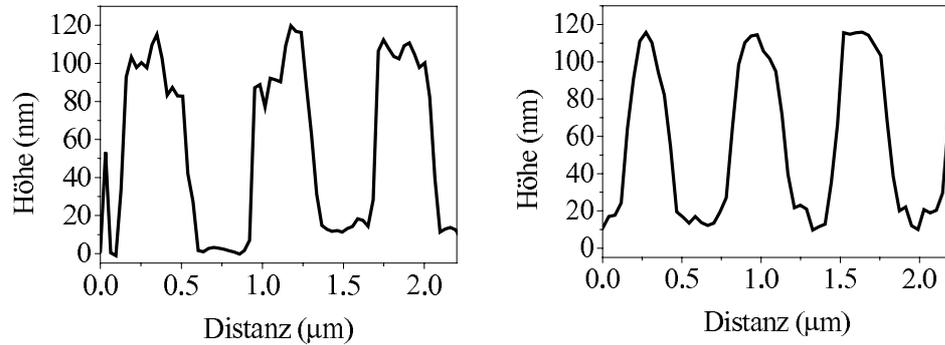
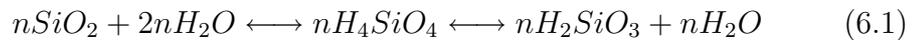


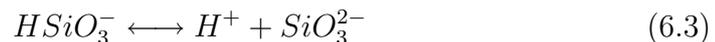
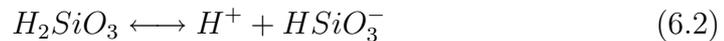
Abbildung 6.11: Vergleich der Querschnitte bei der Abbildung der Nanotürme in Salzlösung (links) und Wasser (rechts)

Um diesen Modifikationsprozeß zu erklären, muß man zunächst die Lösungseigenschaften von SiO_2 in verschiedenen Umgebungen beschreiben. Eine Zusammenstellung der chemischen Reaktionen an der Probenoberfläche gibt Overgaard in [52]. Diese sollen hier zum besseren Verständnis des Modifikationsprozesses wiedergegeben werden.

In Wasser reagiert unlösliches SiO_2 zu Meta-Kieselsäure H_2SiO_3 :



Die Meta-Kieselsäure dissoziiert, wobei die entstehenden Ionen in Lösung gehen:



Der durch die Reaktionsgleichungen 6.2 und 6.3 beschriebene Lösungsprozeß ist eine Gleichgewichtsreaktion. Die Gleichgewichtskonstanten, die durch das Verhältnis der Konzentrationen auf der rechten Seite der Gleichung mit der linken Seite gegeben sind, sind jedoch sehr klein (10^{-11} mol/l bzw. 10^{-12} mol/l). Das heißt, daß in Wasser in guter Näherung kein Lösungsprozeß stattfindet.

In Salzlösung dagegen nimmt das Natrium-Ion an einer Gleichgewichtsreaktion teil, bei der das in Wasser lösliche Salz Natriumsilikat [53, 54] gebildet wird:



In dieser Umgebung wird also das Turmmaterial gelöst [52]. Die Nanotürme werden mit Hilfe der mechanischen Krafteinwirkung durch den Rastervorgang langsam abgetragen. In Kochsalzlösung liegt daher im Gegensatz zu Wasser ein Korrosionsprozeß vor.

Wurde die Probe im Anschluß an die Messungen in Kochsalzlösung mit destilliertem Wasser gespült und in Wasser nochmals abgebildet, so waren an vorher noch nicht untersuchten Stellen der Probe die Türme noch vorhanden. Sie konnten in Wasser mit dem Abbildungsmodus dargestellt werden. Das deutet darauf hin, daß das Turmmaterial durch den Lösungsprozeß in Kochsalzlösung nur momentan geschwächt ist und daß diese Schwächung durch eine Veränderung der Umgebung wieder rückgängig gemacht werden kann. Für eine Erklärung muß eine besondere Eigenschaft des SiO_2 berücksichtigt werden: Es bildet beim Übergang vom festen in den gelösten Zustand eine gallertartige Masse [53]. In Kochsalzlösung wandeln sich die festen Nanotürme daher nach und nach zu gallertartigen Strukturen um. Diese können einer Krafteinwirkung durch die RKM-Spitze nicht standhalten und werden beim Rasterprozeß entfernt. Es handelt sich bei dem beobachteten Modifikationsprozeß in Kochsalzlösung also nicht um einen reinen Lösungsprozeß. Vielmehr führt der Abbildungsvorgang und die dadurch auf die Probe ausgeübte Kraft in Kombination mit diesem Lösungsprozeß zu der beobachteten Erosion der Nanotürme. Befindet sich die Probe wieder in Wasser, so reagiert das Natriumsilikat gemäß den Gleichgewichtsreaktionen 6.2, 6.3 und 6.4 wieder zu Meta-Kieselsäure. Die Türme sind wieder fest und können abgebildet werden.

Mit diesen Experimenten erweisen sich die verwendeten Nanoturm-Proben als geeignetes Modellsystem für die Untersuchung von chemischen Einflüssen in tribologischen Prozessen. Durch die geringe Größe der Strukturen wird der Korrosionsvorgang innerhalb kurzer Zeit beobachtbar. Zeitaufwendige Korrosionsuntersuchungen an makroskopischen Bauteilen können durch die Verwendung von Nanostrukturen beschleunigt werden.

Die chemische Umgebung entscheidet also maßgeblich über die Bruchkräfte und -prozesse. Diese Beobachtung ist für Anwendungen, bei denen Materialversagen aufgrund hoher Kosten oder einem hohen Gefahrenpotential vermieden werden muß, von entscheidender Bedeutung. Es konnte beispielsweise für kohlenstoffbeschichtete Glasfasern wie sie für Telefonleitungen Verwendung finden gezeigt werden, daß sich ihre Lebensdauer in Meerwasser im Vergleich zu entionisiertem Wasser auf weniger als ein Zehntel reduziert [52]. In RKM-Studien mit dem verhältnismäßig weichen NaNO_3 wurde festgestellt, daß durch die Verwendung von Wasserdampf als korrosivem chemischem Reagenz die tribologischen Eigenschaften des Materials verändert werden [55]. Veränderte Materialeigenschaften in Flüssigkeiten wurden schon in den 70er Jahren mit dem pH-Wert in Verbindung gebracht [56, 57]. Für einen konstanten pH-Wert wurde kürzlich eine Korrelation mit der Ionenstärke festgestellt [52].

Für das untersuchte System in den gegebenen Flüssigkeiten kann ein Zu-

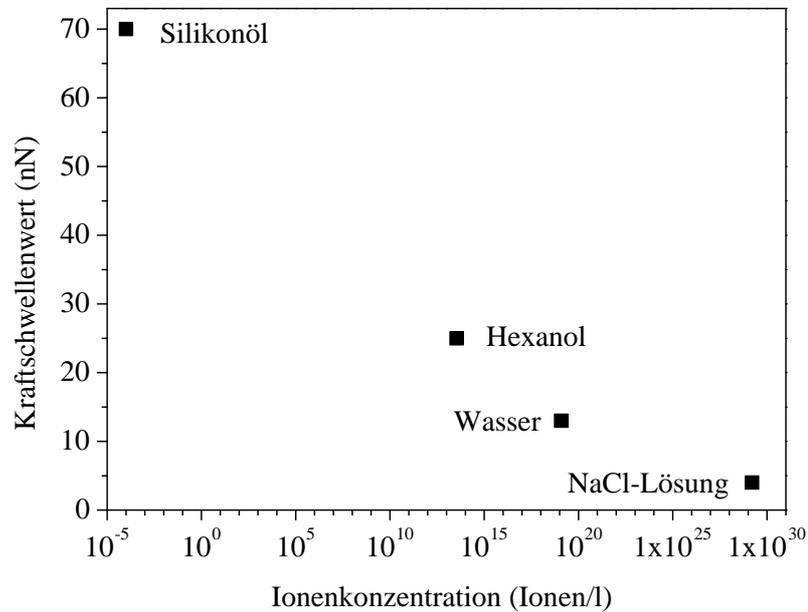


Abbildung 6.12: Halblogarithmische Darstellung des Zusammenhangs zwischen Kraftschwellenwert und Ionenkonzentration

sammenhang des Schwellenwertes der Bruchkraft mit der Ionenkonzentration bestätigt werden. Diese Abhängigkeit ist in Abbildung 6.12 dargestellt. Die Werte für die Ionenkonzentrationen von Wasser, Hexanol und Silikonöl sind Tabelle 6.1 entnommen. Die Ionenkonzentration der Kochsalzlösung übersteigt die des Wassers um 11 Größenordnungen ($3,2 \times 10^{29}$ Ionen/l). Die Tatsache, daß die Ionenkonzentration der Flüssigkeit ein Maß für die festgestellte Verringerung des Schwellenwertes für die Bruchkraft zu sein scheint, läßt sich folgendermaßen erklären: In Wasser, Hexanol und Silikonöl spiegelt die Größe der Ionenkonzentration die Säurestärke wieder, die für die spannungsinduzierte chemische Reaktion an der Rißspitze bestimmend ist. Mit zunehmender Ionenkonzentration wird also die benötigte Bruchkraft kleiner. Auch die Experimente in Kochsalzlösung lassen sich trotz eines anderen Modifikationsprozesses in diese Darstellung einordnen. Hier wird die für den Lösungsprozeß entscheidende Konzentration der Na^+ -Ionen berücksichtigt. Dies führt in Kombination mit der mechanischen Krafteinwirkung durch die RKM-Spitze zu der beobachteten Erosion der Nanotürme. Das Ergebnis in Abbildung 6.12 ist also mit den oben dargestellten Erklärungen vereinbar.

Kapitel 7

Anwendungspotential der beschriebenen Techniken

Im Zusammenhang mit der fortschreitenden Miniaturisierung in vielen technologischen Bereichen gewinnen Oberflächentechniken auf der Mikro- und Submikrometerskala mehr und mehr an Bedeutung. Als Feld mit dem größten Potential ist hier die Datenspeicherung zu nennen, auf die in Abschnitt 7.1 eingegangen wird. Mikroelektromechanische Systeme stellen eine weitere Technologie dar, die im Zusammenhang mit dieser Arbeit relevant ist (s. Abschnitt 7.2). Ein vielversprechender Anwendungsbereich ist außerdem die Silicon-on-Insulator Technologie, die in Abschnitt 7.3 beschrieben wird [19].

7.1 Datenspeicherung

Bereits im Jahre 1992 wurden der Rasterkraftmikroskopie gute Chancen eingeräumt, sich zu einer konkurrenzfähigen Technik für die Datenspeicherung zu entwickeln [58]. Hervorhebungen auf einer flachen Oberfläche können als Datenspeicherelemente (bits) dienen. Durch die Vielfältigkeit des RKM ist es möglich, daß Daten gleichzeitig geschrieben und gelesen werden können. Der erste Artikel, in dem ein solches Verfahren beschrieben wurde, erschien noch im selben Jahr. Hier wurde die Datenspeicherung thermomechanisch mittels einer geheizten Spitze erzielt [59]. Diese Technik wurde inzwischen zum sogenannten „Millipede“ weiterentwickelt, bei dem simultan mehr als 1000 RKM-Spitzen für das Schreiben von Daten verwendet werden [60, 61]. Die Hervorhebungen sind in diesem Fall Indentationen in einer Schicht aus Polymethylmethacrylat (PMMA) [60]. Ein wesentlicher Nachteil der Datenspeicherung in einem weichen Material wie PMMA ist die relativ kurze Lebensdauer, die durch den mechanischen Verschleiß der Strukturen während

des Leseprozesses bedingt ist [19].

Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Materialsystem von SiO_2 -Nantürmen auf einem Si-Substrat können solche Verschleißprozesse aufgrund der größeren Härte der Strukturen ausgeschlossen werden. Die zur Datenerzeugung benötigten Kräfte sind aber dennoch gering, da die Grenzfläche zwischen dem Turm- und dem Substratmaterial als mikromechanische Sollbruchstelle fungiert. Dies ist für die Haltbarkeit der RKM-Spitze bedeutend, da so deren Verschleiß in Grenzen gehalten werden kann. Die Erzeugung von Daten mit dem beschriebenen System ist in Abbildung 7.1 schematisch dargestellt.

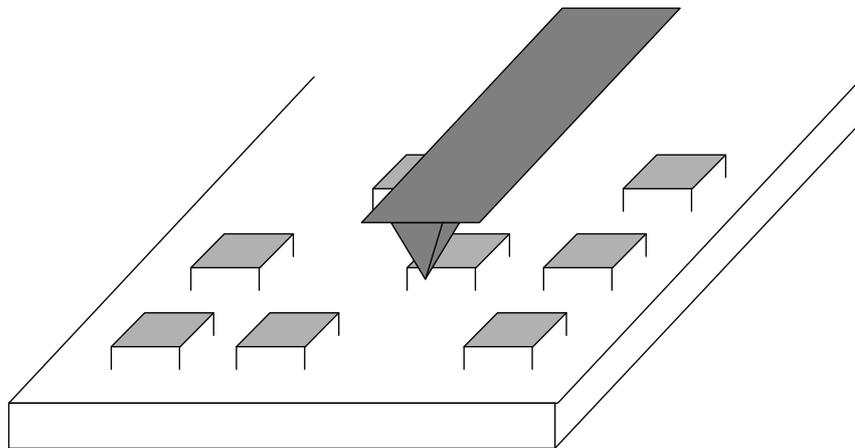


Abbildung 7.1: Schematische Darstellung des Schreibprozesses von Daten mit dem RKM

Als Beispiel für eine Speicherung von Information wurde in Abschnitt 4.3 ein mit der neuen Technik geschriebenes „LMN“ vorgestellt und diskutiert. Im Gegensatz zu dem in [60] beschriebenen Verfahren kann in dem in dieser Arbeit verwendeten System ein Substrat nur einmal zur Datenspeicherung genutzt werden. Eine nachträgliche Veränderung der Information führt in der Regel zu einer Zerstörung derselben. Diese Eigenschaft ist für die Herstellung von Kodierungen in Datenspeichern von großer Bedeutung. In diesem Zusammenhang spielt eine spezielle Art der Datenspeicherung eine Rolle, zu der auch die hier beschriebene zählt: „write once read many times“ (WORM).

Ein wesentlicher Punkt für die Konkurrenzfähigkeit eines Systems für die Datenspeicherung ist die Datenspeicherdichte. Man rechnet zur Zeit mit jährlichen Wachstumsraten für die Datenspeicherdichte von magnetischen Festplatten von 60-100%. Aktuelle Werte für kommerzielle Datenspeicher liegen bei etwa 2 Gb/cm^2 [62]. Bei den hier verwendeten Proben wird eine

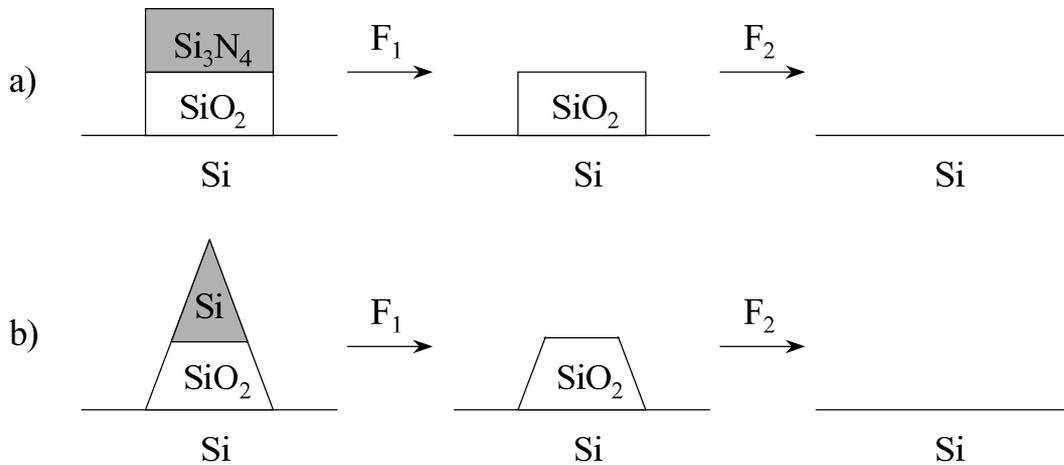


Abbildung 7.2: Vorschläge für die Verwendung mehrerer Sollbruchstellen in einem Turm: a) Bei Türmen mit beispielsweise einer zusätzlichen Si_3N_4 -Schicht muß die Schichtreihenfolge so sein, daß $F_1 < F_2$ gilt. b) Dies kann bei Verwendung von nur zwei Materialien durch einen nach oben hin abnehmenden Turmdurchmesser erzielt werden.

Dichte von mehr als 200 Mb/cm^2 erreicht, also etwas mehr als einem Zehntel des aktuellen Wertes. Die Speicherdichte kann jedoch mit dem identischen Verfahren weiter erhöht werden, wenn andere Lithographiemethoden für die Probenherstellung verwendet werden. Eine Möglichkeit wäre beispielsweise die Röntgenstrahlolithographie [17]. Das in dieser Arbeit entwickelte Verfahren könnte auf solche Proben mit kleineren Strukturen übertragen werden.

Ein weiterer Bereich, der in der Datenspeicherung im allgemeinen eine bedeutende Rolle zukommt, ist die Datenrate. Dies ist die Geschwindigkeit, mit der Daten geschrieben bzw. gelesen werden. Hier werden für magnetische Festplatten Werte bis zu 30 MByte/s erreicht. Die besten Daten, die mit einzelnen Cantilevern jemals mit RSM-Methoden erzielt wurden, liegen dagegen nur bei 50 kbits/s für den Schreibprozeß und 1 Mbit/s für den Leseprozeß [62, 63]. Es konnte jedoch gezeigt werden, daß dieser Nachteil der RSM-Methode durch die parallele Verwendung von bis zu 1000 Cantilevern ausgeglichen werden kann [60, 62]. Eine Übertragung dieser für die Datenspeicherung in Polymeren entwickelten Technik auf das in dieser Arbeit verwendete System ist vorstellbar.

Bei den bisher verwendeten Proben wird für die Anwendung in der Datenspeicherung etwa einem abgebrochenen Turm die digitale „0“, einem unmodifizierten Turm die digitale „1“ zugeordnet. Es wäre ebenso denkbar, die Proben auf eine derart veränderte Weise herzustellen, daß man noch eine dritte Information „2“ speichern könnte [19]. Das könnte zum Beispiel durch den

Einbau einer zweiten Sollbruchstelle im Nanoturm geschehen. In Abbildung 7.2 sind zwei mögliche Nanoturm-Designs mit den Modifikationsschritten für diese spezielle Anwendung dargestellt: In 7.2 a) wird eine Grenzfläche zu einem dritten Material verwendet, in b) nochmals eine SiO_2/Si -Grenzfläche. Geht man von der Voraussetzung aus, daß die obere Sollbruchstelle im Turm zuerst nachgeben soll ($F_1 < F_2$), müßte im letzten Fall der Turmdurchmesser nach oben hin abnehmen. Auch bei der Verwendung eines dritten Materials ist obige Voraussetzung für die Kräfte durch eine geeignete Materialreihenfolge zu erfüllen.

7.2 Mikroelektromechanische Systeme

Mikroelektromechanische Systeme (MEMS) werden heutzutage in einem breiten Anwendungsfeld eingesetzt. Es reicht von der Kontrolle der Flüssigkeitsdüse in Tintenstrahl Druckern [64] bis zu Beschleunigungsmessern als Sensoren für Airbags [65]. Fortschreitende Miniaturisierung ist auch auf dem Gebiet der mechanischen Bauteile zu beobachten. Deren Ausmaße werden reduziert, um die Masse zu verkleinern, die Resonanzfrequenz zu erhöhen und die Kraftkonstanten der Systeme zu verringern [66]. Daher geht man inzwischen von mikro- zu nanoelektromechanischen Systemen (NEMS) über, die den Zugang zu neuen experimentellen Dimensionen ermöglichen.

MEMS enthalten neben diversen anderen stets zwei Komponenten: ein mechanisches Element und einen Übersetzer. Das mechanische Element wird unter Einwirkung einer Kraft entweder ausgelenkt oder in Schwingungen versetzt. Der Übersetzer konvertiert die mechanische Energie in elektrische oder optische und umgekehrt [67].

Der Übergang von MEMS zu NEMS bringt einige neue Probleme mit sich, die mit der Kleinheit der verwendeten Strukturen zusammenhängen. So kann beispielsweise die Qualität der nanomechanischen Bauteile durch Defekte und Grenzflächen im Material, Oberflächenbeschädigungen oder Adsorbate beeinträchtigt werden [67].

Es ist dagegen auch denkbar, daß man intrinsische Eigenschaften gezielt für elektromechanische Systeme verwendet. Die SiO_2/Si -Grenzfläche in dem in dieser Arbeit untersuchten System stellt mit ihrer Eigenschaft als wohldefinierte Sollbruchstelle eine solche Möglichkeit dar.

Als Beispiel für Einsatzmöglichkeiten dieser Sollbruchstelle in MEMS wird nun ein spezieller Beschleunigungsmesser beschrieben. Nach einem mit hohen Beschleunigungen verbundenen Vorfall wie einem Unfall oder Erdbeben kann es gefährlich sein, ein Gerät weiter zu benutzen. Es ist in einem solchen Fall von Nutzen, ein zusätzliches Sicherheitselement zur Verfügung

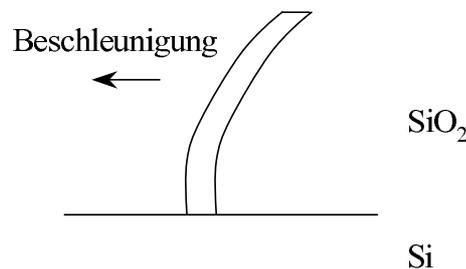


Abbildung 7.3: Anwendung der entwickelten Technik am Beispiel eines typischen MEMS

zu haben, das die Weiterverwendung verhindert. Dazu muß die Information gespeichert werden, ob ein bestimmter Schwellenwert für die Beschleunigung bei dem Vorfall überschritten wurde [19].

Beschleunigungen können mit Balken registriert werden. Verwendet man für den Balken SiO₂ und für das Substrat Si (s. Abbildung 7.3), so ist nach den Untersuchungen in obigen Kapiteln bekannt, daß die Grenzfläche zwischen den beiden Materialien eine Sollbruchstelle in diesem System darstellt. Im Falle einer hohen Beschleunigung wird der Balken an seinem unteren Ende abbrechen. Die Information über das Auftreten einer hohen Beschleunigung wäre so gespeichert. Der Wert für die Beschleunigung, bei dem der Mechanismus ausgelöst wird, kann durch die Maße des Balkens und durch eine Variation der verwendeten Materialien beeinflusst werden.

Der Beschleunigungsmesser kann elektronisch mit dem Gerät verbunden werden, in dem er sich befindet. Im Falle eines mit einer hohen Beschleunigung einhergegangenen Vorfalls kann beispielsweise ein Warnsignal abgegeben werden. Auf diese Weise könnte die Sollbruchstelle als Schwellenwert-Detektor Verwendung finden [19].

7.3 Silicon-on-Insulator Technologie

Silicon-on-Insulator (SOI) Wafer sind Si-Wafer, die eine amorphe SiO₂-Schicht und darüber ein zweite kristalline Si-Schicht enthalten. Zur Herstellung der SiO₂-Schicht stehen zwei Verfahren zur Verfügung: das Bonding- und das SIMOX-Verfahren [19]. Obwohl die SOI-Technologie bereits seit etwa 30 Jahren existiert, wurde sie bis vor kurzem nur für Nischenanwendungen verwendet. Ein Einsatz für die Chipstechnologie wurde zwar angestrebt, scheiterte aber an einer Vielzahl von Problemen. Die Vorteile der Verwendung von SOI-Wafern für die Chipherstellung liegen in einer Steigerung der Operationgeschwindigkeit um 35% und einem um ein Drittel geringeren Energie-

verbrauch, der sich aus einer deutlich verkürzten Aufladungszeit ergibt [68].

Es müssen jedoch nicht nur die elektronischen und magnetischen Eigenschaften eines Systems bestimmte Anforderungen erfüllen. Auch die chemische und insbesondere mechanische Beschaffenheit ist für die Funktionsfähigkeit ausschlaggebend [6]. In dünnen Schichten wie beispielsweise der SiO_2 - oder der oberen Si-Schicht im SOI-Wafer treten Spannungen und dadurch eine Häufung von Fehlstellen auf [69, 70]. Das kann zu Deformation und sogar zum Bruch des Materials führen. Es kann zu Kurzschlüssen kommen, die ein elektronisches Bauteil unbrauchbar machen [6].

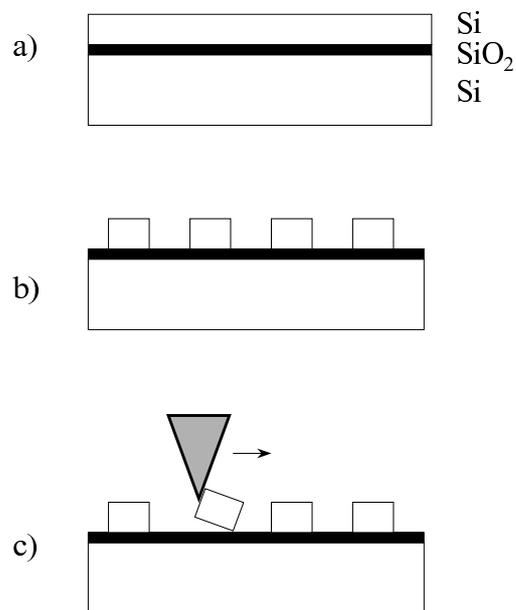


Abbildung 7.4: Darstellung der entwickelten Technik für die Qualitätskontrolle bei SOI-Wafern: Die für den Bruch eines Nanoturmes benötigte Kraft dient als Maß für die Qualität des Wafers.

Es ist daher von großer technologischer Bedeutung, die mechanischen Eigenschaften von Bauteilen zu untersuchen und zu kontrollieren. Bei SOI-Wafern ist insbesondere die Qualität der SiO_2 -Schicht und die Haftung zwischen den drei Schichten interessant. In diesem Zusammenhang kann die in dieser Arbeit vorgestellte Methode für kraftstatistische Messungen zur Anwendung kommen. Dazu müßten in dem zu untersuchenden SOI-Wafer Nanotürme beispielsweise nach dem in Kapitel 3 beschriebenen Verfahren hergestellt werden. Das untere Ende der Türme wird durch die SiO_2 -Schicht gebildet, die im Ätzprozeß die Funktion eines sogenannten „Ätzstops“ erfüllt. Auch die untere Grenzfläche kann untersucht werden, indem durch ein zweites Ätzverfahren die SiO_2 -Schicht zwischen den Türmen zusätzlich entfernt

wird. Im nun folgenden statischen Modifikationsprozeß wird entsprechend der Beschreibung in Kapitel 6 der Schwellenwert für die Kraft bestimmt, die zum Abbrechen der Türme benötigt wird (s. Abbildung 7.4). Diese Kraft dient nun als Maß für die Qualität der Grenzfläche und daher der Qualität der gesamten SOI-Struktur. Die Festlegung eines minimalen Kraftwertes, dem die Strukturen bei der Modifikation standhalten müssen, entscheidet schließlich über den Ausgang der Qualitätskontrolle [19].

Kapitel 8

Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit werden rasterkraftmikroskopische Experimente zur Untersuchung elementarer Prozesse der Nanotribologie präsentiert. Für die Untersuchungen werden mikrotechnologisch hergestellte SiO_2 -Nanotürme auf einem Si-Substrat verwendet. Diese Experimente an Nanostrukturen können als Modellsystem für tribologische Prozesse auf größerer Skala betrachtet werden.

Für das Abbilden der Strukturen wird ein Rasterkraftmikroskop im Kontaktmodus benutzt. Um die verschiedenen nanotribologischen Prozesse studieren zu können, müssen die Proben auf kleiner Skala modifiziert werden. Zu diesem Zweck wurden zwei Modifikationstechniken entwickelt: der statische und der dynamische Modifikationsmodus. Der statische Modifikationsmodus ist besonders für statistische Untersuchungen geeignet, weil hier die Modifikation während des Rastervorgangs abläuft. Auf diese Weise wirken die definierten Kräfte auf alle Türme im Bildbereich, so daß man mit einer Messung einige Hundert Modifikationsexperimente durchführen kann. Ein weiteres Experimentierfeld für den statischen Modifikationsmodus ergibt sich aus der Tatsache, daß er wie auch der Kontaktmodus zur Messung der Lateralkraft dienen kann.

Dagegen hat sich der dynamische Modifikationsmodus als geeignet erwiesen, um Muster im Nanometerbereich herzustellen. Mit dieser Technik können gezielt einzelne Türme ausgewählt und entfernt werden. Mit dem dynamischen Modifikationsmodus ergeben sich vielfältige Anwendungsmöglichkeiten in der Datenspeicherung. Er ist beispielsweise für die Herstellung von Kodierungen verwendbar, da eine einmal geschriebene Information nicht wieder gelöscht werden kann. Eine weitere Perspektive für die Forschung auf diesem Gebiet liegt in der Variation der Nanotürme. In diesem Zusammenhang wären Untersuchungen in Abhängigkeit von Turmgröße oder -material denkbar. Durch geeignete Materialkombinationen könnte dies

für die Konstruktion von Nanotürmen mit mehreren Sollbruchstellen verwendet werden. Dadurch wäre ein Übergang von WORM (write once read many times)-Bauteilen zu WSRM (write several times read many times)-Bauteilen denkbar.

Es wurden folgende Modifikationsprozesse beobachtet: Statische Modifikation in Wasser und Hexanol resultiert in einem Bruch der Nanotürme am unteren Ende. Hier hat sich gezeigt, daß die Grenzfläche zwischen dem Turmmaterial SiO_2 und dem Substratmaterial Si eine entscheidende Rolle spielt. Sie dient als Sollbruchstelle für den Bruchprozeß in diesem System. Während Sollbruchstellen in makroskopischen technologischen Anwendungen seit langer Zeit bekannt sind, ist mit dem in dieser Arbeit verwendeten System die erste Sollbruchstelle auf der Mikro- bzw. Nanometerskala nachgewiesen. Vergleicht man die Ergebnisse der Untersuchungen in Wasser und Hexanol mit Experimenten in Silikonöl, so wird der lubrikative Einfluß der Flüssigkeit deutlich. Die benötigten Normalkräfte für den Bruch nehmen in der Reihenfolge Wasser, Hexanol und Silikonöl zu. Der Bruch der Struktur findet jedoch stets am unteren Ende statt. Neben der unterschiedlichen Schmierwirkung spielen bei dem Bruchvorgang auch spannungsinduzierte chemische Reaktionen eine Rolle.

Führt man das Experiment dagegen in Kochsalzlösung durch, so beobachtet man einen neuen Modifikationsprozeß: die Nanotürme erodieren langsam von der Spitze her. Um diesen Modifikationsprozeß auszulösen, reichen Kräfte aus, die in Wasser zum Abbilden ohne Modifikation der Probe verwendet werden. Hier genügt also eine geringe Krafteinwirkung durch die RKM-Spitze in Kombination mit einem Korrosionsprozeß durch die Kochsalzlösung für die Modifikation der Proben. Erosionsprozesse wurden in Wasser nur bei Experimenten mit dem dynamischen Modifikationsmodus beobachtet. Im Gegensatz zu dem statischen Experiment in Kochsalzlösung handelt es sich in diesem Fall jedoch um rein mechanischen Verschleiß. Es wurde gezeigt, daß an diesem System in Wasser keine chemische Reaktion und damit keine Korrosion auftreten.

Neben diesen Untersuchungen der Modifikationsprozesse wurden Reibungsmessungen durchgeführt. Durch simultane Detektion von Lateralkraft und Topographie konnte die Bewegung der Spitze beim Abbilden und Modifizieren eines Nanoturmes verdeutlicht werden. Außerdem wurden die Reibungsmessungen in allen verwendeten Flüssigkeiten benötigt, um über den Reibungskoeffizienten deren Schmierwirkung für die verwendete Materialkombination zu bestimmen. Auch Messungen zur Geschwindigkeitsabhängigkeit der Reibung wurden durchgeführt.

Es können also mit Hilfe der in dieser Arbeit vorgestellten Techniken in verschiedenen Umgebungen alle elementaren Prozesse der Tribologie auf

kleiner Skala untersucht werden: Reibung, Bruch, Schmierung, mechanischer Verschleiß und Verschleiß durch Korrosion. Auf diese Weise kann das Verständnis für diese mikro- und nanoskopischen Vorgänge vertieft werden, was für Anwendungen in der Mikrotechnologie von großer Bedeutung ist. Da makrotribologische Prozesse eng mit den entsprechenden Vorgängen auf kleiner Skala verknüpft sind, können diese Untersuchungen auch Auswirkungen auf technische Anwendungen auf makroskopischer Skala haben.

Literaturverzeichnis

- [1] DOWSON, D.: *History of Tribology*. 2. Auflage. London : Bookcraft (Bath) Ltd., 1998
- [2] BOWDEN, F.P. ; TABOR, D.: *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford, England : Clarendon Press, 1985
- [3] HÄHNER, G. ; SPENCER, N.D.: Rubbing and Scrubbing. In: *Physics Today* September (1998), S. 22–27
- [4] MEYER, E. ; OVERNEY, R.M. ; DRANSFELD, K. ; GYALOG, T.: *Nano-science: Friction and Rheology on the Nanometer Scale*. 1. Auflage. Singapore : World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 1998
- [5] ZUM GAHR, K.-H.: *Tribology Series*. Bd. 10: *Microstructure and wear of materials*. Amsterdam : Elsevier, 1987
- [6] NIX, W.D.: Mechanical Properties of Thin Films. In: *Metallurgical Trans. A* 20 (1989), S. 2217–2245
- [7] HANSEN, L.T. ; KÜHLE, A. ; SÖRENSEN, A.H. ; BOHR, J. ; LINDELOF, P.E.: A technique for positioning nanoparticles using an atomic force microscope. In: *Nanotechn.* 9 (1998), S. 337–342
- [8] JUNG, T.A. ; SCHLITTLER, R.R. ; GIMZEWSKI, J.K ; TANG, H. ; JOACHIM, C.: Controlled Room-Temperature Positioning of Individual Molecules: Molecular Flexion and Motion. In: *Science* 271 (1996), S. 181–184
- [9] EIGLER, D.M. ; SCHWEIZER, E.K.: Positioning single atoms with a scanning tunneling microscope. In: *Nature* 344 (1990), S. 524–526
- [10] GUTHOLD, M. ; MATTHEWS, G. ; NEGISHI, A. ; TAYLOR II, R.M. ; ERIE, D. ; BROOKS JR., F.P. ; SUPERFINE, R.: Quantitative Manipulation of DNA and Viruses with the nanoManipulator Scanning Force Microscope. In: *Surf. Interface Anal.* 27 (1999), S. 437–443

- [11] LÜTHI, R. ; MEYER, E. ; HAEFKE, H. ; HOWALD, L. ; GUTMANNSSBAUER, W. ; GÜNTHERODT, H.-J.: Sled-Type Motion on the Nanometer Scale: Determination of Dissipation and Cohesive Energies of C₆₀. In: *Science* 266 (1994), S. 1979–1981
- [12] SHEEHAN, P.E. ; LIEBER, C.M.: Nanotribology and Nanofabrication of MoO₃ Structures by Atomic Force Microscopy. In: *Science* 272 (1996), S. 1158–1161
- [13] FALVO, M.R. ; TAYLOR II, R.M. ; HELSER, A. ; CHI, V. ; BROOKS JR., F.P. ; WASHBURN, S. ; SUPERFINE, R.: Nanometre-scale rolling and sliding of carbon nanotubes. In: *Nature* 397 (1999), S. 236–238
- [14] LANDMAN, U. ; LUEDTKE, W.D. ; BURNHAM, N.A. ; COLTON, R.J.: Atomistic Mechanisms and Dynamics of Adhesion, Nanoindentation, and Fracture. In: *Science* 248 (1990), S. 454–461
- [15] BHUSHAN, B. ; ISRAELACHVILI, J.N. ; LANDMAN, U.: Nanotribology: friction, wear and lubrication at the atomic scale. In: *Nature* 374 (1995), S. 607–616
- [16] WEST, J.K. ; HENCH, L.L.: The effect of environment on silica fracture: vacuum, carbon monoxide, water and nitrogen. In: *Phil. Mag. A* 77 (1998), Nr. 1, S. 85–113
- [17] BAUMEISTER, B. ; JUNG, T.A. ; MEYER, E.: Nanoscale fracture studies using the scanning force microscope. In: *Appl. Phys. Lett.* 78 (2001), Nr. 17, S. 2485–2487
- [18] BAUMEISTER, B. ; JUNG, T.A. ; MEYER, E.: Tribological studies on fracture and erosion of nanostructures. In: *Tribol. Lett.* 11 (2001), Nr. 2, S. 107–110
- [19] BAUMEISTER, B. ; JUNG, T.A. ; MEYER, E. *Memory element, method for structuring a surface, and storage device.* 2001
- [20] BINNIG, G. ; QUATE, C.F. ; GERBER, C.: Atomic Force Microscope. In: *Phys. Rev. Lett.* 56 (1986), Nr. 9, S. 930–933
- [21] COLTON, R.J. ; ENGEL, A. ; FROMMER, J.E. ; GAUB, H.E. ; GEWIRTH, A.A. ; GUCKENBERGER, R. ; RABE, J.P. ; HECKL, W.M. ; PARKINSON, B. (Hrsg.): *Procedures in Scanning Probe Microscopies.* 1. Auflage. Chichester : John Wiley and Sons Ltd., 1998

- [22] HUTTER, J.L. ; BECHHOEFER, J.: Calibration of atomic-force microscope tips. In: *Rev. Sci. Instrum.* 64 (1993), Nr. 7, S. 1868–1873
- [23] ISRAELACHVILI, J.N.: *Intermolecular and surface forces*. 2. Auflage. London : Harcourt Brace Jovanovich, 1992
- [24] PARKS, G.A.: The isoelectric points of solid oxides, solid hydroxides, and aqueous hydroxo complex systems. In: *Chem. Rev.* 65 (1965), S. 177–198
- [25] ARAI, T. ; AOKI, D. ; OKABE, Y. ; FUJIHIRA, M.: Analysis of surface forces on oxides in aqueous solutions using AFM. In: *Thin Solid Films* 273 (1996), S. 322–326
- [26] MIYATANI, T. ; OKAMOTO, S. ; ROSA, A. ; MARTI, O. ; FUJIHIRA, M.: Surface charge mapping of solid surfaces in water by pulsed-force-mode atomic force microscopy. In: *Appl. Phys. A* 66 (1998), S. S349–S352
- [27] HUTLEY, M.C.: Coherent Photofabrication. In: *Opt. Eng.* 15 (1976), S. 190–196
- [28] DECKER, J.Y. ; FERNANDEZ, A. ; SWEENEY, D.W.: Generation of subquarter-micron resist structures using optical interference lithography and image reversal. In: *J. Vac. Sci. Technol. B* 15 (1997), Nr. 6, S. 1949–1953
- [29] BONETTI, Y.C.: *Laserinterferenz-Lithographie zur Herstellung von Modell-Katalysatoren*, ETH, Diss., 2000
- [30] SCHILDENBERGER, M. ; BONETTI, Y. ; AESCHLIMANN, M. ; SCANDELLA, L. ; GOBRECHT, J. ; PRINS, R.: Preparation of model catalysts by laser interference nanolithography followed by metal cluster deposition. In: *Catal. Lett.* 56 (1998), S. 1–6
- [31] MACK, C.A.: Analytical expression for the standing wave intensity in photoresist. In: *Appl. Opt.* 25 (1986), Nr. 12, S. 1958–1961
- [32] MORITA, M. ; OHMI, T. ; HASEGAWA, E. ; KAWAKAMI, M. ; OHWADA, M.: Growth of native oxide on a silicon surface. In: *J. Appl. Phys.* 68 (1990), Nr. 3, S. 1272–1281
- [33] LI, F. ; BALAZS, M.K. ; DEAL, B.E.: Thickness measurement of sub-monolayer native oxide films on silicon wafers. In: *Solid State Techn.* 43 (2000), Nr. 2, S. 87–98

- [34] JACCODINE, R.J. ; SCHLEGEL, W.A.: Measurement of strains at Si – SiO₂ Interface. In: *J. Appl. Phys.* 37 (1966), Nr. 6, S. 2429–2434
- [35] KOBEDA, E. ; IRENE, E.A.: In situ stress measurements during thermal oxidation of silicon. In: *J. Vac. Sci. Technol. B* 7 (1989), Nr. 2, S. 163–166
- [36] SUTTER, P. ; LAGALLY, M.G.: Quantitative Determination of Dislocation-Induced Strain at the Surface of (100) Silicon-on-Insulator. In: *Phys. Rev. Lett.* 82 (1999), Nr. 7, S. 1490–1493
- [37] GNECCO, E.: persönl. Mitteilung
- [38] DUBBEL, H.: Werkstofftechnik. In: BEITZ, W. ; GROTE, K.-H. (Hrsg.): *Taschenbuch für den Maschinenbau*. Berlin : Springer Verlag, 1997, S. E12
- [39] HU, S.M.: Critical stress in silicon brittle fracture, and effect of ion implantation and other surface treatments. In: *J. Appl. Phys.* 53 (1982), Nr. 5, S. 3576–3580
- [40] HEUBERGER, A.: Physikalische Grundlagen der Mikromechanik. In: *Mikromechanik*. Berlin : Springer-Verlag, 1991, S. 49
- [41] OGLETREE, D.F. ; CARPICK, R.W. ; SALMERON, M.: Calibration of frictional forces in atomic force microscopy. In: *Rev. Sci. Instrum.* 67 (1996), Nr. 9, S. 3298–3306
- [42] LAWN, B.: *Fracture of brittle solids*. 2. Auflage. Cambridge : Cambridge University Press, 1993
- [43] TALREJA, R.: Damage development in composites: Mechanisms and modelling. In: *J. Strain Anal.* 24 (1989), Nr. 4, S. 215–222
- [44] MATE, C.M. ; MCCLELLAND, G.M. ; ERLANDSSON, R. ; CHIANG, S.: Atomic-Scale Friction of a Tungsten Tip on a Graphite Surface. In: *Phys. Rev. Lett.* 59 (1987), S. 1942–1945
- [45] MAK, C. ; KRIM, J.: Quartz-crystal microbalance studies of the velocity dependence of interfacial friction. In: *Phys. Rev. B* 58 (1998), Nr. 9, S. 5157–5159,
- [46] LIU, H. ; AHMED, S.I.-U. ; SCHERGE, M.: Microtribological properties of silicon and silicon coated with diamond like carbon, octadecyltrichlorosilane and steric acid calcium salt films: A comparative study. In: *Thin Solid Films* 381 (2001), S. 135–142

- [47] MICHALSKE, T.A. ; FREIMAN, S.W.: A molecular interpretation of stress corrosion in silica. In: *Nature* 295 (1982), S. 511–512
- [48] CLARKE, D.R. ; LAWN, B.R. ; ROACH, D.H.: The Role of Surface Forces in Fracture. In: *Fracture Mechanics of Ceramics* 8 (1986), S. 341–350
- [49] BUNKER, B.C. ; MICHALSKE, T.A.: Effect of surface corrosion on glass fracture. In: *Fracture Mechanics of Ceramics* 8 (1986), S. 391–411
- [50] FREIMAN, S.W.: Fracture Mechanics of Glass. In: UHLMANN, D.R. ; KREIDL, N.J. (Hrsg.): *Glass: Science and Technology* Bd. 5. New York : Academic Press, 1980, S. 21–78
- [51] FALBE, J. ; REGITZ, M. (Hrsg.): *Römpp Chemie Lexikon*. 9. Auflage. Stuttgart : Georg Thieme Verlag, 1989-1992
- [52] OVERGAARD, J.V.: Experimental results of the influence of ionic strength in liquid environment on fibre life. In: *SPIE Proceedings Series, Optical Network Engineering and Integrity* 2611 (1996), S. 64–71
- [53] HOLLEMANN, A.F. ; WIBERG, E.: *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*. 81.-90. Auflage. Berlin : Walter de Gruyter, 1976
- [54] WEAST, R.C. (Hrsg.): *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 68. Auflage. Boca Raton : CRC Press, 1987-1988
- [55] NAKAHARA, S. ; LANGFORD, S.C. ; DICKINSON, J.T.: Surface force microscope observations of corrosive tribological wear on single crystal NaNO_3 exposed to moist air. In: *Tribol. Lett.* 1 (1995), S. 277–300
- [56] EL-SHAMY, T.M. ; LEWINS, J. ; DOUGLAS, R.W.: The dependence on the pH of the decomposition of glasses by aqueous solutions. In: *Glass Techn.* 13 (1972), Nr. 3, S. 81–87
- [57] AHEARN, J.S. ; MILLS, J.J. ; WESTWOOD, A.R.C.: Effect of electrolyte pH and bias voltage on the hardness of the (001) ZnO surface. In: *J. Appl. Phys.* 49 (1978), Nr. 1, S. 96–102
- [58] BINNIG, G.: Force microscopy. In: *Ultramicroscopy* 42-44 (1992), S. 7–15
- [59] MAMIN, H.J. ; RUGAR, D.: Thermomechanical Writing with an Atomic Force Microscope Tip. In: *Appl. Phys. Lett.* 61 (1992), S. 1003–1005

- [60] VETTIGER, P. ; DESPONT, M. ; DRECHSLER, U. ; DRIG, U. ; HÄBERLE, W. ; LUTWYCHE, M.I. ; ROTHUIZEN, H.E. ; STUTZ, R. ; WIDMER, R. ; BINNIG, G.: The „Millipede“- More than one thousand tips for future AFM data storage. In: *IBM J. Res. Develop.* 44 (2000), Nr. 3, S. 323–340
- [61] BINNIG, G. ; ROHRER, H. ; VETTIGER, P. *Mass-storage applications of local probe arrays.* 1998
- [62] LUTWYCHE, M.I. ; DESPONT, M. ; DRECHSLER, U. ; DRIG, U. ; HÄBERLE, W. ; ROTHUIZEN, H. ; STUTZ, R. ; WIDMER, R. ; BINNIG, G. ; VETTIGER, P.: Highly parallel data storage system based on scanning probe arrays. In: *Appl. Phys. Lett.* 77 (2000), Nr. 20, S. 3299–3301
- [63] RIED, R.P. ; MAMIN, H.J. ; TERRIS, B.D. ; FAN, L.S. ; RUGAR, D.: 6-MHz 2-N/m Piezoresistive Atomic-Force-Microscope Cantilevers with Incisive Tips. In: *J. Microelectromech. Syst.* 6 (1997), S. 294
- [64] BASSOUS, E. ; TAUB, H.H. ; KUHN, L.: Ink jet printing nozzle arrays etched in silicon. In: *Appl. Phys. Lett.* 31 (1977), S. 135
- [65] ROYLANCE, L.M. ; ANGELL, J.B.: A Batch-Fabricated Silicon-Accelerometer. In: *IEEE Trans. Electron Devices* 26 (1979), S. 1911
- [66] CRAIGHEAD, H.G.: Nanoelectromechanical Systems. In: *Science* 290 (2000), Nr. 5496, S. 1532–1535
- [67] ROUKES, M.: Nanoelectromechanical systems face the future. In: *Physics World* February (2001), S. 25–31
- [68] SERVICE, R.F.: IBM Puts Fast Chips on a New Footing. In: *Science* 281 (1998), Nr. 14 August, S. 893–894
- [69] MIZOGUCHI, K. ; NAKASHIMA, S. ; SUGIURA, Y. ; HARIMA, H.: Micro-Raman characterization of crystallinity of laser-recrystallized silicon films on SiO₂ insulators. In: *J. Appl. Phys.* 85 (1999), Nr. 9, S. 6758–6762
- [70] MENDICINO, M. ; YANG, I. ; CAVE, N. ; VEERARAGHAVAN, S. ; GILBERT, P.: A comparison of oxidation induced stress and defectivity in SIMOX and bonded SOI wafers. In: *Proc. IEEE Int. SOI Conf.* (1997), S. 132–133

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei meinem Doktorvater Prof. Dr. Ernst Meyer bedanken. Seine stete Diskussionsbereitschaft und seine Ideen und Anregungen besonders in tribologischen Fragen haben entscheidend zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Dr. Thomas A. Jung danke ich für seine ansteckende Begeisterung für dieses Forschungsthema, viele anregende Diskussionen und praktische Hilfsbereitschaft in entscheidenden Momenten. Die mir gewährte große Freiheit und das in mich gesetzte Vertrauen haben mich immer wieder motiviert.

Dr. Louis Tiefenauer gebührt mein Dank für seine hilfreichen Diskussionen und seine Unterstützung in administrativen Fragen.

Im Zusammenhang mit den Proben und ihrer Herstellung danke ich Dr. Loris Scandella für die Überlassung einiger Wafer. Unserem Praktikanten Niko Baethke gilt mein Dank für seine engagierte und erfolgreiche Mitarbeit in diesem Projekt. Dr. Brigitte Ketterer, Bianca Haas, Dr. Hans Sigg, Stefan Stutz, Dieter Bächle und Dr. Helmut Schift danke ich für ihre Hilfe bei der Lösung von Problemen bei der Probenherstellung.

Bei Dr. Monica Schwarzenbach bedanke ich mich für ihre Hilfsbereitschaft insbesondere mit dem Topometrix-Gerät. In diesem Zusammenhang danke ich auch Verena Thommen-Geiser und Peter Reimann.

Dr. Enrico Gnecco danke ich für Finite-Element-Analysen zu dem untersuchten System, die das Verständnis der beobachteten Mechanismen vertiefen konnten.

Bei allen meinen Kollegen am Labor für Mikro- und Nanotechnologie des Paul-Scherrer-Instituts bedanke ich mich für ihre vielfältige Unterstützung. Insbesondere meinen jetzigen und ehemaligen Bürokollegen Laurent Diehl, Rolf Schelldorfer, Bernd Nöhammer und Peter Häberling danke ich für eine sehr angenehme Arbeitsatmosphäre und ihre Hilfsbereitschaft.

Für die Bereitstellung der Infrastruktur am Labor für Mikro- und Nanotechnologie danke ich Dr. Jens Gobrecht.

Dem Schweizerischen Nationalfonds und dem Paul-Scherrer-Institut gilt mein Dank für die finanzielle Unterstützung dieses Forschungsprojektes.

Jan und meinen Eltern danke ich für die großartige Unterstützung während meiner Ausbildung und für das Interesse, das sie meiner Arbeit entgegenbringen.

Publikationsverzeichnis

Artikel und Patente

- F. Burmeister, C. Schafle, B. Keilhofer, C. Bechinger, J. Boneberg und P. Leiderer, „From mesoscopic to nanoscopic surface structures: Lithography with colloid monolayers“, *Adv. Mater.* 10 (6), 495 (1998)
- B. Baumeister, R. Ros, L. Tiefenauer, T. Jung, L. Scandella, B. Bucher, A. Fechtenkötter und K. Muellen, „Modification of Nanostructures and Force Measurements at the Solid-Liquid Interface“, *PSI Jahresbericht 1999, Teilchen und Materie*
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Fracture Mechanics at the Nanometer Scale“, *PSI Jahresbericht 2000, Labor für Mikro- und Nanotechnologie*
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Nanoscale Fracture Studies Using the Scanning Force Microscope“, *Appl. Phys. Lett.* 78 (17) 2485 (2001)
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Tribological Studies on Fracture and Erosion of Nanostructures“, *Trib. Lett.* 11 (2) 107 (2001)
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Memory element, method for structuring a surface, and storage device“, angemeldet am 13. März, 2001, U.S. Serial No. 09/804,984

Vorträge

- B. Baumeister, L. Scandella und T. A. Jung, „Fracture Mechanics and Erosive Wear of Microfabricated SiO₂-Nanotowers on Si: SPM Studies and New Experimental Modes“, *SXM4-Konferenz*, 25.-27. September 2000, Münster, Deutschland
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Fracture Studies and Controlled Modification of Nanotowers using the Scanning Force Microscope“, *APS March Meeting*, 12.-16. März 2001, Seattle, Washington, USA
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Bruchmechanische Untersuchungen an Nanostrukturen unter Verwendung des Rasterkraftmikroskops“, *Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft*, 26.-30. März 2001, Hamburg, Deutschland

- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Scanning Force Microscopy Studies on Fracture Mechanics and Erosive Wear at the Nanometer Scale“, MRS Spring Meeting, 16.-20. April 2001, San Francisco, California, USA
- B. Baumeister, T.A. Jung und E. Meyer, „Atomic force microscope investigations on fracture and erosion of nanostructures“, STM01-Konferenz, 14.-21. Juli 2001, Vancouver, British Columbia, Kanada

Curriculum vitae

04.04.1972	geboren als Tochter von Edith und Karl Keilhofer in Marl, Deutschland
1978-1982	Besuch der Grundschule Harkortschule, Marl
1982-1991	Besuch des Geschwister-Scholl-Gymnasiums, Marl
13.06.1991	Abitur am Geschwister-Scholl-Gymnasium, Marl
ab 10/1991	Studium der Physik (Abschlußziel: Diplom), Universität Konstanz
13.10.1993	Vordiplom in Physik
10/1994	Wechsel zum Studiengang „Staatliches Lehramt an Gymnasien“ mit der Fächerkombination Mathematik/Physik
16.03.1995	Zwischenprüfung in Mathematik
06.06.1997	Heirat mit Jan Martin Baumeister
25.06.1997	Wissenschaftliche Prüfung für das Lehramt an Gymnasien in den Fächern Mathematik und Physik
09/1997-07/1999	Lehrtätigkeit an Gymnasien in Konstanz und Singen
28.07.1999	Zweite Staatsprüfung für die Laufbahn des höheren Schuldienstes an Gymnasien
ab 08/1999	Promotion an der Universität Basel bei Prof. Dr. E.Meyer Arbeitsort Paul-Scherrer-Institut, Villigen

Während meiner Ausbildung habe ich Lehrveranstaltungen folgender Dozenten besucht:

H. Beste, E. Bohl, H. Dehnen, W. Dieterich, D. Ebner, J. Felsche, S. Herminghaus, J. Jäckle, R. Klein, M. Kohlmann, K. Läger, P. Leiderer, J. Mlynek, G. Müller, V. Puppe, R. Racke, E. Recknagel, H. Richner, M. Stachel, H.-J. Stoß, S. Uhl, W. Watzlawek, G. Wolff