

Resonante magnetoelektrische Sensoren zur Detektion niederfrequenter Magnetfelder

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaft

Christine Kirchhof

Technische Fakultät
Christian-Albrechts-Universität zu Kiel
2017

1. Gutachter

Prof. Dr.-Ing. Eckhard Quandt

2. Gutachter

Prof. Dr.-Ing. Jeffrey McCord

3. Gutachter

Prof. Dr. rer. nat. Doru C. Lupascu

Datum der mündlichen Prüfung

03.11.2017

Versicherung

Hiermit versichere ich, dass die vorliegende Arbeit nach Inhalt und Form - abgesehen von der Beratung durch die Betreuer - meine eigene Arbeit ist. Alle Hilfen und Unterstützungen durch Kollegen sowie Quellen sind gekennzeichnet.

Die Arbeit ist unter der Einhaltung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden und wurde bisher keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt oder als Ganzes veröffentlicht.

Kiel, den

Christine Kirchhof

Kurzfassung

Magnetoelektrische Komposite können als Sensoren für magnetische Felder genutzt werden. Das Funktionsprinzip beruht in der mechanischen Kopplung einer magnetostriktiven Phase mit einer piezoelektrischen Phase, in welcher durch Dehnungsübertragung proportional zur Magnetisierung eine elektrische Spannung generiert wird. An Epoxyd-laminierten Kompositen aus Terfenol-D-Folien und PZT-Scheiben mit Maßen von 14 cm x 6 cm x 0,4 cm wurden magnetische Auflösungsgrenzen von $20 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ für 1 Hz bis 10 Hz und $2 \text{ fT Hz}^{-1/2}$ in Resonanz bei 78 kHz gezeigt (Zhai et al. APL 2006). Damit bieten magnetoelektrische Sensoren das Potential biomagnetische Signale vom Herzen oder Gehirn zu detektieren, welche dazu genutzt werden können die medizinische Diagnostik zu verbessern. Für eine medizinisch sinnvolle räumliche Auflösung der biomagnetischen Felder ist es erforderlich, die Größe der Sensoren bei gleichbleibender Auflösungsgrenze zu verringern. In der vorliegenden Arbeit wird dieses Ziel durch die Nutzung der Dünnschichttechnologie und der Mikrosystemtechnologie verfolgt. Ein polysiliziumbasierter Prozess auf Waferebene wird für die Herstellung magnetoelektrischer Dünnschicht-Sensoren entwickelt. In Anlehnung an großskalige magnetoelektrische Dünnschicht-Komposite auf Silizium erfolgt die mechanische Kopplung über eine Biegebalkenstruktur mit Breite 1 mm bzw. 2 mm, Länge 3 mm und Dicke $50 \mu\text{m}$ bzw. $25 \mu\text{m}$. Als piezoelektrische bzw. magnetostriktive Schicht werden $2 \mu\text{m}$ AlN und PZT, bzw. FeCoSiB-Multilagungen integriert. Die Einflüsse der Breiten und Dickenvariation, der Reduktion viskoser Luftdämpfung, der Elektrodenform und des magnetischen Zustandes auf die Sensitivität, das Rauschen und auf die Auflösungsgrenze wird diskutiert. Mit den entwickelten Sensoren werden in Resonanz bei ca. 7,5 kHz unter Vakuumbedingungen weltweit höchste Sensitivitäten von 60 kV/T ($30 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$) erzielt. Durch thermisch-mechanisches Rauschen ist die Auflösungsgrenze in Resonanz dabei auf ca. $2 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ begrenzt. Durch Nutzung der ΔE -Eigenschaften kann über eine Frequenzmodulationstechnik auch bei niedrigen Frequenzen (5 Hz - 30 Hz) eine gute Auflösungsgrenze von bis zu $100 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ erreicht werden. Die Ergebnisse zeigen hierbei, dass eine weitere Verbesserungen der magnetischen Phase und Erhöhung der Güte das Potential bieten, die Auflösungsgrenze weiter zu verbessern. Im Vergleich zu den laminierten Kompositen konnte das Volumen des Sensors um 3 Größenordnungen (inklusive Rahmen) bzw. 5 Größenordnungen (nur aktive Phase) reduziert werden, während die magnetische Auflösungsgrenze bei niedrigen Frequenzen nur eine Größenordnung schlechter ist.

Abstract

Magnetolectric composites can be used as magnetic field sensors. The working principle is based on the mechanical coupling of a magnetostrictive phase to a piezoelectric phase. Due to the strain transfer an electric voltage is induced proportional to the magnetization. Epoxy - laminated composites from Terfenol-D and PZT with dimensions of 14 cm x 6 cm x 0.4 cm showed a limit of detection of $20 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ for 1 Hz to 10 Hz and $2 \text{ fT Hz}^{-1/2}$ at their resonance of 78 kHz (Zhai et al. APL 2006). Thus, magnetolectric composites offer the possibility to measure the biomagnetic fields from heart or brain which can be used to improve the medical diagnostic. For a reasonable spatial resolution the size of magnetolectric sensors has to be reduced while keeping a low limit of detection. In this work thin film technology and micro system technology are applied to reach this goal. A polysilicon based process is established. As in large scale thin film magnetolectric devices the mechanical coupling is achieved by a cantilever structure using a width of 1 mm and 2 mm, length of 3 mm and a width of $50 \mu\text{m}$ and $25 \mu\text{m}$. The piezoelectric and magnetostrictive phase is a $2 \mu\text{m}$ AlN- or PZT layer and a FeCoSiB-multilayer. The influence of the dimension variation, the reduction of viscous damping, the electrode size and of the magnetic state onto the sensitivity, noise and limit of detection is discussed. The sensors achieve huge sensitivities of 60 kV/T ($30 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$) at their mechanical resonance (7,5 kHz) if operated in vacuum. Thermal-mechanical noise limits the detection to $2 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ at resonance. By a frequency modulation technique using the ΔE -properties of the composite a limit of detection of $100 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ for 5 Hz to 30 Hz can be achieved. The results indicate that a further improvement of the magnetic phase and of the quality factor can reduce the limit of detection even further. In comparison to the large laminated composites the volume of the sensors has been reduced by 3 orders of magnitude (including the frame) or by 5 orders of magnitude taking into account only the active phase. At the same time the limit of detection is just one order of magnitude worse.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik	3
2.1 Magnetoelektrische Sensoren	3
2.1.1 Magnetismus	6
Magnetostriktion	11
ΔE -Effekt	17
2.1.2 Piezoelektrizität, AlN und PZT	18
ME-Sensitivität durch AlN gegenüber PZT	21
2.1.3 Mechanische Kopplung	24
Resonanzfrequenz	25
2.1.4 Qualitätsfaktor	26
2.2 Rauschmodelle / SNR	28
2.3 Auslesetechniken	32
2.3.1 Direkte Detektion	32
2.3.2 Magnetische Modulation	33
2.3.3 ΔE -Ausleseprinzip	35
3 Experimentelle Grundlagen	38
3.1 MEMS und Dünnschichttechnologie	38
3.1.1 Abscheidetechniken	39
Sputtern	39
Sol-Gel PZT und Polung	42
PECVD-Anlage	42
3.1.2 Strukturierungstechniken	44
Lithografie	44
Nasschemie	45
IBE	47
ICP-RIE	47
3.1.3 Basisprozess	49
3.1.4 Nachbehandlungen	50
3.2 Strukturelle Charakterisierung	50

3.2.1	Profilometer	50
3.3	Magnetische Charakterisierung	52
3.3.1	MOKE	52
3.3.2	Magnetostriktive Eigenschaften	53
3.4	Magnetoelektrische Charakterisierung	55
4	ME-Sensoren für niederfrequente magnetische Signale	57
4.1	Resonante Sensoren im Vakuum	58
4.2	FeCoSiB Multilagen, Einfluss von Substratrauigkeit, Spannung und Strukturierung	60
4.2.1	Multilagen im Vergleich zu Einzellagen	61
4.2.2	Substratrauigkeit	63
4.2.3	Filmspannung	68
4.2.4	Strukturierung	73
4.2.5	Zusammenfassung FeCoSiB-Multilagen	76
5	ME-Sensoren hergestellt mit der Silizium-Mikromechanik	78
5.1	Zielsetzung und Konzeption	78
5.2	Prozessierung	81
5.2.1	Prozessablauf	81
5.2.2	Partikelproblem	89
5.2.3	Strukturierung der FeCoSiB-Schicht	90
Rauigkeiten der Polysilizium-Membran	97	
5.3	Magnetoelektrische Sensoreigenschaften	98
5.3.1	Einfluss von Filmspannung auf die magnetische Anisotropie	98
5.3.2	Magnetische Auflösungsgrenze durch magnetische Modulation	103
5.3.3	Resonanzfrequenz	113
5.3.4	Einfluss von Substrat, Vakuum und Magnetisierung auf Q	114
5.3.5	Einfluss von Substrat und Vakuum auf die ME-Sensitivität	120
Sensorbreite	120	
Substratdicke und Qualitätsfaktor	126	
5.3.6	Einfluss von Elektroden und Piezoelektrikum auf die ME-Sensitivität	127
Elektrodendesign	127	
Piezoelektrikum	128	
5.3.7	Rauschverhalten und Auflösungsgrenze	130
Rauschniveau in Resonanz	130	
Rauschniveau außerhalb der Resonanz	137	
Magnetische Auflösungsgrenze in Resonanz	137	
5.3.8	Vergleich der Auflösungsgrenze in Resonanz zum Stand der Technik	140
5.4	ΔE -Eigenschaften der Sensoren	144
5.4.1	Elektrische Sensitivität	144
Nichtlinearitäten	146	

	Einfluss von Vakuum auf die elektrische Sensitivität	148
	Elektrodendesign	150
5.4.2	Magnetische Sensitivität	152
	Verlauf der $f_r(H)$ -Kurve	152
	Ableitung der $f_r(H)$ Kurve	153
5.4.3	Magnetische Auflösungsgrenze durch ΔE -Ausleseverfahren	156
	Tiefpassverhalten	156
	Rauschverhalten unter elektrischer Anregung	157
	Einfluss von Vakuum	159
	Vergleich zum Stand der Technik	160
6	Zusammenfassung und Ausblick	163
7	Anhang	167
	Literaturverzeichnis	182
	Eigene Publikationen	183
	Danksagung	185

Kapitel 1

Einleitung

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen der Sonderforschungsbereiche 855 und 1261 entstanden. Die Zielsetzung der Forschung ist es, neuartige Magnetfeldsensoren für die Messung biomagnetischer Signale des menschlichen Körpers zu entwickeln. Zu diesen Signalen gehören Magnetfelder vom Herzen mit Amplituden im Picotesla-Bereich und Frequenzkomponenten bis zu 30 Hz, durch Hirnschrittmacher induzierte Magnetfelder mit Amplituden im Picotesla-Bereich und Frequenzkomponenten um 150 Hz und Magnetfelder vom Gehirn mit quasi-statischen Frequenzkomponenten im Bereich von Femtotesla. Die Messung dieser Signale bietet Aufschluss über Krankheiten wie z.B. Epilepsie oder Herz-Rhythmus-Störungen und erfolgt zur Zeit überwiegend durch die Messung der entsprechenden elektrischen Felder (Elektrokardiographie EKG und Elektroenzephalographie EEG). Die Messung der magnetischen Felder des Körpers gegenüber den elektrischen Feldern bietet jedoch mehrere Vorteile. Elektrische Felder werden durch die lokal variierende elektrische Leitfähigkeit des Körpers beeinflusst. Magnetischer Felder durchdringen den Körper dagegen ungehindert. Aktivitäten in tiefer liegenden Bereichen des Körpers können somit über ihre entsprechenden Magnetfelder besser lokalisiert werden als die entsprechenden elektrischen Felder und ermöglichen somit bessere Diagnostik [1]. Des Weiteren erfordert die Messung elektrischer Felder in vielen Fällen einen elektrischen Kontakt über die Haut. Je nach Patientenzustand ist der elektrische Kontakt durch Schweiß oder Verletzungen entweder nicht möglich oder zeitlich begrenzt. Magnetfelder können dagegen berührungslos gemessen werden.

Derzeit werden die magnetischen Felder des Körpers mit SQUID-Sensoren¹ gemessen, deren magnetische Auflösungsgrenze im Bereich weniger Femtotesla bei 1 Hz liegt [2]. Der Nachteil von SQUID-Sensoren ist die für den Betrieb nötige Kühlung der Sensoren auf ca. 77 K durch flüssigen Stickstoff. Messgeräte bzw. Messkammern für Magnetokardiographie (MEG) und Magnetocephalographie (MEG) sind daher sehr aufwendig, groß und nicht mobil und somit für eine schnelle mobile Diagnostik im Krankenhaus nicht geeignet.

Das medizinische Interesse an einer flexiblen präzisen Messmethode der magnetischen Felder des Körpers motiviert die Entwicklung neuartiger ungekühlter, sensitiver Magnetfeldsensoren. Wichtig ist hierbei eine geringe Abmessung des Sensors, so dass Sensorarrays zur flächendeckenden Messung und Lokalisation aufgebaut werden können.

Aktuell existieren verschiedene Konzepte, um diesen Bedarf zu decken. Die Magnetoimpedanz-Sensoren von Uchiyama et al. [3], basierend auf einem amorphen CoFeSiB-Draht mit 8 mm Länge umwickelt mit Spulen, erreichen Auflösungsgrenzen im Bereich von $10 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ für Frequenzen von 2 bis 20 Hz. Die Einsatzmöglichkeit für MKG wurde

¹engl.: superconductive quantum interference device

bereits gezeigt [4]. Inwieweit diese niedrigen Auflösungsgrenzen auch für kleinere Magnetoimpedanz-Sensoren erreicht werden können [5] muss geklärt werden.

Ein anderes Konzept sind die optisch gepumpten Atom-Magnetometer um Knappe et al. [6]. Das Funktionsprinzip besteht in der optischen Messung der Elektronspin-Präzession von Rubidium Atomen, deren Polarisation vom Magnetfeld abhängig ist. Die Abmessungen der Sensoren betragen 12 mm x 8 mm x 6,3 mm und weisen bei 10 Hz eine magnetische Auflösungsgrenze von $200 \text{ fT Hz}^{-1/2}$ auf [7].

Ein weiteres Konzept, das in dieser Arbeit verfolgt wird, ist die Nutzung des magnetoelastischen Effektes in magnetoelastischen Kompositen, die aus mechanisch gekoppelten magnetoelastischen und piezoelektrischen Phasen bestehen. Das Funktionsprinzip besteht in der durch ein Magnetfeld induzierten Dehnungsübertragung des magnetoelastischen Materials auf die piezoelektrische Phase, wodurch in dieser eine elektrische Spannung proportional zum Magnetfeld induziert wird. Magnetoelastische Sensoren basierend auf laminierten Terfenol-D/PZT Folien erreichen magnetische Auflösungsgrenzen im Bereich von $20 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ bei 1 Hz und bis zu $2 \text{ fT Hz}^{-1/2}$ bei 78 kHz [8]. Die Abmessungen dieser Sensoren betragen jedoch mehrere Zentimeter und sind auch hinsichtlich des Herstellungsprinzips nicht in Chip-Größe integrierbar. Motiviert von diesen sehr guten Auflösungsgrenzen großskaliger magnetoelastischer Komposite erforscht daher der SFB855/1261 magnetoelastische Dünnschicht-Sensoren, deren Prozessierung an die MEMS-Technologie² angelehnt ist. Es sollen ungekühlte, passive und hoch sensitive Magnetfeldsensoren entwickelt werden, deren Abmessungen wenige Millimeter betragen und aufgrund der MEMS-Technologie in elektronische Schaltkreise leicht und kostengünstig integrierbar sind.

Das Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung eines MEMS-basierten Prozesses mit der Integrierung der piezoelektrischen Phase AlN bzw. PZT und der magnetoelastischen Phase FeCoSiB. Die Sensitivität der Sensoren und magnetische Auflösungsgrenze für niederfrequente und hochfrequente Magnetfelder wird diskutiert.

²MEMS: Mikro-Elektronische-Mechanische Systeme

Kapitel 2

Stand der Technik

2.1 Magnetoelektrische Sensoren

Magnetoelektrische Sensoren sind Magnetfeldsensoren, die den magnetoelektrischen Effekt nutzen, um magnetische Felder zu detektieren. Der magnetoelektrische Effekt (ME-Effekt) beschreibt die Induktion eines elektrischen Feldes E durch ein magnetisches Feld H , bzw. in-vers die Magnetisierung durch ein elektrisches Feld und wird über den magnetoelektrischen Koeffizienten α_{ME} beschrieben. Die in der Literatur am häufigsten verwendete Einheit für α_{ME} ist $\text{V cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$.

$$\frac{\partial E}{\partial H} = \alpha_{ME} \quad (2.1)$$

Der magnetoelektrische Effekt ermöglicht potentiell eine Vielzahl von technischen Anwendungen. Hierzu gehört neben der Verwendung als magnetischer Sensor auch die Realisierung abstimmbarer elektrischer Filter oder die magnetische Datenspeicherung über den inversen Effekt [9].

In einphasigen Materialien ist die magnetoelektrische Effektgröße vernachlässigbar gering und liegt im Bereich von wenigen $\text{mV cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$ [9]. Die Ursache für die geringe Effektgröße wurde durch die theoretischen Studien von Nicola Hill [10] geklärt. Ferromagnetismus und Ferroelektrizität schließen sich gegenseitig aus, da Ersteres leere, Zweiteres teilweise gefüllte Metallorbitale erfordern.

Eine Alternative zu einphasigen Materialien sind magnetoelektrische Komposite, in denen eine magnetostruktive Phase mit einer piezoelektrischen Phase mechanisch gekoppelt ist. Der magnetoelektrische Effekt in solchen Kompositen ist eine Produkteigenschaft, die aus dem piezomagnetischen Koeffizienten d_{ij} , dem piezoelektrischen Koeffizienten d_{ij}^m , der elektrischen Feldkonstante ϵ_0 , der Dielektrizitätskonstante der piezoelektrischen Phase ϵ_r , sowie der mechanischen Kopplung κ [11] zusammen gesetzt ist.

$$\alpha_{ME} = \frac{d_{ij}}{\epsilon_0 \epsilon_r} * \kappa * d_{ij}^m \quad (2.2)$$

In magnetoelektrischen Kompositen können weitaus größere magnetoelektrische Effekte erreicht werden als in einphasigen Verbindungen, da piezoelektrische, magnetostruktive und mechanische Eigenschaften unabhängig voneinander optimiert werden können. Als Anordnung der beiden Phasen zueinander haben sich aufgrund der guten Kopplung und einfachen Prozessierung Lagenstrukturen, sogenannte 2-2 Komposite, bewährt. Die Einbettung von

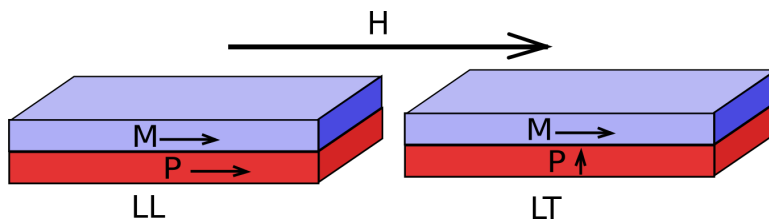


Abbildung 2.1: Skizze der Longitudinal-Transversal-Mode (LT) und die Longitudinal-Longitudinal-Mode, Magnetische Polarisation M und elektrische Polarisation P , induziert durch ein Magnetfeld H .

magnetostruktiven Partikeln in eine piezoelektrische Matrix (0-3 Komposit) ist machbar, in der Praxis aber oft durch Verlustströme oder Störung der piezoelektrischen Matrix gekennzeichnet [12]. Die relevantesten Betriebsformen der 2-2 Komposite sind die Longitudinal-Transversal-Mode (LT) und die Longitudinal-Longitudinal-Mode, welche sich auf die durch ein Magnetfeld induzierte magnetische und elektrische Polarisation bezieht, skizziert in Abbildung 2.1.

Hinsichtlich der Herstellung lassen sich zwei Forschungsrichtungen unterscheiden. In der Gruppe um D. Viehland, Srinivasan und Bichurin [13], [14], werden magnetostruktive Folien (z.B. Terfenol-D¹) mit piezoelektrischen PZT-² oder PMN-PT-Folien³ durch Epoxyd-Laminierung zusammengefügt. Diese Komposite erreichen hohe statische Koeffizienten von $2 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ [13] bis zu $62 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ [15], weisen aber große laterale Abmessungen von mehreren Zentimetern auf. Aufgrund der Größe und der Herstellungsmethode sind diese Komposite in Silizium-basierte Chiptechnologie umständlich integrierbar.

Dem entgegen stehen Forschungen, die sich an der Dünnschichttechnologie der MEMS-Technologie orientieren (MEMS: Mikro-Elektronisches-Mechanisches Systemen, typischerweise Silizium basiert). Magnetoelektrische Dünnschichtkomposite werden neben der Gruppe um E. Quandt [16], [17] von Zhao et al. [18] und von N.X.Sun et al. [19] erforscht und erreichen ebenfalls hohe statische magnetoelektrische Koeffizienten von $3 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ [16], können aber mit lateralen Abmessungen von wenigen Millimetern bis Mikrometern prozessiert werden.

Beiden Forschungsrichtungen gemein ist, dass der magnetoelektrische Effekt durch Nutzung von Resonanzeffekten stark erhöht werden kann [20], [21], [16]. Entspricht die Frequenz des magnetischen Feldes $f(H)$ der mechanischen Resonanzfrequenz des Komposites, können magnetoelektrische Koeffizienten von mehreren $\text{kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ erreicht werden [22]. Die Effektivität der Resonanzerhöhung kann über den Qualitätsfaktor Q beschrieben werden, welcher reziprok zur Dämpfung steht (Details Abschnitt 2.1.4).

Als Resonanzform und Mode sind für magnetoelektrische ME-Komposite mehrere Anordnungen möglich. Am häufigsten werden ME-Komposite für die Anwendung als Magnetfeld-

¹Tb_{0,3}Dy_{0,7}Fe₂ – Legierung

²Bleizirconat

³PMN-PT: Blei Magnesium Niobate - Bleititanat Einzelkristall

sensoren in der Biegebalkengeometrie erforscht und der ME-Effekt in der ersten Biegemode ausgewertet. Für symmetrische Anordnungen von magnetostriktiver und piezoelektrischer Phase [13] sind des Weiteren Resonanzen entlang der Längsachse des Komposits möglich (Push-Pull). Generell können hohe Resonanzmoden, als auch Dickenschwingungen je nach Anordnung und Anwendung angeregt werden.

Die Signalspannung U_{ME} des Sensors ergibt sich für ein Feld H_{ac} mit dem Elektrodenabstand z und dem magnetoelektrischen Koeffizienten α_{ME} zu:

$$U_{ME} = \alpha_{ME} * z * H_{ac} \quad (2.3)$$

$$U_{ME} = \alpha * H_{ac} \quad (2.4)$$

Die ME-Spannung magnetoelektrischer Komposite kann über einen Plattenkondensator oder über Interdigitalelektroden abgegriffen werden. Im ersteren Fall entspricht z damit der Schichtdicke des Piezoelektrikums und beträgt für Dünnschichten etwa 500 nm bis 5 μ m. Im zweiten Fall kann der Abstand der Interdigitalelektrode genutzt werden, um die ME-Spannung zu verbessern. Abstände bis zu 20 μ m sind für Schichtdicken von 2 μ m des Piezoelektrikums (Bsp. PZT) möglich [23]. Um die Sensitivität solch unterschiedlicher Sensoren besser vergleichen zu können, wird neben α_{ME} die magnetoelektrische Sensitivität α in der Einheit V/T eingeführt mit $\alpha = \alpha_{ME} * z$.

Die magnetische Auflösungsgrenze magnetoelektrischer Sensoren ergibt sich aus dem frequenzabhängigen Signal zu Rauschverhältnis. Sensorintrinsische und Extrinsische Rauschquellen sorgen dafür, dass das Spannungsrauschen magnetoelektrischer Sensoren mit der Frequenz abnimmt. Die Rauschquellen werden in Abschnitt 2.2 näher erläutert. Untersuchungen zum Rauschverhalten magnetoelektrischer Sensoren erfolgten für Epoxyd-laminierte ME-Sensoren durch die Gruppe um Ch. Dolabdjian [24] [15] und für Dünnschicht ME-Sensoren durch R. Jahns et al. [25].

Großskalige Epoxyd-laminierte ME-Sensoren aus Metglas/PZT oder Terfenol-D/PZT mit statischen ME-Koeffizienten von 50 V cm⁻¹ Oe⁻¹ [26] erreichen magnetische Auflösungsgrenzen von 20 pT Hz^{-1/2} bei 1 Hz und bis zu 2 fT Hz^{-1/2} bei 78 kHz in Resonanz [8]. Für Dünnschicht-ME-Sensoren aus FeCoSiB/AlN in Biegebalkenform können unter Resonanz bis zu 400 fT bei 870 Hz [27] erreicht werden. Außerhalb der Resonanz ist die magnetische Auflösungsgrenze durch den geringeren ME-Koeffizienten und das höhere Rauschlevel auf ca. 1 nT Hz^{-1/2} beschränkt [28].

Magnetische Auflösungsgrenzen im Femto- bis Picotesla-Bereich für quasi statische Frequenzen von 1 Hz - 10 Hz sind von großem Interesse für die Messung biomagnetischer Signale (Magnetokardiographie, Magnetoenzephalographie, als auch vom Hirnschrittmacher induzierte Magnetfelder). Die Epoxyd-laminierten ME-Sensoren erreichen diese geforderten Auflösungsgrenzen für niedrige Frequenzen, allerdings ist aufgrund der Größe der Sensoren (Länge x Breite 8 cm x 1 cm, [26]) keine sinnvolle räumliche Auflösung möglich. Dünnschicht-ME-Sensoren können dagegen günstig mit Abmessungen von wenigen Mikrometern gefertigt werden, erreichen aber zur Zeit nicht die nötigen Auflösungsgrenzen für niedrige

Frequenzen. Verschiedene Modulaktionstechniken wurden für ME-Sensoren entwickelt, um die hohe Sensitivität in Resonanz und die damit verbundene gute magnetische Auflösungsgrenze für niedrige Frequenzen zu nutzen [24]. Mit der magnetischen Modulationstechnik, zeitgleich von Robert Jahns [28] und der Gruppe um D. Viehland [29], [30] entwickelt, ist es mit Dünnschicht-ME Sensoren derzeit möglich eine magnetische Auflösungsgrenze von $180 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ bei 10 Hz zu erreichen [31]. Durch Nutzung des ΔE -Effektes können ähnlich gute magnetische Auflösungsgrenzen von $300 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ [32] bzw. $100 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ (diese Arbeit, [33]) erreicht werden.

Diese Arbeit konzentriert sich auf die Entwicklung von Dünnschicht-ME-Sensoren. Die Biegebalkengeometrie wird genutzt, da Erkenntnisse aus der Mikrosystemtechnologie zur Herstellung und Analyse von Siliziumbiegebalken einfach übertragen werden können. Im Folgenden werden die einzelnen Effekte magnetoelektrischer Sensoren näher erläutert. Hierzu gehören die magnetischen, magnetostruktiven, magnetoelastischen und piezoelektrischen Eigenschaften der aktiven Phasen, die mechanische Kopplung in Resonanz durch die Biegebalkengeometrie, die Rauschquellen und Rauschmodelle, sowie eine kurze Erläuterung der Mess- und Modulationsverfahren.

2.1.1 Magnetismus

Die relevanten Aspekte des Magnetismus ferromagnetischer Materialien sind im Folgenden nach Hubert und Schäfer [34] zusammengefasst.

Ein Stromfluss durch einen Leiter erzeugt eine magnetische Feldstärke H bzw. eine magnetische Flussdichte B , grundlegend durch die Maxwell'schen Gleichungen beschrieben mit der Stromdichte j , der elektrischen Feldstärke E_{el} und der elektrischen Verschiebung D :

$$\text{rot}H = j + \frac{\partial D}{\partial t} \tag{2.5}$$

$$\text{rot}E_{el} = -\frac{\partial B}{\partial t} \tag{2.6}$$

Die magnetische Flussdichte ist dabei quellenlos, es gilt: $\text{div}B = 0$. Biomagnetische Signale entstehen im Körper durch die ionischen Ströme zwischen Zellen. Diese Ionenströme führen entsprechend Maxwell zu Magnetfeldern. Während der Großteil der somit entstehenden Magnetfelder sich im Körper ausgleicht und nicht messbar ist, sind die Magnetfelder, die durch die kleinen Stromflüsse zwischen den Synapsen im Gehirn entstehen, teilweise zeitlich und räumlich korreliert. Analog sind die Stromimpulse/Magnetfelder des Herzens korreliert und somit messbar.

Die Messung magnetischer Felder mit ME-Sensoren beginnt mit der Magnetisierungsänderung der ferromagnetischen Phase im ME-Komposit. Global gilt folgender Zusammenhang zwischen der magnetischen Feldstärke H , der magnetische Flussdichte B , der Magnetisierung M bzw. magnetischen Polarisierung J im Material:

$$B = \mu_0(H + M) \quad (2.7)$$

$$B = \mu_0 H + J \quad (2.8)$$

mit der Vakuumpermeabilität μ_0 und der relative Permeabilität μ_r .

Im Detail wirken verschiedene Energiebeiträge auf den Magnetisierungsprozess der magnetischen Momente eines Materials. Grundlegend gehört dazu die Wechselwirkungsenergie zwischen den benachbarten magnetischen Momenten der Atome, welche im Falle von den hier relevanten Ferromagneten eine parallele Ausrichtung der Momente begünstigt. Die Wechselwirkung der magnetischen Momente mit dem äußeren Feld ist durch die Zeemanenergie beschrieben.

Die globale bevorzugte Ausrichtung der magnetischen Momente ohne angelegtes Feld ist über die Anisotropie des Materials gegeben. Zu dieser gehört die Kristallanisotropie, die auf der Spin-Orbit-Kopplung beruht und dazu führt, dass es leichte und harte magnetische Achsen gibt. Auch in amorphen Materialien, wie FeCoSiB kann es durch die Nahordnung der Atome zu harten und leichten Achsen kommen. Die Nahordnung kann durch Magnetfeldtempern oder Abscheidung im Magnetfeld erreicht werden. Bedingt durch die Spin-Orbit-Kopplung treten auch magnetoelastische Effekte wie Magnetostriktion, spannungsinduzierte Anisotropie und ΔE -Effekt auf.

Weitere Anisotropien sind die Oberflächenanisotropie, die in besonders dünnen Filmen aufgrund der gebrochenen Symmetrie zum Tragen kommt, sowie die Austauschkopplung in magnetischen Multilagen. Zu letzteren gehört die RKKY-Interaktion nach Rudermann, Kittel, Kasaya und Yoshida und die Exchange-Bias-Kopplung. In ferromagnetischen Multilagen, getrennt durch eine dünne Trennschicht (deutlich unter 5 nm), führt die RKKY-Interaktion je nach Schichtdicke der Trennschicht zu ferromagnetischer oder antiferromagnetischer Kopplung. Die Exchange-Bias-Kopplung bezieht sich auf Multilagen aus ferromagnetischen und antiferromagnetischen Materialien und beruht auf der Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten der Phasen an der Grenzfläche. Die Exchange-Bias-Kopplung kann dazu genutzt werden die Hysteresekurve entlang der leichten Achse zu verschieben. Dies wird erreicht, indem man ein System aus Ferromagnet und Antiferromagnet oberhalb der Blocking-Temperatur des Antiferromagneten, aber unterhalb der Curie-Temperatur des Ferromagneten erhitzt und unter einem, den Ferromagneten sättigen Magnetfeld abkühlt. Die magnetischen Momente der Ferromagneten richten sich parallel zum angelegten Feld aus, der Antiferromagnet übernimmt an der Grenzfläche die Ausrichtung antiparallel und stabilisiert im abgekühlten Zustand die Magnetisierung des Ferromagneten.

Einen großen Einfluss auf das Magnetisierungsverhalten hat schließlich die Streufeldenergie, die sich aus der Maxwellschen Bedingung $\text{div} B = 0$ und der räumlichen Begrenzung eines magnetischen Materials ergibt:

$$\operatorname{div} B = \operatorname{div}(\mu_0 H + J) = 0 \quad (2.9)$$

$$\operatorname{div} H_S = -\operatorname{div}(J/\mu_0) \quad (2.10)$$

wobei H_S das Streufeld ist, welches sich durch die Divergenz der magnetischen Polarisierung ergibt. Wie in Abbildung 2.2 skizziert, führt die Minimierung aller magnetischer Energiebeiträge zu magnetischen Domänen und Wänden in magnetischen Einzellagen.

Abbildung 2.2a; für einen magnetisierten Körper mit der Magnetisierung M entstehen an den Enden des Körpers magnetische Nord- (+) und (-) Südpole, von denen ein Streufeld H_S ausgeht. Im Körper wirkt das Streufeld bzw. Demagnetisierungsfeld H_d der Magnetisierung entgegen. Ohne angelegtes Feld wäre diese skizzierte Magnetfeldverteilung energetisch ungünstig, da so die Streufeldenergie hoch ist. Das Streufeld kann durch Formation von 2 Domänen und einer 180° Domänenwand reduziert werden (2.2b), Annahme: im Körpers herrscht eine starke Anisotropie (z.B. Kristallanisotropie), die es energetisch begünstigt die Magnetisierung entlang der Längsachse zu halten. Der Anteil der Anisotropieenergie ist größer als die der Streufeldenergie, so dass immer noch ein kleines Streufeld an den Enden des Körpers herrscht. Für den Fall, dass die Anisotropie entlang der Längsachse gering ist, bilden sich Abschlussdomänen mit 90° Domänenwänden, so dass eine idealisierte streufeldfreie Domänenkonfiguration erreicht wird (2.2c). Das Streufeld wird über die Wand geschlossen. Für sehr dünne Schichten (≈ 20 nm) sind Néelwände bevorzugt, in welchen die Magnetisierung in der Filmebene xy liegt. Für sehr dicke Schichten sind Blochwände mit einer Magnetisierungsrotation entlang der z -Achse bevorzugt. Diverse Zwischenformen wie asymmetrische Blochwände mit in sich geschlossenem Streufeld sind in der Praxis realistischer.

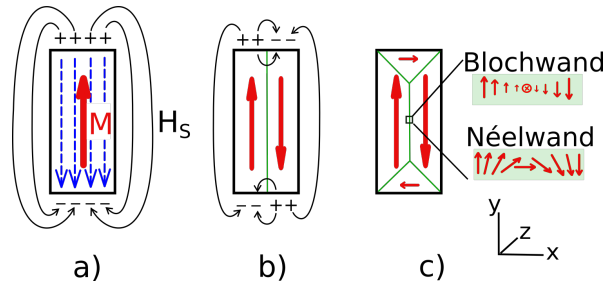


Abbildung 2.2: Skizze des Einflusses der Streufeldenergie (äußeres Feld nicht skizziert), rot Magnetisierung M , schwarz Streufeld H_S , blau Demagnetisierungsfeld H_d , grün Domänenwände. Annahme: Anisotropie begünstigt leichte Achse entlang der langen Achse des Körpers. Erläuterung im Text.

Ein weiterer Aspekt der Streufeldenergie ist die Formanisotropie. Das magnetische Streufeld bzw. Demagnetisierungsfeld, welches der Magnetisierung entgegenwirkt, hängt von der Form des Magneten ab. Für einen entlang seiner langen Achse magnetisierten langen Stab, ist das Streufeld, das durch die magnetischen Pole entsteht, gering. Bei einem kurzen Stab sind die magnetischen Pole dichter beisammen, ein größeres Demagnetisierungsfeld wirkt der Magnetisierung entgegen. Somit ist das äußere Feld, das zur Magnetisierung angewandt werden muss, im letzteren Fall größer. Dies resultiert in einer scheinbaren ge-

ringeren Permeabilität. Das Demagnetisierungsfeld kann über den Demagnetisierungsfaktor N für Ellipsoide nach $H_d = -NM$ berechnet werden. Für abweichende Strukturen ist der Flussverlauf inhomogen. Für Prismen findet sich in Aharoni [35] eine analytische Näherung des magnetometrischen Demagnetisierungsfaktors.

Das Magnetisierungsverhalten eines Ferromagneten ist durch den Winkel zwischen angelegtem Magnetfeld und Anisotropieachse bestimmt, idealisiert skizziert in Abbildung 2.3 für einen homogenen defektfreien, quasi unendlich ausgedehnten Körper. Eine Ummagnetisierung entlang der leichten Achse ist durch Domänenwandbewegung geprägt und führt zu einer schmalen Hystereseschleife mit hoher Permeabilität. Eine Magnetisierung entlang der harten Achse ist durch Magnetisierungsrotation dominiert, die Anisotropiefeldstärke H_K entspricht der nötigen Sättigungsfeldstärke, die Permeabilität ist geringer. Für einen Mischzustand wie in c) (im Beispiel ausgeprägte Abschlussdomänen) mit 90° Wänden treten typischerweise sowohl Domänenwandbewegung als auch Magnetisierungsrotation auf. Domänenwände sind durch ihre Domänenwandenergie definiert, welche sich aus der Wechselwirkungsenergie zwischen den benachbarten magnetischen Momenten, den Anisotropiebeiträgen (z.B. leichte und schwere Achse) und ihrem Streufeld ergibt. An Ausscheidungen, Versetzungslinien, rauen Substraten und anderen Defekten kann die Domänenwandenergie erniedrigt oder erhöht sein. Domänenwandbewegung ist im Regelfall ein verlustbehafteter irreversibler Prozess. So können Domänenwände an Defekten festhängen und nur durch ein höheres Feld weiterbewegt werden [36]. Diese diskontinuierliche sprunghafte Magnetisierungsänderung wird auch als Barkhausenrauschen oder Ummagnetisierungsrauschen bezeichnet. Ausführliche Betrachtung des Barkhausenrauschens finden sich in Durin [37]. Das Ummagnetisierungsrauschen führt über die Magnetostraktion in ME-Sensoren zu Rauschen (näheres in Abschnitt 2.3.2). Magnetisierungsänderungen durch Rotation sind daher zu bevorzugen. Im Zusammenspiel mit der Bedingung für einen hohen magnetostriktiven Effekt bedeutet dies für ME-Sensoren eine Magnetisierungsänderung entlang der harten Achse. Anteile von Domänenwandbewegung, die oft an den 90° Wänden von Abschlussdomänen starten, sind zu reduzieren. Neben der Möglichkeit, die 90° Wände durch eine lokal andere Anisotropie zu verankern und ihre Bewegung zu verhindern [34], können Abschlussdomänen gänzlich

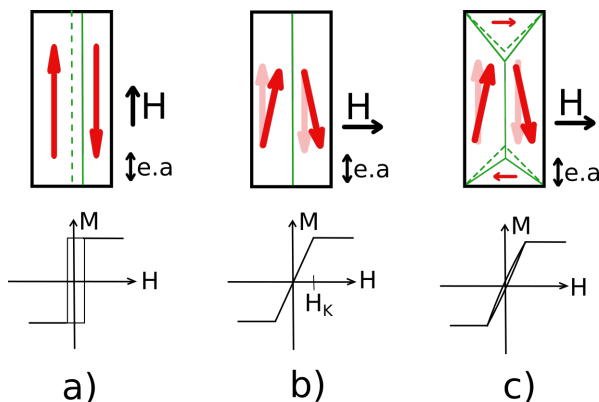


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung idealisierter Magnetisierung entlang a) der leichten Achse ($e.a$), b) der harten Achse mit Anisotropiefeldstärke H_K und c) entlang der harten Achse für den Fall, dass Abschlussdomänen im Remanenzzustand vorlagen. Zustand für $H = 0$ durch gestrichelte grüne Domänenwände bzw. hellrote Magnetisierungspfeile gekennzeichnet.

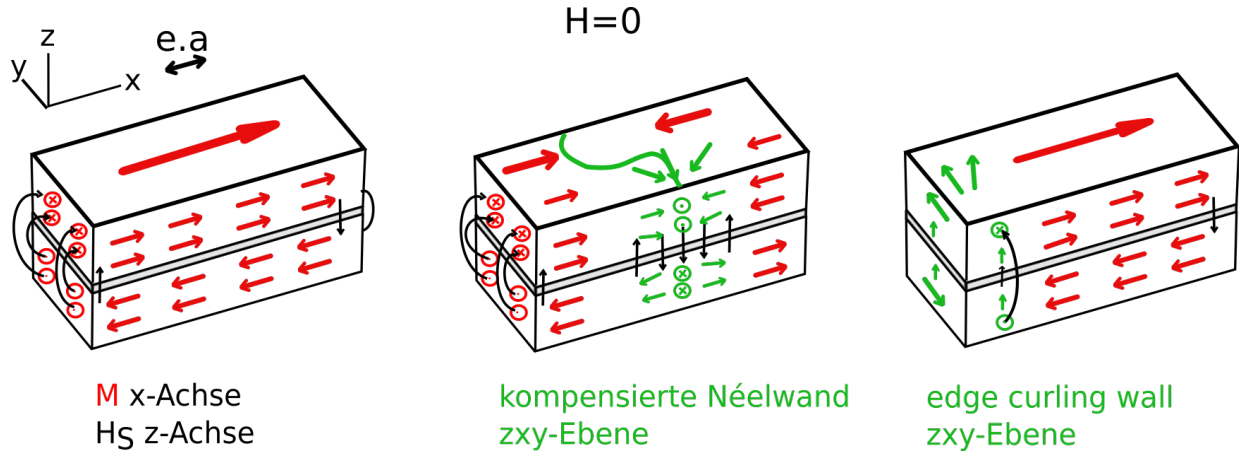


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung von 3 möglichen Zuständen in Doppellagen aus 2 gleich dicken magnetischen Schichten mit einer nichtmagnetischen dünnen Trennschicht.

vermieden werden, indem die magnetische Schicht mit einer nichtmagnetischen Zwischenschicht laminiert wird.

Die Laminiierung von magnetischen Schichten ist ein relativ alter aber einfacher Ansatz zur Reduktion von Hysterese und Domänenwandbewegungen, ursprünglich entwickelt zur Reduzierung von Wirbelstromverlusten und Reduzierung von Ummagnetisierungsrauschen in induktiven Leseköpfen aus Nichteisenlegierungen [38], [39].

Für die in dieser Arbeit betrachteten laminierten Schichten (Multilagen) ist die Zwischenschicht dick genug (≥ 5 nm), so dass keine RKKY-Interaktion auftritt und die Schicht geschlossen ist. Wie in Abbildung 2.4 skizziert, ist es in ferromagnetischen Multilagen möglich, die Lagen antiparallel zueinander auszurichten und dabei das Streufeld über die Trennschicht statt über Abschlussdomänen zu schließen. Durch die Streufeldkopplung zur unteren Schicht sind neben eindomänigen Zuständen eine Vielzahl von Domänenzuständen möglich. Kompensierte Néelwände ermöglichen beispielsweise die in Abbildung 2.4 mittig dargestellte Domänenkonfiguration. Magnetisierungsrotation entlang der harten Achse, mit nur geringfügigen Anteilen an Domänenwandbewegung, kann für solch laminierte Schichten beobachtet werden, wie z.B. durch Queitsch et al. [40] an einer Doppellage aus CoZrTa mit Al_2O_3 als Zwischenlage für Magnetfeldpulse von 400 kA/m (ca. 0,5 mT). Eine weitere Möglichkeit der Reduzierung des Streufeldes ist die Bildung von edge-curling-walls (Abbildung 2.4 rechts). Bis zu welcher Schichtdicke der ferromagnetischen Schicht die Streufeldkopplung über die Trennschicht günstiger ist als die Formation von Abschlussdomänen ist dabei abhängig von den materialspezifischen Energiebeiträgen. Die Wechselwirkung der Domänenwände mit Defekten ist in Multilagen gegenüber Einzellagen geringer, da die Streufeldkopplung zwischen den Lagen Domänenwände mit niedriger Energie und größerer Domänenwandweite ermöglicht. Daher können für laminierte Schichten typischerweise geringere Koerzitivfeldstärken und höhere Permeabilitäten erreicht werden als für vergleichbare Einzellagen [41].

Ein weiterer Kopplungsmechanismus, welcher mit der Streufeldenergie und der Laminierung zusammenhängt, ist die Orange-Peel-Kopplung in ferromagnetischen dünnen Multilagen auf rauem Substrat [34]. Die Rauigkeit des Substrates überträgt sich auf die Grenzfläche der Multilage. Wie am Rand von magnetischen Körpern entstehen Streufelder, die in die jeweils andere Schicht hineinreichen und zu einer ferromagnetischen Kopplung mit Abschlussdomänen führen, siehe Skizze 2.5. Die Orange-Peel-Kopplung ist bei der Laminierung von ferromagnetischen Schichten folglich zu vermeiden.

Eine weitere Alternative zur Vermeidung von Ummagnetisierungsrauschen ist die Verwendung von Exchange-Bias gekoppelten Schichten entlang ihrer harten Achse. Durch die Stabilisierung der Magnetisierung des Ferromagneten können wesentlich einfacher eindomänige Zustände erreicht werden, in welchen nur Magnetisierungsrotation entlang der harten Achse vorkommt. Die Domänenkontrolle in Exchange-Bias gekoppelten FeCoSiB-Lagen wurde von Lage et. al. [42] beschrieben.

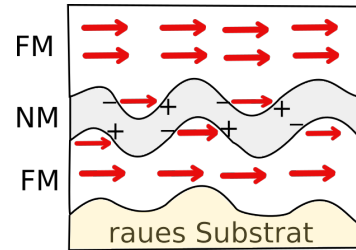


Abbildung 2.5: Skizze der Orange-Peel-Kopplung in einer Doppellage aus zwei ferromagnetischen (FM) Schichten, getrennt durch eine dünne nichtmagnetische (NM) Schicht.

Magnetostriktion

Die Magnetostriktion ist eine Folge der Spin-Orbit-Kopplung. Das totale magnetische Moment von Atomen bzw. Ionen ist die Summe ihrer Spin- und Orbitalmomente. Da der Bindungsabstand (Kristallgitter) stark vom Orbital abhängt, tritt eine Kopplung zwischen magnetischem Orbitalmoment und Kristallgitter auf. Die Kopplung der Spinnomente zum Orbital und Orbitalmoment ist schwächer, aber auch vorhanden. Die Magnetostriktion ist somit stark ausgeprägt für Materialien, deren magnetisches Moment durch Orbitalmomente dominiert sind. Dazu gehören manche Vertreter der $3d$ -Elemente der VIII Nebengruppe (z.B. Eisen, Nickel, Cobalt) und viele der $4f$ -Elemente (z.B. Neodymium, Terbium und Dysprosium). Die Magnetostriktion kann isotrop oder anisotrop sein. Die isotrope Volumenmagnetostriktion ist für diese Arbeit nicht von Belang.

Die phänomenologische Charakteristik der anisotropen Joule Magnetostriktion ist die Formveränderung eines magnetischen Materials in einem Magnetfeld, skizziert in Abbildung 2.6. Die Form der magnetischen Momente kann stark übertrieben mit Ellipsoiden beschrieben werden. In einem ferromagnetischen Körper der Länge L mit positiver Magnetostriktion bewirkt eine Magnetisierung um 90° eine Längenänderung dL entlang der Magnetisierungsrichtung. Entsprechend verjüngt sich der Körper entlang der anderen Achse. Wie in Abbildung 2.6 ersichtlich, bewirkt nur eine Magnetisierungsänderung um 90° eine Längenänderung. Magnetisierungen entlang der leichten Achse erzeugen keine magnetostriktive Längenänderung. Der inverse Effekt der Magnetostriktion (Villari-Effekt) erzeugt eine spannungsinduzierte Anisotropie. Eine mechanische Verformung eines magnetischen Körpers kann die Anisotropiesachse ändern, nicht aber die globale Magnetisierung. Siehe

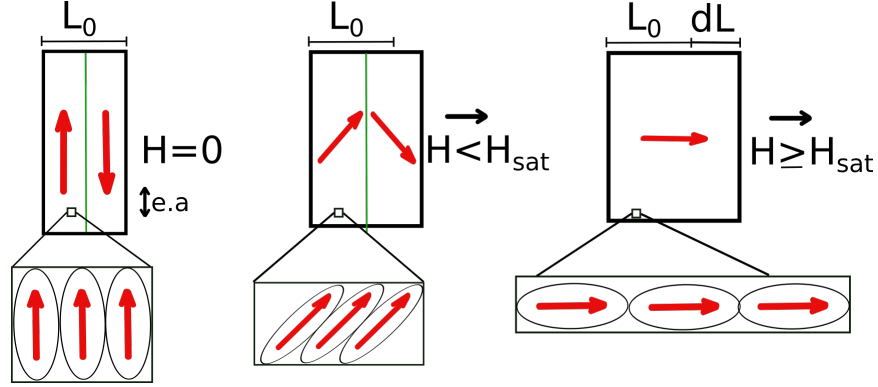


Abbildung 2.6: Skizze der Joule Magnetostraktion für einen ferromagnetischen Körper der Länge L mit positiver Magnetostriktion: Magnetisierung entlang der harten Achse bewirkt eine Längenänderung dL . In der Vergrößerung sind schematisch die, durch anisotrope Form geprägten, magnetischen Momente dargestellt.

Abbildung 2.7. Für ein amorphes oder poly-kristallines isotropes Material beschreibt sich die Längenänderung ($dL/L = \lambda$) durch die Sättigungsmagnetostriktion λ_s und den Winkel Φ zwischen Magnetisierungsrichtung m und Messachse a mit [34] (Formel 3.51) :

$$dL/L = \frac{3}{2}\lambda_s * [(m * a)^2 - 1/3] \quad (2.11)$$

$$= \lambda(\Phi) = \frac{3}{2}\lambda_s * [\cos^2\Phi - 1/3] \quad (2.12)$$

Für magnetoelektrische Sensoren ist nicht die absolute Magnetostriktion λ , sondern der piezomagnetische Koeffizient d^m relevant, welcher die partielle Längenänderung pro Feldänderung darstellt und somit der Ableitung der λH -Kurve entspricht. Da für die Bestimmung der Magnetostriktion λ das E-Modul des Materials E nötig ist, dieses aber insbesondere für Dünnschichten schwer zu bestimmen ist, werden magnetostriktive Eigenschaften im Folgenden mit dem besser messbaren magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten b beschrieben (ν - Poisson Zahl):

$$b = \frac{E\lambda}{1 + \nu} \quad (2.13)$$

Analog wird der piezomagnetische Koeffizient d^m aus der Ableitung der $b(H)$ -Kurve bestimmt. Für hoch sensitive ME-Sensoren ist ein hoher piezomagnetischer Koeffizient erforderlich. Die Bedingung hierfür ist eine geringe Anisotropiefeldstärke H_K und eine hohe Sättigungsmagnetostriktion.

Die amorphe Eisen-Legierung Fe(70,2%)Co(7,8%)Si(12%)B(10%) (atm%), kurz FeCo-SiB, erfüllt diese Anforderungen und wird in dieser Arbeit verwendet. Für die gesputterten FeCoSiB-Dünnschichten beträgt der magnetoelastische Kopplungskoeffizient b_s 9 ± 1 MPa [16]

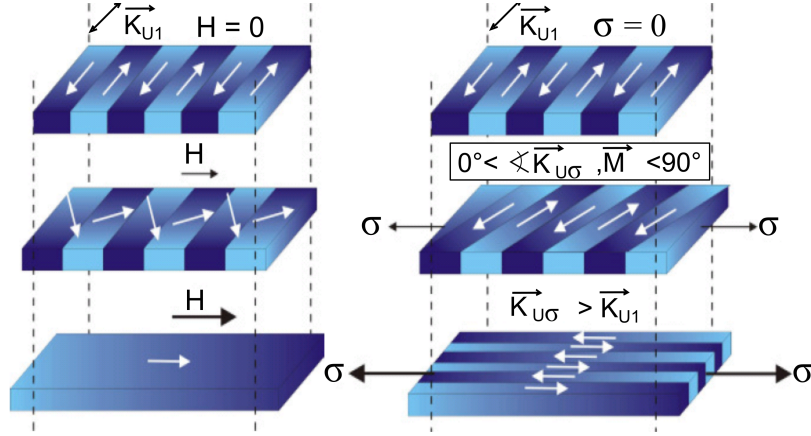
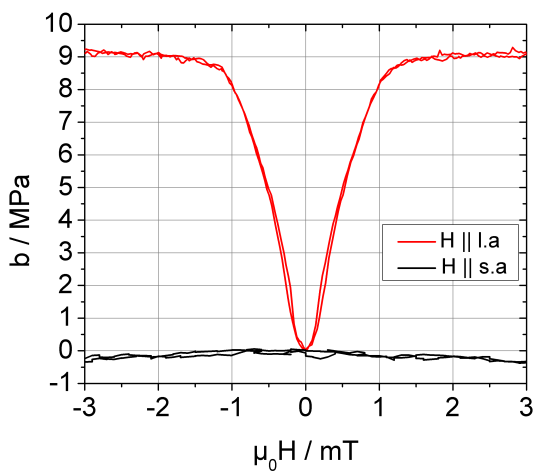


Abbildung 2.7: Skizzierung der direkten Magnetostriktion (links) und der inversen Magnetostriktion (rechts) für ein positives magnetostriktives Material mit uniaxialer Kristallanisotropie K_{U1} . Die weißen Pfeile indizieren die Magnetisierung \vec{M} . Eine mechanische Zugspannung σ , welche $\approx 85^\circ$ zur leichten Achse steht, verändert die Anisotropieachse, nicht aber die globale Magnetisierung. Die skizzierte Drehung der Domänen gilt für den Fall, dass der Winkel zwischen der Magnetisierungsrichtung und der Spannungsanisotropie $K_{U\sigma}$ zwischen 0° und 90° beträgt. Die induzierte Längenänderung ist für direkte und inverse Magnetostriktion gleich.

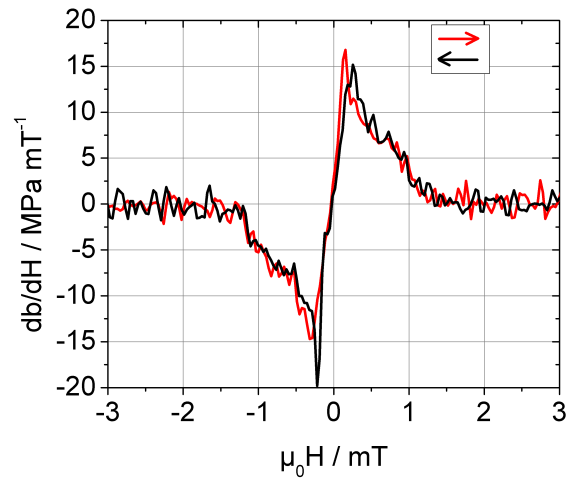
($\lambda_s \approx 52$ ppm bis 78 ppm, für $E=100$ GPa, bzw. $E=150$ GPa, $\nu=0,3$ [16]). Die Anisotropiefeldstärke H_K beträgt $1,15 \pm 0,35$ mT (approx. 800 A m^{-1}), bestimmt an ausgedehnten Schichten mit lateralen Maßen von $1,5 \text{ cm} \times 1,5 \text{ cm}$ und einer Dicke von $2 \mu\text{m}$. Der maximale piezomagnetische Koeffizient $d^m(\text{max})$ beträgt 10 MPa mT^{-1} bis 15 MPa mT^{-1} bei einem Haltefeld von $0,4 \text{ mT}$ bis $0,6 \text{ mT}$, siehe Abbildung 2.8. Da FeCoSiB als weichmagnetisches Material kaum Remanenz aufweist, ist der piezomagnetische Koeffizient d^m bei 0 mT nahezu null. Für ME-Sensoren bedeutet dies, dass für eine hohe magnetoelektrische Sensitivität ein Haltefeld nötig ist. Temperaturen ab ca. 400°C bewirken in amorphen FeCoSiB-Schichten eine Kristallisation von Eisenkobalt, wodurch die weichmagnetischen Eigenschaften reduziert werden [43].

Andere magnetostriktive Materialien, die für ME-Sensoren verwendet werden, sind Terfenol-D⁴ [8] und FeGaB [32]. Terfenol-D ist ein sehr hochmagnetostriktives Material mit λ_s bis zu 1000 ppm bis 1500 ppm und H_K von approx. 80 kA m^{-1} [44]. Im Vergleich zu FeCoSiB weist Terfenol-D zwar eine Faktor 20 höhere Magnetostriktion auf, gleichzeitig ist es jedoch Faktor 100 hardmagnetischer, so dass aus piezomagnetischer Betrachtung FeCoSiB besser ist als Terfenol-D. FeGaB wird von Nan et. al verwendet [32] und weist eine Sättigungsmagnetostriktion von ca. 70 ppm auf, mit H_K approx. 4 mT ($3,2 \text{ kA m}^{-1}$) [32]. Der piezomagnetische Koeffizient ist approximiert nach $d^m(\text{max}) \propto \lambda_s/H_K$ etwas geringeren als für FeCoSiB.

⁴Legierung $\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{1,95}$



(a)



(b)

Abbildung 2.8: a) Magnetoelastische Kopplungskoeffizient für $3,7\ \mu\text{m}$ FeCoSiB, nach Temperung bei $250\ ^\circ\text{C}$ im Magnetfeld von $1\ \text{kOe}$ entlang der kurzen Achse. $H \parallel \text{l.a.}$ Feld parallel zur langen, magnetisch harten Achse. $H \parallel \text{s.a.}$ Feld parallel zur kurzen, magnetisch weichen Achse. b) Ableitung der $b(H)$ -Kurve für $H \parallel \text{l.a.}$; direkt proportional zum piezomagnetischen Koeffizienten d^m .

Ein wichtiger Aspekt magnetostruktiver Materialien ist die spannungsinduzierte Anisotropie $K_{u\sigma}$ (uniaxialer Fall, mechanischen Spannung σ):

$$K_{u\sigma} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma, \quad (2.14)$$

welche zur Gesamtanisotropie des Systems beiträgt und somit die magnetostruktiven Eigenschaften beeinflusst. Für Dünnschichten spielen insbesondere die Filmspannungen eine große Rolle, welche sich durch Abscheidebedingungen (siehe Abschnitt 3.1.1) und Unterschiede im thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Film ergeben.

So erzeugt eine Temperaturänderung ΔT_K eine Spannung im Film σ_s [45]:

$$\sigma_f(T_K) = \frac{(\alpha_s - \alpha_f)\Delta T_K E_f}{1 - \nu_f} \quad (2.15)$$

Mit: Dicke Substrat \gg Dicke Film, α_s und α_f thermische Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Film, mit E-modul E_f und Poissonzahl ν_f des Films.

Der Einfluss von Filmspannungen auf die Magnetostruktion ist beispielhaft in Abbildung 2.9 gezeigt. Eine 2,4 μm FeCoSiB-Ta Multilage wurde auf einen 300 μm Siliziumbalken (Si) und einen 300 μm oxidierten Siliziumbalken (SiO_2) abgeschieden. Durch das unterschiedliche Substrat steht FeCoSiB-Ta nach der Abscheidung auf oxidiertem Silizium unter -150 MPa und auf reinem Silizium unter -350 MPa kompressiver Spannung. Durch Magnetfeldtemperung bei 250 $^\circ\text{C}$ bzw. 200 $^\circ\text{C}$ mit 2 kOe parallel zur kurzen Achse des Biegers werden Filmspannungen abgebaut und eine magnetfeldinduzierte Anisotropie eingepreßt.

Die mit 200 $^\circ\text{C}$ getemperten Proben stehen unter -100 MPa kompressiver Spannung (Si), bzw. 80 MPa (SiO_2) Zugspannung. Die kompressive Spannung steht einer Ummagnetisierung entlang der langen Achse des Biegers entgegen. Einerseits fördert dies die Ausprägung der magnetfeldinduzierten Anisotropie entlang der harten Achse, andererseits wird ein relativ geringer maximale piezomagnetische Koeffizient von $8 \text{ MPa mT}^{-1} \pm 0,6 \text{ MPa mT}^{-1}$ erreicht. Für die unter Zugspannung stehende Probe auf SiO_2 ist anhand des Magnetostruktionsanteils entlang der kurzen Achse ersichtlich, dass bei gleicher Magnetfeldtemperung die Anisotropieachse nicht vollständig ausgeprägt werden kann und somit keine Magnetisierungsrotation um 90° stattfindet. Es wird trotzdem ein hoher piezomagnetischer Koeffizient von $16 \text{ MPa mT}^{-1} \pm 2 \text{ MPa mT}^{-1}$ erreicht, da die Zugspannung entlang der langen Achse die scheinbare Anisotropie reduziert. Eine Magnetfeldtemperung bei 250 $^\circ\text{C}$ erhöht die Zugspannung für die magnetische Schicht auf dem SiO_2 -Substrat auf 270 MPa und ein ähnlich hoher piezomagnetischer Koeffizient von $17 \text{ MPa mT}^{-1} \pm 1,5 \text{ MPa mT}^{-1}$ wird erreicht.

Für die mit 250 $^\circ\text{C}$ getemperten Proben reduziert sich die Spannung auf -30 MPa für die Probe auf Silizium. Durch die Reduktion der kompressiven Spannung auf dem Siliziumsubstrat wird der Film weichmagnetischer, der piezomagnetische Koeffizient steigt auf 15 MPa mT^{-1} *pm* $1,5 \text{ MPa mT}^{-1}$. Der Ummagnetisierungsprozess ist hierbei stärker als bei der Probe auf SiO_2 mit 100 MPa bzw. 270 MPa Zugspannung durch Magnetisierungsrotation um 90° geprägt.

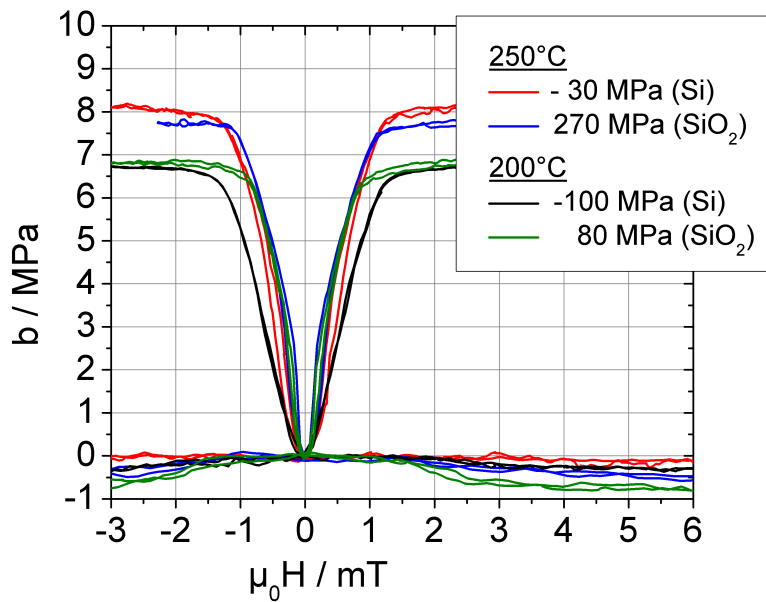


Abbildung 2.9: Magnetostraktion für 2,4 μm FeCoSiB-Ta Multilage auf Silizium und oxidierten Siliziumbiegebalken, abhängig von der verbleibenden Filmspannung nach Magnetfeldtemperatur bei 250 °C bzw. 200 °C mit 2 kOe parallel zur kurzen Achse des Biegers. Gemessen parallel (positive Werte) und senkrecht (negative Werte) zur langen Achse des Biegebalkens.

Es lässt sich zusammenfassen, dass Zugspannungen einerseits über die inverse Magnetostraktion der magnetfeldinduzierten Anisotropie entgegen stehen, so dass die Sättigungsmagnetostraktion entlang der langen Achse geringer ist und der Ummagnetisierungsprozess nicht durch eine Magnetisierungsrotation um 90° statt findet. Andererseits kann durch die scheinbar reduzierte Anisotropie (die Ummagnetisierung findet teilweise über die leichte Achse statt) trotzdem ein hoher piezomagnetischer Koeffizient erreicht werden. Kompressive Spannungen fördern die Einprägung der harten Achse entlang der langen Biegerachse, so dass eine Magnetisierungsrotation um 90° möglich ist. Gleichzeitig reduzieren kompressive Spannungen die Gesamtanisotropie, so dass zum Teil geringere piezomagnetische Koeffizienten erreicht werden als unter Zugspannung. Ein wichtiger Aspekt bei der Herstellung von ME-Sensoren ist folglich die Prozesskontrolle von Filmspannungen in der gesamten magnetoelektrischen Schichtfolge mit der Zielsetzung einer Gesamtspannung nahe Null in der magnetostriktiven Schicht.

ΔE -Effekt

Ein weiterer Effekt der Spin-Orbit-Kopplung ist der ΔE -Effekt, der das magnetisierungsabhängige elastische Modul magnetostriktiver Materialien beschreibt. Phänomenologisch wird die Effektgröße der absoluten Änderung des E-Moduls ΔE über das minimale E-Modul E_{min} und dem maximalen konstanten E-Modul in magnetischer Sättigung E_m beschrieben mit [46]:

$$\frac{\Delta E}{E_m} = \frac{E_m - E_{min}}{E_m} \quad (2.16)$$

Das magnetisierungsabhängige E-Modul kann, basierend auf dem Modell von Livingston, wie folgt beschrieben werden [47]: Grundlegend beschreibt das E-Modul den linearen Zusammenhang zwischen Spannung σ und elastischer Dehnung S , wobei im Falle eines magnetostriktiven Materials zur klassisch mechanischen Dehnung S^H für die magnetostriktive Dehnung λ hinzukommt:

$$\sigma = E * S \quad (2.17)$$

$$S = S^H + \lambda \quad (2.18)$$

$$(2.19)$$

Mit dem klassischen konstanten E-Modul $1/E^H = \partial S^H / \partial \sigma$ folgt:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E^H} + \frac{\partial \lambda(H, \sigma)}{\partial \sigma} \quad (2.20)$$

Mit Formel 2.12 und $\cos(\Phi) = M/M_s$ (M Magnetisierung, M_s Sättigungsmagnetisierung)

folgt:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E^H} + \frac{3\lambda_s}{2M_s^2} \frac{\partial M^2(H, \sigma)}{\partial \sigma} \quad (2.21)$$

Die Abhängigkeit der Magnetisierung M vom Feld H ist durch die Zeemanenergie und die in Abschnitt 2.1.1 beschriebenen Anisotropien gegeben. Die Abhängigkeit der Magnetisierung von der Spannung σ bezieht sich auf die spannungsinduzierte Anisotropie $K_{u\sigma}$ (Formel 2.14). Die Anisotropien sind zusammengefasst unter der Anisotropiefeldstärke $H_{K\sigma}$. Die Abhängigkeit des E-Moduls vom Magnetfeld (H) vereinfacht sich damit auf:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E^H} + \frac{9\lambda_s H^2}{M_s^2 H_{K\sigma}^3} \quad (2.22)$$

Die genaue Herleitung findet sich in Livingston [47]. Für gesputterte FeCoSiB-Dünnfilme beträgt der ΔE -Effekt nach Ludwig und Quandt [46] $\delta E = 30\%$, wobei als E-Modul in magnetischer Sättigung $E_m = 150$ GPa angenommen wird. Für Terfenol-D beträgt der ΔE -Effekt bis zu 60% [48].

2.1.2 Piezoelektrizität, AlN und PZT

Die Induzierung einer dielektrischen Verschiebung D in einem Material durch eine mechanische Dehnung S wird als piezoelektrischer Effekt bezeichnet. Der inverse Effekt bezeichnet die Induzierung einer mechanischen Dehnung wenn ein elektrisches Feld E^{el} angelegt wird. Der Zusammenhang zwischen dielektrischer Verschiebung bzw. elektrischem Feld und mechanischer Spannung und Dehnung ist linear und wird über die piezoelektrischen Koeffizienten d , g und e beschrieben [49]:

$$D = d \cdot \sigma \quad (2.23)$$

$$D = e \cdot S \quad (2.24)$$

$$S = d \cdot E^{el} \quad (2.25)$$

$$S = g \cdot D \quad (2.26)$$

Für die piezoelektrischen Koeffizienten gilt somit unter Berücksichtigung der Tensorschreibweise mit $i = 1 - 3$ und $j = 1 - 6$ [49]:

$$d_{ij} = \left(\frac{\partial S_i}{\partial E_j^{el}} \right)_\sigma = \left(\frac{\partial D_i}{\partial \sigma_j} \right)_{E^{el}} \quad (2.27)$$

$$e_{ij} = \left(\frac{-\partial \sigma_i}{\partial E_j^{el}} \right)_S = \left(\frac{\partial D_i}{\partial S_j} \right)_{E^{el}} \quad (2.28)$$

$$g_{ij} = \left(\frac{\partial E_i^{el}}{\partial \sigma_j} \right)_D = \left(\frac{\partial S_i}{\partial D_j} \right)_\sigma \quad (2.29)$$

$$(2.30)$$

Die piezoelektrischen Koeffizienten e und d sind über das E-Modul E des Materials verbunden ($\sigma = E \cdot S$). Die Koeffizienten d und g lassen sich über die dielektrischen Eigenschaften des Materials umrechnen:

$$D = \epsilon_0 \epsilon_r E^{el} \quad (2.31)$$

$$D = \epsilon_0 E^{el} + P \quad (2.32)$$

mit der elektrischen Feldkonstante ϵ_0 , der Dielektrizitätskonstante der piezoelektrischen Phase ϵ_r und der elektrischen Polarisation P .

Der piezoelektrische Effekt tritt nur in Materialien auf, deren Kristallklassen kein Inversionszentrum aufweisen. Dies betrifft 21 von 32 Kristallklassen, Ausnahme ist die kubische nichtpolare Kristallklasse 432, die infolge einer inneren Symmetrie trotz fehlendem Inversionszentrum nicht piezoelektrisch ist [50].

Die Deformation eines Kristalls ohne Inversionszentrum führt zur Verschiebung der Ladungsschwerpunkte der beteiligten Ionen und so zu einem elektrischen Feld. Kristalle, die neben dem fehlenden Inversionszentrum auch eine polare Achse aufweisen, zeichnen sich durch einen permanenten elektrischen Dipol aus und werden als pyroelektrische Materialien bezeichnet. Der elektrische Dipol pyroelektrischer Materialien erzeugt eine spontane Polarisierung des Materials, die im Regelfall durch Adsorption geladener Partikel kompensiert ist und nur durch Temperaturänderung nachweisbar ist. Der pyroelektrische Effekt bezeichnet daher die Änderung der spontanen Polarisation durch eine Temperaturänderung. Pyroelektrische Materialien sind immer auch piezoelektrisch, eine Untergruppe bilden die ferroelektrischen Materialien, deren spontane Polarisationsrichtung durch ein elektrisches Feld umgekehrt werden kann. Ferroelektrika weisen in Analogie zu den Ferromagneten Domänen auf. Die Abhängigkeit der elektrischen Polarisation P von der elektrischen Feldstärke E^{el} ist nichtlinear und feldabhängig und wird durch eine Hysterese beschrieben. Konventionell wird der Polachse die Indizierung $i = 3$ zugeordnet [51]. Für piezoelektrische Dünnschichten auf dickem Substrat werden die effektiven Koeffizienten $d_{ij,f}$ bzw. $e_{ij,f}$ genutzt, um den mechanischen Einfluss der Substratklemmung zu berücksichtigen. Für die im Folgenden wichtigen Koeffizienten $d_{33,f}$ bzw. $e_{31,f}$ ergibt sich mit der (bei konstantem elektrischen

Feld geltenden) elastischen Nachgiebigkeit s [51]:

$$e_{31,f} = \frac{d_{31}}{s_{11} + s_{12}} \quad (2.33)$$

$$d_{33,f} = d_{33} - \frac{2s_{13}}{s_{11} + s_{12}}d_{31} \quad (2.34)$$

Ein Vertreter der piezoelektrischen Materialien mit technischer Relevanz ist neben Quarz und ZnO, Aluminiumnitrid (AlN). AlN kristallisiert in der Wurtzit-Struktur, die AlN-Atome sind in einer hexagonal dichtesten Kugelpackung (Stapelfolge ABAB in Richtung der kristallographischen c -Achse ($i = 3$)) angeordnet, die Tetraederlücken sind zur Hälfte mit Stickstoffatomen besetzt, siehe Abbildung 2.10a. AlN ist piezoelektrisch entlang der c -Achse und kann über reaktive Sputterverfahren als Dünnschicht abgeschieden werden [52]. Im Regelfall dient Platin in (111)-Textur als Startschicht, um ein gerichtetes Wachstum der AlN-Körner in einer (002)-Textur zu induzieren, so dass die piezoelektrische c -Achse senkrecht zur Filmebene steht. Piezoelektrische Anregung und Auslesung erfolgt für AlN-Schichten im Regelfall über Plattenkondensatoren, so dass die transversalen piezoelektrischen Koeffizienten (Dünnschicht) $e_{31,f}$ bzw. $d_{31,f}$ genutzt werden.

Ein wichtiges piezoelektrisches Material mit ferroelektrischen Eigenschaften ist Blei-Titanat-Zirconat in der Zusammensetzung $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ (PZT). PZT kristallisiert in der perowskitischen Struktur, welche in Abbildung 2.10b dargestellt ist. Unterhalb der Curie-Temperatur von ca. 375 °C befindet sich der Kristall nicht mehr in einer kubischen Kristallstruktur, sondern in einer tetragonalen Struktur. Die Titanionen oder Zirkonionen befinden sich nicht im Zentrum des durch Bleiionen aufgespannten Gitters und sorgen so für eine spontane Polarisierung. PZT in der angegebenen Zusammensetzung weist die Besonderheit einer morphotropen Phasengrenze auf. Dies bedeutet, dass unterhalb der Curie-Temperatur neben der tetragonalen Struktur auch die rhomboedrische Struktur als auch eine monokline Struktur erlaubt sind. Somit existieren mindestens 14 mögliche Plätze für die, den Dipol erzeugenden, Titan- und Zirkonionen, hohe piezoelektrische Koeffizienten sind die Folge.

PZT-Dünnschichten können durch Sputterverfahren, als auch durch sol-gel-Methoden hergestellt werden. Wie im Falle von AlN kann eine Textur durch kristalline Startschichten wie Platin induziert werden. Des Weiteren ist es aufgrund der ferroelektrischen Eigenschaften möglich, die elektrische Domänenstruktur nach der Abscheidung durch Polen zu verändern. Piezoelektrische Anregung und Auslesung kann daher für PZT über Plattenkondensatoren (Nutzung von $d_{31,f}$), sowie über Interdigital-Elektroden (Nutzung von $d_{33,f}$) erfolgen. Dies ist von Vorteil, da $d_{33,f}$ ca. Faktor 2 größer als $d_{31,f}$ ist [23].

Die piezoelektrische Verschiebung von PZT beträgt für PZT $e_{31,f} = -8 \text{ C m}^{-2}$ bis -12 C m^{-2} und für AlN $e_{31,f} = -1,05 \text{ C m}^{-2}$ bis $1,41 \text{ C m}^{-2}$ [51], [53]. Für Aktuatoranwendungen ist daher PZT häufig gegenüber AlN zu bevorzugen. Für viele andere piezoelektrischen Anwendungen, wie Resonatoren, Sensoren, Bandpassfilter oder Energie-Harvester⁵,

⁵eng. „Energie Sammler“

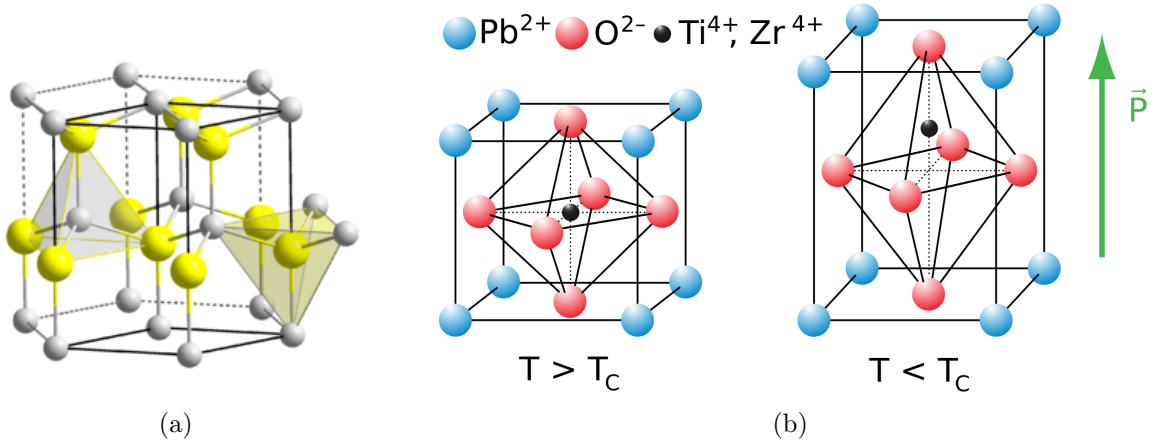


Abbildung 2.10: a) Wurtzit Struktur des AlN. Die Stickstoffionen (gelb) sitzen auf den tetraedrischen Lücken des hexagonalen Gitters, das von den Aluminiumionen aufgespannt wird; aus [54]. b) Perowskitische Struktur des PZT, kubisch oberhalb der Curie-Temperatur T_c , tetragonal verzerrt unterhalb der Curie-Temperatur; aus [55].

sind neben dem piezoelektrischen Effekt auch die dielektrischen Eigenschaften (Dielektrizitätskonstante $\epsilon_{r,ij}$ und Verlustwinkel $\tan \delta$) wichtig [52]. Je nach Anwendung ergeben sich verschiedene Bewertungskriterien, gut dargestellt durch Murali et al. in [51].

Der Einfluss der piezoelektrischen Eigenschaften von AlN und PZT auf die magnetoelktrische Sensitivität für Biegebalken ist im Folgenden erläutert. AlN wird dabei im Longitudinal-Transversal-Modus betrieben und PZT mit Interdigital-Elektroden in der Longitudinal-Longitudinal-Mode (Vergleich Abbildung 2.1).

ME-Sensitivität durch AlN gegenüber PZT

Die ME-Spannung U_{ME} für magnetoelktrische Komposite berechnet sich nach Formel 2.35, wobei d_{ij}^m der piezoelektrische Dehnungskoeffizient ist. Wie von A. Piorra erläutert ([23] Gl.2.44), lässt sich die ME-Spannung auch über den piezoelektrischen Ladungskoeffizienten e_{ij} berechnen, wobei sich der Kopplungskoeffizient κ zu κ' ändert, um statt einer Spannungsübertragung eine Dehnungsübertragung im Komposit zu berücksichtigen:

$$U_{ME} = \frac{d_{ij}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,ij}} \kappa * d_{kl}^m * z * H_{ac} \quad (2.35)$$

$$U_{ME} = \frac{e_{ij}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,ij}} \kappa' * d_{kl}^m * z * H_{ac} \quad (2.36)$$

Für auf Substrat geklemmte Dünnschicht-ME-Komposite ist dabei zu beachten, dass die effektiven Ladungskoeffizienten $d_{ij,f}$ bzw. $e_{ij,f}$ verwendet werden müssen [51]. Für einen AlN-Biegebalken-Sensor mit Plattenkondensator betrieben im Longitudinal-Transversal-Modus

(3-1) gilt:

$$U_{ME} = \frac{e_{31,f}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,33}} \kappa' * d_{21}^m * z * H_{ac} \quad (2.37)$$

Der Elektrodenabstand z entspricht hierbei der Schichtdicke des AlN.

Für einen PZT-Sensor mit Interdigital-Elektroden, betrieben im Longitudinal-Longitudinal-Modus (3-3) gilt:

$$U_{ME} = \frac{e_{33,f}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,33}} \kappa' * d_{21}^m * z * H_{ac} \quad (2.38)$$

z ist hierbei der Abstand der Interdigital-Elektroden.

Die Spannungsberechnung über $e_{31,f}$ ist interessanter für den Vergleich des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses von AlN gegenüber PZT, da $e_{31,f}$ experimentell gemessen werden kann. Zur Bestimmung von $d_{31,f}$ ist die Kenntnis des E-Modul-Tensors des Dünnsfilms nötig, welcher experimentell schwer zu messen ist.

Für die in dieser Arbeit untersuchten Sensoren mit Polysilizium-Substrat wird dabei angenommen, dass die Dehnungsübertragung κ' für Sensoren gleicher Bauart äquivalent ist, da die mechanischen Eigenschaften des Sensors vom Substrat dominiert sind. Gleiches gilt für die makroskopischen Sensoren mit 300 μm Silizium.

Für den Vergleich der Sensitivität von PZT-Sensoren gegenüber AlN-Sensoren (gleicher Bauart) reicht also der Vergleich von $z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$ ($j=3$ für PZT, $j=1$ für AlN). Die Werte der entsprechenden Koeffizienten sind in Tabelle 2.1 für die in dieser Arbeit verwendeten Materialien gegeben. Als Elektrodenlänge z werden 2 μm für AlN angenommen, was der üblichen realisierbaren Schichtdicke von AlN entspricht. Für PZT werden $z = 15 \mu\text{m}$ (Abstand Interdigital-Elektroden) angenommen, entsprechend den besten Ergebnissen von A. Piorra [23].

Es zeigt sich, dass $e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$ für AlN ($j=1$) rund 7 mal so groß ist wie für PZT ($j=3$). Durch den großen Abstand der Interdigital-Elektroden (z) ist aber der Bewertungsfaktor $z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$ für PZT genauso groß wie für AlN, so dass für das gegebene Beispiel AlN und PZT hinsichtlich der Sensitivität ebenbürtig sind. (Je nach PZT-Qualität ist PZT rechnerisch sogar 30% besser als AlN.)

Vergleicht man Literaturwerte ähnlicher Sensoren (Tabelle 2.2) bestätigt sich dieses Verhältnis. Sowohl AlN- als auch PZT-Sensoren erreichen magnetoelektrische Sensitivitäten im Bereich von 11 kV T^{-1} bis 15 kV T^{-1} , wobei die Abweichung durch das Verhältnis von $z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$ erklärbar ist. Bisherige PZT-Sensoren mit Interdigital-Elektroden lagen jedoch bei Resonanzfrequenzen unterhalb von 1 kHz, in welchem das Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase dominiert. Durch die geringere Kapazität der Interdigital-Elektroden gegenüber der Kapazität eines Plattenkondensators und dem höheren Verlustwinkel $\tan \delta$ von PZT gegenüber AlN ist das Signal-zu-Rausch-Verhältnis unterhalb 1 kHz daher für AlN-Sensoren besser. Siehe hierfür den Abschnitt zu Rauschmodellen 2.2.

Parameter	Einheit	ALN [53]	PZT (sol-gel)
$ e_{3j,f} $	C m^{-2}	1,41	18-24
$\epsilon_{r,33}$	-	10,5	1000
z	μm	2	15
$e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$	C m^{-2}	0,13	0,018 -0,024
$z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$	C m^{-1}	0,27	0,27 - 0,36

Tabelle 2.1: Transversaler $e_{3j,f}$ ($j=1$) piezoelektrischer Ladungskoeffizienten (Dünnschicht) für ALN (002)-Textur nach E. Yarar [53]) und Longitudinaler ($j=3$) piezoelektrischer Ladungskoeffizient (Dünnschicht) für sol-gel-PZT ([23], Precursorlsg. 2), Elektrodenabstand z , sowie die daraus berechneten Bewertungsfaktoren mit $j=1$ für ALN und $j=3$ für PZT.

Quelle	PE	MS [μm]	z [μm]	α [kV T^{-1}]	$z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$	rel. α	rel. $e_{3j,f}/\epsilon_{r,33} * z$
[23]	PZT-IDT	4	15	15	0,27-0,36	100 %	100 %
[31]	ALN	2,970	1,6	11	0,21	73 %	77 %-58 %
[27]	ALN	3	1,6	8	0,21	53 %	77 %-58 %

Tabelle 2.2: Magnetoelektrische Sensitivität in Resonanz α für Sensoren mit ähnlicher Bauart (300 μm Siliziumsubstrat, Länge ca. 25 mm, Breite 2 mm, Resonanzfrequenz 850 Hz), für ALN mit Plattenkondensatoren und PZT mit Interdigital-Elektroden (PZT-IDT). Bewertungsfaktor $z * e_{3j,f}/\epsilon_{r,33}$ und relative Sensitivität und Bewertungsfaktor bezogen auf PZT-IDT. Die magnetostruktive Schichtdicke (MS) der Sensoren weicht leicht voneinander ab, wobei davon auszugehen ist, dass der Einfluss auf die ME-Sensitivität stärker von der jeweiligen Domänenkonfiguration und Filmspannung abhängt, als von der reinen Schichtdicke der magnetostruktiven Phase.

2.1.3 Mechanische Kopplung

Die mechanische Kopplung für ein 2-2-Komposit in der LT-Mode ist in Abbildung 2.11 skizziert. Durch die magnetostriktive Ausdehnung im magnetischen Material wird die piezoelektrische Phase komprimiert, durch die Erhaltung des Volumens entsteht eine Stauchung entlang der 3-Achse, so dass über den piezoelektrischen Koeffizienten e_{31} eine elektrische Polarisierung entlang Achse 3 entsteht. Die magnetoelektrische Sensitivität ist nach Bichurin et al. [56] proportional zu den piezomagnetischen Koeffizienten d_{11}^m und d_{21}^m , zum piezoelektrischen Koeffizienten d_{31} und den elastischen Nachgiebigkeiten s_{ij}^m und s_{ij}^p der magnetischen und piezoelektrischen Phase [57], [56]:

$$\alpha_{ME,31} = \frac{\partial E_3^{el}}{\partial H_1} = \frac{-t(1-t)(d_{11}^m + d_{21}^m)d_{31}}{(s_{11}^m + s_{12}^m)\epsilon_{r,33}t + \epsilon_{r,33}(s_{11}^p + s_{12}^p)(1-t) - 2d_{31}^2(1-t)} \quad (2.39)$$

mit den relativen Schichtdicken t^m und t^p der magnetischen und piezoelektrischen Phase $t = (t^p / (t^p + t^m))$. Für den magnetoelektrischen Koeffizienten magnetoelektrische Dünnfilm-Komposite auf Substrat erweitert sich die Abhängigkeit um die elastischen Eigenschaften des Substrates. Ein ausführliches analytisches Modell wurde hierfür von Kranz und Gerken in [58] aufgestellt.

Für auf Substrat geklemmte ME-Komposite zeigt sich nach Kranz und Gerken, dass mit abnehmender Substratschichtdicke der ME-Koeffizient steigt. Je nach Lagensequenz N gibt es durch die Position der neutralen Biegerachse verschiedene Optima für die Schichtdicken der piezoelektrischen zur magnetostriktiven Phase. Die Simulationen ergeben statische magnetoelektrische Koeffizienten von bis zu $56 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ für einen AlN-FeCoBSi-Si-Komposit mit $2,45 \mu\text{m}$ AlN, $2,55 \mu\text{m}$ FeCoSiB und $5,6 \mu\text{m}$ Substratdicke.

Die mechanische Kopplung des ME-Effekts kann durch Resonanzverstärkung deutlich erhöht werden, wie von zahlreichen Gruppen gezeigt wurde ([59], [57], [20], [16]). Hierfür wird der ME-Sensor durch ein Magnetfeld angeregt, dessen Frequenz mit der mechanischen Resonanzfrequenz des Sensors übereinstimmt. Die Resonanzerhöhung kann durch das Verhalten eines gedämpften harmonischen Oszillators beschrieben werden, der mit einer periodisch anregenden Kraft angeregt wird [60]. Messungen und Berechnungen zeigen, dass der ME-Effekt in Resonanz direkt proportional zum Güte-Faktor bzw. Qualitätsfaktor Q des Biegers ist [20]. Eine Erhöhung des Qualitätsfaktors ist daher für ME-Sensoren von hoher Relevanz. Ein hoher Qualitätsfaktor ist für viele resonante siliziumbasierte Sensoren wichtig. Zu diesen gehören AFM-Balken [61], siliziumbasierte Drucksensoren [62], elektromechanische Filter [63] oder auch Energy Harvester [64]. Die Erkenntnisse dieser

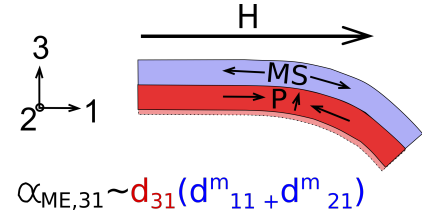


Abbildung 2.11: Skizze des statischen mechanischen Kopplungsverhalten magnetoelektrischer 2-2-Komposite aus piezoelektrischer (P, rot) und magnetostriktiver (MS, blau) Phasen in der LT-Mode

Forschungen zum Qualitätsfaktor könnten auf ME-Sensoren zum Teil übertragen werden. Die wichtigsten Aspekte sind im übernächsten Abschnitt zusammengefasst.

Resonanzfrequenz

Die Resonanzfrequenz eines einseitig eingespannten Biegers bestimmt sich als [65]:

$$f_{res} = \frac{\lambda^2 T}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{E}{12\rho}} \quad (2.40)$$

mit $\lambda = 1,875$ und $\lambda = 4,694$ für die erste und zweite Resonanzmode eines Biegebalkens, Länge L und Dicke T des Biegers, E - E-Modul und ρ Dichte des Biegermaterials, (Luftdämpfung vernachlässigt). Für Biegebalken mit mehreren Phasen erweitert sich die Formel zu:

$$f_{res} = \frac{1}{2\pi} \frac{\lambda^2}{L} \sqrt{\frac{\sum E_n I_n}{m_n}} \quad (2.41)$$

mit E_n dem E-Modul, I_n dem Trägheitsmoment und m_n der Masse pro Länge der Phase n . Für einen Biegebalken der Dicke T_s mit einem dünnen Film der Dicke T_f (mit $T_s \gg T_f$) beträgt das Trägheitsmoment für das Substrat I_s und das Trägheitsmoment des Films I_f [66]:

$$I_s = \frac{BT_f^3}{12} + BT_s \left(y_{cm} - \frac{T_s}{2} \right)^2 \quad (2.42)$$

$$I_f = \frac{BT_f^3}{12} + BT_f \left(\frac{T_f}{2} + T_s - y_{cm} \right)^2 \quad (2.43)$$

$$y_{cm} = \frac{E_s T_s^2 + E_f (2T_s T_f + T_f^2)}{2E_s T_s + 2E_f T_f} \quad (2.44)$$

Hierbei ist E_s das E-Modul des Substrates und E_f das E-Modul des Films. Die Formeln 2.41 bis 2.44 werden im Verlauf der Arbeit dazu benutzt, die Resonanzfrequenzverschiebung durch das magnetisierungsabhängige E-Modul von FeCoSiB zu bestimmen, um so die relative E-Modul-Änderung von FeCoSiB zu berechnen. Zur Vereinfachung wird dazu die Dicke, das E-Modul und die Masse des Polysilizium-Substrates, der Elektroden, des AlN und des Siliziumdioxides anteilmäßig gemittelt und unter T_s , E_s und m_s zusammengefasst. Der Einfluss der FeCoSiB-Schicht auf die Resonanzfrequenz wird unter Berücksichtigung des richtigen Trägheitsmoments mit I_f berücksichtigt.

2.1.4 Qualitätsfaktor

Die Effektivität der mechanischen Kopplung eines Resonators mit der Resonanzfrequenz f_{res} kann durch den Qualitätsfaktor Q beschrieben werden. Der Qualitätsfaktor ist dabei invers zur Dämpfung und kann aus der Bandbreite B der Resonanzkurve mit $Q = f_{res}/B$ bestimmt werden. Die Bandbreite definiert die Breite der Resonanzkurve bei 3 db ($1/\sqrt{2}$) der maximalen Amplitude. Verschiedene Verlustmechanismen wirken additiv auf das Gesamtsystem. Jeder Verlustmechanismus kann durch einen Qualitätsfaktor Q_i beschrieben werden. Für den gesamt wirkenden Qualitätsfaktor Q gilt:

$$Q^{-1} = \sum_i Q_i^{-1} \quad (2.45)$$

Die gängigen und für diese Arbeit relevanten Verlustmechanismen werden im Folgenden in Hinblick auf Biegebalken kurz erläutert.

Der stärkste Verlustmechanismus in resonanten Biegebalken ist die Dämpfung in Luft. Zu unterscheiden ist der viskose Bereich, in welchem Luft wie eine viskose Flüssigkeit die Auslenkung des Biegebalkens durch Zugkräfte behindert und der molekulare Bereich, in welchem Kollisionen mit unabhängigen Gasmolekülen die Auslenkung dämpfen.

Die viskose Dämpfung eines Biegebalkens wird im Model von Hosaka [67] durch eine Kette von Kugeln beschrieben, die sich in einer viskosen Flüssigkeit bewegt. Der Qualitätsfaktor im viskosen Bereich Q_{vis} berechnet sich mit [61]:

$$Q_{vis} = \frac{4\rho T B f_{res}}{6\eta + 3B\sqrt{\eta(M/RT_K)\pi f_{res}p}} \quad (2.46)$$

mit Breite B und Dicke T des Biegers, ρ Dichte des Biegermaterials, Druck p , M Masse der Gasmoleküle, R Gas-Konstante und T_K absoluter Temperatur und der dynamischen Viskosität der Luft η . Q_{vis} skaliert mit $1/\sqrt{p}$. Nach Naeli und Brand [68] ist Q_{vis} bezüglich der Biegegeometrie proportional zu $\frac{\sqrt{T^3}}{L}$ und unabhängig von der Breite B des Biegers, wenn folgende Bedingung erfüllt ist [68] (ρ_{air} Luftdichte):

$$3/4\pi B^2 \sqrt{2\rho_{air}\eta 2\pi f_{res}} \gg 3\pi\eta B \quad (2.47)$$

Der Übergang zur molekularen Dämpfung kann nach Lütke [61] über die Knudsen-Nummer K_n beschrieben werden, die über die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle λ und der Breite des Biegers definiert ist:

$$K_n = \lambda/B \quad (2.48)$$

$$\lambda = \frac{k_B T_K}{\sqrt{2}\pi d^2 p} \quad (2.49)$$

Temperatur T_K , Boltzmann-Konstante k_B und Moleküldurchmesser d ($d = 3,7 \cdot 10^{-10}$ m

[61]). Die viskose Luftdämpfung ist für $K_n < 0.01$ definiert, der molekulare Bereich für $K_n > 10$. Dazwischen befindet sich ein Übergangsbereich mit beiden Anteilen der Dämpfung.

Die molekulare Dämpfung kann nach dem Modell von Christian [69] mit Q_{mol} durch folgende Formel beschrieben werden [61]:

$$Q_{mol} = \frac{\pi \rho T f_{res}}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \sqrt{\frac{RT_K}{M}} \frac{1}{p} \quad (2.50)$$

Unter Berücksichtigung der Resonanzfrequenz ist Q_{mol} damit proportional zu $\lambda^2 \left(\frac{T}{L}\right)^2 \frac{1}{p}$ (mit $\lambda = 1,875$ für die erste Resonanzmode eines Biegebalkens).

Eine weitere Dämpfung der Schwingung erfolgt an der Klemmung des Biegebalkens, welche mit Q_{sup} nach [70] abgeschätzt werden kann. Das Model basiert dabei auf der Annahme einer unendlich ausgedehnten elastischen Platte, welche aus dem gleichen Material besteht, wie der Biegebalken selbst.

$$Q_{sup} = \beta \left(\frac{L}{T}\right)^3 \quad (2.51)$$

β ist abhängig von der Resonanzmode, siehe [70]. Für die erste Resonanzmode einseitig geklemmter Biegebalken sind in der Literatur Werte von 2,232 [62] bis 0,23 [67] angegeben.

Während einer transversalen Vibration eines Biegers stehen Bereiche des Biegers unter Druckspannung und unter Zugspannung. Druck und Zugspannung führen dabei zu Temperaturzunahme bzw. Temperaturabnahme. Ein Wärmefluss innerhalb des Biegers entsteht, welcher zum thermoelastischen Verlust führt. Der zugehörige thermoelastische Qualitätsfaktor Q_{TED} bestimmt sich mit [71], [72]:

$$Q_{TED} = 80 \frac{\chi}{f_{res} T^2} \frac{E}{\delta E} \quad (2.52)$$

$$\chi = \frac{\kappa}{\rho c_p} \quad (2.53)$$

$$\delta E = \frac{E^2 T_0 \alpha^2}{9 c_p} \quad (2.54)$$

mit κ der thermischen Leitfähigkeit, E dem E-Modul, c_p der spezifischen Wärme bei konstantem Druck, α dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten und T_K der Temperatur. Die Verluste durch Klemmung und thermoelastische Verluste sind im Regelfall auch unter Vakuumbedingung nicht dominant. Einen stärkeren Einfluss weisen mechanische Verluste im Substrat und in den Oberflächenbeschichtungen auf, welche mit Q_{vol} und Q_{surf} beschrieben werden. Das Model für Q_{vol} und Q_{surf} berücksichtigt die mechanische Dehnung des Substrates bzw. der Oberflächenphasen, welche durch die Vibration entsteht. Im Modell bedeckt die Oberflächenphase alle freien Seiten des Biegebalkens. Das E-Modul der Oberflächenphase wird mit $E^S = E_1^{film} + iE_2^{film}$ beschrieben, wobei E_2^{film} als Imaginärteil für die mechanischen Verluste steht. Das E-Modul des Substrates ist analog als $E = E_1 + iE_2$

gegeben. Mit t_{film} der Schichtdicke der Oberflächenbeschichtung berechnen sich Q_{vol} und Q_{surf} mit [73]:

$$Q_{vol} = \frac{E_1}{E_2} \quad (2.55)$$

$$Q_{surf} = \frac{BT}{2t_{film}(3B + T)} \frac{E_1}{E_2^{film}} \quad (2.56)$$

Für dünne Biegebalken mit $T \ll B$ ist Q_{surf} unabhängig von der Breite der Sensoren und es gilt [73]:

$$Q_{surf} = \frac{T}{2t_{film}} \frac{E_1}{E_2^{film}} \quad (2.57)$$

Weitere Verlustmechanismen sind die elektrische Dämpfung [74] oder Dämpfung durch inkompressible Gase, wobei letztere nur für verkapselte Sensoren von Belang ist.

2.2 Rauschmodelle / SNR

Das Rauschverhalten und das Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR) wurde für resonante magnetoelektrische Dünnsfilmsensoren ausführlich von R. Jahns [75] erarbeitet. Basierend auf seiner Arbeit, als auch nach den neuesten Erkenntnissen von P. Durdaut et al. [76], sind im Folgenden die wesentlichen Rauschquellen und SNR zusammengefasst. Das elektrische Ersatzschaltbild des Sensors und der Elektronik ist in Abbildung 2.12a nach Durdaut et al. [76] gegeben.

Zu den intrinsischen Rauschquellen eines resonanten ME-Sensors gehört das thermisch-mechanische Rauschen, das Johnson-Nyquist-Rauschen des Piezoelektrikum sowie das Ummagnetisierungsrauschen der magnetostriktiven Phase. Zu den Rauschquellen hinter dem Sensorausgang gehören die Rauschquellen der Verstärker und der Messgeräte (Johnson-Nyquist-Rauschen, Schrotrauschen) sowie akustische Einkopplungen.

Das Ummagnetisierungsrauschen bezieht sich auf irreguläre sprunghafte Domänenwandbewegung in der magnetischen Phase, die über den magnetostriktiven Effekt und der mechanischen Kopplung zum Piezoelektrikum zu einer ungewollten Spannung führt. Im Resonanzfall und in der direkten Messung ist das Ummagnetisierungsrauschen nach bisherigen Erkenntnissen nicht dominant.

Das thermisch-mechanische Rauschen beruht auf der thermisch induzierten Schwingung der Atome eines Körpers. Für einen ME-Sensor resultiert diese Schwingung über den piezoelektrischen Effekt in einem Spannungsrauschen [76]. Nach Gabrielson [77] lässt sich die Kraft F_{therm} , welche in einem mechanisch gedämpften harmonischen Oszillator zur

Schwingung führt, berechnen mit [77]:

$$F_{therm} = \sqrt{\frac{4k_B * T_K * k}{Q * 2\pi f_{res}}} \quad (2.58)$$

T_K ist hierbei die Temperatur, k_B die Boltzmann-Konstante, k die Federkonstante, Q der Qualitätsfaktor und f_{res} die Resonanzfrequenz des Resonators.

In Resonanz f_{res} führt diese thermisch induzierte Kraft zu einer Auslenkung des Biegebalkens $Z_{term}(f_{res})$ [77] [76]:

$$Z_{term}(f_{res}) = F_{therm} * Q * 1/k \quad (2.59)$$

$$Z_{term}(f_{res}) = \sqrt{\frac{4 * k_b * T_K * Q}{2\pi * f_{res} * k}} \quad (2.60)$$

Über die mechanische Kopplung zum piezoelektrischen Material entsteht so analog zur ME-Spannung (in Resonanz) das thermisch-mechanische Spannungsrauschen $E_{therm}(f_{res})$:

$$E_{therm}(f_{res}) \approx \frac{z * d_{ij}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,ij}} * Z_{term}(f_{res}) \quad (2.61)$$

Außerhalb der Resonanz ist E_{therm} :

$$E_{therm} \approx \frac{z * d_{ij}}{\epsilon_0 * \epsilon_{r,ij}} * \sqrt{\frac{4k_b T_K}{2\pi f_{res} k Q [(1 - f^2/f_{res}^2)^2 + (f/f_{res} Q)^2]}} \quad (2.62)$$

z ist hierbei die Elektrodenlänge, vergleiche Gleichung 2.35.

Das Johnson-Nyquist-Rauschen ist ebenfalls ein thermischer Effekt und bezieht sich auf Verluste, die durch thermisch angeregte Bewegung von Ladungsträgern entstehen. Das Johnson-Nyquist-Rauschen entsteht somit sowohl in den Kabeln und Widerständen des Verstärkernetzwerkes (E_K), als auch in der piezoelektrischen Phase des Sensors (E_{ME}). Die Rauschspannung E_{JN} skaliert allgemein mit der Temperatur T_K , dem ohmschen Widerstand R und der Rauschbandbreite Δf :

$$E_{JN} = \sqrt{4k_B T_K R \Delta f} \quad (2.63)$$

Das Stromrauschen (Schottrauschen) tritt am Verstärker auf und entsteht, wenn Ladungsträger eine Potentialbarriere überwinden müssen. Da die Bewegung der Ladungsträger q statistisch variiert, entsteht eine Schwankung im Stromfluss I_{dc} , welche nach Schottky zu einer Rauschdichte $I_n/\sqrt{\Delta f} = \sqrt{2qI_{dc}}$ führt.

Als Verstärker kommt in dieser Arbeit der Ladungsverstärker zum Einsatz, wie er von R. Jahns [75] vorgestellt wurde. Der Ladungsverstärker verstärkt die vom Sensor generierte Spannung U_{ME} um einen Gainfaktor G zur Ausgangsspannung U_{oc} . Der Gainfaktor berechnet sich aus der Kapazität des Sensors C_{ME} und der Kapazität des Ladungsverstärkers C_f (10 pF):

$$U_{ME} = \frac{U_{oc}}{G} \quad (2.64)$$

$$G = \frac{C_{ME}}{C_f} \quad (2.65)$$

Die Kabelkapazität C_k zwischen Sensor und Ladungsverstärker ist dabei an der virtuellen Masse des invertierten Verstärkereingangs kurzgeschlossen und geht nicht in den Verstärkungsfaktor ein.

Die einzelnen Rauschanteile addieren sich zum gesamten Rauschen E_{oc} (inkl. Gainfaktor hinter dem Ladungsverstärker), beziehungsweise E_i (korrigiert um den Gain-Faktor) mit dem Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase E_{ME} , der Kabel E_K und des Ladungsverstärkers E_f , dem thermisch-mechanischen Rauschen des Sensors E_{therm} und dem Spannungs- und Stromrauschen des Operationsverstärkers AD754 E_n und I_n zu:

$$E_i^2 = E_{therm}^2 + E_{ME}^2 + E_K^2 + E_n^2 + E_{In}^2 + E_f^2 \quad (2.66)$$

Für großskalige ME-Sensoren⁶ kann die Rauschspannungsdichte in 3 dominante Bereiche eingeteilt werden (Vergleich [75] Formel (3.21)).

Für niedrige Frequenzen unterhalb von 100 Hz dominiert nach R. Jahns [75] das Stromrauschen des Verstärkers. Dieser Bereich wird auch als „1/f“-Rauschen bezeichnet. Die Rauschspannungsdichte am Verstärkereingang E_i folgt:

$$E_i \approx \frac{I_n}{2\pi f_{res} C_{ME}} \quad (2.67)$$

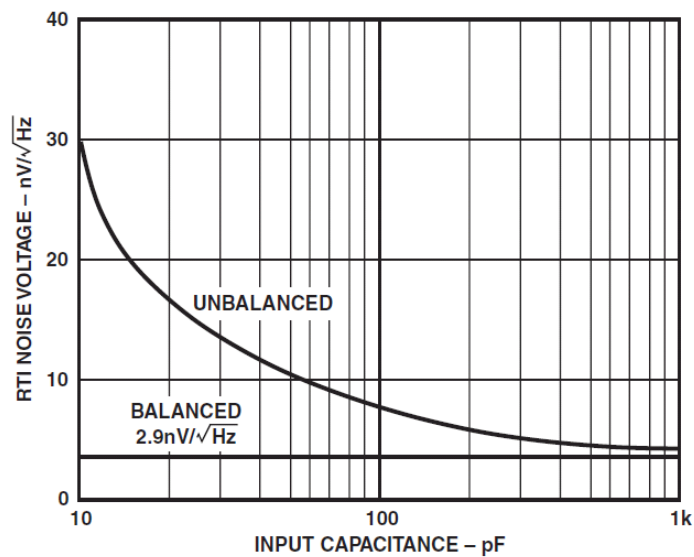
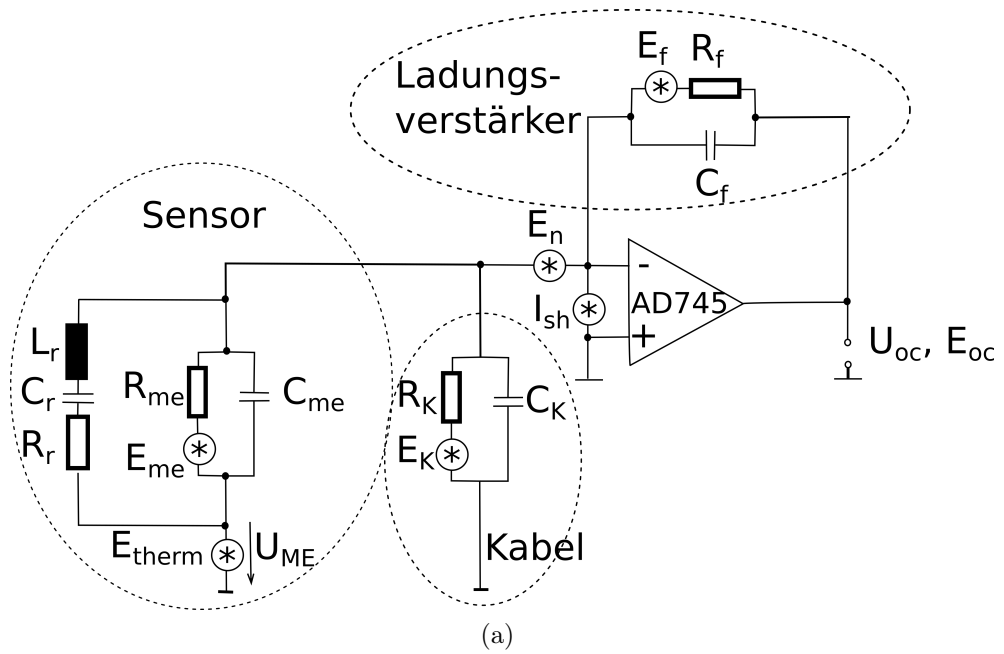
Für Frequenzen von 100 Hz bis 1 kHz dominiert nach R. Jahns [75] das Johnson-Nyquist-Rauschen E_{ME} der piezoelektrischen Phase. Die Rauschspannungsdichte E_i folgt:

$$E_i \approx E_{ME} = \sqrt{\frac{4k_B T_K R_{ME}}{1 + (2\pi f C_{ME} R_{ME})^2}} \quad (2.68)$$

$R_{ME} = 1/(2\pi f C_{ME} \tan \delta)$ entspricht hierbei dem Widerstand der piezoelektrischen Schicht. Die Verluste der piezoelektrischen Schicht werden über $\tan \delta$ beschrieben.

Für Frequenzen oberhalb von 1 kHz dominiert nach R. Jahns [75] das Spannungs-

⁶typische Substratdicke 300 μm , Länge 20 mm, Breite 2 mm Resonanzfrequenz 800-1000 Hz, je 2 μm AlN und FeCoSiB



(b)

Abbildung 2.12: a) Ersatzschaltbild des Sensors und der Elektronik für den Fall eines Ladungsverstärkers nach [75], mit dem Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase E_{ME} , der Kabel E_K und des Ladungsverstärkers E_f , dem thermisch-mechanischen Rauschen des Sensors E_{therm} und dem Spannungs- und Stromrauschen des Operationsverstärkers AD754 E_n und I_n . b) Spannungsrauschen E_n des Operationsverstärkers AD745 abhängig von der Eingangskapazität nach Datenblatt.

rauschen E_n des Verstärkers (mit der Bedingung, dass die Sensorkapazität größer ist als die Kabelkapazität zwischen Sensor und Ladungsverstärker $C_{ME} \gg C_k$ und Gainfaktor $G \gg 1$).

$$E_i \approx E_n \tag{2.69}$$

Für das Verstärker-dominierte Signal zu Rausch-Verhältnis über 1 kHz gilt damit nach Jahns [75] (Formel 3.31):

$$SNR \approx \frac{U_{ME}}{E_n * \sqrt{\Delta f}} \tag{2.70}$$

Das Spannungsrauschen E_n beträgt für den Operationsverstärker AD745 nach Datenblatt $3 \text{ nV Hz}^{-1/2}$ für Eingangskapazitäten über 500 pF. Für geringere Eingangskapazitäten steigt das Spannungsrauschen E_n des Operationsverstärkers an, siehe Abbildung 2.12b. Eine Balancierung des Verstärkers für niedrigere Eingangskapazitäten resultiert theoretisch in $3 \text{ nV Hz}^{-1/2}$. Praktisch kommen aber durch die dafür nötigen Bauelemente weitere Rauschquellen hinzu. Zu diesen gehören das Johnson-Nyquist-Rauschen des Widerstandes R_B und das Stromrauschen I_{n+} des Operationsverstärkers. Nach bisherigem Kenntnisstand kann also das Signal-zu-Rausch-Verhältnis erhöht werden, indem die magnetoelektrische Sensitivität α erhöht wird und dabei die Kapazität des Sensors nicht deutlich unter 100 pF liegt.

2.3 Auslesetechniken

2.3.1 Direkte Detektion

Mit ME-Sensoren, basierend auf 2-2-Dünnfilm-Kompositen in Biegebalkengeometrie, können kleine magnetische Wechselfelder direkt aus der Ausgangsspannung des Sensors gemessen werden. Wenn die Resonanzfrequenz des Biegers f_{res} der Frequenz des Feldes $f(H_{ac})$ entspricht, können Auflösungsgrenzen von ca. $1 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ für Frequenzbereiche über 800 Hz erreicht werden [31], [78]. Hierbei wird der hohe resonanzverstärkte ME-Koeffizient und das in diesem Frequenzbereich relativ geringe Rauschen genutzt. Zum Betrieb muss im Regelfall ein magnetisches Haltefeld H_{opt} angelegt werden, welches benötigt wird, um den höchsten piezomagnetischen Koeffizienten zu nutzen. Das Haltefeld beträgt für FeCoSiB-basierte ME-Sensoren ca. 0,6 Oe. Haltefeld-freie ME-Sensoren können durch Ausnutzung des Exchange-Bias-Effekts hergestellt werden, wie von Lage et al. [79] gezeigt wurde. Außerhalb der Resonanz ist der ME-Effekt für Dünnfilm-Sensoren sehr klein, 5 V T^{-1} bei 1 Hz bis 24 V T^{-1} bei 9000 Hz [16], [27]. Zusammen mit dem erhöhten Rauschlevel bei niedrigen Frequenzen ist daher die magnetische Auflösungsgrenze gering und beträgt ca. $1000 \text{ nT Hz}^{-1/2}$ bei 1 Hz [28] bis $10 \text{ nT Hz}^{-1/2}$ bei 10 Hz [31]. Aus diesem Grund ist die direkte Messung außerhalb der Resonanz für Dünnfilm-ME-Sensoren wenig interessant.

Für großskalige laminierte Sensoren aus der Gruppe um D. Viehland werden außerhalb

der Resonanz bis zu $12\,000\text{ V T}^{-1}$ bei 1000 Hz und magnetische Auflösungsgrenzen von $6,2\text{ pT Hz}^{-1/2}$ bei 1 Hz berichtet [15]. Beim Vergleich zu den Dünnschichtsensoren muss dabei beachtet werden, dass die Schichtdicke der aktiven Phasen dieser Sensoren $300\text{ }\mu\text{m}$ und das absolute aktive Volumen ca. $1,4 \cdot 10^{-7}\text{ m}^3$ beträgt. Dies ist ein Faktor 8000 größer als für die Dünnschichtsensoren (Volumen der aktiven Phase ca. $1,6 \cdot 10^{-11}\text{ m}^3$). Eine Alternative niederfrequente magnetische Signale zu messen, bieten Modulationstechniken. Zu diesen gehören unter anderem die magnetische Modulation und das ΔE -Ausleseverfahren.

2.3.2 Magnetische Modulation

Die magnetische Modulation für magnetoelektrische Sensoren wurde relativ zeitgleich von Robert Jahns [28] und der Gruppe um D. Viehland [29], [30] entwickelt. Die Technik beruht darauf, niederfrequente magnetische Signale H_{ac} der Frequenz ω_{ac} durch Frequenzmischung in die mechanische Resonanz des Sensors zu verschieben, um so von der hohen Sensitivität der resonanten ME-Sensoren zu profitieren. Hierzu wird der Sensor mit einem magnetischen Modulationsfeld H_{mod} angeregt. Die wesentlichen Schritte der Modulationstechnik sind nach Jahns [28] Formel (7) bis (11) zusammengefasst. Die Frequenzmischung erfolgt über den nichtlinearen Anteil der Magnetostraktion. Für den Fall, dass $H_{mod} \gg H_{ac}$, führt das Modulationsfeld und Messfeld zu der zeitabhängigen Magnetostraktion:

$$\lambda(H_{mod}(t) + H_{ac}(t)) = \lambda(H_{mod}(t)) + \left. \frac{\partial \lambda}{\partial B} \right|_{H_{mod}(t)} \cdot H_{ac}(t) \quad (2.71)$$

Der letzte Term kann aufgrund der periodischen Anregung in eine Fourier-Serie zerlegt werden:

$$\left. \frac{\partial \lambda}{\partial B} \right|_{H_{mod}(t)} \approx A_0 + A_1 \cos(\omega_{mod}t) + A_2 \cos(2\omega_{mod}t) + A_3 \cos(3\omega_{mod}t) \dots \quad (2.72)$$

mit den Fourier-Koeffizienten A_0 bis A_3 , die vom Modulationsfeld und den magnetostruktiven Eigenschaften abhängen. Die Multiplikation von $\left. \frac{\partial \lambda}{\partial B} \right|_{H_{mod}(t)} \cdot H_{ac}(t)$ führt damit zu Frequenzkomponenten bei $n \cdot \omega_{mod} \pm \omega_{ac}$. Um ein Magnetfeld H_{ac} der Frequenz ω_{ac} zu messen, wird der Sensor mit einem Modulationsfeld H_{mod} angeregt, dessen Frequenz ω_{mod} so gewählt ist, dass die Summe der Resonanzfrequenz des Sensors entspricht: $\omega_{ac} + \omega_{mod} = \omega_{res}$. Die Überlagerung des Modulationsfeldes und des Messfeldes bei der Frequenz $\omega_{mod} + \omega_{ac}$ führt so zu:

$$\lambda(H_{mod}(t) + H_{ac}(t))|_{\omega_{mod} + \omega_{ac}} = A_1 \cos(\omega_{mod}t) \cdot \hat{H}_{ac} \cos(\omega_{ac}t) \quad (2.73)$$

$$= \frac{A_1 \cdot \hat{H}_{ac}}{2} \cdot [\cos((\omega_{mod} + \omega_{ac})t) + \cos((\omega_{mod} - \omega_{ac})t)] \quad (2.74)$$

\hat{H}_{ac} und \hat{H}_{mod} sind hierbei die Spitzenamplituden des zu messenden Feldes H_{ac} und des Modulationsfeldes H_{mod} ; t ist die Zeit und A_1 der zweite Fourier-Koeffizient der modulierten Magnetostruktionskurve. Dies bedeutet, dass das Signal bei $\omega_{mod} + \omega_{ac}$ direkt proportional zum gesuchten Messfeld H_{ac} ist und somit detektiert werden kann. Zusätzlich ist das Signal bei $\omega_{mod} + \omega_{ac} = \omega_{res}$ durch die mechanische Resonanz erhöht. Für hinreichend große Modulationsfelder kann so für das niederfrequente Magnetfeld H_{ac} eine fast ebenso hohe Sensitivität erreicht werden wie für Magnetfelder, deren Frequenz der Resonanzfrequenz des Sensors entspricht. Des Weiteren wird das erhöhte Rauschniveau bei niedrigen Frequenzen umgangen, so dass theoretisch fast die gleiche Auflösungsgrenze wie in Resonanz erreicht werden könnte. Es zeigt sich jedoch, dass derzeit die Auflösungsgrenze durch ein erhöhtes Rauschniveau auf $1\text{nT}/\text{Hz}^{-1/2}$ bei 1 Hz für Sensoren mit FeCoSiB limitiert ist [28]. Als Hauptursache wurde das sogenannte Ummagnetisierungsrauschen in der magnetischen Phase identifiziert. Wie erstmals von Heinrich Barkhausen 1919 experimentell beobachtet, ist der Ummagnetisierungsprozess eines Ferromagneten (meistens) durch diskontinuierliche Magnetisierungsänderungen gekennzeichnet. Diese entstehen durch irreversible und diskontinuierliche Domänenwandbewegungen. Im Falle eines ME-Sensors wird über die daraus resultierende diskontinuierliche Magnetostruktion der Biegebalken in Schwingung gesetzt und somit über die mechanische Kopplung zum Piezoelektrikum das elektrische Grundrauschen erhöht [75]. Irreversible Domänenwandbewegungen führen zu Verlusten und sind daher ein Problem in vielen magnetischen Anwendungen, wie beispielsweise in magnetischen Schreibköpfen und Transistoren. Ein relativ alter aber einfacher Ansatz zur Reduktion von Domänenwandbewegungen ist die Laminierung der magnetischen Schicht, zusammenfassend beschrieben in [38] und im Abschnitt 2.1.1 erläutert.

Ein erster Vergleich von Sensoren mit magnetischer Einzellage gegenüber einer laminierten magnetischen Schicht (Multilage) zeigte eine Rauschreduktion um den Faktor 6, [75], analog konnte auch ein geringeres Ummagnetisierungsrauschen in der Multilage gemessen werden. Eine nähere Untersuchung der Magnetisierungsprozesse in der Multilage auf den verwendeten Sensoren ist Teil dieser Arbeit. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 4.2 dargestellt.

Eine weitere Alternative für rauscharme magnetostruktive Schichten sind Exchange-Bias-gekoppelte FeCoSiB-Lagen, welche parallel zur dieser Arbeit für die magnetische Modulation untersucht wurden. Röbisch et al. erreicht mit einer $1\ \mu\text{m}$ dicken Exchange-Bias Schicht, bestehend aus 5 Lagen von $\text{Ta}_{5\text{nm}}\text{Cu}_{3\text{nm}}\text{MnIr}_{8\text{nm}}\text{FeCoSiB}_{200\text{nm}}$ eine Auflösungsgrenze von $300\text{pT}/\text{Hz}^{-1/2}$ bezüglich 10 Hz Signalen [31]. Das Rauschlevel bei magnetischer Modulation ist im Vergleich zum Rauschlevel in Resonanz nur um anderthalb Größenordnungen erhöht. Gegenüber einer FeCoSiB-Einzellage ist dafür die magnetoelektrische Sensitivität Exchange-Bias-gekoppelter Sensoren geringer. Durch die Austausch-Kopplung ist die magnetische Anisotropie der Exchange-Bias-Lagen intrinsisch höher als für vergleichbare Einzellagen. Für eine 200 nm per Exchange-Bias gekoppelte Schicht beträgt die zusätzliche Anisotropiekomponente entlang der harten Achse nach [42] $0,7\ \text{mT}$. Damit ist die Anisotropiefeldstärke H_K 58% größer als im Fall einer FeCoSiB-Einzellage. Der maximale piezomagnetische Koeffizient und die magnetoelektrische Sensitivität sind folglich 58% ge-

ringer, so dass bei gleicher magnetostriktiver Schichtdicke und gleichem Aufbau ein Sensor mit FeCoSiB-Einzellage stets eine mindestens doppelt so große Sensitivität aufweist.

In laminierten Schichten (FeCoSiB-Multilage) ist dagegen keine relevante Reduktion der Permeabilität zu erwarten, so dass die gleiche Sensitivität wie in FeCoSiB-Einzellagen zu erwarten ist, siehe Abschnitt 2.1.1. Aufgrund der höheren Sensitivität, welche theoretisch auch in der magnetischen Modulation genutzt werden kann, wird in dieser Arbeit mit FeCoSiB-Multilagen gearbeitet und untersucht, wie das Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die magnetische Modulation weiter reduziert werden kann.

2.3.3 ΔE -Ausleseprinzip

Die Nutzung des ΔE -Effekts zur Detektion magnetischer Felder wurde erstmals von Osian-der 1996 [80] umgesetzt, indem die magnetfeldabhängige Änderung der Resonanzfrequenz eines mit Terfenol-D beschichteten Silizium-Biegebalkens optisch detektiert wurde. Osian-der erzielte eine Auflösungsgrenze von ca. $1 \mu\text{T}$. Ein ähnlicher Aufbau von Gojdka et al. [81] mit FeCoSiB erreichte 2011 eine Auflösungsgrenze von ca. 900 nT . Ein elektrisches Ausleseverfahren des ΔE -Effekts wurde 2014 durch Jahns et al. [82] an substratfreien Dünnschicht-ME-Sensoren von Marauska et al. [17] dargestellt. Die Sensoren haben eine laterale Abmessung von $900 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ und eine funktionelle Schicht aus $3 \mu\text{m}$ FeCoSiB und $2 \mu\text{m}$ AlN. Die durch den ΔE -Effekt hervorgerufene Resonanzverschiebung der Sensoren wird über die Impedanz-Charakteristik der piezoelektrischen AlN-Schicht ausgewertet. Im genannten Beispiel konnte damit eine magnetische Auflösungsgrenze von $12 \text{ nT Hz}^{-1/2}$ für 10 Hz Signale erreicht werden. Das elektrische Ausleseverfahren über die Impedanz-Charakteristik wird in dieser Arbeit verwendet und wurde durch Sebastian Zabel, Jens Reermann und Phillip Durdaut für die entwickelten Sensoren erweitert. Die Grundprinzipien der Messmethode sind nach Reermann et al. [83], Jahns [75] und Zabel/Kirchhof [84] im Folgenden zusammengefasst, eine beispielhafte Impedanz-Charakteristik der Sensoren ist in Abbildung 2.13 gegeben. Die elektromechanischen Eigenschaften magnetoelektrischer Resonatoren können mit dem Ersatzschaltbild eines Schwingkreises nach dem Butterworth-van-Dryke Modell dargestellt werden, das in Abbildung 2.12a gezeigt ist. Die mechanische Resonanz wird durch den Serienschwingkreis aus L_r , R_r und C_r dargestellt, der piezoelektrische Part ist durch die parallele Serie aus C_{ME} und R_{ME} beschrieben [85]. Die Impedanz Z des Schwingkreises berechnet sich mit der Kreisfrequenz ω , bzw. Frequenz $f = 2\pi/(\omega)$ aus den Ersatzbauteilen mit:

$$Z = \frac{1}{(R_r + i\omega L_r + \frac{1}{i\omega C_r})^{-1} + i\omega C_{me} + 1/R_{ME}} \quad (2.75)$$

Der Zusammenhang zur frequenzabhängigen Kapazität C_{ges} und den Verlusten $\tan \delta_{ges}$ folgt nach Jahns [75]:

$$Z = R + iX = \frac{1}{2\pi f C_{ges} \tan \delta_{ges}} - i \frac{1}{2\pi f C_{ges}} \quad (2.76)$$

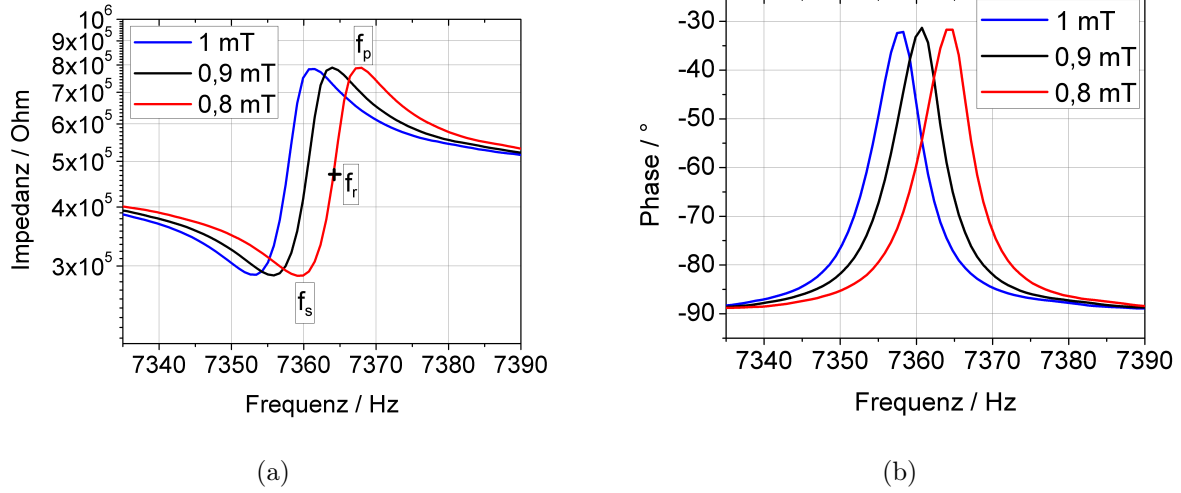


Abbildung 2.13: Impedanz und Phase der Impedanz für einen magnetoelektrischen AlN-Resonator bei 3 verschiedenen Magnetfeldern. Serienresonanz f_s , Parallelresonanz f_p und Resonanz f_r sind für ein magnetisches Feld von 0,8 mT eingezeichnet.

Bei der Serienresonanz f_s aus L_r , R_r und C_r reduziert sich die Impedanz Z auf ein Minimum mit $|Z(f_s)| = R_r$. Unterhalb dieser Frequenz ist das System kapazitiv. Mit steigender Frequenz nimmt die Impedanz zu, das System wirkt induktiv, bis die parallele Resonanz f_p aus C_{ME} , C_r und L_r erreicht wird, bei welcher die Impedanz ein Maximum erfahren kann [85]. Die Serienresonanz f_s entspricht der mechanischen Resonanz f_{res} . In Resonanz gilt $C_{ME} = C_{ges}(f_{res})$ und der Verlustwinkel $\delta_{ges}(f_{res})$ spiegelt die mechanischen Verluste in Resonanz wieder. Der Verlustwinkel δ_{ges} außerhalb der Resonanz entspricht den piezoelektrischen Verlusten des Piezoelektrikums. Der mechanische Qualitätsfaktor Q wird im Ersatzschaltbild durch den Serienschwingkreis beschrieben und kann aus den Bauteilen C_r , L_r , R_r bestimmt werden:

$$Q = \frac{1}{R_r} \sqrt{\frac{L_r}{C_r}} \quad (2.77)$$

Für AlN-Resonatoren mit hoher mechanischer Güte liegen Serienresonanz und Parallelresonanz typischerweise eng beieinander [86], [82]. Die höchste Steigung der Kurve $\frac{dY}{df}$ liegt dadurch zwischen Maximum und Minimum der Impedanzkurve bei Resonanz $f_r = f_s - (f_p - f_s)/2$. Eine Veränderung des E-Moduls im magnetoelektrischen Komposit durch ein Magnetfeld H , resultiert durch die Änderung der Resonanzfrequenz in einer Verschiebung der Impedanz- bzw. Admittanzkurve $Y(f_r, H(t))$, siehe Abbildung 2.13. Die Änderung der Resonanz $f_r(H)$ ist abhängig von Anisotropie und Magnetfeldrichtung, so dass es wie im Falle des piezomagnetischen Koeffizienten ein optimales Haltefeld H_{opt}^{dE} gibt, für welches $f_r(H)$ ein Maximum aufweist. Bei diesem magnetischen Haltefeld wird der Sensor bei $f_r(H_{opt}^{dE})$ mit einer Anregungsspannung $u_{ex}(t) = \hat{u}_{ex} \cos(2\pi f_r t)$ angeregt und der Strom

$i_{sens}(t)$ bei f_r ausgewertet:

$$i_{sens}(t) = |Y(f_r, H(t))| \hat{u}_{ex} \cos(2\pi f_r t + \arg \{Y(f_r, H(t))\}) \quad (2.78)$$

Für quasi-statische Frequenzen des Magnetfeldes H und kleine Amplituden des magnetischen Feldes H , kann $Y(f_r, H(t))$ bei f_r und $f_r(H)$ am optimalen Haltefeld H_{opt}^{dE} linearisiert werden, so dass:

$$|Y(f_r, H(t))| = |Y(f_r, H_{opt}^{dE})| + \frac{|dY|}{df_r} \frac{df_r}{dH} \cdot H(t) \quad (2.79)$$

Der Signalstrom $i_{sens}(t)$ ist somit proportional zur Anregungsamplitude \hat{u}_{ex} , zur Änderung der Resonanzfrequenz pro Magnetfeld $\frac{df_r}{dH}$, zur Änderung der Admittanz pro Resonanzverschiebung $\frac{|dY|}{df_r}$ und zum unbekanntem Magnetfeld H . Die Sensitivität $S_{\Delta E}$ des Systems ergibt sich somit zu:

$$S_{\Delta E} \propto \hat{u}_{ex} \frac{df_r}{dH} * \frac{dY}{df_r} \quad (2.80)$$

Der Signalstrom wird unter Verwendung eines Ladungsverstärkers als Spannung über den Operationsverstärker gemessen.

Kapitel 3

Experimentelle Grundlagen

Die experimentellen Grundlagen, Geräte und Mittel zur Herstellung der Dünnfilm-ME-Sensoren sind im Folgenden gegeben. Soweit nicht anders angegeben, dient als Literaturquelle „Fundamentals of Microfabrication“ von M. Madou [87]. Die wesentlichen Methoden und Geräte zur strukturellen, magnetischen und magnetoelektrischen Charakterisierung sind im zweiten Abschnitt gegeben. Eine ausführlichere Betrachtung zur Strukturierung findet sich in Abschnitt 4.2.4. Der entwickelte Herstellungsprozess der Sensoren ist detailliert in Abschnitt 5.2.1 erläutert.

3.1 MEMS und Dünnfilmtechnologie

Die Herstellung der Sensoren orientiert sich an den Erkenntnissen der Siliziumindustrie zur Herstellung von Mikro-Elektro-Mechanischen Systemen (MEMS). MEMS-Bauteile, wie Gyroskope [88], Drucksensoren [89] oder Oszillatoren [90] nutzen die mechanischen und elektrischen Eigenschaften des Siliziums in Kombination mit funktionellen Schichten, um Sensoren oder Aktuatoren zu realisieren [91]. Der Vorteil von MEMS-Bauteilen besteht in der Integrierbarkeit in elektronische Schaltkreise, die ebenfalls auf Siliziumbasis gefertigt werden und unter anderem die elektrischen Eigenschaften des Siliziums nutzen [92]. Ein weiterer Vorteil besteht in der Möglichkeit der Miniaturisierung, wodurch enorm hohe Stückzahlen kostengünstig gefertigt werden können [93].

Produktionstechniken wie die Laminierung von Metglasfolien mittels Epoxydharz für ME-Sensoren [94] oder die Integration von gesägten Quarzkristallen für Oszillatoren [89] sollen vermieden werden. Zur Differenzierung von diesen Techniken wird daher der Begriff der Dünnfilmtechnologie verwendet, welcher die Herstellung und Nutzung von funktionalen Schichten mit Dicken von wenigen Nanometern bis Mikrometern beschreibt. Zu den elementaren Techniken der MEMS- und Dünnfilmtechnologie gehören das Sputterverfahren, die Lithographie und trocken- und nasschemische Ätztechniken, die im Folgenden erläutert sind.

Als Substrat für die Sensoren werden Siliziumbiegebalken verwendet. Biegebalken aus Silizium oder Polysilizium werden für diverse Sensoren und Aktuatoren als Substrat und mechanisches Element genutzt. Beispiele für einseitig geklemmte Balken sind Massendetektoren [95], Drucksensoren [62] und Energy Harvester [96], aber auch Siliziumbiegebalken für die Anwendung im Rasterkraftmikroskop. Die Herstellung von Siliziumbiegebalken erfolgt über die Silizium-Mikromechanik, die in zwei Bereiche aufgeteilt ist. Bei der Oberflächen-

Mikromechanik (engl.: Surface micromachining) wird mit Hilfe von Opferschichten ein freistehender Bieger von der Oberseite des Wafers freigelegt. Der Wafer wird nur von einer Seite strukturiert. Beispiele für die Verwendung der Oberflächen-Mikromechanik für ME-Sensoren sind die substratfreien ME-Sensoren von Marauska et al. [17] und die ME-Sensoren von Nan et al. [32]. Bei der Volumen-Mikromechanik (engl.: Bulk micromachining) erfolgt die Strukturierung des Wafers auf beiden Seiten. Die Freilegung des Biegebalkens erfolgt von der Ober- und Rückseite des Wafers. Ein Vorteil der Volumen-Mikromechanik ist die Möglichkeit, funktionelle Schichten auf die Rückseite des Biegebalkens aufzubringen. Dies ist bei der Oberflächen-Mikromechanik nur bedingt möglich, da der Aufbau des Biegebalkens sukzessive erfolgt und somit die Prozessbedingungen und Abscheidetemperaturen der Schichten sich gegenseitig beeinflussen können. In beiden Fällen werden trockenchemische und nasschemische Ätzmittel zur Strukturierung, und Ätzstopptechniken wie Siliziumoxid-Barrieren genutzt. Ausführliche Erläuterungen finden sich bei M. Madou [87], [97] und [98]. In dieser Arbeit wird die Volumen-Mikromechanik für die Prozessierung der Sensoren verwendet.

3.1.1 Abscheidetechniken

Sputtern

Das Sputterverfahren¹ ist ein physikalischer Abscheidungsprozess, um dünne Schichten in Größenordnungen von einigen Angström bis Mikrometern herzustellen. Das zu sputternde Material wird als Target² bezeichnet und ist als Kathode geschaltet. Das zu beschichtende Substrat ist die Anode. Zwischen Substrat und Target wird ein Argonplasma gezündet, die Ionen des Plasmas werden auf das Target beschleunigt. Durch Impulsübertragung werden aus dem Target Atome und Ionen ausgeschlagen. Während die Elektronen des Plasmas zur Aufrechterhaltung des Plasmas dienen, gelangen die Targetatome auf das Substrat. Dort werden die Atome an energetisch günstigen Stufen und Kanten adsorbiert und tragen somit zur Schichtbildung bei. Für reaktive Sputterprozesse, wie z.B. AlN aus Aluminium oder SiO₂ aus Silizium kann auch ein Stickstoff- oder Sauerstoffplasma gezündet werden. Zur Erhöhung der Sputterrate werden üblicherweise Magnetron-Sputteranlagen genutzt, in denen hinter den Targets ein Permanentmagnet ein Magnetfeld erzeugt. Dieses zwingt zusammen mit dem elektrischen Feld die Elektronen auf Spiralbahnen. Durch den längeren Weg der Elektronen erhöht sich die Wahrscheinlichkeit einer Ionisation des Argongases und ein dichter Plasmaring bildet sich unter dem Target. Somit können mehr Argonionen auf das Target beschleunigt werden und mehr Targetmaterial wird auf das Substrat gesputtert. Der Nachteil dieser Methode ist die inhomogene Abnutzung des Targets. Es bilden sich ringförmige Erosionsgräben.

Zur Erzeugung des Plasmas wird üblicherweise für Metalle eine DC-Spannung angelegt. Für Nichtleiter und Halbleiter wird eine Wechselspannung mit einer Frequenz von 13,56

¹die Kathodenzerstäubung, angelehnt an das englische sputter = zerstäuben

²engl. target = Ziel

MHz angelegt (RF-Sputtern), um Aufladungseffekte zu verhindern. Die oszillierenden Elektronen erzeugen ein Plasma, das dem des DC-Sputtern im zeitlichen Mittel ähnlich ist, da auch im RF-Sputtern das Target gegenüber dem Substrat negativ geladen ist. Grund dafür sind die unterschiedlichen Massen und somit Geschwindigkeiten von Elektronen und Ionen. Im Durchschnitt wäre der Elektronenstrom zum Target größer als der Ionenstrom zum Target. Da durch das Target aber kein Strom abfließen kann, lädt es sich negativ auf und wirkt wie im DC-Sputtern als Kathode.

Für die reaktive Abscheidung von AlN aus Al und N₂ wird nach der Prozessentwicklung von E. Yarar [53] das Pulsed-DC-Verfahren verwendet. Damit wird das sogenannte Targetpoisoning reduziert, welches entsteht, wenn sich am Target AlN bildet. Beim Pulsed-DC-Verfahren wird eine DC-Spannung angelegt, die mit einer gewissen Frequenz, Periodenlänge und Spannung invertiert wird, so dass kurzzeitig das sich bildende AlN am Target gesputtert wird [99].

Die Morphologie gesputterter Schichten ist davon abhängig, inwieweit die absorbierten Atome diffundieren können. Die dazu nötige materialspezifische Energie, wenn nicht durch eine Heizung des Substrats gegeben, ist abhängig von der Plasmaleistung und dem Sputterdruck. In einem hoch energetischen Plasma (hohe Beschleunigungsspannung) kann mehr Energie von den Argonionen auf die Targetatome übertragen werden. In einem sehr dichten Plasma (hoher Druck) kommt es wiederum zu mehr Kollisionen zwischen den Targetatomen und dem Argonplasma, so dass die Targetatome auf ihrem Weg zum Substrat an Energie verlieren. Das Strukturzonenmodell von Thornton [100] gibt eine gute Übersicht über den Zusammenhang zwischen der Filmstruktur, der Substrattemperatur und dem Sputterdruck. Einen tieferen Einblick in das Sputterverfahren bieten die Lehrbücher von M. Ohring [45] und M. Madou [87]. Ein Beispiel, wie der Sputterdruck die Filmspannung von Tantal und Chrom beeinflusst, ist in Abbildung 3.1 nach Thornton gegeben.

Die verwendete Magnetron-Sputteranlage CS 730 S von Ardenne verfügt über zwei Kammern mit je 4 Sputterplätzen, von denen je zwei für 8 Zoll (20,23 cm) und zwei für 4 Zoll (10,16 cm) Targets geeignet sind. Es kann sowohl mit DC- als auch RF-Leistung gesputtert werden. Die Substratteller haben einen Durchmesser von 6 Zoll (15,24 cm), können per Strahlungswärme beheizt und mit einem zusätzlichem Magnetfeld von 100 Oe transversal oder longitudinal unterlegt werden. Als Plasmagase stehen Argon, Stickstoff und Sauerstoff zur Verfügung. Der Basisdruck der Kammer liegt im Bereich von $1 \cdot 10^{-7}$ mbar. Zusätzlich verfügt die Anlage über eine separate Kammer, in der das Substrat als Target geschaltet werden kann, so dass ein Anätzen des Substrates möglich ist. In dieser Kammer wird ausschließlich AlN aus Al und N₂ über einen Pulsed-DC-Generator (Pinnacle Plus 10kW von Advanced Energy) gesputtert. Die verwendeten Targets und ihre jeweiligen Sputterparameter sind in Tabelle 3.1 aufgelistet. Die Abscheidung der AlN-Schichten erfolgt nach von E. Yarar optimierten Prozessparametern [53].

Da keine Substratkühlung vorhanden ist, wird FeCoSiB in Zyklen abgeschieden. Auf eine durchschnittliche Sputterzeit von 10 min (ca. 100 nm) kommt eine durchschnittliche Pausenzeit von 5 min. Auf diese Weise bleibt die maximale Temperatur der Schicht auch für 4 µm dicke Schichten unterhalb von 110 °C.

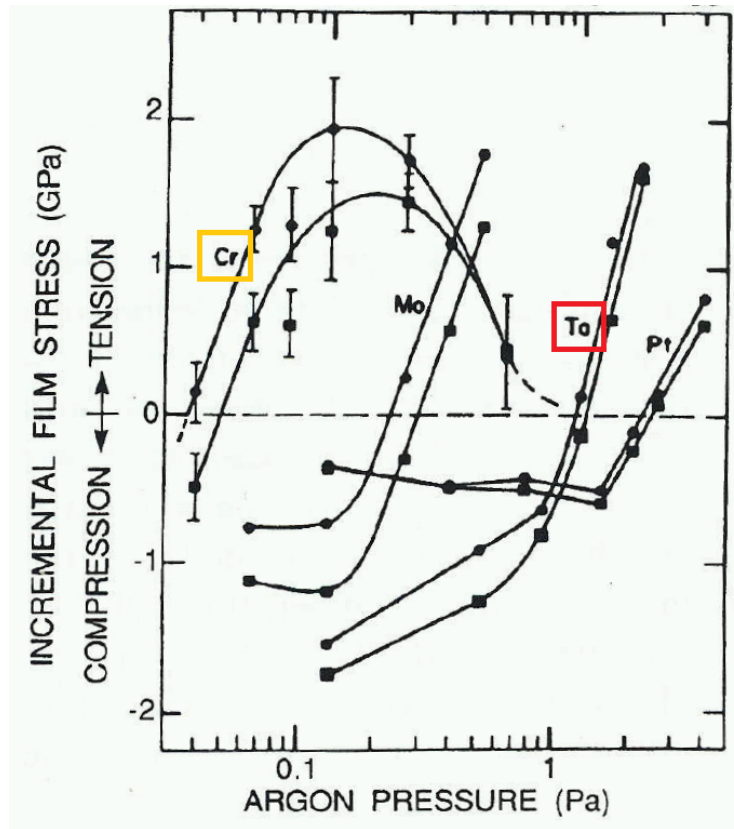


Abbildung 3.1: Typische Filmspannung für Tantal und Chrom, abhängig vom Gasdruck beim Sputtern. Aus [45] Seite 749, nach Thornton.

Material	Durchmesser / Reinheit	Leistung [W]	Druck [mbar]	Fluss [sccm]	Gas
Chrom	8"	200 DC	$4 \cdot 10^{-3}$	30	Ar
Tantal	4"	200 DC	$4 \cdot 10^{-3}$	30	Ar
Platin	4"	100 DC	$8 \cdot 10^{-3}$	25	Ar
Gold	8" / 4N	200 DC	$6 \cdot 10^{-3}$	30	Ar
FeCoSiB	8" / 3N*, 3N5**	200 RF	$6 \cdot 10^{-3}$	40	Ar
AlN	8" Al/ 5N	1500 W, 250 kHz, 1,6 μ s	$2 \cdot 10^{-3} - 9 \cdot 10^{-4}$	10	N ₂

Tabelle 3.1: Targets und Sputterparameter, FeCoSiB: Fe(70,2%)Co(7,8%)Si(12%)B(10%)
* von EVOCHEM, ** von FHR, AlN-Parameter nach Prozessentwicklung von E. Yarar [53].

Sol-Gel PZT und Polung

Die in der Arbeit verwendete PZT-Schicht wird von A. Piorra durch den Sol-Gel-Prozess hergestellt. Blei, Zirkon und Titan liegen in einer chemischen Lösung in organischen Verbindungen vor (Precursorlösung). Die Ausgangsmaterialien dazu sind $C_4H_6O_4Pb$, $C_{12}H_{28}O_4Zr$ und $C_{12}H_{28}O_4TiC_{12}$, sowie Acetylaceton $C_5H_8O_2$ und Diethanolamin $C_4H_{11}NO_2$ als Chelatbildner. Die Lösung wird mittels Spin-Coating auf das Substrat aufgetragen, die organischen Bestandteile werden durch Tempern verdampft (Pyrolyse). Durch wiederholtes Auftragen und Tempern lassen sich je nach Viskosität der Lösung Schichtdicken von wenigen Nanometern bis zu mehreren Mikrometern fertigen. Für die Herstellung von $2\ \mu m$ PZT werden 24 Schichten aufgetragen, die jeweils bei $400\ ^\circ C$ für 130 s pyrolysiert werden. Nach 4 Schichten erfolgt eine erste Kristallisation für 5 min bei $700\ ^\circ C$. Nach Auftrag der letzten Schicht wird der gesamte Grünkörper bei $700\ ^\circ C$ für 20 min kristallisiert. Die genauen Details der Schichtherstellung finden sich in Piorra [23] (Precursorlösung 2).

Als Startschicht dient für PZT mit Interdigital-Elektroden das nichtleitende ZrO_2 , das ebenfalls mittels Sol-Gel hergestellt wird und als Keimschicht für PZT und Diffusionsbarriere gegenüber Blei fungiert. Das Ausgangsmaterial für die Zirkonoxidschicht ist Zirkonbutoxid, die Schichtdicke beträgt 300 nm (Zyklenzahl 6, Pyrolyse bei $400\ ^\circ C$ für 130 s).

Da im gewählten System keine Textur durch die Abscheidung entsteht, wird PZT über die Interdigital-Elektroden nach Beendigung der Sensorherstellung gepolt, um durch die ferroelektrische Domänenstruktur einen hohen piezoelektrischen Koeffizienten entlang der longitudinalen Achse des Sensors einzuprägen. Hierfür werden die Sensoren in ein geheiztes Ölbad gelegt, das auf der einen Seite eine gute Temperaturübertragung gewährleistet und auf der anderen Seite elektrische Durchbrüche über die Luft vermeidet. Bei einer Temperatur von $140\ ^\circ C$ wird über Federkontakte für 15 min eine Spannung von $10\ V\ \mu m^{-1}$ angelegt. Beim gewählten Interdigital-Elektrodenabstand von $15\ \mu m$ entspricht dies einer Spannung von 150 V. Die Spannung bleibt bis zur Abkühlung auf Raumtemperatur bestehen.

PECVD-Anlage

Im Rahmen der Volumen-Mikromechanik soll Siliziumnitrid im späteren Prozess als Hartmaske zum nasschemischen Ätzen von Silizium verwendet werden. Die Ätzrate von Siliziumnitrid, das über Plasma-unterstützte chemische Gasabscheidungsanlagen (PECVD-Anlagen) hergestellt wird, beträgt in 30%, $80\ ^\circ C$ KOH ca. $0,67\ nm\ min^{-1}$ [101]. Siliziumnitrid kann im Kieler Nanolab mit einer PECVD-Anlage von SENTECH-Instruments (SI500 PPD) abgeschieden werden. Bei $300\ ^\circ C$ entsteht aus den Prozessgasen SiH_4 und NH_3 unter Abscheidung von Wasserstoff amorphes Siliziumnitrid SiN_x . Das inerte Gas Argon unterstützt dabei den Prozess physikalisch als Plasmagas. Die genaue stöchiometrische Zusammensetzung und der eingebaute Anteil an Wasserstoff sind dabei von den Prozessbedingungen abhängig. Tendenziell gilt, dass eine wasserstoffreiche Schicht eine geringere chemische Stabilität aufweist. Wasserstoffarme Schichten können durch Verwendung von N_2 , höhere Temperaturen und durch eine Reduzierung des SiH_4 -Flusses, bzw. durch einen geringe-

Rezept	Druck [Pa]	Abscheiderate [nm s ⁻¹]	Ätzrate [µm min ⁻¹]	Eigenschaften
SiN-Rezept1	70	0,57	1,5	homogen (1%), auf rauem Substrat nicht reproduzierbar, Fehlstellen
SiN-Rezept2	50	0,15	0,6	inhomogener (6%), auf rauem Substrat reproduzierbar

Tabelle 3.2: Siliziumnitrid-Rezepte und Filmeigenschaften der SiN-Schichten. Unveränderte Parameter: Plasmaleistung 50 W, Substrattemperatur 350 °C, Prozessflüsse: 80 sccm SiH₄(10%) in Ar, 7 sccm NH₃, 2 sccm Ar, 65 sccm N₂.

ren Prozessdruck erreicht werden [87]. Da die genauen Prozessparameter von der Anlage abhängen, muss ein Prozess für die Abscheidung (KOH-) ätzbeständiger SiN_x Schichten entwickelt werden. Zu beachten ist dabei, dass die SiN-Schicht später auf die unpolierte raue Rückseite eines SOI-Wafers abgeschieden werden muss. Die Bestimmung der Ätzrate bzw. verbleibende SiN-Schichtdicke per Ätzzeit, erfolgt per Ellipsometrie auf unoxidierten polierten 4 Zoll Si-Wafern. Auf unpolierten Wafern funktioniert Ellipsometrie aufgrund der mangelnden Reflexion nicht. Als Ausgangsbasis zur Prozessentwicklung dient SiN-Rezept1, welches ursprünglich für die Abscheidung stressfreier homogener Schichten entwickelt wurde. Rezepte und Ätzraten sind in Tabelle 3.2 gegeben. Die SiN-Schichten nach SiN-Rezept1 weisen in 30%, 80 °C KOH eine Ätzrate von 1,5 nm min⁻¹ auf. Diese Ätzrate ist hoch im Vergleich zu Literaturangaben [101], wäre aber als Hartmaske akzeptabel, da somit die 700 µm des Wafers mit 1,3 µm SiN_x als Hartmaske geätzt werden könnten. Auf einem unpolierten Wafer hingegen ist die Ätzrate fast doppelt so hoch und kaum reproduzierbar. Das Ätzverhalten ist geprägt durch eine große Anzahl an Fehlstellen, an denen Ätzlöcher entstehen, von denen aus sich der Film teilweise abhebt, siehe Abbildung 3.2a. Es wird vermutet, dass auf der rauhen Rückseite mehr Wasserstoff in die SiN-Schicht eingebaut wird, bzw. tiefe Bereiche nicht lückenlos beschichtet werden. Von den erwähnten Möglichkeiten, wasserstoffarme Schichten zu erreichen, kommt in erster Linie eine Verringerung des Prozessdruckes in Frage, da bereits mit der maximalen Temperatur der Anlage von 300 °C gearbeitet wird und der SiH₄-Fluss bereits sehr niedrig ist. Eine Reduzierung des Prozessdruckes verringert die Reaktionsgeschwindigkeit, da weniger Reaktionsmittel zur Verfügung stehen, gleichzeitig kann mehr Wasserstoff abgepumpt werden. Im ersten Versuch wurde der Druck von 0,7 mbar auf 0,5 mbar reduziert. Hinsichtlich der Ätzstabilität war dieser Versuch erfolgreich. Die Ätzrate beträgt 0,6 nm min⁻¹ und ist auch auf rauhen Substraten frei von Fehlstellen. Die etwas reduzierte Homogenität über einen 4 Zoll-Wafer, der Filmstress von 200 MPa und die reduzierte Ätzrate sind als Hartmaske akzeptabel. Problematisch ist dabei, unabhängig vom verwendeten Rezept, die Partikelbildung innerhalb der Kammer. Abbildung 3.2c zeigt den Rezipienten nach Abscheidung von nur 270 nm SiN. Ein gelblicher Film, bestehend aus Reaktionsprodukten, die sich an der kalten Kammerwand abscheiden,

bedeckt alle Kammerwände und den Showerhead³. Somit besteht immer die Möglichkeit, dass Partikel in die Schicht eingebaut werden und zu Fehlstellen führen. Zudem ist nach jeder Abscheidung eine arbeitsintensive Reinigung der Kammer erforderlich.

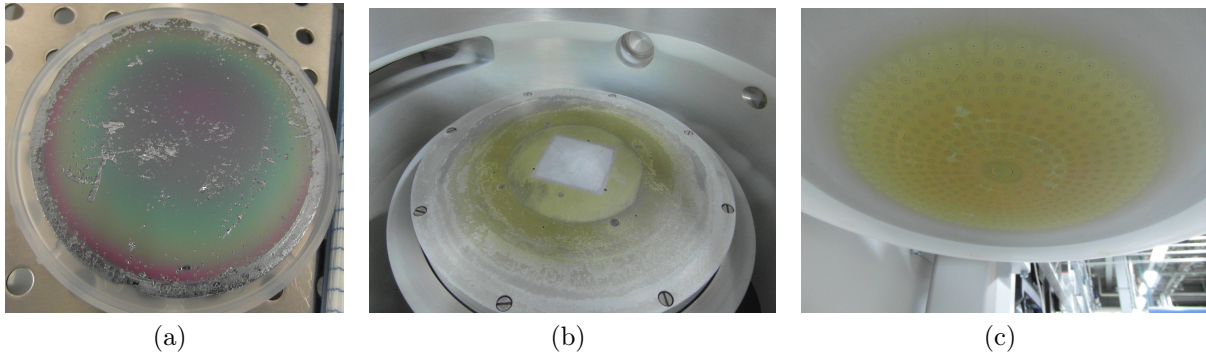


Abbildung 3.2: a) Foto eines 4 Zoll-Testwafers mit $2\ \mu\text{m}$ SiN auf der unpolierten Seite mit Fehlstellen, nach SiN-Reszept1 nach 6 h im KOH. b) und c) Fotos des PECVD-Rezipienten nach der Abscheidung von 270 nm SiN. Ein gelber puderartige Film bedeckt die Kammerwände und den Showerhead (c).

Aus diesem Grund wurden parallel zur Prozessänderung, beim ISIT neue Wafer mit Hartmaske bestellt. Die neuen Wafer haben auf der Rückseite $1\ \mu\text{m}$ hochtemperatur-SiO₂, welches als Hartmaske für Siliziumätzen mit TMAH optimiert ist.

3.1.2 Strukturierungstechniken

Lithografie

Zur Strukturierung der Dünnschichten und des Substrates wird Fotolack genutzt, der per Spin-Coating aufgetragen und lithographisch mit einem Maskaligner über Chrommasken strukturiert wird. Die Strukturierung der Dünnschichten erfolgt über den Lack entweder nasschemisch, trockenchemisch mit ICP-RIE⁴ oder IBE⁵, oder mit dem Lift-off-Prozess. Die dazu verwendeten Fotolacke sind zusammen mit Anwendungsgebiet, Schleuderschwindigkeit des Spin-Coaters (OPTIspin ST22P) und Temperaturbehandlung in Tabelle 3.3 gegeben. Beim Lift-off-Prozess wird auf die Lackstruktur der zu strukturierende Dünnschicht aufgetragen. Durch Lösen der Lackschicht mit Aceton oder NMP (N-Methyl-2-pyrrolidon) wird die Schicht abgehoben. Für den Lift-off-Prozess werden typischerweise Negativlacke oder Umkehrlacke verwendet, da diese einen Unterschnitt der Lackkante aufweisen, so dass es zu einer sauberen Abhebung der Schicht kommt. Der Lift-off-Prozess wird mit Ultraschall unterstützt.

³Showerhead: Austrittsbereich der Gase

⁴ICP-RIE; engl.: Reaktives-Ionen-Ätzen mit induktiv gekoppeltem Plasma unterstützt

⁵IBE; engl.: Ion Beam etching, Ionen-Strahl-Ätzen

Fotolack	rpm [rpm]	SB/t [°C] / [s]	Dosis [mJ cm ⁻²]	PEB/t [°C] / [s]	HB/t [°C] / [s]	Dicke [µm]	Anwendung -
AZ1518 (P)	4000	100/50	80	-	115/50	1,8	Nass Ä.
AZ6632 (P)	3000	110/50	315	-	125/50	4	tr. Ä.
AZ2070 (N)	3000	100/420	180	125/50	-	7	Lift-off (1)
AZ5214E (IR)	4000	110/50	59/200	120/130	120/50	1,4	Lift-off (2)
AR300-80	4000	180/120	-	-	-	0,015	haft.
AR-PC504	1000	140/90	-	-	-	4,5	KOH

Tabelle 3.3: Verwendete Fotolacke, AZ- von MicroChemicals, AR von Allresist; P = Positiver Fotolack, N = Negativer Fotolack, IR = Umkehrlack, rpm: Schleudernzahl für Spin-Coating, Belichtungsdosis, SB/t, PEB/t, HB/t: Soft-Bake-, Post-Exposure-Bake- und Hard-Bake-Temperatur und Zeit. Nass Ä.: nasschemisches Ätzen, tr. Ä: trockenchemisches Ätzen (IBE; ICP-RIE), Lift-off (1) für Dicken > 500 µm, Lift-off (2) für Dicken < 500 µm, haft.: Haftvermittler für AR-PC504, KOH: KOH-beständiger Schutzlack.

Die theoretische Auflösungsgrenze b_{min} lithographischer Strukturen berechnet sich mit s Abstand zwischen Maske Fotolack, Z Lackdicke und Wellenlänge λ [87]:

$$b_{min} = \frac{3}{2} \sqrt{\lambda(s + Z/s)} \quad (3.1)$$

Die Wellenlängen der 350 W Quecksilberlampe des Maskaligners MA/BA6 der Firma SÜSS MicroTec betragen 365 nm, 405 nm und 450 nm. Abhängig vom Fotolack ist damit nach Herstellerangabe im Kontaktmodus ein Linienabstand von ca. 1 µm realisierbar. Alle Fotolacke werden in dieser Arbeit im Kontaktmodus belichtet. Ausnahme ist die Belichtung des Fotolackes für die magnetostruktive Phase, die im entwickelten Prozess (Abschnitt 5.2.1) auf die Rückseite des SOI-Wafers gesputtert wird. Bedingt durch ca. 700 µm dicken Trägerwafer beträgt der Abstand zwischen Fotolack und Maske ca. 650 µm. Bei einer Lackdicke von 7 µm und der gegebenen Wellenlänge ergibt sich damit eine theoretische Auflösungsgrenze von ca. 25 µm. Unter Berücksichtigung der Strukturgröße von ca. 1 mm x 3 mm ist diese Auflösungsgrenze ausreichend, problematischer ist räumliche Verteilung der Lichtintensität, siehe Abbildung 3.3a. Die Aufweitung der Lichtintensität führt zu einer Vergrößerung der abzubildenden Struktur und verringert das Seitenverhältnis der Lackkante. Das Seitenverhältnis der Lackkante wird definiert als die Dicke des Fotolacks relativ zum Verjüngungsbereich der Kante.

Nasschemie

Silizium kann anisotrop mit wässriger Kaliumhydroxid- (KOH) oder mit Tetra-methylammonium-hydroxid-Lösung (TMAH) geätzt werden. Das Ätzverhalten ist durch die (100)-, (110)- und der (111)-Ebene des kristallinen Siliziums bestimmt. Die Ätzrate der dicht gepackten (111)-Ebene ist gegenüber der Ätzrate der (100)-Ebene um einen Faktor 50 bis

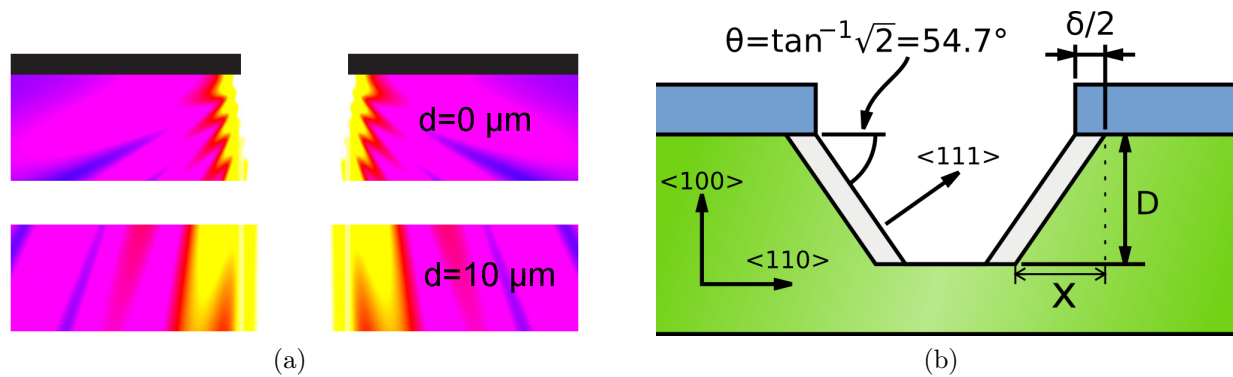


Abbildung 3.3: a) Modellierter räumlicher Verteilung der Lichtintensität für einen Abstand zwischen Maske und Fotolack von Null und 10 μm . Intensität von blau nach weiß ansteigend. Wellenlänge des Lichtes 365 nm, Fotolackdicke und Maskenöffnung 2 μm ; aus [102]. b) Ätzverhalten eines (100)-Wafers, adaptiert nach Wikipedia.

300 reduziert, abhängig von Temperatur und Ätzmittel. Der Winkel zwischen der (100)-Ebene und der (111)-Ebene beträgt $54,7^\circ$. Für einen (100)-Wafer muss somit bei einer Äztiefe D von 700 μm ein Bereich x von 495 μm im Maskendesign beachtet werden, siehe Abbildung 3.3b. Der Unterschnitt $\delta/2$ ist abhängig von der Selektivität S zwischen der (111)- und (100)-Ebene und berechnet sich mit $\delta = \sqrt{(6)D/S}$. 80 $^\circ\text{C}$ heiße 30% KOH ätzt die (100)-Ebenen von Silizium mit einer Ätzrate von ca. $1 \mu\text{m min}^{-1}$. Die Selektivität der (100)/(111)-Ebene beträgt 159, so dass sich ein Unterschnitt der Maske $\delta/2$ von ca. 12 μm bei einer Äztiefe von 700 μm ergibt. Für KOH ist Siliziumnitrid als Ätzmaske geeignet, da es eine hohe Selektivität aufweist (Ätzrate ca. $0,67 \text{ nm min}^{-1}$ [101]). Alternativ kann 25 % TMAH zum Ätzen von Silizium verwendet werden, das eine bessere CMOS-Kompatibilität aufweist (kein Kalium). Die Ätzrate der (100)-Ebenen beträgt $0,5 \mu\text{m min}^{-1}$ bei 80 $^\circ\text{C}$, die Selektivität zur (111)-Ebene beträgt ca. 50. Für das Ätzen mit TMAH ist SiO_2 als Ätzmaske geeignet.

AlN wird mit 80 $^\circ\text{C}$ heißer, 85 % H_3PO_4 geätzt. Das Ätzverhalten ist bedingt durch die bevorzugte Ätzung entlang der Korngrenzen und der sehr langsamen Ätzung der (0112)-Ebenen relativ inhomogen und langsam [43]. Für einen sauberen Abtrag von 2 μm beträgt die Ätzzeit ca. 1 h. Der Vorteil gegenüber TMAH, welches AlN mit hoher Ätzrate von bis zu $8 \mu\text{m min}^{-1}$ bei 80 $^\circ\text{C}$ ätzt, besteht in der Selektivität zu Silizium.

Gold wird mit Jod-Kaliumiodid-Lösung geätzt. Das Mischungsverhältnis beträgt $\text{KI}:\text{I}_2:\text{H}_2\text{O}$ 4g:1g:40 ml. Die Ätzrate beträgt $1 \mu\text{m min}^{-1}$.

Chrom wird mit der Cr-etch Lösung No1 von MicroChemicals geätzt. Die Ätzlösung besteht aus Ammoniumcarnitrat, Perchlorsäure und Wasser im Mischungsverhältnis 10.9 % : 4.25 % : 84.85 %. Die Chromätzung beruht auf der Oxidation von Chrom durch das Ammoniumcarnitrat und der Bildung von wasserlöslichem Chromnitrat. Perchlorsäure unterstützt die Reaktion dabei durch die Stabilisierung des Ammoniumcarnitrats.

IBE

Zur Strukturierung von Platin und Tantal und Multilagen wird das Trockenätzverfahren IBE⁶ verwendet. Die verwendete Anlage von Oxford Technologies PC3000 verfügt über einen Probenhalter für 6 Zoll-Wafer. Kleinere Proben werden auf einen Hilfswafer aus Kupfer mit Wärmeleitpaste und Kaptonfolie befestigt. Das Prinzip der IBE entspricht im weiteren Sinne einem umgekehrten Sputterprozess. Unabhängig von der zu strukturierenden Schicht wird ein Argonplasma mit 500 W gezündet. Die erzeugten Argonionen werden fokussiert und mit 400 V auf die Probe beschleunigt und schlagen dort in Ähnlichkeit zum Sputtern Atome aus der Probe. Der Einfallswinkel zwischen Probe und Ionenstrahl beträgt im gewählten Rezept 60°, so dass ein hoher Abtrag erzielt wird. Die Probe rotiert dabei mit 8 Umdrehungen pro Minute. Die Ätzrate beträgt ca. 6 nm min⁻¹, wobei leichte Elemente stärker als schwere Elemente gesputtert werden. Um zu verhindern, dass sich die Probe durch die Argonionen auflädt, wird über einen Elektronenstrahl die Probe neutralisiert. Die ausgeschlagenen Atome/Ionen der Probe werden mit einem SIMS⁷ detektiert, so dass der Ätzprozess und das Ende des Ätzprozesses genau überwacht werden kann. Die Probe wird mit Helium von der Rückseite gekühlt. Insbesondere für den Abtrag dickerer Schichten sind folgende Aspekte zu beachten: Die Redeposition von Atomen auf der Probe, insbesondere an Kanten oder tiefen Gräben und die Facettierung der Kanten. Letzteres ist in Abbildung 3.4a skizziert. Durch das unselektive Ätzen von Fotolackmaske und Schicht und durch die winkelabhängige Sputterrate, die bei 60° ihr Maximum erfährt, kommt es zu einem erhöhten Abtrag an der Kante. Für dicke Schichten kommt es dadurch abhängig von der Schichtdicke der Lackmaske zu einer Ausprägung von 1 bis 2 Facetten an den Kanten.

ICP-RIE

ICP-RIE steht für Reaktives-Ionen-Ätzen, das mit einem Induktiv gekoppelten Plasma unterstützt wird. Der Ätzprozess ist eine Mischung aus chemischen Ätzen aus der Gasphase und physikalischem Ätzen. Der prinzipielle Aufbau ist in Abbildung 3.4b skizziert. Mit einer Wechselspannung wird induktiv ein dichtes, niederenergetisches Plasma erzeugt, das ein Gas, z.B. SF₆, in reaktive Edukte spaltet. Die somit aktivierten Gase reagieren chemisch mit der Probe, es bilden sich gasförmige Produkte. Zusätzlich können über die zweite RF-Spannung, die Gase und Argonionen aus dem Plasma zur physikalischen Unterstützung des chemischen Ätzprozesses genutzt werden. Die verwendete Anlage SI500 von Sentech verfügt über die Gase Argon, Stickstoff, Sauerstoff, SF₆, CHF₃, C₄F₈ und CF₄. In dieser Arbeit wird mit der ICP-RIE SiO₂, SiN und Polysilizium geätzt. Typische verwendete Prozessparameter sind in Tabelle 3.4 gegeben. Die Prozessparameter wurden von Nicole Schneidewind im Laufe der Zeit angepasst, da nach diversen Reparaturen Umstellungen nötig waren. Die grundlegende Chemie des Ätzprozesses ist immer eine Reaktion des Siliziums mit den Fluorradikalen F* zu gasförmigen SiF₄. Die Fluorradikale werden aus dem

⁶IBE; engl.: Ion Beam etching, Ionen-Strahl-Ätzen

⁷SIMS, engl.:Secondary Ion Mass Spectroscopy; Sekundärionen-Massenspektrometrie

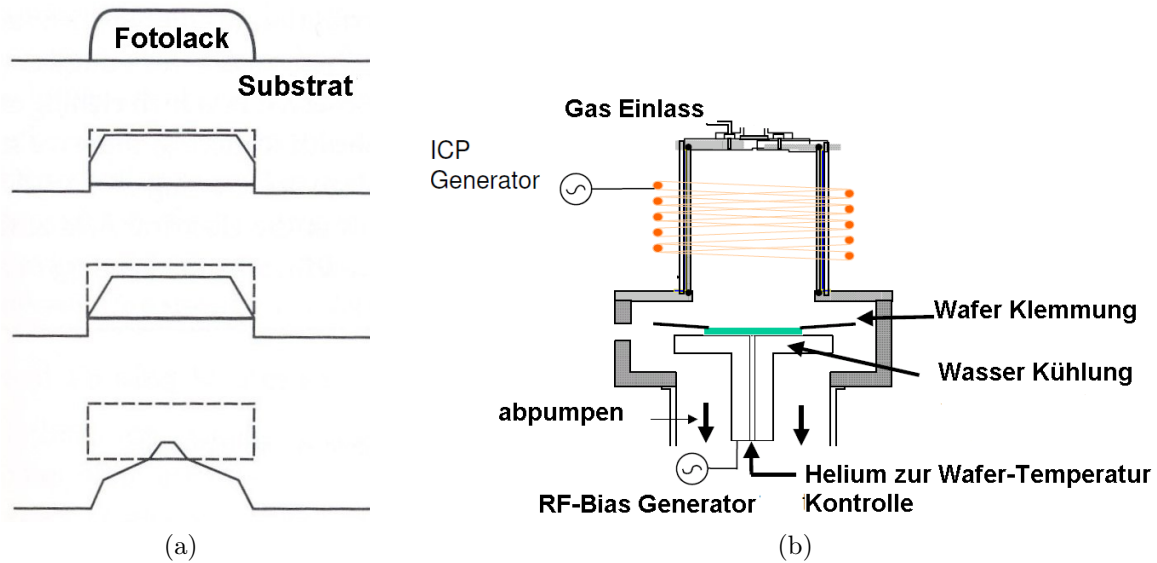


Abbildung 3.4: a) Facettierung des Substrates durch IBE aus [87]. b) Aufbau einer ICP-RIE aus [103].

SF_6 oder CHF_3 - Plasma gewonnen. Eine kleine Auswahl der stattfindenden Reaktionen ist im Folgenden gegeben. Vollständige Betrachtungen der stattfindenden Reaktionen finden sich in Knizikevičius [104] oder auch in Abhulimen et al. [105].



Die Zugabe von Sauerstoff erhöht das Verhältnis an Fluorradikalen, einerseits über Varianten der Reaktion $SF_5 + O^* \rightleftharpoons SOF_4 + F^*$ und andererseits über die Reaktion mit Kohlenstoff (z.B. von der Lackmaske), welcher ansonsten Fluorradikale durch die Bildung von CF_4 binden würde [106]. Da das Ätzen von Silizium mit Fluorradikalen isotrop ist, wird zum Tiefenätzen von Silizium ein Bosch-Prozess [107] verwendet. Der Bosch-Prozess besteht aus 2 Zyklen, die mehrfach wiederholt werden. Im ersten Zyklus wird Silizium mit SF_6 geätzt. Im zweiten Zyklus bildet sich aus C_4F_8 in der Ätzgrube ein teflonartiges Polymer. Der Siliziumätzzyklus wird mit einer Biasspannung unterstützt, so dass durch einen physikalischen

Parameter	SiO ₂	SiN	Polysilizium (Bosch-Prozess)	
			Zyklus 1 (10 s)	Zyklus 2 (14 s)
Gas [sccm]	50 CHF ₃	20 O ₂ , 100 SF ₆	259 SF ₆	50 C ₄ F ₈
ICP-RIE Leistung [W]	800	800	1000	700
RF Leistung [W]	120	80	15	9
Druck [mbar]	1 · 10 ⁻²	2 · 10 ⁻³	2,5 · 10 ⁻²	3 · 10 ⁻²
Ätzrate [nm/min]	2,3	4	300 nm pro Zyklus(1+2)	

Tabelle 3.4: Prozessparameter für ICP-RIE Rezepte zum Ätzen von SiO₂, SiN und Polysilizium. Dank an Nicole Schneidewind und Antonio Malavé für Entwicklung und Überwachung der Prozessparameter.

Sputteranteil nur am Boden der Ätzgrube das Polymer entfernt wird und Silizium weiter geätzt wird, während die Ränder mit dem Polymer geschützt sind. Auf diese Weise können mit hoher Anisotropie tiefe Ätzlöcher in Silizium, sowie in Polysilizium geätzt werden.

3.1.3 Basisprozess

Der Prozess für die „ME-Sensoren für niederfrequente magnetische Signale“ Abschnitt 4.1 basiert auf den ME-Sensoren von Greve et al. [108]. Vom Kooperationspartner ISIT werden 8 Zoll-Wafer geliefert, die auf 6 Zoll gesägt werden. Die Wafer sind 750 µm dick. Auf der Rückseite sind 2 µm Siliziumoxinitrid aufgebracht, das per ICP-RIE strukturiert und später als Hartmaske gegenüber KOH verwendet wird. Auf der Vorderseite ist vom ISIT eine Schicht aus 20 nm Titan, 100 nm Platin, 2 µm AlN und 50 µm Molybdän gesputtert. Platin wird bei 550 °C für 30 min getempert, um die Kristallausrichtung zu verbessern. Die Temperatur bei der AlN-Abscheidung beträgt 400 °C. Die genaue Prozessentwicklung und die Eigenschaften des AlN finden sich unter Marauska et al. [109]. Um die Unterelektrode kontaktieren zu können, werden Rechtecke von 1 mm x 2,5 mm in das AlN per Phosphorsäure geätzt. Molybdän dient dazu als Hartmaske und wird mit Chromätzlösung geätzt. Von der Rückseite werden nasschemisch mit KOH 7 mm breite Gräben in das Silizium geätzt. Der Wafer wird dazu in einem Teflonhalter eingespannt, so dass die Vorderseite geschützt ist. Die verbleibende Siliziumschichtdicke wird über die Ätzrate und Zeit abgeschätzt und über den in Abbildung 3.3b skizzierten geometrischen Zusammenhang berechnet. Nach dem Ätzen wird der Wafer in 26 Chips mit jeweils 6 Sensoren gesägt. Die magnetostriktive Schicht bildet gleichzeitig die Oberelektrode

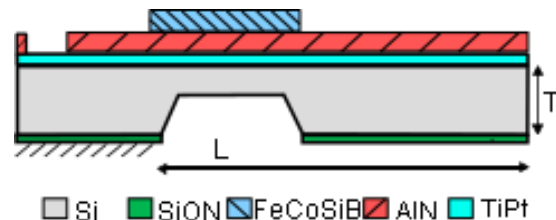


Abbildung 3.5: Querschnitt des Basisprozesses; freistehende Länge L 18 mm, Dicke T 750 µm.

und wird per Lift-off strukturiert. Im Anschluss werden die Biegebalken mit der Wafersäge vereinzelt. Die Maße der Biegebalken sind 3 mm x 25 mm x 750 μm (Breite x Länge x Dicke). Die Biegebalken werden einseitig aufgeklebt, die freistehende Länge beträgt 18 mm, von welchen die ersten 7 mm per KOH gedünnt sind. Der Querschnitt der Biegebalken ist in Abbildung 3.5 gegeben.

3.1.4 Nachbehandlungen

Die magnetischen Schichten werden teilweise im Magnetfeld getempert. Schichten auf großen Siliziumbiegern (Länge 22 mm, Dicke 350 μm) werden auf einer Heizplatte bei einer Solltemperatur von 250 $^{\circ}\text{C}$ getempert. Zur Erreichung der Solltemperatur auf dem Silizium muss eine Heizplattentemperatur von ca. 275 $^{\circ}\text{C}$ angelegt werden. Während des Temperns von 30 min wird ein Magnetfeld von 800 Oe über Permanentmagnete angelegt. Das Tempern erfolgt in Luft, die Schicht ist durch eine Chrom- oder Tantal-Schicht vor Oxidation geschützt. Für die in dieser Arbeit entwickelten Sensoren wird ein eigens konstruiertes Silicon-Ölbad zum Tempern genutzt, um eine definierte Wärmeübertragung auf die Siliziumbieger und die magnetische Schicht zu gewährleisten. Ein Foto des Aufbaus findet sich in Abbildung 3.6. Die Wärmeleitfähigkeit von Silikonöl beträgt ca. das 10-fache gegenüber Luft. Statt über die Temperatur der Heizplatte zu regulieren, wird die Temperatur des Öls zur Regulierung genutzt. Heizplatte und Keramiktiegel sind von einer Box aus thermischem Dämmmaterial umgeben, so dass die Permanentmagnete nicht erwärmt werden. Die Permanentmagnete erzeugen ein Magnetfeld von 1000 Oe. In den Keramiktiegel passen 4 entwickelte Sensoren.



Abbildung 3.6: Aufbau zum Magnetfeldtempern in Öl. Silikonöl von Rotitherm H 250 für Temperaturen bis 250 $^{\circ}\text{C}$, Öl von DOW Syltherm 800 für Temperaturen bis 400 $^{\circ}\text{C}$.

3.2 Strukturelle Charakterisierung

3.2.1 Profilometer

Das Profilometer XP-2 von Ambios Technology wird genutzt, um die Schichtdicken der funktionellen Schichten und die Filmspannung der gesputterten Schichten auf dem Siliziumsubstrat zu bestimmen. Eine Abtastnadel mit einem nominellen Radius der Spitze von 2,5 μm wird über die Probe verfahren. Die Auslenkung der Abtastnadel wird über einen

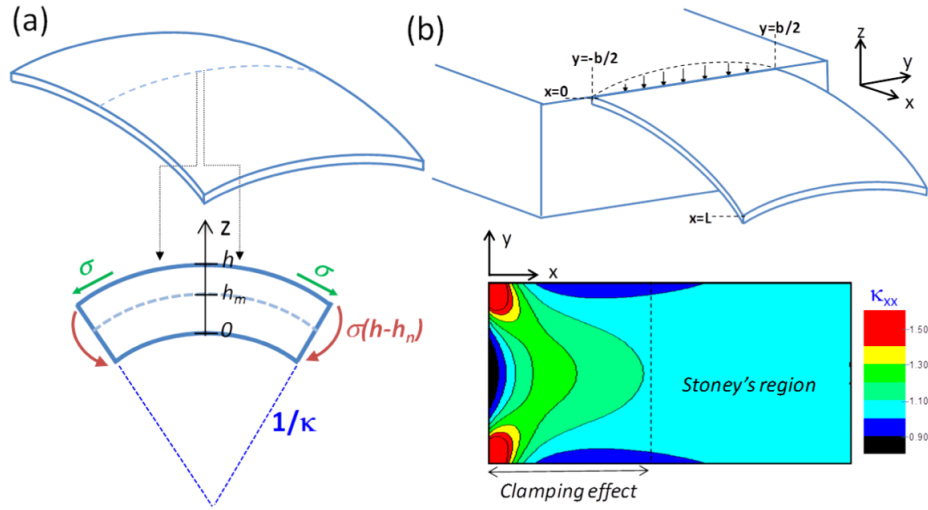


Abbildung 3.7: Einfluss der Klemmung auf die Filmspannungsverteilung eines Biegebalkens. a) Krümmung κ für einen freien Biegebalken mit Filmspannung σ (Klassisch Stony), b) Krümmung entlang der langen Achse x κ_{xx} für den Fall eines einseitig geklemmten Biegebalkens mit Filmspannung σ . Aus Tamayo et al.[110]

Laser und einer lichtsensitiven Diode (PSD) gemessen. Der Anpressdruck der Nadel kann von 0,05 mg bis 10 mg eingestellt werden. Die vertikale Verlässlichkeit beträgt nach Herstellerangabe 1 nm bei 1 μm Stufenhöhe. Für Stufenhöhen von 100 nm beträgt nach eigener Erfahrung die Verlässlichkeit 10%.

Zur Bestimmung der Filmspannung wird die Biegelinie eines Siliziumbiegebalkens vor und nach der Abscheidung gemessen. Die üblichen Maße des Siliziumbalkens zur Charakterisierung der Filmspannung betragen: Länge 25 mm, Breite 2 mm, Dicke 350 μm . Über den Krümmungsradius R , dem E-Modul E_s , der Poissonzahl ν_s , der Dicke des Substrates h_s und der Schichtdicke des Filmes h_f wird über die Stony-Formel die Filmspannung σ der Schicht berechnet [87]:

$$\sigma = \frac{-1}{6R} \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{h_s^2}{h_f} \quad (3.9)$$

Bei der Berechnung der Filmspannung kurzer, breiter, einseitig geklemmter Biegebalken muss nach Tamayo et al. [110] beachtet werden, dass nur der hintere Teil des Biegebalkens über die Stony-Formel richtig beschrieben wird, siehe Abbildung 3.7. Für die in der Arbeit entwickelten Sensoren wird daher der Krümmungsradius am Ende des Biegebalkens zur Bestimmung der Filmspannung verwendet.

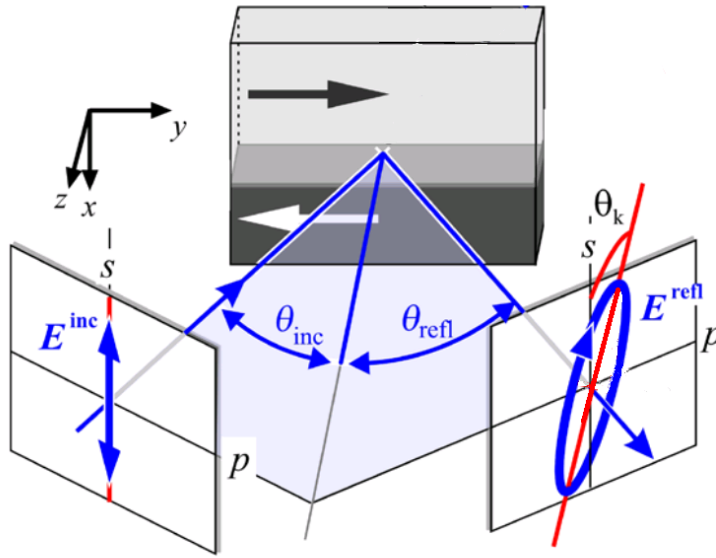


Abbildung 3.8: Longitudinaler Kerr-Effekt für den Fall der s-Polarisation. Kerr-Rotation um den Winkel θ_k . Abbildung aus McCord [112].

3.3 Magnetische Charakterisierung

3.3.1 MOKE

Die lokalen magnetischen Eigenschaften (Hysterese, Domänen und Domänenwände) werden durch den Magneto-optischen Kerr-Effekt (MOKE) gemessen. Das Messprinzip beruht darauf, dass linear polarisiertes Licht, das von einer magnetischen Probe reflektiert wird, eine Rotation der Polarisationsebene erfährt. Im verwendeten Gerät, dessen Aufbau und Funktion detailliert in [111] und [112] erläutert ist, wird der longitudinale Kerr-Effekt genutzt, bei dem die Magnetisierungsrichtung und die Einfallsebene des s- oder p-polarisierten Lichtes parallel zueinander ist. Die Geometrie von Polarisationsebene, Magnetisierungsrichtung und dadurch entstehende Kerr-Rotation des Lichtes, ist nach McCord [112] in Abbildung 3.8 skizziert. Ein bildgebender schwarz-weiß Kontrast zwischen entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung wird durch einen Polarisationsfilter erreicht. Magnetisierungsrichtungen senkrecht zur Einfallsebene erzeugen keine Kerr-Rotation und ergeben ein graues Bild.

Zur Bestimmung des Magnetisierungsvektors wird daher mit dem von Von Hofe et al. [111] vorgestellten Prinzip des Dualen Wellenlängen-MOKE (Optosplit) gearbeitet. Hierbei wird die Probe mit 2 LEDs unterschiedlicher Wellenlänge beleuchtet, deren Einfallsebenen senkrecht zueinander stehen. Das reflektierte polarisierte Licht wird nach Wellenlänge gefiltert, analysiert und in 2 Bilder aufgeteilt, so dass die Probe zweimal mit unterschiedlicher Sensitivität gezeigt ist.

Die magnetische Sensitivität des Mikroskops ist wie folgt gekennzeichnet:

Sensitivität parallel zur horizontalen Bildachse: =

Sensitivität senkrecht zur horizontalen Bildachse: ||

Nichtmagnetische Kontraste der Oberfläche werden digital abgezogen, indem vom Domänenbild ein Hintergrundbild subtrahiert wird, das zuvor in magnetischer Sättigung aufgenommen wurde. Über Elektromagnete kann ein äußeres Feld angelegt werden.

3.3.2 Magnetostruktive Eigenschaften

Die magnetostruktiven Eigenschaften werden mittels eines Lichtzeigerprinzips gemessen. Der Aufbau ist in Abbildung 3.9 gegeben. Ein mit magnetostruktivem Material beschichteter Siliziumbiegebalken wird einseitig geklemmt. Über Helmholtzspulen wird ein magnetisches Feld entlang der Längsachse oder entlang der kurzen Achse des Biegers angelegt. Durch die Stauchung oder Dehnung der magnetostruktiven Phase verbiegt sich der Siliziumbiegebalken, die Auslenkung D am Ende des Balkens wird optisch durch einen Laser und eine lichtempfindliche Diode (PSD) ermittelt. Zur Berechnung wird der Winkel α am Ende des Biegebalkens bestimmt:

$$2\alpha \approx \tan(2\alpha) = h/r = V_{PSD} * k/r \quad (3.10)$$

mit r dem Abstand zwischen PSD und Biegebalken und h der Verschiebung auf dem PSD, welche sich aus der Spannungsänderung am PSD V_{PSD} und einer Kalibrierungskonstante k berechnet. Aus dem Winkel α und der Länge des Biegebalkens L wird die Auslenkung D bestimmt mit:

$$D = \frac{2}{3}\alpha L \quad (3.11)$$

Als Annahme wird hier aus der technischen Mechanik ein einseitig eingespannter Balken konstanter Biegesteifigkeit mit konstanter Last zugrunde gelegt [113]. Aus der Auslenkung $D_{||}$ (Magnetfeld parallel zur langen Biegerachse) und D_{\perp} (Magnetfeld senkrecht zur langen Biegerachse) ergibt sich der magnetostruktive Kopplungskoeffizient b nach Tremolet [114]:

$$b = \frac{1}{3} \frac{D_{||} - D_{\perp}}{L^2} \frac{E_s}{(1 + \nu_s)} \frac{t_s^2}{t_f} \quad (3.12)$$

Mit dem E-Modul E_s , der Poissonzahl ν_s , der Dicke des Substrates t_s und der Schichtdicke des Film t_f .

Fehlerbetrachtung

Für die genannten Formeln gelten folgende Annahmen: Der in Abbildung 3.7 skizzierte Einfluss der Klemmung auf die Biegelinie ist vernachlässigbar, so dass eine konstante Krümmung entlang der langen Achse angenommen werden kann und die Schichtdicke des Films t_f ist deutlich kleiner als die Substratdicke t_s ($t_s \approx 0.001h_f$). Für die Charakterisierung der magnetostriktiven Eigenschaften werden daher lange schmale Bieger mit Länge 25 mm, Breite 2 mm, Dicke 350 μm verwendet, die mit 1 μm bis 2 μm magnetostriktiver Schicht beschichtet sind.

Bei der Messung der magnetostriktiven Eigenschaften der entwickelten Sensoren (Länge 3 mm, Breite 1 mm und 2 mm, Dicke 50 μm) ist der Einfluss der Klemmung nicht mehr vernachlässigbar und $t_f \ll t_s$ ist nicht mehr gegeben. Wie von Guerrero und Wetherhold [115] beschrieben, reduziert sich der Krümmungsradius mit steigendem Schichtdicken-Verhältnis t_f/t_s , da das Substrat zunehmend der Dehnung bzw. Stauchung des magnetostriktiven Materials folgt, statt gebeugt zu werden. Zudem müssen für die Sensoren folgende Fehlerquellen beachtet werden. Der Durchmesser des Laserspots beträgt ca. 0,5 mm. Mit den Stellschrauben lässt sich der Laserpunkt nach Augenmaß auf 2,85 mm \pm 0.15 mm einstellen. Der relative Fehler beträgt damit für die Länge L 5%. Als maximalen Fehler für die Schichtdicke t_f der magnetostriktiven Schicht ergeben sich aus Profilometermessungen über den Wafer 6%. Der Abstand zwischen PSD und Biegebalken r beträgt 0,425 m \pm 0,005 m (Fehler 1%). Der größte Fehler ergibt sich über die Kalibrierungskonstante k , die die Spannung des PSD und die Verschiebung des Laserspots auf dem PSD beschreibt, da die Rückreflexion des Laserpunktes von den Sensoren vielfach diffus ist. Ursachen für die diffuse Reflexion sind Kanten von Elektroden, raue Schichten (z.B. AlN), aber auch Krümmungen des Balkens entlang der kurzen Achse. Durch die diffuse Reflexion schwankt die Kalibrierungskonstante k zwischen 0.0002 m/V (Normalwert) und 0.0004 m/V. Die Kalibrierungskonstante k wird daher für jeden Sensor vor jeder Messung bestimmt. Als Fehler werden 10% berücksichtigt. Insgesamt ergibt sich damit ein Fehler für den magnetostriktiven Kopplungskoeffizienten b von 22%.

Die Berechnung des magnetostriktiven Kopplungskoeffizienten b über die Formel nach Tremolet 3.12 ergibt durch die nicht vernachlässigbaren Einflüsse von Schichtdicken-Verhältnis und Klemmung einen scheinbar 40% geringeren Kopplungskoeffizienten als Messungen auf langen Siliziumbiegebalken.

Eine genauere Brechung des magnetostriktiven Kopplungskoeffizienten unter Berücksichtigung von Klemmung und Schichtdickenverhältnis findet sich in Guerrero und Wetherhold [116], benötigt aber die Kenntnis des E-Moduls und der Poissonzahl des magnetostriktiven Materials. Diese Werte sind nur bedingt bekannt.

Da die relativen Änderungen zwischen den Sensoren groß sind und die Werte zur Beurteilung der magnetostriktiven Eigenschaften ausreichen, wird zum Vergleich der magnetostriktiven Eigenschaften zwischen baugleichen Sensoren, trotz des scheinbar reduzierten magnetostriktiven Kopplungskoeffizienten und des Fehlers von 22%, der Messaufbau und die Formel nach Tremolet 3.12 verwendet.

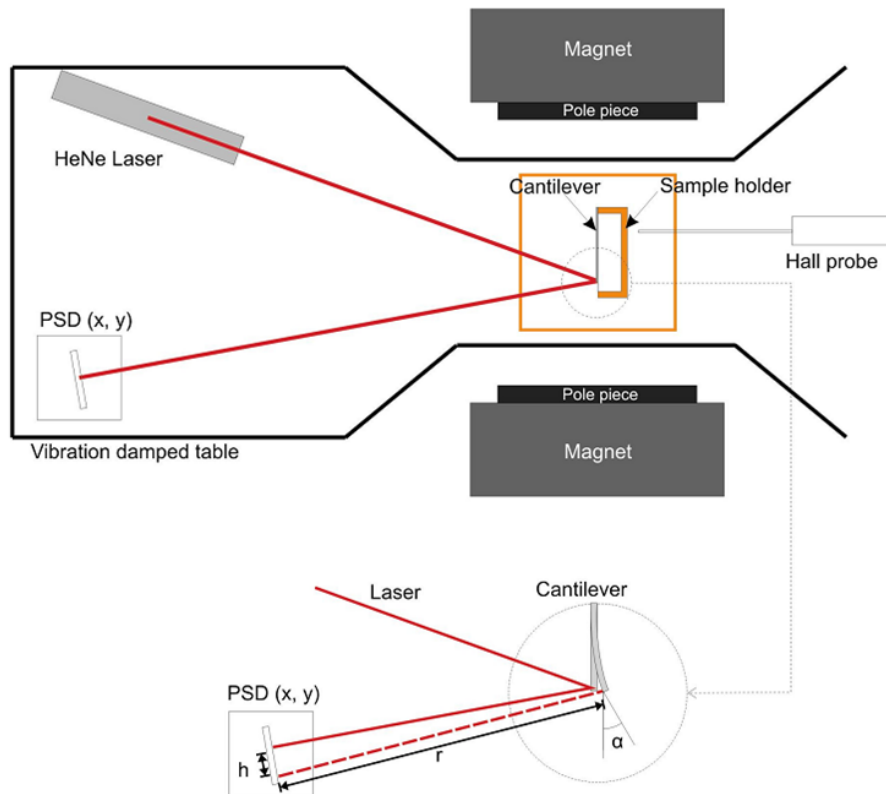


Abbildung 3.9: Skizze des Magnetostruktionsmessstandes aus [117].

3.4 Magnetoelektrische Charakterisierung

Die Messung der magnetoelektrischen Eigenschaften erfolgt in einer magnetisch und elektrisch geschirmten, sowie schwingungsgedämpften geschlossenen Box. Der detaillierte Aufbau ist bei Jahns [75], [118] gegeben. Der Sensor ist auf eine Platine geklebt, welche in die Mitte einer Messröhre geschraubt wird. Die Messröhre weist einen Durchmesser von 4,5 cm und eine Länge von 20 cm auf und ist von zwei Spulen umwickelt, die das magnetische Haltefeld und das zu messende Feld erzeugen. Als Stromquelle für das Messfeld dient die Präzisionsstromquelle 6221 von Keithley Instruments. Der Strom für das magnetische Haltefeld wird über eine bipolare Spannungsquelle (von Kepko), bzw. von einer Batterie geliefert. Haltefeld und Messfeld sind parallel zur langen Achse des Sensors.

Die magnetoelektrische Spannung U_{ME} wird über einen Ladungsverstärker (Operationsverstärker AD745) gemessen, welcher die generierte Spannung um einen Gainfaktor $G = C_{ME}/C_f$ ($C_f = 10 \text{ pF}$) verstärkt. Die Messung der Sensorkapazität C_{ME} erfolgt mit dem PeakTech 3705 Digital-Kapazitätsmessgerät. Die verstärkte Spannung $U_{oc} = U_{ME} * G$ wird mit dem Lock-In- Verstärker SR830 von Stanford Research Systems gemessen. Die Rauschspannung E_i (korrigiert um den Gainfaktor) in der Einheit $V/\sqrt{\text{Hz}}$ wird mit ei-

nem Spektrumanalysator SR785 von Stanford Research Systems aufgenommen. Die magnetische Auflösungsgrenze (LOD) bei einer Frequenz f in der Einheit $\text{T Hz}^{-1/2}$ wird berechnet mit:

$$LOD(f) = \frac{E_i(f)}{U_{ME}(f)} \quad (3.13)$$

Zur Messung der Linearität, wird mit dem Lock-In-Verstärker bei einer festen Frequenz und bei einem Haltefeld die Spannung U_{oc} gemessen, während die Stärke des Messfeldes von typischerweise $1 \cdot 10^{-6} \text{ T}$ bis $1 \cdot 10^{-13} \text{ T}$ reduziert wird. Das LOD lässt sich aus diesen Messungen durch den Schnittpunkt des Rauschlevels und des linearen Signalbereiches abschätzen. Die Angabe des LOD in der Einheit $\text{T Hz}^{-1/2}$ ist nach neusten Erkenntnissen jedoch nicht korrekt, da die äquivalente Rauschspannungs-Bandbreite des Lock-In-Verstärkers SR830 ca. 78 mHz beträgt (Zeitkonstante von 1 s) [27]. LOD-Werte, die über den Lock-In-Verstärker gemessen wurden, werden daher nicht in der Einheit $\text{T Hz}^{-1/2}$ angegeben.

Die Impedanzanalyse der Sensoren erfolgt mit dem Agilent 4294A Precision Impedance Analyzer und wird unter anderem für die Charakterisierung der ΔE -Eigenschaften verwendet. Eine detaillierte Beschreibung des Messverfahrens über den ΔE -Effekt findet sich in Reermann et al. [83]. Der Messaufbau und die digitale Steuerung der Impedanzanalyse für den ΔE -Effekt wurde maßgeblich durch Sebastian Zabel realisiert.

Die Messung der magnetoelektrischen Eigenschaften unter Vakuumbedingung erfolgt in einem Glaszylinder, der über ein KF-Flansch-System aus Aluminiumröhren mit einer Pumpe verbunden ist und auf Drücke bis zu $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ abgepumpt werden kann. Die Pumpe besteht aus einer Membranpumpe und einer Turbomolekularpumpe TPG251 und TCP015 von Balzers Pfeifer. Der Druck wird über eine Full-Range-Gauge des Typs PKR251 von Pfeifer Vacuum gemessen. Die zu messende Spannung wird über eine Vakuumdurchführung rausgeleitet und wie beschrieben gemessen. Die Pumpe kann vom Zylinder über ein manuelles Ventil entkoppelt werden. Der Druck im Glaszylinder bleibt hierbei bei Drücken von $1 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ für mindestens 2 Stunden, wenn der Sensor samt Platine über mindestens 12 Stunden abgepumpt wurde, so dass Gas- und Wasserablagerungen an Sensor und Messzylinderinnenwänden reduziert sind. Der Glaszylinder hat einen Außendurchmesser von 6 cm und eine Länge von 10 cm. Aufgrund des größeren Zylinderdurchmessers wurden für das Messfeld und Haltefeld ein weiteres Paar Spulen angefertigt. Der Glaszylinder samt Vakuumdurchführung passt in die magnetische/elektrische schwingungsgedämpfte Abschirmbox. Die Messungen der magnetoelektrischen Sensitivität kann mit laufender angeschlossener Vakuumpumpe erfolgen. Messungen der Rauschspannungsdichte erfolgen mit geschlossenem Ventil und entkoppelter Pumpe, um die Einkopplung von Vibrationen zu vermeiden. Des Weiteren wird die Druckmessröhre während empfindlicher Messungen entfernt, da diese selbst stark magnetisch ist und somit als Rauschquelle dienen könnte.

Kapitel 4

ME-Sensoren für niederfrequente magnetische Signale

Zielsetzung des Forschungsprojektes ist es, mit magnetoelektrischen Sensoren (ME-Sensoren) kleine magnetische Signale in der Größenordnung von Picotesla für Frequenzen $f(H_{ac}) \approx 1$ Hz bis 200 Hz zu messen. Der Schwerpunkt liegt dabei auf medizinisch relevanten biomagnetischen Signalen, die von Nervenzellen und vom Herzen erzeugt werden und Aufschluss über die Aktivität und mögliche Erkrankung von Gehirn und Herz geben.

Magnetfelder von Hirnschrittmachern

Eine potentielle Anwendung für ME-Sensoren ist die Messung magnetischer Signale, welche von Hirnschrittmachern im Gehirn induziert werden. Hirnschrittmacher stellen eine Möglichkeit dar, die Leiden von Epilepsiepatienten zu verringern [119]. Über eine im Gehirn platzierte Elektrode werden erkrankte Teile des Gehirns mit elektrischen Impulsen stimuliert. Die Kenntnis über die Stärke und räumliche Verteilung dieser elektrischen Impulse im Gewebe soll helfen, die Behandlung zielgerichteter und mit geringeren Nebenwirkungen zu gestalten. Die Magnetfelder, die durch die elektrischen Impulse induziert werden, weisen Amplituden von wenigen Picotesla mit Frequenzen von 100 Hz bis 200 Hz auf.

Ein Ansatz, diese Frequenzbereiche mit ME-Sensoren direkt zu messen, wurde von Greve et al. in [108] dargestellt und basiert auf resonanten ME-Sensoren in Biegebalkengeometrie. In mechanischer Resonanz erhöht sich der magnetoelektrische Effekt für ME-Komposite in Biegebalkengeometrie, siehe Abschnitt 2.1. Die damit verbundene hohe Sensitivität ermöglicht magnetische Auflösungsgrenzen von bis zu $7 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ in Resonanz ($\approx 700 \text{ Hz}$) [118]. Die Resonanzfrequenz der ME-Sensoren wurde durch Greve et al. auf 330 Hz reduziert, indem ein Teilbereich des Siliziumträgers auf $180 \text{ }\mu\text{m}$ gedünnt wurde. Neben der Reduktion der Resonanzfrequenz erhöht sich die Sensitivität der Sensoren von $0,45 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ auf bis zu $\alpha_{ME} = 1,8 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ in Resonanz, da durch das geringere Substrat und durch die damit geringere Frequenz weniger Dämpfung erfolgt. Die Reduzierung der Resonanzfrequenz und Erhöhung der Sensitivität durch Reduzierung der Luftdämpfung wurde weiter verfolgt und ist im nächsten Abschnitt 4.1 dargestellt. Die Eignung als Sensor für die Messung von durch Hirnschrittmacher induzierten Magnetfeldern wird diskutiert.

Magnetfelder vom Herz

Zur Detektion magnetischer Signale vom Herzen muss die magnetische Auflösungsgrenze unter $100 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ für Frequenzbereiche von 1 Hz bis 30 Hz liegen. Die direkte Messung dieser Felder ist mit den bisher erforschten Dünnschicht ME-Sensoren nicht möglich, da die Auflösungsgrenze für 1 Hz bis 10 Hz ca. $1000 \text{ nT Hz}^{-1/2}$ [28] (außerhalb der Resonanz) beträgt. Ursache hierfür ist die niedrige magnetoelektrische Sensitivität von $3 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ [16] außerhalb der Resonanz und das erhöhte Rauschlevel bei niedrigen Frequenzen (1/f-Rauschen 2.2) und akustischen Einkoppelungen. Ein alternativer Ansatz ist die magnetische Frequenzmodulation, siehe Abschnitt 2.3.2. Erste Vorarbeiten zur Frequenzmodulation wurden zusammen mit R. Jahns durchgeführt. Die Auswirkung der magnetischen Phase auf das Sensorrauschen und die damit verbundenen Anforderungen an die Sensorherstellung werden im nächsten Abschnitt 4.2 erläutert.

Aus den Ergebnissen ergibt sich die Konzeption und Zielsetzung der Hauptarbeit, welche in Kapitel 5 erläutert wird.

4.1 Resonante Sensoren im Vakuum

Die im Folgenden untersuchten ME-Sensoren bestehen aus einem Substrat aus Silizium mit Maßen von $3 \text{ mm} \times 25 \text{ mm} \times 750 \text{ }\mu\text{m}$ (Breite \times Länge \times Dicke). Der Biegebalken ist einseitig aufgeklebt, die freistehende Länge beträgt 18 mm. Die ersten 7 mm sind nasschemisch auf eine Siliziumdicke von $90 \text{ }\mu\text{m}$ gedünnt. Im Bereich der gedünnten Region ist FeCoSiB als magnetostriktives Material und als Oberelektrode aufgebracht. AlN dient als Piezoelektrikum. Die Prozessierung ist im Abschnitt 3.1.3 erläutert.

Durch Reduzierung des Siliziumsubstrates auf partiell $90 \text{ }\mu\text{m}$ beträgt die Resonanzfrequenz des Biegebalkens 152 Hz und liegt somit im Bereich für eine potentielle Messung magnetischer Signale die durch Hirnschrittmacher induziert werden. In Resonanz erzielt der Sensor eine Sensitivität von $\alpha_{ME} = 4,2 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$. Durch die Reduzierung von viskoser Luftdämpfung durch Betrieb des Sensors im Vakuum konnte die Sensitivität weiter auf bis zu $\alpha_{ME} = 20 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ gesteigert werden, siehe Abbildung 4.1a. Der Qualitätsfaktor verbessert sich von 1400 auf ca. 5800. Der hohe magnetoelektrische Koeffizient von $20 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ ist bis dahin in der Literatur höchste erreichte Werte für α_{ME} und ist in [120] und [22] veröffentlicht. Wie in Abbildung 4.1b anhand der Rauschspannungsdichte des Sensors ersichtlich, beträgt das Rauschen in Resonanz $40 \cdot 10^{-6} \text{ V Hz}^{-1/2}$. Damit ergibt sich eine magnetische Auflösungsgrenze (LOD) von nur $1 \text{ nT Hz}^{-1/2}$ bei 152 Hz.

Zur Klärung des hohen Rauschlevels und der damit verbundenen geringen magnetischen Auflösungsgrenze wurde die Rauschspannungsdichte des 152 Hz Sensors mit einem ähnlichen Sensor verglichen, welcher nur auf $200 \text{ }\mu\text{m}$ partiell gedünnt wurde ($f_{res} = 695 \text{ Hz}$, $Q = 747$, $\alpha_{ME} = 2,8 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$). Der Frequenzverlauf der Rauschspannungsdichte des höherfrequenten Sensors stimmt mit der von Jahns et al. [25] beschriebenen und modellier-

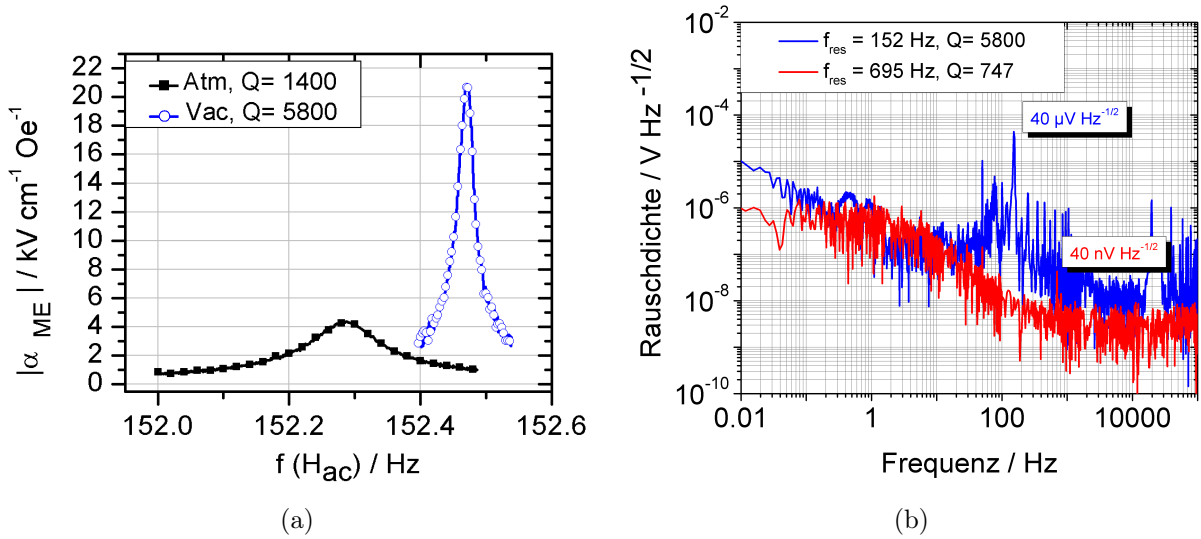


Abbildung 4.1: a) Magnetoelctrische Sensitivität α_{ME} in Resonanz unter Atmosphären-
druck (Atm) und unter Vakuum ($p \approx 3 \cdot 10^{-5}$ mbar) unter optimalem Haltefeld für einen
Sensor mit auf $90 \mu\text{m}$ partiell gedünntem Siliziumbiegebalken, $2 \mu\text{m}$ AlN und $2 \mu\text{m}$ FeCo-
SiB. b) Rauschspannungsdichte für den Sensor im Vakuum mit $Q=5800$ im Vergleich zur
Rauschspannungsdichte eines ähnlichen Sensors mit auf $200 \mu\text{m}$ partiell gedünntem Silizi-
umbiegebalken, $f_{res} = 695 \text{ Hz}$, $Q=747$, $\alpha_{ME} = 2,8 \text{ kV cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$.

ten Rauschspannungsdichte überein. Für Frequenzen f von 100 Hz bis 1 kHz dominiert das Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase. In Resonanz selbst ist ein Rauschanstieg bei beiden Sensoren festzustellen.

Für den bei 695 Hz resonanten Sensor steigt die Rauschspannung von $5 \text{ nV Hz}^{-1/2}$ (dicht neben der Resonanz) auf $40 \text{ nV Hz}^{-1/2}$ in Resonanz an. Der Ursprung dieses Rauschanstieges wurde für diesen Sensor nicht modelliert, neueste Erkenntnisse von Durdaut et al. [76] an ähnlichen Sensoren zeigen aber, dass hierfür das thermisch-mechanische Rauschen mit hoher Wahrscheinlichkeit verantwortlich ist. Für den bei 152 Hz resonanten Sensor ist der Rauschanstieg in Resonanz deutlich stärker ausgeprägt und beträgt das 1000-fache des Rauschlevels des höherfrequenten Sensors. Akustische Einkopplungen werden hier als dominierende Quelle angesehen, da das thermisch-mechanische Rauschen mit $\sqrt{Q}/(f_{res}T^3)$ skaliert (T =Substratdicke, siehe Gleichung 2.61) und rechnerisch nur um den Faktor 20 steigt. Im Vergleich bedeutet dies, dass die magnetische Auflösungsgrenze des bei 695 Hz resonanten Sensors mit $\alpha_{ME} = 2,8 \text{ kV cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$ mit $7 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ deutlich besser ist als die des 152 Hz-Sensors mit $\alpha_{ME} = 20 \text{ kV cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$.

Durch die Anwendung des Stimmgabelkonzepts von Salzer et al. [121] könnte höchstwahrscheinlich auch beim 152 Hz-Sensor das LOD durch Differenzierung von akustischem Rauschen verbessert werden. Das thermisch-mechanische Rauschen beträgt dann allerdings weiterhin nach Abschätzung noch ca. $800 \text{ nV Hz}^{-1/2}$, so dass sich bestenfalls ein LOD von

100 pT Hz^{-1/2} ergibt. Der bisherige Prozess ermöglicht es nicht, zwei Sensoren mit identischer Frequenz herzustellen. Somit ist die Fügung zu Stimmgabelsensoren nicht im großen Maßstab umsetzbar. Ein weiteres Problem des 152 Hz-Sensors ist die geringe Bandbreite von 0,02 Hz. Für biomagnetische Signale, die von Hirnschrittmachern induziert werden, sind höhere Bandbreiten von eher 10 Hz nötig, da die Frequenz der Hirnschrittmacher einerseits nur schrittweise einstellbar ist und andererseits zeitliche Verläufe des biomagnetischen Signals mit solch geringen Bandbreiten nicht dargestellt werden können.

Aus diesen Gründen wird der Ansatz der Reduktion der Resonanzfrequenz zur Detektion niederfrequenter biomagnetischer Signale, die von Hirnschrittmachern induziert werden, nicht weiter verfolgt. Nichtsdestotrotz konnte gezeigt werden, dass hohe magnetoelektrische Sensitivitäten von bis zu $\alpha_{ME} = 20 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ mit dem gewählten Schichtsystem erreichbar sind.

4.2 FeCoSiB Multilagen, Einfluss von Substratrauigkeit, Spannung und Strukturierung

Mit der magnetischen Frequenzmodulation können niederfrequente magnetische Wechselfelder in die Resonanzfrequenz eines resonanten ME-Sensors verschoben werden, so dass die durch Resonanzerhöhung und Operation im Vakuum erreichten hohen magnetoelektrischen Sensitivitäten in Resonanz zur Detektion genutzt werden können. Ein weiterer Vorteil der Frequenzmodulation ist, dass die Grundfrequenz des Sensors oberhalb von 1 kHz liegen kann, so dass akustisches Rauschen und Rauschen von der piezoelektrischen Phase nicht dominant sind. Mit der magnetischen Frequenzmodulation kann eine magnetische Auflösungsgrenze von 1 nT Hz^{-1/2} bei 1 Hz erreicht werden [28]. Die magnetische Auflösungsgrenze bei der magnetischen Frequenzmodulation ist durch ein erhöhtes Rauschlevel begrenzt, dessen Ursache magnetischer Herkunft ist (siehe Theorieteil 2.3.2). Im Rahmen seiner Arbeit zur magnetischen Modulation zeigte Jahns [75], dass das Rauschlevel um den Faktor 6 verringert werden kann, wenn statt einer magnetischen Einzellage von 1 µm FeCoSiB eine Multilage aus 65 nm FeCoSiB und 5 nm Tantal, 15-fach wiederholt, verwendet wird. Der Theorie nach, siehe Abschnitt 2.1.1 ermöglicht eine magnetische Multilage im Vergleich zu einer Einzellage mehr Möglichkeiten zur Streufeldschließung, so dass Abschlussdomänen vermieden werden können. Des Weiteren weisen die Domänenwände in Multilagen geringere Energien und höhere Wandweiten auf, so dass Domänenwandbewegungen an Defekten weniger behindert werden. Beides trägt dazu bei, dass ein geringeres magnetisches Rauschen im Sensor erzeugt wird. Der Einfluss von Substratrauigkeit, magnetischem Tempern sowie Strukturierung auf die magnetische Phase der ME-Sensoren ist im Folgenden mit Hinblick auf die Sensitivität und die magnetische Modulation erläutert. Als magnetische Phase kommen FeCoSiB-Multilagen mit Trennschichten aus Chrom oder Tantal zum Einsatz, deren harte Achse parallel zum Biegebalken liegen soll. Zielsetzung sind Multilagen, in denen das Streufeld über die Zwischenschicht geschlossen ist, so dass Hystereseeffekte reduziert werden und der Ummagnetisierungsprozess durch Magnetisierungsrotation dominiert wird.

4.2.1 Multilagen im Vergleich zu Einzellen

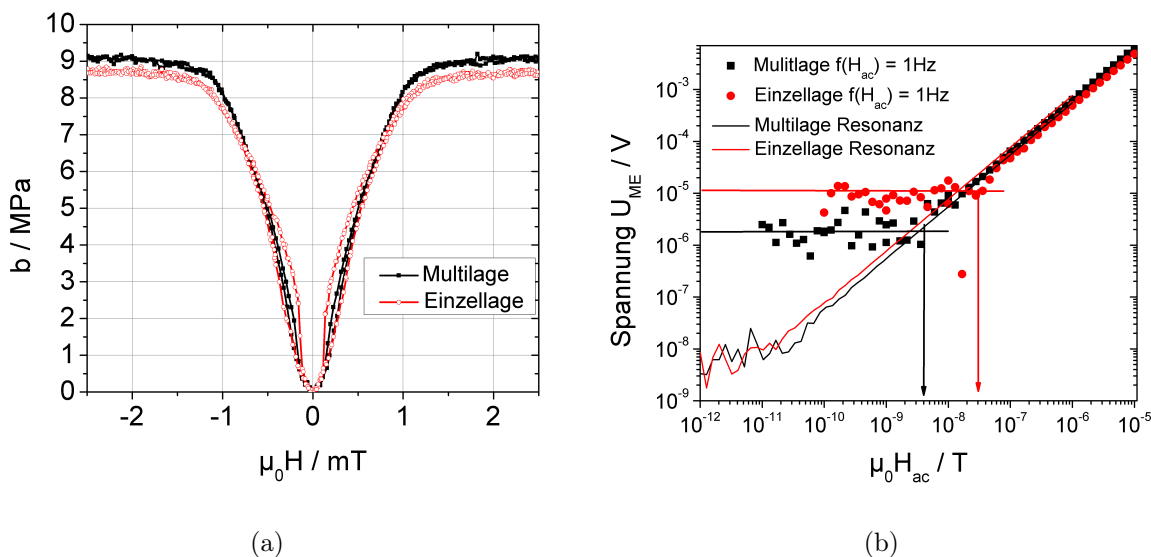


Abbildung 4.2: a) Magnetostruktionsmessung entlang der langen Achse eines Siliziumbiegers, besputtert mit $3,7\ \mu\text{m}$ FeCoSiB (Einzellege) und im Vergleich mit einer $(\text{FeCoSiB}_{65\text{nm}}/\text{Ta}_{5\text{nm}})x57$ Multilage. Beide Schichten sind bei 250°C im Magnetfeld von $1\ \text{kOe}$ entlang der kurzen Achse getempert. b) Sensorausgangsspannung über angelegtes Magnetfeld H_{ac} mit $f(H_{ac}) = 1\ \text{Hz}$, in Resonanz bei $5060\ \text{Hz}$ für die Einzellege und bei $5320\ \text{Hz}$ für die Multilage, gemessen mit der magnetischen Frequenzmodulation. Messdurchführung: Robert Jahns.

Wie in Abbildung 4.2a exemplarisch an Schichten auf oxidierten Siliziumbalken gezeigt ist, hat die Tantalzwichenschicht der Multilage keinen relevanten Einfluss auf die globalen magnetostruktiven Eigenschaften. Der Vergleich erfolgt an einer $3,7\ \mu\text{m}$ FeCoSiB-Einzellege mit einer FeCoSiB-Tantal-Multilage. Die Multilage besteht dabei aus 57 Lagen $65\ \text{nm}$ FeCoSiB und $5\ \text{nm}$ Tantal. Beide Schichten sind bei 250°C im Magnetfeld von $2\ \text{kOe}$ entlang der kurzen Achse getempert.

Der magnetoelastische Kopplungskoeffizient (in Sättigung) b_s beträgt für FeCoSiB Einzellege und Multilage $8,7\ \text{MPa}$ bis $9,1\ \text{MPa}$ entlang der langen Achse des Biegers. Die Abweichung von 5% ist durch die Messungenauigkeit des Magnetostruktionsmessstandes (3.3.2) und durch leichte Abweichungen von der angestrebten Anisotropie erklärbar. Die Anisotropiefeldstärke beträgt für beide Schichten $1,3 \pm 0,1\ \text{mT}$ und verdeutlicht, dass keine zusätzliche Anisotropiekomponente das Schichtsystem verhärtet.

Der maximale piezomagnetische Koeffizient $d^m(max)$ der Multilage und der Einzellege beträgt $9\ \text{MPa mT}^{-1}$ bis $14\ \text{MPa mT}^{-1}$, berechnet aus der Ableitung der $b(H)$ Kurve. Die große Varianz ergibt sich daher, dass der maximale piezomagnetische Koeffizient im Detail

von der Domänenkonfiguration während der Ummagnetisierung bestimmt ist. Die Varianz im piezomagnetischen Koeffizienten ist insbesondere für die FeCoSiB-Einzellage groß und wurde von Urs et al. [122] detailliert untersucht. Die Hysteresebreite der Multilage bei einem Haltefeld von 0,2 mT ist gegenüber der Einzellage deutlich geringer. Dies entspricht der theoretischen Erwartung und weist darauf hin, dass die Domänenwände der Multilage durch ihre andere Struktur weniger von Defekten behindert werden als in der vergleichbaren Einzellage.

Die Verbesserung des Rauschverhaltens bei der magnetischen Modulation um einen Faktor 6 für die magnetische Multilage gegenüber einer Einzellage konnte mit diesem Schichtsystem auf ME-Sensoren reproduziert werden. Die Herstellung der Sensoren V1 (Multilage) und V2 (Einzellage) erfolgte nach dem in Abschnitt 3.1.3 beschriebenen Prozessablauf mit einer Substratdicke im gedünnten Bereich von 180 μm . Die passive Silizium-Endmasse wurde hinter der Elektrode entfernt, um eine höhere Resonanzfrequenz zu erzielen, so dass akustische Störungen die Rauschanalyse nicht beeinträchtigen. Die damit erzielten Sensoren haben eine Resonanzfrequenz im Bereich von 5 kHz. Durch die erhöhte Luftdämpfung beträgt der mechanische Qualitätsfaktor 70 für die Multilage und 110 für die Einzellage. Die magnetoelektrische Sensitivität in Resonanz beträgt 760 V/T für die Einzellage und 555 V/T für die Multilage. Der leichte Unterschied in der Sensitivität in Resonanz erklärt sich durch den Unterschied im Qualitätsfaktor.

Das Rauschniveau in Resonanz beträgt 7 nV und liegt damit im Bereich des Spannungsrauschens des Verstärkers. Die magnetische Auflösungsgrenze beträgt in Resonanz für den Multilagen-Sensor und den Einzellagen-Sensor damit 30 pT bzw. 20 pT, Abbildung 4.2b. Die Sensitivität bezüglich magnetischer 1 Hz-Signale mit der magnetischen Modulation beträgt 500 V/T für die Einzellage und 630 V/T für die Multilage und ähnelt damit der Sensitivität in Resonanz. Das Rauschlevel ist bei gleicher Anregung für die Einzellage um 3 Größenordnungen erhöht, so dass die magnetische Auflösungsgrenze bei 30 nT liegt. Für den Multilagen-Sensor ist das Rauschlevel nur um ca. 2 Größenordnungen bezüglich der Resonanz erhöht, so dass eine magnetische Auflösungsgrenze von 4 nT erreicht werden kann. Im Vergleich zur magnetischen Einzellage hat der Multilagenansatz eine Rauschverbesserung von einem Faktor 6 erbracht. Die Auflösungsgrenzen sind geringer als die von Jahns [28] berichteten Werte von 1 nT für Sensoren mit magnetischer Einzellage, da die grundlegende Sensitivität aufgrund des anderen Aufbaus geringer ist.

Fazit: Magnetische Multilagen weisen im Vergleich zu magnetischen Einzellagen den gleichen piezomagnetischen Koeffizienten auf, da die nichtmagnetische Zwischenschicht zu keinem weiteren Anisotropietherm, sondern nur zu einer Veränderung der Domänenwandstruktur und Domänenkonfiguration führt. ME-Sensoren mit magnetischen Multilagen können somit die gleiche magnetoelektrische Sensitivität in Resonanz erreichen wie vergleichbare Einzellagen. Durch die magnetische Modulation kann eine ähnlich hohe Sensitivität gegenüber 1 Hz-Signalen erreicht werden wie in Resonanz. Das magnetische Rauschen von Multilagen ist gegenüber Einzellagen reduziert.

4.2.2 Substratrauigkeit

Die bisherige Prozessierung (Vergleich Abschnitt 3.1.3) von magnetoelektrischen Kompositen aus AlN und FeCoSiB erzwingt die Abscheidung der magnetischen Phase auf der piezoelektrischen Phase, da letztere bei hohen Temperaturen abgeschieden wird, die zur Kristallisation der magnetischen Schicht und folglich zur Reduzierung des piezomagnetischen Koeffizienten führen würde. AlN weist eine hohe Rauigkeit von ca. 5 nm (pro $1 \mu\text{m}^2$) auf, die sich durch das säulenförmige Wachstum der AlN-Körner ergibt. Da die magnetischen Eigenschaften von der Substratrauigkeit durch die Orange-Peel-Kopplung abhängig sind (Kapitel 2.1.1), wird der Einfluss der Substratrauigkeit auf die magnetischen Multilagen untersucht.

Die mikromagnetischen Eigenschaften der FeCoSiB-Ta-Multilagen auf Siliziumsubstrat gegenüber dem AlN-Substrat werden im Weiteren anhand von magnetischen Domänenaufnahmen per MOKE untersucht. Die Untersuchung erfolgt in Zusammenarbeit mit Necdet Onur Urs. Der Vergleich erfolgt an einer FeCoSiB-Einzelschicht von 200 nm Schichtdicke gegenüber einer Doppellage aus 100 nm FeCoSiB mit 5 nm Tantal als Zwischenschicht. In Abbildung 4.3 sind die Domänenkonfigurationen und Rauigkeitswerte gegeben.

Die FeCoSiB-Einzelschicht auf poliertem, oxidiertem Siliziumwafer weist am Rand Abschlussdomänen auf. Die gleiche Schichtdicke als Doppellage, unterbrochen von 5 nm Tantal, ermöglicht teilweise eine Schließung des Streufeldes über die Tantalage zur jeweils anderen Lage, wie in Kapitel 2.1.1 beschrieben. Große Domänen mit Magnetisierungen entlang der leichten Achse ohne Abschlussdomänen treten auf. Teilweise sind die Schichten antiparallel zueinander. Die Koerzitivfeldstärke H_c entlang der harten Achse ist mit 0,1 Oe nur halb so groß wie in der vergleichbaren Einzellage. Die gleichen Schichten auf $2 \mu\text{m}$ AlN mit einer Deckschicht aus 50 nm Molybdän abgeschieden, wie es dem Prozessfluss 3.1.3 entspricht, weisen andere Domänenkonfigurationen auf. Bei der Einzellage steigt die Koerzitivfeldstärke auf 0,7 Oe an, die Domänen sind schmaler, die Domänenwanddicke ist erhöht. Abschlussdomänen prägen den Rand der Probe. Das raue Substrat führt in der Doppellage zur Orange-Peel-Kopplung, so dass eine ferromagnetische Kopplung zwischen den zwei Lagen bevorzugt wird und das Streufeld über Abschlussdomänen am Rand geschlossen wird. Die Domänen sind schmaler als in der Einzellage, die Koerzitivfeldstärke ist stark erhöht und im Beispiel sogar größer als die der entsprechenden Einzellage.

In beiden Lagen ist die Ummagnetisierung neben Rotation durch Domänenwandbewegungen geprägt, wobei das raue Substrat als Defekt wirkt, an welchem die Domänenwandbewegung stark behindert wird. Entsprechend sind die Koerzitivfeldstärken hoch und hohes magnetisches Rauschen ist zu erwarten.

Der Ummagnetisierungsprozess einer Multilage mit 2 bzw. 4 Lagen aus 100 nm FeCoSiB und 5 nm Chrom ist in Abbildung 4.4 gezeigt. Die Proben unterscheiden sich durch eine unterschiedliche Rauigkeit, welche vermutlich vom Silizium-Substrat herrührt. Die Schichten sind auf $15 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ Siliziumplättchen gesputtert und auf $1 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ nasschemisch strukturiert. Die Doppellage weist eine Rauigkeit (rms pro $0,5 \mu\text{m}^2$) von $0,64 \text{ nm} \pm 0,1 \text{ nm}$ auf, die Vierfachlage weist eine Rauigkeit von $1,07 \text{ nm} \pm 0,1 \text{ nm}$ auf. Der Ummagnetisie-

rungsprozess in der rauen Multilage ist von Abschlussdomänen geprägt. Kommt aus der magnetischen Sättigung entstehen viele feine riffel-ähnliche Domänen und Domänenwände. Die Domänen annihilieren langsam mit viel Domänenwandbewegungen und bilden ab 4 Oe Abschlussdomänen. Dieses Verhalten ist ähnlich wie das von Urs et al. [122] beschriebene Domänenverhalten von FeCoSiB-Einzellagen. Die glattere Doppellage weist in Remanenz keine Abschlussdomänen auf. Während der Ummagnetisierung entstehen deutlich weniger Domänen und Domänenwände, die Ummagnetisierung ist deutlich mehr von Rotation statt Domänenwandbewegung geprägt, obwohl auch diese auftritt.

Die Ursache für das unterschiedliche Domänenverhalten liegt in der unterschiedlichen Substratraugigkeit. Die Anzahl der Lagen (2 oder 4) scheint keinen Einfluss auf die Formation von Abschlussdomänen zu haben. So weisen sowohl Multilagen mit 2, als auch mit 4 Lagen Abschlussdomänen auf, wenn eine Substratraugigkeit von 0,9 nm bis 1 nm (rms-Werte) überschritten wird. Dies ist exemplarisch in Abbildung 4.5 anhand der Demagnetisierungszustände von 4 Proben dargestellt.

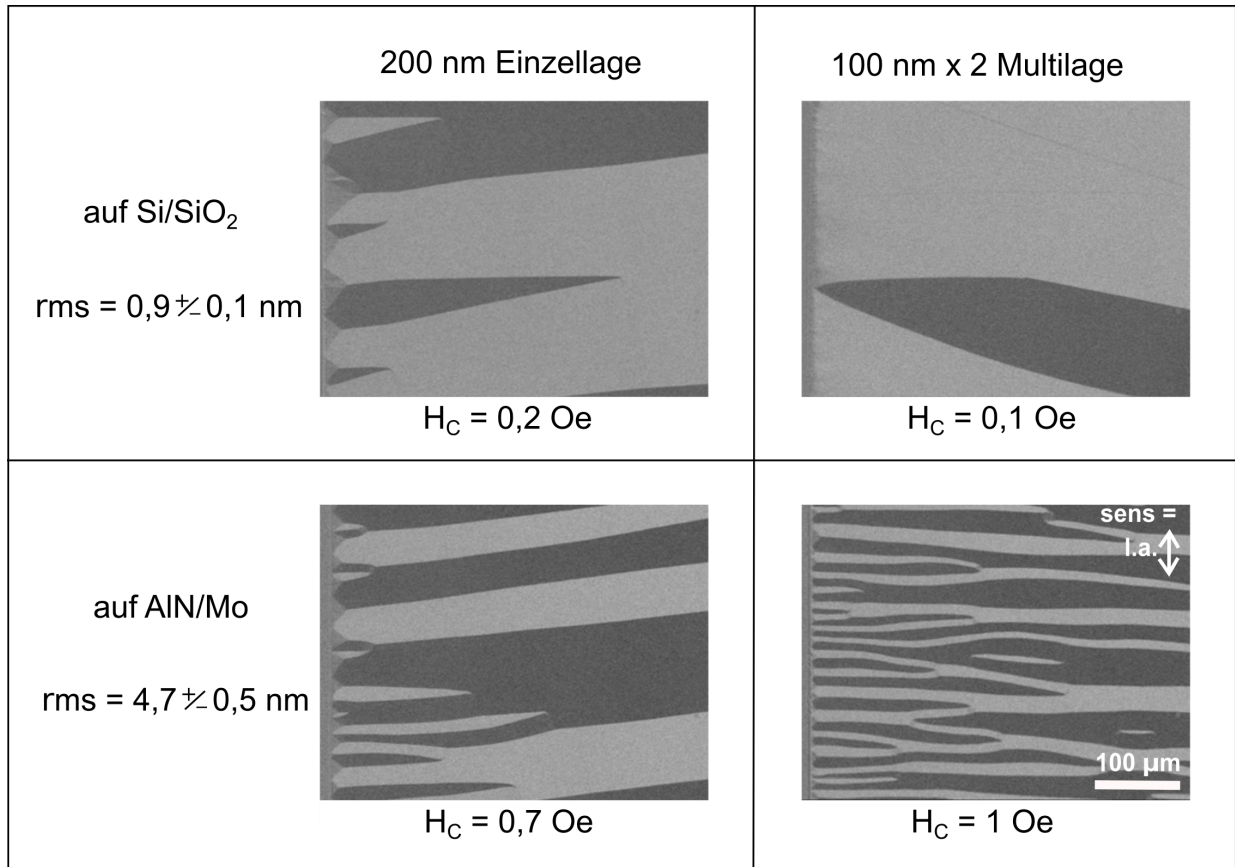


Abbildung 4.3: Domänenkonfiguration nach Demagnetisierung entlang der harten (langen) Achse auf verschiedenen Substraten für eine 200 nm FeCoSiB-Einzellage (links) und einer (FeCoSiB_{100nm}/Ta_{5nm})x2-Multilage, 30 min getempert bei 250 °C unter 2 kOe. Substrat oben: polierter oxidierten Siliziumwafer, Substrat unten: 2 μm AlN mit einer Deckschicht aus 50 nm Molybdän. Rauigkeitswerte der Substrate pro 1 μm² per AFM von Kristina Schlüter bestimmt. Koerzitivfeldstärke H_c aus BH-Schleifen entlang der harten Achse der Proben bestimmt. Dank an Necdet Onur Urs für die MOKE Aufnahmen.

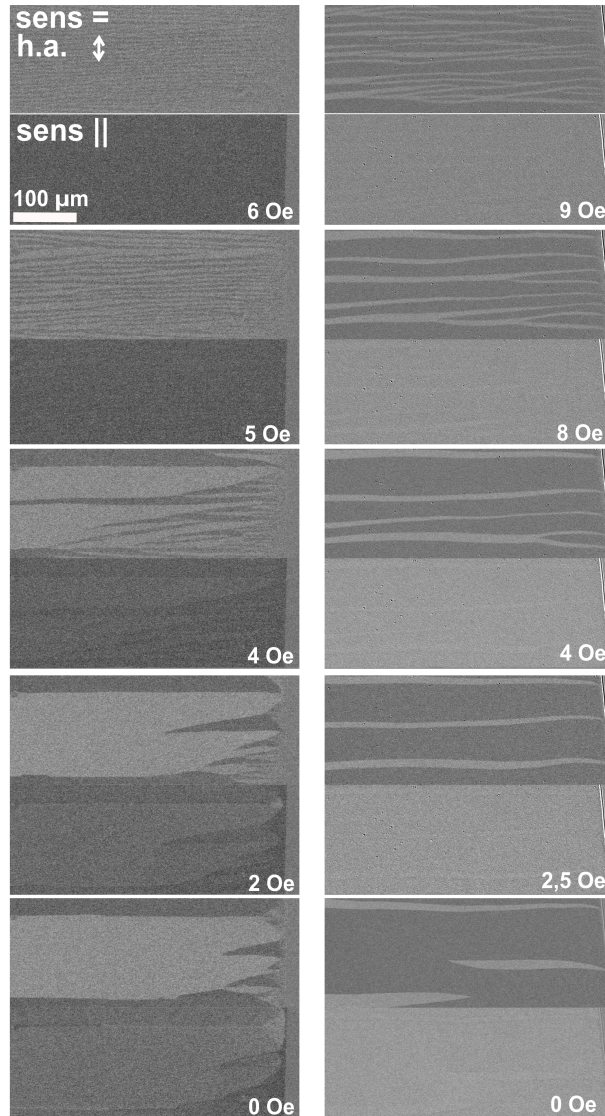


Abbildung 4.4: Domänenzustände während der Ummagnetisierung entlang der harten Achse; linke Reihe: $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})_{\times 4}$ -Multilage, mit Magnetfeld abgeschieden, rms-Wert (pro $0,5 \mu\text{m}^2$) = $1,07 \text{ nm} \pm 0,1 \text{ nm}$; Ummagnetisierung geprägt von den Abschlussdomänen am Rand. Rechte Reihe: $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})_{\times 2}$ -Multilage, mit Magnetfeld abgeschieden, rms-Wert = $0,64 \text{ nm} \pm 0,1 \text{ nm}$; Ummagnetisierung geprägt von Rotation, Annihilieren von Domänenwänden bei niedrigen Feldern. Keine weiteren Domänenwände von der unteren Lage sind erkennbar. Antiparallele Kopplung zwischen den beiden Lagen. MOKE-Bilder per Optosplit aufgenommen, Sensitivität im oberen Teil des Bildes parallel zur leichten Achse, im unteren parallel zur harten Achse. Probengröße $1 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ auf oxidiertem Silizium, Probekante rechts im Bild. Die harte Achse weicht von der langen Achse der Probe um 2° (links), bzw. 5° (rechts) ab.

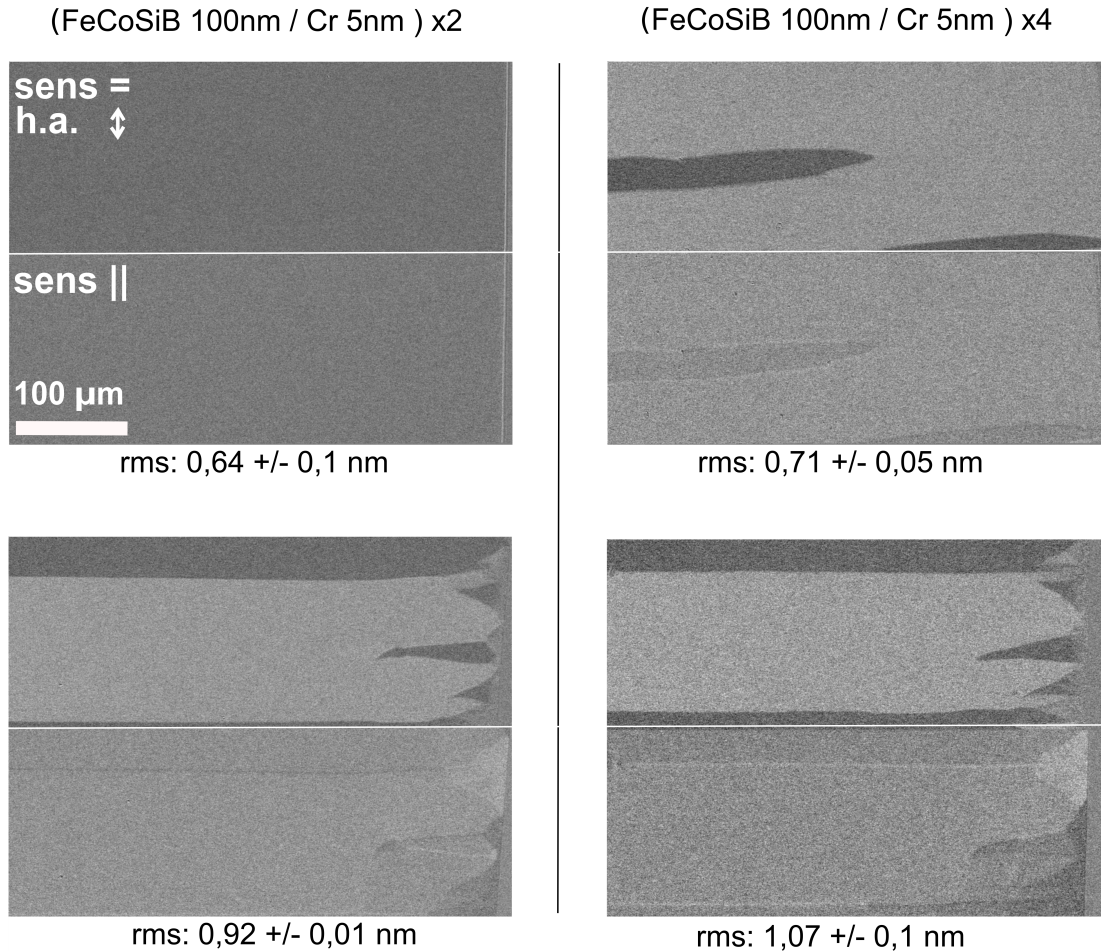


Abbildung 4.5: Demagnetisierungszustände entlang der harten Achse. Links: $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})x2$ -Multilage, rechts $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})x4$ -Multilage. Die per AFM bestimmten rms-Werte (pro $0,5\ \mu\text{m}^2$) der Rauigkeit sind jeweils angegeben. MOKE-Bilder per Optosplit aufgenommen, Sensitivität im oberen Teil des Bildes parallel zur leichten Achse, im unteren Teil parallel zur harten Achse. Probengröße $1\ \text{mm} \times 3\ \text{mm}$ auf oxidiertem Silizium, Probenkante rechts im Bild. Die magnetischen Schichten sind nicht getempert.

4.2.3 Filmspannung

Für den effektiven und rauscharmen Betrieb der Sensoren muss die harte Achse der magnetischen Schicht parallel zur langen Achse des Biegers liegen. Auf diese Weise kann die gesamte Magnetostriktion genutzt werden und eine Magnetisierungsänderung durch Rotation ist theoretisch möglich. Die Anisotropie kann in FeCoSiB und in FeCoSiB-Multilagen durch Magnetfeldtempern bei 250 °C oder durch Abscheidung im Magnetfeld eingepägt werden, siehe Kapitel 3.1.4. Die erste Variante führt dabei nicht nur zur globalen Ausrichtung der Anisotropie, sondern auch zu Filmspannungen, die sich durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Film ergeben. Filmspannungen können die magnetische Anisotropie über die inverse Magnetostriktion beeinflussen, siehe Kapitel 2.1.1. Eine Kontrolle der Filmspannung ist daher wichtig. Die Induzierung der magnetischen Anisotropie durch Abscheidung im Magnetfeld gegenüber Magnetfeldtempern wird im Folgendem unter dem Aspekt der Filmspannung diskutiert.

Auf einen entlang der kurzen Achse getemperten Siliziumbieger mit FeCoSiB entstehen typischerweise Zugspannungen, die durch die inverse Magnetostriktion die Magnetisierung entlang der langen Achse begünstigen und so zu höheren Permeabilitäten entlang der langen Achse führen [46]. Trotz Zugspannung von 100 MPa bis 200 MPa kann die leichte Achse entlang der kurzen Achse eingepägt werden. Dies gilt allerdings nur global gesehen. Wie Urs et al. [122] an getemperten 4 µm FeCoSiB auf ME-Sensoren zeigte, ist die Anisotropie der Schicht am Rand verkippt. Quasi-Abschlussdomänen mit durch Spannung modulierten Strukturen entstehen und dominieren den gesamten Ummagnetisierungsprozess. Sehr ähnliche Domänenmuster finden sich an den Rändern von

FeCoSiB-Cr oder FeCoSiB-Ta-Multilagen, welche nach dem Tempern bei 250 °C unter 250 MPa, bzw. 430 MPa stehen, siehe Abbildung 4.6. Die Spannungswerte sind hierbei global gemessen und können nicht die Spannungsvariation über die Schicht widerspiegeln. Wie von McCord [123] an NiFe-Schichten gezeigt und berechnet wurde, bedeuten diese Domänenkonfigurationen, dass die Schichtspannung über die Struktur variiert und am Rand konzentriert ist. Die Filmspannung, die durch das Tempern erreicht wird, ist abhängig von der intrinsischen Filmspannung im abgeschiedenen Zustand, dem Substrat und der Temperatur. Für amorphe Dünnschichten von FeCoSiB sind mindestens 250 °C nötig, um genügend Energie für eine Umordnung der Atome zur Verfügung zu stellen, so dass Filmspannungen

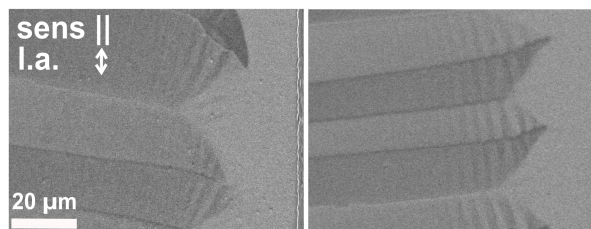


Abbildung 4.6: Remanenz entlang der langen Achse für 2 Multilagen, 30 min getempert bei 250 °C unter 2 kOe. links: (FeCoSiB_{70nm}/Cr_{5nm})x28, Filmspannung 430 MPa, strukturiert mit Cr-ätzlösung, rechts: (FeCoSiB_{120nm}/Ta_{5nm})x20, Filmspannung 250 MPa, strukturiert mit IBE.

die durch den Sputterprozess entstehen, abgebaut werden können, ohne dass eine Kristallisation eintritt. Durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Siliziumsubstrat und FeCoSiB entstehen während des Abkühlens auf Raumtemperatur thermische Spannungen. Diese betragen für einen dünnen FeCoSiB-Film auf dickem Siliziumsubstrat 200 MPa Zugspannung (nach Formel 2.15; Ausdehnungskoeffizient und E-Modul in Anhang 7.2; $\Delta T = 230$ K). Um netto null Spannung zu erhalten, müssten durch den Sputterprozess intrinsische Druckspannungen erzeugt werden, welche beim Tempern gerade soweit abgebaut werden, dass die unvermeidbar thermisch induzierten Spannungen ausgeglichen werden. Eine einfachere Alternative ist daher die Einprägung der Anisotropie durch Abscheidung im Magnetfeld, bei welcher direkt durch Wahl der Sputterparameter die Filmspannungen eingestellt werden können. Neben Sputterleistung, Druck und Gas (Kapitel 3.1.1) ist die Filmspannung von gesputterten Multilagen abhängig von der Schichtdicke der Lagen, dem Material der Zwischenschicht und der gesamten Schichtdicke, siehe Abbildung 4.7. Reine FeCoSiB-Lagen ohne Haftvermittler auf oxidierten Siliziumwafern befinden sich nach der Abscheidung unter ca. 100 MPa Druckspannung. Multilagen mit Tantal befinden sich allgemein unter Druckspannung, FeCoSiB-Cr-Multilagen weisen allgemein Zugspannungen auf. Insbesondere Multilagen mit niedriger Lagenanzahl (2-4) sind dabei von der Filmspannung der Zwischenschicht dominiert. Entsprechend den Ergebnissen von Thornton (Abbildung 3.1) stehen bei den gewählten Sputterdrücken von 0,4 Pa Tantalschichten unter Druckspannung und Chromschichten unter Zugspannung. Mit steigender Anzahl an Lagen und somit längerer Sputterzeit sinkt die Filmspannung. Ursächlich hierfür ist die erhöhte Temperatur während des Sputterns, so dass Filmspannungen durch Umordnung der Atome reduziert werden können. Für dünne Schichten von 50 nm bis 100 nm entspricht die Sputterzeit 5 min bis 10 min und die Temperatur des Films steigt nur geringfügig auf ca. 35 °C an. Ein Abbau der intrinsischen Filmspannung findet nicht statt, die Spannungen sind hoch und von der Zwischenschicht dominiert. Für dickere Schichten mit mehr Lagen steigt trotz Abkühlzeiten von 5 min pro Lage, die Temperatur an und beträgt für 1 µm bis 4 µm Gesamtdicke ca. 80 °C bis 100 °C. Durch die langsame Sputterrate wird eine 2 µm Multilage somit für 6 h während des Sputtervorganges getempert. Filmspannungen können teilweise abgebaut werden. Für eine (FeCoSiB_{100nm}/Cr_{5nm})x20-Multilage beträgt die Filmspannung im abgeschiedenen Zustand nach Abkühlung auf Raumtemperatur 86±50 MPa (Zugspannung)¹. Dieser Wert passt zu der thermisch induzierten Filmspannung von 60-78 MPa, die durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Film und der Abscheidetemperatur von 80 °C bis 100 °C entstehen (nach Formel 2.15). Der Einfluss der Chromzwischenlage ist in der Rechnung vernachlässigt, da Chrom und FeCoSiB sehr ähnliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von $7,5 \cdot 10^{-6}$ 1/K (Cr), bzw. $7,6 \cdot 10^{-6}$ 1/K haben. Äquivalente Multilagen mit Tantal, deren thermischer Ausdehnungskoeffizient mit $\alpha_{Ta} = 6,5 \cdot 10^{-6}$ 1/K stärker abweicht, stehen unter geringen Druckspannungen von -130±50 MPa.

Abgesehen von dem Einfluss auf die Filmspannung haben Tantal oder Chrom als Zwischenschicht keinen erkennbaren Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften. Chrom bietet

¹Gemessen auf 300 µm oxidierte Siliziumwafer

den Vorteil einer flexibleren Strukturierung, welche im nächsten Abschnitt betrachtet wird. Des Weiteren wird Chrom aufgrund des ähnlicheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten für geeigneter erachtet. Die Schichtdicke der Zwischenschicht ist mit $5,5 \pm 0,5$ nm so dünn wie möglich gehalten, um einerseits die RKKY-Kopplung zu vermeiden, andererseits keine unnötige passive Phase im ME-Sensor zu haben.

Die Schichtdicke der ferromagnetischen Schicht wurde von 50 nm bis 200 nm variiert, da zu erwarten ist, dass mit der Schichtdicke der FeCoSiB-Schicht das Demagnetisierungsfeld steigt, so dass ab einer bestimmten Schichtdicke die Streufeldkopplung über Abschlussdomänen günstiger wird. Die hier durchgeführten Experimente zur Schichtdicke sind allerdings häufig durch Variationen in Substratraugigkeit und Filmspannung verzerrt, so dass eine absolute Obergrenze für abschlussdomänenfreie Streufeldaustauschkopplung nicht sicher bestimmt werden konnte. Tendenziell ist das Magnetisierungsverhalten von Cr-Multilagen mit 200 nm FeCoSiB Lagendicke durch Abschlussdomänen geprägt. Die intrinsischen (gesputterten) Filmspannungen dünner Multilagen (2-4 Schichten) haben andere Auswirkungen auf die Domänenstruktur, als die durch Magnetfeldtempern thermisch induzierten Spannungen. So stehen die in Abbildung 4.4 gezeigten

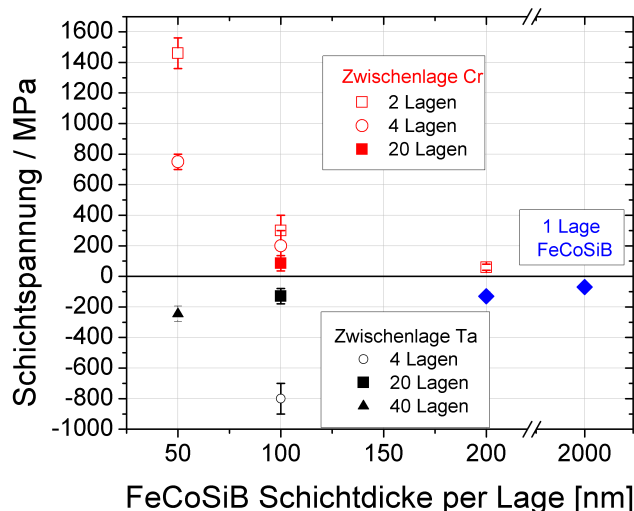


Abbildung 4.7: Schichtspannung der gesputterten FeCoSiB-Lagen im abgeschiedenen Zustand, per Profilometer bestimmt auf oxidierten Siliziumbalen. Blau: Einzellage-FeCoSiB, Druckspannung. Schwarz: FeCoSiB-Ta Multilagen, Druckspannung. Rot: FeCoSiB-Cr-Multilagen, Zugspannung. Allgemein abnehmende Schichtspannung mit steigender Anzahl an Lagen bzw. Schichtdicke.

Chromdoppel- bzw. Vierfachlagen unter 350 MPa Zugspannung, weisen aber nicht die spannungsmodulierten Abschlussdomänen auf, wie die getemperten dicken 20-fachen Multilagen in Abbildung 4.6, welche global gesehen unter ähnlichen Zugspannungen von 250 MPa bis 450 MPa stehen. Wie in Abbildung 4.8 zu sehen ist, verbessert Magnetfeldtempern von dünnen Multilagen die Anisotropie kaum. Stattdessen ist aufgrund von Spannungen die Anisotropieachse am Rand verkippt, die Streufeldkopplung über edge-curling-wall-ähnliche Strukturen (Abbildung 4.8b) bzw. Abschlussdomänen wird begünstigt. Zu beachten ist, dass das Verhalten der getemperten Schicht am Rand unterschiedlich ist, obwohl die Pro-

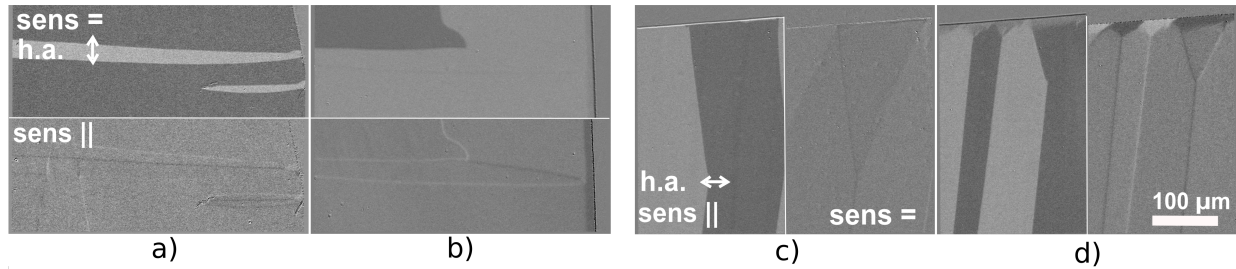


Abbildung 4.8: $\text{FeCoSiB}_{140\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}}\times 2$ -Doppellage unter Magnetfeld abgeschieden, per Chromätzlösung strukturiert. Per Optosplit aufgenommene Demagnetisierungszustände entlang der harten Achse. a) und c) im abgeschiedenen Zustand, Probenrand rechts bzw. oben parallel zur langen Achse, die Anisotropie ist leicht von der angestrebten kurzen Achse verzerrt. Magnetisierung liegt entlang der leichten Achse. b) und d) Magnetfeldgetemperter Zustand (30 min getempert bei 250°C unter 1 kOe .), in d) ist die Probe durch Abschlussdomänen gekennzeichnet, in b) ist die Anisotropie am Rand stark verkippt, erzeugt aber noch keine Abschlussdomänen.

ben aus der selben Sputtercharge stammen und die gleiche Temperaturbehandlung erfahren haben. Leichte Abweichungen in Filmspannung, Anisotropie und Substratrauigkeit könnten diese schlechte Reproduzierbarkeit erklären.

Eine ähnlich schlechte Reproduzierbarkeit erschwert die Analyse für dicke Cr-Multilagen (20 Schichten). Strukturierte Multilagen auf oxidiertem Siliziumwafer weisen am Rand spannungsinduzierte Abschlussdomänen auf, ähnlich wie bei den getemperten Multilagen. Die Magnetisierung steht entlang der Probenkante senkrecht zur leichten Achse. Die gleiche Schicht auf anderem Substrat (poly-Si Balken, ME-Sensor) weist dagegen keine Abschlussdomänen auf. Stattdessen liegt auch am Rand die Magnetisierung parallel zur leichten Achse, siehe Abbildung 4.9. Als Ursache kommen leichte Unterschiede in Filmspannung und Anisotropie auf verschiedenen Substraten in Frage. Die Bestimmung der Schichtspannung über die standardisierten Siliziumbalken ($86\pm 50\text{ MPa}$), spiegeln diese Unterschiede nicht genau genug wider. Die Messung der Multilagen-Schichtspannung auf den Polysilizium-Biegebalken ist durch den Einfluss der anderen Phasen nicht sicher bestimmbar. Profilometermessungen der Membranen und die Ergebnisse der MOKE-Aufnahmen lassen aber darauf schließen, dass die Schichtspannungen geringer sind als auf oxidierten Siliziumwafern und zwischen geringen Druck- und Zugspannung schwanken, mehr unter 5.3.1.

Die bisherigen Ergebnisse zeigen, dass die erfolgreiche Herstellung laminiertes FeCoSiB -Multilagen, mit durch Magnetisierungsrotation dominierter Ummagnetisierung, stark von der Filmspannung des Gesamtsystems abhängt. Durch Magnetfeldtemperung entstehen Filmspannungen, welche am Rand relaxieren. Durch die veränderte Spannungsanisotropie wird eine Streufeldkopplung über Abschlussdomänen begünstigt. Abschlussdomänen wiederum führen während des Ummagnetisierungsprozesses zu viel Domänenwandbewegung.

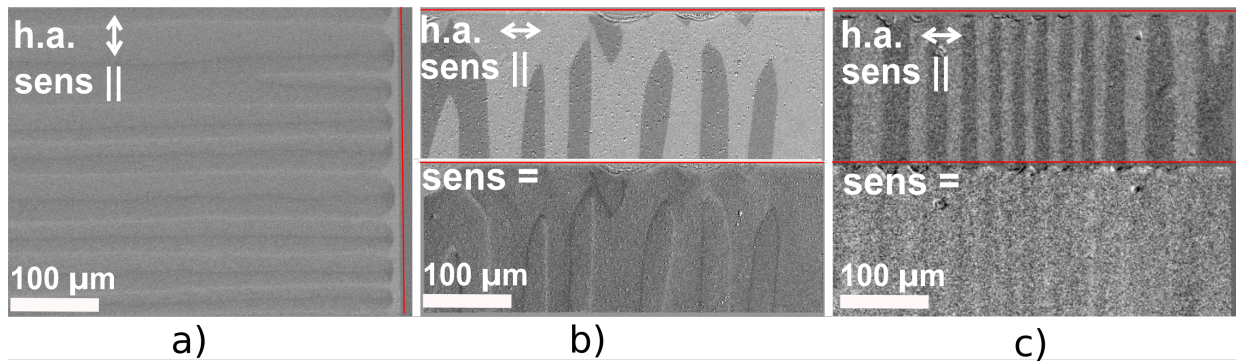


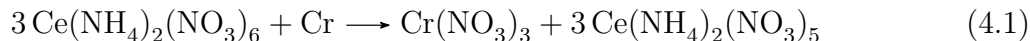
Abbildung 4.9: $\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}}\text{x}20$ -Multilagen mit Magnetfeld abgeschieden, auf $1\text{mm}\times 3\text{mm}$ strukturiert, Remanenzzustand entlang der harten Achse, lange Achse parallel zur Kante (rot hervorgehoben). a) Nasschemisch strukturiert auf oxidiertem $300\ \mu\text{m}$ Siliziumwafer, Mitte der Probe: Leichte Achse parallel zur kurzen Biegerachse wie induziert, Anisotropie am Rand durch Filmspannung verzerrt. b) und c) per lift-off strukturiert auf der Rückseite eines $50\ \mu\text{m}$ Polysilizium-Balkens mit thermischem Oxid; b) Leichte Achse parallel zur kurzen Biegerachse. Die Anisotropie ist am Rand nicht entlang der langen Biegerachse verzerrt, aber die nicht bis zum Rand gehenden Domänen deuten darauf hin, dass am Rand eine erhöhte Druckspannung herrscht, welche die Anisotropie parallel zur kurzen Achse verstärkt. c) Anisotropieverteilung homogener, leichte Achse parallel zur kurzen Achse.

4.2.4 Strukturierung

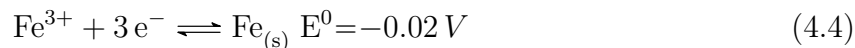
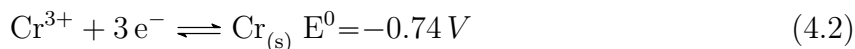
Als eine weitere Ursache für die lokale Variation der magnetischen Eigenschaften am Rand, wurde die Qualität der strukturierten Kanten in Betracht gezogen. Die magnetostriktiven Multilagen können im Prinzip mittels Trockenätztechnik (IBE) (3.1.2), durch einen Lift-off-Prozess (3.1.2) oder nasschemisch strukturiert werden. Die Vor- und Nachteile und die Kantenprofile sind im Folgenden dargestellt.

Die nasschemische Strukturierung ist vorteilhaft, da eine Unabhängigkeit vom Lackprofil besteht (näher diskutiert in Abschnitt 5.2.3). Des Weiteren sind die Ätzzraten im Vergleich zum Trockenätzen hoch und im Vergleich zum Lift-off-Verfahren wird keine Ultraschallunterstützung benötigt. Die Herausforderung besteht in der Wahl eines Ätzmittels, welches alle Materialien der Multilage im gleichen Maße ätzt. Da Tantal nur durch HF-basierte Chemie angegriffen wird [101] und HF alle anderen im ME-Komposit befindlichen Materialien angreift, werden FeCoSiB-Ta-Multilagen von der nasschemischen Strukturierung ausgeschlossen. Gesputterte FeCoSiB-Filme können nach Karl et al. [124] mit Königswasser (HCl/HNO₃) strukturiert werden. Für FeCoSiB-Cr-Multilagen können mit Königswasser keine guten Ätzergebnisse erzielt werden, da Chrom durch seine native Oxidschicht kaum von Königswasser geätzt wird.

Chrom lässt sich mit der Cr-etch-Lösung No1 von MicroChemicals ätzen. Die Ätzlösung besteht aus Ammoniumcernitrat, Perchlorsäure und Wasser im Mischungsverhältnis 10.9 % : 4.25 % : 84.85 %. Die Chromätzung beruht auf der Oxidation von Chrom durch das Ammoniumcernitrat und der Bildung von wasserlöslichem Chromnitrat. Perchlorsäure als starkes Oxidationsmittel unterstützt die Reaktion dabei durch die Stabilisierung des Ammoniumchernitrats.



Eine ähnliche Reaktion ist für FeCoSiB zu erwarten, welches mit 70,2% vom Eisen dominiert ist. Analog zum Chrom wird Eisen unter der Bildung von Eisennitrat oxidiert. Wie aus den elektrochemischen Standardpotentialen erkennbar ist, ist Chrom unedler als Eisen. Daher wird Chrom zu Gunsten von der FeCoSiB-Schicht geätzt.



Die Ätzzraten in der Cr-etch-Lösung No1 betragen für beide Materialien 1 nm s⁻¹ bis 2 nm s⁻¹. Das Ätzverhalten wurde an FeCoSiB-Cr-Multilagen (2, 4 und 20 Lagen) getestet, die auf die polierte Seite oxidiertes Siliziumwafer gesputtert wurden. Die Ätzrate im Verbund beträgt 1,66 nm s⁻¹ und ist unabhängig von der Dicke der Multilage oder der Größe des Substrats

(ganze 4 Zoll Wafer oder 20 mm x 15 mm Stücke). Bei kontrolliertem Ätzstopp nach Zeit - erkennbar an einem leichten Farbwechsel - wird die Lackmaske ca. 1 µm bei einer Filmdicke von 2 µm unterätzt. Bei Überätzen verschlechtert sich dieses Verhältnis sehr stark. Das Kantenprofil einer nasschemisch geätzten magnetischen Multilage ist in Abbildung 4.10a gegeben. Die Kante zeichnet sich durch ein hohes Seitenverhältnis von 2:1 aus und ist treppenartig entsprechend der Lagenanzahl moduliert. Der stufenartige Abtrag basiert vermutlich auf den unterschiedlichen elektrochemischen Potentialen der Reaktion und ist in Abbildung 4.10b als Prinzipskizze dargestellt. Nachdem die erste Lage Chrom geätzt wird, wird FeCoSiB geätzt. Der Ätzprozess ist angesichts des amorphen Zustandes dabei als isotrop zu erwarten, so dass es zu einem Unterätzen der Schicht kommt. Wird die nächste Chromschicht erreicht, überwiegt die Oxidation von Chrom, wodurch die nächste freiliegende Cr-Schicht die erste Cr-Schicht, aber kaum die erste FeCoSiB-Schicht, geätzt wird. In Schritt 4) (in Abbildung 4.10b) wird wieder alles freiliegende FeCoSiB geätzt bis die nächste Chromlage erreicht ist. Die in Schritt 5) und 7) skizzierten überhängenden Chromreste sind hierbei übertrieben dargestellt und stellen nur theoretische Momentaufnahmen dar. Durch den abwechselnden Ätzvorgang entsteht Schritt für Schritt eine treppenartige Kante.

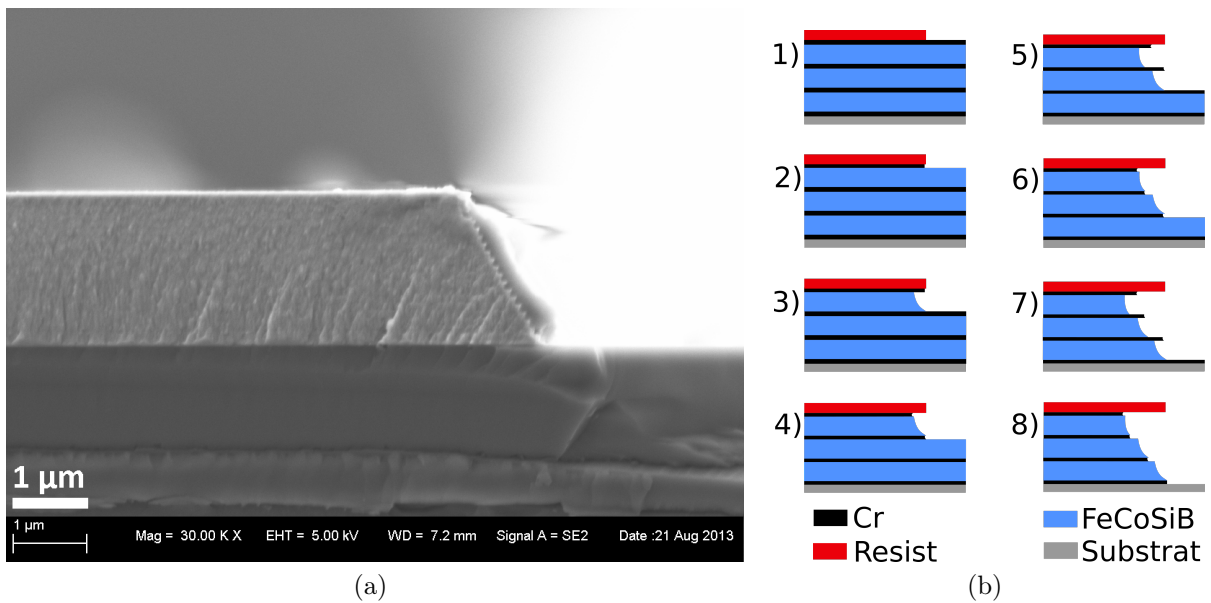


Abbildung 4.10: a) REM-Aufnahme² einer mit Cr-Ätzlösung strukturierten (FeCoSiB_{100nm}/Cr_{5nm})x20-Multilage auf poliertem oxidiertem Siliziumwafer. Die REM-Aufnahme wurde von Dirk Meyners angefertigt. b) Prinzipskizze des Ätzverhaltens von FeCoSiB-Cr-Multilagen.

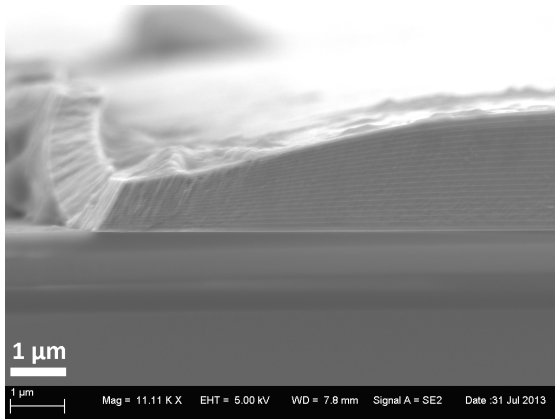
Der Lift-off-Prozess bietet den Vorteil, dass jedes Material strukturiert werden kann, solange die Abscheidetemperatur bei der Herstellung der magnetischen Schicht nicht den Lack verbrennt. Lift-off wird vielfach zur Strukturierung dünner magnetischer Filme verwendet, der Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften wird jedoch selten diskutiert. Nozaki et al. [125] und Kimling et al. [126] nutzen Lift off zur Strukturierung 20 nm dicker Co/Pd-Filme, diskutieren aber nicht den Prozess. Kong et. al. [127] vergleichen Lift-off mit IBE an einer 35 nm dicken magnetischen Multilage³ für GMR-Sensoren, mit der Schlussfolgerung, dass per Lift-off hergestellte Strukturen rauere Kanten und somit geringere Wechselfelder aufweisen. Über den Lift-off von 5 µm bis 20 µm dicken SmCo-Schichten wird in [128] berichtet, ohne allerdings den Einfluss der Strukturierung auf die magnetischen Schichten zu diskutieren.

In Abbildung 4.11a und 4.11b sind REM-Aufnahmen typischer Lift-off-Kanten eines FeCoSiB-Ta-Multilayers auf 300 µm Silizium gezeigt. Als Lift-off-Lack wurde der 7 µm dicke Negativlack AZ2070 von Microchemicals verwendet, der sich durch seinen tiefen Unterschnitt und einen hohe Temperaturbeständigkeit auszeichnet. Ersteres sorgt für einen verlässlichen Abhub der Schicht, letzteres ist wichtig, da bei der Sputterdeposition der FeCoSiB-Multilage die Temperatur auf 80 °C bis 120 °C ansteigt. Der Lift-off erfolgt in 50 °C warmen NMP mit Ultraschallunterstützung. Das Kantenprofil ist durch den tiefen Unterschnitt des Fotolacks geprägt. Das Seitenverhältnis der Kante beträgt etwa 1:5 (Dicke der Schicht : Verjüngungsbereich). Durch die Abschattung des Fotolacks verjüngen sich nicht nur die Gesamtschichtdicke, sondern vor allem auch die Schichtdicken der Einzellagen. Damit ist zu erwarten, dass sich am Rand, je nach magnetischem Schichtsystem, die Streufeldaustauschkopplung bzw. die Exchange-Bias-Kopplung verändern. Zusätzlich zum verjüngenden Kantenprofil ist die laterale Kante oft unregelmäßig, Abbruchkanten und Aufwölbungen sind zu beobachten.

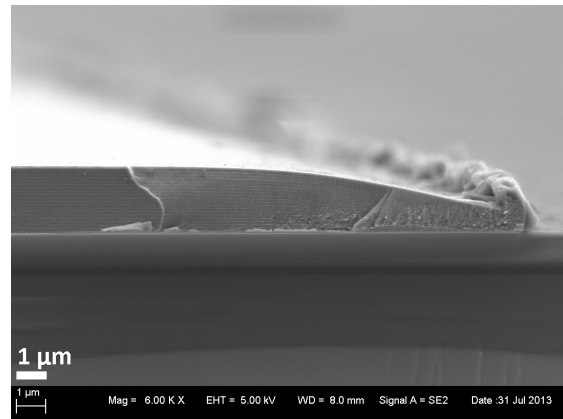
Die Trockenätztechnik (IBE) wird am häufigsten zur Strukturierung magnetischer Multilagen verwendet, da IBE als rein physikalischer Prozess unabhängig von Schichtsystem und Herstellungstemperatur der Schichten ist. Das Seitenverhältnis der Kante ist von der Qualität der Lackmaske und vom Einfallswinkel der Ionen zum Film abhängig. Für die hier verwendeten Multilagen ergibt sich eine Kantenstruktur wie in Abbildung 4.12a gezeigt. Durch die hohe Schichtdicke und dem teilweisen Abtrag der Lackmaske ist die Kante von zwei Facetten geprägt. Das Seitenverhältnis der Kanten beträgt 1:2, die Schichtdicke der Einzellagen ist nicht beeinflusst.

Durch nasschemisches Ätzen, Lift-off und IBE können unterschiedliche Kantenprofile erzeugt werden. Vergleiche der zugehörigen Domänenkonfigurationen zeigen aber, dass kein Zusammenhang zwischen der Kantenform und den beobachteten Domänenkonfiguration erkennbar ist. In Abbildung 4.6 wurde die getemperte Multilage links mit Chromätzlösung, rechts per IBE geätzt. In beiden Fällen ist die Kante durch Spannungsanisotropie

³NiFe(10nm)/Co(1nm)/Cu(13nm)/(Co(10nm)/NiFe(2nm))



(a)



(b)

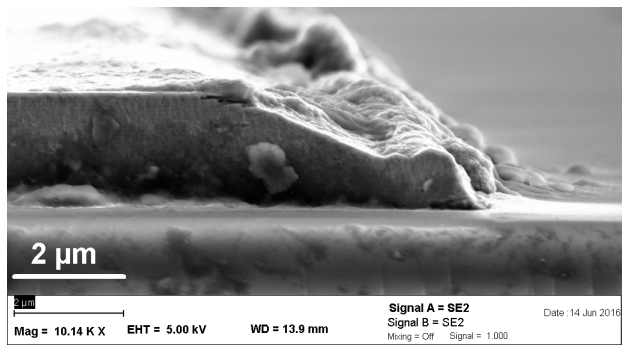
Abbildung 4.11: REM-Aufnahmen von Lift-off-Kante; a) und b) $(\text{FeCoSiB}_{110\text{nm}} / \text{Ta}_{5\text{nm}}) \times 20$ Multilage auf oxidierten $300 \mu\text{m}$ Silizium-Wafern, Lift-off mit AZ2070 im Kontaktmodus beleuchtet. Die Schichtdicke verjüngt sich von $2,3 \mu\text{m}$ über einen Bereich von $9 \mu\text{m}$ to $12 \mu\text{m}$ auf $0,9 \mu\text{m}$, Seitenverhältnis ca. 1:5. Die REM Aufnahmen wurden von Andre Piorra angefertigt.

und Abschlussdomänen geprägt. FeCoSiB-Cr-Multilagen strukturiert mit Lift-off, weisen das gleiche Abschlussdomänenmuster auf (nicht gezeigt). Der Einflussbereich der Spannungsanisotropie am Rand beträgt unabhängig von der Kantenform ca. $50 \mu\text{m}$. Die durch nasschemisches Ätzen, IBE und Lift-off hergestellten Kanten beeinflussen die Schichtdicke dagegen nur über einen Bereich von $1 \mu\text{m}$, $4 \mu\text{m}$ bzw. $7 \mu\text{m}$. Die lokale Veränderung der Anisotropie kann somit nicht auf das Kantenprofil zurückgeführt werden, sondern beruht auf der lokalen Filmspannungsvariation, die durch das Magnetfeldtempern induziert wird.

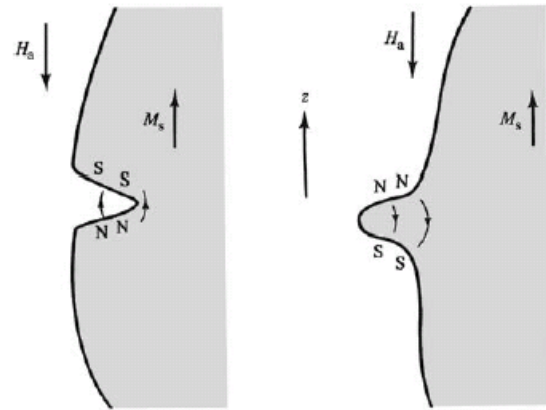
Die lateral rauhen Kanten der durch Lift-off strukturierten magnetischen Schichten sind theoretisch ungünstig für rauscharme Schichten, da sie zu lokalen Variationen des Demagnetisierungsfaktors führen und als Nukleationszentrum für Domänenwände dienen können, siehe Abbildung 4.12b. Einen deutlichen Einfluss der rauhen Kanten konnte für die in Abbildung 4.9b) und c) gezeigten Schichten jedoch nicht gefunden werden. Ursächlich hierfür ist, dass im Multilagen System mehr Freiheitsgrade zur Streufeldschließung vorhanden sind als in Einzellagen, so dass die lokale Variation des Demagnetisierungsfaktors am Rand über die untere Lage ausgeglichen werden kann.

4.2.5 Zusammenfassung FeCoSiB-Multilagen

Multilagen aus FeCoSiB mit Chrom oder Tantal als Zwischenschicht, abgeschieden auf rauem AlN, zeigten in ersten Versuchen mit magnetischer Modulation eine Rauschreduzierung um den Faktor 6 im Vergleich zu Einzellagen. Die magnetoelektrische Sensitivität ist durch den Multilagenansatz im Prinzip nicht beeinflusst. Der Multilagenansatz erlaubt der ma-



(a)



(b)

Abbildung 4.12: Kante einer mit IBE strukturierten $(\text{FeCoSiB}_{110\text{nm}} / \text{Ta}_{5\text{nm}})_{\times 20}$ -Multilage auf oxidiertem $300 \mu\text{m}$ Silizium Wafer; Seitenverhältnis ca. 1:2. b) Veränderung des lokalen Demagnetisierungsfeldes durch unregelmäßige Kanten, typische Ursache für die Nukleation von Domänenwänden. [36], Fig.11.12

netischen Schicht andere Formen der Streufeldkopplung, so dass Abschlussdomänen verhindert werden können. Eine geringere Domänenwanddichte und weniger Domänenwandbewegungen können erreicht werden. Ummagnetisierungsprozesse entlang der harten Achse sind mehr durch Rotation geprägt, das magnetische Rauschen ist geringer. Entscheidend für die erfolgreiche Herstellung des Multilagenansatzes sind geringe Substratrauigkeiten von unter $0,9 \text{ nm}$ (rms-Werte) und geringe Filmspannungen. Mit $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}} / \text{Cr}_{5\text{nm}})_{\times 20}$ -Multilagen lassen sich geringe Filmspannungen im abgeschiedenen Zustand von $86 \pm 50 \text{ MPa}$ auf oxidierten Siliziumwafern erreichen. Leichte Druckspannungen von $-130 \pm 50 \text{ MPa}$ entstehen für $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}} / \text{Ta}_{5\text{nm}})_{\times 20}$ -Multilagen. Magnetisches Tempern erzeugt für die betrachteten Schichtsysteme am Rand Zugspannungen, die am Rand zu einer Veränderung der Anisotropie und ungewünschten Abschlussdomänen führen. Die lokale Variation der Anisotropie am Rand konnte nicht auf die unregelmäßige Qualität der Kanten zurückgeführt werden, vielmehr dominiert der Einfluss der Filmspannung. Das nasschemische Ätzen von FeCoSiB-Cr Multilagen erweist sich im Vergleich zu Lift-off und IBE als günstiges, reproduzierbares und schnelles Verfahren. Kanten mit hohem Seitenverhältnis können erzielt werden. FeCoSiB-Cr-Multilagen werden daher trotz ihrer leichten Zugspannung gegenüber den unter Druckspannung stehenden FeCoSiB-Ta-Multilagen für den weiteren Verlauf der Arbeit bevorzugt.

Kapitel 5

ME-Sensoren hergestellt mit der Silizium-Mikromechanik

5.1 Zielsetzung und Konzeption

Das Ziel der folgenden Arbeit ist es, resonante ME-Sensoren herzustellen, die in Resonanz hohe ME-Koeffizienten erzielen und mit Hilfe der magnetischen Modulation bei niedrigen Frequenzen sehr geringe magnetische Felder messen können. Die Sensoren sollen klein sein und in großer Stückzahl hergestellt werden können, damit Sensorarrays für die Magneto-kardiographie realisiert werden können. Die Sensoren wurden ursprünglich nicht für den ΔE -Effekt konzipiert. Es zeigt sich aber, dass über das ΔE -Ausleseverfahren sehr gute Ergebnisse erzielt werden können.

Folgende Aspekte sollen mit der Silizium-Mikromechanik umgesetzt werden:

- MEMS-kompatibler Prozess mit Rahmen zur Reduzierung der Klemmverluste, für reproduzierbaren Betrieb und für mögliche Vakuumverkapselung
- Integration von PZT mit Interdigital-Elektroden und AlN mit Plattenkondensator-Elektroden
- Reduzierung der Dicke des Silizium-Balkens
- Erhöhung der Resonanzfrequenz zur Reduzierung der akustischen Einkopplung

Folgende Fragestellungen sollen beleuchtet werden:

- Prozessstabilität und Reproduzierbarkeit der Sensoren
- ME-Koeffizient, Qualitätsfaktor und magnetische Auflösungsgrenze im Vergleich
 - zu den bisherigen großen Sensoren in Resonanz
 - bzgl. der Dicke des Siliziumbalkens
- Reduzierung des magnetischen Rauschens für kleinskalige Sensoren

Die Resonanzfrequenz der bisher gefertigten ME-Sensoren variiert sehr stark, da diese aus Wafern gesägt und auf Platinen aufgeklebt wurden. Damit ist die Herstellung von

Stimmgabel- Sensoren, wie in [121] beschrieben, im großen Maßstab nicht möglich. Zudem sind die Klemmverluste von dem Aufkleben abhängig, so dass der Qualitätsfaktor und der magnetoelektrische Effekt in Resonanz nur eingeschränkt reproduzierbar und somit schwer optimierbar sind. Daher sollen die Sensoren auf Waferebene mit Rahmen gefertigt werden. Das Design bietet dabei die Erweiterungsmöglichkeit einer Vakuumverpackung, wie sie z.B. durch Marauska et al. [17] entwickelt wurde. Zu untersuchen ist, inwieweit die Resonanzfrequenz innerhalb und zwischen den Chargen variiert und inwieweit der Qualitätsfaktor verbessert werden kann.

Im Rahmen der Entwicklung eines MEMS-kompatiblen Prozesses sollen PZT oder AlN als piezoelektrische Materialien zum Einsatz kommen. Beide zeichnen sich durch ein hohes Signal-zu-Rausch-Verhältnis aus (siehe Abschnitt 2.2). Voraussetzung hierfür ist die Operation bei Resonanzfrequenzen über 1 kHz, um das für PZT höhere Johnson-Nyquist-Rauschen zu vermeiden und die Verwendung von Interdigital-Elektroden für PZT.

Als magnetostriktive Phase kommen FeCoSiB-Cr-Multilagen zum Einsatz, die das magnetische Rauschen beim magnetischen Modulationsverfahren reduzieren sollen und in der bisherigen Arbeit eine Verbesserung um den Faktor 6 erzielt haben. Zum Vergleich werden auch Exchange-Bias-Schichten verwendet, der Fokus der Arbeit liegt aber auf den FeCoSiB-Cr-Multilagen. Wie in Kapitel 4.2 beschrieben, ist eine geringe Substratraugigkeit entscheidend für die gewünschte Streufeldkopplung. Somit kann das magnetische Material nicht mehr auf die raue piezoelektrische Phase gesputtert werden.

Statt dessen wird FeCoSiB auf die Rückseite des Substrates gesputtert. Dieser Ansatz kommt von der Verwendung von Interdigital-Elektroden für PZT [78] und bietet mehrere Vorteile. Die Strukturierung der magnetischen Phase ist unabhängig von der Elektrodenform. Sowohl Plattenkondensator-Elektroden für AlN, als auch Interdigital-Elektroden für PZT, bei denen der Verlauf des elektrischen Feldes eine Separierung von FeCoSiB und PZT erfordert, sind möglich. Des Weiteren ist die Substratraugigkeit unabhängig vom verwendeten Piezoelektrikum und das Temperaturbudget der magnetischen Schicht (maximal 400 °C) wird nicht von der Herstellungstemperatur des Piezoelektrikums überschritten (PZT Kristallisation bei 700 °C). Zudem können damit die magnetischen Eigenschaften mit MOKE untersucht werden. Dies ist für die Schichtfolge Substrat-FeCoSiB-ALN nicht möglich, wenngleich die Schichtfolge hinsichtlich Temperaturbudget und Substratraugigkeit machbar ist und ebenfalls im Design enthalten ist.

Als Substrat werden SOI-Wafer¹ mit Polysilizium verwendet. Diese werden vom Kooperationspartner ISIT² gestellt und bieten den Vorteil einer sehr definierten Substratdicke, einer geringen Substratraugigkeit und einer einfacher Prozessierung.

Die ME-Sensoren werden zum Vergleich mit den bisherigen Sensoren in Form eines Biegebalkens gebaut. Für die Wahl der Biegerlänge L und Dicke T müssen mehrere Faktoren beachtet werden. Die erste Resonanzfrequenz der Biegemode soll zwischen 1 kHz und 10 kHz liegen. Damit wird einerseits das Johnson-Nyquist-Rauschen und niederfrequentes

¹SOI-Wafer: eng. silicon on insulator

²Fraunhofer Institut für Siliziumtechnologie in Itzehoe

akustisches Rauschen vermieden, andererseits ist die magnetische Modulation, bei welcher ein relativ großes magnetische Wechselfeld mit Frequenzen nah der Resonanzfrequenz über eine Spule angelegt wird, energetisch noch möglich. Nach Formel 2.40 ist für eine hohe Resonanzfrequenz ein kurzer und dicker Bieger sinnvoll. Hinsichtlich des ME-Effektes ist dagegen offensichtlich, dass ein dünneres Substrat zu einer größeren Übertragung der mechanischen Energie der magnetostriktiven Phase auf das Piezoelektrikum führt. Andererseits ist der ME-Effekt in Resonanz stark durch den Qualitätsfaktor bestimmt, so dass die hohen Güten des Polysilizium-Substrates im Vergleich zu den geringen Güten metallischer Schichten für ein dickeres Substrat sprechen. Letztendlich ist die Substratdicke auch eine Frage der Machbarkeit, da auf beiden Seiten des Substrat gesputtert und lithographisch strukturiert werden muss. Als Substratdicke werden daher SOI-Wafer mit Polysiliziumdicken von $50\ \mu\text{m}$ und $25\ \mu\text{m}$ gewählt. Prozessstabilität gegen Qualitätsfaktor und ME-Effekt werden ausgewertet. Unter Berücksichtigung des angezielten Resonanzfrequenzbereiches ergibt sich damit eine Biegerlänge von $3\ \text{mm}$.

Die Breite B der Bieger beeinflusst nach der Theorie weder die Resonanzfrequenz noch den Qualitätsfaktor, solange die Luftdämpfung durch Operation in Vakuum vermieden wird. Dagegen ist die Kapazität der Sensoren abhängig von Breite und Länge. Wie in Kapitel 2.2 beschrieben, sind Kapazitäten deutlich unter $100\ \text{pF}$ ungünstig, da dann das Spannungsrauschen des Operationsverstärkers ansteigt und eine Balancierung nötig macht. Bisherige Balancierung an ME-Sensoren konnten das Rauschlevel nur um einen Faktor 3 verbessern, so dass Sensorkapazitäten im Bereich von $100\ \text{pF}$ angestrebt werden.

Neben der zur Verfügung stehenden Breite und Länge des Sensors wird die Sensorkapazität, aber auch der ME-Effekt durch die Elektrodengeometrie bestimmt. Wie die Simulationen aus der Arbeitsgruppe von Prof. Gerken zeigen [129], wird in der ersten Biegemode die höchste mechanische und somit elektrische Spannung im ersten Teil des Biegebalkens erzeugt. Für die großskaligen Sensoren³ von A. Piorra [23] erreichte die ME-Spannung ein Maximum für Elektrodenlängen von $1/4$ der Biegebalkenlänge, wobei die Kapazität über $300\ \text{pF}$ beträgt. Für diese Arbeit werden Elektrodenlängen von $1/3$, $2/3$ und $3/3$ der Sensorlänge untersucht. Gezeigt werden soll, wie die ME-Spannung mit kürzerer Elektrode steigt und inwieweit die damit einhergehende geringere Kapazität nachteilig für das LOD ist.

Als Breite des Sensors werden $1\ \text{mm}$ und $2\ \text{mm}$ gewählt. Der breitere Sensor bietet dabei bei gleicher Elektrodengeometrie eine etwa doppelt so hohe Kapazität. Für AlN wird ein Plattenkondensatordesign gewählt. Für PZT werden Interdigital-Elektroden nach dem Stil von A. Piorra verwendet [23], Maße siehe Abbildung 5.2b und Tabelle 5.3. Zu bedenken ist, dass bei dem breiteren Sensor ein geringerer piezomagnetischer Koeffizient zu erwarten ist, da die magnetische Schicht vorerst ganzflächig auf die Rückseite des Biegebalkens gesputtert wird und somit der Demagnetisierungsfaktor eine Rolle spielt.

Für den Δ -Effekt wurde nachträglich ein weiteres Elektrodendesign nach dem Vorschlag von Sebastian Zabel angefertigt. Die Elektroden zielen darauf ab, verschiedene Resonanz-

³ME-Sensoren mit PZT und Plattenkondensator-Elektrode

$L=3\text{ mm}$	$T=25\text{ }\mu\text{m}$	$T=50\text{ }\mu\text{m}$
erste Resonanzfrequenz	3,9 kHz	7,6 kHz

Tabelle 5.1: Berechnete Resonanzfrequenz nach Formel 2.40 für die erste Biegemode für Biege­länge L und Substratdicke T , nur Siliziumsubstrat angenommen.

Piezoelektrikum	AlN			PZT		
relative Elektrodenlänge	1/3	2/3	3/3	1/3	2/3	3/3
$B=1\text{ mm}$	59 pF	100 pF	141 pF	19 pF	39 pF	58 pF
$B=2\text{ mm}$	104 pF	191 pF	278 pF	50 pF	101 pF	151 pF

Tabelle 5.2: Berechnete Kapazität (inkl. Leiterbahnen auf Chip) für Sensoren mit Plattenkondensator und $2\text{ }\mu\text{m}$ AlN und für Sensoren mit Interdigitalelektrode und $2\text{ }\mu\text{m}$ PZT (Breite der Finger $4\text{ }\mu\text{m}$, Abstand der Finger $15\text{ }\mu\text{m}$), abhängig von Sensorbreite B und der relativen Elektrodenlänge bzgl. der Gesamtlänge des Sensors.

moden des Biegebalkens effektiv anzuregen. Die Abmessungen sind in Tabelle 5.3 und im Anhang in Abbildung 7.1 gegeben.

In den Tabellen 5.1 und 5.2 sind die berechneten Kapazitäten und Frequenzen zusammengefasst. Die wichtigsten Sensormaße sind in Tabelle 5.3 gegeben. Im Anhang 7.2 sind alle verwendeten Größen, wie z.B. E-Modul und Dichte der Materialien, die zur Berechnung herangezogen wurden, aufgelistet.

In Abbildung 5.1 sind die 3 verschiedenen Designversionen dargestellt. Mit Aluminiumnitrid als piezoelektrische Phase sind 2 Versionen realisierbar. Bei der AlN-Variante 1 befindet sich wie in der PZT-Variante die magnetostriktive Phase auf der Rückseite des Substrates. Da die Abscheidetemperatur des ALN unter $200\text{ }^\circ\text{C}$ liegt, ist auch AlN-Variante 2 realisierbar, bei welcher die magnetostriktive Phase zuerst abgeschieden wird. AlN-Version 2 ist einfacher in der Prozessierung, hat aber den Nachteil, dass die magnetostriktive Phase auf die relativ raue Oberseite des Polysiliziums gesputtert wird, welche trotz Polierung nicht so glatt ist wie die Oberfläche einer einkristallinen Siliziumschicht, siehe Kapitel 5.2.3. Die verschiedenen Elektrodendesigns mit 1/3, 2/3, und 3/3 Elektrode sind in Foto 5.2a als Plattenkondensator ersicht­lich. Die Interdigital-Elektroden sind analog in ihrer Bedeckung - ein Detailfoto mit den Maßen der Interdigital-Finger ist in Abbildung 5.2b gegeben.

5.2 Prozessierung

5.2.1 Prozessablauf

Der Prozessablauf ist schematisch in Abbildung 5.3 anhand der AlN-Variante mit 1/3 Elektrode dargestellt und im Folgenden beschrieben. Spezifische Probleme des Prozesses werden anschließend ausführlicher behandelt. Für Details zu den verwendeten Geräten, Verfahren und Prozessparametern siehe Kapitel 3.

Phase	Länge	Breite	Dicke
Sensorchip	11 000	7 500	700
Polysilizium	3010	1040 / 2040	25 / 50
AlN	6240 (3000*)	1000 / 2000	2
FeCoSiB RS	2950	900 / 1900	2
FeCoSiB VS	6240 (3000*)	1000 / 2000	2
Unterelektrode	6240 (3000*)	1000 / 2000	0,1
Oberelektrode 1/3	983,5	900 / 1900	0,1
Oberelektrode 2/3	1967	900 / 1900	0,1
Oberelektrode 3/3	2950	900 / 1900	0,1
e1-Elektrode	600	860 / 1860	0,1
e2-Elektrode	1125	960 / 1960	0,1
-	ID-Elektrode		
Fingerbreite	4		
Fingerlänge	670 / 1670		
Fingerabstand	15		
Überlappung	640 / 1640		

Tabelle 5.3: Sensormaße in μm , *freistehende Länge, RS: FeCoSiB auf der Rückseite für AlN-Variante 1, VS: FeCoSiB auf der Vorderseite für AlN-Variante 2.

Vom Kooperationspartner ISIT werden 8 Inch SOI-Wafer gestellt. Die SOI-Wafer bestehen aus einseitig polierten $700\ \mu\text{m}$ dicken Siliziumwafern, welche vom ISIT beidseitig thermisch oxidiert werden ($1\ \mu\text{m}\ \text{SiO}_2$). Auf die polierte Seite werden $25\ \mu\text{m}$ bzw. $50\ \mu\text{m}$ Polysilizium aufgebracht. Auf das Polysilizium wird über eine chemische Gasphasenabscheidung $1,5\ \mu\text{m}\ \text{SiO}_2$ aufgebracht⁴. Die Polysilizium-Schicht ist zusammen mit den beiden Oxidschichten stressfrei. Die Wafer werden im Kieler Nanolab in sieben $5\ \text{cm} \times 5\ \text{cm}$ Stücke gesägt, da 8 Zoll-Wafer nicht verarbeitet werden können und auf diese Weise der Wafer kostengünstig genutzt werden kann. Mit einer Chipgröße von $5\ \text{cm} \times 5\ \text{cm}$ ist beidseitige Lithographie möglich und alle Sputterprozesse (z.B von 4 Zoll Targets) sind hinreichend homogen. Auf einem Chip sind 24 Sensoren angeordnet. Die 6 verschiedenen Sensortypen (Breite 1 mm und 2 mm; 3 Elektrodenlängen) sind dabei auf dem Chip jeweils 4 mal vorhanden und konzentrisch angeordnet, um eventuelle Schichtdickenabweichungen in der Auswertung berücksichtigen zu können. Die Verteilung der Sensoren auf dem Chip ist in Abbildung 5.4 gezeigt.

Im ersten Schritt wird auf die Rückseite des Chips eine Hartmaske für die spätere selektive Ätzung des Silizium-Trägerwafer aufgebracht. Die Hartmaske besteht entweder aus Siliziumnitrid, oder aus Siliziumoxid, je nachdem, ob der Trägerwafer mit KOH oder TMAH geätzt wird. Der Vorteil von KOH gegenüber TMAH liegt in der höheren Ätzrate. Das dazu nötige Siliziumnitrid wurde in der PECVD-Anlage im Kieler Nanolab hergestellt.

⁴PE-TEOS SiO_2 , per plasma enhanced chemical vapor deposition aus Tetraethylorthosilicat hergestellt

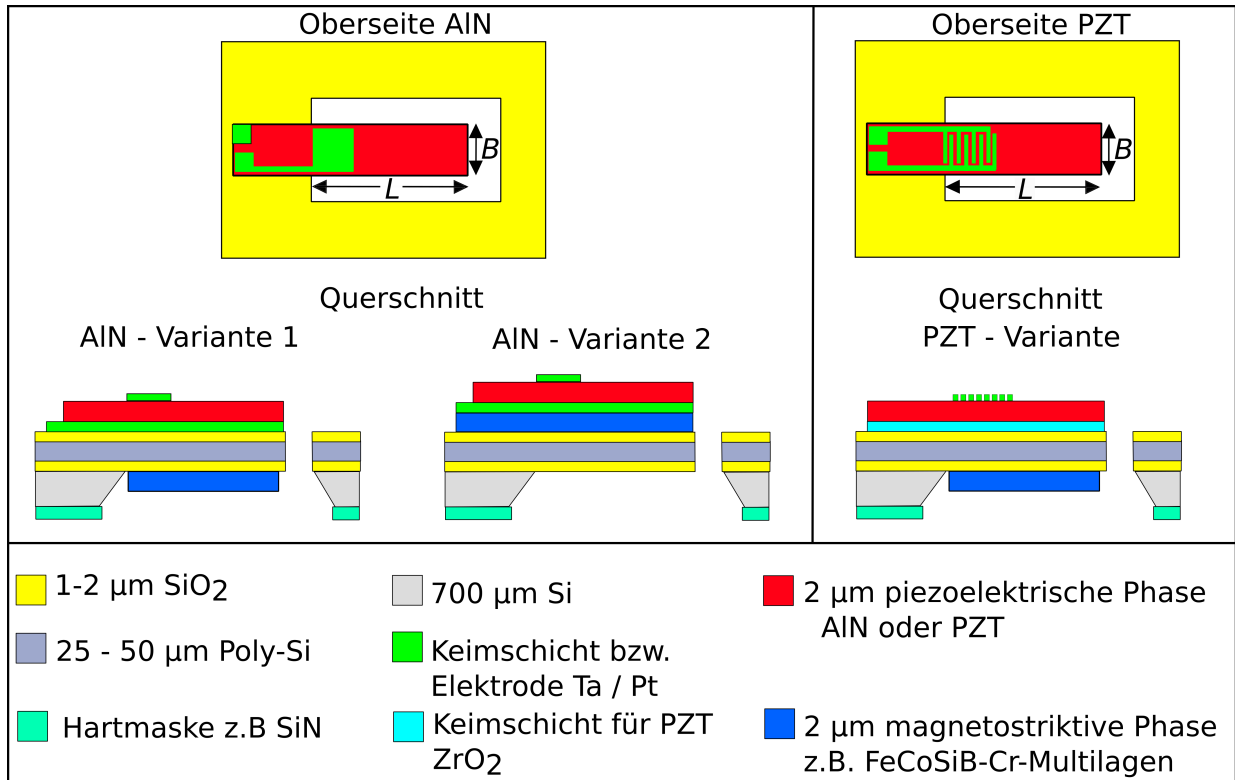


Abbildung 5.1: Designversionen: links und mittig mit AIN als piezoelektrische Phase und 1/3 Plattenkondensator, rechts mit PZT als piezoelektrische Phase und 1/3 Interdigital-Elektrode. Die Länge L der Sensoren beträgt 3 mm, die Breite B beträgt 1 mm und 2 mm.

Die Details zur Prozessentwicklung des Siliziumnitrids im Kieler Nanolab befinden sich unter 3.1.1. Aufgrund der Schwierigkeiten bei der Prozessentwicklung wurden parallel neue SOI-Wafer vom ISIT geliefert, deren Rückseite mit 1 μm hochtemperatur SiO_2 beschichtet ist und damit für eine Ätzung mit TMAH geeignet ist. TMAH ist aufgrund der Abwesenheit von Alkaliionen, die CMOS-Prozesse beeinträchtigen, das übliche Ätzmittel am ISIT.

Die Hartmaske wird im zweiten Schritt mit der ICP-RIE geöffnet. Als Maske dienen 4 μm positiver Fotolack AZ6632 von MicroChemicals. Auf die Oberseite wird ganzflächig die piezoelektrische Schicht abgeschieden. Für AIN wird dazu zuerst der Wafer mit 10 nm Haftvermittler Tantal und 100 nm Platin besputtert. Platin wirkt mit seiner (111) Textur als Keimschicht für das säulenförmige Wachstum der (111) AIN-Schicht und fungiert gleichzeitig als Unterelektrode. Die Abscheidung von AIN erfolgte durch E. Yarar, welcher parallel zu dieser Arbeit an der Prozessoptimierung von stressfreiem AIN mit hohen piezoelektrischen Koeffizienten auf ungeheizten Substraten arbeitete. Für die PZT-Variante wird der Wafer mit 100 nm ZrO_2 beschichtet. ZrO_2 wirkt als Keimschicht und Diffusionsbarriere, ist dabei aber elektrisch nichtleitend. Sowohl die 2 μm PZT-Schicht als auch die ZrO_2 -Schicht wurde von A. Piorra mit dem Sol-Gel-Verfahren hergestellt.

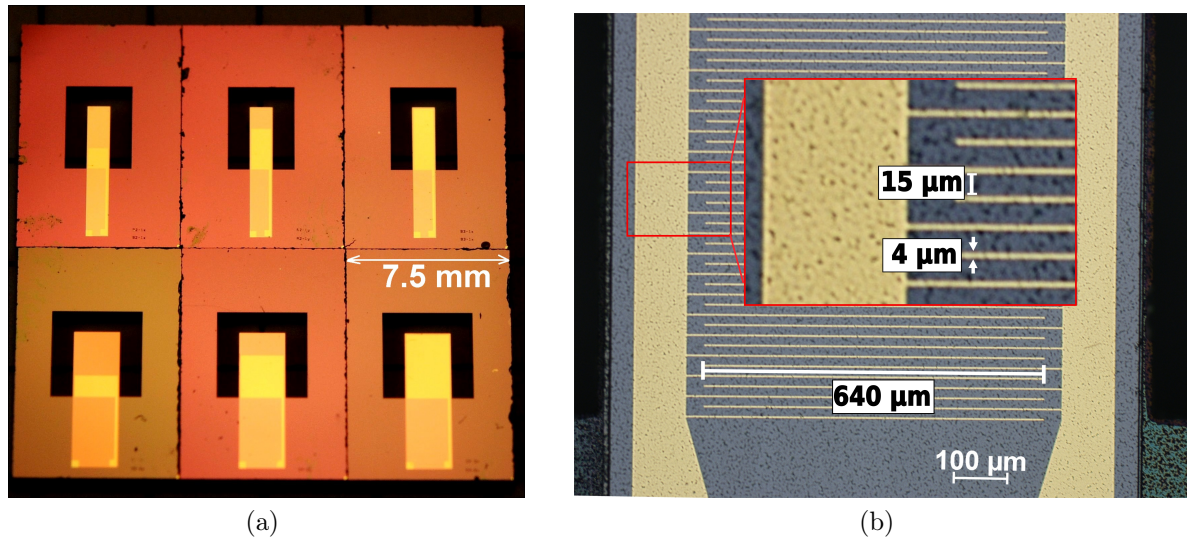


Abbildung 5.2: a) Fotos der Sensoren mit 1 mm Breite (obere Reihe) und 2 mm Breite, sowie von links nach rechts, die 1/3, 2/3 und 3/3 Elektrode. b) Mikroskopbild einer ID-Elektrode mit 4 µm Fingerbreite, 15 µm Fingerabstand und einer Überlappung der Finger von 640 µm für einen 1 mm breiten Sensor mit PZT.

Die piezoelektrischen Schichten werden nasschemisch geätzt. Als Hartmaske für AlN werden 10 nm Cr / 100 nm Au gesputtert, da der Fotolack keine ausreichende Haftung bietet. Die Strukturierung der Cr/Au-Schicht erfolgt mittels Fotolack und nasschemischen Mitteln. AlN wird mit 80 °C heißer, 85 % H₃PO₄ geätzt. Die Ta/Pt-Unterelektrode wird im nächsten Schritt mit der IBE trocken geätzt. Als Maske dienen 4 µm positiver Fotolack AZ6632 von MicroChemicals. Die Oberelektrode kann nun aus der Cr/Au Hartmaske gebildet werden. Die dazu nötige Struktur wird mittels Fotolack und Nasschemie übertragen. Alternativ kann die Oberelektrode auch aus 10 nm Ta / 100 nm Pt bestehen. Hierzu wird die Hartmaske erst gänzlich nasschemisch entfernt. Mit Fotolack wird stattdessen eine Lift-off-Struktur gebildet, mit welcher das gesputterte Ta/Pt strukturiert wird. Da im späteren Prozessverlauf Cr-Ätzlösung zur Strukturierung der FeCoSiB-Schicht angedacht ist, bietet die Ta/Pt-Elektrode gegenüber der Cr/Au-Elektrode den Vorteil, dass sie nicht geschützt werden muss. PZT wird mit einer Ätzlösung aus HNO₃, BHF, H₂O nach Che et al. [130], mit einem Unterschnitt von 1,1:1 zur Fotolackmaske, geätzt. Die Keimschicht ZrO₂ wird auch von der Ätzlösung geätzt, allerdings deutlich langsamer als PZT, so dass ZrO₂ stattdessen mit der IBE trocken geätzt wird. Die Interdigital-Elektrode (Cr/Au oder Ta/Pt) wird per Lift-off strukturiert. Als Fotolack kommt der Umkehrlack AZ5214E zum Einsatz. Ein Foto der fertig prozessierten Vorderseite ist in Abbildung 5.5a gezeigt.

Im nächsten Schritt wird der Trägerwafer partiell von der Rückseite mit 80 °C heißem 30% KOH, bzw. 25% TMAH geätzt. Die Hartmaske wurde dazu bereits strukturiert. Zum Schutz der Vorderseite wird die Probe während des Ätzens in einen eigens konstruier-

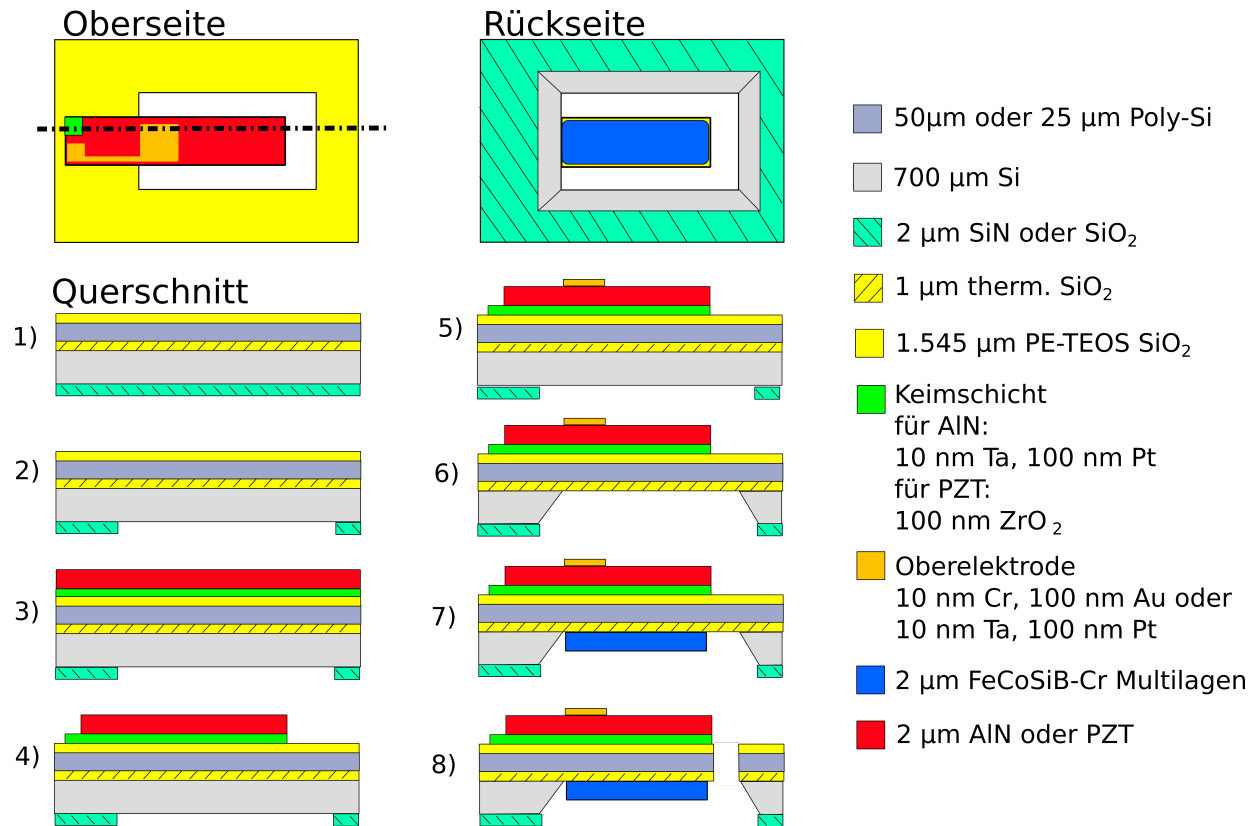


Abbildung 5.3: Schematischer Prozessablauf anhand der AlN-Variante 1 mit 1/3 Elektrode.

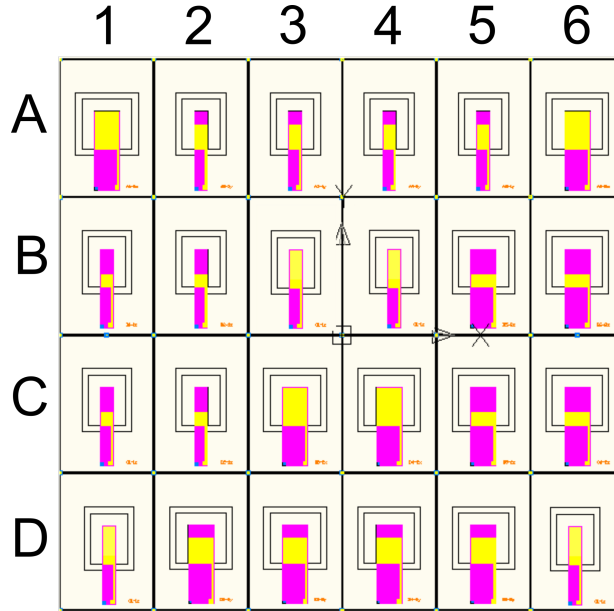


Abbildung 5.4: Anordnung der Sensoren auf dem 5 cm x 5 cm Chip und Benennungsmatrix A-D und 1-6. Elektroden in gelb, Piezoelektrikum in lila.

ten Halter aus Teflon gespannt. Zusätzlich wird auf die Vorderseite ein KOH-beständiger Fotolack aufgetragen. Dieser zusätzliche Schutz ist nötig, da kleine Fehler in der Siliziumnitridschicht, hervorgerufen durch Partikel während der PECVD-Abscheidung 3.1.1, aber auch Risse im Dichtungsring oder in der entstehenden Siliziummembran dazu führen, dass die Ätzlösung die Vorderseite beschädigt.

Der Ätzstopp erfolgt an der im SOI-Wafer integrierten Siliziumdioxidschicht. Die Qualität der somit freigelegten Membran ist separiert in 5.2.2 (Partikelproblem) und 5.2.3 (Substratrauigkeit) beschrieben. Der Chip mit den 25 μm bzw. 50 μm dicken Membranen (Abbildung 5.5b) ist stabil gegenüber normaler Handhabung. Reinigungsprozesse in Ultraschallbecken (Frequenzbereich 45 kHz) sind nicht möglich, da diese zum Bruch der Membranen führen. Stattdessen kann Megasonik (Frequenzbereich von 1 MHz) verwendet werden.

Auf die Rückseite der freigelegten Membran wird die magnetostruktive Schicht gesputtert und strukturiert. Die Strukturierung erfolgt dabei per Lift-off mit dickem Negativlack, da die Strukturierung mit Cr-Ätzlösung fehlschlug, Details zur Strukturierung der magnetischen Schicht werden in Abschnitt 5.2.3 diskutiert. Zur stabileren Handhabung während des Spincoatings wird der partiell gedünnte Chip mit kleinen Kaptonklebebandstreifen an den vier Ecken auf einem Hilfs wafer befestigt. Nach dem Spincoat kann das Klebeband schnell entfernt werden. Softbake, Belichtung und Entwicklung erfolgen ohne Hilfs wafer. Die Belackung der durch Ätzgruben geprägten Rückseite ist mit Spincoat möglich, aber nicht optimal, da die Lackverteilung entlang der kantigen Ätzgruben nicht homogen ist. Besser geeignet wäre das Spray-Coat-Verfahren, welches z.B. am ISIT standardmäßig ein-

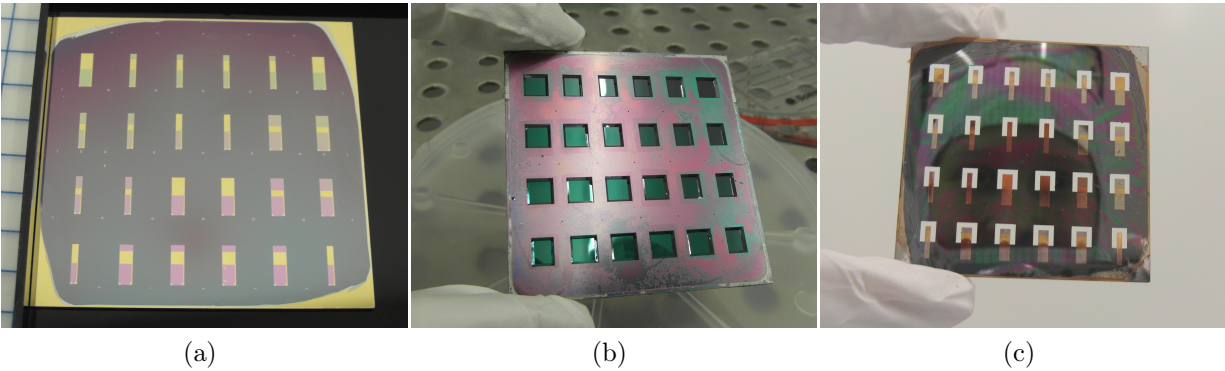


Abbildung 5.5: a) Foto eines 5x5 cm Chips mit fertig prozessierter Vorderseite mit AlN, b) Rückseite eines Chips nach dem KOH Ätzen mit Ätzstopp am grün wirkenden Siliziumoxid c) fertig prozessierter Chip nach dem freilegen der Biegebalken in der ICP-RIE.

gesetzt wird. Alternativ könnte wie von Kutchoukov et al. [131] beschrieben, das Spincoaten in einer gesättigten Lösemittelatmosphäre erfolgen.

Während der Entwicklung des negativen Lift-off-Lacks wird die AlN-Schicht der Vorderseite geschützt, da der Entwickler 2,38% TMAH enthält und AlN somit stark angeraut wird. Als Schutzmaterial wird Positivlack AZ6632 genutzt, der im unbelichteten Zustand im Entwickler unlöslich ist, dafür später beim Lift-off in NMP (N-Methyl-2-pyrrolidon) automatisch entfernt wird. Der Lift-off der magnetostriktiven Schicht erfolgt in NMP und wird mit Megaschall unterstützt.

Im letzten Schritt werden die Membranen von der Oberseite mit der ICP-RIE geöffnet und so die Biegebalken freigelegt. Als Maske wird der Positivlack AZ6632 verwendet. Von oben nach unten werden die TEOS-Siliziumoxid-Schicht, das Polysilizium und die untere thermische Siliziumoxid-Schicht geätzt. Die eingesetzten Ätzgase sind CHF_3 für Siliziumoxid und SF_6 für das Polysilizium.

Die Rückseite der Sensoren muss bei diesem Prozess geschützt werden, da die Fluorradikale des CHF_3 -Gases nach der Freilegung des unteren thermischen Siliziumoxides, die magnetische Schicht angreifen. Die magnetische Schicht ist durch 5 nm Chrom bzw. Tantal vor normaler Luftoxidation geschützt. Die geringe Schichtdicke ermöglicht es die magnetischen Domänen mit dem magnetooptischen Kerr-Effekt (MOKE) zu untersuchen, ist aber als Schutzschicht gegen die ICP-RIE-Gase ungenügend. Außerdem wurde bei Reinigungsverfahren mit Megaschall und Wasser teilweise Oxidation beobachtet. In späteren Chargen wurde daher zusätzlich zum Chrom noch eine Schutzschicht aus 100 nm Gold verwendet, die selektiv für MOKE-Untersuchen nasschemisch entfernt werden kann. Die Ätzraten für CF_4 basierte RIE-Prozesse beträgt nach [101] 3 nm min^{-1} für Chrom, 21 nm min^{-1} für Tantal und 8 nm min^{-1} für Gold. Hinsichtlich der Ätzzeit für Siliziumoxid von 6 min sind die Materialien den CF_4 -Radikalen ca. 2 min ausgesetzt. Die 100 nm Gold werden also angegriffen, aber nicht völlig entfernt. Die Cr/Au-Schutzschicht ist trotzdem nicht ausreichend,

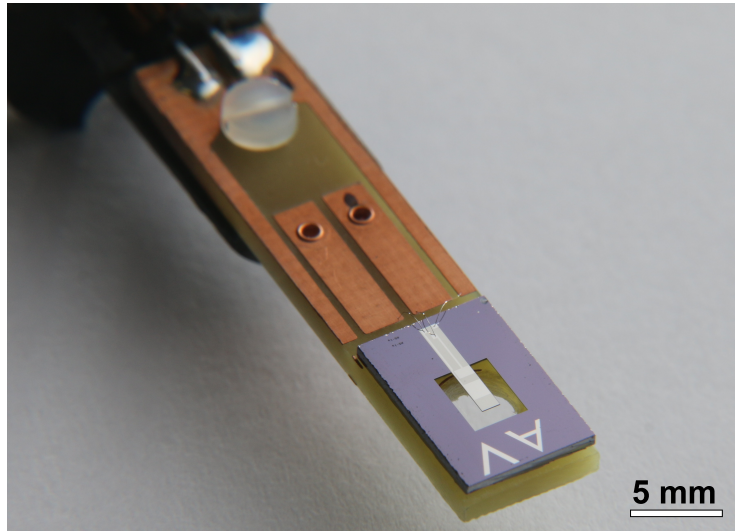


Abbildung 5.6: Gebondeter fertiger Sensor. Die Platine weist eine Öffnung auf, so dass die magnetische Schicht auf der Rückseite des Biegebalkens per MOKE analysiert werden kann.

da Cr/Au zusammen mit der magnetischen Phase gesputtert und strukturiert wird und so die Lift-off-Kanten ungeschützt sind. An diesen Kanten kann das Gas angreifen. In dieser Arbeit wurde daher die Rückseite der Sensoren mit verdünntem Fotolack (1:1, Aceton und AZ6632) geschützt, welcher mit Hilfe eines Pinsels vorsichtig auf die Membranen aufgetragen und für 125 °C auf der Heizplatte getrocknet wurde. In einem zukünftigen Design sollte mit Hilfe einer weiteren Lithographiemaske eine Schutzschicht über die Kanten strukturiert werden. Als Material kommt neben Gold das günstigere Aluminium infrage, welches sich durch eine bessere Stabilität (Ätzrate $0,87 \text{ nm min}^{-1}$ [101]) gegenüber den Fluorradikalen auszeichnet.

Der fertig prozessierte Chip (Foto 5.5c) wird im letzten Schritt in 24 Sensoren zersägt. Ein thermisches Auslagern im Magnetfeld zur Einstellung der magnetischen Anisotropie ist idealerweise nur für die Exchange-Bias-Schichten nötig. Die FeCoSiB-Cr-Multilagen werden bereits mit Magnetfeld abgeschieden, so dass die magnetisch leichte Achse senkrecht zur langen Achse der Sensoren stehen sollte. Da durch Filmspannungen die Anisotropie teilweise verkippt ist, wurden manche Proben zusätzlich thermisch nachbehandelt. Die Temperaturbehandlung erfolgt bei 240 °C in einem eigens konstruierten Ölbad mit einem Magnetfeld von 1 kOe (siehe 3.1.4). Nach der Reinigung können die AlN-Sensoren direkt auf Platinen aufgeklebt werden (Cyanacrylat) und mit dem Drahtbonder kontaktiert werden. Ein Foto eines fertigen Sensors ist in Abbildung 5.6 gegeben. Die PZT-Version wird vor dem Kontaktieren bei 140 °C und 150 V gepolt, siehe 3.1.1.

5.2.2 Partikelproblem

Anfänglich übersehen, zeigten sich im Lichtmikroskop und im Rasterelektronenmikroskop (REM) auf der Siliziumoxidfläche der Membranrückseite kleine Partikel (Abbildung 5.7). Diese Partikel sind fatal für die folgende magnetische Schicht, da einerseits die nasschemische Strukturierung gestört ist - ein Punkt, der zur Entdeckung der Partikel führte - andererseits die magnetischen Eigenschaften hinsichtlich des angestrebten rauscharmen Um-magnetisierungsprozess gestört werden.

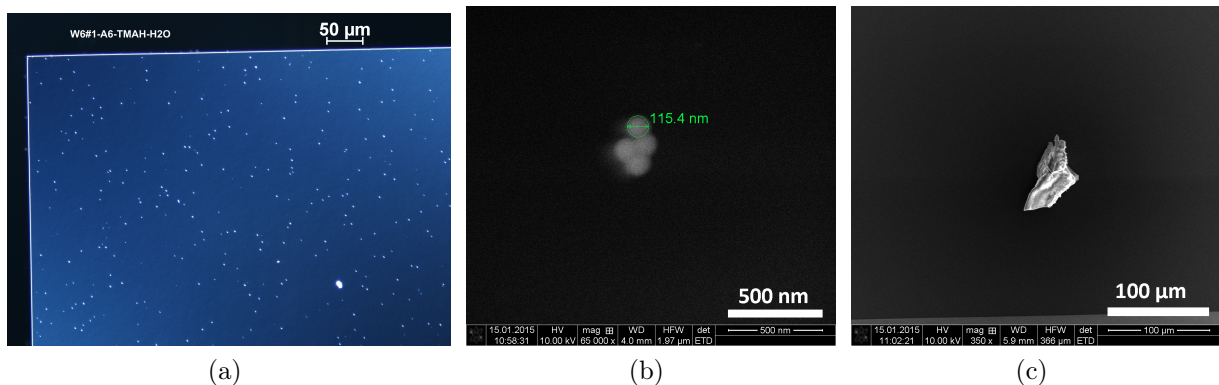


Abbildung 5.7: a) Mikroskopbild im Polarisationsmodus: Rückseite einer 25 µm Polysilizium-Membran mit Partikeln nach dem Ätzen mit TMAH. b) REM-Aufnahmen von einem häufig auftretenden kleinen Partikel c) REM-Aufnahme von selten auftretenden großen Partikeln. Die REM-Aufnahmen wurden von Nicole Schneidewind angefertigt.

Die REM-Aufnahmen lassen zwei Arten von Partikeln auf der Membranrückseite erkennen. Zum einen finden sich große Partikel mit Abmessungen um die 100 µm. Diese Partikel treten selten auf und stammen höchstwahrscheinlich von der leicht unterätzten SiN- oder SiO₂-Hartmaske. Zum anderen finden sich kleine kugelförmige Partikel mit einem Durchmesser von wenigen 100 nm. Die Zusammensetzung und Herkunft der kleineren Partikel ist nicht gänzlich klar. Aufgrund der geringen Größe kann keine Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) durchgeführt werden. Die Partikel laden sich im REM nicht auf und können nicht mit Aceton, NMP oder mit dem Plasmaverascher entfernt werden. Damit scheint es ausgeschlossen, dass die Partikel organischer Natur sind. Die Partikel können auch nicht durch längeres Ätzen mit KOH oder TMAH entfernt werden, so dass Siliziumreste ebenfalls ausgeschlossen werden. Mechanische Reinigung im Wasser mit Megascall kann die größeren Partikel entfernen, reduziert aber auch nach Tagen nicht die Anzahl der kleinen Partikel. Als Herkunft für die kleinen Partikel wurde zuerst der verwendete Schutzlack verdächtigt, welcher mit Farbpartikeln eingefärbt ist. Dies konnte aber ausgeschlossen werden, da die Partikel auch ohne Schutzlack und auch bei ungefärbtem Schutzlack auftraten. In späteren Waferchargen mit Siliziumoxid-Hartmaske auf der Rückseite wurden weniger und zuletzt gar keine Partikel mehr auf den Membranen gefunden. Dies legt den Schluss

nahe, dass die Partikel von der per PECVD hergestellten SiN_x -Hartmaske stammen. Wie in Kapitel 3.1.1 beschrieben, bildet sich in der PECVD-Anlage während der Siliziumnitridreaktion ein feiner pudriger Film an den kalten Kammerwänden des Rezipienten. Dieses Pulver kann aus diversen Siliziumoxid-Verbindungen bestehen und könnte als Partikel in die Hartmaske eingebaut werden. Aufgrund der rauen Rückseite der SOI-Wafer können die Partikel bei der normalen lichtmikroskopischen Kontrolle der Schicht nicht entdeckt werden. Im Verlauf des Ätzvorganges werden die Partikel frei, kontaminieren die Ätzlösung und am Ende des Ätzprozesses setzen sich auf der glatten Membran Partikel ab. Neben der kontaminierten Ätzlösung wurden auch die verwendeten Utensilien wie Becherglas und Ätzhalter verunreinigt, so dass, trotz Ultraschallreinigung der Utensilien und Wechsel der Ätzlösung, die Partikelverschleppung erst nach mehreren Durchgängen nicht mehr auftrat.

5.2.3 Strukturierung der FeCoSiB-Schicht

Für die Sensoren kommen die in Kapitel 4.2 vorgestellten FeCoSiB-Cr-Multilagen zum Einsatz. Die im Prozess verwendete Abscheidung der magnetischen Schicht auf die Rückseite der Membranen (AlN-Variante 1 und PZT-Variante) schränkt dabei die lithographische Strukturierungsmöglichkeit des Fotolacks ein. Bedingt durch die Dicke des Trägerwafers beträgt der Abstand von Fotolack zur Lithographiemaske $700\ \mu\text{m}$. Statt den Lack im Kontaktmodus zu belichten muss man gezwungenermaßen im Schattenmodus arbeiten. Dadurch verschlechtert sich, wie in 3.1.2 beschrieben, die Auflösungsgrenze und das Seitenverhältnis der Fotolackmaske. Der Einfluss des Belichtungsmodus auf die Strukturierung ist am Beispiel einer FeCoSiB-Ta-, bzw. FeCoSiB-Cr-Doppellage untersucht, welche mit IBE, bzw. nasschemisch strukturiert wird. Als Fotolack kommt $4\ \mu\text{m}$ positiv Fotolack AZ6632 zum Einsatz, der mit einem Abstand $700\ \mu\text{m}$ zur Chrommaske belichtet wurde. Die Maße der Chrommaske betragen $900\ \mu\text{m} \times 2950\ \mu\text{m}$. Durch den Schattenmodus vergrößert sich die Lackmaske gegenüber der Chrommaske um ca. 2%. Außerdem verjüngt sich der Lack über einen Bereich von $20\ \mu\text{m}$ stark zum Rand hin und an den abgerundeten Ecken kommt es zu einer leichten Interferenz, die die angestrebte Form verzerrt. Das Seitenverhältnis der Kante beträgt ca. 1:5 (Dicke des Fotolackes : Verjüngungsbereich = $4:20 = 1:5$). Die entstehende Lackmaske ist in Abbildung 5.8a exemplarisch anhand einer Ecke gezeigt. Das geringe Seitenverhältnis der Kante wirkt sich auf das nasschemische Ätzen der FeCoSiB-Cr-Multilage nicht negativ aus, wie in Abbildung 5.8b zu sehen ist. Für die nasschemische Strukturierung ist in diesem Fall nur die Lackhaftung relevant. Beim Trockenätzen mit IBE ist dagegen das Seitenverhältnis der Lackmaske relevant, da beim Trockenätzen mit IBE sowohl der Lack als auch die Schicht relativ gleichmäßig abgetragen werden. Daher entsteht im Fall der Schattenlithographie analog zum Lackprofil eine stark abgeflachte stufenartige Kante (Abbildung 5.8c).

Die Auswirkungen auf die magnetischen Schichten sind in den MOKE-Aufnahmen in Abbildung 5.9 und 5.10 zu sehen. Zum Vergleich wurde der Remanenzzustand entlang der langen Achse aufgenommen, die harte Achse ist ca. 5° bis 10° von der langen Achse verkippt. Für die FeCoSiB-Cr Multilage ist der Remanenzzustand durch eine geringe Anzahl

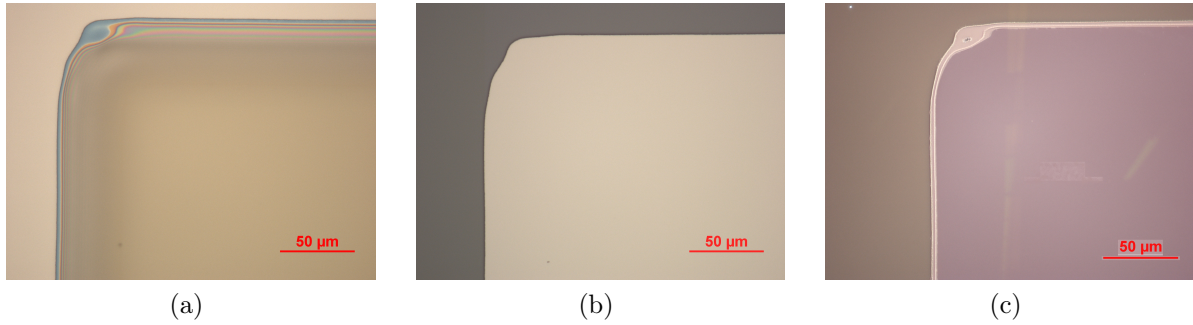
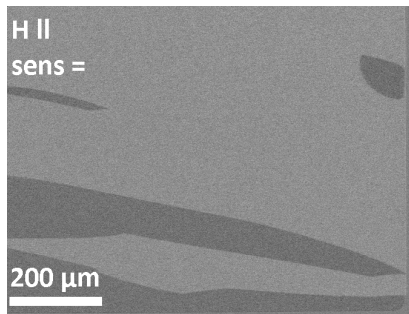


Abbildung 5.8: a) Mikroskopbild des entwickelten positiven Fotolacks AZ6632 nach Belichtung mit 315 mJ cm^{-2} bei Lack-Masken Abstand von $700 \mu\text{m}$. b) Mikroskopbild einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})x2$ -Multilage, geätzt in Cr-etch -Lösung No1 von MicroChemicals und einer Lackmaske wie in a), c) Mikroskopbild einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Ta}_{5\text{nm}})x2$ -Multilage, per IBE geätzt.

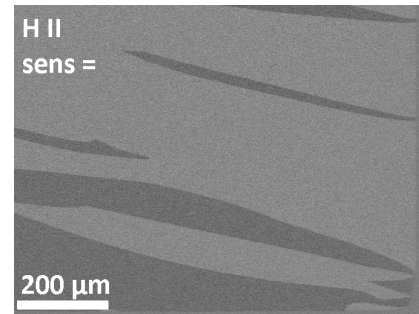
an Domänen mit 180° Domänenwänden gekennzeichnet. Das Domänenmuster ist dabei unabhängig davon, ob die Fotolackmaske im Kontaktmodus oder mit großem Abstand belichtet wurde. Auch die leicht verzerrte Kantenform hat keinen erkennbaren Einfluss auf das Domänenverhalten. Die Streufeldkopplung zwischen den Lagen funktioniert so, wie in 4.2 beschrieben.

Eine starke Abhängigkeit vom Zustand der Fotolackmaske ist dagegen für die Strukturierung mit der IBE zu sehen, siehe Abbildung 5.10. Die mit IBE strukturierten FeCoSiB-Ta-Multilagen weisen ähnliche Domänenmuster auf wie die FeCoSiB-Cr-Multilagen, solange die Lackmaske im Kontaktmodus hergestellt wurde. Im Fall der mit $700 \mu\text{m}$ Abstand belichteten Lackmaske führt der stufenartige Abtrag am Rand beim Trockenätzen dazu, dass die Streufeldkopplung nicht mehr funktioniert. Die beiden magnetischen Lagen bilden Abschlussdomänen am Rand aus und unterscheiden sich hinsichtlich ihres Magnetisierungsverhaltens nicht von FeCoSiB-Einzellagen.

Somit entfällt IBE als Strukturierungsmöglichkeit für den beschriebenen MEMS-Prozess mit den vorhandenen lithographischen Geräten und der derzeitigen IBE-Einstellung. Mit aufwendigen Projektionsmasken könnte man Fotolackmasken, mit den für IBE notwendigen hohen Seitenverhältnis prozessieren. Ob IBE dann im beschriebenen MEMS-Prozess möglich ist, hängt zusätzlich noch vom Trockenätzverhalten der Schicht in den tiefen Gruben ab. Möglicherweise werden Redeposition und Abschattung der Grabenwände ebenfalls zu unbefriedigenden Ergebnissen führen. Außerdem ist IBE ein relativ teures und langsames Ätzverfahren (Ätzraten um die 5 nm min^{-1}).

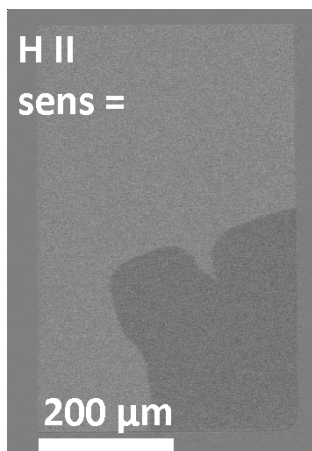


(a)

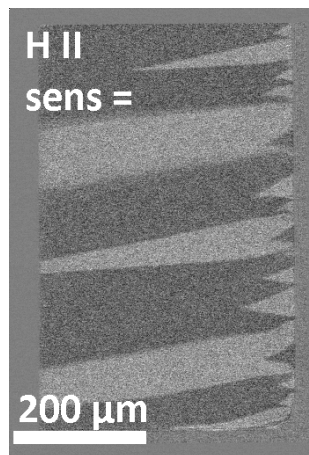


(b)

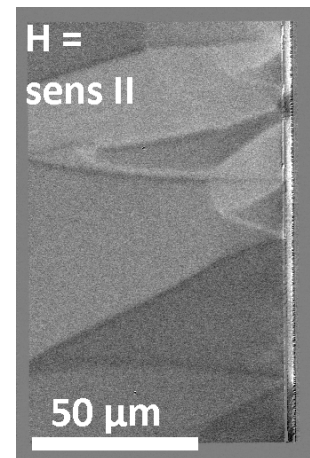
Abbildung 5.9: Remanenzzustand einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})x2$ -Multilage geätzt in Cr-Ätzlösung mit a) einer Lackmaske prozessiert im Kontaktmodus, b) einer Lackmaske prozessiert mit 700 μm Abstand. Der Remanenzzustand wurde entlang der langen Achse (5° bzw. 10° Abweichung von der harten Achse) mit MOKE aufgenommen. Die lange Achse befindet sich rechts, die kurze Achse unten im Bild. Die Sensitivität liegt entlang der kurzen Achse.



(a)



(b)



(c)

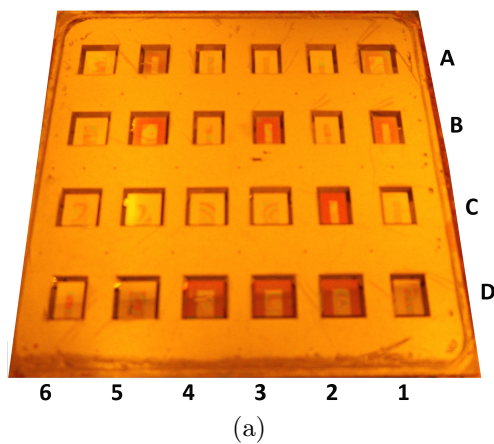
Abbildung 5.10: Remanenzzustand einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}} / \text{Ta}_{5\text{nm}})x2$ -Multilage geätzt mit IBE mit a) einer Lackmaske prozessiert im Kontaktmodus, b) und c) einer Lackmaske prozessiert mit 700 μm Abstand (Schattenmodus). Der Remanenzzustand wurde für a) und b) entlang der langen Achse (12° bzw. 9° Abweichung von harter Achse) mit MOKE aufgenommen. Die lange Achse befindet sich rechts, die kurze Achse unten im Bild. Die Sensitivität liegt für a) und b) entlang der kurzen Achse, für c) entlang der langen Achse.

Wie in 4.2.4 beschrieben, ist die nasschemische Strukturierung ein günstiger und schneller Prozess, wobei die Unabhängigkeit der nasschemischen Strukturierung vom Seitenverhältnis des Fotolackes sie für den Sensorprozess besonders geeignet macht. Während der beschriebene nasschemische Ätzprozess auf polierten normalen Siliziumwafern reproduzierbar funktioniert hat, schlug die nasschemische Ätzung der FeCoSiB-Cr-Multilagen im Sensorprozess jedoch fehl. Das Ätzverhalten auf der Rückseite der Polysilizium-Membran ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Nach der berechneten Ätzzeit sind nur 7 von 25 Sensoren freigelegt. Die restlichen Ätzflächen sind geprägt durch eine Vielzahl an kleinen Ätzlöchern, die teilweise durch die Multilage bis zum Substrat gehen, teilweise ineinander verschränkt sind. Längere Ätzzeiten führen nicht zu einem saubereren Ätzbild. Die Ätzlöcher sind geprägt von konzentrischen Kreisen. Außerdem wird die Fotolackmaske stark unterätzt.

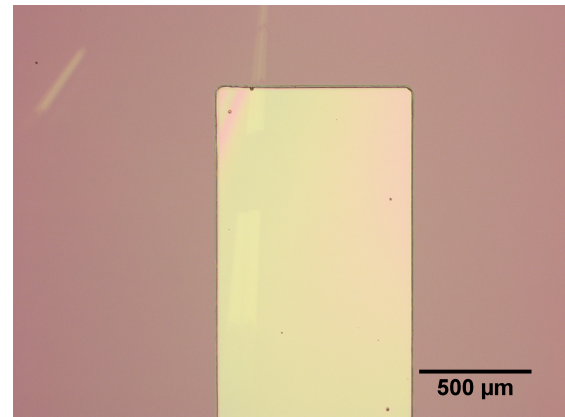
Eine Ursache dieses unregelmäßigen Ätzverhaltens sind die im vorhergehenden Abschnitt beschriebenen Partikel. Wie in Abbildung 5.12 gezeigt und skizziert, kann ein Partikel die Multilage so stören, dass aufgrund der elektrochemisch günstigeren Chromoxidation, die Chromlagen entlang konzentrischer Kreise geätzt werden und die FeCoSiB-Schicht kaum angegriffen wird. Dieses Problem tritt aber nicht nur an Partikeln auf, sondern auch auf der rauen unpolierten Rückseite des Substratwafers, auf der relativ rauen Oberseite der Polysiliziummembran (AlN-Variante 2) und an den scharfen Kanten der quadratischen Ätzgräben. Daher konnte auch auf partikelfreien Waferchargen keine erfolgreiche nasschemische Strukturierung der FeCoSiB-Cr-Multilagen durchgeführt werden.

Der Prozess wurde daher auf Lift-off umgestellt. In Abbildung 5.13a und 5.13b sind REM-Aufnahmen von der magnetischen Schicht fertiger Sensoren gezeigt, die mit Lift-off strukturiert wurden. In Abbildung 4.9 wurden bereits die Domänenbilder der auf diese Weise strukturierten Schichten gezeigt. Die Lift-off-Kanten ähneln denen, die auf dicken Silizium-Wafern mit Kontaktmodus und Ultraschall hergestellt wurden. Das Seitenverhältnis ist mit ca. 1:3 etwas größer. Die durch den Prozess erzwungene Schattenbelichtung müsste eigentlich zu einem stärkeren Unterschnitt und somit zu einem niedrigeren Seitenverhältnis führen. Der Unterschnitt ist neben der Belichtungsdosis auch vom Softbake, der Schichtdicke und vom Alter des Negativlackes abhängig. So könnte die dünne Polysilizium-Membran zu einem schnelleren Temperaturübertrag beim Softback führen als bei normal dicken Wafern. Damit würden substratnahe Lackbereiche bereits leicht vernetzen und somit eine geringere Löslichkeit im Entwickler aufweisen. Dies verringert den Unterschnitt. Hinsichtlich des MEMS-Prozesses ist die Unterstützung des Lift-off-Prozesses mit Ultraschall nicht möglich, da dieser zum Bruch der Membranen führt. Stattdessen kann Megashall verwendet werden. Die Effektivität der Abhebung ist dabei geringer, so dass mehr Lackreste und Schichtreste an den Kanten verbleiben. Insgesamt ist die laterale Struktur der Kante sehr unregelmäßig.

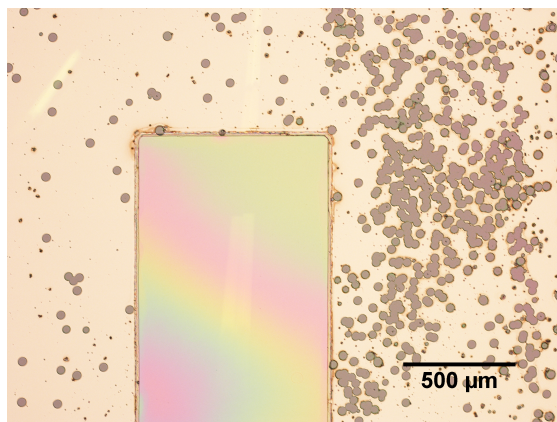
Wie in Abschnitt 4.2.4 gezeigt wurde hat die Qualität der Kanten weniger Einfluss auf das Domänenverhalten als die Schichtspannung, die auf die magnetische Schicht wirkt. Die Strukturierung mit Lift-off ist aufgrund der unregelmäßigen Kanten und der Veränderung der Schichtdicke der Lagen trotzdem ungünstig. Alternative zukünftige Strukturierungen könnten mit Kombinationen aus Lift-off- und IBE-Technologie erfolgen.



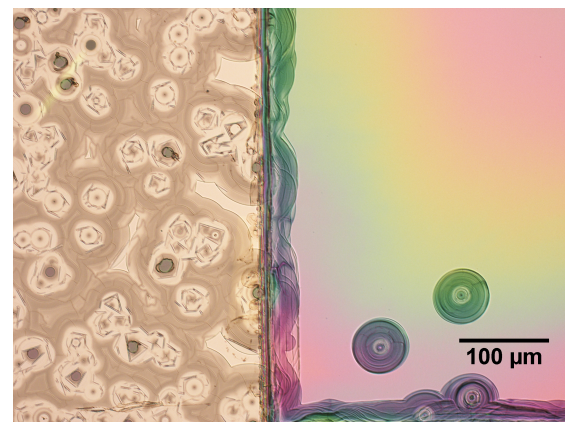
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung 5.11: a) Foto der Rückseite eines 5 cm x 5 cm Chips mit $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}}) \times 20$ und Lackmaske nach 25 min in Chromätzlösung. b) Bereich C2 nach 25 min in Chromätzlösung, die Struktur ist sauber und ohne Unterätzung freigelegt. c) Bereich D1 nach 25 min in Chromätzlösung, unsauberes Ätzbild geprägt durch viele kreisförmige Ätzlöcher. Nach weiteren 5 min in Cr-Ätzlösung ist die Struktur frei, aber stark unterätzt. d) Bereich D5 nach 37 min in Chromätzlösung, trotz der längeren Ätzzeit kann die Struktur nicht freigelegt werden. Unsauberes Ätzbild mit ineinander verschränkten Ätzlöchern und starker Unterätzung der Fotolackmaske.

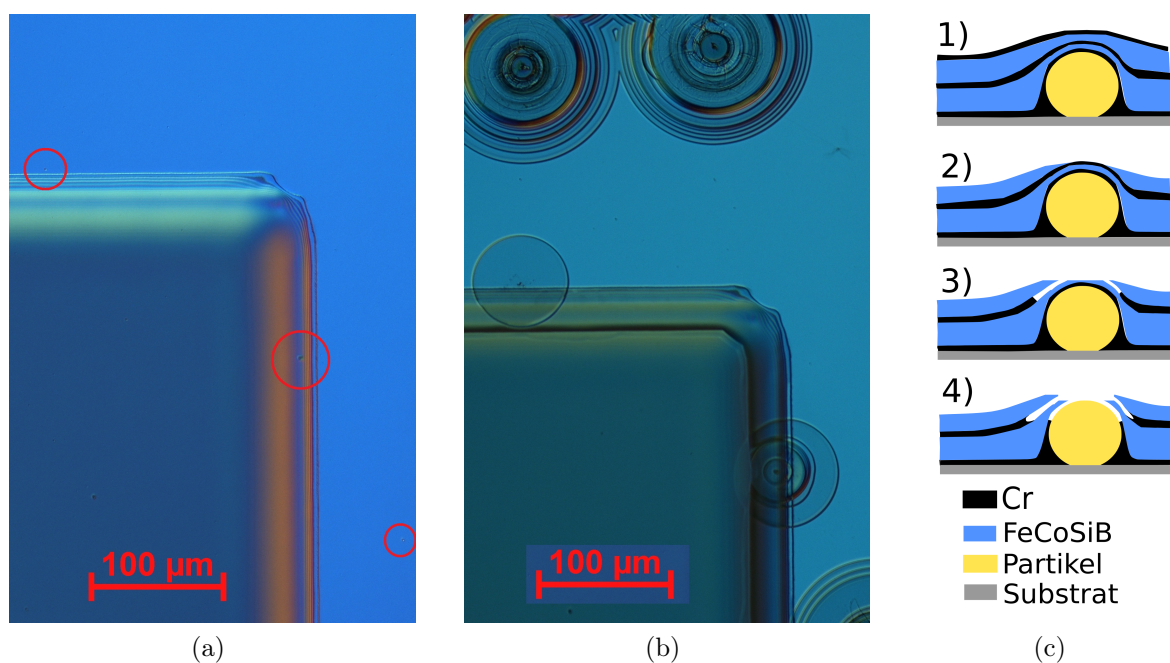
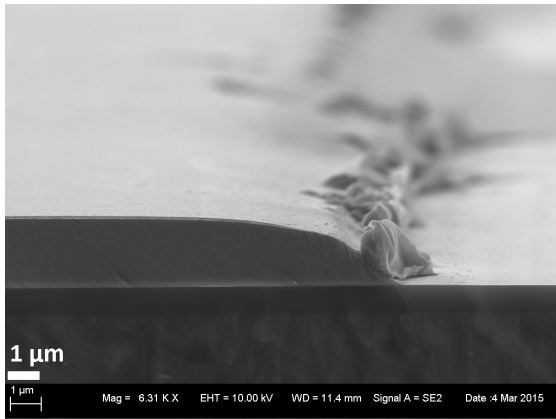
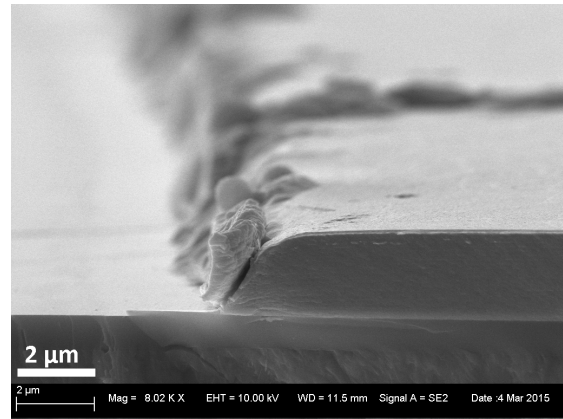


Abbildung 5.12: a) Mikroskopbild einer FeCoSiB-Cr-Multilage auf der Rückseite einer Polysilizium-Membran mit Fotolackmaske, in rot gekennzeichnete Partikel, b) Ätzbild nach 20 min in Cr-Ätzlösung; die Ätzlöcher starten an den gekennzeichneten Partikeln und sind geprägt von konzentrischen Kreisen. c) Prinzipskizze des Ätzverhaltens mit einem Partikel von 200 nm Durchmesser, entsprechend der im REM beobachteten Partikelgröße. 1) Der Partikel stört den Schichtaufbau einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}}) \times 2$ -Multilage, 2) nach dem Ätzen der obersten Chromlage und teilweisen Ätzung der FeCoSiB Lage wird an den Partikeln die nächste Chromlage freigelegt, 3) galvanisch begünstigtes Ätzen und Unterätzen der zweiten Chromlage, 4) Durchbruch zur nächsten Chromlage und weitere konzentrische Unterätzung der FeCoSiB-Schichten.



(a)



(b)

Abbildung 5.13: REM-Aufnahmen von Lift-off-Kanten von einer $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}} / \text{Cr}_{5\text{nm}}) \times 20$ -Multilage auf der Rückseite einer $50 \mu\text{m}$ Polysilizium-Membran. Das Seitenverhältnis von Schichtdicke zu Verjüngungsbereich beträgt ca. 1:3. Unabgehobene Filmreste verbleiben teilweise an den Kanten. Die REM-Aufnahmen wurden von Andre Piorra angefertigt.

Waferseite	Rückseite	Oberseite		
Aufnahme Bereich	500 nm x 500 nm	1 μm x 1 μm	10 μm x 10 μm	50 μm x 50 μm
$T = 25 \mu\text{m}$	$0,36 \pm 0,18 \text{ nm}$	$0,53 \pm 0,1 \text{ nm}$	$2,12 \pm 1,15 \text{ nm}$	-
$T = 50 \mu\text{m}$	$0,25 \pm 0,1 \text{ nm}$	$1,28 \pm 0,48 \text{ nm}$	$2,0 \pm 0,7 \text{ nm}$	$5,08 \pm 2,66 \text{ nm}$

Tabelle 5.4: Per AFM bestimmte Rauigkeitswerte (RMS-quadratischer Mittelwert) der Rückseite und der Oberseite der $T = 25 \mu\text{m}$ bzw. $T = 50 \mu\text{m}$ dicken Polysilizium-Membran, inklusive der jeweiligen Oxidschicht. Für die glatte Rückseite konnten keine AFM-Bilder größer $500 \text{ nm} \times 500 \text{ nm}$ angefertigt werden.

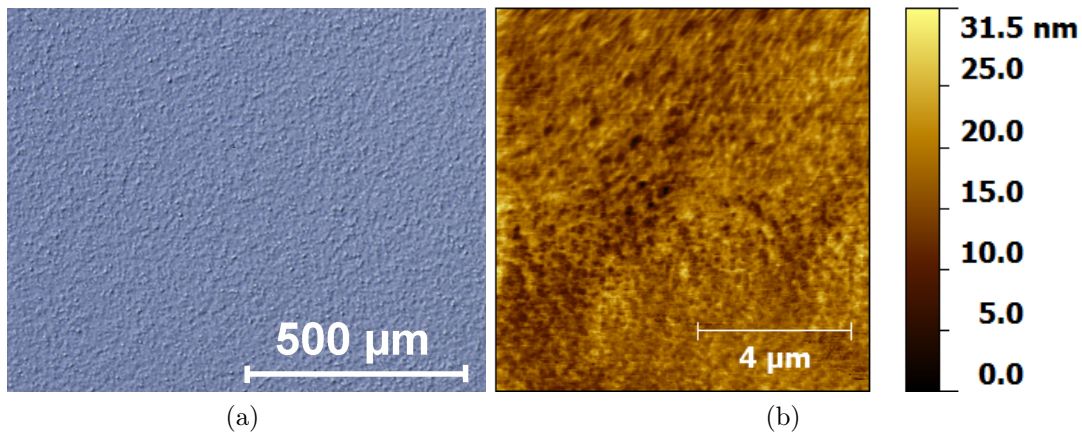


Abbildung 5.14: a) Mikroskop- bzw. b) AFM Aufnahme der Oberseite eines SOI-Wafers mit $50 \mu\text{m}$ Polysilizium. AFM- Aufnahme im Kontaktmodus.

Rauigkeiten der Polysilizium-Membran

Wie in Kapitel 4.2 beschrieben, hat die Substratrauigkeit einen großen Einfluss auf die Qualität der magnetischen Phase. Die Rückseite der Polysilizium-Membran, inklusive der thermischen Oxidschicht, ist geprägt von der Rauheit des polierten Siliziumsubstratwafers und zeichnet sich durch eine sehr geringe Rauheit von $0,25 \text{ nm}$ bis $0,54 \text{ nm}$ aus (RMS-Wert). Die Oberseite der Polysilizium-Membran inklusive der TEOS-Oxid-Schicht weist eine deutlich größere Rauheit auf, die bereits im Mikroskop erkennbar ist, siehe Abbildung 5.14. Die aus AFM⁵-Aufnahmen bestimmten Rauigkeitswerte der Polysilizium-Membran sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst, ein exemplarisches AFM-Bild ist in 5.14 gegeben.

⁵AFM: engl. atomic force microscopy: Rasterkraftmikroskop

5.3 Magnetoelektrische Sensoreigenschaften

Die magnetoelektrischen Eigenschaften der Sensoren werden beginnend mit den magnetischen Eigenschaften und deren Auswirkungen auf die magnetische Modulation erläutert. Die Ergebnisse werden zum Stand der Technik hinsichtlich der magnetischen Modulation verglichen.

Im Folgenden werden die Einflüsse der Geometrie, Operation im Vakuum oder Atmosphärendruck und die Einflüsse der Elektrodenform auf den Qualitätsfaktor, die magnetoelektrische Sensitivität, das Rauschverhalten und anschließend auf die magnetische Auflösungsgrenze (LOD) diskutiert. Die Ergebnisse werden zum Stand der Technik hinsichtlich der Sensitivität und des LOD in Resonanz verglichen.

Die ΔE -Eigenschaften der Sensoren sind im Abschnitt 5.4 dargestellt.

5.3.1 Einfluss von Filmspannung auf die magnetische Anisotropie

Die magnetischen und somit magnetoelektrischen Eigenschaften der Sensoren werden von den Schichtspannungen der einzelnen Phasen beeinflusst. Die intrinsischen Schichtspannungen im abgeschiedenen Zustand betragen für die $(\text{FeCoSiB}_{100\text{nm}}/\text{Cr}_{5\text{nm}})_{\times 20}$ -Multilage 86 ± 50 MPa auf $300 \mu\text{m}$ oxidierten Siliziumwafern und 21 ± 17 MPa auf der Polysilizium-Membran. Die thermischen und intrinsischen Schichtspannungen der AlN-Schicht wurden während der Zeit der Arbeit von E. Yarar optimiert. Ausführliche Informationen zur Optimierung des AlN-Prozesses finden sich in Yarar et al. [53]. Durch Reduzierung des Sputterdruckes und Erneuerung des Targets konnte die Schichtspannung der AlN-Schicht von ca. 600 MPa auf ca. -60 MPa reduziert werden. Damit ist für einen Großteil der Sensoren die Schichtspannung des AlN größer als die der FeCoSiB-Cr-Multilage. Zudem variierte die Schichtspannung des AlN über den $5 \text{ cm} \times 5 \text{ cm}$ Chip, siehe Abbildung 5.16a. Die Auswirkung der unterschiedlichen Schichtspannung ist in Abbildung 5.15 für Sensoren nach AlN-Variante 1⁶ veranschaulicht.

Nach dem Ätzen des Trägerwafers und der Freilegung der Polysilizium-Membran wölbt sich die Membran um dh_{ALN} durch Zugspannung im AlN nach unten. Auf diese rundum geklemmte Membran wird die magnetostriktive Multilage gesputtert, welche ihrerseits ebenfalls unter leichter Zugspannung steht und zu einer Reduktion der Wölbung führt. Nach dem Freilegen des Biegebalkens und dem damit einhergehenden Wegfall der Klemmung biegt sich der Balken nach oben, da die Schichtspannung des AlN größer ist als die der FeCoSiB-Cr-Multilage. Dadurch wird die FeCoSiB-Cr-Multilage unter zusätzliche Zugspannung gesetzt. Die positive Magnetostriktion der FeCoSiB Phase führt im Zusammenspiel mit der Zugspannung dazu, dass die magnetische Anisotropie verzerrt wird. Die leichte Achse der magnetischen Phase, die während des Sputterns entlang der kurzen Achse des Biegers durch ein angelegtes Magnetfeld von 100 Oe eingepreßt wird⁷, verkippt in Richtung der langen Achse. Temperung bei $240 \text{ }^\circ\text{C}$ im Magnetfeld (1 kOe) parallel zur kurzen

⁶ AlN-Variante 1: magnetostriktive Phase auf der Rückseite des Substrates

⁷ Winkel zwischen leichter Achse und kurzer Achse $0^\circ \pm 5^\circ$

Achse des Biegers kann die ursprüngliche Anisotropie teilweise wiederherstellen und führt zu einer Reduktion der Krümmung des Biegebalkens, so dass die Dehnung der magnetischen Phase abnimmt. Der intrinsische Spannungszustand des AlN wird durch das Tempern in diesen Temperaturbereich nicht beeinflusst.

Die Auswirkung der Filmspannung des AlN auf die resultierende magnetische Anisotropie, den piezomagnetischen und die magnetoelektrischen Koeffizienten ist in Abbildung 5.16 und 5.17 anhand eines 5 cm Chips mit 25 μm Polysilizium dargestellt. Die Zugspannung des AlN ist in der Mitte des Chips (5.16a) am größten und nimmt zu den Rändern ab, dargestellt anhand der Durchbiegung der Polysilizium-Membran. Die freigelegten Biegebalken sind nach oben gekrümmt, die magnetische Anisotropie ist verzerrt. Magnetisches Tempern reduziert die Spannung und die Auslenkung des Biegebalkens auf dh_T , wobei die Reduktion der Filmspannung parallel zur Zugspannung des AlN in der Mitte des Chips geringer ist als am Rand des Chips (Abbildung 5.16a, 5.16b).

Eine Berechnung der resultierenden Schichtspannungen in der magnetischen Phase aus dh_T ist schwierig, da die Endauslenkung dh_T aus dem Gleichgewicht zwischen dem Spannungszustand im AlN und dem getemperten FeCoSiB resultiert. Wäre nur AlN für die Krümmung des Polysiliziumbalkens verantwortlich, würden auf die magnetische Phase bei einer Auslenkung von $-60 \mu\text{m}$ eine Druckspannung von -190 MPa und für $dH_T = 30 \mu\text{m}$ eine Zugspannung von 60 MPa wirken. Zu beachten ist, dass durch die einseitige Klemmung des Balkens der Krümmungsradius und somit die Filmspannung der magnetischen Schicht über die Länge des Biegebalkens variiert, so dass $dh_T = 0$ nicht für einen spannungsfreien Biegebalken stehen muss.

Der Einfluss der verbleibenden Schichtspannung auf die magnetischen Eigenschaften ist in Abbildung 5.17 zusammengefasst. Die Daten sind für die 1 mm und 2 mm breiten Sensoren getrennt dargestellt, da die Breite der Sensoren die Anisotropiefeldstärke beeinflusst. Die 2 mm breiten Sensoren sind magnetisch härter als die 1 mm breiten Sensoren, was anhand des höheren optimalen Haltefeldes und des niedrigeren piezomagnetischen Koeffizienten erkennbar ist, Abbildungen 5.17. Die Ursache hierfür wird unabhängig vom Einfluss

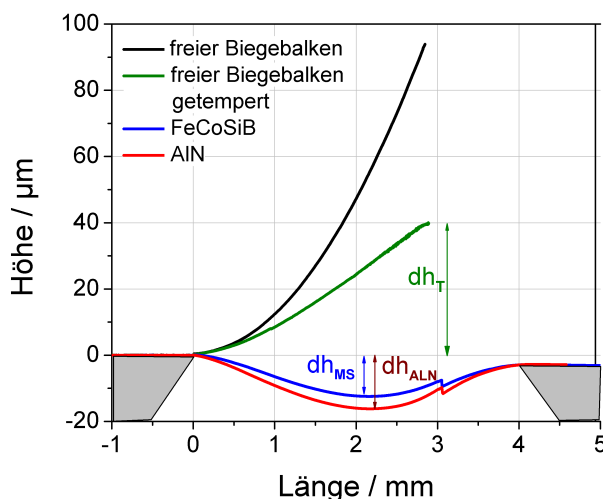


Abbildung 5.15: Profil einer 25 μm Polysilizium-Membran mit, rot: 2 μm AlN, blau: 2 μm FeCoSiB-Cr-Multilage auf der Rückseite, schwarz: Profil des freigelegten Biegebalkens vor und grau: nach der Magnetfeld-Temperatur bei 240 $^{\circ}\text{C}$, 1 kOe. Der Trägerwafer ist zur Verdeutlichung grau angedeutet.

der verbleibenden Filmspannung in Abschnitt 5.3.5 diskutiert.

In Abbildung 5.17a sind die Magnetostruktionskurven⁸ entlang der kurzen und langen Achse zweier Sensoren gezeigt, deren Endauslenkung dh_T nach dem magnetischen Tempern $+15\ \mu\text{m}$, bzw. $-30\ \mu\text{m}$ beträgt. Für positive Auslenkungen dh_T dominiert die Schichtspannung des AlN. Trotz Temperns ist die magnetische Anisotropie nicht parallel zur kurzen Achse des Biegers, die Magnetostruktion und der piezomagnetische Koeffizient entlang der langen Achse sind gering. Verbleibende Zugspannung in der magnetischen Phase können dieses Verhalten erklären.

Für geringere AlN-Schichtspannungen (zunehmende negative Auslenkungen dh_T) dominiert der Einfluss der magnetischen Temperatur, die Anisotropie ist besser ausgerichtet, die Magnetostruktion entlang der langen Achse nimmt zu. Das optimale Haltefeld H_{opt} , für das der piezomagnetische und der magnetoelektrische Koeffizient maximal ist, steigt nur geringfügig mit abnehmenden dh_T an, was durch Druckspannung in der magnetischen Schicht erklärbar wäre, dominiert aber nicht den piezomagnetischen Koeffizienten, der mit negativer Auslenkung dh_T ansteigt (Abbildung 5.17b).

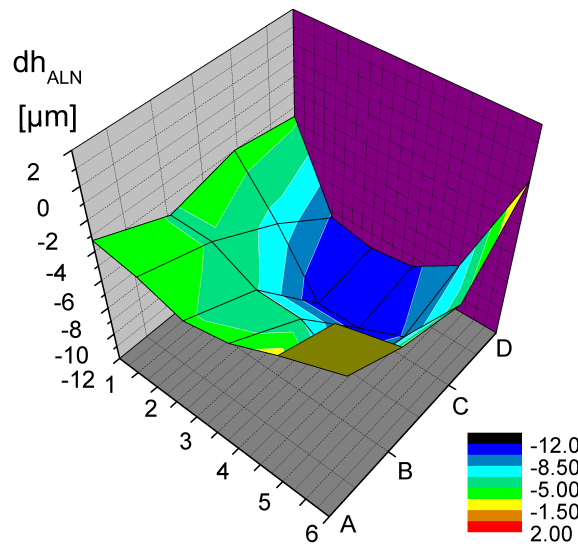
Der magnetoelektrische Koeffizient steigt erwartungsgemäß proportional mit dem piezomagnetischen Koeffizienten, siehe Abbildung 5.17d. Die Daten zum magnetoelektrischen Koeffizienten sind hierbei von den verschiedenen Elektrodengeometrien überlagert. Trotzdem ist der Einfluss der AlN-Schichtspannung erkennbar (Abbildung 5.16c). Die Schichtspannung hat keinen erkennbaren Einfluss auf den Qualitätsfaktor der ME-Sensoren (Abbildung 5.16d).

Für Sensoren nach AlN-Variante 2⁹ führt die dominierende Zugspannung des AlN zur Kompression des FeCoSiB. Die leichte Achse ist besser entlang der kurzen Achse ausgerichtet, aber mit zunehmender Druckspannung wird die Schicht härter (H_{opt} steigt an), der piezomagnetische Koeffizient db/dH^{max} und der magnetoelektrischer Koeffizient α_{ME} sinken entsprechend.

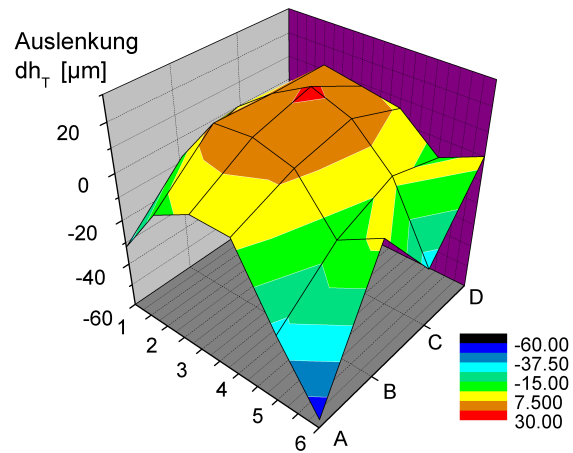
Wie in Abschnitt 2.1.1 erläutert, bedeutet eine leichte spannungsinduzierte Verzerrung der Anisotropie nicht immer einen niedrigen piezomagnetischen Koeffizienten. Durch die Verzerrung der Anisotropie hat die Filmspannung der AlN- und FeCoSiB-Schicht dagegen einen starken Einfluss auf die Domänenkonfiguration und somit auf die magnetische Auflösungsgrenze für niederfrequente Felder, die mit magnetischer Modulation gemessen werden.

⁸Berechnung des magnetostruktive Kopplungskoeffizient b nach Formel 3.12, siehe Abschnitt 3.3.2 zur Genauigkeit

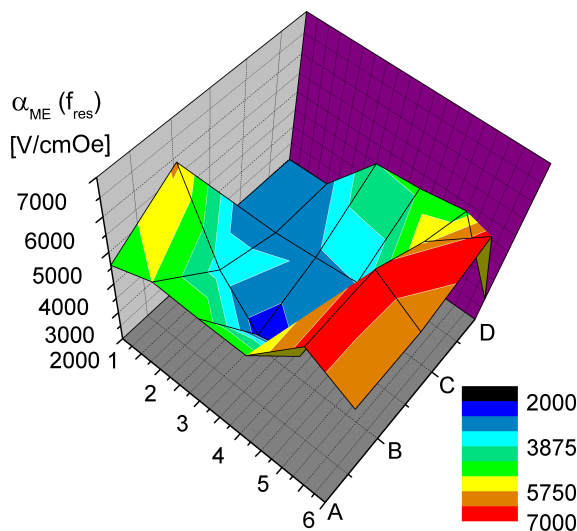
⁹AlN-Variante 2: Magnetostruktive Phase und AlN auf der Oberseite der Biegebalken



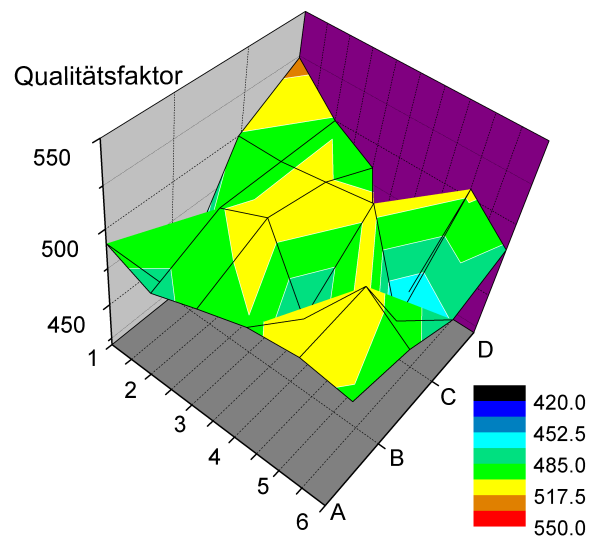
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung 5.16: a) Auslenkung der Membran dh_{ALN} über einen $5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ Chip, visualisiert die Variation der ALN-Schichtspannung. Siehe Abbildung 5.4 für Benennungsmatrix A-D, 1-6. b) Auslenkung des Biegebalkens dh_T über den $5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ Chip, positive Werte sind mit geringen, negative Werte mit hohen piezomagnetischen Koeffizienten verknüpft c) Magnetoelektrischer Koeffizient $\alpha_{ME}(f_{res})$ über dem Chip d) Qualitätsfaktor über dem Chip.

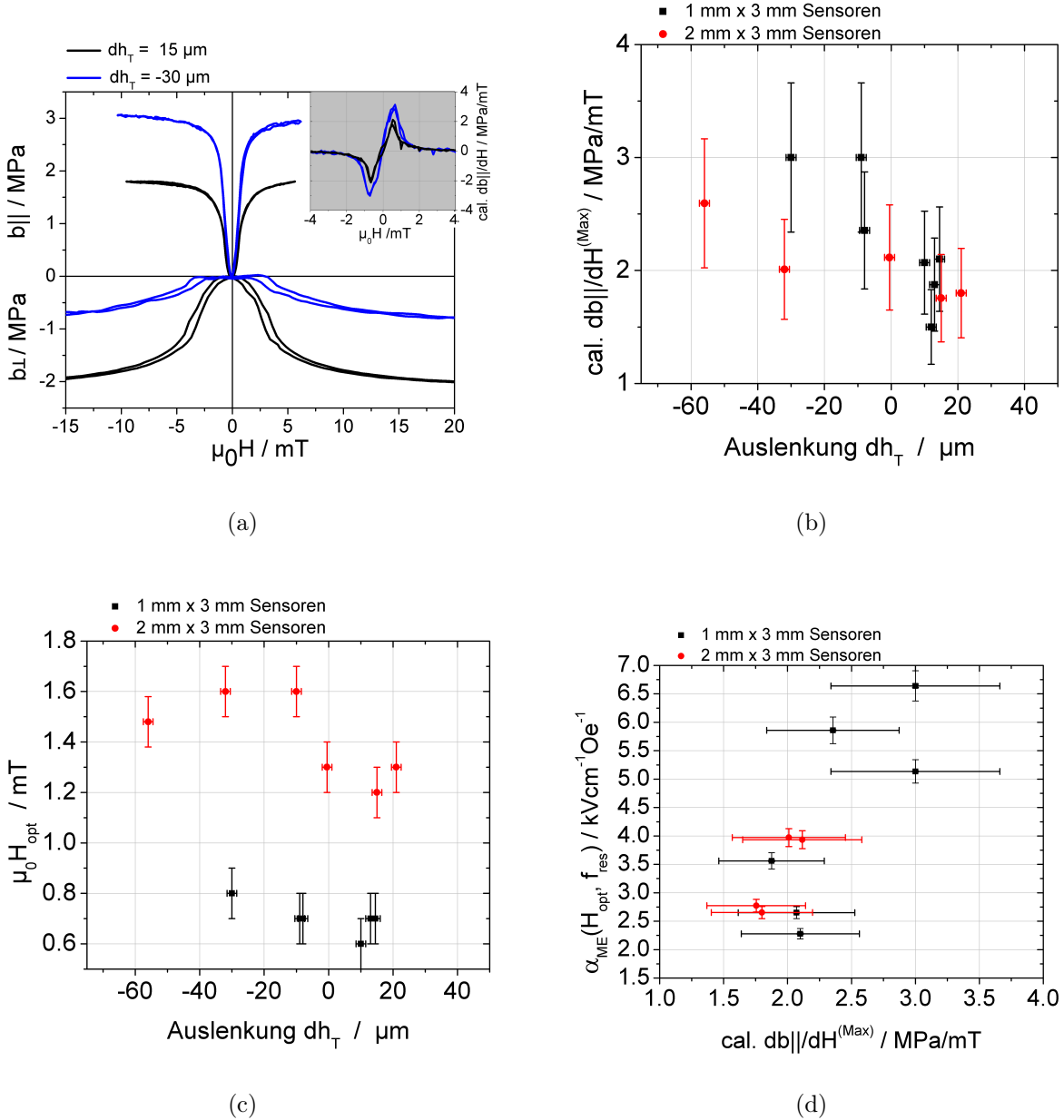


Abbildung 5.17: a) Magnetoelastischer Kopplungskoeffizient b entlang der kurzen und langen Achse zweier getemperter 1 mm breiter Sensoren mit verbleibender Zug- (positives dh_T) bzw. Druckspannung (negatives dh_T). Inset: $db_{||}/dH$ entlang der langen Achse des Sensors. b) $db_{||}/dH^{\text{max}}$ gegenüber der verbleibenden Filmspannung für Sensoren mit Breite 1 mm und 2 mm. c) magnetisches Haltefeld H_{opt} gegen Auslenkung dh_T für Sensoren mit Breite: 1 mm und 2 mm. d) Magnetoelektrischer Koeffizient in Resonanz bei optimalem Haltefeld α_{ME} gegenüber $db_{||}/dH^{\text{max}}$, der Einfluss der verschiedenen Elektrodengeometrien ist überlagert. (Berechnung von b nach Formel 3.12, siehe Abschnitt 3.3.2 zur Genauigkeit.)

Sensor	Magnetfeld Temperung	magnetische Schicht	Filmspannung * [MPa]
A	nein	(FeCoSiB _{100nm} Cr _{5nm})x20	180
B	ja	(FeCoSiB _{100nm} Cr _{5nm})x20	200
C	nein	(FeCoSiB _{100nm} Cr _{5nm})x20	60
EB	ja	(Ta _{5nm} Cu _{3nm} MnIr _{8nm} FeCoSiB _{100nm})x10	270
EB2	ja	(Ta _{5nm} Cu _{3nm} MnIr _{8nm} FeCoSiB _{200nm})x5	-270

Tabelle 5.5: Sensoren für die magnetische Modulation, Polysilizium-Substrat 50 μm , Schichtdicke des AlN 2 μm , unterschiedliche Schichtspannungen im AlN, bedingt durch Änderung der Sputterparameter. Magnetfeldtemperung bei 240 °C, 30 min bei 1 kOe entlang der kurzen Achse. *Spannung, die auf die magnetische Phase wirkt, berechnet aus dem Krümmungsradius des Substrats (von der AlN-Schichtspannung gekrümmt) bzgl. des Krümmungsradius der Schicht nach dem Freiätzen des Biegebalkens (inkl. Temperung).

5.3.2 Magnetische Auflösungsgrenze durch magnetische Modulation

Wie in Abschnitt 2.3.2 beschrieben, wirkt das magnetische Modulationsfeld bei der Frequenzumsetzung entlang der langen Achse des Sensors. Weicht die magnetische harte Achse von der langen Achse ab, ist der Ummagnetisierungsprozess, der durch das Modulationsfeld erzeugt wird, von Domänenwandbewegung dominiert. Dieses Ummagnetisierungsrauschen erhöht das elektrische Rauschen in Resonanz. Die magnetische Auflösungsgrenze verschlechtert sich.

Der Einfluss des magnetischen Zustandes auf die magnetische Modulation ist im Folgenden anhand von fünf Sensoren (A, B, C, EB, EB2) dargestellt. Die Sensoren A-EB entsprechen der AlN-Variante 1 mit 50 μm Polysilizium Substrat und 2 μm AlN, Sensor EB2 folgt AlN-Variante 2 ¹⁰. Die AlN-Schicht weist unterschiedliche Filmspannungen auf, siehe Tabelle 5.5 und Abbildung 5.19. Anisotropie und Domänenkonfigurationen der magnetischen Schicht variieren entsprechend (Übersicht über die Domänenkonfiguration Abbildung 5.20). Die verschiedenen Ummagnetisierungsprozesse der Sensoren sind in Abbildung 5.21 anhand von MOKE Aufnahmen gegeben. Die strukturellen Eigenschaften der fünf Sensoren sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst.

Sensor A, die magnetfeldinduzierte Anisotropie ist von der, durch AlN-Spannung induzierten, Spannungsanisotropie überlagert. Die leichte Achse weicht von der kurzen Achse des Biegers ab. Die Anisotropie ist aufgrund der unterschiedlichen Krümmungen über den Bieger ungleichmäßig verteilt, nah der Klemmung beträgt die Abweichung zur kurzen (induzierten) Achse 24°, in der Mitte des Biegers 50°. Der Großteil der Probe (zumindest der obersten sichtbaren Schicht) ist eindomänig, nur nah der Klemmung und am Ende des

¹⁰ AlN-Variante 2: magnetostriktive Phase auf der Oberseite des Biegers mit AlN bedeckt. Keine MOKE Aufnahmen möglich.

Biegers sind Domänen sichtbar. Das Ummagnetisierungsverhalten der Probe für Felder entlang der langen Achse startet durch Domänenwandbewegung nah der Klemmung, wenige Domänenwände durchlaufen die gesamte Probe, siehe Abbildung 5.21.

Die Anisotropie des **Sensors B** im abgeschiedenen Zustand ist ähnlich stark verzerrt wie bei Sensor A. Die ursprüngliche Zugspannung, die vom AlN auf die magnetische Phase wirkt beträgt etwa 400 MPa. Durch Temperung im Magnetfeld kann die Spannung auf ca. 200 MPa reduziert und die Anisotropie nachträglich verbessert werden. Durch die dominierende AlN Spannung ist die Ausrichtung allerdings nicht vollständig. Wie in Abschnitt 4.2.3 beschrieben, führt die Temperung zu einer inhomogenen Spannungsverteilung, so dass insbesondere an den Kanten und am Ende die leichte Achse von der kurzen Achse abweicht. Die Ummagnetisierung entlang der langen Achse des Biegers ist damit am Rand besonders stark durch Domänenwandbewegungen geprägt, siehe Abbildung 5.21. In der Mitte der Probe, in der die Anisotropie kaum von der induzierten Achse abweicht, sind weniger Domänenwandbewegungen zu beobachten. Neben Rotation in den Domänen verändert sich teilweise auch die Domänenwandstruktur. Wie in Abbildung 5.18 skizziert, bestehen in Remanenz die Domänenwände aus kompensierten Néelwänden. Ein Feld entlang der harten Achse destabilisiert die Wand und verändert sie schließlich zu einer unkompensierten Néelwand.

Für **Sensor C** wurde die Filmspannung im AlN deutlich reduziert¹¹. Die Membran ist durch das AlN nicht verbogen. Durch die leichte Zugspannung im FeCoSiB, die sich aus dem Krümmungsradius des freien Balkens auf 60 MPa berechnet, ist der Biegebalken leicht um 1 µm verbogen, siehe Abbildung 5.19. Durch die Freilegung der Membran zum Biegebalken verändert sich der Krümmungsradius nicht, die magnetische Schicht behält ihre induzierte Anisotropie. Wie in Abbildung 5.20 ersichtlich, ist die leichte Achse parallel zur kurzen Achse. Am Rand ist keine Veränderung der Anisotropie erkennbar. Trotzdem kommt es am Rand während der Magnetisierung vermehrt zu Domänenwandbewegungen. Neben Domänenwandbewegungen ändert sich, wie bei Sensor B Mitte, auch die Domänenwandstruktur. Sensor C* stammt und aus der gleichen Charge wie Sensor C, weist sehr ähnliche Filmspannung und magnetische Anisotropie auf und wird im späteren Verlauf der Arbeit für Vergleiche herangezogen, da Sensor C nach langem Einsatz mechanisch beschädigt wurde.

Sensor EB, durch die Exchange-Bias-Kopplung zwischen MnIr und FeCoSiB ist der überwiegende Teil der Probe eindomänig. Die Ummagnetisierung erfolgt hauptsächlich durch Magnetisierungsrotati-

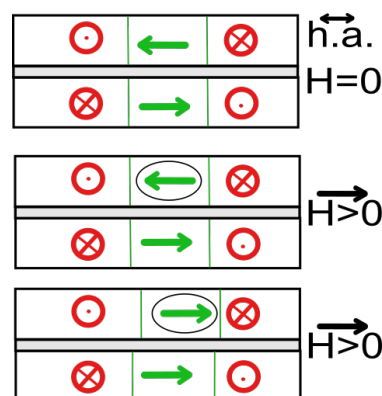


Abbildung 5.18: Doppellage aus ferromagnetischem Material mit nichtmagnetischer Trennschicht (grau), kompensierte Néelwand in grün skizziert.

¹¹Dank an Erdem Yazar, Sputterdruck 0,9 mbar, gereinigtes Target

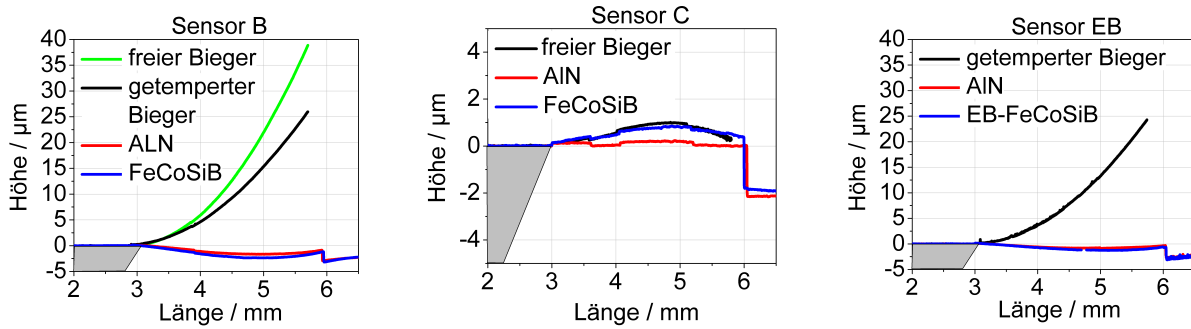


Abbildung 5.19: Sensoren B, C, und EB: Krümmung der Membran durch ALN- bzw. nach FeCoSiB-Abscheidung. Krümmung des freien Balkens durch Filmspannung in ALN und FeCoSiB, bzw. nach Magnetfeldtemperung. Man beachte die andere Skala für Sensor C.

on. Am Rand der Probe sind Domänenwände aus mehreren Lagen erkennbar (Abbildung 5.21), die Ummagnetisierung erfolgt auch durch Domänenwandbewegung. Als Ursache für die Bildung von Domänenwänden am Rand kommen mehrere Faktoren in Frage. Zum einen ist die Anisotropie am Rand ähnlich wie für Sensor B durch lokale Filmspannung verkippt. Des Weiteren stammt der Sensor aus frühen Chargen, so dass die magnetische Schicht durch die in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen Partikel gestört ist. Als eine weitere Ursache kommt die Qualität der Kanten in Frage. Die Schicht wurde mit Lift-off strukturiert, so dass am Rand die Schichtdicke der Einzellagen abnimmt und somit deren magnetisches Verhalten verändert.

Für Sensor EB2 können aufgrund des Schichtsystems keine MOKE-Aufnahmen angefertigt werden. Durch den anderen Schichtaufbau (magnetische Phase auf der Oberseite statt auf der Rückseite des Biegebalkens) ergibt sich eine Druckspannung in der magnetischen Phase. Aus der Magnetostruktionskurve zeigt sich, dass die Anisotropie trotzdem leicht von der angestrebten Achse verkippt ist. Die magnetische Schicht wurde mit IBE strukturiert, so dass die Schichtdicke der Einzellagen unbeeinflusst ist. Die laterale Rauigkeit der Kante kann wiederum einen Einfluss auf das magnetische Verhalten haben. Insgesamt ist der Sensor ähnlich zu den großen Sensoren von Röbisch et al. [31] und Lage et al. [42], so dass davon ausgegangen wird, dass das Domänenbild durch ausgeprägte zackenartige Domänen am Rand geprägt ist, die durch das dominierende Streufeld entstehen.

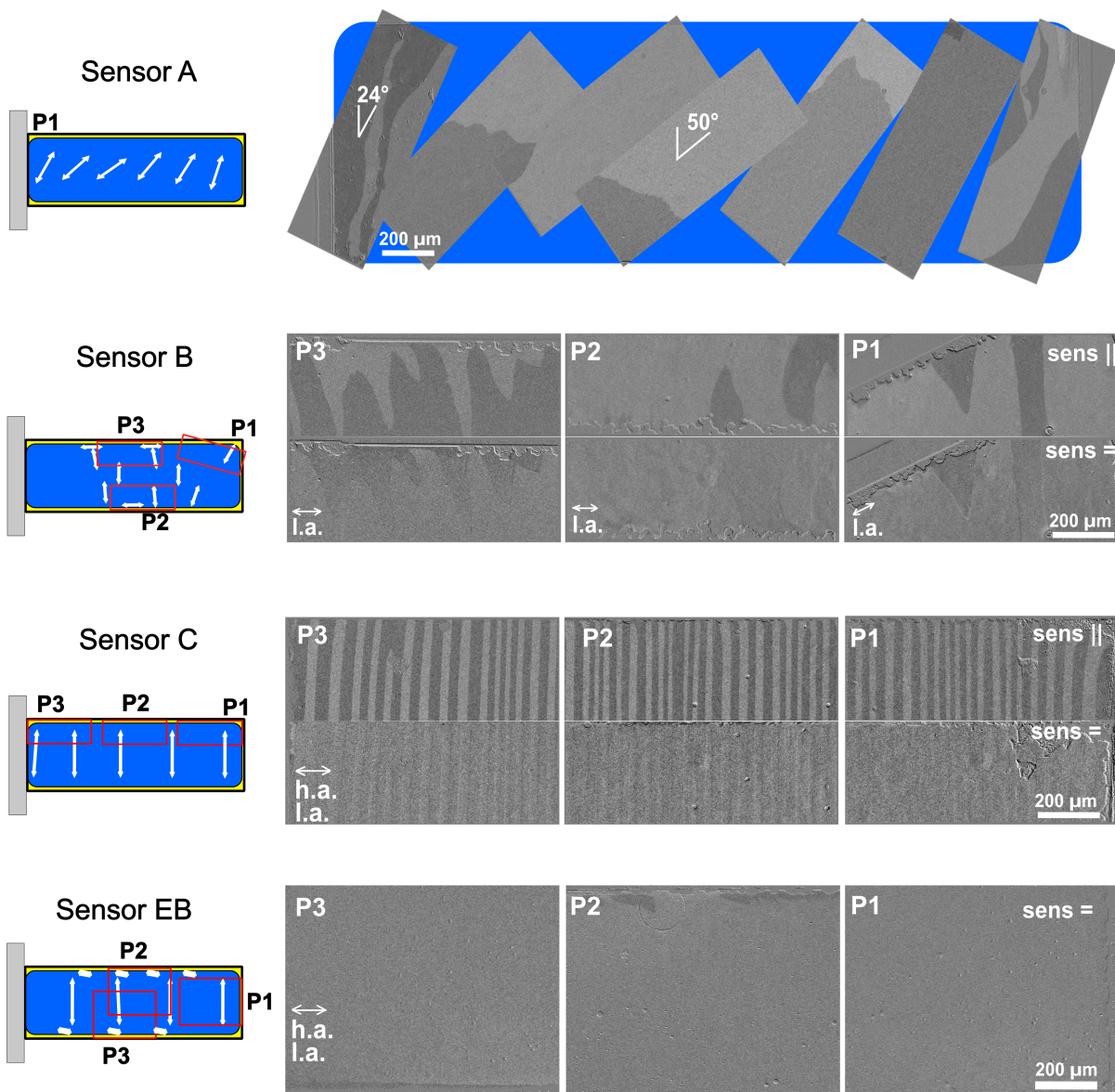


Abbildung 5.20: Domänenkonfigurationen der Sensoren A,B,C und EB: Sensor A: Lokale Demagnetisierungszustände entlang der harten Achse (h.a.), die weißen Pfeile indizieren MOKE-Sensitivität und die Verteilung der magnetischen leichten Achse. Sensor B und C: Verteilung der leichten Achse über den Sensor, Remanenz (B) bzw. demagnetisiert (C) entlang der dominierenden harten Achse. Sensor EB: Remanenz entlang der langen Achse (l.a.).

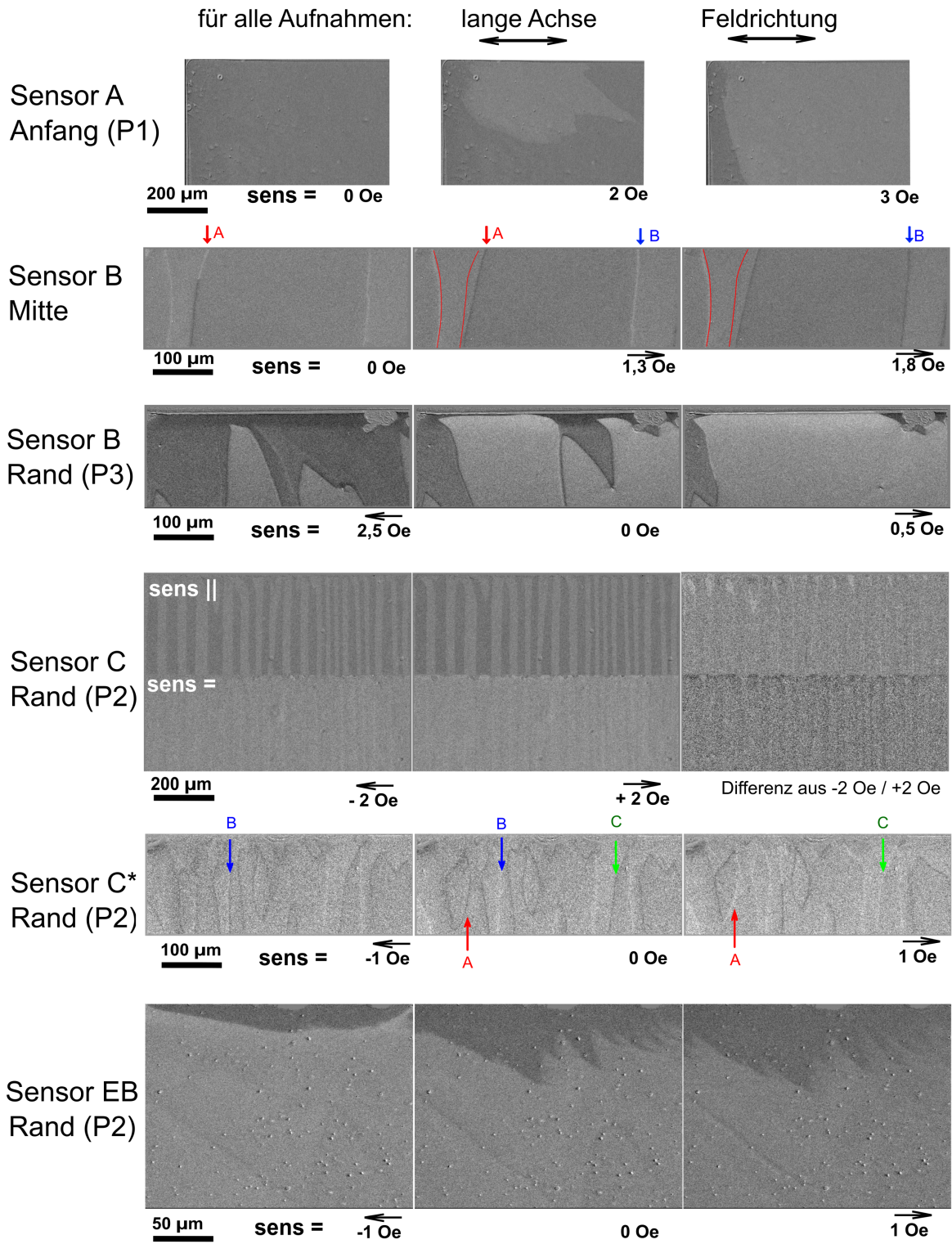


Abbildung 5.21: Ummagnetisierung entlang der langen Achse für A, B, C und EB. Sensor B Mitte: rote Linien markieren die Domänenwandposition in Remanenz. Sensor C* gleiche Charge wie C: Pfeile indizieren Veränderung der Domänenwandstruktur

Sensor	Abweichung e.a. zu s.a.	α_{ME} [kV cm ⁻¹ Oe ⁻¹]		approx. Rauschlevel [V]	
		in Resonanz	mit Mod.	in Resonanz	mit Mod.
A	24° bis 50°	10,3	1,2	$3 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-3}$
B	Rand: 90°, Mitte 0°	11,6	0,33	$4 \cdot 10^{-8}$	$7 \cdot 10^{-5}$
C	0°	8,9	0,48	$3 \cdot 10^{-8}$	$6 \cdot 10^{-6}$
EB	Rand: 90°, Mitte 0°	0,9	0,28	$2 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-6}$
EB2	-	-	0,76	$3 \cdot 10^{-8}$	$6 \cdot 10^{-6}$

Tabelle 5.6: Übersicht über die Sensoren. Abweichung leichte Achse (e.a.) zur kurzen Achse (s.a.), ME-Koeffizient in Resonanz bei optimalem Haltefeld und unter magnetischer Modulation (Mod.) für $H_{mod} = 2,3$ Oe, Frequenz $f_{mod} = 10$ Hz unterhalb der mechanischen Resonanz. Das Rauschlevel wurde per Lock-In-Verstärker gemessen.

Die magnetoelektrischen Eigenschaften der Sensoren sind in Tabelle 5.6 zusammengefasst. Die Sensoren A bis C weisen in Resonanz (7,5 kHz) hohe magnetoelektrische Koeffizienten von 8-11 kV cm⁻¹ Oe⁻¹ auf. Das Rauschlevel in Resonanz liegt bei 40 bis 60 nV (mehr unter Abschnitt 5.3.7), so dass die magnetische Auflösungsgrenze ca. 4 pT bis 5 pT beträgt (Messung per Lock-In-Verstärker - Vergleich Abschnitt 3.4 zur Einheit). Die magnetostruktive Phase der Sensoren EB und EB2 hat aufgrund der Exchange-Bias-Kopplung einen geringeren piezomagnetischen Koeffizienten, außerdem ist die Gesamtschichtdicke des Ferromagneten um den Faktor 2 geringer als bei den Sensoren A bis C. Daher ist der magnetoelektrische Koeffizient und die entsprechende Auflösungsgrenze (LOD) in Resonanz geringer (Sensor EB: 0,9 kV cm⁻¹ Oe⁻¹, LOD ca. 35 pT).

Die verschiedenen Ummagnetisierungsprozesse wirken sich stark auf das Spannungsrauschen bei der magnetischen Modulation aus. Zum Vergleich wurden alle Sensoren mit dem gleichen Modulationsfeld $H_{mod} = 2,3$ Oe entlang der langen Achse 10 Hz unterhalb der mechanischen Resonanz des Sensors betrieben.

In Abbildung 5.23a ist die Sensorspannung gegenüber dem zu messenden Feld aufgetragen und in Tabelle 5.6 zusammengefasst. Die Sensitivitäten der Sensoren unter Modulation betragen 1,2 kV cm⁻¹ Oe⁻¹ bis 0,28 kV cm⁻¹ Oe⁻¹. Abweichungen in der Form der Magnetostruktionskurve, die durch die unterschiedlichen Anisotropiezustände herrühren, führen zu den Unterschieden in der Sensitivität. Die Sensitivität unter Modulation bzgl. des zu messenden Feldes ist deutlich geringer als Resonanz, da das Modulationsfeld mit 2,3 Oe nicht dem theoretischen Optimum entspricht (siehe Theorieteil 2.3.2). Höhere Modulationsfelder sind hinsichtlich des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses nicht sinnvoll, technisch aufwendiger und wurden daher nicht vermessen.

Die Unterschiede im Rauschniveau sind größer als die Unterschiede in den Sensitivitäten und belegen den Einfluss der verschiedenen Ummagnetisierungsprozesse, die in Abbildung 5.21 dargestellt wurden. Mit Reduzierung der AlN-Schichtspannung und damit einhergehender Verbesserung der magnetischen Anisotropie und geringeren Domänenwandbewe-

gung sinkt das Rauschlevel um den Faktor 300 von $2 \cdot 10^{-3}$ V (Sensor A) auf $6 \cdot 10^{-6}$ V (Sensor C), bei einer Reduzierung der Sensitivität um den Faktor 2,5. Im Vergleich zur Resonanz ist das Rauschniveau unter Modulation im günstigsten Fall um den Faktor 200 erhöht. Sensor EB2 mit Exchange-Bias-Schicht (EB-FeCoSiB 200nm x 5) weist das gleiche Rauschniveau auf wie Sensor C, obwohl die aktive magnetostruktive Schichtdicke halb so groß ist, die magnetische Schicht mit IBE strukturiert wurde und durch das Exchange-Bias weniger Domänenwände zu erwarten sind. Für Sensor EB (EB-FeCoSiB 100nm x 10) ist trotz Partikelproblem und Lift-off-Kante das Rauschniveau geringer ($1 \cdot 10^{-6}$ V) und im Vergleich zur Resonanz nur um den Faktor 50 erhöht.

Die in Abbildung 5.23a gegebenen Auflösungsgrenzen gelten nur für ein Modulationsfeld von 2,3 Oe, das nicht zu einem optimalen Signal-zu-Rausch-Verhältnis führt. Für wesentlich geringere Modulationsfelder von 0,2 Oe ist das Rauschen deutlich reduziert und schwankt zwischen $5 \cdot 10^{-8}$ V und $2 \cdot 10^{-7}$ V. Durch gleichzeitig geringere Sensitivität liegt die magnetische Auflösungsgrenze für die Sensoren bei 0,9 nT bis 2 nT. Der geringe Rauschanstieg im Vergleich zur Resonanz macht deutlich, dass kaum Ummagnetisierungsrauschen auftritt. Domänenwandbewegungen konnten für diese geringen Felder im MOKE nicht beobachtet werden (sind aber nicht ausgeschlossen), so dass der Unterschied zwischen den verschiedenen magnetischen Zuständen nicht offensichtlich wird.

Für den Vergleich der magnetischen Zustände in Abbildung 5.21 und dem Rauschniveau unter magnetischer Modulation muss beachtet werden, dass die MOKE-Aufnahmen nur das Verhalten der obersten, teilweise zweiten Lage detektieren können. Die unteren Lagen tragen aber auch zum Rauschen bei und können in ihrer Domänenstruktur abweichen. Des Weiteren sind die Aufnahmen statisch, also nicht nahe der mechanischen Resonanzfrequenz des Sensors, wie im Falle der magnetischen Modulation. Durch die mit der Resonanz verbundene Auslenkung des Biegebalkens ist zu erwarten, dass inverse Magnetostruktionseffekte zusätzlich zum Ummagnetisierungsprozess beitragen. Unter Berücksichtigung dessen, ist trotzdem deutlich, dass wenige Domänenwände, die durch die gesamte Probe laufen, zu höherem Rauschen führen (Sensor A) als viele Domänenwände, die sich nur geringfügig bewegen und verändern (Sensor C). Des weiteren zeigt sich der starke Einfluss der Kanten, an denen durch die magnetoelastische Veränderung der Anisotropie besonders viel Domänenwandbewegung auftritt. Wie für Sensor C gezeigt, führt nicht nur Domänenwandbewegung, sondern auch die Veränderung der Domänenwandstruktur zu einem Rauschanstieg im ME-Sensor. Somit ist ein eindomäniger Zustand der magnetischen Schicht erstrebenswert für magnetisch modulierte ME-Sensoren. Ein eindomäniger Zustand kann trotz geringer Filmspannung (Sensor C) und glattem Substrat für den Multilagen-Ansatz mit 20 Lagen nicht erreicht werden. Eine Ursache dafür liegt unter anderem im FeCoSiB selbst. Die Anisotropie beruht im Fall von amorphen Ferromagneten wie FeCoSiB auf einer magnetfeldinduzierten Nahordnung der Atome. Eine uniaxiale Anisotropie lässt sich zwar einprägen, lokal gesehen kann die Anisotropie aber fluktuieren. Für den Ummagnetisierungsprozess entlang der harten Achse bedeutet dies, dass ähnlich wie für polykristalline Materialien eine riffelartige Struktur entsteht [34]. Kommend aus magnetischer Sättigung, zerfällt die einheitlich

magnetisierte Struktur ab ca. 10 Oe in viele feine wellenartige Domänen (siehe Abbildung 5.22).

Einerseits gibt es durch die uniaxiale Anisotropie für die Magnetisierung keine Vorzugsrichtung für die Rotation (Drehung „rechts“ oder „links“ herum), so dass sich Domänen bilden. Andererseits kann die lokale Anisotropie von der globalen harten Achse leicht abweichen, so dass die Bildung von Domänen begünstigt wird. Die raue Kante, die durch den Lift-off-Prozess bedingt ist, kann ebenfalls als Nukleationszentrum für Domänenwände dienen. Allerdings zeigen auch nasschemisch strukturierte Doppellagen mit sehr gleichmäßigen Kanten diese riffelartige Struktur (Abbildung 4.4 aus Abschnitt 4.2.2), so dass der Kanteneffekt nicht Hauptursache sein kann.

Die Domänen annihilieren mit abnehmendem Feld gleichmäßig, bis sich relativ großflächige Domänen im Remanenzzustand ausbilden. Mit zunehmendem Feld verfeinert sich ab ca. 0,6 Oe die Domänenstruktur wieder, wobei die Aufteilung der Domänen an den Kanten beginnt. Wie bei den Einzellagen ist die Domänenwanddicke kommend von Sättigung höher als aus der Remanenz, so dass leicht unterschiedliche Permeabilitäten auftreten. Eine weitere Verbesserung der Domänenstruktur und somit Reduzierung des Rauschens für ME-Sensoren ist für die FeCoSiB-Cr Multi-lagen aus diesem Grund nicht zu erwarten.

Eine bessere Alternative stellen die Exchange-Bias-Schichten dar. Durch die zusätzliche Anisotropiekomponente der Exchange-Bias-Kopplung zerfällt die Magnetisierung nicht in eine riffelartige Struktur, da die Richtung der Magnetisierungsrotation durch die unidirektionale Komponente des Exchange-Bias-Systems vorgegeben ist. Problem in bisherigen Exchange-Bias-Systemen ist die unidirektionale Anisotropie aller Lagen. Das Streufeld steigt mit Lagendicke und Gesamtschichtdicke an, bis die Anisotropiekomponente der Exchange-Bias-Kopplung dominiert wird und Domänenwände entstehen [31]. Vermutlich ist aus diesem Grund das Rauschen des Sensors EB2 (EB-FeCoSiB 200nm x 5) gegenüber Sensor EB (EB-FeCoSiB 100nm x 10) erhöht. Für zukünftige Exchange-Bias-Schichten werden andere Schichtfolgen nötig sein. Wie stark die Auswirkung von Filmspannung, Kantenqualität und Substratrauheit ist, wird zu überprüfen sein. Voraussichtlich müssen für die Strukturierung der magnetischen Schicht Alternativen gefunden werden, da der bisherige Lift-Off-Prozess die Schichtdicke der Einzellagen am Rand reduziert und die Exchange-Bias-Kopplung von der Schichtdicke der funktionellen Schichten abhängt.

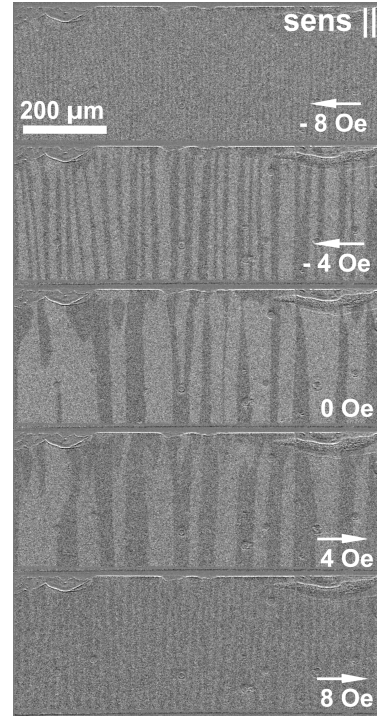


Abbildung 5.22: Sensor C*, Ummagnetisierung entlang der langen harten Achse P2.

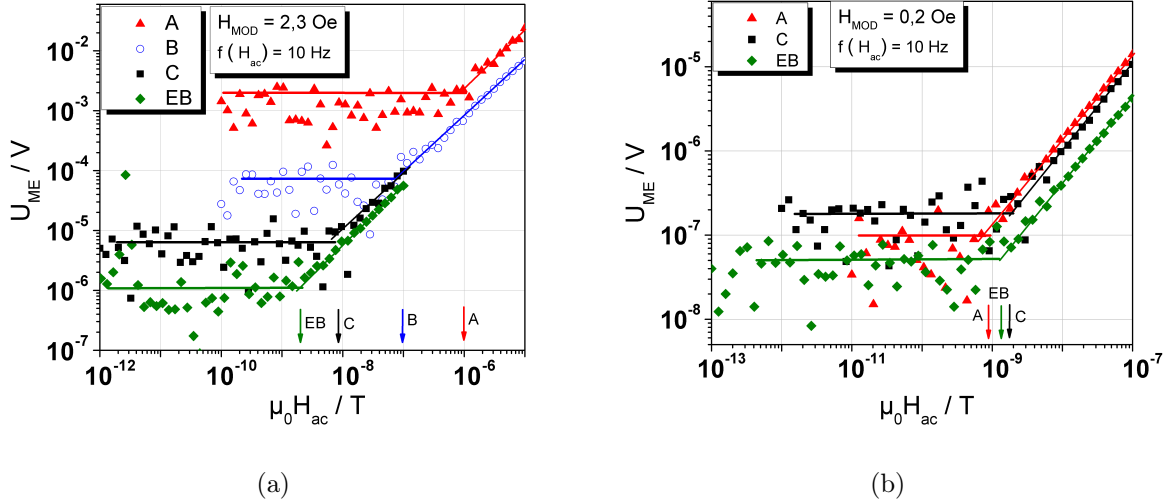


Abbildung 5.23: Sensorspannung gegenüber Magnetfeld ($f(H) = 10 \text{ Hz}$), gemessen mit magnetischer Modulation a) mit $H_{mod} = 2,3 \text{ Oe}$, b) mit $H_{mod} = 0,2 \text{ Oe}$ entlang der langen Achse, 10 Hz unterhalb der mechanischen Resonanz der Sensoren A, B, C, EB. Linien dienen als optische Führung für Rauschniveau und Sensitivität, Pfeile indizieren magnetische Auflösungsgrenze. Messung per Lock-In-Verstärker.

Im Vergleich zu den großskaligen Sensoren aus der bisherigen Arbeit und der Literatur mit FeCoSiB-Multilagern bzw. dicken Einzellagern konnte die magnetische Auflösungsgrenze für niederfrequente magnetische Felder nicht reduziert werden, siehe Tabelle 5.7. Die magnetische Auflösungsgrenze für Multilagern beträgt für die kleinen Sensoren ca. 1 nT und entspricht damit dem Wert für großskalige Sensoren mit magnetischer Einzelschicht. Die magnetische Auflösungsgrenze des Sensors EB2 mit dem Exchange-Bias-System (EB – F(200nm))x5 ist 5-fach schlechter als die des vergleichbaren großskaligen Exchange-Bias-Sensors von [31]. Beim Vergleich muss beachtet werden, dass neben Abweichungen der magnetischen Eigenschaften durch Strukturierung und Filmspannung, das Kanten zu Flächenverhältnis für die kleinen Sensoren gegenüber großskaligen Sensoren um das Doppelte erhöht ist. Für einen geschätzten Einflussbereich der Kanten von $50 \mu\text{m}$ beträgt der Anteil der Kanten für die $1 \times 3 \text{ mm}$ Sensoren $5,56\%$, für die $25 \times 2 \text{ mm}$ Sensoren von [31] dagegen nur $2,63\%$. Des Weiteren ist die Substratdicke von $50 \mu\text{m}$ um den Faktor 3 bis 6 geringer als in den großskaligen Sensoren, so dass der magnetostruktive Anteil des Ummagnetisierungsrauschens stärker übertragen wird. Unter Berücksichtigung dieser Faktoren sind die erreichten Werte der kleinen Sensoren als positiver Fortschritt einzuordnen.

Sensor	magnetische Schicht	Dimension			Auflösungsgrenze		H_{mod}
		L	B	T	Resonanz	mag. Mod.	
		[mm]	[mm]	[μm]	[pT]	[nT]	[Oe]
A	(F(100nm)Cr(5nm))x20	3	1	50	3,5	0,9	0,22
C	(F(100nm)Cr(5nm))x20	3	1	50	3,5	1,6	0,22
EB	(EB – F(100nm))x10	3	1	50	35	1	0,22
EB2	(EB – F(200nm))x5	3	1	50	-	1	2,3
V1	(F(65nm)Ta(5nm))x57	7	2	180	20	4*	4
V2	3,7 μm F	7	2	180	10	30*	4
[75]	(F(65nm)Ta(5nm))x15	7 ^E	3	180	-	10*	-
[75]	1 μm F	7 ^E	3	180	-	70*	-
[82]	1,75 μm F	20	3	140	7	1*	5,6
[31]	2,97 μm F	25	2,2	300	1	0,9	0,96
[31]	(EB – F(200nm))x5	23	2,3	300	8	0,2	3,96
[132]	2x Metglas foils 75 μm	80	10	25	-	20	-
[133]	Metglas foils 30 μm	25	4	730	-	10*	-

Tabelle 5.7: Vergleich der in dieser Arbeit und in Literatur erreichten magnetischen Auflösungsgrenzen in Resonanz und mit magnetischer Modulation (mag. Mod.) bzgl. niederfrequenten Magnetfeldern (10 Hz, bzw. *1 Hz). Messung per Lock-In-Verstärker, Bandbreite ca. 78 mHz, Vergleich Abschnitt 3.4. F steht für FeCoSiB, EB-F steht für Ta_{5nm}Cu_{3nm}MnIr_{8nm}FeCoSiB_{xnm}. L-Länge, B-Breite, T-Dicke des Sensors. V1 und V2 Sensoren aus Kapitel 4.2.1. 7^E steht für Sensoren mit 20 mm Gesamtlänge mit gedünntem Bereich von 7 mm.

5.3.3 Resonanzfrequenz

Die mittlere (erste) Resonanzfrequenz der Sensoren und die Standardabweichung sind in Tabelle 5.8 abhängig von Substratdicke und Sensorcharge gegeben. Die Standardabweichung innerhalb einer Sensor-Charge beträgt 0,5% bis 1,37%, wobei die Standardabweichung der Resonanzfrequenz innerhalb einer Sensorgruppe (z.B. 1/3 Elektrode, 1 mm Breite) 0,2% bis 1,3% beträgt. Die Abweichung zur berechneten Resonanzfrequenz (nach Formel 2.41) beträgt 3% bis 6%. Unterschiede in den angenommenen E-Modulen und Dichten können diese Abweichung gut erklären (Materialparameter Anhang Tabelle 7.2). Gründe für die Abweichungen innerhalb einer Sensorgruppe ergeben sich beispielsweise durch Unterschiede in der Länge der Sensoren (durch Abweichungen in der Lithographie oder durch einen inhomogenen Ätzprozess). Bereits 4 μm Längenvarianz führen bei den 50 μm Sensoren zu einer Varianz in der Resonanzfrequenz von 20 Hz. Abweichungen in der Schichtdicke des FeCoSiB von 50 nm bezüglich den gesamten 2 μm führen zu 10 Hz Varianz in der Resonanzfrequenz.

Die größte Abweichung in der Resonanzfrequenz ergibt sich jedoch durch das magnetisierungsabhängige E-Modul der FeCoSiB-Schicht ($dE=30\%$ [46]), das für die betrachteten Sensoren mit 2 μm FeCoSiB zu einem rechnerischen Unterschied in der Resonanzfrequenz von bis zu 71 Hz (50 μm Polysilizium), bzw. 74 Hz (25 μm Polysilizium) führen kann. Für 4 μm FeCoSiB beträgt der Unterschied bis zu 150 Hz bei 50 μm Polysilizium. Die Rechnung basiert auf Gleichung 2.41 mit einem E-Modul für FeCoSiB von 100 GPa bzw. 150 GPa. Durch die bereits in Abschnitt 5.3.1 diskutierte spannungsinduzierte Varianz der Anisotropie variiert folglich auch das E-Modul und somit die Resonanzfrequenz der Sensoren. Daher ist die prozentuale Abweichung für die von Filmspannung stärker beeinträchtigten Sensoren mit 25 μm Polysilizium-Substrat größer als für die 50 μm -Sensoren.

Der Unterschied in der Resonanzfrequenz durch unterschiedliches Aufkleben des Sensors auf Platinen beträgt maximal 2 Hz, was bei einer Resonanzfrequenz von 4200 Hz 0,04% entspricht. Die Bandbreite ($B = f_{res}/Q$) in Resonanz beträgt 7 Hz bzw. 10 Hz für die 50 μm bzw. 25 μm Sensoren.

Durch die geringe Bandbreite und die Abweichung der Resonanzfrequenz von Sensor zu Sensoren, lässt sich das Stimmgabelkonzept [121], mit dem akustische Störungen rechnerisch eliminiert werden könnte, nicht leicht umsetzen. Der Rahmen und die gute Stabilität gegenüber erneutem Aufkleben und Bonden erleichtert zwar das Zusammensetzen von Einzelsensoren zu Stimmgabeln, durch das magnetisierungsabhängige E-Modul ist es aber trotzdem schwierig, eine gemeinsame Resonanzfrequenz bei gleichem Haltefeld zu erreichen.

Eine Alternative zur Stimmgabel sind Kombinationen aus magnetoelektrischen und piezoelektrischen Sensoren. Bei letzteren wird bei gleichem Design die magnetostriktive Phase weggelassen und idealerweise durch ein nichtmagnetostriktives Material mit ähnlichem E-Modul ersetzt (z.B. Chrom). Ohne Ersatz der magnetostriktiven Phase würde bei sonst gleichen Bedingungen rechnerisch die Resonanzfrequenz um 300 Hz bis 400 Hz abweichen. Unter dem Zugeständnis einer gegebenenfalls geringeren magnetoelektrischen Sensitivität kann über das magnetisierungsabhängige E-Modul der magnetostriktiven Phase die Resonanzfrequenz des ME-Sensors an den piezoelektrischen Sensor angepasst werden. Mit dem piezoelektri-

Substrat Dicke	50 μm			25 μm	
Charge	Wn3#2 AlN	Wn1#4 AlN	W8#7 PZT	W6#2 AlN	W6#4 ALN
berech. f_{res}	7550 Hz		7022 Hz	4010 Hz	
f_{res} [Hz]	7400	7568	7066	4278	4158
σ [Hz]	53	35	60	56	57
σ %	0,7	0,5	0,85	1,3	1,37

Tabelle 5.8: Mittelwert und Standardabweichung σ für die Resonanzfrequenz unter Atmosphärendruck bei optimalen Haltefeld pro Charge (24 Sensoren). Berechnete f_{res} nach Formel 2.41 mit $E_{FeCoSiB} = 150 \text{ GPa}$. Die Standardabweichung der Resonanzfrequenz innerhalb einer Sensorgruppe (z.B. 1/3 Elektrode, 1 mm Breite) beträgt pro Charge 0,2% bis 1,3%

schen Sensor kann akustisch einkoppelndes Rauschen vom ME-Sensor-Signal differenziert werden. Erste Vorarbeiten zu diesem Thema werden von Jens Reermann durchgeführt und zeigen, dass das Prinzip selbst bei einem deutlichen Unterschied in der Resonanzfrequenz funktioniert.

5.3.4 Einfluss von Substrat, Vakuum und Magnetisierung auf Q

Im Folgenden wird der Einfluss des Magnetisierungszustandes sowie der Substratdicke und der Sensorbreite auf den Qualitätsfaktor Q unter Atmosphärendruck und unter Vakuum erläutert. Der Zusammenhang zur magnetoelektrischen Sensitivität wird im nächsten Abschnitt betrachtet.

Um den Qualitätsfaktor der hergestellten ME-Sensoren zu bewerten, werden die gefundenen Werte mit den Modellen verglichen, die für Silizium-Biegebalken aus dem AFM-Bereich entwickelt wurden. Die Modelle sind unter 2.1.3 gegeben und reflektieren die starke Geometrieabhängigkeit des Qualitätsfaktors. Da in dieser Arbeit für die Substratdicke T und die Sensorbreite B nur jeweils 2 Datensätze vorliegen, ($T = 25 \mu\text{m}$ oder $50 \mu\text{m}$, $B = 1 \text{ mm}$ oder 2 mm) kann der Einfluss der Geometrie auf den Qualitätsfaktor nicht gänzlich dargestellt werden. Der Vergleich der Daten mit den gängigen Modellen soll daher nur erste Tendenzen herausstellen.

Die Bestimmung des Qualitätsfaktors erfolgt aus den Resonanzkurven der magnetoelektrischen Charakterisierung. Das magnetische Anregungsfeld beträgt $1 \cdot 10^{-7} \text{ T}$, teilweise $1 \cdot 10^{-8} \text{ T}$, um eine harmonische Schwingung zu gewährleisten. Der Messfehler für die magnetoelektrische Sensitivität und Q beträgt mit dieser Messmethode maximal 7% und liegt unterhalb der Streuung zwischen den Sensoren, welche für Q bis zu 13% unter Atmosphärendruck und bis zu 30% unter Vakuum beträgt. Der Messfehler beinhaltet Abweichungen durch mehrfaches Messen in verschiedenen Spulen und verschiedenes Aufkleben. Für Letzteres wurden auf Platinen aufgeklebte Sensoren vermessen, durch Aceton wieder von den Platinen gelöst, gereinigt, neu aufgeklebt, gebondet und vermessen.

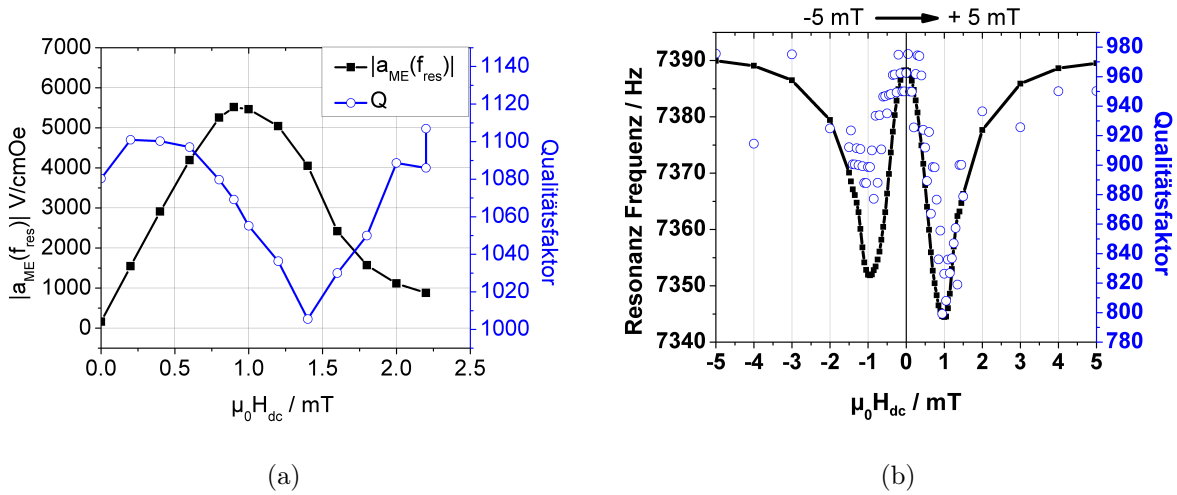


Abbildung 5.24: a) ME-Sensitivität und Qualitätsfaktor abhängig vom Haltefeld für Sensor C, bestimmt aus der ME-Resonanzkurve mit $\mu_0 H_{ac} = 1 \cdot 10^{-7}$ T. b) Resonanzfrequenz und Qualitätsfaktor abhängig von Haltefeld, bestimmt per Impedanzanalyse für Sensor C*

Die Abhängigkeit des Qualitätsfaktors vom magnetischen Haltefeld unter Atmosphärendruck ist exemplarisch an Sensor C in Abbildung 5.24a gezeigt. Kommend aus der magnetischen Sättigung erreicht der Qualitätsfaktor ein Minimum bei 1,4 mT und steigt bis zur Remanenz wieder an. Der Unterschied des Qualitätsfaktors zwischen magnetischer Sättigung und Minimum beträgt je nach Sensor von 10% bis 30%. Die niedrigsten Qualitätsfaktoren finden sich bei Sensoren mit inhomogener magnetischer Anisotropie.

Der Verlauf der Kurve $Q(H)$ korreliert mit dem Verlauf der Resonanzfrequenz über dem magnetischen Haltefeld. Dies ist beispielhaft in Abbildung 5.24b gezeigt. Ein ähnliches Verhalten wurde von Nan et al. [32] an ME-Kompositen mit FeGaB beobachtet und von Squire and Atkinson [134] an amorphen CoSiB- und FeSi- Drähten beschrieben.

Die Abhängigkeit der Resonanzfrequenz und des Qualitätsfaktors vom Magnetisierungszustand ist durch den ΔE -Effekt und die inverse Magnetostriktion erklärbar. Die höchsten Verluste korrelieren mit dem geringsten E-Modul (geringste Resonanzfrequenz) bei einem Haltefeld von ca. 1 mT. Für diesen magnetischen Zustand führt die mechanische Vibration über die inverse Magnetostriktion zu einer starken Änderung der Anisotropie und somit im Zusammenspiel mit dem Haltefeld zu einer starken lokalen Magnetisierungsänderung.

Für die hier betrachteten Sensoren erfolgt die Magnetisierungsänderung unter anderem über Domänenwandbewegungen. Vergleiche mit MOKE-Aufnahmen zeigen, dass das Minimum von $Q(H)$ mit der höchsten Domänenwanddichte korreliert, welche entsteht, wenn bei abnehmenden Feld aus magnetischer Sättigung die Magnetisierung in viele feine riffelartige Domänen zerfällt. Dies legt nahe, dass die beobachteten magnetfeldabhängigen Verluste

B mm	T µm	Q_{meas} (atm)	Q_{meas} (vac)	Q_{sim} (atm)	Q_{sim} (vac)	Q_{vis} (atm)	Q_{surf} -	Q_{TED} -	Q_{sup} -
1	25	420-570	2136-2830	490	2850	585	2970	$8,17 \cdot 10^4$	$3,97 \cdot 10^5$
2	25	420-520	1320-3390	500	2860	600	2990	$8,17 \cdot 10^4$	$3,97 \cdot 10^5$
1	50	760-1020	2390-4100	1170	3820	1690	6960	$1,02 \cdot 10^4$	$4,97 \cdot 10^4$
2	50	710-950	3300	1190	2840	1730	7020	$1,02 \cdot 10^4$	$4,97 \cdot 10^4$

Tabelle 5.9: Gemessene und berechnete Qualitätsfaktoren Q_{meas} und Q_{sim} für Sensoren mit 2 µm AlN und 2 µm FeCoSiB-Cr Multilage bei optimalem Haltefeld. Daten in Atmosphärendruck (atm) und unter Vakuum (vac) ($\leq 1 \cdot 10^{-5}$ mbar) für Sensorbreite B und Substratdicke T. $Q_{vis}(atm)$ viskose Dämpfung in Luft, Q_{surf} Dämpfung im magnetoelektrischen Komposit mit $E_2^{film} = 9,45 \cdot 10^7$ Pa für $T=50$ µm und 18% höherem Wert für 25 µm, $t_{film} = 2$ µm. Q_{TED} Thermoelastische Verlust im Substrat, Q_{sup} Verlust durch Klemmung. $1/Q_{sim} = Q_{vis}^{-1} + Q_{surf}^{-1} + Q_{TED}^{-1} + Q_{sup}^{-1}$.

te ($Q(H)$) durch hohe Domänenwanddichten und irreversible Domänenwandbewegungen herrühren. Im Sinne eines verlustarmen Resonators motiviert dies die Entwicklung eindomäniger magnetischer Schichten, bzw. Schichten deren Magnetisierungsänderung durch Rotation geprägt ist.

In Abbildung 5.25 ist der Qualitätsfaktor in Abhängigkeit vom Druck für zwei Sensoren mit Substratdicken von 50 µm und 25 µm Polysilizium gegeben. Im Vergleich dazu sind die berechneten Werte der Qualitätsfaktoren nach den Formeln 2.46 bis 2.56 (Materialparameter Tabelle 7.2) gegeben. In Tabelle 5.9 sind die gemessenen Qualitätsfaktoren aller Sensoren mit den simulierten Qualitätsfaktoren verglichen. Für den Sensor C (Abbildung 5.25) mit 50 µm Polysilizium-Substrat beträgt der Qualitätsfaktor bei optimalem Haltefeld unter Atmosphärendruck ca. 1020 und unter Vakuum ca. 3820. Für den Sensor D mit 25 µm Polysilizium-Substrat ist der Qualitätsfaktor geringer und beträgt unter Atmosphärendruck ca. 560 und unter Vakuum ca. 2830. Mit Reduzierung des Drucks p steigt der Qualitätsfaktor für beide Sensoren mit $1/\sqrt{p}$ an und erreicht bei ca. 0,2 mbar sein Maximum. Diese Druckabhängigkeit zeigt, dass die viskose Luftdämpfung unter Atmosphärendruck ein dominierender Verlustmechanismus ist. Nach der Einteilung der Knudsennummer (Gleichung 2.49) wirkt die viskose Luftdämpfung für Drücke von $p > 6$ mbar. Die molekulare Dämpfung Q_{mol} wirkt theoretisch erst ab Drücken von $6 \cdot 10^{-3}$ mbar und kann somit nicht beobachtet werden, da andere Verlustmechanismen die Dämpfung bereits ab 0,2 mbar dominieren.

Das Maximum des Qualitätsfaktors im Vakuum ist durch die Summe der Verluste an der Klemmung (Q_{sub}), thermoelastische Verluste im Substrat (Q_{TED}) und Verluste in der Oberflächenbeschichtung (dem ME-Komposit), gegeben. Letzteres beinhaltet sowohl die Verluste in der magnetischen Phase als auch Verluste im Piezoelektrikum und in den Elektroden. Einspannungsverluste (Q_{mount} - mounting losses), wie von Lübke et. al [135] beschrieben, werden nicht betrachtet, da es einerseits keine Formel für Q_{mount} gibt, andererseits die gute Reproduzierbarkeit bei wiederholenden Messungen dafür spricht, dass Q_{mount} sehr groß ist.

Der Qualitätsfaktor der Klemmung Q_{sub} wurde nach Gleichung 2.51 berechnet. Für β wurde der pessimistischere Wert von 0,23 nach [67] angenommen. Q_{sub} ist mit $3,97 \cdot 10^5$, bzw. $4,97 \cdot 10^4$ ein bis zwei Größenordnungen höher als das gemessene Maximum. Klemmungsverluste sind demnach für diese Sensoren nicht dominant. Die thermoelastischen Verluste betragen nach Formel 2.54 $1,02 \cdot 10^4$, bzw. $8,17 \cdot 10^4$ und sind somit ebenfalls größer als das Maximum.

Summiert man die berechneten Werte für viskose Dämpfung, molekulare Dämpfung, Klemmungsverluste und thermoelastische Verluste, ergibt sich eine Differenz zu den gemessenen Werten im Vakuum. Die Differenz wurde durch Verluste im ME-Komposit mit Q_{surf} (Formel für Oberflächenverluste 2.56) berechnet. Als Filmdicke t_{film} wurden $2 \mu\text{m}$ angenommen, als einziger Fitparameter wurde der unbekannte Imaginärteil E_2^{film} ¹² angepasst. Für E_2^{film} ergibt sich ein Wert von $9,45 \cdot 10^7$ Pa für Sensor C ($T=50 \mu\text{m}$). Für Sensor D ($T=25 \mu\text{m}$) wurde ein 18% höherer Wert angenommen.

Mit diesen Werten kann der Qualitätsfaktor für beide Sensoren, unabhängig von der Substratdicke, sehr gut beschrieben werden. Die nötige Annahme eines 18% höheren Verlustwertes für die dünneren Sensoren kann mit dem stärkeren Einfluss von Filmspannungen auf die magnetischen und eventuell auch auf die piezoelektrischen Eigenschaften erklärt werden. Insbesondere die magnetische Anisotropie der dünneren Sensoren variiert über den Sensor. Eine hohe Domänenwanddichte und starke Domänenwandbewegungen prägen den Ummagnetisierungsprozess. Die Qualität der magnetischen Phase auf den dickeren Sensoren ist in der Regel besser.

Die dargelegte Berechnung des Qualitätsfaktors im Vakuum vernachlässigt Verlustmechanismen wie Einspannverluste [135], elektrische Verluste [74] oder Verluste im Substrat Q_{vol} [73]. Somit sind insbesondere die Werte für E_2^{film} , welche Verluste aus der magnetischen Phase, der piezoelektrischen Phase und den restlichen metallischen Phasen beschreiben, vorläufiger Natur. Weitere Experimente mit Biegebalken nur aus Polysilizium, Silizium nur mit Elektroden, Silizium nur mit Piezoelektrikum, und Silizium nur mit magnetischer Phase sind nötig, um E_2^{film} weiter zu differenzieren, zu verstehen und zu optimieren. Ebenfalls muss geklärt werden, ob das Modell Q_{surf} , welches für Oberflächenverluste auf Siliziumbalken entwickelt wurde, hinreichend die Verluste in den magnetoelastischen Phasen beschreiben kann. Des Weiteren zeigt sich in Abbildung 5.25, dass das Modell der viskosen Luftdämpfung nach Hosaka [67] das Verhalten der Sensoren zwischen 500 mbar bis 80 mbar unzureichend beschreibt. Ein exakteres Modell der viskosen Luftdämpfung wurde von Sader [136] entwickelt, benötigt aber mehr Fitparameter. Da Hosakas Modell für das Verständnis des Qualitätsfaktors unter Atmosphärendruck und unter Vakuumbedingungen hinreichend ist, wurde auf das komplexere Modell von Sader verzichtet.

Es lässt sich zusammenfassen, dass im Vakuum die Sensoren mit dem dünneren Substrat höhere Verluste aufweisen als die dickeren Sensoren. Der Vergleich mit gängigen Modellen

¹²Das E-Modul der Oberflächenphase wird mit $E^S = E_1^{film} + iE_2^{film}$ beschrieben, wobei als Imaginärteil für die mechanischen Verluste steht.

aus der Literatur weist darauf hin, dass Oberflächenverluste im Vakuum dominant sind und somit die Reduktion der Substratdicke zu einer Reduktion des Qualitätsfaktors führt. Die Dominanz von Oberflächenverlusten mit sinkender Substratdicke wurde beispielsweise für Siliziumbiegebalken von Yasumara et. al. [73] beschrieben. Als Oberflächenschicht wurde hierbei Wasserstoff- und Sauerstoff-Absorption auf der Oberfläche angenommen und die Abhängigkeit des Qualitätsfaktors durch gezielte Ausheizversuche belegt. Ablagerung von Gasen finden auch bei den hier beschriebenen Sensoren statt, als relevanter werden aber die Verluste im magnetoelektrischen Komposit erachtet. Insbesondere die Verluste in der magnetischen Phase scheinen den erreichbaren Qualitätsfaktor in Vakuum zu limitieren, was sich an der starken Haltefeldabhängigkeit des Qualitätsfaktors zeigt.

Unter Atmosphärendruck lässt sich zusammenfassen, dass die viskose Luftdämpfung und zweitrangig die Verluste in der magnetischen Schicht den Qualitätsfaktor dominieren. Aufgrund der geringeren Luftdämpfung sind unter Atmosphärendruck die 50 μm Sensoren besser als die Sensoren mit 25 μm Polysilizium-Substrat, unabhängig von den Verlusten in den Funktionsschichten.

Der Qualitätsfaktor ist von der Breite der Sensoren weitestgehend unabhängig, siehe Abbildung Tabelle 5.9. Dies deckt sich mit der Theorie, da unter Atmosphärendruck für die Sensoren die Bedingung von Naeli [68] (Formel 2.47) weitestgehend erfüllt ist, so dass Q_{vis} proportional zu $\sqrt{T^3/(Lp)}$ und unabhängig von der Breite B des Biegers ist. Die Verluste im ME-Komposit (Q_{surf}) sind ebenfalls nur geringfügig von der Breite abhängig, da die Dicke der Bieger T wesentlich kleiner ist als die Breite der Bieger [73]. Thermoelastische Verluste Q_{TED} und Klemmungsverluste nach Q_{sub} sind ebenfalls unabhängig von der Biegebreite. Breite Biegebalken, die unter starker Filmspannung stehen, sind entlang der kurzen Achse gekrümmt. Es konnte nicht beobachtet werden, dass dies die Resonanz dämpft. Wie in Abbildung 5.16d gezeigt, ist kein direkter Zusammenhang zwischen Filmspannung, Krümmung des Biegers und dem Qualitätsfaktor unter Atmosphärendruck zu erkennen. Auch die Varianz des Qualitätsfaktors unter Vakuum ist nicht mit der Verbiegung des Biegebalkens korreliert.

Die Streuung und Abweichungen der Qualitätsfaktoren von den simulierten Faktoren in Tabelle 5.9 können durch unterschiedliche Werte für E_2^{film} , also unterschiedliche Verluste im ME-Komposit erklärt werden. Insbesondere die magnetische Phase weist, wie erläutert, unterschiedliche ausgeprägte Anisotropiezustände und Domänenwandbewegung auf, welche als Quelle für Verlustmechanismen angesehen werden. Deutliche Unterschiede in Q_{surf} zeigen sich erst unter Vakuumbedingungen, da unter Atmosphärendruck die Luftdämpfung das gesamte Verhalten dominiert. Aus diesem Grund ist die Streuung unter Vakuum größer als unter Atmosphärendruck.

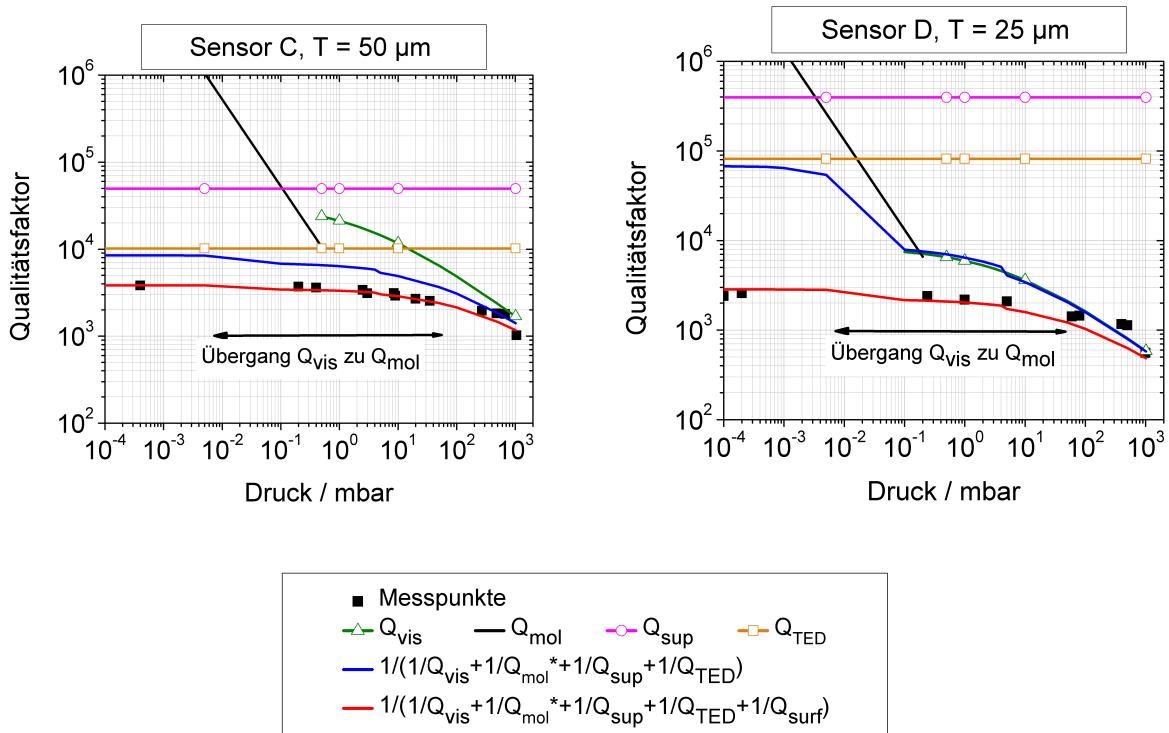


Abbildung 5.25: Qualitätsfaktor für Sensor C (50 μm Polysilizium) und Sensor D (25 μm, bisher nicht gezeigt). Sensorbreite für Beide 1 mm. Qualitätsfaktor ME-Messung mit $\mu_0 H_{ac} = 1 \cdot 10^{-7} \text{ T}$ bei optimalen Haltefeld (Sensor C $B_{dc} = 9 \text{ Oe}$, Sensor D $B_{dc} = 5,5 \text{ Oe}$). Qualitätsfaktoren im Text erläutert. (Q_{mol}^* in Berechnung erst für Drücke $p < 6 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$)

5.3.5 Einfluss von Substrat und Vakuum auf die ME-Sensitivität

Die Abhängigkeit der ME-Sensitivität von der Breite des Biegebalkens und der Substratdicke wird im Folgenden anhand von Sensoren mit AlN als Piezoelektrikum erläutert. Zum Vergleich werden ausschließlich Sensoren verwendet, deren Filmspannung und Anisotropieverteilung und Elektrodengeometrie ähnlich sind. Der Vergleich zum Stand der Technik erfolgt in Abschnitt 5.3.8

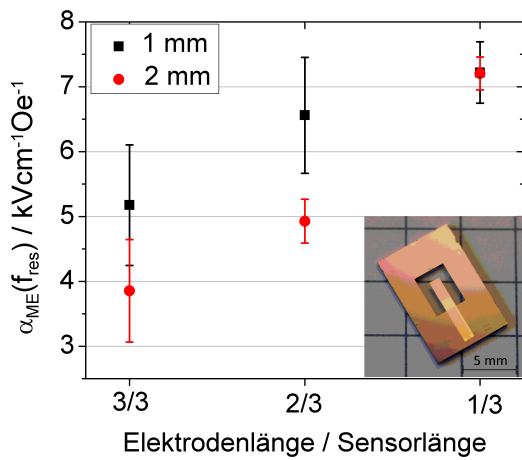
Sensorbreite

Die Breite der Sensoren wirkt sich auf die magnetische Permeabilität der magnetostriktiven Phase aus. Anhand von Magnetostruktionsmessungen (Abbildung 5.27) ist ersichtlich, dass die breiteren Sensoren gegenüber den schmaleren Sensoren magnetisch härter sind und das der maximale piezomagnetische Koeffizient um den Faktor 1,5 bis 2 für die breiteren Sensoren sinkt. Analog benötigen die breiteren Sensoren einen Faktor 1,5 bis Faktor 2 höheren Wert für das optimale Haltefeld, als die schmaleren Sensoren (Vergleich auch 5.3.1, Abbildung 5.17c).

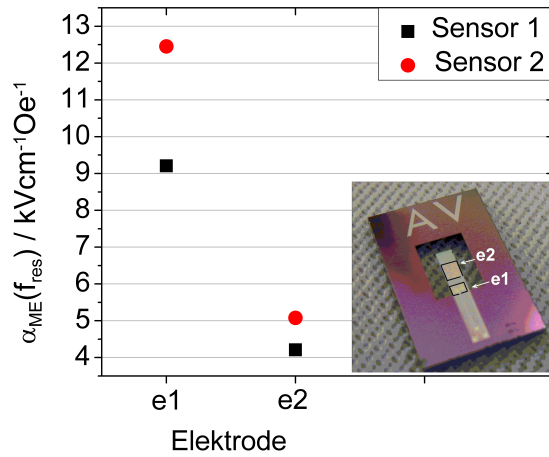
Eine Verringerung der magnetoelektrischen Sensitivität um den Faktor 1,5 (-33%) bis 2 (-50%) durch 2 mm statt 1 mm breite Sensoren ist zu erwarten. In Abbildung 5.26a ist die magnetoelektrische Sensitivität einer getemperten Sensorcharge mit ähnlicher Filmspannung unter Berücksichtigung der Elektrodenlänge gezeigt. Im Durchschnitt verringert sich die Sensitivität mit zunehmender Sensorbreite von $5,18 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ auf $3,8 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ (-26%) für Elektrodenlängen von 3/3 und von $4,9 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ auf $6,6 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ (-25%) für die 2/3 Elektrode. Für Elektrodenlängen von 1/3 konnten weniger Sensoren verglichen werden, die Sensitivität verringert sich nur geringfügig. Ursache hierfür ist die relativ gesehen geringere aktive Kapazität der 1/3 Elektrode der 1 mm breiten Sensoren, näheres im nächsten Abschnitt 5.3.6.

Insgesamt ist der Einfluss der Breite der Sensoren auf die magnetoelektrische Sensitivität somit etwas kleiner als erwartet. Im Zusammenspiel mit der Filmspannung kann eine Ursache das Verhältnis des Kantenbereichs zur Gesamtfläche sein. Am Rand ist die magnetfeldinduzierte Anisotropie durch Filmspannung entlang der langen Achse verändert, so dass der Kantenbereich nicht zur Magnetostruktion während der Sensoroperation beiträgt. Für die Annahme eines Kantenbereichs von $50 \mu\text{m}$, ist der Anteil der inaktiven Kanten bezogen auf die Gesamtfläche für die 1 mm Sensoren doppelt so groß wie für die 2 mm Sensoren. Für die schmaleren Sensoren trägt somit weniger Material zur Biegung des Balkens bei, weniger Spannung als erwartet wird generiert. In den magnetostriktiven Messungen ist dieser Unterschied aufgrund des hohen Messfehlers nicht klar ersichtlich. Der Qualitätsfaktor ist von der Breite weitestgehend unabhängig wie im Abschnitt zuvor erläutert und wirkt daher nicht auf die Sensitivität.

Als Ursache für die durchschnittlich 33% bis 50% geringere Permeabilität der breiteren Sensoren kommen die Anisotropieverteilung, die Formanisotropie und die Spannungsanisotropie in Betracht. Insbesondere bei magnetfeldgetemperten Sensoren besteht ein Kan-



(a)



(b)

Abbildung 5.26: Magnetoelektrische Sensitivität α_{ME} in Resonanz (erste Mode) a) für 3/3 Elektrode (volle Bedeckung des Biegebalkens), 2/3 Elektrode und 1/3 Elektrode. Insetfoto zeigt einen Sensor mit 1/3 Elektrode. Daten aus einer Charge 25 μm Polysilizium-Substrat und Sensorbreiten von 1 mm und 2 mm. b) Magnetoelektrische Sensitivität α_{ME} in Resonanz (erste Mode) für Elektrode e1 und e2 aus dem ΔE -Elektrodendesign. Sensoren mit 50 μm Polysilizium-Substrat.

tenbereich, in dem die leichte Achse parallel zur Kante liegt. Die Anisotropieverteilung entlang der langen Achse ist somit ein Mischzustand aus magnetischer harter und magnetisch leichter Achse. Die magnetische Permeabilität ist für diesen Mischzustand höher als für eine reine Ummagnetisierung entlang der harten Achse. Für die breiteren Sensoren ist der Anteil dieses veränderten Kantenbereiches bezüglich des Gesamtvolumens geringer. Die Permeabilität erscheint somit kleiner als die der schmaleren Sensoren. Die Anisotropieverteilung hinsichtlich leichter und harter Achse hat somit einen Einfluss auf die globale Permeabilität.

Zur Beurteilung der Formanisotropie sind in Tabelle 5.10 nach Aharoni [35] die globalen Demagnetisierungsfaktoren entlang der langen Achse und die Anisotropiefeldstärke H_K als Maß für die Permeabilität der Sensoren zusammengefasst. Die Anisotropiefeldstärke wurde aus der Steigung der Magnetisierungskurven bestimmt, wie in Abbildung 2.3 skizziert. Die relativen Magnetisierungskurven wurden über die Beziehung $\lambda \propto m^2$ zwischen Magnetostriktion λ und der Magnetisierung m berechnet (Vergleich Formel 2.12). Der globale Demagnetisierungsfaktor N_d^L entlang der langen Achse der 2 mm breiten Sensoren beträgt $16,6 \cdot 10^{-4}$ und ist damit 8% größer als N_d^L der 1 mm breiten Sensoren. Das globale Demagnetisierungsfeld H_d berechnet sich mit:

$$H_d = 4\pi N_d^L * M_S \tag{5.1}$$

und beträgt mit einer Sättigungsmagnetisierung von FeCoSiB $4\pi * M_S = 1,6 \text{ kG}$ ca. 24,5 Oe, bzw. 26,5 Oe für die 1 mm und 2 mm breiten Sensoren. Dieses vergleichsweise hohe Demagnetisierungsfeld wirkt überwiegend an den Kanten und muss zusätzlich zur Überwindung der magnetfeldinduzierten Anisotropiefeldstärke aufgebracht werden, um auch am Rand die Probe völlig zu sättigen. In Übereinstimmung mit der Summe aus der magnetfeldinduzierten Anisotropiefeldstärke ($11,5 \pm 3,5 \text{ Oe}$) und dem globalen Demagnetisierungsfeld beträgt die Sättigungsfeldstärke der Sensoren ca. 40 Oe - 50 Oe. MOKE-Aufnahmen zeigen dabei, dass lokal an den Ecken und Kanten bis zu 100 Oe zur Sättigung nötig sind. Großskalige Sensoren mit Längen von 22 mm benötigen dagegen nur ca. 15-20 Oe zur Sättigung, das Demagnetisierungsfeld beträgt ca. 4 Oe.

Während die Sättigungsfeldstärke durch den globalen Demagnetisierungsfaktor erklärbar ist, kann die 33% bis 50% höhere Anisotropiefeldstärke H_K der breiteren Sensoren durch die 8% Unterschied im globalen Demagnetisierungsfaktor nicht erklärt werden. Vielmehr scheinen die *lokalen* Demagnetisierungsfaktoren und *lokalen* Spannungsunterschiede nah der Klemmung die gemessene Permeabilität des Sensors und den magnetoelktrischen Koeffizienten in der ersten Resonanzmode zu beeinflussen. Hierzu sind in Abbildung 5.28 die lokalen Magnetisierungsverläufe für einen 1 mm und 2 mm breiten Sensor nah der Klemmung, mittig und am Ende des Biegebalkens gezeigt. Die Sensoren sind nicht getempert und weisen Domänenkonfigurationen wie in Abbildung 5.20 Sensor C auf. Die harte Achse entspricht der langen Achse, die Anisotropie ist am Rand nicht verändert. Die Anisotropiefeldstärke H_K ist nah der Klemmung des Biegebalkens am größten und beträgt für den 2 mm breiten Sensor 1,8 mT und für den 1 mm breiten Sensor 1,2 mT. In der Mitte und am

Länge L	Breite B [mm]	Dicke T [μm]	N_d^L *10 ⁻⁴	H_K [Oe]	H_{sat} [Oe]
2,95	0,9	2	15,4	10,3 ± 1,4	40 - 50
2,95	1,9	2	16,6	18,8 ± 2,1	45 - 55
22	2	2	2,3	10,0 ± 2,2	15 - 20

Tabelle 5.10: Globaler Demagnetisierungsfaktor N_d^L (Magnetfeld entlang der Längsachse) nach Aharoni [35], Anisotropiefeldstärke H_K aus Magnetisierungskurven, berechnet aus Magnetostruktionskurven und globale Sättigungsfeldstärke H_{sat} für die magnetischen Schichten der 1 mm und 2 mm breiten Sensoren, sowie für großskalige Sensoren mit 2 mm Breite und 22 mm Länge.

Ende des Biegebalkens ist der Unterschied in H_K zwischen 1 mm und 2 mm deutlich geringer und beträgt ca. 0,1 mT, wobei die Hystereseurve in der Mitte des Biegebalkens die höchste Permeabilität aufweist und die Sättigungsfeldstärke zum Ende des Biegers zunimmt.

Der lokale Demagnetisierungsfaktor am Ende und am Anfang des Biegers ist aus theoretischer Betrachtung gleich groß. Die 1,5 fach höhere Anisotropiefeldstärke am Anfang des Biegers für den 2 mm breiten Sensor gegenüber dem 1 mm breiten Sensor kann somit durch eine spannungsinduzierte Anisotropie erklärbar sein, die durch die mechanische Klemmung am Anfang des Biegebalkens entsteht. Eine 90° Magnetisierung entlang der langen Achse erzeugt durch die positive Magnetostruktion eine Streckung der magnetischen Schicht. Gleichzeitig erfolgt eine Kontraktion entlang der kurzen Achse des Biegers, da die Joule Magnetostruktion konstantes Volumen voraussetzt. Die unterschiedlichen lokalen Magnetisierungsverläufe für 1 mm und 2 mm Breite legen nahe, dass mit zunehmender Breite der kurzen Achse die Kontraktion durch Klemmung stärker behindert wird. Eine erhöhte spannungsinduzierte Anisotropie muss folglich überwunden werden, so dass die lokale und globale Anisotropiefeldstärke erhöht ist. Eine anschauliche Darstellung der lokalen Filmspannung die durch die einseitige Klemmung eines Biegebalkens entsteht, wurde von Tamayo et al. [110] in Abbildung 3.7 gezeigt.

In der ersten Resonanzmode ist die Durchbiegung nah der Klemmung am größten. Der starke Unterschied zwischen den magnetoelektrischen Koeffizienten der 1 mm und 2 mm breiten Sensoren in der ersten Mode ist durch die lokalen magnetischen Eigenschaften nah der Klemmung erklärbar. Es lässt sich zusammenfassen, dass nicht die Eigenschaften der gesamten magnetischen Schicht den magnetoelektrischen Koeffizienten beeinflussen, sondern dass die lokalen magnetischen Eigenschaften bei der resonanzbedingten höchsten Durchbiegung den Koeffizienten dominieren. Untersuchungen für die zweite Resonanzmode, welche im Rahmen der ΔE -Eigenschaften erläutert werden (Abschnitt 5.4.2), unterstützen diese These.

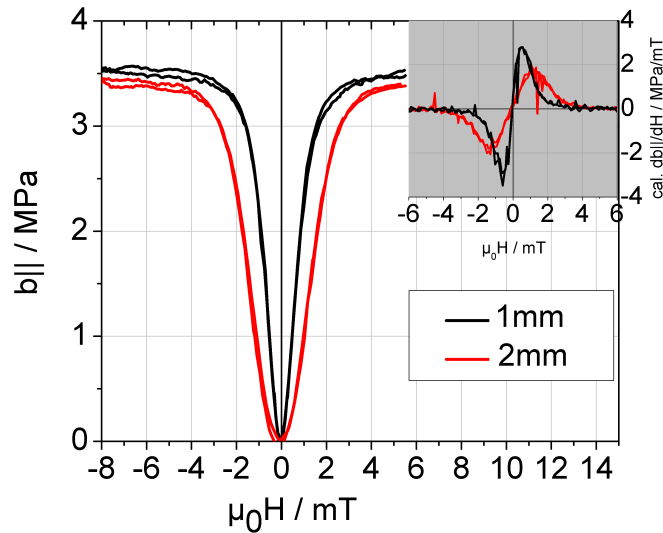


Abbildung 5.27: Magnostriktionskurve parallel zur langen Achse $b_{||}$ und berechneter piezomagnetischer Koeffizient als $db_{||}/dH$ für zwei getemperte Sensoren mit $25\ \mu\text{m}$ Polysilizium-Substrat in 1mm und 2mm Breite. Unterschied in Filmspannung unter 3%. Berechnung des magnostriktiven Kopplungskoeffizienten b nach Formel 3.12, siehe Abschnitt 3.3.2 zur Genauigkeit.

Substratdicke	$\alpha_{ME}(\text{atm}) / \sigma$ [kV cm ⁻¹ Oe ⁻¹]	Q(atm) / σ	$\alpha_{ME}(\text{vac}) / \sigma$ [kV cm ⁻¹ Oe ⁻¹]	Q(vac) / σ
25 μm	6,78 / 0,80	500 / 27	29,64 / 4,56	2300 / 193
50 μm	9,40 / 2,36	900 / 91	28,93 / 11,35	3320 / 603
Faktor (25/50) Messung	0,72	0,55	1,02	0,69
Faktor (25/50) Theorie	0,88		1,11	

Tabelle 5.11: Mittelwert und 1σ Standardabweichung für magnetoelektrische Sensitivität α_{ME} und Qualitätsfaktor unter Atmosphärendruck (atm, 11 Sensoren), bzw. Vakuum (vac, 6 Sensoren) für Sensoren mit 1mm Breite und Substratdicken T von $25\ \mu\text{m}$ bzw. $50\ \mu\text{m}$ Polysilizium. Faktor (25/50) Messung: gemessene Veränderung der Sensitivität, bzw. des Qualitätsfaktors durch $25\ \mu\text{m}$ statt $50\ \mu\text{m}$ Substrat. Faktor (25/50) Theorie: Erwartete Veränderung für α_{ME} : $1,6 \times 0,55$ (atm), bzw. $1,6 \times 0,69$ (vac).

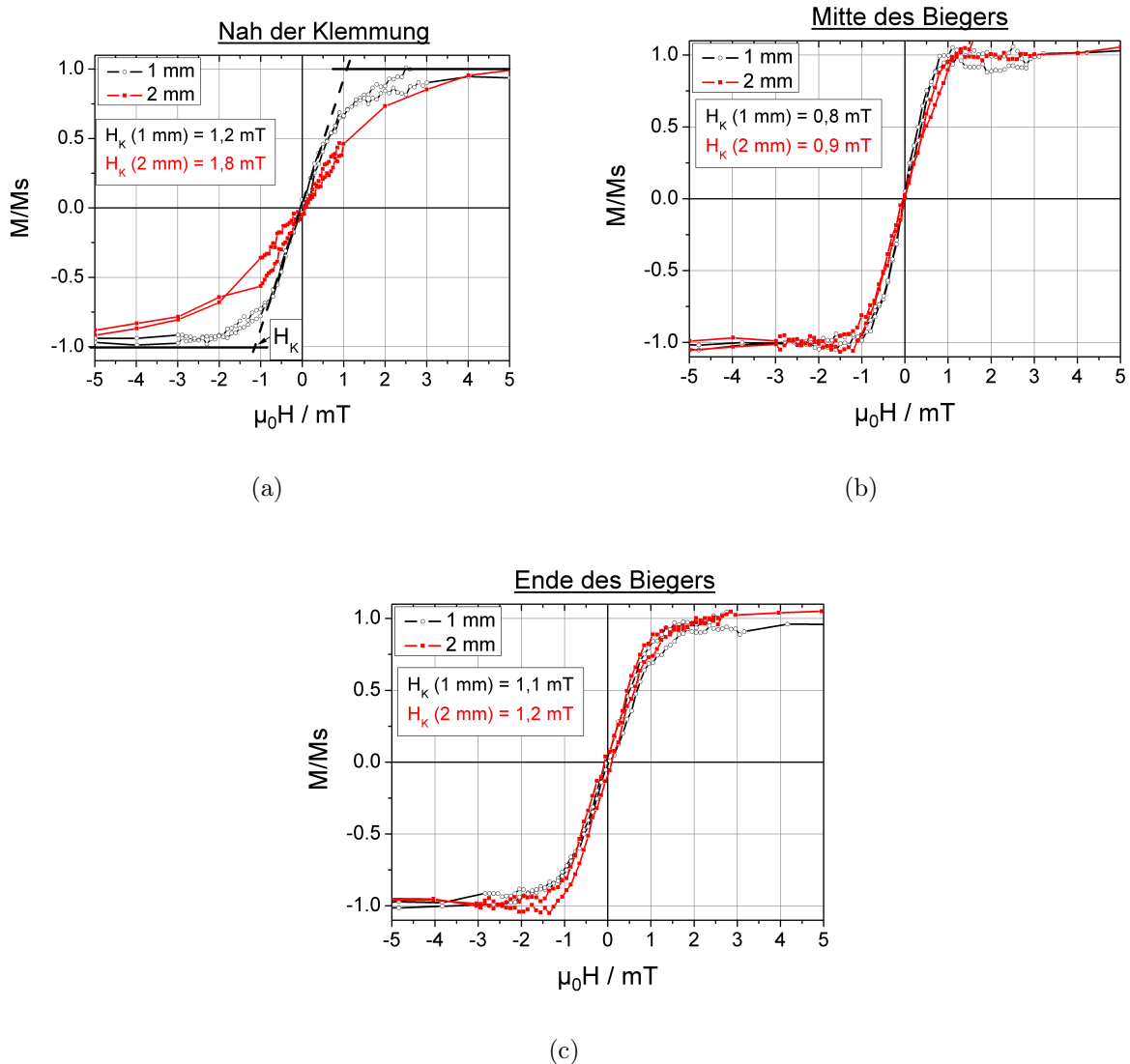


Abbildung 5.28: Lokale Magnetisierungskurven entlang der langen Achse a) am Anfang des Biegers (nah der Klemmung), b) in der Mitte des Biegers und c) am Ende des Biegers im Vergleich für einen 1 mm (Sensor C*) und 2 mm breiten Sensor. Die Abweichung der harten Achse von der langen Achse beträgt unter 1° . Die Sensoren sind nicht getempert und weisen keine veränderte Anisotropie am Rand der Proben auf.

Substratdicke und Qualitätsfaktor

Die Dicke des Polysilizium-Substrates wirkt sich über den Qualitätsfaktor und über die mechanische Durchbiegung auf die magnetoelektrische Sensitivität aus. Durch die Verringerung der Substratdicke kann bei gleicher FeCoSiB-Dicke mehr Dehnung auf das Piezoelektrikum übertragen werden. Eine höhere elektrische Spannung wird somit im Piezoelektrikum induziert. Solange die Substratdicke deutlich größer ist als die magnetostruktive Schichtdicke, ist das Verhältnis zwischen elektrischer Spannung und Substratdicke invers proportional. Eine Verringerung der Substratdicke um den Faktor 2 erhöht den ME-Koeffizienten um den Faktor 2 (gleicher Qualitätsfaktor angenommen). Für Substratdicken unter $\approx 100 \mu\text{m}$ werden die mechanischen Einflüsse des ME-Komposits größer, das Verhältnis zwischen Spannung und Substratdicke reduziert sich. Für den Fall einer Substratdickenreduktion von $50 \mu\text{m}$ auf $25 \mu\text{m}$ für ein ME-Komposit von $4 \mu\text{m}$ Schichtdicke erhöht sich der (auf Q -normierte) ME-Koeffizient nach der Modellierung von Matthias Kranz um den Faktor 1,6, wie in Abbildung 5.29 ersichtlich ist. Die experimentellen Daten der auf den Qualitätsfaktor normierten Sensitivität α_{ME}/Q , folgen dem theoretisch simulierten Verlauf, weichen aber von den theoretisch erreichbaren Werten ab, siehe Abbildung 5.29. Ursache hierfür kann ein geringerer piezomagnetischer Koeffizient im Experiment sein, welcher sich durch den ungünstigeren Formfaktor und die Filmspannung (lokale magnetische Anisotropie nah der Klemmung) ergibt. Das Modell nutzt einen piezomagnetischen Koeffizient, der an einem großen magnetischen Volumen von $2 \text{ mm} \times 22 \text{ mm} \times 2 \mu\text{m}$ mit geringem Demagnetisierungsfaktor und geringer Anisotropieabweichung gemessen wurde.

Zur Bewertung des Einflusses der Dicke des Substrates auf die magnetoelektrische Sensitivität in Resonanz muss der Qualitätsfaktor berücksichtigt werden. Wie in Tabelle 5.11 zusammengefasst, verringert sich der Qualitätsfaktor unter Atmosphärendruck im Mittel um den Faktor 0,55, wenn die Substratdicke $25 \mu\text{m}$ statt $50 \mu\text{m}$ beträgt. Gleichzeitig steigt im Mittel die mechanische Durchbiegung, bzw. α_{ME}/Q nach der Theorie um den Faktor 1,6 bei entsprechender Substratverringering. Insgesamt verringert sich somit die Sensitivität mit abnehmender Substratdicke um den Faktor $1,6 \times 0,55 = 0,88$. Dieser Wert passt relativ gut zum Mittelwert von 0,72. Die Abweichung kann damit begründet werden, dass die Filmspannung der Schichten für Sensoren mit dünnerem Substrat sich stärker auf die magnetische Anisotropie auswirkt. Damit ist der piezomagnetische und folglich der magnetoelektrische Koeffizient geringer.

Unter Vakuum verringert sich im Mittel der Qualitätsfaktor um den Faktor 0,69, wenn die Substratdicke $25 \mu\text{m}$ statt $50 \mu\text{m}$ beträgt, da die viskose Luftdämpfung wegfällt. Der ME-Koeffizient sollte sich in diesem Fall geringfügig verbessern, da $1,6 \times 0,69 = 1,15$ (bzw. $1,6 \times 0,67 = 1,11$). Experimentell kann dies kaum bestätigt werden. Der ME-Koeffizient im Vakuum ist im Mittel für die dünneren ME-Sensoren ähnlich hoch wie für die $50 \mu\text{m}$ dicken Sensoren. Hierbei muss beachtet werden, dass die Faktoren Mittelwerte darstellen. Insbesondere im Vakuum ist die Streuung des ME-Koeffizienten sehr hoch, so dass die 10% erwartete Verbesserung in der Streuung untergeht. Die hohe Streuung des ME-Koeffizienten ist durch spannungsinduzierte Abweichungen in Anisotropie und Verluste in der magneti-

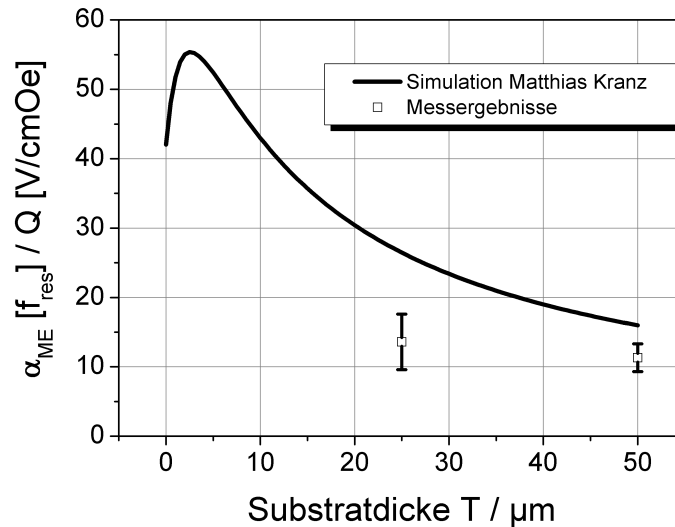


Abbildung 5.29: ME-Koeffizienten in Resonanz, normiert auf den Qualitätsfaktor für Substratdicken von 0 bis 50 μm Silizium, für ein ME-Komposit mit jeweils 2 μm FeCoSiB und AlN, Simulation von Dr. Matthias Kranz und experimentelle Werte.

sehen Phase erklärbar. Es zeigt sich, dass unter Vakuum die Dämpfung im ME-Komposit (Q_{surf}) die Verbesserung der Sensitivität durch ein dünneres Substrat fast vollständig kompensiert. Da bei Substratdicken von 50 μm Filmspannungen in der piezoelektrischen Phase etwas geringere Auswirkungen auf die magnetostriktive Phase haben, sind insgesamt betrachtet die dickeren 50 μm Sensoren aufgrund ihres höheren Qualitätsfaktors besser als die dünneren 25 μm Sensoren.

5.3.6 Einfluss von Elektroden und Piezoelektrikum auf die ME-Sensitivität

Elektrodendesign

Für die Operation der Sensoren als ME-Sensor in der ersten Resonanzmode wurde das Elektrodendesign für Plattenkondensator und IDT-Struktur zwischen voller (3/3), 2/3 und 1/3 Bedeckung des Biegebalkens verändert (siehe Abbildung 5.2a). Nach U. Bala et al. [129] ist die Spannungsgeneration nah der Klemmung aufgrund der höheren Durchbiegung des Biegebalkens am größten, so dass zu erwarten ist, dass die 1/3 Elektrode die höchste magnetoelektrische Spannung aufweist. Für Elektroden, die den ganzen Biegebalken bedecken, mittelt sich die generierte Spannung und ist insgesamt geringer.

Der Einfluss des Elektrodendesigns auf die magnetoelektrische Sensitivität wurde in Ab-

Sensorbreite B	1 mm			2 mm		
relative Elektrodenlänge	1/3	2/3	3/3	1/3	2/3	3/3
Kapazität C_{ME} [pF]	63±4	111±6	154±7	108±4	197±3	284±13
aktive Elektrode bzgl. Kapazität	70%	82%	87%	83%	91%	94%

Tabelle 5.12: Gemessene Sensorkapazität C_{ME} (inkl. Leiterbahnen und Bondflächen und Bonddrähte) und relativer Anteil der aktiven Elektrode bzgl. der Sensorkapazität für Sensoren mit 2 μm AlN und verschiedener Elektrode und Breite. Kapazität der Bonddrähte und Platine ca. 4 pF. Im Vergleich zur berechneten Kapazität (Tabelle 5.2) ist die gemessene Kapazität 2,5% höher.

bildung 5.26a dargestellt und bestätigt die Theorie. Die ME-Spannung ist für die 1/3 Elektrode am größten und 40% bis 86% größer als für eine 3/3 Elektrode, die die Spannung über den ganzen Sensor abgreift. Der Unterschied zwischen der 2/3 und der 1/3 Elektrode ist insbesondere für die 1 mm Sensoren recht gering ausgeprägt. Dies liegt in der Berechnung der ME-Spannung sowie in der relativen Elektrodenkapazität. Wie in Tabelle 5.12 dargestellt, beträgt die aktive Elektrodenfläche, bezogen auf die Gesamtkapazität für die 1/3 Elektrode, nur 70%. Inaktive Kapazität kommt von den elektrischen Leiterbahnen und Bondpads auf dem Sensor (ca. 17 pF) sowie von den Bonddrähten und der Platine (ca. 4 pF). In die Berechnung der magnetoelektrischen Sensitivität geht jedoch die gesamte Sensorkapazität C_{ME} ein (siehe Abschnitt 3.4). Damit wird die am Ladungsverstärker gemessene Spannung durch eine größere Kapazität geteilt als eigentlich aktiv ist, der ME-Spannungskoeffizient wirkt scheinbar kleiner. Aus diesem Grund ist auch kein Unterschied zwischen der Breite der Sensoren für die 1/3 Elektrode feststellbar. Wie im nächsten Abschnitt dargestellt wird, hat die Berechnung keinen Einfluss auf die magnetische Auflösungsgrenze, da für die Rauschdichte das gleiche Berechnungsverhältnis verwendet wird.

Anhand des, für den ΔE -Effekt konzipierten Elektrodendesigns, kann die unterschiedliche Effektivität der Elektrodenposition ebenfalls dargestellt werden, siehe Abbildung 5.26b. Für die Elektrode e1, welche das erste 1/5 des freischwingenden Biegebalkens bedeckt, ist die Sensitivität in der ersten Resonanzmode doppelt so groß wie für die Elektrode e2. Die Elektrode e2 greift nur die Spannung in der Mitte des Biegebalkens ab und ist effektiver für die zweite Resonanzmode, welche mit dem ΔE -Effekt genutzt werden kann (Abmessungen der Elektroden im Anhang Abbildung 7.1).

Piezoelektrikum

Für PZT als Piezoelektrikum liegt nur eine Charge mit 24 Sensoren mit 50 μm Polysilizium fertig bearbeitet vor. Aus der theoretischen Betrachtung ist für das gewählte Design kein Unterschied in der magnetoelektrischen Sensitivität zwischen AlN-Sensoren mit Plattenkondensator oder PZT-Sensoren mit Interdigital-Elektroden zu erwarten (siehe Kapitel 2.2), da das Verhältnis aus dem Elektrodenabstand z , dem piezoelektrischen Ladungskoeffizienten $e_{3j,f}$ und der Dielektrizitätszahl ϵ_{33} mit $z * e_{3j,f} / \epsilon_{33}$ für AlN ($j=1: 0,27$) und für

PZT (j=3: 0,27 - 0,36) annähernd gleich ist.

Die Sensoren mit PZT und Interdigitalelektrode unterscheiden sich hinsichtlich der magnetischen Schicht von den AlN-Sensoren. Die magnetische Schicht der AlN-Sensoren ist eine 2 μm FeCoSiB-Cr-Multilage. Die magnetische Schicht der PZT-Sensoren ist eine 4 μm FeCoSiB-Einzellage. Ursache für die andere Wahl der magnetischen Schicht ist die gewünschte Vergleichbarkeit zu großskaligen PZT Sensoren, die von A. Piorra mit 4 μm FeCoSiB-Einzellage gefertigt wurden.

Der Vergleich zu den AlN-Sensoren ist aufgrund der anderen magnetischen Schichtdicke schwierig. Tendenziell ist die 4 μm FeCoSiB-Einzellage hartmagnetischer als die 2 μm FeCoSiB-Cr-Multilage. So beträgt das durchschnittliche Haltefeld für die AlN-Sensoren 7,3 Oe und für die PZT-Sensoren 11,1 Oe (jeweils 50 μm Polysilizium-Substrat). Analog steigt die Anisotropiefeldstärke H_K , so dass geschätzt über $d^m(max) \cong b_s/H_K$ der piezomagnetische Koeffizient auf 65% absinkt. Die doppelte Schichtdicke kann somit durch den geringeren piezomagnetischen Koeffizienten nur (maximal) 30% mehr mechanische Spannung übertragen. Eine genaue optische Messung und ein Vergleich des piezomagnetischen Koeffizienten ist durch die Interdigital-Elektroden nicht möglich, da diese zu starker Interferenz des Laserspots führen. Eine Ursache für die härteren magnetischen Eigenschaften der Einzellage gegenüber der Multilage kann in der Aufwuchsqualität der magnetischen Phase begründet liegen. Die Rückseite des Polysilizium-Substrates der PZT-Charge ist durch Partikel verunreinigt (siehe Abschnitt 5.2.2). Trotz der verminderten Qualität der magnetischen Phase konnten mit den PZT-Sensoren sehr hohe Sensitivitäten von bis zu 29,4 kV/T in Resonanz unter Atmosphärendruck erreicht werden.

Der beste Wert für die AlN-Sensoren beträgt 23,2 kV/T in Resonanz unter Atmosphärendruck (Breite 1 mm, 1/3 Elektrodendesign, 50 μm Polysilizium). Der Unterschied in der Sensitivität beträgt damit 27% und passt zu der Erwartung aus der piezomagnetischen Betrachtung. Damit zeigt sich, dass mit PZT und AlN im gewählten Design unter Atmosphärendruck vergleichbar hohe ME-Sensitivitäten erreicht werden können.

Unter Vakuum beträgt der beste für PZT-Sensoren gefundene Wert 57 kV/T bei einem Qualitätsfaktor von 1940. Die besten AlN-Sensoren weisen Qualitätsfaktoren von 3720 bis 4000 auf und erreichen Sensitivitäten von bis zu 82 kV/T unter Vakuum. Aufgrund des höheren Qualitätsfaktors sind unter Vakuum die AlN-Sensoren etwas besser als die PZT-Sensoren. Insgesamt beträgt der Anstieg des Qualitätsfaktors durch Operation im Vakuum für die PZT-Sensoren nur Faktor 2 bis 2,5, während für die AlN-Sensoren Faktor 3 bis 4 gemessen werden konnte. Als Ursache kommen hierfür die Verluste im ME-Komposit in Frage ($Q_{surf} \approx 1/(t_{film} * E_2^{film})$), welche das Verhalten im Vakuum dominieren. Q_{surf} ist für die PZT-Sensoren größer als für die AlN-Sensoren. Dies liegt zum einen an der größeren Filmschichtdicke t_{film} (2 μm PZT + 4 μm FeCoSiB) und andererseits an möglicherweise höheren Verlusten in den Phasen selber, welche mit E_2^{film} beschrieben werden. Für eine endgültige Bewertung von PZT gegenüber AlN ist es nötig, die Verluste im ME-Komposit weiter zu analysieren, um festzustellen, ob der geringere Qualitätsfaktor unter Vakuum von erhöhten Verlusten im PZT statt AlN herrührt, oder von der dickeren magnetischen Schicht.

5.3.7 Rauschverhalten und Auflösungsgrenze

Im Folgenden werden das Rauschniveau in Resonanz, das Grundrauschen außerhalb der Resonanz und im Anschluss die magnetische Auflösungsgrenze (LOD) der Sensoren diskutiert.

Rauschniveau in Resonanz

Der Verlauf der Rauschdichte über die Frequenz ist in Abbildung 5.30d exemplarisch dargestellt und ist geprägt durch den Bereich des „ $1/f^4$ -Rauschens für niedrige Frequenzen, dem Johnson-Nyquist-Rauschen im mittleren Frequenzbereich und dem relativ konstanten Verstärker-dominierten Rauschbereich oberhalb von 1 kHz. Genaue Messungen in der Resonanz zeigen eine Erhöhung der Rauschdichte in der mechanischen Resonanz des Sensors, siehe Abbildung 5.30c. Das Rauschniveau in Resonanz ist nicht abhängig vom Magnetisierungszustand der magnetischen Phase, auch piezoelektrischen Sensoren¹³ weisen die gezeigte Rauscherhöhung in mechanischer Resonanz auf.

Ein Rauschanstieg in Resonanz kann auch für ähnlich sensitive großskalige Sensoren beobachtet werden [27]. Als Ursache für den Rauschanstieg in Resonanz kommen akustische Einkopplung und das thermisch-mechanische Rauschen in Betracht. Akustische Rauschekopplungen sind aufgrund der relativ hohen Frequenz (4 bis 7 kHz) und der guten Schirmung des Messaufbaus relativ unwahrscheinlich, könnten aber durch Konzepte wie das Stimmgabelkonzept [121] oder durch Korrelationsmessungen unterdrückt werden. P. Durdaut et al. [76] konnten an großskaligen Sensoren anhand von Korrelationsmessungen zwischen ME-Sensoren und piezoelektrischen Sensoren zeigen, dass die Ursache für die Rauscherhöhung in Resonanz das thermisch-mechanische Rauschen ist und akustische Einkopplungen nicht dominieren. Wie im Folgenden dargestellt wird, ist das thermisch-mechanische Rauschen auch für die in dieser Arbeit entwickelten Sensoren die Ursache für den Rauschanstieg in Resonanz.

In der folgenden Analyse des thermisch-mechanischen Rauschens ist immer das Gesamtrauschen E_i gezeigt, das um den Gain-Faktor korrigiert ist. Der Einfluss anderer Rauschbeiträge ist für die Auswertung des thermisch-mechanischen Rauschens in Resonanz vernachlässigt. Diese Annahme beruht darauf, dass das thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz dominiert, während die Summe der anderen Rauschbeiträge E_{outRes} (z.B. kapazitätsabhängiges Rauschen des Operationsverstärkers E_n) das Rauschen außerhalb der Resonanz (ca. 100 Hz neben der Resonanz) dominieren. Folgend aus Formel 2.66 beträgt das rein thermisch-mechanische Rauschen:

$$E_{therm} = \sqrt{E_i^2 - \underbrace{(E_{ME}^2 + E_K^2 + E_n^2 + E_{In}^2 + E_f^2)}_{E_{outRes}}} \quad (5.2)$$

Bei einem Rauschen außerhalb der Resonanz E_{outRes} von ca. $15 \text{ nV Hz}^{-1/2}$ und einem

¹³Baugleicher ME-Sensor ohne magnetostriktives Material

Rauschen innerhalb Resonanz E_i von ca. $100 \text{ nV Hz}^{-1/2}$ (nach Abbildung 5.30c) beträgt das rein thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz E_{therm} $98,8 \text{ nV Hz}^{-1/2}$. Der Unterschied zwischen E_{therm} und E_i in Resonanz ist somit vernachlässigbar für die betrachteten Sensoren.

Der Einfluss des thermisch-mechanischen Rauschens zeigt sich in der Vakuummessung in Abbildung 5.30c. Die magnetoelektrische Sensitivität und der Qualitätsfaktor steigen um den Faktor 4,7 durch die Reduzierung der viskosen Dämpfung im Vakuum (Abbildung 5.30a). Das thermisch-mechanische Rauschen steigt in Resonanz mit $\sqrt{Q/f_{res}}$ (Siehe Formel 2.61). Für das gezeigte Beispiel ist $\sqrt{Q/f_{res}}$ unter Atmosphärendruck 0,36 und unter Vakuum 0,77. Das thermisch-mechanische Rauschen steigt damit nach Theorie um den Faktor 2,13. Dies entspricht dem beobachteten Rauschanstieg in Resonanz von $1,17 \cdot 10^{-7} \text{ V Hz}^{-1/2}$ (atm) zu $2,48 \cdot 10^{-7} \text{ V Hz}^{-1/2}$ (Vakuum), was einen Faktor von 2,12 ergibt.

Für das Signal-zu-Rauschverhältnis in Resonanz gilt:

$$SNR \approx \frac{U_{ME}(f_{res})}{E_{therm}(f_{res})} \quad (5.3)$$

Bei gleichbleibender Geometrie führt eine Verbesserung des Qualitätsfaktors zu einer direkten Steigerung der Sensitivität, bzw. der Ausgangsspannung $U_{ME}(f_{res})$. Gleichzeitig steigt das thermisch-mechanische Rauschen mit \sqrt{Q} . Das Signal-zu-Rauschverhältnis in Resonanz skaliert für diese Sensoren also mit:

$$SNR \approx \frac{Q}{\sqrt{Q}} \approx \sqrt{Q} \quad (5.4)$$

Im gezeigten Beispiel steigt Q durch Betrieb im Vakuum um den Faktor 4,7. Die magnetische Auflösungsgrenze steigt also bestenfalls um einen Faktor 2,16. Dies passt gut zu der magnetischen Auflösungsgrenze von 6 pT bzw. 3 pT, die aus der Linearitätsmessung per Lock-In-Verstärker abgeschätzt werden kann, siehe Abbildung 5.30d.

Für veränderliche Geometrie:

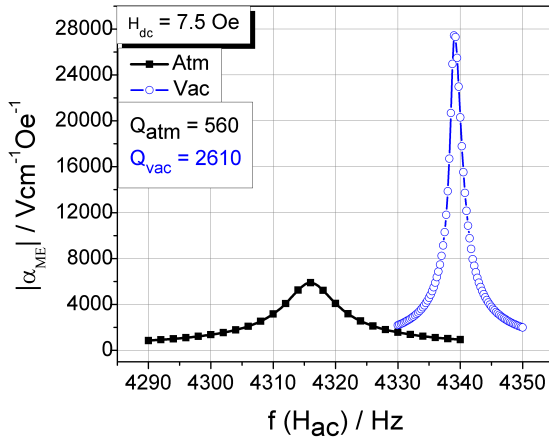
Nach der Theorie ist das thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz $E_{term}(f_{res})$ neben $\sqrt{Q/f_{res}}$ von der Federkonstante k abhängig. Für einen Biegebalken in der ersten Resonanzmode gilt [113]:

$$k = \frac{E * B * T^3}{4 * L^3}, \quad (5.5)$$

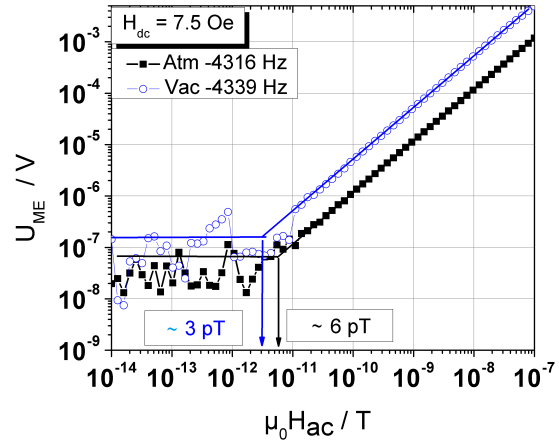
so dass für das thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz gilt (Vergleich Formel 2.60):

$$Z_{term}(f_{res}) = \sqrt{\frac{16 * k_b * T_K * Q * L^3}{B * T^3 * 2\pi * f_{res}}} \quad (5.6)$$

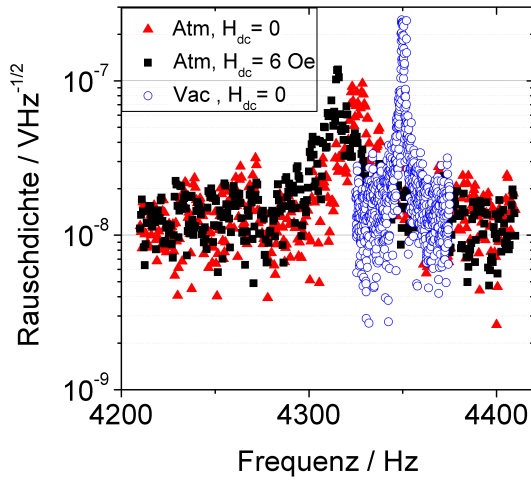
Der Qualitätsfaktor Q und die Resonanzfrequenz f_{res} sind ebenfalls von dem E-Modul E , der Breite B , Länge L und Dicke T abhängig. Für die hier betrachteten Sensoren ist jedoch



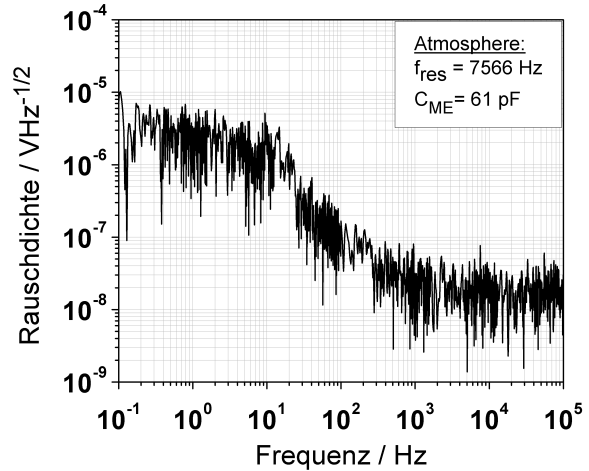
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung 5.30: a) bis c) Sensor W6N2-A2 mit 25 μm Polysilizium und 2 μm AlN, Kapazität $C_{ME} = 115 \text{ pF}$ (2/3 Elektrode) a) Magnetoelektrische Sensitivität α_{ME} in Resonanz unter Atmosphärendruck (Atm) und unter Vakuum ($p \approx 1 \cdot 10^{-4}$ mbar) b) Linearität und Auflösungsgrenze für Magnetfelder in Resonanz unter Atmosphärendruck und unter Vakuum, gemessen per Lock-In-Verstärker. c) Rauschdichte gegen Frequenz unter Atmosphärendruck mit und ohne Haltefeld (durch Batterie angelegt) sowie unter Vakuum $p \approx 1 \cdot 10^{-4}$ mbar (Ohne Pumpe). d) Rauschdichte für einen Sensor mit 50 μm Polysilizium und 2 μm AlN, Kapazität $C_{ME} = 61 \text{ pF}$ (1/3 Elektrode).

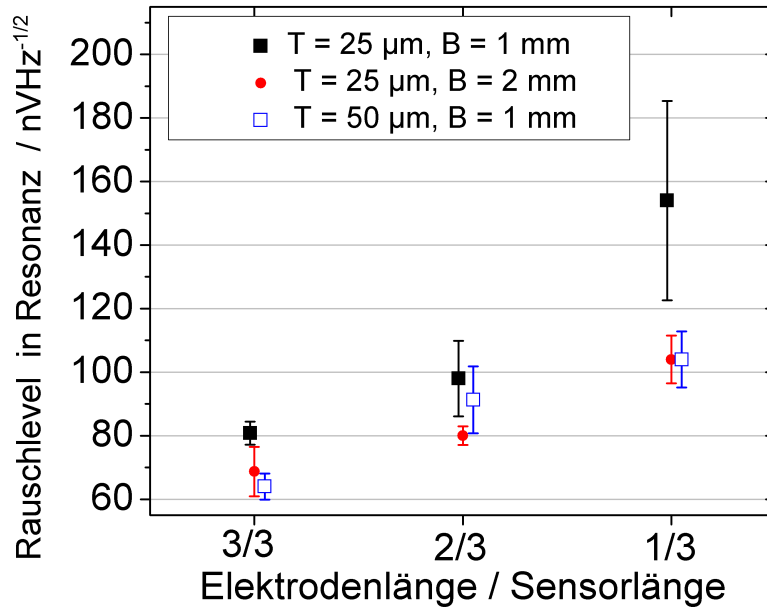


Abbildung 5.31: Gemittelttes Rauschniveau in Resonanz (Maximum) abhängig von der Elektrodenlänge, der Substratdicke T und der Sensorbreite B .

der Faktor $\sqrt{Q/f_{res}}$ für die Sensoren mit 50 μm und 25 μm Substrat unter Atmosphärendruck relativ gleich ($\sqrt{Q/f_{res}} = 0,35$), so dass das thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz mit $\sqrt{1/B}$ und $\sqrt{1/T^3}$ skalieren sollte. Die Faktoren $\sqrt{Q/f_{res}}$ und $\sqrt{1/T^3}$ sind abhängig von T und Druck (Atmosphärendruck oder Vakuum) in Tabelle 5.13 zusammengefasst.

Das Rauschniveau in Resonanz in Abhängigkeit von der Sensorbreite, Dicke und der Elektrodenform ist in Abbildung 5.31 gezeigt. Bei gleichbleibender Sensordicke sollte nach $\sqrt{1/B}$ das thermisch-mechanische Rauschen der Sensoren mit 2 mm Sensorbreite 30% geringer sein als das der 1 mm breiten Sensoren. Im Durchschnitt zeigen die Messungen ein 20% geringeres Rauschniveau. Die Standardabweichung beträgt jedoch 19%. Die große Standardabweichung ergibt sich daher, dass einerseits bereits die Messwerte in Resonanz bis zu 7% streuen, andererseits die Messwerte ähnlicher Sensoren bis zu 12% voneinander abweichen. Ursache hierfür kann unter anderem sein, dass die Rauschniveaus um den Gainfaktor G korrigiert sind. Die für den Gainfaktor wichtige Messung der Sensorkapazität beinhaltet einen Messfehler von $\pm 2\text{ pF}$. Für Sensoren mit 1/3 Elektrode (Kapazität $\approx 64\text{ pF}$) sind dies bereits $\pm 3\%$. Des Weiteren können auch akustische Einkopplungen einzelne Messwerte erhöhen.

Bei gleichbleibender Sensorbreite sollte nach $\sqrt{1/T^3}$ das Rauschen der Sensoren mit 50 μm Substratdicke 65% geringer sein als das der 25 μm Sensoren. Ein genauere Ver-

T	25 μm atm, M1	50 μm atm, M1	25 μm vac, M1	50 μm vac, M1	50 μm atm, M2
f_{res}	4200	7450	4250	7550	46 350
Q	500	900	2300	3250	900
$\sqrt{Q/f_{res}}$	0,35	0,35	0,74	0,66	0,14
$\sqrt{1/T^3} * 100$	0,80	0,28	0,80	0,28	0,28
$\sqrt{Q/(f_{res}T^3)} * 100$	0,28	0,13	0,59	0,19	0,04

Tabelle 5.13: Mittelwerte für Qualitätsfaktor Q und Resonanzfrequenz f_{res} in Hz für erste M1 und zweite M2 Resonanzmode, unter Atmosphärendruck (atm), bzw. unter Vakuum (vac) für Substratdicken des Polysiliziums T , sowie die daraus resultierenden Faktoren für das thermisch-mechanische Rauschen.

gleich von $\sqrt{Q/(f_{res}T^3)}$ ergibt eine Rauschreduktion um 53%. Im Durchschnitt zeigen die Messungen ein 20% geringeres Rauschniveau. Die Standardabweichung ist auch hier mit 17% sehr hoch. Dies liegt unter anderem daran, dass $\sqrt{Q/f_{res}}$ für die 25 μm - und 50 μm -Substratdicke als gleich angenommen wurde. Trotzdem ist der Einfluss der Geometrie auf das, durch thermisch-mechanisches Rauschen dominierte Rauschniveau, ersichtlich.

Der Einfluss des thermisch-mechanischen Rauschens zeigt sich ebenfalls, wenn man das Rauschen der ersten und zweiten Resonanzmode vergleicht. In Abbildung 5.32 ist der Rauschanstieg in der ersten gegenüber der zweiten Resonanzmode für einen 50 μm dicken Sensor mit zwei Elektroden dargestellt (im weiteren Sensor A4). Das Rauschen der 1. Mode beträgt ca. 130 nV Hz^{-1/2}, das Rauschen der 2. Mode beträgt ca. 55 nV Hz^{-1/2}. Das Rauschverhältnis beträgt $2,4 \pm 0,1$. Der Fehler ergibt sich durch die Korrektur der Rauschspannung um den Gainfaktor, der den Messfehler der Kapazität von mindesten ± 2 pF beinhaltet. Dieses Verhältnis passt zufällig zum Faktor aus Qualitätsfaktor und Resonanzfrequenz $\sqrt{Q/f_{res}}$ (siehe Tabelle 5.13), kann aber darüber nicht vollständig erklärt werden, da sich die Federkonstante k und die mechanische Übertragung der ersten und zweiten Mode unterscheiden [137], [138]. Weiterführende Analysen zum thermisch-mechanischen Rauschen in der zweiten Mode werden von Simon Fichtner erwartet.

Das Rauschen in Resonanz steigt mit kürzerer Elektrodenlänge an. Ursächlich hierfür ist das gleiche Prinzip, welches für die Verbesserung der magnetoelektrischen Sensitivität gilt (Vergleich Abbildung 5.26a). Die Elektrodenform hat keinen Einfluss auf die Auslenkung des Biegebalkens, sei es durch die magnetostriktive Kraft oder durch die thermisch-mechanisch induzierte Kraft (siehe Formel 2.58). Unabhängig von der Elektrodenform entsteht somit in der piezoelektrischen Phase die gleiche Anzahl an Ladungen. Die Ladungsdichte ist am geklemmten Anfang des Biegers hoch und nimmt mit der Länge des Biegebalkens ab. Aufgrund der höheren Ladungsdichte am Anfang des Biegers ist die ME-Spannung für die 1/3 Elektrode größer als für die vollflächige Elektrode 3/3. Das Gleiche gilt allerdings auch für die Ladungen und folglich für die Rauschspannung, die durch die thermisch-mechanische Kraft erzeugt wird.

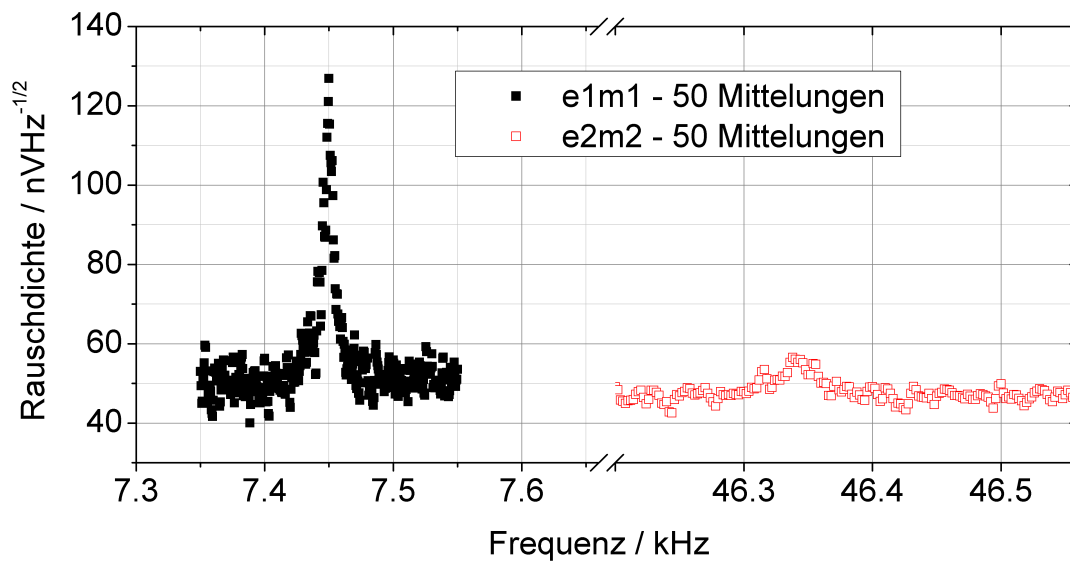


Abbildung 5.32: Rauschniveau für einen $50\ \mu\text{m}$ Sensor (A_4) mit zwei Elektroden (Kapazität $C_{e1} = 41\ \text{pF}$ und $C_{e2} = 74\ \text{pF}$); e1m1: erste Elektrode, erste Resonanzmode, e2m2: zweite Elektrode, zweite Resonanzmode, 50 Mittelungen.

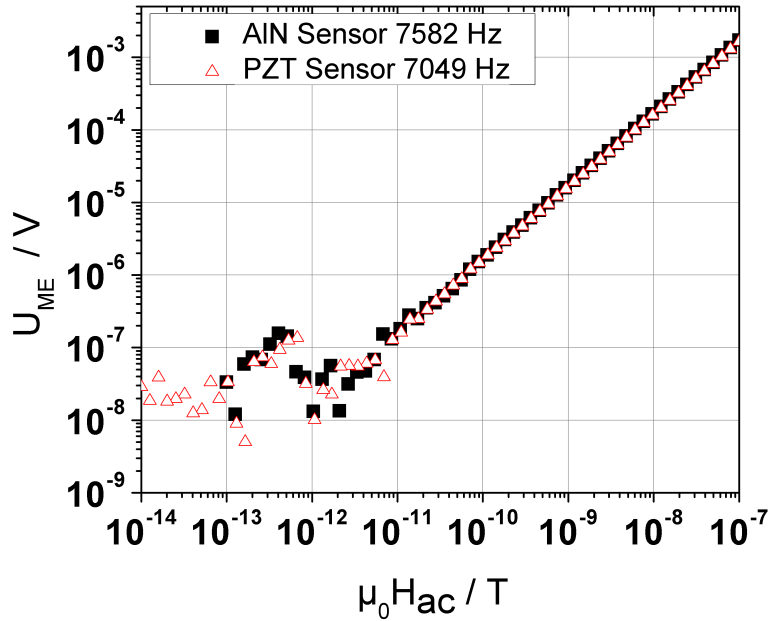


Abbildung 5.33: Sensorspannung abhängig vom magnetischen Feld für einen Sensor mit $2 \mu\text{m}$ AlN und $50 \mu\text{m}$ Polysilizium-Substrat (Sensor A), $f(H_{ac}) = 7582 \text{ Hz}$, sowie für einen Sensor mit $2 \mu\text{m}$ PZT und $50 \mu\text{m}$ Polysilizium-Substrat mit $f(H_{ac}) = 7049 \text{ Hz}$.

Die piezoelektrische Phase (AlN oder PZT) hat auf das Rauschen in Resonanz nur bedingt einen Einfluss. Das thermisch-mechanische Rauschen sowie die ME-Sensitivität hängen vom piezoelektrischen Koeffizienten $z * e_{3j,f} / \epsilon_{r,33}$ ab (Gleichung 2.61 und 2.35). Für das gewählte Sensordesign ist $z * e_{3j,f} / \epsilon_{r,33}$ ($j=3$ für PZT, $j=1$ für AlN) für beide piezoelektrischen Materialien annähernd gleich. Das heißt, dass die mechanische Auslenkung des Biegebalkens, die durch die Magnetostriktion entsteht, sowie die Auslenkung, die durch das thermisch-mechanische Rauschen entsteht, in AlN und in PZT gleichermaßen eine Spannung erzeugt. Somit ist das Rauschniveau und die Auflösungsgrenze in Resonanz für beide Materialien gleich, siehe Abbildung 5.33.

Eine Möglichkeit thermisch-mechanische Rauscheinkopplungen zu unterdrücken, wurde von J. Zhai und D. Viehland vorgestellt [139]. Das Konzept besteht aus zwei symmetrischen per Epoxy zusammengeklebten PZT- und Terfenol-D-Schichten. Die magnetische Konfiguration ist dabei so gewählt, dass ein magnetisches Signal zu einer transversalen Resonanz führt. Thermisches Rauschen soll nach Zhai dagegen aufgrund der symmetrischen Struktur des Sensors zu einer longitudinalen Resonanz führen. Inwieweit dieses Konzept für MEMS-Sensoren umsetzbar ist und inwieweit damit tatsächlich das thermische Rauschen unterdrückt werden kann, wird gezeigt werden müssen.

Rauschniveau außerhalb der Resonanz

Das Rauschniveau außerhalb der Resonanz (Grundrauschen, gemessen 100 Hz neben der Resonanz) ist abhängig von der Kapazität (Elektrodendesign) in Abbildung 5.34 zusammengefasst. Die Daten sind gemittelt über Sensoren mit AlN, PZT und Dicken von 25 μm , bzw. 50 μm Polysilizium-Substrat, da kein signifikanter Einfluss von Piezoelektrikum und Substratdicke auf das Rauschen außerhalb der Resonanz erkennbar ist. Mit abnehmender Kapazität steigt das Grundrauschen an. Das Rauschen des Verstärkers (unbalancierten Operationsverstärkers AD745) E_n , welches für bisherige ME-Sensoren das Rauschniveau für Frequenzen über 1 kHz dominiert (siehe 2.69), ist nach Datenblatt zum Vergleich eingezeichnet. Für Sensorkapazitäten deutlich über 100 pF nähert sich das Grundrauschen dem Rauschniveau des Verstärkers. Für Sensorkapazitäten unterhalb von 100 pF steigt das Grundrauschen deutlich stärker an als es durch den unbalancierten Operationsverstärker nach Datenblatt zu erwarten ist. Eine Überprüfung des Verstärkerrauschens, abhängig von der Eingangskapazität durch Phillip Durdaut, offenbart eine Abweichung des Gerätes vom nominellen Datenblatt. Im Vergleich zu diesen Werten zeigt sich, dass das Rauschniveau außerhalb der Resonanz für hohe Resonanzfrequenzen vom Rauschen des Verstärkers dominiert ist.

Eine ausführliche Rauschanalyse mit den Modellen von R. Jahns [75], erweitert durch das Modell des thermisch-mechanischen Rauschens von Phillip Durdaut ist in Abbildung 5.35 für Sensor A4 gegeben, mit freundlicher Genehmigung von Phillip Durdaut.

In Resonanz dominiert das thermisch-mechanische Rauschen das Gesamtrauschen am Operationsverstärkereingang. Außerhalb der Resonanz dominiert das Spannungsrauschen des Operationsverstärkers AD745 das Grundrauschen. Als zweiter dominanter Rauschanteil spielt das thermisch-elektrische Rauschen der piezoelektrischen Phase (Johnson-Nyquist Rauschen) eine Rolle. Als dritter Rauschanteil wird das Rauschen der Kabel wichtig. Im Modell sind die Zuleitungen auf dem Sensorchip, die Platine und die Koaxialkabel zusammengefasst. Eine Verkürzung der elektrischen Zuleitungen auf Chip und Kabel kann diesen Rauschanteil reduzieren. Das Stromrauschen des Operationsverstärkers AD745 und das Rauschen des Feedback-Widerstandes dominieren das Grundrauschen nicht.

Magnetische Auflösungsgrenze in Resonanz

Die magnetische Auflösungsgrenze (LOD) der Sensoren wird aus der Sensitivität und der Rauschspannungsdichte in der ersten Resonanzmode berechnet und beträgt $2 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ bis $10 \text{ pT Hz}^{-1/2}$.

Die Verbesserung des LOD durch ein Abgreifen der ME-Spannung nah der Klemmung des Biegebalkens (1/3 Elektrode statt 3/3 Elektrode) kann nicht belegt werden. Dies liegt daran, dass sowohl das Rauschen in Resonanz (siehe Abbildung 5.31) als auch die Sensitivität (siehe Abbildung 5.26a) im gleichen Maße mit Verkürzung der Elektrode ansteigen. Somit bleibt das Signal-zu-Rausch-Verhältnis unabhängig von der Elektrodenform, siehe

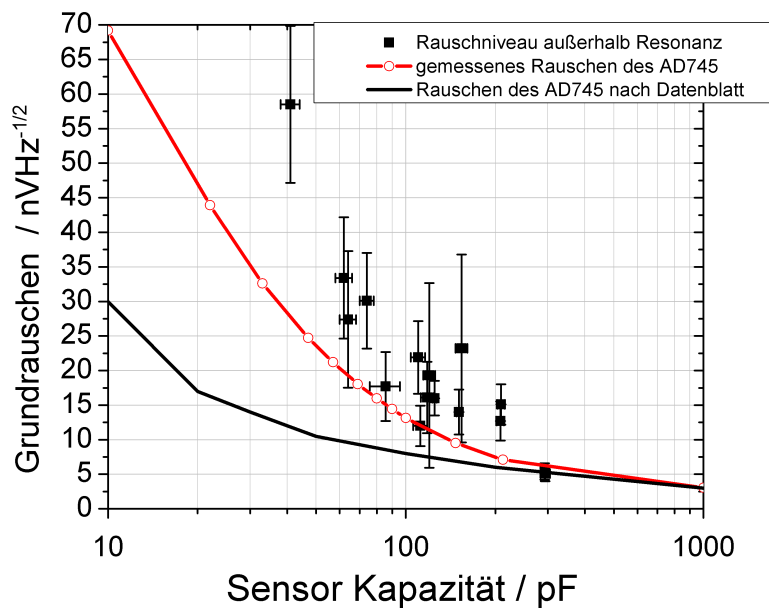


Abbildung 5.34: Grundrauschen (Mittleres Rauschniveau 100 Hz neben der Resonanzfrequenz gemessen) abhängig von der Sensorkapazität gegenüber dem gemessenen Rauschen des Verstärkers (unbalancierten Operationsverstärkers AD745) E_n und dem Rauschen nach Datenblatt. Dank an Phillip Durdaut für die Messung des Verstärkerrauschens. Fehlerbalken beinhalten 15% Ablesefehler des Mittelwertes und die Ungenauigkeit der Kapazitätsmessung von ± 2 pF.

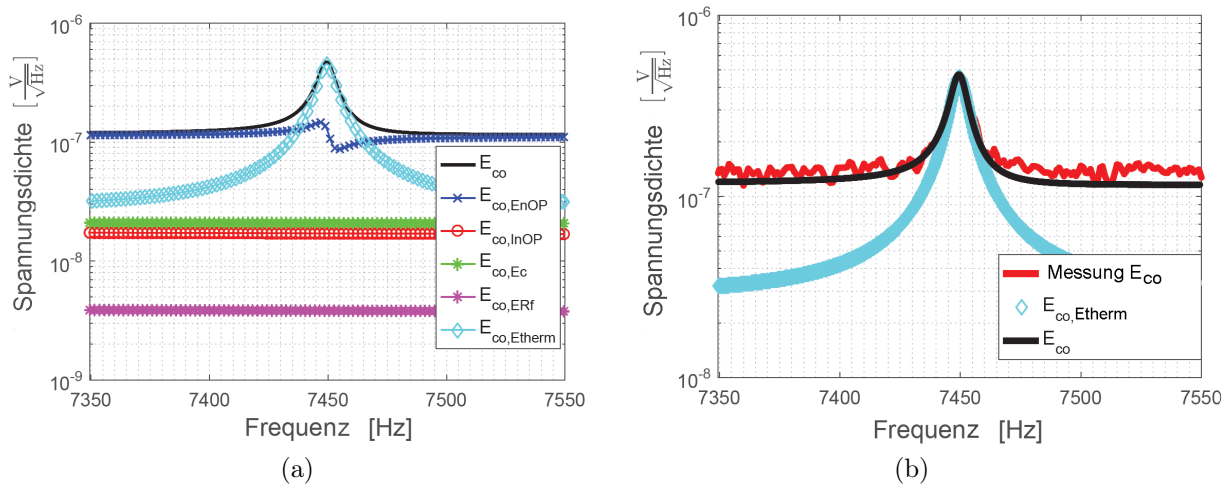


Abbildung 5.35: a) Rauschmodell für Sensor A4 mit 45 pF Kapazität, erste Resonanzfrequenz 7450 Hz. E_{oc} gesamte Rauschspannungsdichte am Ausgang des Ladungsverstärkers (d.h. Daten nicht um Gainfaktor korrigiert), $E_{oc,EnOP}$ Rauschspannungsdichte des Operationsverstärkers AD745, $E_{oc,InOP}$ Stromrauschen des Operationsverstärkers, $E_{oc,Ec}$ Johnson-Nyquist Rauschen der Kabelkapazitäten, $E_{oc,ERf}$ Rauschen des Feedback-Widerstandes, $E_{oc,Etherm}$ thermisch-mechanisches Rauschen und thermisch-elektrisches Rauschen der piezoelektrischen Schicht des Sensors. b) Vergleich der gemessenen Rauschspannungsdichte am Ausgang des Ladungsverstärkers E_{oc} zum Modell und zum thermischen Rauschanteil. Mit freundlicher Genehmigung von Phillip Durdaut.

Abbildung 5.36 am Beispiel einer Charge mit 25 μm Polysilizium-Substrat und AlN.

Die geringe Kapazität der Sensoren (durch kürzere oder schmalere Elektroden,) die durch den unbalancierten Verstärker zu einem erhöhten Rauschlevel führt, hat keinen signifikanten Einfluss auf das LOD in Resonanz, da in Resonanz das thermisch-mechanische Rauschen dominiert.

In Resonanz hat die Breite der Sensoren ($B = 1 \text{ mm}$ oder 2 mm) keinen signifikanten Einfluss auf das LOD. Dies liegt daran, dass die Sensitivität mit zunehmender Breite, aufgrund des ungünstigeren Demagnetisierungsfaktors und der Spannungsanisotropie nah der Klemmung, um 25% sinkt und gleichzeitig das thermisch-mechanische Rauschen mit zunehmender Breite um 20% sinkt.

Eine größere Substratdicke ($T = 50 \mu\text{m}$ statt $25 \mu\text{m}$) wirkt sich positiv auf das LOD in Resonanz aus. Die Sensitivität der dickeren Sensoren ist unter Atmosphärendruck aufgrund des höheren Qualitätsfaktors im Mittel 28% größer. Gleichzeitig ist das thermisch-mechanische Rauschen im Mittel 20% geringer. Insgesamt ist damit das LOD der dickeren Sensoren Faktor 1,5 besser als das der dünneren Sensoren. Aus der theoretischen Betrachtung der Sensitivität +12% (siehe Tabelle 5.11) und der theoretischen Betrachtung des thermisch-mechanischen Rauschens -65% ergibt sich ein Faktor 3 höheres Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die dickeren Sensoren unter Atmosphärendruck.

Unter Vakuumbedingungen ist die Sensitivität der 50 μm und 25 μm Sensoren fast gleich groß. Das thermisch-mechanische Rauschniveau steigt nach der Theorie für die dünneren Sensoren mit $\sqrt{Q/f_{res}T^3}$ (siehe Tabelle 5.13) um den Faktor 3. Insgesamt ist unter Vakuum ein Faktor 3 besseres Signal-zu-Rausch-Verhältnis für die dickeren Sensoren zu erwarten als für die dünneren Sensoren. Es liegen allerdings nicht hinreichend viele Messungen der Rauschdichte unter Vakuum vor, um dies zu belegen.

5.3.8 Vergleich der Auflösungsgrenze in Resonanz zum Stand der Technik

In Tabelle 5.14 sind die besten in dieser Arbeit erreichten Sensitivitäten und magnetischen Auflösungsgrenzen für Messungen in Resonanz zusammengefasst und mit Literaturdaten für magnetoelektrische Dünnschicht-Komposite verglichen.

Unter Vakuumbedingungen werden durchschnittlich 60 kV/T erreicht, was einem α_{ME} Koeffizienten von 30 kV/cmOe entspricht. Damit erreichen die Sensoren in Resonanz weltweit die höchste Sensitivität. Einzig Wang et al. [140] aus der Gruppe um Ichiro Takeuchi konnten höhere Sensitivitäten in Resonanz erreichen, wobei diese durch eine elektrische Parameteramplifikation erreicht wurde.

Im Vergleich zu ähnlichen, aber größer dimensionierten magnetoelektrischen Kompositen von A. Piorra [23] oder von Yarar et al. [27] zeigt sich, dass bei Verringerung des Sensorvolumens¹⁴ um 2 Dekaden die Sensitivität um mindestens Faktor 2 verbessert werden konnte. So erreichen die großen PZT-Sensoren mit Interdigital-Elektroden von A. Pior-

¹⁴Sensorvolumen: Länge x Breite x Dicke von Substrat und aktiven ME-Stack

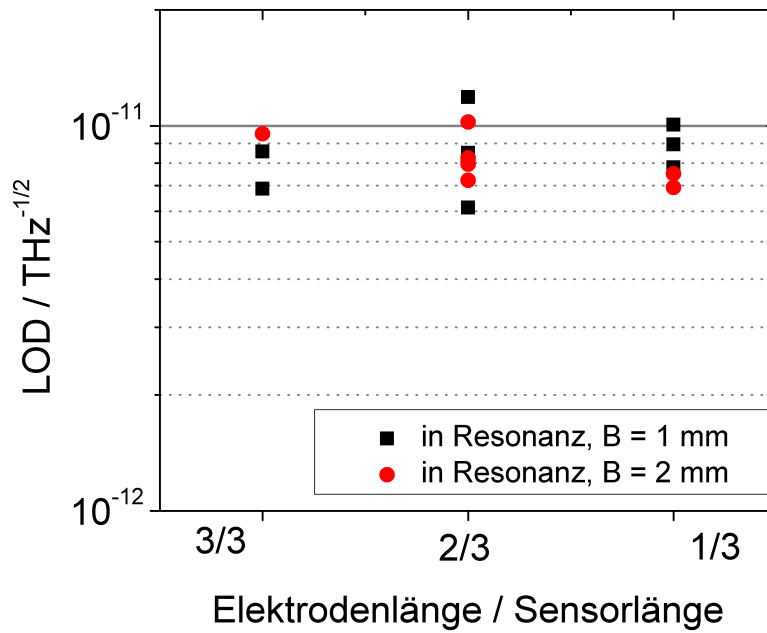


Abbildung 5.36: Magnetische Auflösungsgrenze (LOD) unter Atmosphärendruck für eine Sensorcharge mit AlN und 25 μm Polysilizium, abhängig von Elektrodengeometrie und Sensorbreite (Sensitivitäten gezeigt in Abbildung 5.26a).

ra [23] in Resonanz bis zu 15 kV/T. Die bezüglich PZT, FeCoSiB und Elektrodenform äquivalenten Sensoren dieser Arbeit erreichen bis zu 23 kV/T in Resonanz und 58 kV/T in Vakuum. Sensoren mit AlN als Piezoelektrikum von Yarar et al. [27] erreichen bis zu 8 kV/T in Resonanz. In dieser Arbeit wurden in Resonanz unter Atmosphärendruck 20 kV/T und bis zu 72 kV/T unter Vakuum erreicht.

Ursache für die höhere Sensitivität ist die verbesserte mechanische Kopplung, welche durch Reduktion des Substrates und Erhöhung des Gütefaktors erreicht wurde. Es muss allerdings berücksichtigt werden, dass die größeren Sensoren geringere Anisotropiefeldstärken (Vergleich Tabelle 5.10) und somit einen leicht höheren piezomagnetischen Koeffizienten aufweisen. Ursache hierfür ist der niedrigere Demagnetisierungsfaktor und andere Spannungszustände nah der Klemmung.

Im Vergleich zu den nahezu substratfreien, im Volumen 2 Dekaden kleineren Sensoren von Marauska et al. [17], welche Sensitivitäten bis zu 16 kV T^{-1} aufweisen, sind die in dieser Arbeit hergestellten Sensoren Faktor 4 besser und bieten ein sehr gutes Sensitivität zu Größenverhältnis. Die Ursachen für die höhere Sensitivität, trotz dickerem Substrats, sind die bessere induzierte Anisotropie und eine bessere Bewahrung der weichmagnetischen Eigenschaften der magnetostriktiven Phase. Letzteres beruht einerseits auf dem günstigeren Demagnetisierungsfaktor der 1 mm x 3 mm Sensoren und andererseits auf der geringeren Substratrauheit für die magnetische Phase.

Hinsichtlich der magnetischen Auflösungsgrenze (LOD) konnte trotz höherer Sensitivität weder eine deutliche Verbesserung noch eine Verschlechterung erzielt werden. Sowohl die großskaligen magnetoelektrischen Sensoren als auch die in dieser Arbeit entwickelten Sensoren erreichen Auflösungsgrenzen im Bereich von $2 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ bis $6 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ in Resonanz¹⁵. Mit Lock-In-Verstärkern mit einer Zeitkonstante von 1 s können bessere Auflösungsgrenzen von 400 fT für die großskaligen AlN-Sensoren von Yarar et al. [27]) erreicht werden, die äquivalente Rauschdichte beträgt hierbei ca. $\sqrt{78 \text{ mHz}}$ und ist daher nicht vergleichbar.

Ursache für die unveränderte magnetische Auflösungsgrenze trotz höherer Sensitivität ist nach aktuellem Kenntnisstand das thermisch-mechanische Rauschen, welches das Signal-zu-Rausch-Verhältnis dominiert. Die Verbesserung der mechanischen Kopplung erhöht in Resonanz sowohl die magnetoelektrische Sensitivität als auch das thermisch-mechanische Rauschen. Unter Berücksichtigung des 2 Dekaden geringeren Sensorvolumens sind die erreichten magnetischen Auflösungsgrenzen als Fortschritt zu bewerten.

Solange das thermisch-mechanische Rauschen in Resonanz dominiert, erzielt ein besseres piezoelektrisches Material keinen Vorteil für das Signal-zu-Rauschverhältnis. Eine Erhöhung des Qualitätsfaktors bei gleichbleibender Geometrie bietet das Potential, das Signal-zu-Rauschverhältnis mit \sqrt{Q} zu erhöhen, da das Signal mit Q ansteigt, das thermisch-mechanische Rauschen aber nur mit \sqrt{Q} . Zur Berechnung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses in Resonanz abhängig von der Sensorgeometrie muss zukünftig die Abhängigkeit des Qualitätsfaktors, der mechanischen Kopplung κ und des thermisch-mechanischen Rauschens

¹⁵Berechnet aus Signal- und Rauschmessungen, bezogen auf \sqrt{Hz}

Sensor	aktive Phase	Dimension			α atm/vac [kV/T]	LOD atm/vac [pT Hz ^{-1/2}]	Frequenz $f(H_{ac})$ [kHz]
		L	B	T			
A [1]	FeCoSiB-Cr / AlN	3000	1000	55	20/59	3,5 / 2	7,58
C [1]	FeCoSiB-Cr / AlN	3000	1000	55	18/72	4 / 2,4	7,35
PZT [1]	FeCoSiB / PZT	3000	1000	55	23/58	4 / 3	7,05
A2 [1]	FeCoSiB-Cr / AlN	3000	1000	30	11/50	6 / 3	4,3
[120] [1]	FeCoSiB / AlN	25 000	3000	90	8/40	1000	0,150
[27] [2]	FeCoSiB / AlN	25 200	2200	300	8	3* (0,4)	0,875
[23] [2]	FeCoSiB / PZT	25 000	2000	300	15	2,4* (1)	0,855
[17] [2]	FeCoSiB / AlN	900	200	7,8	4 / 16	27	7,11
[141] [3]	TbCo ₂ FeCo / AlN	18 000	5000	55	0,165	-	35
[142] [3]	FeGa / PZT	20 000	4500	38	0,003	23000	0,33
[140] [3]	FeGa / PZT	950	200	4,2	1000 (^a)	1000	3,5

Tabelle 5.14: Vergleich der in dieser Arbeit [1], im SFB855/SFB1261 [2] und in Literatur [3] erreichenden Sensitivitäten α in kV/T und magnetischen Auflösungsgrenzen für Messungen in Resonanz an Dünnschicht-Sensoren (Abscheidung der aktiven Phase über MEMS-Prozesstechniken). Angaben für Atmosphärendruck (atm), bzw. Vakuum (vac) soweit vorhanden. Dimension der Sensoren (Substrat und aktive Phase) Länge (L), Breite (B) und Dicke (T). Substrat typischerweise Silizium. *LOD berechnet aus Signal-zu-Rausch-Verhältnis bezogen auf $\sqrt{\text{Hz}}$, in Klammern LOD aus Lock-In-Verstärker-Messungen; (^a) mit Parameteramplifikation

E_{therm} von Länge, Breite und Dicke des Substrats sowie der funktionellen Schicht des Biegebalkens berücksichtigt werden.

Eine Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses in der ersten Resonanzmode kann des Weiteren über die Verbesserung des piezomagnetischen Koeffizienten (Höhere Magnetostriktion, höhere Permeabilität) erfolgen. Eine Optimierung von Formanisotropie und Spannungsanisotropie bieten hierbei eine Möglichkeit der Verbesserung. Eine deutliche Erhöhung des magnetostriktiven Volumens ist aus Gründen der Dünnschichttechnologie, der Bewahrung weich magnetischer Eigenschaften und aus Sicht des Qualitätsfaktors (Verluste in der magnetischen Phase) weniger aussichtsreich.

Eine weitere Möglichkeit, das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen, bietet möglicherweise die Nutzung von höheren Resonanzmoden, da das thermisch-mechanische Rauschen mit der Resonanzmode abnimmt. Zur Bewahrung der hohen magnetoelektrischen Sensitivität muss voraussichtlich das Design der Sensoren angepasst werden. Erste Vorarbeiten werden diesbezüglich von Simon Fichtner durchgeführt.

5.4 ΔE -Eigenschaften der Sensoren

Die Resonanzfrequenz der Sensoren verändert sich aufgrund des ΔE -Effektes der magnetostriktiven Phase. Diese Änderung kann dazu genutzt werden, um kleine niederfrequente magnetische Felder H zu detektieren. Hierzu wird der ME-Sensor elektrisch über die piezoelektrische Phase angeregt und die Admittanzcharakteristik bei der Resonanzfrequenz f_r ausgewertet.

Details zum elektrischen Verfahren und der Messtechnik sind im Abschnitt des Theorieteils 2.3.3, bzw. Experimentalteils 3.4 erläutert. Im linearen Bereich ergibt sich die Sensitivität $S_{\Delta E}$ des Systems bezüglich kleiner magnetischer Felder H mit:

$$S_{\Delta E} \propto \hat{u}_{ex} \frac{df_r}{dH} * \frac{dY}{df_r} \propto \hat{u}_{ex} \frac{dY}{dH} \quad (5.7)$$

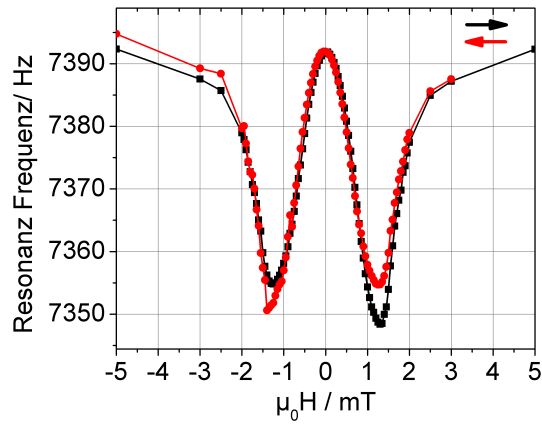
Der erste Term ist die Amplitude des Anregungsfeldes \hat{u}_{ex} . Der zweite Term $\frac{dY}{df_r}$ (Admittanzänderung dY pro Resonanzfrequenzverschiebung df_r) stellt die elektrische Sensitivität des Systems dar und hängt von den piezoelektrischen Eigenschaften, den mechanischen Eigenschaften (Qualitätsfaktor, Substratdicke) und der Elektrodengeometrie ab. Der Term $\frac{df_r}{dH}$ (Resonanzfrequenzänderung pro Magnetfeldänderung) stellt die magnetische Sensitivität des Systems dar und hängt von den magnetischen Eigenschaften und dem Volumenanteil der magnetostriktiven Phase ab. Der optimale Arbeitspunkt ist durch das magnetische Haltefeld H_{opt}^{dE} und der Resonanzfrequenz am Haltefeld $f_r(H_{opt}^{dE})$ gegeben, bei dem die magnetische und elektrische Sensitivität jeweils ein Maximum aufweisen.

Im Folgenden werden die Einflüsse der magnetischen Eigenschaften und des Qualitätsfaktors auf die elektrische $\frac{dY}{df_r}$, magnetische $\frac{df_r}{dH}$ und gesamte Sensitivität S_{dE} erläutert. Im Anschluss wird im Zusammenhang zur Anregungsamplitude \hat{u}_{ex} die magnetische Auflösgrenze diskutiert.

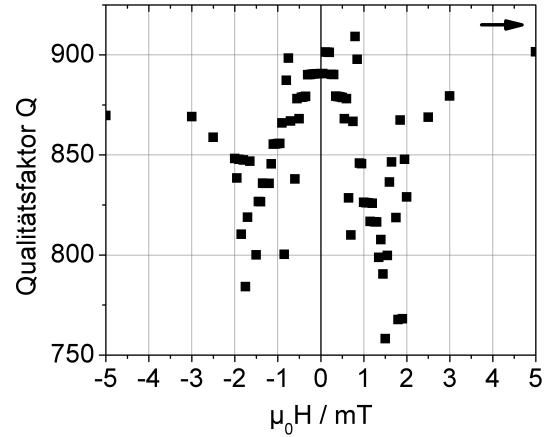
Die Auswertung konzentriert sich auf Sensoren mit 50 μm Polysilizium-Substrat und AlN als Piezoelektrikum, da hierfür Chargen mit sehr ähnlicher magnetischer Anisotropie vorliegen und das ΔE -Elektrodendesign (siehe Abbildung 7.1) umgesetzt wurde. Bisherige Sensorchargen mit 25 μm Polysilizium unterliegen starken Schwankungen in der magnetischen Anisotropie und weisen nicht das ΔE -Elektrodendesign auf. Der Einfluss der Substratdicke wird aufgrund dieser schlechten Vergleichbarkeit nur in Ansätzen diskutiert.

5.4.1 Elektrische Sensitivität

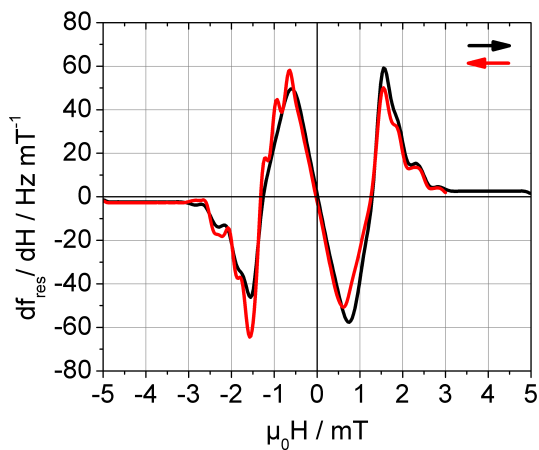
In Abbildung 5.37d sind 3 typische Admittanzverläufe für einen Sensor bei 3 verschiedenen Magnetfeldern gezeigt. Der Admittanzverlauf kann mit Hilfe des Ersatzschaltbildes aus Abbildung 2.12a beschrieben werden. Die mechanische Resonanz des Biegebalkens wird durch einen Serienschwingkreis beschrieben und führt bei f_s zu einem Maximum der Admittanz. Mit steigender Frequenz sinkt die Admittanz bis zu einem Minimum bei f_p , die durch einen



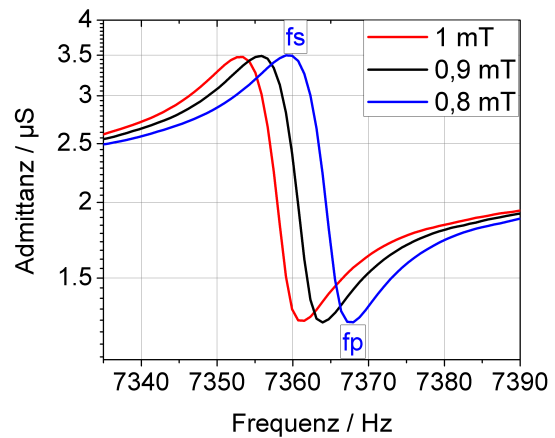
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung 5.37: Sensor C (magnetischer Zustand: Vergleich Abbildung 5.20), a) Resonanzfrequenz f_r in der ersten Mode abhängig vom Haltefeld, gemessen aus Impedanzkurven, Anregungsspannung 100 mV, b) Qualitätsfaktor abhängig vom Haltefeld. c) Ableitung df_r/dH d) Admittanz Y für Sensor C, über AlN mit 100 mV für 3 Magnetfelder in der ersten Resonanzmode angeregt; f_s und f_p markieren Maxima und Minima der Admittanzkurve.

parallel geschalteten Schwingkreis beschrieben wird. Für die Sensoren liegen die Serienresonanz und Parallelresonanz eng beieinander, so dass die höchste Steigung der Kurve $\frac{dY}{df}$ zwischen Maximum und Minimum bei der Resonanz f_r liegt. Die Resonanz f_r berechnet sich mit $f_r = f_s - (f_p - f_s)/2$. Da hinsichtlich der Anwendung nur kleine magnetische Felder und folglich kleine Resonanzverschiebungen df_r von Relevanz sind, entspricht die elektrische Sensitivität $\frac{dY}{df_r}$ der Steigung der Kurve $\frac{dY}{df}$ bei der Resonanzfrequenz f_r .

Ein Bewertungskriterium für die elektrische Sensitivität $\frac{dY}{df}$ ist die Bandbreite der Admittanz B_a , die den Term df beeinflusst. Unter Atmosphärendruck entspricht das Verhältnis aus Resonanzfrequenz und Bandbreite ziemlich genau dem mechanischen Qualitätsfaktor Q , so dass dieser zur Bewertung der elektrischen Sensitivität verwendet wird.

$$Q \cong f_r / B_a \tag{5.8}$$

$$B_a = f_p - f_s \tag{5.9}$$

Die Abhängigkeit des Qualitätsfaktors Q vom magnetischen Haltezustand wurde bereits in Abschnitt 5.3.4 erläutert und ist für Sensor C in Abbildung 5.37b gegeben. Der Verlauf der Q -Kurve ähnelt dem Verlauf der Resonanzfrequenz über dem magnetischen Haltefeld. Die höchsten Verluste korrelieren mit dem geringsten E-Modul (geringste Resonanzfrequenz) bei einem Haltefeld von ca. 1 mT. Für diesen magnetischen Haltezustand führt die mechanische Vibration über die inverse Magnetostriktion zu einer starken Änderung der Anisotropie und somit zu einer Magnetisierungsänderung, die durch verlustbehaftete Domänenwandbewegung erfolgt.

Der Qualitätsfaktor Q ist ebenfalls von der Anregungsamplitude abhängig. Wie in Abbildung 5.38 exemplarisch gezeigt, sinkt der Qualitätsfaktor bei 5 mT von 750 auf 710, wenn die Anregungsspannung von 10 mV auf 400 mV erhöht wird. Mit der Anregungsspannung steigt die mechanische absolute Auslenkung des Biegebalkens. Über die inverse Magnetostriktion bedeutet dies auch eine vermehrte Domänenwandbewegung. Auch bei 5 mT ergibt sich ein Unterschied, da die Probe bei 5 mT nicht gänzlich gesättigt ist. Anhand von MOKE-Aufnahmen lässt sich erkennen, dass die Ecken und Ränder der Probe mindestens 10 mT zur magnetischen Sättigung benötigen. Dieses Feld kann mit dem bisherigen Messaufbau nicht erzeugt werden.

Nichtlinearitäten

In Abbildung 5.38b zeigt sich, dass bei einem Haltefeld von 0,55 mT der Qualitätsfaktor von 700 auf 450 sinkt, wenn die Anregungsamplitude von 10 mV auf 400 mV erhöht wird. Eine genaue Betrachtung des Phasenverlaufs der Impedanzkurve offenbart dabei, dass bei einer Anregungsamplitude von 400 mV das System nicht mehr linear ist, die Resonanzfrequenz verschiebt sich zu geringeren Werten. Die Ergebnisse legen nahe, dass für die gezeigte Probe bei 400 mV die mechanische Auslenkung so groß ist, dass über die inverse Magnetostriktion sich die Anisotropie verändert. Der Arbeitspunkt entspräche damit nicht mehr dem

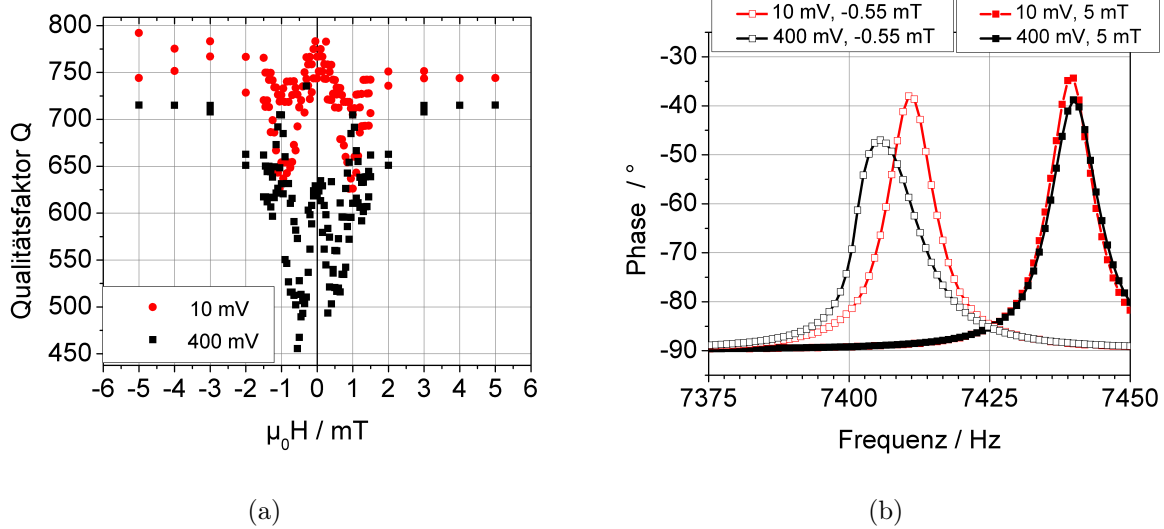


Abbildung 5.38: a) Qualitätsfaktor Q abhängig vom Haltefeld und b) Phase der Impedanz für zwei Haltefelder jeweils für Anregungsamplitude 10 mV und 400 mV; Sensor B3 ähnlich zu Sensor C - mit 50 μm Polysilizium, Typ 1, Elektrode e1

linear approximierten Teil der Magnetostruktionskurve. Die Schwingung wird nichtlinear. Dies ist ähnlich zur magnetischen Modulation, bei welcher mit Absicht die nichtlineare Magnetostruktionskennlinie genutzt wird. Im Fall des ΔE -Ausleseverfahrens führen nichtlineare Schwingungen potentiell zu Problemen, da nichtlineare Frequenzanteile mit in das auszuwertende Frequenzspektrum gemischt werden können.

Prinzipiell würde eine hohe Anregungsspannung auch bei piezoelektrischen Sensoren oder einfachen Siliziumbiegebalken (per Vibration angeregt) irgendwann zu nichtlinearen Schwingungen führen. Unzureichend steife Aufhängungen des Biegebalkens führen beispielsweise zum „softening effekt“ (Resonanzfrequenz reduziert sich), wie von Yang et. al. erläutert [72]. Für eine Si/SiO₂/Si Aufhängung wie in Abbildung 5.39 skizziert, führen große Amplituden zur Kompression des SiO₂, die Resonanzkurve wird nichtlinear, die Resonanzfrequenz reduziert sich. Dieser Effekt ist auch für die hier hergestellten Sensoren denkbar. Da für die gezeigten Sensoren die Nichtlinearität aber vom magnetischen Haltezustand abhängt, wird die nichtlineare Magnetostruktion als Hauptursache angesehen.

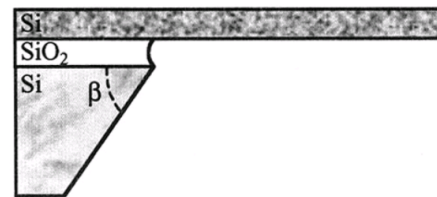


Abbildung 5.39: Schematische Darstellung eines per MEMS hergestellten Siliziumbiegebalken, mit Siliziumdioxid als Ätzstopp. Aus Yang et. al. [72] Fig.8

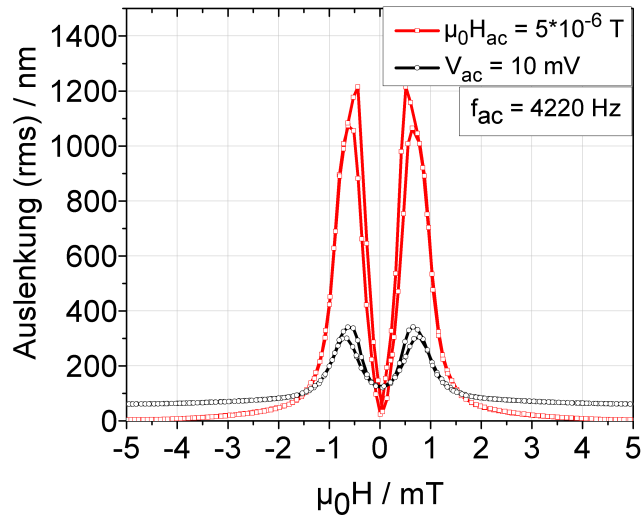


Abbildung 5.40: Sensor mit 25 μm Polysilizium: Auslenkung (rms Wert, am Ende des Biegebalkes) abhängig von magnetischer Anregung und elektrischer Anregung bei einer Frequenz von 4220 Hz. (Resonanzfrequenz für Haltefeld von 0,55 mT)

Einfluss von Vakuum auf die elektrische Sensitivität

Durch Operation in Vakuum reduzieren sich die Verluste durch viskose Dämpfung, der mechanische Qualitätsfaktor und die magnetoelektrische Sensitivität verbessern sich im gleichen Maße. Für die Impedanzcharakteristik der Sensoren, und somit für die elektrische Sensitivität $\frac{dY}{df}$, bedeutet eine starke Erhöhung des mechanischen Qualitätsfaktors einerseits eine Reduktion der Bandbreite der Admittanz und andererseits eine Erhöhung des absoluten Admittanzunterschied dY . (Die Admittanz hängt von der generierten Ladung ab, die durch die Anregungsspannung erzeugt wird. Eine Reduktion der Dämpfung erhöht die mechanische Auslenkung des Biegebalkens, die generierte Ladung [33] in Resonanz nimmt zu. Damit steigt die Admittanz bei der Serienresonanz und sinkt bei der Parallelresonanz. Der absolute Admittanzunterschied dY steigt an.) Unter Vakuumbedingung ist daher die Approximation des Qualitätsfaktors rein aus der Bandbreite der Admittanz (Formel 5.9) nicht mehr gültig. Für Messungen und Auswertungen unter Vakuumbedingungen wird daher der aus magnetoelektrischen Messungen ermittelte Qualitätsfaktor verwendet. Um zu beurteilen, ob die gleichen Verlustmechanismen für die mechanische Güte unter elektrischer und magnetischer Anregung gelten, wurde die magnetische Anregung H_{ac} (typischerweise $1 \cdot 10^{-7}$ T) mit der elektrischen Anregungsspannung V_{ac} verglichen.

Hierfür wurde die absolute mechanische Auslenkung x des Biegebalkens in Resonanz

optisch im Magnetostruktionsmesstand ermittelt. Der Vergleich erfolgt an einem Sensor mit 25 µm Polysilizium mit einer Resonanzfrequenz von 4220 Hz, da die Messelektronik für höhere Frequenzen nicht ausgelegt ist. In Abbildung 5.40 ist die maximale Auslenkung der Biegebalkenspitze x gegenüber dem Haltefeld für eine magnetische Anregung H von $5 \cdot 10^{-6}$ T (kleinstmögliches stabiles Magnetfeld) und einer elektrischen Anregung \hat{u}_{ex} von 10 mV aufgetragen. Die Auslenkung des Biegebalkens x ist direkt proportional zur magnetischen und elektrischen Anregungsamplitude im betrachteten Bereich, so dass über die gleiche Auslenkung x für ein Haltefeld von 0,55 mT ($f_{res} = 4220$ Hz) elektrische Anregung und magnetische Anregung im Verhältnis stehen:

$$\begin{aligned} \text{magnetische Anregung: } \frac{x}{H} &= \frac{1177nm}{5\mu T} = \frac{100nm}{0,42\mu T} \\ \text{elektrische Anregung: } \frac{x}{\hat{u}_{ex}} &= \frac{337nm}{10mV} = \frac{100nm}{2,97mV} \\ \text{Verhältnis bei gleicher Auslenkung: } &2,97\text{ mV}/0,42\text{ }\mu\text{T} = 7070\text{ V/T} \end{aligned}$$

Es ergibt sich ein Verhältnis von Spannung zu Magnetfeld, welches mit 7070 V/T sehr ähnlich zur magnetoelektrischen Sensitivität von 7550 V/T ist. Abweichungen mögen messbedingt sein, da die großen Spulen des Magnetostruktionsmesstandes für hohe Frequenzen einen Fehler von bis zu 10% aufweisen.

Verlustmechanismen, die von der mechanischen Auslenkung abhängen (z.B. viskose Dämpfung, Klemmverluste, thermoelastische Verluste), können somit für magnetische und elektrische Anregung als äquivalent angenommen werden. Magnetische Verluste könnten sich im Prinzip unterscheiden. Mechanische Spannungen, die während der Vibration im magnetischen Material entstehen, wirken uniaxial auf die Magnetisierung, ein Magnetfeld wirkt dagegen unidirektional. (Wird der magnetoelektrische Sensor magnetisch mit H_{ac} weit außerhalb der Resonanz angetrieben, wirkt das Magnetfeld H_{ac} unidirektional. In Resonanz kommt, steigend mit der Anregungsamplitude, ein uniaxialer Anteil über die inverse Magnetostruktion hinzu.) Somit könnte sich prinzipiell ein Unterschied im mechanischen Qualitätsfaktor durch elektrische und magnetische Anregung aufgrund leicht unterschiedlicher magnetischer Verlustmechanismen ergeben. Der Unterschied wird jedoch als sehr klein eingeschätzt. Für ein tieferes Verständnis der wirkenden magnetischen Verlustmechanismen wären MOKE-Untersuchungen in Resonanz in Zukunft aufschlussreich.

Der Einfluss von Vakuum auf die elektrische Sensitivität ist in Abbildung 5.41 anhand von Sensor C dargestellt. Durch die Reduzierung der viskosen Luftdämpfung erhöht sich im Beispiel der Qualitätsfaktor um 2,5. Der Verlauf der Admittanzkurve, sowie die zugehörige Phase wird um den Faktor 1,6 schmaler, der Admittanzunterschied dY als auch die Phase erhöhen sich um den Faktor 1,6. Das Maximum der elektrischen Sensitivität $\frac{dY}{df}(max)$, siehe Abbildung 5.41d, steigt insgesamt um den Faktor 3,1. Die magnetische Sensitivität $\frac{df_r}{dH}$ wird durch die Operation im Vakuum nicht beeinflusst. Der Kurvenverlauf $f_r(H)$ verschiebt sich lediglich um 0,3% zu höheren Frequenzen. Für $\frac{df_r}{dH}$ in f_r/mT (normiert auf die Resonanzfrequenz) bedeutet dies eine Änderung um 0,003% f_r/mT .

Sensor	Q^{atm}	Q^{vac}	F_Q	F_{sens}
C	832	2087	2,5	3,1
C*	940	3530	3,7	10-15*
B3	890	2770	3,1	5,5
A4	950	2040	2,1	4,3
A1	950	3300	3,5	6,3

Tabelle 5.15: Vergleich der Qualitätsfaktoren unter Atmosphärendruck (*atm*) und unter Vakuum (*vac*) mit Druck $p \leq 1 \cdot 10^{-4}$ mbar: Q gemessen aus der magnetoelektrischen Resonanzkurve mit $1 \cdot 10^{-7}$ T Anregungsfeld. Faktor F_Q : Anstieg des Qualitätsfaktors durch Operation im Vakuum. Faktor F_{sens} : Anstieg der berechneten maximalen elektrischen Sensitivität durch Operation im Vakuum $\frac{dY}{df}(max, vac) / \frac{dY}{df}(max, atm)$. Sensoren aus der gleichen Charge mit 50 μm Polysilizium. 2 μm AlN, 2 μm FeCoSiB-Cr-Multilage; C bis A4 Breite 1 mm; A1 Sensorbreite 2 mm; jeweils Elektrode e1, erste Resonanzmode. Magnetische und elektrische Anregung wurden so gewählt, dass eine ähnliche absolute Auslenkung des Biegebalkens zu erwarten ist. * Impedanzmessung im Vakuum mit 0,5 Hz Schritten, Ableitung nicht gänzlich vertrauenswürdig.

Ein direkter Zusammenhang zwischen dem Anstieg des Qualitätsfaktors und dem Anstieg der maximalen elektrischen Sensitivität $\frac{dY}{df}(max)$ kann aus bisherigen Daten nicht geschlossen werden. In Tabelle 5.15 sind für 5 Sensoren die Qualitätsfaktoren Q sowie die relativen Anstiege des Qualitätsfaktors und der maximalen elektrischen Sensitivität $\frac{dY}{df}(max)$ unter Atmosphärendruck und Vakuum gegeben. Tendenziell lässt sich beobachten, dass eine Erhöhung des Qualitätsfaktors um Faktor F_Q die maximale elektrische Sensitivität F_{sens} um F_Q bis $2 * F_Q$ erhöht.

Elektrodendesign

Ein weiterer Aspekt der elektrischen Sensitivität ist die effektive elektrische Anregung der Resonanz über die Elektrode. Die Elektrodenposition relativ zum Biegebalken abhängig von der Resonanzmode ist hierbei ausschlaggebend. Der Einfluss der Elektrodengeometrie wurde federführend durch Sebastian Zabel untersucht. Die experimentelle Umsetzung eines von ihm vorgeschlagenen Elektrodendesigns konnte mit einer weiteren Maske einfach umgesetzt werden, die Abmessungen sind im Anhang in Abbildung 7.1 gegeben. Es wurden 4 Elektrodentypen umgesetzt. Typ 1 und Typ 3 sind für die Anregung in der ersten (e1) und zweiten (e2) Biegemode konzipiert, Typ 2 für die Anregung der 3. Biegemode, Typ 4 für die Anregung einer Breitenschwingung. Die bisherige Auswertung des Elektrodendesigns konzentriert sich auf die effektive Anregung der ersten und zweiten Resonanzmode (Typ 1), die Ergebnisse sind in Zabel et al. [33] veröffentlicht.

Eine effektive Anregung der ersten Resonanzmode wird für einen Biegebalken erreicht, wenn die Elektrode das erste Viertel, bis erste Drittel des Biegebalkens abdeckt (Elektrode

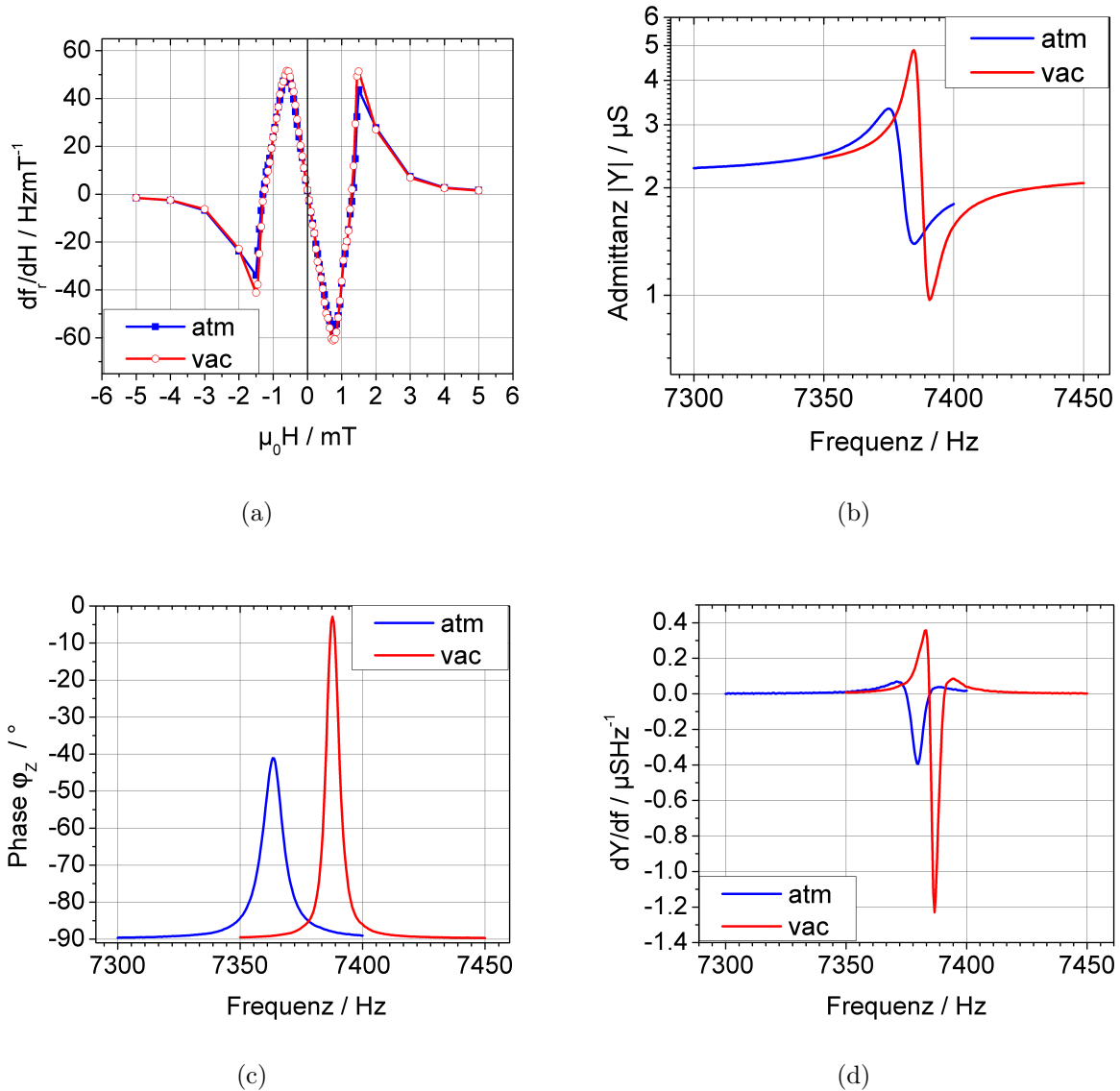


Abbildung 5.41: Sensor C, Verhalten unter Atmosphärendruck (atm) und unter Vakuum (vac $p \leq 1 \cdot 10^{-4}$ mbar). a) magnetische Sensitivität df_r/dH in der ersten Mode abhängig vom Haltefeld, gemessen aus Impedanzkurven. b) und c) Admittanzkurve und Phase beim optimalen magnetischen Haltefeld H_{opt}^{dE} von 0,8 mT d) Ableitung dY/df der Admittanzkurve. Alle Messungen mit Anregungsspannung 50 mV.

e1 in Abbildung 7.1), bzw. 1/3 Elektrode aus dem bisherigen Design). In diesem Bereich ist die mechanische Deformation während der ersten Resonanzmode am größten. Eine Elektrode, die den gesamten Biegebalken abdeckt, ist weniger effektiv, da die Ausdehnung des Piezoelektrikums am Ende des Biegebalkens nur geringfügig zur Resonanzhöhung beiträgt. Das gleiche Prinzip gilt für die zweite Resonanzmode. Die höchste mechanische Auslenkung erfolgt in der Mitte des Biegebalkens. Durch eine Konzentration der Anregungselektrode auf den mittleren Teil (e2) kann die Dynamik um 16 dB (Faktor 6,3) gegenüber der Anregung durch Elektrode e1 verbessert werden. Durch Konzentration der Elektrode auf den mechanisch relevanten Abschnitt des Biegebalkens kann eine geringere elektrische Spannung zur Anregung genutzt werden als bei einer vollflächigen Abdeckung des Biegebalkens. Dies ist vorteilhaft für die Ausleseelektronik, da auf diese Weise die Dynamik zwischen Anregungsspannung und Signalspannung verringert werden kann.

Die Dynamik zwischen Anregungsspannung und Signalspannung kann alternativ auf elektronische Weise verbessert werden, Details hierzu finden sich unter Reermann et al. [83].

5.4.2 Magnetische Sensitivität

Verlauf der $f_r(H)$ -Kurve

Das magnetisierungsabhängige E-Modul der FeCoSiB-Schicht resultiert in einer vom Magnetfeld abhängigen Resonanzfrequenz, beispielhaft an Sensor C in Abbildung 5.37a gezeigt. Die maximale Änderung des E-Modul wird nach Formel 2.44 aus der Resonanzfrequenz in Sättigung und in Minimum berechnet. Als E-Modul in Sättigung werden 150 MPa nach [46] angenommen. Als E-Modul am Minimum ergeben sich 115 MPa. Dies ergibt eine Effektgröße von 23%. Dieser Wert ist kleiner als die von Ludwig und Quandt [46] berichteten 30%. Eine mögliche Ursache für die Differenz könnte eine Abweichung in der Zusammensetzung der gesputterten Schicht sein, da die Schichten von Ludwig und Quandt mit 500 MPa Leistung gesputtert wurden und im abgeschiedenen Zustand magnetisch härter sind, als die in dieser Arbeit verwendeten Schichten.

Der Verlauf der $f_r(H)$ Kurve des Sensors C (leichte Achse e.a = kurze Achse s.a) ähnelt dem W-Verlauf der magnetoelektrischen Sensitivität ($\alpha_{ME}(H)$), bzw. der inversen Kurve des piezomagnetischen Koeffizienten $d^m(H)$, wie von Ludwig und Quandt [46] beschrieben wurde. Die Extremwerte der Kurven weichen jedoch um 0,2 mT bis 0,3 mT voneinander ab. Das Maximum der magnetoelektrischen Sensitivität und des piezomagnetischen Koeffizienten liegt stets bei niedrigeren Haltefeldern, als das Minimum der Resonanzfrequenz und des Qualitätsfaktors. Die Ähnlichkeit, bzw. Abweichung von $f_{res}(H)$ zum piezomagnetischen Koeffizienten $d^m(H)$ erschließt sich aus folgender Betrachtung: Die Änderung der Resonanzfrequenz ist proportional zum E-Modul mit $f_r \propto \sqrt{E}$. Das E-Modul (bei konst. Magnetfeld) ist abhängig von der partiellen Ableitung der Magnetostriktion zur Spannung; $1/E \propto \frac{\partial \lambda(H, \sigma)}{\partial \sigma}$, während der piezomagnetische Koeffizient (bei konst. Spannung) von der partiellen Ableitung der Magnetostriktion zum magnetischen Feld abhängt: $d^m \propto \frac{\partial \lambda(H, \sigma)}{\partial H}$.

Die Abhängigkeit des E-Moduls vom Magnetisierungszustand $E(H)$ kann durch die im Theorieteil beschriebenen Modelle von Livingstone [47] und Squire [143],[134] für $E(H, \sigma)$ simuliert werden. Die Anwendung und Umsetzung der Modelle wird im Rahmen einer Masterarbeit von Benjamin Spätzler unter Leitung von Sebastian Zabel und Prof. Franz Faupel durchgeführt. Relevant sind in diesem Zusammenhang die unterschiedlichen $f_{res}(H)$ Verläufe, die sich ergeben, wenn der Sensor in der ersten Resonanzmode oder in der zweiten Resonanzmode betrieben wird, siehe Abbildung 5.43 für Sensor C*. Die leichte Achse entspricht für diesen Sensor der kurzen Achse, aber die lokale Spannungs- und Formanisotropie variiert über den Sensor. Bei 2 mT ist der Kurvenverlauf $f_r(H)$ in der zweiten Resonanzmode steiler als in der ersten Resonanzmode. Vergleicht man die Kurvenverläufe mit dem lokalen Magnetisierungsverlauf, der per MOKE gemessen wurde, findet sich eine gute Übereinstimmung. Der $f_r(H)$ Verlauf der ersten Mode ähnelt dem $M(H)$ -Verlauf für die Magnetisierung nah der Klemmung, der $f_{res}(H)$ Verlauf der zweiten Mode ähnelt dem Magnetisierungsverlauf in der Mitte des Biegers. Betrachtet man sich den Schwingungsverlauf der ersten Mode eines Biegebalkens, erfährt die magnetische Phase die höchste mechanische Spannung nah der Klemmung des Biegebalkens. In der zweiten Mode erfährt die magnetische Phase dagegen die höchste Spannung in der Mitte des Biegebalkens. Da $E(H)$ über die inverse Magnetostriktion von der Spannung und der (magnetfeldinduzierten) Anisotropie abhängt, (siehe Theorieteil Formel 2.20) ist es somit plausibel, dass die unterschiedlichen Kurvenverläufe der ersten und zweiten Mode auf die unterschiedlichen lokalen Anisotropiezustände des Biegebalkens zurückzuführen sind. Die unterschiedlichen lokalen Anisotropiezustände des Biegebalkens wiederum ergeben sich durch unterschiedliche Dehnung in der magnetischen Phase entlang des einseitig geklemmten Biegebalkens, welche durch Filmspannungen in AlN (und FeCoSiB) entstehen. So ist typischerweise die Filmspannung nah der Klemmung höher als am Ende des Biegebalkens, bildlich und analytisch sehr gut durch Tamayo et.al. [110] beschrieben, siehe Abbildung im Theorieteil 3.7. Wenn die leichte Achse $e.a$ von der induzierten kurzen Achse $s.a$ mehr als 45° abweicht, entstehen, wie von Squire [144](Fig.12) berechnet, Kurvenverläufe $E(H)$ bzw. $f_r(H)$, welche nicht mehr einem „W“, sondern eher einem „V“ ähneln. Dies ist beispielhaft für einen Sensor mit 25 μm Polysilizium-Substrat in Abbildung 5.42 gezeigt, dessen leichte Achse $e.a$ von der induzierten kurzen Achse $s.a$ um ca. 45° abweicht, was anhand der Magnetostriktionskurve entlang der langen und kurzen Biegerachse erkennbar ist.

Ableitung der $f_r(H)$ Kurve

Die erste Ableitung der $f_r(H)$ Kurve ergibt die magnetische Sensitivität $\frac{df_r}{dH}$ und ist für Sensor C in Abbildung 5.37c gegeben. Es ergeben sich für Sensor C vier potentielle Arbeitspunkte (H_{opt}), an denen die magnetische Sensitivität ein Maximum erfährt. Bei $\pm 0,8$ mT bzw. $\pm 1,5$ mT erreichen die Sensoren mit 50 μm Polysilizium-Substrat ca. 60 Hz bis zu 70 Hz Resonanzverschiebung pro mT, was 0,9% bis 1 % der Resonanzfrequenz ($1\% f_r/mT$) entspricht.

Da der Qualitätsfaktor vom magnetischen Haltefeld abhängt, wie in Abbildung 5.37b

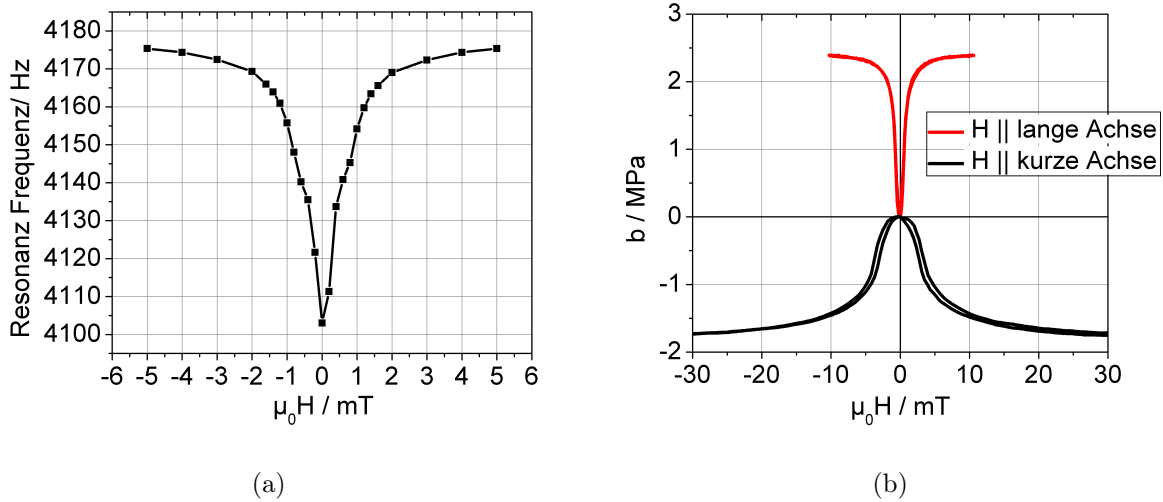


Abbildung 5.42: a) Resonanzfrequenz in der ersten Mode abhängig vom Haltefeld, gemessen aus Impedanzkurven, Anregungsspannung 5 mV, b) Magnetoelastischer Kopplungskoeffizient entlang der langen und kurzen Achse des Biegers. Sensor mit 25 μm Polysilizium-Substrat, durch Filmspannung ist trotz Temperatur im Magnetfeld die Anisotropie von der induzierten kurzen Achse verzerrt.

gezeigt ist, muss er für die Wahl des optimalen Arbeitspunktes (H_{opt}) mit berücksichtigt werden. Dies bedeutet im Beispiel des Sensors C, das aus den 4 potentiellen magnetischen Arbeitspunkten der optimale Arbeitspunkt bei $\pm 0,8 \text{ mT}$ aus Remanenz kommend liegt. Ähnlich wie der piezomagnetische Koeffizient hängt das Maximum der magnetischen Sensitivität $\frac{df_r}{dH} (max)$ in $\%f_r/mT$ vom Verhältnis der Substratdicke zur magnetischen Filmdicke ab sowie von der magnetischen Anisotropie ab. Zur magnetischen Anisotropie gehört einerseits die Verteilung der leichten Achse bezüglich der Sensorgeometrie (Magnetisierungsinduzierte Anisotropie) und andererseits die Weichheit der magnetischen Phase entlang der langen Achse des Biegers (spannungsinduzierte Anisotropie sowie Formanisotropie). Beide Aspekte hängen über die magnetoelastische Kopplung der Magnetostriktion miteinander zusammen.

Der Einfluss der spannungsinduzierten Anisotropie ist beispielhaft in Abbildung 5.43c anhand von Sensor C* gezeigt. Die magnetisch leichte Achse (e.a) ist wie induziert parallel zur kurzen Achse (s.a) des Sensors ausgerichtet (e.a = s.a). Wie bereits erläutert ist aufgrund von geringerer Filmspannung in der Mitte des Biegebalkens das magnetische Material für die zweite Mode weicher als für die erste Resonanzmode. Die magnetische Hysteresekurve für die zweite Mode ist steiler als für die erste Mode. Analog ist $\frac{df_r}{dH} (max)$ der zweiten Mode größer als in der ersten Mode. Für die zweite Mode kann so eine Resonanzverschiebung von bis zu $1,9\%f_r/mT$ erreicht werden.

Analog zum piezomagnetischen Koeffizienten (siehe Abbildung 5.27) weisen Sensoren

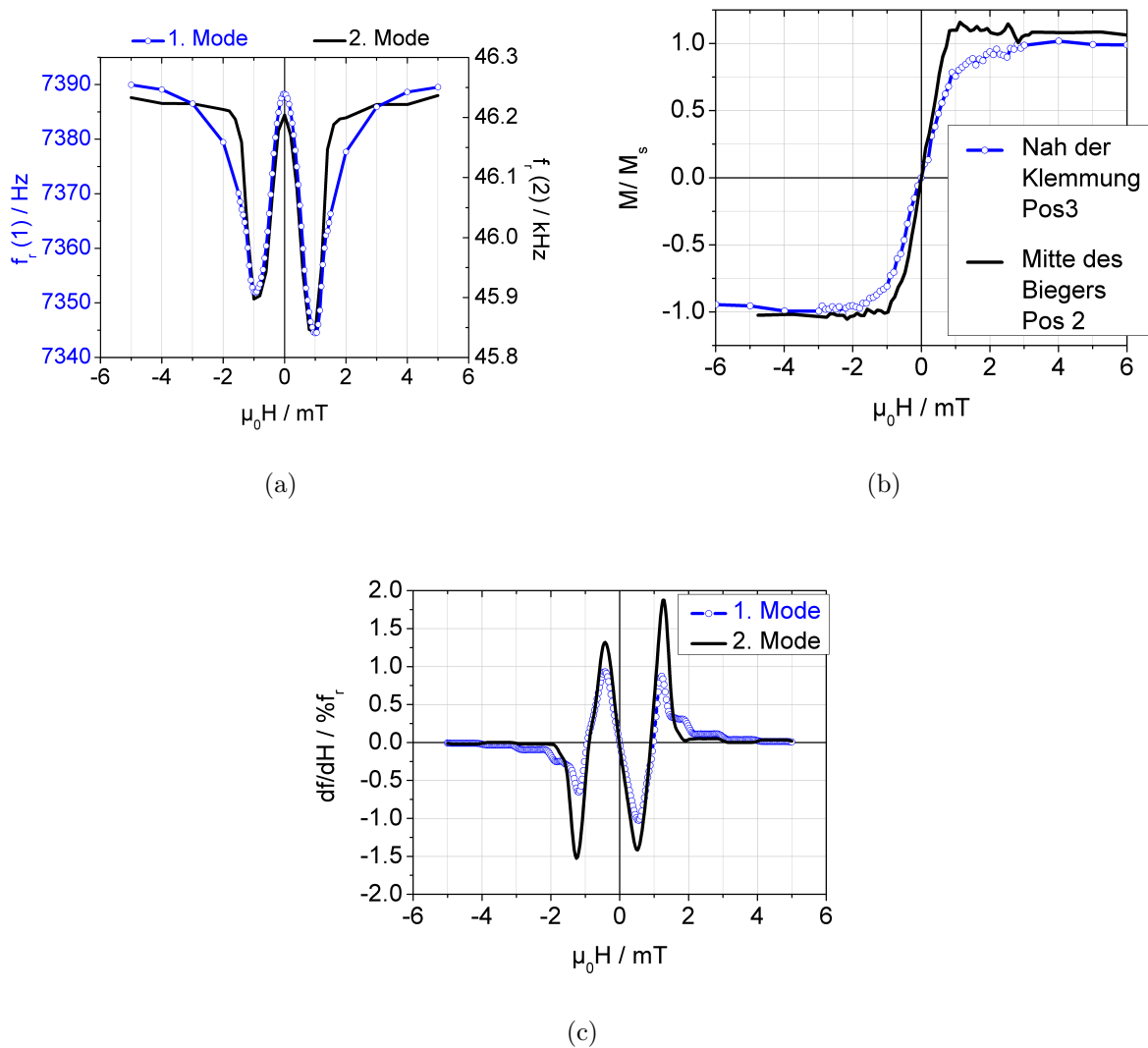


Abbildung 5.43: a) Resonanzfrequenz in der ersten und zweiten Mode für Sensor C^* abhängig vom Haltefeld (von -5 mT zu $+5\text{ mT}$), gemessen per Impedanzanalysator mit 10 mV Elektrode 1 für erste Mode, Elektrode 2 für zweite Mode (Elektrodenesign siehe Abbildung 7.1), b) Magnetisierungskurve für Sensor C^* abhängig vom Haltefeld (von -6 mT zu $+6\text{ mT}$), gemessen per MOKE (Sensitivität parallel zur langen Achse) nah der Klemmung des Biegebalkens und in der Mitte des Biegebalkens, c) Ableitung df_r/dH für die erste und zweite Mode des Sensors C^* .

mit 2 mm Breite geringere magnetische Sensitivitäten $\frac{df_r}{dH}$ auf, als die 1 mm breiten Sensoren, da die Permeabilität wie beschrieben erniedrigt ist. Durch Filmspannungen im ME-Komposit kann die leichte Achse (e.a) von der induzierten kurzen Achse (s.a) abweichen, wie in Abschnitt 5.3.1 beschrieben wurde. Dies bedeutet, dass weniger absolute Änderung im E-Modul erfolgt und die Form der Magnetisierungskurve ein Mischprodukt aus harter und weicher Achse ist. Im Regelfall ist die magnetische Sensitivität $\frac{df_r}{dH}$ durch den geringeren absoluten ΔE -Effekt für Sensoren mit e.a \neq s.a geringer als für Sensoren mit e.a = s.a . Ausnahmen ergeben sich, wenn gleichzeitig die Filmspannung die Magnetisierung entlang der langen Achse begünstigt, so dass die Magnetisierungskurve entlang der langen Achse weicher wird. So erreicht Sensor B (e.a \neq s.a) ebenso wie Sensor C (e.a = s.a) eine magnetische Sensitivität $\frac{df_r}{dH}$ bis zu $1\% f_r/mT$ (siehe Abbildung 5.20 für die Anisotropieverteilung der beiden Sensoren). Für die dünneren Sensoren mit 25 μm Polysilizium-Substrat müsste nach Formel 2.41 bei gleichem ΔE -Effekt durch den höheren Anteil aktiver magnetischen Phase die Resonanzverschiebung doppelt so groß sein als für die 50 μm Sensoren. Bei gleicher magnetischer Anisotropie (e.a = s.a) müssten somit bis zu $2\% f_r/mT$ erreicht werden. Aus bisherigen Daten kann dies nicht uneindeutig belegt werden, da die Sensorchargen mit 25 μm Polysilizium-Substrat von filmspannungsbedingten Schwankungen der magnetischen Anisotropie stark betroffen sind so dass e.a \neq s.a.

5.4.3 Magnetische Auflösungsgrenze durch ΔE -Ausleseverfahren

Die folgenden Messungen der magnetischen Auflösungsgrenze (LOD) erfolgten durch oder mit Unterstützung von Sebastian Zabel, Jens Reermann und Phillip Durdaut.

Tiefpassverhalten

Die Sensitivität $S_{\Delta E}$ ist durch das Tiefpassverhalten der resonanten Sensoren beschränkt. Der Tiefpass ist durch die Grenzfrequenz f_{-3db} bestimmt, für welche die Sensitivität $S_{\Delta E}$ um 30% (3db) reduziert ist. Die Grenzfrequenz ergibt sich aus der Resonanzfrequenz und dem Qualitätsfaktor Q mit [145]:

$$f_{-3dB} = \frac{f_r}{2Q} \quad (5.10)$$

Für Sensoren mit 50 μm Polysilizium ergeben sich unter Atmosphärendruck in der ersten Resonanzmode ($f_r \approx 7,5$ kHz, $Q \approx 900$) Grenzfrequenzen von ca. 5 Hz. In der zweiten Mode beträgt die Grenzfrequenz ca. 35 Hz. Unter Vakuumbedingungen reduzieren sich die Grenzfrequenzen durch die Erhöhung des Qualitätsfaktors auf 2,5 Hz (erste Mode), bzw. 20 Hz (zweite Mode).

Das Tiefpassverhalten der Sensitivität $S_{\Delta E}$ gegenüber der Frequenz des Messsignals ist repräsentativ für die Sensoren mit 50 μm Polysilizium in Abbildung 5.44 für die erste und zweite Resonanzmode gegeben. Die Elektrode des Sensors bedeckt das erste Drittel der

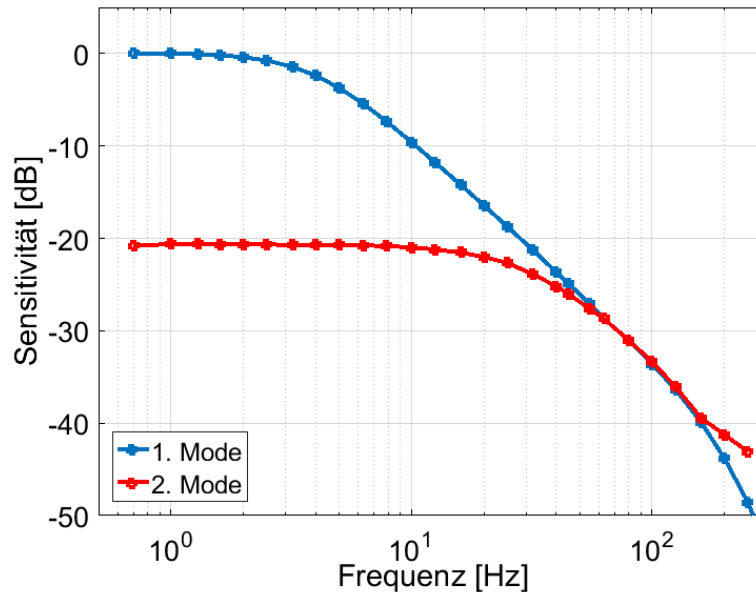


Abbildung 5.44: Relative Sensitivität $S_{\Delta E}$ abhängig von der Frequenz des Messsignals ($H_{ac}=1 \mu\text{T}$) für Sensor A in der ersten und zweiten Resonanzmode. Publiziert in Zabel und Kirchhof et al. [84]

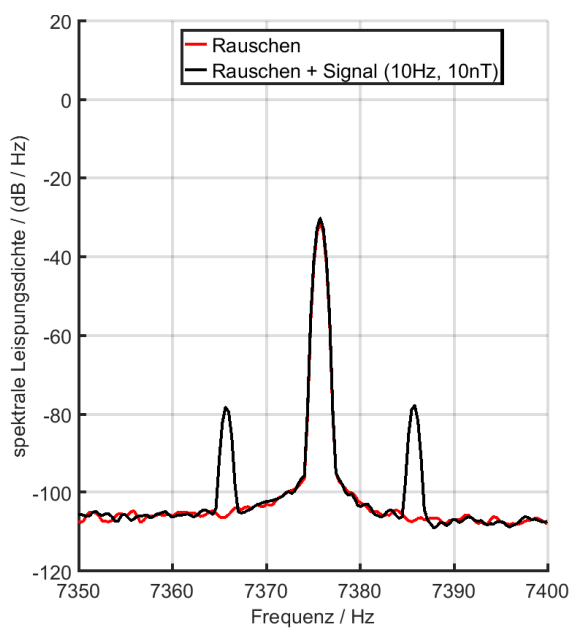
Biegerlänge und ist daher optimal für die erste Resonanzmode. Die zweite Resonanzmode weist daher gegenüber der ersten Resonanzmode eine geringere Sensitivität auf.

Rauschverhalten unter elektrischer Anregung

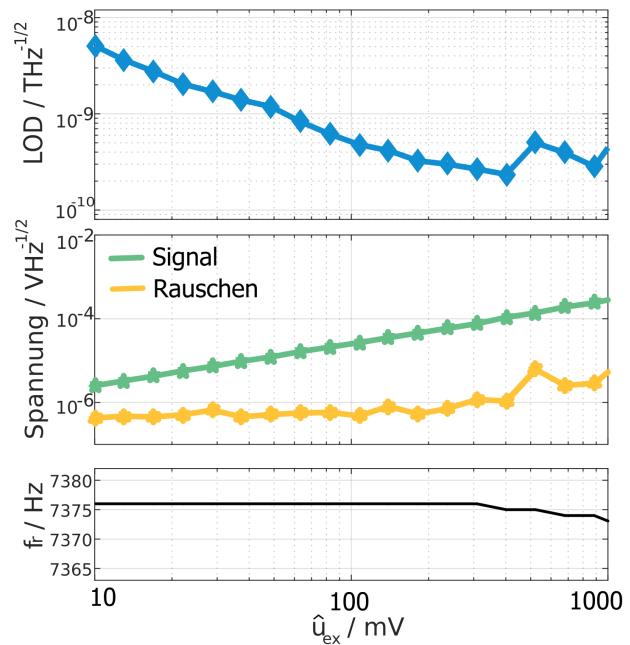
Das Rauschverhalten der Sensoren unter elektrischer Anregung wurde detailliert von Durdaut et al. [146] untersucht. Durch das thermisch-mechanische Rauschen ist in und um die Resonanz das Rauschniveau erhöht. Dies ist beispielhaft in Abbildung 5.45a für die erste Resonanzmode gezeigt. Im Zusammenspiel mit dem Tiefpassverhalten der Sensitivität bedeutet dies, dass zwar für Frequenzen unterhalb der Grenzfrequenz die Sensitivität groß ist, andererseits aber auch das Rauschen erhöht ist. Das beste Signal-zu-Rausch-Verhältnis ergibt sich daher tendenziell für Frequenzen dicht oberhalb der Grenzfrequenz.

Eine weitere dominante Rauschquelle ist nach Durdaut et al. [146] das Rauschen des Operationsverstärkers, welches insbesondere für die kleinen Kapazitäten relevant ist. Rauschärmere Verstärker verbessern für das ΔE -Ausleseprinzip das Rauschniveau, wie in [146] gezeigt. In diesem Zusammenhang ist zu untersuchen, in wie weit das geringere Rauschlevel in der zweiten Resonanzmode (Vergleich Abschnitt 5.3.7, Abbildung 5.32) für das ΔE -Ausleseverfahren von Vorteil ist.

Ein weiterer Rauschbeitrag ergibt sich einerseits durch die Erzeugung der Anregungsspannung und andererseits durch einen sensorintrinsischen Rauschanteil, der von der An-



(a)



(b)

Abbildung 5.45: a) Rauschverhältnis für ΔE -Ausleseverfahren, automatische Anpassung von Haltefeld und Anregungsamplitude. Rote Linie; der Sensor (A) wird bei 7375 Hz in Resonanz angeregt (mittlere Spitzenwert). Das Rauschniveau ist um die Resonanzfrequenz erhöht. Schwarze Linie: ein Testsignal von 10 Hz und 10 nT liegt an und erzeugt die Seitenbänder bei 7365 Hz und 7385 Hz. Aus dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Seitenbänder ergibt sich ein LOD von ca. 450 pT; b) Sensor C, magnetische Auflösungsgrenze, Signalspannung, Rauschspannung und Resonanzfrequenz abhängig von der Anregungsspannung für 10 Hz (Frequenz des Magnetfeldes), publiziert in [83].

regungsspannung abhängig ist. Ab einer Anregungsamplitude von ca. 400 mV steigt mit zunehmender elektrischer Anregung das Rauschniveau an (siehe Abbildung 5.45b). Dieser Rauschanteil ist zusätzlich zum thermisch-mechanischen Rauschen für hohe Anregungsspannungen präsent und korreliert mit einer Verschiebung der Resonanzfrequenz zu geringeren Werten. Wie von Durdaut et al. in [146] gezeigt, ist dieser zusätzliche Rauschanteil mit hoher Wahrscheinlichkeit magnetischer Herkunft. Die hohe mechanische Anregung führt beim ΔE -Ausleseverfahren über die inverse Magnetostraktion in Resonanz zu einer Magnetisierungsänderung, folglich für die betrachteten Sensoren zu Domänenwandbewegung. Wie im Fall der magnetischen Modulation resultiert die Domänenwandbewegung in weißen Rauschen, welches in Resonanz erhöht ist.

Da sowohl die Sensitivität als auch das Rauschniveau mit der Anregungsspannung ansteigen, ergibt sich ein optimales Signal-zu-Rausch-Verhältnis für eine bestimmte Anregungsspannung.

Einfluss von Vakuum

Der Einfluss von Vakuum auf die magnetische Auflösungsgrenze ist anhand einer Messung unter Atmosphärendruck und unter Vakuum in Abbildung 5.46 gezeigt. Der Sensor (A4) wird in der zweiten Resonanzmode (Elektrode e2) betrieben, die Frequenz des Testsignals beträgt 10 Hz.

Mit steigender Anregungsamplitude steigt die Sensitivität linear, wie aus Gleichung 2.80 zu erwarten ist. Für Anregungsamplituden von über 50 mV ist unter Vakuumbedingungen eine deutliche Abweichung vom linearen Sensitivitätsanstieg zu beobachten. Als Ursache kommt die beschriebene Reduktion des Qualitätsfaktors durch zunehmende magnetische Verluste in Betracht.

Im linearen Bereich erhöht sich der Qualitätsfaktor Q von 700 auf 1680¹⁶. Durch den Betrieb im Vakuum sinkt die Grenzfrequenz von 38 Hz auf 22 Hz. Aus der rechnerischen Steigung der Admittanzkurve $\frac{dY}{df}(f_r, H_{opt})$ ist eine Sensitivitätssteigerung um den Faktor 5 zu erwarten. Die Messung für 10 Hz ergibt eine Sensitivitätssteigerung um den Faktor 4,5. Beim Vergleich der beiden Faktoren ist zu beachten, dass aufgrund der reduzierten Grenzfrequenz von 38 Hz auf 22 Hz die Sensitivität bei 10 Hz unter Vakuum bereits um ca. 10% verringert ist. Damit ergibt sich zwischen der Abschätzung aus $\frac{dY}{df}(f_r, H_{opt})$ und realer Messung eine sehr gute Übereinstimmung.

Unter Atmosphärendruck steigt das Rauschniveau signifikant ab 50 mV bis 100 mV Anregungsamplitude. Dieser Rauschanstieg ist mit hoher Wahrscheinlichkeit magnetischer Herkunft. Unter Vakuumbedingungen dominiert das magnetische Rauschen bereits ab 10 mV das Rauschniveau, da bei gleicher Anregungsamplitude eine höhere mechanische Amplitude erzeugt wird, die im über die inverse Magnetostraktion zu Domänenwandbewegung führt. Insgesamt kann die magnetische Auflösungsgrenze somit nur um den Faktor $\approx 1,5$ bis 2 verbessert werden. Dies ist sehr ähnlich zum Signal-zu-Rausch-Verhältnis in Resonanz, bei

¹⁶Berechnet aus dem gefitteten elektrischen Ersatzschaltmodell über Formel 2.77

Sensor	aktive Phase	Dimension			LOD [pT Hz ^{-1/2}]	Frequenz $f(H_{ac})$ [Hz]	$f_r \times Q$ [kHz]
		L	B	T			
C [33]	FeCoSiB-Cr/AlN	3000	1000	50	200	10	7,5x1000
C [33]	FeCoSiB-Cr/AlN	3000	1000	50	100	10-100	46x1000
[82]	FeCoSiB/AlN	900	200	7,8	1 200	10	6,5x260
[32]	FeGaB – Al ₂ O ₃ /AlN	100	200	0,5	300	dc	245*10 ³ x735
[147]	FeGaB – Al ₂ O ₃ /AlN	100	200	0,5	16 000	dc	168*10 ³ x1084

Tabelle 5.16: Vergleich der in dieser Arbeit und in der Literatur erreichenden magnetischen Auflösungsgrenzen (LOD) für Magnetfelder mit der Frequenz $f(H_{ac})$ für Messungen über den ΔE -Effekt an Dünnsfilmsensoren. Länge (L), Breite (B) und Dicke (T) des Sensors. f_r ist die Resonanzfrequenz, bzw. Anregungsfrequenz des Sensors, Q ist der Qualitätsfaktor des Sensors.

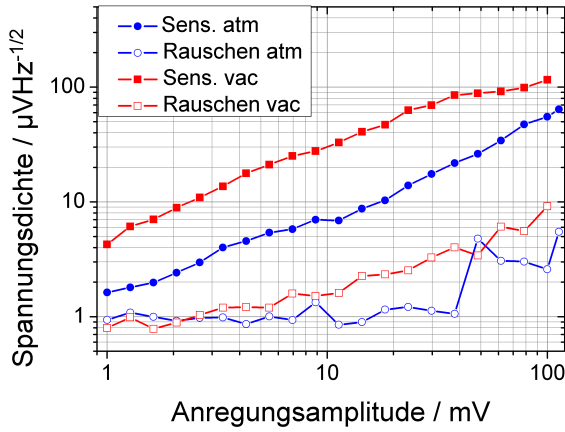
welchem eine Sensitivitätssteigerung durch Steigerung des Qualitätsfaktors um Faktor Q durch gleichzeitigen Anstieg des Rauschniveaus zu einem SNR Anstieg um \sqrt{Q} führt.

Eine genaue Abschätzung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses abhängig vom Qualitätsfaktor ist für das ΔE -Ausleseverfahren schwierig. Anders als im Resonanzfall, welcher vom thermisch-mechanischen Rauschen dominiert wird, sind für das ΔE -Ausleseverfahren mehrere Rauschbeiträge und das Tiefpassverhalten des Sensors zu beachten. Insgesamt zeichnet sich trotzdem eine Verbesserungsmöglichkeit durch weitere Reduktion von Dämpfungsmechanismen ab.

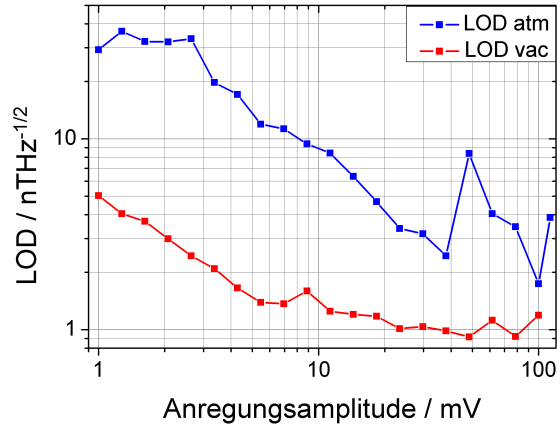
Vergleich zum Stand der Technik

Die besten per ΔE -Effekt gemessenen magnetischen Auflösungsgrenzen betragen 200 pT für 10 Hz Signale mit Sensor C in der ersten Resonanzmode. Mit der zweiten Resonanzmode kann aufgrund der leicht höheren magnetischen Sensitivität und der höheren Bandbreite für Frequenzen von 10 Hz bis 100 Hz eine magnetische Auflösungsgrenze von 100 pT erreicht werden, siehe Abbildung 5.47,[33].

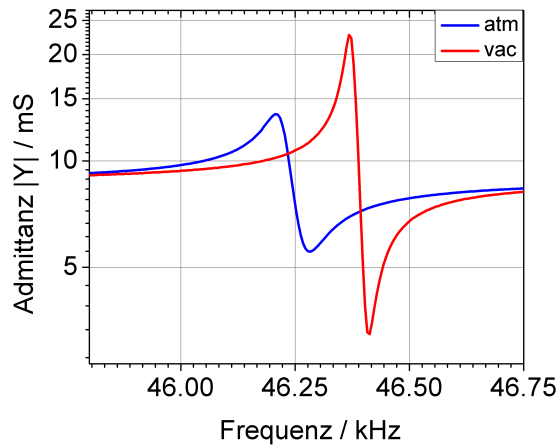
Im Vergleich zu Literaturwerten 5.16 sind dies die besten per ΔE -Effekt erreichten magnetischen Auflösungsgrenzen für magnetoelektrische Dünnsfilm-Komposite. Im Vergleich zur magnetischen Frequenzmodulation (Sensor C, siehe Tabelle 5.7) kann durch das ΔE -Verfahren eine bessere magnetische Auflösungsgrenze erreicht werden. So erreicht Sensor C mit der magnetischen Frequenzmodulation ein LOD von ca. 1,5 nT und mit dem ΔE -Verfahren bis zu 100 pT Hz^{-1/2}.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 5.46: Sensor A4 a) Rauschniveau und Ausgangsspannung für Messsignal von 100 nT bei 10 Hz abhängig von der elektrischen Anregungsspannung unter Atmosphärendruck (atm) und Vakuum (vac). Anregungsfrequenz für die zweite Resonanzmode bei $46,4 \text{ kHz}$. b) Magnetische Auflösungsgrenze LOD für magnetische Signale mit 10 Hz . c) Am Impedanzanalysator gemessene Admittanz. Das magnetische Haltefeld beträgt $0,7 \text{ mT}$.

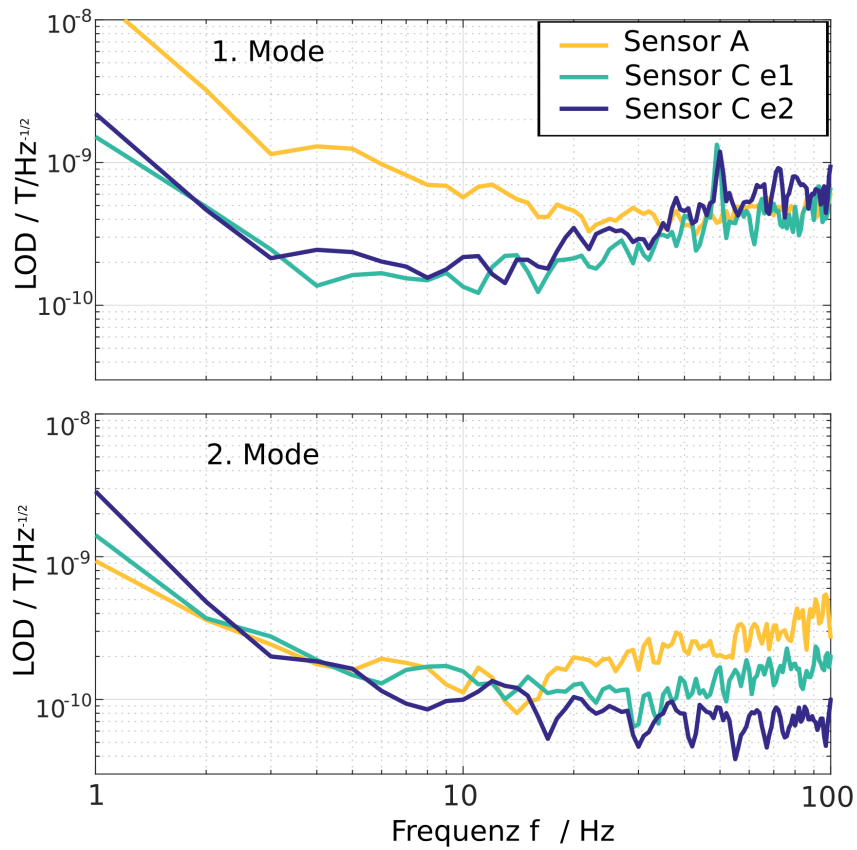


Abbildung 5.47: Magnetische Auflösungsgrenze für Sensor A und C, abhängig von Anregungsfrequenz und Resonanzmode. Für Sensor C ist die Auflösungsgrenze für den Betrieb über die erste und zweite Elektrode e1 und e2 gegeben. Die Elektrode des Sensor A bedeckt das erste Drittel des Biegebalkens. Publiziert in [33].

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen des SFB 855 sowie des SFB 1261 zur Erforschung magnetoelektrischer Sensoren zur Messung biomagnetischer niederfrequenter Signale wurde in dieser Arbeit ein MEMS-kompatibler Prozess zur Herstellung resonanter ME-Sensoren entwickelt. Die Arbeit wurde von den hohen magnetoelektrischen Sensitivitäten und magnetischen Auflösungsgrenzen großskaliger magnetoelektrischer Dünnschicht-Komposite motiviert, deren funktionelle Schichten aus AlN/FeCoSiB (Sensitivität 8 kV/T [27]) bzw. PZT/FeCoSiB (Sensitivität 15 kV/T [23]) bestehen und auf einem gesägten Silizium-Biegebalken mit Dimensionen von $2 \text{ mm} \times 23 \text{ mm} \times 350 \text{ }\mu\text{m}$ gefertigt werden.

Durch Nutzung der Silizium-Mikromechanik konnten ähnliche Sensoren auf Polysilizium-Substrat in einem Siliziumrahmen auf Waferenebene reproduzierbar hergestellt werden. Die Breite der Biegebalken beträgt 1 mm bzw. 2 mm , die Länge 3 mm und die Dicke $50 \text{ }\mu\text{m}$ bzw. $25 \text{ }\mu\text{m}$. Die erste Resonanzfrequenz der Sensoren beträgt 4 kHz bzw. $7,5 \text{ kHz}$, die Chipgröße eines Sensors beträgt $11 \text{ mm} \times 7,5 \text{ mm} \times 0,75 \text{ mm}$. Als piezoelektrische Schicht wurden $2 \text{ }\mu\text{m}$ PZT mit Interdigital-Elektroden nach Piorra [23] und $2 \text{ }\mu\text{m}$ AlN mit Plattenkondensatoren nach Yarar [27] umgesetzt. Als magnetostruktive Schicht wurden FeCoSiB-Cr-Multilagen untersucht und integriert.

Durch die prozessbedingte Reduzierung der Klemmverluste und Reduzierung der Substratdicke konnten unter Atmosphärendruck Sensitivitäten von durchschnittlich 20 kV/T ($10 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$) in Resonanz erreicht werden. Die Sensitivität wurde durch Reduzierung der viskosen Luftdämpfung (Operation in Vakuum, Drücke unter $0,1 \text{ mbar}$) auf durchschnittlich 60 kV/T ($30 \text{ kV cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$) in Resonanz erhöht. Im Vergleich zu den großskaligen Sensoren wurde somit bei einer Reduzierung des Sensorvolumens um 2 Dekaden die Sensitivität um den Faktor 2 (Atmosphärendruck) bis 4 (Vakuum) verbessert.

Die magnetische Auflösungsgrenze in Resonanz ($7,58 \text{ kHz}$) beträgt bis zu $2 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ und ist durch das sensorintrinsic thermisch-mechanische Rauschen limitiert, das ca. Faktor 5 über dem kapazitätsabhängigen Rauschlevel der bisherigen Messelektronik liegt. Akustisches Rauschen und Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase sind aufgrund der hohen Resonanzfrequenz reduziert und unter geschirmten Bedingungen nicht dominant.

Im Vergleich zu den großskaligen Sensoren, die nach neusten Erkenntnissen ebenfalls durch das thermisch-mechanische Rauschen limitiert sind [76], konnte trotz Erhöhung der Sensitivität keine signifikante Verbesserung in der magnetischen Auflösungsgrenze in Resonanz erreicht werden. Ursächlich hierfür ist, dass die Erhöhung der Sensitivität im wesentlichen auf der Verbesserung der mechanischen Kopplung beruht. Eine bessere mechani-

sche Kopplung erhöht jedoch auch das thermisch-mechanische Rauschen. Prinzipiell kann das Signal-zu-Rausch Verhältnis durch Steigerung des Qualitätsfaktors Q um \sqrt{Q} erhöht werden, was anhand von Messungen unter Vakuum und Atmosphärendruck belegt werden konnte. Das thermisch-mechanische Rauschen und die magnetoelektrische Sensitivität hängen über die mechanische Kopplung, den Qualitätsfaktor Q , die Resonanzfrequenz und Mode n von den geometrischen Maßen des Sensors (Länge L , Breite B , Dicke T), den Schichtdickenverhältnissen des Komposites T_i und von dem sich dadurch ergebenden Qualitätsfaktor $Q(L, B, T, T_i, n)$ ab. Hinzu kommt der piezomagnetische Koeffizient, der durch Formeffekte und Spannungsanisotropie ebenfalls von Länge, Breite und Dicke der Sensorgeometrie beeinflusst wird. Für eine Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses sind daher Simulationen nötig, die diese Vielzahl der Abhängigkeiten erfassen. Die experimentellen Ergebnisse der vorliegenden Arbeit können dabei zur Modellbildung hilfreich sein.

Die Breite des Biegebalkens und der funktionellen Schichten beträgt in der vorliegenden Arbeit ca. 1 mm und 2 mm und hat im gewählten Design keinen Einfluss auf den Qualitätsfaktor. Das thermisch-mechanische Rauschen der breiteren Sensoren ist im Mittel 20% geringer als das der 1 mm breiten Sensoren. Die Sensitivität in der ersten Resonanzmode reduziert sich mit zunehmender Breite um ca. 25% aufgrund eines geringeren piezomagnetischen Koeffizienten des breiteren Sensors. Nach den vorliegenden Erkenntnissen ist die Ursache für die geringere Sensitivität, dass die magnetoelektrischen Eigenschaften der ersten Resonanzmode von den magnetischen Eigenschaften nah der Klemmung dominiert werden. Nah der Klemmung ist der Demagnetisierungsfaktor erhöht und mechanische Spannungen, die durch die Klemmung entstehen, wirken der Magnetostraktion entgegen. Die magnetische Auflösungsgrenze der 1 mm und 2 mm breiten Sensoren unterscheidet sich somit nicht signifikant. Eine Verbesserungsmöglichkeit der Sensitivität bietet potenziell die Nutzung der zweiten Resonanzmode, die durch die weichmagnetischeren Eigenschaften in der Mitte des Biegebalkens dominiert wird. Weitere Möglichkeiten der Verbesserung wären eine Strukturierung der magnetischen Schicht, um Demagnetisierungseffekte besser zu berücksichtigen und potentiell die Umsetzung von Spannungskompensationsstrukturen nah der Klemmung des Biegebalkens.

Die Dicke des Polysilizium-Substrates beträgt im gewählten Design 25 μm und 50 μm und beeinflusst die Sensitivität und das thermisch-mechanische Rauschen über die mechanische Kopplung und über den Qualitätsfaktor. Unter Atmosphärendruck ist der Qualitätsfaktor durch die viskose Luftdämpfung auf 500 für 25 μm Polysilizium-Substrat und auf 900-1000 für 50 μm Polysilizium-Substrat limitiert. Unter Drücken von 0,1 mbar beträgt der Qualitätsfaktor bis zu 2500, bzw. 4000. Vergleiche mit gängigen Modellen und die Abhängigkeit des Qualitätsfaktors vom magnetischen Haltefeld weisen darauf hin, dass unter Vakuumbedingungen der Qualitätsfaktor von magnetischen Verlusten dominiert wird. Weiterführende Experimente sind hierbei für eine vollständige Modellbildung nötig. Die mechanische Kopplung, und folglich die Sensitivität, erhöht sich nach theoretischen Modellen von Matthias Kranz um 1,6 durch die gewählte Reduktion der Substratdicke. Die Verbesserung der Sensitivität wird jedoch durch die Abnahme des Qualitätsfaktors mit der Substratdicke fast vollständig kompensiert. Dies liegt auch daran, dass bei den Sensoren

mit 25 μm Substratdicke der piezomagnetische Koeffizient stärker durch Filmspannungen des Komposits beeinflusst wird und daher im Mittel geringer ist als für Sensoren mit 50 μm Substratdicke. Das thermisch-mechanische Rauschen der dickeren Sensoren sollte gegenüber den dünneren Sensoren theoretisch im Mittel 53% geringer sein. Experimentell konnte dies nicht gänzlich belegt werden (im Mittel 20% geringer).

Motiviert durch die Arbeiten von Bala et al. [129] und A. Piorra [23] wurde die Elektrodenbedeckung des Biegebalkens variiert. Untersucht wurde eine vollflächige, 2/3 und 1/3 Bedeckung. Die experimentellen Ergebnisse zeigen einen Anstieg des magnetoelektrischen Spannungskoeffizienten mit Reduktion der Elektrodenbedeckung auf das erste Drittel des Biegebalkens und bestätigen damit die Theorie. Die Sensorkapazität variiert durch die unterschiedliche Breite und Länge der Elektrode zwischen 40 pF und 280 pF, wodurch das elektrische Rauschen des Operationsverstärkers mit abnehmender Kapazität entsprechend der Theorie ansteigt. Da in Resonanz aber das thermisch-mechanische Rauschen dominiert, haben die Elektrodenposition und die Kapazität keinen signifikanten Einfluss auf die magnetische Auflösungsgrenze in Resonanz.

Als magnetostriktive Phase wurden FeCoSiB-Cr-Multilagen mit 100 nm FeCoSiB und 5 nm Chrom mit einer Lagenanzahl von 20 untersucht und integriert. Der Multilagenansatz reduziert die Streufeldkopplung und ermöglicht magnetische Schichten ohne Abschlussdomänen, so dass Domänenwandbewegungen reduziert sind und der Ummagnetisierungsprozess mehr durch Rotation dominiert wird. Dies ist wichtig für die magnetische Frequenzmodulation, die nach bisherigem Kenntnisstand vom Ummagnetisierungsrauschen limitiert ist. Mit der magnetischen Frequenzmodulation können niederfrequente Magnetfelder mit hochfrequenten Sensoren gemessen werden, so dass biomagnetische Signale vom Herzen oder Hirn theoretisch messbar wären. Anhand von großskaligen Sensoren konnte gezeigt werden, dass das magnetische Ummagnetisierungsrauschen von Multilagen gegenüber Einzellagen um den Faktor 6 verbessert werden konnte. Für die erfolgreiche Integration streufeldgekoppelter FeCoSiB-Cr-Multilagen muss nach den vorliegenden Experimenten die Substratraugigkeit unter 0,9 nm (rms-Wert) betragen. Des Weiteren ist eine genaue Ausrichtung der magnetisch leichten Achse parallel zur kurzen Achse des Sensors wichtig, so dass eine hohe Magnetostruktion und eine rauscharme 90° Drehung der Magnetisierung möglich ist. Eine Einprägung der magnetfeldinduzierten Anisotropie durch Tempern im Magnetfeld führt am Rand der magnetischen Struktur stets zu einer spannungsinduzierten Veränderung der magnetischen Anisotropie und somit zu Abschlussdomänen. Dies führt zu einer Erhöhung des Ummagnetisierungsrauschen. Bessere Erfolge lassen sich durch Abscheidungen im Magnetfeld erzielen. Wichtig ist hierbei die Kontrolle der Filmspannung im Komposit. Für die Schichtfolge FeCoSiB/Substrat/AlN führen Zugspannungen im AlN zu einer Dehnung der magnetischen Phase. Die dadurch entstehende Spannungsanisotropie bewirkt (zusammen mit einer geringen Abweichung der magnetfeldinduzierten Anisotropie) eine starke Verzerrung der Anisotropie, so dass der Ummagnetisierungsprozess entlang der langen Achse durch Domänenwandbewegung geprägt ist. Kompressive Spannungen stützen die induzierte Anisotropie, verringern aber gleichzeitig die Permeabilität. Dank der Zuarbeit von E. Yarrar [53] konnte AlN mit sehr niedriger Filmspannung integriert werden, so dass die leichte

Achse der kurzen Achse des Sensors entspricht. Diese Sensoren erreichen mit der magnetischen Frequenzmodulation magnetische Auflösungsgrenzen von ca. 1 nT bei 10 Hz, wobei das Rauschlevel gegenüber dem Level in Resonanz um den Faktor 200 erhöht ist. Bezüglich der magnetischen Frequenzumsetzung können bessere magnetische Auflösungsgrenzen mit Exchange-Bias Schichten erreicht werden, wie an großskaligen Sensoren von Röbisch et al. [31] gezeigt wurde.

Für die Integrierung von Exchange-Bias-Schichten muss der entwickelte Prozess weiter optimiert werden, da die Strukturierung der magnetischen Schicht nicht zufriedenstellend gelöst werden konnte. Für die Strukturierung der FeCoSiB-Cr-Multilagungen wurde in Vor-experimenten eine Ätzlösung aus Ammoniumcarnitrat und Perchlorsäure verwendet. Die Ätzlösung führt allerdings nur auf glatten stufenlosen Substraten zu reproduzierbaren Ergebnissen mit einem Seitenverhältnis der Kante von 2:1. Im entwickelten Prozess wird die magnetische Multilage auf die Rückseite des Polysilizium-Substrates gesputtert, die durch partielles Ätzen des Trägerwafers freigelegt wird. Hierdurch ist die Multilage an Kanten und Rauigkeiten des Substratwafers gestört, der Ätzprozess wird inhomogen. Die Ursache hierfür liegt vermutlich in den unterschiedlichen elektrochemischen Potentialen der Cr-Ätzung und FeCoSiB-Ätzung, die eine Chromunterätzung an den Störstellen bevorzugt. Die Strukturierung der magnetischen Schicht mit einem Lift-off-Fotolack ist machbar, führt aber zu unbefriedigenden Ergebnissen hinsichtlich der Kantenqualität, deren Einfluss auf das Ummagnetisierungsrauschen abhängig vom Schichtsystem nicht gänzlich geklärt werden konnte. Eine bessere Strukturierung könnte mit Trockenätztechniken wie IBE erreicht werden, allerdings müssen dazu designbedingte Probleme wie Schattenbelichtung des Fotolacks und Redeposition berücksichtigt werden.

Als Alternative zur magnetischen Frequenzmodulation kann der ΔE -Effekt der magnetostriktiven Phase genutzt werden, um über die magnetfeldabhängige Resonanzfrequenz des Sensors niederfrequente Magnetfelder zu messen. Die Resonanzverschiebung und elektrische Sensitivität ist aufgrund des hohen Volumenanteils der magnetostriktiven Phase und des hohen Qualitätsfaktors für die entwickelten Sensoren sehr hoch und magnetische Auflösungsgrenzen von bis zu $100 \text{ pT Hz}^{-1/2}$ für Frequenzen von 10 Hz konnten erreicht werden [33]. Erste Messungen unter Vakuumbedingungen zeigen, dass auch für das Ausleseverfahren über den ΔE -Effekt die Sensitivität und magnetische Auflösungsgrenze durch Erhöhung des Qualitätsfaktors verbessert werden kann. Des Weiteren ermöglicht die Nutzung höherer Resonanzmoden geringere Rauschlevel und höhere Sensitivitäten.

Kapitel 7

Anhang

Liste der Abkürzungen und Symbole

α	magnetoelektrische Sensitivität des Sensors
α_{ME}	magnetoelektrischer Koeffizient
B	Breite des Sensors
b	magnetoelastischer Kopplungskoeffizient
C_{ges}	Sensorkapazität
D	dielektrische Verschiebung
d^m	piezomagnetischer Koeffizient
d_{ij}	piezoelektrischer Dehnungskoeffizient
E	E-Modul des Materials
ν	Poissonzahl
E^{el}	elektrische Feldstärke
E_i	Rauschspannungsdichte am Verstärkereingang
e_{ij}, f	piezoelektrischer Ladungskoeffizient
$\epsilon_{r,ij}$	Dielektrizitätszahl der piezoelektrischen Phase
ϵ_0	elektrische Feldkonstante
f_{res}	mechanische Resonanzfrequenz
$f_s - f(Ymax)$	Serienresonanz
$f_p - f(Ymin)$	Parallelresonanz
κ	mechanischer Kopplungskoeffizient
H_K	Anisotropiefeldstärke
H_d	Demagnetisierungsfeld
H_{mod}	Modulationsfeld
H_{opt}	optimales Haltefeld für α_{ME}
H_{opt}^{dE}	optimales Haltefeld für ΔE
H_{sat}	Sättigungsfeldstärke
$K_{u\sigma}$	spannungsinduzierte Anisotropie
K_u	Kristall- bzw. magnetfeldinduzierte Anisotropie
L	Länge des Sensors
M	Magnetisierung
P	elektrische Polarisierung
Q	mechanischer Qualitätsfaktor
S	elastische Dehnung
σ	mechanische Spannung

$S_{\Delta E}$	Sensitivität für ΔE -Prinzip
λ_s	Sättigungsmagnetostriktion
T	Dicke des Sensors
T_K	Temperatur
U_{ME}	ME-Spannung
Y	Admittanz
Z	Impedanz
φ_Z	Phase der Impedanz

Material	E-Modul GPa	Dichte kg m ³	Dicke µm	thermischer Ausdehnungskoeffizient K ⁻¹
Silizium [148]	180	2330	90 - 300	$2,3 \cdot 10^{-6}$
Polysilizium [148]	160	2300	25, 50	$2,3 \cdot 10^{-6}$
SiO ₂ [17]	71	2200	2	-
AlN [17]	300	3300	2	-
FeCoSiB	100-150 [46]	7250 [16]	2	$7,6 \cdot 10^{-6}$ [149]
Cr [150]	294	7150	0,15	$7,5 \cdot 10^{-6}$ *
Pt [17]	150	21400	0,15	-

Tabelle 7.2: Parameter zur Berechnung der Qualitätsfaktoren und Resonanzfrequenzen. Für Chrom * gemittelt für einen Temperaturbereich von 20 °C bis 250 °C.

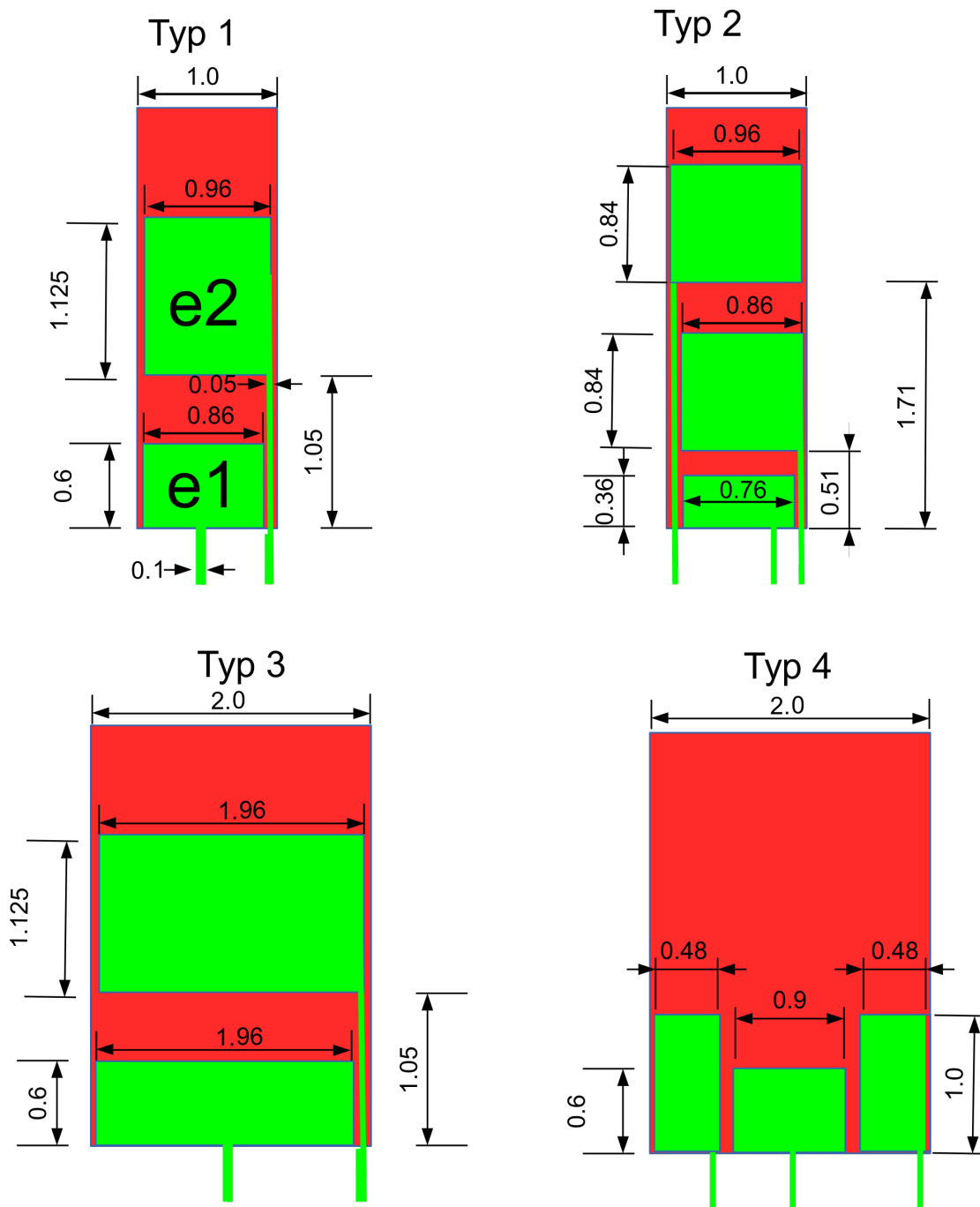


Abbildung 7.1: Elektrodendesign für Δ -E, Angaben in mm, grün Elektroden, rot AlN-Fläche. Typ 1 und Typ 3 für die Anregung in der ersten (e1) und zweiten (e2) Biegemode. Typ 2 für die Anregung der dritte Biegemode, Typ 4 für die Anregung einer Breitenschwingung. Elektrodendesign umgesetzt nach Sebastian Zabels Vorschlag.

Literaturverzeichnis

- [1] L. Duez, S. Beniczky, H. Tankisi, P. O. Hansen, P. Sidenius, A. Sabers, and A. Fuglsang-Frederiksen, “Added diagnostic value of magnetoencephalography (MEG) in patients suspected for epilepsy, where previous, extensive EEG workup was unrevealing,” *Clinical Neurophysiology*, vol. 127, no. 10, pp. 3301–3305, 2016.
- [2] R. Kleiner, D. Koelle, F. Ludwig, and J. Clarke, “Superconducting quantum interference devices: State of the art and applications,” *Proceedings of the IEEE*, vol. 92, no. 10, pp. 1534–1548, 2004.
- [3] T. Uchiyama, K. Mohri, Y. Honkura, and L. V. Panina, “Recent advances of pico-Tesla resolution magneto-impedance sensor based on amorphous wire CMOS IC MI sensor,” *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 48, no. 11, pp. 3833–3839, 2012.
- [4] Y. Mohri, T. Uchiyama, M. Yamada, and K. Mohri, “Detection of Back Magneto-cardiogram for Heart Disease Using Pico-Tesla Resolution Amorphous Wire Magneto-Impedance Sensor,” *PIERS Proceedings*, no. c, pp. 871–874, 2014.
- [5] K. Mohri, T. Uchiyama, L. V. Panina, M. Yamamoto, and K. Bushida, “Recent Advances of Amorphous Wire CMOS IC Magneto-Impedance Sensors: Innovative High-Performance Micromagnetic Sensor Chip,” *Journal of Sensors*, vol. 2015, pp. 1–8, 2015.
- [6] W. C. Griffith, S. Knappe, J. Kitching, I. M. P. M. Ledbetter, D. Savukov, V. Budker, S. Shah, J. Knappe, D. J. Kitching, S. Michalak, and A. Xu, “Femtotesla atomic magnetometry in a microfabricated vapor cell,” *Phys. Lett*, vol. 85, no. 9, pp. 1460–1462, 2004.
- [7] T. Sander, J. Preusser, R. Mhaskar, J. Kitching, L. Trahms, and S. Knappe, “Magneto-cardiography with a chip-scale atomic magnetometer,” *Physics in Medicine and Biology*, vol. 57, no. 9, pp. 2619–2632, 2012.
- [8] J. Zhai, Z. Xing, S. Dong, J. Li, and D. Viehland, “Detection of pico-Tesla magnetic fields using magneto-electric sensors at room temperature,” *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 6, p. 062510, 2006.
- [9] M. Fiebig, “Revival of the magnetoelectric effect,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 38, pp. R123–R152, apr 2005.
- [10] N. A. Hill, “Why Are There so Few Magnetic Ferroelectrics,” *J.Phys.Chem.B*, vol. 104, pp. 6694–6709, 2000.

- [11] C. W. Nan, “Magnetolectric effect in composites of piezoelectric and piezomagnetic phases,” *Physical Review B*, vol. 50, no. 9, pp. 6082–6088, 1994.
- [12] B. Gojdka, *New Concepts for Functional 0-3 Nanocomposites and Magnetic Field Sensors Dissertation*. PhD thesis, 2012.
- [13] C.-W. Nan, M. I. Bichurin, S. Dong, D. Viehland, and G. Srinivasan, “Multiferroic magnetolectric composites: Historical perspective, status, and future directions,” *Journal of Applied Physics*, vol. 103, no. 3, p. 031101, 2008.
- [14] J. Zhai, Z. Xing, S. Dong, J. Li, and D. Viehland, “Magnetolectric Laminate Composites: An Overview,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 91, pp. 351–358, feb 2008.
- [15] Y. Wang, J. Gao, M. Li, D. Hasanyan, Y. Shen, J. Li, D. Viehland, and H. Luo, “Ultralow equivalent magnetic noise in a magnetolectric Metglas/Mn-doped Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-PbTiO₃ heterostructure,” *Applied Physics Letters*, vol. 101, no. 2, p. 022903, 2012.
- [16] H. Greve, E. Woltermann, H.-J. Quenzer, B. Wagner, and E. Quandt, “Giant magnetolectric coefficients in (Fe₉₀Co₁₀)₇₈Si₁₂B₁₀-AlN thin film composites,” *Applied Physics Letters*, vol. 96, no. 18, p. 182501, 2010.
- [17] S. Marauska, R. Jahns, C. Kirchhof, M. Claus, E. Quandt, R. Knöchel, and B. Wagner, “Highly sensitive wafer-level packaged MEMS magnetic field sensor based on magnetolectric composites,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 189, pp. 321–327, jan 2013.
- [18] P. Zhao, Z. Zhao, D. Hunter, R. Suchoski, C. Gao, S. Mathews, M. Wuttig, and I. Takeuchi, “Fabrication and characterization of all-thin-film magnetolectric sensors,” *Applied Physics Letters*, vol. 94, no. 24, p. 243507, 2009.
- [19] J.-M. Hu, T. Nan, N. X. Sun, and L.-Q. Chen, “Multiferroic magnetolectric nanostructures for novel device applications,” *MRS Bulletin*, vol. 40, no. 09, pp. 728–735, 2015.
- [20] S. Dong, J. Cheng, J. F. Li, and D. Viehland, “Enhanced magnetolectric effects in laminate composites of Terfenol-D/Pb(Zr,Ti)O₃ under resonant drive,” *Applied Physics Letters*, vol. 83, no. 23, pp. 4812–4814, 2003.
- [21] Z. Xing, J. Li, and D. Viehland, “Giant magnetolectric effect in Pb(Zr,Ti)O₃-bimorph/NdFeB laminate device,” *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 1, p. 013505, 2008.

- [22] R. Jahns, A. Piorra, E. Lage, C. Kirchhof, D. Meyners, J. L. Gugat, M. Krantz, M. Gerken, R. Knöchel, and E. Quandt, “Giant Magnetoelectric Effect in Thin-Film Composites,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 96, pp. 1673–1681, jun 2013.
- [23] A. Piorra, *Ferroelektrische Schichten für magnetoelektrische Komposite*. PhD thesis, Christian-Albrechts-Universität Kiel, 2014.
- [24] X. Zhuang, M. Lam, C. Sing, and C. Dolabdjian, “Investigation of the near-carrier noise for strain-driven ME laminates by using cross-correlation techniques,” 2014.
- [25] R. Jahns, H. Greve, E. Woltermann, E. Quandt, and R. H. Knöchel, “Noise Performance of Magnetometers With Resonant Thin-Film Magnetoelectric Sensors,” *IEEE Transactions on Instrumentation and measurement*, vol. 60, no. 8, pp. 2995–3001, 2011.
- [26] Y. Wang, D. Gray, D. Berry, J. Gao, M. Li, J. Li, and D. Viehland, “An extremely low equivalent magnetic noise magnetoelectric sensor.,” *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)*, vol. 23, pp. 4111–4, sep 2011.
- [27] E. Yarar, S. Salzer, V. Hrkac, A. Piorra, M. Höft, R. Knöchel, L. Kienle, and E. Quandt, “Inverse bilayer magnetoelectric thin film sensor,” *Applied Physics Letters*, vol. 109, no. 2, p. 022901, 2016.
- [28] R. Jahns, H. Greve, E. Woltermann, E. Quandt, and R. Knöchel, “Sensitivity enhancement of magnetoelectric sensors through frequency-conversion,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 183, pp. 16–21, aug 2012.
- [29] S. M. Gillette, A. L. Geiler, D. Gray, D. Viehland, C. Vittoria, and V. G. Harris, “Improved sensitivity and noise in magneto-electric magnetic field sensors by use of modulated AC magnetostriction,” *IEEE Magnetics Letters*, vol. 2, pp. 1–4, 2011.
- [30] J. Petrie, D. Gray, D. Viehland, G. Sreenivasulu, G. Srinivasan, S. Mandal, and A. S. Edelstein, “Shifting the operating frequency of magnetoelectric sensors,” *Journal of Applied Physics*, vol. 111, no. 7, p. 07C714, 2012.
- [31] V. Röbisch, E. Yarar, N. O. Urs, I. Teliban, R. Knöchel, J. McCord, E. Quandt, and D. Meyners, “Exchange biased magnetoelectric composites for magnetic field sensor application by frequency conversion,” *Journal of Applied Physics*, vol. 117, no. 17, 2015.
- [32] T. Nan, Y. Hui, M. Rinaldi, and N. X. Sun, “Self-biased 215 MHz magnetoelectric NEMS resonator for ultra-sensitive DC magnetic field detection.,” *Scientific reports*, vol. 3, p. 1985, jan 2013.

- [33] S. Zabel, J. Reermann, S. Fichtner, C. Kirchhof, E. Quandt, B. Wagner, G. Schmidt, and F. Faupel, “Multimode delta-E effect magnetic field sensors with adapted electrodes,” *Applied Physics Letters*, no. 108, p. 222401, 2016.
- [34] A. Hubert and R. Schäfer, *Magnetic Domains*. Springer, 3 ed., 1998.
- [35] A. Aharoni, “Demagnetizing factors for rectangular ferromagnetic prisms,” *J. Appl. Phys.*, vol. 83, no. 1998, pp. 3432–3434, 1998.
- [36] B. Cullity and C. Graham, *Introduction to Magnetic Materials*, vol. 1. IEEE Press Wiley, 2 ed., 2009.
- [37] G. Durin and S. Zapperi, “The Barkhausen effect,” pp. 1–51.
- [38] J. Slonczewski, B. Petek, and B. Argyle, “Micromagnetics of laminated Permalloy films,” *IEEE Transactions on Magnetism*, vol. 24, pp. 2045–2054, May 1988.
- [39] C. Tsang, P. Kasiraj, and M. Krounbi, “Magnetics of nonlaminated, bilaminated, and multilaminated permalloy stripes,” *Journal of Applied Physics*, vol. 63, no. 8, pp. 2938–2940, 1988.
- [40] U. Queitsch, J. McCord, A. Neudert, R. Schäfer, L. Schultz, K. Rott, and H. Brückl, “Domain wall induced modes of high-frequency response in ferromagnetic elements,” *Journal of Applied Physics*, vol. 100, no. 9, p. 093911, 2006.
- [41] J. McCord and J. Westwood, “Domain optimization of sputtered permalloy shields for recording heads,” *IEEE Transactions on Magnetism*, vol. 37, pp. 1755–1757, Juli 2001.
- [42] E. Lage, N. O. Urs, V. Röbisch, I. Teliban, R. Knöchel, D. Meyners, J. McCord, and E. Quandt, “Magnetic domain control and voltage response of exchange biased magnetoelectric composites,” *Applied Physics Letters*, vol. 104, p. 132405, März 2014.
- [43] S. Marauska, *Hochempfindliche mikromechanische magnetoelektrische Magnetfeldsensoren*. PhD thesis, 2013.
- [44] E. du Trémolet de Lacheisserie, *Magnetostriction Theory and Applications of Magnetoelasticity*. CRC Press, 1 ed., 1993.
- [45] M. Ohrin, *Materials Science of thin films*. 2 ed., 2002.
- [46] A. Ludwig and E. Quandt, “Optimization of the ΔE effect in thin films and multilayers by magnetic field annealing,” *IEEE Transactions on Magnetism*, vol. 38, pp. 2829–2831, Sep. 2002.
- [47] J. D. Livingston, “Magnetomechanical properties of amorphous metals,” *Physica Status Solidi A*, vol. 70, no. 2, pp. 591–596, 1982.

- [48] E. Tremolet and M. D. Lacheisserie, “Magnetoelastic properties of amorphous alloys,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 25, pp. 251–270, 1982.
- [49] B. Jaffe, W. R. Cook, and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics*, vol. 3. Academic Press London and New York, 1971.
- [50] I. Kleber, H.-J. Bausch, and J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*. Technik GmbH Berlin, 17 ed., 1990.
- [51] S. Trolier-McKinstry and P. Muralt, “Thin film piezoelectrics for MEMS,” *Journal of Electroceramics*, vol. 12, pp. 7–17, 2004.
- [52] S. Tadigadapa and K. Mateti, “Piezoelectric MEMS sensors: state-of-the-art and perspectives,” *Measurement Science and Technology*, vol. 20, no. 9, p. 092001, 2009.
- [53] E. Yarar, V. Hrkac, C. Zamponi, A. Piorra, L. Kienle, and E. Quandt, “Low temperature aluminum nitride thin films for sensory applications,” *AIP Advances*, vol. 6, no. 7, p. 075115, 2016.
- [54] Gemeinfrei; AlN-Struktur; https://en.wikipedia.org/wiki/Aluminium_nitride#/media/File:Wurtzite_polyhedra.png Stand:30.06.2017
- [55] Gemeinfrei; Perovskite structure of PZT; https://en.wikipedia.org/wiki/Lead_zirconate_titanate#/media/File:Perovskite.svg Stand:30.06.2017
- [56] M. Bichurin, V. Petrov, and G. Srinivasan, “Theory of low-frequency magnetoelectric coupling in magnetostrictive-piezoelectric bilayers,” *Physical Review B*, vol. 68, pp. 1–13, Aug. 2003.
- [57] G. Srinivasan, “Magnetolectric Composites,” *Annual Review of Materials Research*, vol. 40, pp. 153–178, 2010.
- [58] M. C. Krantz and M. Gerken, “Theory of magnetoelectric effect in multilayer nanocomposites on a substrate: Static bending-mode response,” *AIP Advances*, vol. 3, no. 2, p. 022103, 2013.
- [59] V. M. Petrov, G. Srinivasan, M. I. Bichurin, and T. A. Galkina, “Theory of magnetoelectric effect for bending modes in magnetostrictive-piezoelectric bilayers,” *Journal of Applied Physics*, vol. 105, no. 6, p. 063911, 2009.
- [60] C. M. Harris and A. G. Piersol, *Harris shock and vibration handbook*. McGRAW-HILL, 5 ed., 2002.
- [61] J. Lübke, M. Temmen, H. Schnieder, and M. Reichling, “Measurement and modelling of non-contact atomic force microscope cantilever properties from ultra-high vacuum to normal pressure conditions,” *Measurement Science and Technology*, vol. 22, p. 055501, Mai 2011.

- [62] S. Bianco, M. Cocuzza, S. Ferrero, E. Giuri, G. Piacenza, C. F. Pirri, a. Ricci, L. Scaltro, D. Bich, a. Merialdo, P. Schina, and R. Correale, “Silicon resonant microcantilevers for absolute pressure measurement,” *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 24, no. 4, p. 1803, 2006.
- [63] D. L. DeVoe, “Piezoelectric thin film micromechanical beam resonators,” *Sensors and Actuators, A: Physical*, vol. 88, no. 3, pp. 263–272, 2001.
- [64] R. Elfrink, M. Renaud, T. M. Kamel, C. de Nooijer, M. Jambunathan, M. Goedbloed, D. Hohlfeld, S. Matova, V. Pop, L. Caballero, and R. van Schaijk, “Vacuum-packaged piezoelectric vibration energy harvesters: damping contributions and autonomy for a wireless sensor system,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, p. 104001, Okt. 2010.
- [65] F. R. Blom, “Dependence of the quality factor of micromachined silicon beam resonators on pressure and geometry,” *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 10, p. 19, Jan. 1992.
- [66] S. Whitney, “Vibrations of Cantilever Beams: Deflection, Frequency, and Research Uses,” 1999. <http://emweb.unl.edu/Mechanics-Pages/Scott-Whitney/325hweb/Beams.htm>, Stand: 13.03.2017
- [67] H. Hosaka, K. Itao, and S. Kuroda, “Damping characteristics of beam-shaped micro-oscillators,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 49, no. 1, pp. 87–97, 1995.
- [68] K. Naeli and O. Brand, “Dimensional considerations in achieving large quality factors for resonant silicon cantilevers in air,” *Journal of Applied Physics*, vol. 105, no. 1, pp. 0–10, 2009.
- [69] R. Christian, “The theory of oscillating-vane vacuum gauges,” *Vacuum*, vol. 16, no. 4, pp. 175–178, 1966.
- [70] Z. Hao, A. Erbil, and F. Ayazi, “An analytical model for support loss in micromachined beam resonators with in-plane flexural vibrations,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 109, pp. 156–164, Dez. 2003.
- [71] C. Zener, “Internal Friction in Solids - Theory of internal Friction in Reeds,” *Rheology*, vol. 206, no. 1932, 1937.
- [72] T. Yang J, Ono and M. Esashi, “Energy dissipation in submicrometer thick single-crystal silicon cantilevers,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 11, pp. 775–783, Dez. 2002.
- [73] K. Y. Yasumura, T. D. Stowe, E. M. Chow, T. Pfafman, T. W. Kenny, B. C. Stipe, and D. Rugar, “Quality factors in micron- and submicron-thick cantilevers,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 9, no. 1, pp. 117–125, 2000.

- [74] M. Weinberg, R. Candler, S. Chandorkar, J. Varsanik, T. Kenny, and A. Duwel, “Energy loss in MEMS resonators and the impact on inertial and rf devices,” *Transducers*, vol. 1, no. 1, pp. 688–695, 2009.
- [75] R. Jahns, *Untersuchung und Optimierung von Empfindlichkeit und Rauschverhalten magnetoelektrischer Sensoren*. PhD thesis, Christian-Albrechts-Universität Kiel, 2013.
- [76] P. Durdaut, S. Salzer, J. Reermann, P. Hayes, D. Meyners, E. Quandt, G. Schmidt, R. Knöchel, and M. Höft, “Thermal-Mechanical Noise in Resonant Thin-Film Magnetolectric Sensors,” *IEEE Sensors Journal*, vol. 17, no. 8, pp. 2338–2348, 2017.
- [77] T. B. Gabrielson, “Mechanical-Thermal Noise in Micromachined Acoustic and Vibration Sensors,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 40, no. 5, pp. 903–909, 1993.
- [78] A. Piorra, R. Jahns, I. Teliban, J. L. Gugat, M. Gerken, R. Knöchel, and E. Quandt, “Magnetolectric thin film composites with interdigital electrodes,” *Applied Physics Letters*, vol. 103, no. 3, p. 032902, 2013.
- [79] E. Lage, C. Kirchhof, V. Hrkac, L. Kienle, R. Jahns, R. Knöchel, E. Quandt, and D. Meyners, “Exchange biasing of magnetolectric composites,” *Nature Materials*, vol. 11, pp. 1–7, April 2012.
- [80] R. Osiander, S. A. Ecelberger, R. B. Givens, D. K. Wickenden, J. C. Murphy, and T. J. Kistenmacher, “A microelectromechanical-based magnetostrictive magnetometer,” *Applied Physics Letters*, vol. 69, no. 19, p. 2930, 1996.
- [81] B. Gojdka, R. Jahns, K. Meurisch, H. Greve, R. Adelung, E. Quandt, R. Knöchel, and F. Faupel, “Fully integrable magnetic field sensor based on delta-E effect,” *Applied Physics Letters*, vol. 99, no. 22, p. 223502, 2011.
- [82] R. Jahns, S. Zabel, S. Marauska, B. Gojdka, B. Wagner, R. Knöchel, R. Adelung, and F. Faupel, “Microelectromechanical magnetic field sensor based on ΔE effect,” *Applied Physics Letters*, vol. 105, no. 2014, pp. 2011–2014, 2014.
- [83] J. Reermann, S. Zabel, C. Kirchhof, E. Quandt, F. Faupel, and G. Schmidt, “Adaptive Readout Schemes for Thin-Film Magnetolectric Sensors Based on the delta-E Effect,” *IEEE Sensors Journal*, vol. X, no. c, pp. 1–1, 2016.
- [84] S. Zabel, C. Kirchhof, E. Yarar, D. Meyners, E. Quandt, and F. Faupel, “Phase modulated magnetolectric delta-E effect sensor for sub-nano tesla magnetic fields,” *Applied Physics Letters*, vol. 107, no. 15, p. 152402, 2015.
- [85] Electronic Tutorials“Quartz crystal oscillators” 2016; <http://www.electronics-tutorials.ws/oscillator/crystal.html> Stand:30.06.2017

- [86] Q. Chen and Q. M. Wang, "The effective electromechanical coupling coefficient of piezoelectric thin-film resonators," *Applied Physics Letters*, vol. 86, no. May 2015, 2005.
- [87] M. J. Madou, *Fundamentals of Microfabrication The Science of Miniaturization, Second Edition*. CRC Press LLC, 2 ed., 2001.
- [88] A. D. Oliver, Y. L. Teo, A. Geisberger, R. F. Steimle, T. Cassagnes, K. Adhikari, D. Sadler, and A. McNeil, "A new three axis low power MEMS gyroscope for consumer and industrial applications," *Transducers, Anchorage, Alaska*, pp. 62–65, 2015.
- [89] P. Eswaran and S. Malarvizhi, "MEMS Capacitive Pressure Sensors : A Review on Recent Development and Prospective," *International Journal of Engineering and Technology (IJET)*, vol. 5, no. 3, pp. 2734–2746, 2013.
- [90] J. T. M. van Beek and R. Puers, "A review of MEMS oscillators for frequency reference and timing applications," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 22, no. 1, p. 013001, 2012.
- [91] H. Du and R. Bogue, "MEMS sensors: past, present and future," *Sensor Review*, vol. 27, pp. 7–13, 2007.
- [92] X. Yu, Y. Tang, H. Zhang, T. Li, and W. Wang, "Design of High-Sensitivity Cantilever and Its Monolithic Integration With CMOS Circuits," *IEEE Sensors Journal*, vol. 7, pp. 489–495, April 2007.
- [93] R. Bogue, "Recent developments in MEMS sensors: a review of applications, markets and technologies," *Sensor Review*, vol. 33, no. 4, pp. 300–304, 2013.
- [94] S. Dong, J. Zhai, J. Li, and D. Viehland, "Near-ideal magnetoelectricity in high-permeability magnetostrictive/ piezofiber laminates with a (2-1) connectivity," *Applied Physics Letters*, vol. 89, no. 25, pp. 2–5, 2006.
- [95] J. Lu, T. Ikehara, Y. Zhang, T. Mihara, T. Itoh, and R. Maeda, "High quality factor silicon cantilever driven by PZT actuator for resonant based mass detection," *DTIP of MEMS and MOEMS - Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, no. April, pp. 60–65, 2008.
- [96] T. M. Kamel, R. Elfrink, M. Renaud, D. Hohlfeld, M. Goedbloed, C. de Nooijer, M. Jambunathan, and R. van Schaijk, "Modeling and characterization of MEMS-based piezoelectric harvesting devices," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, p. 105023, Okt. 2010.
- [97] J. Bustillo, R. Howe, and R. Muller, "Surface micromachining for microelectromechanical systems," *Proceedings of the IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1552–1573, 1998.

- [98] G. Kovacs, N. Maluf, and K. Petersen, "Bulk micromachining of silicon," *Proceedings of the IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1536–1551, 1998.
- [99] J. Sellers, "Asymmetric bipolar pulsed DC: the enabling technology for reactive PVD," *Surface and Coatings Technology*, vol. 98, no. 1-3, pp. 1245–1250, 1998.
- [100] J. A. Thornton, "Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings," *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 11, no. 4, p. 666, 1974.
- [101] K. R. Williams, K. Gupta, and M. Wasilik, "Etch Rates for Micromachining Processing Part II," *Journal of microelectromechanical Systems*, vol. 12, no. 6, pp. 761–778, 2003.
- [102] MicroChemicals, "Exposure of Photoresists." http://www.microchemicals.com/technical_information/exposure_photoresist.pdf Stand:30.06.2017
- [103] Oxford Instruments, "80+ICP 65 Silicon Etcher," 2007. <http://people.virginia.edu/~awl111/MRI-R2%20%20Silicon%20ICP-RIE/UVA%2080Plus.pdf> Stand:30.06.2017
- [104] R. Knizikevičius, "Simulations of Si and SiO₂ Etching in SF₆ + O₂ Plasma," *Acta Physica Polonica A*, vol. 117, no. 3, pp. 478–483, 2010.
- [105] I. U. Abhulimen, S. Polamreddy, S. Burkett, L. Cai, and L. Schaper, "Effect of process parameters on via formation in Si using deep reactive ion etching," *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 25, no. 6, p. 1762, 2007.
- [106] P. D. Rack; University of Tennessee, "Plasma Etching Outline," 2002. www.tu-ilmenau.de/fileadmin/media/mne_nano/Lehre/Praktikum/Plasmaätzen.pdf; Stand: 06.04.2017
- [107] F. Laemer and A. Schilp, "Method of anisotropically etching silicon," 1996.
- [108] H. Greve, E. Woltermann, R. Jahns, S. Marauska, B. Wagner, R. Knöchel, M. Wuttig, and E. Quandt, "Low damping resonant magnetoelectric sensors," *Applied Physics Letters*, vol. 97, no. 15, p. 152503, 2010.
- [109] S. Marauska, V. Hrkac, T. Dankwort, R. Jahns, H. J. Quenzer, R. Knöchel, L. Kienle, and B. Wagner, "Sputtered thin film piezoelectric aluminum nitride as a functional MEMS material," *Microsystem Technologies*, vol. 18, pp. 787–795, März 2012.
- [110] J. Tamayo, J. J. Ruz, V. Pini, P. Kosaka, and M. Calleja, "Quantification of the surface stress in microcantilever biosensors: revisiting Stoney's equation.," *Nanotechnology*, vol. 23, p. 475702, Nov. 2012.

- [111] T. von Hofe, N. Onur Urs, B. Mozooni, T. Jansen, C. Kirchhof, D. E. Bürgler, E. Quandt, and J. McCord, “Dual wavelength magneto-optical imaging of magnetic thin films,” *Applied Physics Letters*, vol. 103, no. 14, p. 142410, 2013.
- [112] J. McCord, “Progress in magnetic domain observation by advanced magneto-optical microscopy,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 48, no. 33, p. 333001, 2015.
- [113] J. Winkler and H. Aurich, *Technische Mechanik*. VEB Fachbuchverlag Leipzig, 2 ed., 1976.
- [114] E. Tremolet and J. Peuzin, “Magnetostriction and internal stresses in thin films: the cantilever method revisited,” *Journal of Magnetism*, vol. 136, pp. 189–196, 1994.
- [115] V. H. Guerrero and R. C. Wetherhold, “Strain and stress calculation in bulk magnetostrictive materials and thin films,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 271, no. 2-3, pp. 190–206, 2004.
- [116] V. H. Guerrero and R. C. Wetherhold, “Magnetostrictive bending of cantilever beams and plates,” *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 10, pp. 6659–6666, 2003.
- [117] Praktikumsanleitung Magnetostrictive Materials 2015, Technische Fakultät; Christian-Albrechts-Universität zu Kiel; <http://www.tf.uni-kiel.de/servicezentrum/neutral/praktika/anleitungen/m205> Stand 30.06.2017
- [118] R. Jahns, R. Knöchel, H. Greve, E. Woltermann, E. Lage, and E. Quandt, “Magnetolectric Sensors for Biomagnetic Measurements,” *Measurement*, 2011.
- [119] W. H. Theodore and R. S. Fisher, “Review Brain stimulation for epilepsy,” vol. 3, no. February, pp. 111–118, 2004.
- [120] C. Kirchhof, M. Krantz, I. Teliban, R. Jahns, S. Marauska, B. Wagner, R. Knöchel, M. Gerken, D. Meyners, and E. Quandt, “Giant magnetoelectric effect in vacuum,” *Applied Physics Letters*, vol. 102, no. 23, p. 232905, 2013.
- [121] S. Salzer, R. Jahns, H. Runkowske, A. Piorra, I. Teliban, G. Schmidt, M. Höft, E. Quandt, and R. Knöchel, “Tuning Fork for Noise Suppression in Magnetoelectric Sensors,” pp. 1–5, 2015.
- [122] N. O. Urs, I. Teliban, A. Piorra, R. Knöchel, E. Quandt, and J. McCord, “Origin of hysteretic magnetoelastic behavior in magnetoelectric 2-2 composites,” *Applied Physics Letters*, vol. 105, no. 20, pp. 2012–2017, 2014.
- [123] J. McCord, “Irregular domain patterns in structured magnetic thick films,” *Journal of Applied Physics*, vol. 95, no. 11, p. 6855, 2004.

- [124] W. Karl, a.L. Powell, R. Watts, M. Gibbs, and C. Whitehouse, "A micromachined magnetostrictive pressure sensor using magneto-optical interrogation," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 81, pp. 137–141, April 2000.
- [125] Y. Nozaki, N. Narita, T. Tanaka, and K. Matsuyama, "Microwave-assisted magnetization reversal in a Co/Pd multilayer with perpendicular magnetic anisotropy," *Applied Physics Letters*, vol. 95, no. 8, pp. 245–248, 2009.
- [126] J. Kimling, T. Gerhardt, A. Kobs, A. Vogel, S. Wintz, M. Y. Im, P. Fischer, H. Peter Oepen, U. Merkt, and G. Meier, "Tuning of the nucleation field in nanowires with perpendicular magnetic anisotropy," *Journal of Applied Physics*, vol. 113, no. 16, 2013.
- [127] L. Kong, Q. Pan, B. Cui, M. Li, and S. Y. Chou, "Magnetotransport and domain structures in nanoscale NiFe/Cu/Co spin valve," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 8, pp. 5492–5494, 1999.
- [128] T. Budde and H. H. Gatzert, "Patterned sputter deposited SmCo-films for MEMS applications," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 242-245, no. PART II, pp. 1146–1148, 2002.
- [129] U. Bala, M. Krantz, and M. Gerken, "Electrode position optimization in magnetoelectric sensors based on magnetostrictive-piezoelectric bilayers on cantilever substrates," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 61, no. 3, pp. 392–398, 2014.
- [130] L. Che, E. Halvorsen, and X. Chen, "An optimized one-step wet etching process of Pb(Zr 0.52 Ti 0.48)O 3 thin films for microelectromechanical system applications," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 21, p. 105008, Okt. 2011.
- [131] V. Kutshoukov, J. Mollinger, and a. Bossche, "New photoresist coating method for 3-D structured wafers," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 85, pp. 377–383, Aug. 2000.
- [132] X. Zhuang, M. L. C. Sing, C. Dolabdjian, Y. Wang, P. Finkel, J. Li, and D. Viehland, "Mechanical noise limit of a strain coupled magneto (elasto) electric sensor operating under a magnetic or an electric field modulation," no. c, 2014.
- [133] D. Burdin, D. Chashin, N. Ekonomov, Y. Fetisov, and A. Stashkevich, "High-sensitivity dc field magnetometer using nonlinear resonance magnetoelectric effect," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 405, pp. 244–248, 2016.
- [134] P. T. Squire, D. Atkinson, and S. Atalay, "Magnetostrictive and Magnetoelastic Properties of rapidly quenched wire," *IEEE Transaction on Magnetics*, vol. 31, no. 2, p. 1239, 1995.

- [135] J. Lübke, L. Tröger, S. Torbrügge, R. Bechstein, C. Richter, A. Kühnle, and M. Reichling, “Achieving high effective Q -factors in ultra-high vacuum dynamic force microscopy,” *Measurement Science and Technology*, vol. 21, p. 125501, Dez. 2010.
- [136] J. E. Sader, “Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope,” *Journal of Applied Physics*, vol. 84, no. 1, p. 64, 1998.
- [137] H.-J. Butt and M. Jaschke, “Calculation of thermal noise in atomic force microscopy,” *Nanotechnology*, vol. 6, pp. 1–7, 1995.
- [138] M. V. Salapaka, H. S. Bergh, J. Lai, a. Majumdar, and E. McFarland, “Multi-mode noise analysis of cantilevers for scanning probe microscopy,” *Journal of Applied Physics*, vol. 81, no. 6, pp. 2480–2487, 1997.
- [139] J. Zhai, Z. Xing, S. Dong, J. Li, and D. Viehland, “Thermal noise cancellation in symmetric magnetoelectric bimorph laminates,” *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 7, p. 072906, 2008.
- [140] Y. Wang, T.-D. Onuta, C. J. Long, Y. Geng, and I. Takeuchi, “Colossal magnetoelectric effect induced by parametric amplification,” *Applied Physics Letters*, vol. 107, no. 19, p. 192902, 2015.
- [141] N. Tiercelin, a. Talbi, V. Preobrazhensky, P. Pernod, V. Mortet, K. Haenen, and a. Soltani, “Magnetoelectric effect near spin reorientation transition in giant magnetostrictive-aluminum nitride thin film structure,” *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 16, p. 162902, 2008.
- [142] P. Zhao, Z. Zhao, D. Hunter, R. Suchoski, C. Gao, S. Mathews, M. Wuttig, and I. Takeuchi, “Fabrication and characterization of all-thin-film magnetoelectric sensors,” *Applied Physics Letters*, vol. 94, no. 24, p. 243507, 2009.
- [143] P. T. Squire, “Domain model for magnetoelastic behaviour of uniaxial ferromagnets,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 140-144, no. PART 3, pp. 1829–1830, 1995.
- [144] P. T. Squire, “Phenomenological model for magnetization, magnetostriction and dE effect in field-annealed amorphous ribbons,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 87, no. 3, pp. 299–310, 1990.
- [145] J. Mertz, O. Marti, and J. Mlynek, “Regulation of a microcantilever response by force feedback,” *Applied Physics Letters*, vol. 62, no. 19, pp. 2344–2346, 1993.
- [146] P. Durdaut, J. Reermann, S. Zabel, C. Kirchhof, E. Quandt, F. Faupel, G. Schmidt, R. Knöchel, and M. Höft, “Modeling and Analysis of Noise Sources for Thin-Film

Magnetoelectric Sensors Based on the Delta-E Effect,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, pp. 1–9, 2017.

- [147] Y. Hui, T. Nan, N. X. Sun, and M. Rinaldi, “High resolution magnetometer based on a high frequency magnetoelectric MEMS-CMOS oscillator,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 24, no. 1, pp. 134–143, 2015.
- [148] MEMSnet-Materialparameters from Literature, <https://www.memsnet.org/material/polysiliconfilm/>, Stand: 03.03.2017
- [149] Metglas® 2605SA1; <http://www.metglas.com/assets/pdf/2605sa1.pdf>, Stand: 30.05.2017
- [150] <https://www.plansee.com/en/materials/chromium.html>, Stand: 30.05.2017

Eigene Publikationen

Kirchhof, C., Krantz, M., Teliban, I., Jahns, R., Marauska, S., Wagner, B., Knöchel, R.; Gerken, M.; Meyners, D., Quandt, E. (2013). Giant magnetoelectric effect in vacuum. *Applied Physics Letters*, 102(23), 232905.

Zabel, S. **and Kirchhof**, C., Yarar, E., Meyners, D., Quandt, E., Faupel, F. (2015). Phase modulated magnetoelectric delta-E effect sensor for sub-nano tesla magnetic fields. *Applied Physics Letters*, 107(15), 152402.

Lage, E., **Kirchhof**, C., Hrkac, V., Kienle, L., Jahns, R., Knöchel, R., Quandt, E., Meyners, D. (2012). Exchange biasing of magnetoelectric composites. *Nature Materials*, 11(6), 1-7.

Jahns, R., Piorra, A., Lage, E., **Kirchhof**, C., Meyners, D., Gugat, J. L., Krantz, M., Gerken, M., Knöchel, R., Quandt, E. (2013). Giant Magnetoelectric Effect in Thin-Film Composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 96(6),

Marauska, S., Jahns, R., **Kirchhof**, C., Claus, M., Quandt, E., Knöchel, R., Wagner, B. (2013). Highly sensitive wafer-level packaged MEMS magnetic field sensor based on magnetoelectric composites. *Sensors and Actuators A: Physical*, 189, 321-327.

Reermann, J., Zabel, S., **Kirchhof**, C., Quandt, E., Faupel, F., Schmidt, G. (2016). Adaptive Readout Schemes for Thin-Film Magnetoelectric Sensors Based on the delta-E Effect. *IEEE Sensors Journal*, X(c), 1-1.

Durdaut, P., Reermann, J., Zabel, S., **Kirchhof**, C., Quandt, E., Faupel, F., Knöchel, R. Höft, M. (2017). Modeling and Analysis of Noise Sources for Thin-Film Magnetoelectric Sensors Based on the Delta-E Effect. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 1-9.

Zabel, S., Reermann, J., Fichtner, S., **Kirchhof**, C., Quandt, E., Wagner, B., Schmidt, G., Faupel, F. (2016). Multimode delta-E effect magnetic field sensors with adapted electrodes Multimode delta-E effect magnetic field sensors with adapted electrodes. *Applied Physics Letters*, (108), 222401.

von Hofe, T., Onur Urs, N., Mozooni, B., Jansen, T., **Kirchhof**, C., Bürgler, D. E., Quandt, E., McCord, J. (2013). Dual wavelength magneto-optical imaging of magnetic thin films. *Applied Physics Letters*, 103(14), 142410.

Röbisch, V., Salzer, S., Urs, N. O., Reermann, J., Yasar, E., Piorra, A., **Kirchhof, C.** Lage, E.; Höft, M., Schmidt, G., Knöchel, R., McCord, J.; Quandt, E.; Meyners, D. (2017). Pushing the detection limit of thin film magnetoelectric heterostructures. *Journal of Materials Research*, 32(6), 1009-1019.

Gröttrup, J., Kaps, S., Carstensen, J., Smazna, D., Mishra, Y. K., Piorra, A., **Kirchhof, C.**, Quandt, E. and Adelung, R. (2016), Piezotronic-based magnetoelectric sensor: Fabrication and response. *Phys. Status Solidi A*, 213: 2208-2215.

Danksagung

Ich möchte mich herzlich bei Prof. Eckhard Quandt für seine Unterstützung und sein unermüdliches Engagement für die Projekte SFB855, PAK902 und SFB1261 bedanken, die es mir und vielen anderen ermöglicht haben in einem großartigen interdisziplinären Team auf einem spannenden und zukunftsweisenden Thema zu promovieren. Ein großer Dank gilt all den Mitgliedern dieses Teams, die mir tiefe Einblicke in ihre Disziplinen ermöglicht haben und dank deren Zuarbeit aus einem kleinen Beitrag etwas wirklich Sinnvolles geworden ist. Nennen möchte ich hierbei insbesondere Prof. Jeffrey McCord, Dr. Erdem Yarar, Dr. Necdet Onur Urs, Dr. André Piorra, Sebastian Zabel, Phillip Durdaut und Dr. Jens Reermann. Für seine stets richtigen und hilfreichen Hinweise sowie Diskussionen möchte ich ganz herzlich bei Dr. Dirk Meyners danken. Weiterhin möchte ich mich für Rat und Tat bei Dr. Antonio Malavé, Volker Röbisch, Patrick Heyes, Dr. Christiane Zamponi, Gislinde Schröder, Anne Kittmann, Hanna Lewitz, sowie allen anderen Kollegen aus der Arbeitsgruppe der Anorganischen Funktionsmaterialien bedanken. Danke für eure Unterstützung! Ein besonderer Dank gilt Dr. Claas Thede für sein positives Karma bei verhexten Computern, Schokoladenmangel oder anderen Rätseln!

Meinem Mann Boris möchte ich für all die geduldige, liebevolle Unterstützung und Zuversicht danken.

Ich möchte diese Arbeit meinen lieben Eltern widmen, die mir diese auf so vielfältige Weise ermöglicht haben.