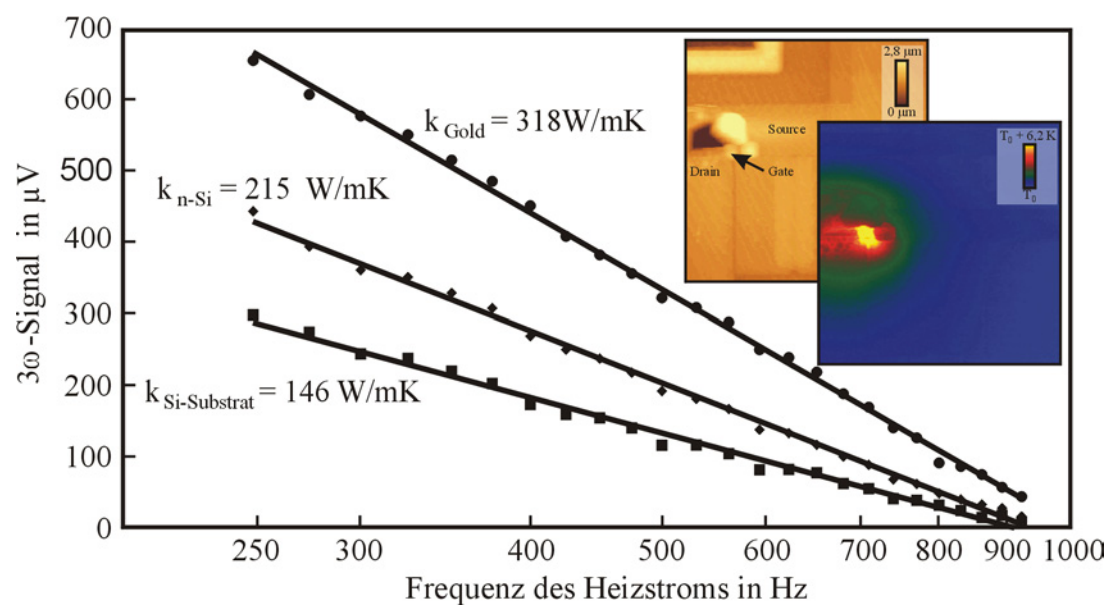


Quantitative Erfassung von thermischen Eigenschaften mit Hilfe der Rastersondenmikroskopie



Gero Fiege

Quantitative Erfassung von thermischen Eigenschaften mit Hilfe der Rastersondenmikroskopie

Vom Fachbereich Elektrotechnik und Informationstechnik der
Bergischen Universität Wuppertal

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor - Ingenieurs
genehmigte Dissertation

von
Diplom-Ingenieur Gero Fiege
aus
Arnsberg

Referent: Prof. Dr. rer. nat. Ludwig J. Balk
Koreferenten: Prof. Dr.-Ing. Albrecht Glasmachers und Prof. Dr. Benedykt Licznarski

Tag der mündlichen Prüfung: 07.12.2001

Inhaltsverzeichnis

Verwendete Formelzeichen, Abkürzungen und Konstanten	IV
1. Einleitung und Problemstellung	1
2. Thermische Eigenschaften und Zustandsgrößen	5
2.1 Grundlagen der Wärmeleitung	5
2.2 Analytische Beschreibung der Wärmeausbreitung in Festkörpern	7
2.3 Numerische Lösungsverfahren zur Bestimmung thermischer Eigenschaften	9
2.3.1 Allgemeine Lösungsstrategie numerischer Verfahren	9
2.3.2 Das Lösungsverfahren der Finite-Elemente-Methode	10
2.4 Wärmeleitungsmechanismen zwischen mikroskopischer Sonde und Probe	15
3. Die thermische Rastersondenmikroskopie	19
3.1 Grundlagen der Rastersondenmikroskopie	19
3.2 Verfahren und Sonden der thermischen Rastersondenmikroskopie	23
3.2.1 Das mikroskopische Thermoelement	23
3.2.2 Die thermische Sonde mit integrierter Schottky-Diode	25
3.2.3 Die mikroskopische resistive Sonde	26
3.2.4 Vermessung der vertikalen thermoelastischen Verbiegung der Sonde	28
3.2.5 Vermessung der vertikalen thermoelastischen Ausdehnung der Probe	29
3.2.6 Verfahren zur Temperaturmessung im optischen Nahfeld	30
3.3 Diskussion der vorgestellten thermischen Mikroskopieverfahren	30
4. Einsatzgebiete der thermischen Rastersondenmikroskopie	33
4.1 Mikroelektronische Bauelemente	33
4.2 Leistungsbaulemente	34
4.3 Materialwissenschaftliche Anwendungen	35
5. Entwicklung eines Sondenmikroskops zur quantitativen Erfassung von thermischen Eigenschaften	37
5.1 Realisierung eines Messsystems mit resistiver Sonde zur Temperaturerfassung mit einer Auflösung im Millikelvin-Bereich	38
5.1.1 Charakterisierung und Simulation der mechanischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften der thermischen Sonde aus Platin	40
5.1.1.1 Untersuchung der mechanischen Eigenschaften	40
5.1.1.2 Simulation der thermischen Eigenschaften	41

II

5.1.1.3	Vermessung der elektrischen Eigenschaften der Sonde samt Zuleitungen	46
5.1.2	Konzeption einer Wheatstone-Messbrücke mit thermischer Sonde	49
5.1.2.1	Theoretische Betrachtung der Empfindlichkeit einer Wheatstone-Brücke	49
5.1.2.2	Messtechnische Analyse der Empfindlichkeit einer Messbrücke mit integrierter thermischer Sonde	52
5.1.3	Realisierung der Messbrücke	58
5.1.4	Aufbau und Leistungsfähigkeit des neuen Messsystems	62
5.1.4.1	Der Einfluss der Selbsterwärmung der Sonde auf die Abbildung von Temperaturverteilungen	64
5.1.4.2	Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit des SThM-Systems	66
5.1.4.3	Diskussion der erzielbaren Ortsauflösung bei der Vermessung von Temperaturverteilungen	67
5.2	Entwicklung eines Verfahrens zur quantitativen Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit mit nanometrischer Ortsauflösung	69
5.2.1	Theoretische Grundlagen des 3ω -Verfahrens	70
5.2.2	Integration der 3ω -Methode in das SThM und Anpassung des Messverfahrens	73
5.2.3	Demonstration der Leistungsfähigkeit der Technik	75
6.	Erfassung von Temperaturverteilungen in mikroelektronischen Bauelementen	79
6.1	Analyse elektrischer Zustände an aktiv betriebenen Bauelementen	79
6.2	Fehleranalyse an mikroelektronischen Bauelementen	86
6.3	Separation des Temperatur- und Leitfähigkeitssignals zur Vermessung kleiner Temperaturgradienten	91
7.	Thermische Charakterisierung von Leistungsbau-elementen	95
7.1	Apparative Anforderungen zur Analyse von Leistungsbau-elementen unter Betriebsbedingungen	95
7.2	Fehleranalyse an Leistungsbau-elementen	96
7.2.1	Temperaturmessungen an der Freilaufdiode eines IGBTs	96
7.2.2	Thermische Leitfähigkeitsmessungen an einem GTO	98
8.	Messung der lokalen thermischen Leitfähigkeit an Materialsystemen	101
8.1	Die Charakterisierung von Komposit-Materialien und Polymersystemen	101
8.2	Quantitative Erfassung der lokalen thermischen Leitfähigkeit	104
8.2.1	Vermessung von CVD-Diamantfilmen	104
8.2.2	Analyse von dotierten und undotierten Halbleitermaterialien	106

9. Entwicklung weiterer Sondenkonzepte und ihre Realisierung	111
9.1 Konzeption und Simulation einer resistiven thermischen Sonde mit Siliziumsensor	111
9.1.1 Geometrie und Aufbau der Sonde	111
9.1.2 Bestimmung des Dotierstoffes und Kalkulation der Dotierungsparameter	112
9.1.3 Simulation der elektrischen und thermischen Eigenschaften der Sonde	115
9.2 Konzeption und Simulation einer resistiven thermischen Sonde aus Diamant	119
9.2.1 Geometrie und Aufbau der Sonde	119
9.2.2 Abschätzung der Materialparameter des Diamanten	121
9.2.3 Ergebnisse der thermischen und elektrischen Simulationen der Diamantsonde	122
9.3 Entwicklung einer resistiven thermischen Sonde aus Diamant	124
9.3.1 Lokale Diamantdeposition mit Hilfe eines CVD-Verfahrens	126
9.3.2 Oxidation der Siliziumsonde	128
9.3.3 Abscheiden einer Goldschicht und elektrische Kontaktierung der Struktur	130
9.3.4 Charakterisierung der resistiven thermischen Sonde aus Diamant	131
10. Zusammenfassung und Ausblick	135
11. Veröffentlichungen und Vorträge	139
12. Literaturverzeichnis	143
Danksagung	
Lebenslauf	

Verwendete Formelzeichen und Abkürzungen

α_0	mittlerer Temperaturkoeffizient eines Metalls
α_K	Konvektionskoeffizient
\vec{a}	Vektor freier Koeffizienten
c	spezifische Wärmekapazität
C_L	Summe der Kapazitäten der Zuleitungen der thermischen Sonde
CCD	<u>C</u> harge <u>C</u> oupled <u>D</u> evice
CMOS	<u>C</u> omplementary <u>M</u> etal <u>O</u> xide <u>S</u> emiconductor
CVD	<u>C</u> hemical <u>V</u> apor <u>D</u> eposition
δ	Eindringtiefe einer thermischen Welle
d_{Aeff}	Durchmesser der effektiven Auflagefläche der thermischen Sonde
D	thermische Diffusivität
EDX	<u>E</u> nergy <u>D</u> ispersive <u>X</u> -Ray
f	Frequenz
F	Kraft
F'	Kraftgradient (Ableitung der Kraft nach der Normalenrichtung der Probenoberfläche)
F_{PT}	Formfaktor zur Berechnung der Temperaturabhängigkeit der Platinsonde
$f_{\text{th,3dB}}$	thermische 3dB Grenzfrequenz
FEM	<u>F</u> inite- <u>E</u> lemente- <u>M</u> ethode
FMI	<u>F</u> luorescent <u>M</u> icrothermal <u>I</u> maging
GTO	<u>G</u> ate- <u>T</u> un- <u>O</u> ff Thyristor
I	Stromstärke
I_S	Sättigungsstrom
IGBT	<u>I</u> nsulated <u>G</u> ate <u>B</u> ipolar <u>T</u> ransistor
φ	Phasenwinkel
\vec{j}	Wärmefluss, Wärmestromdichte in einem Körper
\underline{k}	Koeffizientenmatrix eines Gleichungssystems
k_F	Federkonstante des Cantilevers
K_T	Empfindlichkeit der Wheatstone-Messbrücke
K_0	Modifizierte Besselfunktion zweiter Art in der nullten Ordnung
λ	thermische Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit
l_{mfW}	mittlere freie Weglänge
L	Länge
L_L	Summe der Induktivitäten der Zuleitungen der thermischen Sonde
μ_n	Elektronenbeweglichkeit
μ_p	Löcherbeweglichkeit

MOSFET	<u>M</u> etal <u>O</u> xide <u>S</u> emiconductor <u>F</u> ield <u>E</u> ffect <u>T</u> ransistor
n	Elektronenkonzentration
\underline{N}	Matrix der Formfunktionen
N_D	Dichte der Donatoratome
N_L	Effektive Zustandsdichte an der unteren Leitungsbandkante
NESR	<u>n</u> oise- <u>e</u> quivalent <u>s</u> patial <u>r</u> esolution
Π	potentielle Energie
p	Löcherkonzentration
P(t)	Heizleistung
PEM	<u>P</u> hoto <u>E</u> mission <u>M</u> icroscope
Θ	Temperaturdifferenz $\Theta = T - T_0$
\vec{q}	Lastvektor
Q	Wärmeenergie
ρ	spezifische Dichte
ρ_{sp}	spezifischer elektrischer Widerstand
R_{dc}^*	Mittelwert des elektrischen Widerstandes des periodisch erwärmten Heizelements
R_{Ges}	Gesamtwiderstand der thermischen Sonde samt Zuleitungen
R_{PT}	Widerstand der thermischen Sonde aus Platin
R_q	Vorwiderstand
R_V	Summe der Kontakt- und Leitungswiderstände der thermischen Sonde
R_1 - R_4	Brückenwiderstände
S	Oberfläche eines Körpers
SEM	<u>S</u> canning <u>E</u> lectron <u>M</u> icroscope
SFM	<u>S</u> canning <u>F</u> orce <u>M</u> icroscope
SIMS	<u>S</u> econdary <u>I</u> on <u>M</u> ass <u>S</u> pectroscopy
SJEM	<u>S</u> canning <u>J</u> oule <u>E</u> xpansion <u>M</u> icroscope
SNOM	<u>S</u> canning <u>N</u> ear- <u>F</u> ield <u>M</u> icroscope
STM	<u>S</u> canning <u>T</u> unneling <u>M</u> icroscope
SThM	<u>S</u> canning <u>T</u> hermal <u>M</u> icroscope
τ_{th}	thermische Zeitkonstante
t	Zeit
T	Temperatur
\vec{T}	Temperaturvektor
\vec{T}'	Temperaturgradientenvektor
$T_{En}(x)$	Ansatzfunktion zur Beschreibung eines eindimensionalen Temperaturverlaufs
T_0	Umgebungstemperatur
ΔT_{min}	Temperaturempfindlichkeit des SThM-Systems
U	Spannung

U_{AB}	Brückendiagonalspannung
U_q	Versorgungsspannung
V	Volumen eines Körpers
∇	Laplace-Operator
ω	Kreisfrequenz
ω_0	Resonanzfrequenz des Cantilevers
$W(\vec{r}, t)$	Leistungsdichte
W_A	Energie der Akzeptoren
W_D	Energie der Donatoren
W_L	Energie der unteren Leitungsbandkante
x, y, z	Ortskoordinaten
Δx	Ortsauflösung

Verwendete Konstanten

$ q , e$	Elementarladung ($ q = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ A}\cdot\text{s}$)
k	Boltzmannkonstante ($k = 1,381 \cdot 10^{-23} \text{ V}\cdot\text{A}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$)

1. Einleitung und Problemstellung

Der Erfassung thermischer Eigenschaften kommt im Rahmen der Materialwissenschaften und der Weiterentwicklung moderner elektronischer Bauelemente eine stetig wachsende Bedeutung zu. So führen steigende Packungsdichten und Betriebsfrequenzen zu einem kontinuierlichen Anstieg der Leistungsdichte in integrierten Schaltungen. Dabei wird aufgrund des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik mindestens ein Teil jedes irreversiblen Energieaustausches mit der Umgebung in Form von Wärme erfolgen. Die resultierende lokale Erwärmung des Bauelements kann Fehlfunktionen, eine beschleunigte Degradation oder die Zerstörung des Bauelements verursachen. Die Vermessung der lokalen Temperaturverteilung und die Analyse des Energietransfers innerhalb des Bauelements über die Bestimmung der lokalen thermischen Leitfähigkeit kann zur Ermittlung von Fehlerquellen und zur Untersuchung von Mechanismen der Wärmegeneration und des Wärmetransports genutzt werden [1]. Mit der Einführung der CMOS-Technologie wurden die Voraussetzungen zur fortgesetzten Reduzierung der Bauelementstrukturgrößen geschaffen. Seit Beginn der 80er Jahre verdoppelt sich die Bauelementdichte gemäß dem Mooreschen Gesetz alle zwei Jahre, und auch heute ist noch kein Ende des Miniaturisierungsprozesses erreicht [2]. So konnte mit Hilfe von Simulationen die prinzipielle Funktionsfähigkeit eines CMOS-Transistors mit einer Gatelänge von 25 nm nachgewiesen werden [3]. Auch sprechen die geringen Verlustleistungen für eine Fortsetzung der Entwicklung auf Basis der CMOS-Technologie [4]. Aus diesem Trend ergeben sich deutlich ansteigende Anforderungen bezüglich der Ortsauflösung der Messverfahren.

Die Ermittlung der lokalen thermischen Leitfähigkeit ist nicht nur in aktiven Halbleiterbauelementen, sondern auch zur Charakterisierung von Materialien und Materialsystemen von großem Interesse. So bestimmen die mikroskopischen Strukturen und die Eigenschaften an Grenzflächen und Übergängen wesentlich die makroskopischen Eigenschaften von Materialsystemen, ein Umstand der bei der Konzeption von Nanokompositen ausgenutzt wird [5]. Die quantitative Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit erlaubt neben der Darstellung von Inhomogenitäten und Materialkompositionen auch den direkten Vergleich und die Bewertung der Güte von Materialsystemen. So kann beispielsweise die quantitative Analyse von Diamantschichten – deren thermische Leitfähigkeit eine ihrer Haupteigenschaften darstellt – zur Optimierung solcher im Entwicklungsstadium befindlichen Systeme dienen. Auch für diese Anwendungen ist eine Ortsauflösung im Nanometerbereich unverzichtbar.

Die konventionellen Verfahren zur Abbildung von Temperaturverteilungen basieren auf optischen Methoden und sind damit in ihrer Ortsauflösung durch die Wellenlänge des genutzten Lichtes limitiert. Durch das Abbesche Beugungslimit kann die Ortsauflösung nie

besser als etwa die Hälfte der Wellenlänge des zur Detektion benutzten Lichtes sein; bei der direkten Aufnahme des von einem Bauelement abgestrahlten infraroten Lichtes beträgt die Auflösung beispielsweise einige Mikrometer [6]. Eine bessere Ortsauflösung wird durch das Aufbringen eines dünnen, temperatursensitiven Films erzielt, der beim Flüssigkristall-Verfahren in Abhängigkeit von der lokalen Oberflächentemperatur des Bauelements seine optischen Eigenschaften ändert [7] oder im Falle des Mikrofluoreszenz-Verfahrens lokal zur Fluoreszenz angeregt wird [8-10]. Die Ortsauflösung wird in diesem Fall von der Güte des zur Beobachtung verwendeten optischen Mikroskops bestimmt und beträgt im besten Fall 0,3 – 0,5 Mikrometer. Auch zur Bestimmung der lokalen thermischen Leitfähigkeit werden optische Verfahren verwendet. So lässt sich bei ortsaufgelösten photothermischen Mikroskopiesystemen über die Ausbreitung einer mit Hilfe eines Lasers erzeugten Wärmewelle diese thermische Eigenschaft erfassen [11, 12]; Die Ortsauflösung wird bei diesen Verfahren durch den Strahldurchmesser des Lasers definiert und beträgt in etwa 1 Mikrometer.

Rastersondenmikroskopische Messverfahren besitzen prinzipbedingt eine wesentlich höherer Ortsauflösung als optische Mikroskopieverfahren. Diese auf der Nahfeld-Wechselwirkung zwischen einer mikroskopischen Sonde und der Probe basierenden Verfahren wurden erstmals im Jahre 1982 mit der Einführung des Rastertunnelmikroskops (STM) und einige Jahre später des Rasterkraftmikroskops (SFM) vorgestellt [13]. Seither wurden eine Reihe von Ansätzen zur Vermessung von Temperaturverteilungen und der lokalen thermischen Leitfähigkeit realisiert. So konnte erfolgreich ein mikroskopisches Thermoelement in eine STM-Sonde [14, 15] und eine SFM-Sonde [16-18] integriert werden. Ebenso gelang die Ausführung eines temperaturempfindlichen Sensors auf der Grundlage eines Schottky-Kontaktes [19, 20] und die Realisierung eines mikroskopischen resistiven thermischen Sensors [21, 22]. Gemeinsam ist diesen unter dem Oberbegriff der thermischen Rastersondenmikroskopie (S_{Th}M) zusammengefassten Verfahren eine nanometrische Ortsauflösung, die aufgrund der Nahfeld-Wechselwirkung mit der Probe nur durch die effektive Kontaktfläche der Sonde bestimmt wird. Eine ebenso gute Ortsauflösung konnte mit indirekten Verfahren zur Temperaturerfassung erreicht werden, die auf der Vermessung der thermoelastischen Ausdehnung der Probe [23, 24] oder der Verbiegung einer Bimetall-Sonde beruhen [25,26]. Diese Verfahren erlauben jedoch nicht, oder nur mit erheblichem zusätzlichen apparativen Aufwand, die Aufnahme beider thermischen Größen, der Temperatur und der thermischen Leitfähigkeit. Lediglich die resistive thermische Sonde ermöglicht durch vergleichende Messungen auf Proben bekannter thermischer Leitfähigkeit eine Abschätzung der absoluten Größe der thermischen Leitfähigkeit einer Probe. Einige bei diesem Verfahren getroffene Annahmen sind jedoch noch umstritten und die ermittelten quantitativen Werte sind mit

großen Fehlertoleranzen versehen [27]. Neben der relativ ungenauen quantitativen Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit konnten mit der resistiven Sonde erfolgreich Temperaturmessungen durchgeführt werden, jedoch mit einer für die Analyse von Halbleiterbauelementen unbefriedigenden Empfindlichkeit von etwa 1 Kelvin [28].

Im Rahmen dieser Arbeit soll daher ein Messsystem entwickelt werden, das zur quantitativen Erfassung von Temperaturverteilungen und der lokalen thermischen Leitfähigkeit geeignet ist. Basierend auf dem thermischen Rasterkraftmikroskop mit resistiver thermischer Sonde sollen Temperaturverteilungen in Halbleiterbauelementen mit hoher Empfindlichkeit erfasst werden können. Durch den Wechsel des Betriebsmodus soll ohne weiteren apparativen Aufwand die quantitative Analyse der thermischen Leitfähigkeit einer Probe ermöglicht werden. Die Integration eines dynamischen Verfahrens zur Quantifizierung dieser thermischen Eigenschaft, dem so genannten 3ω -Verfahren, soll die Vermessung der absoluten thermischen Leitfähigkeit mit einer gegenüber den etablierten Verfahren deutlich verbesserten Ortsauflösung erlauben.

Exemplarische Messungen von Temperaturprofilen sollen die Leistungsfähigkeit des Systems sowohl zur Fehleranalyse als auch zur Charakterisierung von elektronischen Bauelementen demonstrieren. Das breite Anwendungsspektrum und die hohe Sensitivität des Messverfahrens sollen zur Charakterisierung von Komposit-Materialien und Materialsystemen genutzt werden. Die Einsatzmöglichkeit dieses Systems zur quantitativen Vermessung der thermischen Leitfähigkeit und die Leistungsfähigkeit dieses Verfahrens werden analysiert.

Auf der Grundlage der durch den Einsatz des thermischen Rastersondenmikroskops gemachten Erfahrungen werden weiterführende Konzepte neuer thermischer Sonden entwickelt, die weitere Verbesserungen dieser Technik erlauben. Zur Überprüfung der Konzepte und zur Abschätzung ihrer Leistungsfähigkeit sollen numerische Simulationen der thermischen und elektrischen Eigenschaften dieser Sondenmodelle durchgeführt werden. Erste Schritte zur technologischen Realisierung einer neuen thermischen Sonde ermöglichen die praktische Überprüfung und die Demonstration der prinzipiellen Funktionsfähigkeit des favorisierten Konzepts.

2. Thermische Eigenschaften und Zustandsgrößen

2.1 Grundlagen der Wärmeleitung

Besteht in einem Körper ein Temperaturgefälle, kommt es zu einem Austausch von Wärmeenergie von dem wärmeren in den kälteren Bereich, bis durch diesen Temperatenausgleich ein thermisches Gleichgewicht hergestellt ist. Dieser Transport von Wärme in einem Körper wird Wärmeleitung genannt. Für den Wärmefluss \vec{j} , d. h. die Wärmeenergie, die pro Zeiteinheit durch eine Flächeneinheit transportiert wird, gilt in der allgemeinsten Form die empirische Beziehung:

$$\vec{j} = -\vec{\lambda} \cdot \text{grad}(T) \quad (2.1)$$

Der Tensor $\vec{\lambda}$ wird als Wärmeleitfähigkeit oder thermische Leitfähigkeit bezeichnet [29]. Da die Wärmeleitung in den meisten Materialien, insbesondere in kubischen Kristallen, ein isotroper Prozess ist, kann die thermische Leitfähigkeit $\vec{\lambda}$ als skalare Größe dargestellt werden, die häufig als Wärmeleitfähigkeit λ bezeichnet wird.

Um eine zeit- und ortsabhängige mathematische Beschreibung der Wärmeleitung in einem Körper zu erhalten, wird ein Probenbereich mit dem Volumen V betrachtet, der über seine Oberfläche S Wärme mit der Umgebung austauscht. Durch Integration der Gleichung 2.1 über die Oberfläche S erhält man für die zeitliche Änderung der inneren Energie Q :

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = \int_S \lambda \cdot \text{grad}(T) \cdot d\vec{S} \quad (2.2)$$

Nach dem Gaußschen Satz lässt sich dieses Oberflächenintegral in ein Volumenintegral umformen:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = \int_V \text{div}(\lambda \cdot \text{grad}(T)) \cdot dV = \int_V \lambda \cdot \nabla(T) \cdot dV \quad (2.3)$$

mit dem Laplace-Operator $\nabla = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$

Die zeitliche Änderung der inneren Energie in einem Volumenelement dV ist gleich $c \cdot \partial T / \partial t \cdot \rho \cdot dV$, mit der spezifischen Wärmekapazität c und der Dichte ρ . Die zeitliche Energieänderung im Volumen V ergibt sich in diesem Fall durch Integration:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial t} \int_V c \cdot T \cdot \rho \cdot dV \quad (2.4)$$

Durch Gleichsetzen mit Gleichung 2.3 folgt

$$\frac{\partial}{\partial t} \int_V c \cdot T \cdot \rho \cdot dV = \int_V \lambda \cdot \Delta T \cdot dV \quad (2.5)$$

und schließlich:

$$c \cdot \rho \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \cdot \nabla T \quad (2.6)$$

Existieren zudem noch Wärmequellen oder –senken, beispielsweise eine Joulesche Wärmequelle, so lassen sich diese in Form einer Leistungsdichte $W(\vec{r}, t)$ einbeziehen. Die zugeführte thermische Leistung pro Volumen- und Zeiteinheit $W(\vec{r}, t)$ wird in Gleichung 2.6 einfach addiert. Damit folgt die Diffusionsgleichung in allgemeiner Form:

$$c \cdot \rho \cdot \frac{\partial T(\vec{r}, t)}{\partial t} = \lambda \cdot \nabla T(\vec{r}, t) + W(\vec{r}, t) \quad (2.7)$$

Häufig wird zur Beschreibung der zeitabhängigen Wärmeleitung statt der thermischen Leitfähigkeit λ die thermische Diffusivität D benutzt:

$$D = \frac{\lambda}{\rho \cdot c} \quad (2.8)$$

Die Diffusionsgleichung lautet dann:

$$\frac{\partial T(\vec{r}, t)}{\partial t} = D \cdot \nabla T(\vec{r}, t) + \frac{W(\vec{r}, t)}{\rho \cdot c} \quad (2.9)$$

Basierend auf dieser universellen Gleichung lässt sich die Wärmeleitung in Festkörpern zeit- und ortsabhängig vollständig beschreiben. Im folgenden soll die Ausbreitung einer thermischen Welle, wie sie in einem später vorgestellten dynamischen Verfahren zur Ermittlung der thermischen Leitfähigkeit mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop – dem 3ω -Verfahren – auftreten wird, näher erläutert werden.

2.2 Analytische Beschreibung der Wärmeausbreitung in Festkörpern

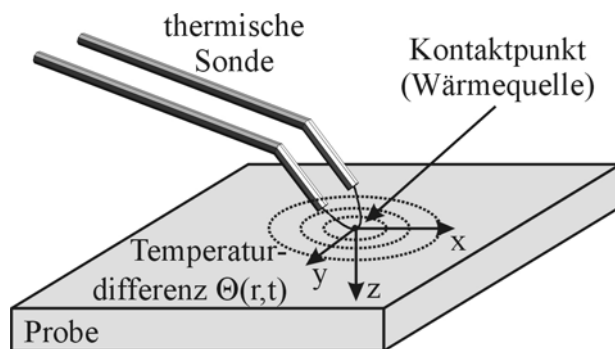


Abb. 2.1: Modell zum Wärmefluss in der Probe bei Anregung mit der thermischen Sonde des SThMs

Für die quantitative Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit mit dem SThM wird die thermische Sonde als Heizelement zur Erzeugung einer thermischen Welle in der zu untersuchten Probe genutzt (siehe Abbildung 2.1). Zur theoretischen Betrachtung kann die Kontaktfläche der Sonde mit der Probe als harmonisch modulierte, punktförmige Wärmequelle betrachtet werden. Da die Sonde ebenfalls als mikroskopisches Thermometer zur Messung der

Temperatur der Probenoberfläche eingesetzt wird, soll an dieser Stelle die Berechnung des zweidimensionalen Temperaturprofils auf der Probenoberfläche erfolgen. Die sich aus diesen Betrachtungen ergebende Abhängigkeit des Temperaturprofils von der Modulationsfrequenz der Wärmequelle konnte, wie in Kapitel 8 ausgeführt, durch Messungen mit sehr guter Übereinstimmung nachgewiesen werden. Diese Messergebnisse bestätigen die Richtigkeit der Annahme, dass bei den unten ausgeführten Herleitungen die Komponente in Normalenrichtung der Probenoberfläche (z -Richtung in Abbildung 2.1) vernachlässigt werden kann.

Zu Beginn soll die Diffusionsgleichung im zweidimensionalen Fall ohne Anregung betrachtet werden:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} - \frac{1}{D} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (2.10)$$

Durch Ersetzen der Temperatur T durch die Temperaturdifferenz $\Theta = T - T_0$, mit der Umgebungstemperatur T_0 ergibt sich:

$$\frac{\partial^2 \Theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \Theta}{\partial y^2} - \frac{1}{D} \cdot \frac{\partial \Theta}{\partial t} = 0 \quad (2.11)$$

Der erste Schritt zur Lösung dieser Differentialgleichung ist zunächst die Annahme, dass der Probe als Anfangsbedingung zum Zeitpunkt $t = 0$ am Ort $x = y = 0$ augenblicklich die Energie Q zugeführt wird [30]. Daraus folgt die Lösung für die Temperaturzunahme:

$$\Theta(\vec{r}, t) = T(\vec{r}, t) - T_0 = \frac{Q}{4\pi D \rho c} \cdot \frac{e^{-r^2/4Dt}}{t} \quad (2.12)$$

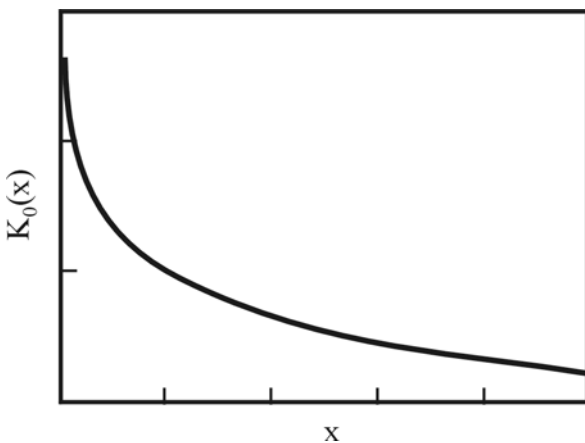
Die generelle Lösung für eine punktförmige Wärmequelle $q(t)$ zwischen den Zeitpunkten $t = 0$ und $t = t$ lässt sich durch Integration über die Zeit bestimmen [31]:

$$\Theta_c(\vec{r}, t) = \frac{1}{4\pi D \rho c} \int_0^t q(t') \frac{e^{-r^2/4D(t-t')}}{t-t'} dt' \quad (2.13)$$

Der Index „c“ kennzeichnet Θ als komplexe Größe. Zur Berechnung der realen Temperaturdifferenz ist der Realteil von Θ zu bilden. Im speziellen Fall einer harmonischen Anregung $q(t) = q \cdot \exp(i\omega t)$ folgt:

$$\begin{aligned} \Theta_c(\vec{r}, t) &= \frac{q}{2\pi D \rho c} \int_0^t e^{i\omega t'} \cdot \frac{e^{-r^2/4D(t-t')}}{t-t'} dt' \\ &= \frac{q}{2\pi D \rho c} e^{i\omega t} K_0 \left[\left(\frac{i\omega t}{D} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot r \right] \end{aligned} \quad (2.14)$$

K_0 ist die modifizierte Besselfunktion zweiter Art in der nullten Ordnung (siehe Abbildung 2.2), die hier den Temperaturabfall auf der Probenoberfläche als Funktion des Abstands zur Wärmequelle beschreibt.



Die Anregungsfunktion $q(t)$ entspricht nicht der physikalischen Wirklichkeit, da sie in der halben Periode negative Werte annimmt. Eine genauere Diskussion der tatsächlichen Anregungsfunktion und der realen Temperaturmodulation folgt in Kapitel 5.2.

Abb. 2.2: Besselfunktion zweiter Art in der nullten Ordnung K_0

2.3 Numerische Lösungsverfahren zur Bestimmung thermischer Eigenschaften

2.3.1 Allgemeine Lösungsstrategie numerischer Verfahren

Im Rahmen dieser Arbeit sollen die thermischen und elektrischen Eigenschaften mikroskopischer Sonden für das thermische Rasterkraftmikroskop untersucht werden. Die Lösung der diese Eigenschaften beschreibenden Differentialgleichungen, und vor allem die Berechnung der Kopplung dieser Größen, ist in solchen komplexen Strukturen nicht mehr analytisch möglich. Aus diesem Grunde werden zur Lösung dieser Differentialgleichungen numerische Näherungsverfahren wie beispielsweise Variationsverfahren, Differenzverfahren oder die Finite-Elemente-Methode (FEM) eingesetzt. Die grundsätzlich bei allen Verfahren verwendete Lösungsstrategie ist die Aufstellung eines Näherungsansatzes für die unbekannte Funktion. Dies ist in den meisten Fällen ein Produktansatz, der aus Formfunktionen wie Polynomen oder Reihengliedern, die die Randbedingungen der Differentialgleichung erfüllen müssen, und freien Koeffizienten besteht. Die Näherungsverfahren nutzen entweder die direkte Überführung der Differenzialgleichungen in ein algebraisches Gleichungssystem, oder sie verwenden die Integralform der Gleichungen. Durch die Verwendung der Integralform kann das Gleichungssystem zur Bestimmung der freien Koeffizienten durch Extremwertbildung gefunden werden. Dabei wird das Minimum des Fehlerquadrats oder das Minimum der potentiellen Energie Π gebildet (Ritzsches Verfahren). Die Extremalbedingung [32]:

$$\frac{\partial \Pi(\vec{a})}{\partial \vec{a}} = 0 \quad (2.15)$$

liefert das gesuchte algebraische Gleichungssystem. In Matrizenschreibweise ergibt sich:

$$\underline{\underline{k}} \cdot \vec{a} = \vec{q} \quad (2.16)$$

In dem Vektor \vec{a} sind die unbekanntenen Koeffizienten a_i zusammengefasst, die Matrix $\underline{\underline{k}}$ enthält die Koeffizienten des Gleichungssystems. $\underline{\underline{k}}$ wird in der Temperaturfeldberechnung Leitfähigkeitsmatrix genannt, denn sie enthält im wesentlichen die Wärmeleitfähigkeit und die geometrischen Daten des Modells und stellt das Verhältnis zwischen Wärmestrom und Temperaturdifferenz dar. \vec{q} ist der Lastvektor, der sich aus der äußeren Wärmezu- oder

abfuhr ergibt. Durch Auflösung des Gleichungssystems können die Koeffizienten a_i , beispielsweise die Temperaturen des Temperaturfeldes, berechnet werden:

$$\vec{a} = \underline{\underline{k}}^{-1} \cdot \vec{q} \quad (2.17)$$

Bei den meisten klassischen Näherungsverfahren erstreckt sich die Ansatzfunktion über die gesamte Struktur des Berechnungsmodells. Es werden deshalb Formfunktionen höherer Ordnung benötigt, um den funktionellen Verlauf der Lösung mit vertretbaren Fehlern nachbilden zu können. Die FEM benutzt im Gegensatz dazu Ansatzfunktionen, die nur Teilbereiche des Gesamtmodells umfassen. Diese Teilbereiche werden als Elemente bezeichnet. Den Verbindungspunkten der einzelnen Elemente wird der Begriff Knoten zugewiesen.

Eine Erweiterung der FEM zur Lösung von transienten Problemen ist leicht möglich. Ebenso lässt sich auch die Simulation mit gekoppelten Feldern, also beispielsweise die Verknüpfung von elektrischen und thermischen Größen, realisieren. Dies ist mit Hilfe zweier Methoden möglich. Bei der direkten Methode wird ein Elementtyp verwendet, der die Freiheitsgrade aller zu berechnender Größen besitzt. Während der Simulation beeinflusst so die Lösung des einen Feldes die Berechnung des zweiten und umgekehrt. So bewirkt beispielsweise ein Stromfluss in einem Element eine Joulesche Erwärmung, die erhöhte Temperatur wird den elektrischen Widerstand des Elements ändern und somit Einfluss auf die elektrische Stromstärke haben. Bei der indirekten Methode wird zunächst die Lösung eines Feldes berechnet und diese anschließend zur Berechnung des zweiten Feldes verwendet.

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Simulationen wurde das auf der Finite-Elemente-Methode basierende Programmpaket ANSYS 5.3 verwendet. Im folgenden Abschnitt soll daher das der FEM zugrunde liegende Lösungsverfahren näher erläutert werden.

2.3.2 Das Lösungsverfahren der Finite-Elemente-Methode

Zur Simulation einer Temperaturverteilung in einem Modell wird eine Temperaturfeldberechnung durchgeführt. Die Ansatzfunktion $T_{En}(x)$ beschreibt – hier im eindimensionalen Fall – den Temperaturverlauf innerhalb eines Elementes des Modells. Dabei ist durch die entsprechende Wahl der Ansatzfunktion $T_{En}(x)$ ein kontinuierlicher Übergang zwischen den benachbarten Elementen gewährleistet. Es kann daher eine sehr gute Nachbildung des Funktionsverlaufs durch Formfunktionen $N_i(x)$ niedriger Ordnung erreicht werden. Dabei ist zu beachten, dass in allen Teilbereichen die gleich Formfunktion benutzt wird. Die

Ansatzfunktion des Temperaturverlaufes $T(x)$ für das gesamte Gebiet setzt sich also aus den Lösungsansätzen $T_{En}(x)$ für die Teilgebiete zusammen [33]. Für die weiter oben in allgemeiner Form angegebenen freien Koeffizienten a_i werden physikalisch deutbare Größen eingeführt, in diesem Fall die unbekanntenen Knotentemperaturen T_i . Aus dem Produkt von Knotentemperaturen T_i und Formfunktionen $N_i(x)$ ergeben sich somit die Ansatzfunktionen für die einzelnen Elemente

$$T_{En}(x) = \sum_{i=1}^n (T_i \cdot N_i(x)) \quad (2.18)$$

mit der Anzahl der Knoten pro Element n . Bei den einfachsten Elementtypen wird eine lineare Ansatzfunktion für den Temperaturverlauf angenommen.

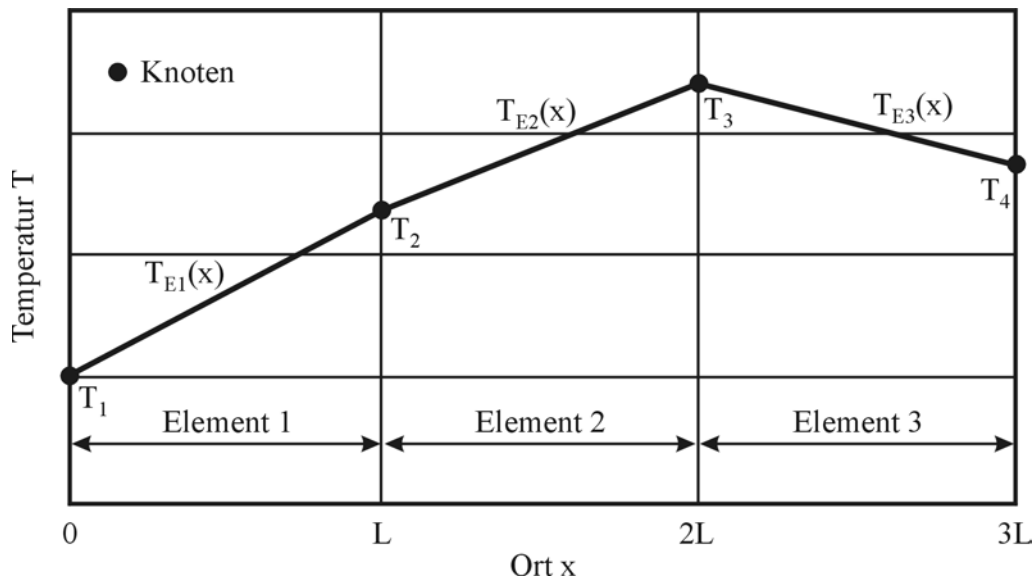


Abb. 2.3: Ansatzfunktion für einen linearen, eindimensionalen Temperaturverlauf

Im Fall eines stationären, eindimensionalen Wärmeleitungsproblems (siehe Abbildung 2.3) leitet sich damit folgende Funktion ab:

$$T_{En}(x) = a \cdot x + b \quad (2.19)$$

Für die freien Konstanten a und b werden Knotentemperaturen T_1 und T_2 als Unbekannte eingeführt. Nach Abbildung 2.3 ergibt sich damit für das erste Element E_1 :

$$\begin{aligned}
 T_{E1}(x=0) &= b = T_1 \\
 T_{E1}(x=L) &= b + a \cdot L = T_2 \Rightarrow a = \frac{T_2 - T_1}{L}
 \end{aligned}
 \tag{2.20}$$

Mit den obigen Ergebnissen erhält man durch Einsetzen in Gleichung 2.19:

$$\begin{aligned}
 T_{E1}(x) &= T_1 + \frac{T_2 - T_1}{L} \cdot x \\
 &= N_1(x) \cdot T_1 + N_2(x) \cdot T_2
 \end{aligned}
 \tag{2.21}$$

mit den Formfunktionen $N_1(x) = 1 - \frac{x}{L}$ und $N_2 = \frac{x}{L}$.

In Matrixschreibweise erhält man für die Temperaturfunktion des ersten Elements:

$$T_{E1}(x) = [N_1; N_2] \cdot \begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \end{pmatrix} = \underline{\underline{N}} \cdot \vec{T}
 \tag{2.22}$$

Als weitere Größe zur Berechnung der unbekanntenen Knotentemperaturen werden noch die abgeleiteten Größen der Temperaturfunktionen benötigt. Im allgemeinen dreidimensionalen Fall erfolgt die Gradientenbildung in alle Raumrichtungen, zur besseren Verständlichkeit der Darstellung des prinzipiellen Lösungsweges wird hier nur in x-Richtung differenziert:

$$\text{grad } T_{E1}(x) = \frac{dT_{E1}(x)}{dx} = T'_{E1}(x) \Rightarrow \frac{d}{dx} \underline{\underline{N}} \cdot \vec{T}
 \tag{2.23}$$

Da in \vec{T} keine funktionelle Abhängigkeit von x besteht ergibt sich:

$$\frac{d\underline{\underline{N}}}{dx} = \frac{d}{dx} \left[1 - \frac{x}{L}; \frac{x}{L} \right] = \left[-\frac{1}{L}; \frac{1}{L} \right] = [B_1; B_2] = \underline{\underline{B}}
 \tag{2.24}$$

Umformung in Matrixschreibweise führt zu:

$$\vec{T}' = \underline{\underline{B}} \cdot \vec{T}
 \tag{2.25}$$

Im allgemeinen Fall ist der Temperaturgradientenvektor \vec{T}' von den Raumkoordinaten abhängig und kann deshalb im kartesischen Koordinatensystem als örtlicher Spaltenvektor in x-, y-, und z-Richtung aufgefasst werden. Die Wärmestromdichte j lässt sich aus der Multiplikation des Temperaturgradientenvektors \vec{T}' mit der für isotrope Materialien skalaren thermischen Leitfähigkeit λ herleiten. Für diesen Fall ergibt sich die Matrix $\underline{\underline{D}}$ durch Multiplikation der Wärmeleitfähigkeit λ mit der Einheitsmatrix. Die Komponenten der Wärmestromdichte j werden im Wärmestromdichtevektor \vec{j} zusammengefasst.

$$\vec{j} = -\underline{\underline{D}} \cdot \vec{T}' \xrightarrow{\text{mit Gl. 2.25}} \vec{j} = -\underline{\underline{D}} \cdot \underline{\underline{B}} \cdot \vec{T} \quad (2.26)$$

Damit sind alle unbekanntes Größen bis auf die Knotentemperaturen \vec{T} bestimmt. Mit Hilfe des Ritzschen Verfahrens der Minimalforderung der Energie können diese nun berechnet werden.

Das Potential Π beschreibt die Gesamtenergie eines Systems, welches sich aus der Summe der inneren Energien Π_i und der von außen zu- oder abgeführten Energien Π_a zusammensetzt:

$$\Pi = \sum_{\text{Elemente}} \Pi_{iE} + \sum_{\text{Knoten}} \Pi_{aK} + \sum_{\text{Elemente}} \Pi_{aE} \quad (2.27)$$

Häufig erfolgt lediglich eine Energiezufuhr über die Knoten der Elemente und der Term Π_{aE} entfällt. Die innere Energie der Elemente Π_{iE} beträgt [32]:

$$\Pi_{iE} = \frac{1}{2} \cdot \int_0^V \vec{T}'^T \cdot \vec{j} \cdot dv \quad (2.28)$$

Mit den Gleichungen 2.25 und 2.26 sowie nach einigen Umformungen ergibt sich:

$$\Pi_{iE} = \frac{1}{2} \cdot \vec{T}^T \cdot \int_0^V \underline{\underline{B}}^T \cdot \underline{\underline{D}} \cdot \underline{\underline{B}} \cdot dv \cdot \vec{T} \quad (2.29)$$

Der Term $\int_0^V \underline{\underline{B}}^T \cdot \underline{\underline{D}} \cdot \underline{\underline{B}} \cdot dv \cdot \vec{T}$

besteht im wesentliche aus Material- und Geometriedaten eines Elements. Die Lösung dieses Integrals erfolgt durch numerische Integration mit Hilfe der Gaußschen Integrationsgleichung.

Der Integralterm wird unter der Bezeichnung Elementleitfähigkeitsmatrix \underline{k}_E zusammengefasst, Gleichung 2.29 vereinfacht sich damit zu:

$$\Pi_{iE} = \frac{1}{2} \vec{T}^T \cdot \underline{k}_E \cdot \vec{T} \quad (2.30)$$

Die Summe der äußeren Energien an den Knoten Π_{aK} lässt sich direkt aus dem Produkt des transponierten Knotentemperaturvektors \vec{T}^T mit dem Lastvektor \vec{q} berechnen:

$$\sum_{\text{Knoten}} \Pi_{aK} = -\vec{T}^T \cdot \vec{q} \quad (2.31)$$

Damit ergibt sich die Gesamtenergie Π des Systems zu:

$$\Pi = \frac{1}{2} \cdot \left(\sum \vec{T}^T \cdot \underline{k}_E \cdot \vec{T} \right) - \vec{T}^T \cdot \vec{q} \quad (2.32)$$

Nach einigen Matrizenoperationen und der Forderung nach dem Minimum der potentiellen Gesamtenergie ergibt sich:

$$\frac{\partial \Pi}{\partial \vec{T}} = 0 \Rightarrow \left(\sum_{\text{Elemente}} \underline{k}_E \right) \cdot \vec{T} - \vec{q} = 0 \quad (2.33)$$

Durch die Zusammenfassung der Summe der Elementarleitfähigkeitsmatrizen \underline{k}_E in eine Matrix, der so genannten Leitfähigkeitsmatrix des Gesamtmodells \underline{k} , erhält man das Gleichungssystem zur Bestimmung der unbekanntenen Knotentemperaturen:

$$\underline{k} \cdot \vec{T} = \vec{q} \Rightarrow \vec{T} = \underline{k}^{-1} \cdot \vec{q} \quad (2.34)$$

Die Bestimmung der gesuchten Knotentemperaturen erfolgt bei FEM-Programmen in der Regel durch die Nutzung von direkten oder iterativen Lösungsverfahren und nicht über die Bildung der inversen Matrix \underline{k}^{-1} . Bei den direkten Lösungsverfahren wird das Gleichungssystem durch Faktorisierung und Summen- bzw. Differenzbildung so reduziert, dass daraus eine Unbekannte bestimmt werden kann. Die anderen Unbekannten können durch Rückeinsetzen in das in Dreiecksform gebrachte Gleichungssystem ermittelt werden. Zu den

direkten Verfahren gehören beispielsweise das Gaußsche Eliminationsverfahren und die Cramer'sche Regel. Im Fall der iterativen Verfahren – wie beispielsweise das Gauß-Seidel-Verfahren – wird für den unbekanntem Knotentemperaturvektor \vec{T} eine Anfangsnäherung festgelegt. Anschließend wird eine Folge von Näherungslösungen berechnet, unterschreiten die Lösungsabweichungen ein zuvor festgelegtes Konvergenzkriterium wird die Iterationsfolge abgebrochen. Weitere Berechnungsverfahren und eine genauere Beschreibung können in [34, 35] gefunden werden.

2.4 Wärmeleitungsmechanismen zwischen mikroskopischer Sonde und Probe

Bei der Annäherung einer geheizten thermischen Sonde an eine Probe ist kurz vor dem mechanischem Kontakt ein starker Anstieg des Wärmestroms zu beobachten [36]. Die starke Abstandsabhängigkeit des Wärmestroms, der auch bei umgekehrter Richtung des Wärmestroms von der Probe in die Sonde zu beobachten ist, deutet auf einen Nahfeldeffekt beim Wärmetransport hin [14, 37]. Im folgenden soll diskutiert werden, welche Mechanismen des Wärmetransports – Wärmestrahlung, Konvektion oder Wärmeleitung – zwischen zwei Körpern mit kleinem Abstand zueinander dominierend sind.

Untersuchungen von Xu et al. zeigten, dass der Anteil des Wärmetransports durch Wärmestrahlung zwischen Körpern mit einem Abstand von einem Mikrometer und darunter vernachlässigbar klein ist. Dabei konnte eine Abstandsabhängigkeit des Wärmetransports bis in den Bereich des Auftretens von Tunnelströmen (wenige Nanometer) nachgewiesen werden, womit ein signifikanter Einfluss des Effekts der Wärmestrahlung nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz ausgeschlossen werden konnte. Ebenfalls machen sich Proximity-Effekte der Wärmestrahlung wie die Modenreduktion elektromagnetischer Wellen oder Tunneleffekte geringer als theoretisch vorhergesagt bemerkbar [38].

Betrachtet man die Wärmeleitung durch Konvektion, so muss von einem ballistischen Wärmetransport ausgegangen werden, da die Abstände zwischen Sonde und Probe geringer sind als die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle in Luft, die bei atmosphärischen Druck zwischen 100 und 300 nm beträgt [39]. Mit Hilfe der kinetischen Gastheorie kann die thermische Leitfähigkeit für ein Gas λ_g bestimmt werden:

$$\lambda_g = \frac{1}{3} \cdot c \cdot l_{mFW} \quad (2.35)$$

mit der Wärmekapazität c und der mittleren freien Weglänge l_{mfW} der Gasmoleküle. Über die Bestimmung des thermischen Widerstands zwischen Sonde und Probe konnten Luo et al. die im Fall der Wärmeleitung notwendige Kontaktfläche der Sonde bestimmen, die bei Messungen bei Raumtemperatur an Luft ca. $7 \mu\text{m}$ betragen müsste. Dieser Wert ist offensichtlich deutlich größer als der der tatsächlichen effektiven Kontaktfläche einer thermischen Sonde (siehe Kapitel 3), die im ungünstigsten Fall einige hundert Nanometer beträgt. Damit kann die Wärmeleitung durch Konvektion ebenfalls nicht als Hauptmechanismus des Wärmetransports zwischen Sonde und Probe angesehen werden, wengleich ein Einfluss erwartet werden kann.

Wie durch Untersuchungen von Majumdar et al. untermauert werden konnte, wird der Hauptteil der zwischen Sonde und Probe ausgetauschten Wärme über den Mechanismus der Wärmeleitung transportiert [40]. Mit Hilfe des ermittelten Kontaktwiderstandes wurde bei einer ähnlichen Abschätzung wie bei der Diskussion des Einflusses der Konvektion der Anteil des Wärmeflusses über den direkten Kontakt zwischen Sonde und Probe bestimmt (Wärmeleitung zwischen Festkörpern). Er war um den Faktor 3 kleiner als der tatsächlich gemessene Wärmefluss. Der tatsächlich auftretende größte Teil des Wärmeflusses wird einem viel diskutierten Erklärungsmodell zufolge durch eine bei üblichen Umgebungsbedingungen immer vorhandene Flüssigkeitsschicht auf der Probe transportiert. Diese Wärmeleitung über eine Adsorbatschicht ist abhängig von der Dicke der Schicht und

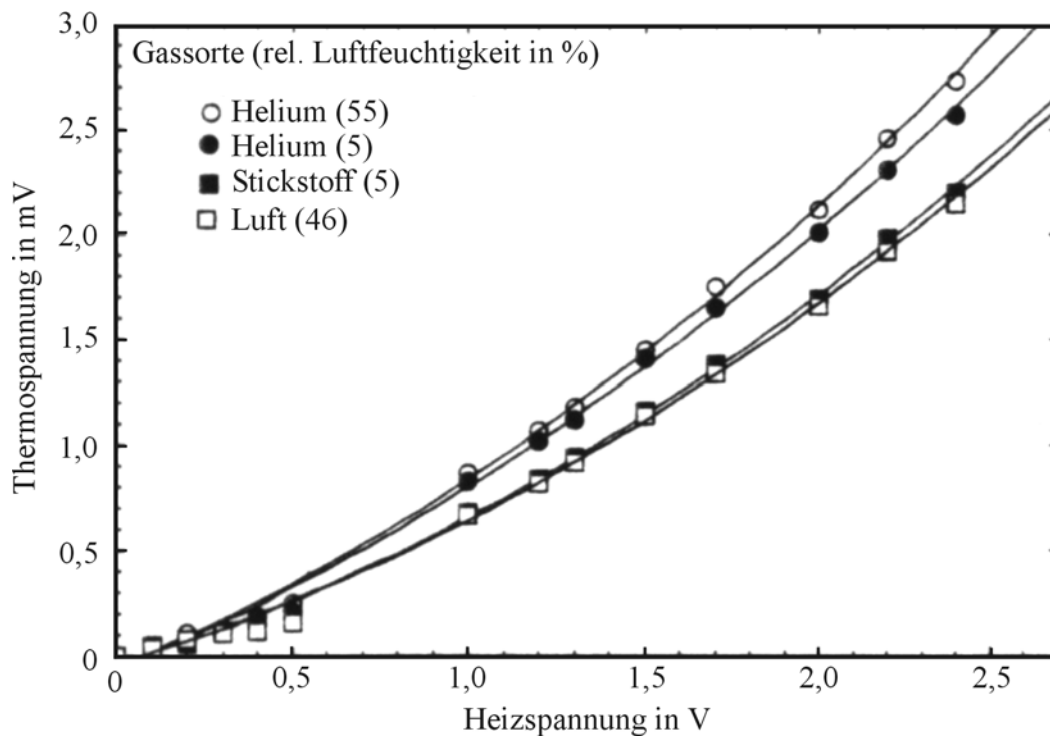


Abb. 2.4: Messung zur Verifizierung des Wärmeflusses über eine Adsorbatschicht (nach [40])

damit von der relativen Luftfeuchtigkeit während der Messung. Zur Verifizierung dieses Erklärungsmodells wurde die Thermospannung einer auf einem Thermoelement basierenden SThM-Sonde und damit die Sondentemperatur in Abhängigkeit der Heizspannung eines Probenheizers für verschiedene Umgebungsgase und relative Luftfeuchtigkeiten aufgenommen (siehe Abbildung 2.4).

Die thermische Leitfähigkeit von Helium ist um den Faktor 6 höher als die von Stickstoff. Bei gleicher Luftfeuchtigkeit von 55 bzw. 5% betrug die Abweichung der Sondentemperatur hingegen nur zwischen 20 und 30%. Der Anteil der Konvektion ist also vorhanden, aber nicht der Hauptsächliche. Bei gleichem Umgebungsgas sank die Sondentemperatur bei sinkender Luftfeuchtigkeit, und damit bei einer Reduzierung der Dicke des Flüssigkeitsfilms. Eine weitere Quantifizierung des Effekts konnte durch die genauere Analyse des Filmmodells vorgenommen werden [40].

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass der Wärmefluss zwischen einer geheizten Sonde und der Probe eine Hysterese zwischen Annäherung und Entfernung der Sonde aufweist [41]. Eine mögliche Erklärung bietet das Vorhandensein einer Kapillarwirkung einer Flüssigkeitsschicht auf der Probe.

Die hier angestellten Überlegungen und dargestellten Experimente deuten also auf einen dominanten Einfluss der Wärmeleitung über einen Flüssigkeitsfilm hin und dieses Modell wird von vielen auf dem Gebiet der Rastersondenmikroskopie tätigen Gruppen favorisiert. Der mikroskopische Wärmetransport im Nahfeld zweier Körper ist jedoch Gegenstand experimenteller und theoretischer Forschung und noch nicht abschließend erörtert.

3. Die thermische Rastersondenmikroskopie

3.1 Grundlagen der Rastersondenmikroskopie

Die Entwicklung der Rastersondenmikroskopie begann im Jahre 1982 mit der Vorstellung des ersten funktionsfähigen Rastertunnelmikroskops (STM) durch Binnig und Rohrer [13]. Die Ausnutzung der Nahfeldwechselwirkung zwischen einer feinen Sonde und der Probe erlaubte erstmals die direkte Abbildung der Probenoberfläche mit atomarer Ortsauflösung. Grundvoraussetzung zur Realisierung dieser völlig neuen Mikroskopklasse war die Möglichkeit, die Sonde kontrolliert mit einer Genauigkeit im Sub-Nanometerbereich über der Probe zu positionieren und zu verfahren. Diese erforderliche Genauigkeit wird durch den Einsatz von Stellelementen aus einer piezoelektrischen Keramik erreicht. Mittels dieser Stellelemente wird die Sonde zeilenförmig über die zu untersuchende Probenoberfläche geführt, aus der Änderung der Wechselwirkung kann bei bekannter Abstandsabhängigkeit der Abstand zwischen Sonde und Probe bestimmt und damit die Topographie der Probe ermittelt werden.

Die im Rastertunnelmikroskop zur Bestimmung des Abstands zwischen Sonde und Probe genutzte Wechselwirkung ist der so genannte Tunneleffekt. Dieser quantenmechanische Effekt bewirkt einen Austausch von Elektronen zwischen zwei Körpern, obwohl diese nicht in direktem Kontakt miteinander sind. Der Tunnelprozess ist ein ausschließlicher Nahfeld-effekt. Eine Definition des Nahfeldes kann über die erzielbare Ortsauflösung erfolgen. Im Nahfeld ist die erzielbare Ortsauflösung der Wechselwirkungsmechanismen kleiner als die, die durch die Abbesche Theorie beschrieben wird. (Typischerweise bei Abständen zwischen Sonde und Probe, die kleiner sind als $1/3$ der Wechselwirkungswellenlänge.) Wird zwischen Sonde und Probe eine elektrische Spannung, die Tunnelspannung angelegt, kommt es zum Fluss eines Tunnelstroms, der exponentiell vom Abstand der beiden Körper abhängt [42] und damit eine sehr empfindliche Abstandsdetektion ermöglicht. Die allgemein im Nahfeld auftretende starke Abstandsabhängigkeit beschränkt die Wechselwirkung mit der Sonde auf einen sehr kleinen Bereich – im Idealfall auf ein einzelnes Atom am Ende der Sonde – und ermöglicht dadurch die Sub-Atomare Ortsauflösung der Sondentechniken.

Dem Rastertunnelmikroskop folgte einige Jahre später die Entwicklung des Rasterkraftmikroskops (SFM) [43], und des optischen Nahfeldmikroskops (SNOM) [44, 45]. Auf diesen drei Vertretern der Rastersondenmikroskopie basieren alle thermischen Rastersondenmikroskope. Dabei kann unter der thermischen Rastersondenmikroskopie die Erfassung von thermischen Zustandsgrößen im Nahfeld einer Probe verstanden werden. Zu diesem Zweck wird der thermische Sensor mit Hilfe der Abstandsregulierung des Rastersondenmikroskops

ins Nahfeld der Probe gebracht, während simultan die Topographie und die gewünschte thermische Eigenschaft gemessen werden.

Während zu Beginn der Entwicklung dieser Techniken zunächst thermische Sonden in Form von tunnelmikroskopischen Spitzen hergestellt wurden, basiert mittlerweile der überwiegende Teil der thermischen Sensoren auf Sonden des Rasterkraftmikroskops. Aus diesem Grund sollen die im SFM zur Abstandsdetektion genutzten Wechselwirkungsmechanismen, das Auftreten von Kräften im Nahfeld zweier Körper, im Folgenden näher erläutert werden. Die Beschreibung schließt das für das optische Nahfeldmikroskop verwendete Verfahren zur Abstandsregulierung mit ein, da die in den meisten Fällen verwendete Scherkraft-Detektion ebenfalls auf einer Kraftwechselwirkung zwischen der optischen Sonde und der Probe beruht.

Im Nahfeld zweier Körper, das heißt bei Abständen, die nicht größer als einige zehn Nanometer sind, treten sowohl anziehende (attraktive) als auch abstoßende (repulsive) Kräfte auf. Die Ursache der attraktiven van-der-Waals-Kraft ist die Ausrichtung der vorhandenen oder induzierten Dipole in den Körpern, aus der eine Anziehung der ungleichnamigen Ladungsschwerpunkte resultiert. Die repulsiv wirkenden Kräfte treten auf, wenn sich die Elektronenhüllen zweier Atome überlappen: Zum Einen stoßen sich die Elektronen wegen ihrer gleichnamigen Ladung gegenseitig ab, zum Anderen muss einem der beiden Elektronen Energie zugefügt werden, damit sie sich in ihrer Quantenzahl unterscheiden und sie so dem Pauli-Prinzip genügen; dies führt zu einer abstoßenden Kraftwirkung [46]. Die genannten Kräfte unterscheiden sich zum Teil deutlich in ihrer Reichweite. Während die Reichweiten der repulsiven Kräfte im Sub-Nanometer Bereich liegen, macht sich die van-der-Waals-Kraft auch noch in Abständen von einigen zehn Nanometern bemerkbar [47, 48]. Neben der allgemein zwischen zwei Körpern auftretenden van-der-Waals-Kraft können auch weitere attraktive elektrostatische und magnetische Kräfte auftreten. Der Einfluss dieser Kräfte kann gezielt genutzt werden, um mit rastersondenmikroskopischen Methoden elektrische Ströme, ein elektrisches Potential oder Magnetfelder mit der für diese Technik charakteristischen hohen Ortsauflösung zu bestimmen [49-52]. Sind diese Kräfte nicht vorhanden, lässt sich die resultierende Kraftwechselwirkung zwischen zwei Körpern näherungsweise mit Hilfe des Lennard-Jones Potential beschreiben, das aus der Überlagerung der attraktiven van-der-Waal-Kraft und den repulsiven Coulombkraft gewonnen werden kann [53]. In Abbildung 3.1 ist die resultierende Kraft F in Abhängigkeit des Abstandes zweier Körper dargestellt (Kraft-Abstandskurve).

Die Kraft-Abstandskurve erlaubt zwar keine quantitativen Aussagen über die resultierende Kraft zwischen zwei Körpern, es kann jedoch der prinzipielle Zusammenhang zwischen Kraftwirkung und Abstand der Körper abgeleitet werden. Ist das Vorzeichen der resultierenden Kraft positiv, ist ihre Wirkung abstoßend, bei negativem Vorzeichen ist ihre

Wirkung anziehend. Bei großem Abstand der Körper wirken also zunächst attraktive Kräfte, die bei Verringerung des Abstandes zunehmen. Bei einer weiteren Verringerung des Abstandes kommt es zu einem starken Anstieg der repulsiven Kräfte, bis sich bei einem Übergewicht der repulsiven gegenüber den attraktiven Kräften eine abstoßende Wirkung zwischen den beiden Körpern einstellt. Der Punkt, an dem die beiden Körper erstmals in Kontakt miteinander treten, und der Abstand gleich Null ist, kann mit Hilfe der Kraft-Abstandskurve durch das erstmalige Auftreten abstoßender Kräfte definiert werden. Diese repulsiven Kräfte wirken den attraktiven Kräften entgegen und bewirken einen Vorzeichenwechsel der Krümmung der Kurve, der so definierte Kontaktpunkt ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

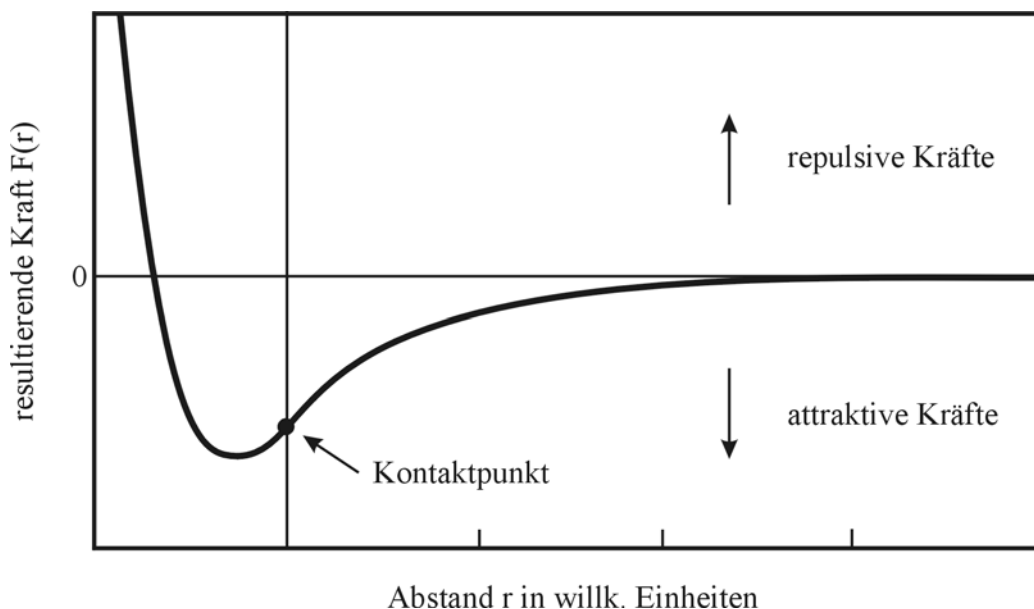


Abb. 3.1: Kraft-Abstandskurve

Zur Detektion der Kraftwechselwirkung wird in den heute überwiegend zum Einsatz kommenden Verfahren die Sonde an dem freien Ende eines einseitig eingespannten Hebelarms angebracht. Die Kombination von spitzer Sonde und Hebelarm wird im allgemeinen als „Cantilever“ der rasterkraftmikroskopischen Anordnung bezeichnet. Die zwischen der Probe und Sonde wirkenden Kräfte lassen sich indirekt über die Auslenkung des Cantilevers bestimmen, denn die wirkende Kraft ist proportional zur Federkonstanten und zum Federweg des Hebelarms.

Aus der Kraft-Abstandskurve lassen sich zwei prinzipielle Betriebsmodi des Rasterkraftmikroskops ableiten. Im *Kontaktmodus* befindet sich die Sonde in einem Abstand, in dem eine positive – also repulsive – Kraftwirkung herrscht. Während des Betriebs wird die Sonde mit Hilfe der Stellelemente lateral über den gewünschten Bereich der Probenoberfläche

verfahren. Bei Änderungen der Topographie wird der Abstand durch ein weiteres Stellelement nachgeregelt, die Auslenkung des Cantilevers wird in diesem Fall durch einen geschlossenen Regelkreis konstant gehalten. Die über das Stellelement bekannte Position der Sonde über der Probe wird zur Abbildung der Topographie genutzt. Aufgrund der starken Abstandsabhängigkeit der Kraft im repulsiven Bereich ist die vertikale Ortsauflösung im Kontaktmodus sehr hoch.

Im *kontaktlosen Betriebsmodus* befinden sich Sonde und Probe nicht im Kontakt miteinander, es wird die Wirkung der attraktiven Kräfte ausgenutzt. Diese Kräfte und ihre Variation mit dem Abstand sind deutlich kleiner, als die im Kontaktmodus auftretenden Kräfte, eine Detektion über die Vermessung der Auslenkung des Cantilevers gestaltet sich sehr schwierig [54]. Aus diesem Grund werden im kontaktlosen Betriebsmodus die Resonanzeigenschaften des schwingenden Cantilevers ausgenutzt [55]. Durch die Beziehung

$$\omega_0 \propto \sqrt{k_F - F'} \quad (3.1)$$

ist die Resonanzfrequenz ω_0 mit der Ableitung der resultierenden Kraft nach der Normalrichtung der Probenoberfläche, auch Kraftgradient F' genannt, verbunden. Das bedeutet, dass es durch eine Zunahme des Kraftgradienten (entspricht der Steigung der Kraft-Abstandskurve in Abbildung 3.1) in Folge der Abnahme des Abstandes zwischen Sonde und Probe zu einer Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers kommt. Damit ist die Resonanzfrequenz direkt abhängig vom Abstand zwischen Sonde und Probe. Während des Betriebs wird der Cantilever bei seiner Resonanzfrequenz zum Schwingen gebracht und die Schwingungsamplitude gemessen. Gerät die Sonde bei der Annäherung an die Probe in den Wirkungsbereich der attraktiven Kräfte, tritt eine Verschiebung der Resonanzfrequenz auf. Demzufolge stimmen Anregungs- und Resonanzfrequenz nicht mehr überein und die Schwingungsamplitude wird kleiner. Hält man die Amplitude über einen Regelkreis konstant, bleibt auch der Kraftgradient und damit der Abstand konstant, und die Proben topographie kann über die Position der Sonde bestimmt werden.

Die weitaus verbreitetste Methode zur Abstandsregulierung im optischen Nahfeldmikroskop beruht auf der Scherkraft-Detektion. Dabei werden zwischen Sonde und Probe auftretende abstandsabhängige Scherkräfte ausgenutzt, die wie in dem oben beschriebenen Verfahren einen kontaktlosen Betrieb des Mikroskops ermöglichen [56, 57]. Der wesentliche Unterschied besteht in der Schwingungsanregung der Sonde, die in diesem Fall unter Verwendung eines weiteren piezoelektrischen Kristalls nicht in Richtung der Probenormalen sondern parallel zur Probenoberfläche erfolgt. Bei Annäherung der Sonde an die Probe treten sowohl eine Änderung der Schwingungsamplitude der Sonde als auch eine Änderung der

Phase zwischen der Schwingung des piezoelektrischen Kristalls und der Schwingung der Sonde auf. Die Abstandsabhängigkeit der Schwingungsamplitude und des Phasensignals kann für eine Abstandsregelung genutzt werden.

3.2 Verfahren und Sonden der thermischen Rastersondenmikroskopie

Zur Erfassung von Temperaturverteilungen in aktiv betriebenen Bauelementen und der lokalen thermischen Leitfähigkeit von Materialsystemen mit dem Rastersondenmikroskop wurde eine Vielzahl von Verfahren entwickelt. Dabei ist der thermische Sensor, der durch die Integration in die Sonde dieser Mikroskopieklasse eine Erfassung mit hoher Ortsauflösung ermöglichen soll, das Kernstück des Systems. Der folgenden Abschnitt gibt einen Überblick über die vorhandenen thermischen Sonden und SThM-Systeme.

3.2.1 Das mikroskopische Thermoelement

Williams und Wickramasinghe stellten 1986 erstmals eine STM-Sonde mit integriertem Thermoelement vor [14]. Dabei wird das Material der STM-Sonde, in der Regel Wolfram, als erstes Metall des Thermoelementes verwendet, die Sonde wird dann bis auf das unterste Ende der feinen Spitze mit einem Isolator beschichtet und anschließend mit einem zweiten Metall bedampft. Das eigentliche mikroskopische Thermoelement bildet sich durch den Kontakt der beiden Metalle mit unterschiedlichen Seebeck-Koeffizienten in dem Bereich der Sonde der nicht durch die Isolationsschicht bedeckt ist (siehe Abbildung 3.2).

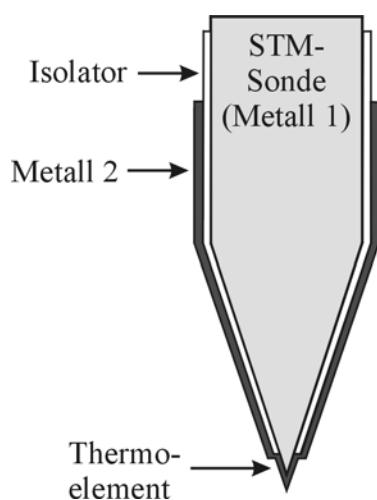


Abb. 3.2: STM-Sonde mit integriertem Thermoelement nach [14]

Es kommt zur Ausbildung einer Thermospannung, deren Größe von der Temperatur des Kontaktes abhängt. Ursprünglich wurde diese Anordnung zur Abstandsregelung auf elektrisch nicht leitfähigen Materialien verwendet. Dabei wurde die Sonde erwärmt, um einen Wärmestrom von der Sonde in die Probe zu erzeugen. Die Größe des vom Abstand zwischen Sonde und Probe abhängigen Wärmeflusses wird mit Hilfe des Thermoelements über die Sondentemperatur kontrolliert und über ein Stellelement konstant gehalten. Der Aufbau wurde ebenfalls zur Vermessung von Temperaturprofilen auf aktiv erwärmten Strukturen verwendet [58].

Wird die Sonde oder die Probe zusätzlich durch eine externe Heizung erwärmt, kann der Wärmefluss, der wiederum über die Sondentemperatur erfasst wird, zur Bestimmung der lokalen thermischen Eigenschaften der Probe genutzt werden. Durch statische oder dynamische Erwärmung der Sonde mit Hilfe eines Laserstrahls wurden auf diese Weise die lokale thermische Leitfähigkeit und die Diffusivität einer Probe gemessen [15, 59, 60]. Der Abstand der STM-Sonde wird über den Tunnelstrom konstant gehalten, die Größe des Wärmeflusses hängt damit nur noch von den lokalen thermischen Eigenschaften des Probereiches unmittelbar unterhalb der Sonde ab [61].

Für Messungen auf metallischen Proben kann ein Thermoelement auch direkt durch den Kontakt von STM-Sonde und Probe gebildet werden. Wird die Kontaktregion [62, 63] oder die Sonde [37] durch einen Laser erhitzt, kann über die Variationen der Thermospannungen auf die Temperatur dieser Region und damit auf die Absorptionseigenschaften und die lokale thermische Leitfähigkeit zurückgeschlossen werden.

Durch die Bildung eines Thermoelements in der Form eines Cantilevers konnte dieser thermische Sensor ebenfalls erfolgreich in ein Rasterkraftmikroskop integriert werden. Zunächst wurden hierfür zwei Drähte unterschiedlichen Materials zur Bildung eines Thermoelements zusammengefügt und durch einen Ätzprozess zu einer feinen Spitze geformt. Die beiden Drähte bilden den Hebelarm der Sonde [64-66]. Eine Verbesserung dieses Aufbaus stellte das Hinzufügen eines ca. 30 μm großen Diamantkorns an das Thermoelement dar. Die sehr große Härte des Diamants verhindert den Abrieb und die Deformation der Kontaktfläche mit der Probe, außerdem wird wegen seiner hohen thermischen Leitfähigkeit der thermische Kontaktwiderstand zwischen Sonde und Probe reduziert [67, 68].

Durch die Nutzung von Herstellungstechnologien aus der Halbleiterindustrie wird kontinuierlich an der Verbesserung der mikroskopischen Thermoelemente für das Rasterkraftmikroskop gearbeitet. Dabei steht vor allem die Miniaturisierung des Thermoelements und die Reduzierung des Sondenradius und damit der effektiven Kontaktfläche mit der Probe im Vordergrund. Dabei lassen sich zwei grundlegende Sondentypen unterscheiden. Zum einen werden die Mikrostrukturierungsverfahren von SFM-Standardsonden genutzt, um Form und Geometrie der Thermoelemente diesen Standardsonden anzugleichen. So hat sich vor allem ein anisotropischer Ätzschritt von Silizium zur Erzeugung einer pyramidenförmigen Sondenspitze weithin bewährt [69, 70, 18].

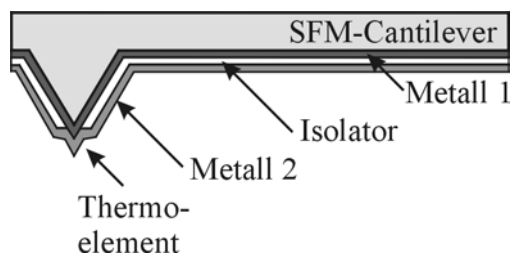


Abb. 3.3: SFM-Sonde mit integriertem Thermoelement nach [16]

Weiterhin wurde die Integration von mikroskopischen Thermoelementen in Standardsonden aus Siliziumnitrid oder Silizium weiterentwickelt. Wie in Abbildung 3.3 dargestellt, konnten Majumdar et al. am Ende einer SFM-Sonde Thermoelemente in der Größe von einigen hundert Nanometern herstellen [16, 39, 71-73]. Zhou et al. bildeten ein Thermoelement durch die Kreuzung zweier Leiterbahnen aus unterschiedlichen Metallen auf der Spitze einer SFM-Standardsonde [17]. Mit den in SFM-Sonden integrierten und den in Form einer SFM-Sonde aufgebauten Thermoelementen wurden, aufgrund der Schwierigkeit sie extern zu beheizen, bisher lediglich Temperaturverteilungen und nicht die lokale thermische Leitfähigkeit einer Probe vermessen.

3.2.2 Integration einer Schottky-Diode in die Sonde

Die Strom-Spannungs-Beziehung einer Schottky-Diode ist gegeben durch die Beziehung

$$I = I_s \cdot (e^{\frac{|q| \cdot U}{kT}} - 1) \quad (3.2)$$

mit dem Sättigungsstrom I_s [74]. Die Strom-Spannungskennlinie ist also von der Temperatur am Schottky-Kontakt abhängig und kann zur Temperaturmessung genutzt werden. Auch hier soll der Temperatursensor, also die Schottky-Diode, in die Sonde eines Rasterkraftmikroskops integriert werden. Zur Erreichung einer hohen Orts- und Temporurauflösung soll der miniaturisierte Sensor am Ende der Spitze der Sonde platziert werden und eine möglichst kleine Auflagefläche mit der zu untersuchenden Probe besitzen [19]. Abbildung 3.4 zeigt die mit Hilfe von in der Halbleiterindustrie eingesetzter Mikrostrukturtechnik realisierte thermische Sonde für das Rasterkraftmikroskop.

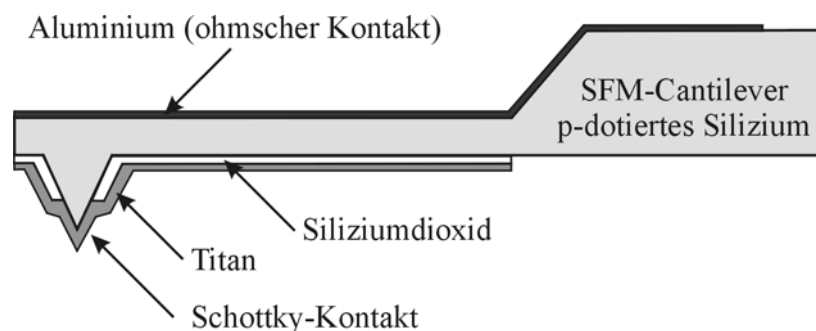


Abb. 3.4: SFM-Sonde mit integrierter Schottky-Diode (nach [75])

Die Aluminiumschicht auf der Sondenrückseite bildet einen ohmschen Kontakt mit dem p-dotiertem Silizium des Cantilevers. Der Schottky-Kontakt bildet sich zwischen der Titanschicht und dem Silizium am Ende der Sondenspitze. Es wurden ebenfalls Sonden auf Basis des III-V-Halbleiters Galliumarsenid hergestellt [76]. Zur Verringerung der Kontaktfläche und damit zur Verbesserung der Ortsauflösung kann die Titanschicht in einem weiteren Ätzschritt am Ende der Spitze gedünnt oder ganz entfernt werden [20].

3.2.3 Die mikroskopische resistive Sonde

Neben der auf Thermoelementen beruhenden thermischen Sonden für das SFM finden die resistiven Sonden die weiteste Verbreitung in der thermischen Rastersondenmikroskopie. Dies liegt vor allem an ihrer universellen Einsatzfähigkeit, da mit ihnen ohne großen zusätzlichen apparativen Aufwand sowohl Temperaturprofile als auch die lokale thermische Leitfähigkeit vermessen werden können.

Im so genannten „passiven Modus“ wird die Sonde als mikroskopisches Thermometer verwendet. Durch die Heizung der Probe kommt es zu einem Wärmefluss von der Probe in die Sonde und damit zu einer Änderung der Sondentemperatur. Die daraus resultierende Änderung des elektrischen Widerstandes der resistiven Sonde wird mit Hilfe eines Messstroms in Abhängigkeit der Sondenposition erfasst und zur Abbildung des Temperaturprofils der Probenoberfläche verwendet.

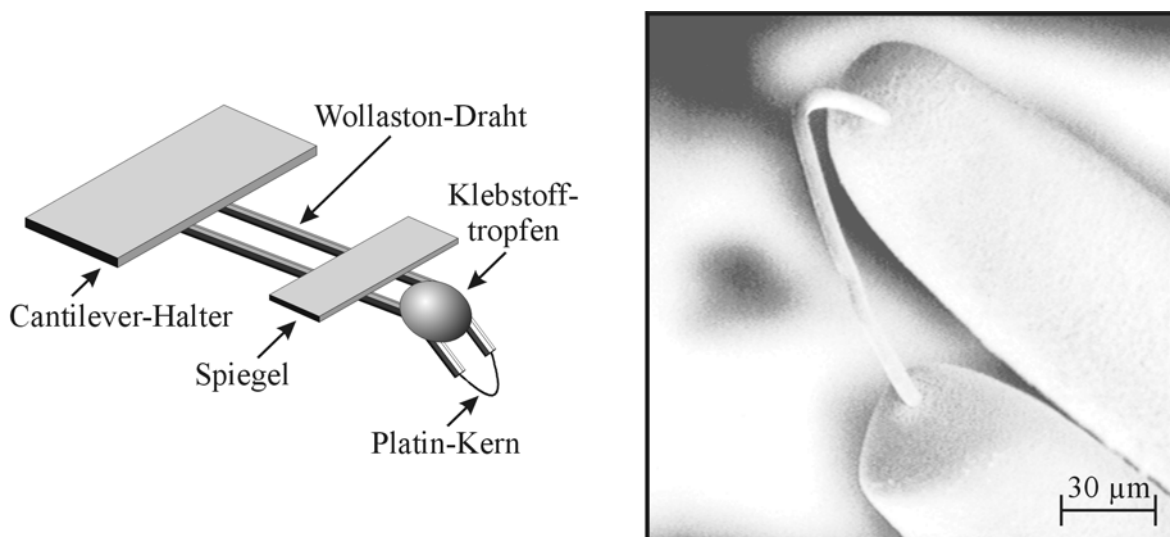


Abb. 3.5: Schematischer Aufbau (links) und elektronenmikroskopische Abbildung des Endes der resistiven thermischen Sonde aus einem Wollaston-Draht (rechts)

Im „aktiven Modus“ wird ein deutlich höherer Stromfluss durch die Sonde induziert, um eine Joulesche Erwärmung des resistiven Elements der Sonde zu erreichen. Dadurch kommt es zu einem Wärmestrom von der Sonde in die Probe, dessen Größe von der lokalen thermischen Leitfähigkeit der Probe abhängt. Über die vom Wärmestrom abhängige Abkühlung der Sonde, die über die Messung des elektrischen Widerstandes erfasst werden kann, ist es möglich, die lokale Leitfähigkeit der Probe abzubilden.

Abbildung 3.5 zeigt den schematische Aufbau und eine elektronenmikroskopische Abbildung der Spitze einer resistiven thermischen Sonde. Die aus einem so genannten „Wollaston-Draht“ hergestellte Sonde wurde 1994 von Dinwiddie und Pylkki vorgestellt [21, 22]. Dieser nach einem von dem Physiker und Chemiker William Hyde Wollaston eingeführten Verfahren hergestellte Draht besteht aus einem Platinkern mit einem Durchmesser von 5 μm und einer Silberummantelung mit einem Durchmesser von 75 μm . Der Draht, der von keinem Isolator umgeben ist, wird zu einer Schlaufe gebogen, an einem Cantilever-Halter befestigt, und an beiden Enden elektrisch kontaktiert. Der vordere Teil der Schlaufe wird auf einer Länge von ca. 200 μm durch selektives Ätzen mit Salpetersäure von dem zum Erreichen eines so geringen Durchmessers notwendigen Silbermantel befreit, dieser Teil der Sonde besitzt den Hauptanteil des elektrischen Widerstandes und stellt den eigentlichen thermischen Sensor dar. Die beiden parallel verlaufenden Drähte werden im vorderen Bereich mit Hilfe eines Tropfen Klebstoffs mechanisch stabilisiert, sie bilden den Hebelarm der rasterkraftmikroskopischen Sonde. Zur Abstandsdetektion wird ein Spiegel auf der Rückseite des Hebelarm platziert.

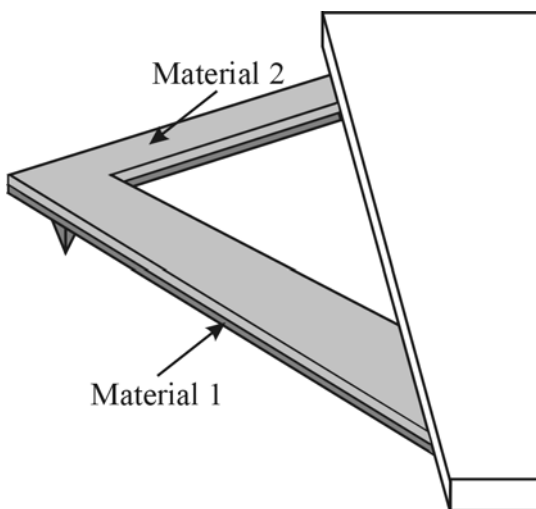
Diese Sonde wurde im passiven Modus zur Abbildung von Temperaturverteilungen bei der Untersuchung von Elektromigrationsprozessen verwendet, die Temperatureauflösung betrug etwa 1 Kelvin [28]. Eine weitere resistive Sonde, bei der eine auf der Spitze einer Standardsonde aus Siliziumnitrid aufgebrachte Leiterbahn als Widerstandselement diente, konnte ebenfalls zur Abbildung von Temperaturverteilungen in elektronischen Bauelementen verwendet werden [77, 78]. Die mit diesem SThM-System erreichbare Temperatureauflösung liegt laut Hersteller bei 0,5 Kelvin [79].

In weitaus stärkerem Maße werden resistiven Sonden aufgrund der einfachen Möglichkeit zur Selbsterwärmung im aktiven Modus genutzt. Unterschiede in der thermischen Leitfähigkeit wurden zur Charakterisierung von elektronischen Bauelementen und Komponenten für Bauelemente verwendet [80-82]. Ebenfalls wurden materialwissenschaftliche Untersuchungen an Materialsystemen und Materialkompositionen durchgeführt [83-87]. Durch vergleichende Messungen wurde erstmals versucht, die thermische Leitfähigkeit quantitativ zu bestimmen [88, 89]. Dazu wurde der Wärmestrom in ein Material mit bekannter thermischer Leitfähigkeit genutzt, um die Leitfähigkeit eines unbekanntes Materials zu bestimmen.

Jedoch gibt es sowohl theoretisch als auch experimentell gestützte Bedenken, einen für dieses Verfahren notwendigen linearen Zusammenhang zwischen dem Wärmestrom in die Probe und der thermischen Leitfähigkeit annehmen zu können [90, 27]. Die thermische Sonde kann ebenfalls zur thermisch induzierten chemischen Modifizierung der Probenoberfläche genutzt werden [91, 92]. Ein weiterer Schwerpunkt der thermischen Sondenmikroskopie liegt in der Charakterisierung von Polymeren und Polymersystemen. Dabei wurde die Möglichkeit, die thermische Sonde in einem großen Temperaturbereich zu betreiben und damit gezielt lokal die Probe zu beeinflussen, genutzt, um klassische chemische Analysemethoden in das thermische Rastersondenmikroskop zu integrieren [93-96]. Ein umfassender Überblick über die Palette der thermomechanischen, kalorimetrischen, thermo-rheometrischen und spektroskopischen Analysemöglichkeiten findet sich in [5].

3.2.4 Vermessung der vertikalen thermoelastischen Verbiegung der Sonde

Bei diesen Sonden wird die Verbiegung eines Cantilevers, der aus zwei Materialien mit differierenden Ausdehnungskoeffizienten besteht, zur Vermessung der Temperatur des Cantilevers genutzt. Abbildung 3.6 zeigt den Aufbau der für diese Anwendung üblichen V-förmigen Cantilever; als Materialkompositionen wurde Pt/Al bzw. SiO₂ auf Silizium [97] oder – wie bei allen weiter unten beschriebenen Arbeiten – Gold auf Siliziumnitrid verwendet.



Kommt es aufgrund eines Wärmestroms von einer aktiven Probe in die Sondenspitze zu einer Änderung der Sondentemperatur, bewirkt die unterschiedlich stark ausgeprägte Ausdehnung der beiden Materialien der Sonde eine Verbiegung des Hebelarms. Im Rasterkraftmikroskop kann die vertikale Verbiegung mit einer Auflösung von 10^{-2} nm gemessen werden. Wie durch Messungen und Simulationen nachgewiesen wurde, wird die Temperaturauflösung dieses Verfahrens damit nur durch das thermische Rauschen des Cantilevers beschränkt [98, 99].

Abb. 3.6: Thermische Sonde aus zwei Materialien

Die Sonde kann durch ein in der Nähe platziertes Heizelement periodisch erwärmt und damit in vertikale Schwingung versetzt werden. Diese Methode der Schwingungsanregung kann zur Abstandsregelung eines kontaktlosen Betriebsmodus genutzt werden [100]. Ursprünglich

wurde der Einsatz dieser Sonden jedoch zur Abbildung von Temperaturverteilungen in aktiven Proben vorgesehen [25, 26]. Während des Betrieb des Rasterkraftmikroskops kommt es sowohl zu einer Verbiegung der Sonde aufgrund der variierenden Sondentemperatur als auch zu einer Verbiegung, die auf die Änderung der Topographie der Probe zurück zu führen ist; diese beiden Ursachen müssen voneinander getrennt werden. Zu diesem Zweck wird die Probe und damit auch die thermische Sonde periodisch erwärmt. Der Gleichanteil der Verbiegung des Cantilevers kann somit zur Aufnahme der Probentopographie verwendet werden, während der Wechselanteil mit der lokalen Probentemperatur korrespondiert. Wird die Probe extern mit Hilfe einer Lichtquelle beheizt, kann über die lokale periodische Erwärmung der thermischen Sonde ebenfalls auf die thermische Leitfähigkeit und Wärmekapazität rückgeschlossen werden (Photothermische Messungen) [101].

3.2.5 Vermessung der vertikalen thermoelastischen Ausdehnung der Probe

Bei dieser Technik wird die thermoelastische Ausdehnung einer aktiven Probe mit Hilfe einer Standardsonde der Rasterkraftmikroskopie vermessen. Da in diesem Fall nicht die per Wärmestrom in die thermische Sonde übertragene Temperaturänderung gemessen wird, benötigt die hier eingesetzte Sonde keinen thermischen Sensor. Ähnlich wie bei der Verwendung einer Sonde aus zwei Materialien wird hier die Verbiegung der Sonde gemessen. Die Information über die Temperatur der Probe ist in diesem Fall in ihrer lokalen thermoelastischen Ausdehnung enthalten. Dehnt sich die Probe aufgrund einer Temperaturerhöhung aus, führt dies zu einer Verbiegung des Cantilevers. Um diese Verbiegung von der durch die Probentopographie hervorgerufene Verbiegung zu unterscheiden, wird die Probe durch periodische Heizpulse erwärmt [23]. Während der niederfrequenten Anteil der Verbiegung zur Regelung der Sonde im Kontaktmodus und zur Aufnahme der Probentopographie verwendet wird, lässt sich durch die Auswertung des Signals bei der Frequenz der Heizpulse oder ihrer Harmonischen simultan die Probentemperatur erfassen. Die Frequenz des Heizstroms wird dabei größer als die Bandbreite des Topographieregelkreises gewählt, um die Ausregelung der thermoelastischen Ausdehnung der Probe zu verhindern.

Mit dieser als Scanning Joule Expansion Microscopy (SJEM) bezeichneten Technik konnte erfolgreich die Abbildung von Temperaturverteilungen in In-Plane Gate Transistoren demonstriert werden [24]. Um größere Amplituden der thermoelastischen Ausdehnung zu erzielen, wurden die untersuchten Bauelemente mit einem zusätzlichen Polymerfilm versehen, der aufgrund seines großen Ausdehnungskoeffizienten eine Steigerung der Empfindlichkeit bewirken soll [102].

3.2.6 Verfahren zur Temperaturmessung im optischen Nahfeld

Bei diesen Messungen wird die signifikante Erhöhung der Ortsauflösung des SNOM gegenüber konventionellen optischen Mikroskopen ausgenutzt, um bereits existierende etablierte optische Verfahren zur Temperaturbestimmung zu verbessern. Zum einen kann die Temperaturabhängigkeit optischer Reflektionseigenschaften zur Erlangung von Informationen über die lokale Probenoberfläche genutzt werden (Thermoreflektionsmethode). Dabei wird eine spitze, aluminiumummantelte Glasfaser, die eine Öffnung mit einem Durchmesser von nur ca. 50 nm besitzt, unmittelbar über der Probe platziert. Das aus der Glasfaser austretende Licht wird im Nahfeld von der Probenoberfläche reflektiert und mit einem Photomultiplier (PMT) detektiert (siehe Abbildung 3.7). Die Intensität des Lichtes hängt dabei von den temperaturabhängigen Reflektionseigenschaften der Probenoberfläche unter der Öffnung der Glasfaser ab, die erzielbare Ortsauflösung wird nur von der Größe der Öffnung definiert. Mit dieser Methode konnten Temperaturverteilungen in hochintegrierten Schaltungen vermessen werden [103].

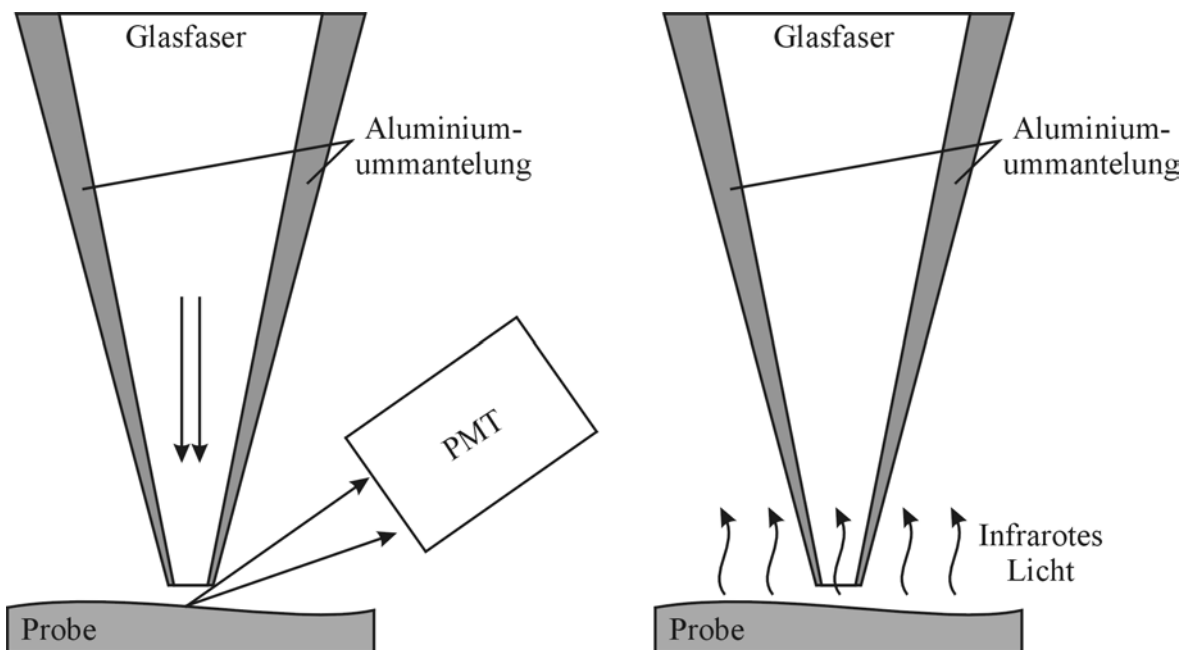


Abb. 3.7: Messung der temperaturabhängigen Reflektionseigenschaften (links) und des von der Probe abgestrahlten infraroten Lichts (rechts) im Nahfeld

Die Glasfaser des optischen Nahfeldmikroskops kann auch direkt zur lokalen Sammlung von infrarotem Licht benutzt werden (siehe Abbildung 3.7). Die prinzipielle Funktionsfähigkeit dieses Verfahren konnte durch die Abbildung von Temperaturverteilungen auf 3 μm breiten, stromdurchflossenen Leiterbahnen demonstriert werden [104]. Diese Technik erlaubt eine deutliche Verbesserung der Ortsauflösung der Infrarot-Thermometrie, allerdings ist zur

Verbesserung der Temperaturempfindlichkeit noch eine Optimierung des optischen Pfades, vor allem der Transmissionseigenschaften der verwendeten Glasfasern für die Wellenlänge des infraroten Lichtes, notwendig.

3.3 Diskussion der vorgestellten thermischen Mikroskopieverfahren

Durch die Reduktion des Volumens von integrierten Temperatursensoren (Thermoelemente, Schottky-Diode und resistive Sensoren) und die Realisierung in spitzer Sondenform mit kleiner Auflagefläche konnte die Abbildung der thermischen Probeneigenschaften mit Ortsauflösungen im Bereich von einigen zehn bis einigen hundert Nanometern erreicht werden. Die Ortsauflösung der auf Standardsonden des SFMs (Sonde aus zwei Materialien und SJEM-Technik) basierenden Verfahren und der Messtechniken im optischen Nahfeld ist ebenfalls besser als 100 Nanometer – damit besitzen alle thermischen Rastersondenmikroskope ein deutlich besseres Auflösungsvermögen als die konventionellen thermischen Messtechniken.

Deutliche Unterschiede bestehen bei der erreichbaren Temperatureauflösung der vorgestellten Verfahren. Bei theoretischen Empfindlichkeiten von ca. 1 mK konnten bei Messungen mit mikroskopischen Thermoelementen Temperaturunterschiede von unter 100 mK aufgelöst werden. Die prinzipielle Funktionsfähigkeit der thermischen Sonde mit integrierter Schottky-Diode konnte über die Temperaturabhängigkeit der Strom-Spannungskennlinie demonstriert werden, jedoch gelangen bisher noch keine Abbildungen von Temperaturverteilungen mit diesem Sensor. Mit der resistiven Sonde wurden bislang Temperatureauflösungen von 0,5 bis 1 Kelvin erreicht; diese unbefriedigende Werte sind vor allem auf eine nicht ausreichend gute Empfindlichkeit der Messelektronik zurück zu führen. Durch die sehr gute Messgenauigkeit bei der Erfassung der vertikalen Auslenkung des Cantilevers ist die Temperatureauflösung beim SJEM-Verfahren und bei der Nutzung einer Sonde aus zwei Materialien prinzipiell hoch, wie auch die guten Resultate bei der Charakterisierung von modernen elektronischen Bauelementen belegen. Allerdings ist die Bestimmung des Absolutwertes der thermischen Ausdehnung noch problematisch, und vor allem bei komplexen Schichtstrukturen ist eine Angabe von absoluten Temperaturunterschieden auf der Probenoberfläche nicht möglich. Aus ähnlichen Gründen ist die Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit bei Temperaturmessungen im optischen Nahfeld nicht möglich. Es konnten zwar erfolgreiche Messungen von Temperaturverteilungen in elektronischen Bauelementen gezeigt werden, jedoch scheiterte eine Kalibrierung und Umrechnung in Temperaturdifferenzen, da die Temperaturabhängigkeit der Reflektionseigenschaften im Nahfeld und der Einfluss der Sonde auf die Messung noch nicht ausreichend bekannt sind.

Nur drei der vorgestellten Techniken erlauben neben der Messung von Temperaturverteilungen auch noch die Erfassung der lokalen thermischen Leitfähigkeit, beziehungsweise der Diffusivität. Dabei müssen im Falle der Nutzung eines mikroskopischen Thermoelements und einer Sonde aus zwei Materialien entweder Sonde oder Probe extern geheizt werden, um einen von den thermischen Eigenschaften der Probe abhängigen Wärmestrom zu erzeugen. Da die resistive Sonde ohne zusätzlichen apparativen Aufwand eine Selbsterwärmung erlaubt, hat sich auf Grundlage dieser Technik neben der Erfassung von Unterschieden in der lokalen thermischen Leitfähigkeit ein breites Analysespektrum zur Erfassung thermischer Eigenschaften entwickelt. Mit der resistiven Sonde wurden erstmals Versuche zur quantitativen Bestimmung der lokalen thermischen Leitfähigkeit durchgeführt. Auch wenn die Ermittlung der absoluten thermischen Leitfähigkeit mit Hilfe eines statischen Wärmestroms zwischen Probe und Sonde noch Gegenstand kontroverser Diskussionen ist, bietet die resistive Sonde einen vielversprechenden Ansatzpunkt zur erstmaligen Quantisierung dieser Größe im thermischen Rastersondenmikroskop.

In Tabelle 3.1. sind die Ergebnisse der oben geführten Diskussion zusammengefasst.

	Mikroskopisches Thermoelement	Schottky-Diode	Mikroskopische resistive Sonde	Sonde aus zwei Materialien	Vermessung der vertikalen thermoelastischen Ausdehnung	Temperaturmessungen im optischen Nahfeld
Ortsauflösung	+	+	+	+	+	+
Temperaturempfindlichkeit	+	O	-	+	+	O
Empfindlichkeit der Messung der thermischen Leitfähigkeit/Diffusivität	+	-	+	+	-	-
Quantitative Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit	-	-	O	-	-	-

Tabelle 3.1: Zusammenfassung der Diskussion, + gut/positiv, O neutral/mit Einschränkungen möglich, - schlecht/nicht möglich

4. Einsatzgebiete der thermischen Rastersondenmikroskopie

Wie im vorangegangenen Kapitel näher ausgeführt, wurden bereits diverse SThM-Systeme entwickelt. Durch das gewählte Design oder die verwendete thermische Sonde sind diese Systeme nur für einen bestimmten Typ von Proben oder die Erfassung einer thermischen Eigenschaft, Temperatur oder thermische Leitfähigkeit geeignet. Die Ursache hierfür kann in der Wahl des dem thermischen Sensor zugrunde liegenden physikalischen Effektes liegen, der beispielsweise durch die Ausnutzung des Seebeckeffektes bei der Verwendung von mikroskopischen Thermoelementen lediglich die Erfassung von Temperaturen erlaubt. Möglicherweise hatte jeweils der Entwickler eines SThM-Systems eine spezielle Anwendung im Auge, die bei der Lösung eines konkreten Problems helfen sollte. Auch wirtschaftliche Gesichtspunkte, die insbesondere bei kommerziellen Geräteherstellern eine wesentliche Rolle spielen, können zur Beschränkung auf ein Teilgebiet der thermischen Rastersondenmikroskopie führen. Letztendlich ist es aufgrund der Vielzahl der möglichen Anwendungen mit zum Teil deutlich unterschiedlichen, sich möglicherweise auch widersprechenden Anforderungen nicht möglich, ein System für alle denkbaren Applikationen zur Verfügung zu stellen. Ein wesentliches Ziel bei der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Entwicklung eines SThM-Systems war es, eine Technik bereit zu stellen, die eine Vermessung eines breit gefächerten Probenspektrums und die Bearbeitung eines weiten Problembereichs erlaubt. Die hier dargestellten Einsatzgebiete und Beispiele verdeutlichen das große Potential dieser Technik und die dieser Arbeit zugrundeliegende Motivation für die Weiterentwicklung dieser Sondentechnik.

4.1 Mikroelektronische Bauelemente

Aufgrund der stetigen Miniaturisierung und steigenden Integrationsdichten wird die Charakterisierung und Fehleranalyse moderner elektronischer Bauelemente zunehmend schwieriger. Die in den immer kleineren Strukturen auftretenden Verlustleistungen werden in immer kleineren Volumina von Bauelementen umgesetzt. An fehlerhaften Strukturen kommt es häufig zu internen Kurzschlüssen, beispielsweise durch Staubpartikel zwischen zwei Leiterbahnen, oder durch fehlerhafte Oxidschichten in MOS-Strukturen, die zu einer lokalen Erhöhung der Stromdichte führen. Dies kann einen Anstieg der Verlustleistung und daraus resultierend eine lokale Temperaturerhöhung zur Folge haben. Die Messung dieser so genannten „Hot Spots“ wird in der Fehleranalyse zur Lokalisierung der während des Produktionsprozesses in Bauelementtests bemerkten Fehler verwendet. Herkömmliche, auf optischen Methoden basierende Temperaturmessverfahren, gelangen bei höchstintegrierten Schaltungen zunehmend an ihre Grenzen, da ihre Ortsauflösung durch das Abbesche Limit auf etwas die Hälfte der Wellenlänge des verwendeten Lichtes beschränkt ist.

Die Vermessung von Temperaturverteilung mit hoher Ortsauflösung kann ebenfalls neue Erkenntnisse über die Wärmeausbreitung innerhalb integrierter Schaltungen vermitteln. Zunehmend komplexere Schichtsysteme unterschiedlichster Materialien, in denen aufgrund ihrer nanometrischen Abmessungen auch noch zusätzliche quantenmechanische Effekte auftreten können, erschweren die analytische oder numerische Berechnung des Wärmetransports. Hochortsaufgelöste thermische Messungen erlauben das Erkennen von Schwachstellen und können Informationen für eventuell notwendige Änderungen im Bauelementedesign geben. Von großem Vorteil sind dabei nichtoptische Analysemethoden, die auch eine Lokalisierung von durch Metallisierungen verdeckten Wärmequellen erlauben. Durch die Nutzung einer resistiven Sonde wird prinzipiell eine Selbsterwärmung der Sonde auftreten, die zu einer Störung der Temperaturmessung durch lokale Variationen der thermischen Leitfähigkeit führt. Dies macht sich gerade bei der Vermessung von sehr kleinen Temperaturunterschieden bemerkbar. Eine Separierung von Temperatursignal und dem Signal der thermischen Leitfähigkeit ist daher wünschenswert.

SThM-Messungen können ebenfalls zur Bauelementcharakterisierung eingesetzt werden. So können beispielsweise Metall-Halbleiterkontakte oder pn-Übergänge analysiert werden. Zu hohe Übergangswiderstände an ohmschen Kontakten machen sich beispielsweise durch die Joulesche Erwärmung dieser Bereiche bemerkbar. Die an einem pn-Übergang auftretende Verlustleistung wird sich ebenfalls in Abhängigkeit des Betriebszustandes und der Polarität ihrer Vorspannung ändern. Hohe elektrische Feldstärken erzeugen in Halbleiterbauelementen hochenergetische Elektronen, welche zu Ionisationen und Leckstromproblemen führen. Das Verständnis der physikalischen Phänomene, die zur Degradation und sogar zur Zerstörung der Bauelemente führen können, ist für das Design neuer hochintegrierter Schaltungen von großer Bedeutung und kann durch den Einsatz des SThMs ebenfalls gefördert werden.

4.2 Leistungsbaulemente

Die hohe Wärmeentwicklung bei Belastung innerhalb leistungselektronischer Bauelemente fordert bereits in der Planung eine starke Berücksichtigung der thermischen Aspekte bezüglich des strukturellen Aufbaus des Halbleiterchips. Anhand von Messungen des Temperaturprofils an der Oberfläche des Bauelements können auch hier Aussagen über die lokale Erwärmung und damit mögliche Fehler des betrachteten Elements gemacht werden.

Die in den Bauelementen auftretenden großen elektrischen Felder stellen ebenfalls hohe Anforderungen an die Homogenität und Reinheit der verwendeten Halbleitermaterialien. Die durch Überlastung ausgefallenen Bauelemente weisen Veränderungen des Materialgefüges in den überanspruchten Regionen des Halbleitermaterials auf. Die beispielsweise durch

Durchbrüche erzeugten Fehler können dabei lokal auf Mikrometer große Bereiche beschränkt sein, so dass zu ihrer Entdeckung eine hohe Ortsauflösung notwendig ist. Die strukturellen Inhomogenitäten können zu einer lokalen Variation der thermischen Leitfähigkeit führen und über diese Materialeigenschaft mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop erkannt werden.

4.3 Materialwissenschaftliche Anwendungen

Die lokale Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit auf einer Probenoberfläche eröffnet ein sehr breites Spektrum materialwissenschaftlicher Anwendungen. Diese Tatsache führte auch zu etlichen Kooperationen des Lehrstuhls für Elektronik mit internationalen Partnern, und zum Einsatz der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Technik an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin und am Institute for Polymer Science in Stellenbosch, Südafrika. Die dabei gemachten Erfahrungen gaben in einigen Fällen auch den Anstoß zur Weiterentwicklung dieser Technik, wie die Integration einer Messmethode zur Quantifizierung der thermischen Leitfähigkeit. Im folgenden sollen daher exemplarisch einige Beispiele für die Einsatzmöglichkeit dieser Technik erläutert werden.

Die Bestimmung von lokalen Variationen der thermischen Leitfähigkeit ermöglicht die Charakterisierung von Komposit-Materialien. So können Lage, Größe und Verteilung beigemischter Bestandteile über ihre Unterschiede in der thermischen Leitfähigkeit erfasst werden. Für die Untersuchung im thermischen Rastersondenmikroskop eignen sich besonders glatte Oberflächen, bei denen in der Topographie keinerlei Materialinformationen erkennbar sind. Auch Polymersysteme wie Core/Shell-Polymere eignen sich bei ausreichend guter Empfindlichkeit des Messsystems zur Charakterisierung, da Kern und Hülle dieser zum Beispiel in der Farb- und Lackindustrie eingesetzten Polymere unterschiedliche thermische Eigenschaften besitzen. Mit Hilfe von mit dem SThM durchgeführte lokale Bestimmungen der thermomechanischen Eigenschaften von Polymeren konnte gezeigt werden, dass Polymere mit niedrigeren Glaspunkten eine bessere thermische Leitfähigkeit besitzen als Polymere mit höheren Glaspunkten [5]. Da ihre Hüllen niedrigere Glaspunkte als die Kerne besitzen, unterscheidet sich demzufolge auch die thermische Leitfähigkeit der Komponenten voneinander und in dem geschmolzenen und ausgetrockneten Hüllenpolymermaterial ist Größe und Anordnung der Kerne messbar.

Die Quantisierung des Signals erlaubt über die Bestimmung von Lage, Größe und Verteilung eingemischter Materialien bei bekannter thermischer Leitfähigkeit ebenfalls deren Identifizierung. Materialidentifikationen mit submikrometrischer Ortsauflösung ist ebenfalls bei der Fehleranalyse defekter integrierter Schaltungen von großem Interesse.

Die Angabe absoluter Werte der thermischen Leitfähigkeit macht diese Messungen vergleichbar, so ist neben der Analyse der Homogenität auch die Kontrolle der Güte eines Materialsystems möglich. Bei der Optimierung von Diamantfilmen, die wegen ihrer hervorragenden thermischen Leitfähigkeit als Wärmesenken in integrierten Schaltungen und als Fenstermaterial beispielsweise für Hochleistungslaser verwendet werden, kann das SThM nicht nur bei der Kontrolle der mikroskopischen Struktur und damit des Wachstumsprozesses eingesetzt werden. Auch die Qualität der Chargen, die wesentlich von der Größe der thermischen Leitfähigkeit abhängt, lässt sich vergleichen.

Im Bereich der Halbleitertechnologie können durch die qualitative orts aufgelöste Leitfähigkeitsanalyse Inhomogenitäten in der Dotierung oder Bereiche unterschiedlicher Dotierstoffkonzentration abgebildet werden. Die quantitative Analyse ermöglicht zusätzlich noch die Bestimmung der absoluten Dotierstoffkonzentration, denn in Abhängigkeit der Konzentration ändert sich wegen der Änderung der für den Wärmetransport zu Verfügung stehenden Menge an freien Ladungsträgern auch die thermische Leitfähigkeit des Halbleiters. Nach der Durchführung von Kalibrierungsmessungen müsste eine Zuordnung von Dotierstoffmenge zur gemessenen thermischen Leitfähigkeit möglich sein. Kalibrierungsmessungen scheinen aber nötig, da die thermische Leitfähigkeit eines Halbleiters auch durch die Kristallstruktur beeinflusst wird, welche beispielsweise von Dotierstoffart und Dotierverfahren abhängt.

5. Entwicklung eines Sondenmikroskops zur quantitativen Erfassung von thermischen Eigenschaften

Das zu entwickelnde SThM-Messsystem soll auf einer resistiven thermischen Sonde basieren, da – wie in Kapitel 3.2 bereits erwähnt – eine solche Sonde durch einfaches Wechseln des Betriebsmodus sowohl die Erfassung von Temperaturverteilungen als auch von der lokalen thermischen Leitfähigkeit erlaubt.

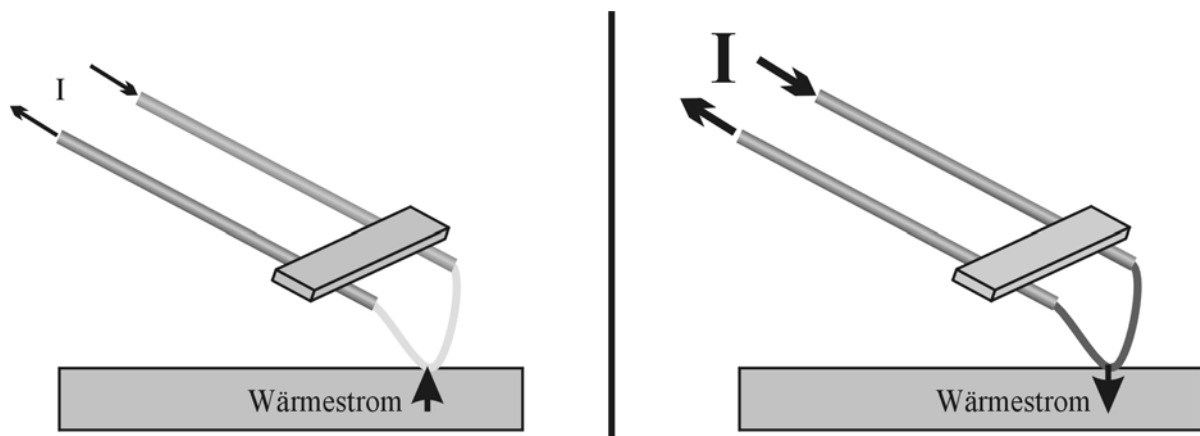


Abb. 5.1: Betriebsmodi des SThM-Systems mit resistiver thermischer Sonde zur Erfassung von Temperaturverteilungen (links) und der lokalen thermischen Leitfähigkeit (rechts)

Dabei wird die Sonde im Rasterkraftmikroskop im Kontaktmodus mit konstanter Auflagekraft betrieben. Wird die Sonde mit einem kleinen Messstrom versorgt, lassen sich über die Erfassung des elektrischen Widerstandes Temperaturverteilungen auf der Oberfläche aktiv betriebener Bauelemente messen. Durch die Erwärmung der Probe kommt es in diesem Fall zur Ausprägung eines Wärmestroms über die Kontaktfläche in die mikroskopische Sonde (siehe Abbildung 5.1). Die metallische Sonde ändert ihre Temperatur und damit proportional ihren elektrischen Widerstand. Diese Widerstandsänderung wird gemessen und der simultan aufgenommenen Topographieinformation zugeordnet. Durch einfache Erhöhung des die Sonde durchfließenden Stromes kann mit der selben Messelektronik die lokale thermische Leitfähigkeit der Probe ermittelt werden. Der erhöhte elektrische Strom führt zur Jouleschen Erwärmung des thermischen Sensors, es entsteht ein Temperaturgradient zwischen Sonde und Probe, der zu einem Wärmestrom von der Mikroskopsonde in die Probe führt. Die Größe des Wärmefflusses ist dabei proportional zur lokalen elektrischen Leitfähigkeit der Probe an der Kontaktfläche. Eine gute lokale thermische Leitfähigkeit führt zu einem großen Wärmestrom und damit zu einer stärkeren Abkühlung der mit konstantem Heizstrom betriebenen Sonde. Die in Folge dieser Abkühlung eintretende Änderung des elektrischen Widerstandes wird mit

der selben Messelektronik gemessen und kann als Maß für die thermische Leitfähigkeit der Probe wiederum der simultan aufgenommenen Probentopographie zugeordnet werden.

5.1 Realisierung eines Messsystems mit resistiver Sonde zur Temperaturerfassung mit einer Auflösung im Millikelvin-Bereich

Mit der in Kapitel 3.2 bereits vorgestellten thermische Sonde aus Platin wurden bereits erfolgreich Messungen sowohl der lokalen thermischen Leitfähigkeit als auch von Temperaturverteilungen auf aktiven Proben durchgeführt. Sie werden kommerziell von einem Hersteller vertrieben und zeichnen sich als einziger thermischer Sensor für Rastersondenmikroskope durch eine hohe Verfügbarkeit aus. Weiterhin sind die geometrischen Abmaße dieser Sonde beim Einsatz zur Vermessung von Halbleiterbauelementen vorteilhaft. Wie in Abbildung 5.2 zu sehen, besitzt die Sonde einen großen Abstand zwischen dem Kontaktpunkt

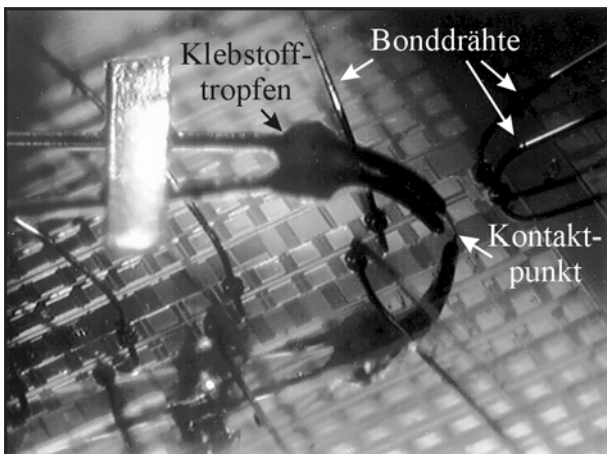


Abb. 5.2: Thermische Sonde über einem elektrisch kontaktierten Bauelement

mit der Probe und seinem Hebelarmelement (in etwa beginnend bei dem zur mechanischen Stabilisierung aufgetragenen Klebstofftropfen). Dieser Abstand von einigen hundert Mikrometern erlaubt die Positionierung auf Halbleiterbausteinen mit Bonddrähten und sogar auf solchen in geöffneten Gehäusen. Da im Rahmen dieser Arbeit ein Schwerpunkt auf der Vermessung und der Fehleranalyse elektronischer Bauelemente lag, war dies ein wichtiges Argument für die Verwendung dieses Sondentyps.

Die mit der Sonde bisher erzielte Temporauflösung von etwa einem Kelvin reicht jedoch bei weitem nicht zur umfassenden Analyse moderner elektronischer Schaltungen aus. Zum sinnvollen Einsatz dieser Technik auf diesem Gebiet ist daher zunächst eine deutliche Verbesserung der Empfindlichkeit des Messsystems unerlässlich. Die Empfindlichkeit des SThM-Systems hängt bei gegebener thermischer Sonde wesentlich von der Elektronik zur Erfassung des elektrischen Widerstandes oder genauer zur Erfassung der Widerstandsänderungen ab. Da, wie oben erläutert, die selbe Messtechnik für thermische Leitfähigkeitsanalysen verwendet wird, hängt auch die erreichbare Empfindlichkeit dieses Verfahrens von der Güte der verwendeten Messelektronik ab.

Aus diesem Grunde soll zunächst in einer kurzen Diskussion der vorhandenen Messverfahren zur Bestimmung elektrischer Widerstände die für die thermische Sonde günstigste Technik ermittelt werden. Im darauf folgenden Kapitel erfolgt die Charakterisierung der mechanischen, elektrischen und der damit gekoppelten thermischen Eigenschaften der thermischen Sonde und ihrer Zuleitungen. Nach der Analyse der bisher vorhandenen Messtechnik soll mit den aus diesen Untersuchungen gewonnen Erkenntnissen eine Optimierung des Messsystems vorgenommen werden. Es folgt die Bestimmung der Leistungsfähigkeit des neuen Messsystems.

Schaltungen zur Temperaturerfassung dienen dazu, eine temperaturabhängige physikalische Größe in eine elektrische Größe umzuwandeln. Da die zur Verfügung stehende thermische Sonde auf dem Prinzip des temperaturabhängigen elektrischen Widerstands basiert, sollen an dieser Stelle nur Schaltungstechniken diskutiert werden, die für dieses Prinzip geeignet sind.

Eine einfache Methode stellt die Spannungsmessung an dem durch einen definierten Strom durchflossenen thermischen Widerstand mit Hilfe eines Messverstärkers dar. Da die Spannungsmessung nicht direkt am Ort der Temperaturmessungen erfolgt, wird für lange Zuleitungen die so genannte Vierleiterschaltung genutzt; der Spannungsabfall über die Zuleitung geht somit nicht in die Messspannung ein. Um den zu einer Verfälschung des Messergebnisses führenden Strom über den Messverstärker vernachlässigen zu können, muss dessen Eingangsimpedanz wesentlich größer als der temperaturabhängige Widerstand sein. Ein großer Nachteil dieser Schaltung ist, dass sowohl kapazitive als auch induktive Störungen auf den relativ langen Zuleitungen in die Messspannung eingehen. Eine koaxiale Anordnung der Leiter könnte die Störungen verringern, jedoch nicht vollkommen beseitigen. Sollen, wie in dem hier vorliegenden Fall, sehr kleine Temperaturänderungen erfasst werden, sind sehr hohe Anforderungen an den Messverstärker zu stellen. Vierleiterschaltungen werden daher nur für Temperaturmessungen verwendet, bei denen die Messungen in einem sehr weiten Temperaturbereich erfolgen soll. Sie sind zur Erfassung kleiner Widerstandsänderungen infolge von kleinen Temperaturdifferenzen schlecht geeignet.

Störungen auf den Zuleitungen und die nachteiligen Auswirkungen eines großen, nicht veränderlichen Anteils in der Messspannung können durch die Nutzung von Brückenschaltungen verringert werden. So fanden die Wheatstone-, die Thomson- und die Müller-Brücke bereits in der Temperaturmessung Verwendung. Mit einer Thomson-Doppelbrücke und einem Platin-Widerstandsthermometer wurden Temperaturen mit einer Genauigkeit von 100 Mikrokkelvin bestimmt [105]. Dabei wurde die Brücke mit einer Wechselspannung versorgt, um den Einfluss eventuell auftretender Thermospannungen zu

eliminieren. Die Müller-Brücke wird beispielsweise zur Messungen im Tieftemperaturbereich mit Halbleitertemperatursensoren verwendet [105]. Thomson- und Müller-Brücken stellen Abgleichbrücken dar, bei denen auf die Temperatur über den Widerstandswert im Abgleich geschlossen werden kann. Für eine schnelle, elektronische Messwerterfassung steht kein direktes Signal zur Verfügung, welches einen Rückschluss auf den zu messenden Widerstandswert zulässt.

Die Wheatstone-Brücke kann jedoch auch im Ausschlagverfahren verwendet werden. Die Änderungen in der Brückendiagonalspannung sind dabei proportional zu den Widerstandsänderungen des thermischen Sensors. Das Ausschlagverfahren findet bei der Messung von kleinen Temperaturänderungen, wie sie auf der Oberfläche aktiver Bauelemente zu erwarten sind, Anwendung. Auch Vermessungen von schnellen Temperaturänderungen in strömenden Flüssigkeiten oder Gasen wurden bereits mit einer abgeglichenen Wheatstone-Brücke durchgeführt [105]. Prinzipiell werden die Störungen auf den Zuleitungen durch die beiden parallel liegenden Spannungsteiler einer solchen Messbrücke kompensiert; jedoch ist dies nur dann der Fall, wenn die Brücke im Abgleichpunkt betrieben wird. Die Möglichkeit, schnelle und empfindliche Widerstandsmessungen mit anschließender elektronischer Messwerterfassung durchführen zu können, war Anlass, eine auf der Wheatstone-Brücke basierende Messelektronik für das SThM-System zu entwickeln, da es so möglich ist, jedem Messpunkt eine zum Sondenwiderstand proportionale Temperatur zuzuordnen. Zur optimalen Anpassung der Elektronik wurde jedoch zunächst die gegebene thermische Sonde aus Platin charakterisiert.

5.1.1 Charakterisierung und Simulation der mechanischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften der thermischen Sonde aus Platin

5.1.1.1 Untersuchung der mechanischen Eigenschaften

Die effektive Auflagefläche und die Auflagekraft sind Parameter die die Größe des Wärmestroms zwischen Probe und thermischer Sonde beeinflussen. Da der Wärmestrom bei Temperaturmessungen nur durch die Proben temperatur beeinflusst werden soll, ist es notwendig diese Parameter so weit wie möglich konstant zu halten. Die Auflagekraft soll im Kontaktmodus des Rasterkraftmikroskops mit Hilfe eines geschlossenen Regelkreises konstant gehalten werden. Um dies zu gewährleisten, müssen Proportional-, Integral- und Differenzialwert des Regelkreises sowie weitere Parameter wie Scangeschwindigkeit, Scanrichtung und die Größe der Auflagekraft geeignet gewählt werden. Alle diese Parameter sind von der Geometrie und den damit verbundenen mechanischen Eigenschaften der Sonde abhängig und unterscheiden sich im Falle der thermischen Sonde erheblich von den bei

Standardsonden der Rasterkraftmikroskopie üblichen Werten. So ist beispielsweise die Geschwindigkeit mit der die Sonde über die Probenoberfläche bewegt werden kann – die sogenannte Scangeschwindigkeit – deutlich begrenzt, da die thermische Sonde an jedem Messpunkt ausreichend Zeit benötigt, um einen thermodynamischen Gleichgewichtszustand zu erreichen und damit die Probenoberfläche messen zu können. Die Schlaufenform der Spitze führt zu großen mechanischen Instabilitäten wenn die Sonde nicht senkrecht, sondern parallel zur Ausrichtung des Hebelarms bewegt wird. Es wurden ausführliche Testreihen zur Optimierung dieser Parameter sowie der Regelparameter des Regelkreises durchgeführt. Wie in Abbildung 5.3 zu erkennen ist, sind allerdings selbst bei an die Sonde angepassten Werten, die für den Proportional- und Integralanteil deutlich von den Werten für Standardspitzen aus Siliziumnitrid abweichen ($P=1,5$; $I=1,0$; $D=0$ bei der thermischen Sonde und $P=0,4$; $I=0,2$; $D=0$ bei der Standardspitze), Einbußen in der Abbildungsqualität der Topographie zu erkennen. Der relativ große Krümmungsradius der Platinschleife der thermischen Sonden führt zur Abrundung der Kanten der Teststruktur. Vor allem bei großen Topographieunterschieden im untersuchten Probenbereich ist mit einer reduzierten Abbildungsqualität zu rechnen; wie für den Großteil sondenmikroskopischer Verfahren eignen sich für diese Technik besonders glatte Probenoberflächen. Trotz der recht großen Abmaße der thermischen Sonde beträgt die effektive Kontaktfläche der Sonde mit der Probe nur einige zehn Nanometer, so konnte bei Messungen der lokalen thermischen Leitfähigkeit eine Ortsauflösung von 30 nm erzielt werden [80].

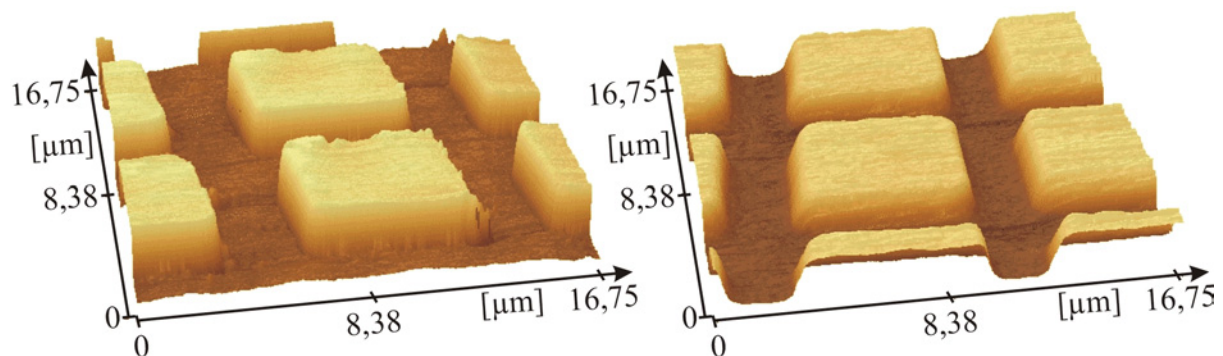


Abb. 5.3: Topographieabbildung einer Teststruktur, aufgenommen mit einer Standardsonde aus Siliziumnitrid (links) und mit der thermischen Sonde aus Platin (rechts)

5.1.1.2 Simulation der thermischen Eigenschaften

Neben den mechanischen Eigenschaften der Sonde sind deren elektrische und thermische Eigenschaften von großem Interesse. Dabei bestimmt die Kopplung dieser Größen die Empfindlichkeit der Sonde und damit die Leistungsfähigkeit des SThM-Systems, da die Temperaturänderung an der Kontaktfläche zu einer Änderung des elektrischen Widerstands

führt. Zur Untersuchung der thermischen und elektrischen Eigenschaften der Sonde wurden Simulationen mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode durchgeführt. Die Sonde wird als vollständiges, dreidimensionales Modell aus thermoelektrisch gekoppelten Elementen gebildet. Durch die Verwendung eines Elementtyps, der über alle erforderlichen Freiheitsgrade verfügt, lässt sich mit Hilfe der direkten Analyse eine wechselseitige Kopplung von thermischen und elektrischen Feldern erreichen.

Ziel der ersten Simulationen war die Berechnung der durch den Messstrom verursachten Selbsterwärmung der thermischen Sonde. Der Strom zur Messung des elektrischen Widerstands der Sonde bewirkt eine unerwünschte Joulesche Erwärmung. Die Selbsterwärmung beeinflusst, wie in einem späteren Abschnitt noch genauer diskutiert, vor allem die Messung von kleinen Temperaturdifferenzen negativ und soll daher so gering wie möglich gehalten werden. Auf der anderen Seite sinkt die Empfindlichkeit der Widerstandsmessung mit der Wheatstone-Brücke mit abnehmendem Messstrom. Um einen angemessenen Kompromiss in dieser Frage finden zu können, ist es notwendig, die tatsächlich auftretende Selbsterwärmung bei gegebenem Strom zu ermitteln. Zu diesem Zweck wurde ein Simulationsmodell der thermischen Sonde, bestehend aus zwei 4 Millimeter langen Hebelarmen aus Wollaston-Draht mit einem Platinkern von 5 μm Durchmesser und einer Silberummantelung mit 75 μm Durchmesser, gebildet. Die beiden Hebelarme sind durch eine 200 μm lange Schlaufe des Platinkerns, dem eigentlichen thermischen Sensor der Sonde

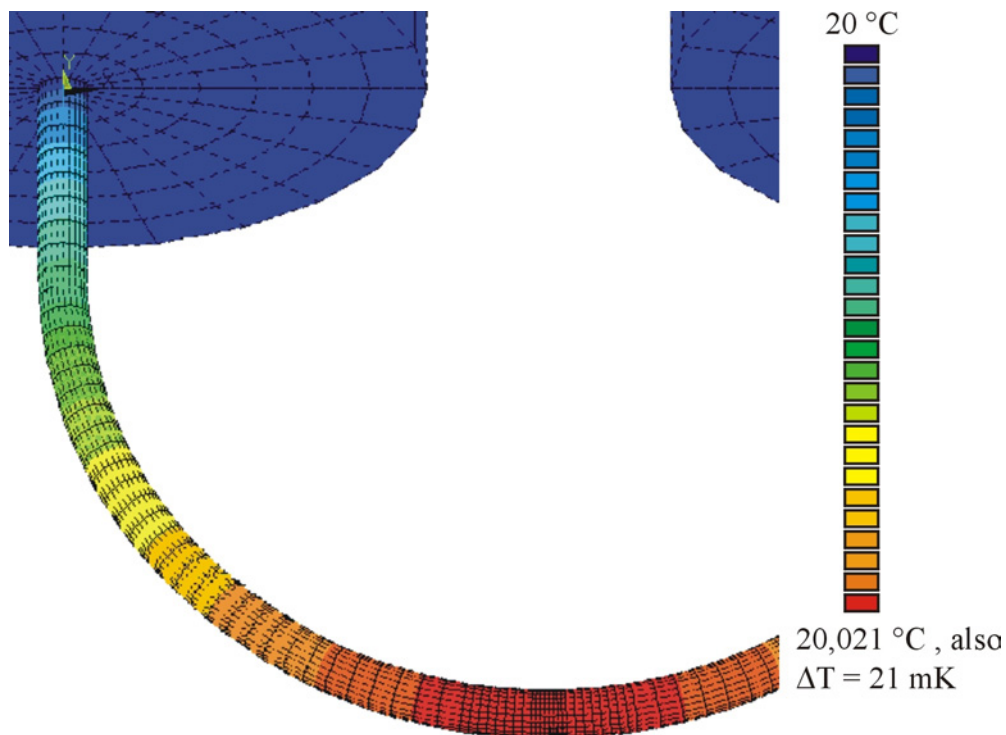


Abb. 5.4: Eigenerwärmung der thermischen Sonde aus Platin bei einem Messstrom von 1 mA

verbunden. Die Materialdaten für Platinkern und Silberummantelung wurden direkt vom Hersteller des Wollaston-Drahts, der Sigmund Cohn Corp., New York, bezogen. In die Enden der Hebelarme wurde ein Strom von einem Milliampere eingeprägt und die resultierende Temperaturverteilung simuliert.

Aufgrund der großen Querschnittsfläche und der daraus folgenden geringen Stromdichte ist die Joulesche Erwärmung in den Hebelarmen sehr gering (siehe Abbildung 5.4). Eine deutlich höhere Selbsterwärmung tritt in der Platinschleife auf, der Bereich höchster Temperatur ist in der Mitte angesiedelt, da dort die Möglichkeit der Wärmeabfuhr nicht in dem Maße gegeben ist wie in den nahe der großvolumigen Hebelarme gelegenen Bereichen. Bei einem Messstrom von 1 mA beträgt die höchste Temperaturdifferenz in der Sonde bezüglich der Umgebungstemperatur 21mK. Die Auswirkungen dieser Selbsterwärmung machen sich, wie in Kapitel 6 näher ausgeführt, schon durchaus bemerkbar, sind aber für viele Anwendungsbereiche des SThM noch akzeptabel. Bei der weiteren Konzeption und Optimierung der Messelektronik wurde als Ergebnis dieser Simulationen ein Messstrom von nicht mehr als 1 mA angesetzt.

Das Augenmerk der nächsten Simulation galt der Berechnung der Temperaturverteilung innerhalb der thermischen Sonde bei Kontakt mit einer erwärmten Probenoberfläche. Diese Simulationen wurden hauptsächlich dafür genutzt, das Sondenmodell und die Vermaschungsstrategien für eine sinnvolle Einteilung und Strukturierung der Elemente zu optimieren. Für alle hier vorgestellten Simulationen wurde die mapped-mesh Strategie der free-mesh Methode vorgezogen, da der Anwender in diesem Fall die volle Kontrolle über die Netzgenerierung besitzt und so die Bereiche mit besonders großen Temperaturgradienten feiner vermaschen kann. Der Struktur der Netze kommt bei FEM-Simulationen eine große Bedeutung zu, da sie die Qualität der Simulationsergebnisse stark beeinflusst. So liefern gut strukturierte, optisch sehr gleichmäßig wirkende Netze aus Elementen mit etwa gleich großen Seitenlängen genauere Simulationsergebnisse als Netze aus stark verzerrten Elementen [33].

Zur Simulation der Temperaturverteilung wurde an einem Knoten in der Mitte der Platinschleife, der den Kontaktpunkt zwischen Sonde und Probe darstellt eine Temperaturlast eingespeist. Während die gesamte Sonde zunächst eine Raumtemperatur von 20 °C besitzt, wird an diesem Knoten ein Temperatur von 21 °C vorgegeben. Am Ende der Hebelarme aus Wollaston-Draht wird eine konstante Temperatur von 20 °C - also eine ideale Wärmesenke - vorgesehen. Diese Idealisierung kann vorgenommen werden, da das im Vergleich zur Sonde sehr große Volumen des nachfolgenden elektrischen Kontaktpads aus Kupfer eine deutlich höhere Wärmekapazität besitzt und durch die in so großer Entfernung zum Temperatureinspeisepunkt sehr geringen Wärmeströme nicht wesentlich erwärmt werden kann.

Anschließend wird die sich aus der Temperaturdifferenz von einem Kelvin resultierende Temperaturverteilung innerhalb der Sonde simuliert. Bei den Simulationen mit dem vollständigen Sondenmodell zeigte sich, dass von dieser Temperaturdifferenz lediglich ein Millikelvin, also ein Promill des Temperaturabfalls, innerhalb der Hebelarme auftritt. Weiterhin ergibt sich in einer Entfernung von einigen Mikrometern vom Einspeisepunkt ein linear abfallender Temperaturverlauf. Da bei der für diese Arbeit genutzten Softwareversion nur eine begrenzte Anzahl von Elementen und Knoten genutzt werden konnte, wurden die ersten Ergebnisse dazu genutzt, die Platinschleife mit einer höheren Zahl an Elementen zu versehen, während die Anzahl der Elemente in den Hebelarmen noch weiter, als im ursprünglichen Modell vorgesehen, reduziert wurden.

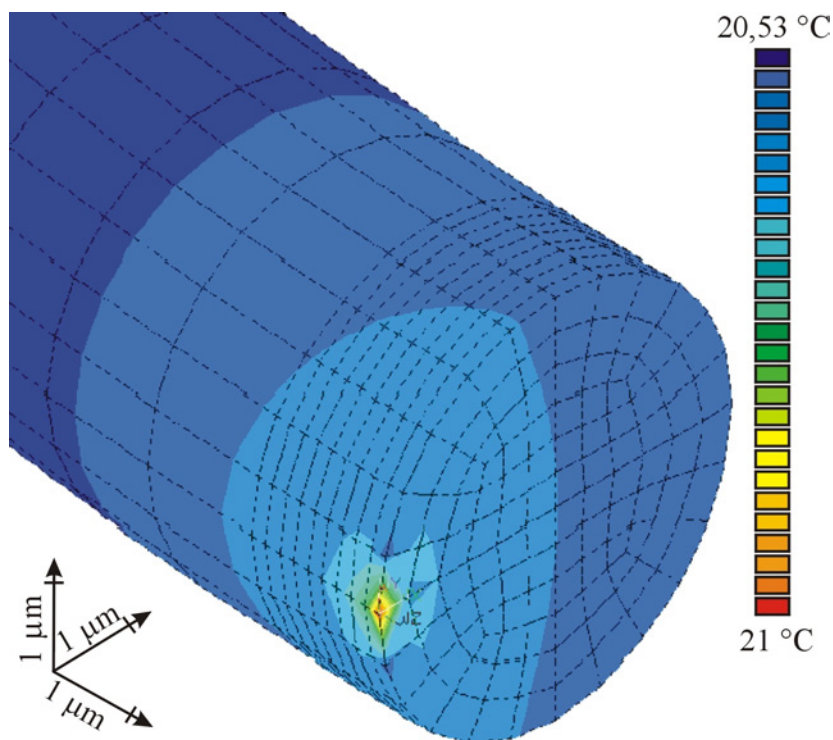


Abb. 5.5: Temperaturverteilung bei Einspeisung einer Temperaturlast von einem Kelvin

Abbildung 5.5 zeigt die Temperaturverteilung innerhalb des im Querschnitt dargestellten modifizierten Modells der thermischen Sonde aus Platin als Resultat der Einspeisung einer Temperaturlast von einem Kelvin. Der wesentliche Teil des Temperaturabfalls ist auf einen Bereich von ungefähr einem Mikrometer um den Einspeisepunkt herum beschränkt. Der sich zunächst kugelförmig ausbreitende Wärmestrom hat nach ca. 5 µm eine homogene Temperaturverteilung auf dem gesamten Querschnitt des Platindrahts mit anschließendem linearem Temperaturabfall in Richtung der Hebelarme zur Folge. Die optisch nicht sehr regelmäßige Temperaturverteilung in unmittelbarer Nähe zum singulären Lastspeisepunkt

ist auf die unterschiedlichen Knotenabstände zueinander zurückzuführen, und ist kein Indiz für falsche Berechnungsergebnisse.

Mit Hilfe des verbesserten Sondenmodells wurde im nächsten Schritt die Empfindlichkeit der Sonde simuliert. Als Empfindlichkeit wird in diesem Fall die Änderung des Spannungsabfalls über der Sonde bei Speisung eines konstanten Messstroms von 1 mA in Abhängigkeit von einer Temperaturänderung an der Kontaktfläche mit der Probe betrachtet. Die Empfindlichkeit kann nur durch eine gekoppelte thermische und elektrische Simulation berechnet werden und stellt bezüglich der Optimierung der Messelektronik eine wesentliche Größe der Sonde dar. Zur Simulation der Empfindlichkeit werden die Temperatur am Kontaktpunkt mit der Probe schrittweise erhöht und die Änderung des Spannungsabfalls über der Sonde berechnet. Da bei Messungen der lokalen thermische Leitfähigkeit mit der Platinsonde eine Ortsauflösung von 30 nm erreicht werden konnte und bei diesem Messverfahren die Ortsauflösung lediglich von der Größe der effektiven Kontaktfläche zwischen Sonde und Probe bestimmt wird, wurde bei diesen Simulationen die Temperatureinspeisung auf nur einem Knotenpunkt vorgenommen. Trotz der deutlichen Erhöhung der Knotendichte am Lasteinspeisepunkt ist aufgrund der Limitierung auf 100.000 Knoten bei der Hochschulversion der verwendeten Software der Abstand zweier Knoten größer als der Durchmesser der effektiven Kontaktfläche. Die Einspeisung der Temperaturlast in mehrere Knoten würde also zu einer Verfälschung des Ergebnisses führen.

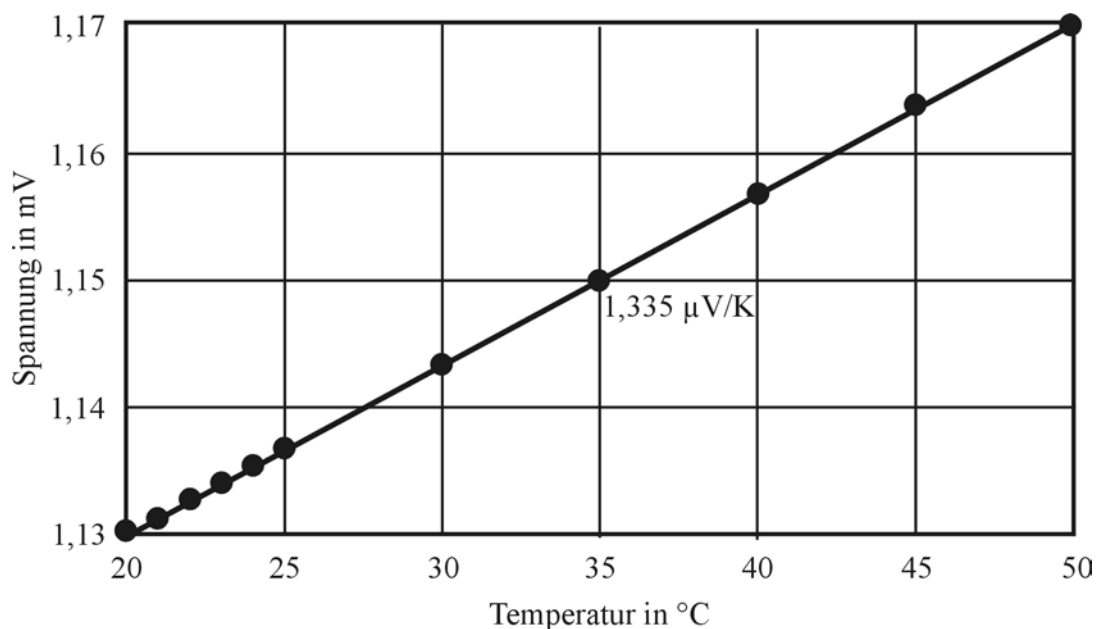


Abb. 5.6: Simulationsergebnis der Temperaturempfindlichkeit der Platinsonde

Die Änderung des Spannungsabfalls über der Sonde im Temperaturbereich zwischen 20 und 50 °C ist in Abbildung 5.6 dargestellt. In diesem Temperaturbereich kann der Temperaturkoeffizient des Platins als annähernd linear betrachtet werden. Die durch die Koeffizienten höherer Ordnung auftretenden geringen Abweichungen wurden durch die Nutzung des mittleren Temperaturkoeffizienten α_0 berücksichtigt, der im Bereich von 0 bis 100 °C verwendet werden kann. Die damit aus dem linearen Zusammenhang zwischen der Änderung des Spannungsabfalls über der Sonde und der Temperatur am Kontaktpunkt rechnerisch ermittelte Empfindlichkeit des Simulationsmodells beträgt 1,335 $\mu\text{V/K}$.

In weiteren Simulationen wurde der Einfluss der Wärmeabgabe der gesamten Sonde durch Konvektion untersucht. Besonderes Augenmerk ist dabei auf die Wahl des Konvektionskoeffizienten α_K zu legen, der im wesentlichen von der Dichte des umgebenden Mediums und der Strömungsgeschwindigkeit abhängt und stark variieren kann [32]. Für den Fall der freien Konvektion, d. h. dass keine erzwungene Luftzirkulation auftritt, wurden Simulationen mit Konvektionskoeffizienten zwischen 10 und 100 $\text{W/m}^2\text{K}$ durchgeführt. Dabei ergaben sich Abweichungen des Gesamtspannungsabfalls über der Sonde zwischen $6 \cdot 10^{-5}$ und $6 \cdot 10^{-2}$ % gegenüber dem Wert ohne Berücksichtigung der Konvektion. In den weiteren Simulationen wurde wegen diesen geringen Differenzen zugunsten einer Reduzierung der benötigten Rechenzeit auf die Berücksichtigung der Konvektion verzichtet.

5.1.1.3 Vermessung der elektrischen Eigenschaften der Sonde samt Zuleitungen

Das Hauptaugenmerk bezüglich der elektrischen Eigenschaften der thermischen Sonde gilt der Bestimmung der kapazitiven und induktiven Anteile der Sonde samt ihrer Zuleitungen, da sie in eine mit Wechselspannung betriebene Wheatstone-Brücke integriert werden soll. Zur Kompensation der Blindanteile sind in die zu optimierende Brücke stellbare Kapazitäten oder Induktivitäten zu integrieren, zu deren angemessener Dimensionierung die Größe der Blindanteile der Sonde und der Zuleitungen bekannt sein muss. Für die gesamte Anordnung wird das Ersatzschaltbild eines frequenzabhängigen Widerstandes gewählt (siehe Abbildung 5.7), in dessen Komponenten die reellen und imaginären Anteile der Sonde samt Zuleitungen

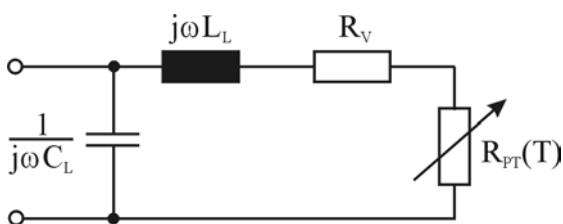


Abb. 5.7: Ersatzschaltbild der thermischen Sonde

zusammengefasst wurden [106]. Die Sonde ist auf einem Halter befestigt, der zwei elektrische Kontakte besitzt, auf denen die beiden Enden des Wollaston-Drahts mit einer verdrehten Doppelleitung aus Runddrähten verlötet sind. Die Doppelleitung wird über einen zweipoligen Stecker mit einer Koaxialleitung verbunden, die mit Hilfe einer BNC-Buchse mit der

Wheatstone-Brücke kontaktiert wird. Die Summe der Kapazitäten der Koaxial- und Doppelleitung C_L wird im Ersatzschaltbild an den Leitungsanfang gestellt. Somit ist ihr Einfluss maximal; im Ersatzschaltbild wird also der schaltungstechnisch ungünstigste Fall vorausgesetzt. Die Leitungsinduktivitäten sowie die Induktivität der Sonde selbst, die aufgrund ihrer Geometrie und Abmaße im Vergleich zu den Leitungsinduktivitäten jedoch kaum eine Rolle spielt, werden durch die Ersatzinduktivität L_L repräsentiert, alle Kontakt- und Leitungswiderstände werden im Vorwiderstand R_V zusammengefasst. Simulationen der Platinsonde ergaben einen elektrischen Widerstand der Platinsonde bei Raumtemperatur von $R_{PT}(20^\circ\text{C}) = 1,13 \Omega$. Es wurde ein Gesamtwert der Sonde bei Raumtemperatur von $R_{Ges}(20^\circ\text{C}) = 2,7 \Omega$ gemessen, damit kann für die Kontakt- und Leitungswiderstände der Anordnung ein Wert von $R_V = 1,57 \Omega$ angenommen werden.

Die Wheatstone-Brücke soll je nach Betriebsmodus mit einer Wechselspannung in einem Frequenzbereich von 1 – 100 kHz versorgt werden. Anhand einiger ersten Abschätzungen wird in diesem Frequenzbereich eine deutliche Dominanz der induktiven Blindanteile der Zuleitungen erwartet. Eine messtechnische Bestimmung der Blindanteile wird durch den Umstand erschwert, dass die elektrische Stromstärke durch die thermische Sonde nicht mehr als 1 mA betragen kann, um eine zu starke Selbsterwärmung zu vermeiden. Damit ist mit komplexen Spannungsanteilen von maximal einigen hundert Mikrovolt zu rechnen. Weiterhin ist der Realteil der Sonde in diesem Frequenzbereich wesentlich größer als der Imaginärteil, so dass die Phasenverschiebung vermutlich sehr klein sein wird. Deshalb wird die thermische Sonde mit Hilfe einer symmetrischen Wheatstone-Brücke vermessen (Abbildung 5.8). Die Brückendiagonalspannung wurde mit einem Lock-In Verstärker ausgewertet, zur Versorgung der Brücke wurde eine von der internen Spannungsquelle des Lock-In Verstärkers zur Verfügung gestellte sinusförmige Spannung verwendet.

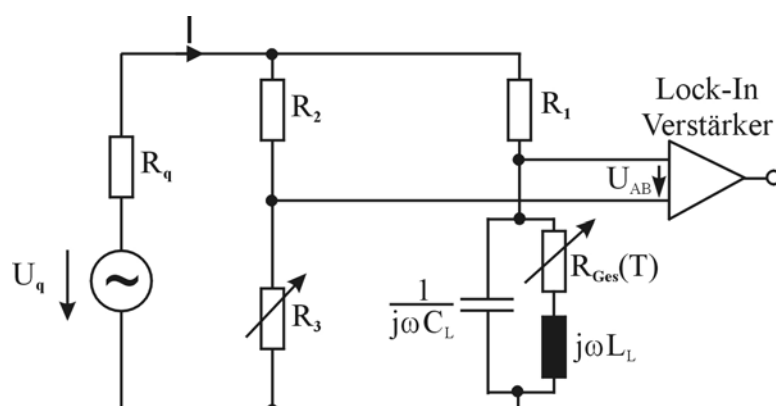


Abb. 5.8: Messaufbau zur Bestimmung der Blindanteile der thermischen Sonde

Die Brückenausgangsspannung U_{AB} wurde bei einer Frequenz von 1 kHz minimiert. Der Vorwiderstand von $R_q = 5 \text{ k}\Omega$ begrenzt den Strom durch die Sonde auf 1 mA. Die Eingangsgrößen des Lock-In Verstärkers, wie beispielsweise seine Eingangsimpedanz, sind bei dieser Messung vernachlässigbar, da durch den Abgleich der Brücke Spannungsabfall und Stromfluss zwischen den Brückenzweigen deutlich kleiner sind als diese Werte in den Brückenzweigen selbst. Die Änderungen in Real- und Imaginärteil der Brückendiagonalspannung in Abhängigkeit der Frequenz ist in Abb. 5.9 dargestellt.

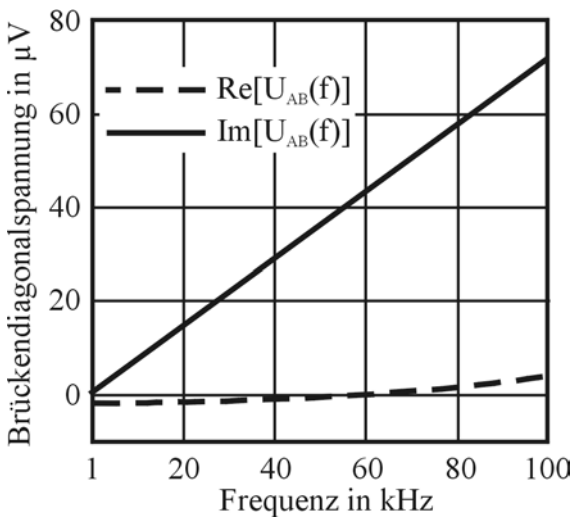


Abb. 5.9: Brückendiagonalspannung in Abhängigkeit der Frequenz

Aufgrund der gleichen Phasenlage von Referenzsignal und Versorgungsspannung erfährt der weitgehend frequenzunabhängige Realteil der Brückendiagonalspannung eine sehr geringe Änderung. Der linear steigende, positive Imaginäranteil bestätigt die Vermutung des dominierenden induktiven Verhaltens der Sonde. Für die weiteren Betrachtungen kann der kapazitive Einfluss vernachlässigt werden, für die Bestimmung der Gesamtinduktivität werden Vorwiderstand R_V und der temperaturabhängige Widerstand des Platindrahts $R_{PT}(T)$ zum Gesamtwiderstand $R_{ges}(T)$ zusammengefasst. Damit lässt sich die

Brückendiagonalspannung wie folgt beschreiben:

$$U_{AB}(\omega) = I \cdot \frac{(R_{Ges} + j\omega L_L) \cdot R_2 - R_1 R_3}{R_{Ges} + j\omega L_L + R_1 + R_2 + R_3} \quad (5.1)$$

Da die symmetrische Brücke bei einer Frequenz von 1 kHz abgeglichen wurde, gilt:

$$R_1 = R_2 = R_3 = R_{Ges} \quad (5.2)$$

Weiterhin kann für den Frequenzbereich von 1 bis 100 kHz davon ausgegangen werden, dass der imaginäre Anteil im Nenner von Gleichung 5.1 vernachlässigbar ist:

$$R_1 + R_2 + R_3 + R_{Ges} \gg j\omega L_L \quad (5.3)$$

Die Brücke wird deshalb linear in Abhängigkeit der Kreisfrequenz ω aus dem Brückenabgleich verstimmt:

$$U_{AB}(\omega) = j \cdot \frac{1}{4} \cdot I \cdot L_L \cdot \omega \quad (5.4)$$

Aus dem oben dargestellten Messergebnis lässt sich die Summe der Zuleitungsinduktivitäten berechnen:

$$L_L = \frac{\{\text{Im}[U_{AB}(f_2)] - \text{Im}[U_{AB}(f_1)]\} \cdot 4}{I \cdot 2\pi \cdot (f_2 - f_1)} = 229,89 \text{ nH} \quad (5.5)$$

Mit einer Versorgungsstromstärke von $I = 2 \text{ mA}$, den Frequenzen $f_1 = 100 \text{ kHz}$ und $f_2 = 1 \text{ kHz}$, und den Imaginäranteilen der Brückendiagonalspannungen von $\text{Im}[U_{AB}(f_2)] = 71,5 \text{ } \mu\text{V}$ und $\text{Im}[U_{AB}(f_1)] \approx 0 \text{ } \mu\text{V}$.

In einem weiteren Schritt wurde untersucht, ob die Messung durch eventuelle imaginäre Anteile im veränderlichen Widerstand R_3 verfälscht wurde, die durchaus in dieser Art von Abgleichwiderständen (10-Gang Potentiometer) auftreten können. Dazu wurde der veränderliche Abgleichwiderstand R_3 durch eine weitere thermische Sonde mit zu den für die erste Sonde verwendeten identischen Zuleitungen ersetzt. Der zu untersuchende Abgleichwiderstand wurde an Stelle des Festwiderstandes R_1 im oberen Brückenteil platziert. In dem Frequenzbereich von 1 bis 100 kHz konnte lediglich eine Änderung der Brückendiagonalspannung von unter $2 \text{ } \mu\text{V}$ beobachtet werden, der imaginäre Widerstand des verwendeten Abgleichwiderstandes war dem zu Folge vernachlässigbar klein.

5.1.2 Konzeption einer Wheatstone-Messbrücke

5.1.2.1 Theoretische Betrachtung der Empfindlichkeit einer Wheatstone-Brücke

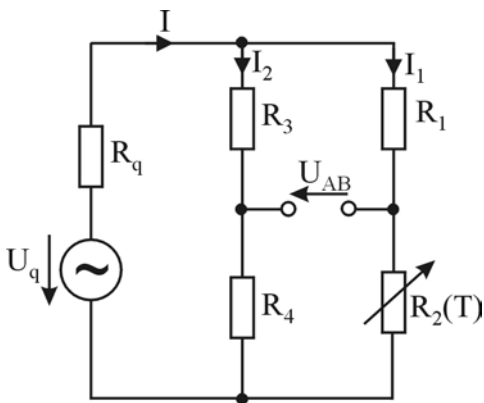


Abb. 5.10: Genereller Aufbau einer Wheatstone-Brücke

Abbildung 5.10 zeigt den generellen Aufbau einer Wheatstone-Brücke, deren dort angegebene Nomenklatur für die folgenden Betrachtungen verwendet werden soll.

Die Messbrücke wird über den konstanten elektrischen Strom I versorgt, da hierdurch die Spannung über der Brücke unabhängig von den Zuleitungswiderständen ist. Ändert der temperaturabhängige Widerstand R_2 seinen Widerstandswert, wird die Brückendiagonalspannung U_{AB} aus dem vorher eingestellten Brückenabgleich ausgelenkt.

$$U_{AB}(R_2) = I \cdot \frac{R_2(\Delta T) \cdot R_3 - R_1 R_4}{R_1 + R_2(\Delta T) + R_3 + R_4} \quad (5.6)$$

Bei abgeglichenener Brücke ist die Brückendiagonalspannung Null, und es gilt die Abgleichbedingung:

$$R_2(\Delta T = 0) \cdot R_3 = R_1 \cdot R_4 \quad (5.7)$$

Für den nicht abgeglichenen Zustand kann für die Brückendiagonalspannung eine Taylorreihenentwicklung vorgenommen werden, die für kleinen Änderungen von R_2 nach dem linearen Glied abgebrochen wird:

$$U_{AB}(R_2) = U_{AB}(R_2(\Delta T = 0)) + K_{R_2} \cdot (R_2(\Delta T) - R_2(\Delta T = 0)) = K_{R_2} \cdot \Delta R_2(\Delta T) \quad (5.8)$$

Die Konstante K_{R_2} ist die Empfindlichkeit der Messbrücke und errechnet sich zu:

$$K_{R_2} = \frac{dU_{AB}}{dR_2} = I \cdot \frac{(R_1 + R_3) \cdot (R_3 + R_4)}{(R_1 + R_2 + R_3 + R_4)^2} \quad (5.9)$$

Um einen direkten Zusammenhang zwischen der Empfindlichkeit K_{R_2} und dem Sondenstrom I_1 zu erhalten, wird der Versorgungsstrom I durch den Ausdruck

$$I = I_1 \cdot \frac{R_1 + R_2 + R_3 + R_4}{R_3 + R_4} \quad (5.10)$$

ersetzt. Da der Versorgungsstrom konstant ist, ist diese Substitution nach der Ableitung der Brückendiagonalspannung zulässig:

$$K_{R2} = I_1 \cdot \frac{(R_1 + R_3)}{R_1 + R_2 + R_3 + R_4} \quad (5.11)$$

Die Empfindlichkeit der Wheatstone-Brücke ist also direkt proportional zum Sondenstrom I_1 . Da – wie oben bereits diskutiert – der Probenstrom zur Vermeidung zu großer Selbsterwärmung auf 1 mA begrenzt ist, ergibt sich an dieser Stelle kein Ansatz zur Optimierung des Messverfahrens.

Im nächsten Schritt soll untersucht werden, wie die verwendeten Widerstände und die in der Brücke auftretenden Verhältnisse der Widerstände die Empfindlichkeit beeinflussen. Die Brückenabgleichbedingung wird ebenfalls bei Einhaltung der beiden Bedingungen $R_3 = x \cdot R_1$ und $R_4 = x \cdot R_2$ erfüllt. Dabei gibt der Faktor x das Widerstandsverhältnis der beiden Teilzweige der Brücke an. Durch Einsetzen der beiden Bedingungen in Gleichung 5.11 ergibt sich

$$K_{R2} = I_1 \cdot \frac{R_1 + x \cdot R_1}{R_1 + R_2 + x \cdot R_1 + x \cdot R_2} = I_1 \cdot \frac{R_1(1+x)}{R_1(1+x) + R_2(1+x)} = I_1 \cdot \frac{R_1}{R_1 + R_2} \quad (5.12)$$

Die Empfindlichkeit der Brücke ist also unabhängig vom Widerstandsverhältnis der beiden Teilzweige. Aus Gleichung 5.12 lässt sich aber ebenfalls erkennen, dass das Verhältnis der Widerstände R_1 und R_2 Auswirkungen auf die Empfindlichkeit hat:

$$K_{R2} = I_1 \cdot \frac{R_1}{R_1 + R_2} = I_1 \cdot \frac{p}{1+p} \quad (5.13)$$

mit dem Brückenverhältnis $p = \frac{R_1}{R_2}$.

Dieses Verhältnis ist bei der Dimensionierung der Wheatstone-Brücke wählbar und beinhaltet die Möglichkeit, eine Empfindlichkeitssteigerung zu erzielen. Dazu ist p möglichst groß zu

gestalten, d. h. der Widerstand R_1 muss möglichst groß gegenüber dem Widerstand R_2 des an dieser Stelle platzierten thermischen Sensors sein. Ein großes Brückenverhältnis hat weiterhin den Vorteil, dass weitere Zuleitungswiderstände kaum die Empfindlichkeit beeinflussen und somit eine Kompensation beispielsweise mit Hilfe einer Dreileiteranordnung nicht notwendig ist. Ebenso können in diesem Fall beim Anschluss der thermischen Sonde auftretende Kontaktwiderstände, die ebenfalls im Vergleich zu R_1 sehr klein sind, bezüglich der Empfindlichkeit vernachlässigt werden.

Allerdings ist zu beachten, dass der Anteil der thermischen Rauschspannung in der Brückendiagonalspannung mit steigenden Brückenwiderständen ebenfalls steigt. Ebenso verschlechtert sich die Möglichkeit, die Brücke unproblematisch abzugleichen, da selbst eine prozentual geringe Änderung des Widerstandes R_1 Auswirkungen auf die Brückenbalance hat. Da die thermischen Sonden handgefertigt werden, variiert ihr elektrischer Widerstand von Sonde zu Sonde, ein individueller Abgleich muss daher notwendigerweise vorgesehen werden.

Auch ist zu berücksichtigen, dass die Brücke mit einer nicht idealen Stromquelle betrieben wird. Dadurch wird die Versorgungsstromstärke mit zunehmendem Lastwiderstand sinken. Dieser Sachverhalt wurde näher untersucht, indem Berechnungen zur Beeinflussung der Empfindlichkeit durch eine reale Stromquelle durchgeführt wurden. Die Stromquelle wurde durch eine Spannungsquelle mit einer Ausgangsspannung von 10V und einem in Reihe liegenden Vorwiderstand R_V von 5 k Ω gebildet. Diese Berechnungen ergaben eine gute Übereinstimmung der Empfindlichkeit mit dem in Gleichung 5.13 beschriebenen Zusammenhang bis zu Widerstandswerten von $R_1 = R_3 = 200\Omega$. Bei größeren Werten sinkt die Empfindlichkeit der Messbrücke wieder.

5.1.2.2 Messtechnische Analyse der Empfindlichkeit einer Messbrücke mit integriertem thermischen Sensor

Zur Verifizierung der im vorigen Abschnitt durchgeführten Betrachtungen soll die Empfindlichkeit einer Wheatstone-Messbrücke mit integrierten thermischen Sensoren und drei Brückenverhältnissen $p = R_1/R_2$ messtechnisch erfasst werden. Die hierzu verwendete Messschaltung ist in Abbildung 5.11 dargestellt.

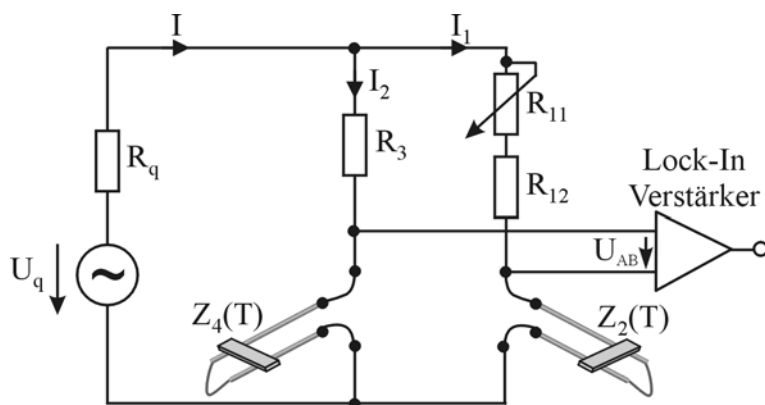


Abb. 5.11: Messschaltung zur Analyse der Brückenempfindlichkeit

Beide Brückenarme wurden jeweils mit einer thermischen Messsonde mit identischen Anschlussleitungen, $Z_2(T)$ und $Z_4(T)$ versehen. Die weitere, hier passive Referenzsonde $Z_4(T)$, die ein gleiches statisches und dynamisches Verhalten wie die Messsonde $Z_2(T)$ aufweist, besitzt auch für das gesamte SThM-System

gleich mehrere Vorteile. Zum einen ist die Brückendiagonalspannung weitgehend unabhängig von der Betriebsfrequenz. Die Zuleitungsinduktivitäten sind in beiden Brückenarmen ähnlich groß und kompensieren sich daher größtenteils. Weiterhin macht sich die Wärmeübertragung durch Konvektion an die umgebende Luft der Sonden ebenfalls durch den symmetrischen Aufbau der Brücke kaum in einer Änderung der Brückendiagonalspannung bemerkbar. Für eine völlige Kompensation müssten die Sonden exakt das gleiche Erwärmungsverhalten zeigen. Dies ist allerdings nicht der Fall, da die Länge des Teils des Platindrahtes der von der Silberummantelung befreit ist, von Sonde zu Sonde variieren kann. Werden weiterhin die Sonden im Betriebsmodus zur Erfassung der thermischen Leitfähigkeit aufgeheizt, sorgt nur der Teil des Wärmestroms, der von der Messsonde über die Kontaktfläche in die Probe eindringt, für eine Änderung der Brückendiagonalspannung; also genau der Teil der proportional zur thermischen Leitfähigkeit der Probe ist, und damit die gewünschte Information enthält.

Die Empfindlichkeit K_{R_2} aus dem vorherigen Kapitel 5.1.2.1 soll in eine für den thermischen Sensor aus Platin geltende Form überführt werden. Diese gibt die Empfindlichkeit der Messbrücke auf Temperaturänderungen an der Kontaktfläche der thermischen Sonde im Betrieb des Mikroskops wieder:

$$Z_2(\Delta T) \approx R_2(\Delta T) = R_V + R_{PT}(20^\circ\text{C}) \cdot (1 + \alpha_0 \cdot F_{PT} \cdot \Delta T) \quad (5.14)$$

Wie in Kapitel 5.1.1.3 ermittelt, sind die induktiven Blindanteile der Zuleitungen in dem betrachteten Frequenzbereich vernachlässigbar klein. Die Impedanz Z_2 kann also als reeller Widerstand R_2 aufgefasst werden. Die Summe aller Kontakt- und Leitungswiderstände R_V

lässt sich analytisch nicht ermitteln, da die Kontaktwiderstände nicht kalkulierbare Größen darstellen. R_V lässt sich allerdings indirekt bestimmen, da der elektrische Widerstand bei Umgebungstemperatur mit Hilfe von FEM-Simulationen berechnet werden kann und der Gesamtwiderstand der Sonde im Gleichstromfall messbar ist. Bei der Simulation der Platinsonde bei einer Umgebungstemperatur von $20\text{ }^\circ\text{C}$ ergab sich bei einem angenommenen Messstrom von 1 mA ein Spannungsabfall von $1,130\text{ mV}$, der elektrische Widerstand beträgt also $R_{PT}(20^\circ\text{C}) = 1,130\ \Omega$. Dieser Wert ist um etwa 1% größer als der analytisch berechnete Wert, der für die in der Simulation verwendete idealisierte Geometrie der Sonde leicht ermittelt werden kann. Diese Abweichung kann mit der in der Simulation berücksichtigten Eigenerwärmung der Sonde erklärt werden. Es wurde ein Gesamtwiderstand der Sonde bei Raumtemperatur von $R_{Ges}(20^\circ\text{C}) = 2,7\ \Omega$ gemessen. Die Kontakt- und Leitungswiderstände der Anordnung betragen demnach $R_V = 1,57\ \Omega$. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass die Raumtemperatur in diesen Betrachtungen mit 20°C konstant angenommen wurde. Da sich die Temperatur und damit auch der elektrische Widerstand der Sonde jedoch mit den Messbedingungen ändern kann, ist für die spätere Realisierung des Systems darauf zu achten, dass Temperaturänderungen sich im Messaufbau nicht bemerkbar machen. Da sich die Messungen im Temperaturbereich von 0 bis $100\text{ }^\circ\text{C}$ bewegen, wird an dieser Stelle erneut der mittlere Temperaturkoeffizient von Platin $\alpha_0 = 3,9 \cdot 10^{-3}\ \text{K}^{-1}$ verwendet. Zur korrekten Beschreibung des temperaturabhängigen Widerstandes des thermischen Sensors ist die Einführung eines Formfaktors F_{PT} notwendig. Dieser Formfaktor trägt dem Umstand Rechnung, dass sich beim Kontakt der Sonde mit der Probe keinesfalls eine homogene, konstante Temperaturverteilung in der Sonde einstellt. Wie durch die Simulationen gezeigt werden konnte, findet der größte Temperaturabfall lediglich in einem wenige Mikrometer kleinen Bereich um die Kontaktfläche statt. Die Größe des Formfaktors wird experimentell aus den weiter unten dargestellten Messergebnissen ermittelt. Für die Empfindlichkeit K_T der in Abbildung 5.11 gezeigten Wheatstone-Brücke gilt somit

$$K_T = \frac{dU_{AB}}{d\Delta T} = \frac{dU_{AB}}{dR_2} \cdot \frac{dR_2}{d\Delta T} = I_1 \cdot \frac{R_1}{R_1 + R_2} \cdot R_{PT}(20^\circ\text{C}) \cdot \alpha_0 \cdot F_{PT} \quad (5.15)$$

Die Versorgung der Messbrücke erfolgt mit einer Spannung von 10 V , der Vorwiderstand beträgt $R_q = 5\text{ k}\Omega$. Bei einem Gesamtwiderstand der thermischen Sonden von $R_{Ges} = 2,7\ \Omega$ wurden zur Variation des Brückenverhältnisses p drei Messbrücken mit den Widerständen $R_1 = R_{11} + R_{12} = R_3 = 2,7\ \Omega$, $10\ \Omega$ und $100\ \Omega$ untersucht.

Abbildung 5.12 zeigt den schematischen Messaufbau zur Charakterisierung der Wheatstone-Brücke.

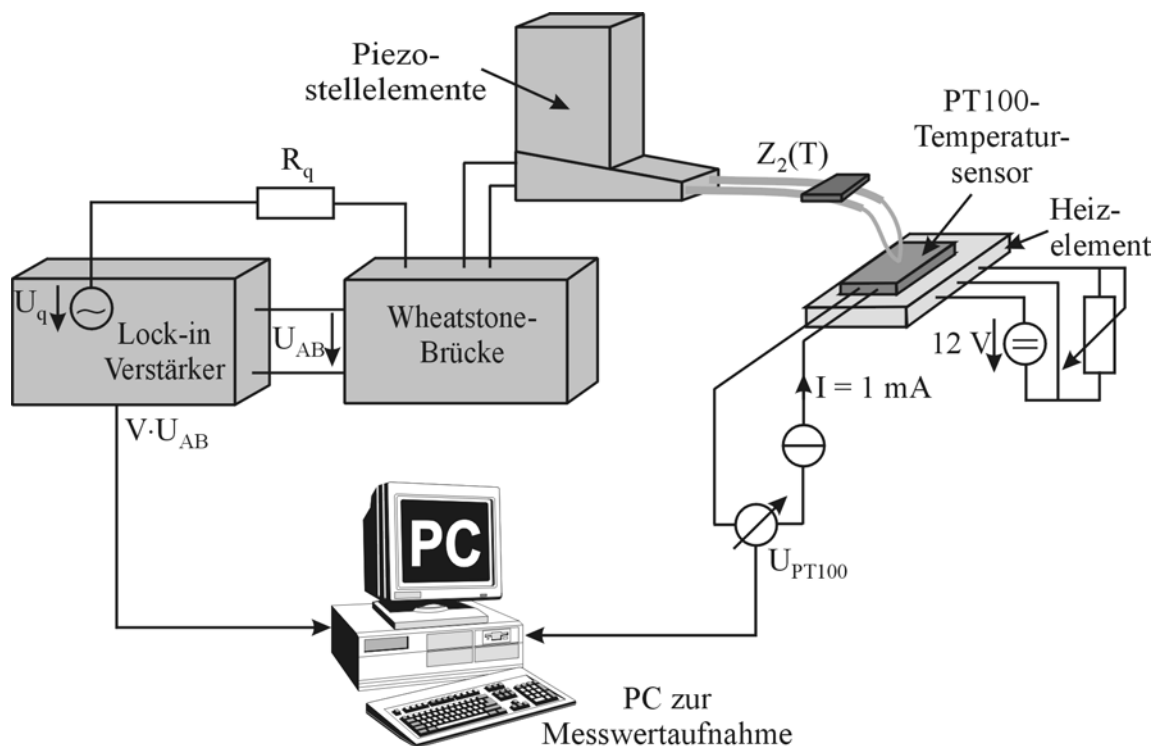


Abb. 5.12: Versuchsaufbau zur Charakterisierung der Wheatstone-Brücke mit thermischem Sensor

Die thermische Sonde $Z_2(T)$ wird in ein Rasterkraftmikroskop eingebaut und mit den für diese Sonde geeigneten Regelparametern (siehe Kapitel 5.1.1.1) in Kontakt mit der Oberfläche eines PT100-Temperatursensors gebracht. Die Auflagekraft und damit die effektive Auflagefläche wird während der gesamten Messung konstant gehalten. Das PT100-Element wird durch eine Präzisionsstromquelle mit einem konstanten Messstrom von 1 mA versorgt. Der temperaturabhängige Spannungsabfall über dem Sensor wird mit Hilfe einer Messwerterfassungskarte eines PCs aufgenommen. Über einen zweiten Kanal dieser Karte erfolgt simultan die Erfassung der durch den Lock-In Verstärker gemessenen Brückendiagonalspannung U_{AB} . Die Versorgung der Wheatstone-Brücke erfolgt durch den internen Funktionsgenerator des Lock-In Verstärkers. Die Messbrücke wird zunächst bei Raumtemperatur abgeglichen. Zu Beginn der Messung wird ein unter dem PT100-Temperatursensor platziertes Heizelement dazu genutzt, den gesamten Sensor kontinuierlich zu erwärmen, die Temperatur des PT100-Elements und die Brückendiagonalspannung werden dabei erfasst. Anschließend werden das Heizelement abgeschaltet und die beiden Größen beim Abkühlvorgang ebenfalls aufgenommen. Der gesamte Vorgang wurde mehrmals wiederholt, aus den Ergebnissen wurde ein Mittelwert gebildet. Zur Überprüfung der Abhängigkeit der Messung von der Frequenz der Versorgungsspannung wurden die

Messungen für alle drei Brückenverhältnisse p bei den Frequenzen 5, 50 und 100 kHz vorgenommen.

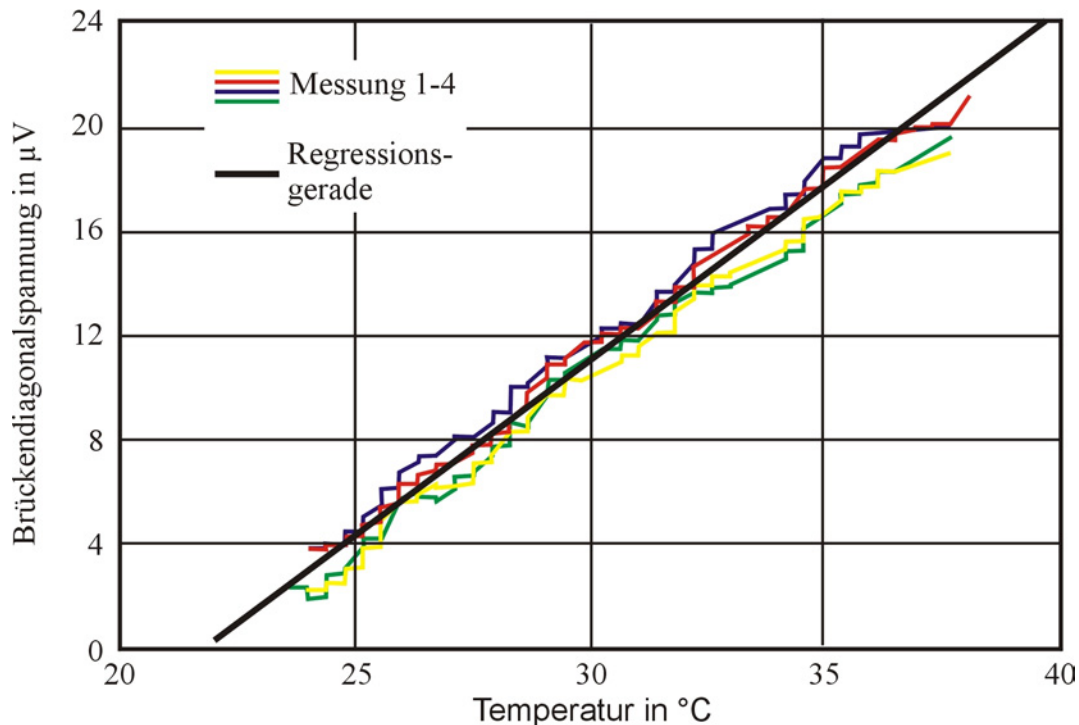


Abb. 5.13: Abkühlungskurven für $R_1 = R_3 = 100 \Omega$ und bei $f = 100 \text{ kHz}$

Abbildung 5.13 zeigt exemplarisch das Ergebnis einer auf diese Weise vorgenommenen Messung. Die Abkühlungskurven zeigen wie erwartet einen linearen Zusammenhang zwischen der Brückendiagonalspannung und der Temperatur der Probe. Die Steigung der Regressionsgeraden gibt die Empfindlichkeit des Messaufbaus an. Es traten allerdings Abweichungen zwischen den bei Temperaturanstieg und -abfall gemessenen Ergebnissen auf, die auf beim Heiz- und Abkühlvorgang voneinander abweichenden Temperaturverteilungen im Volumen des PT100-Elements hinweisen. Durch die Mittelwertbildung der bei Heiz- und Abkühlvorgang erhaltenen Empfindlichkeiten wurde eine Gesamtempfindlichkeit bestimmt. Wie aus den in Tabelle 5.1 dargestellten Ergebnissen ersichtlich wird, ist die Empfindlichkeit der Messbrücke nicht von der Frequenz der Versorgungsspannung, sondern nur von dem Widerstandsverhältnis R_1/R_2 beziehungsweise R_3/R_4 abhängig ($R_2 = R_4 \approx 2,7 \Omega$).

f von U_q		$R_1 = R_3 = 2,7 \Omega$	$R_1 = R_3 = 10 \Omega$	$R_1 = R_3 = 100 \Omega$
5 kHz	K_{T_Ges}	0,70 $\mu\text{V/K}$	1,03 $\mu\text{V/K}$	1,29 $\mu\text{V/K}$
50 kHz	K_{T_Ges}	0,68 $\mu\text{V/K}$	1,04 $\mu\text{V/K}$	1,30 $\mu\text{V/K}$
100 kHz	K_{T_Ges}	0,69 $\mu\text{V/K}$	1,02 $\mu\text{V/K}$	1,29 $\mu\text{V/K}$

Tab. 5.1: Bestimmung der Empfindlichkeit der Wheatstone-Messbrücken

Der funktionelle Zusammenhang zwischen der Empfindlichkeit und der Größe der Widerstände R_1 und R_3 ist graphisch in Abbildung 5.14 dargestellt.

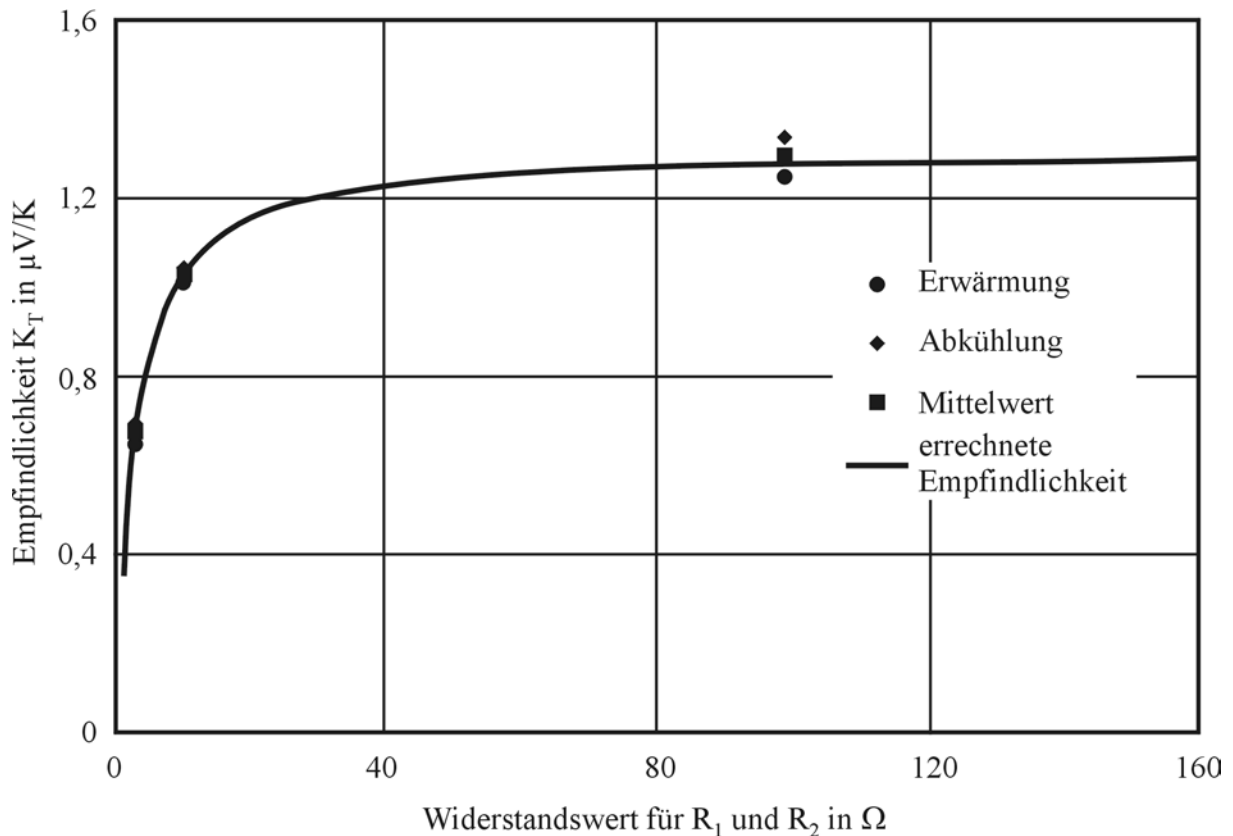


Abb. 5.14: Empfindlichkeit der Messbrücke als Funktion von R_1 bei einer Betriebsfrequenz von 100 kHz

Für die analytisch berechnete Empfindlichkeitskurve in der Abbildung wurde Gleichung 5.15 verwendet ($I = 1\text{mA}$, $R_2 = 2,7\ \Omega$, $\alpha_0 = 3,9 \cdot 10^{-3}\ \text{K}^{-1}$, $R_{\text{PT}}(20^\circ\text{C}) = 1,07\ \Omega$). Es wurde ein Formfaktor von $F_{\text{PT}} = 0,315$ angesetzt, bei dem eine gute Übereinstimmung zwischen analytischer und messtechnisch ermittelter Empfindlichkeit besteht. Es lässt sich festhalten, dass nach einem zunächst deutlichen Anstieg der Empfindlichkeit ab einem Wert für R_1 und R_3 von ca. $40\ \Omega$ nur eine relative kleine Verbesserung der Empfindlichkeit mit zunehmenden Widerstand zu beobachten ist.

Ein weiterer wichtiger Hinweis auf die Tatsache, dass mit der Wahl von großen Werten für R_1 und R_3 eine optimal empfindliche Brücke realisiert werden kann, ist die gute Übereinstimmung der Messempfindlichkeit mit der simulierten Empfindlichkeit der thermischen Platinsonde selbst (K_{T_Ges} (gemessen) = $1,29\ \mu\text{V/K}$ und K_{T_Ges} (simuliert) =

1,335 $\mu\text{V}/\text{K}$). Da die Brücke über keine aktiven Bauelemente verfügt, wird die bestenfalls erzielbare Empfindlichkeit durch den verwendeten Sensor bestimmt.

5.1.3 Realisierung der Messbrücke

Die in den folgenden Punkten dargelegten Überlegungen wurden bei der Entwicklung des neuen Messaufbaus für die Erfassung thermischer Eigenschaften mit dem Rasterkraftmikroskop berücksichtigt:

- Da die Empfindlichkeit der Messbrücke mit dem Brückenverhältnis p steigt, werden die Festwiderstände in den oberen Brückenzweigen R_{12} und R_{32} zu 100 Ω gewählt (siehe Abbildung 5.15). Damit liegen nach Abbildung 5.14 die Widerstände in einem Bereich, in dem die Empfindlichkeit nur eine kleine Abhängigkeit von den Abgleichwiderständen besitzt. Das hat den Vorteil, dass eine einmal bei abgeglicherer Brücke durchgeführte Kalibrierungsmessung des Systems für die Berechnung der auf der Probenoberfläche auftretenden Temperaturdifferenzen verwendet werden kann.
- Die Wheatstone-Brücke wird mit zwei symmetrischen Brückenzweigen aufgebaut. Es werden also zu den beiden Festwiderständen R_{12} und R_{32} Abgleichwiderstände R_{11} und R_{31} in Reihe geschaltet. Zum einen wird dadurch der Abgleichbereich doppelt so groß, zum anderen wirken sich thermische Einflüsse, wie beispielsweise Änderungen der Umgebungstemperatur, auf beide Brückenzweige gleich aus, wodurch eine thermische Drift kompensiert wird und sich nicht durch eine Änderung der Brückendiagonalspannungen bemerkbar macht. Zur Kompensation komplexer Anteile werden einstellbare Induktivitäten in die beiden oberen Brückenzweige eingefügt. Mit ihnen können auch noch sehr kleine Verstimmungen der Brücke im Mikrovoltbereich ausgeglichen werden. Diese Verstimmungen treten durch Bauteiltoleranzen der in der Brücke verwendeten Komponenten und Zuleitungen auf. Da die thermischen Sonden und ihre Zuleitungen ebenfalls induktives Verhalten zeigen, kann bei der Verwendung von stellbaren Induktivitäten davon ausgegangen werden, dass kein schwingfähiges System entsteht, wie es bei kapazitiven Elementen geschehen könnte.
- Zur weiteren Verbesserung des Messaufbaus, wurde in unmittelbarer Nähe zur Messbrücke eine zweistufige Vorverstärkerschaltung integriert. Durch die kurzen Leitungswege zwischen Brückenausgang und Eingang der ersten rauscharmen Verstärkerstufe, die außerdem im gleichen geschirmten Gehäuse der Messbrücke platziert ist, wird die Einkopplung von Störsignalen minimiert. Bei der ersten Stufe handelt es sich um einen Differenzverstärker, dessen Eingänge wegen des

symmetrischen Aufbaus der Brücke mit gleich großen Impedanzen beschaltet sind. Hierdurch wird sichergestellt, dass die Gleichtaktunterdrückung des Differenzverstärkers nicht durch eine unsymmetrische Eingangsbeschaltung verschlechtert wird.

In Abbildung 5.15 ist das Prinzipschaltbild der gesamten neu entwickelten Messelektronik dargestellt.

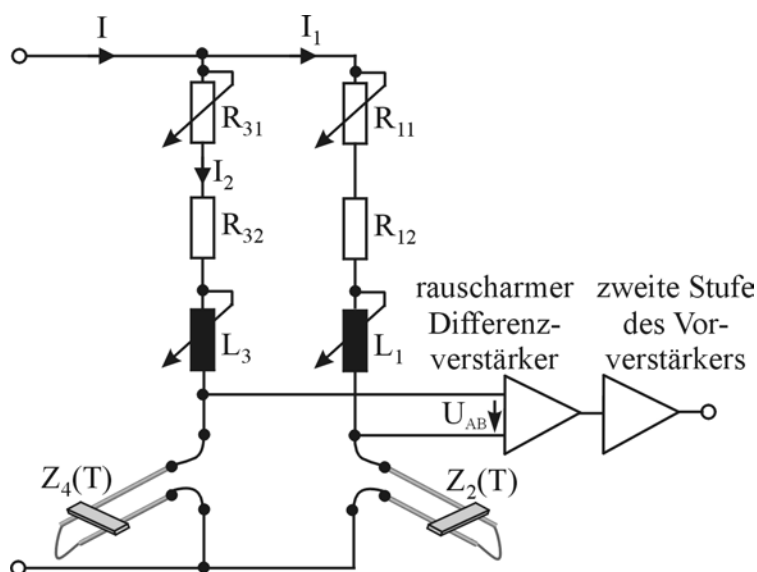


Abb. 5.15: Prinzipschaltbild der SThM-Messelektronik

Wie oben erwähnt, wurde für die Festwiderstände $R_{12} = R_{32}$ ein Wert von 100Ω gewählt, zur exakten Abstimmung der Brücke wurden für R_{11} und R_{31} 10-Gang-Potentiometer mit einem Widerstandsbereich von 0 bis 10Ω verwendet. Damit die einstellbaren Induktivitäten gegenüber den Induktivitäten der Messsonden dominieren, wurde folgende Bedingung eingehalten

$$L_1 = L_3 \geq \frac{R_1}{R_4} \cdot L_4 = \frac{100 \Omega}{2.7 \Omega} \cdot 230 \text{ nH} = 8.5 \mu\text{H} , \quad (5.16)$$

und in einem Bereich von 9 bis $11 \mu\text{H}$ variierbare Induktivitäten verwendet.

Für den Vorverstärker wurden Instrumentenverstärker ausgewählt, die sich durch Rauscharmut und eine große Gleichtaktunterdrückung auszeichnen. Durch die große Gleichtaktunterdrückung wird erreicht, dass Störungen auf den Zuleitungen, die bei abgeglichener Brücke an beiden Eingängen des Differenzverstärkers auftreten, nicht im Ausgangssignal

erscheinen. Beim Platinenlayout wurde darauf geachtet, dass die Leiterbahnen von der Wheatstone-Brücke zum ersten Differenzverstärker möglichst kurz und gleich lang sind. Die von den Bauelementen der Brücke umschlossene Fläche wurde möglichst klein gehalten, um Einflüsse von Magnetfeldern zu minimieren. Der kaskadierte Instrumentenverstärker hat eine rechnerisch ermittelte Verstärkung von 1000. Zur Überprüfung dieses Wertes und zur Bestimmung der Empfindlichkeit der Gesamtanordnung, bestehend aus Messbrücke und integriertem Vorverstärker, wurden mit dem in Kapitel 5.1.2.2 vorgestellten Versuchsaufbau Kalibrierungsmessungen durchgeführt. Mit der Versorgungsspannung des Lock-In Verstärkers von $U_q = 10 \text{ V}$ und einem Quellwiderstand von $R_q = 5 \text{ k}\Omega$ wurde eine Gesamtempfindlichkeit K_T von

$$K_T = 1,15 \frac{\text{mV}}{\text{K}} \quad (5.17)$$

ermittelt. Aus dieser messtechnisch bestimmten Empfindlichkeit ergibt sich eine Verstärkungsfaktor des Vorverstärkers von $V = 891$.

Die mit dem SThM-System erzielbare Temperrauflösung wird bei gegebener Empfindlichkeit von dem im Aufbau auftretenden Rauschen bestimmt. Daher sollen an dieser Stelle die Anteile der durch das thermische Rauschen der Widerstände in der Brückendiagonalspannung auftretenden Rauschspannung und die Rauschspannungen der Vorverstärker abgeschätzt werden. Zur Berechnung des thermischen Rauschens in der Brückendiagonalspannung U_{AB} wird zu jedem ohmschen Widerstand R_i der Messbrücke eine Rauschquelle U_{Ri} hinzugefügt, deren Größe sich wie folgt berechnen lässt [108]:

$$U_{Ri} = \sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot R_i \cdot \Delta f} \quad (5.18)$$

Der Betrag des Anteils des Rauschens jedes einzelnen Widerstandes am Gesamtrauschen der Brückendiagonalspannung wurde mit der Annahme einer idealen Stromquelle bestimmt:

$$\begin{aligned} \left| \frac{U_{AB_R1}}{\sqrt{\Delta f}} \right| &= \left| \frac{U_{AB_R3}}{\sqrt{\Delta f}} \right| = U_{R1} \cdot \sqrt{\frac{(R_2 + R_4)^2 + (\omega L_2 + \omega L_4)^2}{(R_1 + R_2 + R_3 + R_4)^2 + (\omega L_1 + \omega L_2 + \omega L_3 + \omega L_4)^2}} \\ \left| \frac{U_{AB_R2}}{\sqrt{\Delta f}} \right| &= \left| \frac{U_{AB_R4}}{\sqrt{\Delta f}} \right| = U_{R2} \cdot \sqrt{\frac{(R_1 + R_3)^2 + (\omega L_1 + \omega L_3)^2}{(R_1 + R_2 + R_3 + R_4)^2 + (\omega L_1 + \omega L_2 + \omega L_3 + \omega L_4)^2}} \end{aligned} \quad (5.19)$$

Die gesamte Rauschspannung ergibt sich aus der pythagoräischen Addition der Einzelanteile (Betriebsfrequenz $f = 100 \text{ kHz}$):

$$\left| \frac{U_{AB_Rg}}{\sqrt{\Delta f}} \right| = \sqrt{\left| \frac{U_{AB_R1}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2 + \left| \frac{U_{AB_R2}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2 + \left| \frac{U_{AB_R3}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2 + \left| \frac{U_{AB_R4}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2} = 0.292 \frac{nV}{\sqrt{Hz}} \quad (5.20)$$

Zu diesem Wert wird das effektive Eingangsrauschen des verwendeten Vorverstärkers ebenfalls pythagoräisch addiert. Der erste Instrumentenverstärker der zweistufigen Verstärker-Kaskade besitzt eine Verstärkung von 100. Das nach dieser Stufe vorliegende Nutzsignal ist daher deutlich größer als das thermische Rauschsignal des zweiten Verstärkers. Aus diesem Grund wird nur das effektive thermische Eingangsrauschen U_{noise_RTI} des ersten Instrumentenverstärkers berücksichtigt, welches im Datenblatt mit einem Wert von $U_{noise_RTI}(10kHz)/\sqrt{\Delta f} = 1,7nV/\sqrt{Hz}$ angegeben ist. Die am Ausgang des Vorverstärkers theoretisch auftretende Rauschspannung U_{V_R} beträgt damit:

$$\left| \frac{U_{V_R}}{\sqrt{\Delta f}} \right| = V \cdot \sqrt{\left| \frac{U_{AB_Rg}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2 + \left| \frac{U_{noise_RTI}}{\sqrt{\Delta f}} \right|^2} = 1,54 \frac{\mu V}{\sqrt{Hz}} \quad (5.21)$$

Der durch die Widerstände der Wheatstone-Brücke verursachte Beitrag zum thermischen Rauschen ist gegenüber dem Anteil des Vorverstärkers klein, eine Optimierung der Brücke nach thermischen Rauschgesichtspunkten ist daher unzuweckmäßig.

Das Ausgangssignal des Vorverstärkers wird mit einem Lock-In Verstärker weiterverarbeitet. Da die thermische Information für jeden Bildpunkt unmittelbar während der Bildaufnahme von der Messelektronik verarbeitet werden muss, ist die zur Verfügung stehende Integrationszeit limitiert, da die Aufnahmedauer eines Bildes in einem vertretbaren Rahmen bleiben muss. Ein in der Praxis vertretbarer Wert für die Messzeit eines Bildpunktes ist 10 ms. Mit einer sich daraus ergebenden 3dB-Bandbreite des Lock-In Verstärkers von

$$\Delta f = \frac{1}{2\pi \cdot 10ms} = 15.92 \text{ Hz} \quad (5.22)$$

(6 dB/Octave) beträgt die im Signal verbleibende thermische Rauschspannung $U_{V_R} = 6,14 \mu V/K$. Mit der in Gleichung 5.17 ermittelten Empfindlichkeit des Gesamtsystems kann daraus die Temperaturempfindlichkeit des SThM-Systems berechnet werden:

$$\Delta T_{Min} = \frac{U_{V_R}}{K_T} = \frac{6,14 \mu V}{1,15 mV/K} = 5.34 \text{ mK} \quad (5.23)$$

Das heißt, Temperaturdifferenzen auf der Probenoberfläche von mehr als etwa 5,4 mK heben sich aus dem thermischen Rauschen der Messelektronik ab und sind damit detektierbar.

5.1.4 Aufbau und Leistungsfähigkeit des neuen Messsystems

Der Aufbau des gesamten SThM-Messsystems ist schematisch in Abbildung 5.16 dargestellt. Die thermische Sonde wird in den Kopf eines kommerziell erhältlichen Rasterkraftmikroskops (Typ Explorer der Firma TopoMetrix) eingesetzt und mit Hilfe der piezoelektrischen Stellelemente des Mikroskops in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht. Die aus drei rechtwinklig zueinander angeordneten Stellelementen bestehende Rastereinheit erlaubt nicht nur die Positionierung der Sonde über der Probe, sondern auch ihre laterale Positionierung. Das verwendete Mikroskop erlaubt eine maximale laterale Verschiebung der Sonde im Bereich von $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$; die mögliche dynamische Verschiebung senkrecht zur Oberfläche beträgt maximal $12\ \mu\text{m}$.

Die Messungen der Nahfeldkräfte zwischen Sonde und Probe erfolgt indirekt über die optische Detektion der Auslenkung des elastischen Hebelarms der Sonde. Dazu wird ein Laserstrahl auf den auf der Probenoberfläche abgewandten Seite des Hebelarms platzierten Spiegel fokussiert und auf eine so genannte Viersegment-Photodiode reflektiert. Eine nachgeschaltete Auswertelektronik bildet die Differenzsignale der jeweiligen Elemente der 2×2 -Matrix, die bei nicht ausgelenktem Hebelarm Null ergeben. Falls der Hebelarm durch die Nahfeldkräfte ausgelenkt wird, ergibt diese Differenzbildung einen Wert der ungleich Null ist. Aus dem Vorzeichen der Differenz lässt sich die Richtung der Auslenkung bestimmen, d. h., eine Bestimmung der Art der Kraft (attraktiv oder repulsiv) ist möglich. Der Betrag der Differenz erlaubt die Bestimmung der Höhe der Auslenkung und über die Federkonstante der Sonde die Bestimmung der wirkenden Kraft. Neben der Detektionseinheit zur Erfassung der Auslenkung des Hebelarms, besteht das Rasterkraftmikroskop aus einer elektronischen Steuer- und Regeleinheit, die die Auslenkung auswertet und dieses Signal einem als digitaler Regler ausgeführten Regelkreis zuführt. Dieser Topographie-Regelkreis sorgt dafür, dass die Auslenkung des Hebelarms und damit die Kraft auf die Sonde während der gesamten Messung konstant bleibt. Die Topographieinformation der Probe wird über den Fahrweg des Piezostellelements ermittelt und dem Steuerrechner zugeführt.

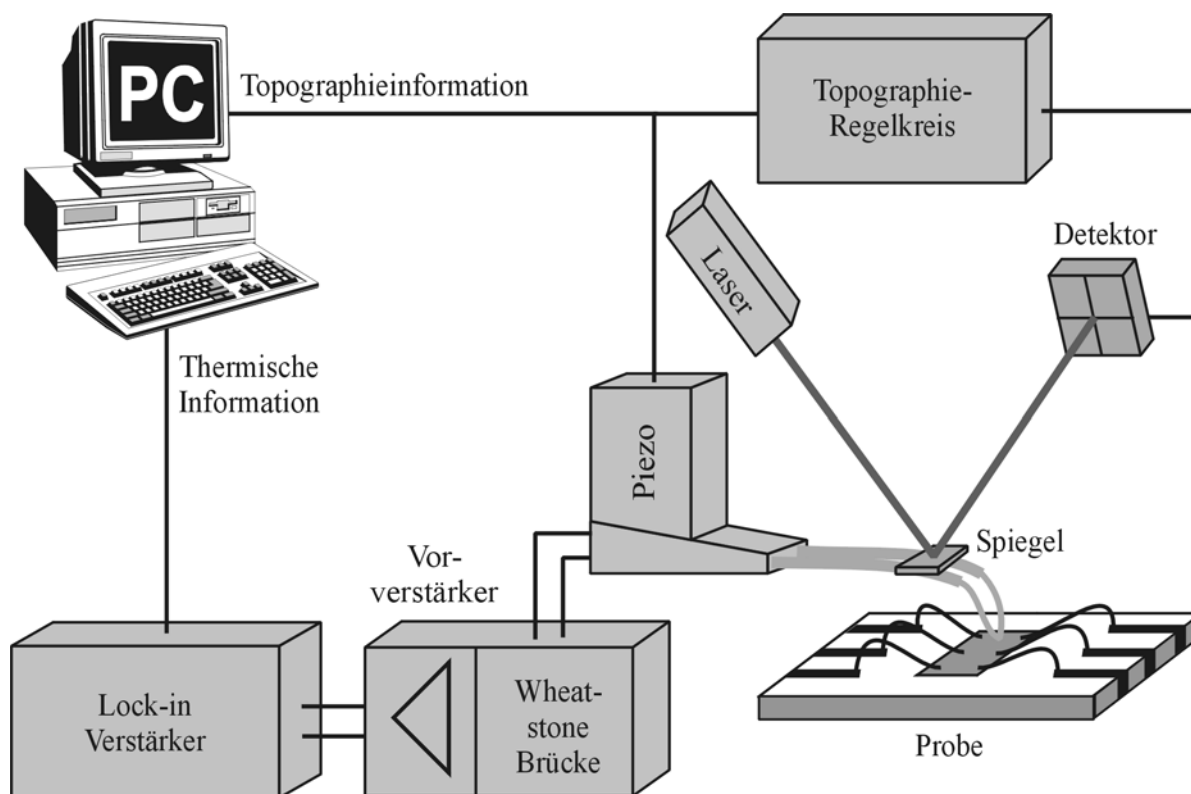


Abb. 5.16: Schematischer Aufbau des SThM-Messsystems

Die Informationen über die lokalen thermischen Eigenschaften der Probe werden simultan zur Topographie aufgenommen. Je nach Betriebsmodus enthält der elektrische Widerstand der Sonde Informationen über die thermische Leitfähigkeit oder die Temperatur der Probe an der Stelle der Kontaktfläche. Während ein Bereich der Probenoberfläche mit Hilfe der Rastereinheit abgetastet wird, wird die zunächst vorverstärkte Brückendiagonalspannung durch den Lock-In Verstärker erfasst und ebenfalls dem Steuerrechner zugeführt. In dem Steuerrechner werden aus diesen Informationen die Topographieabbildung und der thermische Mikrograph erstellt.

Mit dem Messaufbau wurden zunächst Untersuchungen durchgeführt, die die durch das Messprinzip bedingten Phänomene wie die Selbsterwärmung der Sonde analysieren und die die Leistungsfähigkeit des Systems – wie die tatsächlich erreichbare Temperaturentauflösung – ermitteln sollen. Ein Grossteil dieser Untersuchung wurden an einem in Abbildung 5.17 dargestellten Testchip durchgeführt.

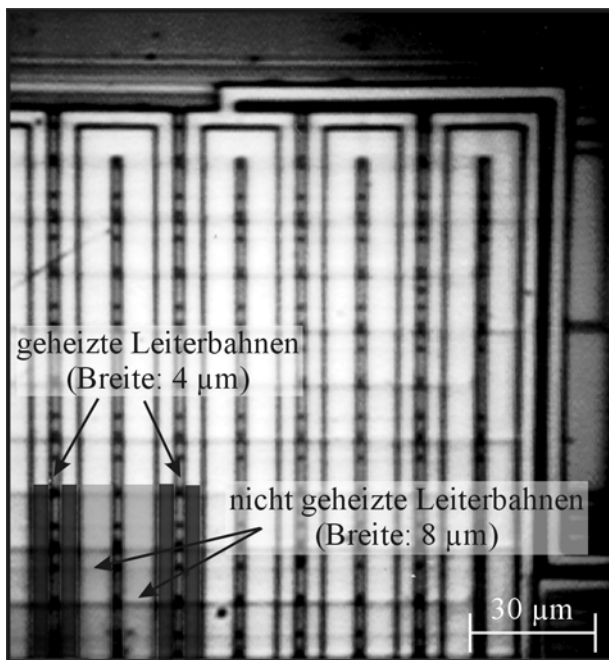


Abb. 5.17: Teststruktur zur Charakterisierung des Messaufbaus

Auf der Oberfläche eines semiisolierenden Siliziumsubstrats befinden sich zwei mäanderförmige Leiterbahnen mit einer Breite von 4 und 8 μm . Die beiden aus Aluminium bestehenden Leiterbahnen sind ineinander verschränkt, der Abstand zwischen ihnen beträgt alternierend 1 beziehungsweise 2 μm . Die schmale, 4 μm breite Leiterbahn ist über Bondverbindungen elektrisch kontaktiert, sie besitzt einen elektrischen Widerstand von 250 Ω und kann über einen Heizstrom erwärmt werden. Die Metallisierungen sind durch eine 50 nm dicke SiO_2 -Schicht passiviert.

5.1.4.1 Der Einfluss der Selbsterwärmung der Sonde auf die Abbildung von Temperaturverteilungen

Wie bereits weiter oben diskutiert, tritt durch die Verwendung eines Messstroms zur Erfassung des elektrischen Widerstands der Sonde prinzipbedingt eine Selbsterwärmung der thermischen Sonde und damit ein Wärmestrom von der Sonde in die Probe auf. Je nach Temperatur der Probenoberfläche kann dieser Wärmestrom dominant gegenüber dem Wärmestrom von der Probe in die Sonde sein. Wird aufgrund großer Leistungen im Bauelement viel Wärme erzeugt, wird die Bauelementoberfläche deutlich stärker erhitzt als die thermische Sonde infolge der Selbsterwärmung. In diesem Fall dominiert der Wärmestrom von der Probe in die Sonde und der Anteil des entgegengesetzten Wärmestroms kann vernachlässigt werden. Tritt jedoch nur eine kleine Erwärmung der Probe auf, kann die Selbsterwärmung dominant sein und zu einer Kontrastinversion im Temperaturbild führen. Dies ist in der in Abbildung 5.18 dargestellten Linienmessung, bei der die Temperatur nur einer Zeile der Probe aufgenommen wird, während die Heizleistung variiert wird, erkennbar.

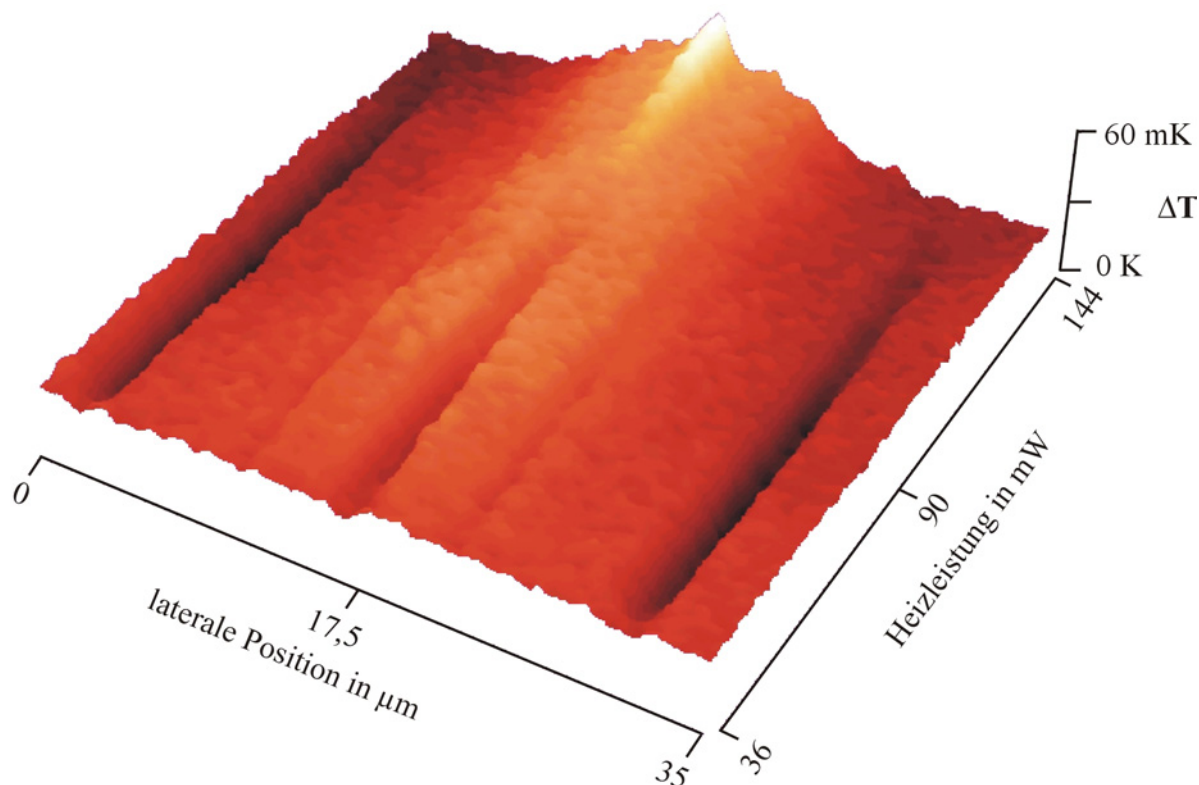


Abb. 5.18: Kontrastinversion in Folge der Selbsterwärmung der thermischen Sonde

In dieser Abbildung tritt die Überlagerung zweier Phänomene in Erscheinung, die eine Interpretation erschweren. Zum einen ist deutlich ein Einfluss der Probengeometrie sichtbar. Befindet sich die thermische Sonde in einem Graben zwischen zwei Leiterbahnen, kommt es zu einer Vergrößerung der effektiven Kontaktfläche, da die Sonde nicht nur an deren unterem Ende mit der Probe in Kontakt kommt, sondern auch an den Flanken des Grabens. Diese Zunahme der Kontaktfläche wirkt sich je nach Richtung des Wärmeflusses unterschiedlich aus: Bei großer Heizleistung ist die Erwärmung auf den beiden Leiterbahnen in der Mitte des Bildes größer als die Selbsterwärmung der Sonde. Es kommt zu einem Wärmefluss von der Probe in die Sonde, der bei einer Zunahme der Kontaktfläche um ein weiteres zunimmt. Daher erscheint der in der Mitte der Abbildung gelegene Graben zwischen den schmalen Leiterbahnen (links und rechts der mittleren lateralen Position bei 17,5 μm) wärmer. Bei kleinerer Heizleistung kommt es zu einem Richtungswechsel des Wärmeflusses in Folge der reduzierten Gesamterwärmung der Probe. Der Einfluss der Probengeometrie ändert sich ebenfalls. Die Zunahme der effektiven Kontaktfläche zwischen den Metallstrukturen bewirkt jetzt einen größeren Wärmefluss in die Probe und eine daraus resultierende Verringerung der Spitzentemperatur; die Gräben erscheinen nun dunkel. Da der Wärmefluss auf den Leiterbahnen jedoch gleich groß ist, kann in beiden Fällen eine Messung der Temperaturdifferenz zwischen geheizten und ungeheizten Leiterbahnen in den Bereichen erfolgen, in denen sich nicht der Topographieeinfluss der Gräben bemerkbar macht. Weiterhin

sei angemerkt, dass die maximalen Temperaturdifferenzen auf diesem Bild mit 60 mK klein, die Messempfindlichkeit damit groß ist. Aus diesem Grunde wird nachfolgend an dieser schwach erwärmten Teststruktur auch die Temperatureauflösung des Messsystems bestimmt.

5.1.4.2 Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit des SThM-Systems

An der Mäanderstruktur wurde eine Temperaturmessung bei einer Heizleistung von 64 mW durchgeführt (siehe Abbildung 5.19). Bei der verwendeten kleinen Heizleistung und der daraus resultierenden geringen Erwärmung der Probe tritt aufgrund der Selbsterwärmung der Spitze ein Wärmefluss von der Spitze in die Probe auf. Da die thermische Leitfähigkeit der beheizten und unbeheizten Strukturen gleich ist, ist der Kontrast zwischen diesen Strukturen nur auf die zwischen ihnen herrschende Temperaturdifferenz zurück zu führen. Diese Temperaturdifferenz beträgt 18 mK. Die kleinsten im thermischen Mikrobild feststellbaren Temperaturdifferenzen, die über die Analyse einer Anzahl von Linienmessungen bestimmt wurden, beträgt 5 mK. Die auf diese Weise messtechnisch nachgewiesene Empfindlichkeit des Systems stimmt sehr gut mit der aus den theoretischen Rauschbetrachtungen prognostizierten Empfindlichkeit überein und demonstriert die Leistungsfähigkeit der neu entwickelten Messelektronik. Damit konnte das gesetzte Ziel, eine deutliche Steigerung der Temperaturempfindlichkeit gegenüber kommerziell auf dem Markt befindlichen Systemen zu erreichen, erfüllt werden.

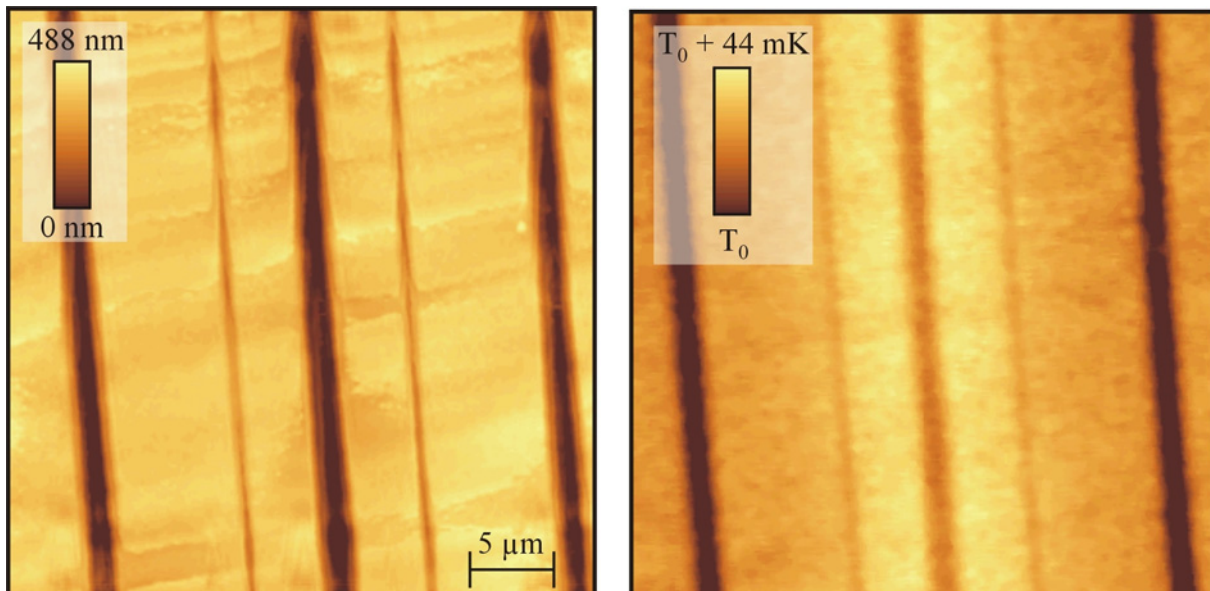


Abb. 5.19: Topographie (links) und Temperaturverteilung (rechts) der Teststruktur bei einer Heizleistung von 64 mW (Temperatureauflösung: 5 mK)

5.1.4.3 Diskussion der erzielbaren Ortsauflösung bei der Vermessung von Temperaturverteilungen

Die erzielbare Ortsauflösung bei der Vermessung von Temperaturverteilungen auf Probenoberflächen lässt sich wie folgt definieren:

$$\Delta x = \Delta T_{\min} \cdot \frac{1}{\left(\frac{dT}{dx}\right)_{\text{gemessen}}} + d_{\text{Aeff}} \quad (5.24)$$

Diese Definition stützt sich auf die von Majumdar *et al.* definierte noise-equivalent spatial resolution (NESR) [107], die aus dem Verhältnis des auftretenden thermischen Rauschen ΔT_{\min} (siehe Kapitel 5.1.3) zum gemessenen Temperaturgradienten auf der Probenoberfläche $(dT/dx)_{\text{gemessen}}$ gebildet wird. In Gleichung 5.24 wird allerdings noch der Durchmesser der effektiven Auflagefläche zwischen Probe und Sonde berücksichtigt, die die bestmögliche Auflösung der SThM-Messung definiert. Für die verwendete Messelektronik kann ein thermisches Rauschen von $\Delta T_{\min} = 5$ mK und ein Durchmesser der effektiven Auflagefläche von $d_{\text{Aeff}} = 30$ nm angenommen werden.

Die auftretenden Temperaturgradienten auf der Probenoberfläche sind von Parametern wie dem Abstand der Wärmequelle von der Oberfläche, der thermischen Leitfähigkeit und der Wärmekapazität der Probe abhängig. Ebenso sind die Betriebsbedingungen wie die Umgebungstemperatur (Wärmeabfuhr über Konvektion) und die Präsenz einer Wärmesenke Einfluss gebend. Wird die Probe beispielsweise aktiv gekühlt, wird dies einen Einfluss auf die Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche haben. Zur Demonstration dieses Effektes wurde die Mäanderteststruktur mit Hilfe eines Peltier-Elements gekühlt. Abbildung 5.20 zeigt die auf der Probenoberfläche gemessenen Temperaturprofile einer Linienmessung in Abhängigkeit der Temperatur der Probenhalterung (Stage). Die Temperaturunterschiede auf der Oberfläche werden bei stärkerer Kühlung kleiner, die bei nicht gekühlter Probe noch deutlich zu erkennende Zweiteilung der Temperaturmaxima über den geheizten 4µm breiten Leiterbahnen verschwindet. Dies lässt sich auf den durch die Kühlung zusätzlich induzierten Wärmestrom von der Wärmequelle, den Metallbahnen, zur Wärmesenke, dem Peltier-Element am Boden des Bauelements zurückführen. Allerdings treten bei dieser Messung bei Probertemperaturen von etwa 12-14 °C (fünftes und sechstes Linienprofil von vorne) die größten Temperaturgradienten, und damit die höchste Ortsauflösung, auf. In diesem Fall stellt sich keine gleichmäßige Diffusion der Wärme ins Bauelementvolumen sondern ein Wärme-

strom von den aktiven Regionen an der Bauelementoberfläche zur Wärmesenke am Bauelementboden ein.

Je nach Anwendungsfall kann also eine Kühlung der Probe zur Verbesserung der Auflösung oder bei einer starken Verschmierung der Temperatur auf der Probenoberfläche – wie beispielsweise bei einer im Bauelementvolumen vergrabenen Wärmequelle – zur besseren Lokalisierung der Wärmequelle verwendet werden. Bei unbekannter Probe ist jedoch die Stärke der Kühlung eine kritische Größe, da bei zu großer Kühlleistung eine Verschlechterung der Messbedingungen auftreten kann.

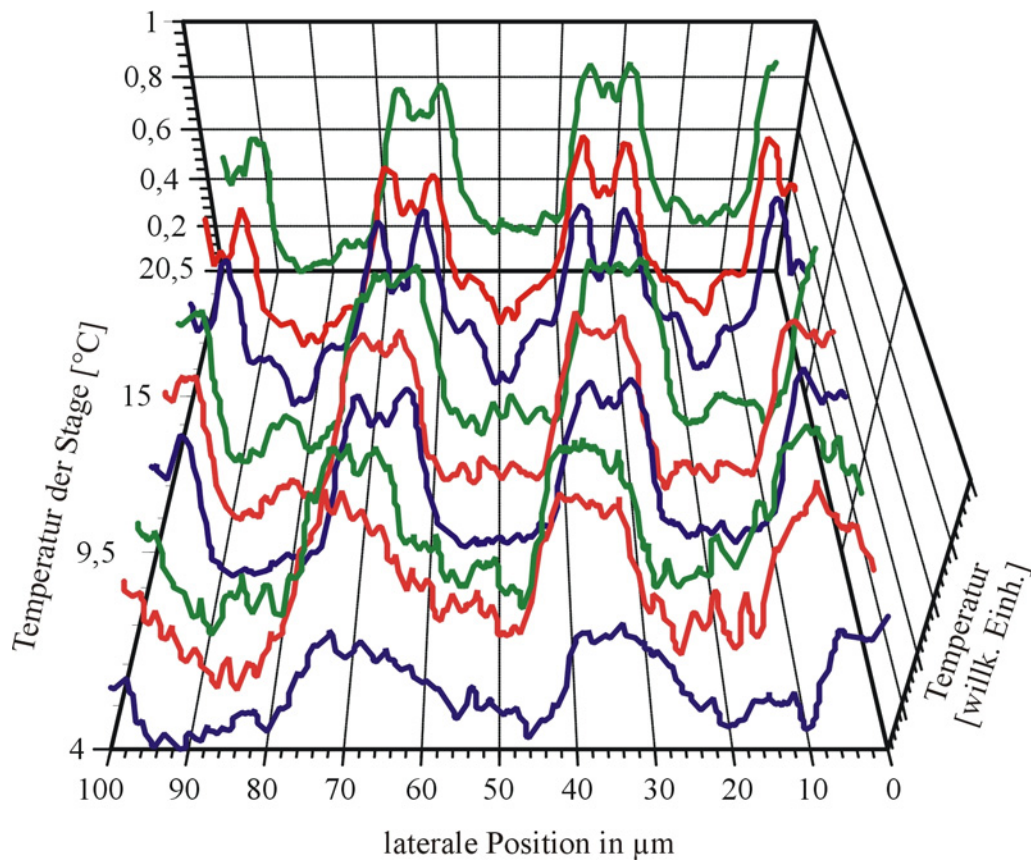


Abb. 5.20: Temperaturverteilung auf einer gekühlten Probe

5.2 Entwicklung eines Verfahrens zur quantitativen Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit mit nanometrischer Ortsauflösung

Die existierenden etablierten Messverfahren zur Erfassung der thermischen Leitfähigkeit können in zwei Gruppen aufgeteilt werden: Dynamische und statische Verfahren. Bei den statischen Verfahren wird in der zu untersuchenden Probe ein konstanter Temperaturgradient erzeugt. Die thermische Leitfähigkeit kann über die Vermessung der Wärmemenge, die in einer definierten Zeit durch eine Fläche bekannter Größe fließt, ermittelt werden [109, 110]. Diese Methoden erlauben jedoch lediglich die Bestimmung einer integralen thermischen Leitfähigkeit eines großen Volumens. Bei den dynamischen Verfahren wird die thermische Leitfähigkeit über die Messung der thermischen Diffusivität D einer Probe bestimmt. Zu diesem Zweck wird ein sich zeitlich änderndes Temperaturprofil in der Probe erzeugt. Aus Betrag und Phase des thermischen Signals auf der Probenoberfläche oder der Rückseite der Probe lässt sich über die Diffusionsgleichung zunächst die Diffusivität und daraus die thermische Leitfähigkeit ($\lambda = D \cdot c \cdot \rho$, mit der Wärmekapazität c und der spezifischen Dichte ρ) bestimmen. Dynamische Methoden erlauben Messungen mit höherer Ortsauflösung als statische Verfahren, da die Erfassung der thermischen Leitfähigkeit von kleineren Volumen möglich ist. Häufig wird zur periodischen lokalen Erwärmung der Probe ein Laser verwendet, die erzielbare Ortsauflösung dieser photothermischen Techniken wird dabei durch den Strahldurchmesser des Heizlasers definiert [11, 111]. Die Ortsauflösung von Techniken, die infrarotes Licht zur Bestimmung der Probenoberflächentemperatur verwenden, ist durch das Auflösungsvermögen der verwendeten Infrarot-Sensoren limitiert [12]. Mit den erwähnten dynamischen Verfahren lassen sich Ortsauflösungen im Mikrometerbereich erzielen.

Mit Hilfe des thermischen Rasterkraftmikroskops mit resistiver Sonde lässt sich die thermische Leitfähigkeit einer Probe lokal mit einer Auflösung im Nanometerbereich bestimmen. Wie in Kapitel 3 näher ausgeführt, ist bislang mit diesem und allen weiteren rastersondenmikroskopischen Verfahren zur Erfassung der thermischen Leitfähigkeit bis auf erste Versuche von vergleichenden Messungen mit der resistiven Sonde lediglich die Abbildung qualitativer Unterschiede möglich.

Die von Cahill et al. entwickelte so genannte 3ω -Methode erlaubt die Erfassung absoluter Werte der thermischen Leitfähigkeit [112-118]. Bei diesem Verfahren wird ein resistives Element, welches gleichzeitig als Heizung und als Thermometer dient, dazu verwendet, einen modulierten Wärmestrom in die zu untersuchende Probe zu erzeugen. Dieser Wärmestrom erzeugt messbare periodische Temperaturänderungen des Heiz-/Temperatursensorelements. Diese Temperaturänderungen sind von der Frequenz des Heizstroms abhängig und erlauben über die Aufnahme des Frequenzspektrums die quantitative Bestimmung der thermischen

Leitfähigkeit der Probe. Mit diesem auch von anderen Gruppen erfolgreich eingesetzten dynamischen Verfahren konnte quantitativ die thermische Leitfähigkeit von Gasen, Flüssigkeiten und Festkörpern bestimmt werden [119-128]. Bei diesem Verfahren wird die mittlere thermische Leitfähigkeit für ein Probenvolumen bestimmt, dessen Größe von den Dimensionen des verwendeten Heiz-/Temperatursensorelements abhängig ist. Da die bisher zum Einsatz gekommenen Sensoren Abmaße im Mikro- bis Millimeterbereich besaßen, konnten mit der 3ω -Methode noch keine hochortsaufgelöste Bestimmungen der thermischen Leitfähigkeit durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die 3ω -Methode an das thermische Rasterkraftmikroskop adaptiert, um die Vorteile beider Techniken, die Erfassung der absoluten thermischen Leitfähigkeit und die hohe Ortsauflösung des Sondenmikroskops, zu vereinigen. Dazu erfolgte zunächst die apparative Umsetzung des 3ω -Verfahrens im thermischen Rasterkraftmikroskop. Im nachfolgenden Schritt wurde das gesamte System charakterisiert. Die anschließenden ersten Messungen demonstrieren die Leistungsfähigkeit dieser Technik.

5.2.1 Theoretische Grundlagen des 3ω -Verfahrens

Seit der Entwicklung der 3ω -Technik wurde eine Vielzahl von Heiz-/Temperatursensorelementen vorgestellt. Für die Untersuchung von Festkörpern und Flüssigkeiten werden mit Hilfe photolithographischer Techniken oder durch die Verwendung von Masken Metallstrukturen mit definierter Geometrie auf der zu untersuchenden Probe oder auf einem Substratmaterial aufgebracht [119-124]. Für die Vermessung von Gasen werden Heizdrähte mit definierter Länge als Sensoren verwendet [125-127]. Diese Strukturen haben eine Größe von einigen Mikrometern bis zu einigen Millimetern. In dem hier verwendeten Aufbau wird die SThM-Sonde aus Platin als Heizelement und Temperatursensor verwendet. Die Sonde wird mit Hilfe eines sinusförmigen Stroms mit der Kreisfrequenz ω erhitzt und mit der Probenoberfläche in Kontakt gebracht; der Topographieregelkreis hält dabei die Auflagefläche während der gesamten Messung konstant. Bei einem periodischen Heizstrom $I(t) = I_0 \cdot \sin(\omega \cdot t)$ beträgt die Heizleistung

$$\begin{aligned}
 P(t) &= R \cdot I(t)^2 \\
 &= R \cdot I_0^2 \cdot \sin^2(\omega \cdot t) \\
 &= R \cdot I_0^2 \cdot \frac{1}{2} \cdot (1 - \cos(2 \cdot \omega \cdot t))
 \end{aligned}
 \tag{5.25}$$

Die Heizleistung und die Temperatur des Heizelements – und damit auch die vom Heizelement in der Probe induzierte Wärmewelle – besitzen eine Komponente bei der Frequenz 2ω . Da das Heizelement aus Platin einen im Temperaturbereich bis 100 °C nahezu

linearen Zusammenhang zwischen seiner Temperatur und seinem elektrischen Widerstand besitzt, ändert sich auch der elektrische Widerstand des Heizelements periodisch mit der doppelten Frequenz des Heizstroms

$$\begin{aligned} R(t) &= R_{dc} + \Delta R(t) = R_{dc} + \frac{dR}{dT} \Delta T \frac{1}{2} (1 - \cos(2\omega t + \varphi)) \\ &= R_{dc}^* - \frac{dR}{dT} \Delta T \frac{1}{2} \cos(2\omega t + \varphi), \end{aligned} \quad (5.26)$$

wobei R_{dc}^* den zeitlichen Mittelwert des elektrischen Widerstandes des Heizelements, dR/dT den Temperaturkoeffizient der Platinsonde, ΔT die Amplitude der periodischen Temperaturänderung des Heizelements und φ den Phasenwinkel zwischen ΔT und der Heizleistung $P(t)$ darstellen. Der elektrische Spannungsabfall über der Sonde und damit auch die Brückendiagonalspannung, berechnen sich aus dem Produkt des elektrischen Stromes und des Widerstandes der Sonde:

$$\begin{aligned} U(t) &= R(t) \cdot I(t) = R_{dc}^* \cdot I_0 \sin(\omega t) - I_0 \cdot \frac{dR}{dT} \cdot \frac{\Delta T}{2} \sin(\omega t) \cdot \cos(2\omega t - \varphi) \\ &= (R_{dc}^* I_0) \sin(\omega t) + I_0 \cdot \frac{dR}{dT} \cdot \frac{\Delta T}{4} \sin(\omega t - \varphi) - I_0 \cdot \frac{dR}{dT} \cdot \frac{\Delta T}{4} \sin(3\omega t - \varphi) \end{aligned} \quad (5.27)$$

In dem hier verwendeten Versuchsaufbau sind sowohl stellbare Widerstände als auch stellbare Induktivitäten vorgesehen, mit denen sich sowohl Real- als auch Imaginärteil der Brückenausgangsspannung minimieren lassen. Durch den Abgleich des Imaginärteils der Brückenausgangsspannung wird der Phasenwinkel φ vernachlässigbar klein. Da der Imaginärteil weiterhin frequenzunabhängig ist [114], kann dieser Signalanteil ebenfalls bei den weiteren Betrachtungen vernachlässigt werden.

Es wird ersichtlich, dass der Signalanteil bei der Frequenz 3ω unabhängig vom Mittelwert des elektrischen Widerstandes der Sonde und damit unabhängig von der Temperatur der Probe ist. Dieser Umstand kann zur Separierung der thermischen Größen Temperatur und thermische Leitfähigkeit genutzt werden und wird in Kapitel 6.3 weiter ausgeführt.

Die Amplitude der Temperaturänderungen ΔT eines Punktes innerhalb der Probe mit dem Abstand r zur Wärmequelle wird von Carslaw und Jaeger angegeben zu [30]:

$$\Delta T(r) = \frac{P}{\pi\lambda} K_0(qr) \quad (5.28)$$

mit P als der Amplitude der Heizleistung pro Längeneinheit, der thermischen Leitfähigkeit des Materials λ und K_0 der modifizierten Besselfunktion zweiter Art der nullten Ordnung. Die hier dargestellte Beschreibung der periodischen Temperaturänderung basiert auf der Lösung der Diffusionsgleichung bei Annahme einer linienförmigen Wärmequelle. Wie in Kapitel 1 ausgeführt, ergibt die Lösung der Diffusionsgleichung für eine punktförmige Quelle auch einen Temperaturabfall gemäß der Besselfunktion zweiter Art der nullten Ordnung, wenn eine zweidimensionale Wärmeausbreitung angenommen wird. Auf diese Tatsache soll am Ende des Kapitels erneut eingegangen werden. Die Variable q beschreibt die komplexe thermische Wellenzahl; ihr Betrag wird bei einer Vielzahl von Autoren als Kehrwert der Eindringtiefe δ der thermischen Welle definiert

$$\delta = |q|^{-1} = \sqrt{\frac{D}{2 \cdot \omega}}, \quad (5.29)$$

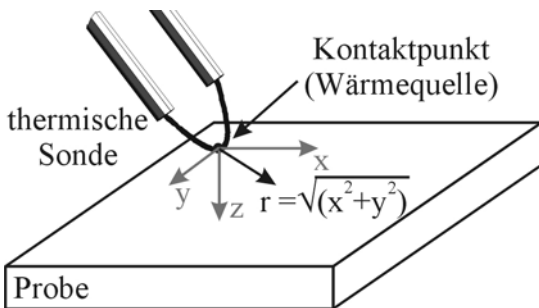


Abb. 5.21: Geometrische Anordnung von Sonde und Probe

mit der thermischen Diffusivität D . Da das Hezelement simultan als Temperatursensor genutzt wird, sollen im folgenden die periodischen Temperaturänderungen dieses Sensors bestimmt werden. Der Abstand r von der Heizquelle beträgt gemäß Abbildung 5.21 $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$ mit den parallelen Komponenten x und y bezüglich der Probenoberfläche. Die

Berechnung der Temperaturosillationen im

Hezelement an der Probenoberfläche erfolgt, indem in dem eingeführten kartesischen Koordinatensystem die Komponente in Normalenrichtung der Probenoberfläche (z -Richtung in Abbildung 5.21) zu Null gesetzt wird, die Breite der Wärmequelle wird durch die Größe der Auflagefläche der thermischen Sonde definiert. Wie von Cahill gezeigt werden konnte [114], kann Gleichung 5.28 wie folgt angenähert werden

$$\Delta T = \frac{P}{\pi\lambda} \left(\frac{1}{2} \ln \left(\frac{2D}{r^2} \right) - 0,5772 - \frac{j\pi}{4} - \ln(\omega) \right) \quad (5.30)$$

wenn die Eindringtiefe der thermischen Welle groß im Vergleich zu der Breite der Wärmequelle ist, oder allgemein ausgedrückt, wenn $|qr| \ll 1$ ist. Mit einem Durchmesser der Auflagefläche der thermischen Sonde im Bereich von einigen zehn Nanometern ist diese Bedingung klar erfüllt. Um sicherzustellen, dass nur der durch Wärmeleitung über die Auflagefläche in die Probe übertragene Anteil der von der Sonde abgeführten Wärme in die Betrachtungen eingeht, muss der Einfluss des Wärmetransports durch Konvektion eliminiert werden. Dieser Aspekt soll später ausführlicher diskutiert werden. Werden alle Terme in Gleichung 5.30, die frequenzunabhängig sind, zu einer Konstante C zusammengefasst, vereinfacht sich die Gleichung zu

$$\Delta T = \frac{P}{\pi\lambda} (C_1 - \ln(\omega) - \ln(C_2)) \quad (5.31)$$

Durch die Messung des 3ω -Anteils der Brückendiagonalspannung in Abhängigkeit der Frequenz kann demzufolge mit Hilfe von Gleichung 5.31 direkt die thermische Leitfähigkeit λ bestimmt werden.

5.2.2 Integration der 3ω -Methode in das SThM und Anpassung des Messverfahrens

Da die Brückendiagonalspannung der Wheatstone-Messbrücke direkt proportional zum Spannungsabfall über der thermischen Sonde ist und die Vorverstärker über einen großen Frequenzbereich eine konstante Verstärkung aufweisen, kann die 3ω -Methode mit dem in Kapitel 5.1 vorgestellten Messaufbau realisiert werden. Wie in Abbildung 5.22 erkennbar, ist im Frequenzspektrum des Brückenausgangssignals neben dem Anteil bei der Frequenz ω der Versorgungsspannung ebenfalls deutlich ein 3ω -Signal vorhanden.

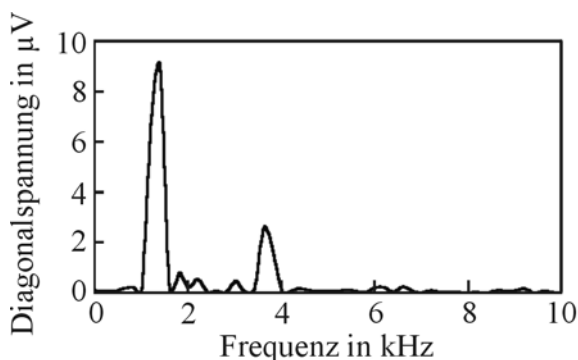


Abb. 5.22: Spektrum der Brückenausgangsspannung, Frequenz der Versorgungsspannung: $f = 1,2 \text{ kHz}$

Es ist lediglich die Möglichkeit zu schaffen, mit dem Lock-In Verstärker den 3ω -Anteil im Brückenausgangssignal zu messen. Es ist daher notwendig, dem Lock-In Verstärker eine Referenzspannung bei der dreifachen Frequenz der Versorgungsspannung zur Verfügung zu stellen, die eine hohe Frequenzstabilität bei konstanter Phasenlänge besitzt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde dazu ein Frequenzvervielfacher auf Grundlage einer Phase-Lock-Loop-Schaltung entwickelt, der

eine ausreichend große Stabilität des Referenzsignals gewährleisten. Im weiteren Verlauf der Arbeit wurde ein digitaler Lock-In Verstärker (EG&G Princeton Applied Research, Model 5302) angeschafft, der Messungen bei der 2 – 7fachen Frequenz des internen Signalgenerators erlaubt und so ebenfalls eine einfache und stabile Adaption der 3ω -Methode erlaubt.

Das Messverfahren musste jedoch auf die Gegebenheiten bei der Nutzung eines mikroskopischen thermischen Sensors im Rasterkraftmikroskop angepasst werden. Die gesamte Messprozedur soll im Folgenden näher erläutert werden.

Zur ortsaufgelösten, quantitativen Aufnahme der thermischen Leitfähigkeit sind drei Schritte notwendig. Im ersten Schritt werden simultan die Topographie und ein qualitatives Bild der thermischen Leitfähigkeit des gewünschten Ausschnitts der Probe aufgenommen. Anders als bei dem herkömmlichen Verfahren wird allerdings schon das 3ω -Signal als Information der thermischen Leitfähigkeit genutzt, welches sich bei ungeheizten Proben qualitativ nicht vom ω -Signal unterscheidet, da keine Temperaturunterschiede auf der Probenoberfläche vorhanden sind. Da das Signal proportional zum Kehrwert der thermischen Leitfähigkeit ist, wird das Bild invertiert dargestellt, damit wie gewohnt Bereiche höherer Leitfähigkeit heller erscheinen als Regionen mit schlechterer Leitfähigkeit.

Im zweiten Schritt werden mit Hilfe des zuvor erstellten Mikrographen zwei Stellen der Probe angefahren, an denen sich die thermische Leitfähigkeit deutlich voneinander unterscheidet, dort wird lokal das 3ω -Signal in Abhängigkeit der Frequenz des Heizstroms aufgenommen. Dies geschieht in zwei Schritten: Zunächst wird das Spektrum des 3ω -Signals aufgenommen, während sich die Messspitze unmittelbar über, jedoch nicht im direkten Kontakt mit der Probe befindet. Anschließend erfolgt dieselbe Messung mit aufgesetzter Sonde, die Messwerte der Messung in Luft werden dann von den Werten der Messung auf der Probe abgezogen. Zum einen erfolgt durch diese Subtraktion der Abzug des Anteils der durch Konvektion von der Sonde abgegebenen Wärme. Dadurch geht in nachfolgende Berechnungen nur noch die per Wärmeleitung über die Kontaktfläche der Sonde abgegebene Wärme ein. Zum anderen wird die Messung in Luft dazu genutzt, eine Korrekturfunktion zu ermitteln, mit der die systematischen Fehler, die durch die Frequenzabhängigkeit der Sonde und des gesamten Messaufbaus auftreten, eliminiert werden können.

In einem dritten Schritt wird die Sonde, ohne die Balance der Wheatstone-Brücke zu verändern, auf ein Material mit bekannter thermischer Leitfähigkeit aufgesetzt und eine Referenzmessung durchgeführt. Dies ist notwendig, da im Gegensatz zu den klassischen Anordnungen des Heiz-/Temperatursensorelements bei der SThM-Sonde nicht exakt die in die Probe eingekoppelte Heizleistung ermittelt werden kann. Bei den konventionellen 3ω -

Messungen kann die thermische Leitfähigkeit direkt aus der Messung der Brückendiagonalspannung bei zwei Frequenzen ermittelt werden:

$$U_{3,1} - U_{3,2} = \frac{1}{4} I_0 \frac{dR}{dT} \left(\frac{P}{\pi \lambda} (\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)) \right) \quad (5.32)$$

Die Heizleistung pro Längeneinheit P kann aus der bekannten Geometrie des Kontaktes des Heizelements mit der Probe bestimmt werden. Bei der Nutzung einer SThM-Sonde variiert die Auflagefläche von Sonde zu Sonde, P ist daher unbekannt.

Die bei der Referenzmessung, in der Regel an einer Probe aus reinem Gold, erhaltenen Werte werden im logarithmischen Maßstab gemeinsam mit den an den beiden Stellen der zu untersuchenden Probe aufgenommen Messwerte aufgetragen. Gold hat sich als besonders geeignetes Referenzmaterial herausgestellt, da Goldoberflächen nicht oxidieren und somit die Messungen nicht durch eine Oxidschicht verfälscht werden. Anschließend werden über das Verhältnis der Steigungen zum Referenzmaterial die absoluten Werte der thermischen Leitfähigkeit an den beiden auf der Probe ermittelten Stellen berechnet. Da die Auflagekraft der Sonde bei allen Messungen gleich groß gewählt wird, verschwinden durch die Bildung des Verhältnisses der Steigungen alle Einflüsse der Sondengeometrie. Lediglich die frequenzabhängige Änderung des 3ω -Signals auf den untersuchten Proben und des Referenzmaterials – und damit die Größe, die die Information über die thermische Leitfähigkeit enthält – wird so berücksichtigt.

5.2.3 Demonstration der Leistungsfähigkeit der Technik

Zur Überprüfung des oben beschriebenen Verfahrens zur Quantisierung der thermischen Leitfähigkeit wurden Messungen an Gold, Silber und einem synthetisch hergestelltem Diamantfilm durchgeführt. Abbildung 5.23 zeigt die Frequenzabhängigkeit der Brückendiagonalspannung für die drei Materialien.

Wird eine thermische Leitfähigkeit von Gold von $\lambda_{\text{Gold}} = 318 \text{ W/mK}$ angenommen, ergibt sich aus dem Verhältnis der Steigungen für Silber eine thermische Leitfähigkeit von $\lambda_{\text{Silber}} = 437 \text{ W/mK}$. Die Abweichung von dem in der Literatur angegeben Wert von $\lambda_{\text{Silber,Literatur}} = 429 \text{ W/mK}$ beträgt damit weniger als 2%. Diese gute Übereinstimmung

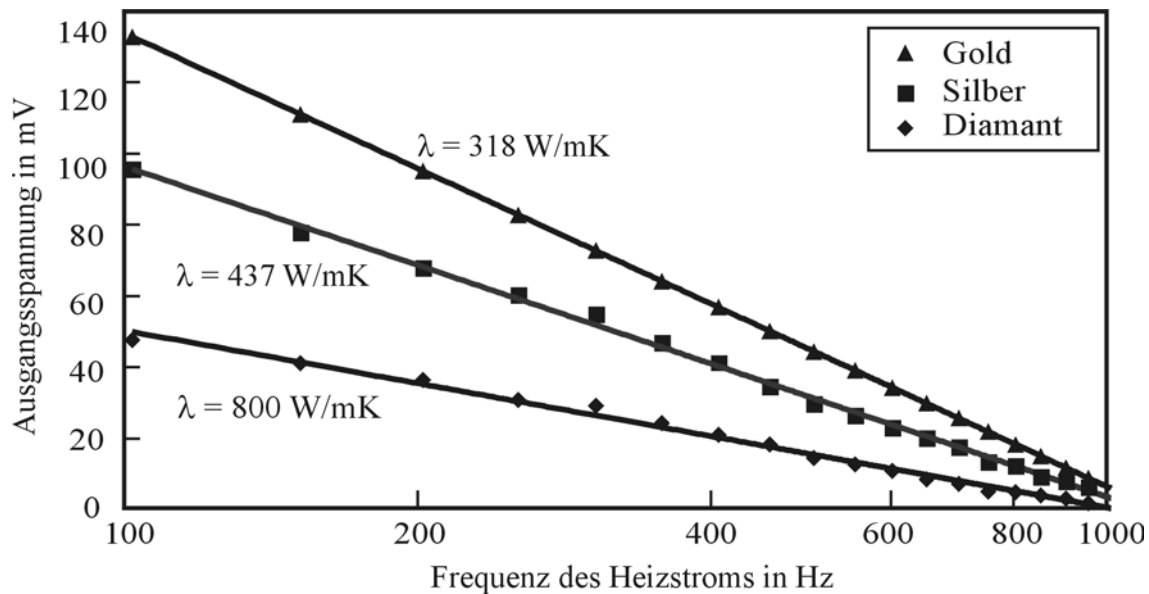


Abb. 5.23: Brückendiagonalspannung als Funktion der Frequenz des Heizstroms

demonstriert die gelungene Adaption des 3ω -Verfahrens an das SThM-Messsystem. Die thermische Leitfähigkeit des Diamantfilms beträgt $\lambda_{\text{Diamant}} = 800 \text{ W/mK}$ und ist damit geringer als zunächst erwartet; jedoch hängen die Qualität und die Materialeigenschaften bei synthetisch hergestellten Diamanten stark vom Herstellungsprozess ab und können durchaus in großen Bereichen schwanken.

Jedoch ist zu beachten, dass die in die Probe eingeprägte Heizleistung annähernd konstant gehalten werden muss. Dies kann bei dem verwendeten Messaufbau nicht in allen Fällen gewährleistet werden. Messungen auf Proben mit stark variierender thermischer Leitfähigkeit können über die unterschiedlich starke Wärmeabfuhr den elektrischen Widerstand der Sonde soweit verändern, dass die in ihr umgesetzte Heizleistung nicht konstant bleibt. Ebenfalls ist darauf zu achten, dass die thermische Leitfähigkeit des Referenzmaterials nicht zu stark von der zu untersuchenden Probe verschieden ist. Aus diesem Grunde konnten Referenzmessungen auf Platin ($\lambda_{\text{Platin}} = 70 \text{ W/mK}$) für eine Probe aus qualitativ hochwertigem Diamantmaterial ($\lambda_{\text{Diamant}} > 1000 \text{ W/mK}$) nicht verwendet werden.

Zur Vermeidung dieses Problems sind für zukünftige Messungen zwei Lösungen vorstellbar. Zum einen könnte durch die Modifizierung der Messbrücke der Stromfluss durch die thermische Sonde gemessen und durch die Integration eines Regelkreises konstant gehalten werden. Statt der Anpassung der Versorgungsspannung durch einen Regelkreis könnte jedoch auch die über die Messung des Stromflusses erhaltenen Information über die Änderung der Heizleistung durch die Einführung eines weiteren Faktors in Gleichung 5.31 berücksichtigt werden.

Weiterhin ist zu der Adaption des Verfahren anzumerken, dass die Form der Auflagefläche der Sonde, die als annähernd punktförmig angenommen werden kann, deutlich von der linienförmigen Geometrie der klassischen Heizelemente des 3ω -Verfahrens abweicht. Diese Abweichung lassen eine Abweichung des Frequenzverhaltens der periodischen Temperaturänderungen des Heizelementes erwarten. Wie in Abbildung 5.22 und in weiteren Messungen jedoch zu sehen ist, besteht sehr deutlich eine logarithmische Abhängigkeit. Diese logarithmische Abhängigkeit kann auch bei Punktquellen beobachtet werden, von denen eine zweidimensionale Wärmeausbreitung parallel zur Probenoberfläche erfolgt, wie beispielsweise in dünnen Filmen [31]. In der in Abbildung 5.22 dargestellten und in vielen weiteren Messungen (siehe Kapitel 8.2) konnte reproduzierbar auch in großvolumigen, homogenen Proben eine logarithmische Frequenzabhängigkeit des 3ω -Signals festgestellt werden. Ein Ansatz zur weiteren Untersuchung dieses Verhaltens könnte die Betrachtung des Wärmetransports im Nahfeld sein, der eine stärkere Abstandsabhängigkeit – und damit eventuell eine stärkere Dämpfung des Wärmeflusses in Normalenrichtung zur Probenoberfläche – als theoretisch vorhergesagt aufweist (siehe Kapitel 2).

6. Erfassung von Temperaturverteilungen in mikroelektronischen Bauelementen

6.1 Analyse elektrischer Zustände an aktiv betriebenen Bauelementen

In stromdurchflossenen elektrischen Leiterbahnen eines elektronischen Bauelements, den Metallisierungen des Halbleiterbausteins, kommt es aufgrund der Jouleschen Erwärmung zu einer lokalen Temperaturerhöhung. Mit Hilfe des linearen Zusammenhangs zwischen Temperatur und Stromdichte können über die Stärke der Erwärmung Aussagen über die Stromdichte innerhalb der Metallisierung gemacht werden. In Abbildung 6.1 ist die Topographie und die Temperaturverteilung einer Metallisierung abgebildet, deren Breite sich im aufgenommene Bildbereich ändert. Im oberen Bereich des Bildes treten aufgrund der reduzierten Leiterbahnbreite höhere Stromdichten auf, die, wie im Temperaturmikrographen erkennbar, eine lokale Temperaturerhöhung dieses Bereichs bewirken.

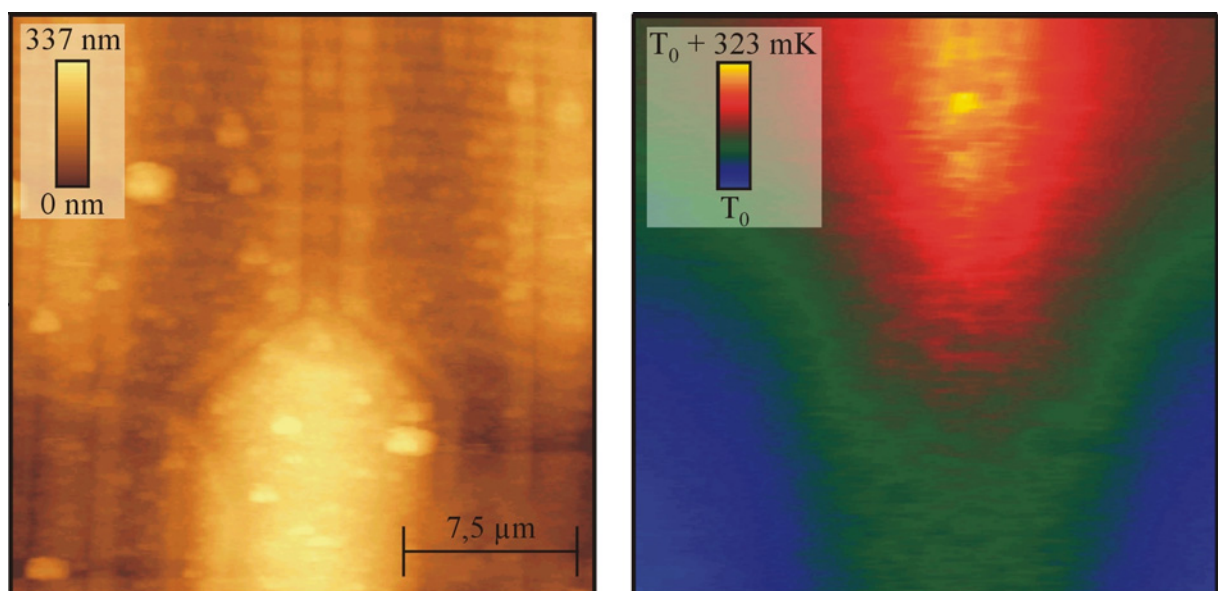


Abb. 6.1: Topographie (links) und Temperaturverteilung (rechts) einer stromdurchflossenen Leiterbahn mit variierendem Querschnitt

Eine inhomogene Temperaturverteilung auf Leiterbahnen kann ebenfalls beobachtet werden, wenn sich die effektive stromdurchflossene Fläche aufgrund von Krümmungen und Knicken im Leiterbahnverlauf ändert. Dieser als current-crowding bekannte Effekt führt zu einer ungleichmäßigen Jouleschen Erwärmung. Die resultierende Temperaturverteilung in einer zweimal abknickenden Leiterbahn ist in Abbildung 6.2 dargestellt. An der Innenkante der U-förmigen Leiterbahn in der rechten Bildhälfte ist eine Erhöhung der Temperatur in Folge der erhöhten Stromdichte zu erkennen. Die scheinbar hohe Temperatur zwischen dieser und der

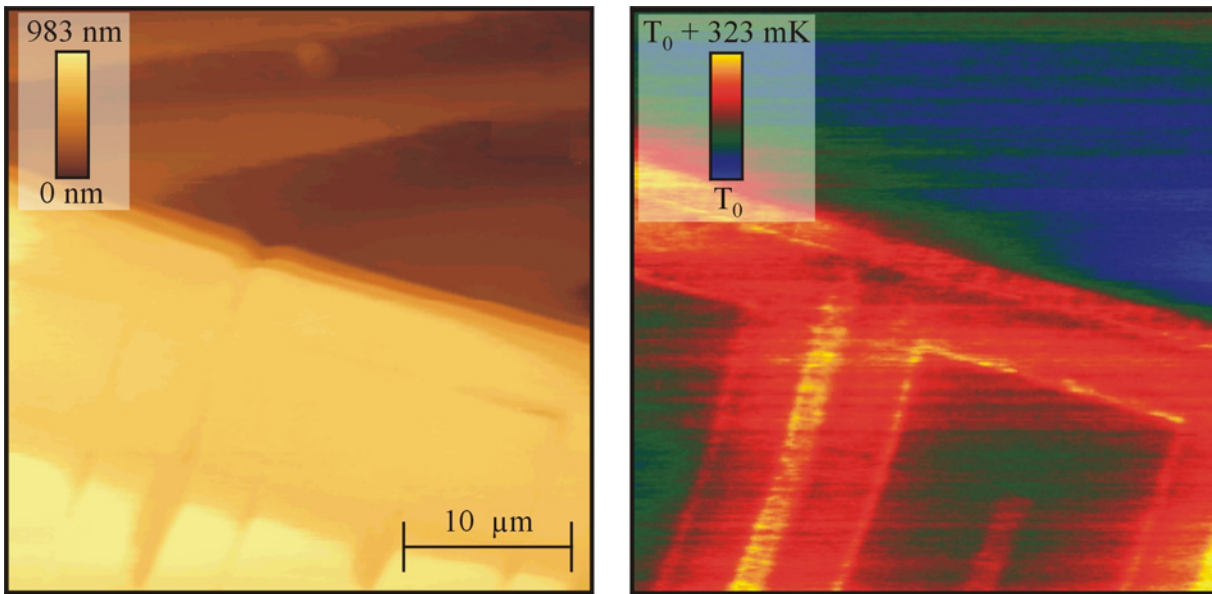


Abb. 6.2: Topographie (links) und Temperaturverteilung (rechts) einer Struktur mit Current Crowding Effekt

sich am linken Bildrand anschließenden zweiten U-förmigen Struktur ist ein Topographieeffekt. Da die Spitze in den zwischen den Strukturen bestehenden Graben eintaucht und dort eine höhere effektive Kontaktfläche mit der Probe besitzt, stellt sich in dieser Region ein erhöhter Wärmestrom von der aktiven Probe in die Sonde ein, der die Temperatur in dem Graben höher erscheinen lässt als sie tatsächlich ist. Die am unteren Bildrand der Topographieabbildung erkennbare Stufe ist auf Instabilitäten der thermischen Sonde zurückzuführen und entspricht nicht der tatsächlichen Probengeometrie.

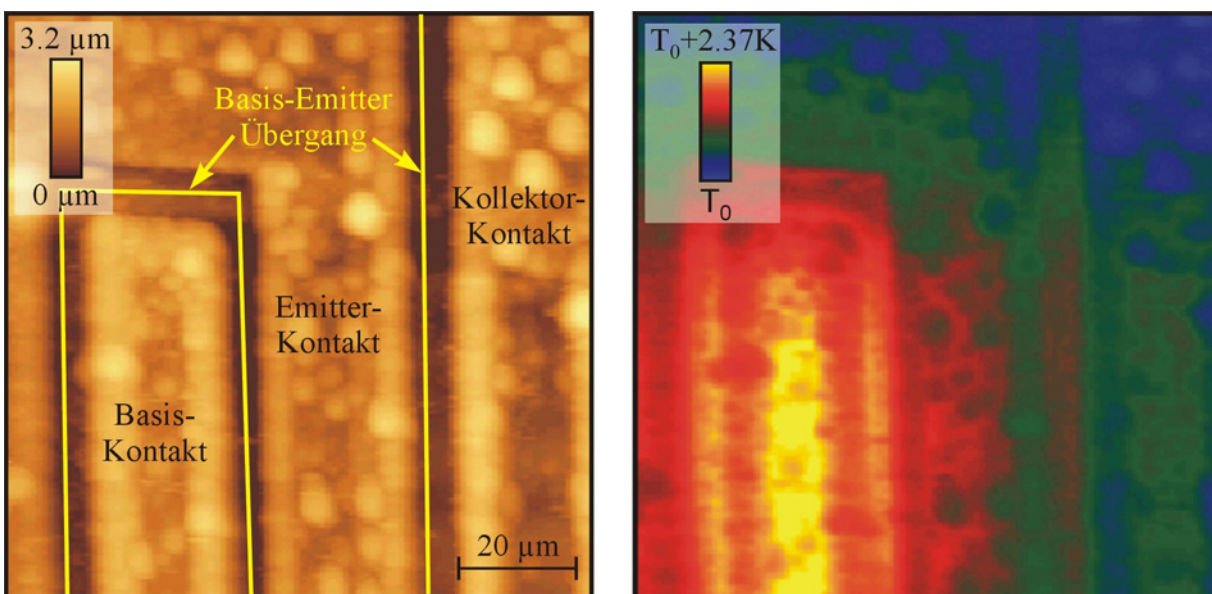


Abb. 6.3: Topographie (links) und Temperaturmikrograph (rechts) eines Bipolartransistors. Die Basis-Emitter-Diode wurde in Durchlassrichtung vorgespannt

Neben den metallischen Leiterbahnen existieren in aktiv betriebenen elektronischen Bauelementen weitere Wärmequellen. So können auch elektrische Übergangswiderstände an Metall-Halbleiter-Kontakten oder interne elektrische Felder an pn-Übergängen zu einem lokalen Anstieg der Verlustleistung führen, die eine Joulesche Erwärmung dieser Regionen zur Folge haben.

In Abbildung 6.3 ist die Temperaturverteilung auf der Oberfläche eines Bipolartransistors im Diodenbetrieb dargestellt, dessen Basis-Emitter-Diode in Durchlassrichtung vorgespannt wurde. Die höchste Temperatur lässt sich auf dem Basis-Kontakt des Transistors beobachten. Die Ursache für die verglichen mit der übrigen Transistoroberfläche um ca. 2,4 Kelvin angestiegene Temperatur in diesem Bereich ist vermutlich ein nicht idealer Kontakt, der zu einem erhöhten elektrischen Widerstand an der Grenzfläche zwischen der Metallisierung und dem dotierten Halbleiter der Basisregion führt. Die Wärmequelle befindet sich also unterhalb des Kontaktes, durch die gute Wärmeleitung des Metalls ist sie jedoch auch an der Probenoberfläche detektierbar.

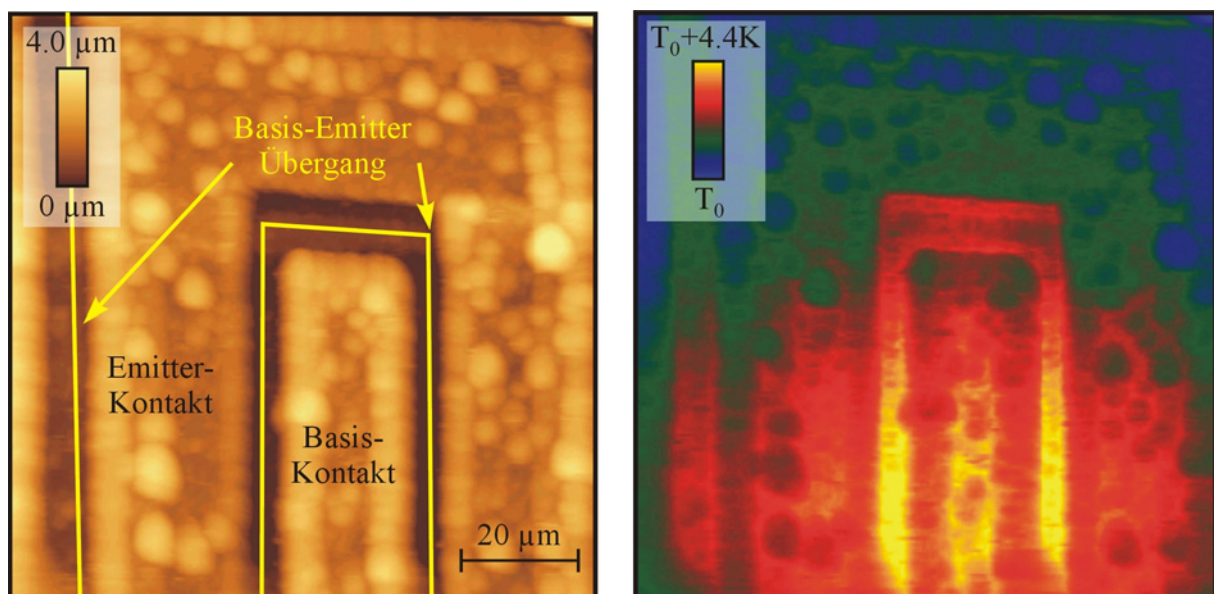


Abb. 6.4: Topographie (links) und Temperaturverteilung (rechts) des Bipolartransistor mit in Sperrrichtung betriebener Basis-Emitter-Diode

Wie in Abbildung 6.4 zu sehen ist, ändert sich die Temperaturverteilung auf der Oberfläche des Bipolartransistors bei dem Wechsel der Polarität der Vorspannung der Basis-Emitter-Diode. Wird die Diode in Sperrrichtung betrieben, treten die größten Temperaturen an dem pn-Übergang zwischen Basis- und Emitterbereich des Transistors auf. Sperrt die Diode, kommt es zum Aufbau einer Raumladungszone im Übergang und damit zu einer Verarmung an elektrischen Ladungsträgern. Der daraus resultierende erhöhte elektrische Widerstand

bewirkt den Anstieg der an dieser Stelle erzeugten Verlustleistung und damit auch den Anstieg der Temperatur. Die ebenfalls noch erhöhte Temperatur des Basiskontaktes deutet auf ein symmetrisches Verhalten bezüglich der elektrischen Vorspannung hin. Im Temperaturmikrographen von Abbildung 6.4 ist eine inhomogene Temperaturverteilung des U-förmigen Übergangs zu erkennen. Dies ist durch die Akkumulation der Wärmequellen im Bereich der Mitte der Basis-Metallisierung zu erklären. Die dort erzeugte Wärme staut sich dort im größeren Maße als zum Rand des Bauelements (im oberen Bildbereich) und kann nicht so gut abgeführt werden.

Hohe elektrische Felder spielen im Zuge der immer weiter abnehmenden Strukturgrößen eine zunehmend bedeutende Rolle in integrierten Schaltungen. Die bei großen Feldstärken erzeugten hochenergetischen Elektronen führen zu Ionisationsprozessen und Leckstromproblemen und damit zu Degradationsprozessen und dem Ausfall der elektronischer Bauelemente. Zur Analyse dieser Phänomene wurden vergleichende Temperaturmessungen mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop und photoemissionsmikroskopische Untersuchungen an MOS-Feldeffekttransistoren durchgeführt. Der Betrieb eines n-Kanal MOSFETs im Sättigungsbereich führt zur Emission von Licht [6, 129-131]. Bei der

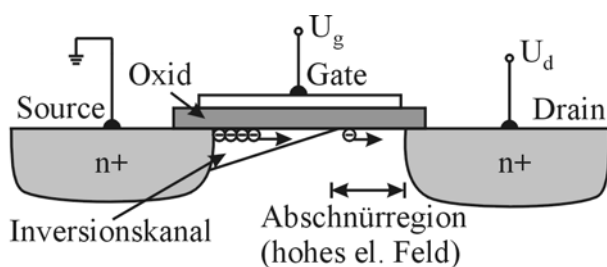


Abb. 6.5: Abschnürung des Inversionskanals eines n-Kanal MOSFETs

Sättigungsspannung kommt es zur Abschnürung des Inversionskanals am drainseitigen Ende (siehe Abbildung 6.5). Bei einem weiteren Anstieg der Drainspannung bewegt sich der Abschnürpunkt auf das Source-Gebiet des Transistors zu [74]. In der Abschnürungsregion treten hohe elektrische Felder auf, die eine Beschleunigung der Elektronen auf dem Weg vom

Source zum Drain bewirken. Diese hochenergetischen Elektronen können durch Stoßionisation Rekombinationsprozesse auslösen, bei denen sowohl Photonen als auch Phononen beteiligt sind [132].

Erste vergleichende Messungen mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop und mit einem Photoemissionsmikroskop (PEM) wurden an einem n-Kanal Feldeffekttransistor mit einer Gatelänge von $1,6 \mu\text{m}$ durchgeführt. Die photoemissionsmikroskopische Aufnahme in Abbildung 6.6 zeigt die Überlagerung eines optischen Bildes mit der Messung des emittierten Lichtes der Probe. Das optische Bild wurde im Auflichtmodus gemacht, das emittierte Licht wurde bei völlig abgedunkelter Probenkammer mit Hilfe einer gekühlten CCD-Kamera detektiert und umfasst einen spektralen Bereich von 400 bis 1100 Nanometer Wellenlänge. Die Lichtemission ist auf den Bereich zwischen den lichtundurchlässigen Drain- und Gate-

Metallisierungen beschränkt. In der SThM-Aufnahme ist der Bereich höchster Temperatur auf der Drain-Seite des Gate-Kontakts zu finden, also an der Stelle an der sich laut vorgestelltem Modell auch die Wärmequelle befinden sollte.

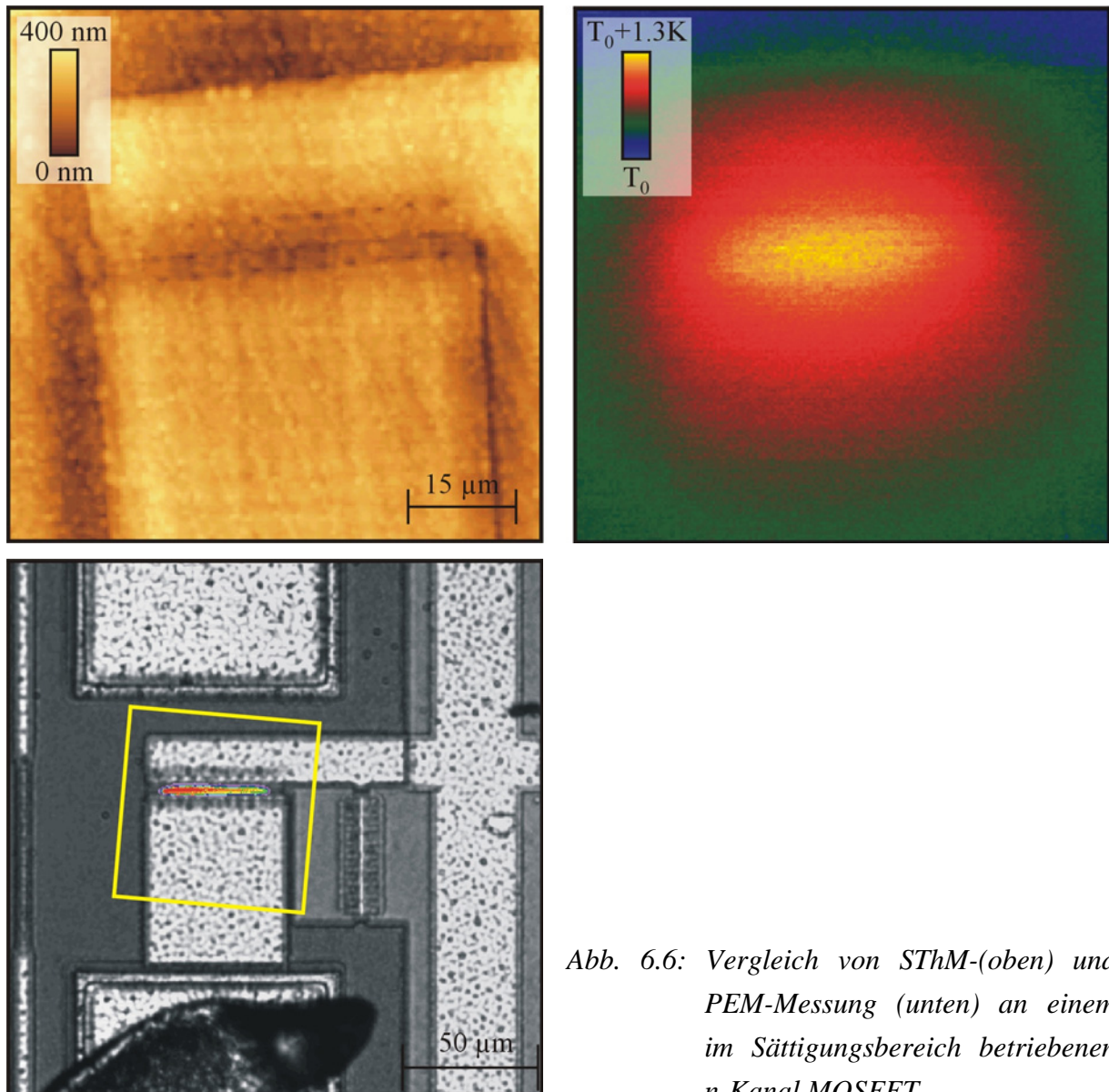


Abb. 6.6: Vergleich von SThM-(oben) und PEM-Messung (unten) an einem im Sättigungsbereich betriebenen n-Kanal MOSFET

Zur näheren Untersuchung des Wärmegenerationsmechanismus und der Wärmeausbreitung in MOS-Transistoren erfolgten weitere Messungen ebenfalls an einem n-Kanal MOSFET, jedoch mit anderer Geometrie; dieses Bauelement besaß eine Gatelänge von $0,6\ \mu\text{m}$ und eine Breite des Gates von $40\ \mu\text{m}$. Bei den in Abbildung 6.7 dargestellten Messungen, in der der Topographieabbildung (grau) die Temperaturverteilung (rote Farbskala) überlagert wurde, wurde der Transistor im Sättigungsbereich (links) und im Durchbruchsbereich (rechts) betrieben.

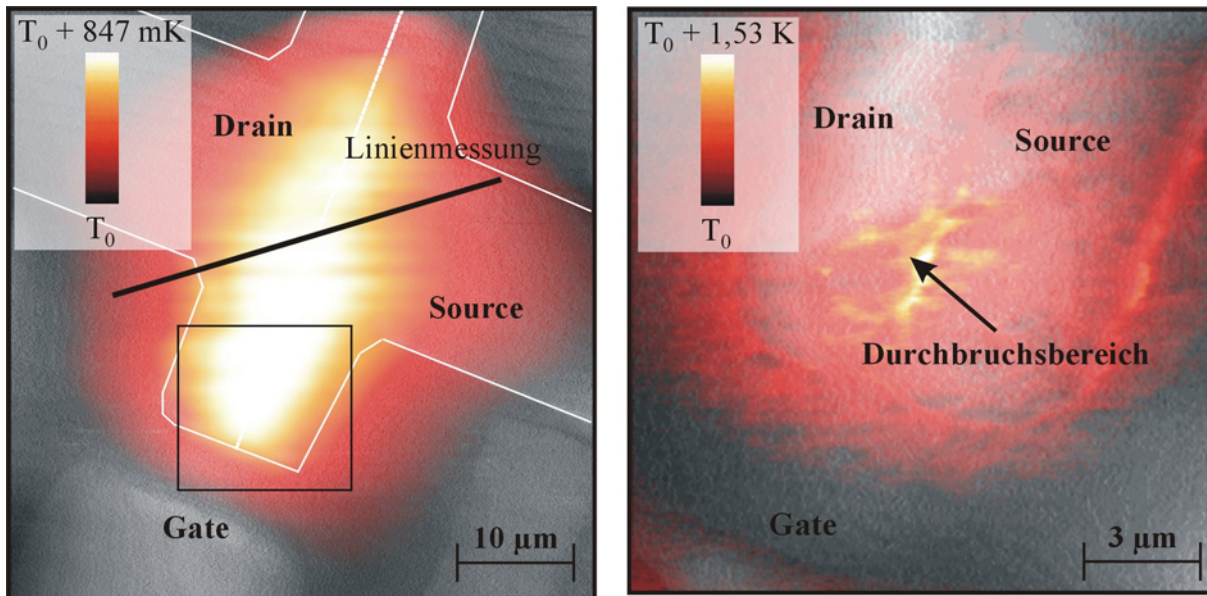


Abb. 6.7: Topographie (grau) mit überlagelter Temperaturverteilung (orange/rot) in einem short channel MOSFET bei Betrieb im Sättigungs- (links) und Durchbruchsbereich (rechts)

Beim Betrieb im Sättigungsbereich ist erneut eine Erwärmung der Kanal-Region zu erkennen, die ebenfalls eine gute Korrelation zu der hier nicht dargestellten Lichtemission erkennen lässt. Es wird vermutet, dass in dem Halbleiterbauelement der Jouleeffekt für die Erwärmung der Kanal-Region verantwortlich ist. Beim Durchbruch ist ein weiterer Anstieg der Temperaturen im Gatebereich zu erkennen. Da in diesem Bereich die höchsten elektrischen Felder auftreten und der Strom von Source nach Drain als konstant angenommen werden kann, treten an dieser Stelle die höchsten Verluste auf, die in Form von Wärme abgegeben werden. Bei einer Jouleschen Erwärmung müsste sich ein linearer Zusammenhang zwischen der Temperatur und der im Bauelement verbrauchten Leistung zeigen. Zur Überprüfung dieser Vermutung wurde eine Linienmessung entlang dem in Abbildung 6.7 (links) in die Topographieaufnahme eingezeichneten Weg durchgeführt. Diese Linienmessung wurde kontinuierlich wiederholt, während die Drain-Source-Spannung und damit die Leistung im Bauelement erhöht wurde, jedoch befand sich das Bauelement während der gesamten Messung im Sättigungsbereich.

In dem in Abbildung 6.8 dargestellten Temperaturmikrograph wurde wiederholt die Temperatur entlang einer Linie (Lage der Linie siehe Abbildung 8.7) gemessen, das Ergebnis dieser Messungen wurde zeilenweise dargestellt. Mit einer zunehmenden Spannung U_{DS} ist insbesondere in der Kanal-Region des MOSFETs ein kontinuierlicher Anstieg der Temperatur

zu beobachten. Wie aus der Darstellung des Temperaturanstiegs in Abhängigkeit der Verlustleistung entnommen werden kann, ist dieser Zusammenhang linear.

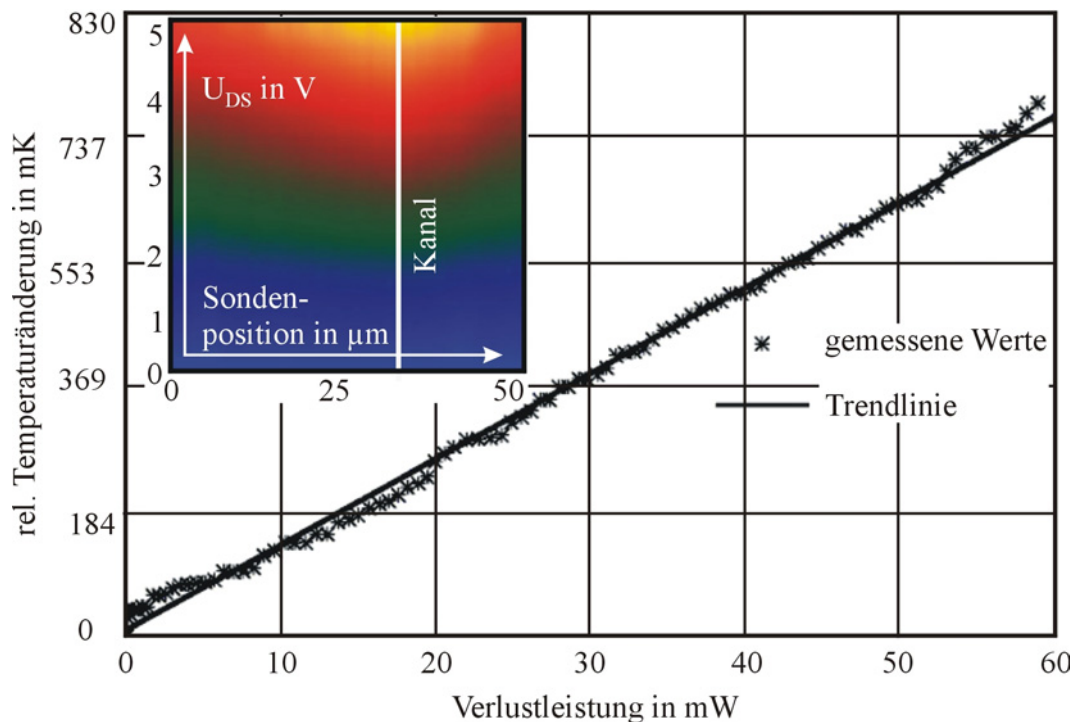


Abb. 6.8: Temperaturanstieg auf der Bauelementoberfläche in Abhängigkeit der Verlustleistung

Betrachtet man die Temperaturverteilung entlang des abefahrenen Weges im Sättigungsbereich, wie in Abbildung 6.9 dargestellt, so lässt sich das Temperaturmaximum in der Nähe des Kanals auf der Seite des Drains beobachten. Allerdings ist eine deutliche Asymmetrie der Kurve feststellen. Erklärbar ist diese Beobachtung durch die aufgrund der

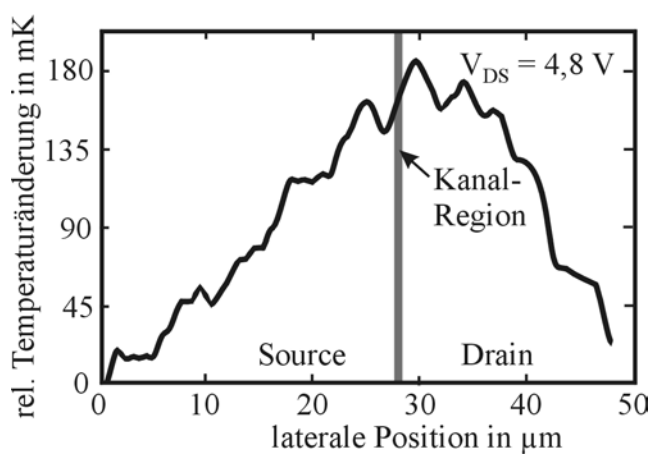


Abb. 6.9: Temperaturprofil in der Umgebung der Kanal-Region

Bauelementstruktur lokal variierenden Bedingungen für den Abtransport der generierten Wärme. So kann die in der Nähe der Drain-Metallisierung erzeugte Wärme in Folge der hohen thermischen Leitfähigkeit des Metalls rasch abgeführt werden (rechte Flanke der Kurve); einer schneller Temperaturabfall stellt sich ein. Die thermische Leitfähigkeit des polykristallinen Gates und des Halbleitersubstrats ist schlechter, die Abfuhr der Wärme ist nicht so schnell

möglich (linke Flanke des Graphen). Die vor allem auf der linken Flanke erkennbaren lokalen Minima und Maxima lassen sich über eine genauere Analyse des Topographiebildes mit Unebenheiten der Bauelementoberfläche korrelieren und sind Topographieeffekte. Es lässt sich also festhalten, dass die sich einstellende stationäre Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche nicht nur von der Lage der Wärmequellen abhängt, sondern auch von den Strukturen und sich daraus ergebenden lokalen Änderungen thermischer Eigenschaften wie der thermischen Leitfähigkeit und im Falle von dynamischen Vorgängen auch der Wärmekapazität.

6.2 Fehleranalyse an mikroelektronischen Bauelementen

Ein weit verbreitetes Einsatzgebiet thermischer Mikroskopietechniken ist die Lokalisierung von Fehlern in integrierten Schaltungen über die Detektion von Hot Spots. Fehler, die beispielsweise durch elektrische Durchbrüche aufgrund lokaler Feldüberhöhungen im Bauelement oder mangelhafte Oxidschichten in Feldeffekttransistoren verursacht werden, können einen Kurzschluss und damit höhere Verlustleistung im Bauelement bewirken. Der Anstieg der Verlustleistung resultiert in einer lokalen Temperaturerhöhung auf der Bauelementoberfläche. Standardtechniken sind die Aufnahme des vom Bauelement abgestrahlten infraroten Lichts mit einer Kombination von CCD-Kamera und optischem Mikroskop und der Einsatz von Flüssigkristallfilmen die in Abhängigkeit ihrer Temperatur lokal vom optisch transparenten in eine lichtundurchlässigen Zustand wechseln. Zur Verbesserung der Ortsauflösung wurden ähnliche Techniken wie das Fluorescent Microthermal Imaging (FMI)-Verfahren entwickelt, bei dem in Abhängigkeit der Temperatur

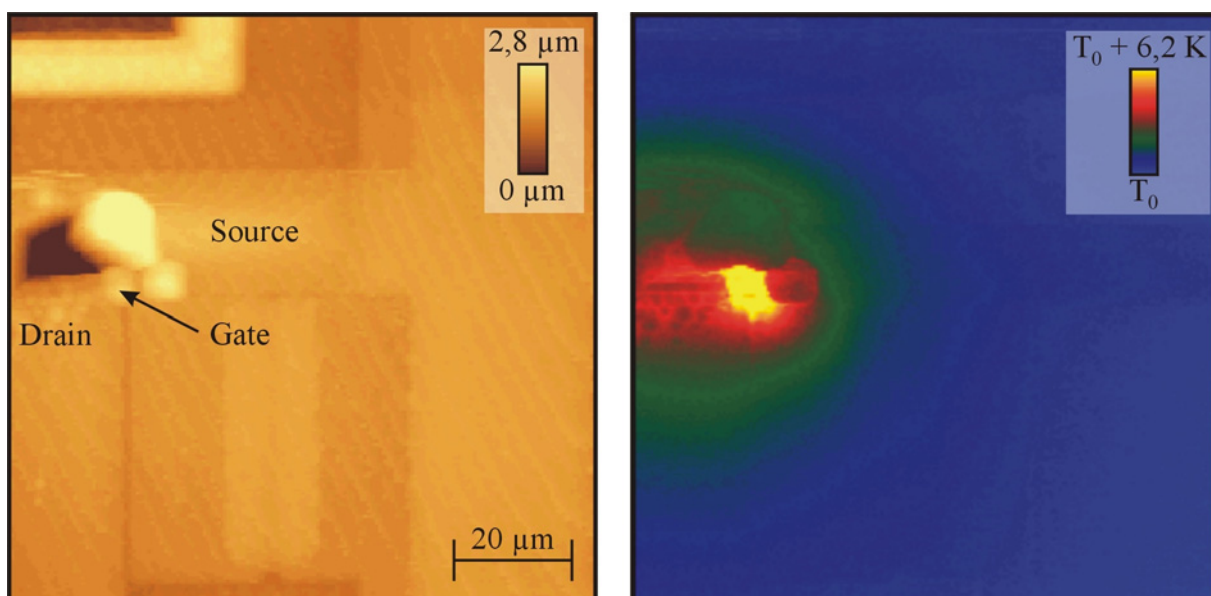


Abb. 6.10: Topographie (links) und Temperaturverteilung (rechts) des Gate-Drain Durchbruchs eines MOSFETs

durch Fluoreszenz Licht erzeugt wird [133]. Die Ortsauflösung dieser optischen Verfahren wird durch das Abbesche Beugungslimit auf etwa die Hälfte der Wellenlänge des verwendeten Lichtes beschränkt und beträgt beim FMI-Verfahren ca. $0,3 \mu\text{m}$ [10].

Das in Abbildung 6.10 dargestellte Ergebnis der Untersuchung eines n-Kanal MOSFETs demonstriert die Möglichkeit, das SThM-Messsystem zur Hot-Spot-Detektion einzusetzen. Das Bauelement wurde im Sättigungsbereich betrieben ($U_G = 3 \text{ V}$, $U_{DS} = 6,5 \text{ V}$), wobei es zu einem stark erhöhten Stromfluss zwischen Drain und Gate von 10 mA kam. Die Topographieabbildung zeigt in der linken Bildhälfte einen Hügel der durch das Aufplatzen der $1,2 \mu\text{m}$ dicken Passivierungsschicht gebildet wurde. Wie in der Temperaturverteilung deutlich erkennbar, erzeugt der hohe Leckstrom eine deutliche lokale Temperaturerhöhung von über 6 Kelvin , die unterhalb der aufgeplatzten Passivierung im Bereich zwischen Gate- und Drain-Metallisierung lokalisiert ist. Wie in Kapitel 5.1 diskutiert, hängt die bei

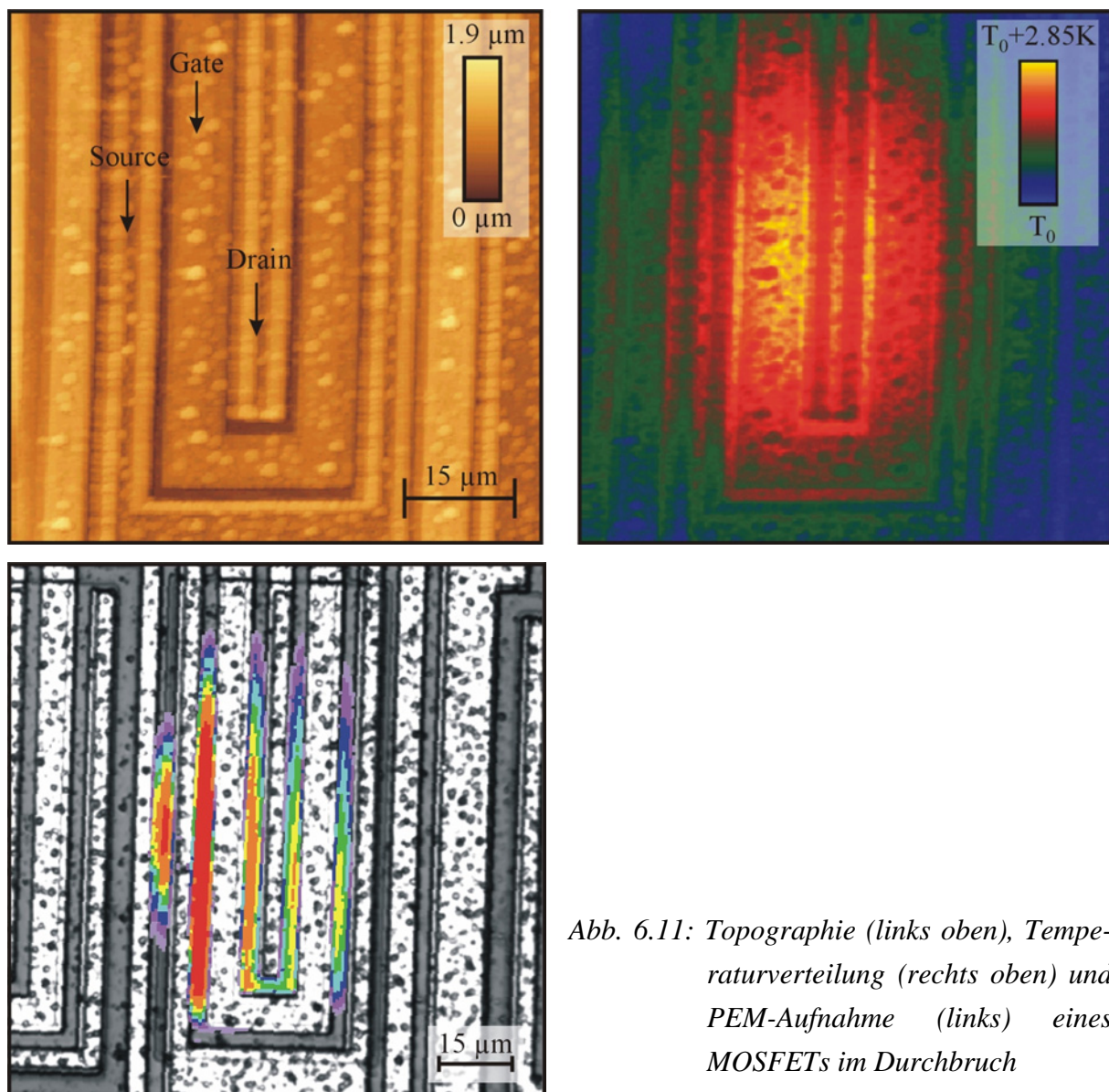


Abb. 6.11: Topographie (links oben), Temperaturverteilung (rechts oben) und PEM-Aufnahme (links) eines MOSFETs im Durchbruch

Temperaturmessungen mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop erzielbare Ortsauflösung stark von den auf der Probenoberfläche auftretenden Temperaturgradienten ab. Die noise-equivalent-spatial resolution (NESR), die durch das Verhältnis des gemessenen thermischen Rauschens zum größten Temperaturgradienten der Messung definiert ist, beträgt bei der in Abbildung 6.10 dargestellten Messung 150 nm.

Wie im vorangegangenen Kapitel 6.1 wurden auch vergleichende thermische und photoemissionsmikroskopische Messungen, hier beim Einsatz zur Fehleranalyse, durchgeführt. Abbildung 6.11 zeigt Topographie, Temperaturverteilung und die photoemissionsmikroskopische Analyse eines weiteren MOS-Feldeffekttransistors der im Durchbruchbereich betrieben wurde. Der Durchbruch im Abschnürungsbereich des Kanals auf der Drain-Seite unterhalb der Gate-Metallisierung kann in der SThM-Aufnahme lokalisiert werden. Im PEM-Bild ist die Durchbruchsregion ebenfalls sichtbar, eine genauere Bestimmung der Emissions- und damit der Fehlerquelle ist allerdings nicht möglich.

Das SThM liefert als rastersondenmikroskopische Technik Informationen der physikalischen Eigenschaften auf der Oberfläche der untersuchten Probe. Daher wird die Ortsauflösung wie bei allen SFM-Verfahren durch eine zunehmende Anzahl an Schichten über den aktiven Bauelementen moderner integrierter Schaltungen und dem daraus resultierenden größeren Abstand zur Probenoberfläche negativ beeinflusst. Weiterhin erschweren neue Gehäuseformen und -techniken wie die Verwendung des Flip-Chip Verfahrens den Zugang zur Chipvorderseite oder machen ihn gar unmöglich. Aus diesem Grund werden in der Fehleranalyse in zunehmendem Maße Untersuchungen an der präparierten Probenrückseite durchgeführt. Im Rahmen der Probenpräparation werden die Halbleiterbauelemente zunächst in Epoxy-Klebstoff eingebettet, der im getrockneten Zustand eine sehr große Härte besitzt. Der Klebstoff dient zur mechanischen Stabilisierung der Bondverbindungen vom Halbleiterbaustein zum Gehäuse, die ansonsten beim anschließenden Polierschritt in vielen Fällen beschädigt werden. Der Epoxy-Klebstoff und der Kunststoff des Gehäuses werden im nächsten Schritt auf der Substratrückseite grob abgeschliffen. Beginnend mit grober Polierpaste wurde dann das Halbleitersubstrat mit einer in der Halbleitertechnologie eingesetzten Poliermaschine abgedünnt. Um eine möglichst gute Ortsauflösung zu erreichen, ist es notwendig, das Substrat so dünn wie möglich und damit den Abstand der Sonde zu den aktiven Bereichen der Bauelemente so klein wie möglich zu machen. Dabei muss jedoch die Funktionalität der Probe erhalten bleiben. Dafür wurde zwischen den Polierschritten die Substratdicke mit einem konfokalem Rasterlasermikroskop kontrolliert. Für das Laserlicht mit einer Wellenlänge von 1152 nm ist das Siliziumsubstrat transparent, durch Verschieben des Fokuspunktes von den Metallisierungen der Vorderseite zur Substratoberfläche der Rückseite kann die Dicke des Halbleiters bestimmt werden. Mit diesem Verfahren konnten

Substratdicken von $5\ \mu\text{m}$ erreicht werden, ohne Änderungen der Bauelementefunktion in den Kennlinien zu verursachen.

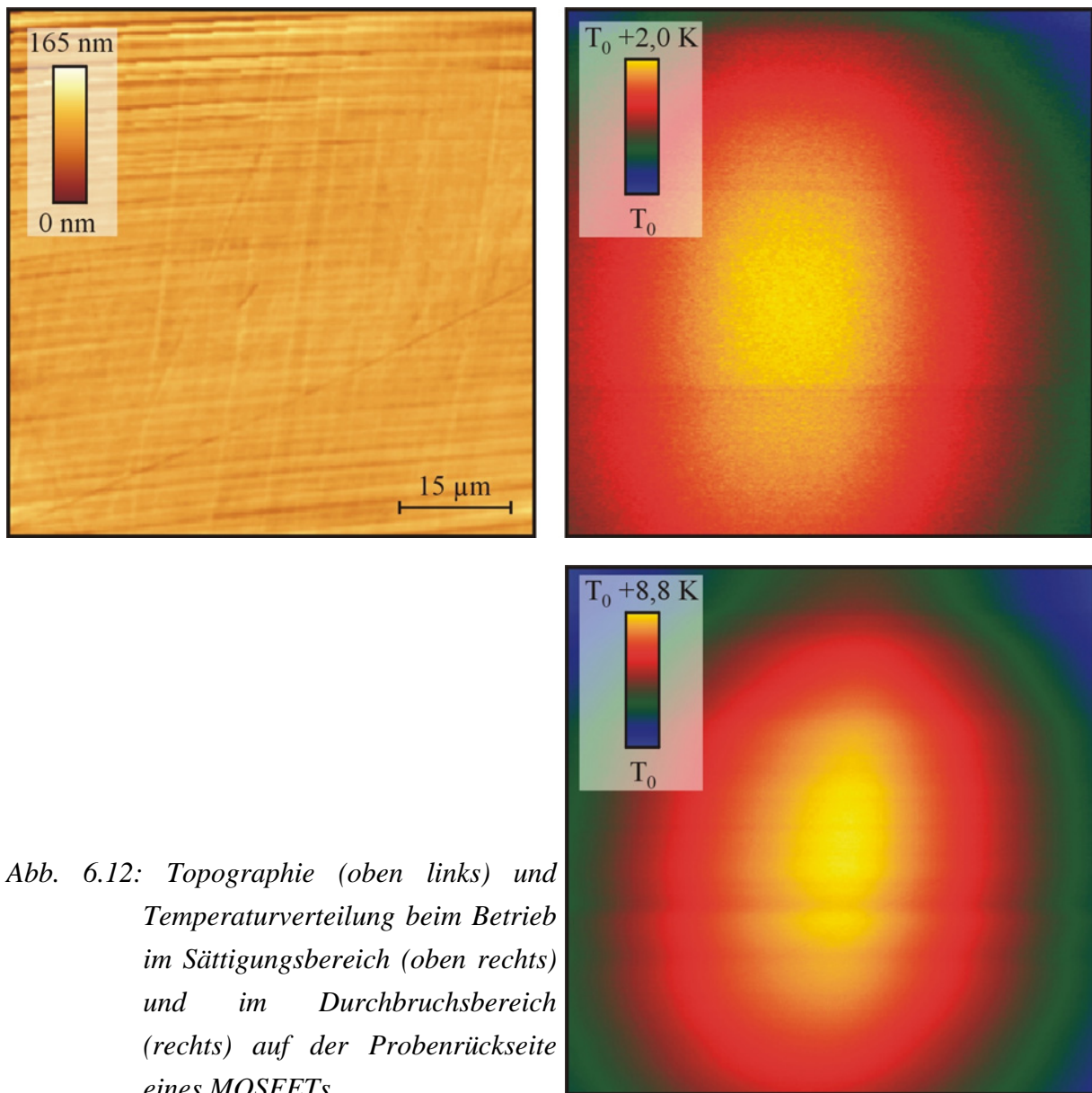


Abb. 6.12: Topographie (oben links) und Temperaturverteilung beim Betrieb im Sättigungsbereich (oben rechts) und im Durchbruchsbereich (rechts) auf der Probenrückseite eines MOSFETs

In Abbildung 6.12 ist die Topographie und die Temperaturverteilung der flachen, polierten Substratoberfläche dargestellt. Beim Wechsel der Betriebsbedingungen vom Sättigungs- in den Durchbruchsbereich steigen die Temperaturdifferenzen auf der Probenrückseite deutlich an. Zusätzlich verschiebt sich der Bereich der höchsten Temperaturen in Richtung Bildmitte. Dies lässt sich mit dem Wechsel einer homogenen Temperaturverteilung im Kanalbereich zu der Ausbildung eines Durchbruchsbereichs mit höchster Temperatur erklären. Durch den Abstand von etwa $5\ \mu\text{m}$ zwischen thermischer Sonde und Wärmequelle kommt es zu einer deutlichen Verschmierung der Temperaturverteilung auf der Bauelementrückseite. Eine Reduzierung des Abstandes durch weiteres Polieren ist jedoch eine sehr aufwendige Prozedur.

Weiterhin führt eine zu starke Abdünnung des Substrats zu einer Beeinträchtigung der Bauelementfunktionalität. Selbst wenn die Funktion nicht wesentlich beeinflusst wird, entfällt aufgrund des fehlenden Substrats die Möglichkeit des Wärmeabtransports von den aktiven Bereichen des Bauelements, und die sich einstellende Temperaturverteilung in der Halbleiterstruktur ist nicht mehr mit der tatsächlichen Situation beim Betrieb unter Normalbedingungen vergleichbar. Die Ortsauflösung des SThMs verschlechtert sich wie im in Abbildung 6.12 dargestellten Beispiel bei Temperaturmessungen an Mikrometer dicken Substraten drastisch und lässt den Einsatz der Technik für diese Art von Untersuchungen nicht sinnvoll erscheinen.

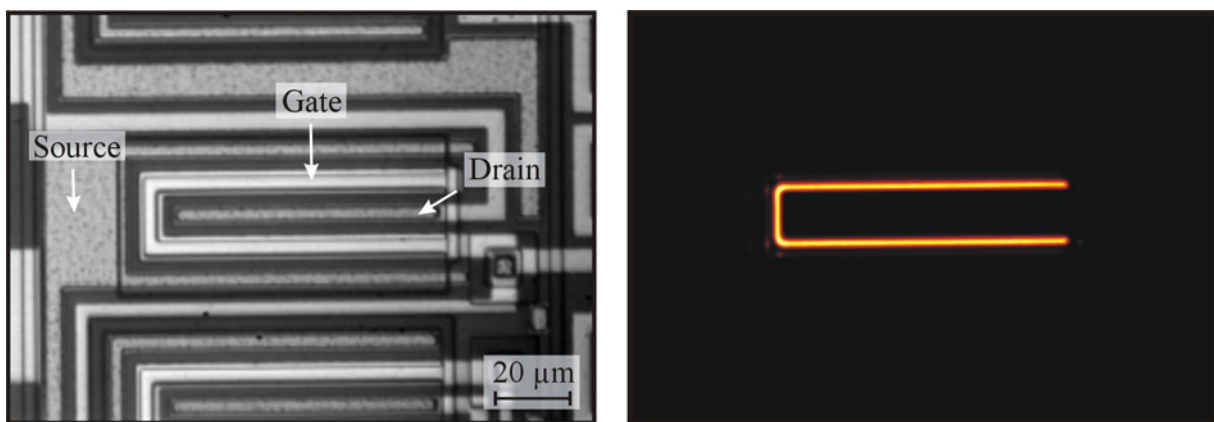


Abb. 6.13: optisches Bild (oben rechts) und photoemissionsmikroskopische Aufnahmen bei Betrieb im Sättigungsbereich (oben rechts) und im Durchbruchsbereich (rechts) eines MOSFETs von der Probenrückseite



Bei der Untersuchung mit dem PEM von der Probenrückseite wird die Quelle der Lichtemission nicht mehr durch Metallisierungen verdeckt. Der Anteil des Lichts, der auf dem Weg durch das Silizium nicht absorbiert wird kann direkt gemessen werden. Im Sättigungsbereich tritt eine homogene Lichtemission in der Kanalregion unterhalb des Gates auf (Abbildung 6.13, oben rechts). Kommt es zu einem Durchbruch (Abbildung 6.13, unten), ist eine deutliche Steigerung der Intensität in diesem Bereich des Kanals zu erkennen. Auch hier ist ein Intensitätsmaximum an der Drain-Seite des Kanals zu erkennen, wie auch in der Temperaturverteilung in Abbildung 6.11. Wie erläutert ist zur Fehlerlokalisierung mit dem

PEM ein deutlich höherer Aufwand in der Probenpräparation notwendig. Da bei der Abdünnung des Substrats ein nicht unerhebliches Risiko besteht, das Bauelement zu zerstören, ist diese Methode bei der Analyse von Fehlern, die nur bei einzelnen oder sehr wenigen Bauelementen auftreten, nicht in jedem Fall zu empfehlen.

6.3 Separation des Temperatur- und Leitfähigkeitssignals zur Vermessung kleiner Temperaturgradienten

Bei der Nutzung einer resistiven thermischen Sonde tritt aufgrund des notwendigen Stroms zur Messung des elektrischen Widerstandes der Sonde eine Beeinflussung der Temperaturmessung durch die lokale thermische Leitfähigkeit der Probe auf. Der Messstrom führt zu einer Selbsterwärmung der Sonde, die einen Wärmestrom von der Sonde in die Probe führt. Mit Hilfe des 3ω -Verfahrens ist es möglich, Temperatur- und Leitfähigkeitssignal zu trennen. Im 3ω -Anteil des Ausgangssignals der Widerstandsbrücke wirkt sich lediglich die differenzielle Widerstandsänderung dR/dT der Messsonde in Folge der in die Probe eindringenden thermischen Welle aus. Im ω -Anteil macht sich ebenfalls der absolute Widerstandswert R_{dc}^* des Heizdrahts bemerkbar. Aus diesem Grunde sind also im 3ω -Signal ausschließlich Informationen über die thermische Leitfähigkeit der Probe enthalten, während sich im ω -Anteil der Brückendiagonalspannung Informationen über die thermische Leitfähigkeit mit Informationen der Proben temperatur überlagern:

$$U(t) = U_{\omega}(T, \lambda) \cdot \sin(\omega t) - U_{3\omega}(\lambda) \cdot \sin(3\omega t) \quad (4.1)$$

Die Präsenz des thermischen Leitfähigkeitssignals im ω -Anteil und damit im zur Temperaturmessung verwendeten Signal wirkt sich negativ aus, da dieser Anteil nicht konstant ist, sondern lokal variiert. Soll beispielsweise die Temperaturverteilung einer metallischen Leiterbahn vermessen werden, so vergrößert sich der durch die Selbsterwärmung der Sonde induzierte Wärmefluss in die Probe, wenn die Sonde von dem die Metallisierung umgebenden Isolator auf die Leiterbahn wechselt. Dieser Wärmefluss ist dem Wärmefluss von der aktiv geheizten Probe in die Sonde genau entgegengesetzt gerichtet und hebt das Temperatursignal somit teilweise auf. Besonders bei der Vermessung von kleinen Temperaturunterschieden auf einer Probe macht sich dieser Effekt negativ bemerkbar.

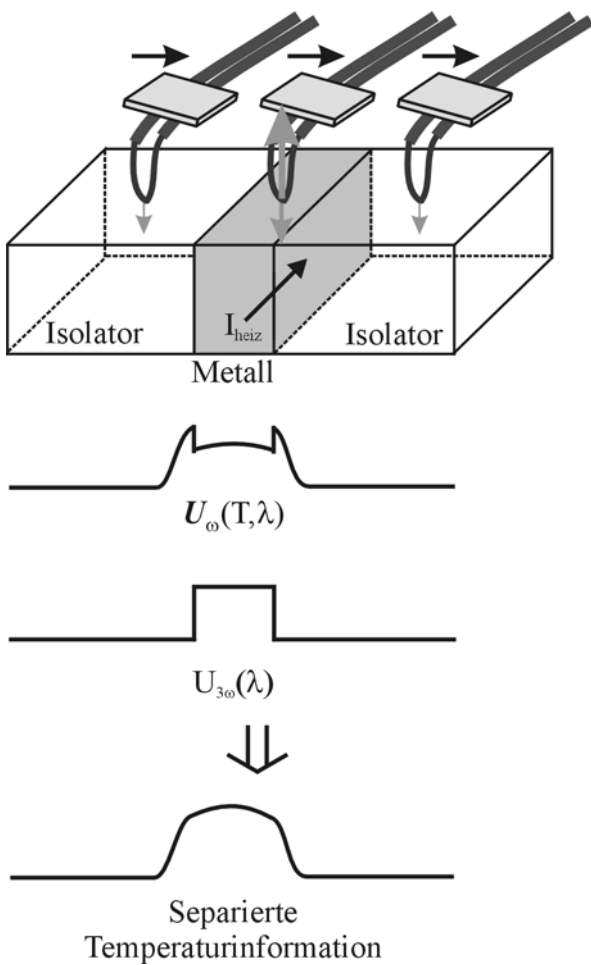


Abb. 6.14: Separation von Temperatur- und Leitfähigkeitssignal

zwischen den Leiterbahnen der Teststruktur offensichtlich größer als im bereinigten Temperaturmikrographen.

Werden jedoch sowohl ω - als auch 3ω -Anteil der Brückendiagonalspannung aufgenommen, so kann durch die Subtraktion beider Signale die Information der thermischen Leitfähigkeit der Probe entfernt und damit, wie in Abbildung 6.14 dargestellt, die Temperaturinformation separiert werden.

Neben der Reduzierung des Einflusses der thermischen Leitfähigkeit, können mit diesem Verfahren ebenfalls Topographieartefakte verringert werden. Diese Artefakte werden bei der thermischen Mikroskopie hauptsächlich durch die Änderung der effektiven Kontaktfläche zwischen Sonde und Probe bei unebener Topographie verursacht und wirken sich sowohl auf das ω - als auch auf das 3ω -Signal aus. In Abbildung 6.15 ist die Verbesserung des durch Subtraktion gewonnenen Temperatursignals deutlich zu erkennen. Sowohl in der Temperatur- als auch in der thermischen Leitfähigkeitsabbildung sind Topographieartefakte in den Gräben

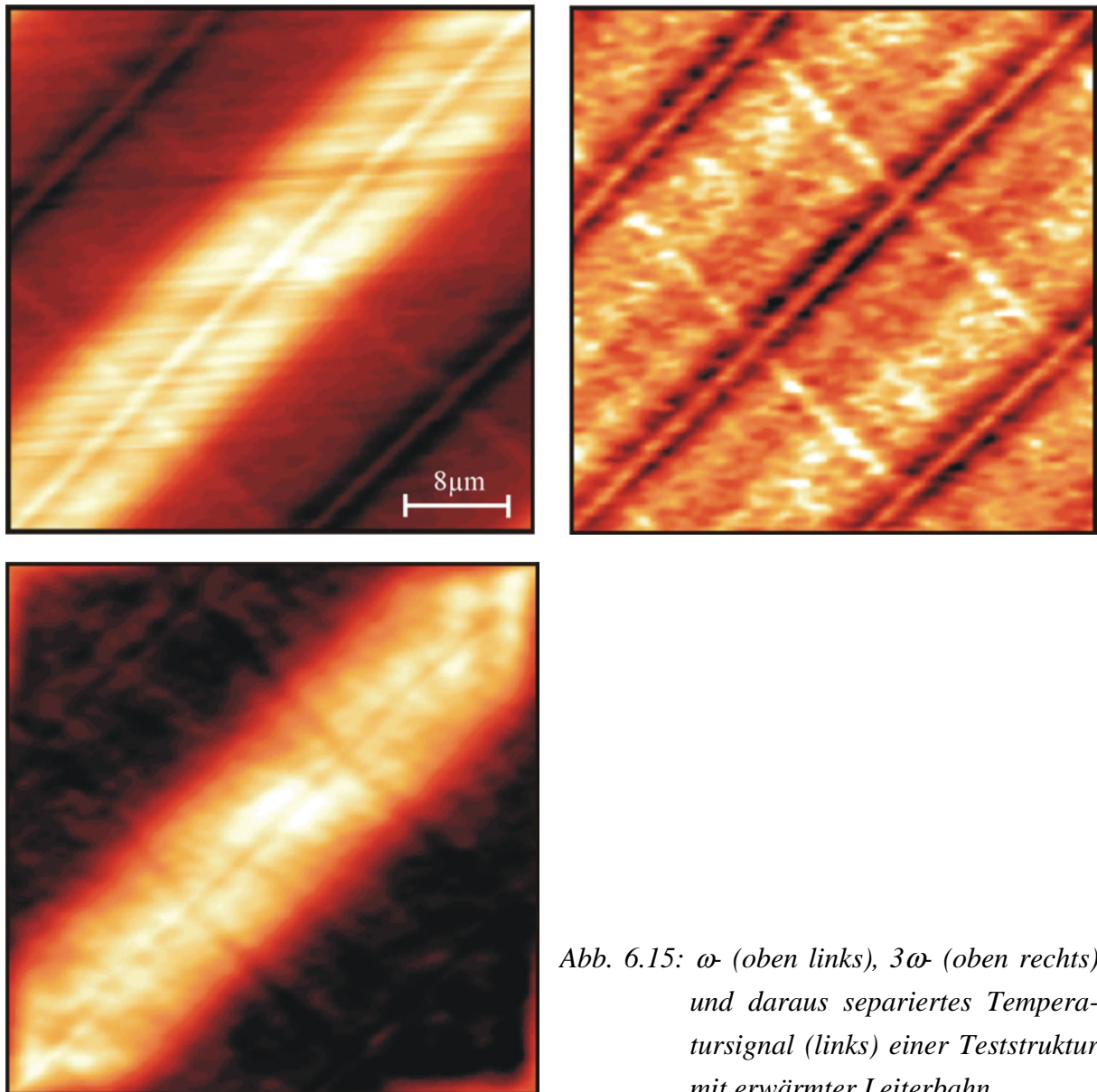


Abb. 6.15: ω (oben links), 3ω (oben rechts) und daraus separiertes Temperatursignal (links) einer Teststruktur mit erwärmter Leiterbahn

In Abbildung 6.16 ist das Ergebnis einer Temperaturmessung an einer sich verjüngenden Leiterbahn dargestellt. Dabei handelt es sich um eine ähnliche Struktur vom gleichen Testchip wie bei der in Abbildung 6.1 dargestellten Messung. Jedoch war die in der Metallisierung auftretende Verlustleistung deutlich geringer. Bei dieser Messung betrug die gesamte Verlustleistung 20 mW während bei der in Abbildung 6.1 dargestellten Messung eine Verlustleistung von 125 mW auftrat. Die Temperaturunterschiede auf der Probenoberfläche sind demzufolge geringer, sie betragen etwa 170 mK. Bei dieser kleinen Erwärmung der Probe machen sich Verunreinigungen auf der Probenoberfläche, Topographieeffekte an den Kanten der Leiterbahn sowie Unterschiede der thermischen Leitfähigkeit zwischen Metall und Halbleitermaterial bemerkbar. Bei den kurz hintereinander durchgeführten Aufnahmen von ω - und 3ω -Signal waren sowohl Größe als auch Lage der Bildaufnahmebereiche nicht exakt

gleich. Daher war eine vollständige Entfernung insbesondere der durch die Verunreinigungen der Probenoberfläche verursachten Störungen nicht möglich, jedoch ist eine deutliche Reduktion der Störungen erkennbar.

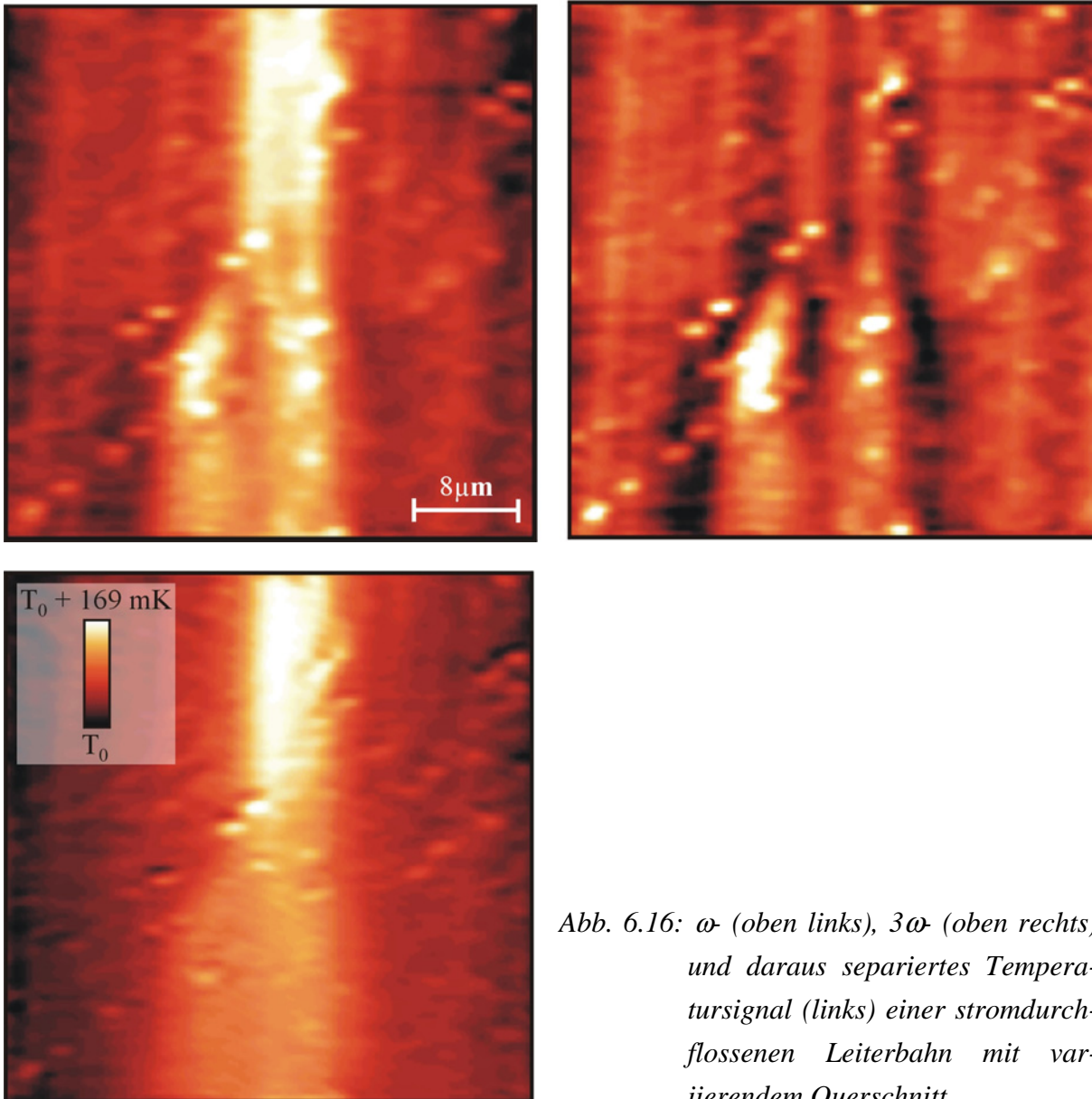


Abb. 6.16: ω (oben links), 3ω (oben rechts) und daraus separiertes Temperatursignal (links) einer stromdurchflossenen Leiterbahn mit variierendem Querschnitt

7. Thermische Charakterisierung von Leistungsbau-elementen

7.1 Apparative Anforderungen zur Analyse von Leistungsbau-elementen unter Betriebsbedingungen

Leistungselektronische Bauelemente, wie die im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Freilaufdiode eines IGBT (Insulated Gate Bipolar Transistor) und der GTO (Gate-Turn-Off Thyristor) werden bei Spannungen im Kilovoltbereich betrieben. Die durch die Bauelemente fließenden Ströme können dabei einige Kiloampere betragen. Auch wenn die bei diesen Fehleranalysen auftretenden Ströme mit lediglich einigen Milliampere klein waren, machte die notwendige Betriebsspannung von deutlich über einem Kilovolt Maßnahmen zum Schutz von beteiligten Personen und Geräten notwendig.

Zum Schutz gegen direktes Berühren der unter Spannung stehenden Teile wurde eine Abdeckung konstruiert, die das unter Betriebsspannung stehende Leistungsbau-element, den Probenhalter und als den unmittelbar über der Probe positionierten Kopf des thermischen Rasterkraftmikroskops umfasst. Die Hochspannungsversorgung verfügt über einen Ausschalter, der die Versorgungsspannung abschaltet, sobald die Abdeckung angehoben wird. Weiterhin wurde das Netzteil des Hochspannungsgenerators zur Schutztrennung über einen Trenntransformator betrieben, der Prüfling somit mit erdfreier Betriebsspannung versorgt.

Zum Schutz der Messelektronik wurden sämtliche zur Temperaturmessung erforderlichen Geräte über einen zweiten Trenntransformator versorgt, um eine völlige Potentialtrennung des gesamten Messsystems gegenüber dem Schutzleiter und dem die Probe versorgenden elektrischen Schaltkreis zu erreichen. Um bei ungewollten Überschlügen von der Probe in die Messsonde das in unmittelbarer Nähe befindliche piezoelektrische Stellelement zur Höhenregulierung gegen Überspannung zu schützen, wurden parallel zu ihm schnelle Schutzdioden angebracht. Sie begrenzen die Versorgungsspannung des Piezostellelements auf 100V, oberhalb dieser Durchbruchsspannung werden diese Dioden schlagartig sehr niederohmig, der daraus resultierende Ableitstrom wird von den Dioden getragen und verhindert die Zerstörung des Piezokristalls. Eine weitere bidirektionale Schutzdiode wurde in die Signalleitung zwischen der Messsonde und der Wheatstone-Messbrücke integriert. Diese Diode schützt die Messelektronik vor Spannungen über +/- 12V, falls trotz der Potentialtrennung durch die Berührung der Sonde mit dem Leistungsbau-element eine solche Überspannung auftreten sollte. Die Schutzelemente wurden in ein kompaktes Aluminiumgehäuse eingebaut und mit verdrillten, möglichst kurz gehaltenen Zuleitungen versehen, um unvermeidbare zusätzliche Leitungsinduktivitäten und Kapazitäten und die Einkopplung elektromagnetischer Störungen zu minimieren.

7.2 Fehleranalyse an Leistungsbau-elementen

7.2.1 Temperaturmessungen an der Freilaufdiode eines IGBTs

Bei dem zu analysierenden leistungselektronischen Bauelement handelt es sich um eine Gruppe von drei Freilaufdioden eines IGBT-Leistungsmoduls. Diese Dioden dienen dem Schutz der Ausgangsstruktur des IGBTs und werden bei einer Spannung von bis zu 1700V betrieben. In Abbildung 7.1 ist die prinzipielle Anordnung der drei parallel geschalteten Dioden und die thermographische Aufnahme einer Infrarotkamera der fehlerhaften Baugruppe dargestellt. Der Hot Spot ist deutlich erkennbar, jedoch erlaubt die Auflösung des Bildes nicht die exakte Lokalisierung des Fehlers, der oberhalb eines Bondkontaktes zu liegen scheint.

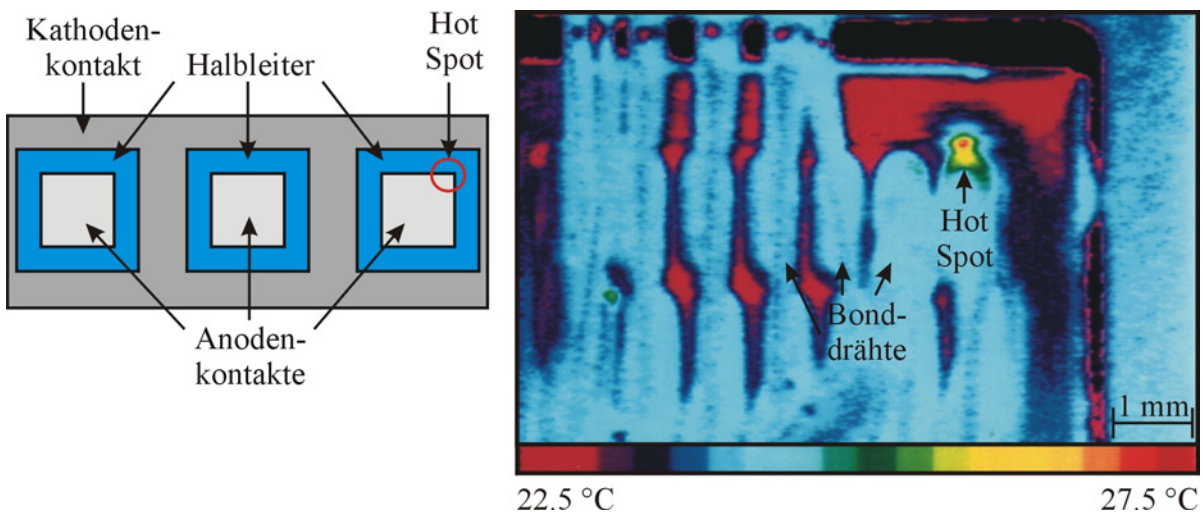


Abb. 7.1: Prinzipieller Aufbau und Infrarotaufnahme der fehlerhaften Baugruppe

Die Untersuchung des elektrischen Verhaltens zeigt einen um zwei Größenordnungen erhöhten Sperrstrom der Dioden. Zur physikalischen Charakterisierung des Fehlers wurden die thermische Sonde in dem Bereich des Hot Spots positioniert, die Versorgungsspannung abgeschaltet und die Messbrücke bei Raumtemperatur abgeglichen. Anschließend wurden die Versorgungsspannung schrittweise erhöht und die sich einstellende Temperaturänderung auf der Probenoberfläche gemessen. In Abbildung 7.2 ist die Änderung der Temperatur in Abhängigkeit der elektrischen Leistung aufgetragen.

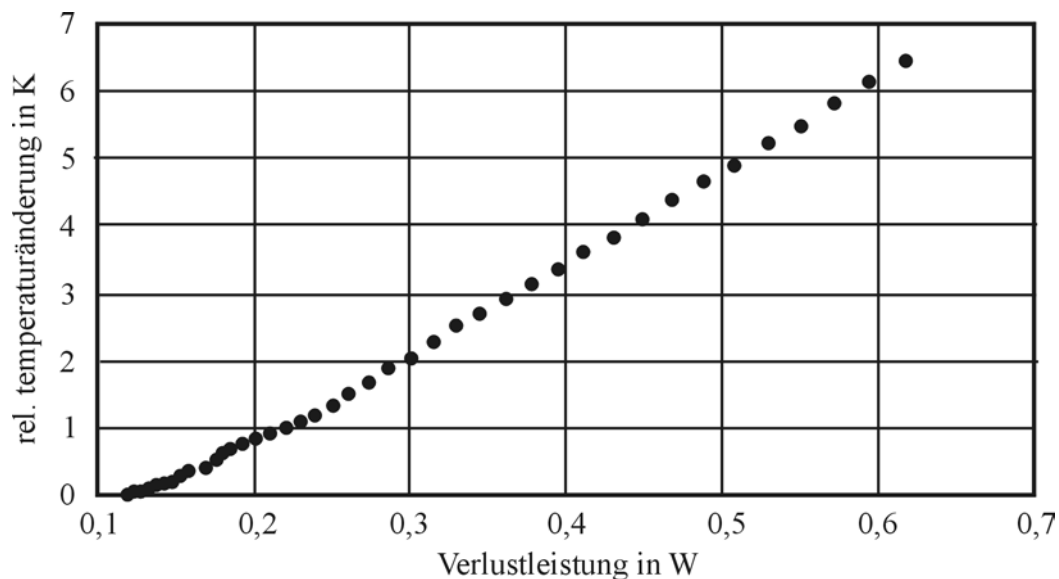


Abb. 7.2: Die Erwärmung der Probe im Bereich des Hot Spots in Abhängigkeit der Verlustleistung

Zwischen den Messwertaufnahmen liegt ein Zeitraum von zwei Minuten. Nach dieser Zeit nimmt das thermische Signal einen annähernd konstanten Wert an, und es stellt sich eine nahezu stationäre Wärmeverteilung innerhalb des Bauelements und auf dessen Oberfläche ein. Es bleibt festzuhalten, dass der Bereich einer deutlichen Temperaturänderung zwischen 1060 und 1400 V (0,12 und 0,64 Watt) liegt. Da sich hier offensichtlich ein linearer Zusammenhang zwischen Temperaturdifferenz und zugeführter Leistung einstellt, zeigt das der im Halbleiter vorhandenen Defekt zu einer Joulschen Erwärmung des Bauelements führt.

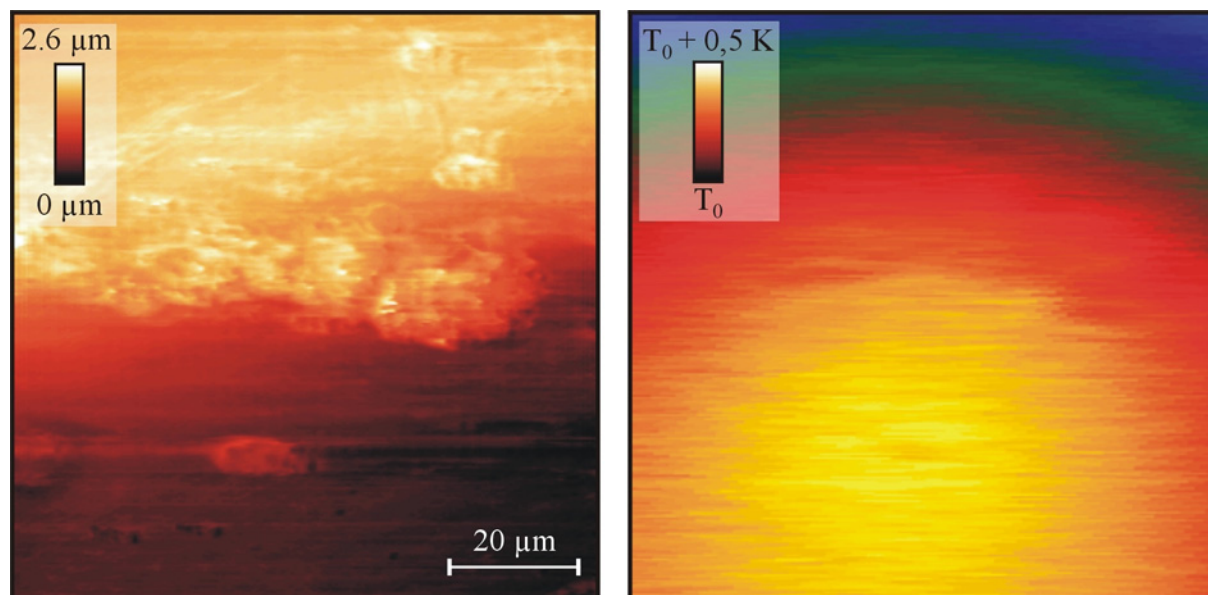


Abb. 7.3: Topgraphie (links) und Temperaturverteilung (rechts) der in Sperrrichtung betriebenen Freilaufdiode

Die Topographieaufnahme und die korrespondierten Temperaturverteilung der in Abbildung 7.3 gezeigten Messung bei Betrieb mit großer elektrischer Vorspannung im Sperrbereich erlauben eine genauere Lokalisierung des Fehlers. In der Topographieabbildung ist im oberen Bildbereich die Metallisierung der Anode zu erkennen, ungefähr 20 μm unterhalb der Kante ist eine kleine Erhebung im Halbleiterbereich erkennbar, dort befindet sich auch der wärmste Punkt auf der Probe. Der pn-Übergang der Diode ist mit einer planaren Diffusionstechnik hergestellt worden. In mit Hilfe der Planartechnologie hergestellten Leistungsbauerelementen treten an den Kanten der Strukturen besonders große elektrische Felder auf. Um die Feldstärken zu reduzieren, werden zusätzliche Metallisierungen, sogenannte potentialfreie Felddringe, verwendet. Das Design dieser Felddringe ist für die Erzielung möglichst großer Durchbruchspannungen von wesentlicher Bedeutung. Das Ergebnis dieser Untersuchung zeigt, dass der am nächsten am aktiven Übergang gelegenen Felddring der kritischste Bereich bei dem für diese Testserie verwendeten Design ist, der in diesem Fall das Auftreten von Feldern mit unzulässig hohen Feldstärken nicht verhindern konnte.

7.2.2 Thermische Leitfähigkeitsmessungen an einem GTO

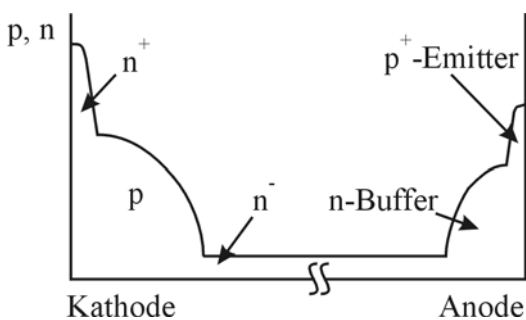


Abb. 7.4: Dotierungsprofil des untersuchten GTOs

Die hohe Ortsauflösung des SThM-Messsystems bei der Erfassung der lokalen thermischen Leitfähigkeit soll zur Fehleranalyse bei einem GTOs genutzt werden. Das Dotierungsprofil des untersuchten Bauelements ist schematisch in Abbildung 7.4 skizziert. Die n-Bufferschicht an der Anodenseite des Bauelements stellt sicher, dass die gewünschte hohe Durchbruchspannung trotz einer schmalen n-Basis erreicht werden kann [134]. Die Integration einer transparenten p^+ -Emitterschicht ermöglicht die Optimierung des Triggerstroms des Thyristors unabhängig vom Dotierungsprofil der Bufferschicht.

Wie in Voruntersuchungen festgestellt wurde, war die Vorwärtssperrspannung des GTOs deutlich geringer als die erwarteten 6,5 kV. Sie lag nahe der Durchbruchsspannung der leicht dotierten n-Basis und lässt einen Fehler in der n-Bufferschicht vermuten. Abbildung 7.5 zeigt die mit einer Infrarot-Kamera aufgenommene Temperaturverteilung der Kathoden-Region beim Betrieb mit einer Vorwärtsspannung nahe der Durchbruchsspannung. Der messbare Wellenlängenbereich der Kamera liegt zwischen 0,8 und 1,2 μm . Ein durch den Fehler verursachter Hot Spot ist im unteren Bildbereich erkennbar.

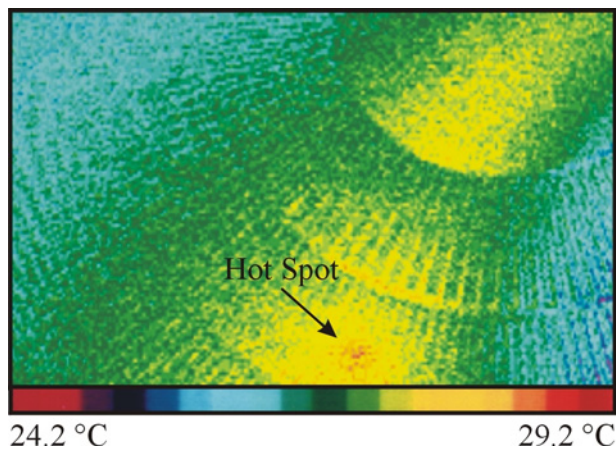


Abb. 7.5: Infrarotthermographische Aufnahme eines Teils der Kathodenfläche

Zur weiteren Lokalisierung des Fehlers wurden die Metallisierungen von der Halbleiterscheibe entfernt und anschließend der durch die Infrarotaufnahme eingegrenzte Bereich auf der Anodenseite des Bauelements mit dem SThM untersucht. Die horizontal verlaufende Vertiefung im Topographiebild von Abbildung 7.6 stellt einen kleinen Kratzer dar, der möglicherweise durch eine unvorsichtige Behandlung der Halbleiterscheibe verursacht wurde. Im thermischen Leitfähigkeitsbild ist ein ausgeprägter Bereich schlechterer thermischer Leitfähigkeit zu erkennen. Die laterale Ausdehnung beträgt wenige Mikrometer. Zur Bestimmung der absoluten thermischen Leitfähigkeit wurden nach dem 3ω -Verfahren frequenzabhängig die Amplitude des 3ω -Signals in dem Bereich der reduzierten Leitfähigkeit und auf dem in der Nähe befindlichen Gebiet aufgenommen. Die im Anschluss daran vorgenommene Referenzmessung auf Gold konnte jedoch leider nicht ausgewertet werden, da durch das Wechseln der Position der Sonde auf das Referenzmaterial die Wheatstone-Brücke verstimmt wurde und damit keine direkte Vergleichbarkeit der Messungen möglich war. Aus den Unterschieden in den Steigungen der 3ω -Signale auf dem Halbleiter konnte jedoch ein relativer Unterschied der Leitfähigkeit von 6% ermittelt werden, die für eine Modifizierung des Halbleiters durch den aufgetretenen Fehler spricht.

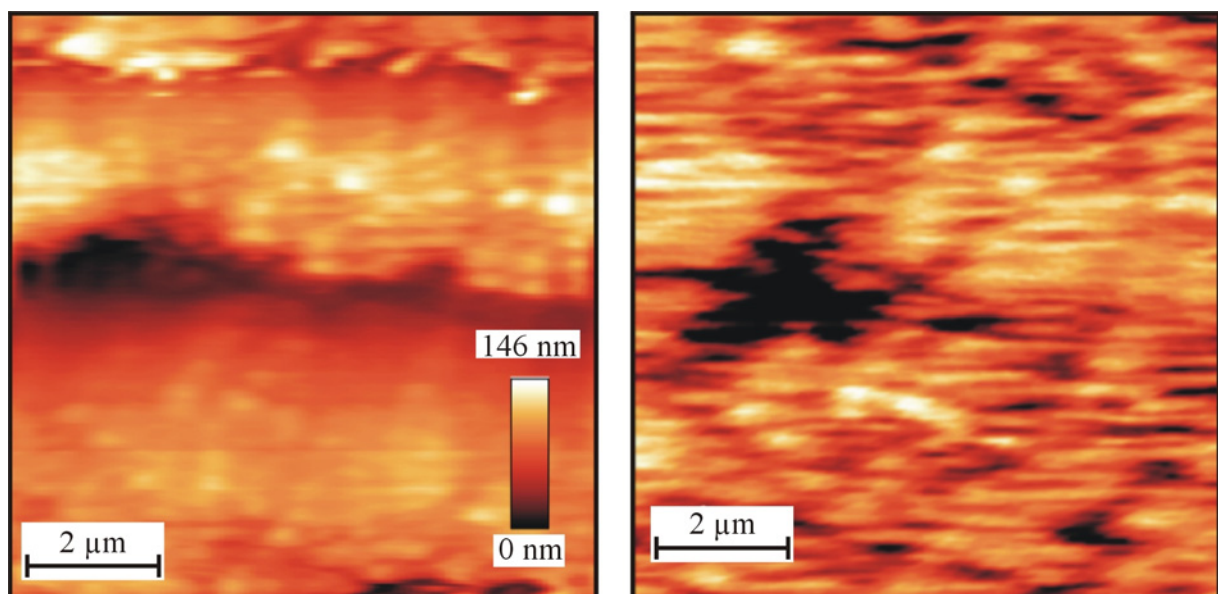


Abb. 7.6: Topographie (links) und thermische Leitfähigkeit (rechts) des GTOs (Anodenseite)

8. Messung der lokalen thermischen Leitfähigkeit an Materialsystemen

8.1 Die Charakterisierung von Komposit-Materialien und Polymersystemen

Ein weiteres Anwendungsfeld für die zweidimensionale Erfassung thermischer Eigenschaften ist die Charakterisierung von Stoffgemengen und Kompositionen zweier oder mehrerer Materialien. Die hohe Ortsauflösung des thermischen Rasterkraftmikroskops erlaubt dabei eine Unterscheidung von Stoffen aufgrund ihrer Unterschiede in der thermischen Leitfähigkeit im mikro- und nanometrischem Maßstab. Abbildung 8.1 zeigt das Ergebnis der Untersuchung einer elektrochemisch abgeschiedenen Nickelschicht mit mikroskopischen Tefloninklusionen.

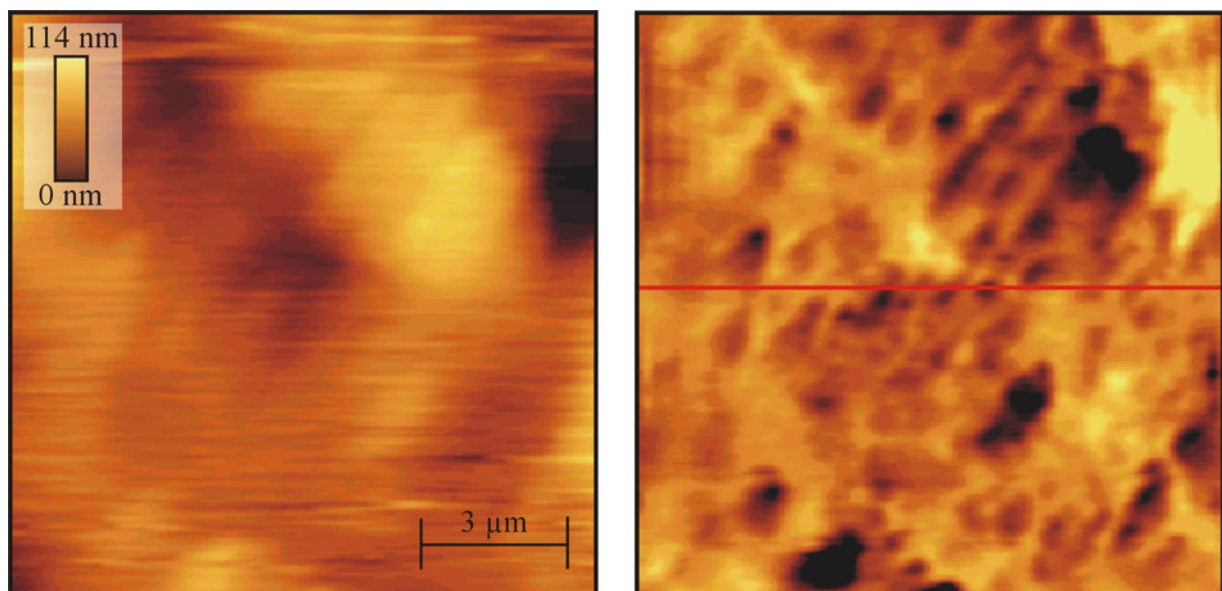


Abb. 8.1: Topographie (links) und korrespondierende thermische Leitfähigkeit (rechts) einer Nickel-/Teflonschicht

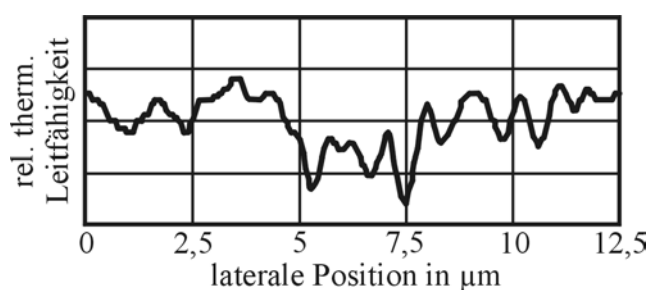


Abb. 8.2: Linienprofil der thermischen Leitfähigkeit des Teflon-Nickel-Komposits

Die Teflonkugeln wurden zur Verbesserung der Eigenschaften dieses als Gleitschicht konzipierten Komposit-Materialsystems hinzugefügt. Die unbekannte Größe, Anzahl und Verteilung der Teflonkugeln soll gemessen werden. Aufgrund der geringeren thermischen Leitfähigkeit des Teflons sind die Inklusionen im

thermischen Mikrographen deutlich vom umgebenden Nickel zu unterscheiden, während sie

im Topographiebild nicht erkennbar sind. Die Größe der Teflonpartikel wurde durch Linienmessungen bestimmt und liegt zwischen 500 nm und einigen Mikrometern (siehe Abbildung 8.2). Das Linienprofil zeigt die thermische Leitfähigkeit an der in Abbildung 8.1 rot eingezeichneten Zeile. In dieser Aufnahme sind kleinste Strukturgrößen von unter 200 nm erkennbar.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereichs „Elementarreibereignisse“ sollen an der Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung Bremssteine mit dem thermischen Rastersondenmikroskop charakterisiert werden. In einer Vorabuntersuchung wurde ein Modellbremsstein, der aus einer Komposition von Phenolharz, Antimontrisulfid und Kautschuk besteht, analysiert (siehe Abbildung 8.3).

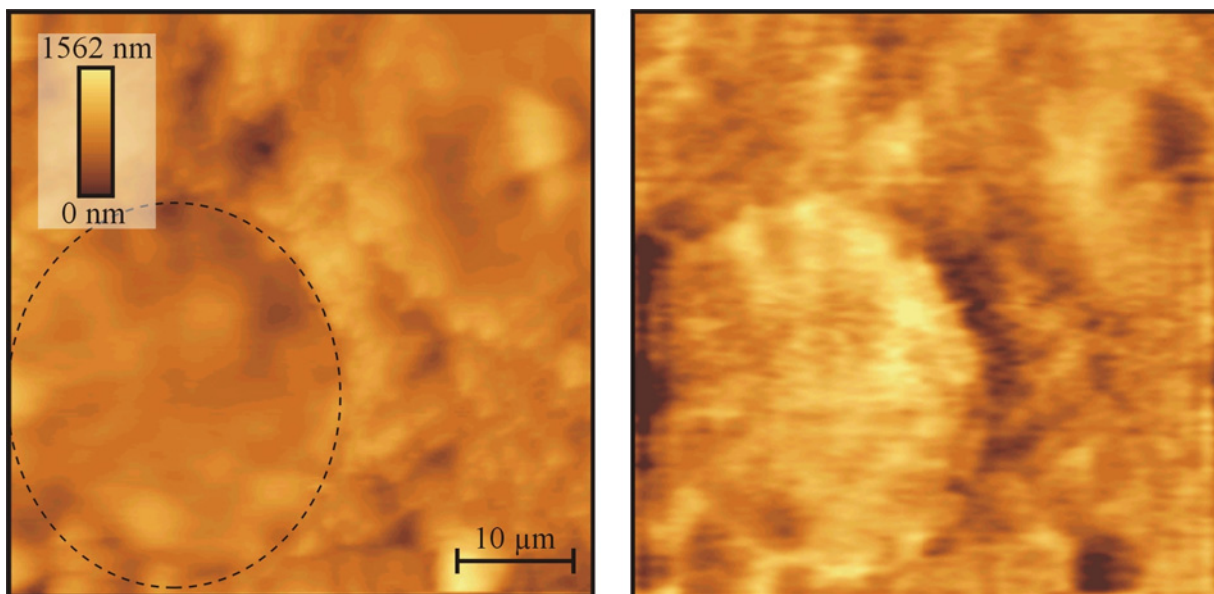


Abb. 8.3: Topographie (links) und korrespondierende thermische Leitfähigkeit eines Modellbremssteins zur Untersuchung von Reibereignissen

Die im linken Bildbereich der Topographieabbildung zu erkennende runde Kautschukstruktur (verdeutlicht durch die gestrichelte Linie) weist eine relativ höhere thermische Leitfähigkeit als das Antimontrisulfid auf, welches im Randbereich um das Kautschuk lokalisiert ist. Das Antimontrisulfid besitzt auch im Vergleich zum Phenolharz als Bindekomponente die schlechteste thermische Leitfähigkeit. Da die Probe – trotz eines vor der Untersuchung durchgeführten Polierschritts – eine relativ unebene Oberfläche besitzt, sind in dem Leitfähigkeitsmikrograph Topographieartefakte enthalten.

Polymersysteme sind Gegenstand ausführlicher Untersuchungen mit dem thermischen Rasterkraftmikroskop. Wie in Kapitel 3.2 näher erläutert, wurden mit dieser Technik nicht nur

lokale Unterschiede in der thermischen Leitfähigkeit in Polymergemischen nachgewiesen, es wurden ebenfalls Verfahren entwickelt, mit denen sich lokal thermomechanische und kalorimetrische Analysen durchführen lassen [5]. Bei den untersuchten Proben handelte es sich in der Regel um Gemische mikroskopischer Partikel, deren Lage zunächst durch eine dreidimensionale Abbildung bestimmt und deren Eigenschaften im Vergleich zueinander oder zum umgebenden Material lokal bestimmt wurden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Core/Shell Polymersystem untersucht, welches als Basisprodukt für Farben und Lacke verwendet wird. Dabei handelt es sich um ein System aus einem Kern mit hohem und einer Hülle mit niedrigerem Glaspunkt. Aufgrund ihres höheren Glaspunktes ist zu erwarten, dass die Polymerkerne eine geringere thermische Leitfähigkeit als das Hüllenmaterial besitzen. Nach dem Auftragen eines dünnen Films und dem anschließenden Trocknen des in Wasser gelösten Produkts wird die Probe über die Glasktemperatur des Hüllenpolymers erhitzt. Die Hüllen schmelzen und bilden eine homogene Schicht, während die Kerne zur mechanischen Stabilisierung der Farbe beitragen. Abbildung 8.4 zeigt das Ergebnis der thermischen Untersuchung der Schicht.

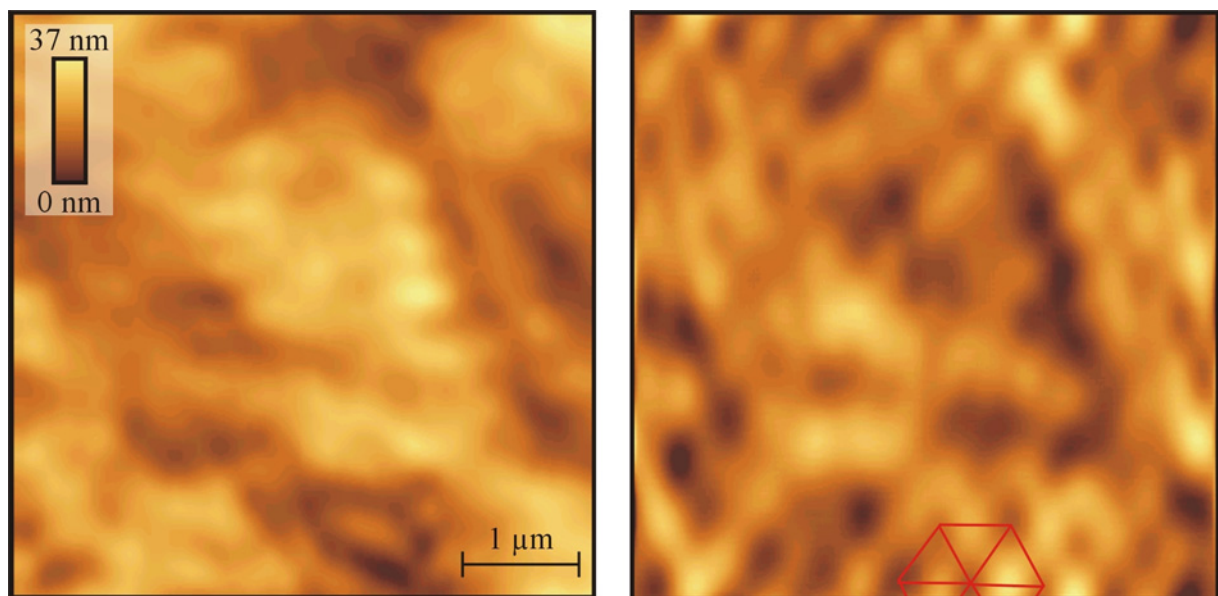


Abb. 8.4: Topographie (links) und thermische Leitfähigkeit (rechts) eines Core/Shell-Polymersystems

Die Topographieabbildung zeigt eine recht glatte Oberfläche mit Höhenunterschieden von lediglich 37 nm. Im Mikrographen der thermischen Leitfähigkeit ist aufgrund ihrer niedrigeren thermischen Leitfähigkeit klar die hexagonale Anordnung der Polymerkerne in dichtester Kugelpackung zu erkennen. Der Durchmesser der Kerne beträgt 300 nm und entspricht dem erwarteten Wert des Herstellers. Aufgrund der hohen Ortsauflösung und der

großen Empfindlichkeit gelang mit dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Messaufbaus erstmals die Abbildung eines solchen Materialssystems.

8.2 Quantitative Erfassung der lokalen thermischen Leitfähigkeit

8.2.1 Vermessung von CVD-Diamantfilmen

Erste quantitative Analysen der thermischen Leitfähigkeit wurden an synthetisch mit dem CVD-Verfahren hergestellten Filmen aus Diamant durchgeführt. Diamant ist aufgrund seiner hervorragenden Eigenschaften ein Materialsystem mit breitem Anwendungsspektrum. Er wird wegen seiner sehr guten elektronischen Eigenschaften zur Realisierung sehr schneller Bauelemente verwendet; ebenso existieren bereits Aktuatoren und, da chemisch resistent, Sensoren aus Diamant. Die herausragend hohe thermische Leitfähigkeit macht Diamant auch als Wärmesenke und als Fenstermaterial für Hochleistungslaser sehr interessant. Da die mikroskopische Struktur der Diamantschichten einen großen Einfluss auf ihre Eigenschaften hat, spielen ortsaufgelöste Messverfahren, wie beispielsweise Kathodolumineszenzuntersuchungen, eine große Rolle [135]. Gerade bei Anwendungen, die auf der hohen thermischen Leitfähigkeit von Diamant beruhen, stößt daher die ortsaufgelöste Bestimmung dieser Eigenschaft auf großes Interesse.

Zur ortsaufgelösten, quantitativen Aufnahme der thermischen Leitfähigkeit sind drei Schritte notwendig. Im ersten Schritt werden simultan Topographie und ein qualitatives Bild der

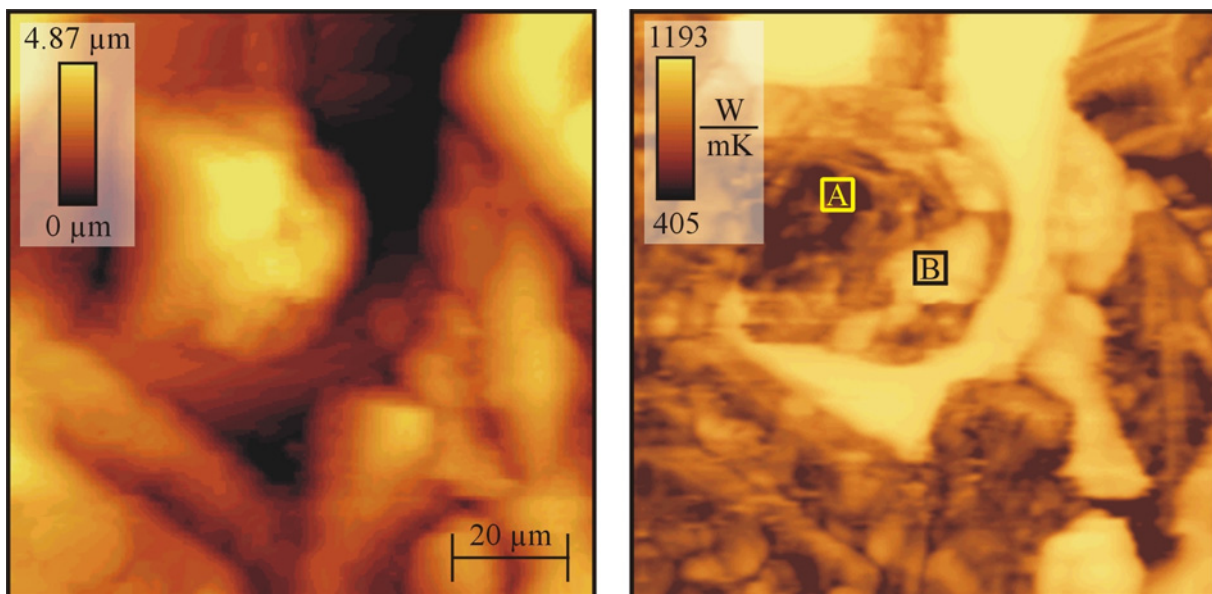


Abb. 8.5: Topographie (links) und absolute thermische Leitfähigkeit (rechts) eines CVD-Diamantfilms

thermischen Leitfähigkeit des gewünschten Ausschnitts der Probe aufgenommen (siehe Abbildung 8.5). Anders als bei dem herkömmlichen Verfahren wird allerdings schon das 3ω -Signal als Information der thermischen Leitfähigkeit genutzt, welches sich bei ungeheizten Proben qualitativ nicht vom ω -Signal unterscheidet, da keine Temperaturunterschiede auf der Probenoberfläche vorhanden sind (siehe auch Kapitel 5 und 6). Da das Signal proportional zum Kehrwert der thermischen Leitfähigkeit ist, wird das Bild invertiert dargestellt, damit wie gewohnt Bereiche höherer Leitfähigkeit heller erscheinen als Regionen mit schlechterer Leitfähigkeit.

Im zweiten Schritt werden mit Hilfe des zuvor erstellten Mikrographen zwei Stellen der Probe angefahren, an denen sich die thermische Leitfähigkeit deutlich voneinander unterscheidet, dort wird lokal das 3ω -Signal in Abhängigkeit der Frequenz des Heizstroms aufgenommen. In einem dritten Schritt wird die Sonde, ohne die Balance der Wheatstone-Brücke zu verändern, auf das Referenzmaterial aufgesetzt und eine Referenzmessung durchgeführt. Die Referenzmessung, in der Regel an einer Probe aus reinem Gold, wird zunächst zur Berechnung der Korrekturfunktion verwendet, die korrigierten Werte werden im logarithmischen Diagramm gemeinsam mit dem ermittelten Regressionskoeffizient aufgetragen. Anschließend werden über das Verhältnis der Steigungen zum Referenzmaterial die absoluten Werte der thermischen Leitfähigkeit an den beiden auf der Probe ermittelten Stellen berechnet (siehe Abbildung 8.6).

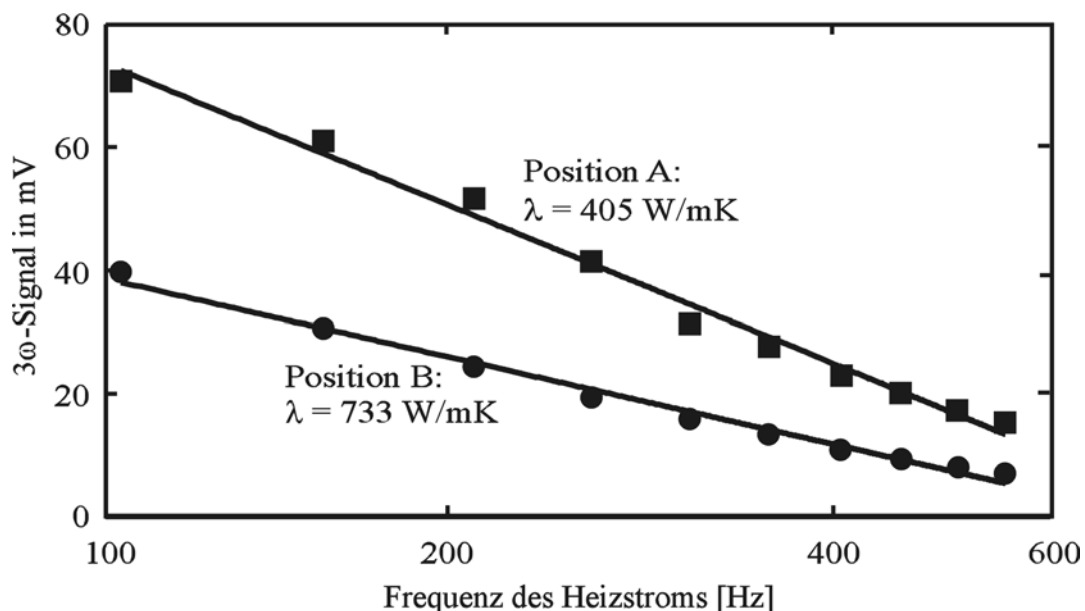


Abb. 8.6: Bestimmung der quantitativen thermischen Leitfähigkeit an zwei Stellen des in Abbildung 8.5 dargestellten CVD-Diamantfilms

Die so bestimmten Werte für die thermische Leitfähigkeit werden zur Kalibrierung des qualitativen Bildes verwendet, die Farbskala in Abbildung 8.5 kann also benutzt werden, um an jeder Stelle des Bildes den absoluten Wert der dortigen thermischen Leitfähigkeit zu ermitteln. In Abbildung 8.5 sind innerhalb des Kornes zwischen den Stellen A und B große Variationen der thermischen Leitfähigkeit im Bereich von 400 und 750 W/mK erkennbar. Dieser Wert liegt deutlich unterhalb der thermischen Leitfähigkeit von Naturdiamant, der bis zu 2000 W/mK betragen kann [135]. In einzelnen Kristallen, wie beispielsweise in dem in der unteren rechten Ecke erkennbaren, ist die Leitfähigkeit mit fast 1200 W/mK deutlich besser, dies deutet auf eine bessere Qualität des Diamanten an dieser Stelle hin.

8.2.2 Analyse von dotierten und undotierten Halbleitermaterialien

In Kapitel 6.2 wurde bereits die Einsatzfähigkeit des SThM-Systems zur Lokalisierung von Inhomogenitäten in Halbleiterbauelementen demonstriert. Da die Anzahl der freien Ladungsträger von der Dotierstoffkonzentration in einem Halbleiter abhängt und diese freien Ladungsträger zum Wärmetransport beitragen, besteht ein Zusammenhang zwischen der thermischen Leitfähigkeit und der Dotierung des Halbleiters, der bereits mit dem SThM nachgewiesen werden konnte [80]. Über die quantitative Messung der thermischen Leitfähigkeit ist eine genauere Analyse des Wärmetransports in Halbleiterschichten und Bauelementen und gegebenenfalls die Bestimmung der Dotierstoffkonzentration möglich. In ersten Messungen wurde ein Übergang von undotiertem Silizium zu n-dotiertem Silizium untersucht (siehe Abbildung 8.7.)

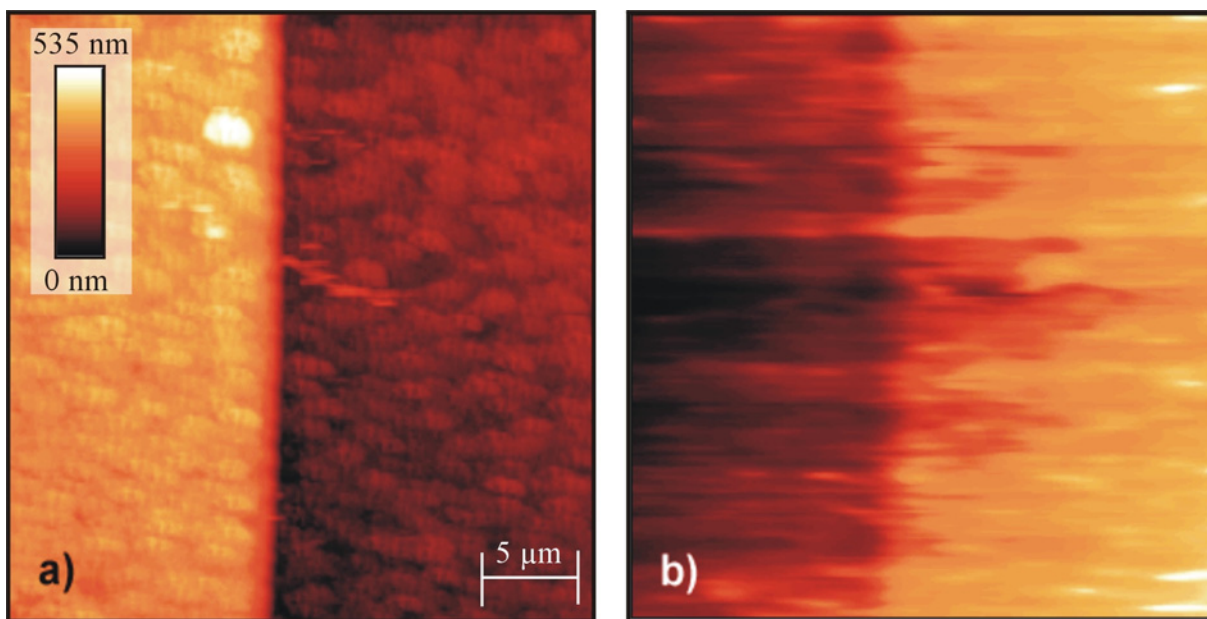


Abb. 8.7: Topographie (links) und thermische Leitfähigkeit (rechts) eines Übergangs von undotiertem zu n-dotiertem Silizium

Die Stufe in der Topographie ist durch den Dotierungsprozess des Materials bedingt, auf der topographisch höher gelegenen linken Seite befindet sich das undotierte Material, in der rechten Bildhälfte befindet sich der n-dotierte Halbleiter. Wie erwartet, weist der dotierte Halbleiter eine deutlich höhere thermische Leitfähigkeit auf. Zur Quantifizierung der Messung wurden auf dem undotierten, dem n-dotierten Silizium und auf einer Referenzprobe aus Gold der Frequenzgang des 3ω -Signal aufgenommen.

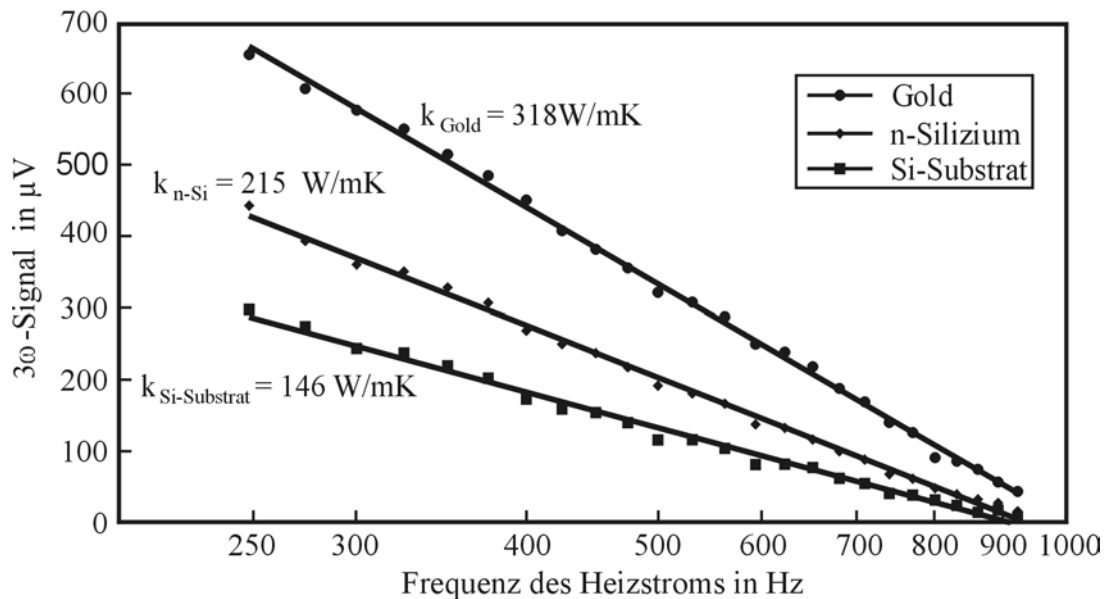


Abb. 8.8: Messung der thermischen Leitfähigkeit auf undotiertem und n-dotiertem Silizium

Die aus dem Verhältnis zur Steigung des Frequenzgangs auf Gold ermittelte thermische Leitfähigkeit des undotierten Siliziums stimmt sehr gut mit dem in der Literatur angegebenen Wert von 145 W/mK überein [137]. Die thermische Leitfähigkeit des n-dotierten Materials ist mit 215 W/mK deutlich höher; leider konnte die Dotierstoffkonzentration bei dem verwendeten Testchip nicht in Erfahrung gebracht werden. Rückschlüsse auf den Zusammenhang zwischen thermischer Leitfähigkeit und Dotierstoffkonzentration konnten daher nicht gezogen werden.

Die thermische Leitfähigkeit eines Halbleiters wird neben den freien Ladungsträgern wesentlich durch Phononenwechselwirkungen des Kristallgitters bestimmt [138]. Fehler und Verunreinigungen, und im besonderen auch die Art des Dotierstoffs, haben dabei einen großen Einfluss auf die thermische Leitfähigkeit des Materials [139, 140]. Ebenso werden vermutlich der Dotierungsprozess und die Prozessparameter die Kristallstruktur und damit die thermische Leitfähigkeit beeinflussen. Dem Autor sind keine Modelle und analytischen Verfahren bekannt, mit deren Hilfe sich die thermische Leitfähigkeit in Abhängigkeit der oben genannten Parameter rechnerisch bestimmen lässt. Um also Rückschlüsse von der

gemessenen thermischen Leitfähigkeit auf die Dotierstoffkonzentration ziehen zu können, sind weitere Untersuchungen an Proben mit bekannter Dotierstoffkonzentration, Dotierstoffart und Dotierungsprozess notwendig.

Erste Messungen zur Untersuchung dieses Zusammenhangs wurden an einem Siliziumsubstrat mit sich alle $3 \mu\text{m}$ schrittweise ändernder Bor-Konzentration vorgenommen. Die lokale Dotierstoffkonzentration der im Querschnitt betrachteten Probe wurde mit Hilfe des SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy)-Verfahrens bestimmt. Das Linienprofil der thermischen Leitfähigkeitsmessung ist zusammen mit dem Ergebnis der mit der Probe mitgelieferten SIMS-Daten in Abbildung 8.9. dargestellt.

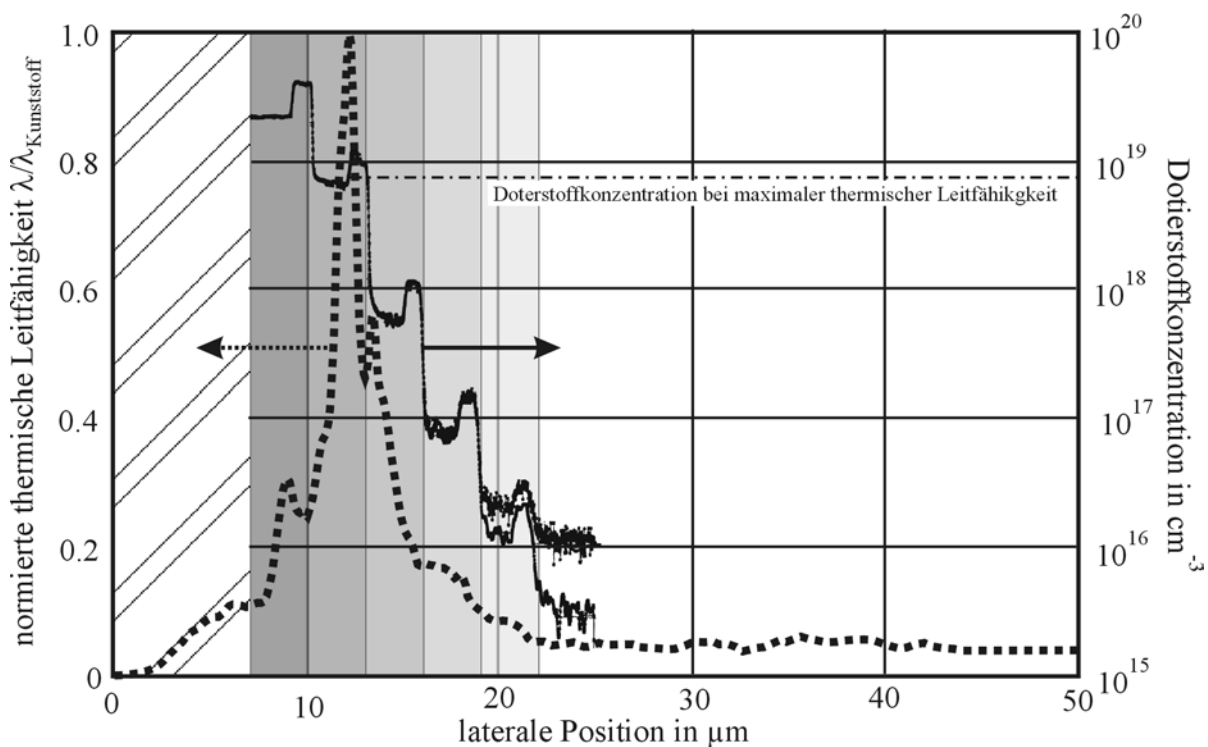


Abb. 8.9: Thermische Leitfähigkeit (gestrichelte Linie) und Dotierstoffkonzentration einer Teststruktur mit Dotierungsprofil

Das 3ω -Signal wurde zunächst auf die thermische Leitfähigkeit des Kunststoffs, in den die Probe zur Erleichterung der Präparation eingegossen ist, normiert; von dem normierten Signal wurde anschließend der Kehrwert gebildet. Der Abbildung der thermischen Leitfähigkeiten und der Dotierstoffkonzentration wurde eine schematische Skizze der Schichtstrukturen der Probe unterlegt. Der Bereich der ersten $7 \mu\text{m}$ besteht aus Kunststoff, es folgt die Schichtstruktur aus $3 \mu\text{m}$ breiten Stufen unterschiedlicher Dotierstoffkonzentration. Nach $21 \mu\text{m}$ schließt sich der Bereich des undotierten Siliziumsubstrats an. Es lässt sich erkennen, dass die thermische Leitfähigkeit ein Maximum bei einer Dotierstoffkonzentration von etwa $6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ aufweist. Weiterhin lassen sich bei kleinen Dotierstoffkonzentrationen den

Plateaubereichen der SIMS-Messung ebenfalls Plateaus im Linienprofil der thermischen Leitfähigkeitsmessung zuordnen. Auffallend ist weiterhin die Tatsache, dass für hohe Dotierstoffkonzentrationen den lokalen Maxima innerhalb einer Dotierstufe ein lokales Minimum der thermischen Leitfähigkeit zugeordnet werden kann. Dies ist bei niedrigen Dotierstoffkonzentrationen nicht der Fall. Dieses Verhalten, ebenso wie die Abnahme der thermischen Leitfähigkeit bei Konzentrationen über $6 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ hinaus, könnte durch eine reduzierte Wärmeleitung durch Phononen aufgrund zunehmender Gitterstörungen erklärt werden. Aus der Messung kann der Wert, ab dem die zunehmende Gitterstörungen dominieren und es dadurch bei weiterer Erhöhung der Dotierstoffkonzentration zu einer Reduzierung der thermischen Leitfähigkeit kommt, auf den Bereich zwischen 10^{18} und 10^{19} cm^{-3} eingegrenzt werden.

Die oben beschriebene Messung wurde ebenfalls an Dotierstoffprofilen aus mit Phosphor dotiertem Silizium durchgeführt. Auch in diesem Fall konnte ein Anstieg der thermischen Leitfähigkeit mit zunehmender Dotierstoffkonzentration festgestellt werden. Jenseits eines Grenzwertes kam es bei höherer Konzentration auch hier zu einer Verschlechterung der thermischen Leitfähigkeit. Der Wert für die Dotierstoffkonzentration mit maximaler thermischer Leitfähigkeit lag mit 10^{19} cm^{-3} im gleichen Bereich wie bei der Bor-dotierten Probe. Für ein genaueres Verständnis der Zusammenhänge zwischen Dotierstoffkonzentration und thermischer Leitfähigkeit sind nach den hier vorgestellten Voruntersuchungen weitere Arbeiten notwendig. Um unbekanntes Proben über die thermische Leitfähigkeit Dotierstoffkonzentrationen zuweisen zu können, erscheinen aufgrund mangelnder theoretischer Modelle und einer daraus resultierenden schlechten Vorhersagbarkeit dieses Zusammenhanges Kalibrierungsmessung unumgänglich.

9. Entwicklung weiterer Sondenkonzepte und ihre Realisierung

Die erreichbare Auflösung des Systems ist im großen Maße von den Eigenschaften der eingesetzten thermischen Sonde abhängig. Zur weiteren Steigerung der Leistungsfähigkeit des thermischen Rasterkraftmikroskops wurden daher neue Konzepte zur Realisierung eines verbesserten thermischen Sensors entwickelt. Durch die Verkleinerung der geometrischen Abmessung und die Verbesserung des Aspektverhältnisses des Sensors soll eine Steigerung der Ortsauflösung bei der Abbildung der Proben topographie erzielt werden. Ebenfalls wird eine Verbesserung der mechanischen Stabilität der Sonde angestrebt, da diese zu einer leichteren Handhabung und einen robusten Betrieb dieser Technik beiträgt.

Mit Hilfe einer neu entwickelten thermischen Sonde soll ebenfalls sowohl eine Steigerung der Empfindlichkeit bei der Messung von Temperaturverteilungen und der lokalen thermischen Leitfähigkeit als auch eine Verbesserung des Zeitverhaltens erzielt werden. Mit einer Sonde, die in der Lage ist, Temperaturänderungen in kürzerer Zeit zu folgen, läßt sich eine Steigerung der Meßgeschwindigkeit und damit eine Reduzierung der Aufnahmezeit einer thermischen Abbildung erreichen.

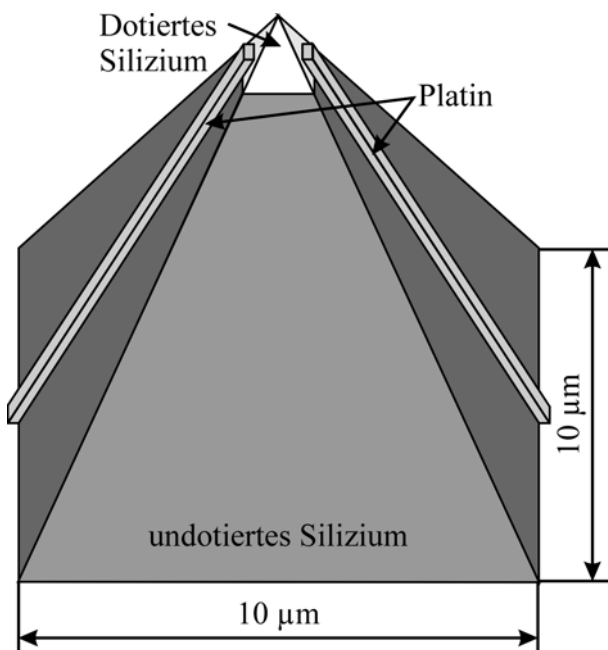
Die Herstellung von neuen Sondenprototypen ist sehr zeitaufwendig und mit großem finanziellen und technologischem Aufwand verbunden. Aufgrund der hohen Komplexität dieser Sonden ist eine analytische Berechnung der Sondereigenschaften nicht möglich. Mit Hilfe von Simulationsrechnungen nach der Finite Elemente Methode können aber die physikalischen Eigenschaften der im Computer modellierten Sondenkonzepte ermittelt werden. Dies erlaubt die Überprüfung der Leistungsfähigkeit der Konzepte bereits vor ihrer technischen Realisation.

9.1 Konzeption und Simulation einer resistiven thermischen Sonde mit Siliziumsensor

9.1.1 Geometrie und Aufbau der Sonde

Die Geometrie der Sonde ähnelt den Abmaßen kommerziell erhältlicher Standardsonden für die Rasterkraftmikroskopie. Der Hebelarm besitzt eine Länge von 125 μm , eine Breite von 30 μm und eine Dicke von 4 μm . Die daraus resultierende Federkonstante beträgt ca. 35 N/m und erlaubt einen stabilen Betrieb des Rasterkraftmikroskops sowohl im Kontakt- als auch im Nicht-Kontakt-Modus. Die pyramidenförmige Spitze der Sonde ist hohl, besitzt eine Wandstärke von 1 μm und hat bei einer Basislänge von 10 μm eine Höhe von ebenfalls 10 μm ; das Aspektverhältnis beträgt somit 1:1.

Hebelarm und Spitze bestehen aus monokristallinem semiisolierenden Silizium und besitzen somit einen hohen elektrischen Widerstand. Der thermische Sensor der Sonde wird durch Dotierung des vorderen Bereichs der Spitze in der Umgebung des Kontaktpunktes der Sonde mit der Probenoberfläche realisiert. Der während des Betriebes über die Kontaktfläche übertragene Wärmestrom führt zu einer Erwärmung der Sonde und damit zu einer Änderung des elektrischen Widerstandes des Halbleitermaterials. Zur Messung dieser Widerstandsänderung werden auf zwei Seiten der pyramidenförmigen Spitze Platinbahnen aufgebracht, die mit dem dotierten Silizium einen ohmschen Kontakt bilden. Bei diesem Konzept handelt es sich demzufolge ebenso wie bei der bisher genutzten Platinsonde um eine resistive Sonde. In Abbildung 9.1 ist ein Modell der Sonde dargestellt.



Der durch Anlegen einer elektrischen Spannung zwischen den Platinleiterbahnen induzierte Stromfluß bleibt auf den dotierten Bereich der Sonde beschränkt, da der elektrische Widerstand des semiisolierenden Halbleitermaterials deutlich höher ist. Weiterhin bilden sich zwischen den Platinbahnen und dem semiisolierenden Silizium Schottky-Kontakte. Unabhängig von der Polarität der angelegten Meßspannung ist einer dieser beiden Kontakte in Sperrichtung vorgespannt, womit ein Stromfluß in diesen Bereichen der Sonde ebenfalls erschwert wird.

Abb. 9.1: Modell der thermischen Sonde mit Siliziumsensor

9.1.2 Bestimmung des Dotierstoffes und Kalkulation der Dotierungsparameter

Bei diesem Konzept soll eine Sonde mit einem thermischen Sensor aus Halbleitermaterial verwendet werden, da aufgrund der exponentiellen Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes von der Temperatur eine höhere Empfindlichkeit erreicht werden kann, als dies bei der Nutzung eines Metalls mit linearem Temperaturkoeffizient möglich ist. Die zu erreichende Empfindlichkeit hängt dabei in großem Maße von der Art und der Konzentration des Dotierstoffes ab. Weiterhin kommt es darauf an, dass der elektrische Widerstand des dotierten Siliziums ausreichend klein ist. Dies ist notwendig, um einen ausreichend großen Messstrom in die Sonde einprägen zu können, ohne dass aufgrund der mikroskopischen

Dimensionen und des daraus resultierenden kleinen Abstandes zwischen den Platinleiterbahnen höhere elektrische Feldstärken als die Durchbruchfeldstärke der Luft von 27 kV/cm auftreten.

Zur Bestimmung der Dotierungsparameter wird ein gewünschter Meßstrom mit einer Stromstärke von 10 μA angenommen. Unter Berücksichtigung der Durchbruchfeldstärke ergibt sich daraus ein maximaler Gesamtwiderstand des dotierten Bereiches der Sonde von 135 k Ω . Zur Gewährleistung einer ausreichend großen Sicherheitsreserve wird für die weiteren Berechnungen ein geringerer Gesamtwiderstand von 100 k Ω angenommen, unter Berücksichtigung der geometrischen Abmessungen des pyramidenförmigen dotierten Bereichs der Sonde ergibt sich daraus ein gewünschter spezifischer Widerstand von $\rho_{sp} = 0,05 \Omega \cdot \text{m}$.

Als Dotierstoff wird ein Donator gewählt, da Elektronen eine höhere Beweglichkeit als Löcher besitzen und damit der gewünschte Widerstand bei geringerer Ladungsträgerkonzentration realisiert werden kann. Die sich daraus ergebende geringere Dotierstoffkonzentration bewirkt eine niedrigere Dichte von Kristalldefekten im Silizium und damit eine geringere Reduzierung der thermischen Leitfähigkeit. Eine möglichst hohe thermische Leitfähigkeit ist wünschenswert, da dadurch der an der Auflagefläche zur untersuchten Probe eingeprägte Wärmestrom weiter in die Sonde eindringen kann. Somit erfährt ein größeres Volumen des Halbleitermaterials eine Temperatur- und damit auch Widerstandsänderung; die Empfindlichkeit der Sonde steigt.

Die benötigte Ladungsträgerkonzentration läßt sich mit Hilfe des folgenden Zusammenhanges bestimmen [137]:

$$\rho_{sp} = \frac{1}{|q| \cdot (n \cdot \mu_n + p \cdot \mu_p)} \quad (9.1)$$

Die Elektronenbeweglichkeit μ_n in Silizium bei Raumtemperatur beträgt $\mu_n = 1350 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$, die Löcherbeweglichkeit μ_p beträgt $\mu_p = 480 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ [74]. Der Beitrag der intrinsischen Löcher zum spezifischen Widerstand kann vernachlässigt werden, die Anzahl der freien Elektronen ergibt sich damit zu:

$$n = \frac{1}{|q| \cdot \rho_{sp} \cdot \mu_n} = 9,25 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3} \quad (9.2)$$

Es werden also 10^{15} cm^{-3} Elektronen benötigt, um einen spezifischen Widerstand des dotierten Siliziums von etwa $\rho_{\text{sp}} = 0,05 \text{ } \Omega \cdot \text{m}$ zu erzielen.

Die größte Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes besitzt der Halbleiter, wenn eine Störstellenreserve vorhanden ist. Um diese zu gewährleisten, muss die Ionisierungsenergie der Donatoren, also die Differenz der Energie zwischen unterer Leitungsbandkante und Donatorenniveau größer als die thermische Energie bei Raumtemperatur sein. Der Bandabstand bei Störstellenreserve in einem Halbleiter lässt sich wie folgt bestimmen:

$$W_L - W_D = -2 \cdot k \cdot T \cdot \ln \left(\frac{n}{\sqrt{N_L \cdot N_D}} \right) \quad (9.3)$$

Der Wert für die Konzentration der Donatoratome wird aus Gründen der einfachen technologischen Realisierbarkeit zu $N_D = 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ festgelegt. Mit einer Zustandsdichte an der unteren Leitungsbandkante des Siliziums bei 300 Kelvin von $N_L = 2,78 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ [74] ergibt sich als Differenz der Energie zwischen unterer Leitungsbandkante und Donatorenniveau ein Wert von 0,388 eV. Mit einem Bandabstand von 0,32 eV stellt Barium damit ein mögliches Dotiermaterial dar [137].

Um das Temperaturverhalten der thermischen Sonde simulieren zu können, ist die Bestimmung der Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstandes des Barium-dotierten Siliziums notwendig. In diesem Fall muss die Temperaturabhängigkeit der effektiven Zustandsdichte und der Elektronenbeweglichkeit berücksichtigt werden [74], dies führt zu folgendem temperaturabhängigen spezifischen Widerstand:

$$\rho_{\text{sp}}(T) = \frac{1}{|q| \cdot \mu_n(T) \cdot \sqrt{N_L(T) \cdot N_D} \cdot e^{-\left(\frac{W_L - W_D}{2 \cdot k \cdot T}\right)}} \quad (9.4)$$

In Abbildung 9.2 ist der Verlauf des spezifischen Widerstand über einen Temperaturbereich von 50 Kelvin dargestellt, die Daten wurden für die im folgenden ausgeführten Simulationen verwendet.

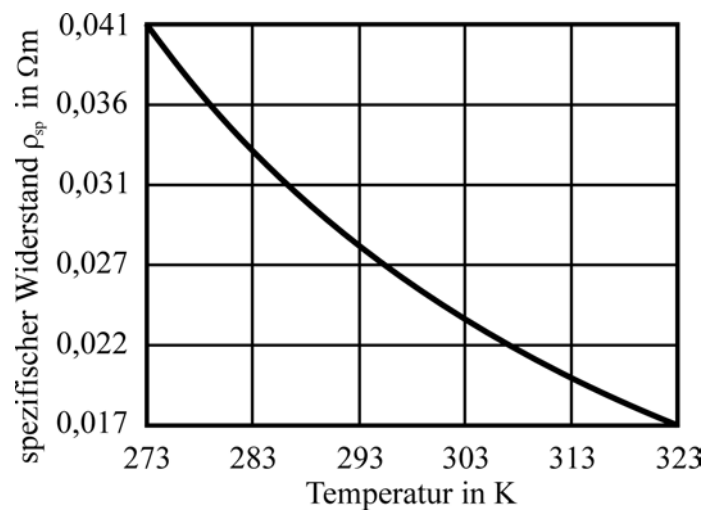


Abb. 9.2: Temperaturverhalten des spezifischen Widerstandes des Siliziumensors

9.1.3 Simulation der elektrischen und thermischen Eigenschaften der Sonde

Die Sonde wird als vollständiges dreidimensionales Modell aus thermo-elektrisch gekoppelten Elementen gebildet. Durch die Verwendung eines Elementtyps, der über alle erforderlichen Freiheitsgrade verfügt, lässt sich mit Hilfe der direkten Analyse eine wechselseitige Kopplung von thermischen und elektrischen Feldern erreichen, d. h. die Lösung des einen Feldes beeinflusst das andere und umgekehrt. So wird die Einprägung eines Messstroms zur Jouleschen Erwärmung des Halbleiters und damit zu einer Änderung des elektrischen Widerstandes führen, der bei konstantem Potential wiederum zu einer Änderung des Messstroms führen wird.

Die direkte Analysemethode ermöglicht, die durch den Messstrom induzierte Eigenwärmung der Sonde zu simulieren. Abbildung 9.3 zeigt die sich bei einem Messstrom von $10 \mu A$ einstellenden Temperaturverteilung innerhalb der im Querschnitt dargestellten Sonde.

Die Temperatur verteilt sich radialsymmetrisch in das Volumen der Sonde. Durch die thermische Kopplung der Platinleiterbahnen an die Halbleitersonde kommt es in Folge der größeren thermischen Leitfähigkeit des Metalls und der damit verbundenen besseren Ableitung der Wärme zu einer stärkeren Abkühlung der Metallisierung und damit zu einer Unterbrechung der radialsymmetrischen Temperaturverteilung im Bereich der Metallisierungen.

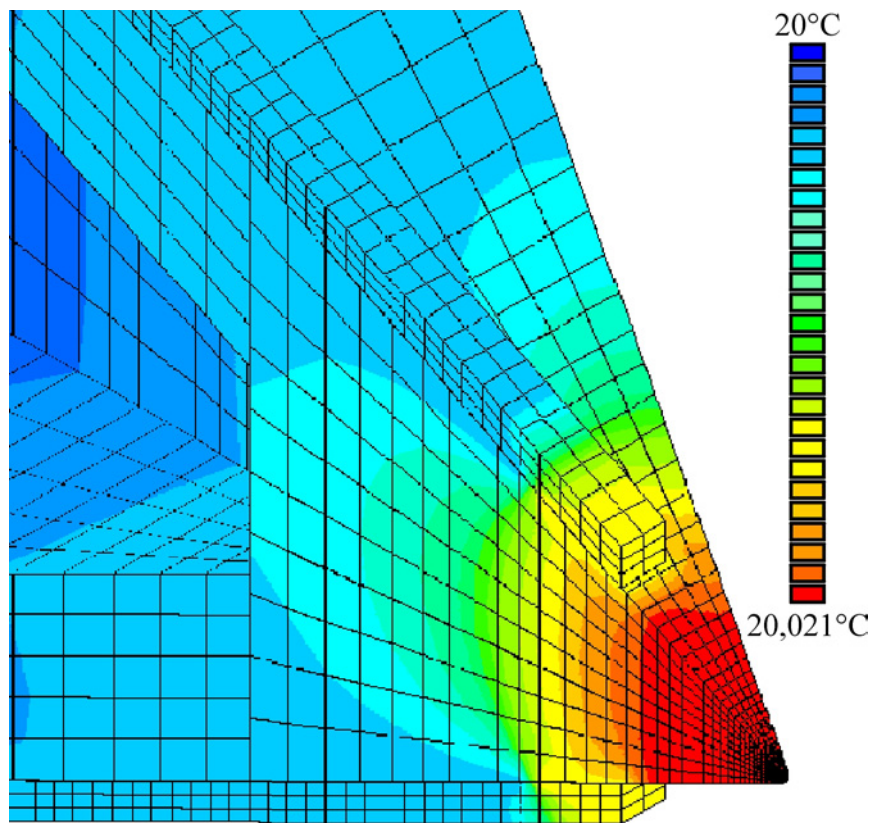


Abb. 9.3: Eigenerwärmung der im Querschnitt dargestellten Sonde bei einem Messstrom von $10\ \mu\text{A}$

Die größte Selbsterwärmung stellt sich im vorderen Bereich der Siliziumsonde ein, da die Wärme an dieser Stelle nicht abgeführt werden kann und sich in diesem Bereich anstaut. Die Spitze der Sonde erwärmt sich dort um 21 mK, dies entspricht der Erwärmung der Platinsonde in dem im Kapitel 5.1 vorgestellten Messaufbau und stellt einen für den Großteil der praktischen Anwendungen tolerierbaren Wert dar.

Weiterhin wurden der resultierende Spannungsabfall und die elektrische Feldverteilung in der Siliziumsonde bei gegebenem spezifischen Widerstand, Sondengeometrie und eingprägten Messstrom von $10\ \mu\text{A}$ simuliert. Aufgrund dieser Simulationsergebnisse wurde zunächst die elektrische Kopplung zwischen Platinbahnen und Siliziumoberfläche überprüft. Die Simulation der elektrischen Feldverteilung ergab maximale Werte an den Übergängen der Platinbahnen zum Halbleiter von 17 kV/cm. Diese Werte liegen deutlich unterhalb der Durchschlagfestigkeit der Luft von etwa 27 kV/cm bei einem Luftdruck von einem Bar. Der aus der gewählten Dotierstoffkonzentration resultierende spezifische elektrische Widerstand der Siliziumspitze, die Anordnung und Abmessung der Platinleiterbahnen sowie der gewählte Messstrom ermöglichen demnach einen stabilen Betrieb ohne elektrische Durchschläge bei einer ausreichend geringen Selbsterwärmung der Sonde.

Zur Simulation der Temperaturverteilung während des Betriebs wurde in die Spitze der Sonde, also auf der Kontaktfläche zwischen Probe und Sonde, eine konstante Temperatur von 21 °C eingeprägt. Das Ende des Hebelarms wurde aufgrund der großen Masse des sich anschließenden Substrathalters als ideale Wärmesenke mit einer konstanten Temperatur von 20 °C betrachtet.

In der resultierenden Temperaturverteilung wurde ein Temperaturabfall von 85% der gesamten Temperaturdifferenz von einem Kelvin bereits nach einer Tiefe von 0,4 µm vom Temperatureinspeisepunkt aus ermittelt. Wie erwartet, wirkt also nur ein sehr kleiner Teil der gesamten Sonde als temperatursensitives Element.

Abbildung 9.4 zeigt die Temperaturverteilung innerhalb der im Querschnitt dargestellten Sonde als Resultat eines Wärmestroms von der Probe in die thermische Sonde.

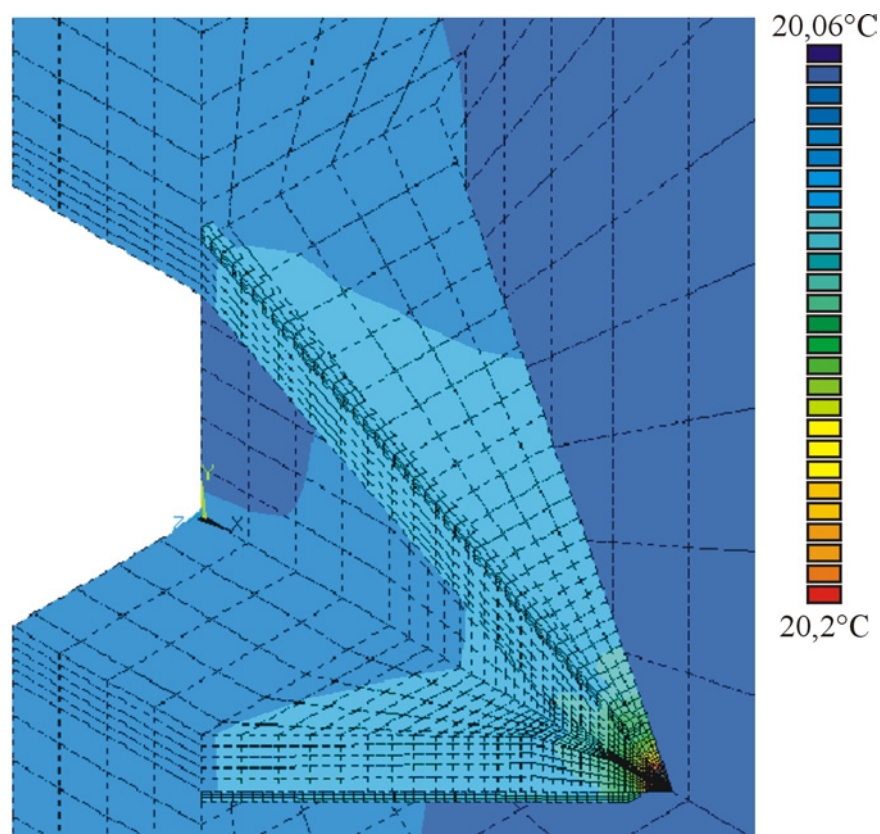


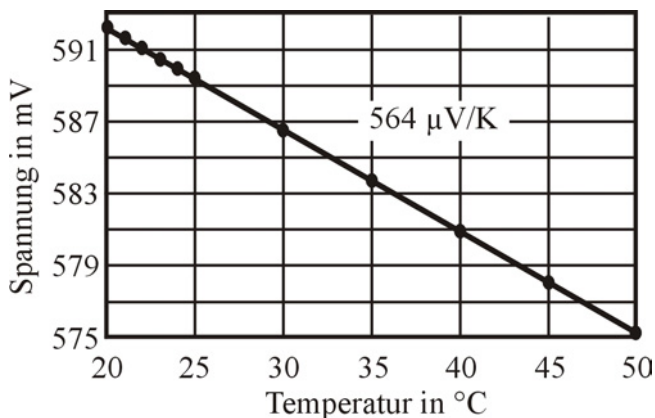
Abb. 9.4: Temperaturverteilung innerhalb der Sonde bei der Einprägung einer thermischen Last in die Kontaktfläche

Durch den großen Temperaturgradienten innerhalb der Sonde in unmittelbarer Nähe zur Kontaktfläche findet die Widerstandsänderung im Halbleitermaterial ebenfalls zum größten Teil in diesem vorderen Bereich der Sonde statt. Der Verlust an Informationen aufgrund der

Erwärmung von Teilen des undotierten Halbleiters, in dem aufgrund des hohen elektrischen Widerstandes kein Messstrom fließt, ist demzufolge gering. Die relative Änderung des Messstroms aufgrund von Temperaturänderungen an der Kontaktfläche der Sonde ist demnach groß.

Zur Simulation der Temperaturempfindlichkeit der Sonde wurde ein konstanter Meßstrom von $10 \mu\text{A}$ in eine der beiden Platinleiterbahn eingepreßt, während die in die Kontaktfläche eingepreßte Temperaturlast variiert wurde. Die resultierende Spannung zwischen den beiden Leiterbahnen wurde für jede eingepreßte Temperatur berechnet.

In Abbildung 9.5 ist die simulierte Spannungsdifferenz zwischen den beiden Platinzuleitungen in Abhängigkeit der eingepreßten Temperaturlast dargestellt. Der negative Temperaturkoeffizient des Halbleiters sorgt für eine negativen Steigung der Regressionsgraden. Im betrachteten Temperaturbereich ergibt sich trotz der nichtlinearen Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes ein annähernd linearer Zusammenhang. Die Abweichungen der berechneten Spannungswerte vom linearen Verlauf sind zwar vorhanden, allerdings sind sie so gering, dass sie in der Kennlinie nicht erkennbar werden.



Die Steigung der Regressionsgraden kann als die Empfindlichkeit der Sonde betrachtet werden, sie beträgt für dieses Sondenmodell $564 \mu\text{V/K}$. Der Temperaturkoeffizient der bisher verwendeten Platinsonde beträgt $1,3 \mu\text{V/K}$, und liegt damit etwa um den Faktor 400 unter der erzielbaren Empfindlichkeit der thermischen Sonde aus Silizium.

Abb. 9.5: Temperaturempfindlichkeit der thermischen Sonde aus Silizium

Eine weitere wichtige Eigenschaft einer thermischen Sonde ist ihr Zeitverhalten. Um sich periodisch ändernde Temperaturverteilungen abbilden zu können oder um Temperaturprofile mit hoher Scangeschwindigkeit und damit einer kleineren gesamten Messdauer zu erfassen, muss die Sonde den zeitlichen Änderungen der Temperatur folgen können. Zur Untersuchung dieser Eigenschaft wurde die an der Spitze eingepreßte Temperatur sprunghaft erhöht und die Spannungsänderungen zwischen den Kontakten infolge des sich ändernden Widerstandes der Halbleitersonde zu diskreten Zeitpunkten simuliert. Als Maß für das Zeitverhalten wurde die

Zeitdauer angenommen, die nötig ist, um 63% der infolge der Temperaturänderung auftretenden Gesamtspannungsänderung zwischen den elektrischen Kontakten zu erreichen. Diese Zeitdauer wird als thermische Zeitkonstante τ_{th} bezeichnet und erlaubt über den Zusammenhang $f_{th,3dB} = (2\pi\tau_{th})^{-1}$ die Berechnung der thermischen 3dB Grenzfrequenz $f_{th,3dB}$. Nach Auswertung der ANSYS Ausgabedateien ergibt sich für die thermische Zeitkonstante ein Wert von $\tau_{th} = 24 \mu s$. Dies entspricht einer thermischen Grenzfrequenz von $f_{th,3dB} = 6,63 \text{ kHz}$. Simulationen der Platinsonde ergaben eine Zeitkonstante von $98 \mu s$, damit weist die Siliziumsonde ein um den Faktor vier verbessertes Zeitverhalten auf.

9.2 Konzeption und Simulation einer resistiven thermischen Sonde aus Diamant

9.2.1 Geometrie und Aufbau der Sonde

Bei der Konzeption dieser thermischen Sonde wurde auf eine möglichst einfache technologische Realisierbarkeit geachtet. Daher wurde als Basis der neuen Sonde kommerziell erhältliche Sonden aus hoch p-dotiertem Silizium vorgesehen. Der eigentliche thermische Sensor besteht aus Diamant, da Diamant neben der exponentiellen Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes von der Temperatur eine sehr hohe, von keinem anderen Halbleitermaterial erreichte thermische Leitfähigkeit besitzt.

Wie aus den bereits vorgestellten Simulationen mikroskopischer thermischer Sonden hervorgeht, findet der größte Temperaturabfall innerhalb der Sonden in unmittelbarer Nähe der Kontaktfläche mit der zu untersuchenden Probe statt. Besitzt das Sondenmaterial in der Region der Kontaktfläche eine hohe thermische Leitfähigkeit, wird die Wärme weiter in das Volumen der Sonde hineintransportiert. Folglich werden größere Bereiche des Sondenmaterials erwärmt und ein größeres Volumen des Halbleitermaterials ändert seinen elektrischen Widerstand. Da es sich bei diesem Konzept ebenfalls um eine resistive Sonde handelt, welche die thermischen Eigenschaften der Probe über die Änderung des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit der Spitzenposition erfasst, bedeutet eine größere Widerstandsänderung eine größere Empfindlichkeit der Sonde.

Weiterhin wird von der Nutzung von Diamant als Material mit hoher thermischer Leitfähigkeit ebenfalls eine Verbesserung des Zeitverhaltens der Sonde erwartet, da ein schneller Wärmetransport von der Kontaktfläche in das Sondenvolumen auch zu einer schnellen Temperatur- und damit Widerstandsänderung der Sonde führt.

Die eigentliche Sondenspitze befindet sich am Ende eines Hebelarms, der mit einer Länge von etwa $125 \mu m$, einer Breite von $25 \mu m$ und einer Dicke von $4 \mu m$ die gleichen Abmaße

wie der Hebelarm einer kommerziell erhältlichen Sonde zum Betrieb im Nicht-Kontakt-Modus besitzt. Die Sondenspitze besteht aus einem $5\mu\text{m}$ hohen Siliziumquader mit einer Kantenlänge von $2\mu\text{m}$. Auf diesem Quader ist der Diamant pyramidenförmig aufgebracht. Die Spitze besitzt also eine Gesamthöhe von $7\mu\text{m}$ und eine Breite von $2\mu\text{m}$ und besitzt daher eine deutlich verbesserte Geometrie, die insbesondere aufgrund des guten Aspektverhältnisses eine exaktere Abbildung der Topographie der untersuchten Probe erlaubt.

In Abbildung 9.6 ist vordere Bereich der Sondenspitze dargestellt. Zur Vermessung des elektrischen Widerstandes ist es notwendig, einen Messstrom durch den Diamanten – der den thermischen Sensor der Sonde bildet – zu schicken. Dazu wird ein erster elektrischer Kontakt zum Siliziumsubstrat der Sonde hergestellt. Durch die hohe Dotierung des monokristallinen Siliziums lässt sich mit einfachen Mitteln ein ohmscher Kontakt zu einer elektrischen Zuleitung herstellen. Der spezifische elektrische Widerstand in einem Bereich von typischerweise $\rho_{\text{sp}} = 0,01\text{-}0,025\ \Omega\text{cm}$ ist ausreichend klein, um einen Stromfluss durch die gesamte Struktur bis zum Ende des Siliziumquaders an der Kontaktfläche zum Diamant zu

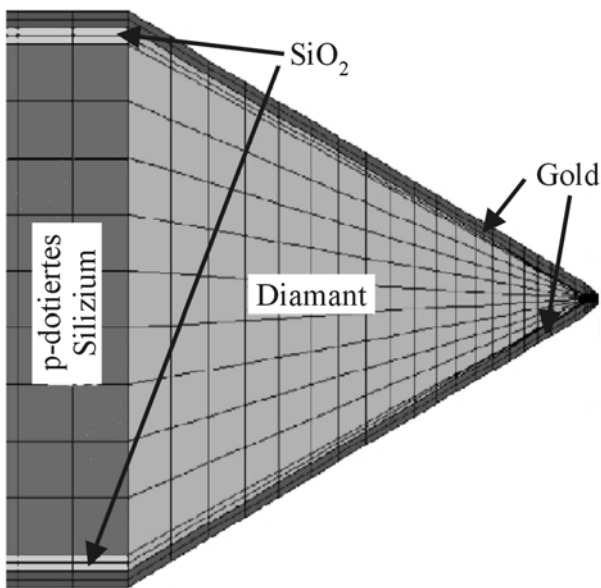


Abb. 9.6: Modell der thermischen Sonde aus
Diamant

gewährleisten. Die hohe Dotierung des Siliziums sorgt ebenfalls für einen ohmschen Kontakt zur mit CVD-Technik abgeschiedenen Diamantspitze, auf diesen Punkt wird bei der Beschreibung der technologischen Realisierung des Sondenkonzepts zu einem späteren Zeitpunkt näher eingegangen. Als zweiter Kontakt wird auf der gesamten Diamant-Silizium-Spitze eine Goldschicht aufgebracht. Um einen Kurzschluss zwischen Silizium- und Goldkontakt zu verhindern, wird das Silizium zuvor oxidiert. Der Messstrom zur Erfassung des elektrischen Widerstandes der Sonde fließt also vom Siliziumsubstrat über die Diamantspitze in die Goldschicht.

Kommt es beim Betrieb der Sonde im Kontakt-Modus zu einem Abrieb der Goldschicht in unmittelbarer Umgebung der Kontaktfläche, verbleibt durch die Goldschicht auf dem restlichen Diamant eine ausreichend guter elektrischer Kontakt zur Führung des Messstroms durch den Diamantsensor. Durch den Abrieb des Goldes an der Kontaktfläche zwischen

Sonde und Probe kommt es sogar zu einer Verbesserung des thermischen Kontaktes, da der Wärmestrom in diesem Fall direkt über den Diamant-Proben-Kontakt fließen kann.

9.2.2 Abschätzung der Materialparameter des Diamanten

Die erzielbare Empfindlichkeit der Sonde hängt in großem Maße von der Temperaturabhängigkeit des mit Hilfe des CVD-Prozesses auf der Siliziumsonde abgeschiedenen Diamanten ab. Dank der hervorragenden thermischen und elektronischen Eigenschaften synthetisch hergestellter Diamanten und dem daraus resultierenden großen Interesse an diesem Material und den damit verbundenen Herstellungstechnologien ist dieses Material gut charakterisiert [136]. Dennoch können die Eigenschaften synthetisch hergestellten Diamants in Abhängigkeit der Herstellungsparameter in nicht unerheblichem Maße variieren. Die folgenden Berechnungen stellen demzufolge zunächst Abschätzungen dar, die jedoch helfen können, die entwickelten Sondenkonzepte aufgrund der diesen Abschätzungen zu Grunde liegenden Simulationen zu optimieren.

Analog zu den in Kapitel 9.1.2 angestellten Berechnungen der Eigenschaften eines Halbleitermaterials kann die effektive Zustandsdichte an der unteren Leitungsbandkante N_L des Diamants bei $T = 293 \text{ K}$ wie folgt berechnet werden:

$$N_L = \frac{1}{N_A} \cdot \left(\frac{1}{q \cdot \mu_p \cdot 100 \cdot \rho_{sp} \cdot e^{-\left(\frac{W_L - W_A}{2 \cdot k \cdot 293 \text{ K}}\right)}} \right)^2 \quad (9.5)$$

Da die Abscheidung des Diamanten auf Bor-dotiertem Silizium erfolgt, wird im Diamant ebenfalls Bor als Akzeptormaterial auftreten. Dabei werden aus der Literatur eine Löcherbeweglichkeit von $1600 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ und ein spezifischer elektrischer Widerstand bei Raumtemperatur von $\rho_{sp} = 0,1 \text{ }\Omega\cdot\text{m}$ angenommen, die Differenz $W_L - W_A$ beträgt bei Bor dotiertem Diamant $0,37 \text{ eV}$ [133]. Die Dichte der Akzeptoratome wird zu $N_A = 1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ abgeschätzt, damit ergibt sich für die effektive Zustandsdichte an der unteren Leitungsbandkante ein Wert von $N_L = 3,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$.

Die Berechnung des temperaturabhängigen spezifischen Widerstandes erfolgt nach Gleichung 9.4, da aus der Literatur allerdings keine Aussagen über die Temperaturabhängigkeit der Löcherbeweglichkeit und der effektiven Zustandsdichte bekannt sind, wurde diese nicht berücksichtigt. Das Resultat dieser Berechnung ist in Abbildung 9.7 dargestellt und wurde für die folgenden ANSYS-Simulationen verwendet.

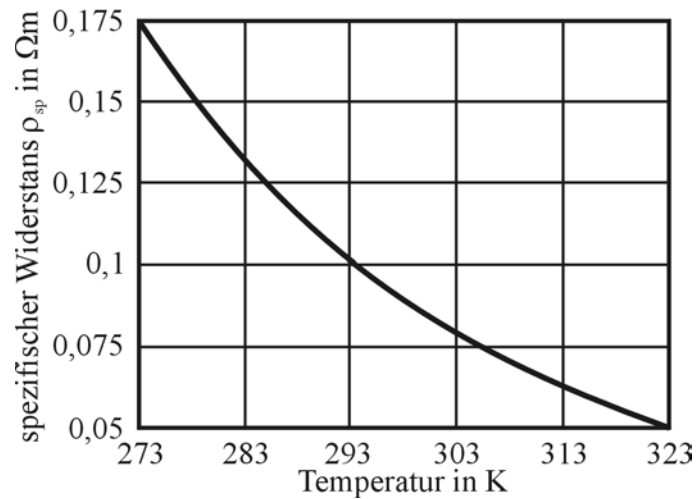


Abb. 9.7: Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstands des Bor dotierten Diamants

Alle weiteren relevanten Materialparameter wurden für das p-dotierte Silizium den Datenblättern des Herstellers und für alle weiteren Materialien wie Siliziumdioxid und Gold diversen Literaturstellen entnommen [141-143].

9.2.3 Ergebnisse der thermischen und elektrischen Simulationen der Diamantsonde

Zur Simulation der Eigenerwärmung der Sonde wurden ein Messstrom von $10 \mu A$ in die Sonde eingepreßt und über die Kopplung der elektrischen und thermischen Eigenschaften der

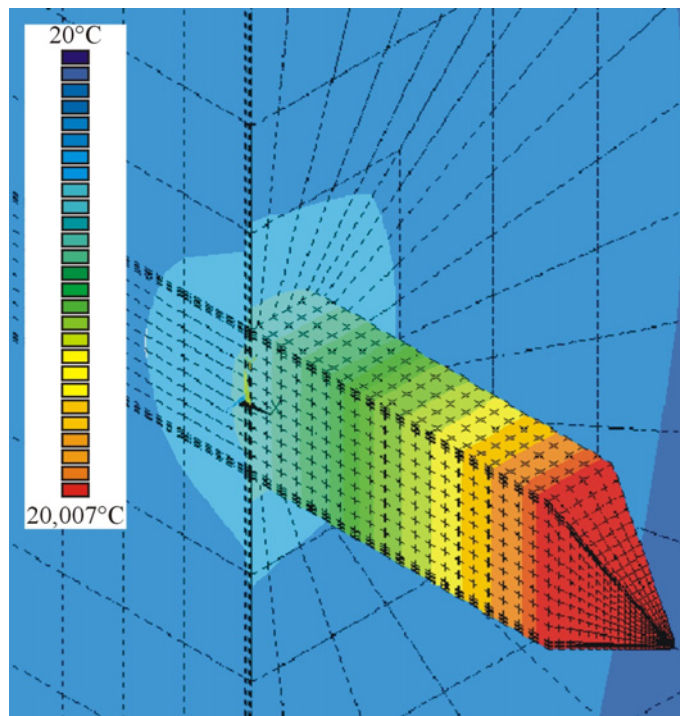


Abb. 9.8: Eigenerwärmung der Sonde aus Diamant (Abbildung im Querschnitt)

Elemente die Joulesche Erwärmung der Sonde simuliert. Dabei kam es aufgrund der hohen thermischen Leitfähigkeit zu einer homogenen Erwärmung der gesamten Diamantspitze, diese Erwärmung betrug jedoch lediglich 7 mK und liegt damit deutlich unter der Erwärmung der bisher verwendeten Platinsonde (siehe Abbildung 9.8).

In der Diamantspitze ergibt sich eine halbkugelförmige Verteilung des elektrischen Potentials von dem auf Nullpotential liegendem Siliziumsubstrat zur Goldschicht. Der Maximalwert der elektrischen Feldstärke in der Sonde beträgt 8,55 kV/cm und liegt damit deutlich unterhalb der Durchbruchfeldstärke des Siliziumdioxids.

Abbildung 9.9 zeigt die Temperaturverteilung in der Sonde in Folge einer Temperaturerhöhung an der Kontaktfläche auf 21 °C. Das Ende des Hebelarms wurde auch in diesem Fall als ideale Wärmesenke mit einer Temperatur von 20 °C angesehen. Der größte Temperaturabfall ist auch in diesem Modell in der unmittelbaren Nähe der Auflagefläche zu beobachten. Aufgrund der hohen thermischen Leitfähigkeit von Diamant tritt ein Abfall der Temperatur auf 85% des Wertes am Lasteinsteispunkt erst bei einer Tiefe von 3,5 µm und nicht, wie im Falle des Siliziums, bereits nach 0,4 µm auf.

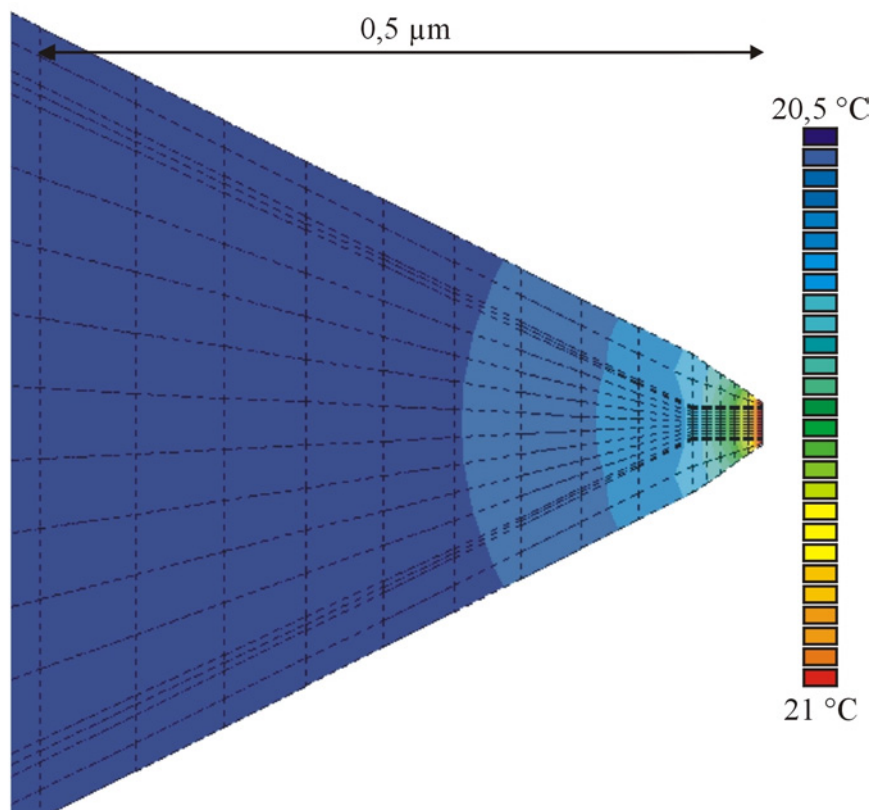


Abb. 9.9: Temperaturverteilung in der Sonde infolge einer Temperaturerhöhung von einem Kelvin an der Auflagefläche (Abbildung im Querschnitt)

Die Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit erfolgte durch die Simulation der Änderungen des Spannungsabfalls zwischen Goldschicht und Siliziumsubstrat infolge einer schrittweisen Änderung der Temperaturlast an der Auflagefläche von $+20\text{ °C}$ auf -50 °C . Die aus diesen Berechnungen ermittelte Temperaturempfindlichkeit beträgt $223\text{ }\mu\text{V/K}$ und ist damit deutlich geringer als die Empfindlichkeit der Siliziumsonde. Dennoch ist die Empfindlichkeit immer noch um zwei Größenordnungen besser als die der Platinsonde ($1,3\text{ }\mu\text{V/K}$).

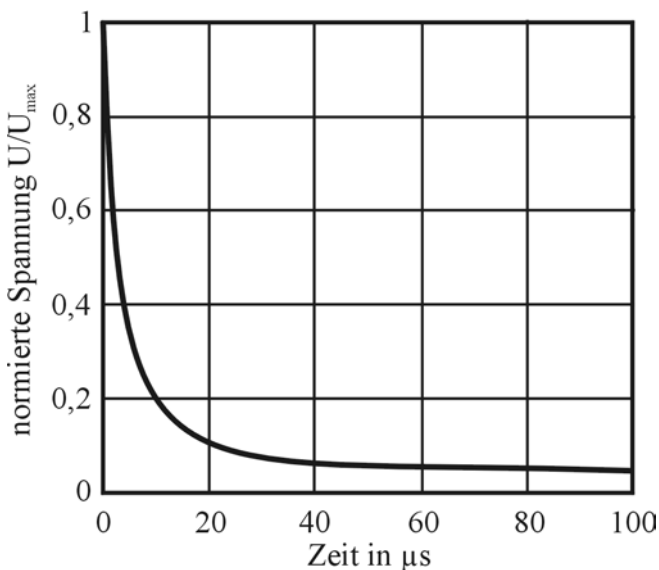


Abb. 9.10: Dynamisches Verhalten der Diamantsonde auf einen Temperatursprung

$\tau_{\text{th}} = 0,91\text{ }\mu\text{s}$. Dies entspricht einer thermischen 3dB Grenzfrequenz von $f_{\text{th},3\text{dB}} = 175\text{ kHz}$. Die Diamantsonde besitzt damit ein sehr hohes Zeitauflösungsvermögen und übertrifft das der Platinsonde um den Faktor 26,5.

Die Ermittlung der dynamischen Eigenschaften der Diamantsonde erfolgte wie auch im Kapitel 9.1.3 dargestellt durch die Berechnung der Impulsantwort bei einem Temperaturlastsprung von einem Kelvin an der Auflagefläche der Sonde. Abbildung 9.10 zeigt die relative Änderung der Spannung zwischen den beiden elektrischen Kontakten der Sonde in Abhängigkeit der Zeit nach dem Temperatursprung. Aus den tabellarischen Listings des Simulationsprogramms ergab sich für die thermischen Zeitkonstante ein Wert von

9.3 Entwicklung einer resistiven thermischen Sonde aus Diamant

Wie die Simulationen zeigten, besitzt die thermische Sonde aus Diamant eine deutlich höhere Empfindlichkeit als die momentan verwendete Platinsonde und ein sehr gutes dynamisches Verhalten. Die Kombination dieser beiden, für die schnelle und genaue Erfassung thermischer Größen wichtigen Eigenschaften, lassen es sinnvoll erscheinen, dieses Konzept zu realisieren. Beide hier vorgestellten neuen Sondenkonzepte besitzen weiterhin aufgrund der Nutzung konventioneller mikroskopischer Cantilever bessere mechanische Eigenschaften als der verwendete Sensor aus einem Platindraht. Der aufgrund des besseren Aspektverhältnisses zur Abbildung der Proben topographie günstigere geometrische Aufbau der Sonde aus Diamant spricht ebenfalls für die Umsetzung dieses Konzepts.

Ein weiteres wesentliches Argument für dieses Konzept ist die Möglichkeit, auf bereits vorhandene Strukturen zurückgreifen zu können. So ist der Großteil der kommerziell erhältlichen Sonden für die Rasterkraftmikroskopie aus hoch p-dotiertem Silizium gefertigt. Im Gegensatz zu dem in Kapitel 9.1 vorgestellten, auf einer Sonde aus undotiertem Silizium basierenden Konzept, entfällt hier die technologisch aufwendige Strukturierung von Hebelarm und Spitze.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Prototypen einer thermischen Sonde aus Diamant realisiert, um grundlegende Aspekte der Umsetzung dieses Konzepts zu untersuchen. So wurde einer kommerziell erhältlichen SFM-Sonde aus Silizium ein thermischer Sensor in Form eines Diamantkorns hinzugefügt und dieser elektrisch kontaktiert. Im weiteren wurde die prinzipielle Funktionsfähigkeit des Konzeptes überprüft, indem die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes des thermischen Sensors analysiert wurde. Für diese Entwicklungsphase wurde aus der Vielzahl der erhältlichen Sondentypen das ursprünglich für den kontaktlosen Betrieb konzipierte Modell ausgewählt. Diese Sonden zeichnen sich durch einen besonders kurzen Hebelarm und damit verbunden einer besonders hohen mechanische Stabilität aus. Dies verringert die Gefahr einer unabsichtlichen Zerstörung der Sonden während des Herstellungsprozesses. Diese Sonden können auf harten Materialien wie Halbleitern, Oxid- und Passivierungsschichten problemlos im Kontakt-Modus betrieben werden.

Für die Herstellung der thermischen Sonden aus Diamant sind folgende Prozessschritte notwendig:

- Die Deposition eines Diamantkorns auf die Spitze der mit Bor dotierten Siliziumsonde. Für diese selektive Beschichtung eignet sich das CVD-Verfahren besonders gut, bei dem Diamant aus einem Methan-Wasserstoff-Plasma auf ein geeignetes Substrat abgeschieden wird. Durch elektrische Vorspannung des Substrats wird hierbei der Nukleationsprozeß begünstigt, eine Feldüberhöhung, wie sie an der Spitze der Sonde auftritt, sollte bei Wahl der richtigen Parameter zu einer ausschließlichen Bekeimung der Spitze führen.
- Die Verbesserung des Aspektverhältnisses durch Ionenstrahlätzen mit Argon-Ionen. Wie in Simulationen und ersten Experimenten gezeigt werden konnte, kommt es bei diesem Ätzprozess zu einem verstärkten Abtrag des Sockels der Siliziumpyramide, da die Spitze mit einem deutlich härterem Diamantkorn bedeckt ist. Auf diese Weise lassen sich wie in Abbildung 9.8 dargestellte Geometrien erzeugen [144, 145]. Da dieser Prozessschritt nicht zur prinzipiellen Funktionalität der thermischen Sonde notwendig ist, sondern lediglich zur Verbesserung des Aspektverhältnisses dient, wurde er bei den ersten Realisierungsversuchen ausgelassen.

- Oxidation der Siliziumsonde. Für diese Strukturen ist ein thermischer Oxidationsprozess nicht geeignet, da bei der Erwärmung der Sonde mit einer Zerstörung oder Beschädigung des Diamantkorns auf der Spitze gerechnet werden muss. Hingegen eignet sich ein nasschemischer Oxidationsprozess sehr gut, da der chemisch inerte Diamant nicht oxidiert, sich jedoch auf der gesamten Siliziumsonde eine elektrisch isolierende Siliziumdioxidschicht bildet.
- Abscheidung einer Goldschicht auf der Struktur. Hierbei ist zu gewährleisten, dass ein ohmscher Kontakt zustande kommt. Da durch die Abscheidung auf dem Bor dotiertem Silizium ebenfalls ein dotiertes Diamantkorn entstehen wird, lässt sich ein solcher Kontakt allerdings auf einfache Weise mit Hilfe eines Sputter-Coaters realisieren. Anschließend müssen die Goldschicht und das Siliziumsubstrat noch mit Hilfe von Zuleitungen elektrisch kontaktiert werden.

In den folgenden Kapiteln sollen die oben erwähnten Prozessschritte ausführlicher dargestellt werden.

9.3.1 Lokale Diamantdeposition mit Hilfe eines CVD-Verfahrens

Zur Abscheidung von Diamant auf der Sondenspitze wurde in Kooperation mit dem Lehrstuhl für Mikroelektronik, Prof. Dr. J. Engemann, das Mikrowellenplasma-CVD-Verfahren genutzt [146-148]. Bei dieser Niederdruckdiamantsynthese wird in einem geeigneten Rezipienten durch die Einkopplung von Mikrowellenleistung ein CH_4/H_2 -Gemisch zersetzt und radikalisiert. Anschließend kommt es zu der Kombination einer Kohlenwasserstoffpyrolyse mit gleichzeitiger präferenzzieller Ätzung des ebenfalls anfallenden, thermodynamisch stabileren amorphen und graphitischen Kohlenstoffs durch den gleichzeitig in der Aktivierungszone erzeugten atomaren Wasserstoff. Die strukturellen Merkmale der auf diese Weise abgeschiedenen Diamantschicht hängen von den Wachstumsbedingungen wie der Gaskomposition und der Substrattemperatur ab.

Bei dem genutzten Verfahren erfolgte der Depositionsprozess in zwei Schritten. Im ersten Schritt kommt es zu einer Ausbildung von Nukliden auf dem Siliziumsubstrat. Dazu werden für diesen Bekeimungsprozess durch die Anpassung von Gaskomposition, Substrattemperatur, Gasdruck und Mikrowellenleistung optimierte Wachstumsbedingungen verwendet. Maßgeblich wird der Bekeimungsprozess durch die Vorspannung des Substrats mit einem negativen Potential unterstützt. Wie am Lehrstuhl für Mikroelektronik bereits demonstriert, kann durch die Verwendung von Substraten mit pyramidalen Strukturen in Folge der Feldüberhöhung an den Pyramidenspitzen eine selektive Bekeimung dieser Bereiche erreicht werden [149]. Da die RKM-Sonden ebenfalls eine pyramidenförmige Spitze besitzen, soll

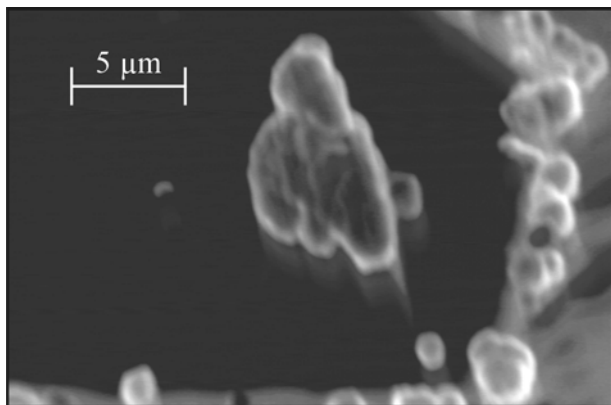


Abb. 9.11: Sonde mit zu großer Diamantbe-
deckung

dieses Verfahren zur Ausbildung eines Diamantkeims genutzt werden. Im zweiten Schritt werden für das Wachstum der Nuklide optimierte Prozessparameter verwendet. Die Größe der Diamantkörner hängt dabei im wesentlichen von der Länge des Wachstumsprozesses ab.

Neben den schon genannten Prozessparametern Gaskomposition, Gasdruck, Substrattemperatur, Mikrowellenleistung

und verwendete Vorspannung bei der Bekeimung spielt die Position der RKM-Sonde im Rezipienten und damit die relative Lage der Siliziumspitze zum Plasma eine entscheidende Rolle. Das Plasma besitzt eine von den Prozessparametern und der Geometrie des Rezipienten und der Mikrowellenantennen abhängige räumliche Ausdehnung, Nukleationsdichte und Wachstumsgeschwindigkeit nehmen vom Rand zum Zentrum des Plasmas zu. Befindet sich die Spitze der Sonde zu weit vom Zentrum des Plasmas entfernt, kommt es zu keiner Diamantabscheidung. Wird der Abstand zum Zentrum zu klein gewählt, kann es zur Ausbildung größerer Diamantschichten kommen, weiterhin ist in diesem Fall eine Abscheidung von Diamant an den Kanten der Spitze und des Hebelarms zu beobachten, da die elektrischen Felder an diesen Stellen ebenfalls für eine Bekeimung ausreichend groß sind (siehe Abbildung 9.11).

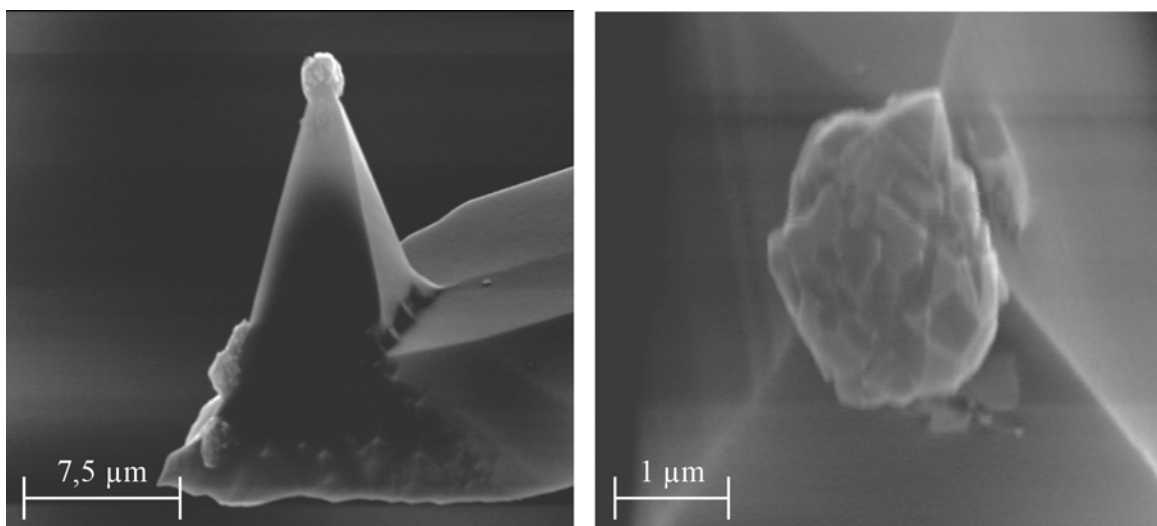


Abb. 9.12: Siliziumsonde mit aufgewachsenem Diamantkorn

Die Ausbildung von Diamant abseits der Sondenspitze ist unerwünscht, da diese bei der Abscheidung der Goldschicht ebenfalls elektrisch kontaktiert werden und einen Teil des Messstromes führen werden. Da dieser Diamant aber nicht während des Betriebs der Sonde mit der Probenoberfläche in Kontakt kommt, wird sich seine Temperatur und damit auch sein elektrischer Widerstand nicht ändern. Der Strom durch diesen unerwünschten Diamant wird sich also ebenfalls nicht ändern und trägt damit keine Informationen. In Abbildung 9.12 ist eine Sondenspitze aus Silizium mit aufgewachsenem Diamantkorn dargestellt.

9.3.2 Oxidation der Siliziumsonde

Um Schädigungen des Diamantmaterials bei einer nachfolgenden Oxidation zu vermeiden, wird ein elektrochemisches Verfahren eingesetzt. Bei den ersten anodischen Oxidationsversuchen in einer KNO_3 -Lösung (0,04 Mol KNO_3 in Ethylenglykol) wurde mit Hilfe eines Hochspannungspotentiostaten ein stetig mit einer Geschwindigkeit von 100 mV/s auf 80 V ansteigendes Potential zwischen dem Siliziumsubstrat und einer Gegenelektrode aus Gold erzeugt. Die so entstehende ca. 80 nm dicke Siliziumoxidschicht wies allerdings bei der späteren Charakterisierung eine unzureichende Durchschlagsfestigkeit auf. Die mit einem kleineren Potential (20V) und deutlich längeren Wachstumszeit (ca. 70 Stunden) erzeugten Oxidschichten besaßen trotz ihrer geringeren Dicke von etwa 20 nm eine deutlich höhere Durchschlagsfestigkeit. Dies ist vermutlich auf eine geringere Defektdichte zurückzuführen, da die Defekte trotz ihrer sehr geringen Beweglichkeit ausreichend Zeit zum Ausheilen hatten.

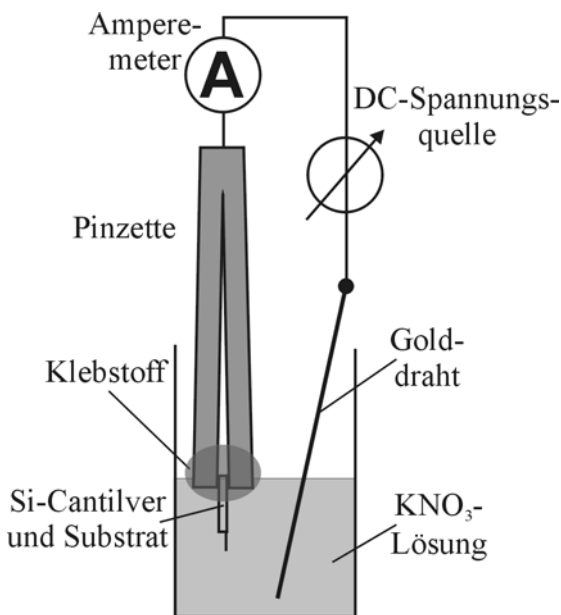


Abb. 9.13: Versuchsaufbau zur naßchemischen Oxidation der Si-Sonde

Abbildung 9.13 zeigt den verwendeten Versuchsaufbau. Das Siliziumsubstrat der Sonde wird in eine Pinzette eingespannt. Das untere Ende der Pinzette und ein Teil des Substrats werden durch einen Tropfen thermoelastischen Klebstoffs elektrisch isoliert, das Ende des Substrats samt Cantilever und Spitze werden anschließend in die KNO_3 -Lösung eingetaucht. Als Gegenelektrode dient ein Golddraht, der in der Nähe des Cantilevers platziert wird.

Zur Überprüfung der SiO_2 -Schicht auf Cantilever und Spitze wurde mit Hilfe der EDX-Analyse eine lokale Materialcharakterisierung durchgeführt. Dieses Ver-

fahren erlaubt die lokale Bestimmung der stofflichen Zusammensetzung einer Probe. In dem in einem lokalen Bereich aufgenommenem Energiespektrum der Probe machen sich die vorhandenen Elemente durch Maxima bei definierten Energiewerten bemerkbar, die Höhe der Maxima gibt Aufschluss über die Konzentration des Elements. Abbildung 9.14 zeigt die Si-Spitze auf dem vorderen Ende des Cantilevers und das korrespondierende Energiespektrum dieses Probenbereichs.

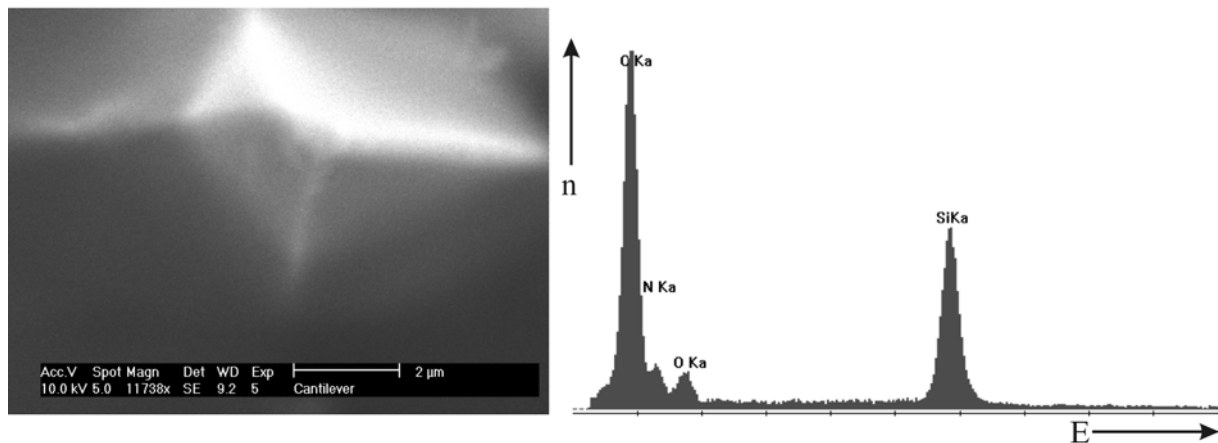


Abb. 9.14: REM-Aufnahme (links) und Energiespektrum (rechts) der Spitze und des vorderen Cantilevers

Eine Vergleichsmessung wurde an einer Stelle des Siliziumsubstrats durchgeführt, die zur elektrischen Kontaktierung mit Leitsilber bedeckt war. In der REM-Aufnahme und im Energiespektrum (Abbildung 9.15) sind noch Reste des wieder abgelösten Leitsilbers zu erkennen.

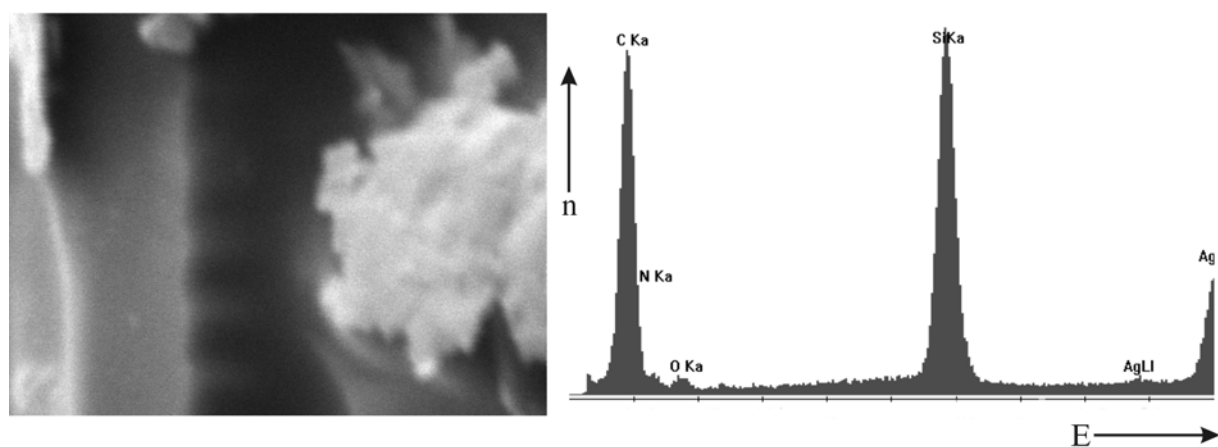


Abb. 9.15: REM-Aufnahme (links) und Energiespektrum (rechts) eines nicht der naß-chemischen Oxidation ausgesetzten Teils des Siliziumsubstrats

Im an der Spitze aufgenommenen Spektrum ist ein deutlich höherer Sauerstoffanteil (bezeichnet als O Ka) zu erkennen, der darauf hinweist, dass es neben der in jedem Fall vorhandenen nativen Oxidschicht zur Ausbildung einer deutlich dickeren SiO_2 -Schicht gekommen ist.

9.3.3 Abscheiden einer Goldschicht und elektrische Kontaktierung der Struktur

Die Sonde wurde mit Leitsilber auf einem metallischen Halter befestigt, der den Einbau der Sonde in das Mikroskop ermöglicht. Dieser Halter und der größte Teil des Si-Substrat der Sonde wurden mit Isolierband abgeklebt. Im nächsten Schritt wurde die Diamantoberfläche zunächst durch Beschuss mit niederenergetischen Argon-Ionen gereinigt. Nach diesem kurzen Ätzprozess wurde auf der Probe eine ca. 40 nm dicke Goldschicht aufgebracht. Mit Hilfe dünner Drähte und etwas Leitsilber wurden die Goldschicht und das Si-Substrat kontaktiert. Abbildung 9.16 zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme und eine schematische Skizze der Gesamtanordnung.

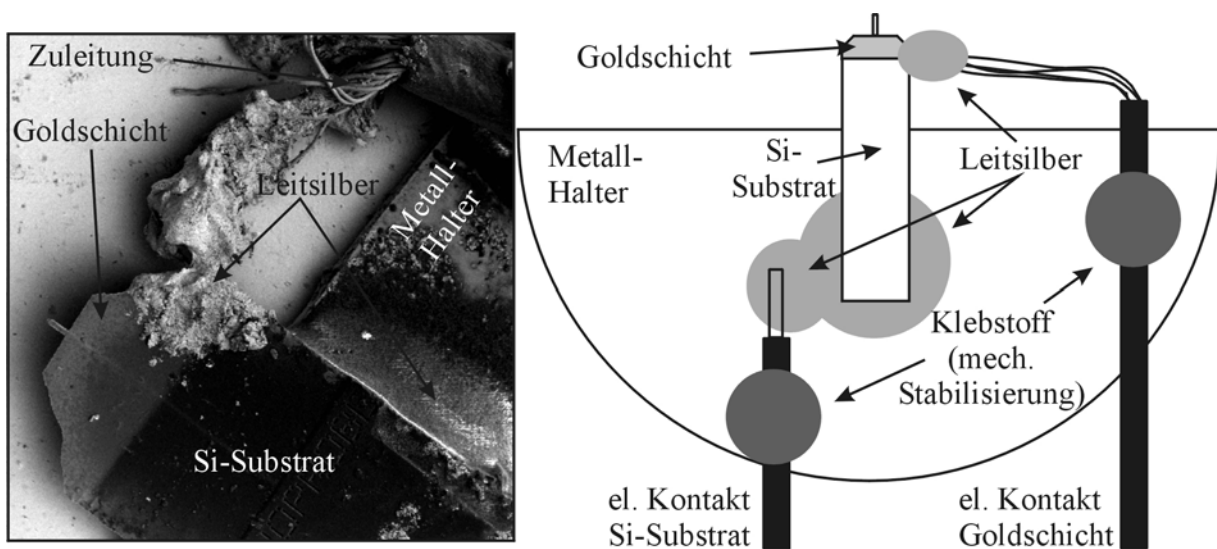


Abb. 9.16: REM-Aufnahme (links) und schematische Skizze (rechts) der Gesamtanordnung

Durch Anlegen einer Spannung zwischen den beiden elektrischen Kontakten wird ein Messstrom vom Metallhalter in das Siliziumsubstrat durch die Spitze der Sonde und dem Diamantkorn in die Goldschicht erzeugt. Dies erlaubt die Messung des elektrischen Widerstandes der Gesamtstruktur und deren Änderungen aufgrund von Temperaturänderungen in der thermischen Sonde.

9.3.4 Charakterisierung der thermischen Sonde aus Diamant

Es wurden erste Messungen des Sondenwiderstandes mit einem Präzisionsmultimeter und mit einer LCR-Messbrücke durchgeführt. Trotz hinreichend guter Empfindlichkeit sowohl des Multimeters als auch der Messbrücke konnten beide Verfahren nicht genutzt werden, da die Messströme beider Geräte zu einer deutlichen Selbsterwärmung der Sonde führten und die daraus resultierenden Widerstandsänderungen präzise und stabile Messungen unmöglich machten.

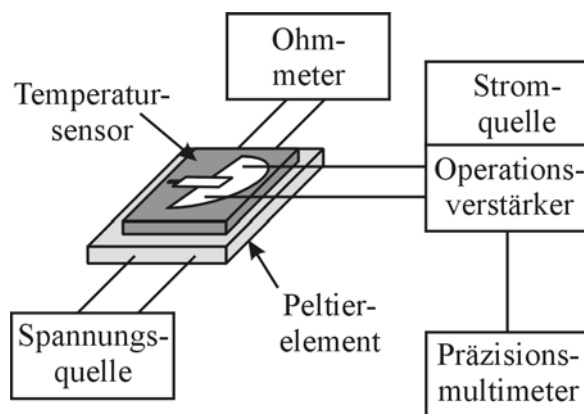


Abb. 9.17: Versuchsaufbau zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit des Sondenwiderstands

Aus diesem Grunde wurde eine Anordnung entwickelt, die einen konstanten Messstrom von $0,25-0,5 \mu\text{A}$ zur Verfügung stellt und den Spannungsabfall über der thermischen Sonde mit Hilfe eines Operationsverstärkers misst. In einem ersten Schritt wurde die Abhängigkeit des Widerstandes der thermischen Sonde von ihrer Gesamttemperatur untersucht. Die Versuchsanordnung ist in Abbildung 9.17 schematisch skizziert.

Die gesamte Sonde ist auf einem resistiven Temperatursensor (PT-100 Element) befestigt, über dessen Widerstand die Sondentemperatur bestimmt werden kann. Thermoelement samt Sonde werden mit Hilfe eines Peltier-elementes

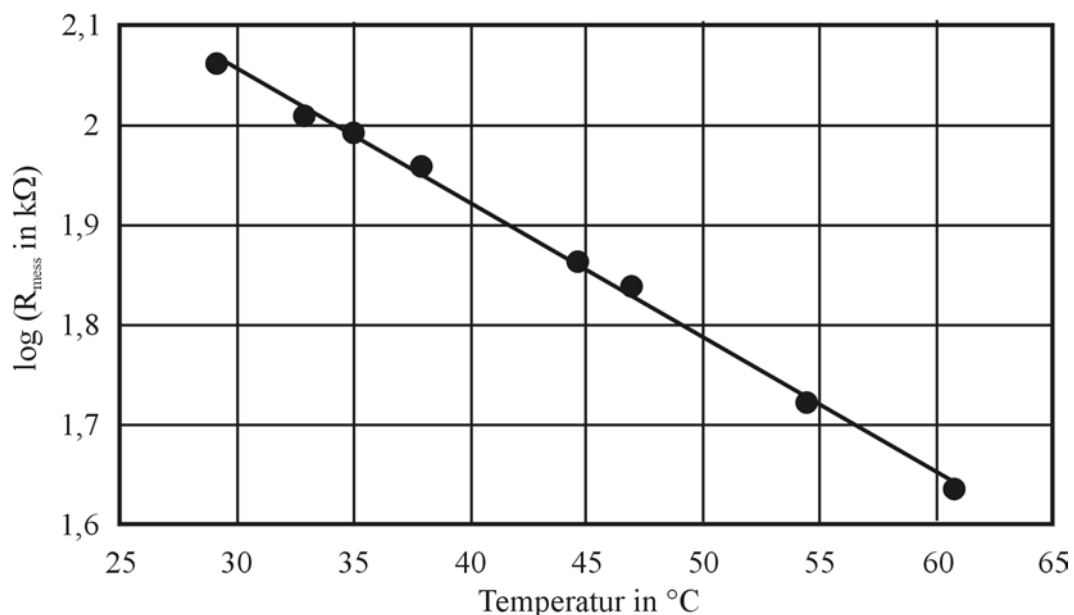
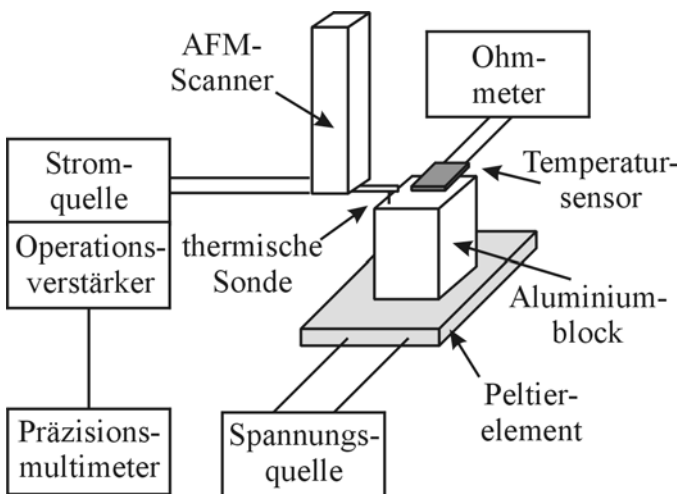


Abb. 9.18: Temperaturabhängigkeit des Sondenwiderstandes bei Erwärmung der gesamten Sonde (gemessene Werte und Regressionsgrade)

erwärmt. Der Sondenwiderstand lässt sich bei bekanntem Strom aus dem verstärkten Spannungssignal errechnen. Abbildung 9.18 zeigt den logarithmischen Zusammenhang von Sondenwiderstand und Temperatur.

Es ergibt sich ein exponentieller Abfall des elektrischen Widerstandes mit zunehmender Temperatur, wie er für eine Halbleitersonde erwartet wird. Der Absolutwert des Widerstandes änderte sich von 115,2 k Ω bei einer Temperatur von 29,1° Celsius auf 43,2 k Ω bei 60,2° Celsius.

Mit dieser Messtechnik wurde der in Abbildung 9.19 dargestellte Versuchsaufbau realisiert, der die Änderung des Sondenwiderstandes aufgrund eines Wärmeflusses von einer aufgeheizten Probe in die Spitze der Sonde erfasst und damit den tatsächlichen Verhältnissen bei thermischen Messungen mit dem SThM entspricht.



Die thermische Sonde wird ins RKM eingelegt und in Kontakt mit dem Aluminiumblock gebracht. Dabei wird die Sonde über eine Ecke des Aluminiumblocks positioniert. Dadurch wird vermieden, dass der Draht zur Kontaktierung der Goldschicht der Sonde aufgrund seiner Dicke das Aufsetzen der Spitze verhindert (siehe REM-Aufnahme in Abb. 9.16). Wie in der oben beschriebenen Anordnung lässt sich die Temperatur des Aluminiumblocks mit dem Peltierelement regulieren und mit dem Temperatursensor bestimmen.

Abb. 9.19: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Sondenwiderstandes bei Erwärmung der Sonde über ihre Spitze

In Abbildung 9.20 ist der Sondenwiderstand in Abhängigkeit der Temperatur des Aluminiumblocks dargestellt.

Auch bei diesen Messungen ist eine deutliche Reduzierung des Sondenwiderstandes mit zunehmender Temperatur zu beobachten. Ein exponentieller Zusammenhang kann auch hier vermutet, jedoch nicht durch eine Regressionsanalyse bestätigt werden. Die Ursache hierfür liegt vermutlich in einer Änderung der Auflagekraft und damit der Auflagefläche während der Messung, die auf die thermische Expansion des Aluminiumblocks zurückzuführen ist und zu Messfehlern führt.

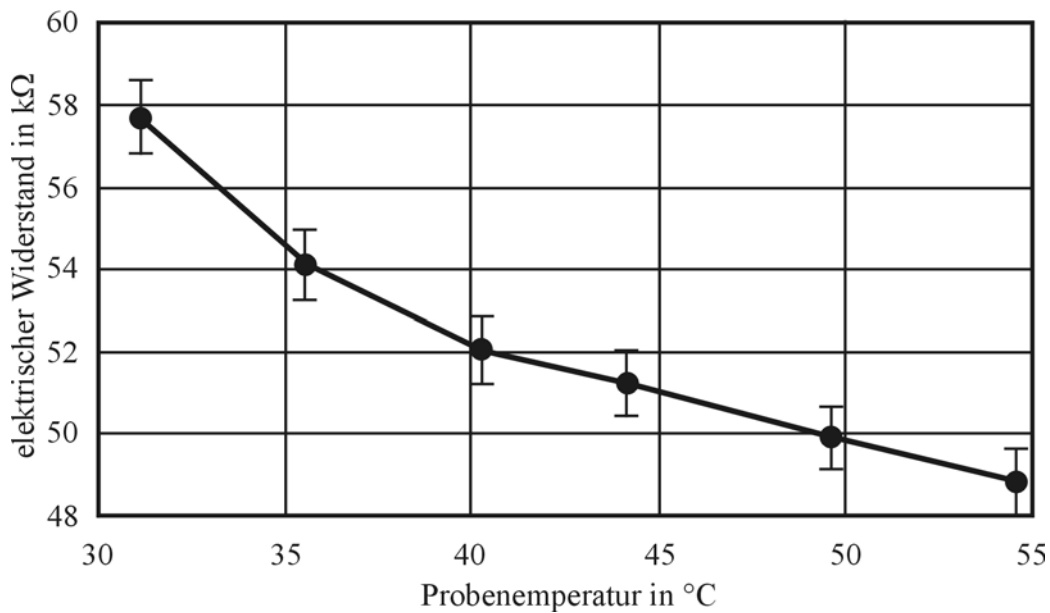


Abb. 9.20: Temperaturabhängigkeit des Sondenwiderstandes bei Erwärmung der Sonde über ihre Spitze

Im Temperaturbereich zwischen 31 °C und 34 °C beträgt die Temperaturempfindlichkeit der thermischen Sonde aus Diamant 202 $\mu\text{V}/\text{K}$ und ist damit um den Faktor 156 besser als die der alten Platinsonde. Die experimentell ermittelte Empfindlichkeit liegt damit nur unwesentlich unter der per Simulation berechneten Empfindlichkeit von 223 $\mu\text{V}/\text{K}$.

Wie in aus den in Abbildung 9.18 und 9.20 dargestellten Messungen entnommen werden kann, variiert der absolute Sondenwiderstand erheblich. Während dieser bei der erstgenannten Messung bei 30°C bei ca. 115 k Ω lag, betrug er bei der zweiten Messserie mit gleicher Messtechnik lediglich noch ca. 59 k Ω . Es waren bei allen hergestellten Prototypen der thermischen Sonde aus Diamant ähnliche oder noch deutlichere Schwankungen des Gesamtwiderstandes, zum Teil über einen Bereich von mehreren Megaohm, beobachtbar. Da die Messelektronik zur Erzielung einer ausreichenden Empfindlichkeit auf den Sondenwiderstand angepasst werden muss, gelang es nicht, die Prototypen für die zweidimensionale Vermessung thermischer Eigenschaften einer Probe im thermischen Rasterkraftmikroskop zu verwenden.

Die Ursache für die Widerstandsvariationen wird in der nicht ausreichend guten Qualität des Diamanten und vor allem der elektrischen Kontakte mit dem Diamant vermutet. Die elektrischen Eigenschaften der Sonden änderten sich in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur und Luftfeuchtigkeit, da der elektrische Widerstand jedoch nicht bei ähnlichen Witterungsbedingungen eine ähnliche Größe besaß, werden weiterhin Degradationser-

scheinungen über die Zeit und in Abhängigkeit des durch die Sonde geflossenen Stroms vermutet.

Zur Erreichung stabiler elektrischer Eigenschaften wurden in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für elektronische Bauelemente und Schaltungen von Prof. Dr. Kohn an der Universität Ulm weitere Versuche zur Diamantdeposition durchgeführt. Dieser Gruppe gelang bereits die Realisierung auf Diamantbasis hergestellter Transistoren, Sensoren und Aktuatoren und sie besitzt große Erfahrung gerade auf dem Gebiet der Herstellung von Schottky- und ohmschen Kontakten auf Diamant. In einer ausführlichen Versuchsreihe gelang es jedoch nicht, die für die Herstellung geschlossener Diamantfilme optimierte CVD-Anlage für eine Abscheidung von einzelnen Diamantkörnern, insbesondere auf der Sondenspitze, zu nutzen. Offenbar kam es bei den Versuchen trotz breiter Variation der Prozessparameter nicht zu einer ausreichenden Feldüberhöhung an der Sonde, da es in keinem Fall gelang, Diamant auf der Siliziumspitze abzuscheiden.

Da die Ausrichtung dieser Arbeit nicht auf der Entwicklung technologischer Verfahren zur Fertigung mikroskopischer Sonden für die Rastersondenmikroskopie lag, wurde lediglich die prinzipielle Realisierbarkeit des neu entwickelten Sondenkonzepts anhand der Charakterisierung einiger Prototypen demonstriert. Aufgrund der Ausrichtung des Lehrstuhls für Elektronik auf die Entwicklungen neuer Verfahren und Techniken der Rastersondenmikroskopie sind weder die personellen noch die technologischen Möglichkeiten für die Herstellung von mikroskopischer Sonden über das Prototypenstadium hinaus gegeben.

10. Zusammenfassung und Ausblick

Im Zuge dieser Arbeit wurde ein rastersondenmikroskopisches Messsystem entwickelt, mit dem sich quantitativ Temperaturverteilungen und die lokale thermische Leitfähigkeit erfassen lassen. Zu diesem Zweck wurden zunächst die mechanischen Eigenschaften der verwendeten thermischen Sonde aus Platin untersucht und die Regelparameter des im Kontakt-Modus arbeitenden Rasterkraftmikroskops bezüglich dieser Sonde optimiert. In anschließenden Simulationen der thermoelektrischen Eigenschaften der resistiven Sonde wurden für die Konzeption des Messsystems wichtige Parameter wie die Eigenerwärmung und die zu erwartende Empfindlichkeit der Sonde ermittelt. Basierend auf diesen Simulationsergebnissen und den Ergebnissen der Vermessung der elektrischen Eigenschaften – insbesondere der induktiven und kapazitiven Blindanteile der Sonde – wurde eine Messelektronik entworfen und realisiert. Die Empfindlichkeit der Wheatstone-Messbrücke mit integriertem rauscharmen Vorverstärker und die Leistungsfähigkeit des gesamten SThM-Aufbaus wurden bestimmt. Dabei konnte die durch theoretische Betrachtungen des Rauschanteils vorhergesagte Temperaturempfindlichkeit von 5 mK anhand von Messungen an einer geheizten Teststruktur bestätigt werden.

Durch die Integration des 3ω -Methode kann mit diesem Messaufbau ebenfalls eine quantitative Analyse der lokalen thermischen Leitfähigkeit einer Probe durchgeführt werden. Bei dem für diesen Zweck neu entwickeltem Messverfahrens werden zunächst simultan die Topographie und eine qualitative Abbildung der Leitfähigkeitsunterschiede der Probe aufgenommen. Anschließend werden zur Kalibrierung dieser Aufnahme an mindestens zwei Punkten der Probe frequenzabhängige Messungen durchgeführt, durch Vergleichsmessungen an Luft können dabei verfälschende Einflüsse durch Wärmekonvektion und systematische Fehler des Messsystems eliminiert werden. Die abschließende Messung an einem Referenzmaterial mit bekannter thermischer Leitfähigkeit erlaubt die Bestimmung der absoluten thermischen Leitfähigkeit der Probe mit einem Fehler von unter zwei Prozent.

Mit dem realisierten Messaufbau wurden Temperaturmessungen zur Charakterisierung von elektronischen Bauelementen durchgeführt. So konnten an Teststrukturen Temperaturerhöhungen in Abhängigkeit der Stromdichte und inhomogene Temperaturverteilung durch den als current crowding bekannten Effekt von Änderungen der effektiven stromdurchflossenen Fläche an Krümmungen und Knicken der Struktur nachgewiesen werden. Weiterhin konnten in Bipolartransistoren durch erhöhte Verlustleistungen gebildete Wärmequellen lokalisiert werden. Je nach Betriebsart waren Änderungen im Temperaturprofil zu beobachten, die auf variierende Ursachen für die Wärmequellen – einerseits elektrische Übergangswiderstände an Metall-Halbleiterkontakten, andererseits interne elektrische Felder an

pn-Übergängen – zurückzuführen waren. Mit Hilfe des thermischen Rasterkraftmikroskops konnte ebenfalls die Temperaturverteilung im Kanalbereich eines in Sättigung betriebenen n-Kanal MOSFETs vermessen werden. Dabei konnte eine Erwärmung unterhalb des Gates in der Nähe des Drain-Kontaktes beobachtet werden, welche auf die Präsenz hochenergetischer Elektronen aufgrund von hohen elektrischen Feldstärken in der Abschnürregion des Transistors hindeutet.

Ein weit verbreitetes Einsatzgebiet thermischer Mikroskopieverfahren ist die Lokalisierung von Fehlern in integrierten Schaltungen über die Detektion von Hot Spots. Auch das thermische Rasterkraftmikroskop konnte erfolgreich zur Abbildung eines durch einen Gate-Drain Durchbruch induzierten Fehlers innerhalb eines MOS-Feldeffekttransistors eingesetzt werden. Die dabei erzielte Ortsauflösung von 150 nm zeigt die Leistungsfähigkeit des SThM-Systems. Bei der Analyse eines weiteren im Durchbruchsbereich betriebenen Feldeffekttransistors konnte der Durchbruch im Abschnürungsbereich des Kanals unterhalb der Gate-Metallisierung in der SThM-Aufnahme lokalisiert werden. Im Gegensatz beispielsweise zum ebenfalls zur Fehlerlokalisierung verwendeten photoemissionsmikroskopischen Verfahren lässt sich mit diesem System auch der Ort von durch Metallisierungen verdeckten Fehlern bestimmen. Die Vielseitigkeit des Systems wurde nach geeigneter Erweiterung und dem Einbau von Schutzmechanismen mit der Vermessung eines fehlerinduzierten Hot Spots in einem mit Hochspannung betriebenen Leistungsbaulement demonstriert.

In einem Leistungsbaulement gelang ebenfalls die Lokalisierung eines Fehlers über die Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit. Dies wurde durch die Auffindung eines wenige Mikrometer großen Bereichs möglich, in dem die thermische Leitfähigkeit des Halbleitermaterials aufgrund einer strukturellen Veränderung infolge eines elektrischen Durchbruchs reduziert war.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der überwiegende Teil der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Temperaturmessungen in elektronischen Bauelementen erst durch die signifikante Verbesserung der Temporaufauflösung des Verfahrens möglich wurde. Die maximalen Temperaturdifferenzen auf der Oberfläche des untersuchten Probenbereichs lagen in vielen Fällen zum Teil deutlich unter einem Kelvin und damit unterhalb des Auflösungsvermögens der bis zu diesem Zeitpunkt entwickelten SThM-Systemen auf Basis einer resistiven Sonde. Eine weitere Steigerung der Empfindlichkeit ist durch die Separation des Temperatursignals von den durch Selbsterwärmung der Sonde auftretenden Verfälschungen aufgrund von Variationen der thermischen Leitfähigkeit möglich, die mit dem 3ω -Verfahren erstmals erreichbar waren.

Das ungünstige Aspektverhältnis der verwendeten Sonde machte sich allerdings vor allem bei Proben mit großen Topographieunterschieden negativ auf die Abbildungsqualität der Topographieaufnahmen bemerkbar. Auch verhinderte die mechanische Instabilität dieser Sonde eine leichte und schnelle Handhabung des Systems. Diese Probleme lassen sich nur mit Hilfe einer neu zu entwickelnden thermischen Sonde überwinden.

Die Bestimmung der lokalen thermischen Leitfähigkeit konnte erfolgreich zur Charakterisierung von Komposit-Materialien genutzt werden. Auf diese Weise ließ sich die Verteilung und die Größe von Partikeln in Bremsscheiben und von Tefloninklusionen in einer Nickel-Gleitschicht ermittelt. Die hohe Ortsauflösung und Empfindlichkeit des Systems erlaubte erstmals die Abbildung der hexagonalen Anordnung von Polymerkernen in einem Core/Shell-Polymersystem in dichtester Kugelpackung.

Bei der quantitativen Analyse einer synthetisch hergestellten Diamantschicht konnten in dem untersuchten Probenbereich Variationen in der thermischen Leitfähigkeit zwischen 400 und 1200 W/mK festgestellt werden. Dieses Ergebnis und die durch die Quantifizierung mögliche Vergleichbarkeit von mit unterschiedlichen Wachstumsparametern hergestellten Diamantschichten erlauben eine Qualitätskontrolle und bieten Ansatzpunkte für eine Optimierung des Herstellungsprozesses. Quantitative Messungen an undotiertem Siliziumproben bestätigten die Leistungsfähigkeit des Verfahrens, die Abweichung des gemessene Wert der thermischen Leitfähigkeit von 146 W/mK vom in der Literatur angegeben Wert von 145 W/mK liegt unter einem Prozent. Es wurden erste Versuche zur Korrelation der Dotierstoffkonzentration mit der thermischen Leitfähigkeit von dotiertem Silizium durchgeführt. Dabei konnte zunächst ein Anstieg der thermische Leitfähigkeit mit zunehmender Dotierstoffkonzentration beobachtet werden, der mit der Zunahme der freien Ladungsträger im Halbleiter erklärbar ist. Mit weiter ansteigender Konzentration sinkt die thermische Leitfähigkeit wieder, eine Beobachtung, die mit einer Reduktion der Wärmeleitung durch Phononen aufgrund der zunehmenden Störung des Kristallgitters erklärt werden könnte. Zur Klärung des Zusammenhanges zwischen thermischer Leitfähigkeit und Dotierstoffkonzentration sind sowohl weiterführende experimentelle Arbeiten als vor allem auch Arbeiten zum besseren theoretischen Verständnis des Zusammenhangs notwendig, eine geschlossene analytische Beschreibung steht bislang noch aus.

Zur weiteren Verbesserung der 3ω -Methode im thermischen Rastersondenmikroskop erscheint eine Modifikation des Messverfahrens sinnvoll. So kann es bei dem bislang verwendeten Aufbau zu einer Variation der durch die thermische Sonde an die Probe abgegebene Heizleistung, kommen, wenn die zu untersuchende Probe und das Referenzmaterial einen zu großen Unterschied in ihrer thermischen Leitfähigkeit aufweisen. Da die abgegebene

Heizleistung konstant sein sollte, um die Messung nicht zu verfälschen, könnte der Messelektronik beispielsweise eine aktive Regelung hinzugefügt werden. Neben diesen messtechnischen Veränderungen erscheint die weitere Untersuchung des Wärmetransports im Nahfeld zweier Körper sinnvoll, um ein besseres theoretisches Verständnis der Ausbreitungseigenschaften der thermischen Welle zu erlangen. Hierzu sei angemerkt, dass die komplexe Thematik des mikroskopischen Wärmetransports Gegenstand aktueller Forschung ist und bis heute nicht in ausreichender Weise durch geeignete Modelle beschrieben wird.

Die Weiterentwicklung und eine Steigerung der Leistungsfähigkeit bezüglich Orts-, Temperatur- und Zeitauflösung der thermischen Rastersondenmikroskopie sind eng mit der Entwicklung neuer mikroskopischer Sonden verknüpft. Aus diesem Grunde wurden im Rahmen dieser Arbeit neue Konzepte zur Verkleinerung der geometrischen Abmessungen und zur Verbesserung des Aspektverhältnisses des mikroskopischen thermischen Sensors entwickelt. Zur Realisierung eines besseren Aspektverhältnisses und zur Verbesserung der mechanischen Stabilität wurden beide Sondenkonzepte auf der Basis der geometrischen Daten bewährter Standardsonden der Rasterkraftmikroskopie zur Abbildung der Oberflächentopographie entworfen. Um wie bisher leicht zwischen den Betriebsmodi zur Temperaturbestimmung und Messung der thermischen Leitfähigkeit wechseln zu können, wurden Konzepte für resistive thermischen Sonden entwickelt. Für das erste Konzept wurde für das Sensorelement dotiertes Silizium, für das zweite Diamant vorgesehen. In beiden Fällen handelt es sich um Halbleitermaterialien, die aufgrund der exponentiellen Abhängigkeit ihres elektrischen Widerstandes von der Temperatur eine besonders gute Empfindlichkeit erwarten lassen. Zur Charakterisierung der beiden Sondenmodelle wurden umfangreiche FEM-Simulationen ihrer thermischen und elektrischen Eigenschaften durchgeführt. Für beide Modelle ist eine um drei Größenordnungen höhere Temperaturempfindlichkeit zu erwarten. Aufgrund der besseren dynamischen Eigenschaften des auf einem Diamantsensor basierenden Sondemodells und der einfacheren technischen Realisierbarkeit wurden erste Schritte zur Herstellung dieser thermischen Sonde unternommen.

Es konnten erste Prototypen einer thermischen Sonde aus Diamant hergestellt werden. Über die Analyse der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes des thermischen Sensors konnte die prinzipielle Funktionsfähigkeit des Konzeptes nachgewiesen werden.

11. Veröffentlichungen und Vorträge

Ein Teil der Ergebnisse dieser Arbeit wurden in internationalen Fachzeitschriften veröffentlicht und auf nationalen und internationalen Konferenzen präsentiert. Es folgt eine Publikationsliste des Verfassers dieser Arbeit.

- I. Koschinski P., Fiege G., Balk, L.J.: "Nano-Field-Effect Microscopy of Electrical Inhomogenities on InGaAs-Surfaces", *Inst. of Phys. Conf. Ser.* **146** (1995), 659-662, presented at the "Ninth Oxford Conference on Microscopy of Semiconducting Materials", 20.-23.3.1995, Oxford, U.K.
- II. Balk L.J., Koschinski P., Fiege G, Reineke, F.J.: "Nanolithography by scanning probe stimulated development of photoresists" *Proc. SPIE-The International Society for Optical Engineering* **2723** (1996), 402-408, presented at "SPIE's 1996 International Symposium on Microlithography", 10.-15.3.1996, Santa Clara, USA
- III. Balk L.J., Cramer R.M., Fiege G.B.M.: "Thermal Analyses by means of Scanning Probe Microscopy" *Proceedings of the 6th International Symposium on the Physical & Failure Analysis of Integrated Circuits* (1997), 1-6, **Keynote Paper** at the "IPFA 97, 6th International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits", 21.-25.7. 1997, Singapore
- IV. Fiege G.B.M., Cramer R.M., Balk L.J., Reineke F.J.: "Temperature Profiling with highest Spatial and Temperature Resolution by means of Scanning Thermal Microscopy", *Proceedings of the 23rd International Symposium for Testing and Failure Analysis* (1997), 51-56, presented at the "ISTFA 97, 23rd International Symposium for Testing and Failure Analysis", 27.-31.10.1997, Santa Clara, USA
- V. Balk L.J., Cramer R.M., Fiege G.B.M., Heiderhoff, R.: "Nanoanalytik elektronischer Bauelemente", **Eingeladener Hauptvortrag** auf der Fachtagung "Informations- und Mikrosystemtechnik", 25.-27.3.1998, Magdeburg
- VI. Balk L.J., Cramer R.M., Chin R., Fiege G.B.M., Phang J.C.H.: "Optical and Thermal Near-Field Microscopies of Silicon Integrated Circuits", **Tutorial** presented at the 1998 International Reliability Physics Symposium, 30.3.-2.4.1998, Reno, USA
- VII. Fiege G.B.M., Heiderhoff R., Maywald M., Görlich S., Boit C., Balk L.J.: "Fehleranalyse hochintegrierter Schaltungen mit dem thermischen Rasterkraftmikro-

-
- skop", Vortrag auf der "ITG FB 8.5: Fehlermechanismen bei kleinen Geometrien“, 19.-20. Mai 1997, Bayersoien
- VIII. Fiege G.B.M, Balk L.J.: "Scanning Thermal Microscope (SThM): A tool for the investigation of thermal properties and temperature distributions in the nanometer range", *Proceedings of the 4th International Workshop on Thermal investigations of Ics and Microstructures* (1998), 211-215, presented at the "4th International Workshop on Thermal investigations of ICs and Microstructures", 27.-29.9.1998, Cannes, France
- IX. Fiege G.B.M., Feige V., Phang J.C.H., Maywald M., Görlich S., Balk, L.J.: "Failure analysis of integrated devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM)", *Microelectron. Reliab.* **38** (1998), 957-961, presented at the "ESREF 98, 9th European Symposium on Quality and Reliability of Electron Devices", 5.-9.10.1998, Copenhagen, Denmark
- X. Fiege, G.B.M., Altes, A., Heiderhoff, R., and Balk, L.J.: "Quantitative thermal conductivity measurements with nanometre resolution", *J. Phys. D.: Appl. Phys.* **32** (1999), L13-L17
- XI. Meincken M., Fiege G.B.M., Lepidis P., Sanderson R., Balk L.J.: "Investigation of the drying process of low Tg emulsions by means of Scanning Force Microscopy", presented at "The 1st International Conference on Scanning Probe Microscopy of Polymers", 27. - 29.8 1999, Santa Barbara, USA
- XII. Fiege G.B.M., Schade W., Palaniappan M., Ng V., Phang J.C.H., Balk L.J.: "Front- and backside investigations of thermal and electronic properties of semiconducting devices", *Microelectron. Reliab.* **39** (1999), 937-940, presented at the "ESREF 99, 10th European Symposium on Quality and Reliability of Electron Devices", 5.-8.10.1999, Bordeaux, France
- XIII. Fiege G.B.M., Niedernostheide F.-J., Schulze H.-J., Barthelmeß R., Balk L.J.: "Thermal Characterization of Power Devices by Scanning Thermal Microscopy Techniques", *Microelectron. Reliab.* **39** (1999), 1149-1152, presented at the "ESREF 99, 10th European Symposium on Quality and Reliability of Electron Devices", 5.-8.10.1999, Bordeaux, France

-
- XIV. Palaniappan M., Fiege G.B.M., Ng V., Heiderhoff R., Phang J.C.H., Balk L.J.: "Correlation of Electronic and Thermal Properties of Short Channel nMOSFETS", *Proceedings of the 25th International Symposium for Testing and Failure Analysis* (1999), 465-470, presented at the ISTFA 99, "25th International Symposium for Testing and Failure Analysis", 14.-18.11.1999, Santa Clara, USA
- XV. Fiege G.B.M., Becker G., Engemann J., Boit C., Balk L.J.: „Thermomicroscopy of Materials and Devices at Nanometer Dimensions“ *Proceedings of the 3rd International Conference and Poster Exhibition Micro Materials* (2000), 344-347, presented at the MicroMat 2000, “3rd International Conference and Poster Exhibition Micro Materials”, 17.-19.04.2000, Berlin
- XVI. Fiege G.B.M. , Becker G., Boit, C., Balk L.J.: "Neue Verfahren und Sonden zur lokalen quantitativen Erfassung thermischer Eigenschaften mit dem Rasterkraftmikroskop", Vortrag auf der „ITG FB 8.5: Fehlermechanismen bei kleinen Geometrien“, 04.-05.05.2000, Bayersoien, Germany
- XVII. Fiege G.B.M., Zmeck M., Osipowicz T., Watt F., Niedernostheide F., Schulze H.-J., Balk L.J.: "Characterisierung von Hochleistungsbau-elementen mit Hilfe protonen-induzierter Ströme", Vortrag auf dem „32. Kolloquium des Arbeitskreises für Elektronenmikroskopische Direktabbildung und Analyse von Oberflächen“, 18.-20.09.2000, Saarbrücken
- XVIII. Zmeck M., Osipowicz T., Watt F., Niedernostheide F., Schulze H.-J., Fiege G.B.M., Balk L.J.: “Analysis of High-Power Devices Using Proton Beam Induced Currents”, *Microelectron. Reliab.* 40 (2000), 1413-1418, presented at the "ESREF 00, 11th European Symposium on Quality and Reliability of Electron Devices", 2.-6.10.2000, Dresden
- XIX. Lee T.H., Fiege G.B.M., Altes A., Zimmermann G., Ng V., Heiderhoff R., Phang J.C.H., Balk L.J.: "Characterization of MOS Devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM)", *Proceedings of the 27th International Symposium for Testing and Failure Analysis* (2001), 191-197, presented at the ISTFA 01, "27th International Symposium for Testing and Failure Analysis", 11.-15.11.2001, Santa Clara, USA

12. Literaturverzeichnis

- [1] Majumdar A.: "Scanning Thermal Microscopy", *Annu. Rev. Mater. Sci.* **29** (1999), 505-585
- [2] Moore G.: "Progress in digital integrated electronics", *IEDM Tech. Digest.* (1975), 11-13
- [3] Taur Y., Wann C. H., Frank D. J.: "25 nm CMOS Design Considerations", *IEDM Tech. Digest.* (1998), 789-792
- [4] Ning T. H.: "Silicon Technology Directions in the New Millennium", *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings 38th Annual* (2000), 1-6
- [5] Pollock H. M. , Hammiche A.: "Micro-thermal analysis: techniques and applications", *J. Phys. D: Appl. Phys.* **34** (2001), R23-R53
- [6] Barton D. L., Tangyunyong P., Soden J. M., Liang A. Y., Low F. J., Zaplatin A. N., Shivanandan K., Donohoe G.: "Infrared Light Emission From Semiconductor Devices", *Proceedings from the 22th International Symposium for Testing and Failure Analysis* (1996), 9-17
- [7] Ferrier S.: "Thermal and Optical Enhancements to Liquid Crystal Hot Spot Detection Methods", *Proceedings from the 23rd International Symposium for Testing and Failure Analysis* (1997), 57-62
- [8] Herzum C., Boit C., Kölzer J., Otto J., Weiland R.: "High resolution temperature mapping of microelectronic structures using quantitative fluorescence microthermography", *Microelectron. J.* **29** (1998), 163-170
- [9] Sun T., Zhang Y., Grattan K. T. V., Palmer A. W., Collins S. F.: "Temperature dependence of the fluorescence lifetime in Pr³⁺:ZBLAN glass for optic thermometry", *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1997), 3447-3451
- [10] Barton D. L. , Tangyunyong P.: "Fluorescent Microthermal Imaging - Theory and Methodology for Achieving High Thermal Resolution Images", *Microelectron. Eng.* **31** (1996), 271-279
- [11] Goodson K. E., Käding O. W., Rösler M., Zachai R.: "Experimental investigation of thermal conduction normal to diamond-silicon boundaries", *J. Appl. Phys.* **77** (1995), 1385-1391

-
- [12] Hartmann J., Voigt P., Reichling M.: "Measuring local thermal conductivity with a high resolution photothermal microscope", *J. Appl. Phys.* **81** (1997), 2966-2972
- [13] Binnig G., Rohrer H.: "Scanning Tunneling Microscopy", *Helv. Phys. Acta* **55** (1982), 726-735
- [14] Williams C. C., Wickramasinghe H. K.: "Scanning thermal profiler", *Appl. Phys. Lett.* **49** (1986), 1587-1589
- [15] Stopka M., Hadjiiski L., Oesterschulze E., Kassing R.: "Surface investigations by scanning thermal microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B* **13** (1995), 2153-2156
- [16] Luo K., Lai J., Majumdar A.: "Nanofabrication of sensors on cantilever probe tips for scanning multiprobe microscopy", *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996), 325-327
- [17] Zhou H., Midha A., Mills G., Thoms S., Murad S. K., Weaver J. M. R.: "Generic scanned-probe microscope sensors by combined micromachining and electron-beam lithography", *J. Vac. Sci. Technol. B* **16** (1998), 54-58
- [18] Li M.-H., Wu J. J., Gianchandani Y. B.: "Surface Micromachined Polyimide Scanning Thermocouple Probes", *Journal of Microelectronic Systems* **10** (2001), 3-9
- [19] Oesterschulze E., Kassing R.: "Thermal and electrical imaging of surface properties with high lateral resolution", *Proceedings of the 16th International Conference on Thermoelectrics* (1997), 719-725
- [20] Leinhos T., Stopka M., Oesterschulze E.: "Micromachined fabrication of Si cantilevers with schottky diodes integrated in the tip", *Appl. Phys. A* **66** (1998), 65-69
- [21] Dinwiddie R. B., Pylkki R. J., West P. E.: "Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope", *Thermal Conductivity* **22** (1994), 668-677
- [22] Pylkki R. J., Moyer P. J., West P. E.: "Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy", *Jpn. J. Appl. Phys.* **33** (1994), 3785-3790
- [23] Varesi J., Majumdar A.: "Scanning Joule expansion microscopy at nanometer scales", *Appl. Phys. Lett.* **72** (1998), 37-39
- [24] Bolte J., Niebisch F., Stelmaszyk P., Wieck A. D., Pelzl J.: "Study of the hot spot of an in-plane gate transistor by scanning Joule expansion microscopy", *J. Appl. Phys.* **84** (1998), 6917-6922

-
- [25] Nakabeppu O., Chandrachud M., Wu G., Lai J., Majumdar A.: "Scanning thermal imaging microscopy using composite cantilever probes", *Appl. Phys. Lett.* **66** (1995), 694-696
- [26] Gimzewski J. K., Gerber Ch., Meyer E., Schlittler R. R.: "Observation of a chemical reaction using a micromechanical sensor", *Chem. Phys. Lett.* **217** (1994), 589-594
- [27] Callard S., Tallarida G., Borghesi A., Zanotti L.: "Thermal conductivity of SiO₂ films by scanning thermal microscopy", *J. Non-Cryst. Solids* **245** (1999), 203-209
- [28] Buck A., Jones B. K., Pollock H. M.: "Temperature and thermal conductivity modes of scanning probe microscopy for electromigration studies", *Microelectron. Reliab.* **37** (1997), 1495-1498
- [29] Berman R.: "Thermal conduction in Solids", Clarendon Press, Oxford (1976), Kap. 2
- [30] Carslaw H. S. , Jaeger J. C.: "Conduction of Heat in Solids", Clarendon Press, Oxford (1973), Kap. 7
- [31] Visser E. P., Versteegen E. H., van Enckevort W. J. P.: "Measurement of thermal diffusion in thin films using a modulated laser technique: Application to chemical-vapor-deposited diamond films", *J. Appl. Phys.* **71** (1992), 3238-3248
- [32] Groth C. , Müller G.: "FEM für Praktiker - Temperaturfelder", Expert Verlag, Renningen-Malmsheim (1995), Teil II
- [33] Müller G. , Groth C.: "FEM für Praktiker", Expert Verlag, Renningen-Malmsheim (1997), Teil II
- [34] Bathe K.-J.: "Finite-Elemente-Methoden", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, (1990), Teil II
- [35] Törnig W., Gipser M., Kaspar B.: "Numerische Lösung von partiellen Differentialgleichungen der Technik", B.G. Teubner, Stuttgart (1985), Kap. 1
- [36] Maywald M.: "Bestimmung lokaler nanometrischer Materialeigenschaften durch ein rastersondenmikroskopisches Hybridsystem", *Dissertation BUGH Wuppertal* (1996)
- [37] Nonnenmacher M. , Wickramasinghe H. K.: "Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties", *Appl. Phys. Lett.* **61** (1992), 168-170

-
- [38] Xu J.-B., Lauger K., Moller R., Dransfeld K., Wilson I. H.: "Heat transfer between two metallic surfaces at small distances", *J. Appl. Phys.* **76** (1994), 7209-7216
- [39] Luo K., Shi Z., Varesi J., Majumdar A.: "Sensor nonofabrication, performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B* **15** (1997), 349-360
- [40] Luo K., Herrick R. W., Majumdar A., Petroff P.: "Scanning thermal microscopy of a vertical-cavity surface-emitting laser", *J. Appl. Phys.* **71** (1997), 1604-1606
- [41] Stopka M.: "Rasterwarmemikroskopie mit thermoelektrischen Mikrosonden", *Inauguraldissertation Universitat GH Kassel* (1996)
- [42] Tersoff J. , Hamann D. R.: "Theory of the Scanning Tunneling Microscope", *Phys. Rev. B* **31** (1985), 805-813
- [43] Binnig G., Quate C. F., Gerber Ch.: "Atomic Force Microscope", *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986), 930-933
- [44] Pohl D. W., Denk W., Lanz M.: "Image recording with resolution $\lambda/20$ ", *Appl. Phys. Lett.* **44** (1984), 651-653
- [45] Durig U. T., Pohl D. W., Rohner F.: "Near-field optical-scanning microscopy", *J. Appl. Phys.* **59** (1986), 3318-3327
- [46] Mayer E. , Heinzelmann H.: "Scanning Force Microscopy (SFM)", *Springer Series in Surface Science*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (1992), 99-149
- [47] Burnham N., Colton R. J., Pollock H. M.: "Interpretation of force curves in force microscopy", *Nanotechnology* **4** (1993), 64-80
- [48] Landman U., Luedtke D., Burnham N. A., Colton R. J.: "Atomistic Mechanisms and Dynamics of Adhesion, Nanoindentation, and Fracture", *Science* **248** (1990), 454-461
- [49] Nonnenmacher M., O'Boyle M. P., Wickramasinghe H. K.: "Kelvin probe force microscopy", *Appl. Phys. Lett.* **58** (1991), 2921-2923
- [50] Liess H.-D., Maeckel R., Ren J.: "The Scanning Kelvin Microscope with Voltage Modulation: a new Principle to Image Discrete Surface Potentials", *Surf. Interface Anal.* **25** (1997), 855-859

-
- [51] Mertin W., Bae S.-W., Behnke U., Weber R., Kubalek E.: "Contactless Voltage and Current Contrast Imaging with Scanning Force Microscope Based Test Systems", *Proceedings from the 26th International Symposium for Testing and Failure Analysis* (2000), 533-543
- [52] Hug H. J., Stiefel B., van Schendel P. J. A., Moser A., Martin S., Güntherodt H.-J.: "A Low Temperature Ultra High Vacuum Scanning Force Microscope", *Rev. Sci. Instrum.* **70** (1999), 3625-
- [53] Lennard-Jones J. E.: "Processes of adsorption and diffusion on solid particles", *Trans. Faraday Soc.* **28** (1932), 333-359
- [54] Erlandsson R., McClelland G. M., Mate C. M., Chiang S.: "Atomic force microscopy using optical interferometry", *J. Vac. Sci. Technol. A* **A6** (1988), 266-270
- [55] Sarid D.: "Scanning Force Microscopy", *Oxford Series on Optical Science*, Oxford Press, New York (1991), Kap. 2
- [56] Betzig E., Finn P., Weiner J. S.: "Combined shear force and near-field scanning optical microscopy", *Appl. Phys. Lett.* **60** (1992), 2484-2486
- [57] Toledo-Crow R., Yang P. C., Chen Y., Vaez-Iravani M.: "Near-field differential scanning optical microscope with atomic force regulation", *Appl. Phys. Lett.* **60** (1992), 2957-2959
- [58] Williams C. C. , Wickramasinghe H. K.: "High resolution thermal microscopy", *Ultrasonics Symposium Proc.* (1986), 393-397
- [59] Oesterschulze E., Stopka M., Ackermann L., Scholz W., Werner S.: "Thermal imaging of thin films by scanning thermal microscope", *J. Vac. Sci. Technol. B* **14** (1996), 832-837
- [60] Oesterschulze E. , Stopka M.: "Photothermal imaging by scanning thermal microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. A* **14** (1996), 1172-1177
- [61] Forster R. , Gmelin E.: "Thermal conductivity and diffusivity measurements in the sub- μm and sub- μs scale on centimeter area samples using microthermocouple", *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996), 4246-4255
- [62] Weaver J. M. R., Walpita L. M., Wickramasinghe H. K.: "Optical absorption microscopy and spectroscopy with nanometre resolution", *Nature* **342** (1989), 783-785

-
- [63] Williams C. C., Wickramasinghe H. K.: "Microscopy of chemical-potential variations on atomic scale", *Nature* **344** (1990), 317-319
- [64] Majumdar A., Carrejo P., Lai J.: "Thermal imaging using the atomic force microscope", *Appl. Phys. Lett.* **62** (1993), 2501-2503
- [65] Majumdar A., Carrejo P., Lai J., Chandrachud M.: "Thermal imaging of electronic materials and devices using the atomic force microscope", *SPIE Scanning Probe Microscopies II* (1993), 209-217
- [66] Thiery L., Prenel P., Porcar R.: "Contribution de la mesure de température par micro-sonde thermoélectrique à la microscopie thermique", *J. Phys. III France* **4** (1994), 1737-1750
- [67] Lai J., Chandrachud M., Majumdar A., Carrejo P.: "Thermal detection of device failure by atomic force microscopy", *IEEE Electron Dev. Lett.* **16** (1995), 312-314
- [68] Majumdar A., Lai J., Chandrachud M., Nakabeppu O., Wu Y., Shi Z.: "Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes", *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1995), 3584-3592
- [69] Suzuki Y.: "Novel Microcantilever for Scanning Thermal Imaging Microscopy", *Jpn. J. Appl. Phys.* **35** (1996), L352-L354
- [70] Mills G., Zhou H., Midha A., Donaldson L., Weaver J. M. R.: "Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouple probes", *Appl. Phys. Lett.* **72** (1998), 2900-2902
- [71] Majumdar A.: "Thermal microscopy and heat generation in electronic devices", *Microelectron. Reliab.* **38** (1998), 559-565
- [72] Shi L., Kwon O., Wu G., Majumdar A.: "Quatitative Thermal Probing of Devices at Sub-100 nm Resolution", *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings 38th Annual* (2000), 394-398
- [73] Shi L., Plyasunov S., Bachtold A., McEuen P. L., Majumdar A.: "Scanning thermal microscopy of carbon nanotubes using batch-fabricated probes", *Appl. Phys. Lett.* **77** (2000), 4295-4297
- [74] Schaumburg H.: "Halbleiter", *Werkstoffe und Bauelemente der Elektrotechnik*, B.G. Teubner, Stuttgart (1991), Kap. 4, 9, 10

-
- [75] Oesterschulze E.: "Novel probes for scanning probe microscopy", *Appl. Phys. A* **66** (1998), 3-9
- [76] Heisig S., Danzebrink H.-U., Leyk A., Mertin W., Münster S., Oesterschulze E.: "Monolithic gallium arsenide cantilever for scanning near-field microscopy", *Ultramicroscopy* **71** (1998), 99-105
- [77] Lederman M., Richardson D., Tong H. C.: "Thermal Microscopy of Spin-Valve and Magnetoresistive Device", *IEEE Trans. Mag.* **33** (1997), 2923-2925
- [78] Xie Z., Han L., Wei W., Wang X., Gu Y., Chen H.: "An application of scanning thermal microscopy: mapping near field light-emission of a QW laser diode in operation", *Mat. Sci. and Eng.* **A292** (2000), 179-182
- [79] Wendman M., Tench R., Bocek D., Kjoller K.: "Scanning Thermal Microscopy with Nanoscope Scanning Probe Microscopes", *Digital Instruments Produktinformation* (1997)
- [80] Balk L. J., Maywald M., Pylkki R. J.: "Nanoscopic detection of the thermal conductivity of compound semiconductor materials by enhanced scanning thermal microscopy", *Inst. Phys. Conf. Ser.* **146** (1995), 655-658
- [81] Balk L. J. , Maywald M.: "Thermal near field microscopy", *Proc. The American Society of Mechanical Engineers*, (1996), 6-8
- [82] Maywald M., Pylkki R. J., Reineke F. J., Balk L. J.: "Modulated thermal profiling on devices", *Prog. in Nat. Sci.* **6** (1996), 103-106
- [83] Maywald M., Pylkki R. J., Balk L. J.: "Imaging of local thermal and electrical conductivity with scanning force microscopy", *Scanning Microscopy* **8** (1994), 181-188
- [84] Maywald M. , Balk L. J.: "Evaluation of local thermoelastic features by means of scanning force microscopy based techniques", *Prog. in Nat. Sci.* **6** (1996), 107-110
- [85] Zhou L., Xu G. Q., Li S. F. Y., Ho P. K. H., Zhang P. C., Ye K. D., Wang W. J., Lu Y. F.: "Scanning thermal microscopy and atomic force microscopy studies of laser-induced deposited metal lines", *Appl. Surf. Sci.* **120** (1997), 149-158
- [86] Sano M., Yudasaka M., Kikuchi R., Yoshimura S.: "Anomalous Resolutions in Scanning Thermal Microscopy of Grafite", *Langmuir* **13** (1997), 4493-4497

-
- [87] Gomès S., Trannoy N., Grossel, P.: "DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample", *Meas. Sci. Technol.* **10** (1999), 805-811
- [88] Ruiz F., Sun W. D., Venkatraman C.: "Determination of the thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope", *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998), 1802-1804
- [89] Gorbunov V. V., Fuchigami N., Hazel J. L., Tsukruk V. V.: "Probing Surface Microthermal Properties by Scanning Thermal Microscopy", *Langmuir* **15** (1999), 8340-8343
- [90] Gomès S., Trannoy N., Grossel P., Depasse F., Bainier C., Charrault D.: *Int. J. Therm. Sci.*, to be published
- [91] Zhou L., Xu G. Q., Ng H. T., Li S. F. Y.: "Scanning thermal microscope tip-induced chemical reaction on solid organometallic compound thin films", *J. Vac. Sci. Technol. B* **15** (1997), 1871-1875
- [92] Ng H. T., Chew V. H. T., Loh M. F. C., Tan K. L., Chan L., Li S. F. Y.: "Thermal-Induced Chemical Modification of Palladium Acetate on the Submicrometer Scale by Situ Scanning Thermal Microscopy", *Langmuir* **15** (1999), 2425-2430
- [93] Hammiche A., Reading M., Pollock H. M., Song M., Hourston D. J.: "Localized thermal analysis using a miniaturized resistive probe", *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996), 4268-4274
- [94] Hammiche A., Pollock H. M., Song M., Hourston D. J.: "Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy", *Meas. Sci. Technol.* **7** (1996), 142-150
- [95] Hammiche A., Hourston D. J., Pollock H. M., Reading M., Song M.: "Scanning thermal microscopy: subsurface imaging, thermal mapping of polymer blends, and localized calorimetry", *J. Vac. Sci. Technol. B* **14** (1996), 1486-1491
- [96] Häßler R., zur Mühlen E.: "An introduction to μ TA and its application to the study of interfaces", *Thermochimica Acta* **361** (2000), 113-120
- [97] Jung M.-Y., Kim D. W., Choi S. S., Kim Y.-S.: "Fabrication of Micron-size Cantilevers for Thermal Probe Application", *J. Kor. Phys. Soc.* **31** (1997), 70-73

-
- [98] Wachter E. A., Thundat T., Oden P. I., Warmack R. J., Datskos P. G., Sharp S. L.: "Remote optical detection using microcantilevers", *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996), 3434-3439
- [99] Moulin A. M., Stephenson R. J., Welland M. E.: "Micromechanical thermal sensors: Comparison of experimental results and simulations", *J. Vac. Sci. Technol. B* **15** (1997), 590-596
- [100] Hillier A. C. , Bard A. J.: "ac-mode atomic force microscope imaging in air and solutions with a thermally driven bimetallic cantilever probe", *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1997), 2082-2090
- [101] Varesi J., Lai J., Perazzo T., Shi Z., Majumdar A.: "Photothermal measurements at picowatt resolution using uncooled micro-optomechanical sensors", *Appl. Phys. Lett.* **71** (1997), 306-308
- [102] Banerjee K., Wu G., Igata M., Amerasekera A., Majumdar A., Hu C.: "Investigation of self-heating phenomenon in small geometry vias using scanning joule expansion microscopy", *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings 37th Annual* (1999), 297-302
- [103] Goodson K. E. , Asheghi M.: "Near-Field Optical Thermometry", *Microscale Thermophysical Engineering* **1** (1997), 225-235
- [104] Boudreau B. D., Raja J., Hocken R. J., Patterson S. R., Patten J.: "Thermal imaging with near-field microscopy", *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1997), 3096-3098
- [105] Eder F. X.: "Temperaturmessungen", *Arbeitsmethoden der Thermodynamik*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (1981)
- [106] Reisch M.: "Elektronische Bauelemente", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (1997), Kap. 2
- [107] Majumdar A., Luo K., Shi Z., Varesi J.: "Scanning thermal microscopy at nanometer scales: a new frontier in experimental heat transfer", *Experimental Heat Transfer* **9** (1996), 83-103
- [108] Zinke O., Seither H.: "Widerstände, Kondensatoren, Spulen und ihre Werkstoffe", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (1982), Kap. 1

-
- [109] Morelli D. T., Beetz C. P., Perry T. A.: "Thermal conductivity of synthetic diamond films", *J. Appl. Phys.* **64** (1988), 3063-3066
- [110] Graebner J. E. , Jin S.: "Unusually high thermal conductivity in diamond films", *Appl. Phys. Lett.* **60** (1992), 1576-1578
- [111] Verhoeven H., Hartmann J., Reichling M., Müller-Sebert W., Zachai R.: "Structural Limitations to Local Thermal Diffusivities of Diamond Films", *Diamond and Related Materials* **5** (1996), 1012-
- [112] Cahill D. G. , Pohl R. O.: "Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau", *Phys. Rev. B* **35** (1987), 4067-4073
- [113] Cahill D. G., Fischer H. E., Klitsner T., Swartz E. T., Pohl R. O.: "Thermal conductivity of thin films: Measurements and understanding", *J. Vac. Sci. Technol. A* **A7** (1989), 1259-1266
- [114] Cahill D. G.: "Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3ω method", *Rev. Sci. Instrum.* **61** (1990), 802-808
- [115] Cahill D. G. , Allen T. H.: "Thermal conductivity of sputtered and evaporated SiO₂ and TiO₂ optical coatings", *Appl. Phys. Lett.* **65** (1994), 309-311
- [116] Cahill D. G., Katiyar M., Abelson J. R.: "Thermal conductivity of α -Si:H thin films", *Phys. Rev. B* **50** (1994), 6077-6081
- [117] Cahill D. G., Katiyar M., Abelson J. R.: "Heat transport in micron thick a-Si:H films", *Philosophical Magazine B* **71** (1995), 677-682
- [118] Cahill D. G. , Lee S.-M.: "Thermal conductivity of κ -Al₂O₃ and α -Al₂O₃ wear-resistant coatings", *J. Appl. Phys.* **83** (1998), 5783-5786
- [119] Birge N. O. , Nagel S. R.: "Specific-Heat Spectroscopy of Glass Transition", *Phys. Rev. Lett.* **54** (1985), 2674-2677
- [120] Birge N. O.: "Specific-heat spectroscopy of glycerol and propylene glycol near the glass transition", *Phys. Rev. B* **34** (1986), 1631-1642
- [121] Birge N. O. , Nagel S. R.: "Wide-frequency specific heat spectrometer", *Rev. Sci. Instrum.* **58** (1987), 1464-1470

-
- [122] Lee S.-M. , Cahill D. G.: "Heat transport in thin dielectric films", *J. Appl. Phys.* **81** (1997), 2590-2595
- [123] Lee S.-M., Cahill D. G., Venkatasubramanian R.: "Thermal conductivity of Si-Ge superlattices", *Appl. Phys. Lett.* **70** (1997), 2957-2959
- [124] Moon I. K., Jeong Y. H., Kwun S. I.: "The 3ω technique for measuring dynamic specific heat and thermal conductivity of a liquid or solid", *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996), 29-35
- [125] Griesinger A., Spindler K., Hahne E.: "Periodisches Hitzdrahtverfahren zur Messung von Wärme- und Temperaturleitfähigkeit von geringen Stoffmengen", *Heat and Mass Transfer* **32** (1997), 419-425
- [126] Griesinger A., Hurler W., Pietralla M.: "A photothermal method with step heating for measuring the thermal diffusivity of anisotropic solids", *Int. J. Heat Mass Transfer* **40** (1997), 3049-3058
- [127] Griesinger A., Heidemann W., Hahne E.: "Investigation on Measurement Accuracy of the Periodic Hot-Wire Method by Means of Numerical Temperature Field Calculations", *Int. Comm. Heat Mass Transfer* **26** (1999), 451-465
- [128] Olson J. R., Pohl R. O., Vandersande J. W., Zoltan A., Anthony T. R., Banholzer W. F.: "Thermal conductivity of diamond between 170 and 1200 K and the isotope effect", *Phys. Rev. B* **47** (1993), 14850-14856
- [129] Childs P. A., Stuart R. A., Eccleston W.: "Evidence of optical generation of minority carriers from saturated MOS transistors", *Solid-State Electronics* **26** (1983), 685-688
- [130] Chen K.-L., Saller S. A., Groves I. A., Scott D. B.: "Reliability Effects on MOS Transistors Due to Hot-Carrier Injection", *IEEE Trans. Electron Devices* **32** (1985), 386-393
- [131] Toriumi A., Yoshimi M., Iwase M., Akiyama Y., Taniguchi K.: "A Study of Photon Emission from n-Channel MOSFETs", *IEEE Trans. Electron Devices* **34** (1987), 1501-1507
- [132] Hsu F. C., Muller R. S., Hu C. M.: "A Simplified Model of Short Channel MOSFET Characteristics in the Breakdown Mode", *Trans. Electron. Devices* **ED-30** (1983), 571-576

-
- [133] Glacet J.-Y. , Berne S.: "A practical System for Hot Spot Detection using Fluorescent Microthermal Imaging", *Microelectron. Reliab.* **36** (1996), 1811-1814
- [134] Barthelmeß R., Beuermann M., Metzner D., Schmidt G., Westerholt D., Winter N., Gerstenmaier Y. C., Reznik D., Ruff M., Schulze H.-J.: "Electroactive Passivation of High Power Semiconductor Devices with Punch Through Design by Hydrogenated Amorphous Carbon Layers (a-C:H)", *Proceedings of the ISPSD* (1998), 181-184
- [135] Balk L. J. , Heiderhoff R.: "Film Characterization Methods: Structure and Composition", *submitted to "Diamond Thin Films Handbook"*, Marcel Dekker Inc. (2001),
- [136] Field J. E.: "The Properties of Natural and Synthetic Diamond", Academic Press, London (1992)
- [137] Sze S. M.: "Physics of Semiconductor Devices", Wiley-Interscience, New York (1981), Kap. 1
- [138] Rowe D. M. , Bhandari C. M.: "Preparation and Thermal Conductivity of Doped Semiconductors", *Prog. Crystal Growth and Charact.* **13** (1986), 233-289
- [139] Holland M. G.: "Analysis of Lattice Thermal Conductivity", *Phys. Rev.* **132** (1963), 2461-2471
- [140] Holland M. G. , Neuringer L. J.: "The effect of impurities on the lattice thermal conductivity of silicon", *Proc. Int. Conf. Physics of Semiconductors* (1962), 474-481
- [141] Schaumburg H.: "Werkstoffe", *Werkstoffe und Bauelemente der Elektrotechnik*, B.G. Teubner, Stuttgart (1990), Kap. 5
- [142] Kuchling H.: "Taschenbuch der Physik", Verlag Harri Deutsch, Frankfurt am Main (1989), Kap. T
- [143] Emsley J.: "The Elements", Clarendon Press, Oxford (1991)
- [144] Raiko V., Spitzl R., Aschermann B., Theirich D., Engemann J., Pupeter N., Habermann T., Müller G.: "Field Emission Observations from CVD Diamond-Coated Silicon Emitters", *Thin Solid Films* **290/291** (1996), 190-195
- [145] Engemann J., Fedosenko G., Raiko V., Theirich D.: "Field emission characteristics of thin MPCVD Diamond films", *NATO ASI Series 3: High Technology - Advanced Technologies Based on Wave and Beam Generated Plasmas* (1999), 479-483

-
- [146] Kamo M., Matsomoto S., Setaka N.: "Diamond Synthesis from Gas Phase in Microwave Plasma", *J. Cryst. Growth* **62** (1983), 642-644
- [147] Spitzl R., Raiko V., Engemann J.: "Diamond Deposition on Porous Silicon by Plasma-Assisted CVD", *Diamond and Related Materials* **3** (1994), 1256-1261
- [148] Spitzl R., Raiko V., Heiderhoff R., Gnaser H., Engemann J.: "MPCVD diamond deposition on bias pretreated porous silicon", *Diamond and Related Materials* **4** (1995), 563-568
- [149] Habermann T., Göhl A., Müller G., Pupeter N., Piel H., Aschermann B., Raiko V., Spitzl R., Engemann J.: "Uniform Field Emission from Polycrystalline CVD-Diamond Films", *NATO ASI Series 3: High Technology - Diamond Based Composites and Related Materials* (1997), 258-262

Danksagung

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Ludwig Josef Balk danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit in seinem Lehrstuhl durchführen zu können, sowie für seine hilfreichen Anregungen und die ständige Unterstützung bei der Abfassung dieser Arbeit. Weiterhin möchte ich mich für die Möglichkeit, im Rahmen von nationalen und internationalen Kooperationen interessante und fruchtbare Erfahrungen sammeln zu können, bedanken; dieses wurde nur aufgrund seines großen Engagements in diesem Bereich möglich.

Bei den Herren Prof. Dr.-Ing. A. Glasmachers und Prof. Dr. B. Licznarski möchte ich mich ganz herzlich für die Übernahme der Koreferate bedanken.

Meinen ehemaligen Diplomanden, den Herren Jörg Alexander, Andreas Altes, Volker Feige, Wolf Schade, Marco Steffens und Markus Zmeck, danke ich für die Unterstützung bei der Erstellung und Durchführung der Simulationsrechnungen und ihren Beitrag bei der Durchführung der experimentellen Untersuchungen.

Der Infineon Technologies AG München und dort insbesondere den Herren Dr. Gernot Becker, Dr. Bernd Ebersberger, Dr. Martin Maywald und Dr. Gunnar Zimmermann bin ich für die vielfältige Hilfe, die zur Verfügung gestellten Teststrukturen und elektronischen Bauelemente zu Dank verpflichtet. Die Diskussionen und die Einblicke in die Herausforderungen und Problemstellungen der gegenwärtigen und zukünftigen Fehleranalyse integrierter Schaltungen waren für mich sehr interessant und lehrreich.

Mein Dank gilt ebenso den Herren Prof. Dr. Eckhard Wolfgang und Dr. Franz-Josef Niedernostheide für die Bereitstellung von Leistungsbaulementen, die ergänzenden Analysen in ihrem Hause und die hilfreiche Diskussion der erzielten Messergebnisse.

Herrn Prof. Dr. Jacob Phang und den Mitarbeitern seines Lehrstuhls an der National University of Singapore und des *Center for Integrated Circuit Failure Analysis and Reliability* möchte ich für ihre große Hilfsbereitschaft – insbesondere bei der Betreuung und Unterstützung von Studenten des Lehrstuhls für Elektronik während ihres Gastaufenthaltes in Singapur – danken. Erst dadurch wurden einige der in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen von Halbleiterbauelementen möglich.

Herrn Prof. Dr. Dr. h. c. Jürgen Engemann danke ich für die Möglichkeit, die Einrichtungen seines Lehrstuhls für Mikroelektronik, im Besonderen die CVD-Anlage zur Deposition von synthetischem Diamant, nutzen zu dürfen. Bei seinen Mitarbeitern Dr. Vadim Raiko und

Dipl.-Phys. Ing. Gennady Fedosenko möchte ich mich für die Einführung und die Hilfestellung bei den experimentellen Arbeiten bedanken.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Ronald Sanderson für die Möglichkeit, an seinem *Institute for Polymer Science*, Stellenbosch, Südafrika interessante Einblicke bei der Charakterisierung von Polymersystemen zu erlangen. Martina Meincken möchte ich für die Bereitstellung von Proben und die stets interessanten Diskussionen danken.

Herrn Dr. Eckhard Schulz von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin danke ich für die Bereitstellung von Proben des Sonderforschungsbereichs „Elementarereignisse“.

Der Abteilung für Elektronische Bauelemente und Schaltungen der Universität Ulm unter der Leitung von Prof. Dr. Erhard Kohn danke ich für den Erfahrungsaustausch, die Bereitstellung der Technologie und die Unterstützung bei den experimentellen Arbeiten zur Deposition von Diamant.

Mein besonders herzlicher Dank gilt meinen Kollegen Andreas Altes, Dr. Ronald Cramer, Volker Feige, Dr. Ralf Heiderhoff, Ingo Joachimsthaler, Ansgar Körbes, Polichronis Lepidis, Dr. Xiao Xia Liu und Ralf Stephan für das gute Arbeitsklima und die Unterstützung bei alltäglichen Problemen. Mechthild Knippschild danke ich für die Bewältigung so mancher verwaltungstechnischer Probleme.