

Herstellung und In-situ-Charakterisierung von Formgedächtnis-Bimorph-Nanoaktoren

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

der Fakultät für Maschinenbau
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte **Dissertation**
von

Dipl.-Phys. Christian Wilhelm Lay

Tag der mündlichen Prüfung: 2. Juni 2015

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Manfred Kohl

Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Volodymyr Chernenko

Danksagung

Bei der mehrjährigen Arbeit am Institut für Mikrostrukturtechnik habe ich die Unterstützung einer Vielzahl von Personen genossen, ohne deren Hilfe ich dieses Werk nicht hätte verfassen können.

Mein erster Dank gebührt meinem Doktorvater Prof. Dr. Manfred Kohl für die engagierte Betreuung meiner Arbeit, die vielen hilfreichen und motivierenden Anregungen sowie für das in mich gesetzte Vertrauen. Prof. Dr. Volodymyr Chernenko danke ich für die Übernahme des Koreferats.

Über die gesamte Fertigungskette der Nanoaktoren standen mir mehrere Personen des Funktionsbereichs Mikrofertigung zur Seite, die ebenfalls an der erfolgreichen Durchführung dieser Arbeit ihren Anteil haben. Hinsichtlich der Lithographie gilt mein Dank Andreas Bacher für die zahlreichen fachlichen Gespräche über Optimierung von Layouts und Problemstellungen des Elektronenstrahlschreibers sowie Stefan Hengsbach für die Unterstützung am Laserschreiber. Für die Einführung in die Kunst des Trockenätzens danke ich Alban Muslija. Weiterhin danke ich ihm sowie Daniel Häringer, Kira Köhnle und Franziska Lambrecht für den regen Austausch über Ätzprozesse und Parameter. Der letzte Teil der Fertigungskette umfasst die Kathodenzerstäubung von Ni-Mn-Ga, für die ich mich bei Iván Rodríguez Aseguinolaza bedanke.

Danken möchte ich ebenfalls allen Mitarbeitern von FuE1-SMD, meinen Mitdoktoranden sowie allen Mitarbeitern des Instituts für Mikrotechnologie für ihre Kollegialität sowie die ausgezeichnete Arbeitsatmosphäre.

Im privaten Umfeld danke ich herzlichst meiner Familie und meinen Freunden, wobei ein besonderes Dankeschön an André und Christine für das Korrekturlesen dieser Arbeit geht.

Kurzfassung

Die Nanotechnologie stellt nicht nur eine Fortsetzung des Verkleinerungstrends der Mikrotechnologie dar, sondern dringt in Größenbereiche vor, in denen andere Gesetzmäßigkeiten als in der Mikro- und Makrowelt zu berücksichtigen sind.

Zur Entwicklung zukünftiger nanoskopischer Manipulatoren als ein Bestandteil intelligenter Nanosysteme werden neue Aktorkonzepte und -mechanismen gesucht.

Formgedächtnislegierungen ermöglichen eine Aktorik aufgrund der Besonderheiten ihrer Kristallstruktur und der Möglichkeit, diese auf einen Stimulus hin reversibel zu ändern. Damit sind sie Material und Maschine zugleich und bieten vielversprechende Möglichkeiten in der Nanoaktorik.

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung von Nanoaktoren aus der magnetischen Formgedächtnislegierung Ni-Mn-Ga und die In-situ-Untersuchung ihrer thermomechanischen Eigenschaften.

Mit Hinblick auf reversible Aktuierung sowie messtechnische Zugänglichkeit zum Erfassen elektrischer und mechanischer Charakteristika wird ein Design für Bimorph-Doppelbalken aus Ni-Mn-Ga und Si entworfen.

Die Entwicklung von Prozessabläufen auf Basis mikro- und nanotechnologischer Herstellungsverfahren wie Elektronenstrahlolithographie und reaktives Ionenätzen wird vorgestellt. Mit diesen Prozessen werden Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Strukturen verschiedener Abmessungen bis hin zu kleinsten charakteristischen Dimensionen von 200 nm gefertigt und erfolgreich in Betrieb gesetzt.

Es wird ein In-situ-Messsystem aufgebaut, das die Rasterelektronenmikroskopie mit Nanomanipulationssystemen zur Kraftmessung, zur mechanischen Belastung der Aktorsysteme sowie zur lokalen elektrischen Kontaktierung kombiniert. Dies ermöglicht es, die thermomechanischen Eigenschaften eines Nanoaktorsystems wie Auslenkung und Kraft sowie den elektrischen Widerstand bei verschiedenen Temperaturen zueinander korreliert zu erfassen.

Die hier präsentierten Ergebnisse zeigen erstmalige gleichzeitige Messungen von elektrischem Widerstand, Auslenkung und Kraft an Formgedächtnis-Nanoaktoren. Aus diesen Messergebnissen lässt sich durch die Nutzung von Ni/Si-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen auf das thermische Verhalten schließen, wodurch Größeneffekte in den Silizium- und Ni-Mn-Ga-Nanostrukturen identifiziert werden. Im Silizium handelt es sich dabei um den bekannten Größeneffekt der phononenbasierten Wärmeleitung. Im Ni-Mn-Ga wird zusätzlich eine Abnahme der Austenit-Starttemperatur infolge der Nanostrukturierung gefunden.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
1.2	Zielsetzung der Arbeit	2
2	Grundlagen	5
2.1	Fertigungsverfahren	5
2.1.1	Elektronenstrahlolithographie	6
2.2	Ätzverfahren	10
2.2.1	Reaktives Ionenätzen	11
2.2.2	Ionenstrahlätzen	14
2.2.3	Nasschemisches Ätzen von Si und SiO ₂	16
2.2.4	Überkritisches Trocknen	17
2.2.5	Gefrietrocknen	17
2.3	Schichtabscheidungsverfahren	18
2.3.1	Elektronenstrahlverdampfer	18
2.3.2	Kathodenzerstäubung	19
2.4	Formgedächtnismaterialien	20
2.4.1	Einwegeffekt	21
2.4.2	Zweiwegeffekt	23
2.4.3	Superelastizität	24
2.4.4	Formgedächtnislegierungen	24
2.4.5	Keramiken	30
2.4.6	Polymere	30
2.5	Thermische und Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe	32
2.5.1	Theoretisches Verhalten eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs	32
2.5.2	Berechnung des Temperaturprofils für eine Doppelbalkengeometrie	32
2.5.3	Berechnung der Auslenkung thermischer Bimorphe	36
2.6	Nanoaktorik	38
2.6.1	Prinzipien der Nanoaktorik	39
2.6.2	Stand der Technik	42

2.6.3	Zusammenfassung	45
3	Nanotechnologie	47
3.1	Layout	47
3.2	Herstellung	49
3.2.1	SOI-Wafer-Substrat	49
3.2.2	Lithographie	50
3.2.3	Reaktives Ionenätzen	53
3.2.4	Freistellen der Strukturen	58
3.2.5	Ni-Mn-Ga Schichten	59
3.2.6	Silizium-Opferschichtprozess und nachträgliches Entfernen des Siliziums	62
3.3	Charakterisierung	64
3.3.1	Widerstandsmessung und Vorbereitung der Proben	64
3.3.2	Rasterelektronenmikroskopie	66
3.3.3	Widerstands-, Auslenkungs- und Kraftmessungen	68
3.3.4	Magnetische Charakterisierung der Proben . .	71
4	Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen	73
4.1	Charakterisierung des elektrischen Widerstands . . .	74
4.1.1	Referenzfilme	75
4.1.2	Berechnung des Temperaturgradienten	79
4.1.3	Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Mi- krometerabmessungen	84
4.1.4	Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanome- terabmessungen	89
4.1.5	Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Strukturen mit Nanome- terabmessungen	93
4.2	Auslenkungsverhalten der Bimorph Nanostrukturen .	100
4.2.1	Simulation des Auslenkungsverhaltens thermi- scher Bimorphe	101
4.2.2	Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanome- terabmessungen	104
4.2.3	Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanome- terabmessungen	105
4.3	Kraftmessungen an Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanoaktoren	111
5	Zusammenfassung und Ausblick	115
5.1	Zusammenfassung	115

5.2	Ausblick	117
5.2.1	Dehnungs- und Spannungsoptimierung	117
5.2.2	Reduktion der Kornzahl	118
5.2.3	Charakterisierung und Positionsdetektion	119
Anhang		120
A	Anhang	121
A.1	Abkürzungsverzeichnis	121
A.2	Vermessene Proben	123
Literaturverzeichnis		124

1. Einleitung

„What are the possibilities of small but moveable machines? They may or may not be useful, but they surely would be fun to make.“

Richard P. Feynman

1.1. Motivation

In der Einleitung einer Arbeit, die sich mit Nanotechnologie beschäftigt, lässt es sich nicht vermeiden, Richard P. Feynmans historischen Vortrag „There’s Plenty of Room at the Bottom“ zu erwähnen, in dem er bereits 1956 die Herstellung und Untersuchung von Strukturen mit kleinsten Abmessungen als Forschungsgebiet identifizierte sowie die Herausforderungen und Potenziale einer Mikro- und Nanotechnologie beschrieb [1].

Insbesondere die von ihm vorhergesagte Verbesserung der Verarbeitung und Speicherung von Daten durch Computersysteme hat sich in Form der Mikroelektronik als wissenschaftlicher und kommerzieller Erfolg herausgestellt, deren kontinuierliche Verkleinerung Nanometerdimensionen erreicht hat [2]. Die für die Mikroelektronik entwickelten Herstellungs- und Untersuchungsmethoden kommen der Mikromechanik und zum Teil auch der Nanotechnologie zu Gute.

Nanotechnologie ist der Oberbegriff über eine Reihe von Forschungsgebieten, denen gemein ist, dass sie sich mit der Untersuchung, Herstellung und/oder Veränderung nanoskaliger Strukturen befassen. Die Nanotechnologie stellt nicht nur eine Fortsetzung des Verkleinerungstrends der Mikrotechnologie dar, sondern dringt in Größenbereiche vor, in denen andere Gesetzmäßigkeiten als in der Mikro- und Makrowelt zu berücksichtigen sind. Während dort beispielsweise Gravitation und Trägheit an Bedeutung verlieren, nehmen Kapillar- und Van-der-Waals-Kräfte, Tunneleffekt und weitere Größeneffekte eine tragende Rolle ein.

Eine von Feynmans Visionen über Mikrosysteme, die weiter Mikro- oder Nanosysteme in Massenfertigung herstellen und verändern, hat sich bisher nicht erfüllt. Jedoch existieren bereits Ansätze zur Manipulation und Untersuchung von Nanosystemen durch Aktoren mit Mikro- und Nanometerdimensionen.

Feynmans Wettbewerb für den ersten Elektromotor mit einer Kantenlänge unter $400\text{ }\mu\text{m}$ wurde von William McLellans durch Miniaturisierung eines Elektromotors unter Zuhilfenahme einfacher Werkzeuge gewonnen. Hinsichtlich der Aktorik im Nanoregime bietet es sich jedoch an, statt einer Miniaturisierung andere Konzepte anzuwenden, die auf dieser Skala einfacher zu integrieren und anzusteuern sind.

Eine solche Möglichkeit bieten Formgedächtnislegierungen als Materialien, die selbst als Maschinen betrachtet werden können: „The material is the machine“[3].

In solchen Legierungen werden auf einen Stimulus hin die Atome umgeordnet, wodurch sich Kräfte und Bewegungen erzeugen lassen. Somit kommen sie Feynmans Vision von einer atomaren Maschine mit charakteristischen kleinsten Längen von ca. 100 Atomen nahe, da ihr Funktionsprinzip theoretisch bis zu solchen Bauteillängen erhalten bleibt.

1.2. Zielsetzung der Arbeit

Die Forschung an Formgedächtnislegierungen beschäftigt sich bisher zum Großteil mit Volumen- und Dünnschichtmaterialien. Auch für die in dieser Arbeit verwendete Ni-Mn-Ga-Legierung existieren unerforschte Stellen im Parameterraum aus stöchiometrischer Zusammensetzung, Herstellung und Verarbeitung, die eine weitere Untersuchung des Materials notwendig machen.

Die hier entwickelten Aktoren sollen sowohl zur Untersuchung der prinzipiellen Tauglichkeit eines Ni-Mn-Ga-basierten Nanoaktorsystems dienen, als auch die materialwissenschaftliche Betrachtung von kleinsten Ni-Mn-Ga-Elementen erlauben, die durch Nanostrukturierung polykristalliner Filme eine oligokristalline Form erhalten, in der das Verhältnis von Kornvolumen zu Korn-Korn-Grenzflächen steigt. Daher sollen die kleinsten Abmessungen der erzeugten Strukturen wenige Korndurchmesser des Ni-Mn-Ga betragen, während zum Auffinden von Größeneffekten auch schrittweise größere Strukturen sowie Strukturen mit Mikrometerabmessungen hergestellt werden.

Zur Untersuchung der Aktoren soll ein Messaufbau zusammengestellt werden, mit der die korrelierte In-situ-Charakterisierung von Auslenkung, elektrischem Widerstand und Kraft bei verschiedenen Temperaturen durch-

geführt werden kann. Diese Messgrößen dienen zur Bestimmung des thermomechanischen Verhaltens sowie des Auftretens des Formgedächtniseffekts.

Im folgenden Kapitel werden die Grundlagen der Fertigungstechnologien sowie der Formgedächtnislegierungen vorgestellt. In Kapitel 3 wird die Vorgehensweise bei Design und Herstellung beschreiben, bei der eine reversible Aktorik durch die Formgedächtnislegierung Ni-Mn-Ga und die gleichzeitige In-situ-Messung der oben erwähnten Größen ermöglicht wird. Insbesondere muss bei der Herstellung Rücksicht auf die für die Abscheidung von Ni-Mn-Ga benötigten hohen Substrattemperaturen genommen werden. Das Kapitel beschreibt ebenfalls den Aufbau des Messverfahrens zur In-situ-Untersuchung der Nanoaktoren. Dabei muss zur gleichzeitigen Erfassung der Messgrößen, insbesondere der Auslenkung, ein Temperaturgradient über die Nanoaktoren in Kauf genommen werden. Kapitel 4 beschreibt die Verfahren der Simulation und der Verwendung von Messergebnissen verschiedener Referenzsysteme zur Bestimmung des Temperaturgradienten. Mit diesen Informationen sollen die verschiedenen Effekte der Nanostrukturierung voneinander separiert und Größeneffekte identifiziert werden. Schließlich wird in Kapitel 5 ein Ausblick darüber gegeben, welche Möglichkeiten zur Weiterentwicklung des Messsystems sowie der Ni-Mn-Ga Bimorph-Nanoaktoren existieren.

2. Grundlagen

2.1. Fertigungsverfahren

Die Herstellung von Nanostrukturen basiert zum Großteil auf Lithographieverfahren, bei denen das gewünschte Muster durch die Exposition und Entwicklung einer licht- oder elektronenempfindlichen Schicht, dem Resist, erzeugt wird. Diese Primärstruktur dient als Schutzmaske für das darunterliegende Material, in das das Muster der Primärstruktur durch einen großflächig abtragenden Ätzprozess übertragen wird.

Abhängig von der Art der Exposition des Resists und der gewünschten Strukturgröße existieren limitierende Faktoren für dessen Schichtdicke, was im Folgenden am Beispiel der Elektronenstrahlolithographie gezeigt wird. Daher ist das Verhältnis der Abtragsraten zwischen Ziel- und Maskenmaterial, die Selektivität des Ätzprozesses, von besonderer Bedeutung. Im Fall von ungünstiger Selektivität von Resist und Zielmaterial kann eine Zwischenschicht verwendet werden, deren Selektivitäten sowohl für den Ätzprozess von Resist und Zwischenschicht als auch für den Prozess von Zwischenschicht und Zielmaterial höher sind als das direkte Verfahren.

Die Strukturierung des Photoresist selbst geschieht über eine Materialveränderung durch Energieeintrag, die entweder in der Vernetzung von Monomeren oder im Zerfall von Polymeren besteht. Ersteres bezeichnet man als Negativ-, letzteres als Positivresist.

Der Energieeintrag kann dabei je nach Resistmaterial von verschiedenen Strahlungsarten, von sichtbarem Licht über den UV-Bereich bis hin zu beschleunigten Elektronen stammen. Die erreichbaren Strukturgrößen hängen einerseits von den Eigenschaften der Strahlung wie Wellenlänge, Intensität sowie Strahldurchmesser ab. Andererseits bestimmen auch die Eigenschaften des Resists die erreichbaren Strukturgrößen. Zu diesen zählen die Monomerlänge, die Empfindlichkeit gegenüber der verwendeten Strahlung sowie der Kontrast. Letzterer ist ein Maß für die Breite des Übergangsbereichs von einer Dosis D_0 , bei der der Resist nicht depolymerisiert, zu einer Dosis D_1 , bei der der Resist vollständig depolymerisiert.

2.1.1. Elektronenstrahlolithographie

Aufgrund des hohen Durchsatzes werden in der industriellen Fertigung von Mikro- und Nanostrukturen immer noch photonenbasierte Verfahren zur Belichtung von Resistmaterialien verwendet, die der wellenlängenabhängigen Auflösungsgrenze nach Abbe (Gleichung 2.1) unterworfen sind.

$$d = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin(\alpha)} \quad (2.1)$$

Dabei bezeichnet d den maximal auflösbaren Abstand zweier Strukturen, λ die Wellenlänge, n den Brechungsindex zwischen Optik und Objekt sowie α den halben Öffnungswinkel des Objektivs.

Bei der klassischen Technik der Maskenlithographie wird eine Chrommaske mit entsprechendem Muster über oder auf einem Wafer positioniert und erfährt eine vollflächigen Belichtung. Mit diesem Verfahren lassen sich unter Verwendung kürzerer Wellenlängen im UV-Bereich Nanostrukturen erzeugen. Die dazu benötigten Chrommasken werden mittels einer maskenlosen Methode wie Laser- oder Elektronenstrahlolithographie hergestellt. Die Parallelität der Maskenlithographie und der damit verbundenen großen Stückzahlen pro Zeit macht diese zum bevorzugten Verfahren der kommerziellen Massenfertigung.

Weiterhin existiert auch eine maskenlose, photolithographische Methode, die, basierend auf der *stimulated emission depletion (STED)* Technik [4] in der Lage ist, die Abbesche Auflösungsgrenze zu unterschreiten [5]. Ein nichtlinearer optischer Effekt, die Zwei-Photonen-Absorption [6], erlaubt die Vernetzung des Resists ausschließlich im Fokuspunkt eines Lasers und ermöglicht so dreidimensionale Resiststrukturen. Durch einen zweiten Laser, der analog zu *STED* die Vernetzung hemmt, wird nur ein Teil des Fokuspunkts entwickelt, so dass dessen Ausdehnung unter der halben Wellenlänge liegen kann.

Trotz der oben genannten Möglichkeiten zur Erhöhung der Auflösung werden diese Methoden von der Elektronenstrahlolithographie übertroffen. Die Wellenlänge eines Elektrons verhält sich nach $\lambda_e = \frac{h}{m_e \cdot v}$ umgekehrt proportional zu dessen Geschwindigkeit, und lässt sich durch Beschleunigung der Elektronen in einem elektrischen Feld unter Vakuumbedingungen auf kleinste Werte bringen. So benötigt man für eine Wellenlänge von einem Nanometer lediglich eine Energie von 0,038 eV.

Elektronenstrahlenschreiber arbeiten mit wesentlich höheren Beschleunigungsspannungen von 25 bis 100 kV, wobei die Auflösung bereits bei wesentlich geringeren Energien nicht mehr durch die Wellenlänge, sondern

durch die Streuung der Elektronen sowie der Fokussierung des Elektronenstrahls limitiert wird.

Der Aufbau des in dieser Arbeit verwendeten Elektronenstrahlschreibers Vistec VB6 *Vector Beam 6 Ultra High Resolution on Extreme Wide Field* ist in Abbildung 2.1 zu sehen.

Ein wesentliches Element einer Elektronenstrahlquelle ist die Kathode. Die VB6-Anlage verwendet eine Schottky Feldemissionskathode aus einkristallinem Wolfram, welches mit Zirconiumoxid beschichtet ist. Das Kathodenmaterial läuft in einer scharfen Spitze aus, um den Austrittsort der Elektronen und damit den Ursprungsort der Quelle möglichst punktförmig zu gestalten. Der Austritt der Elektronen wird durch das Aufheizen der Kathode auf 1800 K ermöglicht, und sorgt dafür, dass an der Spitze verdampfendes Zirconiumoxid durch nachmigrierendes Material ersetzt wird. Wolfram wird aufgrund seiner Temperaturstabilität gewählt, während für die Beschichtung neben Zirconiumoxid auch Zirconium, Titan und Titanoxid verwendet werden können, da diese Materialien im Bereich der Arbeitstemperatur eine intermetallische Phase mit Wolfram bilden, die die Austrittsarbeit der Elektronen erniedrigt [7][8].

Die Elektronen werden nach dem Austritt mit Hilfe einer Spannung von einigen kV am Extraktor beschleunigt, während der negativ geladene Suppressor Elektronen mit zu geringer Geschwindigkeit in Strahlrichtung unterdrückt. Die endgültige Geschwindigkeit der Elektronen wird über die Anode eingestellt, an die eine Spannung von 100 kV angelegt wird. Die erste, kapazitive Linse dient zur Fokussierung, als Blende, sowie zum Einstellen des Strahlstroms.

Nachdem der Elektronenstrahl ein Spulenpaar passiert, das dessen Neigung und Versatz korrigiert, wird er von einer magnetischen Linse (C2) auf den Strahlausblender fokussiert. Letzterer ermöglicht das Ausblenden des Strahls, indem er vollständig aus der Aperturöffnung gelenkt wird. Diese Funktion wird für unbelichtete Bereiche im Rastermodus oder für den Wechsel zwischen den zu belichtenden Bereichen im Vektormodus[9] genutzt.

Die Apertur lässt sich auf 40, 70 und 100 μm einstellen. Kleinere Blenden wirken sich wie bei optischen Systemen positiv auf Tiefenschärfe und Auflösung aus. Weiterhin wird der Strahlstrom verringert, so dass bei der Wahl der Blende zwischen Auflösung, Lackdicke und Schreibzeit abgewogen werden muss.

Das System verfügt über mehrere Ablenkspulen zur Grob- und Feinausrichtung in einem Bereich von 100 bis 1310 μm , darüber hinaus wird das Substrat selbst mittels Schrittmotoren positioniert.

Schließlich wird der Strahl mit einer weiteren magnetischen Linse (C3) auf das Substrat fokussiert, Feinjustage von Fokus sowie Astigmatismus werden mit kleineren Spulenpaaren in der Linse durchgeführt, wobei beides in Echtzeit in Abhängigkeit von der Position der Resistoberfläche sowie der Strahlauslenkung korrigiert wird. Die Position auf der Resistoberfläche wird über die Reflexion eines Lasers und deren Detektion durch eine CCD Kamera gefunden. Die Positionsansteuerung des Strahls nutzt 20 bit und kann damit $2^{20} \cdot 2^{20}$ Punkte pro Hauptfeld anfahren.

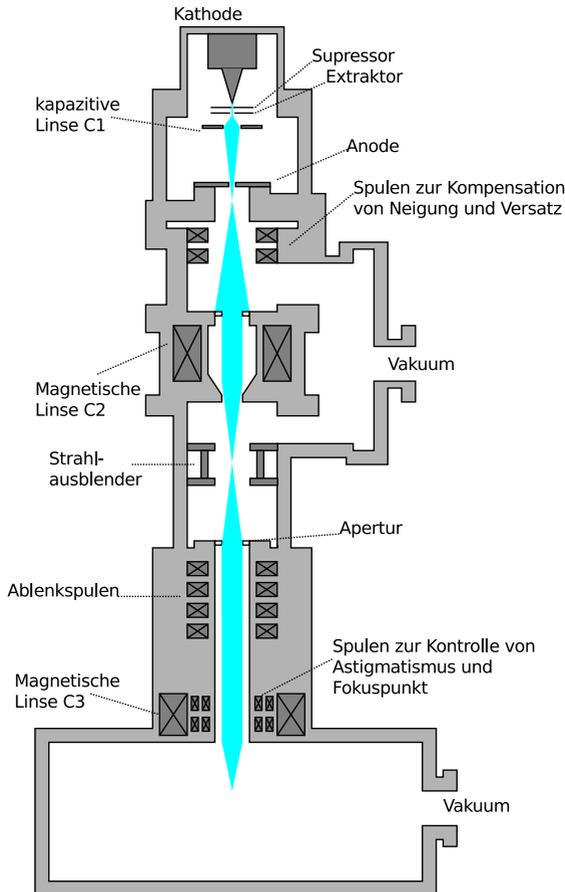


Abb. 2.1.: Schematische Darstellung des Strahlwegs in einem Elektronenstrahlschreiber (VB6).

Die Auflösung des Elektronenstrahlschreibers hängt nicht nur vom mini-

mal erreichbaren Durchmesser des Fokuspunktes ab, sondern auch von der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit Resist- und Substratmaterial.

Dabei tritt zum einen Vorwärtsstreuung auf, verursacht durch elastische Stöße der Elektronen und der Resistatome unter einem Ablenkwinkel $> 90^\circ$. Nimmt man für die Intensitätsverteilung der Vorwärtsstreuung ein Gaussprofil an, so kann dessen Ausbreitung, bzw. dessen Standardabweichung $\rho_f = \left(\frac{9,64 \cdot t_R}{E}\right)^{1,75}$ durch geringere Resistdicke t_R (in μm) und höhere Beschleunigungsenergie E (in keV) reduziert werden [10]. Da ein Energieeintrag in den Resist durch die Elektronen für die Belichtung eine Notwendigkeit darstellt, ist eine vollständige Unterdrückung der Vorwärtsstreuung jedoch unmöglich.

Zum anderen treten im Substrat zwei weitere Effekte auf, die durch elastische Stöße verursachte Rückstreuung (bei Streuwinkeln unter 90°) sowie durch inelastische Stöße ausgelöste Sekundärelektronen. Beiden Effekten ist gemein, dass sie hauptsächlich durch die Wirkung des Elektronenstrahls auf das Substratmaterial zu einem unerwünschten Dosiseintrag beitragen. Dies wird sowohl durch die Schichtdickenverhältnisse als auch dadurch bedingt, dass Resiste meist geringere Atomzahlen haben, was zu geringerer Rückstreuung führt [11]. Der unerwünschte Dosiseintrag ist gering und sinkt mit der Beschleunigungsspannung, jedoch steigt damit die insgesamt betroffene Fläche. Die von rückgestreuten Elektronen belichtete Fläche kann einen Radius von mehreren μm um den Fokuspunkt aufweisen [10].

Im Falle eines Layouts, bei dem große zu belichtende Flächen um sehr kleine Inseln unbelichteten Resists liegen müssen, kann der Dosiseintrag durch Rückstreuung und Sekundärelektronen, dem sogenannten *Proximity* Effekt, auch ursprünglich dunkle Resistbereiche zur chemischen Reaktion anregen.

Zur Korrektur des *Proximity* Effekts existieren verschiedene Strategien. Bei der Dosiskorrektur wird das Streuverhalten der Elektronen in Abhängigkeit von der Schichtabfolge des Substrats simuliert. Diese Information wird genutzt, um den kumulierten Dosiseintrag für jeden Feldpunkt des gewünschten Layouts zu berechnen. In Folge wird beim Schreibvorgang die Strahldosis so angepasst, dass jede zu belichtende Teilfläche den gleichen Dosiseintrag erhält [12]. Wie bei der Dosiskorrektur nutzt die Formkorrektur Ergebnisse einer Simulation der Elektronenstreuung. Statt einer Variation der Strahldosis wird das vorgegebene Layout durch einen Algorithmus so verändert, dass die Grenzen zwischen unbelichteten und belichteten Bereichen verschoben bzw. so verändert werden, dass eine Überbelichtung der Randbereiche reduziert wird [13]. Ein einfacheres Verfahren ist die Hinter-

grundbelichtungskorrektur, bei der in einem zweiten Belichtungsschritt das Negativ des gewünschten Layouts mit einer anderen, angepassten Dosis geschrieben wird. Damit lässt sich der Beitrag der rückgestreuten Elektronen kompensieren [14]. Nachteile dieses Verfahrens sind eine Verdopplung der Schreibzeit und ein Kontrastverlust des Resistmaterials bei der Entwicklung.

2.2. Ätzverfahren

Die im Folgenden vorgestellten Ätzverfahren lassen sich grob in nasschemische und trockenchemische Prozesse unterteilen. Beim nasschemischen Ätzen reagieren Ionen in wässriger Lösung mit dem zu ätzenden Material, der Abtransport der Reaktionsprodukte findet durch Lösen in der Flüssigkeit statt.

Vorteile des nasschemischen Ätzens sind die Einfachheit des Verfahrens, die große Anzahl an strukturierbaren Materialien sowie eine gute Kontrolle der Ätzrate über Temperatur, Verdünnung und Pufferung. Dagegen ermöglicht nasschemisches Ätzen nur eine geringe Kontrolle über Ätzprofile. Polykristalline Materialien können nur isotrop geätzt werden, damit geht eine Unterätzung des Maskenmaterials und eine Verbreiterung der geätzten Bereiche einher. Einkristalline Materialien wie Silizium können sowohl isotrop als auch eingeschränkt anisotrop geätzt werden, da die Anisotropie an die unterschiedlichen Ätzraten der Kristallebenen gebunden ist. Weiterhin erschweren Kapillarkräfte das nasschemische Ätzen von Nanostrukturen, die beim anschließenden Trocknen zum Kollaps der Strukturen führen kann.

Trockenätzverfahren unterteilen sich in rein kinetischen Prozesse (siehe Abschnitt 2.2.2), die mit Gasatomen arbeiten, sowie kinetisch-chemische Prozesse (siehe Abschnitt 2.2.1), die Gasionen verwenden. Beide Verfahren arbeiten im Vakuum, wodurch eine Beeinträchtigung der Strukturen durch Kapillarkräfte ausgeschlossen wird. Während isotropes Ätzen bei kinetisch-chemischen Prozessen möglich ist, lassen sich durch die Beschleunigung der Gase bzw. deren Ionen zum Substrat hin sowie durch verschiedene Passivierungsmethoden anisotrope, rechtwinklige Ätzprofile erzielen, welche nicht von der Kristallstruktur des Materials abhängig sind. Darüber hinaus ermöglicht die Nutzung von rein kinetischen Prozessen das Strukturieren von Materialien, die sich durch nasschemische Methoden nicht angreifen lassen. Diesen Vorteilen steht ein größerer apparativer Aufbau zur Erzeugung von Gasionen und Vakuum, eine geringere Kontrolle über die Ätzraten, sowie eine geringe Selektivität bei rein kinetischen Prozessen gegenüber.

2.2.1. Reaktives Ionenätzen

Während beim nasschemischen Ätzen Ionen in wässriger Lösung mit dem zu ätzenden Material reagieren, werden beim reaktiven Ionenätzen (*Reactive Ion Etching*, *RIE*) Prozessgase in einen Vakuumrezipienten geleitet und dort zu einem Plasma angeregt. Die entstehenden Ionen werden auf das zu strukturierende Material geleitet um einen Materialabtrag zu erreichen. Im Folgenden werden Aufbau und Funktionsweise einer *RIE*-Kammer kurz beschrieben, für eine eingehendere Betrachtung wird auf [15] verwiesen.

Eine Methode zur Erzeugung eines Plasmas ist die Verwendung zweier Kondensatorplatten, von denen eine beim *RIE*-Verfahren durch den Wafer-tisch ersetzt wird. Ein solcherart erzeugtes Plasma wird als *Conductively Coupled Plasma* (*CCP*) bezeichnet. An den Platten werden elektrische Wechselfelder mit einer Frequenz von 13,56 MHz erzeugt, die Elektronen der in die Kammer eingelassenen Gasatome und -moleküle zur Dissoziation anregen. Die herausgelösten Elektronen kollidieren mit den noch neutralen Gasen, womit durch Stoßionisation weitere Ionen erzeugt werden. Das Plasma besteht damit aus zwei gegeneinander oszillierenden Wolken aus Elektronen respektive positiven Ionen, wobei erstere aufgrund ihrer geringeren Masse eine erheblich größere Amplitude aufweisen und die Amplitude letzterer vernachlässigbar ist. Die Leistung, mit der das Wechselfeld an den Kondensatorplatten betrieben wird, hat über die kinetische Energie sowie die Ionisation der Gasatome Auswirkung auf die Stärke des Ätzangriffs.

Ein für die *RIE* genutztes Plasma hat nur eine sehr geringe Temperatur bzw. kinetische Energie der Ionen. Der für den Ätzvorgang entscheidende Effekt des Bombardements mit Ionen hoher kinetischer Energie wird durch einen Abschirmungseffekt erzeugt, der aufgrund der Potenzialdifferenz zwischen Plasma und Elektrode sowie Kammerwänden auftritt.

Makroskopisch betrachtet ist ein Plasma im freien Raum neutral. An Grenzflächen treffen jedoch Elektronen aufgrund ihrer größeren Amplitude auf und werden dort absorbiert. In diesem Grenzbereich fehlen dem Plasma Elektronen und eine positive Raumladungszone baut sich auf, die auch als Abschirmungszone oder *Sheath* bezeichnet wird. Damit entsteht ein Potenzialverlauf, der positiv beim Plasma beginnt und zur Fläche hin abfällt. In diesem Potenzialgefälle werden Elektronen stärker ins Plasma hinein beschleunigt, als sie durch die an den Elektroden anliegende Wechselspannung zu diesen hin beschleunigt werden. Dies stabilisiert die Abschirmungszonen und verhindert einen größeren Verlust von Elektronen, die im Plasma durch Stoßionisation neue Ionen erzeugen können. Die positiven Ionen werden zur Grenzfläche hin beschleunigt, wobei sie kaum durch

die für ihre Masse zu schnellen Wechselfelder, dafür aber um so stärker von dem zeitlich stabileren Potenzialgefälle beeinflusst werden.

Die kinetische Energie der Ionen, die sie im Grenzbereich zu den Elektroden erhalten, erhöht zum einen die chemische Reaktionsgeschwindigkeit, ähnlich dem Erhitzen der Ätzlösung beim nasschemischen Ätzen. Zum anderen sorgt sie für einen physikalischen Angriff durch den mechanischen Abtrag von Substratmaterial.

Abbildung 2.2 zeigt den schematischen Aufbau einer RIE-Kammer. In die Kammer werden die gewünschten Prozessgase mit definierten Flussraten eingeleitet, der Kammerdruck wird über eine Ventilklappe zur Vakuumpumpe geregelt. Der Wafer wird zur Prozessierung durch einen Glasring an den Wafertisch gepresst um ihn bei Bedarf durch Heliumgas über die Rückseite zu kühlen, ohne dass Helium in die Prozesskammer entweicht. Der Wafertisch kann ebenfalls beheizt werden, um höhere Substrattemperaturen und damit höhere Reaktionsgeschwindigkeiten zu erreichen.

Die abgebildete Kammer weist einen asymmetrischen Aufbau der Elektroden auf, da nur die Gegenelektrode geerdet ist. Dies führt dazu, dass während des Ätzprozesses eine Gleichspannung zwischen Gegenelektrode und Wafertisch anliegt, welche im Zusammenhang mit der Beschleunigungsspannung der positiven Ionen steht. Diese *Bias*-Spannung lässt sich einfach messen und liefert Hinweise auf den physikalischen Anteil des Ätzangriffs und auf die Stabilität des Plasmas.

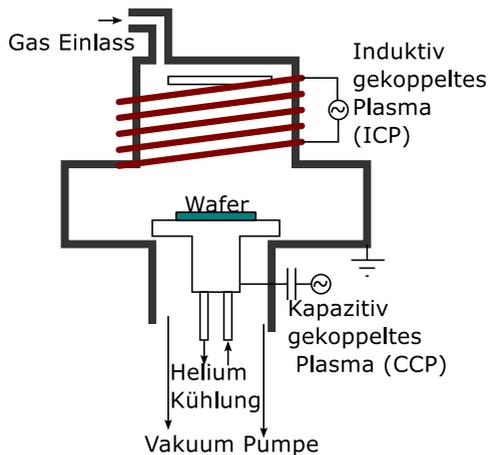


Abb. 2.2.: Schematischer Aufbau einer RIE-Ätzkammer mit induktiv und kapazitiv gekoppeltem Plasma.

Der physikalische Anteil des Ätzangriffs ist bei vielen *RIE*-Prozessen ein unerwünschter Nebeneffekt, der alle Materialien mit nahezu gleicher Abtragsrate angreift. Dies trifft auch auf das Maskenmaterial zu und führt zu einer niedrigeren Selektivität.

Im Gegensatz dazu ist der chemische Angriff durch Ionen sehr materialspezifisch, weist eine wesentlich höhere Ätzrate auf und erlaubt je nach Maskierung hohe Selektivitäten. Ein Vorteil des reaktiven Ionenätzens gegenüber nasschemischen Ätzangriffen ist, dass durch die Kombination von chemischem Angriff und Beschleunigung der Ionen zum Wafer hin eine hohe Direktionalität erreicht werden kann, womit anisotropes Ätzen möglich wird. Durch Senken der *CCP*-Leistung sowie einer Erhöhung des Kammerdrucks können auch isotrope Ätzprofile erzeugt werden, da dementsprechend die kinetische Energie sowie die mittlere freie Weglänge der Ionen sinken.

Parallel zur Löslichkeit beim nasschemischen Ätzen ist die Flüchtigkeit der Reaktionsprodukte unter den Bedingungen im Vakuumrezipienten eine Voraussetzung für den Ätzprozess. Eine weitere Einschränkung des *RIE*-Prozesses ergibt sich aus dem Zusammenhang zwischen der physikalischen und der chemischen Ätzrate sowie der zur Verfügung stehenden Anzahl an Ionen. All diese Faktoren werden durch die *CCP*-Leistung verursacht und steigen mit dieser an, so dass eine höhere Leistung zwar die Ätzrate steigert, die Selektivität jedoch sinken kann.

Eine Möglichkeit, die Erzeugung von Ionen teilweise von deren Beschleunigung zum Wafer und damit der *CCP*-Leistung zu trennen bietet das induktiv gekoppelte Plasma (*Inductively Coupled Plasma, ICP*). Wie in Abbildung 2.2 dargestellt, geschieht die induktive Kopplung durch eine Spule, an der ein Wechselstrom mit oben genannter Frequenz angelegt wird. Die Umpolung des Magnetfelds erzeugt elektrische Felder, die Dissoziation sowie Stoßionisation anregen. Auch bei der *ICP*-Methode entsteht eine *sheath*-Region, die jedoch nur eine geringe Potenzialdifferenz aufweist. Die Beschleunigung in Richtung des Wafers wird durch eine *CCP*-Anordnung bewirkt. Somit lassen sich die chemischen und kinetischen Anteile des Ätzangriffs weitgehend unabhängig voneinander kontrollieren.

Silizium-Kryoprozess

Die Allgegenwärtigkeit von Silizium in der Mikrotechnologie macht dieses Material besonders interessant für die Strukturierung. Für eine Vielzahl von Anwendungen sind ein hohes Aspektverhältnis und senkrechte Seitenwände von Siliziumstrukturen wünschenswert, ohne an eine bestimmte Kristallorientierung des Wafers gebunden zu sein [16].

Im Vergleich zum Bosch-Prozess [17], bei dem abwechselnde Ätz- und Passivierungsschritte durchgeführt werden und zum charakteristischen Wellenprofil der Seitenwände führen, erreicht man mit dem Silizium-Kryoprozess glattere Profile durch kontrollierten und kontinuierlichen Aufbau und Abtrag einer Passivierungsschicht.

Bei der Verwendung eines Gasgemisches aus SF_6 und O_2 entstehen unter anderem SiO_xF_y Verbindungen, die bei Temperaturen von -80°C abwärts nicht mehr in die Gasphase übergehen und auf dem Silizium verbleiben [18]. Eine Schicht dieser Verbindungen passiviert die Oberfläche gegen weitere chemische Ätzangriffe, während der physikalische Angriff weiter voranschreitet. Der Kammerdruck wird beim Kryoprozess möglichst niedrig gehalten, um die mittlere freie Weglänge der Ionen zu erhöhen und so einen stark anisotropen physikalischen Ätzangriff zu erhalten. Mit diesem wird die Passivierungsschicht auf Flächen entfernt, deren Normale mit der Einfallrichtung der Ionen übereinstimmt, während sie auf lateralen Flächen verbleibt. Weitere und eingehendere Betrachtungen zum Silizium Kryoprozess finden sich in [19].

2.2.2. Ionenstrahlätzen

Im Gegensatz zum *RIE*-Verfahren basiert das Ionenstrahlätzen auf einem rein kinetischen Ätzangriff durch die Atome eines chemisch inerten Gases wie Argon. In Abbildung 2.3 ist der schematische Aufbau einer Anlage zum Ionenstrahlätzen (*Ion Beam Etching IBE*) gezeigt.

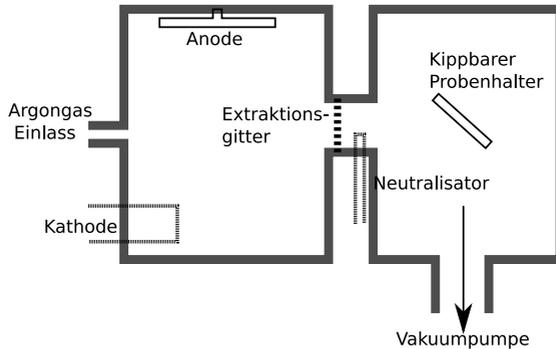


Abb. 2.3.: Aufbau einer Anlage zum Ionenstrahlätzen. Das Plasma wird in einer separaten Kammer erzeugt. Mit dem negativ geladenen Extraktionsgitter werden Ionen aus dem Plasma auf den kippbaren Wafertisch beschleunigt. Der Neutralisator, eine Kathode, an der Elektronen ausgedampft werden, verhindert die Aufladung des Wafers durch Rekombination der Elektronen mit den Ionen.

Die *IBE*-Anlage verfügt über zwei Kammern, um die Plasmaerzeugung von der zu ätzenden Probe zu trennen. Dadurch wird eine Kontamination der Plasmakammer durch abgetragene Partikel der Probe verhindert. Dies hat gegenüber dem *RIE*-Prozess den Vorteil, dass Proben nicht mit Materialien aus vorhergehenden Prozessen verunreinigt werden und dass die Zündbedingungen für das Plasma sich nicht verändern.

Beim *IBE*-Prozess wird die Stoßionisation des Argongases identisch zum *RIE*-Prozess durch ein kapazitiv gekoppeltes Plasma angeregt. Andere Anlagen arbeiten auch mit einer Kathode, an der Elektronen ausgeheizt und von einer Anode beschleunigt werden, was bei Kollision mit dem eingeleiteten Gas zur Stoßionisation führt.

Ein Extraktionsgitter beschleunigt die positiven Argonionen zur Probe hin. Nachdem die Ionen das Gitter passiert haben, wird ihre Ladung durch ausgeheizte Elektronen des Neutralisators, einer weiteren Kathode, neutralisiert.

Dadurch kollidieren nun weitgehend neutrale Argonatome mit der Probe, was eine Aufladung der Probe verhindert und einen über die Ätzzeit kontinuierlichen Materialabtrag unterstützt.

Da beim *IBE*-Prozess der Probenstisch nicht als Elektrode dient, kann er relativ zur Argonquelle gekippt werden. Dadurch kann schräg in ein Substrat geätzt werden, zudem gibt es eine schwache Abhängigkeit der Ätzrate sowohl vom Material als auch vom Ätzwinkel [20].

Neben der geringen Selektivität ist das geringe Aspektverhältnis ein Nachteil des *IBE*-Prozesses. Mit steigendem Aspektverhältnis einer Vertiefung steigt die Wahrscheinlichkeit, dass die abgetragenen Partikel sich an deren Seitenwänden ablagern. Diese Redeposition lässt sich durch die Rotation des Probestisches unter Verkippung zur Strahlquelle reduzieren, dennoch sind Aspektverhältnisse für Vertiefungen auf Werte nahe 1:1 beschränkt.

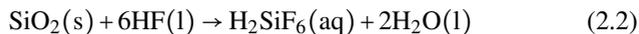
2.2.3. Nasschemisches Ätzen von Si und SiO₂

Beim nasschemischen Ätzen werden die Verbindungen der Atome des zu strukturierenden Materials durch chemische Reaktionen aufgebrochen, die entstehenden Reaktionsprodukte gehen in Lösung und werden so von der angegriffenen Oberfläche abtransportiert. Dabei kann der Abtransport, der durch Diffusion oder auch durch Konvektion erreicht wird, auch ein limitierender Faktor für die Geschwindigkeit des Ätzprozesses sein, im Gegensatz zu durch die Reaktionsraten limitierten Prozessen.

Silizium lässt sich mittels nasschemischem Ätzen auf eine Vielzahl von Arten strukturieren. Mit dem Einsatz von Kaliumhydroxid lässt sich einkristallines Silizium anisotrop ätzen, da die verschiedenen Kristallebenen unterschiedliche Selektivitäten aufweisen. Bei einer Selektivität von 300:1 der (100) zur (111) Ebenen lassen sich auch Siliziumstrukturen mit rechtwinkligen Profilen erzeugen, was jedoch Wafer mit einer (110) Flächennormalen voraussetzt [21].

Das Oxid des Siliziums lässt sich durch Flusssäure ätzen, was beispielsweise zur Verbesserung der Hafteigenschaften von hydrophoben Photolacken genutzt wird. Durch einen kurzen *HF-dip* entfernt man das native SiO₂, auf welchem sich aus der Luftfeuchtigkeit Hydroxidgruppen anlagern können und so eine polare Schicht auf der Waferoberfläche ausbilden.

Für dickere Oxidschichten und damit längere Ätzzeiten müssen zusätzliche Faktoren berücksichtigt werden. Der Ätzangriff von HF auf SiO₂ verläuft nach der Reaktionsformel 2.2, wobei (s) Festkörper, (l) Flüssigkeiten und (aq) gelöste Moleküle bezeichnet [22].



Nach der Formel 2.2 verbraucht damit jedes Siliziumatom sechs Fluoridionen, die den wesentlichen Anteil am SiO₂ Ätzen tragen. Mit sinkender Konzentration der Fluoridionen sinkt die Ätzrate im Verlauf des Ätzprozesses. Um eine homogene Ätzrate zu erreichen, verwendet man eine mit Ammoniumfluorid gepufferte HF Lösung [23]. Ammoniumfluorid (NH₄F) dissoziiert in Wasser zu NH_4^+ und F^- . Da dieser Dissoziationsprozess bei

sinkender HF Konzentration verstärkt abläuft, führt dies zu einer gleichbleibenden Anzahl an Fluoridionen.

Ein Problem nasschemischer Ätzprozesse ist, dass freistehende Mikro- und Nanostrukturen durch die beim Trocknen bzw. Verdunsten der wässrigen Lösung entstehenden Kapillarkräfte zerstört werden können. Dies kann durch einen der in den Abschnitten 2.2.4 und 2.2.5 beschriebenen Prozesse verhindert werden.

2.2.4. Überkritisches Trocknen

Beim überkritischen Trocknen wird das Auftreten einer Phasengrenze, deren langsames Zurückweichen beim Trocknen den Kollaps von nahe beieinander befindlichen Strukturen herbeiführt, umgangen, indem der kritische Punkt eines Mediums umlaufen wird [24].

Um negative Auswirkungen auf die Strukturen zu reduzieren, verwendet man ein Medium mit einem kritischen Punkt, der sich bei möglichst niedrigem Druck und niedriger Temperatur befindet. Technische Anlagen nutzen üblicherweise Kohlenstoffdioxid (CO_2), dessen kritischer Punkt bei etwa $30^\circ C$ und einem Druck von $7 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ liegt. Befinden sich die Strukturen vor der Prozessierung in Wasser, so muss dieses wegen seiner geringen Löslichkeit in flüssigem CO_2 durch ein Lösungsmittel mit geringerer Polarität ausgetauscht werden.

Die Prozessschritte im Phasendiagramm sind in Abbildung 2.4 als rote Pfeile gezeigt. Unter erhöhtem Druck werden die in Isopropanol befindlichen Strukturen mit flüssigem CO_2 gespült und so das Lösemittel ersetzt. Bei konstantem Druck wird die Temperatur erhöht, bis der kritische Punkt überschritten ist, worauf die Temperatur gehalten und der Druck gesenkt wird. Schließlich wird das System auf Raumtemperatur gebracht, womit das CO_2 als Gas entweichen kann.

2.2.5. Gefrietrocknen

Das Gefrietrocknen nutzt den Effekt der Sublimation. Dazu wird das Medium, in dem sich die Strukturen vor der Prozessierung befinden, durch Cyclohexan ausgetauscht, dessen feste Phase einen geringen Sättigungsdampfdruck hat. Strukturen und Lösemittel werden nun gekühlt, bis das Cyclohexan in die feste Phase übergegangen ist, wie es auch durch die blauen Pfeile in Abbildung 2.4 veranschaulicht wird. Daraufhin wird ein Vakuum erzeugt, um eine kontinuierliche Sublimation des Cyclohexans zu ermöglichen und so die flüssige Phase des Lösungsmittels zu umgehen.

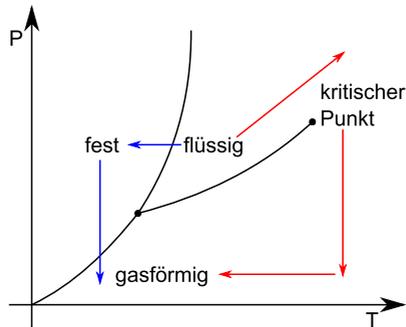


Abb. 2.4.: Schematische Darstellung eines Phasendiagramms. Die roten Pfeile zeigen den Prozess des überkritischen Trocknens, die blauen Pfeile den des Gefriertrocknens.

2.3. Schichtabscheidungsverfahren

2.3.1. Elektronenstrahlverdampfer

Eine der einfachsten Möglichkeiten zur Erzeugung von Dünnschichten ist das Verdampfen eines Materials im Vakuum. Durch Erhitzen wird es in einen gasförmigen Zustand gebracht, wobei es sich radial im Rezipienten ausbreitet und schließlich auf dem Substrat und den Kammerwänden kondensiert.

Die für die Abscheidung von Dünnschichten durch Verdampfen benötigten Temperaturen werden je nach Anlagen auf unterschiedliche Art erreicht. Dabei reichen die Möglichkeiten von einfacheren Methoden des ohmschen und induktiven Beheizens über Verfahren, die das Material lokal erhitzen, wie die laserinduzierte und die Elektronenstrahl basierte Verdampfung [25].

Das letztgenannte Verfahren nutzt die aus einer Kathode ausgeheizten, beschleunigten Elektronen, die durch ein Magnetfeld auf das in einem Wolframtiegel befindliche Material geleitet werden. Mit steigender Elektronenstrahlintensität steigt die Verdampfungsrate an. Die Schichtdicke wird mittels eines ebenfalls dem verdampften Material ausgesetzten Schwingquarzes gemessen, dessen Resonanzfrequenz sich durch den Zuwachs an Masse ändert. Die kinetische Energie sowie die Kondensationswärme der Atome führt zum Aufheizen des Substrats, so dass Verdampferkammern mindestens über eine Substratkühlung und im Idealfall über einen Substralthalter mit regelbarer Temperatur verfügen.

Das Verdampfen der Materialien zu Gasatomen ermöglicht eine gute Schichtqualität. Allerdings ist das Verfahren weitgehend auf Reinstoffe beschränkt. Insbesondere das Aufdampfen von Legierungen erweist sich

als schwierig, wenn die Dampfdrücke der Komponenten in der Schmelze große Differenzen aufweisen und die stöchiometrische Zusammensetzung des Ausgangsmaterials im Dünnfilm erhalten bleiben soll [25]. Daher ist insbesondere für Legierungen die Kathodenzerstäubung die bevorzugte Methode.

2.3.2. Kathodenzerstäubung

Statt Dünnfilme durch Verdampfen von Material zu erzeugen, ist es ebenfalls möglich, durch die kinetische Energie inerter Gasionen aus einem Volumenmaterial Cluster oder Atome herauszuschlagen, die sich darauf auf einem Substrat ablagern [26]. Dabei bestehen Gemeinsamkeiten mit dem in Abschnitt 2.2.1 beschriebenen Ionenätzen, da auch die Kathodenzerstäubung die kinetische Energie der Ionen eines Gases (z.B. Argon), das sich in einem Plasmazustand befindet, nutzt. Im Gegensatz zum Verdampfen spielen die unterschiedlichen Dampfdrücke der Schmelzen von Legierungsbestandteilen keine Rolle, d.h. die stöchiometrische Zusammensetzung einer kathodenzerstäubten Legierung bleibt weitgehend erhalten.

Die plasmaunterstützte Schichtabscheidung lässt sich grob in Gleichstrom, Wechselstrom, reaktive und Magnetron Kathodenzerstäubung unterteilen, wobei Überschneidungen zwischen den Methoden existieren. Allen Varianten der Kathodenzerstäubung ist gemein, dass ein in einen Vakuumrezipienten eingeleitetes Gas zwischen zwei Kondensatorplatten zu einem Plasma angeregt wird, wobei eine Platte das Substrat, die andere das darauf als Dünnschicht aufzubringende Material (*Target*) trägt. Bei Wechselstrom (AC) Kathodenzerstäubung wird ein Plasma gezündet, identisch zu der in Abschnitt 2.2.1 beschriebenen Kammer zum reaktiven Ionenätzen.

Targets aus Legierungen werden durch Einschmelzen der Komponenten unter Schutzgas oder Vakuumbedingungen hergestellt. Letzteres ist beispielsweise für *Targets* aus Ni-Mn-Ga der Fall, da Nickel stark zur Absorption von Gasen neigt [25, S. 375].

Im Folgenden wird auf die häufigste, auch für diese Arbeit genutzte Methode der Gleichstrom-Magnetron-Kathodenzerstäubung eingegangen. Dabei wird an den Kondensatorplatten eine Gleichspannung von einigen kV angelegt, bis das Gas, das in den Vakuumrezipienten geleitet wird, einen elektrischen Durchschlag erfährt. Das *Target* befindet sich auf der Anode, während die gegenüberliegende Kathode durch den Substrathalter repräsentiert wird. Neben den aus dem *Target* durch das Ionenbombardement herausgeschlagenen Atomen treten auch Sekundärelektronen, absorbierte Gase sowie Röntgenstrahlung aus.

Die magnetische Komponente der Gleichstrom-Magnetron-Kathodenzerstäubung besteht aus Permanentmagneten, die unter dem *Target* in einer Weise angeordnet sind, wie sie in Abbildung 2.5 zu sehen ist. Das Magnetfeld über dem *Target* erschwert ein Entweichen der Elektronen zu den Kammerwänden hin und erhöht gleichzeitig deren Kollisionswahrscheinlichkeit mit neutralen Gasatomen. Das herausgelöste *Target*-Material bewegt sich durch das Plasma, wo es mit diesem interagieren kann, bis hin zum Substrat. Gerade bei Materialien die zur Absorption von Gasen neigen ist ein möglichst niedriger Gasdruck von Vorteil, um hohe Schichtqualitäten zu erreichen. Durch die Konzentration der Elektronen über dem *Target* und der höheren Stoßionisation, die mit dem Magnetfeld erreicht wird, können höhere Plasmadichten erzielt werden. Im Gegenzug kann der Kammerdruck gesenkt werden, um die Gasabsorption an kathodenzerstäubten Atomen zu reduzieren [27].

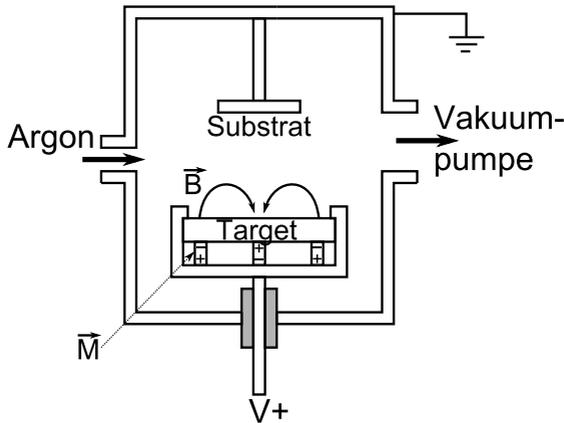


Abb. 2.5.: Schematische Darstellung einer Gleichstrom-Magnetron-Kathodenzerstäubungskammer. Unter dem *Target*-Material befinden sich Permanentmagnete, deren Magnetfeld die Ionisation im Plasma unterstützt. Die Kathode liegt auf einem hohen elektrischen Potenzial, um die Plasmaentladung anzuregen und zu erhalten. Kammer und Substrat können entweder geerdet sein oder auf einem *Floating*potenzial liegen.

2.4. Formgedächtnismaterialien

Formgedächtnismaterialien können auch starke Veränderungen ihrer Form zurückstellen und sich so an ihre ursprüngliche Form „erinnern“, sobald

ein externer Stimulus, z.B. in Form einer Temperaturerhöhung, auf sie einwirkt. Da die Verformung zuerst plastisch erscheint, jedoch zurückgestellt werden kann, spricht man von einer pseudoplastischen Verformung.

Die Rückkehr in die Ursprungsform nach einer pseudoplastischen Verformung bezeichnet man als Formgedächtniseffekt (FGE), der sich in Einweg- und Zweiweg-FGE unterteilen lässt. Diese werden in den folgenden Abschnitten 2.4.1 und 2.4.2 vorgestellt. Eine weitere Ausprägung des FGE ist die Superelastizität, die in Abschnitt 2.4.3 beschrieben wird [28].

Magnetische Formgedächtnislegierungen wie Ni-Mn-Ga weisen zusätzlich zum FGE den in Abschnitt 2.4.4 beschriebenen magnetischen Formgedächtniseffekt (MFGE) auf [29].

Legierungen, Keramiken und Polymere können den Formgedächtniseffekt aufweisen, wobei sich der Wirkmechanismus des FGE in Polymeren stark von dem der anderen Materialien unterscheidet [30]. Nach der Beschreibung der grundlegenden Effekte werden die Legierungen am Beispiel von Ni-Mn-Ga vorgestellt. Darauf erfolgt eine kurze Beschreibung von Keramiken und Polymeren.

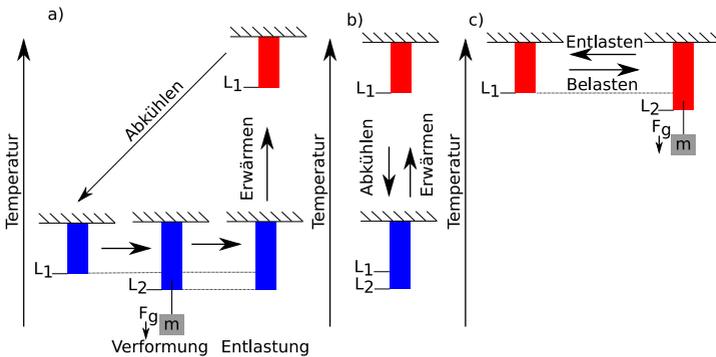


Abb. 2.6.: Schematische Darstellung verschiedener Formgedächtniseffekte. Die Austenitphase ist rot, die Martensitphase hingegen blau markiert. a) Einwegeffekt. b) Zweiwegeffekt. c) Superelastizität.
 L_1 - ursprüngliche Auslenkung. L_2 - pseudoplastische Auslenkung. F_g externe Kraft

2.4.1. Einwegeffekt

Das phänomenologische Verhalten einer Zugprobe mit Einweg-FGE ist in Abbildung 2.6 a dargestellt. Das Formgedächtnismaterial befindet sich bei

Länge L_1 in seiner Ursprungsform. Durch eine externe Kraft, in Abbildung 2.6 dargestellt durch ein Gewicht, wird das Material pseudoplastisch auf Länge L_2 gestreckt. Die pseudoplastische Deformation basiert auf einer kooperativen Scherbewegung der Gitteratome, die bei niedriger Temperatur, während sich das Material in der Martensitphase befindet, stattfinden kann. Dies führt zum Beibehalten der neuen Form auch nach dem Entlasten. Ab einer bestimmten Temperatur findet ein Übergang in die Austenitphase statt, was in einer Rückstellung der Form resultiert. Eine erneute Formveränderung durch einen Temperaturstimulus kann nur erreicht werden, wenn das Material ein weiteres Mal durch eine externe Kraft deformiert wird.

Belässt man das Gewicht am Material in Abb. 2.6 a während der Phasenumwandlung, so kann durch den FGE auch Arbeit verrichtet werden.

Im Allgemeinen zeigen Formgedächtnismaterialien ein Hystereseverhalten bei der Phasenumwandlung, so dass die Umwandlungstemperaturen von Austenit zu Martensit nicht identisch zu denen der Rückumwandlung sind. Dies ist insbesondere bei Formgedächtnislegierungen der Fall [31]. Demzufolge werden zur Beschreibung der martensitischen Umwandlung sowie der Rückumwandlung insgesamt vier Kenngrößen benötigt. Dies sind die Temperatur, bei der die Umwandlung in Martensit beginnt (M_s , *martensite start*), sowie die Temperatur, bei der die Umwandlung endet (M_f , *martensite finish*). Entsprechendes gilt für die Rückumwandlung in Austenit mit A_s und A_f .

Der Zusammenhang zwischen Temperatur, Spannung und Dehnung für den Einweg-FGE ist in Abbildung 2.7 schematisch dargestellt.

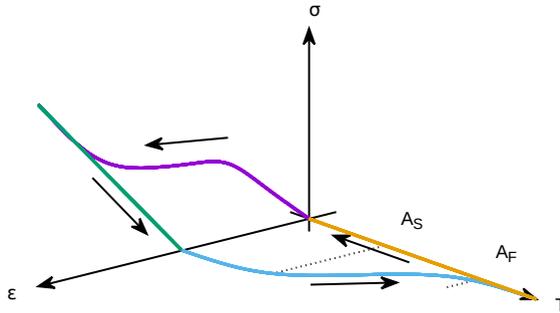


Abb. 2.7.: Typischer Temperatur-Dehungs-Spannungsverlauf einer Formgedächtnislegierung (T - ϵ - σ). Ausgehend vom Nullpunkt wird das Material deformiert, was der violetten Linie im Diagramm entspricht. Das Material verhält sich bis zu einem bestimmten Spannungswert elastisch, danach setzt die Umorientierung der Varianten ein und führt zu einer pseudoplastischen Dehnung. Ist der Umorientierungsprozess abgeschlossen, zeigt das Material wieder elastische Eigenschaften. Bei Entlastung des Materials (grüne Gerade) bleibt die pseudoplastische Deformation bestehen. Eine Erhöhung der Temperatur (blaue Kurve) führt zur Rückumwandlung in Austenit. Sie beginnt bei A_S und endet bei A_F mit der Rückstellung der pseudoplastischen Dehnung, wobei die Abkühlung des Materials (gelbe Gerade) keine Auswirkung auf die Dehnung zeigt.

2.4.2. Zweiwegeffekt

Beim Einweg-FGE muss eine externe Kraft zur pseudoplastischen Deformation des Martensits aufgebracht werden. Der Zweiweg-FGE äußert sich hingegen durch eine reversible Formveränderung, die lediglich durch die Temperatur beeinflusst wird, wie in Abbildung 2.6 b zu sehen. Durch wiederholte mechanische Deformation oder thermomechanische Behandlung (Training) des Austenit können Gitterdefekte erzeugt werden, die bei der Phasenumwandlung erhalten bleiben und bei Rückumwandlung zum Martensit zur bevorzugten Bildung eines Variantentyps führen [32].

Da die Gitterdefekte auch die koordinierte Gitterbewegung, die für die pseudoplastische Deformation notwendig ist, einschränken, ermöglicht der Zweiweg-FGE eine deutliche geringere pseudoplastische Dehnung.

2.4.3. Superelastizität

Neben einer Abkühlung des Austenits kann eine Umwandlung in Martensit auch durch mechanische Spannung eingeleitet werden. Wird dieser spannungsinduzierte Martensit weiter beansprucht, setzt eine Spannungsrelaxation durch pseudoplastische Deformation ein. Im spannungsfreien Zustand folgt eine Rückumwandlung in die Austenitphase und somit eine Rückstellung der pseudoplastischen Deformation entsprechend Abbildung 2.6 c. Dadurch verhält sich eine Formgedächtnislegierung, die sich bei Anwendungstemperatur in der Austenitphase befindet, effektiv wie ein elastisches Material mit einer für Metalle außergewöhnlich hohen Dehnbarkeit.

2.4.4. Formgedächtnislegierungen

Bestimmte Legierungen aus Metallen sowie Halb-Metallen weisen mehrere Eigenschaften auf, die zum Auftreten eines Formgedächtniseffekts führen.

Eine Bedingung ist die Existenz einer Hochtemperaturphase mit hoher Symmetrie der Einheitszelle, dem Austenit, sowie eine Niedertemperaturphase geringerer Symmetrie, dem Martensit, die durch einen diffusionslosen Phasenübergang erster Ordnung ineinander umgewandelt werden können.

Ausgehend von der Schmelze, aus der die Legierung hergestellt wird, bildet sich zuerst die Austenitphase. Durch Atomverschiebungen, die unter der Länge der Atomabstände liegen, bildet sich bei weiterem Abkühlen die Martensitphase, wie in Abbildung 2.8 zu sehen.

Im Gegensatz zur Martensitbildung in Stählen ist dieser Prozess reversibel. Die Dehnung, die während der Umwandlung an der Phasengrenze zwischen Austenit und Martensit auftritt, wird in FGL-Materialien elastisch, in Stählen hingegen plastisch durch Entstehen von Versetzungen und anderen Gitterdefekten kompensiert. Daher weisen ideale FGL-Materialien nach jedem Umwandlungszyklus ein identisches Gitter auf, und die Transformation wird als thermoelastische martensitische Umwandlung bezeichnet [33].

Neben der reversiblen Phasenumwandlung muss eine pseudoplastische, versetzungs- und diffusionsfreie Verformung im Martensit möglich sein, damit eine Legierung den Formgedächtniseffekt aufweist. Dies wird durch das Auftreten von Zwillingsgrenzen ermöglicht. Dabei handelt es sich um Grenzflächen zwischen Bereichen mit gleichen Kristallgittern unterschiedlicher Ausrichtung, wie in Abbildung 2.9 schematisch dargestellt. Die Domänen, die an diesen Grenzen aufeinander treffen, werden als Varianten oder Zwillinge bezeichnet.

In Abbildung 2.10 ist der Ablauf der Gitterveränderungen, die Bedingung für das Auftreten des FGE sind, zusammengefasst. Bei der martens-

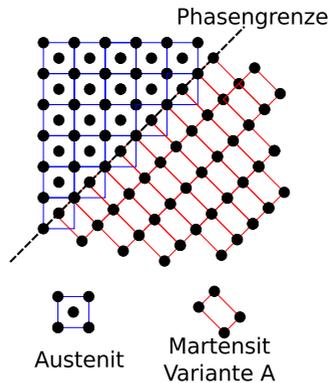


Abb. 2.8.: Schematische Darstellung der Kristallgitter von Austenit und Martensit bei der Umwandlung. Die Streckung der tetraedrischen Zellen ist zur besseren Visualisierung übertrieben dargestellt. Der Übergang zwischen Austenit und Martensit wird durch die Phasengrenze gekennzeichnet.

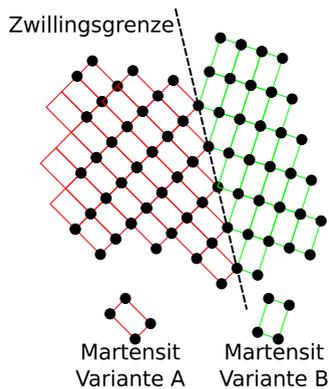


Abb. 2.9.: Schematische Darstellung zweier Martensitvarianten, die an einer Zwillingsgrenze aufeinandertreffen.

sitischen Umwandlung (von Austenit zu Martensit) bilden sich alle Varianten im Mittel mit gleicher Häufigkeit, solange keine energetische Präferenz für einen bestimmten Variantentyp existiert (Abb. 2.10 a). Setzt man das Martensit nun einer mechanischen Spannung über die Elastizitätsgrenze hinaus aus, so ist in Formgedächtnislegierungen die Reorientierung der Varianten energetisch günstiger als das Entstehen von Versetzungen, solange eine gewisse Grenzspannung für Versetzungsgleiten nicht überschritten wird. Das Wandern der Zwillingsgrenzen unter Spannung wird durch eine

Scherbewegung der Martensitvarianten verursacht. Wie bei der martensitischen Umwandlung handelt es sich um eine koordinierte und reversible Bewegung des Kristallgitters (Abb. 2.10 b). Bedingt durch die Phasenumwandlung in Austenit erhöht sich schließlich die Symmetrie, so dass keine Varianten im Austenitgitter existieren können, wodurch die Deformation zurückgestellt wird (Abb. 2.10 c).

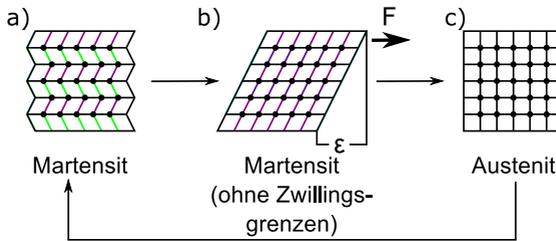


Abb. 2.10.: Schematische Darstellung des Formgedächtniseffekts im Gefüge. a) Die FGL befindet sich im Martensitzustand und setzt sich aus Varianten unterschiedlicher Scherungsrichtung zusammen. Durch Deformation in Richtung der externen Kraft F geht die Struktur in b) über, wobei eine Variante dominiert und dadurch eine Dehnung ϵ auftritt. c) Durch Erhitzen geht das Martensit, unabhängig vom Verhältnis der Varianten, in die Austenitphase über, wodurch die ursprüngliche Form eingenommen wird. Bei der Rückumwandlung in Martensit bleibt diese Form erhalten.

Experimentell lassen sich der Anteil der jeweiligen Phase während der Umwandlung sowie die charakteristischen Temperaturen durch Messung des elektrischen Widerstandes bestimmen. Da Austenit bei gleicher Temperatur über eine höhere elektrische Leitfähigkeit als Martensit verfügt, zeigt sich die Veränderung des Kristallgitters während der Umwandlung von Martensit zu Austenit durch einen für Metalle atypischen Abfall des Widerstandes, wie er in Abbildung 2.11 schematisch dargestellt ist.

Titan-Nickel Legierungen sind aufgrund ihrer kommerziellen Nutzung, vor allem im medizinischen Bereich als *stents* und anderen Anwendungen auf der Basis der Superelastizität, die bekanntesten Vertreter der Formgedächtnismaterialien. Unter Nutzung des Formgedächtniseffekts findet das Material unter anderem als Drahtaktoren und in Mikroaktoren Verwendung [34].

Neben binären Legierungen existieren zahlreiche FGL-Materialien mit ternärer Zusammensetzung wie Ni-Fe-Al [35], Cu-Al-Mn [36] und Ni-Mn-Al [37], sowie das in dieser Arbeit verwendete Ni-Mn-Ga.

Der Zusammenhang zwischen Ni-Mn-Ga Austenit- und Martensitgitter ist in Abbildung 2.12 gezeigt.

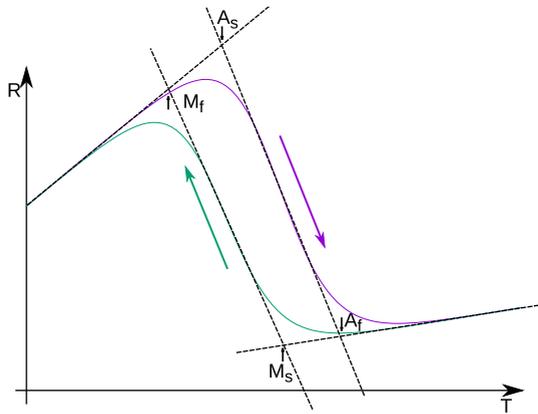


Abb. 2.11.: Schematischer Verlauf des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Start- und Endtemperaturen für die martensitische Umwandlung (M_s und M_f) und für die Rückumwandlung (A_s und A_f) werden mit der Tangentenmethode bestimmt und sind mit Pfeilen markiert.

Abhängig von Abweichungen der stöchiometrischen Zusammensetzung von Ni_2MnGa [38] entstehen Ni-Mn-Ga Legierungen mit aperiodischen Gittern [39, 40]. Man unterscheidet dabei das nichtmodulierte Martensit (NM) von den Modulationen mit einer Periodizität von fünf oder sieben Einheitszellen (5M/10M bzw. 7M/14M).

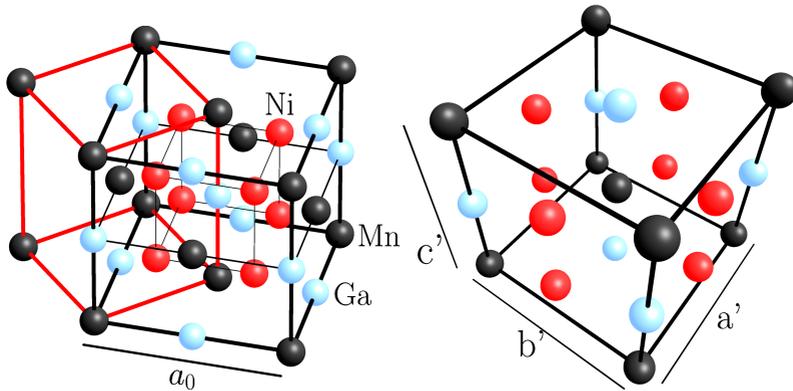


Abb. 2.12.: Links: Ni-Mn-Ga Austenit Heuslerzelle mit einigen Atomen der angrenzenden Zelle. Die stärkeren schwarzen Linien umfassen die $L2_1$ Ni-Mn-Ga Einheitszelle des Austenits, die aus vier kubisch innenzentrierten Gittern mit einer Gitterkonstante von $5,82 \text{ \AA}$ bestehen [41][40]. Die roten Verbindungslinien schließen die Mn Atome im Zentrum der benachbarten Einheitszelle mit ein, und beschreiben den Gitterbereich, der mit Ausnahme der Länge der Kristallachsen der Martensit Einheitszelle entspricht. **Rechts:** Darstellung der Einheitszelle von Ni-Mn-Ga im Martensitzustand. Je nach Abweichung von der Ni_2MnGa Stöchiometrie bilden sich Gittertypen mit anderen Winkeln und Abmessungen (c' a' b') [42].

Magnetischer Formgedächtniseffekt und magnetische Aktuierung

Der magnetische Formgedächtniseffekt (MFGE), wie er unter anderem in der magnetischen Formgedächtnislegierung (MFGL) Ni-Mn-Ga auftritt, verläuft analog zur stressinduzierten pseudoplastischen Verformung, jedoch erfolgt die Reorientierung der Martensitvarianten über ein Magnetfeld.

Diese magnetisch induzierte Reorientierung hat ihre Ursache in der magnetischen Kristallanisotropie der Martensit-Einheitszelle und damit in der Kopplung der Magnetisierung an eine bestimmte Orientierung im Kristallgitter.

Das magnetische Moment verläuft bei 10M modulierten Gittern entlang der kurzen c -Achse (magnetisch leichte Achse) (c' in Abb. 2.12). Ein äußeres Magnetfeld koppelt an das magnetische Moment, welches bestrebt ist, sich zur Minimierung der magnetostatischen Energie entlang des externen Feldes auszurichten. Die Kopplung des magnetischen Moments an die c -Achse über die Kristallanisotropieenergie steht dieser Ausrichtung ent-

gegen. Bei guter Beweglichkeit der Zwillingsgrenzen, wie dies in magnetischen Formgedächtnislegierungen der Fall ist, kann jedoch die Ausrichtung des magnetischen Moments an das Feld durch Reorientierung der Martensitvarianten erfolgen, solange die dafür benötigte Energie unter der magnetischen Anisotropieenergie liegt. Die Reorientierung des Gitters durch ein äußeres Magnetfeld ist in Abbildung 2.13 schematisch dargestellt. Dies resultiert in einer makroskopischen Deformation, die bis zu 12 % betragen kann [43][44].

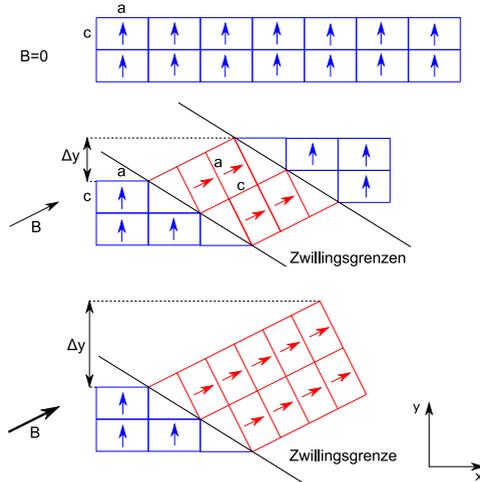


Abb. 2.13.: Schematische Darstellung des magnetischen Formgedächtniseffektes. Die blauen und roten Pfeile weisen die bevorzugte Magnetisierungsrichtung der Einheitszellen aus. Mit steigendem Magnetfeld wandern die Zwillingsgrenzen derart, dass die Variante mit geringster magnetostatischer Energie dominiert.

Erreicht die Magnetisierung des Materials jedoch die Sättigung, ohne dass eine Reorientierung stattfindet, so ist die sogenannte Blockierspannung, die überwunden werden muss, zu groß um den magnetischen Formgedächtniseffekt auszulösen. Die Blockierspannung liegt bei 10M Ni-Mn-Ga im Bereich von 3 bis 6 MPa [45], womit der MFGE als Akteurprinzip im Vergleich zum Formgedächtniseffekt nur niedrige Kräfte ausüben kann. Außerdem ist eine geringe Defektdichte im Material für das Funktionsprinzip notwendig.

Wie jedes magnetische Material lässt sich Ni-Mn-Ga auch durch einen Magnetfeldgradienten auslenken. Die Verwendung eines passiven Permanentmagneten mit fixierter Position ermöglicht die Dehnung oder Biegung

eines freistehenden Aktor aus Ni-Mn-Ga. Das Aktormaterial befindet sich im Martensitzustand, und wird durch die Magnetkraft (pseudoplastisch) deformiert. Durch Erhitzen des Materials wird der Phasenübergang in Austenit ausgelöst, der die Deformation zurückstellt. Bei Erreichen der Curie-Temperatur der MFGL verschwinden die elastischen Anteile der Auslenkung, da die magnetischen Kraftwirkung entfällt.

2.4.5. Keramiken

Neben Legierungen weisen auch Keramiken den oben beschriebenen Formgedächtniseffekt auf, wobei jedoch die Sprödigkeit vieler Keramiken eine Anwendung des Formgedächtniseffekts verhindert. Durch Mikro- und Nanostrukturierung solcher Keramiken steigt das Verhältnis von freien Oberflächen zum Volumen, gleichzeitig sinkt bei gleichbleibender Korngröße das Verhältnis von Kornvolumen zu Korngrenzflächen. Damit werden die Materialien oligokristallin und ermöglichen so eine Spannungsreduktion [46].

Ein Beispiel für eine Formgedächtniskeramik ist Vanadiumdioxid (VO_2). Neben dem Formgedächtniseffekt zeigt dieses Material beim Phasenübergang einen Übergang vom Isolator zu metallischer Leitfähigkeit, mit der eine Zunahme der Transparenz einhergeht [47].

2.4.6. Polymere

Formgedächtnispolymere (FGP) sind sogenannte Block-Copolymere, die aus alternierenden Blöcken von Monomersequenzen bestehen und oftmals verzweigt sind. Ihr Formgedächtniseffekt kommt im Fall einer thermischen Aktuierung durch Segmente mit unterschiedlichen Glasübergangstemperaturen $T_1 > T_2$ zustande. Die permanente Form wird dem Material bei T_2 eingeprägt. Die temporäre Form wird dem Material eingeprägt, indem es auf eine Temperatur zwischen T_1 und T_2 erhitzt, verformt und unter Beibehalten der Verformung abgekühlt wird. Durch erneutes Erhitzen über T_1 lösen sich die bei der temporären Formung gebildeten Bindungen, so dass sich wiederum die permanente Form einstellt. Die großen Dehnungswerte (20% [48]), die Formgedächtnispolymere erreichen, führen im Vergleich zu Legierungen und Keramiken zu sehr geringen Kräften potentieller FGP Aktoren.

Im Allgemeinen muss zum Auftreten des Formgedächtniseffekts in Polymeren nur der Auf- und Abbau reversibler Bindungen auf eine Art ausgelöst werden, die keine Beeinträchtigung der permanenten Form mit sich bringt. Daher existieren neben der thermischen Aktuierung von Formge-

dächtnispolymere auch Möglichkeiten, die temporäre Form durch optische, elektrische oder magnetische Signale zurückzustellen [49].

2.5. Thermische und Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe

2.5.1. Theoretisches Verhalten eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs

In Abbildung 2.14 ist das Verhalten eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs dargestellt. Bei der Herstellung der Bimorphe, bzw. bei der Abscheidung von Ni-Mn-Ga auf das strukturierte Siliziumsubstrat wird letzteres auf eine Temperatur von 500 °C gebracht. In diesem Zustand sind sowohl Ni-Mn-Ga als auch das Silizium, wie in Abb. 2.14 a gezeigt, idealerweise nicht unter Spannung und die Doppelbalken liegen in der Ebene.

Während der Abkühlung des Substrates schrumpft das Ni-Mn-Ga aufgrund seines höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten stärker als das Silizium, wodurch der Balken ausgelenkt wird und das Ni-Mn-Ga zunehmend unter Zugspannung steht, wie in Abb. 2.14 b schematisch dargestellt.

Kühlt das Material weiter ab tritt schließlich die martensitische Umwandlung ein. Sind die Spannung im Ni-Mn-Ga Film und die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten $\Delta\alpha$ hinreichend groß, so wird das Martensit pseudoplastisch verformt und ein Teil der Zugspannung abgebaut (Abb. 2.14 c).

Abhängig von den Umwandlungstemperaturen der Ni-Mn-Ga Legierung können Zugspannung und Auslenkung bis zum Erreichen der Raumtemperatur weiter steigen, wie in Abb. 2.14 d gezeigt.

Abgesehen von der Hysterese zwischen martensitischer Hin- und Rückumwandlung ist der Heizvorgang symmetrisch zum Kühlvorgang.

In Abb. 2.14 e ist der Vorgang schematisch in einem Temperatur-Auslenkungs-Diagramm dargestellt. Abhängig von den Umwandlungstemperaturen kann ein Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph eine große Auslenkung über eine im Vergleich zu einem rein thermischen Bimorph-Aktor sehr kleines Temperaturintervall aufweisen.

2.5.2. Berechnung des Temperaturprofils für eine Doppelbalkengeometrie

Die in dieser Arbeit hergestellten nanoskaligen Doppelbalkenstrukturen werden mittels ohmscher Wärme beheizt, indem durch das Formgedächtnismaterial ein Strom geleitet wird. Anhand der Wärmeleitungsgleichung soll der Zusammenhang zwischen Heizleistung und Temperaturprofil des Balkens ermittelt werden.

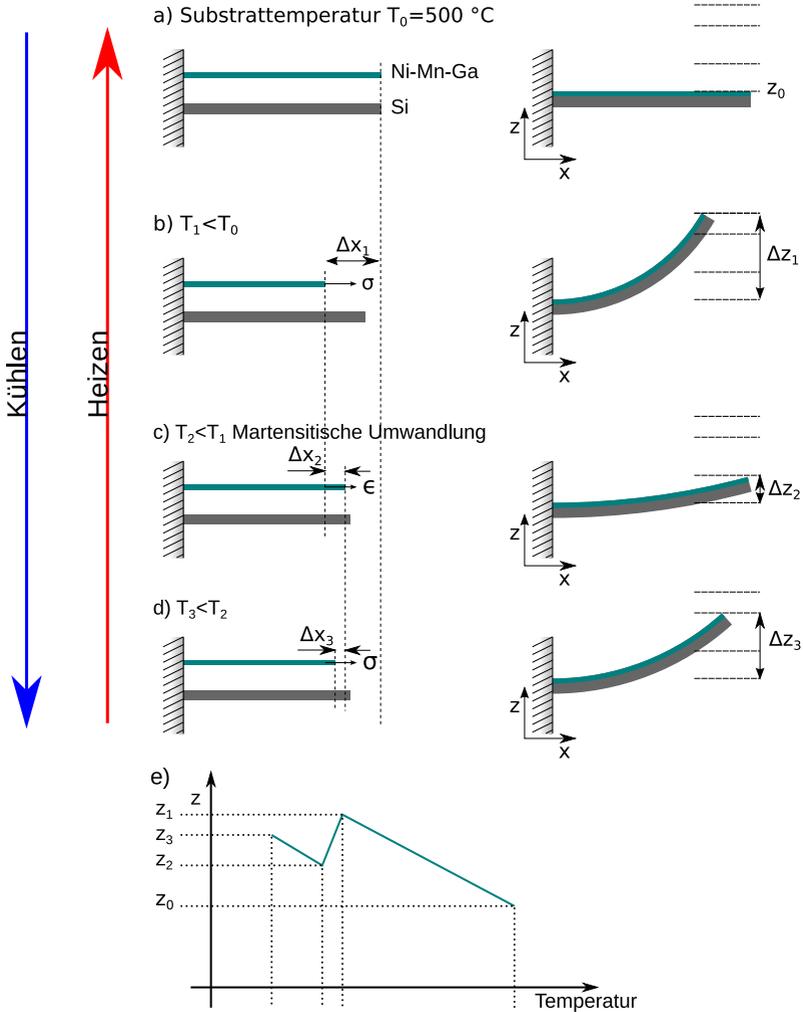


Abb. 2.14.: a) – d) Schematische Darstellung der thermischen Ausdehnung von Si Substrat und Ni-Mn-Ga Schicht: Die Ausdehnung der getrennten Schichten in x-Richtung ist auf der linken Seite dargestellt. Die rechte Seite veranschaulicht die aus den unterschiedlichen Ausdehnungen resultierende Auslenkung einer Ni-Mn-Ga/Si Verbundschicht in z-Richtung. e) Die Auslenkungs-Temperatur-Kennlinie der Ni-Mn-Ga/Si Verbundschicht resultiert aus der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung der Schichten sowie aus der pseudoplastischen Deformation des Martensits.

Die Wärmeleitungsgleichung 2.3 beschreibt die räumliche und zeitliche Temperaturverteilung eines Körpers mit der Dichte ρ , der spezifischen Wärmeleitfähigkeit c_p und der Wärmeleitfähigkeit κ [50]. Zusätzlich wird das Material mit Volumen V durch eine externe Wärmequelle der Leistung P erhitzt.

$$c_p \cdot \rho \cdot \frac{\partial}{\partial t} T - \nabla \cdot (\kappa \cdot \nabla T) = \frac{P}{V} \quad (2.3)$$

Lösung bei konstanter Wärmeleitfähigkeit

Unter der Annahme eines Temperaturgradienten in x -Richtung, statischen Bedingungen sowie einer konstanten Wärmeleitfähigkeit vereinfacht sich Gleichung 2.3 zu 2.4.

$$-\kappa \cdot \frac{\partial^2}{\partial x^2} T = \frac{P}{V} \quad (2.4)$$

Die zweifache Integration von Gleichung 2.4 ergibt Gleichung 2.5, deren Parameter c_1 und c_2 durch die Randbedingungen $T(x=0) = T_R$ und $T(x=2L) = T_R$ gefunden werden können. Dabei wird eine Doppelbalkengeometrie angenommen, wobei die Länge des Balkens L beträgt. Daraus folgt eine Strecke von Temperaturbad zu Temperaturbad von $2 \cdot L$. Die Lösung der Differentialgleichung ist damit 2.6.

$$T(x) = -\frac{P}{2 \cdot \kappa \cdot V} \cdot x^2 + c_1 \cdot x + c_2 \quad (2.5)$$

$$T(x) = \frac{P}{\kappa \cdot V} \cdot \left(x \cdot L - \frac{1}{2} x^2 \right) + T_R \quad (2.6)$$

Lösung bei temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit

Für den Fall der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit wird für Silizium die Messkurve aus [51] von 300 K bis zum Schmelzpunkt über Gleichung 2.7 angefitet.

$$\kappa_{Si}(T) = \frac{p_1}{T} + p_2 \quad (2.7)$$

Dies ergibt für die Parameter p_1 und p_2 die entsprechenden Werte $5,105 \cdot 10^4 \text{ W/m}$ und $-19,29 \text{ W/(mK)}$.

Für metallische Leiter wie Ni-Mn-Ga liefern die freien Elektronen den größten Beitrag zur Wärmeleitfähigkeit. Dieser Elektronenanteil der

Wärmeleitfähigkeit wird durch das Wiedemann-Franksche Gesetz in Gleichung 2.8 beschrieben [52], der Phononenanteil wird vernachlässigt.

$$\kappa_{Metall}^{e-}(T) = L_o \cdot \sigma(T) \cdot T \quad (2.8)$$

Der Wert $L_o = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{ W } \Omega / \text{K}^2$ ist die Lorentzzahl[52]. Die spezifische elektrische Leitfähigkeit $\sigma(T)$ erhält man aus der Geometrie sowie den elektrischen Widerstandsdaten der Aktoren.

Die thermische Leitfähigkeit des Ni-Mn-Ga/Si Verbundes wird aus der Summe der über den Schichtdickenanteil $t_i / (t_{SMA} + t_{Si})$ gewichteten thermischen Leitfähigkeiten von Silizium und Ni-Mn-Ga nach Gleichung 2.9 berechnet.

Durch Einsetzen von $\kappa(T)$ aus Gleichung 2.9 in die Wärmeleitungsgleichung 2.3 ergibt sich, wieder unter Annahme des statischen Falls $\frac{\partial}{\partial t} T = 0$, Gleichung 2.10.

Für einen Temperaturgradienten in einer Dimension erhält man aus Gleichung 2.10 die zu lösende Differentialgleichung Gleichung 2.11. Der Einfluss der Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit auf die Wärmeleitfähigkeit von Ni-Mn-Ga ist gering, sodass dort ein konstantes Verhalten angenommen werden kann.

$$\kappa(T) = \frac{\kappa_{Metall}^{e-}(T) \cdot t_{SMA} + \kappa_{Si}(T) \cdot t_{Si}}{t_{SMA} + t_{Si}} \quad (2.9)$$

$$\frac{P}{V} = -\nabla \left(\frac{L_o \cdot \sigma(T) \cdot T \cdot t_{SMA} + \left(\frac{p_1}{T} + p_2 \right) \cdot t_{Si}}{t_{SMA} + t_{Si}} \cdot \nabla T \right) \quad (2.10)$$

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} T =$$

$$\frac{(t_{SMA} + t_{Si}) \frac{P}{V} + \left(L_o \cdot t_{SMA} \cdot \sigma(T) + L_o \cdot t_{SMA} \cdot T \cdot \frac{\partial}{\partial T} \sigma(T) - \frac{p_1 \cdot t_{Si}}{T^2} \right) \left(\frac{\partial}{\partial x} T \right)^2}{(t_{SMA} + t_{Si}) \cdot \left(L_o \cdot \sigma(T) \cdot T \cdot t_{SMA} + \left(\frac{p_1}{T} + p_2 \right) \cdot t_{Si} \right)} \quad (2.11)$$

Die Differentialgleichung 2.11 wird unter den folgenden Randbedingungen numerisch gelöst.

- Temperaturbad am Balkenansatz $T(x=0) = 300 \text{ K}$
- Symmetrischer Temperaturgradient $\frac{\partial}{\partial x} T(x=L) = 0 \text{ K/m}$

2.5.3. Berechnung der Auslenkung thermischer Bimorphe

Das mechanische Verhalten eines Biegebalkens aus mehreren Materialschichten mit unterschiedlichem Elastizitätsmodul E und thermischem Ausdehnungskoeffizienten α kann analytisch hergeleitet werden [53] [54]. Im Folgenden wird kurz die hier verwendete Lösung von Hsueh et. al. vorgestellt [53].

Gleichung 2.12 beschreibt die Dehnung ε als Summe der gleichachsige Dehnung c und der Biegedehnung $\frac{z-t_b}{r}$. Mit r wird der Krümmungsradius des ausgelenkten Balken beschrieben, t_B ist die neutrale Faser der Biegung, während z die Position entlang der Schichtdicke beschreibt.

Gleichung 2.13 beschreibt den Stress in der i -ten Materialschicht. Von der Dehnung ε wird dabei die thermische Ausdehnung als spannungslose Dehnung abgezogen.

$$\varepsilon = c + \frac{z - t_b}{r} \quad (2.12)$$

$$\sigma_i = E_i(\varepsilon - \alpha_i \Delta T) \quad (2.13)$$

Die Gleichungen 2.14, 2.15 und 2.16 beschreiben die Bedingungen, dass die Kräfte, die durch die gleichachsige Dehnung und die Biegedehnung entstehen sowie die Biegemomente der einzelnen Schichten sich jeweils gegenseitig aufheben.

$$\sum_{i=1}^N E_i (c - \alpha_i \Delta T) \cdot t_i = 0 \quad (2.14)$$

$$\sum_{i=1}^N \int_{t_{i-1}}^{t_i} E_i \cdot \frac{z - t_b}{r} dz = 0 \quad (2.15)$$

$$\sum_{i=1}^N \int_{t_{i-1}}^{t_i} \sigma_i \cdot (z - t_b) dz = 0 \quad (2.16)$$

Die Lösung der Gleichungen 2.12–2.16 für zwei Schichten ergibt die Gleichungen 2.17–2.19 für die neutrale Faser der Biegedehnung, der gleichachsigen Dehnung sowie dem Krümmungsradius.

$$t_b = \frac{E_F \cdot t_F^2 - E_S \cdot t_S^2}{2 \cdot (E_S \cdot t_S + E_F \cdot t_F)} \quad (2.17)$$

$$c = \frac{(E_S \cdot t_S \cdot \alpha_S + E_F \cdot t_F \cdot \alpha_F) \cdot \Delta T}{(E_S \cdot t_S + E_F \cdot t_F)} \quad (2.18)$$

$$\frac{1}{r} = \frac{3}{2} \frac{E_S \cdot (c - \alpha_S \Delta T) \cdot (t_S^2 + 2 \cdot t_S \cdot t_b) - E_F \cdot (c - \alpha_F \Delta T) \cdot (t_F^2 - 2 \cdot t_F \cdot t_b)}{E_S \cdot ((t_S + t_b)^3 - t_b^3) + E_F \cdot ((t_F - t_b)^3 + t_b^3)} \quad (2.19)$$

2.6. Nanoaktorik

Aktoren sind mechanische Systeme deren Größen Kraft und Weg bzw. Spannung und Dehnung durch Zufuhr von Energie, beispielsweise in Form von elektrostatischer, thermischer oder magnetostatischer Energie, verändert werden können.

Unter den Begriffen Nanoaktorik oder Nanoaktor lassen sich allgemein drei verschiedene Klassen von Systemen finden. Zum einen versteht man darunter Aktoren von makro- und mikroskopischen Dimensionen, die in der Lage sind, präzise Bewegungen oder Kräfte im Nanometer- bzw. Nano-newtonbereich auszuüben. Dazu gehören beispielsweise Positioniertische für die Elektronenstrahlolithographie und Nanoindenter. Zum anderen stehen die Bezeichnungen für Aktoren, zu deren Herstellung Nanotechnologie benötigt wird, auch wenn weder ihre Größe noch ihre Präzisionen im Nanometerbereich liegen. Letzlich stehen obige Begriffe für Aktoren, deren Größe selbst im Nanometerbereich liegt, woraus Kräfte und Stellwege in eben diesem Bereich resultieren. Auf letztere Definition bezieht sich diese Arbeit sowie die im Folgenden vorgestellten Nanoaktorsysteme.

Hinsichtlich der Herstellung von Nanoaktoren und auch anderen nanoskaligen Elementen existieren zwei unterschiedliche Ansätze.

Die *Top Down* Fertigung übernimmt im Wesentlichen die Vorgehensweise der Mikrotechnologie, bei der Strukturen durch das Abtragen von Oberflächen- oder Volumenmaterial erzeugt werden. Der Übergang vom Mikro- zum Nanoregime erfolgt dabei durch die Erhöhung der Auflösung der Maskenbelichtungsprozesse, bzw. der Auflösung serieller Strukturierungsverfahren, indem Strahlung mit kürzeren Wellenlängen wie *Deep-UV* und Elektronen genutzt werden.

Bei *Bottom Up* Verfahren wird versucht, die Bildung bzw. das Wachstum von Strukturen durch die Kontrolle der chemischen und physikalischen Randbedingungen gezielt zu beeinflussen und zu steuern. Idealerweise entstehen durch diese auch als *Self-Assembly* bezeichneten Prozesse Nanostrukturen mit Dimensionen, die mittels *Top Down* Verfahren kaum erreicht werden können[55]. Demgegenüber steht die große Komplexität der aus der Natur bekannten *Bottom Up* Systeme wie Motorproteine, zu deren Verständnis nicht nur deren Aminosäuresequenz, sondern auch die Faltung dieser Sequenz zum Motorprotein bekannt sein muss.

2.6.1. Prinzipien der Nanoaktorik

Elektrostatische Prinzipien

Elektrostatische Systeme basieren auf der elektrostatischen Anziehung und Abstoßung von Flächen in Abhängigkeit von deren Ladungsdichte und Polarität. Das einfachste solche System wird von zwei parallelen Kondensatorplatten gebildet, an die eine Spannung angelegt wird. Derartige Aktoren können durch Skalierung der bekannten mikroelektromechanischen Systeme (MEMS) ins Nanoregime überführt werden. Kapazitive Aktoren lassen sich sowohl statisch als auch resonant betreiben. Mit zunehmender Verkleinerung des Systems sinkt das Verhältnis der Kapazität des Aktors zu den parallel geschalteten parasitären Kapazitäten, was die erreichbaren Schwingungsfrequenzen senkt und ein Auslesen des Schwingungsverhaltens erschwert. Dennoch sind elektrostatische Nanoaktoren sowohl in resonantem Betrieb [56, 57] als auch als Schaltelemente [58, 59, 60] verbreitet.

Da nur bei einer Änderung der Aktorposition ein Strom fließt, zeichnet sich das elektrostatische Prinzip durch einen geringen Energieverbrauch aus. Zudem ermöglicht das Messen der Kapazität einen Rückschluss auf die Aktorposition. Dagegen werden auch mit hohen Spannungen nur geringe Stellwege erreicht. Das Vermeiden von Spannungsdurchbruch und Kollaps bei Kontakt entgegengesetzt geladener Strukturen stellt einen zusätzlichen limitierenden Faktor dar.

Magnetische Prinzipien

Magnetische Systeme können einerseits durch Spulen und stromdurchflossene Leiter in Magnetfeldern realisiert werden [61]. Zum anderen existieren Materialien, die durch ein Magnetfeld bewegt oder gedehnt werden können. Dazu gehören para- und ferromagnetische Materialien, die durch einen Gradienten des Magnetfeldes eine Kraft in Richtung der höchsten Felddichte erfahren bzw. Permanentmagnete, die im externen Magnetfeld zur Minimierung der magnetostatischen Energie eine Kraft oder ein Drehmoment erhalten. Weiterhin existieren magnetostruktive Materialien [62] sowie magnetische Formgedächtnislegierungen [63], wie sie in Abschnitt 2.4.4 beschrieben sind. Die auf der Lorentzkraft basierenden Aktoren ermöglichen dagegen eine Detektion der mechanischen Schwingung über die Messung der im Feld induzierten Ströme.

Werden Permanentmagneten statt stromdurchflossene Leiter als Feldquelle verwendet, benötigen statische magnetische Aktorsysteme nur bei einer Zustandsveränderung Energie. Bei der Verwendung von para- und ferromagnetischen sowie magnetostruktiven Materialien und MFGL-Materia-

lien sind die Aktoreigenschaften stark von Materialeigenschaften wie Suszeptibilität, Remanenz sowie der maximal erreichbaren Dehnung abhängig.

Resonant betriebene magnetische Nanoaktoren basieren zumeist auf der Lorentzkraft eines statischen Magnetfelds, das auf einen freistehenden, mit Wechselstrom durchflossenen nanoskaligen Leiter wirkt [64][65][66][67]. Ein magnetostatisches Nanoaktorsystem, das auf der Kraft eines Magnetfeldgradienten basiert, wird in [68] vorgestellt. Auch nanoskalige Spulenelemente werden für magnetische Aktuierung im Nanometerbereich entwickelt [69].

Thermische Prinzipien

Die in Abschnitt 2.4 vorgestellten Formgedächtnislegierungen basieren auf einer temperaturinduzierten Phasenumwandlung und können daher zu den thermischen Aktorprinzipien gezählt werden. Neben solchen *Smart Materials* lassen sich alle Materialien aufgrund ihres thermischen Ausdehnungskoeffizienten zur thermischen Aktorik nutzen.

Die thermische Ansteuerung von Aktoren birgt den Nachteil geringer Dynamik, da das Erhitzen meist einfacher zu erzielen ist als eine Abkühlung des Aktormaterials. Bei auf dem thermischen Ausdehnungskoeffizient basierenden Aktoren ergeben sich im Fall großer Temperaturbereiche Nichtlinearitäten durch temperaturabhängige Materialparameter. Linearaktoren haben im Vergleich zu Bimorphen nur geringe Stellwege.

Dagegen erreichen Formgedächtnismaterialien in einem kleineren Temperaturbereich deutlich größere Stellwege, weisen im Allgemeinen jedoch ein Hystereseverhalten auf.

Für Nanoaktorik in der Ebene wird die thermische Ausdehnung eines einzelnen Materials verwendet [70][71][72], während für Auslenkungen aus der Ebene heraus die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten genutzt werden kann [73].

Piezelektrische Prinzipien

Der Wirkungsmechanismus von Piezoelektrika beruht auf einer Polarisierbarkeit des Kristallgitters und der damit einhergehenden Formveränderung, was auch als inverser Piezoeffekt bezeichnet wird [74]. Umgekehrt kann beim (regulären) Piezoeffekt durch die Deformation eines piezoelektrischen Kristalls eine Spannung erzeugt werden. Sowohl Kristalle wie Quarz als auch Halbleiter wie Aluminiumnitrid (AlN) und Keramiken wie Blei-Zirkonat-Titanat (PZT) weisen den piezoelektrischen Effekt auf [75, 76].

Das Haupteinsatzgebiet von Piezoaktoren in makroskopischen Dimensionen sind Positioniersysteme mit Genauigkeiten im Nanometer-Bereich.

Aufgrund der Hysterese von angelegter Spannung und erreichtem Stellweg werden sie je nach gewünschter Präzision von weiteren Sensoren unterstützt.

Makroskopische Piezoaktoren finden weiterhin Verwendung bei der resonanten Aktuierung nanoskopischer Strukturen, indem das Substrat der Struktur zur Schwingung angeregt wird [77][78][79].

Durch das Abscheiden von piezoelektrischen Dünnschichten sowie den für die Ansteuerung notwendigen Kontaktschichten lassen sich auch piezoelektrische Nanoaktoren herstellen [80].

Photonische Prinzipien

Photonische Aktorprinzipien werden aufgrund der geringen Kräfte, die mittels elektromagnetischer Strahlung bzw. Photonen erzielt werden können, erst durch Erreichen nanoskopischer Dimensionen ermöglicht. Strahlungsdruck, d.h. der Impulsübertrag bei Reflexion von Photonen, ist eine Möglichkeit Kräfte auf nanoskopische Objekte wirken zu lassen [81][82].

Das evaneszente Feld einer elektromagnetischen Welle, die bei Totalreflexion an der Grenzfläche zweier Medien entsteht, kann ebenfalls eine Kraft ausüben. Ein evaneszentes Feld tritt beispielsweise bei Wellenleitern auf, deren Dimensionen unter der Wellenlänge der transportierten Strahlung liegen. Liegt die Distanz zweier paralleler Wellenleiter unterhalb der Reichweite des evaneszenten Feldes, so wirkt eine anziehende Kraft zwischen ihnen, wenn einer der Wellenleiter Strahlung transportiert. Dies äußert sich bei freistehenden Wellenleitern in einer Bewegung zueinander [83][84][85].

Geringe Kräfte und Stellwege, sowie die Möglichkeit der intrinsischen Detektion der mechanischen Schwingungsfrequenz machen optische Nanoaktoren vor allem für resonant betriebene Systeme von Interesse [86][87]. Jedoch existieren auch statische Anwendungen für kleine Stellwege [88].

Photonische Systeme benötigen hohe Strahlungsintensitäten und haben damit einen hohen Energieverbrauch.

Biologische Prinzipien

Molekulare Motoren sind unter anderem verantwortlich für die Muskelkontraktion sowie den Transport von Molekülen und Ionen in Zellen und durch Zellmembranen. Diese aus gefalteten Aminosäureketten (Proteinen) bestehenden Strukturen nehmen Adenosintriphosphat (ATP) als Energiequelle auf und setzen es unter einer reversiblen Konformationsänderung in Adenosindiphosphat (ADP) um. Die Konformationsänderung entspricht dabei einer Bewegung der Aktorproteine gegen Statorproteine.

Eine Möglichkeit zum Design eines biologischen Nanoaktorsystems ist die Extraktion und Manipulation solcher Proteine. Mit zunehmendem Verständnis des Aufbaus und der Funktionsweise von Aktorproteinen lassen sich auch synthetische Proteine mit Aktoreigenschaften erzeugen [89].

Neben Proteinen lassen sich auch Ketten aus Desoxyribonukleinsäure (DNS), die in Organismen nur der Informationsspeicherung dienen, durch die Wechselwirkungen zwischen synthetische Sequenzen als Aktoren nutzen [90].

2.6.2. Stand der Technik

Ein Beispiel für die bei dynamisch betriebenen Nanoaktoren häufig eingesetzte Methode der Aktuierung durch Lorentzkraft, wie sie auch in Abbildung 2.15 a dargestellt ist, wird von Feng et al. beschrieben [64]. Dort besteht der Brückenaktor aus Siliziumcarbid mit Dimensionen von 1,665 μm Länge, 120 nm Breite und 80 nm Dicke. Durch die Brücke wird Gleichstrom geleitet, so dass sich der Aktor im Magnetfeld auslenkt. Das durch die Bewegung im Magnetfeld induzierte elektrische Signal wird verstärkt und an den Aktor rückgekoppelt, so dass ein Schwingkreis entsteht, dessen Frequenz der Resonanzfrequenz des Nanoaktors entspricht. Bei Feng et al. entspricht dies 428 MHz.

Ein sowohl statisch als auch dynamisch ansteuerbarer Nanoaktor, der auf der Kraftwirkung eines Magnetfeldgradienten auf ein paramagnetisches Material basiert, wird von Hartbaum et al. vorgestellt [68]. Wie in Abbildung 2.15 b gezeigt, wird dort eine Nickel-Eisen Legierung mit hoher Suszeptibilität auf die Spitze von Titan Nanobalken mit Breiten von bis zu 100 nm und einer Schichtdicke von 50 nm aufgebracht.

Der elektrothermische Nanoaktor in [70] weist eine asymmetrische Doppelbalkengeometrie mit kleinsten Strukturen von 350 nm auf und besteht aus Nickel. Eine an den Enden des Doppelbalkens angelegte Spannung erhitzt den Aktor, dessen Arme aufgrund ihrer unterschiedlichen Dicke einen verschiedenen elektrischen Widerstand haben. Demzufolge entsteht eine Temperaturdifferenz und damit eine Differenz in der thermischen Ausdehnung zwischen den Armen, die sich in einer Auslenkung des Aktors in der Ebene äußert. Bei einer Heizleistung von 0,485 mW ergibt sich ein Stellweg von 370 nm für ein Aktorelement mit einer Länge von 38 μm .

Die Geschwindigkeit des Heizvorgangs kann bei thermischen Aktoren gesteuert werden. Dagegen erfolgt die Wärmeabfuhr ohne aktive Kühlung durch Wärmeleitung und Konvektion, die von Wärmeleitfähigkeit und Oberfläche abhängen. Dies macht thermische Aktoren im Allgemeinen für dynamische Anwendungen ungeeignet. In [73] wird von Bargatin et al.

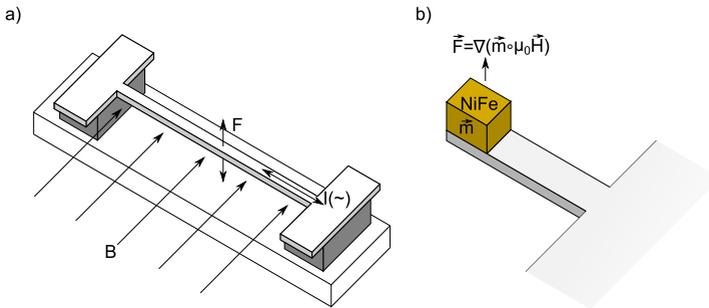


Abb. 2.15.: Schematische Darstellung magnetischer Aktorprinzipien. **a)** Ein Brückenaktor wird von einem Wechselstrom I durchflossen und befindet sich in einem statischen Magnetfeld B . Dadurch wirkt auf diesen die Lorentzkraft F , die im Fall eines Wechselstroms das Balkenelement in Schwingung versetzt [65]. **b)** An der Spitze eines freistehenden Balkens befindet sich ein Block aus einer Nickel-Eisen Legierung. Ein externes Feld magnetisiert die paramagnetische Legierung, auf die der Gradient des Magnetfeldes eine Kraft ausübt [68].

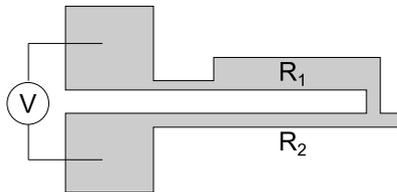


Abb. 2.16.: Schematische Darstellung des elektrothermischen Aktors von Lee et. al. [70]. Die Spannung V führt zu einer Erhitzung des Aktors durch die joulesche Wärme des Stromflusses, die je nach Widerstand $R_{1/2}$ des jeweiligen Arms einen anderen Beitrag zur thermischen Ausdehnung liefert.

jedoch gezeigt, dass Nanoaktoren aufgrund der günstigen Skalierung der Wärmekapazität mit dem Volumen im dynamischen Betrieb Frequenzen von 9,5 MHz für die erste bis 258 MHz für die zwölfte Schwingungsmode erreichen können. Die Aktoren von Bargatin et. al. bestehen aus Siliziumcarbid und weisen eine Brückengeometrie mit einem Querschnitt von $400\text{nm} \times 80\text{nm}$ auf. Die Brückenlängen variieren von 4 bis $24\mu\text{m}$. An einem Ende der Brücke ist eine Leiterschleife aus Gold zum beheizen des Aktors aufgedampft. Am andere Ende der Brücke befindet sich eine Leiterschleife aus einer piezoresistiven Gold-Palladium Legierung zur Detektion der Aktorschwingung.

Piezoelektrische Materialien sind im statischen Betrieb energieeffizient, benötigen jedoch hohe Spannungen für geringe Wegstrecken. Um die geringe Dehnung von piezoelektrischen Materialien in eine höhere Auslenkung umzusetzen, bietet sich ein Bimorph Aufbau an, wie er von Karabalin et. al. auch für einen resonant betriebenen Aktor gewählt wird [80]. Durch den Bimorph Aufbau des Aktors resultiert der geringe piezoelektrischer Koeffizient von Aluminiumnitrid $d_{31} = 2,4 \text{ pm/V}$ in einer vergleichsweise großen Auslenkung von $0,45 \text{ nm}$ bei einer Spannung von 2 mV . Die Abmessungen des Nanoaktors sind $6 \mu\text{m}$ in Länge, 900 nm in Breite und 320 nm in Dicke, womit eine Resonanzfrequenz von $9,1 \text{ MHz}$ erzielt wird.

Statische Nanoaktorik in der Chipebene durch Licht wird in [88] demonstriert, mit Stellwegen von bis zu 65 nm und Kräften im Bereich von $1,80 \text{ pN}/(\mu\text{m mW})$, bezogen auf die Länge L des frei aufgehängten Wellenleiteres und die Laserleistung. Der Aufbau des Aktors ist schematisch in Abb. 2.17 dargestellt. Seine kleinsten Elemente haben eine Querschnittsfläche von $820 \text{ nm} \times 220 \text{ nm}$. Die Kräfte, mit denen zwei parallel verlaufende Wellenleiter aufeinander wirken sind durch Gleichung 2.20 gegeben, wobei ω die Frequenz der Photonen, En die im Segment der Länge L befindliche Energie und $\frac{d\omega}{ds}$ die Ableitung der Frequenz nach dem Wellenleiterabstand s beschreibt [83].

$$F = - \frac{En}{\omega} \frac{d\omega}{ds} \quad (2.20)$$

Nach [83] steigt die anziehende Kraft zwischen den Wellenleitern mit sinkendem Verhältnis $\frac{s}{a}$ in nichtlinearer Weise, sodass ein reduzierter Stellweg des Aktors einen überproportionalen Kraftgewinn bedeutet. Die Wechselwirkung zwischen Kraft bzw. Auslenkung des Aktors und der Frequenz über den Faktor $\frac{d\omega}{ds}$ ermöglicht eine intrinsische Detektion der Auslenkung bzw. des mechanischen Schwingungszustandes mit hoher Präzision.

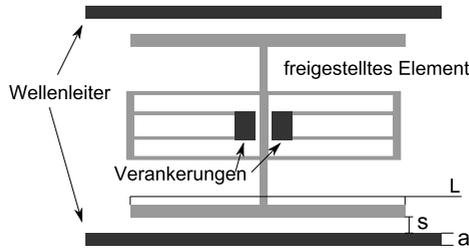


Abb. 2.17.: Schema eines nanophotonischen Aktorsystems mit Bewegung in der Ebene. Für die Kraftwirkung sind folgende Parameter relevant. Alle vier Wellenleitersysteme haben die Breite a . Zwischen frei aufgehängten und festen Elementen liegt eine Kavität mit Breite s . L beschreibt die Länge, über die die Leiter miteinander wechselwirken.

Prinzip	Kraft	Skalierung	Beispiel
Elektrostatistisch	$\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{1}{2} C \cdot V^2 \right)$	$F \propto \Lambda^2$	[56]
Lorentzkraft	$J \cdot A (\vec{l} \times \vec{B})$	$F \propto \Lambda^4$	[66]
B-Feldgradient	$\nabla (\vec{B} \cdot \vec{M})$	$F \propto \Lambda^3$	[68][91]
Thermisch	$\sigma_x \cdot A$	$F \propto \Lambda^2$	[70]
Inv. Piezoeffekt	$A \cdot E_x \cdot d_x \cdot \mathcal{E}_x$	$F \propto \Lambda^2$	[80]
Photon. ev. Feld	$\frac{U}{\omega} \frac{d\omega}{ds}$	$F \propto \Lambda^2$	[88]

Tab. 2.1.: Zusammenstellung der von verschiedenen Aktorprinzipien ausgeübten Kräfte sowie deren Skalierungsverhalten (Skalierungsfaktor Λ). Biologische Aktorprinzipien sind nicht in der Tabelle aufgeführt, da sie auf nanoskalige Dimensionen beschränkt sind. Die Beispielwerte für Kräfte von Nanoaktoren stammen entweder direkt aus den Referenzen oder sind anhand anderer dort beschriebener Kenngrößen errechnet. Die in der Tabelle verwendeten Variablen sind:

x : Krafrichtung; C : Kapazität; V : el. Spannung; \mathcal{E} : el. Feld; J : Stromdichte; A : Fläche; \vec{l} : Längenvektor; \vec{B} : magn. Flussdichte; \vec{M} : Magnetisierung; σ : mech. Spannung; E : Elastizitätsmodul; d : piezoelekt. Koeffizient.

2.6.3. Zusammenfassung

Das Skalierungsverhalten der in dieser Übersicht vorgestellten Nanoaktorsysteme ist in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Einige der bisher realisierten Nanoaktorprinzipien werden ausschließlich resonant betrieben. Dazu bieten sich vor allem Systeme wie das elektrosta-

tische und das Lorentzkraft-Prinzip an, die eine intrinsische Detektion ihres Resonanzverhaltens erlauben und keine Hysterese hinsichtlich der Reaktion auf ihr ansteuerndes Signal zeigen. Der wesentliche Vorteil der Miniarisierung von dynamischen Systemen ist die erhöhte Resonanzfrequenz mechanischer Elemente. Kraft und Auslenkung sind für den dynamischen Betrieb nicht von Interesse, so dass auch ungünstig skalierende Prinzipien verwendet werden können.

Direkte Vergleiche der verschiedenen Nanoaktorprinzipien sind schwierig, da die vorgestellten Systeme unter sehr unterschiedlichen Randbedingungen arbeiten. So benötigt das System, das auf der Kraft des evaneszenten Feldes basiert, eine Laserleistung von 100 mW, die in die Wellenleiter eingekoppelt wird, während das thermische System lediglich 0,485 mW verwendet und damit noch nicht das Ende des möglichen Leistungs- und Temperaturbereichs erreicht hat. Dagegen arbeitet das piezoresistive System mit 2 mV in der Größenordnung der Durchschlagsspannung des 100 nm dicken AlN Films.

Für Systeme, die auf der Kraftwirkung des Magnetfeldgradienten beruhen, ergibt sich ein günstigeres Skalierungsverhalten unter der Annahme, dass die permanentmagnetische Feldquelle ebenfalls skaliert. Ein Vorteil dieser Systeme ist, dass sie sich sowohl dynamisch als auch statisch verwenden lassen. Insbesondere die Auslenkung hängt hier nur von der Steifigkeit des mechanischen Elements, das mit dem para- oder ferromagnetischen Material verbunden ist, ab.

Insbesondere thermische Systeme lassen sich für statische Aufgaben verwenden. Während die Abkühlzeiten eine dynamische Anwendung eines thermischen Systems im Allgemeinen erschweren, können thermische Nanoaktoren skalierungsbedingt Frequenzen im MHz-Bereich erreichen. Im Gegensatz zu thermischen Aktormaterialien, deren Stellwege sich durch die thermische Ausdehnung ergeben, können Formgedächtnislegierungen höhere pseudoplastische Dehnung aufweisen und diese, auch gegen eine äußere Kraft zurückstellen [92]. Somit lassen sich thermische Aktorsysteme, die bereits ein gutes Skalierungsverhalten aufweisen, durch Verwendung von Formgedächtnislegierungen hinsichtlich Auslenkung und Kraft verbessern.

3. Nanotechnologie

Dieses Kapitel unterteilt sich in die Bereiche Layout, Fertigung sowie Messaufbau und -verfahren. Im ersten Abschnitt werden die Überlegungen vorgestellt, die der Auswahl des Chipdesigns zugrunde liegen. Der zweite Abschnitt stellt die für die Herstellung der Bimorphe benötigten Prozessschritte vor. Im letzten Abschnitt wird der Messaufbau und die Vorgehensweise beim Messen beschrieben.

Die Abmessungen aller untersuchten Proben sind im Anhang in Tabelle A.2 aufgelistet.

3.1. Layout

Das Ziel beim Entwurf der Nanoaktoren ist es, die Strukturen hinsichtlich ihrer Phasenumwandlung, Auslenkung sowie der von ihnen aufgebrachtten Kraft in unterschiedlichen Zuständen des Phasenübergangs untersuchen zu können.

Mit der Elektronenstrahlolithographie (ESL) zum Erzeugen von Nanostrukturen steht eine Fertigungstechnologie zur Verfügung, die im Vergleich zu Nanostrukturierungsverfahren wie *Focussed Ion Beam* FIB und *Electron Beam Induced Deposition* EBID die großflächige Erzeugung unterschiedlicher Nanostrukturen ermöglicht. Die ESL hat eine ausreichende Schreibgeschwindigkeit, um Redundanz sicherzustellen, was im Falle von Beschädigungen an einzelnen Nanostrukturen als auch beim Vergleich identisch gefertigter Bimorphe von Vorteil ist. Zudem erlaubt sie aufgrund des Verzichtes von Zwischenmasken eine flexible Variation von Geometrien.

Während hinsichtlich der Redundanz eine möglichst hohe Integrationsdichte wünschenswert ist, muss bei der Planung des Layouts berücksichtigt werden, dass gefertigte Strukturen für elektrische und mechanische Untersuchungen zugänglich bleiben. Zudem stellen die Bereiche, an denen Nano- in Mikrostrukturen übergehen eine Herausforderung für die ESL dar, wie in Abschnitt 3.2.2 weiter ausgeführt wird.

Die indirekte Untersuchung des Phasenübergangs der Nanostrukturen erfolgt durch eine Widerstandsmessung. Dementsprechend ist das Layout so zu planen, dass jede Nanostruktur in Kontaktflächen überführt wird, und der Strom bei einer Messung nur über eine einzelne Nanostruktur fließt.

Da ein Stromfluss für die Widerstandsmessung notwendig ist, kann dieser auch dazu genutzt werden, die Nanostrukturen zu erhitzen und so die Phasenumwandlung herbeizuführen. Die einfachste unter diesen Bedingungen realisierbare Geometrie ist die einer Brücke oder eines Doppelbalkens. Der Vorteil von Balkenaktoren gegenüber Brücken besteht in ihrer größeren Auslenkung bei gleicher Dimensionierung, weshalb diese für das Layout gewählt werden.

Homogenes gegen lokales ohmsches Beheizen

Zur Untersuchung des Phasenübergangs von Ni-Mn-Ga ist ein Erhitzen des Aktors notwendig. Idealerweise geschieht dies unter homogenen und quasi-statischen Bedingungen bei exakter Erfassung der Temperatur, wie es auch bei den Messungen an den Referenzfilmen geschieht (s. Abschnitt 4.1.1). Um die Nanostrukturen im Rasterelektronenmikroskop auf homogene Temperaturen zu erhitzen bietet sich z.B. die Konstruktion einer Chiphalterung aus Kupfer an, die ein Heizelement sowie einen Temperatursensor enthält.

Nachteil dieser Vorgehensweise ist die thermische Drift, die durch das Erhitzen der Probe sowie deren Halterung entsteht. Unter der Annahme einer Größe des Probenchips von $2 \times 2 \text{ cm}^2$ und einem Probenhalter aus Kupfer (thermischer Ausdehnungskoeffizient $\alpha = 16,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) ergibt sich bei einer Temperaturdifferenz von $\Delta T = 180 \text{ K}$, wie sie für die Bestimmung der Phasenübergangstemperaturen von Ni-Mn-Ga mindestens notwendig ist, eine thermische Drift von $59,4 \mu\text{m}$. Schwankt die Temperatur um $\pm 2 \text{ K}$, resultiert dies in einer entsprechenden Schwankung von $\pm 660 \text{ nm}$.

Diese grobe Abschätzung unter Vernachlässigung der thermischen Ausdehnung des eigentlichen Objektisches im REM macht deutlich, dass ein externes Beheizen des ganzen Chips zu Problemen bei der Bestimmung der Balkenauslenkung sowie bei der elektrischen Kontaktierung der Nanomanipulatoren und der mechanischen Kontaktierung des Kraftmesssystems führt, zumal die zusätzlich auftretende Drift des Elektronenstrahls ebenfalls noch berücksichtigt werden muss.

Eine Methode zur driftarmen und zugleich externen Beheizung besteht in der Verwendung eines Lasers, der auf die zu untersuchende Aktorstruktur gerichtet wird. Die Messung mehrerer Strukturen wird jedoch erschwert, da das Ausrichten des Laserstrahls innerhalb des REMs erfolgen müsste. Weiterhin kann ein Laser aus Gründen des benötigten Raumes im Rezipienten und der mangelnden Wärmeabfuhr im Vakuum nicht im REM selbst eingesetzt werden. Der Einsatz von Glasfasern als Wellenleitern im REM

erfordert eine Modifikation des Vakuumrezipienten sowie einen weiteren Nanomanipulator zu dessen Ausrichtung.

Ohmsches Heizen an einer einzelnen Struktur ist dagegen vergleichsweise einfach zu realisieren und führt aufgrund des veränderten Potentials an der im REM beobachteten Position zu einer leicht kompensierbaren Drift des Elektronenstrahls. Hinsichtlich potentieller Anwendungsfälle ist dies gleichzeitig die effizienteste Heizmethode, zusätzlich kann auch bei hohen Integrationsdichten der Strukturen ein thermischer „*Crosstalk*“ limitiert werden.

3.2. Herstellung

3.2.1. SOI-Wafer-Substrat

Die im Folgenden beschriebenen Fertigungsprozesse starten mit *Silicon-on-Insulator* (SOI) Substraten. Diese bestehen aus einem Siliziumwafer, dem sogenannten „*handle*“-Wafer, der den Großteil des Substrats ausmacht und lediglich der Handhabung dient. Darauf befindet sich eine Schicht aus Siliziumdioxid, welche als vergrabenes Oxid bezeichnet wird, da sich auf dieser eine weitere, dünne Schicht Silizium befindet. Letztere wird als Bauelemente-Schicht bezeichnet, da aus ihr die relevanten Strukturen gefertigt werden. Schematisch ist der *SOI*-Wafer in Abbildung 3.1 a dargestellt.

In dieser Arbeit werden zwei *SOI*-Wafertypen verwendet. Beide sind schwach p-dotiert, mit einem spezifischen Widerstand von 1–50 Ω cm und einem vergrabenen Oxid der Dicke 4 μ m.

Die Dicke der Bauelemente-Schicht t bestimmt die Dicke des Siliziumelements der Bimorphe und ist ein limitierender Faktor der Miniaturisierung, da für Aktoren, die sich aus der Ebene heraus bewegen, eine Geometrie mit $t > w$ suboptimal ist. Die Werte für Breite und Dicke der untersuchten Strukturen sind in Tabelle A.2 zusammengefasst.

Ein weiterer Gesichtspunkt ist der benötigte Platz für die Auslenkungsbewegung sowie die Nanomanipulation, der durch ein möglichst dickes vergrabenes Oxid erreicht wird.

Ein idealer *SOI*-Wafer mit einem Schichtaufbau von 100 nm Silizium auf 3 bis 4 μ m Siliziumdioxid ist jedoch auf dem Markt nur als Sonderanfertigung mit entsprechend hoher Mindestabnahme erhältlich. Für diese Arbeit stehen die oben genannten Wafertypen zur Verfügung, die sich lediglich in ihren oberen Siliziumschichten mit Dicken von 0,5 μ m und 1 μ m unterscheiden, jeweils mit einer Toleranz von 10%. Trotz dieser Einschränkung

können, wie in Abschnitt 3.2.3 ausgeführt, kleinere Schichtdicken erreicht werden.

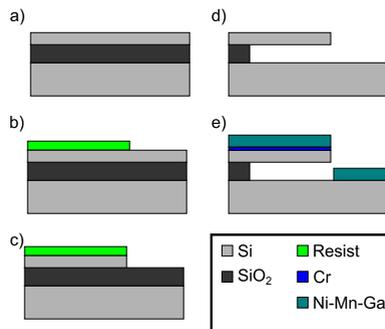


Abb. 3.1.: Schematische Darstellung der Fertigungsschritte zur Herstellung der Bimorph-Mikro- und Nanostrukturen.

3.2.2. Lithographie

Rapid-Prototyping-Mikrostrukturen

Die Verwendung eines Laserschreibers bietet den Vorteil, Photolacke ohne Fertigung einer Lithographiemaske bei im Vergleich mit der Elektronenstrahlolithographie geringen Schreibzeiten (ca. drei Stunden pro 4" Wafer) im Mikrometerbereich strukturiert belichten zu können. Damit lassen sich schnell funktionale Strukturen herstellen, mit denen die Durchführbarkeit der nachfolgenden Prozessschritte überprüft werden kann.

Für die Herstellung von Doppelbalken im Mikrometerbereich mit Breiten von 2, 5 und 10 μm wird ein *SOI*-Wafer mit einer Bauelemente-Schicht von 1 μm Dicke verwendet, der für den nachfolgenden Trockenätzprozess maskiert werden soll. Als Photolack wird AZ1505 von Microchemicals verwendet, da mit diesem dünne Lackschichten von etwa 500 nm erzeugt werden können, was auch im Fall einer sehr schlechten Selektivität von 1:2 noch ausreichend ist.

Elektronenstrahlenschreiber und Laserstrahlenschreiber benötigen unterschiedliche Photolacke, so dass bei der Entwicklung eines Ätzprozesses für die Bauelemente-Schicht von der Selektivität von AZ1505 zu Si kein direkter Rückschluss zu der Selektivität von Polymethylmethacrylat (PMMA) zu Si getroffen werden kann. Dem Ätzangriff auf beide Polymertypen liegen zwei Faktoren zugrunde:

- die kinetische Energie der Ionen
- die Reaktion mit Sauerstoffradikalen

Somit impliziert eine Optimierung des Ätzprozesses hinsichtlich hoher Selektivität bei Verwendung von AZ1505 auch eine Schonung der PMMA Ätzmaske.

Silizium bildet unter Standardbedingungen ein natürliches Oxid von wenigen Nanometern Dicke. Durch die Luftfeuchtigkeit bildet sich auf der Oxidoberfläche eine Schicht aus OH-Bindungen, deren Polarität die Benetzung durch den unpolaren Photolack AZ1505 erschwert. Daher wird das Substrat in einem Vakuumofen ausgeheizt und mit dem Haftvermittler HMDS (Hexamethyldisilazan) bedampft, wo dieses eine wenige Nanometer dünne, unpolare Schicht aus Methylgruppen bildet.

Danach wird der Photolack AZ1505 durch Rotationsbeschichtung in einem ATM Primus Rotationsbeschichter mit einer Beschleunigung von 5000 rpm/s und einer finalen Rotationsgeschwindigkeit von 4000 rpm für 70 s aufgetragen. Bei einer Luftfeuchtigkeit von 37 % liegt die Schichtdicke des Resists bei 0,5 µm.

Eine thermische Vorbehandlung, die vor dem Belichten durchgeführt wird, reduziert den Lösungsmittelanteil im Lack, was dessen Stabilität für nachfolgende Prozesse erhöht. Dazu wird der Wafer für 60 s auf eine auf 85 °C vortemperierten Heizplatte abgelegt.

Für die Belichtung in einem Heidelberg Instruments DLW Laserschreiber wird der Schreibkopf mit 10 mm Arbeitsabstand und eine Laserleistung von 8 mW gewählt.

Nach der Belichtung wird der Photolack entwickelt. Dazu dient der Entwickler AZ400K (von Microchemicals), der im Verhältnis 1:4 mit destilliertem Wasser in ein Becherglas gegeben wird. Der Wafer wird für 33 s in der Entwicklerlösung geschwenkt und darauf mit destilliertem Wasser abgespült.

Als letzter Schritt vor dem Ätzen wird eine thermische Nachbehandlung auf einer Heizplatte für 35 s bei 100 °C durchgeführt, um restliches Lösungsmittel aus dem Lack zu entfernen und dessen Stabilität für den nachfolgenden Trockenätzprozess zu erhöhen.

Elektronenstrahlolithographie der Nanostrukturen

Die in Abschnitt 2.1.1 beschriebenen Effekte der Vorwärts- und Rückstreuung machen es wünschenswert, eine möglichst dünne Lackschicht zu verwenden. Wie in Abschnitt 3.2.3 gezeigt wird, ist die Selektivität von PMMA hinsichtlich des verwendeten Kryo-Ätzprozesses niedriger als die von

AZ1505, so dass für beide Wafertypen eine PMMA Schicht von 200 nm gewählt wird.

Für die Nanobimorphe wird PMMA von MicroChem in der Verdünnung A4.5 verwendet. Für eine Schichtdicke mit einer Sollhöhe von 200 nm werden bei der Rotationsbeschichtung die Enddrehzahl 1500 rpm sowie eine Beschleunigung von 150 rpm/s für 160 s verwendet.

Vor der Belichtung in einem VISTEC VB6 Elektronenstrahlschreiber wird eine thermische Vorbehandlung für 5 min bei 180 °C durchgeführt.

Das mittels Elektronenstrahlolithographie auf den Positivlack PMMA zu belichtende Layout besteht aus den Doppelbalken mit Nanometerdimensionen sowie aus den mit diesen verbundenen Kontaktflächen. Die Fläche um die Doppelbalken muss, um eine spätere Beobachtung bzw. Messung und Nanomanipulation durchführen zu können, weitgehend frei bleiben und somit belichtet werden. Dies hat zur Folge, dass die Bereiche des Lacks, an denen die Doppelbalken entstehen sollen, besonders stark vom *Proximity*-Effekt betroffen sind (siehe Abschnitt 2.1.1). In Vorversuchen kann jedoch ein Parametersatz für die Belichtung gefunden werden, mit dem auf eine aufwendige *Proximity*-Korrektur verzichtet werden kann.

Das Layout wird standardmäßig in Feinebene und Grobebene aufgeteilt, wobei erstere in einem Bereich von 10 µm um den Rand der Strukturen verläuft, während letztere die restlichen, großen Flächen belichtet. Eine höhere Dosis für die Feinebene von 750 µC/cm², die auch mit kleineren Schrittweiten belichtet ist, gewährleistet die ausreichende Belichtung nahe der Strukturen, während eine niedrigere Dosis von 625 µC/cm² für die großen Flächen den Einfluss durch rückgestreute Elektronen reduziert. Grob- und Feinebene überlappen sich um 120 nm, um die Entstehung eines Lackgrates im Übergangsbereich zu verhindern. Bei Tests mit einem *SOI*-Wafer mit einer Bauelemente-Schicht der Dicke 0,5 µm liegt die Abweichung der tatsächlichen Lackstrukturen von denen des Layouts bei 50 nm, während der Lack nach der Entwicklung gerade Kanten und ein rechteckiges Profil hat und der Wafer damit prinzipiell für die weitere Prozessierung tauglich ist. Daher wird bei der Belichtung der eigentlichen Strukturen ein zusätzlicher Vorhalt von -25 nm eingestellt, so dass das geschriebene Doppelbalkenmuster kleiner als das erstellte Layout ausfällt.

Die Entwicklung des Lacks erfolgt automatisiert in einem OptiCoat Sprühentwickler, der den Wafer unter Rotation zuerst für 45 s mit einer Mischung von Methylisobutylketon (MIBK) und Isopropanol im Verhältnis von eins zu drei und danach mit destilliertem Wasser besprüht. Anschließend wird der Wafer mit hoher Drehzahl trocken geschleudert. Rasterkraftmikroskopmessungen nach dem Entwickeln ergeben eine Lackhöhe von 180 ± 5 nm.

In Abbildung 3.2 zeigt sich der Einfluss des Substrats hinsichtlich des *Proximity*-Effekts. Während die Belichtung eines *SOI*-Wafers mit einer $0,5\ \mu\text{m}$ dicken Bauelemente-Schicht eine genaue Übereinstimmung von Ist- und Sollbreite der Strukturen ergibt, erhält man bei einer Bauelemente-Schicht von $1\ \mu\text{m}$ Dicke eine Verbreiterung der Strukturen um $29\pm 8\ \text{nm}$. Da sowohl das Profil als auch die Kantengüte dieser Lackstrukturen keine Beeinträchtigung aufweisen, wird diese Verbreiterung in Kauf genommen, insbesondere da sie durch den in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Dünnungsprozess kompensiert werden kann.



Abb. 3.2.: REM-Bild der mit dem Elektronenstrahlschreiber belichteten und entwickelten Photolackstruktur von Probe 1.09V2A (Abmessungen siehe Tabelle A.2). Die im Layout vorgegebene Breite des Doppelbalkens beträgt $100\ \text{nm}$, die Istbreite $130\ \text{nm}$.

3.2.3. Reaktives Ionenätzen

Beim reaktiven Ionenätzen können die elektrischen Eigenschaften der Schichten eines Substrats einen Einfluss auf den Ätzprozess haben, wie in Abschnitt 2.2.1 beschrieben. Beim *RIE* Ätzen eines *SOI*-Wafers kann die großflächige Änderung des Verhältnisses der Schichtdicken von Bauelemente-Schicht zu vergrabenem Oxid die Plasmabedingungen ändern, was im Widerspruch zu einem idealen Ätzprozess mit konstanter Ätzrate steht.

Ein solcher Effekt kann vermieden werden, indem der Wafer, auf dem sich mehrere Bereiche mit identischen Strukturen befinden, mit einer Wafersäge zu Chips vereinzelt wird, welche für den Ätzprozess mit etwas Va-

kuumöl zur besseren thermischen Kontaktierung auf einen Siliziumwafer gelegt werden. Die Veränderung der elektrischen Eigenschaften durch Entfernen des Siliziums und Freilegung des Siliziumdioxids können weiterhin eine Auswirkung auf das lokale Ätzverhalten haben. Die Plasmastabilität wird nun jedoch nicht beeinflusst, da die Änderung des Si/SiO₂ Verhältnisses aufgrund des Siliziumwafers, auf dem der Chip aufliegt, gering ist.

Die mit dem Vereinzeln einhergehende leichte Kontamination der Chips lässt sich durch das Spülen in destilliertem Wasser und anschließender Trocknung mit einer Stickstoffpistole entfernen. Ein weiterer Vorteil des Vereinzeln ist die größere Anzahl an Proben zur Entwicklung des Ätzprozesses, sowie dessen Optimierung für unterschiedliche Dicken und Strukturbreiten der Bauelemente-Schicht.

Um das Muster des strukturierten Photolackes in die Silizium-Bauelemente-Schicht des *SOI*-Wafers zu übertragen, wird ein Silizium Kryoprozess, wie er in Abschnitt 2.2.1 beschrieben ist, verwendet. Im Vergleich zu den Bauelemente-Schichtdicken von 1 µm und 0,5 µm haben Kryoprozesse hohe Ätzraten. Ein möglichst langsamer Ätzprozess bietet mehrere Vorteile. Nach dem Zünden des Plasmas benötigt dieses eine gewisse Zeit, um sich zu stabilisieren und so eine reproduzierbare und gleichmäßige Ätzrate zu gewährleisten. Die Instabilität des Plasmas lässt sich optisch durch Schwankungen in dessen Leuchtintensität beobachten.

Das vergrabene Oxid zeigt keine Anfälligkeit gegenüber dem Kryoprozess und stellt somit eine Ätzstoppschicht dar. Dennoch ist ein rechtzeitiger Abbruch des Ätzprozesses bei Erreichen der vergrabenen Oxid-Schicht notwendig. Geschieht dies nicht, ergibt sich ein Resultat wie es in Abbildung 3.3 zu sehen ist. Das vergrabene Oxid reflektiert die reaktiven Ionen auf die Seitenwand der Siliziumstrukturen, die dadurch lateral angegriffen wird. Eine langsamere Ätzrate erlaubt somit größere Toleranzen hinsichtlich des rechtzeitigen Abbruchs.

Ein weiterer unerwünschter Effekt ist das Auftreten von spontaner Selbstmaskierung bzw. schwarzem Silizium. Dessen Entstehung wird durch eine in Relation zum kinetischen Ätzangriff zu starke Passivierung ausgelöst, wie in Abschnitt 2.2.1 beschrieben. Während der Theorie nach eine zu starke Passivierung durch einen höheren kinetischen Ätzangriff und damit höhere kapazitive gekoppelte Leistung (*CCP*-Leistung, siehe Abschnitt 2.2.1) ausgeglichen werden kann, zeigen Ätzversuche dass auch eine zu hohe *CCP*-Leistung die Entstehung von schwarzem Silizium begünstigt.

Zusammengefasst sind die Ziele bei der Entwicklung des Ätzprozesses:

- Hohe Anisotropie

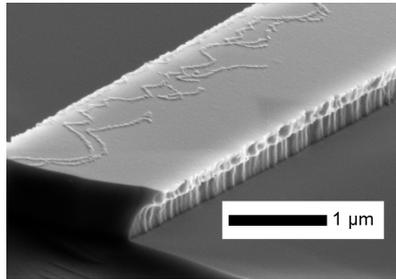


Abb. 3.3.: REM Bild der Bruchkante einer überätzten Siliziumstruktur. Trotz der beim Kryo-Prozess stattfindenden Seitenwandpassivierung wird beim Erreichen des vergrabenen Oxids die Seitenwand abgetragen. Das Oxid reflektiert den physikalischen und chemischen Angriff der Ionen auf die Seitenwand und entfernt dadurch die Passivierungsschicht und das Silizium.

- Hohe Selektivität
- Geringe Ätzrate
- Vermeiden von spontaner Selbstmaskierung

Die Prozessentwicklung beginnt mit der Suche nach Parametern für Substrattemperatur und Verhältnis von SF_6 zu O_2 , bei denen das Substrat nach dem Ätzen eine hohe Anisotropie zeigt. Daraufhin wird die Ätzrate minimiert, indem der Kammerdruck und die Gasflussraten bei konstantem SF_6 zu O_2 Verhältnis reduziert werden, solange noch ein Zünden des Plasmas möglich ist. Dabei werden auch die *ICP*- und *CCP*-Leistungen auf für den Erhalt des Plasmas notwendige Werte reduziert. Bei sehr niedrigen Plasmaleistungen (*ICP* und *CCP*) stellt das Zünden des Plasmas eine zusätzliche Schwierigkeit dar, so dass ein Zündschritt bei höherer *CCP*-Leistung, der 4 ± 1 s dauert, vor dem Ätzschritt durchgeführt wird. Niedrigere Zündleistungen und stabileres Plasma können erreicht werden, indem zusätzlich Argon zu den beiden reaktiven Gasen gegeben wird. Durch das geänderte Verhältnis der chemisch reaktiven Spezies (SF_6/O_2) zu Ar, das lediglich einen physikalischen Ätzangriff auf das Substrat ausübt, wird die Selektivität leicht gesenkt. Diese ist jedoch ausreichend hoch für die verwendeten Lacke/Lackdicken. Letzlich kann beim Auftreten von spontaner Selbstmaskierung die Substrattemperatur leicht erhöht oder der Sauerstoffanteil reduziert werden. Um den Kammerdruck konstant zu halten wird dementsprechend der Argonanteil erhöht.

Prozess	SF ₆ /O ₂ /Ar [sccm]	p [Torr]	CCP [W]	ICP [W]	τ [s]	T [K]
P1	24/6/10	4,5	19/10	600	4/95	193 - 213
P2	30/4/5	4,5	18/10	600	4/30	148
P3	24/5/5	4,5	19/8	600	4/65	163
R	0/80/10	10	40	2500	60	300
OS	26/0/5	4	20/8	800	15 min	300

Tab. 3.1.: Auflistung der verwendeten RIE Ätzprozesse. Der erste Wert der kapazitiv gekoppelten Leistung (*CCP*) ist die Zünd-, der zweite die Ätzleistung. Diese beiden Werte beziehen sich entsprechend auf die Angaben zu den Ätzzeiten τ . Mit p wird der Druck, mit T die Temperatur bezeichnet.

Mikrometerstrukturen

Für das Ätzen der Mikrometerstrukturen wird ein Gasgemisch aus Schwefelhexafluorid, Sauerstoff und Argon mit den Parameter für den Prozess P1, wie er in Tabelle 3.1 angegeben ist, verwendet.

Prozess P1 wird unter Beibehalten aller übrigen Parameter bei verschiedenen Temperaturen von -80 bis -60 °C durchgeführt. Auch bei den Versuchen mit Temperaturen über -80 °C zeigt sich ein Passivierungseffekt des Kryoprozesses mit dem Ergebnis rechteckiger Ätzprofile.

Nanometerstrukturen

Zwischen der Fertigung der Mikrometer- und der Nanometerstrukturen haben sich durch Wartung sowie die Etablierung neuer Ätzprozesse für andere Materialien die Bedingungen in der Kammer verändert. Dies ist unter anderem auf den in Abschnitt 2.2.1 beschriebenen Abschirmeffekt zurückzuführen, der nicht nur an den Elektroden, sondern auch an den geerdeten Kammerwänden auftritt. Diese werden ebenfalls einem schwachen Ionenbombardement ausgesetzt und können zudem von Reaktionsprodukten und durch von kinetischer Energie herausgelösten Partikeln kontaminiert werden. Gerade wie bei dem hier verwendeten niedrigen Druck spielt der Zustand der Kammerwände, bzw. ihr Einfluss auf den Potentialverlauf in der Kammer, eine entscheidende Rolle bei der Plasmaerzeugung [15, S. 20].

Im Falle solcher Veränderungen müssen die Prozessparameter angepasst werden. Da die Verwendung des Prozesses P1 nach den Wartungen nicht mehr den Selbstpassivierungseffekt aufweist, und eine Erhöhung des Sauerstoffanteils nicht wünschenswert ist, muss die Substrattemperatur gesenkt werden.

Für die Strukturierung eines *SOI*-Wafers mit einer 500 nm dicken Bauelemente-Schicht wird Prozess P2 aus Tabelle 3.1 genutzt.

Bei der Strukturierung von *SOI*-Wafern mit einer Bauelemente-Schicht von 1 μm Dicke führen die Parameter der ersten Iteration (P2) zur Bildung großer Mengen an schwarzem Silizium. Daher wird der Ätzprozess P2 zu P3 leicht modifiziert. Insbesondere wird die Substrattemperatur auf -110°C erhöht um den Passivierungseffekt des Kryoprozesses zu reduzieren. Bei der Prozessentwicklung von P3 lässt sich beobachten, dass im Gegensatz zu den vorherigen Ätzprozessen zur Strukturierung der Mikrometerbimorphe bereits bei -80°C keine Passivierung mehr stattfindet.

Mit einem optionalen Prozessschritt lassen sich dünnere Siliziumstrukturen erzeugen. Dazu wird zuerst der Photolack entweder mit einem Sauerstoffplasma Reinigungsprozess R oder auch durch das Spülen mit Aceton und Isopropanol sowie dem anschließenden Trocknen mit Stickstoff entfernt.

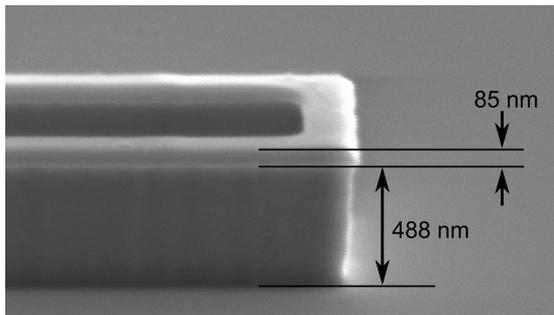


Abb. 3.4.: REM Bild einer geätzten Siliziumstruktur mit Photolack. Die angegebenen Strukturhöhen sind hinsichtlich des Beobachtungswinkels von 70° korrigiert.

Anschließend wird der oben beschriebene Kryoprozess P3 mit veränderter Ätzzeit ein weiteres Mal durchgeführt, wobei sich für diesen Dünnungsprozess das *SOI*-Substrat mit der dickeren Bauelemente-Schicht anbietet, um eine längere Ätzzeit und damit ein stabileres Plasma zu erreichen. Das Kryoätzen ohne maskierenden Lack hat zur Folge, dass die Dicke der Siliziumstrukturen stark reduziert wird, während die Seitenwandpassivierung das Schrumpfen der lateralen Dimensionen weitgehend verhindert und das rechtwinklige Profil des Querschnitts erhalten bleibt.

Mit einer Ätzzeit von 60 s kann eine Si-Schichtdicke von 250 ± 20 nm erreicht werden, während eine Ätzzeit von 40 bis 45 s in einer Schicht von 350 nm Dicke resultiert. Ein Ergebnis dieses Dünnungsprozesses ist

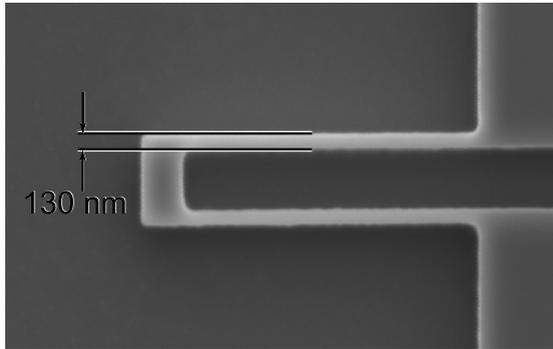


Abb. 3.5.: Probe 1.07V2A nach dem Strukturieren des Siliziums. Entsprechend der Photolackstruktur aus Abbildung 3.2 ist die Struktur 30 nm breiter als im Layout angegeben.

in Abbildung 3.6 dargestellt. Dort erkennt man, dass mit dem Dünnen die lateralen Dimensionen der Strukturen um ca. 30 nm pro Seite abnehmen.

Dieser Prozess ermöglicht folglich die Verkleinerung von Siliziumstrukturen unter die von den Lackstrukturen vorgegebene Größe.

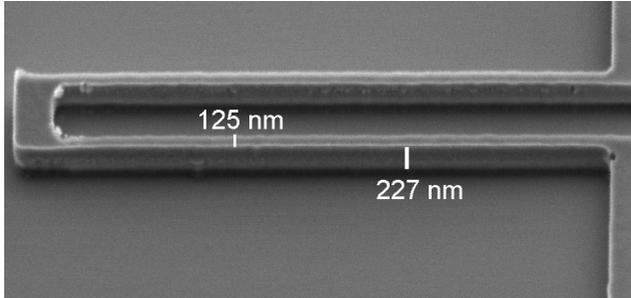


Abb. 3.6.: Silizium Doppelbalkenstruktur der Probe 2.02V2A mit einer Breite von 125 nm (Breite im Layout: 150 nm). Nachdem die Strukturen in die 1 μ m dicke Bauelemente-Schicht des *SOI*-Wafers geätzt sind, wird es auf eine Dicke von 227 nm gedünnt. Die Werte an den Maßbalken sind hinsichtlich des Betrachtungswinkels korrigiert.

3.2.4. Freistellen der Strukturen

Das Freistellen der Strukturen erfolgt durch das nasschemische Ätzen des vergrabenen Oxids. Die Chips werden in ein Bad mit 5 %-iger gepuffer-

ter Flusssäure eingetaucht und darin vier Stunden belassen. Damit wird die Opferschicht an den freigelegten Stellen entfernt, die laterale Unterätzung der großflächigen Kontaktpads schwankt stark mit dem Alter der Flusssäurelösung und liegt zwischen $5\ \mu\text{m}$ und $10\ \mu\text{m}$.

Bei nasschemischen Prozessen an freistehenden Mikro- und Nanostrukturen muss darauf geachtet werden, dass das Auftreten von Kapillarkräften beim Trocknen vermieden wird, um einen Kollaps der Strukturen zu verhindern.

Dazu wird die Probe "nass-in-nass" vom Flusssäure-Bad zuerst in mehrere Bäder mit destilliertem Wasser und schließlich in Bäder mit Isoopropanol umgesetzt. Dies gewährleistet eine vollständige Entfernung der Flusssäure sowie des Wassers. Mittels kritischem Punkt-Trocknen (siehe Abschnitt 2.2.4) lässt sich das Lösemittel nun ohne Auftreten von Kapillarkräften entfernen. Ein freistehender Siliziumdoppelbalken ist in Abbildung 3.7 dargestellt.

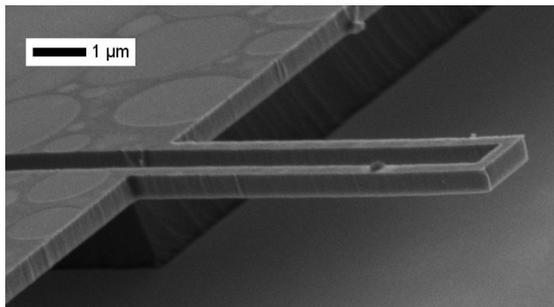


Abb. 3.7.: Freigestellter Siliziumdoppelbalken mit einer Dicke von $0,5\ \mu\text{m}$.

3.2.5. Ni-Mn-Ga Schichten

Die für diese Arbeit verwendeten Ni-Mn-Ga Schichten wurden an der Universität des Baskenlandes (UPV/EHU) in Bilbao hergestellt. Zusätzliche Informationen zum Schichtabscheidungsprozess sowie zu Untersuchungen an unstrukturierten Dünnschichten sind in [42] aufgeführt.

Die Schichtabscheidung der Filme erfolgt mittels Gleichstrom-Kathodenzerstäubung (siehe Abschnitt 2.3.2) bei einem Kammerdruck von $3,5 \cdot 10^{-7}$ mbar und einem Argondruck von $2,4 \cdot 10^{-2}$ mbar. Als Haftvermittler wird eine 10 nm dicke Chromschicht bei einer Plasmaleistung von 60 W unter Raumtemperaturbedingungen aufgebracht.

Die Formgedächtnislegierung wird in Schichtdicken von 1 μm bis 200 nm durch Zerstäuben eines $\text{Ni}_{49,9}\text{Mn}_{27,8}\text{Ga}_{22,3}$ -Targets bei einer Plasmasleistung von 150 W auf ein auf 500 °C erhitztes Substrat abgeschieden.

Die stöchiometrische Zusammensetzung der Ni-Mn-Ga Filme beträgt nach Messungen an einer unstrukturierten Dünnschichtprobe mittels elektroneninduzierter Röntgenemission $\text{Ni}_{53,4}\text{Mn}_{26,4}\text{Ga}_{20,2}$ (at. %). Die Probe ist polykristallin. Diffraktive Röntgenspektroskopiemessungen zeigen eine orthorhombische 7M Martensitstruktur.

Referenzschichten und -strukturen

Neben vorstrukturierten Substraten mit Doppelbalken von Mikro- und Nanometer Abmessungen (Ergebnis s. Abb. 3.8 und 3.9) werden auch unstrukturierte Siliziumsubstrate verwendet, um Ni-Mn-Ga Referenzfilme von 1 μm sowie 200 nm Dicke herzustellen. Der Kathodenzerstäubungsprozess sowie die vorherige Beschichtung mit 10 nm Chrom verlaufen identisch zu den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen.

Weiterhin werden Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen mit einer Ni-Schichtdicke von 200 nm analog zu den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen gefertigt. Die Siliziumsubstrate, auf die mittels Kathodenzerstäubung Nickel abgeschieden wird, durchlaufen alle vorherigen Strukturierungsprozesse gemeinsam mit den Substraten der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit 200 nm Schichtdicke.

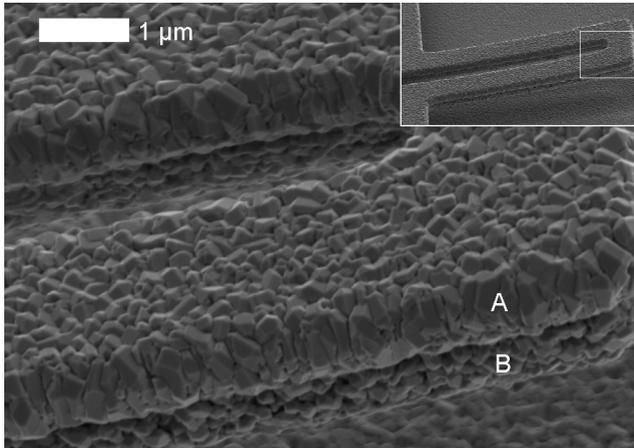


Abb. 3.8.: Kornstruktur der Ni-Mn-Ga Schichten mit einer Dicke von 1 µm. Der Einsatz zeigt den gesamten Balken mit Markierung des vergrößerten Bereichs. Die reine Ni-Mn-Ga Schicht, die säulenartig aufwächst, ist mit A bezeichnet. Darunter befindet sich das auch an den Seiten mit Ni-Mn-Ga bedeckte Silizium (B). Die Durchmesser der Körner liegen zwischen 50 und 200 nm.

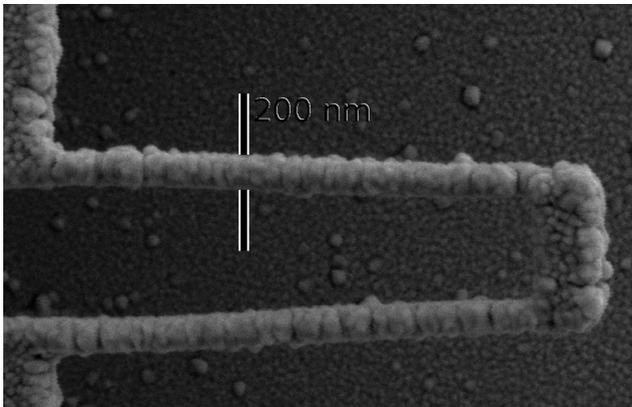


Abb. 3.9.: Die Abbildung zeigt einen der kleinsten Nanoaktoren mit einer Breite von 200 nm. Die darunterliegende Siliziumstruktur hat eine Breite von 100 nm. Es ist zu erkennen, dass Ni-Mn-Ga Körner auf größeren Flächen einen Konddurchmesser von etwa 50 nm aufweisen, während auf den schmalen Armen des Doppelbalkens deutlich größere Körner zu finden sind, die sich teilweise über die volle Breite eines Arms erstrecken.

3.2.6. Silizium-Opferschichtprozess und nachträgliches Entfernen des Siliziums

Für den Selbstpassivierungseffekt und die daraus resultierende Anisotropie des Silizium-Kryoprozesses sind niedrige Temperaturen erforderlich. Dementsprechend weisen SF_6 -Ätzprozesse bei Raumtemperatur eine größere Isotropie auf, die genutzt werden können, um Opferschichten aus Silizium zu entfernen. Die Herausforderung bei der Entwicklung eines solchen Prozesses liegt in dessen Selektivität, die wiederum von dem Verhältnis des chemischen zum physikalischen Ätzangriff abhängt. Ein Modellsystem für Vorversuche besteht aus einem Siliziumwafer, auf den 100 nm Titan und 30 nm Gold mit einem Elektronenstrahlverdampfer abgeschieden werden. Eine Ätzmaske aus Photolack wird identisch zur Prozessierung der Mikrometerbimorphe in Abschnitt 3.2.2 erstellt.

Da Gold gegenüber *RIE*-Prozessen inert ist und keine flüchtigen Verbindungen bildet, wird es mittels Ionenstrahlätzen strukturiert. Dabei wird der Wafer unter einem Winkel von 60° zur Strahlrichtung gekippt, die Prozessdauer beträgt 5 min. Die Ionenstrahl-Ätzanlage arbeitet mit einem 200 mA Strahlstrom, einem Neutralisatorstrom von 250 mA sowie einer Beschleunigungsspannung von 400 V. Die *CCP*-Leistung zum Zünden des Plasmas beträgt 300 W.

Die Titanschicht lässt sich chemisch durch das SF_6 -Plasma angreifen, jedoch mit einer geringeren Ätzrate als das Silizium, so dass die Photolackmaske insgesamt stärker angegriffen wird. Der restliche Photolack kann nun wie in Abschnitt 3.2.3 beschrieben entfernt werden, lediglich die 30 nm Goldschicht verbleibt als metallische Hartmaske.

Mit den Parametern OS aus Tabelle 3.1 lässt sich eine Ätztiefe von über $9\ \mu\text{m}$ erreichen, ohne dass die Gold Hartmaske entfernt wird. In Abbildung 3.10 ist das Ergebnis eines solchen Ätzprozesses dargestellt.

Der Silizium-Opferschichtprozess lässt sich nicht unmittelbar auf die Ni-Mn-Ga/Si Bimorphe anwenden, da das Silizium bei der Kathodenzerstäubung von Ni-Mn-Ga ebenfalls seitlich mit der Formgedächtnislegierung bedeckt wird. Diese Seitenwandbedeckung lässt sich jedoch durch Ionenstrahlätzen entfernen, indem die Rotation des Substrathalters deaktiviert wird und die Chips mit einer Längsseite der Doppelbalken zum Ionenstrahl positioniert werden.

Um einen hohen Abtrag der Seiten zu erreichen und dabei möglichst wenig Ni-Mn-Ga von der Oberseite der Strukturen zu entfernen, werden die Chips in einem Winkel von 80° zur Einfallsrichtung des Ionenstrahls gekippt. Während diese Maßnahme den Ätzangriff auf die Oberseite reduziert, ist ein Ätzwinkel von 80° suboptimal für den Abtrag der Seitenwand-

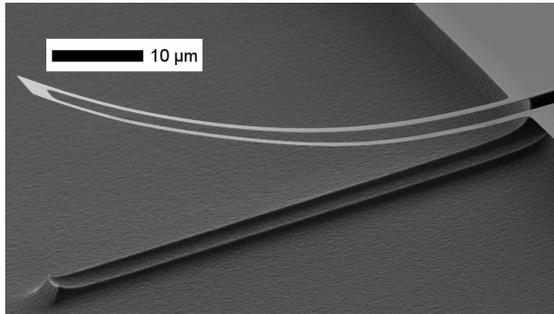


Abb. 3.10.: Doppelbalken aus 100 nm Titan und 30 nm Gold. Die Maskierung des Siliziums durch den Doppelbalken von $2\ \mu\text{m}$ Breite ist ebenfalls zu erkennen.

bedeckung. Daher werden die Chips in einem 120° Winkel in der Ebene gedreht. Kippung und Rotation der Proben bzw. des Substrathalters sind in Abbildung 3.11 zur Veranschaulichung illustriert.

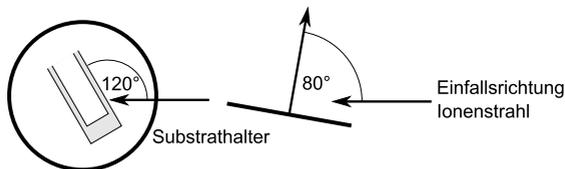


Abb. 3.11.: Schematische Darstellung der Chippositionierung beim Ionenstrahlätzen zum Entfernen der Seitenwandbedeckung. Links ist die Aufsicht auf den Substrathalter dargestellt, rechts die Seitenansicht.

Die Bimorphe mit Nanometerabmessungen werden dem oben beschriebenen RIBE-Ätzprozess für 5 min ausgesetzt, darauf folgt der Opferschichtprozess OS von 15 min Dauer. An einigen Strukturen verbleibt jedoch stellenweise Silizium, wie in Abbildung 3.12 zu sehen ist. Auch eine längere Ätzzeit hat keinen Einfluss auf diese Siliziumreste, welche möglicherweise durch Redeposition von Ni-Mn-Ga geschützt werden.

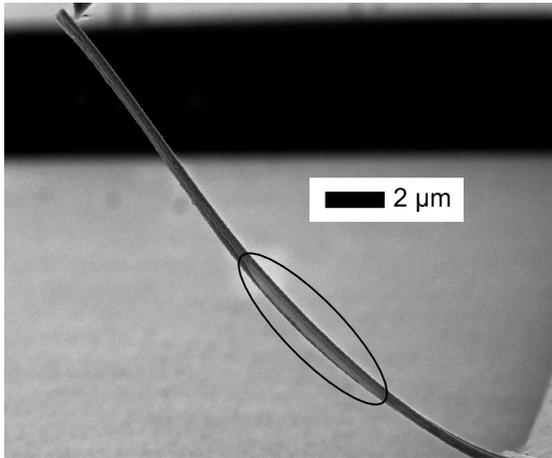


Abb. 3.12.: REM Bild eines Ni-Mn-Ga/Si Bimorphs mit Nanometerabmessungen nach dem Entfernen des Siliziums unter einem Beobachtungswinkel von 85° . Die Dimensionen des Aktors entsprechen denen von Probe 6.03V2D+ abzüglich des Siliziums. Der eingekreiste Bereich zeigt einen Rest an Silizium, der durch den Ätzprozess nicht entfernt werden konnte.

3.3. Charakterisierung

3.3.1. Widerstandsmessung und Vorbereitung der Proben

Um einen Aktor gezielt anzusteuern und seinen Widerstand innerhalb des Rasterelektronenmikroskops (REM) messen zu können, muss dieser elektrisch kontaktiert werden. Idealerweise sollte es möglich sein, ohne Entnahme der Probe aus dem REM mehrere Aktoren nacheinander zu kontaktieren. Die Möglichkeit dazu bietet ein Nanomanipulatorsystem, wie es in Abbildung 3.16 zu sehen ist.

Die Flexibilität in der Auswahl einer zu vermessenden Nanostruktur wird durch eine suboptimale elektrische Kontaktierung erkauft. Eine Alternative zu der Kontaktierung durch Nanomanipulatoren besteht in der Verwendung eines Drahtbonders. Dies erfordert jedoch eine Anpassung des Layouts, um einer Behinderung der REM Aufnahmen sowie der Kraftmessung mit einem Nanomanipulator durch die Drahtbonds vorzubeugen. Da zum Zeitpunkt der Layoutplanung und Erstellung kein Drahtbonder zur Verfügung steht, kann dieser Ansatz nicht weiter verfolgt werden.

Die Positionierung der feinen Wolframspitzen der Nanomanipulatoren

auf den Kontaktpads aus Ni-Mn-Ga resultiert in einem hohen und aufgrund von Proben- und Piezodrift schwankenden Kontaktwiderstand.

Diese Schwankungen lassen sich minimieren, indem ein Vierleitermessschema verwendet wird, bei dem ein Paar an Strom/Spannungskontakten fest mit dem Chip sowie mit allen Aktoren verbunden ist. Dieses Messschema ist in Abbildung 3.13 dargestellt. Der obere, hellgraue Bereich des Chips ist eine große Kontaktfläche welche eine elektrische Verbindung zu allen Doppelbalkenaktoren herstellt. In Abbildung 3.13 sind die Doppelbalken, die sich an den einzelnen Spalten befinden, vergrößert dargestellt. Indem zwei Nanomanipulatorspitzen auf der kleineren Kontaktfläche nahe des Balkens positioniert werden, lässt sich eine Vierleitermessung durchführen, deren Messergebnis allerdings noch den Zuleitungswiderstand zwischen großer Kontaktfläche und Beginn des Doppelbalkens enthält. Durch Umpositionierung der Nanomanipulatoren kann dieser Widerstand separat bestimmt und von den Messwerten der Doppelbalken abgezogen werden. Der Zuleitungswiderstand liegt durchgehend eine Größenordnung unter dem Widerstand der Doppelbalken.

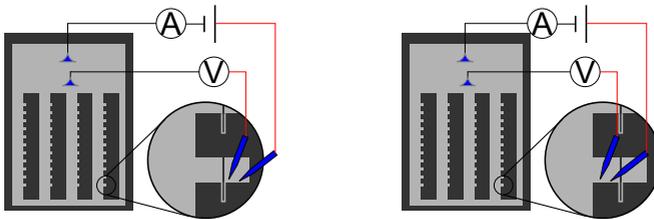


Abb. 3.13.: Links: Schematische Darstellung der Vierleiter-Kontaktierung. Die beiden oberen Kontakte des Chips verbinden eine Seite aller Doppelbalken, während einzelne Aktoren dadurch adressiert werden können, indem die Nanomanipulatoren auf der vom gemeinsamen Kontakt abgelegenen Seite positioniert werden. Rechts: Vierleitermessung des Zuleitungswiderstandes. Dieser wird vom Widerstand der Messung mit Doppelbalken im Stromkreis abgezogen.

Ein üblicherweise in der optischen Mikroskopie verwendetes Deckglas wird als Substrathalter verwendet. Auf das Deckglas werden zwei an beiden Enden abisolierte Kabel mit Epoxidklebstoff befestigt. Der Chip wird ebenfalls mit dem Glassubstrat verklebt. Die elektrische Verbindung zur großen Kontaktfläche wird erreicht, indem Golddraht von 25 μm Dicke zuerst mit den Kabelenden verlötet und danach mittels leitfähigem Epoxid-

klebstoff mit dem Chip kontaktiert wird. Das in die REM Halterung eingebaute Deckglas mit kontaktiertem Chip ist in Abbildung 3.14 dargestellt.

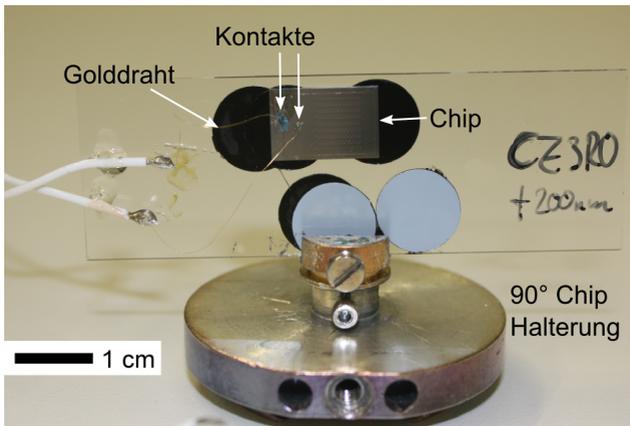


Abb. 3.14.: Chip auf Glassubstrat eingebaut in einen 90°-Substrathalter.

3.3.2. Rasterelektronenmikroskopie

Wie in Abbildung 3.14 zu sehen, liegen die Strukturen des eingebauten Chips in einem 90°-Winkel zum Elektronenstrahl des REMs. Nach einer Verkippung um -5° folgt daraus ein Beobachtungswinkel von 85° . Unter diesem kann die Auslenkung der Aktoren direkt abgelesen werden, da durch ihn lediglich ein Fehler von 0,3 % bei der Bestimmung der Auslenkung entsteht.

Abbildung 3.15 zeigt einen Überblick über die Strukturen, wie er sich unter diesem Winkel darstellt. Ebenfalls abgebildet sind die auf die Kontaktfläche eines Doppelbalkens positionierten Nanomanipulatoren sowie das Kraftmesssystem. Bei letzterem handelt es sich um eine piezoresistive Messspitze, wie sie auch als Alternative zur optischen Auslenkungsmessung in der Rasterkraftmikroskopie verwendet wird.

Beim Einbau der Nanomanipulatoren in das REM ist zu berücksichtigen, dass sich diese zwar mit dem Probenstisch kippen und entlang der z-Achse bewegen lassen, jedoch nicht den lateralen Bewegungen des Probenstisches folgen. Mittels des optischen Systems innerhalb des REMs lassen sich die Nanomanipulatoren nicht positionieren, dies muss anhand der elektronenmikroskopischen Bildgebung geschehen. Dies bedeutet, dass sich die Mess-

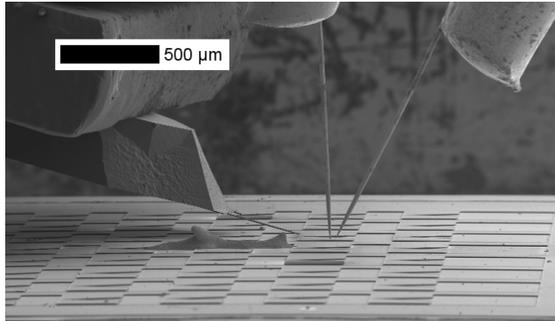


Abb. 3.15.: REM Aufnahme unter einem Winkel von 85°. Links im Bild befindet sich das Kraftmesssystem, in der Mitte befinden sich die beiden Wolframspitzen der Nanomanipulatoren zur elektrischen Kontaktierung.

spitzen der Nanomanipulatoren bereits beim Einbau im vom REM abgebildeten Bereich befinden müssen.

Die Alternative, die Nanomanipulatoren blind anzusteuern und so in den Bildbereich zu bewegen birgt die Gefahr, mit der Probe zu kollidieren und Nanostrukturen sowie Messspitzen zu beschädigen. Daher wird zuerst der Chip mit Halterung, wie er in Abb. 3.14 zu sehen ist, regulär durch die Schleuse ins REM gebracht. Dort wird eine Region des Chips zentriert, die auch makroskopisch gut zu erkennen ist. Der Einbau der Nanomanipulatoren erfolgt nach Belüften der Hauptkammer, wobei die laterale Position des Probenstückes nicht verändert werden darf. Zuerst erfolgt die manuelle Justierung der Messspitzen auf die zuvor festgelegte Position, danach wird mit der Ansteuerung der Nanomanipulatoren feinjustiert.

Die Positionen der Manipulatoren sowie der Probe zueinander ist dabei durch geometrische Beschränkungen festgelegt. Zur Auslenkungsmessung muss eine Längsseite der Doppelbalken zum Elektronenstrahl orientiert sein. Abbildung 3.16 zeigt die daraus resultierenden Positionen der Manipulatoren. Um den Kontakt der elektrischen Messsysteme zu vermeiden, werden diese auf der Halbringhalterung um die Probe voneinander entfernt gehalten. Das Kraftmesssystem muss sich wie in Abbildung 3.16 gezeigt auf der rechten Seite befinden, um in Kontakt mit dem Ende der Doppelbalken gelangen zu können.

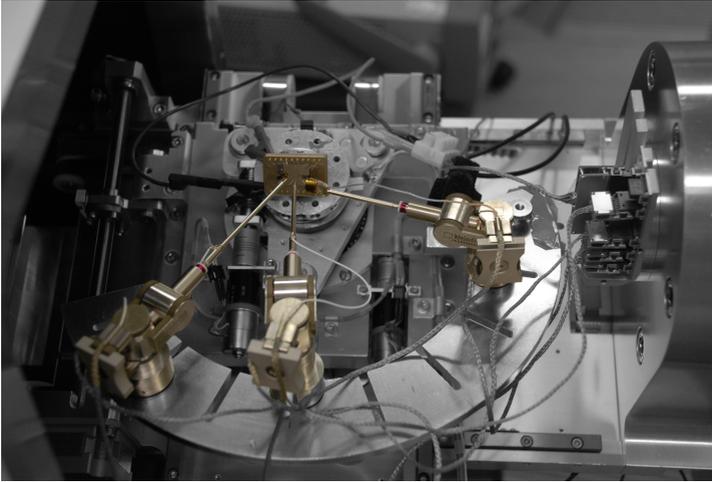


Abb. 3.16.: Nanomanipulatoren auf einer Halbring-Halterung um den Chip angeordnet. Zur besseren Visualisierung sind nur die Nanomanipulatoren und der Chip in Farbe dargestellt. Links und mittig sind die Manipulatoren zur elektrischen Kontaktierung angebracht. Die Position in etwa senkrecht zur Chipfläche verbessert den Kontakt. Das Kraftmesssystem befindet sich auf der rechten Seite.

3.3.3. Widerstands-, Auslenkungs- und Kraftmessungen

Zur Vierleitermessung dient eine Agilent B2900 *Source Measure Unit* (SMU) die über LabView angesteuert wird und bei schrittweiser Veränderung des Messstroms die Nanobimorphe durch ohmsches Heizen aktuieren kann. Über ein zum Zwecke der Aktoransteuerung erstelltes LabView Programm lässt sich die SMU bei einer Wertmittelung über einen einzelnen Durchgang der Netzfrequenz mit einer Rate von 25 Hz auslesen, die Schrittweite und Schrittzeit lassen sich beliebig einstellen. Bei der Messung werden die Zeit in Millisekunden sowie Strom und Spannung erfasst und abgespeichert, gleichzeitig zeigt die Software in Echtzeit eine Strom-Spannungs- sowie eine Heizleistungs-Widerstandskurve an. Mit diesen Kurven lässt sich verfolgen, wann das Ni-Mn-Ga einer Bimorphstruktur seine Phasenumwandlung weitgehend abgeschlossen hat. Daraufhin kann die Heizleistung an diesem Punkt gehalten und zum Abschluss der Messung auf den Startwert gesenkt werden. Bei zu starker Heizleistung beginnt die Widerstandskurve Unregelmäßigkeiten zu zeigen, bis der Nanoaktor kurz darauf zu schmelzen beginnt.

Das Messgerät zeigt bei sehr kleinen Strömen eine *Offset*-Spannung, was dazu führt dass ein tatsächlich konstanter Widerstand je nach Vorzeichen von Strom und Spannung als mit dem Strom steigend oder fallend gemessen wird. Zu Beginn der Messung sind die Ströme so klein, dass ein Aufheizen der Probe ausgeschlossen werden kann. Durch die Extrapolation der Strom/Spannungskennlinie auf Werte von $I = 0$ kann daher die *Offset*-Spannung bestimmt und von den Messergebnissen abgezogen werden.

Die Auslenkungsmessungen erfolgen durch Videoaufnahme der einzelnen Rasterdurchläufe des REMs. Die Bildrate ist der zeitlich limitierende Faktor aller Messungen. Bei einer Auflösung von 1280x1024 Pixeln beträgt die schnellste Bildrate 8,3 Hz und bei 2048x1536 Pixeln 1,3 Hz. Bei der Gewinnung von Auslenkungsdaten aus den REM Videos müssen die Drift, verursacht durch Bewegung der Probe sowie die Verschiebung des Elektronenstrahls aufgrund des veränderten Probenpotentials berücksichtigt werden. Zur Kompensation der Drift wird ein Algorithmus in Matlab geschrieben, der die Position von Fixpunkten bzw. festen Bereichen erkennt. Ein solcher Bereich muss manuell im ersten Bild des Videos ausgewählt werden und sollte Elemente mit hohem Kontrast aufweisen. Die Drift dieses Bereichs wird vom Algorithmus in horizontale und vertikale Richtung verfolgt. Die einzelnen Videobilder werden so verschoben, dass die Position der Fixpunkte im Video stabil bleibt. Im driftkorrigierten Video wird nun die Balkenspitze ausgewählt, die mit einem ähnlichen Algorithmus, der auf der Suche nach Kontrastlinien und -gradienten basiert, verfolgt wird. Zusätzlich erfasst der Algorithmus die Kontur des Balkens, wie in Abbildung 3.17 gezeigt wird.

Während die Bildqualität hinsichtlich des Rauschens durch langsamere Scanrate steigt, hat dies keinen erkennbaren Einfluss auf die Ergebnisse des Detektionsalgorithmus. Dagegen liefert eine höhere Auflösung des Bildes auch eine bessere Auflösung der Auslenkung. Zeit und Betrag der Heizschritte müssen an die Scanrate des REMs angepasst werden, da die Nanoaktoren aufgrund ihrer geringen thermischen Masse für praktische Belange instantan auf eine Stromveränderung reagieren.

Das Kraftmesssystem von Kleindiek besteht aus einer Silizium Rasterkraftmesssonde, auf deren Unterseite sich eine sehr feine Siliziumspitze befindet. Auf der Oberseite der Sonde befinden sich vier dotierte, piezoresistive Bereiche die als Wheatstonebrücke verschaltet sind. Abbildung 3.18 zeigt die Spitze des Kraftmesssystems in Relation zu einem Nanoaktor.

Die Kraftmessung kann auf verschiedene Arten erfolgen. Dabei muss berücksichtigt werden, dass der Kontakt eines Nanoaktors mit der Kraftmessspitze eine zusätzliche Wärmesenke darstellt. Um die Kraftmessdaten mit den Auslenkungs- und Widerstandsdaten korrelieren zu zu können, wer-

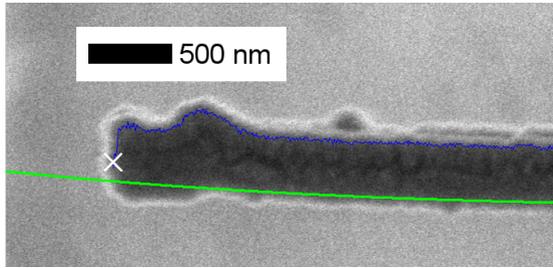


Abb. 3.17.: Detektion der Aktorposition zur Auswertung der Videodaten. Das weiße Kreuz verfolgt die Balkenspitze. Die obere, blaue Linie folgt der Kontur des Nanoaktors. Auch die Unterkante des Balkens wird vom Algorithmus genau erfasst, im Bild sieht man ein Polynom dritten Grades, das an die gefundenen Punkte der Unterkante angepasst ist. Der abgebildete Nanoaktor ist eine der kleinsten hergestellten Strukturen (Probe 1.04V2D+)

den alle drei Messungen gleichzeitig gestartet. Dabei wird zur korrekten Bestimmung der Auslenkung beim Aufheizen das Kraftmesssystem nicht in Kontakt mit dem Nanoaktor gebracht. Dies geschieht erst am Ende der Aufheizphase. Während des Abkühlens wird das Kraftmesssystem auf seiner Position belassen und so die Auslenkung des Aktors unterdrückt.

Eine weitere Methode zur Kraftmessung ist es, die Messspitze vor Beginn der Messung in Kontakt mit dem Nanoaktor zu bringen und diesen im kalten Zustand auszulenken. Bei der darauf folgenden Messung kann damit nicht die freie Auslenkung des Balkens, sondern nur die Kraftdifferenz zwischen heißem und kaltem Nanoaktor gemessen werden, das Temperaturprofil bleibt jedoch in Aufheiz- und Abkühlphase identisch.

Das erfasste Messsignal ist die an der Wheatstonebrücke abfallende Spannungsdifferenz. Die Kalibrierung der Kraftmessspitzen erfolgt mit Hilfe eines Drahtes mit definierter Biegesteifigkeit. Dieser wird in das REM transferiert, worauf er mit dem Kraftmesssystem über eine definierte Strecke ausgelenkt wird. Mit Auslenkung und Biegesteifigkeit kann das Spannungssignal in ein Kraftsignal konvertiert werden.

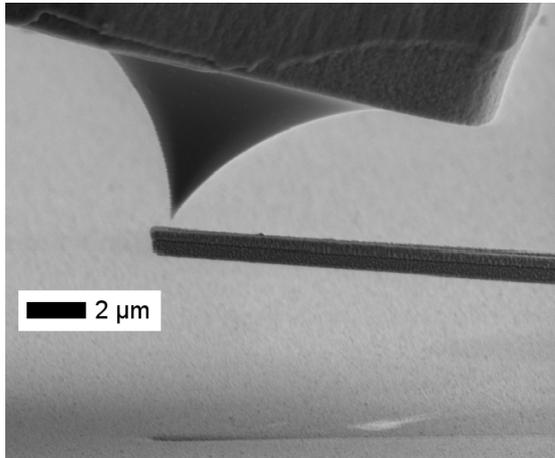


Abb. 3.18.: REM Bild der Spitze des Kraftmesssystems in Relation zu einem Nanobalken (3.12V1*). Ein im Vergleich zur Breite um den Faktor 1,5 ausgeweitetes Ende der Nanobalken erleichtert es, den Nanoaktor mit dem Kraftmesssystem zu treffen.

3.3.4. Magnetische Charakterisierung der Proben

Als ferromagnetische Formgedächtnislegierung reagiert Ni-Mn-Ga prinzipiell auch auf magnetische Kräfte. Zur Klärung der Frage, ob und wie diese Eigenschaft auch bei den nanostrukturierten Dünnschichten vorliegt, werden die Proben mittels „*Magnetic Force Microscopy*“ (*MFM*) untersucht. Dabei wird in einem ersten Schritt die Position einer Struktur mittels Rasterkraftmikroskopie ermittelt. Dann wird die magnetische Spitze des Rasterkraftmikroskops auf eine Höhe von 150 nm über das Substrat gefahren und eine Messung durchgeführt. Das resultierende Bild ist sowohl für eine unstrukturierte Fläche als auch für den Ansatz eines Balkens von 500 nm Breite in Abbildung 3.19 gezeigt. Eine Vergleichsmessung mit einer unmagnetischen Messspitze auf einer Höhe von 150 nm ergab keine sichtbaren Strukturen, so dass auszuschließen ist, dass es sich bei den *MFM*-Messungen um Artefakte einer Rasterkraftmessung handelt. Bei dieser Art der Messung können lediglich die Ansätze der Balken vermessen werden. Je weiter man zur Balkenspitze hin misst, desto stärker reagieren die Balken auf die magnetischen Kräfte, was zu einem Verschwimmen des Bildes führt.

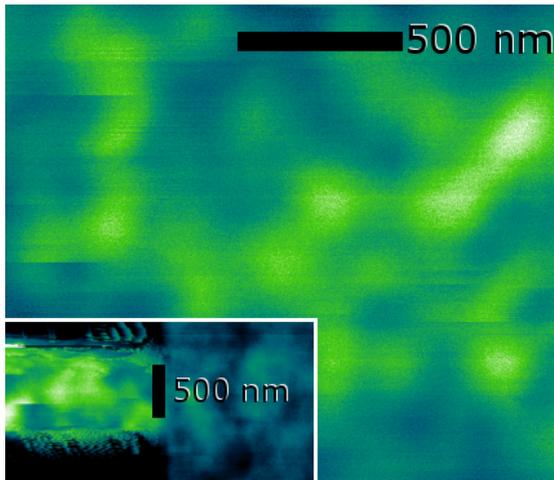


Abb. 3.19: *MFM*-Messung eines Chips mit 500 nm Silizium-Bauelemente-Schicht und 200 nm Ni-Mn-Ga. Das große Bild zeigt eine unstrukturierte Fläche, der Bildeinsatz zeigt einen Balken mit 500 nm Breite.

4. Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen

Mit dem im vorherigen Kapitel vorgestellten *In-situ*-Messsystem lassen sich nicht nur nanoskopische Messgrößen wie Kraft und Auslenkung eines FGL-Nanoaktorsystems zugänglich machen, sondern auch mit den für die Phasenumwandlung und damit den Formgedächtniseffekt relevanten Größen wie Heizleistung und elektrischem Widerstand korrelieren.

Das *In-situ*-Messsystem erlaubt die Validierung der hier vorgestellten sowie zukünftiger Nanoaktor-Konzepte und der Auswirkung der Herstellungsprozesse, insbesondere der Nanostrukturierung, auf das physikalische Verhalten. Damit lassen sich beispielsweise die Auswirkungen von Größeneffekten in Ni-Mn-Ga, die im Fokus aktueller Forschung liegen [93][94], auf Nanoaktorsysteme bestimmen.

Während durch die *In-situ*-Messungen Heizleistung, elektrischer Widerstand und Auslenkung immer sowie die Kraft optional erfasst werden, beschäftigt sich dieses Kapitel im ersten Abschnitt ausschließlich mit der Charakterisierung der elektrischen Messgrößen Heizleistung und Widerstand. Mit diesen beiden Größen und den Daten eines Referenzfilms lässt sich das Temperaturprofil ermitteln, das sich bei ohmscher Heizung des Balkens einstellt.

Zur Identifizierung von Größeneffekten werden zwei verschiedene Referenzsysteme untersucht und mit den Nanostrukturen verglichen. Zum einen handelt es sich dabei um Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Breiten von 2 μm , durch die im Vergleich mit Nanostrukturen die Veränderungen beim Übergang vom Mikro- zum Nanobereich beobachtet werden können. Zum anderen werden Ni/Si-Bimorphstrukturen mit Breitenabmessungen von 200 bis 450 nm untersucht. Dies soll eine Separation des rein thermischen Bimorph-Effektes vom Formgedächtniseffekt der Ni-Mn-Ga/Si-Strukturen ermöglichen, sowie potentielle Größeneffekte identifizieren, die nicht auf Ni-Mn-Ga zurückzuführen sind.

In Abschnitt 4.2 wird daraufhin das Auslenkungsverhalten der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen untersucht und sowohl mit Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen als auch mit theoretischen Berechnungen der Auslenkung verglichen. Dabei stützt sich der Abschnitt

auf die zuvor ermittelten Temperaturwerte und nutzt die Daten der temperaturabhängigen Widerstände, um das Auslenkungsverhalten in Bezug zur Phasenumwandlung zu setzen.

Das Ziel der Untersuchungen ist es, durch die Breitenabhängigkeit mögliche Größeneffekte sowie die Beiträge des thermischen Bimorph-Effekts und des Formgedächtniseffekts zur Auslenkung zu identifizieren.

4.1. Charakterisierung des elektrischen Widerstands

In Abschnitt 2.4 wurde bereits die Anomalie des elektrischen Widerstandes vorgestellt, die sich aus der Phasenumwandlung von Formgedächtnislegierungen ergibt. Aus der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes einer Formgedächtnislegierung lassen sich auch deren Umwandlungstemperaturen bestimmen.

In diesem Abschnitt werden nun zuerst die temperaturabhängigen Widerstandsmessungen an homogen beheizten und unstrukturierten Ni-Mn-Ga Dünnschichten auf Silizium-Substraten vorgestellt. Anhand dieser wird der Einfluss der Schichtdicke auf die Umwandlungstemperaturen sowie die durch die Phasenumwandlung bedingte maximale Widerstandsänderung untersucht.

Für den elektrischen Widerstand wird nur die metallische Schicht aus Ni-Mn-Ga oder Ni berücksichtigt, da die Dotierung des Siliziums gering und damit dessen spezifischer elektrischer Widerstand wie in Abschnitt 3.2.1 beschrieben sehr groß ist.

Bevor die Messergebnisse an den Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen und den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Strukturen ausgewertet werden können, muss der Zusammenhang zwischen der gemessenen Heizleistung und dem Temperaturprofil entlang der Doppelbalkenstrukturen ermittelt werden.

Dazu wird in Abschnitt 4.1.2 der Temperaturgradient in Abhängigkeit der Heizleistung berechnet. Auf der Grundlage der Daten zum temperaturabhängigen elektrischen Widerstand der unstrukturierten Dünnschichten wird der Widerstandsverlauf der Dünnschichten unter Annahme eines Temperaturgradienten simuliert. Mit Hilfe dieser simulierten Kurve lassen sich auch die Widerstandsdaten der Dünnschichten mit denen der inhomogen beheizten Doppelbalkenstrukturen vergleichen.

4.1.1. Referenzfilme

Neben vorstrukturiertem Silizium werden auch zwei unstrukturierte Siliziumsubstrate mit einer Dicke von 200 nm sowie 1 μm Ni-Mn-Ga beschichtet, die als Referenzfilme Verwendung finden. Die Filme werden für alle an ihnen durchgeführten Messungen nicht freigestellt, sondern auf dem Substrat belassen.

Der Referenzfilm von 200 nm, der zur Bestimmung der genauen Zusammensetzung der Ni-Mn-Ga Legierung verwendet wurde, dient auch zur Ermittlung der Phasenübergangstemperaturen.

In Abb. 4.1 ist das Ergebnis einer Vierleitermessung am Referenzfilm bei verschiedenen Temperaturen abgebildet. Durch Extrapolation der linearen Teilstücke der Messkurve können die Übergangstemperaturen anhand der Schnittpunkte der jeweiligen Geraden dargestellt werden. Die Probe zeichnet sich durch eine fehlende thermische Hysterese aus. Die Ermittlung der Übergangstemperaturen durch die Schnittpunkte der linearen Anteile stößt bei kleinen Hysteresewerten an ihre Grenzen, da die Auswertung wegen $A_S < M_F$ sogar einen negativen Hysteresewert ergibt.

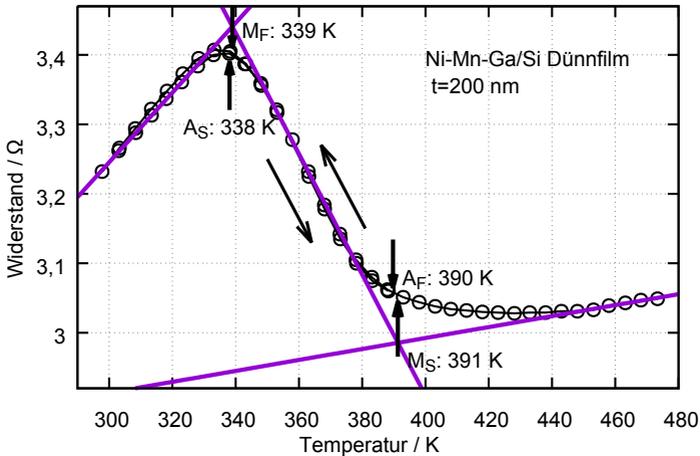


Abb. 4.1.: Vierleitermessungen im Kryostaten an einem Ni-Mn-Ga Referenzfilm mit einer Dicke von 200 nm. Die Schnittpunkte der angefitzten Geraden definieren die Start- (*martensite start* M_S) und Endtemperatur (*martensite finish* M_F) des Austenit-Martensit Phasenübergangs. Die Start- und Endtemperaturen A_S und A_F für die Rückumwandlung in Austenit sind ebenfalls angegeben.

Abbildung 4.2 vergleicht den auf das Maximum normierten Widerstandsverlauf der bereits in Abbildung 4.1 gezeigten 200 nm Filmprobe mit der des Referenzfilmes der Dicke $t=1\ \mu\text{m}$. Die Zusammensetzung der beiden Filme ist identisch und entspricht $\text{Ni}_{53,4}\text{Mn}_{26,4}\text{Ga}_{20,2}$. Der Referenzfilm mit $t=1\ \mu\text{m}$ beginnt die Umwandlung in Austenit bei einer leicht höheren Temperatur von $A_S=341\ \text{K}$, endet jedoch deutlich später mit $A_F=410\ \text{K}$. Die thermische Hysterese beträgt ca. 1 K.

Auffällig ist sowohl die deutlich höhere Martensit Starttemperatur des $1\ \mu\text{m}$ dicken Films, als auch der größere relative Widerstandsabfall nach Gleichung 4.1.

$$\Delta R_{rel} = \frac{R_{max} - R_{min}}{R_{max}} \quad (4.1)$$

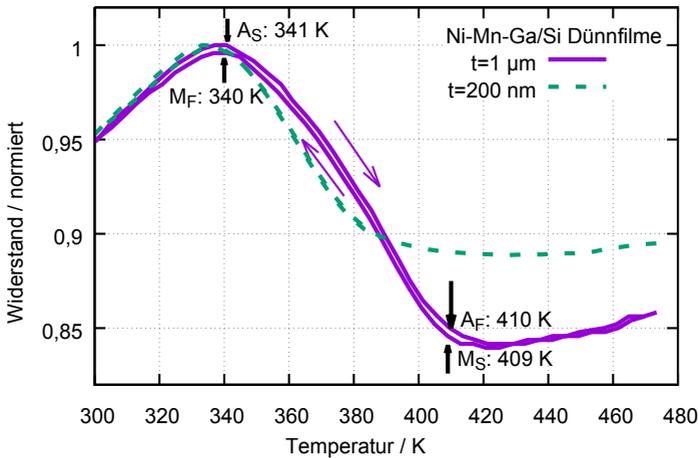


Abb. 4.2.: Vergleich der Temperaturabhängigkeit der normierten elektrischen Widerstände der 200nm und $1\ \mu\text{m}$ dicken Ni-Mn-Ga/Si-Referenzfilme. Die Übergangstemperaturen des Mikrometerfilms wurden analog zu der in Abb. 4.1 gezeigten Methode bestimmt und werden im Text genannt.

Für den weiteren Vergleich der beiden Filme sind ihre Umwandlungstemperaturen, die Breite des Umwandlungsbereichs sowie der relative Widerstandsabfall über die Phasenumwandlung in Tabelle 4.1 aufgeführt.

Vergleicht man die Veränderung der jeweiligen Übergangstemperaturen der Filme A und B, also die Veränderung der Übergangstemperaturen mit der Schichtdicke, so fällt auf, dass die Abweichung der Martensit-Starttemperaturen der Filme $\Delta M_s = M_{s,A} - M_{s,B}$ bei 19 K liegt, während

Filme	M_s	M_f	ΔM_{sf}	ΔR_M^{rel}	A_s	A_f	ΔA_{fs}	ΔR_A^{rel}
A: 1 μm	409	340	68	15,69	341	410	68	15,69
B: 200 nm	391	339	52	11,12	338	390	52	11,12

Tab. 4.1.: Umwandlungstemperaturen der beiden Ni-Mn-Ga Filme auf Silizium Substraten sowie deren relativer Widerstandsabfall ΔR^{rel} nach Gleichung 4.1 in Prozent für beide Umwandlungsrichtungen. Alle Temperaturen sind in Kelvin angegeben.

die Martensit-Endtemperaturen eine Differenz von lediglich $\Delta M_f = 1$ K aufweisen.

Nach Experimenten an polykristallinen 10M Ni-Mn-Ga Filmen auf Al_2O_3 von Chernenko et. al. [95] kann eine Verringerung der Schichtdicke mit einer Verschiebung der Umwandlungstemperaturen zu höheren Werten einhergehen. Dies lässt sich durch den Einfluss einer mechanischen Spannung erklären, wie bereits in Abschnitt 2.4 hinsichtlich des Effektes der Superelastizität erwähnt wird. Für Filme, die bei hohen Temperaturen aufgebracht oder im Nachhinein getempert werden, entsteht eine Spannung durch die unterschiedliche Ausdehnung von Film und Substrat.

Dem entgegen stehen Untersuchungen an polykristallinen 10M Ni-Mn-Ga Filmen auf Si(100) Substraten von Besseghini et. al.[96], in denen eine Absenkung der Schichtdicke mit einer Verschiebung der Umwandlungstemperaturen zu niedrigeren Werten korreliert.

Die in Abb. 4.2 gezeigte niedrigere Martensit Starttemperatur des dünneren Films entspricht eher den Beobachtungen die von Besseghini gemacht wurden. Eine mögliche Erklärung für die Verschiebung der Martensit Starttemperatur um -20 K ist eine niedrigere Zahl an Defekten im Kristallgitter des 200 nm Referenzfilms, die bei Annahme einer gleichen Defektdichte mit abnehmender Dicke abnimmt. Dies führt im Vergleich zum 1 μm Referenzfilm zu einer Destabilisierung des Martensits.

Die unterschiedlich starken relativen Widerstandsabfälle ΔR nach Gleichung 4.1 der beiden Filme werden möglicherweise von einem auch bei niedrigen Temperaturen nicht umwandelnden Austenitrest verursacht.

Ein solcher Restaustenit-Anteil wurde von Auge et. al. an der Grenzschicht zwischen epitaktisch abgeschiedenem Ni-Mn-Sn und dem MgO Substratmaterial beobachtet. Dabei wurde die Restaustenit-Schicht auf $h_A \leq 6,7$ nm geschätzt [97]. Für auf MgO epitaktisch abgeschiedenes Ni-Mn-Ga wird dieser Effekt ebenfalls beobachtet [98]. Auch freistehendes, polykristallines Ni-Mn-Ga weist Austenit-Restanteile auf [99].

Bei Siliziumsubstraten, welche weniger für die epitaktische Abschei-

derung von Materialien wie Ni-Mn-Ga und Ni-Mn-Sn geeignet sind, sowie polykristallinen Filmen, ist es plausibel, dass derartige Schichten einen größeren Austenit-Restanteil aufweisen.

Der nicht umwandelnde Restaustenit-Anteil t_A lässt sich abschätzen. Dazu wird zuerst der lineare Zusammenhang von (normiertem) Widerstand und Temperatur T des Austenit aus der Widerstandskurve des $1\ \mu\text{m}$ Films gewonnen und in Gleichung 4.2 als $R_A(T) = \rho_A(T)/t_A$ eingesetzt.

Für den Anteil des Ni-Mn-Ga Materials $(1 - t_A)$, der vollständig umwandelt, werden die Daten des $1\ \mu\text{m}$ Films als ρ_{AM} verwendet und entsprechend $R_{AM} = \rho_{AM}/(1 - t_A)$ gewichtet.

Aus den beiden parallel geschalteten Widerständen ergibt sich nach Gleichung 4.2 der Gesamtwiderstand $R_{ges}(T)$.

$$R_{ges}(T) = \frac{\rho_{AM}(T) \cdot \rho_A(T)}{t_A \cdot \rho_{AM}(T) + (1 - t_A) \cdot \rho_A(T)} \quad (4.2)$$

Abbildung 4.3 zeigt drei nochmals auf das Widerstandsmaximum normierte Kurven für verschiedene Austenit Restanteile. In der Abbildung wird für alle Kurven die Tangentenmethode angewandt, um die jeweiligen Martensit Starttemperaturen zu bestimmen. Die vertikale Gerade hebt hervor, dass nach Gleichung 4.2 ein Restaustenit-Anteil keinen Einfluss auf die Gültigkeit der durch die Tangentenmethode bestimmten Umwandlungstemperaturen hat. Lediglich der relative Widerstandsabfall ΔR_{rel} wird beeinflusst, so dass ein Rückschluss auf den Restaustenit-Anteil im Film möglich ist.

Der lineare Widerstandsverlauf im Martensit wird durch den Restaustenit kaum beeinflusst. Dagegen verändert sich wie erwartet der relative Widerstandsabfall. Der Vergleich von Abb. 4.3 mit dem $200\ \text{nm}$ dicken Film in Abb. 4.2 ergibt einen Anteil an Restaustenit von ca. 20%, unter der Annahme dass der $1\ \mu\text{m}$ Film einen Anteil von 0% hat.

Zusammenfassung: Zusammenfassend lässt sich über die beiden Dünnefilme gleicher stöchiometrischer Zusammensetzung sagen, dass eine Verschiebung der Austenit-Start- und Martensit-Endtemperaturen nicht stattfindet. Dagegen zeigt sich eine leichte Verschiebung der Austenit-End- und Martensit-Starttemperatur, die nicht im Zusammenhang mit der Schichtspannung steht. Für die Bimorphstrukturen bedeutet dies, dass ebenfalls keine spannungsbedingte Verschiebung der Umwandlungstemperaturen angenommen wird, insbesondere da diese mechanische Spannungen durch Verbiegung reduzieren können.

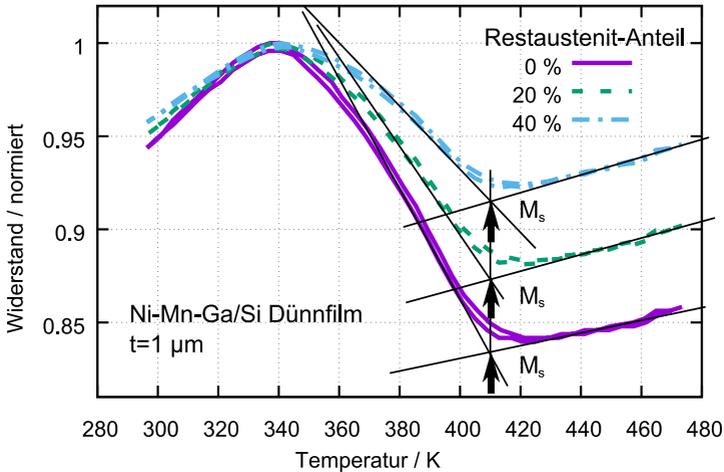


Abb. 4.3.: Widerstandsverlauf in Abhängigkeit des in der Legende angegebenen Austenit-Restanteils. Die 0 % Kurve entspricht dem Widerstandsverlauf des 1 μm Films aus Abb. 4.2. Die anderen Kurven wurden aus dieser mit Hilfe der im Text angegebenen Formel 4.2 errechnet. Die eingezeichneten schwarzen Linien dienen zum Vergleich der Martensit Starttemperaturen.

Der deutliche Unterschied im Widerstandsabfall kann möglicherweise darauf zurückgeführt werden, dass ein Teil des Ni-Mn-Ga unabhängig von der Temperatur als Austenit existiert. Für den dünneren 200 nm Film kann ein eventueller Restaustenit Anteil auf ca. 20 % geschätzt werden. Da die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen aufgrund der Seitenwandbedeckung eine relativ zum Ni-Mn-Ga Volumen größere Grenzfläche zum Silizium haben, kann dort der Einfluss eines „gefrorenen“ Austenits noch größer sein.

4.1.2. Berechnung des Temperaturgradienten

Im Gegensatz zu den Filmen werden die untersuchten Doppelbalken durch ohmsche Erwärmung erhitzt und weisen daher statt einer homogenen Temperatur ein Temperaturprofil bzw. einen Temperaturgradienten auf. Dieser wird im Folgenden anhand der Heizleistungswerte berechnet, die sich aus den Messungen von elektrischem Strom und elektrischem Widerstand ergeben.

Da die Experimente im Vakuum des REMs stattfinden, spielt Konvektion keine Rolle bei der Kühlung der Strukturen. Diese werden über ihre Verbindung zum Substrat durch Wärmeleitung gekühlt. Weiterhin wird eine Abkühlung durch Wärmestrahlung vernachlässigt.

Im *In-situ*-Messsystem wird der elektrische Strom, mit dem die Erhitzung kontrolliert wird, langsam erhöht, so dass quasi-statische Bedingungen angenommen werden können. Statt der Wärmeleitungsgleichung 2.3 muss daher die zeitunabhängige Wärmeleitungsgleichung 4.3 für eine Doppelbalkengeometrie gelöst werden.

$$-\nabla(\kappa \cdot \nabla T) = \frac{P}{V} \quad (4.3)$$

Zur Veranschaulichung einiger Zusammenhänge sowie dem prinzipiellen Verlauf des Temperaturgradienten ist es ausreichend, Gleichung 4.3 unter der Annahme einer von der Temperatur unabhängigen Wärmeleitfähigkeit κ zu lösen, da man eine analytische Lösung erhält. Eine genauere Lösung erhält man durch Verwerfen dieser Bedingung, wie weiter unten gezeigt wird.

Die Lösung von Gleichung 4.3 für temperaturunabhängige Wärmeleitfähigkeit κ , Gleichung 4.4, beschreibt die Temperatur T an der Position x entlang eines Balkens der Länge L von Basis zur Balkenspitze bei Heizleistung P . Weitere Parameter sind das Volumen des Balkens V und die Temperatur der Wärmesenke T_R . Der Lösungsweg wurde bereits in Abschnitt 2.5.2 vorgestellt.

$$T(x) = \frac{P}{\kappa \cdot V} \cdot \left(x \cdot L - \frac{1}{2}x^2 \right) + T_R \quad (4.4)$$

Der einzige Parameter in Gleichung 4.4, der nicht direkt an den Doppelbalken-Nanostrukturen gemessen werden kann, ist die Wärmeleitfähigkeit κ des Ni-Mn-Ga/Si-Verbunds. Diese kann wie in 2.5.2 beschrieben für Silizium aus Materialkennwerten und für Ni-Mn-Ga aus dem Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit gewonnen werden.

Unter Annahme einer von der Temperatur abhängigen Wärmeleitfähigkeit muss die Lösung von Gleichung 4.3 numerisch für einen Metall/Silizium Verbund mit den entsprechenden Schichtdicken t_{Me} und t_{Si} erfolgen. Die zu lösende Differentialgleichung 4.5 wurde bereits in Abschnitt 2.5.2 vorgestellt, wo auch die Näherungslösungen der Wärmeleitfähigkeiten $\kappa_{Me}(T)$ und $\kappa_{Si}(T)$ zu finden sind.

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} T(x) = - \left(\frac{(t_{Me} + t_{Si}) \frac{P}{V} + \left(\frac{\partial}{\partial x} \kappa_{Me}(T) + \frac{\partial}{\partial x} \kappa_{Si}(T) \right) \left(\frac{\partial}{\partial x} T \right)^2}{(t_{Me} + t_{Si}) \cdot (\kappa_{Me}(T) \cdot t_{Me} + \kappa_{Si}(T) \cdot t_{Si})} \right) \quad (4.5)$$

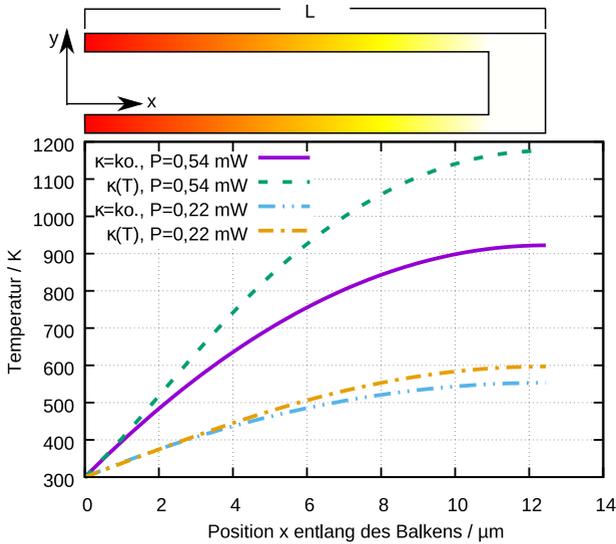


Abb. 4.4.: Schematische Darstellung eines inhomogen beheizten Doppelbalkens der Länge L . Darunter sind zwei Paare von Temperaturprofilen abgebildet. Für zwei verschiedene Heizleistungen von $0,54 \text{ mW}$ und $0,22 \text{ mW}$ sieht man den simulierten Temperaturverlauf über die Balkenlänge sowohl unter der Annahme einer temperaturunabhängigen ($\kappa = \kappa_0$, nach Gleichung 4.4) als auch einer temperaturabhängigen ($\kappa(T)$) Wärmeleitfähigkeit nach Gleichung 4.5. Die Abmessungen des Doppelbalkens entsprechen Probe 2.04V2A.

In Abbildung 4.4 werden die Lösungen nach Gleichung 4.4 für konstante Wärmeleitfähigkeit ($\kappa = \kappa_0$) sowie die numerische Lösung von Gleichung 4.5 für temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit ($\kappa(T)$) verglichen. Dabei sind jeweils zwei verschiedene Heizleistungen gezeigt.

Aus der Symmetrie des Doppelbalkens der Länge L und der einzigen Wärmesenke an den Balkenansätzen ergibt sich ein Scheitelpunkt des Temperaturprofils an der Balkenspitze. Bis 400 K verlaufen alle dargestellten Temperaturprofile näherungsweise linear. Je höher die Heizleistung und damit die Maximaltemperatur ist, desto stärker divergieren beide Lösungen voneinander.

Die Messungen der temperaturabhängigen Widerstände der homogen beheizten Dünnschichten lassen sich nicht direkt mit den von der Heizleistung abhängigen Widerstandswerten vergleichen, die an den Doppelbalken gemessen werden. Über den oben beschriebenen Zusammenhang zwischen Heizleistung und Temperatur lassen sich nun Widerstände gegen eine Re-

ferenztemperatur des Temperaturprofils aufragen. Im Folgenden wird hier die Maximaltemperatur als Referenztemperatur verwendet.

Im Folgenden wird gezeigt, wie sich die bei homogener Temperatur ermittelten Widerstandswerte der unstrukturierten Ni-Mn-Ga Filme umrechnen lassen, so dass sie mit den Daten der Widerstandsmessungen an den Doppelbalken verglichen werden können.

Die mit dem In-situ-Messsystem erfassten Widerstandswerte sind aufgrund des Temperaturprofils eine Mittelung der Widerstände bei homogener Temperatur. Gleichung 4.6 stellt den Zusammenhang zwischen dem von einer homogenen Temperatur abhängigen Widerstand $R(T)$ und dem gemittelten Widerstand $\langle R \rangle(T_N)$, der im Zusammenhang mit der Maximaltemperatur $T_N = T(P, L)$ dargestellt werden kann. Die Voraussetzung für die Gültigkeit von Gleichung 4.6 sind hinreichend kleine Volumenelemente V/N , in denen die Temperatur näherungsweise homogen ist.

$$\langle R \rangle(T_N^j) = \frac{1}{N} \cdot \sum_i^N R_i^j = \frac{1}{N} \cdot \sum_i^N R(T_i^j) \quad (4.6)$$

Aus dem Zusammenhang zwischen Widerstand und homogener Temperatur, der durch die Messung an einem der Dünnfilme gegeben ist, lässt sich nun mit Gleichung 4.6 und einem gegebenen Temperaturprofil ein einzelnes Wertepaar aus Maximaltemperatur und gemitteltem Widerstand berechnen.

Die Vorgehensweise wird in Abbildung 4.5 illustriert. Für einen Leistungswert P_j wird das Temperaturprofil der gewünschten Balkengeometrie ermittelt. Daraus ergeben sich für eine diskrete Anzahl von Längensegmenten des Balkens die entsprechenden Temperaturwerte T_i^j (Abb. 4.5 a). Anhand der Dünnfilmmessdaten, die den Widerstand bei verschiedenen homogenen Substrattemperaturen angeben, werden für jede Temperatur eines Längensegments T_i^j die zugehörigen Widerstandswerte R_i^j gewonnen (Abb. 4.5 b). Dabei werden die Messdaten interpoliert, während Werte außerhalb des Messbereichs durch Extrapolation der linearen Segmente der Widerstandskurve angenähert werden. Die Widerstandswerte werden nach Gleichung 4.6 summiert und zur Maximaltemperatur T_N^j bei Leistung P_j in Bezug gesetzt (Abb. 4.5 c). Dieser Vorgang lässt sich für eine Reihe von Leistungswerten $P_1 \dots P_M$ durchführen, woraus der Graph in Abbildung 4.5 c) resultiert.

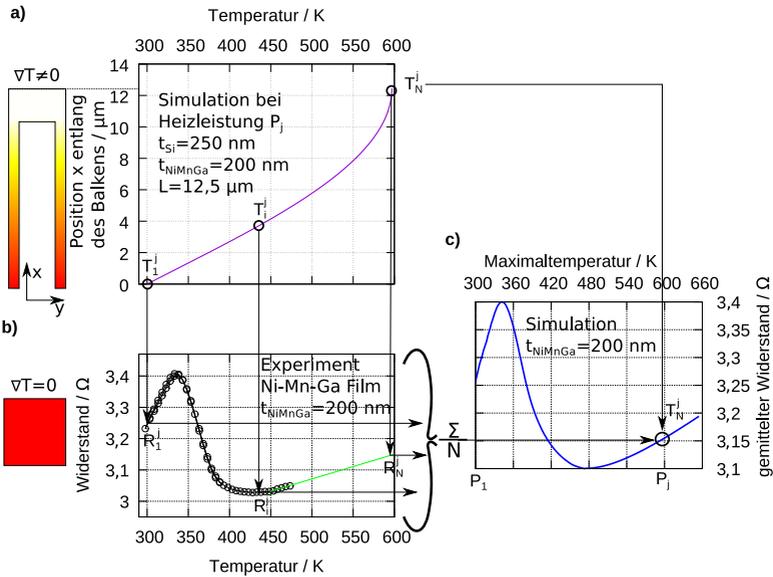


Abb. 4.5.: Schematische Darstellung der Berechnung des Widerstandsverlaufs für einen inhomogen beheizten Bimorph am Beispiel von Probe 2.04V2A. **a)** Farbliche Darstellung des Temperaturgradienten entlang eines ohmsch beheizten Doppelbalkens. Daneben ist der Zusammenhang zwischen Balkenposition und Temperatur $x(T)$ für einen bestimmten Leistungswert P_j abgebildet. **b)** Widerstandskurve $R(T)$ des homogen erhitzten 200 nm dünnen Ni-Mn-Ga Films aus Abb. 4.1. Die grüne Linie zeigt die lineare Extrapolation des Widerstandsverlaufs bei höheren Temperaturen. **c)** Errechneter Verlauf des gemittelten Widerstands für einen inhomogen erhitzten Doppelbalken, aufgetragen gegen die Temperatur an der Balkenspitze.

Zusammenfassung: Die durchgeführten Experimente, bei denen Doppelbalkenstrukturen durch einen elektrischen Strom I erhitzt und dabei die über den Doppelbalken abfallende elektrische Spannung U gemessen wird, resultieren in inhomogenen Temperaturprofilen über die Länge der Balken. Der Widerstand $R = U/I$ lässt sich über die Heizleistung $P = U \cdot I$ als $R(P)$ auftragen.

Um die leistungsabhängigen Widerstände in Bezug zur Temperatur zu bringen, werden die von den Heizleistungswerten abhängigen Temperaturprofile entlang der x -Achse des Balkens $T(x, P)$ berechnet. Die in den Experimenten gemessenen Widerstandswerte können so gegen die Maximaltemperaturen $T_{\text{max}}(P) = T(L, P)$ als $R(T_{\text{max}}(P))$ aufgetragen werden. Diese

Darstellung der Messdaten trägt in den folgenden Graphen die Bezeichnung „Messung“.

An den Dünnschichten wird der temperaturabhängige Widerstand $R(T)$ gemessen. Mit den Temperaturprofilen $T(x, P)$ lassen sich diese Messdaten so umrechnen, dass man den Widerstandsverlauf der Dünnschicht unter den Temperaturprofilen $\langle R \rangle(T(L, P))$ erhält.

Diese aus den Schichtdaten berechneten Widerstandskurven werden im Folgenden mit „Simulation“ bezeichnet. Sie geben den erwarteten Verlauf des Widerstands an, wenn man davon ausgeht, dass sich $R(T)$ bzw. $\rho(T)$ bei Skalierung der Probenabmessungen nicht ändert. Durch den Vergleich der Simulationen mit den Messungen lässt sich der Einfluss der Temperaturgradienten von möglichen Einflüssen der Nanostrukturierung auf den Widerstandsverlauf unterscheiden.

4.1.3. Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Mikrometerabmessungen

Die mit dem Laserschreiber hergestellten Doppelbalken mit kleinster charakteristischer Dimension von $2 \mu\text{m}$ Breite ($\mu\text{-}1$ bis $\mu\text{-}9$ in Tabelle A.2) werden wie in Abschnitt 3.3.3 beschrieben vermessen. Da über die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes eine Aussage über den Phasenübergang des Ni-Mn-Ga gemacht werden kann, werden die elektrischen Messgrößen Strom und Spannung als Widerstand und Leistung gegeneinander aufgetragen. Die Leistungswerte wiederum lassen sich wie in Abschnitt 4.1.2 beschrieben durch Lösung der Wärmeleitungsgleichung in Bezug zu entsprechenden Temperaturprofilen und deren Maximaltemperaturen setzen.

Im Folgenden werden die von der Maximaltemperatur abhängigen elektrischen Widerstände eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs mit einer Breite von $2 \mu\text{m}$ mit einer Simulation nach Abschnitt 4.1.2 verglichen. Diese beschreibt den Widerstandsverlauf des $1 \mu\text{m}$ dicken Referenzfilms aus Abschnitt 4.1.1 als Funktion der Maximaltemperatur unter Annahme, dass sich $R(T)$ beim Übergang von Film zu Bimorph nicht ändert. Die beiden Lösungen zur Berechnung des Temperaturgradienten aus Abschnitt 4.1.2, bzw. die Annahme temperaturabhängiger oder temperaturunabhängiger Wärmeleitfähigkeit, lassen sich anhand der Messdaten und der Simulationen bewerten.

Abbildung 4.6 zeigt den Zusammenhang von Maximaltemperatur, der Heizleistung sowie dem normierten Widerstand für den Bimorph $\mu\text{-}8$ mit einer Breite von $2 \mu\text{m}$ und die entsprechende Simulation auf Basis des $1 \mu\text{m}$

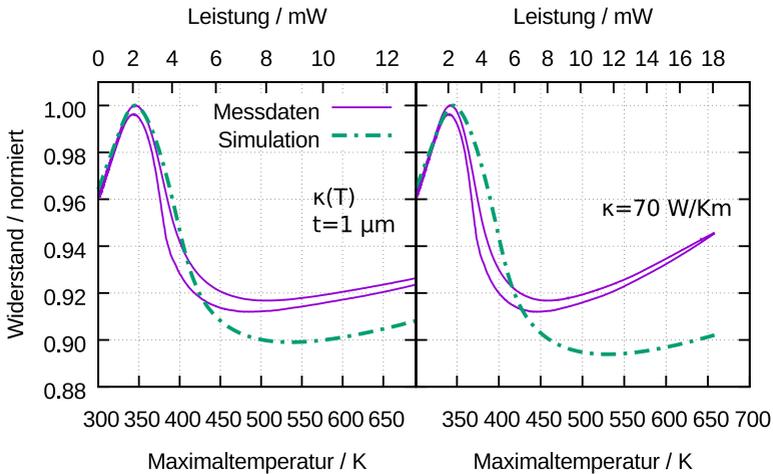


Abb. 4.6.: Vergleich der Widerstandsmessdaten eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs mit $2\ \mu\text{m}$ Breite (Probe $\mu\text{-8}$) bei ohmscher Heizung mit der Simulation entsprechend dem in Abb. 4.5 dargestellten Verfahren. Auf den oberen x-Achsen ist die Heizleistung, auf den unteren x-Achsen die der Heizleistung entsprechende Temperatur an der Balkenspitze aufgetragen. **Links:** Berechnung unter Annahme temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit. **Rechts:** Berechnung unter Annahme konstanter Wärmeleitfähigkeit von $\kappa = 70\ \text{W}/(\text{m K})$.

Referenzfilms jeweils für die Annahme temperaturabhängiger (Abb. 4.6 links) und temperaturunabhängiger Wärmeleitfähigkeit (Abb. 4.6 rechts).

Trotz der inhomogenen Temperaturverteilung entlang des Bimorphs zeigen die Messdaten einen Widerstandsverlauf, der qualitativ dem Verlauf der homogen erhitzten Referenzfilme aus Abbildung 4.2 ähnelt.

Die Messwerte $R(P)$ werden in ihrer Auftragung gegen die Maximaltemperatur $R(T_{\text{max}}(P))$ in Abb. 4.6 durch die unterschiedlichen Temperaturprofile, die aus den unterschiedlichen Annahmen zur Wärmeleitfähigkeit resultieren, lediglich auf der Abszisse gestreckt oder gestaucht.

Die Widerstandswerte der Simulationen ergeben sich hingegen aus dem in Abschnitt 4.1.2 vorgestellten Verfahren, wodurch sich für die unterschiedlichen Annahmen zur Wärmeleitfähigkeit unterschiedliche Kurven ergeben.

Die Übereinstimmung von Messung und Simulation je nach der für die Wärmeleitfähigkeit getroffenen Annahme ist bis zum Widerstandsmaximum der Kurven ähnlich, weicht danach für konstante Wärmeleitfähigkeit (rechts) stärker ab. Dies ist angesichts der großen Änderung der Wärme-

leitfähigkeit mit der Temperatur, wie sie in Abbildung 4.7 dargestellt ist, plausibel.

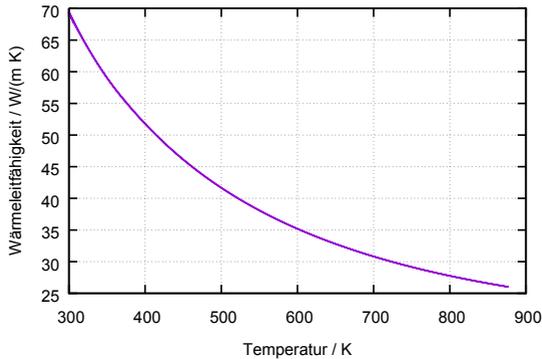


Abb. 4.7.: Wärmeleitfähigkeit des Ni-Mn-Ga/Si-Verbundmaterials in Abhängigkeit der Temperatur nach Gleichung 2.9.

Die exakten Abmessungen der Bimorphstrukturen können herstellungsbedingten Schwankungen unterliegen. Insbesondere die Siliziumschichtdicke hat nach Gleichung 4.5 einen Einfluss auf das Temperaturprofil. Um diesen abzuschätzen sind in Abbildung 4.8 Widerstandskurven unter Annahme temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit gezeigt. Dabei ist die mit „Messdaten“ bezeichnete Kurve identisch zur gleichnamigen Kurve in Abb. 4.6. Bei der mit „10 % Fehler“ bezeichneten Kurve werden die Temperaturprofile unter Annahme eines maximalen Fehlers von 10 % der Silizium Schichtdicke berechnet. Zur besseren Darstellung der Verschiebungen der beiden Kurven im niedrigen sowie im hohen Temperaturbereich sind die Abszissenabschnitte logarithmisch aufgetragen. An der Position des Widerstandsmaximums verschiebt sich die fehlerbehaftete Kurve um -5 K, während die Differenz am hinteren Ende der Kurven ca. -100 K beträgt. Für den Bereich zwischen Maximum und Minimum des elektrischen Widerstandes sind diese Verschiebungen jedoch vernachlässigbar. Der Vergleich zeigt, dass auch größere Fertigungstoleranzen eine Vergleichbarkeit der Simulationen mit den Messungen erlauben, insbesondere im Bereich der Phasenumwandlung.

Tabelle 4.2 fasst die untersuchten Umwandlungstemperaturen und Widerstandsabfälle ΔR_{rel} zusammen. Die entsprechenden Daten der beiden Referenzfilme aus Abschnitt 4.1.1 sind ebenfalls angegeben. Dies ist für die inhomogen erhitzten Bimorphstrukturen nicht möglich. Aus dem Zusammenhang zwischen Maximaltemperatur und Widerstand lassen sich jedoch

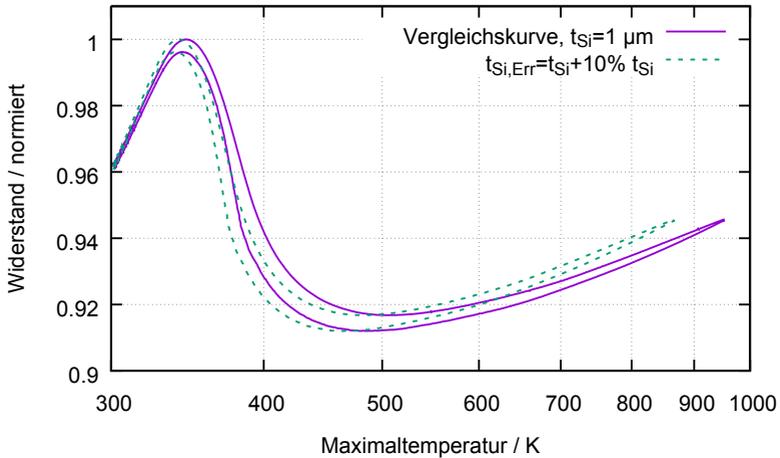


Abb. 4.8.: Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von der Maximaltemperatur für einen Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph der Breite $2\ \mu\text{m}$ (Probe $\mu\text{-8}$). Die Maximaltemperaturen sind logarithmisch aufgetragen. Die der Berechnung der Maximaltemperaturen zugrundeliegenden Temperaturprofile wurden einmal identisch zu Abb. 4.6 mit einer Siliziumschichtdicke von $t = 1\ \mu\text{m}$ und unter Annahme temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit berechnet. Die zweite Kurve geht bei der Berechnung der Temperaturprofile von einer 10% dickeren Siliziumschicht mit $t_{Si} = 1,1\ \mu\text{m}$ aus.

mittels der Tangentenmethode Pseudo-Umwandlungstemperaturen bestimmen, die mit A'_S und A'_F bezeichnet sind. Dies gilt sowohl für die Messdaten als auch für die Simulationen auf Basis des $1\ \mu\text{m}$ Referenzfilms.

Vergleicht man die Austenit Start- und Pseudo-Starttemperaturen, so beträgt die höchste Differenz 10 K. Beim Vergleich der Austenit End- und Pseudo-Endtemperaturen von Film und Bimorph-Messdaten ist dies ähnlich. Auffällig hingegen sind die Abweichungen zwischen dem A'_F Wert des $1\ \mu\text{m}$ Films und den A'_F Werten für beide Simulationen. Da die Simulationen auf dem $1\ \mu\text{m}$ dicken Referenzfilm beruhen, ist die Differenz zwischen der Austenit-Endtemperatur A'_F des Referenzfilms und der Pseudo-Austenit-Endtemperatur A'_F der Simulation von ca. 30 K durch das Simulationsverfahren bedingt. Auch der Unterschied zwischen dem relativen Widerstandsabfall des $1\ \mu\text{m}$ dicken Referenzfilms und den Widerstandsabfällen der Simulationen ist verfahrensbedingt.

Die Messungen weisen jedoch einen noch geringeren Widerstandsabfall auf. Diese Abnahme um ca. 10 % deutet auf einen erhöhten Restaustenit-Anteil hin.

Probe	A_S/K	A_F/K	$\Delta R_{rel}/\%$
Ni-Mn-Ga/Si-Referenzfilm, Dicke $1\ \mu m$	341	410	15,69
Ni-Mn-Ga/Si-Referenzfilm, Dicke $200\ nm$	338	391	11,12
Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph (Probe μ -8)	A'_S/K	A'_F/K	
Messung	350	420	8,80
Simulation	350	451	10,10
Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph (Probe μ -9)	A'_S/K	A'_F/K	
Messung	346	420	8,83
Simulation	351	444	10,12

Tab. 4.2.: Vergleich der Umwandlungstemperaturen und Widerstandsabfälle für zwei verschiedene Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen und Referenzfilme. „Simulation“ bezieht sich auf die aus dem $1\ \mu m$ Referenzfilm für ohmsche Beheizung errechneten Widerstandskurven unter der Annahme dass $R(T)$ sich nicht ändert. Die für die Bimorphstrukturen mit einer Breite von $2\ \mu m$ und einer Schichtdicke von je $1\ \mu m$ für Silizium sowie Ni-Mn-Ga angegebenen Werte A'_S und A'_F sind Pseudo-Umwandlungstemperaturen. Diese werden mit der Tangenten-Methode aus den Kurven, in denen der mittlere Widerstand gegen die Maximaltemperatur des Temperaturprofils aufgetragen sind, ermittelt.

Zusammenfassung: Durch Vergleich der Widerstandsmessdaten der Ni-Mn-Ga-Bimorphstrukturen der Breite $2\ \mu m$ mit den entsprechenden Simulationen lassen sich zusammengefasst folgende Schlüsse ziehen. Die Berücksichtigung der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit liefert insbesondere für hohe Temperaturen eine bessere Übereinstimmung von Messdaten und Simulation. Unter Annahme eines maximalen Fehlers von 10 % für die Dicken der Siliziumstrukturen ist der Fehler, der sich für die Temperaturverschiebung ergibt, im Umwandlungsbereich gering. Die einfachere Berechnung des Temperaturprofils bei Annahme konstanter Wärmeleitfähigkeit stimmt bei niedrigen Temperaturen mit der exakteren Lösung überein. Der Vergleich des Widerstandsabfalles der Dünnschichten und der daraus simulierten Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Mikrometerabmessungen zeigt, dass durch den mittelnden Einfluss des Temperaturgradienten auf den Widerstandsverlauf, bzw. durch das Simulationsverfahren geringere relative Widerstandsabfälle zu erwarten sind. Der Restaustenit-Anteil in den strukturierten Bimorphen ist um ca. 10 % höher als im Referenzfilm.

4.1.4. Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen

Um das Verhalten der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit rein thermischen Bimorphen vergleichen zu können, wird Nickel auf unter gleichen Parametern gefertigten Silizium-Doppelbalken aufgesputtert.

Analog zu Abschnitt 4.1.3 werden für den von der Heizleistung abhängigen elektrischen Widerstand aus den Heizleistungswerten entsprechende Maximaltemperaturen berechnet.

Abbildung 4.9 zeigt die Messkurve eines der kleinsten Ni/Si-Bimorph-Doppelbalken mit einer Breite von 250 nm. Daneben ist die simulierte Kurve basierend auf dem temperaturabhängigen elektrischen Widerstand von hochreinem Nickel dargestellt. Die vertikalen Linien in Abbildung 4.9 markieren die Punkte der Krümmungsumkehr der beiden Kurven. Diese werden durch zwei verschiedene Methoden bestimmt. Einerseits lassen sich Fourier Reihen dritten Grades an die Widerstandskurven in Abbildung 4.9 anpassen. Durch zweifache analytische Ableitung und Bestimmung des Nullpunkt werden die Umkehrpunkte gefunden. Das Ergebnis zeigt eine gute Übereinstimmung mit der zweifachen Differenzbildung der Widerstandswerte, die zusammen mit den zweiten Ableitungen der Fit-Funktionen im oberen Teil von Abbildung 4.9 gezeigt sind.

Die Simulation des Widerstandsverlaufs erfolgt wiederum analog zum in Abschnitt 4.1.2 beschriebenen Verfahren, wobei statt des Referenzfilms der spezifische Widerstandsverlauf von hochreinem Nickel als Funktion der Temperatur $\rho(T)$ aus [100] genutzt wird.

Der temperaturabhängige elektrische Widerstand von Nickel weist einen für Übergangsmetalle typischen Verlauf auf. Während der Widerstand von Metallen wie Aluminium, Zink oder Zinn bei höheren Temperaturen zuerst linear und danach bis zur Schmelze positiv gekrümmt verläuft [101], zeigt Nickel eine S-förmige Kurve. Die S-Form der Nickel Widerstandskurve ist bedingt durch die unterschiedlichen effektiven Massen der Leitungselektronen im s- und d-Band. Unterhalb der Curie-Temperatur sinkt die Anzahl der für Leitungselektronen zugänglichen Zustände im d-Band, so dass weniger s-Elektronen ins d-Band gestreut werden. Da die effektive Masse der Elektronen im s-Band geringer ist, geht dies mit einer zusätzlichen Absenkung des Widerstands einher [102][103].

Die Curie Temperatur einer Nickel-Nanostruktur ist prinzipiell von ihren Abmessungen abhängig. Wie jedoch in [104] für freistehende, kugelförmige Nickelstrukturen gezeigt wird, ist dies erst ab einem Durchmesser unter 100 nm relevant. Daher kann die Curietemperatur des Nickels, die ursächlich nahe dem Punkt der Krümmungsänderung der Widerstandskur-

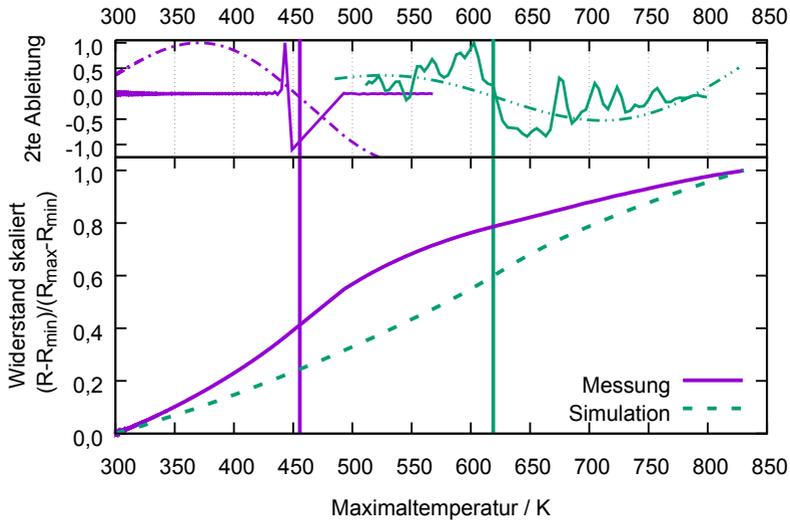


Abb. 4.9.: Messung und Simulation der Widerstands-Temperatur-Kennlinie eines Ni/Si-Bimorph-Doppelbalkens der Breite 250 nm (unten) und der daraus bestimmten zweiten Ableitung (oben) zur Bestimmung der Wendepunkte. Die Punkte der Krümmungsumkehr sind durch vertikale Linien markiert.

ve liegt, als Referenzpunkt für die Bestimmung des Temperaturprofils der Ni/Si-Bimorphstrukturen genutzt werden.

In Abbildung 4.9 weicht jedoch der Punkt der Krümmungsumkehr der Messung von dem der Simulation um einen Wert von ca. 130 K ab. Dies wäre eine erheblich größere Abweichung, als sie selbst für kleinere Strukturen in [104] beobachtet wird. Dort sinkt die Curie Temperatur von 631 K, dem Wert für Ni-Volumenmaterial, auf 585 K für Ni-Partikel mit 2 nm Radius.

Während die Nanostrukturierung von Nickel als Ursache dieser Differenz zwischen den Messdaten der Ni/Si-Bimorph-Nanostruktur und dem für Nickel Volumenmaterial simulierten Verlauf unwahrscheinlich ist, kann möglicherweise ein Größeneffekt des Siliziums verantwortlich sein.

Im Silizium wird bei niedriger Dotierung der Großteil der Wärme durch Phononen transportiert, deren mittlere freie Weglänge bei Raumtemperatur in etwa 250 nm beträgt [105]. Durch das Reduzieren von Dicke und Breite des Siliziumteils der Doppelbalkenstrukturen auf Dimensionen um 250 nm sinkt damit, wie auch in [106] für Silizium-Nanostrukturen gezeigt, die Wärmeleitfähigkeit, was die Energieeffizienz der Nanoaktoren erhöht. In [107] wird für eine Siliziumschichten von 300 nm Dicke ein Absinken

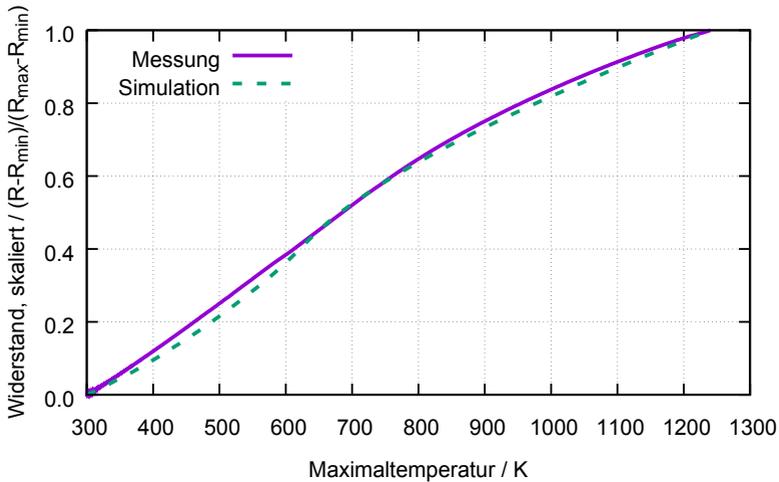


Abb. 4.10.: Widerstand abhängig von der Maximaltemperatur für einen Ni/Si-Bimorph der Breite 250 nm (Probe 2.02Ni aus Tabelle A.2) sowie die Simulation der Widerstandskurve aus Ni Referenzdaten. Die Messdaten sind identisch zu den in Abbildung 4.9 gezeigten, jedoch wird hier für die Berechnung der Temperaturprofile und deren Maximaltemperaturen ein Dimensionskorrekturfaktor von $F = 0,41$ für die Wärmeleitfähigkeit von Silizium angenommen.

der Wärmeleitfähigkeit auf 60 bis 80 % des Wertes von Volumenmaterial gemessen. Neben der Größe der Siliziumelemente spielt auch die Oberflächenrauigkeit eine Rolle bei der Wärmeleitung [108]. Die Untersuchung von Silizium Nanodrähten mit Durchmessern von 115 bis 22 nm in [109] zeigt einen Abfall der Wärmeleitfähigkeit auf 24 bis 8 % des Volumenwertes.

Im Nickel wie auch in Ni-Mn-Ga sind hauptsächlich die Elektronen für den Wärmetransport verantwortlich. Diese weisen bei Raumtemperatur eine mittlere freie Weglänge von einigen hundert Å auf [52, S. 163] und werden durch die Nanostrukturierung bis auf 200 nm nicht beeinträchtigt. Da der Anteil der durch Phononen bedingten Wärmeleitung in den Metallen Nickel und Ni-Mn-Ga gering ist, hat eine Beeinträchtigung des Phononentransports durch Nanostrukturierung von Ni oder Ni-Mn-Ga einen vernachlässigbaren Einfluss auf den Wärmetransport.

Im Folgenden wird daher eine Reduktion der Wärmeleitfähigkeit durch Nanostrukturierung des Siliziums $\kappa_{Si}^{nano}(T)$ angenommen. Die daraus bedingte Abweichung von Volumenmaterialwerten $\kappa_{Si}^{bulk}(T)$ wird nach Gleichung 4.7 durch den Dimensionskorrekturfaktor F berücksichtigt. Für das

Verhältnis der thermischen Leitfähigkeiten von Nanostrukturen und Volumenmaterial sind in [50] mehrere Näherungslösungen angegeben, die den Faktor F auf das Verhältnis von mittlerer freier Weglänge der Phononen im Volumenmaterial und der kleinsten Abmessung eines Nanoelements zurückführen.

$$\kappa_{Si}^{nano}(T) = F \cdot \kappa_{Si}^{bulk}(T) \quad (4.7)$$

Unter Annahme einer größenabhängigen Wärmeleitfähigkeit des Siliziums wird der Dimensionskorrekturfaktor so geändert, dass der Maximaltemperaturwert der Krümmungsumkehr von Messung und Simulation übereinstimmt.

Dies ergibt für Probe 2.02Ni einen Wert von $F = 0,41$. Unter dieser Annahme erhält man Abbildung 4.10, bei der höhere Maximaltemperaturen erreicht werden und Simulations- und Messkurve eine deutlich bessere Übereinstimmung aufweisen.

Die Ni/Si-Bimorph-Nanostruktur in den Abbildungen 4.9 und 4.10 schmilzt bei der höchsten verwendeten Heizleistung an der Spitze. Die durch Anpassung des Dimensionsfaktors ermittelte Maximaltemperatur bei höchster Heizleistung entspricht $T_S(NiSi) = 1235$ K. Dieser Wert ist fern von den Schmelztemperaturen von Silizium, Nickel und Chrom. Er passt jedoch zur Schmelztemperatur von Nickelsilicid [110], das sich durch Lücken in der Chrom Diffusionsbarriere bilden kann.

Zusammenfassung: Die elektrischen Widerstandswerte der Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen werden gegen die Maximaltemperatur von Temperaturprofilen aufgetragen, die wiederum aus der Heizleistung berechnet werden. Die Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen werden mit Referenzwerten verglichen. Dabei zeigt sich eine deutliche Diskrepanz zwischen Referenz und dem betrachteten Ni/Si-Bimorph mit Breite 250 nm. Ein bekannter Größeneffekt der Wärmeleitfähigkeit von nanostrukturiertem Silizium wird als Ursache vermutet. Durch Wahl der Curie-Temperatur als Referenzpunkt wird ermittelt, dass die Wärmeleitfähigkeit des Siliziums in der Ni/Si-Bimorph-Referenzstruktur von 250 nm Breite nur das 0,41-fache des Volumenmaterialwertes beträgt. Da die nanostrukturierten Siliziumsubstrate von Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen und Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen gleiche Abmessungen haben, wird auch für letztere ein thermischer Größeneffekt erwartet.

4.1.5. Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Strukturen mit Nanometerabmessungen

Die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen zeigen im Nanometerbereich rein qualitativ betrachtet einen ähnlich von der Maximaltemperatur abhängigen Widerstandsverlauf wie die in Abschnitt 4.1.3 vorgestellten Bimorphstrukturen im Mikrometerbereich.

Für die Darstellung des Widerstandsverlaufs über den gesamten Leistungsbereich werden die Temperaturprofile und ihre Maximaltemperaturen unter Annahme temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit berechnet.

In Abbildung 4.11 sind die Widerstandskurve eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs der Breite 250 nm sowie die entsprechende Simulation auf Grundlage des 200 nm Referenzfilms dargestellt. Die Abbildung zeigt die Mess- und Simulationswerte unter Vernachlässigung eines thermischen Größeneffekts im Silizium (Dimensionskorrekturfaktor $F = 1$) und eines möglichen Restaustenit-Anteils (0%), sowie unter Annahme des für die Ni/Si-Bimorph-Nanostruktur in Abschnitt 4.1.4 ermittelten Faktors von $F = 0.41$. Der Ni/Si-Bimorph 2.06Ni+ sowie der hier untersuchte Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph 2.05V2D+ haben die gleiche Querschnittsfläche, daher wird angenommen dass beide den thermischen Größeneffekt der Siliziumschicht in gleicher Stärke aufweisen. Zusätzlich wird auf der rechten Seite von Abb. 4.11 ein Restaustenit-Anteil von 32% für die Simulationskurve angenommen. Für die 32% Restaustenit Simulationskurve wird wie in Abschnitt 4.1.1 beschrieben zuerst die Messkurve des temperaturabhängigen Widerstandes des 200 nm Referenzfilms hinsichtlich des Restaustenitanteils modifiziert. Mit dieser modifizierten Kurve werden daraufhin wie in Abschnitt 4.1.2 beschrieben die gemittelten Widerstandswerte in Abhängigkeit der Maximaltemperaturen berechnet.

Die Plausibilität des Dimensionskorrekturfaktors $F = 0,41$ in Abbildung 4.11 folgt sowohl aus dem Vergleich mit der Ni/Si-Bimorph-Referenzstruktur aus Abschnitt 4.1.4 als auch aus der Betrachtung der Temperaturabhängigkeit des Martensits. Unter der Annahme, dass die elektrische Widerstands-Temperatur-Kennlinie $R(T)$ für Filme, die unter gleichen Bedingungen gesputterten wurden gleich ist, lassen sich die Steigungen der Widerstandskurven im linearen Anfangsbereich der Kurven vergleichen. Für einen Dimensionskorrekturfaktor von $F = 1$ beträgt das Verhältnis der Steigungen von Experiment und Simulation $S_{Exp}/S_{Sim}|_{F=1} = 1,72$, während sich für $F = 0,41$ ein Wert nahe eins ($S_{Exp}/S_{Sim}|_{F=0,42} = 0,94$) ergibt. Geht man hingegen von der Annahme aus, dass die Austenit-Starttemperatur von Simulation und Messkurve identisch sein müssen, erhält man einen

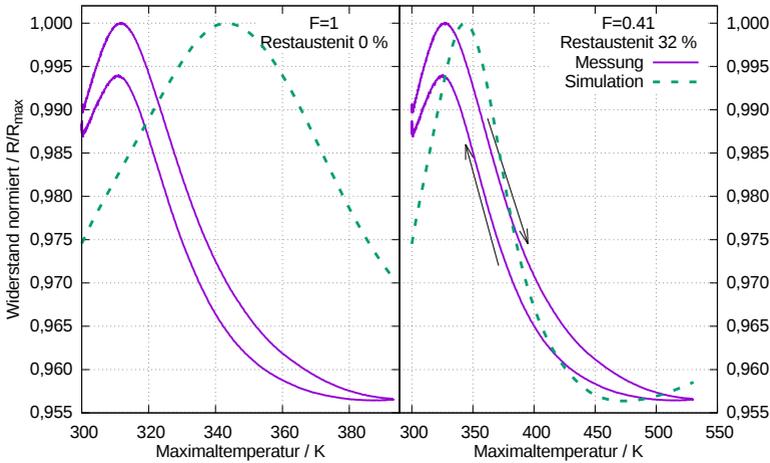


Abb. 4.11.: Experimentelle und simulierte Widerstands-Temperatur-Kennlinie Widerstandsmesswerte einer Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostruktur (Probe 2.05V2D+ nach Tab. A.2), aufgetragen gegen die Maximaltemperatur der aus der Heizleistung errechneten Temperaturprofile, sowie eine Simulation aus dem 200 nm Referenzfilm. Die Temperaturprofile und Maximaltemperaturen der linken Seite werden mit einem Dimensionskorrekturfaktor von $F = 1$, die entsprechenden Werte der rechten Seite mit einem Faktor von $F = 0,41$ berechnet. Für die Simulation auf der linken Seite wurde kein Restaustenit berücksichtigt, auf der rechten Seite wurde ein Restanteil von 32 % im Vergleich zum 200 nm Referenzfilm angenommen.

Dimensionskorrekturfaktor von $F = 0,21$ und ein Steigungsverhältnis im Martensit von 6,13, was unplausibel und inkonsistent erscheint.

Unter Berücksichtigung der Korrektur durch verbleibenden Austenitanteil, Wärmeleitfähigkeit des Siliziums und Temperaturprofil folgt eine gute Übereinstimmung von Simulation und Experiment. Allerdings tritt eine charakteristische Verschiebung von A_s um ca 22 ± 2 K auf.

Tabelle 4.3 listet einige Kennwerte verschiedener Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen auf, darunter auch die Verschiebung der Austenit-Starttemperatur und zwei Dimensionskorrekturfaktoren F und F' . F ist dabei der Wert, der für einen Ni/Si-Bimorph nach der Methode in Abschnitt 4.1.4 bestimmt wird. Dabei haben die untersuchten Ni/Si-Bimorphstrukturen die gleichen Breiten und Dicken hinsichtlich des Siliziums wie die in Tabelle 4.3 angegebenen Proben.

Daneben sind die kleinste laterale Abmessung sowie der Anteil des Restaustenits in Relation zum 200 nm Referenzfilm angegeben. Letzterer

zeigt, wie ebenfalls in Abbildung 4.13 zu sehen ist, keinen Zusammenhang mit den Abmessungen der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen. Dagegen zeigt sich in Tabelle 4.3 eine deutliche Verschiebung der Austenit-Starttemperatur. Denn während die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Mikrometerabmessungen keine Verschiebung der Austenit-Starttemperatur zeigen, weisen die Nanostrukturen die genannte Verschiebung von 22 ± 2 K hin zu niedrigeren Temperaturen auf. Ein abruptes Eintreten einer größeren Verschiebung zeigt sich für die kleinste Probe von 200 nm Breite. Obwohl dieser Probe kein Dimensionsfaktor zugeordnet werden kann, lässt sich die Temperaturverschiebung bestimmen, da die kleinste Probe bereits bei geringsten elektrischen Messströmen ihr Widerstandsmaximum aufweist. Damit liegt dieses unabhängig vom Dimensionsfaktor bei 300 K.

Der Dimensionsfaktor F sinkt deutlich mit der Breite der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen, entsprechend des in Abschnitt 4.1.4 erwähnten Größeneffekts der Wärmeleitfähigkeit von nanostrukturiertem Silizium. Die zur Plausibilitätsprüfung angegebenen Werte F' , die anhand des linearen Widerstandsverlaufs des Martensits ermittelte werden, liegen nahe bei den F -Werten.

Die in Abbildung 4.11 auf der rechten Seite dargestellte Verschiebung der Messkurve auf der Abszisse entspricht einer gegenüber dem simulierten Verlauf um ca. 20 K reduzierten Austenit-Starttemperatur. Um diese Interpretation zu untermauern werden zusätzliche Experimente durchgeführt, um den möglichen Einfluss des Elektronenstrahls in Form einer Erwärmung auszuschließen. Alle Messungen wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV durchgeführt, übliche Strahlströme liegen zwischen 10 nA und 50 nA. Dies entspricht einer Leistung von 50 bis 250 μ W.

Um den Wärmeeintrag des Elektronenstrahls zu untersuchen, wird die kleinste Probe mit einer Breite von 150 nm so weit durch Erhöhung des elektrischen Stroms der Vierleitermessung erhitzt, bis sie sich im Bereich der Phasenumwandlung befindet. Der Verlauf des Widerstands gegen die Heizleistung ist in Abbildung 4.12 dargestellt. Nachdem die gewünschte Heizleistung bei ca. 22 μ W erreicht wird, bleibt der Heizstrom konstant, während Strom und Spannung weiterhin gemessen werden. Dieser Punkt ist in Abbildung 4.12 mit einem grünen Rahmen markiert. Bei konstantem Heizstrom wird nun die Beschleunigungsspannung des REMs an- und ausgeschaltet. Dieser Vorgang ist im Kasten in Abbildung 4.12 als Widerstandsverlauf gegen die Messzeit dargestellt. Nach unten zeigende Pfeile symbolisieren den Aus-, nach oben weisende Pfeile dagegen den Einschaltvorgang. Würde der Elektronenstrahl des REMs eine Erwärmung der Nanostrukturen verursachen, so wäre nach Deaktivieren des Strahls eine Widerstandserhöhung zu beobachten. Stattdessen wird lediglich ein Rauschen

Probe	Breite μm	Rest-Austenit %	ΔT K	$F: T_C$ v. Ni	$F': \rho_M(T)$
1.04V2D+	0,2	13	40	-	0,39
2.05V2D+	0,25	32	20	0,41	0,42
3.05V2D+	0,3	34	21	0,55	0,56
4.05V2D+	0,35	32,5	24	0,62	0,64
5.04V2D+	0,4	35	23	-	0,68
6.03V2D+	0,45	34	23	0,63	0,67
μ -8	2	10*	0	-	1

Tab. 4.3.: Auflistung der Kennwerte einiger Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit einer Si Schichtdicke von 250 nm. Der prozentuale Anteil der Austenit Restschicht bezieht sich auf den 200 nm dicken Referenzfilm. Die ΔT Werte geben die Verschiebung der Austenit-Starttemperaturen in Relation zu den entsprechenden Temperaturen im 200 nm dicken Referenzfilm an. Die Dimensionskorrekturfaktoren F werden aus den Messdaten von Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen gleicher Breite ermittelt. Zum Vergleich sind die Dimensionskorrekturfaktoren F' angegeben, die unter der Annahme identischer Steigung des elektrischen Widerstands im Martensit von Simulations- und Messkurve bestimmt werden. Bei leeren Feldern wurde der charakteristische Punkt, der zur Bestimmung des Wertes dient, durch Aufheizen nicht erreicht. *Der Restaustenitanteil der Probe μ -8 bezieht sich im Gegensatz zu den übrigen Proben auf den 1 μm Referenzfilm.

der elektrischen Spannung gemessen.

Beim Vergleich der Widerstandsmesskurven in Abschnitt 4.1.3 für die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Mikrometerabmessungen wurde bereits beobachtet, dass der relative Widerstandsabfall ΔR_{rel} nach Gleichung 4.1 der simulierten Kurven größer als der der gemessenen ist. Ein entsprechendes Verhalten zeigt sich auch bei den Messungen an den Ni-Mn-Ga/Si Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen. Abbildung 4.13 zeigt den relativen Widerstandsabfall aufgetragen gegen die Breite der Doppelbalken für mehrere Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen. Dabei wird zwischen den beiden Silizium Schichtdicken von 250 nm und 350 nm unterschieden. Der relative Widerstandsabfall der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstruktur μ -8 mit Breite 2 μm ist als Referenzlinie eingezeichnet.

Während in Abbildung 4.13 kein Zusammenhang des relativen Widerstandsabfalls mit der lateralen Abmessung der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen zu erkennen ist, existieren jedoch Abweichungen zwischen Strukturen mit verschiedenen Siliziumschichtdi-

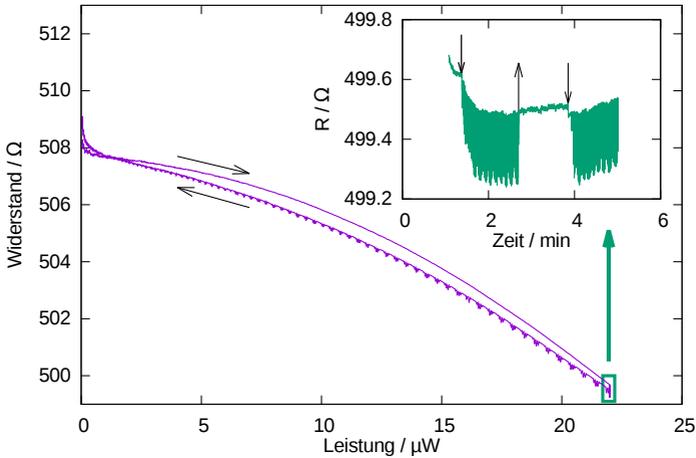


Abb. 4.12.: Widerstandsmessung bei Beheizen der Probe 1.10V2A (Tab. A.2) zur Untersuchung eines Wärmeeintrags durch den Elektronenstrahl im REM. Der Widerstandsverlauf ist gegen die Heizleistung aufgetragen. Bei einem Leistungswert von $22 \mu\text{W}$ wird der Nano-Bimorph nicht weiter erhitzt. Dieser Punkt ist mit einem grünen Rechteck markiert. Die eingefügte Abbildung zeigt den Widerstandsverlauf gegen die Zeit, während der Heizstrom konstant gehalten wird. Pfeile nach unten zeigen das Deaktivieren, Pfeile nach oben das Aktivieren der Beschleunigungsspannung. Der sehr steil abfallende Teil der Widerstandskurve bei einer Leistung $< 1 \mu\text{W}$ wird durch die geringe *offset* Spannung des Messgerätes verursacht.

cken.

Eine mögliche Erklärung der unterschiedlichen relativen Widerstandsabfälle für verschiedene Silizium Schichtdicken in Abb. 4.13 könnte eine durch den Herstellungsprozess bedingte Veränderung der Substratoberfläche sein.

Die Fertigung der Siliziumdoppelbalkenstrukturen, die abschließend mit Ni-Mn-Ga besputtert werden, verläuft für die Nanostrukturen aus Abbildung 4.13 beider Silizium Schichtdicken identisch bis zu dem Punkt, an dem sie auf ihre entsprechenden Schichtdicken gedünnt werden. Die sehr kurzen Ätzzzeiten der beiden Dünnungsprozesse können die Oberflächen unterschiedlich beeinflussen und im Fall der 250nm dicken Siliziumschicht die Bildung von „gefrorenen“ Austenits begünstigen.

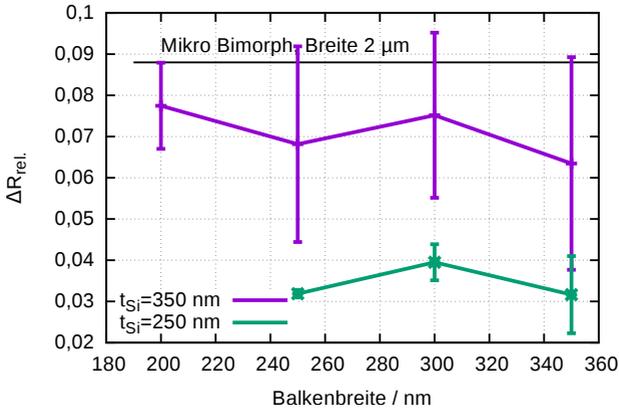


Abb. 4.13.: Relativer Widerstandsabfall $\Delta R_{rel} = (R_{max} - R_{min})/R_{max}$ der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstruktur mit 200nm Ni-Mn-Ga Schichtdicke in Abhängigkeit der Balkenbreite. Die Werte sind nach der Dicke der Siliziumschicht t_{Si} getrennt. Der in Tabelle 4.2 angegebene Referenzwert für den Bimorph μ -8 mit Breite 2 μ m ist als Linie eingezeichnet. Den Fehlerbalken liegt eine Probenanzahl von 12, 16, 16 und 7 für $t_{Si} = 350$ nm und 4,3 und 3 für $t_{Si} = 250$ nm zugrunde (v.l.n.r).

Zusammenfassung: Der Verlauf des elektrischen Widerstandes mit der Maximaltemperatur der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen weist einen deutlichen Unterschied zu den auf den Referenzfilmen basierenden Simulationen auf. Diese Unterschiede können zum einen durch einen Anteil an Austenit, der sich auch bei niedrigen Temperaturen nicht in Martensit umwandelt, erklärt werden. Der Restaustenit hat einen Anteil von ca. 32% relativ zum 200nm Referenzfilm. Zum anderen wird ein Größeneffekt im Ni-Mn-Ga beobachtet, der bei der Verkleinerung von Bimorphstrukturen mit Mikrometer- auf Nanometerabmessungen deutlich wird, und der einen plötzlichen Anstieg bei den kleinsten hergestellten Strukturen zeigt. Er äußert sich für Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Breiten von 200 bis 450 nm in einer Absenkung der Austenit-Starttemperatur von maximal 40 K.

Eine Verfälschung der Messungen durch einen Wärmeeintrag des REM Elektronenstrahls kann ausgeschlossen werden, wie durch Widerstandsmessungen bei an- und ausgeschaltetem Elektronenstrahl gezeigt wird.

Der in Abschnitt 4.1.4 beobachtete Größeneffekt der Wärmeleitfähigkeit von Silizium ist auch bei den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen zu beobachten. Durch die Bestimmung der Verschiebung der Um-

wandlungstemperaturen von 20 K sowie der Dimensionskorrekturfaktoren können die Temperaturprofile der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen bestimmt werden, was im folgenden Abschnitt zur Simulation der Auslenkung und zur Bestimmung der thermomechanischen Eigenschaften der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen genutzt wird.

4.2. Auslenkungsverhalten der Bimorph Nanostrukturen

In diesem Abschnitt werden die Auslenkungsmessungen an nanostrukturierten Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphen und Ni/Si-Bimorphen vorgestellt.

Mit der Bestimmung der Temperaturprofile und deren Maximaltemperaturen lassen sich die in Abhängigkeit der Heizleistung gemessenen Auslenkungsdaten $z(P)$ ebenso wie die Widerstandsmessdaten gegen die Maximaltemperatur als $z(T_{max}(P))$ auftragen.

Bei den Ni/Si-Bimorph-Nanostrukturen ist die Ursache einer Auslenkung bei Erhitzung die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten α . Es handelt sich um rein thermische Bimorphe.

Auch zwischen Ni-Mn-Ga und Si existiert eine Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Zusätzlich zu dem dadurch bedingten thermischen Bimorph-Verhalten kann der Formgedächtniseffekt zum tragen kommen, wie bereits in Abschnitt 2.5.1 beschrieben ist.

Abbildung 4.14 zeigt schematisch den erwarteten Verlauf der Auslenkung bei Erhitzen eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs. Dies geschieht unter der Annahme, dass die während der Abkühlung nach dem Ni-Mn-Ga-Abscheidungsprozess auftretenden kritischen Dehnungen und Spannungen in den Strukturen eine Umorientierung der Martensitvarianten und damit eine Spannungsrelaxation ermöglichen.

Der thermische Bimorph-Effekt verursacht dabei eine Auslenkung nach unten, während der Formgedächtniseffekt diesem entgegen gerichtet zu einer Auslenkung nach oben führt.

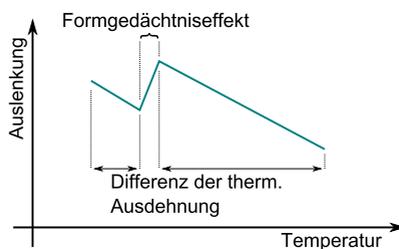


Abb. 4.14.: Schematische Darstellung des erwarteten Auslenkungsverlaufs eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs in Abhängigkeit der Temperatur

Um die Auslenkungen von Nanoaktoren verschiedener Längen miteinander vergleichen zu können, werden die Daten basierend auf dem Zusammenhang zwischen Krümmungsradius r und Auslenkung eines einseitig eingespannten Balkens z als z_{rel} aufgetragen.

In Abbildung 4.15 sind die Beziehungen zwischen einem Balken im flachen und im ausgelenkten Zustand eingezeichnet. Für die Auslenkung gilt $z = \gamma \cdot L'$ für einen kleinen Winkel $\gamma = \alpha/2$. Der Winkel α wiederum lässt sich durch $\alpha = L/r$ beschreiben. Nimmt man für kleine Auslenkungen $L' \approx L$ an, so erhält man für die Auslenkung eine Skalierung mit dem Quadrat der Balkenlänge $z \approx 0,5 \cdot L^2/r$. Eine von der Länge unabhängige Größe der Balkenauslenkung ist damit die relative Auslenkung $z_{rel} = z/L^2$.

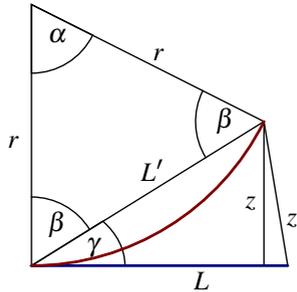


Abb. 4.15.: Winkelbeziehungen bei reiner Biegung eines Balkens. Die Biegelinie des Balkens ist blau im unbelasteten, rot im ausgelenkten Zustand eingezeichnet. Daneben sind der Krümmungsradius r , die Balkenlänge L , die Balkenauslenkung z sowie die Winkel α , β und γ eingezeichnet.

4.2.1. Simulation des Auslenkungsverhaltens thermischer Bimorphe

Zur Berechnung der Auslenkung von Bi- sowie Multimorphen, die aus mehreren Schichten von unterschiedlichen Materialien bestehen, existieren mehrere analytische Lösungsansätze [53, 54].

Diesen Berechnungen liegt jedoch die Annahme geringer Auslenkung und konstanter Temperatur zu Grunde, was in den hier vorgestellten Versuchen nicht der Fall ist. Wie in Abbildung 4.16 gezeigt, können die analytischen Lösungen mehrerer homogener Balkensegmente numerisch zur Biegelinie eines inhomogen beheizten Balkens zusammengesetzt werden. Ein Balken wird in N Segmente von näherungsweise homogener Temperatur unterteilt, für die jeweils die Gleichung 2.19 eines homogen erhitzten Bimorphs angewendet wird um die Krümmungsradii r_i bei homogener Temperatur T_i zu bestimmen. Die verwendete analytische Formel wird in Abschnitt 2.5.3 näher beschrieben. Aus den Krümmungsradii und der Länge der Balkensegmente errechnet man die Winkel φ_i sowie die Position der

Spitze des Balkensegments als Vektor im Koordinatensystem $[x', y']$. Danach werden die einzelnen Vektoren durch Rotation um φ_i in das gemeinsame Koordinatensystem $[x, y]$ überführt und zusammengesetzt, wodurch sich die Biegelinie des inhomogen beheizten Balkens ergibt.

Für die in Abschnitt 4.1 ermittelten Temperaturbereiche müssen temperaturabhängige Materialparameter in der Simulation der Auslenkung verwendet werden. Deren Wertebereich ist in Tabelle 4.4 für Temperaturen von 300 bis 800 K zusammengefasst.

Für Silizium kann der thermische Expansionskoeffizient als Polynom vierten Grades an die Messdaten aus [111] angepasst werden. Der Wert für den Elastizitätsmodul des Siliziums in $\langle 110 \rangle$ Richtung stammt aus [112], seine Temperaturabhängigkeit ist vernachlässigbar.

Der thermische Expansionskoeffizient α_{Ni} von Nickel ist nichtlinear und wird aus der Messkurve aus [100] interpoliert, um in der Auslenkungssimulation die entsprechenden Werte $\alpha_{Ni}(T)$ zu erhalten. Die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls von Nickel lässt sich über eine lineare Regression der Daten $((-0,0717 \cdot T + 230,5))$ beschreiben [113, 114].

Die Materialparameter für Ni-Mn-Ga hängen stark von der stöchiometrischen Zusammensetzung der Legierung ab. Von Aaltio et.al. wurden gegossene Ni-Mn-Ga-Legierungen mit unterschiedlicher stöchiometrischer Zusammensetzung untersucht [115]. Dabei wurden für den Elastizitätsmodul polykristalliner Ni-Mn-Ga Legierungen im Martensit Werte von 50 bis 105 GPa und im Austenit Werte von 10 bis 40 GPa gefunden. Bei Ohtsuka et. al. weisen gesputterte polykristalline Filme Werte von 130 GPa im Martensit und 100 GPa im Austenit auf [116]. In [117] wurden die Elastizitätsmoduln für einkristalline Dünnschichten gemessen, dort finden sich Werte von 10 GPa für Austenit und 50 bis 60 GPa für Martensit. Der thermische Expansionskoeffizient von $Ni_{52,2}Mn_{26,8}Ga_{21,0}$ wurde von Asegui-nolaza et.al. bestimmt [118, 119]. Für Austenit ergab sich dort ein Wert von $23 \cdot 10^{-6}/K$, während die thermische Expansion im Martensit stark anisotrop verläuft. Es ergeben sich thermischen Expansionskoeffizient von $96 \cdot 10^{-6}/K$ für die c-Achse sowie $1,6 \cdot 10^{-6}/K$ für die a-Achse.

Die Simulation der Auslenkung soll einen thermischen Bimorph unter einem Temperaturgradienten modellieren und stellt somit den Formgedächtniseffekt nicht dar. Jedoch wird die mit der Phasenumwandlung eintretende Veränderung des Elastizitätsmoduls und der thermischen Ausdehnung berücksichtigt. Dazu wird die Mischfunktion $\xi(T)$ in Gleichung 4.8 genutzt. Sie stellt den Übergang von Martensit $\xi(T \ll A_S) \rightarrow 1$ zu Austenit $\xi(T \gg A_S) \rightarrow 0$ in Abhängigkeit der Temperatur sowie den Martensit Start- und Endtemperaturen dar. Über den Parameter p lässt sich die Steigung des Übergangsbereichs einstellen. Der passende Wert für p wird mit

Hilfe der temperaturabhängigen Widerstandskurve des 200 nm Referenzfilms bestimmt, indem zuerst die linearen Widerstandsverläufe von Martensit $R_M(T)$ und Austenit $R_A(T)$ ermittelt werden. Mit diesen lässt sich der Widerstandsverlauf über den Bereich der Phasenumwandlung durch Gleichung 4.9 annähern. Die besten Anpassung der Funktion $R_{NiMnGa}(T)$ aus Gleichung 4.9 an die Widerstandsmessdaten des 200 nm Referenzfilms ergibt sich für einen Wert $p = 6$.

$$\xi(T) = \left(1 + \exp \left(p \cdot \frac{(T - \frac{1}{2}(A_S + A_F))}{(A_F - A_S)} \right) \right)^{-1} \quad (4.8)$$

$$R_{NiMnGa}(T) = R_M(T) \cdot \xi(T) + R_A(T) \cdot (1 - \xi(T)) \quad (4.9)$$

$$E_{NiMnGa}(T) = E_M \cdot \xi(T) + E_A \cdot (1 - \xi(T)) \quad (4.10)$$

$$\alpha_{NiMnGa}(T) = \alpha_M \cdot \xi(T) + \alpha_A \cdot (1 - \xi(T)) \quad (4.11)$$

Mit Hilfe der Mischfunktion kann nun die durch die Temperatur bzw. die Phasenumwandlung bedingte Änderung des Elastizitätsmoduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten über die Gleichungen 4.10 und 4.11 beschrieben werden.

Für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Martensits wird in den folgenden Simulationen ein über die Kristallachsen gemittelter Wert von $\alpha_M = 33 \cdot 10^{-6} / \text{K}$ verwendet. Für die Elastizitätsmodule für Martensit und Austenit werden die entsprechenden Werte in Tabelle 4.4 gemittelt.

4.2.2. Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen mit Nanometerabmessungen

Die Auslenkung der Nickel-Silizium-Bimorphe wird unter Annahme der Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls und der Wärmeleitfähigkeit berechnet.

In Abbildung 4.17 ist die Messung der relativen Auslenkungen eines Nickel/Silizium Bimorphs mit 250 nm Breite sowie die Simulation der Auslenkung unter Annahme eines konstanten sowie eines temperaturabhängigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten dargestellt. Das Ni/Si-Verbundmaterial verhält sich von 300 K bis 450 K entsprechend der thermischen Ausdehnungskoeffizienten und Elastizitätsmoduln, wie sie in der Literatur für reine Volumenmaterialien angegeben sind (s. Tabelle 4.4). Danach weicht der Ni/Si-Bimorph vom simulierten Verlauf ab.

Die Datenpunkte der Auslenkungsmessung in Abbildung 4.17 nehmen zur Curie-Temperatur hin ab. Dies wird durch das Vorgehen beim Beheizen

der Doppelbalken verursacht. Da der Heizstrom in gleichmäßigen Schritten erhöht wird, die elektrische Spannung über den Ni/Si-Bimorph in Richtung der Curie-Temperatur bei 630 K jedoch stark ansteigt, sorgt dies für eine ungleichmäßige Schrittweite der Heizleistung, und damit der Maximaltemperatur.

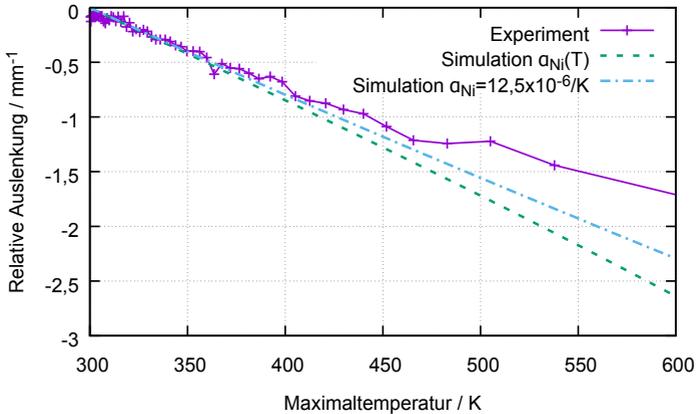


Abb. 4.17.: Auslenkungsmessung an einer Ni/Si-Bimorph-Nanostruktur der Breite 250 nm (Probe 2.06Ni). Zusätzlich sind die nach Gleichung 2.19 berechneten Auslenkungen für konstante und temperaturabhängige thermische Ausdehnungskoeffizienten gezeigt.

4.2.3. Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit Nanometerabmessungen

Hochauflösende Messungen an den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen wie in Abbildung 4.18 zeigen den Verlauf der Auslenkung. Die Balkenspitze bewegt sich zuerst linear mit der Temperatur nach unten, entsprechend der Simulation eines thermischen Bimorphs. Das lineare Segment der Auslenkung entspricht in etwa dem Bereich, in dem die Phasenumwandlung noch nicht eingesetzt hat, wie am linearen Anstieg der Widerstandskurve zu sehen ist. Danach weicht die Auslenkung vom linearen Verhalten ab, der Aktor bewegt sich stärker nach unten, bis er in einen flacheren Verlauf übergeht. Die Korrelation der Abweichung vom linearen Auslenkungsverhalten mit der Widerstandskurve, wie sie schwächer auch bei breiteren Bimorphen zu sehen ist, deutet auf einen Zusammenhang mit der Phasenumwandlung hin. Auch die Simulation des thermischen

Bimorphs zeigt eine Verflachung des Auslenkungsverlaufs. Dies geschieht aufgrund der Veränderung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten und des E-Moduls mit der Phasenumwandlung. Der Formgedächtniseffekt tritt nicht in Form der erwarteten Auslenkungsanomalie auf (s. Abb. 4.14).

Die absolute Auslenkung des Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs in Abbildung 4.18 beträgt ca. $1,2\mu\text{m}$. Nimmt man an, dass sich die Auslenkungskurve in lineare Teilsegmente zerlegen lässt, so kann man durch eine lineare Anpassung an diese Segmente den Messfehler bestimmen. Für Abbildung 4.18 lässt sich so ein maximaler Fehler von $\pm 60\text{nm}$ sowie eine Standardabweichung von $\pm 10\text{nm}$ finden. Allgemein ist die Auflösung der Auslenkung prinzipiell von der Vergrößerung des REM abhängig.

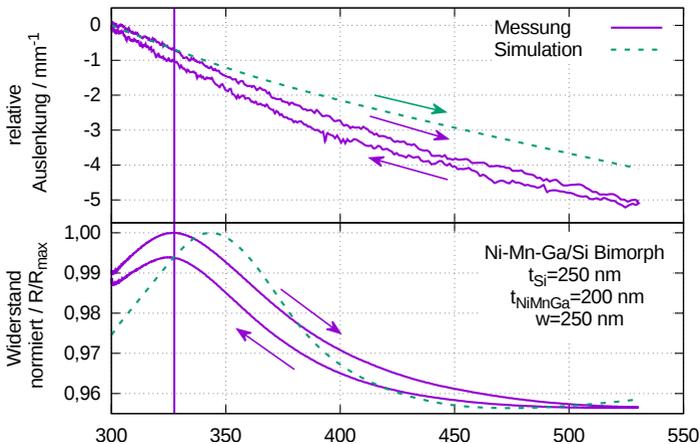


Abb. 4.18.: Messung und Simulation von Widerstand und Auslenkung der Probe 2.05V2D+, mit einem Dimensionskorrekturfaktor $F = 0,41$. Das Maximum der Widerstandskurve und damit der Beginn der Phasenumwandlung korreliert mit dem Abweichen der Auslenkungen von Messung und Simulation.

Entgegen der idealisierten Beschreibung aus Abschnitt 2.5.1 führt eine steigende Temperatur der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe mit Mikro- und Nanometerabmessungen jedoch ausschließlich zu einer Auslenkung nach unten. Da die Phasenumwandlung anhand der Widerstandsmessungen nachgewiesen werden können, liegt die Ursache der Dominanz des thermischen Bimorpheffekts über den Formgedächtniseffekt möglicherweise in einer fehlenden oder zu geringen pseudoplastischen Deformation aufgrund zu ge-

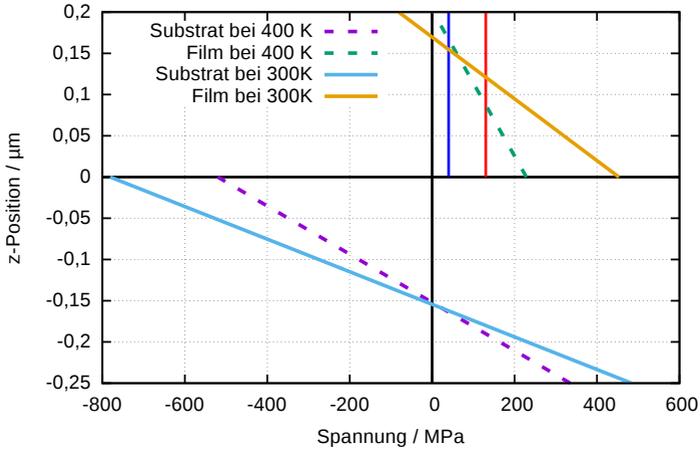


Abb. 4.19.: Errechnetes Stressprofil entlang der z-Achse einer Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostruktur (Probe 2.05V2D+) beim homogenen Abkühlvorgang von der Sputtertemperatur von 773 K auf Raumtemperatur. Bei 400 K befindet sich das Material noch im Austenit (A), während bei 300 K der Elastizitätsmodul von Martensit (M) angenommen wird. Die verwendeten Materialparameter sind die in Tabelle 4.4 angegebenen Werte, bzw. die gemittelten Wertebereiche. Der Berechnung liegt Gleichung 2.13 zugrunde. Die blaue vertikale Linie bezeichnet die für eine pseudoplastische Verformung minimal benötigte Spannung nach [120]. Die rote vertikale Linie zeigt die Bruchspannung für Ni-Mn-Ga nach [120].

ringer mechanischer Spannung. Daher wird im Folgenden der Spannungs- und Dehnungsverlauf in den Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen betrachtet.

Die Herstellung der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe findet bei einer Substrattemperatur von ca. 773 K statt. Die durch die homogene Abkühlung entstehende Spannung in Film und Substrat ist für einen Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph mit Nanometerabmessungen in Abbildung 4.19 dargestellt. Der Berechnung liegt Gleichung 2.13 zugrunde. Die verwendeten Materialparameter sind die in Tabelle 4.4 angegebenen Werte, für Wertebereiche wurde eine Mittelung vorgenommen.

In Abbildung 4.19 kann eine Zugspannung von ca. 100 MPa in der Mitte des Films bei 400 K abgelesen werden. Für Ni-Mn-Ga werden kritische Spannungswerte von 30 bis 200 MPa für Zug- bzw. Druckspannungen gemessen [120][121]. Verglichen mit diesen sollten die im Film erreichten Werte ausreichend sein, um eine pseudoplastische Deformation einzuleiten. Andererseits ist angesichts derart hoher Filmspannungen nicht auszu-

schließen, dass beim Abkühlvorgang Relaxationsprozesse auftreten, die die Filmspannung reduzieren. So ist bei den hohen Spannungen im Austenit bei 400 K von über 200 GPa an der Grenzfläche zum Silizium (s. Abbildung 4.19) durchaus bereits eine plastische Deformation des Austenits zu vermuten. Vergleichsweise wird in [120] ein Materialbruch von Ni-Mn-Ga bei einer Spannung von 130 MPa beobachtet. Auch die Filmdehnungen, die sich aus Abbildung 4.19 über Division der Spannungswerte durch die E-Module berechnen lassen, sind mit 0,5 % an der Grenzfläche relativ gering, so dass die pseudoplastische Deformation im Martensit nicht voll ausgenutzt wird.

Die Sputtertemperatur von 773 K entspricht ca. 50 % der Schmelztemperatur von Ni-Mn-Ga Legierungen [122]. Damit kommen als Relaxationsprozesse insbesondere durch hohe Temperaturen induzierte Kriechmechanismen in Frage [123].

Dass Stattfinden einer Spannungsrelaxation kann anhand der Auslenkung der Bimorphe nach dem Abkühlen beobachtet werden. Die theoretische Auslenkung des Bimorphs, auf dem die Berechnung der Spannungen in Abbildung 4.19 beruhen, beträgt 3,5 μm . Tatsächlich ist der Nanobimorph nur um 0,6 μm ausgelenkt.

Die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe mit einer Siliziumschichtdicke von 350 nm zeigen eine andere Widerstands- und Auslenkungscharakteristik. Abbildung 4.20 zeigt die Widerstands- und Auslenkungskurve für einen 250 nm breiten und insgesamt 550 nm dicken Bimorph, der aus 200 nm dickem Ni-Mn-Ga und 350 nm dickem Silizium besteht. Bei der Anpassung des relativen Widerstandsabfalls der Simulation an die Messkurve werden im Vergleich zum 200 nm Referenzfilm 11 % weniger Restaustenit angenommen. Weiterhin ist die Auslenkung deutlich geringer, was sich nicht durch die größere Siliziumschichtdicke erklären lässt. In Abbildung 4.20 werden nicht die Werte aus Tabelle 4.4, sondern eine thermische Ausdehnung von $20 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ für Martensit und $15 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ für Austenit verwendet, um die Berechnung der Auslenkung an die Messwerte anzupassen. Wie in Tabelle 4.4 angegeben weist die thermische Ausdehnung im Martensit eine große Anisotropie auf. Eine thermische Ausdehnung, die vom über die Kristallachsen gemittelten Wert von $33 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ abweicht, kann auf eine bevorzugte Orientierung der Körner hindeuten. Andererseits zeigt das größere ΔR_{rel} , dass in dieser Probe mehr Ni-Mn-Ga umwandelt als im 200 nm Referenzfilm, der für die Simulation genutzt wird. Verwendet man dagegen die Widerstandsdaten des 1 μm Films als Referenz, so zeigt die Simulation ein größeres ΔR_{rel} als die Messung. Auch hier tritt der Formgedächtniseffekt nicht wie in Abschnitt 2.5.1 erwähnt auf. Während einige Eigenschaften durch einen unterschiedlichen Herstellungsprozess beeinflusst werden, führt dies

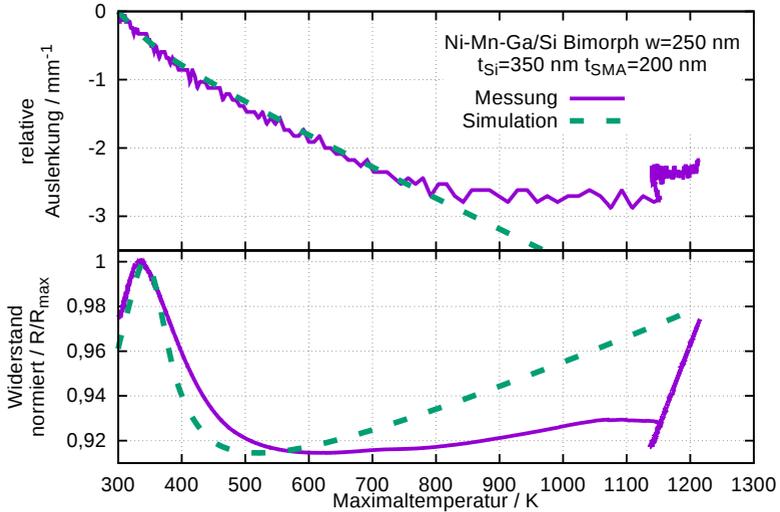


Abb. 4.20.: Berechnungen und Messungen beziehen sich auf Probe 2.04V2A. Der dimensionsabhängige Korrekturfaktor der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit wird anhand eines Ni/Si-Bimorphs mit gleicher Querschnittsfläche des Siliziums auf $F = 0,55$ geschätzt. Der untersuchte Bimorph schmilzt bei hoher Leistung vollständig durch, was anhand des sprunghaften Anstiegs des Widerstands sichtbar wird.

zu keiner Veränderung der wesentlichen Schlussfolgerungen.

Abbildung 4.21 vergleicht die Auslenkungsmessungen an einem Ni-Mn-Ga/Si und einem Ni/Si-Bimorph mit je 250 nm Breite. Der thermische Bimorph-Effekt dominiert das Auslenkungsverhalten des Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs. Die gemessene Auslenkung überragt auch die des Ni/Si-Bimorphs.

Mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Martensit von $33 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ übertrifft Ni-Mn-Ga alle Metalle, einschließlich Aluminium ($23 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), Blei ($29 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und Zink ($30 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Darüber hinaus ist die elektrische und damit auch die Wärmeleitfähigkeit von Ni-Mn-Ga niedriger als die der oben genannten Metalle, was die benötigte Heizleistung senkt und die Energieeffizienz der Bimorphaktoren erhöht.

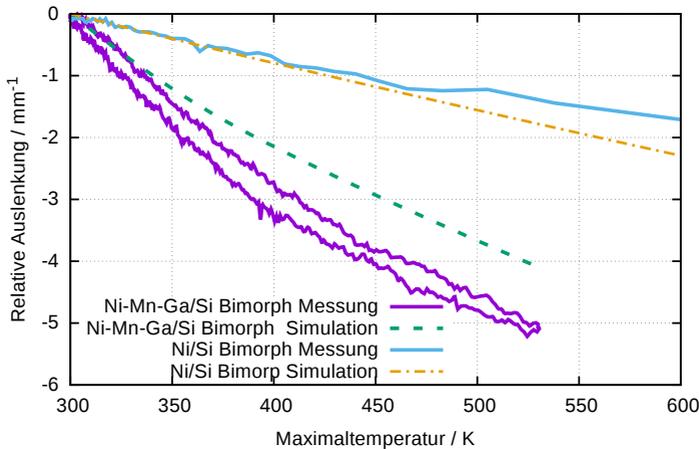


Abb. 4.21.: Vergleich eines Ni/Si und eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs (Probe 2.06Ni+ sowie 2.05V2D+) mit bis auf die Länge gleichen Abmessungen.

Zusammenfassung: Die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen zeigen aufgrund ihrer hohen thermischen Ausdehnung einen äußerst starken Bimorph-Effekt, der deutlich über dem der Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen sowie anderer möglicher Metall/Silizium-Bimorphe liegt. Während in den Messkurven mit Eintreten der Phasenumwandlung eine Steigungsänderung der Auslenkung zu beobachten ist, zeigen Auslenkungssimulationen, dass diese ihre Ursache in der Veränderung der Materialparameter (thermischer Ausdehnungskoeffizient und E-Modul) haben, und nicht auf den Formgedächtniseffekt zurückzuführen sind.

Die Berechnung der Spannungsverhältnisse in einem Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph nach der Herstellung bei 773 K und dem anschließenden Abkühlen zeigt, dass insbesondere an der Materialgrenzfläche hohe Zugspannungen auftreten können. Diese können zu einer plastischer Deformation im Austenit führen, auch in Form von Kriechprozessen bei höheren Temperaturen, die bereits zu einer Spannungsrelaxation führen, bevor das Ni-Mn-Ga in Martensit umwandelt und Spannungen durch pseudoplastische Deformation abbauen kann. Die Annahme von Relaxationsprozessen wird dadurch bestätigt, dass die Balkenauslenkung bei Raumtemperatur nach der Schichtabscheidung deutlich niedriger ist als durch Berechnung rein thermischen Bimorphverhaltens zu erwarten ist. Zusätzlich treten die höchsten Spannungen und damit die höchsten Dehnungen an der Materialgrenzfläche auf, an der jedoch das beobachtete Restaustenit vermutet wird. Damit erfährt der Martensit vergleichsweise kleine Dehnungen, die vom thermischen Bimorph-Effekt übertroffen werden.

4.3. Kraftmessungen an Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanoaktoren

Parallel zur Messung von elektrischem Widerstand, Heizleistung und Auslenkung ermöglicht das In-situ-Messsystem, die Kraft, die ein Nanoaktor ausübt zu messen sowie den Aktor mit einer gewünschten Kraft auszulenken.

In Abbildung 4.22 ist auf der linken Seite eine REM Aufnahme eines Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph mit Nanometerabmessungen (Probe 6.10V1) sowie der Spitze des Kraftmesssystems dargestellt. Die Aufnahme des Bimorphs im kalten, durch die Filmspannung beim Abkühlen nach oben ausgelenkten Zustand sowie im erhitzen, nach unten ausgelenkten Zustand sind überblendet dargestellt. Die maximale Auslenkung von $8,9\mu\text{m}$ ist eingezeichnet. Auf der rechten Seite von Abbildung 4.22 sind die Ergebnisse der In-situ-Messung gegen die Heizleistung aufgetragen.

Der Balken befindet sich zu Anfang der Messung im kalten Zustand (Leistung $P = 0\mu\text{W}$), und ist maximal nach oben aus der Ebene ausgelenkt, was im Graphen rechts der Anfangsposition $0\mu\text{m}$ entspricht. Das Kraftmesssystem ist noch nicht im Kontakt mit dem Doppelbalken. Das Erhöhen der Heizleistung bis zum Maximalwert von $P = 0,6\mu\text{W}$ geht mit dem bekannten Widerstandsabfall sowie mit einer Abwärtsbewegung des Aktors einher. Das Kraftmesssystem steht weiterhin nicht mit dem Balken in Kontakt, so dass es lediglich das Rauschen sowie einen *Offset*-Wert von ca. $0,2\mu\text{N}$ misst. Ist die Maximalleistung erreicht, wird das Kraftmesssystem mit der Balkenspitze in Kontakt gebracht, und dessen Bewegung somit un-

terbunden. Schließlich wird die Heizleistung gesenkt, während das Kraftmesssystem im Kontakt mit der Balkenspitze ist. Das Aktorsystem zeigt aufgrund seiner festgesetzten Position keine Änderung der Auslenkung, während das Kraftmesssystem eine Kraft von ca. $0,7 \mu\text{N}$ unter Abzug des *Offset*-Werts misst. Schließlich wird bei minimaler Leistung von $0,01 \mu\text{W}$ das Kraftmesssystem von der Balkenspitze entfernt, so dass sich dessen Auslenkung größtenteils zurückstellt.

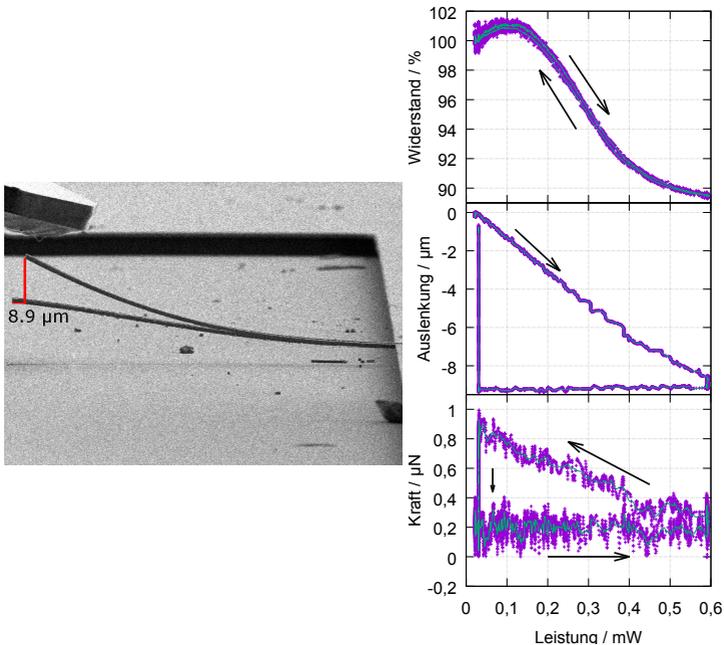


Abb. 4.22.: Links: Überlagerte REM-Aufnahme des Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphs bei Heizleistungen von $P=0 \mu\text{W}$ und $P=0,6 \mu\text{W}$. Links oben im Bild ist das Kraftmesssystem zu erkennen. Rechts: Gleichzeitige In-situ-Messung von Kraft, Widerstand und Auslenkung an Probe 6.10V1.

Die Messung in Abbildung 4.22 stellt die Grenze der Kraftauflösung für das verwendete Messsystem dar. Wie am Rauschen der Kraftkurve zu erkennen, liegt die maximale Abweichung bei $\pm 0,2 \mu\text{N}$, was dazu führt, dass die Messung der Aktorkraft mit dem vorliegenden Kraftmesssystem an Nanoaktoren geringerer Dicke und Breite zu keinem verwertbaren Ergebnis führt.

Die Messung des elektrischen Widerstands in Abbildung 4.22 weist ein größeres Rauschen auf als die übrigen hier gezeigten Messungen, da diese,

wie alle Proben mit dem Kürzel V1 in Tabelle A.2 mit einer stärker schwankenden Stromquelle beheizt wurden, als dies bei den mit V2 bezeichneten Proben der Fall ist.

Prinzipiell besteht die Möglichkeit, mit Hilfe des Kraftmesssystems den gemeinsamen Elastizitätsmodul des Ni-Mn-Ga/Si-Verbundmaterials zu bestimmen. Da Ni-Mn-Ga als Martensit und Austenit unterschiedliche Elastizitätsmodule aufweist, ist anzunehmen, dass sich für Temperaturen über A_F andere Werte finden als bei Raumtemperatur.

Für die Bestimmung des E-Moduls aus der Kraft wird ein Balkenmodell mit einer Punktkraft an der Spitze angenommen [124]. Bei Kenntnis von Kraft und Auslenkung ergibt sich der Elastizitätsmodul aus Gleichung 4.12.

$$E = \frac{F \cdot L^3}{\Delta z \cdot 2 \cdot w \cdot t^3} \quad (4.12)$$

Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphe verschiedener Breiten werden mit dem Kraftmesssystem um einen festen Wert ausgelenkt. Die Auslenkung wird im REM gemessen, während die Kraftwerte durch das Kraftmesssystem erfasst werden. Das Ergebnis der Messung ist in Abbildung 4.23 zu sehen. Dort sind je drei Messungen an drei Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Nanostrukturen verschiedener Breite sowohl bei Raumtemperatur als auch bei einer Spitzentemperatur von ca. 500 K zusammengefasst.

Während die Werte hinsichtlich der Bandbreite der möglichen Elastizitätsmodule von Ni-Mn-Ga, wie sie in Abschnitt 4.2.1 beschrieben sind, in einem plausiblen Rahmen liegen, ist das Rauschen des Kraftmesssystems zu groß um genauere Aussagen über die mechanischen Eigenschaften zu gewinnen.

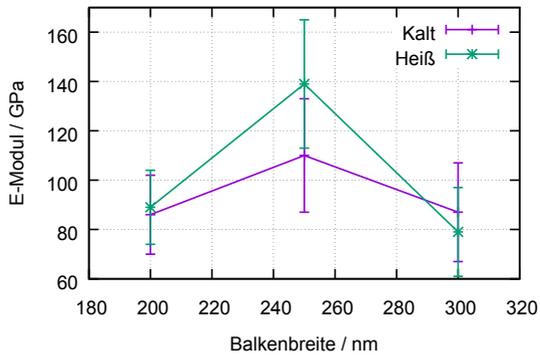


Abb. 4.23.: Der E-Modul des Ni-Mn-Ga/Si-Verbundes dreier Nanoaktoren unterschiedlicher Balkenbreite (1.04V2D, 2.04V2D, 3.04V2D nach Tab. A.2) bei einer Maximaltemperatur von 300 K und ca. 500 K. Die Fehlerbalken geben die Standardabweichung zwischen je drei Messungen an.

5. Zusammenfassung und Ausblick

5.1. Zusammenfassung

Das Design von Ni-Mn-Ga-Nanoaktoren und der Aufbau des zu deren Untersuchung benötigten In-situ-Messsystems unterliegen mehreren miteinander in Bezug stehenden Zwangsbedingungen. Diese sind hinsichtlich der Herstellung die hohen Temperaturen bei der Kathodenzerstäubung von Ni-Mn-Ga, die für ein gutes Kristallwachstum notwendig sind sowie eine in den Aktoraufbau integrierte Rückstellung zum wiederholbaren Auslösen des Einweg-Formgedächtnis-Effekts. Das In-situ-Messsystem muss dagegen sowohl die Widerstandsmessung als auch das Erhitzen der Aktoren ermöglichen, während diese für die Messung der Auslenkung sowie Kraftmessungen zugänglich bleiben.

Da bei der ohmschen Beheizung Temperaturgradienten auftreten, müssen diese bei der Betrachtung der Widerstandsmessungen berücksichtigt werden. Dazu werden mehrere Referenzsysteme herangezogen.

Der Widerstandsverlauf der unstrukturierten Referenzfilme wird bei homogenen Temperaturen untersucht. Dabei findet sich ein schichtdickenabhängiger Restaustenit-Anteil, jedoch keine spannungsbedingte Verschiebung der Phasenumwandlungstemperaturen.

Es wird gezeigt, dass sich das Temperaturprofil, das bei ohmscher Beheizung entlang der Aktoren entsteht, berechnen lässt. Durch den Vergleich von Simulationen auf der Basis der Widerstands-Temperatur-Kennlinie der Referenzfilme mit den Experimenten an den Bimorphstrukturen lässt sich der Einfluss der Temperaturgradienten vom Einfluss der Nanostrukturierung auf den Widerstandsverlauf unterscheiden.

Über Ni/Si-Referenzstrukturen lässt sich ein Größeneffekt in der Wärmeleitfähigkeit des Siliziums identifizieren.

Mit der Kenntnis über diesen Größeneffekt und der Möglichkeit, sowohl den Restaustenit-Anteil als auch die Umwandlungstemperaturen über den Weg der Simulation mit den Referenzfilmen zu vergleichen, lassen sich folgende durch die Nanostrukturierung bedingte Veränderungen feststellen.

Die Ni-Mn-Ga Nanostrukturen zeigen einen Größeneffekt, der sich in einer Abnahme der Umwandlungstemperaturen von 22 ± 2 K äußert. Erste Messungen der Nanobalken mit 200 nm Breite zeigen sogar ein Absinken der Temperatur um 40 K. Weiterhin wird festgestellt, dass der Widerstandsverlauf der Ni-Mn-Ga-Bimorph-Nanostrukturen einen noch größeren Restaustenit-Anteil als der der unstrukturierte Dünnsfilm zeigt.

Die in dieser Arbeit hergestellten Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen mit kleinsten Abmessungen von 200 nm weisen deutlich höhere Auslenkung als die Ni/Si Referenzstrukturen auf. Während eine Phasenumwandlung anhand der Widerstandsmessungen zu erkennen ist, wird das Auslenkungsverhalten vom thermischen Bimorph-Effekt, d.h. von der Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten dominiert. Anhand von theoretischen und experimentellen Betrachtungen wird festgestellt, dass Filmspannung und hohe Temperaturen zu Spannungs-Relaxationsprozessen führen, die einem ausgeprägten Formgedächtniseffekt entgegenstehen und durch Optimierung der Aktoren reduziert werden müssen.

Die vorangehenden Untersuchungen demonstrieren die Möglichkeiten der Untersuchung von Nanoaktoren durch ein In-situ-Messsystem, welches in der Lage ist, mehrere Messgrößen gleichzeitig zu erfassen. Dabei lassen sich die elektrischen Messgrößen ohne ein beobachtbares Signalrauschen erfassen, während die Auslenkungsmessungen eine Standardabweichung von 10 nm zeigen. Das vorliegende Kraftmesssystem bietet hingegen keine ausreichende Auflösung, um die Kräfte der kleinsten Nanoaktoren zu untersuchen. Prinzipiell ist der Aufbau jedoch dazu geeignet, alle Kenngrößen zueinander korreliert zu erfassen.

5.2. Ausblick

Die erfolgreiche Herstellung und Untersuchung von Ni-Mn-Ga/Si-Bi-morph-Nanostrukturen offenbart neue Ansätze hinsichtlich der Optimierung der Aktoren sowie des In-situ-Messsystems. Es stellt sich die Frage, wie das Verhältnis von Formgedächtniseffekt zum thermischem Bimorph-Effekt maximiert werden kann. Dazu ist unter anderem ein möglichst geringer Restaustenit-Anteil notwendig, woran sich die Frage anschließt, wie dieser reduziert werden kann.

Auch das In-situ-Messverfahren kann hinsichtlich der Strukturaufklärung des Ni-Mn-Ga erweitert werden.

5.2.1. Dehnungs- und Spannungsoptimierung

Die Unterdrückung des Formgedächtniseffekts lässt sich auf drei mögliche Punkte zurückführen. Erstens können zu hohe Spannungen während des Abkühlvorgangs nach der Herstellung plastische Deformationen im Austenit hervorrufen. Um dies zu verhindern kann ein anderes Substratmaterial mit einem höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten genutzt werden, beispielsweise ein Metall. Freigestellte metallische Doppelbalken wurden bereits in Abschnitt 3.2.6 vorgestellt. Deren Herstellungsprozess kann übernommen werden, so dass diese als Substrat für den Ni-Mn-Ga Kathodenzerstäubungsprozess dienen.

Zweitens sind die Dehnungen über das Dickenprofil des Ni-Mn-Ga insgesamt gering. Sie könnten unzureichend sein, um eine ausreichende pseudoplastische Deformation zu ermöglichen. Dies könnte durch eine Anpassung der Schichtdicken sowie ein Multimorph Design verändert werden.

Drittens verschleiert der hohe Temperaturgradient im Verbund mit den hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten einen möglichen Formgedächtniseffekt. Während zur vollständigen Umwandlung eine Mindesttemperatur an der Basis der Doppelbalken erreicht werden muss, ist die Umwandlung an der Balkenspitze bereits abgeschlossen. Der Formgedächtniseffekt benötigt jedoch nur ein schmales Temperaturfenster, während der thermische Bimorph-Effekt linear von jedem Temperaturanstieg profitiert. Durch einen Mehraufwand bei der Herstellung könnte eine lokale elektrische Beheizung der Kontaktflächen nahe des Balkens realisiert werden, so dass das Ni-Mn-Ga unter nahezu homogener Temperatur steht, jedoch nicht der gesamte Chip beheizt wird und so eine thermische Drift vermieden wird. Dabei muss berücksichtigt werden, dass die Stromkreise zur Beheizung und zur Widerstandsmessung des Doppelbalkens voneinander isoliert sind.

5.2.2. Reduktion der Kornzahl

Die Verringerung der Kornanzahl erleichtert die martensistische Umwandlung, und kann damit zur Reduktion von Restaustenit beitragen. Um die Anzahl der Körner pro Nanoaktor zu verringern, und somit oligokristalline Aktorelemente zu erhalten, bieten sich zwei Strategien an.

Einerseits kann die Breite der Silizium-Doppelbalkenstrukturen, auf die das Ni-Mn-Ga aufgesputtert wird, durch gezielte Nutzung des lateralen Abtrags des in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Dünnungsprozesses weiter reduziert werden, wie in Abb. 5.1 gezeigt. Diese Möglichkeit ergibt sich insbesondere bei Etablierung eines neuen Wasserstoffbromid-basierenden Ätzprozesses, dessen Abtragsrate von Silizium langsamer ist und damit eine bessere Kontrolle über Ätztiefe sowie bessere Plasmastabilität ermöglicht.

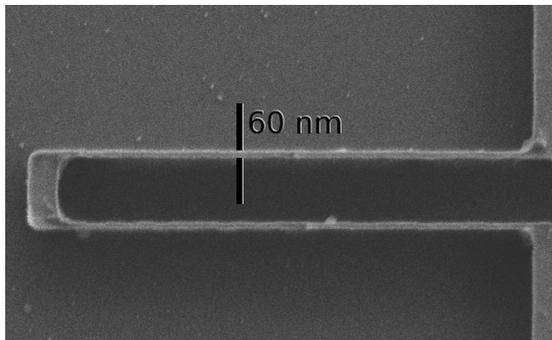


Abb. 5.1.: 60 nm breite Silizium-Doppelbalkenstruktur.

Neben der Reduktion der Strukturbreiten kann andererseits das Wachstumsverhalten der Körner durch die Wahl des Substratmaterials beeinflusst werden. So können analog zum Silizium-Opferschichtprozess in Abschnitt 3.2.6 verschiedene Metalle als Substrat gewählt werden. Zur Herstellung von einkristallinen Ni-Mn-Ga Schichten wird üblicherweise Magnesiumoxid (MgO) als Substrat gewählt. Ein Nachteil dieses Materials ist, dass es sich in Form von Volumenmaterial kaum gezielt strukturieren lässt. Dagegen ließen sich Dünnschichten aus MgO auf ein Siliziumsubstrat aufbringen, beispielsweise durch *Atomic Layer Deposition* (ALD) [125]. Zur Nanostrukturierung der MgO Dünnschicht kann ein Ionenstrahlätzprozess verwendet werden.

5.2.3. Charakterisierung und Positionsdetektion

Si-„Back-side Etching“ zur TEM-Analyse der Bimorphstrukturen

Mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) lässt sich die Kristallstruktur von Ni-Mn-Ga untersuchen. Die prinzipielle Ähnlichkeit von TEM und REM ermöglicht es, den In-situ-Messaufbau auch innerhalb eines TEMs zu nutzen. Für die Transmission der Elektronen durch die zu untersuchende Probe im TEM darf diese jedoch nur eine geringe Schichtdicke aufweisen. Die Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen selbst sind hinreichend dünn, jedoch muss für eine TEM-Analyse das Siliziumsubstrat entfernt werden. Um die Stabilität des Chips nicht zu gefährden, kann dies selektiv geschehen, wie in Abbildung 5.2 schematisch dargestellt ist. Die Rückseite des *SOI*-Wafers wird vor Beginn des Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Herstellungsprozesses an den in Abbildung 5.2 rot markierten Bereichen entfernt.

Im TEM lässt sich so die Veränderung der Kristallstruktur bei der Phasenumwandlung von Formgedächtnislegierungen beobachten [126].

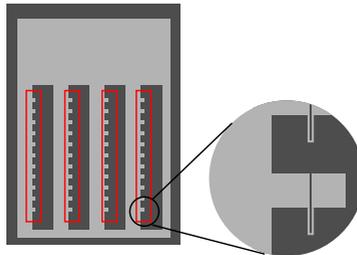


Abb. 5.2.: Ätzen der Rückseite des *SOI*-Wafers zur Freilegung der Ni-Mn-Ga/Si-Bimorphstrukturen.

Intrinsisches Sensorsystem

Während die Auslenkungsmessung im REM hohe Auflösungen ermöglicht, schränkt dieses Vorgehen jedoch die Erfassung der anderen Messgrößen ein. Insbesondere die Anfälligkeit für thermische Drift verhindert eine homogene Beheizung des gesamten Substrats. Ein auf dem Substrat befindliches, intrinsisches Sensorsystem stellt dazu eine Alternative dar und ermöglicht Auslenkungsmessungen außerhalb des Vakuums.

Zur Detektion von Stellwegen von Nanoaktoren dienen oftmals piezoresistive Materialien [127]. Unabhängig von der Art des Sensorsystems ist eine Messung der Bewegung eines thermischen Nanoaktors schwierig, wenn

das Sensorsystem in Kontakt mit dem thermischen Aktor stehen muss, da das thermische Rauschen das Messsignal verschlechtert.

Ein kontaktloses Messsystem, das somit thermisch vom Aktorsystem entkoppelt ist, könnte in einem optischen System in Form einer Lichtschranke bestehen. Dies ist in Abbildung 5.3 schematisch dargestellt. Dort sieht man einen Silizium-Wellenleiter, der über eine kurze Wegstrecke unterbrochen ist. Zwischen den beiden Hälften eines solchen unterbrochenen Wellenleiters blockiert der Nanoaktor die Transmission abhängig von seiner Auslenkung.

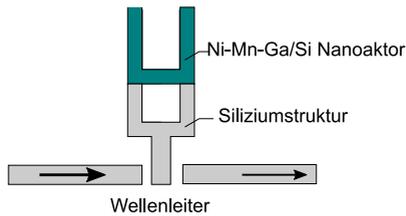


Abb. 5.3.: System zur intrinsischen Auslenkungsdetektion auf Basis eines unterbrochenen Wellenleiters.

A. Anhang

A.1. Abkürzungsverzeichnis

α	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
ε	Dehnung
λ	Wellenlänge
Λ	Charakteristische Länge
ξ	Martensitanteil
μ_0	Magnetische Feldkonstante
κ	Wärmeleitfähigkeit
ρ	Dichte
σ	Mechanische Spannung
$\sigma(T)$	Elektrische Leitfähigkeit
τ	Zeit
A_f	Austenit Endtemperatur
A_s	Austenit Starttemperatur
AC	<i>Alternating Current</i> , Wechselstrom
AlN	Aluminiumnitrid
ADP	Adenosindiphosphat
ATP	Adenosintriphosphat
\vec{B}	Magnetische Flussdichte
c	Gleichachsige Dehnung
CCD	<i>Charge-coupled Device</i>
CCP	<i>Conductively Coupled Plasma</i>
CO ₂	Kohlenstoffdioxid
c_p	Spezifische Wärmekapazität
d_{ij}	Piezoelektrischer Koeffizient
DC	<i>Direct Current</i> , Gleichstrom
E	Elastizitätsmodul
EBID	<i>Electron Beam Induced Deposition</i>
En	Energie
ESL	Elektronenstrahlolithographie
F	Dimensionskorrekturfaktor
\vec{F}_g	Gewichtskraft

FGE	Formgedächtniseffekt
FGL	Formgedächtnislegierung
FGP	Formgedächtnispolymer
FIB	<i>Focussed Ion Beam</i>
\vec{H}	Magnetische Feldstärke
HDMS	Hexamethyldissilazan
I	Strom
IBE	<i>Ion Beam Etching</i>
ICP	<i>Inductively Coupled Plasma</i>
L	Länge
Lo	Lorentzzahl
\vec{m}	Magnetisches Moment
MFGE	Magnetischer Formgedächtniseffekt
M_f	Martensit Starttemperatur
M_s	Martensit Endtemperatur
MIBK	Methylisobutylketon
NH ₄ F	Ammoniumfluorid
NiFe	Nickel-Eisen
Ni-Mn-Ga	Nickel-Mangan-Gallium Legierung
O ₂	Sauerstoff
p	Steigungsparameter der Mischfunktion ξ
$p_{1,2}$	Fitparameter der thermischen Leitfähigkeit von Silizium
P	Elektrische Leistung
PMMA	Polymethylmethacrylat
PZT	Blei-Zirkonat-Titanat
r	Krümmungsradius
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIE	<i>Reactive Ion Etching</i>
S	Steigung
SF ₆	Schwefelhexafluorid
Si	Silizium
SiO ₂	Siliziumdioxid
SOI	<i>Silicon-on-Insulator</i>
STED	<i>Stimulated Emission Depletion</i>
t	Dicke
T	Temperatur
U	elektrische Spannung
UV	Ultraviolett
V	Volumen
w	Breite

A.2. Vermessene Proben

Probe	L / μm	w	t _{Si}	t _F	M(R, Δz)	M(R, $\Delta z, F$)
Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Doppelbalken mit Mikrometerabmessungen						
μ -1*	22	2	1	1	1	0
μ -2*	38	2	1	1	3	0
μ -3*	40	2	1	1	2	0
μ -4*	30	2	1	1	1	0
μ -5*	15	2	1	1	1	0
μ -6*	40	2	1	1	3	0
μ -7*	22	2	1	1	2	5
μ -8	22	2	1	1	9	0
μ -9	44	2	1	1	3	0
Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Doppelbalken mit Nanometerabmessungen (Iteration 1)						
3.04V1*	32,4	0,5	0,5	0,4	2	2
1.09V1*	15,25	0,35	0,5	0,4	2	3
1.12V1*	30,25	0,35	0,5	0,4	5	2
2.09V1*	18,3	0,4	0,5	0,4	3	2
3.09V1*	24,4	0,5	0,5	0,4	4	3
2.11V1*	30,3	0,4	0,5	0,4	4	1
3.12V1*	48,4	0,5	0,5	0,4	5	2
6.10V1*	81	0,5	0,5	0,4	2	1
Ni-Mn-Ga/Si-Bimorph-Doppelbalken mit Nanometerabmessungen (Iteration 2)						
1.05V2A	10,3	0,2	0,35	0,2	8	0
1.07V2A	3,3	0,2	0,35	0,2	5	0
1.08V2A	4,3	0,2	0,35	0,2	2	0
1.09V2A	6,3	0,2	0,35	0,2	2	0
1.10V2A	8,3	0,2	0,35	0,2	6	0
2.02V2A	6,45	0,25	0,35	0,2	3	0
2.03V2A	9,45	0,25	0,35	0,2	4	0
250/2	12,45	0,25	0,35	0,2	1	0
2.08V2A	6,45	0,25	0,35	0,2	5	0
2.09V2A	9,45	0,25	0,35	0,2	7	0
3.03V2A	12,6	0,3	0,35	0,2	7	0
3.04V2A	16,6	0,3	0,35	0,2	3	0

Probe	L / μm	w	t_{Si}	t_{F}	M(R, Δz)	M(R, Δz ,F)
3.05V2A	20,6	0,3	0,35	0,2	7	0
3.08V2A	8,6	0,3	0,35	0,2	3	0
4.03V2A	15,5	0,35	0,35	0,2	5	0
4.06V2A	30,5	0,35	0,35	0,2	2	0
5.06V2A	34,5	0,4	0,35	0,2	3	0
1.04V2D	8,3	0,2	0,25	0,2	4	2
2.04V2D	12,45	0,25	0,25	0,2	9	1
3.02V2D	8,6	0,3	0,25	0,2	2	0
3.04V2D	16,6	0,3	0,25	0,2	1	2
4.01V2D	5,5	0,35	0,25	0,2	4	1
1.04V2D+	8,3	0,2	0,25	0,2	1	0
2.05V2D+	15,45	0,25	0,25	0,2	1	0
3.05V2D+	20,6	0,3	0,25	0,2	1	0
4.05V2D+	25,5	0,35	0,25	0,2	1	0
5.04V2D+	24,6	0,4	0,25	0,2	1	0
6.03V2D+	22	0,45	0,25	0,2	1	0
4.05V2C	25,5	0,25	≈ 0	0,2	3	0
Ni/Si-Bimorph-Referenzstrukturen						
2.02Ni	6,45	0,25	0,25	0,2	3	0
2.03Ni	9,45	0,25	0,25	0,2	1	0
2.06Ni	18,45	0,25	0,25	0,2	1	0
2.08Ni	6,45	0,25	0,25	0,2	1	3
2.09Ni	9,45	0,25	0,25	0,2	4	4
3.02Ni	8,6	0,3	0,25	0,2	4	0
3.07Ni	6,6	0,3	0,25	0,2	5	1
3.11Ni	20,6	0,3	0,25	0,2	2	2
2.06Ni+	18,45	0,25	0,25	0,2	1	0
3.06Ni+	24,6	0,3	0,25	0,2	1	0
4.05Ni+	25,5	0,35	0,25	0,2	1	0
5.04Ni+	24,6	0,4	0,25	0,2	1	0
6.03Ni+	22	0,45	0,25	0,2	1	0

Tab. A.2.: Auflistung aller vermessenen Doppelbalken sowie ihrer Dimensionen. Die Tabelle ist aufgeteilt in Abschnitte mit Proben aus verschiedenen Fertigungsschritten. *: erste Version des Messsetups; +: Hochauflösende Auslenkungsmessungen

Literaturverzeichnis

- [1] FEYNMAN, R.: There's plenty of room at the bottom [data storage]. In: *Microelectromechanical Systems, Journal of* 1 (1992), March, Nr. 1, S. 60–66. – DOI 10.1109/84.128057. – ISSN 1057–7157
- [2] *Intel® 14 nm Technology*. 2014. – Abgerufen 2.04.2015 <http://www.intel.com/content/www/us/en/silicon-innovations/intel-14nm-technology.html>
- [3] BHATTACHARYA, K. ; JAMES, R. D.: The Material Is the Machine. In: *Science* 307 (2005), Nr. 5706, 53-54. – DOI 10.1126/science.1100892
- [4] KLAR, T. A. ; HELL, S. W.: Subdiffraction resolution in far-field fluorescence microscopy. In: *Optics Letters* 24 (1999), Jul, Nr. 14, 954–956. – DOI 10.1364/OL.24.000954
- [5] WOLLHOFEN, R. ; KATZMANN, J. ; HRELESCU, C. ; JACAK, J. ; KLAR, T. A.: 120 nm resolution and 55 nm structure size in STED-lithography. In: *Opt. Express* 21 (2013), May, Nr. 9, 10831–10840. – DOI 10.1364/OE.21.010831
- [6] GÖPPERT-MAYER, M.: Über Elementarakte mit zwei Quantensprüngen. In: *Annalen der Physik* 401 (1931), Nr. 3, 273–294. – DOI 10.1002/andp.19314010303. – ISSN 1521–3889
- [7] COLLINS, R. ; BLOTT, B.: The adsorption and nucleation of zirconium on tungsten field emitters. In: *Surface Science* 10 (1968), Nr. 3, 349 - 368. – DOI 10.1016/0039–6028(68)90104–0. – ISSN 0039–6028
- [8] SZCZUDLO, Z. ; CISZEWSKI, A. ; LOSOVYJ, Y. B.: Field electron emission study of Ti and Hf adsorption layers on W. In: *Applied Surface Science* 174 (2001), Nr. 2, 138 - 147. – DOI 10.1016/S0169–4332(01)00024–1. – ISSN 0169–4332
- [9] SPETH, A. J. ; WILSON, A. D. ; KERN, A. ; CHANG, T. H. P.: Electron-beam lithography using vector-scan techniques. In: *Journal of Vacuum Science & Technology* 12 (1975), Nr. 6, 1235-1239. – DOI 10.1116/1.568505
- [10] LEVINSON, H. J.: *Principles of Lithography*. Bd. 198. 3. SPIE Press Monograph, 2011
- [11] ANTOLAK, A. J. ; WILLIAMSON, W.: Electron backscattering from bulk materials. In: *Journal of Applied Physics* 58 (1985), Nr. 1, 526-534. – DOI 10.1063/1.335657

- [12] PARIKH, M.: Corrections to proximity effects in electron beam lithography. I. Theory. In: *Journal of Applied Physics* 50 (1979), Nr. 6, 4371-4377. – DOI 10.1063/1.326423
- [13] LEE, S.-Y. ; COOK, B. D.: PYRAMID-a hierarchical, rule-based approach toward proximity effect correction. I. Exposure estimation. In: *Semiconductor Manufacturing, IEEE Transactions on* 11 (1998), Feb, Nr. 1, S. 108–116. – DOI 10.1109/66.661290. – ISSN 0894–6507
- [14] OWEN, G. ; RISSMAN, P.: Proximity effect correction for electron beam lithography by equalization of background dose. In: *Journal of Applied Physics* 54 (1983), Nr. 6, 3573-3581. – DOI 10.1063/1.332426
- [15] MICHAEL A. LIEBERMAN, A. J. L.: *Principles of plasma discharges and materials processing*. 2. John Wiley & Sons, Inc., 2005
- [16] JANSEN, H. ; GARDENIERS, H. ; DE, M. B. ; ELWENSPOEK, M. ; FLUITMAN, J.: A survey on the reactive ion etching of silicon in microtechnology. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 6 (1996), Nr. 1, 14–28
- [17] LARMER, F. ; SCHILP, A.: *Patent DE 4241045 Verfahren zum anisotropen Ätzen von Silicium*. Mai 1994
- [18] MELLHAOUI, X. ; DUSSART, R. ; TILLOCHER, T. ; LEFAUCHEUX, P. ; RANSON, P. ; BOUFNICHEL, M. ; OVERZET, L. J.: SiO_xF_y passivation layer in silicon cryoetching. In: *Journal of Applied Physics* 98 (2005), Nr. 10, 104901. – DOI 10.1063/1.2133896
- [19] HENRY, M. D.: *ICP Etching of Silicon for Micro and Nanoscale Devices*. Pasadena, California, California Institute of Technology, Diss., 2010
- [20] BARKLUND, A. M. ; BLOM, H.-O.: Influence of different etching mechanisms on the angular dependence of silicon nitride etching. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 11 (1993), Nr. 4, 1226-1229. – DOI 10.1116/1.578497
- [21] ITOH, K. ; IWAMEJI, K. ; SASAKI, Y.: Fabrication of Thin Silicon Wires by Anisotropic Wet Etching of SOI Structures. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 30 (1991), Nr. 9A, L1605
- [22] MONK, D. J. ; SOANE, D. S. ; HOWE, R. T.: A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications. In: *Thin Solid Films* 232 (1993), Nr. 1, 1 - 12. – DOI 10.1016/0040–6090(93)90752–B. – ISSN 0040–6090
- [23] PROKSCH, H. ; NAGORSEN, G. ; ROSS, D.: The Influence of NH₄F on the Etch Rates of Undoped SiO₂ in Buffered Oxide Etch. In: *Journal of The Electrochemical Society* 139 (1992), Nr. 2, 521-524. – DOI 10.1149/1.2069249
- [24] DYCK, C. W. ; SMITH, J. H. ; MILLER, S. L. ; RUSSICK, E. M. ; ADKINS, C. L. J.: Supercritical carbon dioxide solvent extraction from surface-micromachined micromechanical structures. In: *Micromachining and Microfabrication Process Technology II* Bd. SPIE 2879 SPIE, 1996

- [25] HARSHA, K. S.: *Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films*. 1. Elsevier, 2006. – ISBN 978 0 08 044699 8
- [26] MATTOX, D. M.: *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. 2. William Andrew, 2010
- [27] OHRING, M.: *Materials Science of Thin Films - Deposition and Structure*. 2. Academic Press, 2002
- [28] JANI, J. M. ; LEARY, M. ; SUBIC, A. ; GIBSON, M. A.: A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. In: *Materials & Design* 56 (2014), Nr. 0, 1078 - 1113. – DOI 10.1016/j.matdes.2013.11.084. – ISSN 0261–3069
- [29] VASIL'EV, A. N. ; BUCHEL'NIKOV, V. D. ; TAKAGI, T. ; KHOVAILO, V. V. ; ESTRIN, E. I.: Shape memory ferromagnets. In: *Physics-Uspexhi* 46 (2003), Nr. 6, 559
- [30] LENDLEIN, A. (Hrsg.): *Shape-Memory Polymers*. Springer, 2010 (Advances in Polymer Science 226)
- [31] TADAKI, T. ; OTSUKA, K. ; SHIMIZU, K.: Shape Memory Alloys. In: *Annual Review of Materials Science* 18 (1988), Nr. 1, 25-45. – DOI 10.1146/annurev.ms.18.080188.000325
- [32] YOO, Y. I. ; LEE, J. J.: Two-way Shape Memory Effect of NiTi under Compressive Loading Cycles. In: *Physics Procedia* 22 (2011), Nr. 0, 449 - 454. – DOI 10.1016/j.phpro.2011.11.070. – ISSN 1875–3892
- [33] OTSUKA, K. (Hrsg.) ; WAYMAN, C. M. (Hrsg.): *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press, 1998
- [34] KOHL, M.: *Shape memory microactuators*. Springer Berlin Heidelberg, 2004 (Springer book series on Micro-technology and MEMS)
- [35] CHERNENKO, V. A. ; KANTH, B. R. ; MUKHOPADHYAY, P. K. ; KAUL, S. N. ; VILLA, E. ; GAMBARDELLA, A. ; BESSEGHINI, S.: Stress-induced and thermoelastic properties of Ni-Fe-Al melt-spun ribbon. In: *Applied Physics Letters* 93 (2008), Nr. 14, -. – DOI 10.1063/1.2998406
- [36] SUTOU, Y. ; OMORI, T. ; KAINUMA, R. ; ISHIDA, K.: Grain size dependence of pseudoelasticity in polycrystalline Cu-Al-Mn-based shape memory sheets. In: *Acta Materialia* 61 (2013), Nr. 10, 3842 - 3850. – DOI 10.1016/j.actamat.2013.03.022. – ISSN 1359–6454
- [37] VOVK, A. ; YU, M. ; MALKINSKI, L. ; O'CONNOR, C. ; WANG, Z. ; DURANT, E. ; TANG, J. ; GOLUB, V.: Magnetic and transport properties of NiMnAl thin films. In: *Journal of Applied Physics* 99 (2006), Nr. 8, 08R503. – DOI 10.1063/1.2166609
- [38] CHERNENKO, V. A.: Compositional instability of β -phase in Ni-Mn-Ga alloys. In: *Scripta Materialia* 40 (1999), Nr. 5, S. 523–527
- [39] MITTEMEIJER, E. J.: *Fundamentals of Materials Science*. Springer, 2010

- [40] MARTYNOV, V. ; KOKORIN, V.: The crystal structure of thermally- and stress-induced Martensites in Ni₂MnGa single crystals. In: *Journal de Physique III* 2 (1992), Nr. 5, 739-749. – DOI 10.1051/jp3:1992155
- [41] WEBSTER, P. J. ; ZIEBECK, K. R. A. ; TOWN, S. L. ; PEAK, M. S.: Magnetic order and phase transformation in Ni₂MnGa. In: *Philosophical Magazine Part B* 49 (1984), Nr. 3, 295-310. – DOI 10.1080/13642817408246515
- [42] ASEGUINOLAZA, I. R.: *Thin Films of Ferromagnetic Shape Memory Alloys*. Leioa, Universidad del País Vasco - Euskal Herriko Unibersitate, Diss., April 2014
- [43] HECZKO, O. ; SOZINOV, A. ; ULLAKKO, K.: Giant field-induced reversible strain in magnetic shape memory NiMnGa alloy. In: *Magnetics, IEEE Transactions on* 36 (2000), sep, Nr. 5, S. 3266–3268. – DOI 10.1109/20.908764. – ISSN 0018–9464
- [44] SOZINOV, A. ; LANSKA, N. ; SOROKA, A. ; ZOU, W.: 12% Magnetic field-induced strain in Ni-Mn-Ga-based non-modulated martensite. In: *Applied Physics Letters* 102 (2013), Nr. 2, 021902. – DOI 10.1063/1.4775677
- [45] KARACA, H. ; KARAMAN, I. ; BASARAN, B. ; CHUMLYAKOV, Y. ; MAIER, H.: Magnetic field and stress induced martensite reorientation in NiMnGa ferromagnetic shape memory alloy single crystals. In: *Acta Materialia* 54 (2006), Nr. 1, 233 - 245. – DOI 10.1016/j.actamat.2005.09.004. – ISSN 1359–6454
- [46] LAI, A. ; DU, Z. ; GAN, C. L. ; SCHUH, C. A.: Shape Memory and Superelastic Ceramics at Small Scales. In: *Science* 341 (2013), Nr. 6153, 1505-1508. – DOI 10.1126/science.1239745
- [47] YU, H. ; WANG, S. ; WANG, A. ; ZHAO, M. ; ZHANG, H. ; CHEN, Y. ; MEI, L. ; WANG, J.: Kinetics of Nonlinear Optical Response at Insulator-Metal Transition in Vanadium Dioxide. In: *Advanced Optical Materials* 3 (2015), Nr. 1, 64–70. – DOI 10.1002/adom.201400426. – ISSN 2195–1071
- [48] CASTRO, F. ; WESTBROOK, K. K. ; HERMILLER, J. ; AHN, D. U. ; DING, Y. ; QI, H. J.: Time and Temperature Dependent Recovery of Epoxy-Based Shape Memory Polymers. In: *Journal of Engineering Materials and Technology* 133 (2011), Nr. 2, 021025. – DOI 10.1115/1.4003103
- [49] LENDLEIN, A. ; JIANG, H. ; JUNGER, O. ; LANGER, R.: Light-induced shape-memory polymers. In: *Nature* 434 (2005), April, Nr. 7035, 879–882. – ISSN 0028–0836
- [50] ZHANG, Z. M.: *Nano/Microscale Heat Transfer*. McGraw-Hill, 2007. – ISBN 0–07–143674–X
- [51] GLASSBRENNER, C. J. ; SLACK, G. A.: Thermal Conductivity of Silicon and Germanium from 3 K to the melting point. In: *Physical Review A* 134 (1964), May, Nr. 4A, S. A1058–A1069

- [52] KOPITZKI, K. ; HERZOG, P.: *Einführung in die Festkörperphysik*. 5. Teubner, 2004
- [53] HSUEH, C.-H.: Modeling of elastic deformation of multilayers due to residual stresses and external bending. In: *Journal of Applied Physics* 91 (2002), Nr. 12, 9652-9656. – DOI 10.1063/1.1478137
- [54] GARCIA, E. ; LOBONTIU, N.: Induced-strain multimorphs for microscale sensory actuation design. In: *Smart Materials and Structures* 13 (2004), Nr. 4, 725
- [55] MASTRANGELI, M. ; ABBASI, S. ; VAREL, C. ; HOOF, C. V. ; CELIS, J.-P. ; BÖHRINGER, K. F.: Self-assembly from milli- to nanoscales: methods and applications. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 19 (2009), Nr. 8, 083001
- [56] TRUITT, P. A. ; HERTZBERG, J. B. ; HUANG, C. C. ; EKINCI, K. L. ; SCHWAB, K. C.: Efficient and Sensitive Capacitive Readout of Nanomechanical Resonator Arrays. In: *Nano Letters* 7 (2007), Nr. 1, 120-126. – DOI 10.1021/nl062278g
- [57] MILE, E. ; JOURDAN, G. ; BARGATIN, I. ; LABARTHE, S. ; MARCOUX, C. ; ANDREUCCI, P. ; HENTZ, S. ; KHARRAT, C. ; COLINET, E. ; DURAFFOURG, L.: In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection. In: *Nanotechnology* 21 (2010), Nr. 16, 165504
- [58] JANG, W. W. ; YOON, J.-B. ; KIM, M.-S. ; LEE, J.-M. ; KIM, S.-M. ; YOON, E.-J. ; CHO, K. H. ; LEE, S.-Y. ; CHOI, I.-H. ; KIM, D.-W. ; PARK, D.: NEMS switch with 30nm-thick beam and 20nm-thick air-gap for high density non-volatile memory applications. In: *Solid-State Electronics* 52 (2008), Nr. 10, 1578 - 1583. – DOI 10.1016/j.sse.2008.06.026. – ISSN 0038–1101
- [59] LOH, O. Y. ; ESPINOSA, H. D.: Nanoelectromechanical contact switches. In: *Nature Nanotechnology* 7 (2012), Mai, Nr. 5, 283–295. – ISSN 1748–3387
- [60] LEE, J. O. ; SONG, Y.-H. ; KIM, M.-W. ; KANG, M.-H. ; OH, J.-S. ; YANG, H.-H. ; YOON, J.-B.: A sub-1-volt nanoelectromechanical switching device. In: *Nat Nano* 8 (2013), Januar, Nr. 1, 36–40. – ISSN 1748–3387
- [61] BAUER, J. R.: *Magnetic Actuators and Sensors*. John Wiley & Sons, Inc., 2006
- [62] BHASKARAN, H. ; LI, M. ; GARCIA-SANCHEZ, D. ; ZHAO, P. ; TAKEUCHI, I. ; TANG, H. X.: Active microcantilevers based on piezoresistive ferromagnetic thin films. In: *Applied Physics Letters* 98 (2011), Nr. 1, 013502. – DOI 10.1063/1.3533390
- [63] KOHL, M. ; YEDURU, S. ; KHELFAOUI, F. ; KREVE, B. ; BACKEN, A. ; FÄHLER, S. ; EICHHORN, T. ; JAKOB, G. ; MECKLENBURG, A.: Recent progress in FSMA microactuator developments. In: *Materials Science Forum* 635 (2010), S. 145–154

- [64] FENG, X. L. ; WHITE, C. J. ; HAJIMIRI, A. ; ROUKES, M. L.: A self-sustaining ultrahigh-frequency nanoelectromechanical oscillator. In: *Nature Nanotechnology* 3 (2008), Juni, Nr. 6, 342–346. – ISSN 1748–3387
- [65] CLELAND, A. N. ; ROUKES, M. L.: Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk Si crystals. In: *Applied Physics Letters* 69 (1996), Nr. 18, 2653-2655. – DOI 10.1063/1.117548
- [66] HUANG, X. M. H. ; FENG, X. L. ; ZORMAN, C. A. ; MEHREGANY, M. ; ROUKES, M. L.: VHF, UHF and microwave frequency nanomechanical resonators. In: *New Journal of Physics* 7 (2005), Nr. 1, 247
- [67] YANG, Y. T. ; CALLEGARI, C. ; FENG, X. L. ; EKINCI, K. L. ; ROUKES, M. L.: Zeptogram-Scale Nanomechanical Mass Sensing. In: *Nano Letters* 6 (2006), Nr. 4, 583-586. – DOI 10.1021/nl052134m
- [68] HARTBAUM, J. ; JAKOBS, P. ; LEISTE, H. ; KOHL, M.: Development of magnetic nanoactuator systems. In: *Microelectronic Engineering* 88 (2011), Nr. 8, 2263 - 2266. – DOI 10.1016/j.mee.2011.01.053. – ISSN 0167–9317
- [69] BELL, D. ; DONG, L. ; SUN, Y. ; ZHANG, L. ; NELSON, B. ; GRUTZMACHER, D.: Manipulation of nanocoils for nanoelectromagnets. In: *Nanotechnology, 2005. 5th IEEE Conference on*, 2005, S. 149 – 152 vol. 1
- [70] LEE, J.-S. ; PARK, D. S.-W. ; NALLANI, A. K. ; LEE, G.-S. ; LEE, J.-B.: Sub-micron metallic electrothermal actuators. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 15 (2005), Nr. 2, 322
- [71] ZHU, Y. ; CORIGLIANO, A. ; ESPINOSA, H. D.: A thermal actuator for nanoscale in situ microscopy testing: design and characterization. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 16 (2006), Nr. 2, 242
- [72] PANTANO, M. F. ; PUGNO, N. M.: Design of a bent beam electrothermal actuator for in situ tensile testing of ceramic nanostructures. In: *Journal of the European Ceramic Society* 34 (2014), Nr. 11, 2767 - 2773. – DOI 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.12.001. – ISSN 0955–2219
- [73] BARGATIN, I. ; KOZINSKY, I. ; ROUKES, M. L.: Efficient electrothermal actuation of multiple modes of high-frequency nanoelectromechanical resonators. In: *Applied Physics Letters* 90 (2007), Nr. 9, 093116. – DOI DOI:10.1063/1.2709620. – ISSN 00036951
- [74] STEINEM, C. (Hrsg.) ; JANSHOFF, A. (Hrsg.): *Springer Series on Chemical Sensors and Biosensors*. Bd. 5: *Piezoelectric Sensors*. Springer, 2007
- [75] JAFFE, B. ; ROTH, R. S. ; MARZULLO, S.: Piezoelectric Properties of Lead Zirconate-Lead Titanate Solid Solution Ceramics. In: *Journal of Applied Physics* 25 (1954), Nr. 6, 809-810. – DOI 10.1063/1.1721741
- [76] PATEL, N. ; NICHOLSON, P.: High frequency, high temperature ultrasonic transducers. In: *[NDT] International* 23 (1990), Nr. 5, 262 - 266. – DOI 10.1016/0308–9126(90)92152–Q. – ISSN 0308–9126

- [77] SEKARIC, L. ; CARR, D. ; EVOY, S. ; PARPIA, J. ; CRAIGHEAD, H.: Nano-mechanical resonant structures in silicon nitride: fabrication, operation and dissipation issues. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 101 (2002), Nr. 1-2, 215 - 219. – DOI 10.1016/S0924-4247(02)00149-8. – ISSN 0924-4247
- [78] REED, J. ; WILKINSON, P. ; SCHMIT, J. ; KLUG, W. ; GIMZEWSKI, J. K.: Observation of nanoscale dynamics in cantilever sensor arrays. In: *Nanotechnology* 17 (2006), Nr. 15, 3873
- [79] LI, M. ; TANG, H. X. ; ROUKES, M. L.: Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications. In: *Nature Nanotechnology* 2 (2007), Februar, Nr. 2, 114–120. – ISSN 1748–3387
- [80] KARABALIN, R. B. ; MATHENY, M. H. ; FENG, X. L. ; DEFAY, E. ; RHUN, G. L. ; MARCOUX, C. ; HENTZ, S. ; ANDREUCCI, P. ; ROUKES, M. L.: Piezoelectric nanoelectromechanical resonators based on aluminum nitride thin films. In: *Applied Physics Letters* 95 (2009), Nr. 10, 103111. – DOI 10.1063/1.3216586. – ISSN 00036951
- [81] GAVARTIN, E. ; VERLOT, P. ; KIPPENBERG, T. J.: A hybrid on-chip optomechanical transducer for ultrasensitive force measurements. In: *Nature Nanotechnology* 7 (2012), August, Nr. 8, 509–514. – ISSN 1748–3387
- [82] MASSEL, F. ; HEIKKILA, T. T. ; PIKKALAINEN, J.-M. ; CHO, S. U. ; SALONIEMI, H. ; HAKONEN, P. J. ; SILLANPAA, M. A.: Microwave amplification with nanomechanical resonators. In: *Nature* 480 (2011), Dezember, Nr. 7377, 351–354. – ISSN 0028–0836
- [83] POVINELLI, M. L. ; LONCAR, M. ; IBANESCU, M. ; SMYTHE, E. J. ; JOHNSON, S. G. ; CAPASSO, F. ; JOANNOPOULOS, J. D.: Evanescent-wave bonding between optical waveguides. In: *Optics Letters* 30 (2005), Nov, Nr. 22, 3042–3044. – DOI 10.1364/OL.30.003042
- [84] PERNICE, W. H. P. ; LI, M. ; GARCIA-SANCHEZ, D. ; TANG, H. X.: Analysis of short range forces in opto-mechanical devices with a nanogap. In: *Optics Express* 18 (2010), Jun, Nr. 12, 12615–12621. – DOI 10.1364/OE.18.012615
- [85] FONG, K. Y. ; PERNICE, W. H. P. ; LI, M. ; TANG, H. X.: High Q optomechanical resonators in silicon nitride nanophotonic circuits. In: *Applied Physics Letters* 97 (2010), Nr. 7, 073112. – DOI 10.1063/1.3480411
- [86] LI, M. ; PERNICE, W. H. P. ; XIONG, C. ; BAEHR-JONES, T. ; HOCHBERG, M. ; TANG, H. X.: Harnessing optical forces in integrated photonic circuits. In: *Nature* 456 (2008), November, Nr. 7221, 480–484. – ISSN 0028–0836
- [87] LI, M. ; PERNICE, P. W. H. ; TANG, H. X.: Broadband all-photonic transduction of nanocantilevers. In: *Nature Nanotechnology* 4 (2009), Juni, Nr. 6, 377–382. – ISSN 1748–3387
- [88] CAI, H. ; XU, K. ; TSAI, J. ; LO, G. Q. ; KWONG, D. L. ; LIU, A.: Nano-opto-mechanical linear actuator utilizing gradient optical force. In: *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (TRANSDUCERS), 2011 16th International*, 2011, S. 1709–1712

- [89] DUBEY, A. ; MAVROIDIS, C. ; TOMASSONE, M. S.: Molecular Dynamic Studies of Viral-Protein Based Nano-Actuators. In: *Journal of Computational and Theoretical Nanoscience* 3 (2006), Nr. 6, 885-897. – DOI 10.1166/jctn.2006.005
- [90] LIEDL, T. ; SOBEY, T. L. ; SIMMEL, F. C.: DNA-based nanodevices. In: *Nano Today* 2 (2007), Nr. 2, 36 - 41. – DOI 10.1016/S1748–0132(07)70057–9. – ISSN 1748–0132
- [91] HARTBAUM, J.: *Magnetisches Nanoaktorsystem*. KIT Scientific Publishing, 2013. – ISBN 978–3–86644–981–7
- [92] KOHL, M. ; SKROBANEK, K. D. ; GOH, C. M. ; ALLEN, D. M.: Mechanical characterization of shape memory micromaterials. In: *Proc. SPIE* 2880 (1996), 108-118. – DOI 10.1117/12.250972
- [93] DUNAND, D. C. ; MÜLLNER, P.: Size Effects on Magnetic Actuation in Ni-Mn-Ga Shape-Memory Alloys. In: *Advanced Materials* 23 (2011), Nr. 2, 216–232. – DOI 10.1002/adma.201002753. – ISSN 1521–4095
- [94] KOHL, M. ; SCHMITT, M. ; BACKEN, A. ; SCHULTZ, L. ; KREVEK, B. ; FÄHLER, S.: Ni-Mn-Ga shape memory nanoactuation. In: *Applied Physics Letters* 104 (2014), Nr. 4, 043111. – DOI 10.1063/1.4863667
- [95] CHERNENKO, V. ; KOHL, M. ; OHTSUKA, M. ; TAKAGI, T. ; L'VOV, V. ; KNIAZKYI, V.: Thickness dependence of transformation characteristics of Ni-Mn-Ga thin films deposited on alumina: Experiment and modeling. In: *Materials Science and Engineering: A* 438-440 (2006), Nr. 0, 944 - 947. – DOI 10.1016/j.msea.2006.02.055. – ISSN 0921–5093
- [96] BESSEGHINI, S. ; GAMBARDELLA, A. ; CHERNENKO, V. A. ; HAGLER, M. ; POHL, C. ; MÜLLNER, P. ; OHTSUKA, M. ; DOYLE, S.: Transformation behavior of Ni-Mn-Ga/Si(100) thin film composites with different film thicknesses. In: *The European Physical Journal Special Topics* 158 (2008), Nr. 1, 179-185. – DOI 10.1140/epjst/e2008–00673–3. – ISSN 1951–6355
- [97] AUGE, A. ; TEICHERT, N. ; MEINERT, M. ; REISS, G. ; HÜTTEN, A. ; YÜZÜAK, E. ; DINCER, I. ; ELERMAN, Y. ; ENNEN, I. ; SCHATTSCHNEIDER, P.: Thickness dependence of the martensitic transformation, magnetism, and magnetoresistance in epitaxial Ni-Mn-Sn ultrathin films. In: *Phys. Rev. B* 85 (2012), Jun, 214118. – DOI 10.1103/PhysRevB.85.214118
- [98] BUSCHBECK, J. ; NIEMANN, R. ; HECZKO, O. ; THOMAS, M. ; SCHULTZ, L. ; FÄHLER, S.: In situ studies of the martensitic transformation in epitaxial Ni-Mn-Ga films. In: *Acta Materialia* 57 (2009), Nr. 8, 2516 - 2526. – DOI 10.1016/j.actamat.2009.02.008. – ISSN 1359–6454
- [99] CHULIST, R. ; BÖHM, A. ; OERTEL, C.-G. ; SKROTZKI, W.: Self-accommodation in polycrystalline 10M Ni-Mn-Ga martensite. In: *Journal of Materials Science* 49 (2014), Nr. 11, 3951-3955. – DOI 10.1007/s10853–013–7996–z. – ISSN 0022–2461

- [100] ROSENBERG, S. J.: *Nickel and Its Alloys*. Bd. 106. National Bureau of Standards, 1968
- [101] BRANDT, R. ; NEUER, G.: Measurement of the Electric Resistivity of Metals up to and Above the Melting Temperature. In: *Advanced Engineering Materials* 5 (2003), Nr. 1-2, 52–55. – DOI 10.1002/adem.200390007. – ISSN 1527–2648
- [102] WEISS, R. ; MAROTTA, A.: Spin-dependence of the resistivity of magnetic metals. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 9 (1959), Nr. 3-4, 302 - 308. – DOI 10.1016/0022–3697(59)90107–6. – ISSN 0022–3697
- [103] MOTT, N. F.: The Electrical Conductivity of Transition Metals. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A - Mathematical and Physical Sciences* 153 (1936), Nr. 880, 699-717. – DOI 10.1098/rspa.1936.0031
- [104] NEPIJKO, S. A. ; WIESENDANGER, R.: Size Dependence of the Curie Temperature of Separate Nickel Particles Studied by Interference Electron Microscopy. In: *EPL (Europhysics Letters)* 31 (1995), Nr. 9, 567
- [105] JU, Y. S.: Phonon heat transport in silicon nanostructures. In: *Applied Physics Letters* 87 (2005), Nr. 15, 153106. – DOI 10.1063/1.2089178
- [106] HOPKINS, P. E. ; REINKE, C. M. ; SU, M. F. ; OLSSON, R. H. ; SHANER, E. A. ; LESEMAN, Z. C. ; SERRANO, J. R. ; PHINNEY, L. M. ; EL-KADY, I.: Reduction in the Thermal Conductivity of Single Crystalline Silicon by Phononic Crystal Patterning. In: *Nano Letters* 11 (2011), Nr. 1, 107-112. – DOI 10.1021/nl102918q
- [107] ASHEGHI, M. ; TOUZELBAEV, M. N. ; GOODSON, K. E. ; LEUNG, Y. K. ; WONG, S. S.: Temperature-Dependent Thermal Conductivity of Single-Crystal Silicon Layers in SOI Substrates. In: *Journal of Heat Transfer* 120 (1998), Nr. 1, 30-36. – DOI 10.1115/1.2830059
- [108] MINGO, N.: Calculation of Si nanowire thermal conductivity using complete phonon dispersion relations. In: *Phys. Rev. B* 68 (2003), Sep, 113308. – DOI 10.1103/PhysRevB.68.113308
- [109] LI, D. ; WU, Y. ; KIM, P. ; SHI, L. ; YANG, P. ; MAJUMDAR, A.: Thermal conductivity of individual silicon nanowires. In: *Applied Physics Letters* 83 (2003), Nr. 14, 2934-2936. – DOI 10.1063/1.1616981
- [110] LORD, O. T. ; WANN, E. T. ; HUNT, S. A. ; WALKER, A. M. ; SANTANGELI, J. ; WALTER, M. J. ; DOBSON, D. P. ; WOOD, I. G. ; VOCADLO, L. ; MORARD, G. ; MEZOUAR, M.: The NiSi melting curve to 70 GPa. In: *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 233 (2014), Nr. 0, 13 - 23. – DOI 10.1016/j.pepi.2014.05.005. – ISSN 0031–9201
- [111] WATANABE, A. ; ITOH, H. ; INOUE, J.: Theory of magnetoresistance in ferromagnetic junctions with a semimetal. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 272 (2004), MAY, Nr. Part 3 Sp. Iss. SI, S. 1720–1721. – DOI 10.1016/j.jmmm.2003.12.1327. – ISSN 0304–8853

- [112] JEONG, J.-h. ; CHUNG, S. hoon ; LEE, S.-H. ; KWON, D.: Evaluation of elastic properties and temperature effects in Si thin films using an electrostatic microresonator. In: *Microelectromechanical Systems, Journal of* 12 (2003), Aug, Nr. 4, S. 524–530. – DOI 10.1109/JMEMS.2003.811733. – ISSN 1057–7157
- [113] FARRARO, R. ; MCLELLAN, R. B.: Temperature dependence of the Young's modulus and shear modulus of pure nickel, platinum, and molybdenum. In: *Metallurgical Transactions A* 8 (1977), Nr. 10, 1563-1565. – DOI 10.1007/BF02644859. – ISSN 0360–2133
- [114] SPINNER, S.: Temperature dependence of elastic constants of some cermet specimens. In: *Journal of Research of the National Bureau of Standards, Section C: Engineering and Instrumentation* 65C (1961), Apr, Nr. 2, 89. – DOI 10.6028/jres.065C.011
- [115] AALTIO, I. ; LAHELIN, M. ; SÖDERBERG, O. ; HECZKO, O. ; LÖFGREN, B. ; GE, Y. ; SEPPÄLÄ, J. ; HANNULA, S.-P.: Temperature dependence of the damping properties of Ni-Mn-Ga alloys. In: *Materials Science and Engineering: A* 481-482 (2008), Nr. 0, 314 - 317. – DOI 10.1016/j.msea.2006.12.229. – ISSN 0921–5093
- [116] OHTSUKA, MAKOTO ; MATSUMOTO, M. ; ITAGAKI, K.: Mechanical and shape memory properties of ferromagnetic Ni₂MnGa sputter-deposited films. In: *J. Phys. IV France* 112 (2003), 899-902. – DOI 10.1051/jp4:20031026
- [117] CHERNENKO, V. A. ; SEGUÍ, C. ; CESARI, E. ; PONS, J. ; KOKORIN, V. V.: Sequence of martensitic transformations in Ni-Mn-Ga alloys. In: *Physical Review B* 57 (1998), Feb, 2659–2662. – DOI 10.1103/PhysRevB.57.2659
- [118] ASEGUINOLAZA, I. R. ; REYES-SALAZAR, I. ; SVALOV, A. V. ; WILSON, K. ; KNOWLTON, W. B. ; MÜLLNER, P. ; BARANDIARÁN, J. M. ; VILLA, E. ; CHERNENKO, V. A.: Transformation volume strain in Ni-Mn-Ga thin films. In: *Applied Physics Letters* 101 (2012), 241912. – DOI 10.1063/1.4772005
- [119] ASEGUINOLAZA, I. ; ORUE, I. ; SVALOV, A. ; WILSON, K. ; MÜLLNER, P. ; BARANDIARÁN, J. ; CHERNENKO, V.: Martensitic transformation in Ni-Mn-Ga/Si(100) thin films. In: *Thin Solid Films* 558 (2014), Nr. 0, 449 - 454. – DOI 10.1016/j.tsf.2014.02.056. – ISSN 0040–6090
- [120] KOHL, M. ; AGARWAL, A. ; CHERNENKO, V. ; OHTSUKA, M. ; SEEMANN, K.: Shape memory effect and magnetostriction in polycrystalline Ni-Mn-Ga thin film microactuators. In: *Materials Science and Engineering: A* 438-440 (2006), 940 - 943. – DOI 10.1016/j.msea.2006.02.062. – ISSN 0921–5093
- [121] PONS, J. ; CHERNENKO, V. ; CESARI, E. ; L'VOV, V.: Stress-strain - Temperature behaviour for martensitic transformation in Ni-Mn-Ga single crystal compressed along <001> and <110> axes. In: *J. Phys. IV France* 112 (2003). – DOI 10.1051/jp4:20031035

- [122] AALTIO, I. ; SÖDERBERG, O. ; FRIMAN, M. ; GLAVATSKYY, I. ; GE, Y. ; GLAVATSKA, N. ; HANNULA, S-P.: Determining the liquidus and ordering temperatures of the ternary Ni-Mn-Ga and quaternary Ni-Mn-Ga-Fe/Cu alloys. In: *ESOMAT ESOMAT*, 2009, 04001
- [123] RÖSLER, J. ; HARDERS, H. ; BÄKER, M.: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Teubner, 2006
- [124] GROSS, D. ; HAUGER, W. ; SCHRÖDER, J. ; WALL, W. A.: *Technische Mechanik*. Bd. 2: Elastostatik. 10. Springer, 2009
- [125] BURTON, B. B. ; GOLDSTEIN, D. N. ; GEORGE, S. M.: Atomic Layer Deposition of MgO Using Bis(ethylcyclopentadienyl)magnesium and H₂O. In: *The Journal of Physical Chemistry C* 113 (2009), Nr. 5, 1939-1946. – DOI 10.1021/jp806088m
- [126] SHAHMIR, H. ; NILI-AHMADABADI, M. ; WANG, C. T. ; JUNG, J. M. ; KIM, H. S. ; LANGDON, T. G.: Annealing behavior and shape memory effect in NiTi alloy processed by equal-channel angular pressing at room temperature. In: *Materials Science and Engineering: A* 629 (2015), Nr. 0, 16 - 22. – DOI 10.1016/j.msea.2015.01.072. – ISSN 0921–5093
- [127] JIANG, Y. G. ; ONO, T. ; ESASHI, M.: Fabrication of piezoresistive nanocantilevers for ultra-sensitive force detection. In: *Measurement Science and Technology* 19 (2008), Nr. 8, 084011