

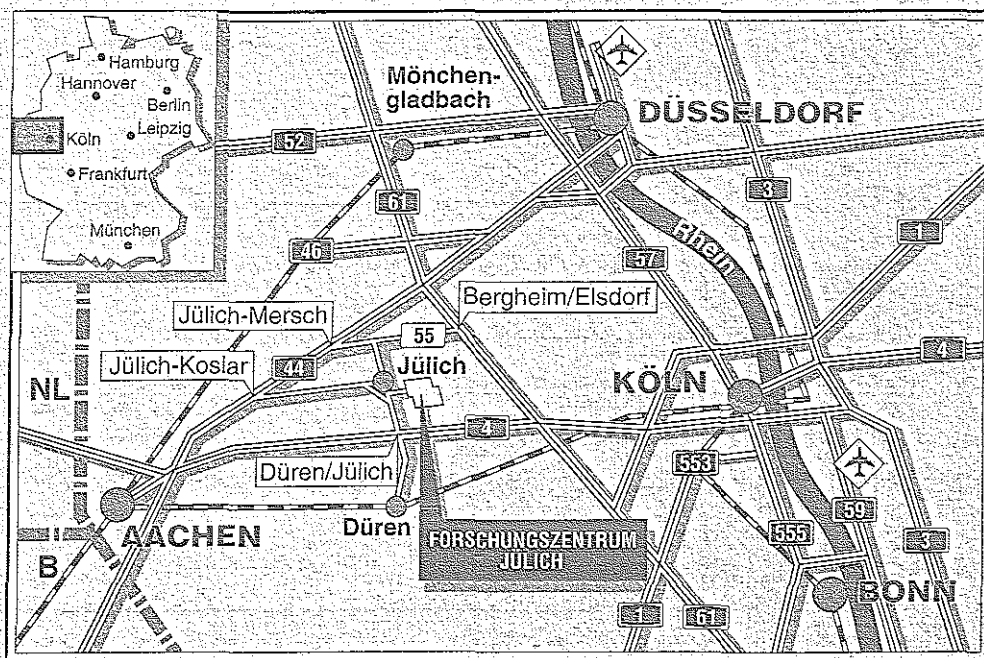
Institut für Festkörperforschung

Herstellung passivierter Au-Leiterbahnen und Charakterisierung ihres mechanischen Spannungszustandes

Reinhard Pollak

1900

1900



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 3091

ISSN 0944-2952

Institut für Festkörperforschung Jül-3091

D82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch : Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon : 02461/61-61 02 · Telefax : 02461/61-61 03 · Telex : 833 556-70 kfa d

1
2
3
4

Herstellung passivierter Au-Leiterbahnen und Charakterisierung ihres mechanischen Spannungszustandes

Reinhard Pollak

Abstract

1,2 μm thick Au films were deposited by electron beam evaporation on oxidized Si-wafers. The stresses were investigated by x-ray diffraction methods between room temperature (RT) and 420 °C. The films showed biaxial tensile stresses of $\approx 200 \text{ MPa}$ at RT and small compressive stresses of $\leq 50 \text{ MPa}$ at 420 °C. Wafer curvature measurements confirmed these values. The unstrained lattice parameters were determined as they are necessary for the evaluation of the triaxial stress in the passivated lines. They are in good agreement with the bulk lattice parameter. Lines of 1 μm , 2 μm and 6 μm width were obtained by photolithography and ion etching and were passivated with a 0,5 μm Si_3N_4 layer deposited by a PECVD process at $\approx 350^\circ\text{C}$. The passivated lines show large triaxial stresses varying between 450 MPa tensile stress at RT and 300 MPa compressive stress at 420 °C. In contrast to the films and also to unpassivated lines a nearly elastic behaviour is observed during thermal cycling. Isothermal measurements showed also very little stress relaxation.

The observed stresses are in agreement with the expectations from the Eshelby theory. This comparison gave no indication for void formation within the given temperature regime. This conclusion is supported by small angle x-ray scattering and by cross sectional TEM both showing no evidence of void formation. Furthermore the stresses in the lines can be released by corrosive processes at the interface between the passivation and the Au-lines without damage of the passivation. This debonding can be achieved within hours or months and has been established by cross sectional TEM. Together with the superior electromigration resistivity of Au in comparison to Al this stress release by debonding might be very advantageous to future applications of Au interconnects.

QUESTION

1. The following table shows the number of people who attended the concert in each age group. The total number of people who attended the concert is 1000.

Age Group	Number of People
0-14	150
15-24	200
25-34	250
35-44	200
45-54	150
55-64	100
65+	50

10

11

12

1. Einleitung.....	3
2. Proben.....	5
2.1. Schichtabscheidung.....	5
2.1.1. Substrate.....	5
2.1.2. Aufdampf-Apparatur.....	6
2.1.3. Haftvermittler	7
2.1.4. Au-Filme	9
2.1.5. Ionenunterstützt aufgedampfte Schichten	10
2.2. Strukturierung	11
2.2.1. Probengeometrie	11
2.2.2. Lithographie	12
2.3. Passivierung.....	15
2.4. Zusammenfassung der Herstellungsparameter.....	18
2.5. Probencharakterisierung.....	19
2.5.1. Korngröße.....	19
2.5.2. Textur.....	20
2.5.3. Edelgasgehalt.....	20
2.5.4. Widerstand, Restwiderstand	20
2.5.5. TEM	21
2.5.6. Elektromigrationstests.....	28
3. Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS).....	29
3.1. Grundlagen	29
3.2. Experimente und Ergebnisse	32
3.2.1. Strukturierte Schichten.....	32
3.2.2. IBAD-Schichten.....	34
4. Röntgenographische Spannungsermittlung (RSE).....	41
4.1. Meßmethode.....	41
4.1.1. Apparativer Aufbau.....	41
4.1.2. Bestimmung der Bragg-Winkel aus den Reflexlagen	44
4.2. Allgemeine Grundlagen der Spannungsermittlung.....	47
4.2.1. Vollfilm	48
4.2.2. Strukturierte, unpassivierte Filme.....	49
4.2.3. Strukturierte, passivierte Filme.....	50
4.3. Elastisches Verhalten eingebetteter Leiterbahnen.....	52
4.4. Ergebnisse	56
4.4.1. Vollfilm	56
4.4.2. Passivierte Leiterbahnen.....	65
4.4.2.1. Typ "A"	65
4.4.2.2. Typ "B".....	81
4.4.2.3. Vergleich der beiden Probentypen	91

5. Zusammenfassung	94
6. Literaturverzeichnis	96

1. Einleitung

Die Miniaturisierung mikroelektronischer Bauteile schreitet ständig fort. Dabei nehmen die Abmessungen einzelner Bauteile ab, während die Packungsdichte zunimmt. So unterschritten zu Anfang der 90-er Jahre die kleinsten Strukturen beim 64 Mbit-DRAM die Größe von $0,4 \mu\text{m}$ [1]. Im Zuge dieser Entwicklung verschärfen sich immer mehr die Fragen nach der Zuverlässigkeit der metallischen Leiterbahnen [2] [3]. Denn mit obigen Trends steigen ihre Belastungen und gleichzeitig nimmt die kritische Defektgröße ab. Zum einen kann die wachsende elektrische Stromdichte durch verstärkte Elektromigration, d. h. Atomtransport unter elektrischem Stromfluß, zu Unterbrechungen von Leiterbahnen durch Loch- oder Rißbildung führen [4] [5] [6]. Zum anderen verursachen die zunehmenden mechanischen Spannungen, die ebenfalls Massentransport erzeugen, Leiterunterbrechungen [7]. Dieses Phänomen wurde Anfang der 80-er Jahre entdeckt [8] [9]. Erste systematische Untersuchungen sind in den Referenzen [10] [11] gegeben. Derzeit ist klar, daß beide Effekte bei passivierten Leiterbahnen nicht getrennt voneinander betrachtet werden können. Modelle zur kombinierten Beschreibung geben z. B. die Referenzen [12] [13] an.

Sowohl während der Elektromigration als auch der "Spannungsmigration" sind die Entstehung und das Wachstum von Poren die Vorläufer einer totalen Leiterbahnunterbrechung. Daher ist es wichtig, das Verhalten der Poren zu verstehen. In dieser Arbeit sollte die Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS - small-angle x-ray scattering) erstmals zur Untersuchung von Poren unter möglichst realistischen Bedingungen in passivierten Leiterbahnen angewandt werden. Ihr Hauptvorteil ist die Möglichkeit zur zerstörungsfreien, zeitaufgelösten Untersuchung realistischer, passivierter Leiterbahnen. Zudem können an den gleichen Proben die mechanischen Spannungen mit röntgenographischen Methoden (RSE - Röntgenographische Spannungermittlung) bestimmt werden, um so ein vollständiges Bild der Migrationsprozesse zu erhalten.

Bei diesen grundlegenden Modellexperimenten lieferte die SAXS das entscheidende Kriterium für die Auswahl der Proben. Um möglichst hohe Streuintensitäten zu erhalten, wurde Au als Leiterbahnmaterial mit großer Kernladungszahl ausgewählt. Ferner ist Au technologisch interessant, denn es besitzt in der Mikroelektronik gegenüber den am häufigsten verwendeten Al-Legierungen einige Vorteile. Es ist chemisch inert, besitzt eine höhere spezifische Leitfähigkeit und eine höhere Elektromigrationsfestigkeit [14] [15]. Ein schwerwiegender Nachteil von Au bei technologischen Anwendungen ist sein hohes Diffusionsvermögen in Si und das Bilden eines Eutektikums mit Si bei relativ niedriger Temperatur (der eutektische Punkt liegt bei 363°C [16]). Deshalb war es nicht möglich, geeignete kommerzielle Teststrukturen zu erhalten. Die gesamte Probenherstellung vom aufgedampften Au-Film bis zur passivierten Leiterbahn in technologisch relevanten Dimensionen mußte im Hause durchgeführt werden. Ein großer Teil dieser Arbeit befaßt sich daher mit der Entwicklung geeigneter Prozesse vom Aufdampfen der Schichten über die Lithographie und Passivierung bis zur Präparation der für die Untersuchungen benötigten spezifischen Proben.

An den so hergestellten Leiterbahnen wurden erste SAXS-Experimente durchgeführt. Zusätzlich wurden zu methodischen Tests ionenunterstützt aufgedampfte Au-Filme hergestellt. Bei diesen sind durch den Beschuß mit Edelgasionen während der Aufdampfung bereits (Edelgas-) Poren vorgegeben, die sich bei den Migrationsexperimenten verändern können.

Die Röntgenographische Spannungsermittlung konnte zu systematischen Untersuchungen eingesetzt werden. Sie erlaubt die dreidimensionale Berechnung der in den Leiterbahnen herrschenden mechanischen Spannungen. Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) als bildgebendes Verfahren ergänzt die beiden Röntgenmethoden.

2. Proben

2.1. Schichtabscheidung

Zur Herstellung der Au-Schichten war nötig: Inbetriebnahme der Aufdampfanlage, Konstruktion und Bau eines Probenhalters, Aussuchen eines geeigneten Haftvermittlers für Au auf oxidierten Si-Wafern, Einbau und Tests der Ionenkanone für die IBAD-Filme (ion-beam assisted deposition), Temperatureichung beim Aufdampfen, Strukturierung und Passivierung. Die Einzelschritte sind im folgenden beschrieben. Einen Überblick der verwendeten Proben gibt Kapitel 2.4. auf S. 18.

2.1.1. Substrate

Als Substrate für die Au-Schichten wurden B-dotierte Si-(100)-Wafer ($1 - 10 \Omega \cdot \text{cm}$) der Dicke $500 \mu\text{m}$ und des Durchmessers 100 mm verwendet. Sie erhielten in einem Reinraum eine thermische SiO_2 -Schicht von $0,5$ bzw. $2 \mu\text{m}$ Dicke als Diffusionsbarriere zwischen Au und Si. In der Schleusenkammer der Aufdampfanlage wurden sie im Ar-Plasma gereinigt.

Für die SAXS, die eine transmittierende Meßmethode ist, mußten die Wafer von der Rückseite her abgedünnt werden. Diese Dünnung erfolgte nach Abscheiden und Strukturierung der Au-Filme. Zur Abschätzung der Probendicke wird die Röntgenabsorption durch Si und Au betrachtet (andere Elemente kommen in relevanter Menge nicht vor):

Bei der Energie der Cu-K- α_1 -Strahlung gilt für die linearen Absorptionskoeffizienten (lineare Interpolation nach [17]):

$$\mu_{\text{Au}}(8048 \text{ eV}) = 3750 \text{ cm}^{-1} \text{ bzw.}$$

$$\mu_{\text{Si}}(8048 \text{ eV}) = 144 \text{ cm}^{-1}$$

Mit der Au-Schichtdicke $d_{\text{Au}} = 1,2 \mu\text{m}$ und der Beziehung für die Transmission $T = e^{-\mu d}$ erhält man $T_{\text{Au}} = 0,64$. Damit das Si-Substrat nicht mehr als die Hälfte der Primärintensität absorbiert (also $T_{\text{Si}} \geq 0,5$) muß gelten: $d_{\text{Si}} \lesssim 50 \mu\text{m}$. Andererseits muß die Probendicke mindestens $20 \mu\text{m}$ betragen, um eine hinreichende mechanische Stabilität sicherzustellen.

Waferdünnung: Der Wafer wird mit der Au-Seite auf eine Teflonscheibe geklebt. Als Kleber und zum Abdecken der Flächen der Waferrückseite, die nicht abgedünnt werden sollen, dient Paraffin. Dieses ist bei den folgenden chemischen Prozessen inert. Die SiO_2 -Schicht wird durch Eintauchen in reine Flußsäure (HF, 50%ig) entfernt. Das Si wird in einer Mischung aus Salpeter-: Essig-: Flußsäure im Verhältnis von ungefähr 3:1:1 geätzt. Salpetersäure (HNO_3 , 70%ig) wirkt als Oxidationsmittel für Si, Flußsäure löst Siliziumoxid, die Essigsäure ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$, 99%ig) dient als Puffer. Stickstoff wird durch das Reaktionsgefäß geblasen, die Probe wird in Rotation um ihre Oberflächennormale versetzt und zusätzlich bewegt. Alles zusammen soll durch möglichst gute Durchmischung und schnellen Abtransport der Reaktionsprodukte für eine auf der gesamten Fläche gleichförmige Ätzrate sorgen. Auf ca. 1 cm^2 Probenfläche

ergaben sich Dickenunterschiede bis zu $10\ \mu\text{m}$. Für die im SAXS-Experiment bestrahlte Fläche von ca. $1 \times 1\ \text{mm}^2$ bedeutet das maximale Dickenschwankungen von $1\ \mu\text{m}$ oder ca. 5 % der Gesamtdicke.

2.1.2. Aufdampf-Apparatur

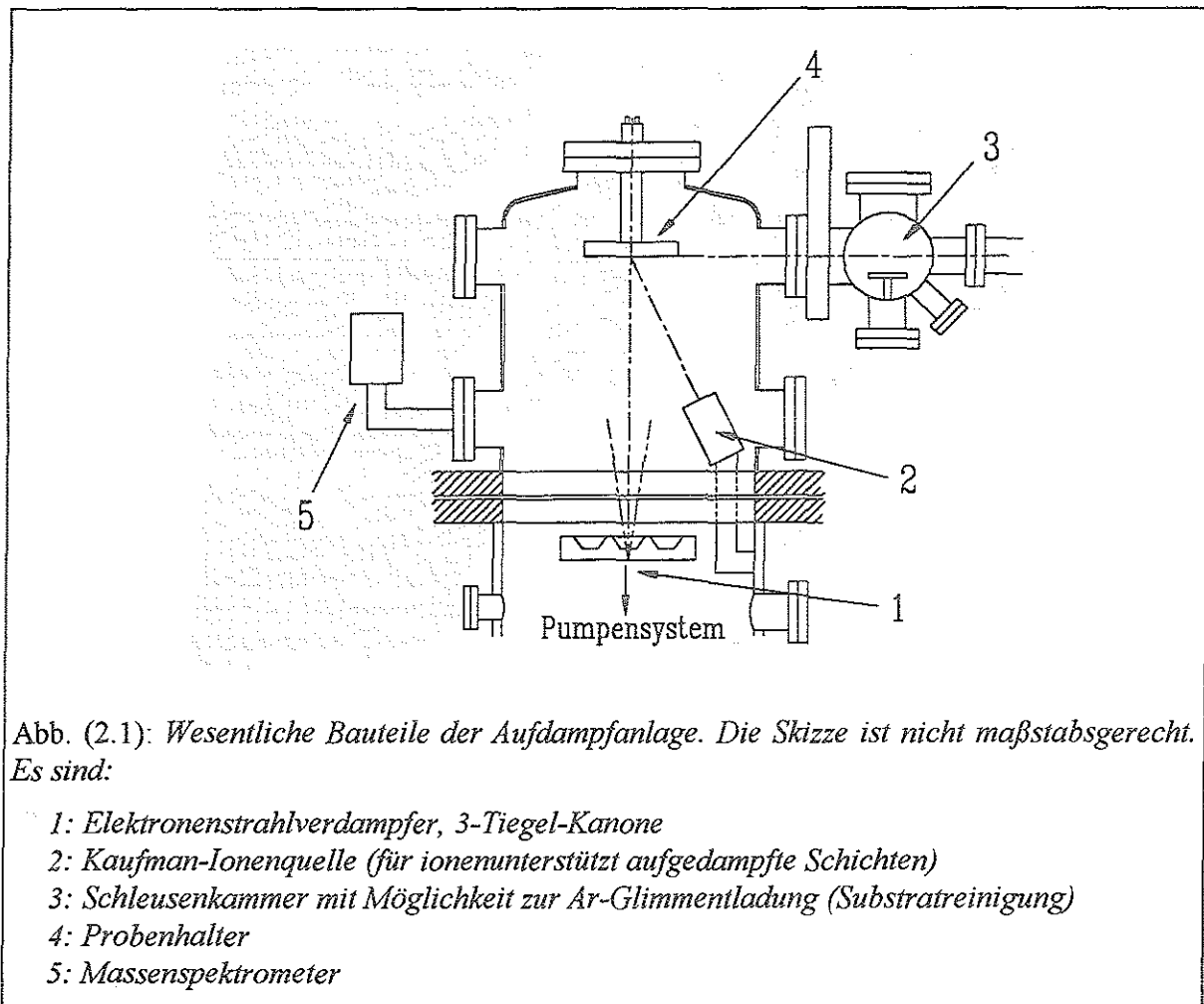
Die Haftvermittler- und die Au-Schichten wurden durch Elektronenstrahl-Verdampfung hergestellt. Dazu wurde eine neu installierte 18"-UHV-Anlage in Betrieb genommen (Skizze s. Abb. (2.1)). Als Basisdruck wurde ohne Probenhalter-Einbauten $7 \cdot 10^{-11}\ \text{mbar}$ erreicht (nach 15 h Ausheizen der gesamten Anlage bei $250\ ^\circ\text{C}$). Das Pumpensystem ist eine Kombination aus Turbomolekularpumpe mit Vorpumpe und einer Ti-Sublimationspumpe. Den Ausgangsdruck p_0 vor den einzelnen Aufdampfungen siehe in Tab. (2.1) auf S. 18. Die wichtigsten Komponenten der Aufdampfanlage und die daraus resultierenden Möglichkeiten sind:

- 3-Tiegel-Kanone → Haftvermittler und Au direkt nacheinander aufdampfbar
- Schleusenkammer → Mehrere Aufdampfungen bei einmaligem Ausheizen
- Ar-Glimmentladung in der Schleusenkammer zur Reinigung der Proben
- Massenspektrometer zur Kontrolle der Restgaszusammensetzung

Zur Au-Verdampfung wurden geeignete Tiegel- und Verdampfungsgut-Geometrien ermittelt. Als Tiegelmaterial wurden Cu, Mo und W getestet. Als am besten geeignet erwies sich W. Es wird zudem nur in einer die folgenden Experimente nicht beeinflussenden Menge in die Au-Filme eingebaut. Eine SIMS-(Sekundär-Ionen-Massen-Spektroskopie)-Analyse ergab $20\ \text{ppb}$ W in einer Au-Testschicht gegenüber $0,5\ \text{ppb}$ W im Ausgangsmaterial. Letzterer Wert war an der Auflösungsgrenze der verwendeten Anlage und kann damit um einen Faktor 2 falsch sein.

Zur Bedampfung der Wafer wurde ein Probenhalter mit folgenden Eigenschaften konstruiert und in der institutseigenen Werkstatt gebaut:

- Heizbar bis $500\ ^\circ\text{C}$
- Kühlbar mit durchströmendem Wasser oder flüssigem Stickstoff
- Elektrisch isolierend aufgehängt gegen die geerdete UHV-Anlage → optional auf ein definiertes Potential legbar (Aufdampfung mit beschleunigten Metallionen - PIBD: partially ionized beam deposition)
- Elektrische Zuleitungen zur Probe möglich → optional z.B. Messung des Widerstands der aufwachsenden Schicht oder Messung des Si-Widerstands als Maß für die Substrattemperatur
- Dabei Wafer schleusbar, d.h. obige Verbindungen werden beim Ein- bzw. Ausschleusen automatisch geschlossen bzw. geöffnet
- Komplette Montage an einem CF200-Flansch → einfache Handhabung für Wartung oder Reparaturen
- Montage in zwei unterschiedlichen Entfernungen zur Verdampfungsquelle möglich



2.1.3. Haftvermittler

Au haftet schlecht auf SiO_2 . Ferner ist Au-Diffusion durch SiO_2 möglich [18] [19]. Als Haftvermittler und Diffusionssperre werden verschiedene ein- und mehrelementige Zwischenschichten vorgeschlagen. Einige davon sind: Cr, Ni, Ti [20]; Ni, Mo [21]; $\text{Co}_{50}\text{Ta}_{50}$, $\text{Co}_{50}\text{Mo}_{50}$ [22]; Mo, $\text{Ti}_x\text{W}_{1-x}$ [23]. Aus Gründen der Einfachheit beschränkt sich diese Arbeit auf elementare Schichten aus Cr bzw. Mo. Beide Elemente wurden bei Raumtemperatur aufgedampft mit einer Dicke zwischen 5 – 50 nm. Bei beiden sind mögliche Probleme bekannt. Bei Temperungen an Luft diffundiert Cr durch Au, um an der Oberfläche Chromoxid Cr_2O_3 zu bilden [24]. Als treibende Kraft dabei gilt die Oxidbildung mit dem Luftsauerstoff [25]. Da im Rahmen dieser Arbeit Temperungen zum Abschluß des Kornwachstums direkt nach der Aufdampfung im Hochvakuum stattfinden und Temperexperimente an passivierten Leiterbahnen durchgeführt werden, sollte dies keine Rolle spielen. Abb. (2.2) zeigt aber nach der Schichtherstellung von Au auf Cr die auch in [24] beschriebenen rißartigen Oberflächenstrukturen. Es muß daher auf starke Cr-Diffusion geschlossen werden. Andererseits diffundiert auch Au durch eine Cr-Schicht [21] [26], so daß Cr nicht als gute Diffusionsperre für Au wirkt.

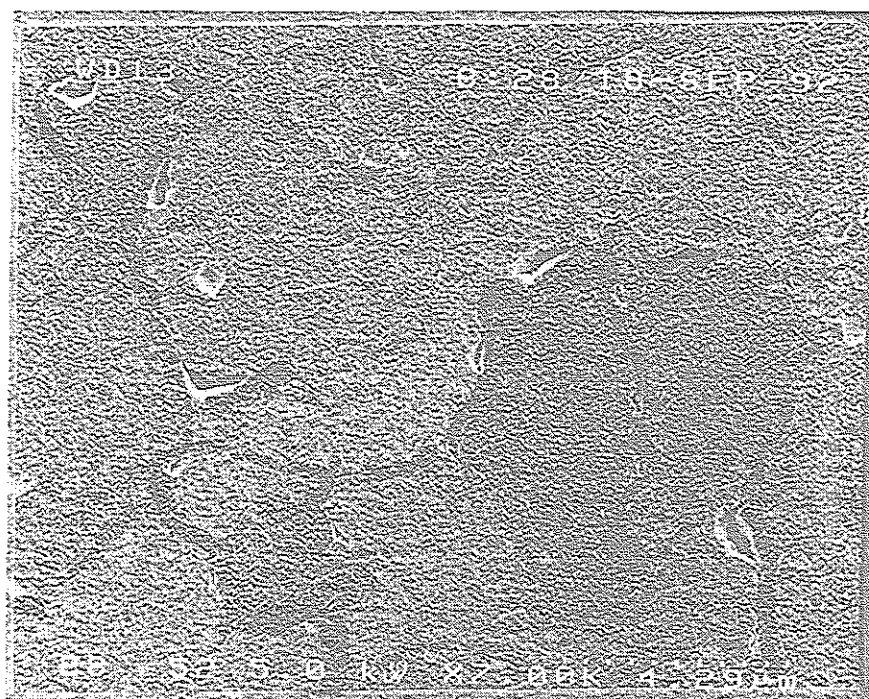


Abb. (2.2): REM-Aufnahme der Oberfläche einer auf Cr aufgedampften Au-Schicht. Sie zeigt die in [24] beschriebenen feinen Strukturen und Risse. Bei Au-Schichten auf Mo treten diese nicht auf.

Zur Wechselwirkung zwischen Au und Mo ist bekannt: Die Löslichkeit von Mo in Au liegt bei 20 °C–800 °C zwischen 0,65 at.-% – 1,1 at.-%. Diese Werte wurden aus röntgenographischen Messungen des Au-Gitterparameters an gesinterten Bulk-Proben gewonnen [27]. Dieselbe Untersuchung ergab keine Hinweise auf in Mo gelöstes Au. Au kann entlang der Korngrenzen durch Mo diffundieren [23] [28]. Dies kann durch Verunreinigungen der Korngrenzen unterdrückt werden. In [29] [30] ist dies am Beispiel von Sauerstoff an Mo-Korngrenzen gezeigt.

Unsere Tests ergaben, daß Au-Filme auf Mo nicht die mit Cr beobachteten Oberflächeneffekte zeigen. Die Haftung auf Mo war gut. REM- und TEM-Aufnahmen zeigten eine intakte Mo-Schicht (Abbn. (2.9) und (2.14)). Alle verwendeten Au-Filme wurden daher auf 50 nm Mo aufgedampft.

Qualitative Tests der Haftung waren:

- Kratztest mit einem scharfen Metallgegenstand auf der Au-Schicht. Schlecht haftende Filme (z.B. ohne Haftvermittler) lassen sich dabei leicht wegschieben oder gar als "Blattgold" abziehen.
- Der aus der Literatur bekannte "Scotch-Tape-Test", wobei der "tesa®-Film" der Fa. Beiersdorf besser haftete als das originale "Scotch-Tape" und daher zu den Tests verwendet wurde.

Es wurden nur Filme zur Strukturierung zugelassen, die bei den Haftungstests keinerlei Ablösungen zeigten.

2.1.4. Au-Filme

Au-Filme von $1,2\ \mu\text{m}$ Solldicke wurden auf zwei verschiedene Arten abgeschieden:

1. Gesamtes Au bei $500\ ^\circ\text{C}$ ohne anschließende Temperung. Während aller späteren Probenbehandlungen wird keine höhere Temperatur mehr als die Aufdampftemperatur erreicht. Damit ist sichergestellt, daß mit dem Aufdampfen das Kornwachstum abgeschlossen ist. Mit auf diese Art hergestellten Schichten wurden erste Lithographie-Versuche unternommen. Dabei auftretende Schwierigkeiten wurden auf eine eventuell zu große Oberflächenrauigkeit zurückgeführt. Deshalb wurde die 2. Methode getestet.
2. $0,1\ \mu\text{m}$ Au bei Raumtemperatur, die restliche Dicke bei $300\ ^\circ\text{C}$ bzw. $500\ ^\circ\text{C}$. Die bei $300\ ^\circ\text{C}$ aufgedampften Filme wurden sofort anschließend in der Aufdampfanlage, d. h. im Hochvakuum ($p < 1 \cdot 10^{-5}\ \text{Pa}$) bei $500\ ^\circ\text{C}$ mindestens $2\ \text{h}$ getempert. Die Aufdampfung bei Raumtemperatur soll eine homogenere Nukleation bewirken (mehr und kleinere Keime durch verringerte Oberflächenmigration im Vergleich zu höheren Aufdampftemperaturen). Die Aufdampfung bei hoher Temperatur und die Temperung schließen das Kornwachstum ab.

REM-Aufnahmen der Probenoberfläche zeigen keinen Unterschied in der Kornstruktur der auf diese beiden Arten hergestellten Filme. Eine typische Aufnahme zeigt Abb. (2.3). Die mittlere Korngröße ergibt sich zu ca. $2,0\ \mu\text{m}$, liegt also geringfügig über der Schichtdicke.

Die Schichtdicke wurde mit einem Profilometer (Dektak 3030) kontrolliert. Die Solldicke wurde auf $\pm 10\%$ eingehalten.

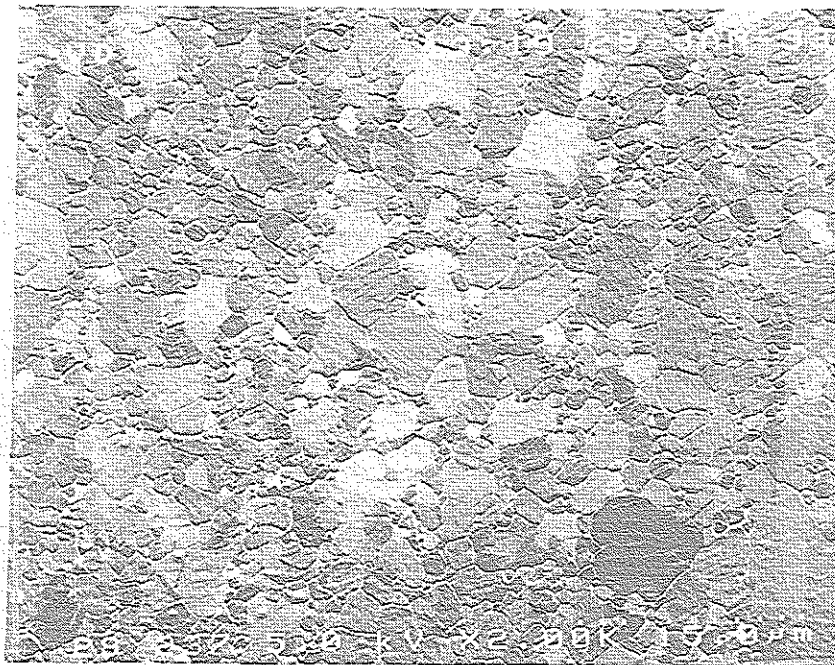


Abb. (2.3): REM-Aufnahme der Kornstruktur der Probe 5. Die mittlere Korngröße liegt in der Größenordnung der Schichtdicke.

2.1.5. Ionenunterstützt aufgedampfte Schichten

Zur Untersuchung des Einflusses vorgegebener Ausscheidungen im Au-Film wurden einige Proben unter Kr^+ -Ionenbeschuß aufgedampft (IBAD: ion-beam assisted deposition). Mit diesen Proben wurden ausschließlich SAXS-Experimente durchgeführt.

Zu ihrer Herstellung wurde Au bei Raumtemperatur aufgedampft (auf 50 nm Mo). Ab ca. 20-50 nm Au-Schichtdicke wurden Kr^+ -Ionen aus einer Kaufman-Quelle [31] [32] auf die wachsende Schicht geschossen. Ihre Beschleunigungsspannung lag bei $U_B = 200\text{--}1000\text{ V}$. Die verwendeten Ionenflüsse waren maximal $0,2\text{ A}\cdot\text{m}^{-2}$ am Probenort (Meßprinzip s. in [33]). Mit der Au-Aufdampftrate von $1\text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ ergibt sich eine relative Auftreffrate

$\frac{\text{Zahl der Kr-Ionen}}{\text{Zahl der Au-Atome}} = \frac{n_{\text{Kr}^+}}{n_{\text{Au}}} \approx 2,1\%$. Bei $U_B = 1000\text{ V}$ ist die normierte Energie damit

$E_n = 21 \frac{\text{eV}}{\text{Au-Atom}}$. E_n gibt die durch den Ionenbeschuß pro Au-Atom eingetragene Energie an.

Drei Tage nach der Herstellung wurden die Schichten im Vakuum von $2\cdot 10^{-4}\text{ Pa}$ ca. 2 h bei 500°C getempert. Die Oberflächenmorphologie zeigt Abb. (2.4). Sie ist rauher mit wesentlich kleineren Körnern als die der ohne Ionenunterstützung aufgedampften Filme. Die mittlere Korngröße beträgt ca. 100 nm. Bei einigen der IBAD-Filme war die Haftung schlecht. Eine Erklärung dafür wäre zu frühes Einsetzen des Ionenstroms und damit ein Absputtern des Haftvermittlers. Zünden des Plasmas und Einregeln der Beschleunigungsspannung dauern ca. 30 s, können also nicht zu einem genau definierten Zeitpunkt erfolgen.

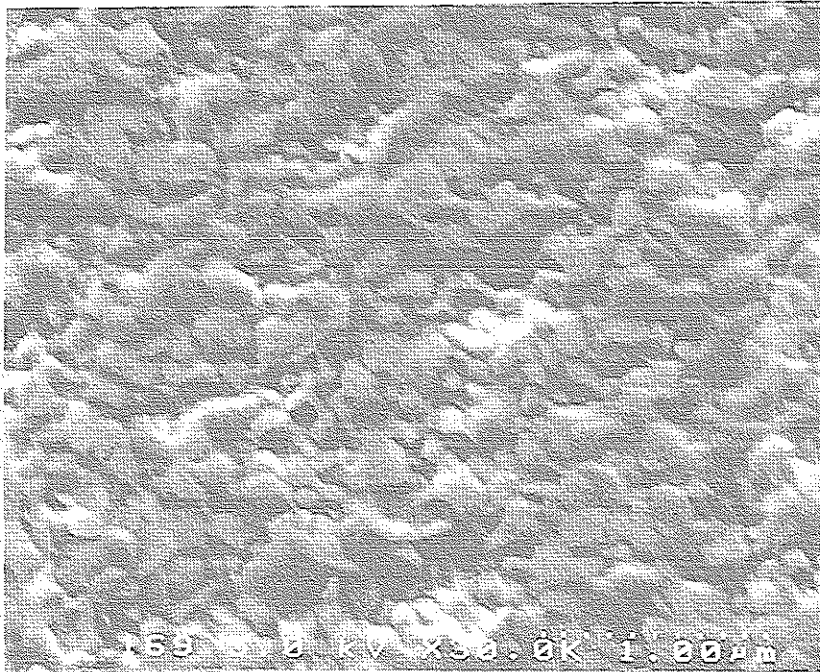


Abb. (2.4): Probe 2, 1000 eV Kr-IBAD. REM-Aufnahme der Oberfläche.

2.2. Strukturierung

Die Strukturierung war ein sehr kritischer Prozeß bei der Probenpräparation. Deshalb wurden Vorversuche sowohl im Haus als auch bei zwei Instituten der Fraunhofer-Gesellschaft durchgeführt. Diese waren das Fraunhofer-Institut für Siliziumtechnologie (kurz FhG-ISiT; früheres Fraunhofer-Institut für Mikrostrukturtechnik IMT), Berlin, und das Fraunhofer-Institut für Mikroelektronische Schaltungen und Systeme (FhG-IMS), Dresden. In diesem Kapitel werden die Probengeometrie und alle wesentlichen Arbeitsschritte beschrieben. Es wurden UV- und Elektronenstrahl-Lithographie getestet. Als Ergebnis stellte sich die Strukturierung im FhG-ISiT als am zuverlässigsten heraus.

2.2.1. Probengeometrie

Für die Röntgenmessungen wurde ein 1 cm^2 großes Feld möglichst dicht mit identischen Leiterbahnen belegt (s. Abb. (2.6)). Auf einem Wafer befanden sich drei solcher Felder mit den Leiterbahnbreiten 1, 2 und $6\text{ }\mu\text{m}$. Ferner waren auf einem Wafer drei 1 cm^2 -Felder mit einer Reihe von $2000\text{ }\mu\text{m}$ langen Leiterbahnen zwischen $4 \times 10\text{ mm}^2$ großen elektrischen Anschlußfeldern. Die Leiterbahnen hatten dabei die gleichen Breiten wie in den matrixförmigen Arrays. Sie waren für eventuelle Untersuchungen unter Stromfluß vorgesehen. Zwischen und um diese sechs Felder blieben unstrukturierte Flächen als Referenz für Röntgenexperimente und zur Bestimmung des Edelgasanteils bei den IBAD-Filmen. Das Gesamt-Layout zeigt Abb. (2.5), die zwei verschiedenen Arten von Feldern mit Leiterbahnen daraus Abb. (2.6).

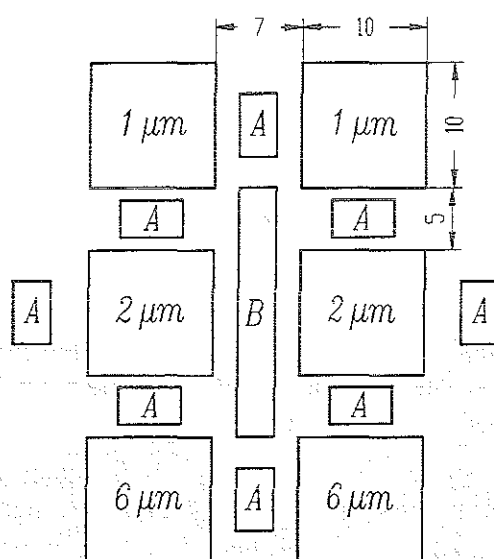


Abb. (2.5): Strukturen auf einem 4"-Wafer. Alle Maße in mm. Die linke Reihe enthält die Leiterbahn-Arrays für die Röntgenmessungen, die rechte Leiterbahnen zwischen elektrischen Anschlüssen (Details s. Abb. (2.6)), jeweils mit den angegebenen Breiten. "A" und "B" sind unstrukturierte Felder (als Vollfilm-Referenz und für Ausgasungen).

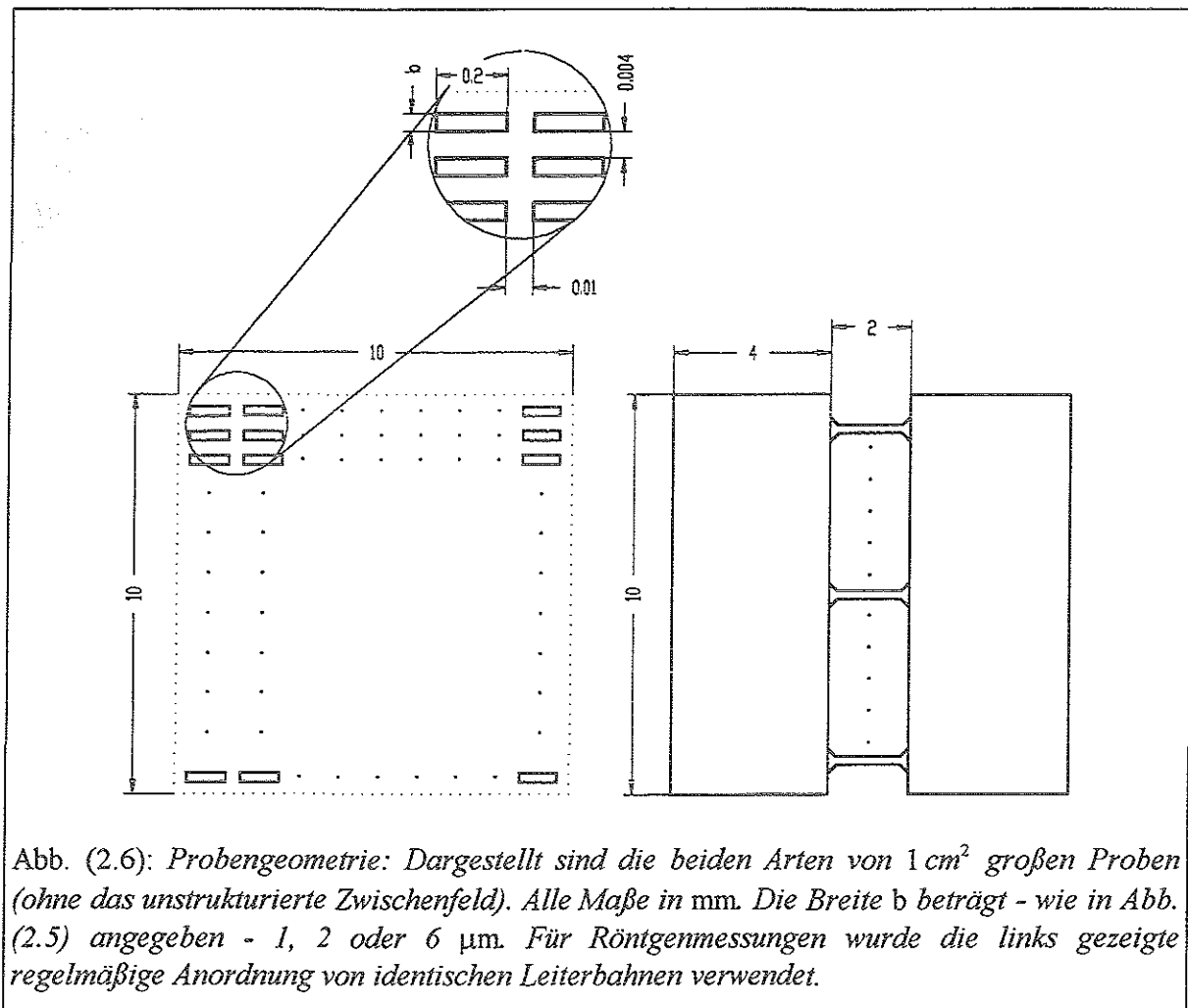


Abb. (2.6): Probengeometrie: Dargestellt sind die beiden Arten von 1 cm² großen Proben (ohne das unstrukturierte Zwischenfeld). Alle Maße in mm. Die Breite b beträgt - wie in Abb. (2.5) angegeben - 1, 2 oder 6 μm . Für Röntgenmessungen wurde die links gezeigte regelmäßige Anordnung von identischen Leiterbahnen verwendet.

2.2.2. Lithographie

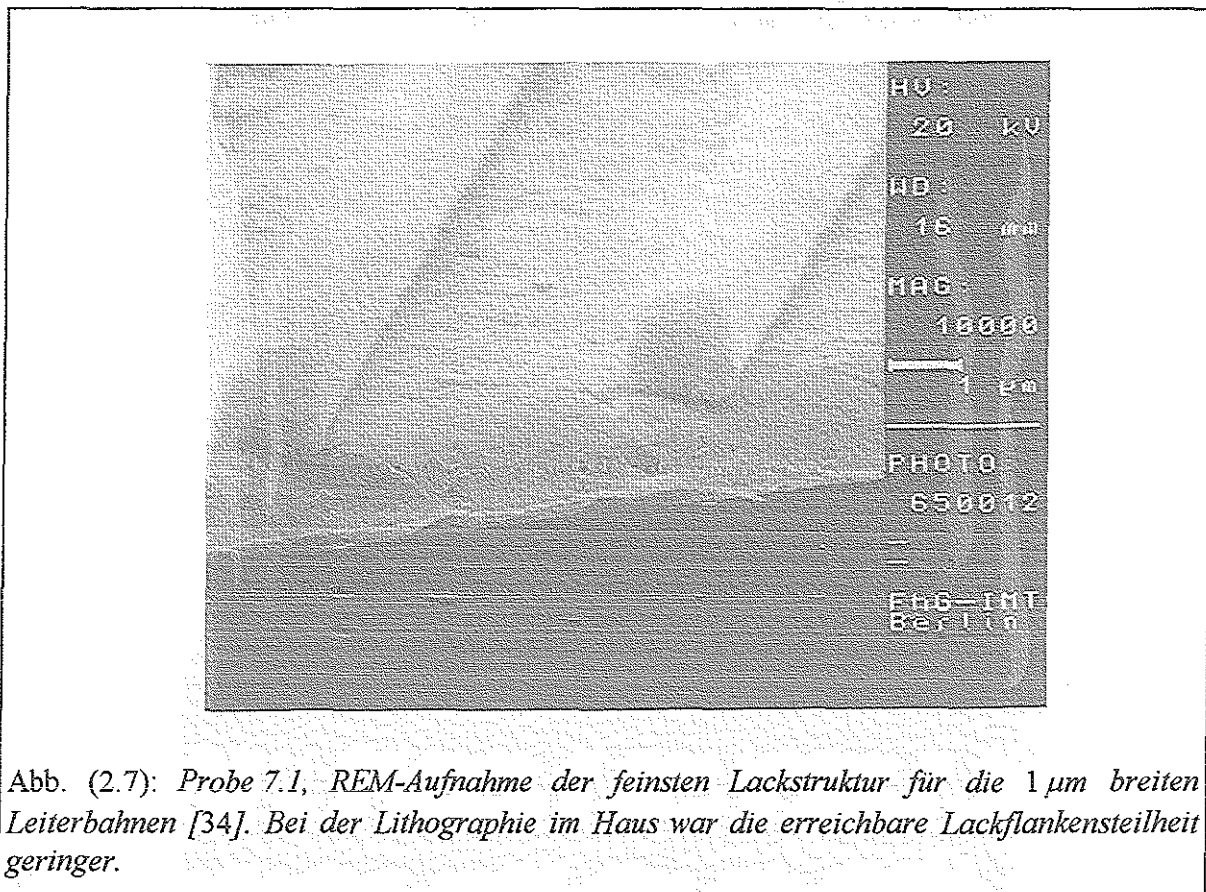
Die Strukturierung der Au-Filme wurde im Haus mit optischer Lithographie durchgeführt. Sie umfaßte folgende Arbeitsschritte:

- Aufbringen des Fotolacks. Verwendet wurde der Lack AZ 1512 der Hoechst AG, ein Positiv-Resist (d.h. an den belichteten Stellen wird er beim Entwickeln abgelöst). Bestimmt wurden die geeignete Schleuderdrehzahl für minimale Lackdicke und optimale "bake"-Zeiten für die nachfolgende Belichtung und Entwicklung.
- UV-Kontaktbelichtung. Verwendet wurde ein UV-Belichter der Fa. Karl Süss KG. Die Maske dazu mit den Strukturen nach Abb. (2.5) wurde nach AUTOCAD-Zeichnungen zunächst im Haus hergestellt, später bei der Fa. Rose. Es ist eine Cr-Maske (LRC: low reflective chromium) auf Standard-KK-Glas mit positiven Strukturen. Nach der Wahl des Lacks (s.o.) erfolgt die Belichtung dort, wo das Au weggeätzt werden soll. Beim Belichter mußte der geeignete Betriebsmodus und die Belichtungszeit ermittelt werden, ferner die Dauer des "post-exposure-bakes".
- Die Entwicklung des belichteten Lacks erfolgte im Entwickler AZ 400 K der Hoechst AG. Die Entwickler-Verdünnung und die Entwicklungszeit wurden bestimmt. Nach dem Entwickeln folgt ein "bake" zum Härten des Lacks für das folgende Ionenstrahlätzen.

- Ar^+ -Ionenstrahl-Ätzen. Es erfolgte in einer Anlage der Fa. Oxford. Bei einem Ar^+ -Ionenstrom von $0,5 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ und einer Beschleunigungsspannung von 500 V betrugen die Ätzzraten $50 \text{ nm} \cdot \text{Min}^{-1}$ für Au und $15 \text{ nm} \cdot \text{Min}^{-1}$ für den Lack. Zwischen den Leiterbahnen erfolgte zur sicheren Trennung der einzelnen Bahnen stets eine Überätzung ins SiO_2 .

Bereits bei der Lackstrukturierung konnten keine konstanten, reproduzierbaren Ergebnisse erzielt werden. Die vorhandenen Einrichtungen waren nicht auf die Herstellung der schmalen und dabei relativ dicken Leiterbahnen ausgelegt (Beispiele sind: Zu kleine Strukturen der ersten Maske ($0,8 \mu\text{m}$ Ist-Breite statt $1,0 \mu\text{m}$ Soll-Breite bei den schmalsten Bahnen), Alterung des Belichters, Reinraumklimatisierung, Konstanz der Entwicklungsmischung und seiner Temperatur, unzuverlässig arbeitende Ionen-Ätzanlage).

Proben mit konstanten Eigenschaften wurden vom FhG-ISiT geliefert. Die prinzipiellen Arbeitsschritte waren dort die gleichen wie bei den eigenen Versuchen [34]. Die dort erreichbaren Lackstrukturen zeigt Abb. (2.7), typische Leiterbahnen zeigen die Abb. (2.8) und (2.9).



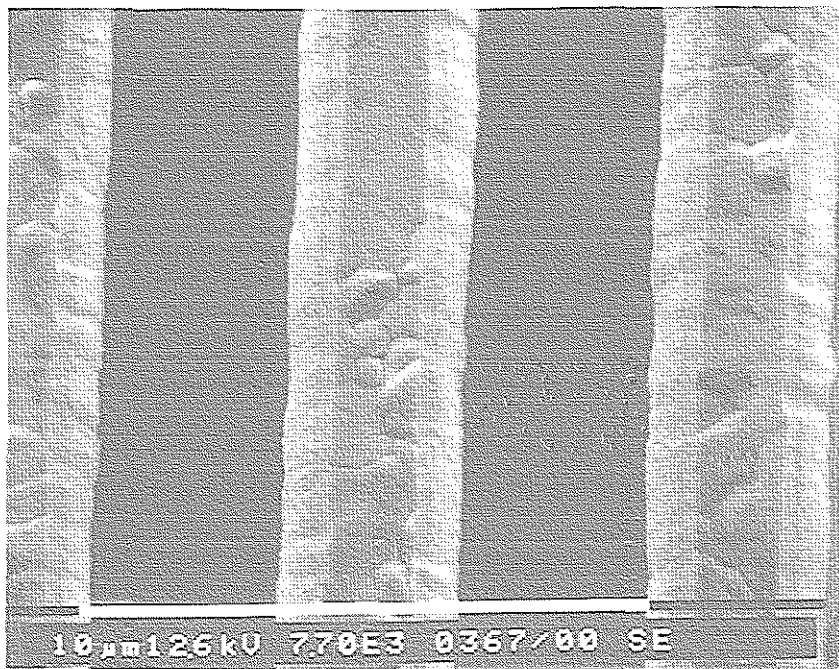


Abb. (2.8): Probe 4.2, REM-Aufnahme der 2 µm breiten Leiterbahnen. Die Oberflächenmorphologie aller Proben war ähnlich der abgebildeten.

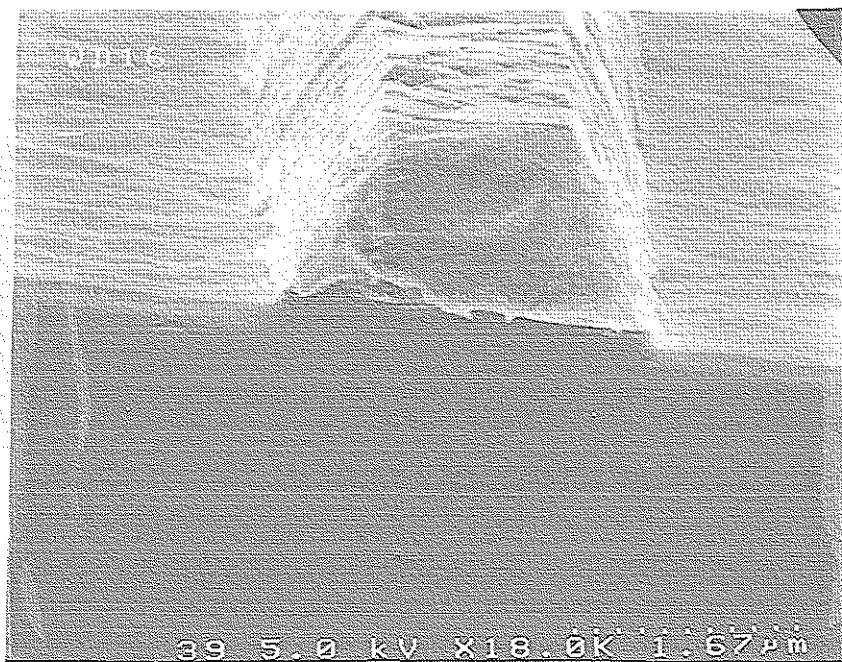


Abb. (2.9): Probe 4.2, REM-Aufnahme der Bruchkante einer 2 µm breiten Leiterbahn. Man erkennt die Überätzung bis ins SiO_2 und - am besten rechts an der Leiterbahn - die Mo-Zwischenschicht.

Die Abbildungen zeigen, daß die Leiterbahnen keinen rechteckigen Querschnitt haben, sondern einen trapezförmigen. Dieser resultiert aus seitlich schnellerem Absputtern der Lackstege, die keinen exakt rechteckigen Querschnitt haben, und aus Redepositionseffekten in den Gräben. Nach REM- und TEM-Aufnahmen betrugen die Abmessungen:

Sollbreite / μm	Breite an LB-Basis / μm	Breite oben / μm
1	1,7–2,6	0,4–0,8
2	2,3–3,3	0,7–1,8
6	6,7–7,7	4,8–5,8

(angegeben sind die Extremwerte, zwischen denen die Breiten bei alle Proben lagen)

Um eventuell rechteckigere Leiterbahn-Querschnitte zu erzielen, wurde die Strukturierung auch mit Elektronenstrahl-Lithographie versucht. Der Lack wird dabei mit einem Elektronenstrahl rasterförmig direkt belichtet, eine Maske wird nicht benötigt. Prinzipiell sind feinere Strukturen als mit UV-Belichtung möglich. Die Elektronenstrahl-Belichtung wurde im FhG-IMS durchgeführt, das Ionenstrahlätzen wieder im FhG-ISiT. Es ergaben sich mit dieser Methode jedoch auch trapezförmige Leiterbahnquerschnitte mit gleichen Abmessungen wie bei UV-Lithographie. Der entscheidende Schritt für die Au-Struktur ist also die Übertragung der Lackstruktur in das Au mittels Ionenstrahlätzens und nicht die Lackstrukturierung.

2.3. Passivierung

Die Passivierung erfolgte mit einem PECVD- (plasma enhanced chemical vapour deposition) Verfahren. Es gab Versuche mit SiO_2 als Passivationsmaterial. Dazu wurde als Haftvermittler auf den strukturierten Au-Filmen eine 5–10 nm dicke Mo-Schicht aufgebracht. Das SiO_2 haftete schlecht. Als weiteres Passivationsmaterial stand Si_3N_4 zur Verfügung. Es soll auf Au auch ohne Haftvermittler gut haften. Ferner hat es bei der mechanischen Spannungsmessung nach der Wafer-Biegemethode Vorteile gegenüber SiO_2 , da es sich nahezu vollkommen elastisch verhält [35]. Um die verschiedenen Meßmethoden möglichst vergleichbar zu gestalten, wurden alle verwendeten Proben mit Si_3N_4 passiviert.

Die Passivierung erfolgte in einer kommerziellen Anlage "PLASMALAB μP " der Plasma Technology GmbH (Oxford Instruments Group plc) am Institut für Schicht- und Ionentechnik (ISI) der Forschungszentrum Jülich GmbH. Die Proben lagen auf einem heizbaren Teller, der eine Temperatur von 400 °C hatte. Als Reaktionsgase wurden Silan (SiH_4) und Ammoniak (NH_3) verwendet. Das Silan lag in Stickstoff als Trägergas vor, mit einem Silananteil von 5%. Daher ergab sich die Passivation nicht genau im stöchiometrischen Verhältnis Si_3N_4 , sondern mit einem geringen Stickstoff-Überschuß (aus Messungen des Brechungsindex [36]). Der Gasdruck in der Prozeßkammer betrug 1 mbar. Die Gase wurden mit Raumtemperatur in die Reaktionskammer geleitet, kühlen also die Probe ab. Welche Temperatur an der zu passivierenden Probenoberfläche herrscht, konnte nicht gemessen werden. Aus versuchten Passivierungen, bei denen die Probe auf einem 1 mm dicken Edelstahlhalter lag (also mit schlechterer thermischer Ankopplung an die Heizplatte), und wobei keine Si_3N_4 -Abscheidung mehr statt-

fund, muß auf eine erhebliche Kühlung durch den Gasstrom geschlossen werden. Nach Herstellerangaben sollte die Si_3N_4 -Abscheidung ab 200°C möglich sein. Die eingestrahlte Leistung betrug 20 W bei $13,56\text{ MHz}$. Ca. 100 V Gleichspannung stellten sich ein. Die Solldicke der Passivation lag bei $0,5\text{ }\mu\text{m}$, der tatsächliche Wert nach REM- und TEM-Aufnahmen bei ca. $0,4\text{ }\mu\text{m}$. In Abb. (2.10) ist ein Leiterbahnfeld in schräger Ansicht gezeigt. Man erkennt sowohl eine Bruchkante als auch die Oberflächenstruktur der Passivation. Eine REM-Aufnahme bei höherer Beschleunigungsspannung (30 kV) zeigt Abb. (2.11). Man sieht durch die Passivation die Au-Korngrenzen. Der Vergleich mit der gleichen Stelle vor der Passivierung (Abb. (2.12)) zeigt wie erwartet, daß keine Veränderungen der Kornstruktur während der Passivierung stattfinden.

Bei den RSE-Experimenten stellte sich heraus, daß zwei Arten von Proben existieren. Es gibt Proben mit anfänglich guter Haftung der Passivation (im folgenden kurz Typ "A" genannt) und solche mit von Anfang an schlecht haftender Passivation (Typ "B"). Bei beiden Probentypen zeigten aber alle durchgeführten REM-Kontrolluntersuchungen (z. B. zwischen den einzelnen Arbeitsschritten beim Abdünnen der Proben für SAXS) stets völlig rißfreie, geschlossene Passivationen. In diesem einwandfreien Zustand waren sie auch noch nach ca. einem Jahr, als sie bei zwei Proben vor ihrer Entfernung abschließend kontrolliert wurden. Trotz Ablösungserscheinungen erfüllten die Passivationen also immer zuverlässig ihren Zweck der Isolierung.

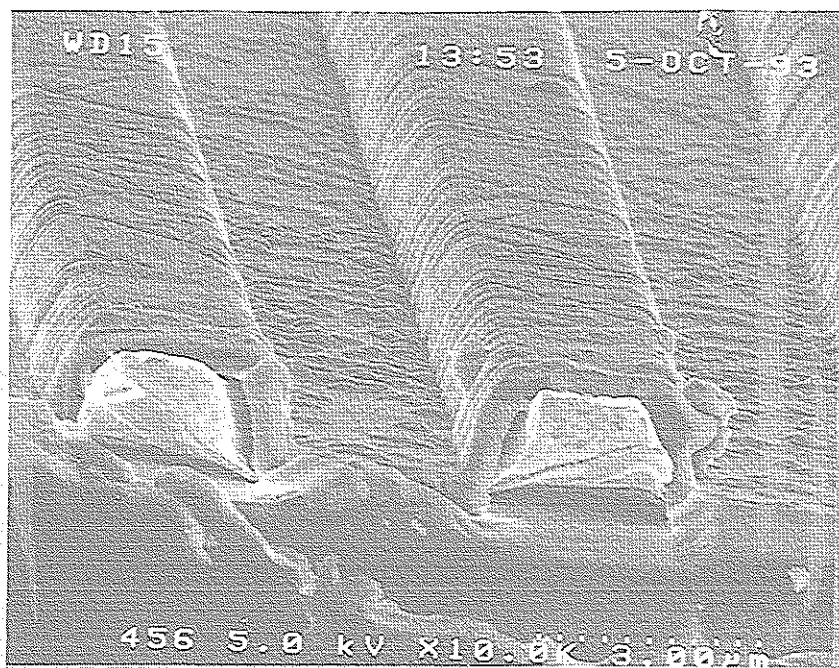


Abb. (2.10): REM-Aufnahme der Bruchkante einer Testprobe mit $2\text{ }\mu\text{m}$ breiten Leiterbahnen, die mit SiO_2 passiviert waren. Die Gräben zwischen den Leiterbahnen wurden generell nicht aufgefüllt. Si_3N_4 -Passivationen hatten die gleiche Dicke und Geometrie.

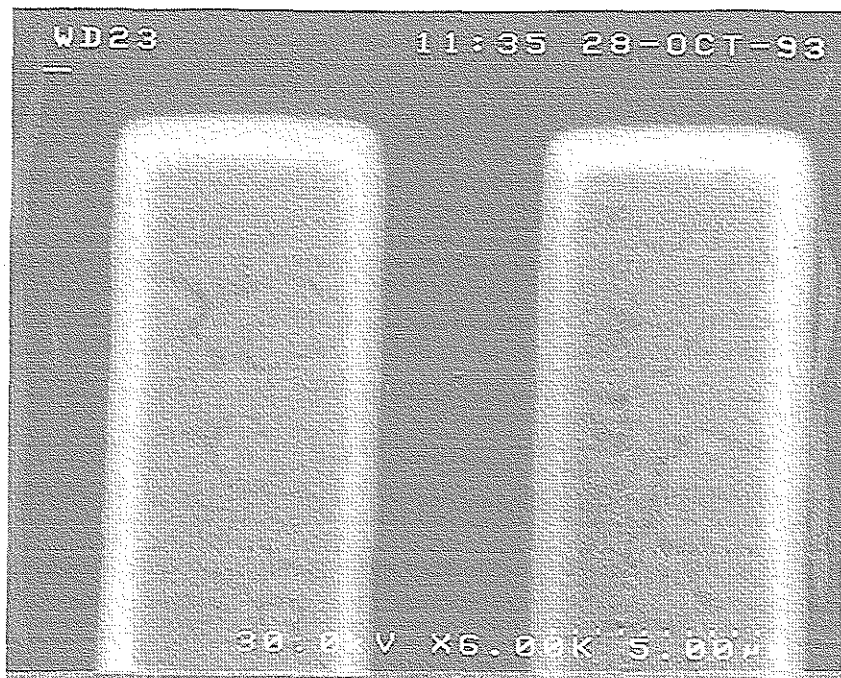


Abb. (2.11): REM-Aufnahme der mit Si_3N_4 passivierten $6\text{ }\mu\text{m}$ breiten Leiterbahnen einer Testprobe. Die hohe Beschleunigungsspannung von 30 kV erlaubt den Blick durch die Passivation. Zum Vergleich derselben Stelle vor der Passivierung s. Abb. (2.12).

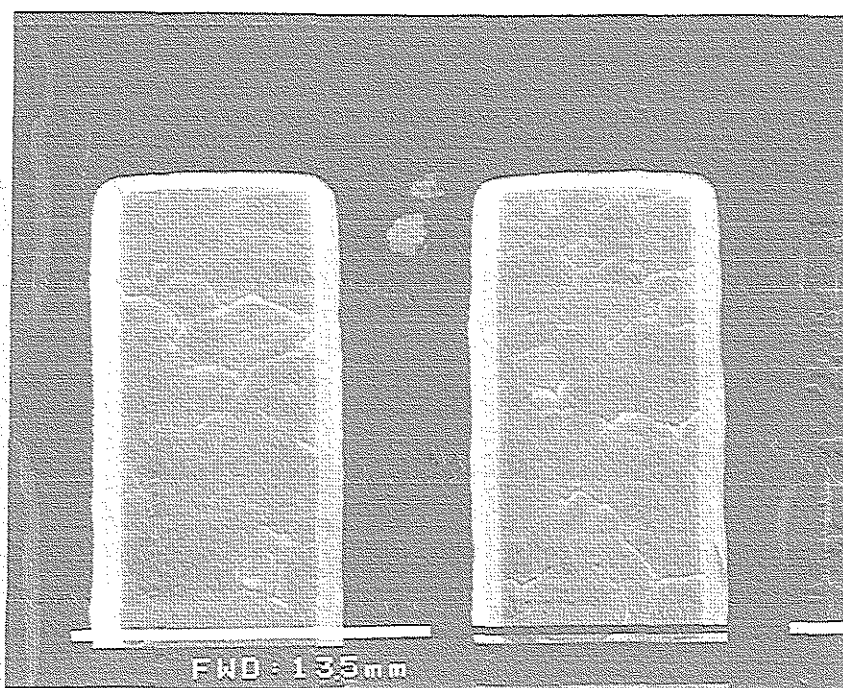


Abb. (2.12): REM-Aufnahme der Probenstelle von Abb. (2.11) vor ihrer Passivierung. Die Vergrößerung beträgt $4780\times$, die Länge des eingblendeten weißen Balkens $10\text{ }\mu\text{m}$.

2.4. Zusammenfassung der Herstellungsparameter

Im folgenden sind die Herstellungsparameter der verwendeten Proben zusammengefaßt:

Proben- bezeichnung	$p_0 / 10^{-7} \text{ Pa}$	Au- Aufdampfung	Temperung nach Aufdampfung	Passivation	Verwendung
1 Vollfilm	2	0,1 μm bei RT; 1,1 μm bei 300°C	500°C, 2 h	—	Texturbestimmung; Widerstands- messung; TEM
2 Vollfilm	6	1,0 μm bei RT; 1000 V Kr-IBAD	500°C, 2 h	—	SAXS
3.2	90	0,1 μm bei RT; 1,1 μm bei 500°C	—	Si ₃ N ₄ ohne Mo	RSE (vor und nach Passivierung)
3.6	—	—	—	SiO ₂ ohne Mo	Textur- bestimmung;
4.1	70	—	—	Si ₃ N ₄ ohne Mo	SAXS (vor und nach Passivierung); danach RSE
4.2	—	—	—	Si ₃ N ₄ auf 10 nm Mo	SAXS (vor und nach Passivierung);
4.6	—	—	—	Si ₃ N ₄ ohne Mo	RSE (vor und nach Passivierung), TEM
5 Vollfilm	3	0,1 μm bei RT; 1,1 μm bei 300°C	500°C, 2 h	—	RSE
5.1 5.2 5.6	—	—	500°C, 2 h	Si ₃ N ₄ ohne Mo	RSE (nach Passivierung), TEM (5.2)
6, Vollfilm	2	—	500°C, 2 h	—	SAXS
6.1 6.2 6.6	—	—	500°C, 2 h	Si ₃ N ₄ ohne Mo	SAXS; danach RSE (6.2)
7.1 a)	2	—	500°C, 2 h	Si ₃ N ₄ ohne Mo	RSE
7.1 b)	2	—	500°C, 2 h	Si ₃ N ₄ mit Mo	RSE

Tab. (2.1): Herstellungsparameter der verwendeten Proben. Zur Bezeichnung: Die erste Stelle gibt eine laufende Nummer der Aufdampfung, eine eventuell vorhandene zweite Stelle kennzeichnet die Breite der Leiterbahnen in μm . p_0 ist der Ausgangsdruck in der Aufdampfanlage vor Verdampfen des Mo.

Bei allen verwendeten Proben dienten 50 nm Mo als Haftvermittler. Die Aufdampftrate betrug $0,5 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ beim Mo und $1,0 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ beim Au.

Die Dicke der SiO_2 -Schicht des Wafers war bei den Proben mit der Nr.

- 1, 2, 3, 4: $0,5 \mu\text{m}$
- 5, 6, 7: $2,0 \mu\text{m}$

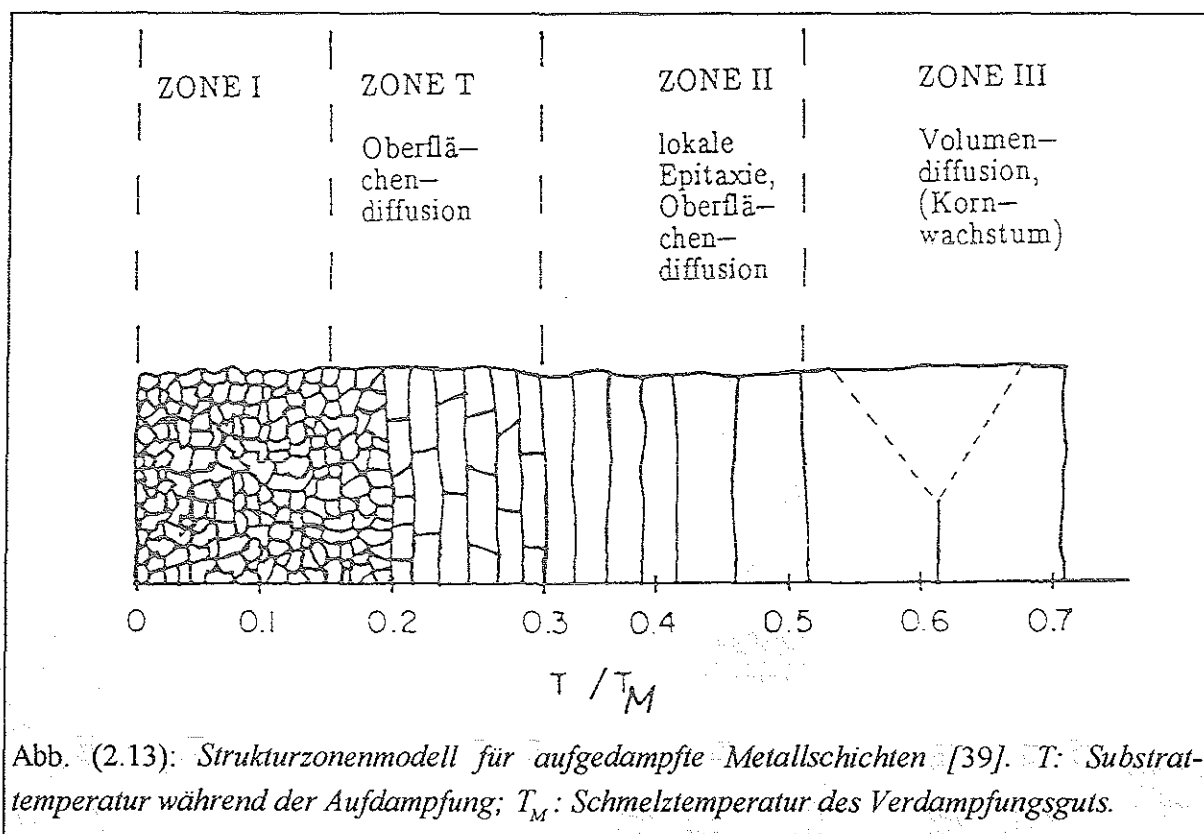
Die Belichtung beim Lithographie-Prozeß erfolgte bei der Probe mit der Nr.

- 3, 4, 5, 7: Optisch
- 6: Mit Hilfe eines Elektronenstrahls

2.5. Probencharakterisierung

2.5.1. Korngröße

Die mittlere laterale Korngröße, wie sie an der Schichtoberfläche aus REM-Bildern bestimmt werden kann, liegt bei ca. $2,0 \mu\text{m}$ (s. Abb. (2.3)). TEM-Untersuchungen zeigen, daß die meisten Körner durch die gesamte Schichtdicke gehen. Dies deckt sich mit Aussagen der Strukturzonenmodelle (z. B. [37] [38]; Abb. (2.13)), die bei gegebenem Verhältnis zwischen Substrattemperatur T_s während der Aufdampfung und Schmelztemperatur T_M des Kondensats Aussagen über die Kornstruktur machen. Bei den Proben dieser Arbeit befindet man sich bei $T_s/T_M \approx 0,6$, also zu Anfang der Zone 3. Dabei sind äquiaxiale Körner mit einer Ausdehnung von ungefähr der Filmdicke zu erwarten.



2.5.2. Textur

Die Textur wurde bei den ersten Au-Testaufdampfungen und bei Probe 1 jeweils unpassiviert bestimmt. Bei Probe 3.6 wurde die Textur im passivierten Zustand bestimmt. Stets ergab sich eine ausgeprägte <111>-Textur, wie sie für fcc-Metalle typisch ist [40]. Die Messungen erfolgten röntgenographisch in der KFA bzw. bei der Siemens AG (Probe 3.6).

2.5.3. Edelgasgehalt

Durch Ausgasungsexperimente wurde der Kr-Gehalt in den IBAD-Schichten bestimmt. Das prinzipielle Vorgehen dabei ist folgendermaßen [41]: Die Entgasungsanlage ist eine UHV-Apparatur, die durch eine Turbomolekular- und eine Ti-Sublimationspumpe evakuiert wird. Kleine Probenstücke (ca. $3 \times 3 \text{ mm}^2$ Fläche) werden darin auf 1600°C aufgeheizt. Ab Beginn des Aufheizens ist die Turbomolekularpumpe von der Apparatur abgeschottet, damit das zu bestimmende Kr nicht mit abgepumpt wird. Die Ti-Sublimationspumpe pumpt nur "aktive" Gase, wie z. B. Sauerstoff, nicht Edelgase. Nach Ende des Aufheizens wird der Partialdruck der einzelnen Bestandteile mit einem Massenspektrometer bestimmt. Dieser wird mit Hilfe einer geeichten Ionisationsmeßröhre kalibriert. Die Kr-Menge wird aus dem gemessenen Druck und dem bekannten Anlagenvolumen bestimmt, die Au-Menge aus dem ursprünglichen Probenvolumen. Unsicherheiten resultieren u. a. aus der Kalibrierung des Massenspektrometers, der Volumenbestimmung der UHV-Anlage und aus der Bestimmung der Au-Menge. Zusammen beträgt der Fehler der Kr-Konzentration ca. 40 %.

Eingebaut wurden maximal 0,4 at% Kr bei 1000 V Beschleunigungsspannung ($E_n = 21 \frac{\text{eV}}{\text{Au-Atom}}$) und 0,1 at% bei 500 V. Diese Werte wurden im Bereich höchster Ionenstromdichte in der Wafermitte erreicht; zum Rand hin nehmen sie bis auf unter die Hälfte ab. Am Ort der Leiterbahnstrukturen wird daher bei folgenden Abschätzungen mit dem halben Maximalwert gerechnet.

2.5.4. Widerstand, Restwiderstand

Bei Probe 1 wurde der Schichtwiderstand $R(T)$ bei $T = 293\text{K}$ und bei $T = 4,2\text{K}$ bestimmt. Verwendet wurde eine 4-Punkt-Messung mit rechteckigen Proben von $19 \times 7 \text{ mm}^2$ Fläche. Es ergab sich aus Spannung U und Strom I nach $R = U/I$:

$$R(293\text{K}) = 2,72 \cdot 10^{-2} \Omega$$

$$R(4,2\text{K}) = 5,81 \cdot 10^{-4} \Omega$$

Das Restwiderstandsverhältnis (RWV) ist damit:

$$\frac{R(293\text{K})}{R(4,2\text{K})} = 46,8$$

Nach [42] ist der spezifische Widerstand bei Raumtemperatur von Au kommerzieller Reinheit $\rho_{\text{Lit}}(293\text{K}) = 2,2 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ und RWVe liegen zwischen 100–300. Das gemessene RWV ist damit vergleichsweise normal für Aufdampfschichten.

Aus $\rho_{Li}(293K)$ und dem gemessenen RWV ergibt sich $\rho(4,2K) = 0,047 \mu\Omega \cdot cm$. Unter der Annahme, daß diese Widerstandserhöhung durch eindiffundiertes Mo verursacht wird, ergibt sich mit $\frac{\Delta\rho}{c} = 4,0 \frac{\mu\Omega \cdot cm}{at\%}$ ([42]; c : Mo-Konzentration im Au) der Mo-Anteil in der Au-Schicht zu $c \approx 0,01 at\%$. Vom insgesamt vorhandenen Mo des aufgedampften Schichtsystems ($d_{Au} \approx 1200 nm$ bzw. $d_{Mo} \approx 50 nm$) ist dies ein Anteil von ca. $2 \cdot 10^{-3}$. Das Fehlen dieser Menge läßt sich mit REM-Untersuchungen wie in Abb. (2.10) nicht feststellen. Es gibt keine weiteren Anhaltspunkte für Mo im Au: Die Gitterparameterbestimmung beim Au-Vollfilm ergab den Literaturwert und TEM-Untersuchungen zeigten keinerlei Ausscheidungen im Au.

2.5.5. TEM

TEM (Transmissions-Elektronen-Mikroskopie; Grundlagen z. B. in [43] [44]) wurde an Querschnitten der Proben 1 (unpassivierter Vollfilm), 4.6 (Typ "A", passiviert) und 5.2 (Typ "B", passiviert) durchgeführt. Es erfolgte eine standardmäßige Präparation: Kleben eines Schichtpakets von mindestens 3 mm Gesamtdicke, daraus Sägen von Querschnitt-Proben (bei Leiterbahnen senkrecht und parallel zu den Bahnen), mechanisches Abdünnen, abschließende Ionendünnung. Die Untersuchungen fanden in einem Philips CM 20 FEG bei 200 kV statt. Es wurden Hellfeld-Abbildungen mit den nachfolgend beschriebenen Ergebnissen angefertigt.

Probe 1, unpassivierter Vollfilm: Abb. (2.14) zeigt einen typischen Dünnschliff bis auf ca. 200-300 nm Dicke. Au ist dabei durchstrahlbar [44] [45]. Man sieht:

- Die Mo-Schichtdicke beträgt gleichmäßig $(58 \pm 3) nm$ bei einem Sollwert von 50 nm. Die Abweichung zum Sollwert liegt im Rahmen der beim Aufdampfen erreichbaren Dickengenauigkeit. Die Mo-Schicht ist unversehrt und weist keinerlei Ablösungen zum Au auf. Sie ist entsprechend dem Strukturzonenmodell (Abb. (2.13) auf S. 19) durch die Aufdampfung bei Raumtemperatur und wegen ihrer geringen Dicke sehr feinkörnig.
- Das Au hat durch die TEM-Präparation nicht mehr seine Ausgangsdicke. Die meisten Körner gehen durch die ganze Schichtdicke. Dies deckt sich mit der Erwartung nach dem Strukturzonenmodell, s. S. 19.
- Am rechten Bildrand liegen vermutlich viele Zwillingskorngrenzen nebeneinander. Dies tritt bei Abscherungen oft auf [46]. Auch an sonstigen Probenstellen gab es Hinweise auf Zwillingskorngrenzen.
- Zahlreiche Versetzungen sind sichtbar (dunkle Linien).
- Es gibt keine zwingenden Hinweise auf Ausscheidungen (z. B. von Mo) oder Hohlräume im Au. Erfahrungsgemäß fallen Hohlräume ab 10 nm Durchmesser im TEM auf.

Probe 4.6: Es wurden Querschnitte senkrecht und parallel zu den Leiterbahnen angefertigt. Abbn. (2.15) und (2.16) zeigen Schnitte senkrecht zu den Leiterbahnen. Dabei zeigt Abb. (2.15) einen Dünnschliff und Abb. (2.16) eine Übersicht einer Leiterbahn an einer dickeren Probenstelle, an der sie nicht mehr durchstrahlbar ist. Abb.(2.17) zeigt den Querschnitt parallel zu den Leiterbahnen. Man sieht:

- Die Schichtdicken betragen:

	Istwert [μm]	Sollwert [μm]
SiO_2	0,45	0,5
Mo	0,06	0,05
Au	1,3	1,2
Si_3N_4	0,4	0,5

- Die Mo-Schicht ist unversehrt und zeigt keine Ablösungen zum Au oder Substrat.
- Vom Au-Ionenätzen her ist eine Stufe im SiO_2 erkennbar (Abb. (2.16)). Sie zeigt die geringe Überätzung, die sicherstellt, daß alle Leiterbahnen voneinander getrennt sind. Bei Proben, an denen ausschließlich Röntgenexperimente durchgeführt werden, ist dies unerheblich. Wichtig ist die Trennung für Experimente, die elektrischen Stromfluß beinhalten (z. B. Elektromigrationsexperimente).
- Im Dünnschliff sind keine Ausscheidungen oder Poren erkennbar (Abb. (2.15)).
- Abb. (2.16) zeigt teilweise Ablösungen zwischen Au und Passivation an der Leiterbahn-deckschicht. Es ist unwahrscheinlich, daß die sichtbaren Löcher von der TEM-Präparation herrühren, da an diesen Stellen das Au noch so dick ist, daß es nicht durchstrahlt werden kann, also mindestens 300 nm . An den Ecken der Leiterbahnen sind an der Grenzfläche zum Substrat Hohlräume vorhanden. Ihre Ursache ist unklar, denkbar sind z. B. Unterätzung oder spannungsbedingte Abhebungen. Sonst gibt es keine Ablösungen zwischen Leiterbahn und Substrat. Der Querschnitt parallel zu den Leiterbahnen (Abb.(2.17)) bestätigt diese Beobachtungen über eine größere sichtbare Länge: Es gibt teilweise Ablösungen an der Au-Passivations-Grenzschicht an der Leiterbahnoberkante und keinerlei Ablösungen zum Substrat. Dieses Verhalten ist auf den gesamten präparierten Probenabschnitten erkennbar.
- Zwischen den Leiterbahnen sieht man (Abb. (2.16)) eine Ablösung der Passivation von der SiO_2 -Schicht des Wafers.

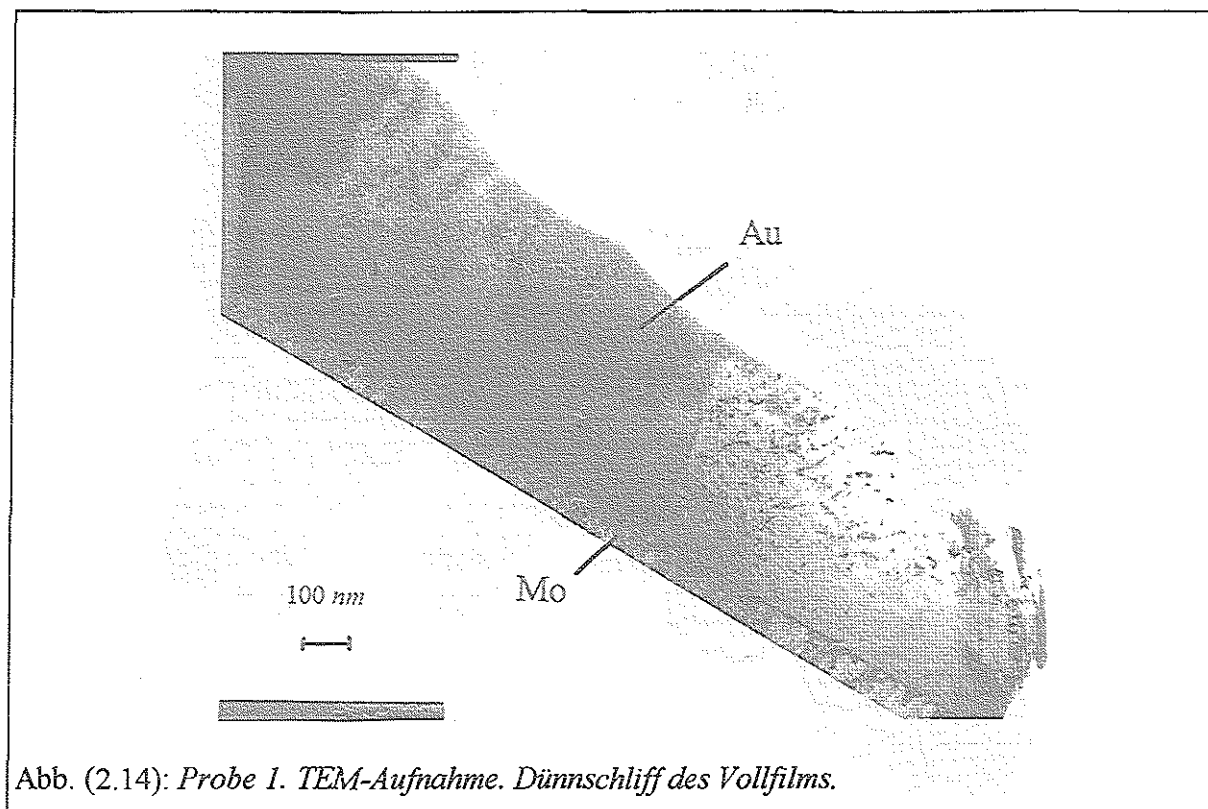


Abb. (2.14): Probe 1. TEM-Aufnahme. Dünnschliff des Vollfilms.

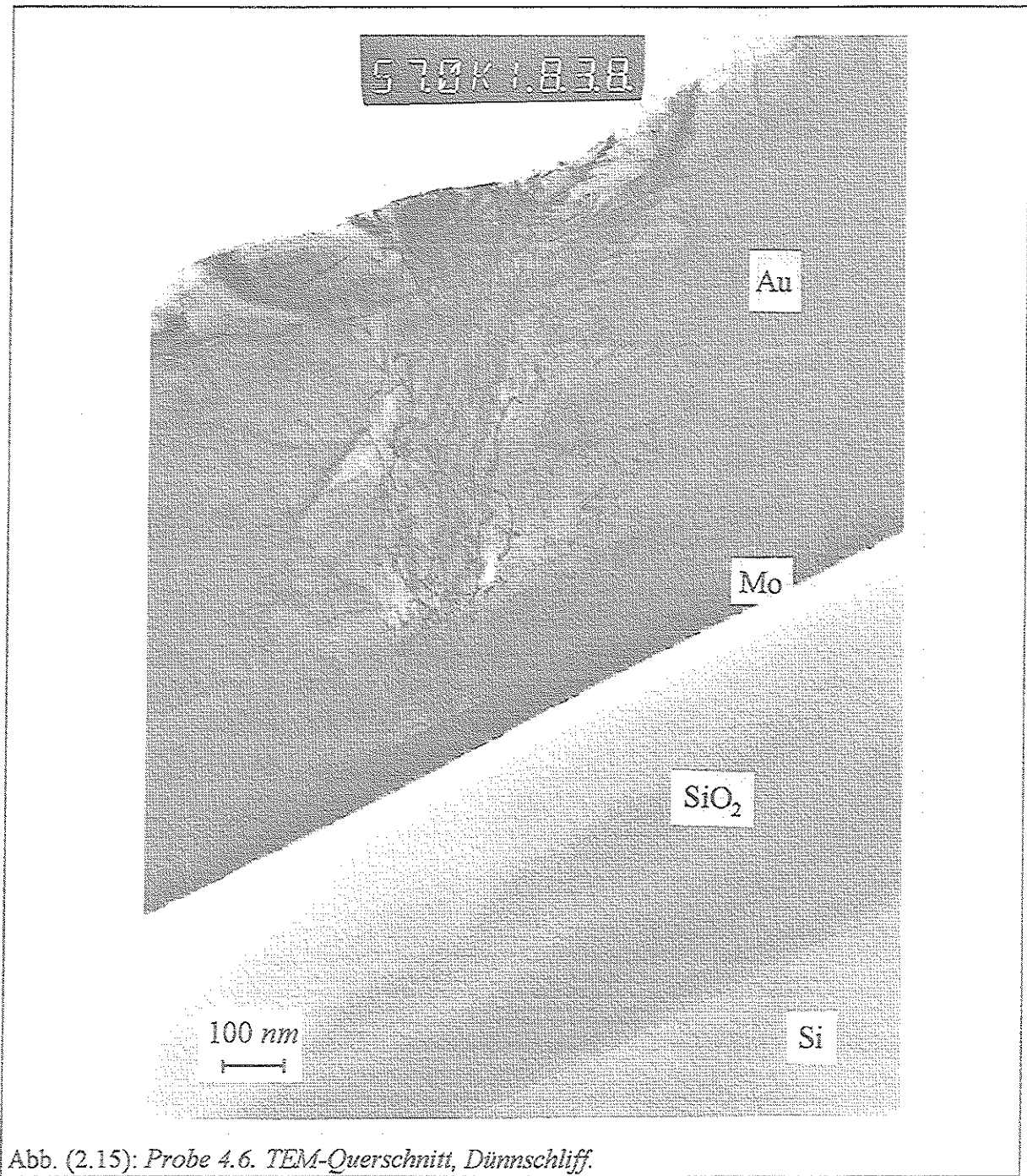


Abb. (2.15): Probe 4.6. TEM-Querschnitt, Dünnschliff.

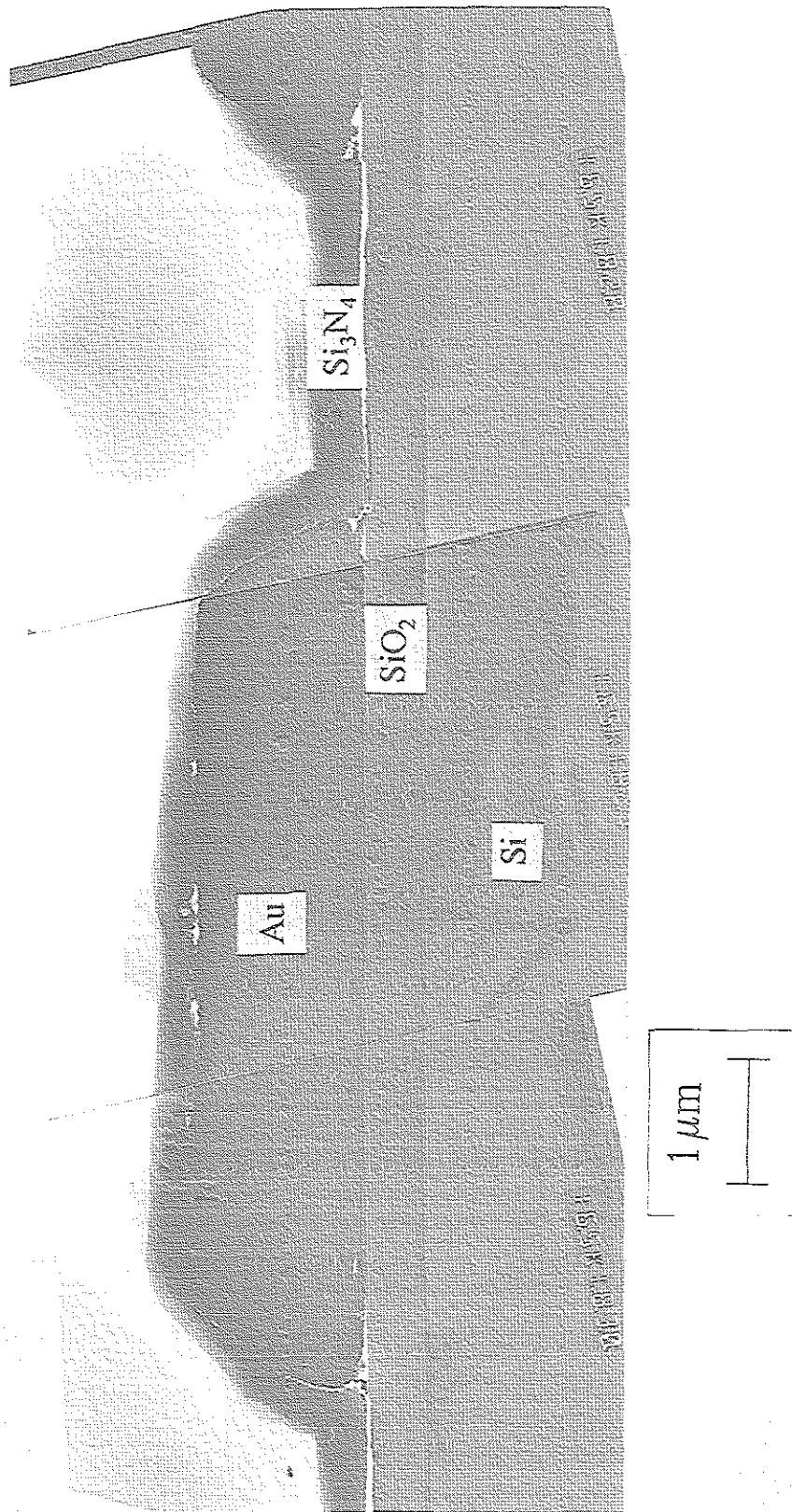


Abb. (2.16): Probe 4.6. TEM-Querschnitt senkrecht zu den Leiterbahnen.

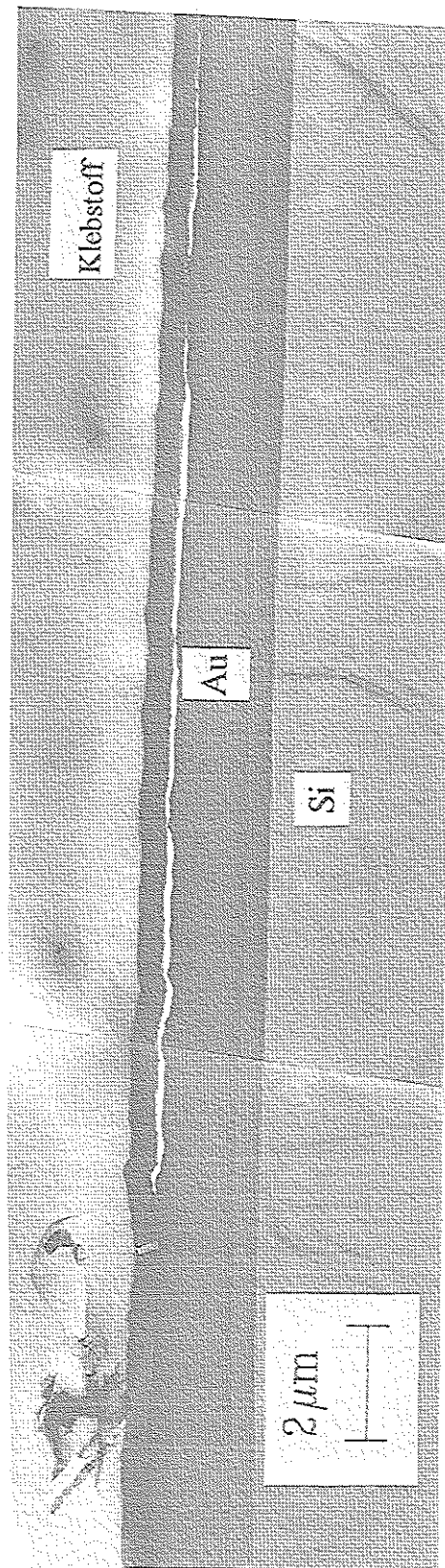


Abb. (2.17): Probe 4.6. TEM-Querschnitt parallel zu den Leiterbahnen. Zwischen Au und Si erkennt man wieder die Siliziumdioxid-Schicht und über dem Au die Passivation. Der "Klebstoff" stammt von der TEM-Präparation.

Probe 5.2: Es wurde ein Querschnitt senkrecht zu den Leiterbahnen angefertigt (Abb. (2.18)). Man erkennt:

- Die Au-Schichtdicke beträgt ca. $1,3\ \mu\text{m}$, die Passivation ist ca. $0,4\ \mu\text{m}$ dick. Beides stimmt gut mit den Abmessungen bei Probe 4.6 überein (s. o.).
- An der Leiterbahn-Oberkante und zwischen den Leiterbahnen ist die Passivation komplett abgelöst. Eine Beurteilung, ob sie an den schrägen Seitenflächen ebenfalls abgelöst ist, läßt die Aufnahme-Qualität nicht zu.

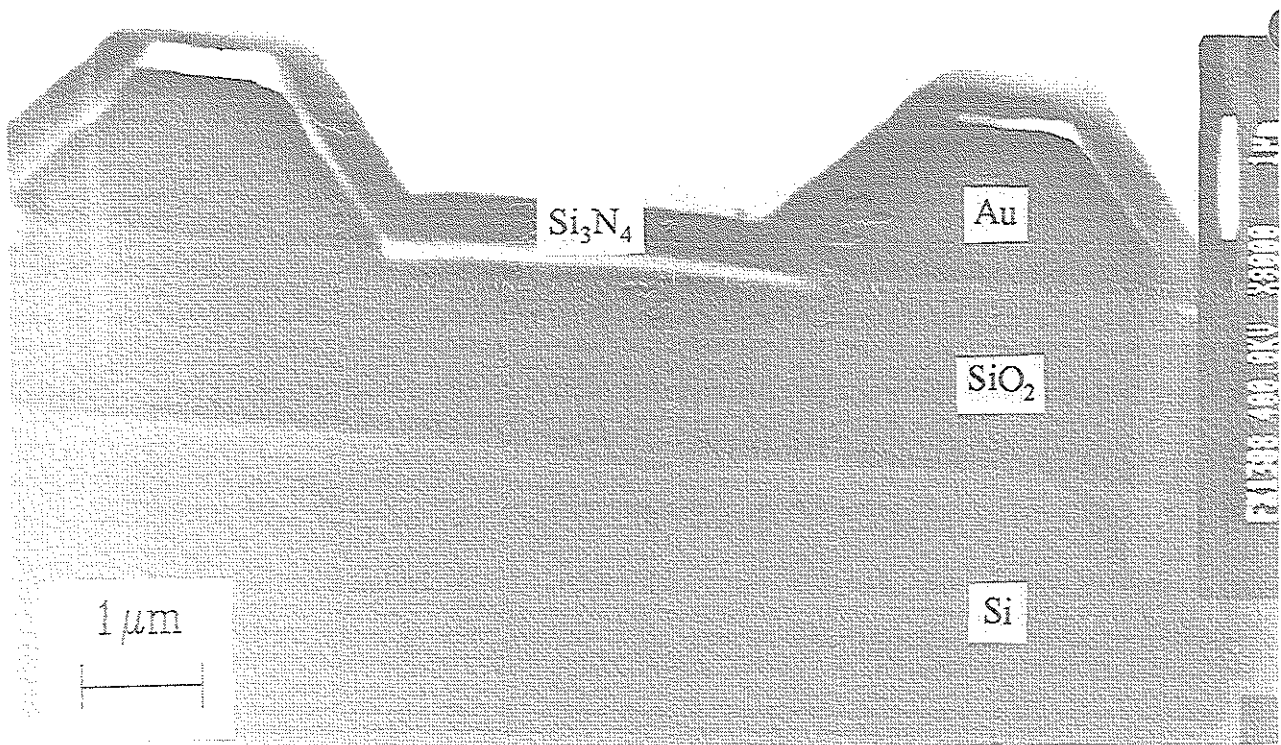


Abb. (2.18): Probe 5.2. TEM-Querschnitt senkrecht zu den Leiterbahnen.

Zusammenfassend kann festgehalten werden:

- Die Schichtdicken stimmen im Rahmen der möglichen Genauigkeiten beim jeweiligen Abscheidungsprozeß gut mit den Sollwerten überein.
- Es gibt in den Dünnschliffen sowohl vom Vollfilm als auch von Probe 4.6 keine Hinweise auf Ausscheidungen oder Hohlräume im Au.
- Bei der Typ "A"-Probe 4.6 sieht man eine teilweise Ablösung der Passivation nur an der Leiterbahndeckfläche. Passend dazu zeigten die Typ "A"-Proben bei den RSE-Experimenten nach monatelanger Alterung keine Zugspannung in Normalenrichtung mehr, aber eine gegenüber unpassivierten Bahnen deutlich erhöhte Spannung quer zur Leiterbahnrichtung. Die Beobachtung der teilweisen Ablösung und der damit vorhandenen stellenweisen Resthaftung zwischen Au und Passivation erklärt die in RSE-Messungen

gefundenen stark verbreiterten Bragg-Reflexe bei Raumtemperatur, die große Spannungsinhomogenitäten anzeigen.

- Proben des Typs "B" zeigen bei RSE-Experimenten keine Zugspannung in Normalenrichtung. Eine solche wird auch nicht erwartet, wenn die Leiterbahnen, wie im TEM bei Probe 5.2 gesehen, an ihrer Oberkante keinen Kontakt zur Passivation haben und zusätzlich die Passivation zwischen den Leiterbahnen nicht am Substrat haftet.

Bei allen Folgerungen aus TEM-Beobachtungen ist zu bedenken, daß im TEM nur kleine (einige μm^2), und damit nicht notwendigerweise repräsentative, Ausschnitte untersucht werden können. Röntgenmessungen mitteln dagegen über einige mm^2 . Ferner kann bei der Probenpräparation für die TEM-Untersuchung die Veränderung des ursprünglichen Zustandes nicht ausgeschlossen werden.

2.5.6. Elektromigrationstests

Von aufgedampften Mo/Au-Schichtsysteme ist bekannt, daß sie vergleichsweise zu gesputterten Au-Proben und Al-Bahnen elektromigrationsfester sind [2]. An unpassivierten Au-Leiterbahnen sollte überprüft werden, ob dies auch für Proben gilt, die mit den in dieser Arbeit beschriebenen Verfahren und Anlagen hergestellt wurden. Die Probenparameter dabei waren [47]:

Schichtsystem	Oxidierter Si-Wafer, Mo als Haftvermittler
Aufdampftemperatur	400 °C
Temperung	700 °C
Au-Dicke	0,8 μm
Mittlere Korngröße	1,8 μm

Mit zwei Proben wurden die folgenden Elektromigrationsexperimente durchgeführt:

Probe A: 48 Leiterbahnen von 1 μm Breite.

Insgesamt 10 Wochen Meßzeit, dabei:

Stromdichte j erhöht von $1,5 \cdot 10^6 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ auf $4,5 \cdot 10^6 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$

Temperatur T erhöht von 270 °C auf 350 °C

→ Ausgefallen: 11 Leiterbahnen

Mit den zuletzt eingestellten Werten für j und T wurde der Versuch weitere 3 Wochen fortgesetzt ohne weitere Leiterbahnausfälle.

Probe B: 17 Leiterbahnen von 2 μm Breite.

Während der ersten 4 Wochen Meßzeit:

$j = 2,5 \cdot 10^6 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ und $T = 300 \text{ °C}$

→ Ausgefallen: 7 Leiterbahnen

Folgende 3 Wochen:

j und T auf Endwerte wie bei Probe A erhöht

→ restliche 10 Leiterbahnen ausgefallen

Diese Ergebnisse zeigen, daß auch die Au-Leiterbahnen dieser Arbeit sehr elektromigrationsfest sind. Die größere Haltbarkeit der 1 μm breiten Leiterbahnen erklärt sich aus ihrer ausgeprägteren Bambusstruktur bei gleicher mittlerer Korngröße wie bei den breiteren Bahnen.

3. Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS)

Die benötigte Streutheorie und der experimentelle Aufbau (Meßstand JUSIFA im HASYLAB - Hamburger Synchrotronstrahlungslaboratorium) werden nur knapp beschrieben, da beides mehrfach ausführlich behandelt wurde (z. B. [33] [48] [49] [50] [51] [52]).

3.1. Grundlagen

Im folgenden wird die elastische Streuung monoenergetischer Röntgenstrahlung betrachtet.

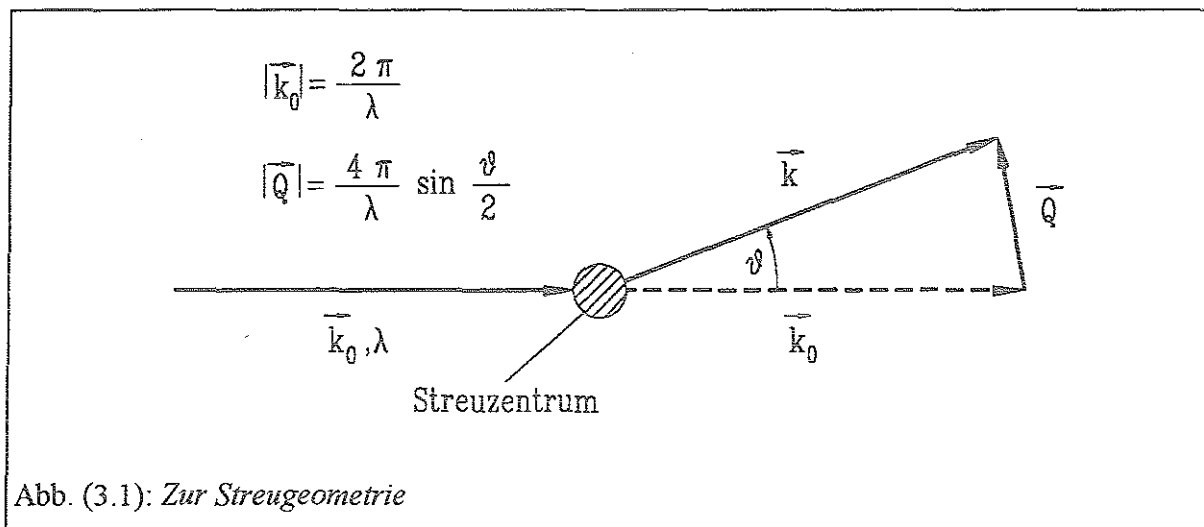
Der Röntgenstrahl mit Wellenvektor $\vec{k}_0$ trifft auf die Probe, wird an den Elektronen gestreut und tritt mit Wellenvektor $\vec{k}$ wieder aus. Dabei gilt:

$$|\vec{k}_0| = |\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}, \text{ mit } \lambda: \text{Wellenlänge der Strahlung}$$

Der Streuvektor $\vec{Q}$ wird definiert als: $\vec{Q} := \vec{k} - \vec{k}_0$.

Der Zusammenhang mit dem Streuwinkel ϑ ist (Abb. (3.1)):

$$|\vec{Q}| = \frac{4\pi}{\lambda} \cdot \sin \frac{\vartheta}{2}$$



Meßgröße ist der differentielle Wirkungsquerschnitt

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{I_0 \cdot N \cdot T \cdot \sigma_{Th}} \cdot \frac{dI}{d\Omega} \quad (1)$$

Dabei ist:

$\frac{dI}{d\Omega}$: Zahl der gestreuten Photonen je Zeiteinheit und Raumwinkelement $d\Omega$

Normiert wird diese Größe auf:

$I_0 \left[\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{m}^2} \right]$: Primärintensität der Röntgenstrahlung am Ort der Probe

$N [m^{-3}]$: Anzahl der bestrahlten Atome

T : Probentransmission $T = e^{-\mu d}$; μ : linearer Absorptionskoeffizient, d : Probendicke

σ_{Th} : Differentieller Thomson-Wirkungsquerschnitt eines einzelnen Elektrons. Bei SAXS ist die Polarisations- und Streuwinkelabhängigkeit vernachlässigbar und es ist $\sigma_{Th} = R_e^2$ mit dem klassischen Elektronenradius $R_e = 2,82 \cdot 10^{-15} \text{ m}$ [53]

Damit erhält man den differentiellen Wirkungsquerschnitt in der Einheit "electron units pro betrachtetem Au-Atom", $\frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$.

Andererseits erhält man $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ aus der theoretischen Betrachtung der Streuung eines Ensembles von N Atomen. Die phasengerechte Summation der atomaren Streuamplituden f_j jedes Atoms ergibt die Streuamplitude der bestrahlten Probe zu

$$F(\vec{Q}, E) = \sum_{j=1}^N f_j(\vec{Q}, E) \cdot \exp(-i \vec{Q} \cdot \vec{r}_j) \quad (2)$$

$\vec{r}_j$: Ortsvektor des j-ten Atoms

Normiert auf die Anzahl N der bestrahlten Atome ist damit

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(\vec{Q}, E) = \frac{1}{N} |F(\vec{Q}, E)|^2 \quad (3)$$

Bei verschiedenen Atomsorten k definiert man die Teilchenzahldichte

$$n_k(\vec{r}) := \sum_{j=1}^{N_k} \delta(\vec{r} - \vec{r}_j) \quad (4)$$

N_k : Anzahl der Atome von Sorte k

Damit wird aus Gl. (3):

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(\vec{Q}, E) = \frac{1}{N} \left| \int_V \sum_{k=1}^M n_k(\vec{r}) f_k(\vec{Q}, E) \cdot \exp(-i \vec{Q} \cdot \vec{r}) d^3r \right|^2 \quad (5)$$

V : Probenvolumen

M : Anzahl der verschiedenen Atomsorten

Die atomare Streuamplitude lässt sich zerlegen in

$$f(\vec{O}, E) = f_0(\vec{O}) + f'(E) + i f''(E) \quad (6)$$

 $f_0(\vec{O})$: Fouriertransformierte der Elektronenverteilung im Atom

$f'(E)$: Dispersive Korrektur zur atomaren Streuamplitude

$f''(E)$: Absorptive -11-

Im Bereich der SAXS gilt mit der Kernladungszahl Z des Atoms: $f_0(\vec{Q}) = Z$. f' und f'' liefern in der Nähe der Absorptionskanten der Elemente stark variierende Beiträge. Abb. (3.2) zeigt das Verhalten des untersuchten Kr an seiner K-Absorptionskante. $f'(E)$ wird dabei relativistischen Hartree-Fock-Rechnungen am freien Atom entnommen [54] [55].

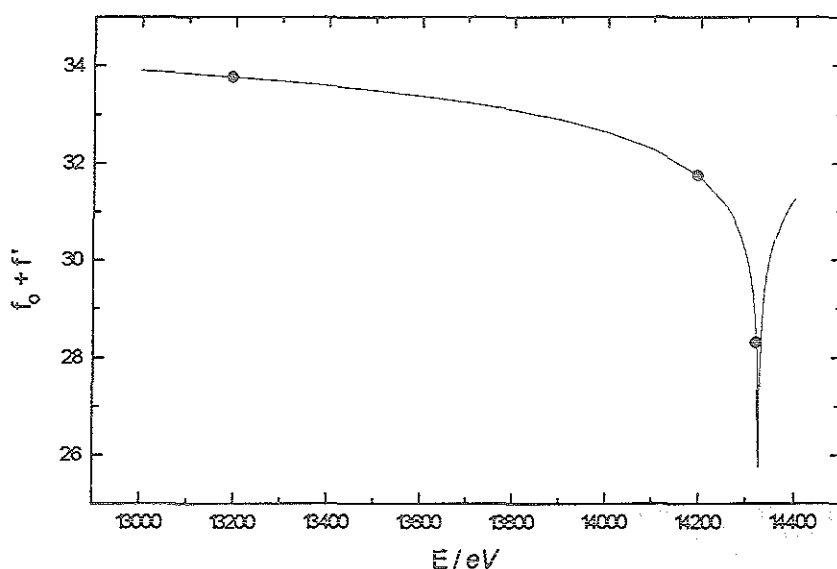


Abb. (3.2): Realteil der atomaren Streuamplitude für Kr in der Nähe der K-Absorptionskante. Die drei betrachteten Energien 14321 eV, 14200 eV und 13200 eV sind markiert.

Bei zwei Atomsorten, wie sie z. B. bei Betrachtung eines Edelgases in metallischer Matrix vorliegen, ist das einfachste Modell zur Auswertung das sogenannte "Zwei-Phasenmodell". Es geht von homogenen Ausscheidungen "A" des Volumens V_A und dem Volumenanteil C_A in einer homogenen Matrix "M" aus. Weiter sei C_A hinreichend klein und die Ausscheidungen regellos angeordnet. Damit können Interferenzen zwischen ihnen vernachlässigt werden. Für den differentiellen Streuquerschnitt gilt dann:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = C_A \frac{V_A}{n_{\nu}} (\Delta n)^2 S_1(\vec{Q}) \quad (7)$$

$$C_A = \frac{N_A \cdot V_A}{V_S} :$$

Volumenanteil aller Ausscheidungen im betrachteten

Probenvolumen. Mit:

N_A : Anzahl der Ausscheidungen

V_S : Ausgeleuchtetes Probenvolumen

$$\Delta n = |n_A f_A - n_M f_M| :$$

Streukontrast. Dabei ist:

$$n_\alpha [m^{-3}], \quad \alpha = A, M :$$

Anzahldichten der Ausscheidungs- bzw. Matrixatome

$$f_\alpha :$$

Atomare Streuamplituden

$$S_1(\vec{Q}) = \left| \frac{1}{V_A} \cdot \int_{V_A} \exp(-i \vec{Q} \cdot \vec{r}) d^3 r \right|^2 :$$

Einteilchenstreuungsfunktion, "Formfaktor" der Ausscheidung. Es gilt $S_1(0) = 1$.

Mißt man die Streuung bei mehreren Röntgenenergien, so gilt bei Betrachtung in Vorwärtsrichtung, d. h. mit $S_1(0) = 1$, für die Differenz zweier Messungen bei Energien E_1 bzw. E_2 :

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(E_1) - \frac{d\sigma}{d\Omega}(E_2) = C_A \frac{V_A}{n_M} \cdot \left\{ |n_A f_A(E_1) - n_M f_M(E_1)|^2 - |n_A f_A(E_2) - n_M f_M(E_2)|^2 \right\} \quad (8)$$

3.2. Experimente und Ergebnisse

3.2.1. Strukturierte Schichten

An passivierten Leiterbahnen sollte mit SAXS die Veränderung von Poren bei Temperatursprüngen im Intervall zwischen 400 °C und Raumtemperatur und bei isothermer Relaxation untersucht werden. Erwartet wird Porenwachstum im Au beim Abkühlen von der Passivierungstemperatur 400 °C, bei der die Leiterbahnen weitgehend spannungsfrei sein sollten, auf niedrigere Temperaturen, wo sich durch unterschiedliche thermische Ausdehnungen zwischen Au und Passivation mechanische Spannungen aufbauen. Experimente wurden mit den Proben 4.1, 4.2, 6.1, 6.2 und 6.6 bei 9000 eV Röntgenenergie durchgeführt. Dies ist weit unterhalb der Au-L-Kanten. Fluoreszenzprobleme treten damit nicht auf. Zur Bestimmung der Substratstreuung wurde ein mit Mo bedampfter Wafer mituntersucht.

Bei keiner der Proben zeigten sich während Messungen bei verschiedenen Temperaturen irgendwelche Veränderungen des Streusignals. Ebenso wenig ergaben sich Änderungen während isothermer Versuchsführung. Die Erklärung für dieses Verhalten lieferten die späteren RSE-Untersuchungen, die sowohl an einem Leiterbahnfeld von Probe 4 als auch von Probe 6 durchgeführt wurden. Beide Proben gehörten dabei zum sogenannten Typ "B" mit aufgrund

von schlecht haftender Passivation verschwindender Normalspannung. Mit einer freien Richtung braucht kein Porenwachstum stattzufinden, um Spannungen auszugleichen.

Ein Beispiel zweier SAXS-Messungen an Probe 6.2 bei 400 °C bzw. 150 °C zeigt Abb. (3.3). Zusätzlich ist die bei 150 °C gemessene Substratstreuung eingezeichnet. Sie war, wie erwartet, temperaturunabhängig. Aufgetragen sind radial gemittelte Daten. Um die Substratstreuung vergleichbar darstellen zu können, wurde auch sie auf "e.u./Au-Atom" normiert. Ferner wurde bei der Absorptionskorrektur berücksichtigt, daß die Substratstreuung durch eine "mittlere" Au-Schicht, die sich aus Leiterbahndicke und Belegungsgrad zu $\bar{d}_{\text{Au}} = 0,4 \mu\text{m}$ errechnet, geschwächt wird, während dies bei der Au-Streuung durch die volle Leiterbahndicke der Fall ist. Ausgewählt wurde das gezeigte Beispiel, weil an Probe 6.2 auch RSE-Experimente durchgeführt wurden.

Bevor näher auf die Intensitätsdifferenz eingegangen wird, folgen einige Bemerkungen zum Streuverlauf selbst. Bei den größten gemessenen Q -Werten geht er in den Untergrund der Substratstreuung über. Bei kleineren Streuvektoren Q ist er proportional zu Q^{-3} . Diese Proportionalität kann auf die Streuung von Versetzungen und/oder fraktalen Strukturen zurückgeführt werden. Letztere sind z. B. an der Oberfläche aufgedampfter Filme denkbar. Eine genaue Klärung dieser Fragen stand aber nicht im Mittelpunkt dieser Arbeit, sondern die Bestimmung des mit SAXS nachweisbaren Porenvolumens.

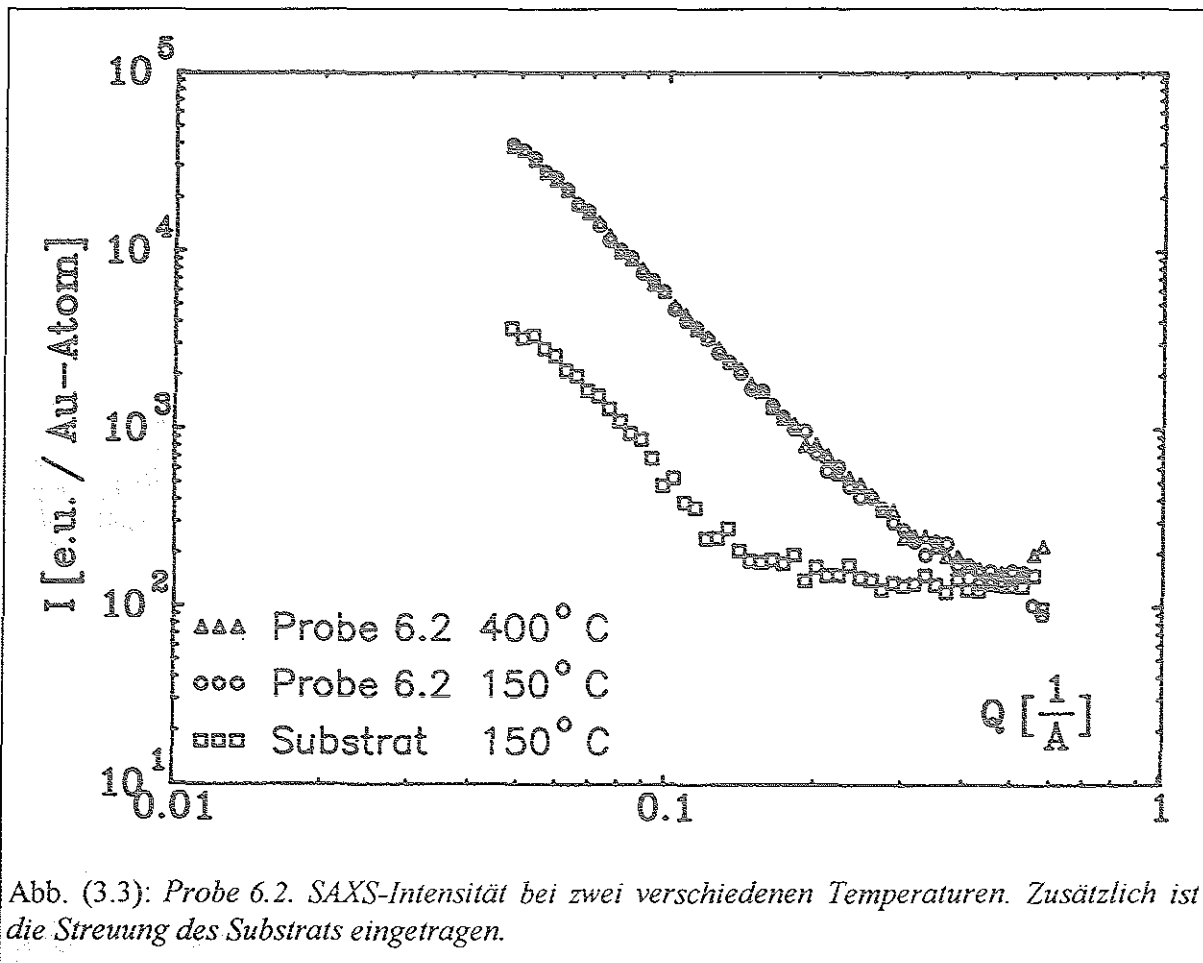


Abb. (3.3): Probe 6.2. SAXS-Intensität bei zwei verschiedenen Temperaturen. Zusätzlich ist die Streuung des Substrats eingetragen.

Für dieses soll im folgenden anhand der gezeigten Messungen eine untere Nachweisgrenze abgeschätzt werden. Man betrachtet die Differenz der beiden in Abb. (3.3) dargestellten Streuverläufe ($I(150\text{ }^{\circ}\text{C}) - I(400\text{ }^{\circ}\text{C})$; Abb. (3.4)). Sie schwankt regellos um 0, genauer: Sie hat einen kleinen positiven Mittelwert, wobei der Fehler größer ist als ihre Abweichung von Null. Zur Abschätzung des möglicherweise darin "versteckten" Hohlraumvolumens wird an die

Differenzkurve für $Q > 0,1\text{ \AA}^{-1}$ die Streuung von kugelförmigen Hohlräumen angepaßt (ebenfalls Abb. (3.4)). Bei kleineren Q schwanken die Differenzen zu stark. Da bei den gegebenen Fehlern - die diskutierte Differenz ist 10- bis 100-mal kleiner als die Substratstreuung! - der Fit nur eine grobe Schätzung sein kann, genügt es, einen festen Radius R für die Poren anzunehmen. In der Fitroutine wird die unkorrelierte Streuung von Kugeln mit

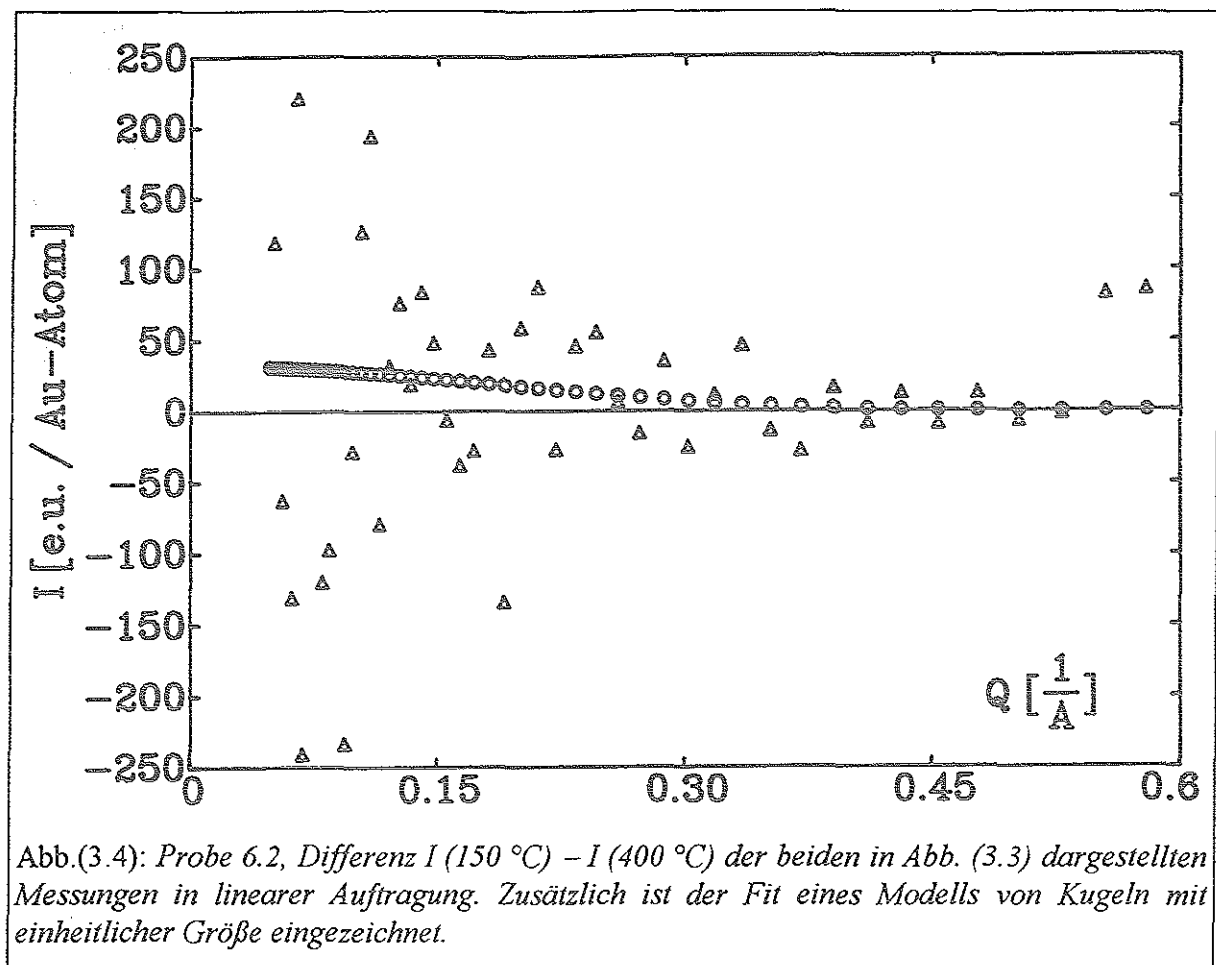
Formfaktor S betrachtet. Für S gilt [56]:
$$S = \left[3 \cdot \frac{\sin QR - QR \cdot \cos QR}{(QR)^3} \right]^2$$
. R wird gefittet. Es

ergibt sich $R \approx 9\text{ \AA}$. Die erhaltene Fitfunktion wird (in Guinierdarstellung) auf $Q = 0$ extrapoliert, um die Vorwärtsstreuung zu bestimmen. Man erhält $\frac{d\sigma}{d\Omega}(Q=0) \approx 30 \frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$.

Setzt man damit in Gl. (7) den Streukontrast Au gegen Vakuum bei 9000 eV Röntgenenergie ein, erhält man daraus den Volumenanteil der Poren zu $C_A \approx 3 \cdot 10^{-5}$. Hier ist nochmals zu betonen, daß die Vorwärtsintensität im Rahmen des Fehlers Null sein kann und damit auch $C_A = 0$. Dieses Ergebnis wird durch die RSE-Untersuchungen unterstützt, die ebenfalls keine Hinweise auf Porenbildung in den passivierten Leiterbahnen geben. Man sieht jedoch, daß mit der Methode der SAXS ein sehr kleines Porenvolumen der oben angegebenen Größe nachgewiesen werden könnte. Die im folgenden beschriebenen Experimente an IBAD-Filmen beweisen zudem, daß ein Ausscheidungsvolumen von $C_A \approx 5 \cdot 10^{-3}$ sicher nachgewiesen werden kann.

3.2.2. IBAD-Schichten

Zusätzlich zu obigen Experimenten an Leiterbahnen sollte die Empfindlichkeit der Methode der Kontrastvariation an vorgegebenen Edelgasausscheidungen untersucht werden. Edelgasblasen werden durch ionenunterstütztes Aufdampfen von Au-Filmen hergestellt. Mit ihnen kann ein Modellsystem mit voreinstellbaren Poren untersucht werden. Dies sollte unter definierteren Bedingungen möglich sein als die Untersuchung von sich ändernden Poren bei Temperatursprüngen. Als Gas wurde Kr ausgewählt, da bei ihm die K-Absorptionskante in einem experimentell gut zugänglichem Röntgenenergiebereich liegt.



Ein energieabhängiger Meßeﬀekt an der Kr-K-Kante war nur für die Probe zu sehen, bei der während der Filmherstellung die Kr^+ -Ionen die Beschleunigungsspannung $U_B = 1000V$ erfuhren. Der mittlere Kr-Gehalt betrug dabei 0,2at% am Probenort (s. Kap. 2.5.3.). Alle Streusignale waren zentralsymmetrisch, so daß die Betrachtung radial gemittelter Daten genügt. Zum Untergrundabzug wurden ein nur mit Mo bedampftes Waferstück und ein Au-Film, der ohne Ionenunterstützung aufgedampft war, mitgemessen. Letzteres war aus folgendem Grund nötig: Die Kontrastvariation wurde unterhalb der Kr-K-Kante (14326 eV) bei 14321 eV , 14200 eV und 13200 eV gemessen. Zwischen diesen Energien liegt die Au- L_{II} -Kante bei 13733 eV . Oberhalb dieser Kante tritt verstärkt Au-Fluoreszenz auf. Daher müssen Streuverläufe vom IBAD-Film darauf korrigiert werden. Die Substratstreuung von Wafer plus Mo erwies sich als mindestens zwei Zehnerpotenzen kleiner als die Probenstreuung, jeweils ausgedrückt in $\frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$. Folgende Tabelle gibt die Werte für f' und f'' von Au und Kr bei den betrachteten Energien:

Energie E / eV	f'_{Au}	f''_{Au}	f'_{Kr}	f''_{Kr}
14321	-8,31	10,39	-7,69	0,51
14200	-7,86	10,55	-4,25	0,51
13200	-8,21	8,55	-2,24	0,59

Die Energie E wurde am JUSIFA-Meßstand beim verwendeten Si-311-Doppelmonochromator auf $\pm 2 \text{ eV}$ genau eingestellt. Die Energieauflösung, d. h. die Breite ΔE des Energiebandes um die eingestellte Energie E , betrug $\Delta E/E \leq 2 \cdot 10^{-4}$. Die maximale Ungenauigkeit der angegebenen Energiewerte beträgt damit 5 eV im betrachteten Energiebereich. Um in diesem Rahmen keine Fluoreszenz-Probleme zu erhalten, wurde die größte verwendete Energie mit 14321 eV sicher unterhalb der Kr-K-Kante gewählt.

Abb. (3.5) zeigt beispielhaft die gemessenen Streuintensitäten bei 14321 eV Röntgenenergie des ionenunterstützt- und des nicht-ionenunterstützt aufgedampften Au-Filmes und die aus beiden gebildete Differenz. Dargestellt ist der gesamte experimentell zugängliche Q -Bereich. Um eine ausreichende Statistik zu erzielen, wurden relativ große Q -Intervalle zu einem Punkt zusammengefaßt. Die Subtraktion des Streusignals des "Nicht-IBAD"-Films beseitigt die Effekte von Substrat- und Au-Fluoreszenzstreuung. Im weiteren wird nur noch die Differenzintensität betrachtet. Sie beschreibt den Unterschied in der Mikrostruktur zwischen den beiden unterschiedlich hergestellten Filmen ("indirekter" Kr-Einfluß) und das direkt vom Kr herrührende Streusignal. Es ist bekannt, daß IBAD-Filme eine andere Mikrostruktur haben als Filme, die ohne Ionenunterstützung hergestellt wurden [57].

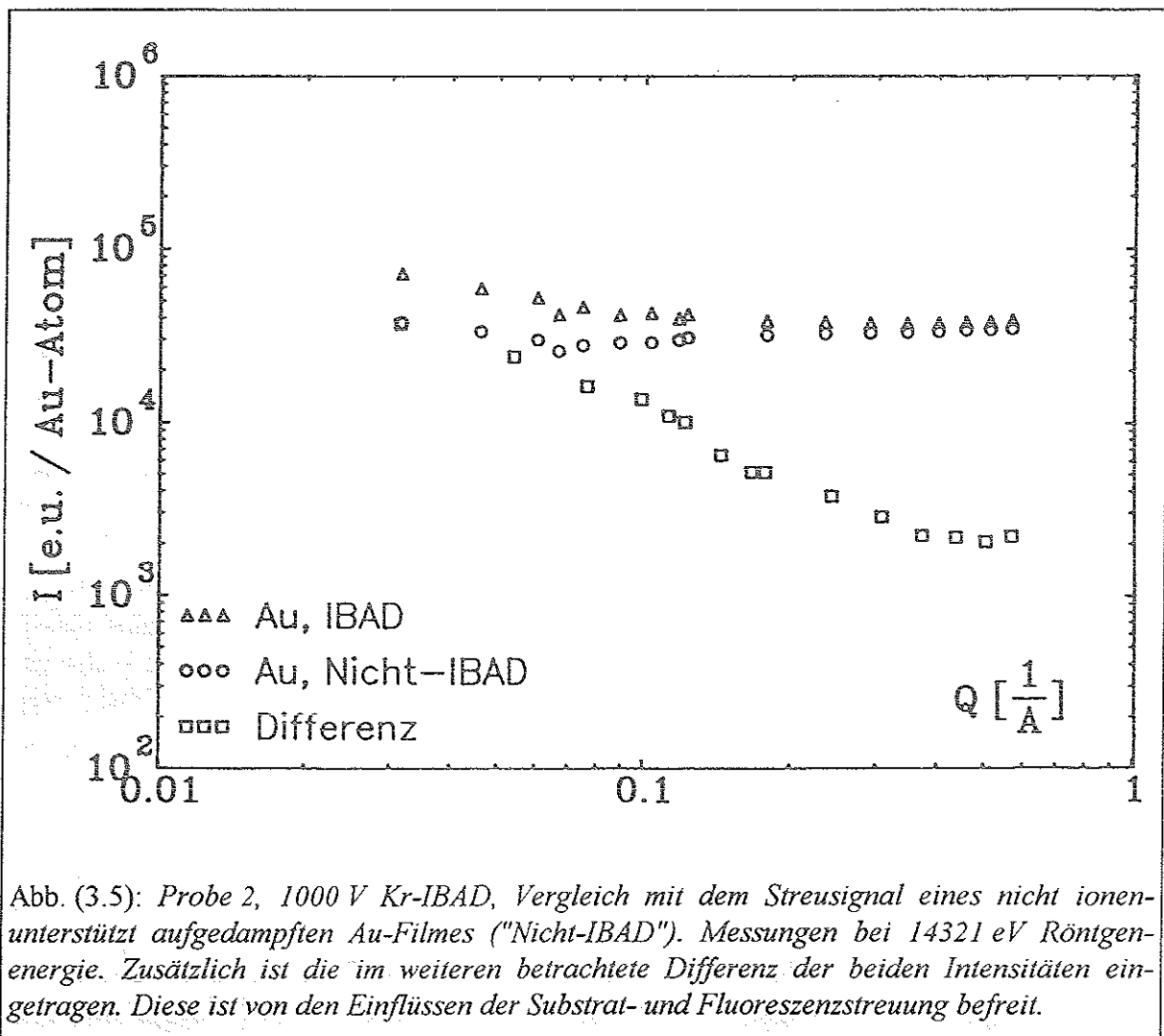
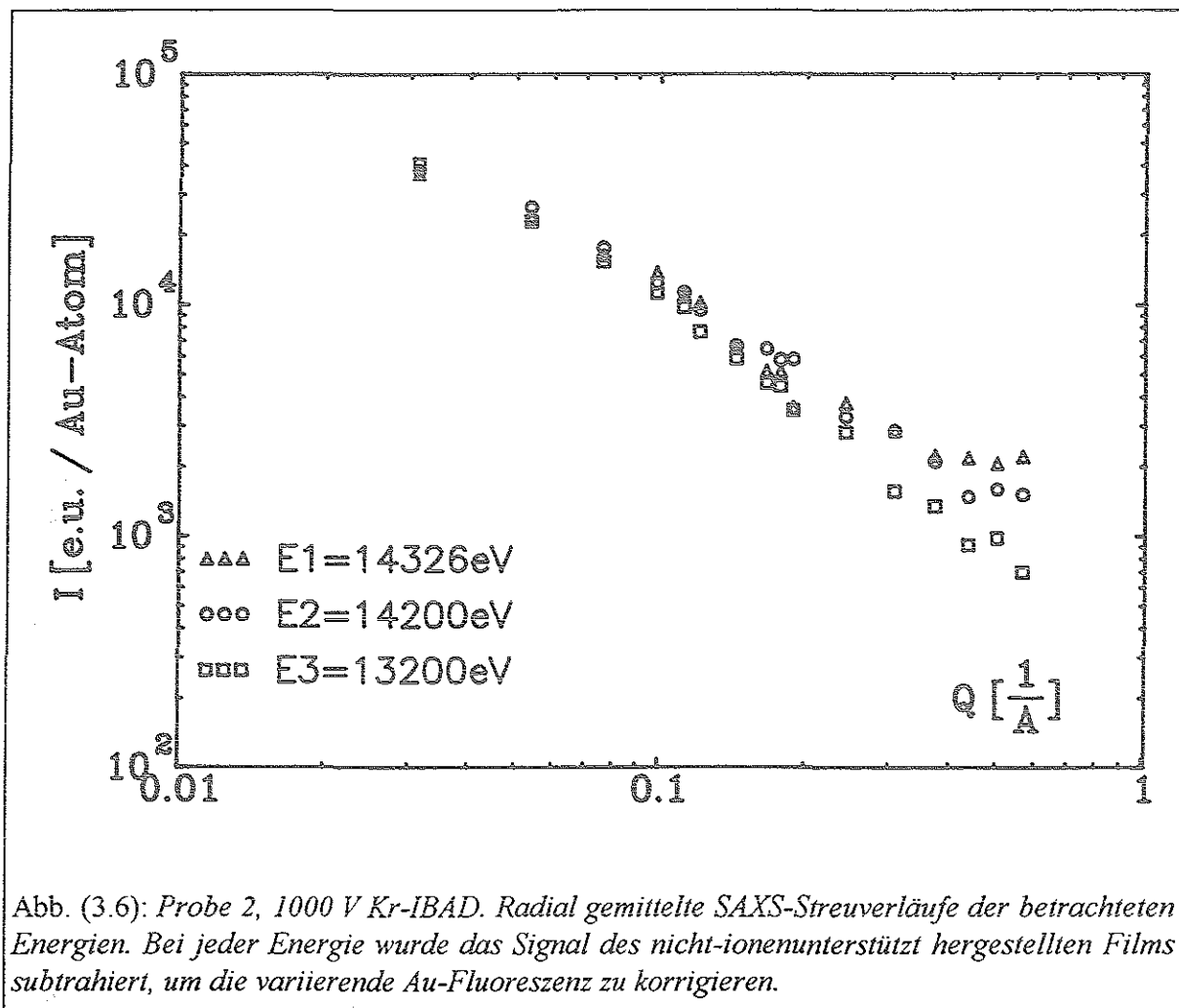
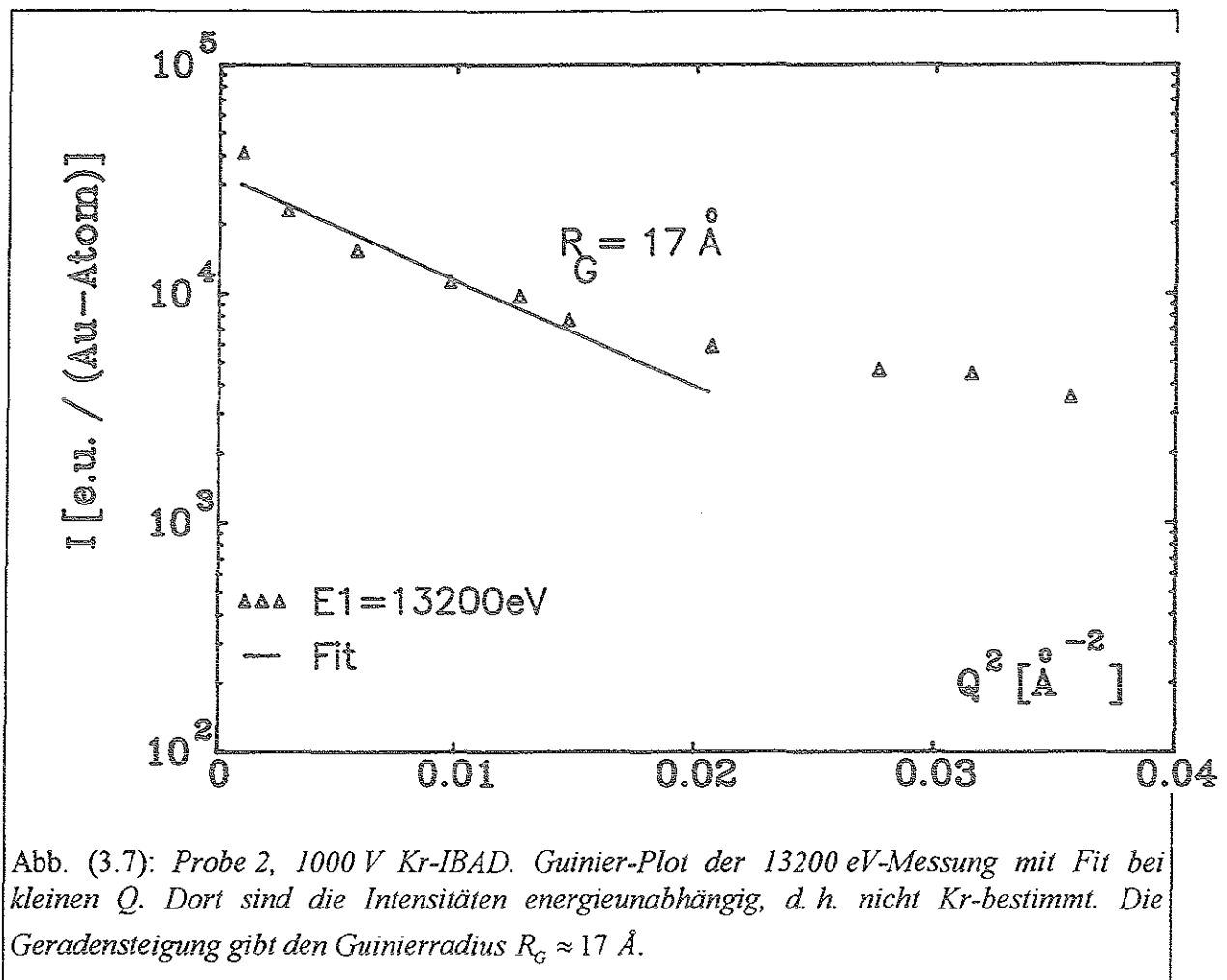


Abb. (3.5): Probe 2, 1000 V Kr-IBAD, Vergleich mit dem Streusignal eines nicht ionenunterstützt aufgedampften Au-Filmes ("Nicht-IBAD"). Messungen bei 14321 eV Röntgenenergie. Zusätzlich ist die im weiteren betrachtete Differenz der beiden Intensitäten eingetragen. Diese ist von den Einflüssen der Substrat- und Fluoreszenzstreuung befreit.

Abb. (3.6) zeigt diese Differenzen bei allen drei betrachteten Energien. Im Bereich kleiner Streuvektoren bis $Q \approx 0,1 \text{ \AA}^{-1}$ zeigt sich keine eindeutige, systematische Änderung des Streukontrastes mit geänderter Energie. Daraus kann gefolgert werden, daß dieser Teil der Streukurve nicht vom Kr dominiert wird. Gleichwohl beschreibt er das unterschiedliche Streuverhalten von IBAD- und "Nicht-IBAD"-Filmen, da er aus der Differenz der Messung zweier solcher Filme resultiert. Abb. (3.7) zeigt eine Guinier-Auftragung der 13200 eV-Messung mit einem linearem Fit bei den kleinsten Q -Werten. Der daraus gewonnene Guinierradius $R_G \approx 17 \text{ \AA}$ gibt die Größenordnung der Streuer. Aus der Vorwärtsstreuung $\frac{d\sigma}{d\Omega}(Q=0) \approx 3,5 \cdot 10^4 \frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$ und der Annahme des Streukontrastes Au gegen Vakuum

ergibt sich der Volumenanteil C_A der Streuer nach Gl. (7) zu $C_A = 5,7 \cdot 10^{-3}$. Hierin sind verschiedene Streubeiträge vermischt, z. B. Versetzungen, Korngrenzen, Oberfläche.





Nach der Zielsetzung dieser Arbeit soll nun eine Aussage über den energieabhängigen Teil der Streuung bei großen Q getroffen werden. Dazu betrachtet man die drei möglichen Differenzen zwischen Messungen bei den drei Energien. Die Differenz-Bildung eliminiert die nicht vom Kr abhängigen, und damit energieunabhängigen, Streuanteile. Die Differenzen beschreiben also den rein vom Kr bestimmten Teil der Streuung. Zunächst soll als einfachstes Modell angenommen werden, daß die Streuung von kugelförmigen Kr-Ausscheidungen herrührt. Für diese gilt die Guinier-Näherung:

$$I = I_0 \cdot \exp \left\{ - \left(\frac{Q^2 \cdot R_G^2}{3} \right) \right\}$$

dabei ist: $I = \left[\frac{d\sigma}{d\Omega}(Q, E_i) - \frac{d\sigma}{d\Omega}(Q, E_j) \right]$, mit $E_i > E_j$

$$I_0 = I(Q = 0)$$

$$R_G: \text{Guinierradius, } R_G = \sqrt{3/5} \cdot R_A, \text{ mit}$$

$$R_A: \text{Radius der kugelförmigen Ausscheidungen}$$

Abb. (3.8) zeigt beispielhaft die Differenz zwischen den Messungen bei 14321 eV und 13200 eV in Guinier-Auftragung $\log I(Q^2)$. Eingezeichnet ist ein Least-Square-Fit im Bereich

$0,1 \text{ \AA}^{-1} \leq Q \leq 0,5 \text{ \AA}^{-1}$. In diesem Q -Bereich ist die Differenz der beiden Messungen eindeutig positiv. Der Fit ergibt:

- Aus der Steigung den Ausscheidungsradius $R_A = (1 \pm 9) \text{ \AA}$
- Die Vorwärtsstreuung $I_0 = 950 - 1550 \frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$

Man erkennt, daß sich die Steigung, und damit der Ausscheidungsradius, nur sehr ungenau festlegen läßt. Der Grund dafür ist, daß die betrachtete Kurve als - kleine - Differenz zweier großer Intensitäten gebildet wurde. Kleine Schwankungen in den Ausgangskurven bedingen große Schwankungen in ihrer Differenz.

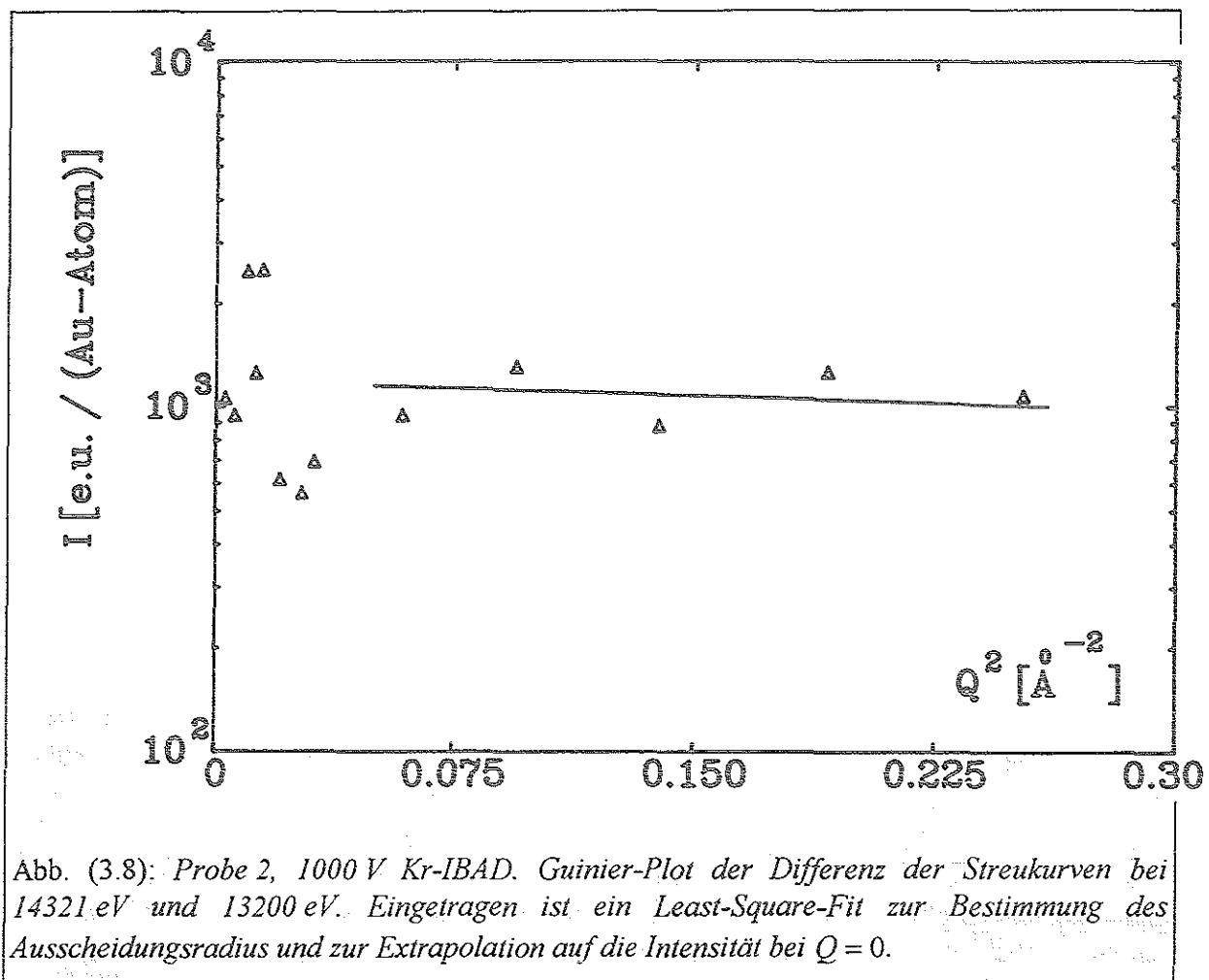


Abb. (3.8): Probe 2, 1000 V Kr-IBAD. Guinier-Plot der Differenz der Streukurven bei 14321 eV und 13200 eV. Eingetragen ist ein Least-Square-Fit zur Bestimmung des Ausscheidungsradius und zur Extrapolation auf die Intensität bei $Q = 0$.

Im folgenden werden für alle drei Energiedifferenzen der Volumenanteil C_A der Ausscheidungen nach Gl. (8) bestimmt. Folgende Zahlenwerte werden verwendet:

- Die Anzahldichte der Au-Matrix ist $n_M = 5,9 \cdot 10^{28} \text{ m}^{-3}$ [58]
- Die Anzahldichte der Kr-Atome in den Ausscheidungen wird abgeschätzt mit $n_A = 2,6 \cdot 10^{28} \text{ m}^{-3}$. Dieser Wert wurde für Kr-Ausscheidungen in Al bestimmt [33], kann daher hier mit einem größeren Fehler behaftet sein. Zum Vergleich: Kr hat bei 4 K und Atmosphärendruck $n_A = 2,2 \cdot 10^{28} \text{ m}^{-3}$ [58].

- Die Korrekturen zu den Atomformfaktoren werden aus der Tabelle auf S. 35 entnommen.
- Für den Ausscheidungsradius wird bei allen drei Energiedifferenzen der Maximalwert von $R_A = 10 \text{ \AA}$ - und nicht der beste Fit-Wert - verwendet.

Man erhält:

Betrachtete Differenz zwischen den Messungen bei den Energien (in eV):	Vorwärtsstreuung $I_0 / \frac{e.u.}{\text{Au-Atom}}$	Vol.-Anteil der Kr-Ausscheidungen $C_A / 10^{-2}$
14321 – 14200	540 ... 840	1,8 ... 2,8
14321 – 13200	950 ... 1550	1,3 ... 2,1
14200 – 13200	920 ... 1400	2,1 ... 3,2

Vergleichsweise dazu bestimmt man den Volumenanteil C_A des Kr aus den Ausgasungsexperimenten. Am Probenort ergaben sich dabei ca. 0,2 at % Kr (s. Kap. 2.5.3.). Mit obigen Dichten n_M und n_A wird daraus $C_A = 4,5 \cdot 10^{-3}$. Dieser Wert ist ca. um das 5-fache kleiner als die berechneten Werte aus der SAXS. Letztere sind durch die Wahl des maximal möglichen Radius R_A bereits die minimal berechenbaren. Aus dieser Diskrepanz muß gefolgert werden, daß sich das Kr nicht in kugelförmigen Blasen ausscheidet. Um das beobachtete, für Kugeln zu große Streusignal verstehen zu können, muß man also nicht-kugelförmige Streuer mit im Verhältnis zum Volumen größerer Oberfläche annehmen. Denkbar wären Plättchen oder orientierte Zylinder, von denen senkrecht zum Strahl nur eine kleine Dimension sichtbar ist. Eine Vorzugsorientierung könnte aus einer Positionierung der Streuer an den Korngrenzen resultieren. Die Korngrenzen sind in den texturierten Filmen hauptsächlich in Richtung der Substratnormalen ausgerichtet. Zur genaueren Bestimmung der Geometrie sind jedoch weitergehende Untersuchungen notwendig.

Zusammenfassung SAXS: An passivierten Leiterbahnen wurde die experimentspezifische Probenpräparation erfolgreich getestet und es wurden erste Temperexperimente durchgeführt. Wie sich nachträglich herausstellte fanden diese ausschließlich an Proben mit $\sigma_3 = 0$ statt, so daß kein größerer Poreneffekt zu erwarten war. Es konnte jedoch eine untere Grenze für ein beobachtbares Porenvolumen abgeschätzt werden. Zusätzlich konnte an IBAD-Vollfilmen die Streuung des Kr absepariert werden. Trotz der geringen eingebauten Kr-Menge sind Aussagen zu Größe und Form der Ausscheidungen möglich. Damit ist für spätere Experimente gezeigt, daß es möglich ist, Edelgasblasen in Au zu untersuchen. Es kann also das Verhalten vorgegebener Ausscheidungen in Leiterbahnen unter mechanischen Spannungen und/oder Elektromigration studiert werden.

4. Röntgenographische Spannungsermittlung (RSE)

Die RSE (Grundlagen in Ref. [59] [60] [61]) wurde systematisch an verschiedenen Proben angewandt. Es wurden zwei Typen von Proben untersucht, die sich im Verhalten deutlich voneinander unterscheiden. Damit können auch die zunächst unerwarteten Ergebnisse der SAXS, wo es keine Effekte von sich ändernden Poren gab, erklärt werden.

4.1. Meßmethode

4.1.1. Apparativer Aufbau

Die Meßapparatur wurde in den Referenzen [62] [63] beschrieben. Den prinzipiellen Aufbau zeigt Abb. (4.1). Ihre wesentlichen Elemente sind Röntgenröhre, Monochromator, Vier-Kreis-Diffraktometer und ortsauflösender Detektor.

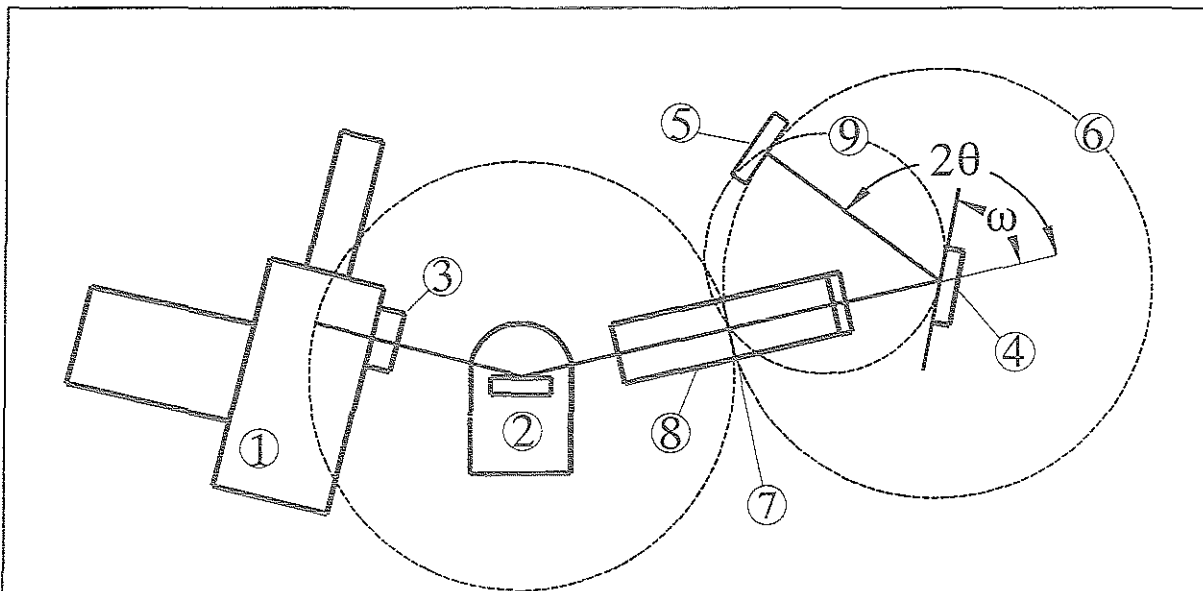


Abb. (4.1): Prinzipskizze der RSE-Meßapparatur:

- | | |
|--|---|
| 1: Röntgenröhre (Cu-Drehanode) | |
| 2: Graphit-Monochromator (Gehäuse evakuierbar) | |
| 3: Beam-Shutter | 4: Heizbarer Probenhalter |
| 5: Ortsauflösender Detektor | 6: 4-Kreis-Diffraktometer mit Detektorkreis |
| 7: Ort der Horizontalblende | 8: Strahlrohr (evakuierbar) |
| 9: Fokussierungskreis (Fokussierung nach Bragg-Brentano) | |

Die Röhre besitzt eine Cu-Drehanode. Ihre maximale Dauerleistung beträgt ca. 15kW. Der Graphit-Monochromator läßt die Cu-K α -Strahlung passieren (α_1 - und α_2 -Strahlung). Alle strahlführenden Teile sind evakuierbar. Das Diffraktometer ermöglicht vier voneinander

unabhängige Bewegungen der Probe, welche sich im kardanischen Punkt befindet (Abb. 4.2). Die vier einstellbaren Winkel sind:

ω : Winkel zwischen einfallendem Röntgenstrahl und Proben-Horizontalachse.

2θ : Winkel zwischen einfallendem und reflektiertem Röntgenstrahl, welcher in der Horizontalebene verläuft. 2θ gibt die Detektorposition relativ zum einfallenden Strahl an. θ bestimmt sich nach der Bragg-Gleichung (Gl. (10)) aus der Wellenlänge λ der Strahlung und dem Gitterparameter d der Probe.

ϕ : Rotation der Probe um ihre Oberflächennormale

ψ : Kippung der Probe um ihre Horizontalachse

Die Strahljustage erfolgt durch Drehung der Röhre bei festem Goniometer. Zur Feinjustage des Strahls auf den kardanischen Punkt am Probenhalter sind im Strahlrohr zwischen Monochromator und Probenhalter eine "Horizontalblende" (vertikaler Spalt der Breite $0,15\text{ mm}$, horizontal verschiebbar) und eine "Vertikalblende" (horizontaler Spalt der Breite 2 mm , vertikal verschiebbar) angebracht. Die Horizontalblende befindet sich im bildseitigen Fokus des Strahlengangs; die gesamte Strahlbreite beträgt dort ca. $1,3\text{ mm}$, woraus die Horizontalblende einen Teil ausschneidet. Wichtig ist ferner die Justage der Röhrenposition und der Monochromatorstellung. Die mittige Strahlage auf dem Probenhalter wurde mit einem Fluoreszenzschirm kontrolliert. Die exakte Stellung der Goniometerachsen zueinander wurde mit einer eigens dazu angefertigten Metallnadel am Ort der Probe. Bei Goniometerbewegungen um die ϕ -Achse zeigte diese Nadel bei vergrößernder Betrachtung in einem Fernrohr keinerlei Rotationen oder sonstige Bewegungen. Da die Probenoberfläche und damit auch die Nadel um die ψ -Achse gekippt werden kann und das Fernrohr fest zur Lage der ω - bzw. 2θ -Achse montiert ist, kann daraus die exakte Lage aller Achsen zueinander gefolgert werden.

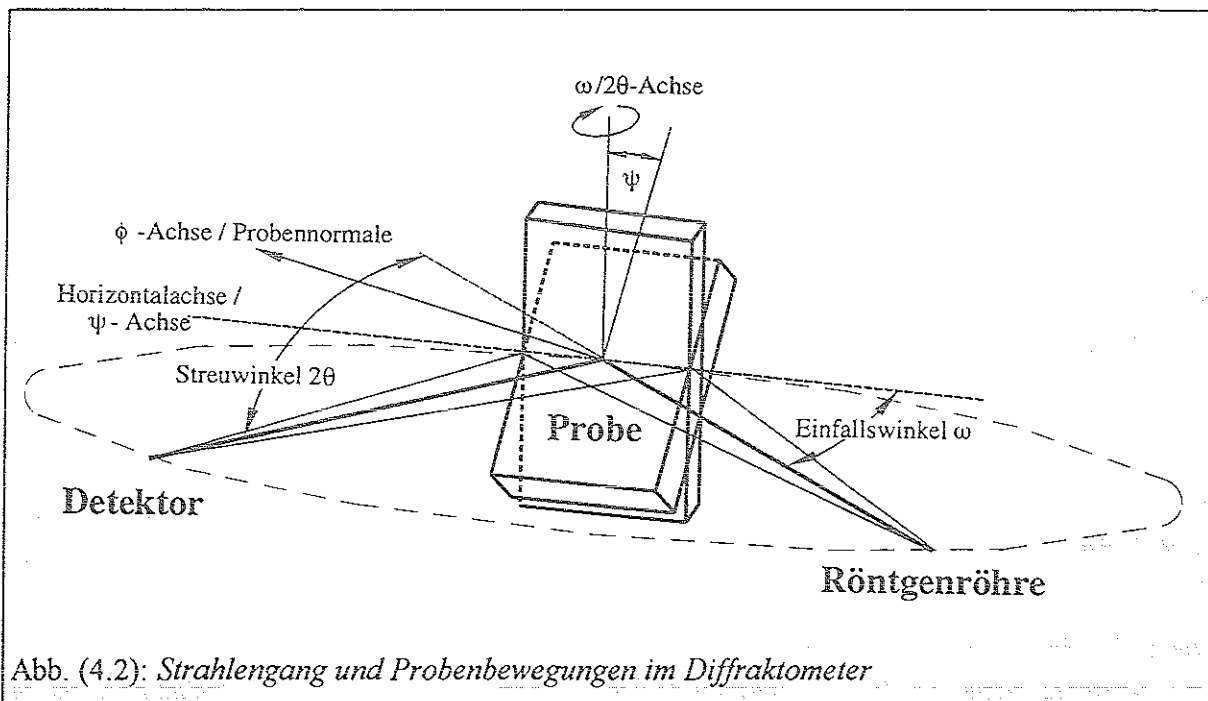


Abb. (4.2): Strahlengang und Probenbewegungen im Diffraktometer

Der horizontal ortsauflösende Detektor erfaßte einen Winkelbereich von ca. $\pm 4^\circ$, der auf 2048 Kanäle aufgeteilt wird. Für Messungen wichtig ist seine "Winkeleichung" $\frac{dk}{d(2\theta)}$, die angibt, wieviele Kanäle k einem Winkelgrad auf dem Detektor (also in 2θ) entsprechen. Ca. alle vier Wochen wurde die Vertikaljustage des Detektors überprüft. Er muß vom Röntgenstrahl in Vertikalrichtung mittig getroffen werden, um die Reflexform nicht zu verfälschen, bzw. um immer unter identischen Bedingungen zu messen.

Temperaturmessung und -regelung: Die Proben sind mit Wärmeleitpaste P12 der Fa. Wacker auf dem heizbaren Probenhalter festgeklebt. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem Ni-Cr-Ni-Thermoelement, das in die Paste geschoben ist. Bei jeder Montage einer neuen Probe wird das Thermoelement daher ebenfalls neu festgeklebt. Dies muß möglichst reproduzierbar geschehen (s. u.). Über die Abweichung der Thermospannung von der vorgegebenen Sollspannung erfolgt eine reine Proportionalregelung. Bei Temperatursprüngen von einigen 10°C erfolgt die Einstellung der neuen Temperatur in ca. 5 Minuten ohne Überschwinger. Abkühlen bei Temperaturen unter 150°C dauert länger, da keine Zwangskühlung vorhanden ist. Vergleichende Messungen, bei denen an Stelle der Probe ein Pt-100-Meßfühler angebracht war, zeigten:

- Bis zur Einstellung einer konstanten Pt-100-Temperatur vergingen bis zu 15 Minuten. Die Probertemperatur hinkt also hinter der Anzeige des Thermoelements her.
- Die gemessenen Temperaturen T_{TE} des Thermoelements, T_{Pt} des Pt-100-Widerstands und T_{Au} aus der Eichmessung des Au-Vollfilms (s. S. 61) betragen:

Temperatur T_{TE} aus Thermospannung [$^\circ\text{C}$]	Temperatur T_{Pt} aus Pt-100-Widerstand [$^\circ\text{C}$]	Temperatur T_{Au} aus $d_0(T)$ des Au-Vollfilms [$^\circ\text{C}$]
24	27	24
241	215	230
413	353	390

Die Abweichung zwischen T_{TE} und T_{Pt} ist bei allen Temperaturen größer als die zwischen T_{TE} und T_{Au} . Die größeren Abweichungen bei der Pt-100-Messung sind auf unterschiedliche Geometrien und eventuell auf eine schlechtere thermische Ankopplung des gekapselten Pt-Meßfühlers im Vergleich zur Probe zurückzuführen.

Für die spätere Auswertung von Messungen an passivierten Leiterbahnen muß die Probertemperatur mit der Temperatur bei der Vollfilm-Eichmessung verglichen werden. Dazu ist die Reproduzierbarkeit der Temperaturmessung bei aufeinander folgenden Probenmontagen wichtig (Neuklebung des Thermoelements, s. o.). Die drei durchgeführten Vollfilm-Messungen ergeben dafür eine maximale Abweichung von 13°C zwischen verschiedenen Einklebungen der Probe und des Thermoelements. Bei dreiachsigen Spannungszuständen bedeutet dies einen maximalen Fehler von 65 MPa (s.S. 61).

Zur Ermittlung der Temperaturkonstanz während eines Kippzyklus bei fester Solltemperatur wurde die Thermospannung U_{Th} in 10 s-Schritten aufgezeichnet. Die maximale Temperaturschwankung betrug bei 400 °C $\Delta T_{max} = 1^\circ\text{C}$. Bei den meisten Kippserien war $\Delta T \leq 0,5^\circ\text{C}$. ΔT_{max} entspricht einer Unsicherheit in den Spannungen von 10 MPa.

4.1.2. Bestimmung der Bragg-Winkel aus den Reflexlagen

Hier wird das grundsätzliche Meß- und Rechenverfahren zur Bestimmung der Peaklage bei allen Messungen vorgestellt. Zudem werden die Ergebnisse der Si-Referenz-Messungen angegeben.

Ein Spektrum wird gemessen als "counts" im jeweiligen Detektorkanal k (1-2048). Es besteht aus den Bragg-gestreuten Cu-K α_1 - und Cu-K α_2 -Strahlungsanteilen, also einer Addition zweier Peaks. Zur Bestimmung der Peaklagen wird die gemessene Kurve - nach Glättung - durch die Summe zweier Gaußkurven gefittet:

$$I(k) = A \exp\left[-\frac{(k - k_1)^2}{2\sigma^2}\right] + \frac{1}{2} A \exp\left[-\frac{(k - k_1 - \Delta k_{12})^2}{2\sigma^2}\right] \quad (9)$$

Dabei ist:

- $I(k)$: Intensität in counts im Kanal k
- A : Amplitude des α_1 -Peaks; die des α_2 -Peaks ist $\frac{1}{2} A$ [60]
- k_1 : Lage des α_1 -Peaks
- σ : Standardabweichung der Gaußfunktion
- Δk_{12} : Abstand zwischen α_1 - und α_2 -Peak
- $A, k_1, \sigma, \Delta k_{12}$ sind Fitparameter.

Der Fit des Abstands Δk_{12} zwischen α_1 - und α_2 -Peak wurde an Messungen des Si-Wafers und der Au-Filme überprüft und stimmte dabei stets bis auf maximal 3 % relative Abweichung mit den erwarteten Werten beim errechneten Gitterparameter d überein. Zur Umrechnung der so bestimmten Peaklage (ausgedrückt in Detektorkanälen) in eine 2θ -Gradangabe wird die

Winkleichung $\frac{dk}{d(2\theta)}$ des Detektors benötigt und ein Bezugspunkt.

Die Winkleichung gibt die Umrechnung

$$\text{Kanalzahldifferenz } \Delta k \leftrightarrow \text{Winkeldifferenz } \Delta(2\theta)$$

an. Sie ist auf dem Detektor weder räumlich noch zeitlich konstant. Daher wurde sie zwischen allen Meßzyklen, d.h. alle 1–2 Wochen neu bestimmt. Dabei wurde auf dem Detektor in $1/10^\circ$ -Schritten (2θ -Bewegung) die Position des Primärstrahls (d.h. ohne Probe im Strahlengang) durch eine 0,3 mm breite Blende bestimmt. Damit ergibt sich eine Eich-tabelle zwischen Kanal k und zugehörigem Winkel 2θ mit der Auflösung $1/10^\circ$ (entspricht 13–16 Kanälen). Zwischen diesen Stützstellen wird linear interpoliert. Testweise wurde die Messung Nr. 6 der Probe 4.6 mit den Winkleichungen, die direkt davor bzw. danach aufgenommen wurden, ausgewertet.

Der zeitliche Abstand der Winkeleichungen hatte dabei neun Tage betragen. Es ergaben sich

maximale Abweichungen von $\Delta\left(\frac{dk}{d(2\theta)}\right) = \pm 5 \text{ Kanäle}$. Daraus ergibt sich im Gitterparameter

d : $\Delta d = \pm 4 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$ und damit $\Delta\sigma \approx \pm 25 \text{ MPa}$.

Zur Bestimmung der Lage eines Au-Reflexes in 2θ ist ein exakter Nullpunkt der Winkelskala oder ein bekannter Bezugspunkt nötig. Zur Nullpunktsbestimmung $2\theta = 0^\circ$ wird die Position des ungebeugten Primärstrahls (ohne Probe im Strahlengang) auf dem Detektor bestimmt. Fehlerabschätzung dazu: Bei der Messung des Si-Reflexes des Wafers muß sich als Gitterparameter der ungedehnte Wert d_0^{Si} ergeben. Berechnet man mit diesem Sollwert die Lage des Winkel-Nullpunkts, so ergibt sich eine maximale Differenz von $0,1^\circ$. Zeitliche Änderungen der Anlage, z. B. während eines Temperaturzyklus, können nicht ausgeglichen werden. Solche Änderungen können herrühren von: Position der Kathode, Monochromatorfehlern, Abweichungen im 2θ -Antrieb. Bei Auswertungen, denen keine Messung des Si-Reflexes zugrunde liegt, bedeutet diese Unsicherheit einen maximalen Fehler von $\Delta d \approx 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$ oder $\Delta\sigma \approx 100 \text{ MPa}$. Δd wurde dabei aus dem Bragg-Gesetz mit typischen Werten für die Winkeleichung und den Gitterparameter berechnet.

Sicherer ist als Bezugspunkt die Lage $2\theta_{\text{Si}}$ des Si-Reflexes der Substrate. Der Si-[444]-Reflex wird zu allen Au-Kippserien mitgemessen. Lediglich bei den ersten (Test-) Messungen an den Proben 3.2 und 4.6 (jeweils die Messungen Nr. 3-5) und in [63] wurde der Si-Reflex nicht gemessen. Die Lage $2\theta_{\text{Au}}$ der Au-Reflexe wird relativ zu $2\theta_{\text{Si}}$ bestimmt. Für $2\theta_{\text{Si}}$ wird der bestimmten Detektor-Kanalzahl k_{Si} des Si-Peaks der Literaturwert für $2\theta_{\text{Si}}$ bzw. $d_0^{\text{Si}}(T)$ zugeordnet [64]. Der Winkelnullpunkt muß dazu nicht bekannt sein. Zeitliche Änderungen am Detektor, des Strahlengangs und der Probenmontage spielen keine Rolle, da Si- und Au-Reflexe direkt nacheinander gemessen werden. Die Genauigkeit der Bestimmung der Si-Reflex-Lage k_{Si} beträgt 2 Kanäle (s.S. 46). Bei den üblichen Winkeln bedeutet dies $\Delta d \approx 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$ oder $\Delta\sigma \approx 15 \text{ MPa}$ bei dreiachsigen Spannungszuständen. Als weitere Unsicherheit kommt der statistische Fehler des Least-Square-Fits hinzu, mit dem aus acht Kippungen drei unbekannte Spannungen berechnet werden. Er beträgt maximal 15 MPa . Der gesamte Meßfehler bei Auswertung über die Si-Referenz, umgerechnet auf die später diskutierten Spannungen, beträgt also:

Aus der Winkeleichung (s.o.): $\Delta\sigma_z \approx 25 \text{ MPa}$

Aus der Unsicherheit in k_{Si} : $\Delta\sigma_{\text{Si}} \approx 15 \text{ MPa}$

Aus dem Least-Square-Fit: $\Delta\sigma_{\text{Fit}} \approx 15 \text{ MPa}$

Der Gesamtfehler als geometrisches Mittel daraus ist $\Delta\sigma \approx 33 \text{ MPa}$.

Eine Si-Messung zeigt Abb. (4.3). Die statistische Unsicherheit der Lagebestimmung des α_1 -Reflexes aus den Fits war stets $\Delta k_1 < 1 \text{ Kanal}$. Die gemessenen Si-Reflexe zeigen keine Veränderung ihrer Form bei unterschiedlichen Temperaturen. Es werden also keine Spannungsgradienten induziert. Der Abstand zwischen α_1 - und α_2 -Peak verkleinert sich bei den Messungen gemäß dem Braggschen Gesetz mit wachsender Temperatur und wachsendem Gitterparameter.

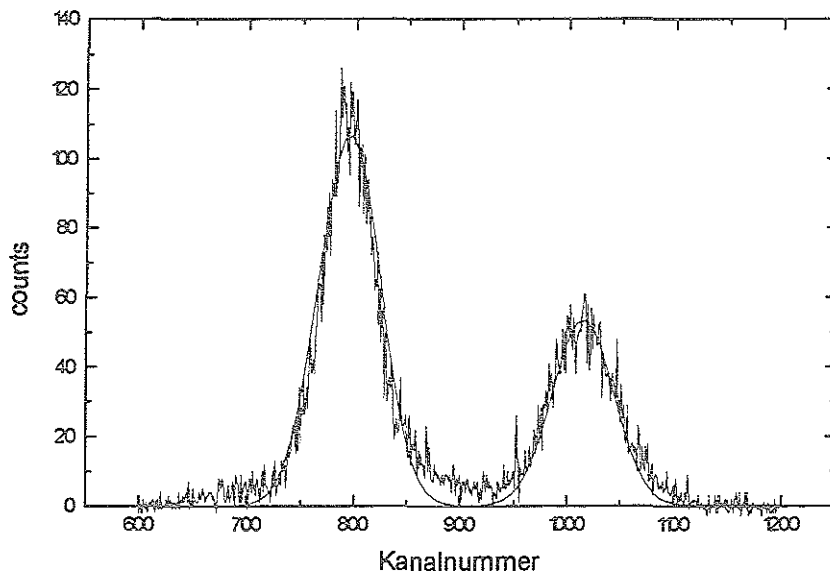


Abb. (4.3): Intensitätsverteilung der Messung am Si-Wafers bei Raumtemperatur (Probe 5, Messung Nr. 3). Gemessen wird der Si-444-Reflex. Bei den verwendeten $\langle 100 \rangle$ -Wafers erscheint er unter $54,73^\circ$ zur Waferoberfläche. Die glatte Kurve ist der Fit zweier Gauß-Kurven nach Gl. (9).

Es wurden für alle Proben $\langle 100 \rangle$ -Wafer als Substrat verwendet. Gemessen wurde der Si-444-Reflex, der unter $54,73^\circ$ zur Oberflächennormalen liegt. Dies erlaubt zwei Messungen unter $\psi = \pm 54,73^\circ$. Die beiden Kippungen stimmten stets bis auf eine maximale Abweichung von 2 Kanälen überein. Dies entspricht einer Abweichung im jeweils berechneten Gitterparameter $d_{444}^{\text{Si}}(T)$ von ca. $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$. Diese Abweichung ist ein Maß für die Anlagen- und Probenjustage und die erreichte Temperaturkonstanz bei Kippungen. Wäre die Abweichung rein thermisch bedingt, betrüge die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Einstellungen maximal 9°C .

4.2. Allgemeine Grundlagen der Spannungsermittlung

Die theoretischen Grundlagen der RSE wurden in [63] ausführlich beschrieben, u.a. beruhend auf [60] [61]. Meßgröße ist der Gitterabstand d der reflektierenden Kristallebenen. Der Zusammenhang mit der Wellenlänge λ und dem halben Streuwinkel θ ist nach Bragg:

$$\lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (10)$$

Damit ist die RSE in der Lage, ausschließlich Vorgänge in den Leiterbahnen zu bestimmen. Im Vergleich dazu erhält man bei Waferbiegemethoden nur kombinierte Effekte von Leiterbahnen und Substrat. Alle verwendeten Schichten sind Polykristalle, d.h. die Körner haben unterschiedliche Orientierungen. In einer unter Spannung stehenden Schicht haben unterschiedlich orientierte Körner (charakterisiert durch ihren Kippwinkel ψ) damit unterschiedliche Gitterparameter d_ψ . Durch Messung unter verschiedenen Kippwinkeln ψ können diese d_ψ bestimmt werden. Die Dehnungen ε_ψ sind gegeben durch

$$\varepsilon_\psi = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} \quad (11)$$

Allgemein gibt das Hookesche Gesetz den Zusammenhang zwischen Dehnungen und Spannungen:

$$\varepsilon_{ij} = s_{ijkl} \sigma_{kl} \quad \text{bzw.} \quad \sigma_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (12)$$

Dabei ist:

- σ_{ij} : Spannungstensor
- ε_{ij} : Dehnungstensor
- s_{ijkl} : Vierstufiger Tensor der elastischen Koeffizienten
- c_{ijkl} : Vierstufiger Tensor der elastischen Konstanten

Um einen Polykristall zu beschreiben, müssen seine elastische Anisotropie und seine Textur berücksichtigt werden. Zur Erfassung der elastischen Anisotropie der einzelnen Körner im Polykristall gibt es zwei Grenzannahmen: Die Mittelung nach VOIGT geht von konstanter Dehnung für alle Körner aus beim Anlegen einer äußeren Spannung. Die Mittelung nach REUSS geht davon aus, daß die Spannung auf jedes Korn gleich der von außen angelegten (mittleren) Spannung ist. Dabei erfahren Körner mit unterschiedlichen kristallographischen Orientierungen unterschiedliche Dehnungen. Die folgenden Ableitungen gehen vom REUSSschen Ansatz aus.

Alle Au-Schichten zeigten eine $\langle 111 \rangle$ -Textur, d.h. die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen (fast) aller Körner fallen mit der Oberflächennormalen $\vec{n}$ zusammen. Daher treten bei diesen Filmen intensitätsstarke Reflexe nur bei diskreten ψ -Kippungen auf. Gewählt wurden die 333- und 511-Reflexe, da sie an Ebenen mit gleichem ungedehnten Gitterparameter d_0 entstehen, also unter gleichem Braggwinkel gemessen werden können. Sie treten unter folgenden Winkeln auf (in Klammern ist der jeweilige Reflex angegeben):

$$\begin{aligned}
\psi &= 0^\circ & (333) \\
\psi &= 38,94^\circ & (511) \\
\psi &= 56,25^\circ & (5\bar{1}1) \\
\psi &= 70,53^\circ & (33\bar{3}), (5\bar{1}\bar{1})
\end{aligned}$$

Ein Kippzyklus besteht aus einer Messung bei $\psi = 0^\circ$, sechs Messungen bei den oben angegebenen Werten $\pm\psi \neq 0$ und einer erneuten Messung bei $\psi = 0^\circ$. Bei strukturierten Filmen gibt es je einen Kippzyklus parallel und senkrecht zu den Leiterbahnen. Die Messung jeder einzelnen Kippung dauerte je nach reflektierter Intensität 5-8 Min. Während dieser Meßzeit wurde die Probe um $\theta = 5^\circ$ rotiert, um über viele Körner zu mitteln. Denn die einzelnen Körner liegen nicht alle exakt in der durch die Textur vorgegebenen Richtung, sondern können einige Grad von ihr abweichen. Die Kippzyklen wurden bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und maximal 420°C durchgeführt. Messungen erfolgten beim Aufheizen und Abkühlen.

4.2.1. Vollfilm

Das ist der Fall biaxial gleicher Spannungen. Dafür gilt:

$$\varepsilon_{\psi}^{\vec{n}||[111]} = \sigma \cdot \left[\frac{2s_{11} + 4s_{12} - s_{44}}{3} + \frac{s_{44}}{2} \sin^2 \psi \right] \quad (13)$$

Dabei ist: $\varepsilon_{\psi}^{\vec{n}||[111]}$: Dehnung im Winkel ψ zur Oberflächennormalen $\vec{n}$. Wegen der

Textur ist die $[111]$ -Richtung (fast) aller Körner parallel zu $\vec{n}$.

σ : Spannung in der Filmebene

s_{ij} : Materialspezifische Matrix-Elemente der elastischen Koeffizienten

Beim Vollfilm kann aus den gemessenen d_{ψ} der ungedehnte Gitterparameter d_0 bestimmt werden. Es gilt:

$$d_0 = d(\sin^2 \psi_0) \quad (14)$$

Aus Gl. (13) folgt mit $\varepsilon_{\psi}^{\vec{n}||[111]} = 0$:

$$\sin^2 \psi_0 = -\frac{2}{3} \cdot \frac{2s_{11} + 4s_{12} - s_{44}}{s_{44}} \quad (15)$$

Für Au gilt bei Raumtemperatur [65]: $s_{11} = 2,34 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$

$$s_{12} = -1,07 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$$

$$s_{44} = 2,38 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$$

$$\rightarrow \sin^2 \psi_0 = 0,5546$$

d_0 kann bei den Messungen an passivierten Leiterbahnen nicht bestimmt werden (s. S. 50). Es muß bei deren Auswertung als bekannt eingesetzt werden. Die Messungen wurden am Vollfilm von Probe 5, von der auch alle drei Leiterbahnbreiten untersucht wurden, durchgeführt. d_0

sollte nur von Verunreinigungen der Schicht, also den Aufdampfbedingungen, abhängen, und daher für Vollfilm und Leiterbahnen derselben Probe identisch sein. Die anderen Proben, von denen keine separaten Vollfilmmessungen angefertigt wurden, wurden unter denselben Bedingungen hergestellt. Es darf daher vorausgesetzt werden, daß sie das gleiche d_0 besitzen.

4.2.2. Strukturierte, unpassivierte Filme

Der Spannungszustand ist biaxial mit ungleichen Hauptspannungen σ_1 (in Leiterbahn-Richtung) und σ_2 (senkrecht zu den Leiterbahnen). Zu ihrer Bestimmung sind Meßdaten $d_{\phi\psi}$ aus zwei unabhängigen Probenorientierungen ϕ_i nötig. Man wählt $\phi_1 = 90^\circ$ (parallel zu den Leiterbahnen) und $\phi_2 = 0^\circ$ (senkrecht zu den Leiterbahnen). Für die Dehnungen $\varepsilon_{\psi}^{\parallel[111]}$ bei Kippungen um ψ in den beiden Orientierungen ϕ_i gilt:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^{\parallel[111]} &= \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \\ &= (\sigma_2 - \sigma_1) \left[\frac{2s_{11} - 2s_{12} - s_{44}}{6\sqrt{2}} \sin(\phi + 2\phi_\sigma) \sin 2\psi + \right. \\ &\quad \left. + \frac{-s_{11} + s_{12} - s_{44}}{6} \cos 2(\phi - \phi_\sigma) \sin^2 \psi \right] \\ &\quad + (\sigma_1 + \sigma_2) \left[\frac{2s_{11} + 4s_{12} - s_{44}}{6} + \frac{s_{44}}{4} \sin^2 \psi \right] \end{aligned} \quad (16)$$

- Dabei ist:
- ϕ : Winkel zwischen der Orientierung des jeweiligen Korns und der Richtung der Spannungsmessung (parallel oder senkrecht zu den Leiterbahnen)
 - ϕ_σ : Winkel zwischen der Orientierung des jeweiligen Korns und der Richtung der Hauptspannung σ_1
 - $\Rightarrow \quad \phi = \phi_\sigma \quad \text{Messung } \parallel \text{ Leiterbahnen}$
 - $\quad \quad \phi = \phi_\sigma + 90^\circ \quad \text{Messung } \perp \text{ Leiterbahnen}$

Gl. (16) enthält drei Unbekannte σ_1 , σ_2 und d_0 . Sie sind durch die Messung von drei Reflexen eindeutig bestimmbar. Die Genauigkeit läßt sich durch Messung von mehr als drei Reflexen und anschließendem Least-Square-Fit steigern [63].

4.2.3. Strukturierte, passivierte Filme

Im Vergleich zu Gl. (16) kommt ein Term mit σ_3 (Spannung in Richtung der Oberflächennormalen) hinzu:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^{\parallel[111]} &= \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \\ &= (\sigma_2 - \sigma_1) \left[\frac{2s_{11} - 2s_{12} - s_{44}}{6\sqrt{2}} \sin(\phi + 2\phi_\sigma) \sin 2\psi + \right. \\ &\quad \left. + \frac{-s_{11} + s_{12} - s_{44}}{6} \cos 2(\phi - \phi_\sigma) \sin^2 \psi \right] \\ &\quad + (\sigma_1 + \sigma_2) \left[\frac{2s_{11} + 4s_{12} - s_{44}}{6} + \frac{s_{44}}{4} \sin^2 \psi \right] \\ &\quad + \sigma_3 \left[\frac{s_{11} + 2s_{12} + s_{44}}{3} - \frac{s_{44}}{4} \sin^2 \psi \right] \end{aligned} \quad (17)$$

Die vier Unbekannten σ_1 , σ_2 , σ_3 und d_0 sind nicht linear unabhängig. Zur Bestimmung der drei Spannungen muß der ungedehnte Gitterparameter d_0 vorgegeben werden. Die Genauigkeit läßt sich durch Messung von mehr als drei Reflexen und anschließendem Least-Square-Fit steigern.

Die Gleichung gibt die Dehnungen nach Reuss. Beim Voigtschen Ansatz fehlt als einziger Unterschied der Term mit $\sin 2\psi$. Das bedeutet einen linearen $d(\sin^2 \psi)$ -Zusammenhang. In dieser Arbeit werden stets die Spannungswerte nach Gl. (17) angegeben. Das folgende Beispiel einer Raumtemperatur-Messungen (Messung Nr. 3) an Probe 4.6 zeigt den Unterschied zur linearen $d(\sin^2 \psi)$ -Auswertung. Das zugehörige Schaubild gibt Abb. (4.4). Man erhält:

Auswertung	σ_1 / MPa	σ_2 / MPa	σ_3 / MPa
Gl. (17)	390	350	160
lin. Fit	380	310	140

Diese beiden Extremfälle der Auswertung zeigen also kleinere Abweichungen voneinander als die Meßfehler betragen. Man sieht auch aus der Abb. (4.4) keine große Abweichung zwischen den Meßpunkten und dem linearen Fit. Beim Fitten der beiden Geraden wurde als Bedingung vorgegeben, daß sie bei $\sin^2 \psi = 0$ die d -Achse im gleichen Punkt schneiden. Dies stellt die Eindeutigkeit von ε_3 sicher. Unpassivierte Leiterbahnen dagegen zeigen deutlichere Abweichungen von der Linearität (s. Abb. (4.26)).

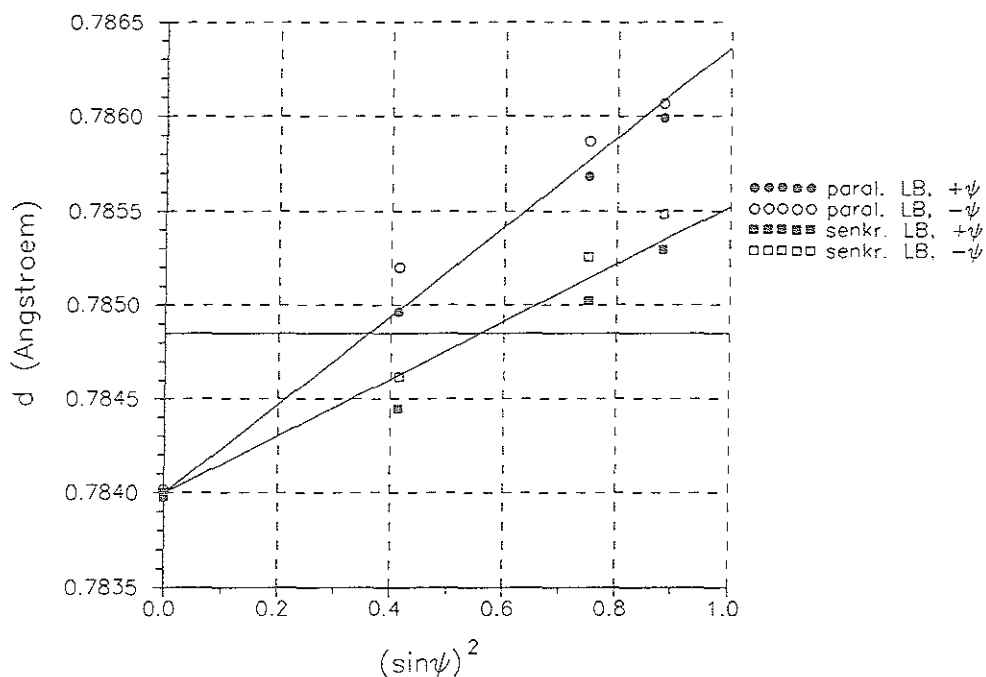


Abb. (4.4): Probe 4.6, Messung Nr. 3; abschließende Messung des Temperzyklus bei Raumtemperatur. Die Symbole geben die bestimmten d -Werte, die Geraden den linearen Fit. Die durchgezogene waagrechte Linie gibt $d_0 = 0,784850$ Å.

Temperaturabhängigkeit der elastischen Konstanten:

Die elastischen Konstanten c_{ij} und Koeffizienten s_{ij} sind temperaturabhängig. Es gilt [65] [66]:

	Raumtemperatur	700 K
s_{11}	$2,34 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$	$2,68 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$
s_{12}	$-1,07 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$	$-1,24 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$
s_{44}	$2,38 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$	$2,71 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$
c_{11}	$19,0 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$	$17,6 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$
c_{12}	$16,1 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$	$15,1 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$
c_{44}	$4,2 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$	$3,7 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$

Sie treten bei der Auswertung oft nur in Kombinationen auf (s. Gln. (13), (16), (17)). Alle Auswertungen wurden mit den Raumtemperatur-Werten durchgeführt. Bei den spezifischen Au-Werten sind die dadurch bedingten Fehler geringer als die sonstigen Ungenauigkeiten. Dies zeigt im folgenden je ein Beispiel einer Messung am Vollfilm bzw. an passivierten Leiterbahnen.

- Vollfilm: In die Spannungsberechnung geht nach Gl. (21) das Matrixelement s_{44} ein. Bei der in Abb. (4.10) gezeigten Messung gilt bei 420 °C:

$$\sigma(420^{\circ}C) = 42 \text{ MPa} \quad \text{mit } s_{44}(293 \text{ K}) \text{ bzw.}$$

$$\sigma(420^{\circ}C) = 36 \text{ MPa} \quad \text{mit } s_{44}(700 \text{ K}).$$

Die relative Abweichung zwischen den beiden Werten beträgt 14 % und ist bei niedrigeren Temperaturen noch kleiner.

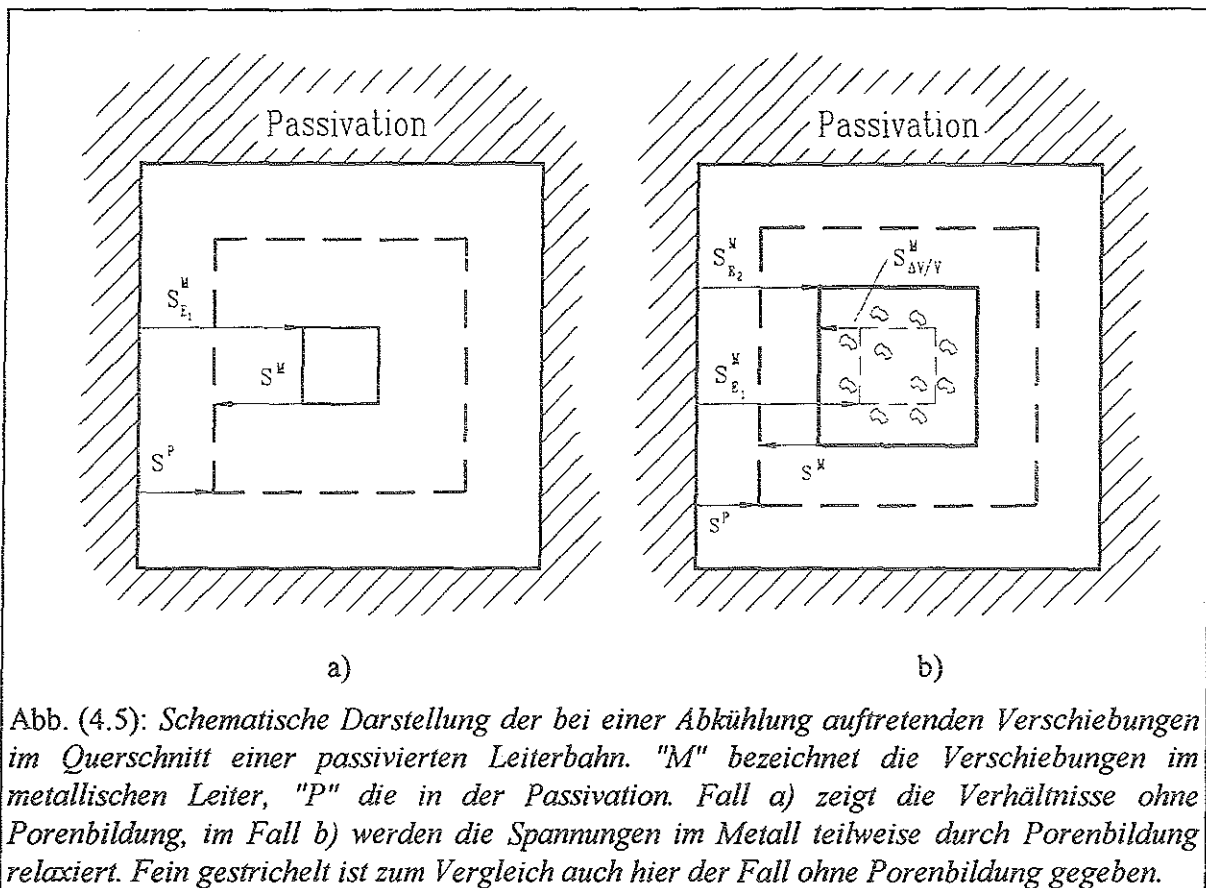
- Bei den passivierten Leiterbahnen ist der Effekt noch wesentlich kleiner, da dort nur Kombinationen der s_{ij} eingehen. Eine Messung an Probe 4.6 bei 425 °C (Temperaturzyklus Nr. 6) ergibt:

	σ_1 / MPa	σ_2 / MPa	σ_3 / MPa
Rechnung mit $s_{ij}(293 \text{ K})$	-211	-213	-172
Rechnung mit $s_{ij}(700 \text{ K})$	-210	-211	-175

4.3. Elastisches Verhalten eingebetteter Leiterbahnen

Der Abbau mechanischer Spannungen kann durch zwei verschiedene Prozesse geschehen. Der eine beruht auf Versetzungsbewegungen und ist volumenerhaltend. Der andere beruht auf der Bildung von Hohlräumen. Um das gebildete Hohlraumvolumen in den passivierten Leiterbahnen abschätzen zu können, wird eine Beziehung benötigt, die die gemessenen Spannungen mit dem Porenvolumen verknüpft. Eine solche liefert die Eshelby-Theorie. Sie geht von ellipsoidförmigen Einschlüssen (Metall "M") in einer unendlich ausgedehnten Matrix (Passivation "P") aus [67] [68]. An der Grenzschicht zwischen Einschluss und Passivation liegen Kräfte- bzw. Spannungsgleichgewicht vor: $\sigma^M = \sigma^P = \sigma$. Nach [69] können quaderförmige Leiterbahnen in endlicher Passivation hinreichend gut mit der Eshelby-Theorie beschrieben werden.

Abb. (4.5) zeigt die Verschiebungen s_i im Querschnitt einer quaderförmigen Leiterbahn, die bei einer Abkühlung um $\Delta T = T_{\text{Ende}} - T_{\text{Anfang}}$ auftreten. Es ist sowohl der Fall ohne als auch mit Porenbildung im Metall dargestellt. Haften Metall und Passivation aneinander, so liegt die (dick) gestrichelt gezeichnete Geometrie vor. An dieser Grenzfläche herrschen dann die Spannungen σ_{ij} . Trennt man (gedanklich) diese Verbindung auf, so nimmt die - (hypothetisch) freie und damit ungedehnte - Leiterbahn das geschlossen gezeichnete innere Volumen ein, die Passivation zieht sich auf die äußere Umrandung zurück. Im folgenden werden nur noch Dehnungen betrachtet. Sie sind die partiellen Ortsableitungen der Verschiebungen.



Die nach Eshelby "Eigendehnung" genannte Größe $\epsilon_{E1,ij}^M$ beschreibt die Verformung der hypothetisch freien Leiterbahn, die ihr aufgeprägt werden muß, um sie an die - nach der Durchtrennung ungedehnte - Passivation anstoßen zu lassen. Sie setzt sich aus den Dehnungen in Leiterbahn und Passivation zusammen, die beide einnehmen, wenn sie aneinander haften:

$$\epsilon_{E1,ij}^M = \epsilon_{ij}^P - \epsilon_{ij}^M$$

Die Eshelby-Theorie verknüpft die Eigendehnung $\epsilon_{E1,ij}^M$ mit den Spannungen σ_{kl} an der Grenzfläche zwischen Leiterbahn und Passivation:

$$\epsilon_{E1,ij}^M = (T_{ijkl}^P + s_{ijkl}^P - s_{ijkl}^M) \sigma_{kl} \quad (18)$$

T_{ijkl}^P : Verknüpft die Eigendehnungen mit den Spannungen im Fall, daß Passivation und Metall dieselben elastischen Koeffizienten haben. Die beiden zusätzlichen Summanden geben die Abweichungen an, wenn Passivation und Einschluß unterschiedliche elastische Koeffizienten haben.

s_{ijkl}^P : Elastische Koeffizienten der Passivation

s_{ijkl}^M : Elastische Koeffizienten des Metalls

In reduzierter Matrixschreibweise gilt für eine isotrope, homogene Passivation und bei longitudinal unendlich ausgedehnten Leiterbahnen mit Aspektverhältnis $\alpha = \frac{\text{Höhe}}{\text{Breite}}$:

$$(T^P + s^P) = \frac{1}{E^P} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & -2(1-\nu^P)\alpha & (1+\nu^P)(1-2\nu^P) \\ 0 & (1+\nu^P)(1-2\nu^P) & -2(1-\nu^P)\alpha^{-1} \end{pmatrix}$$

Für Si_3N_4 gilt [70]:

Elastizitätsmodul $E^P = 150 \text{ GPa}$

Poisson-Zahl $\nu^P = 0,25$

Für Metalle mit kubischem Gitter und $\langle 111 \rangle$ -Textur gilt:

$$s^M = \begin{pmatrix} A & B - \frac{s_0}{6} & B \\ B - \frac{s_0}{6} & A & B \\ B & B & A - \frac{s_0}{6} \end{pmatrix}$$

Mit: $A = s_{12} + \frac{s_0}{2} + \frac{s_{44}}{2}$, $B = s_{12} + \frac{s_0}{3}$, $s_0 = s_{11} - s_{12} - \frac{s_{44}}{2}$

s_0 : Anisotropiefaktor

Zahlenwerte für Au s. S. 51.

Mit den eingesetzten Zahlenwerte wird Gl. (18) numerisch invertiert, um die Spannungen bei gegebenen ε zu berechnen:

$$\sigma = (T^P + s^P - s^M)^{-1} \varepsilon \quad (19)$$

Im Fall elastischer Leiterbahnen ist die Eigendehnung gleich der thermisch induzierten Dehnung: $\varepsilon_{E1}^M = -\Delta\alpha \cdot \Delta T$. Dabei ist:

$\Delta\alpha$: Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Einschluß und umgebender Matrix. Im Temperaturintervall von 20–420 °C gilt für Au und eine "mittlere" Matrix aus Si-Wafer und Si_3N_4 -Passivation:

$$\Delta\alpha = \alpha_{Au} - \alpha_{Matrix} = (15 - 2) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} = 13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

ΔT : Betrachtete Temperaturdifferenz

Spannungsrelaxation in der Leiterbahn kann durch zwei verschiedene grundlegende Mechanismen erfolgen. Der eine erfolgt z. B. durch Versetzungsbewegungen und führt zum Abbau von Scherspannungen ($\sigma_i^M - \sigma_j^M$). Dabei wachsen kleinere Spannungskomponenten auf Kosten der größeren an. Man nennt dies Spannungsumverteilung. Sie ist volumenerhaltend, d. h. die Spur der Eigendehnungen bleibt konstant: $\text{Sp}(\varepsilon_E^M) = \text{const.}$

Der zweite spannungsabbauende Prozeß ist die Bildung und das Wachstum von Hohlräumen im Metall (Abb. (4.5), b)). Die Eigendehnung ist dann $\varepsilon_{E_2}^M$. Das gebildete Porenvolumen erhält man durch Vergleich mit dem Fall a) aus Abb. (4.5), mathematisch ausgedrückt durch die Differenz der Spur der Eigendehnungen der beiden Fälle. Die folgende Gleichung gilt bei isotroper Betrachtung [35]:

$$\begin{aligned} \left(\frac{\Delta V}{V} \right)^{Poren} &= \text{Sp}(\varepsilon_{E_1}^M - \varepsilon_{E_2}^M) \\ &= -3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T - \text{Sp}((T + s^P - s^M)\sigma^M) \\ &= -3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T - \frac{1}{3K^M}(\sigma_1^M + \sigma_2^M + \sigma_3^M) - \\ &\quad - \frac{2(1-\nu^P)}{E^P} \left[\sigma_2^M \left(a - \frac{1-2\nu^P}{2-2\nu^P} \right) + \sigma_3^M \left(\frac{1}{a} - \frac{1-2\nu^P}{2-2\nu^P} \right) \right] \\ &:= A - B - C \end{aligned} \quad (20)$$

Mit:

$\left(\frac{\Delta V}{V} \right)^{Poren}$: Porenvolumen ΔV in Relation zum Gesamt-Probenvolumen V . Positives Vorzeichen bedeutet Volumenzunahme der Poren.

K^M : Kompressionsmodul des Einschlusses; für Au gilt $K^M = 166 \text{ GPa}$ [60]

σ_i^M : Spannungsänderung beim betrachteten Prozeß (Temperatursprung oder isotherme Relaxation); Meßwert

E^P, ν^P, a wie oben

Darin beschreiben die ersten beiden Summanden das elastische Verhalten einer freien Leiterbahn, der dritte Summand berücksichtigt die Reaktion der Passivation auf das geänderte Leiterbahnvolumen. Eine "freie" Volumenänderung $-3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T$ wird teils durch elastisches Nachgeben der Leiterbahn ("B"), teils durch Verformung der Passivation ("C") ausgeglichen. Ein eventueller Rest bedeutet eine Änderung des Porenvolumens. Bei Abkühlung, z. B. von $\sigma_i^M(T) = 0$ auf Raumtemperatur, sind alle $\sigma_i^M > 0$ und mit $\Delta\alpha > 0$ (s. o.), $\Delta T < 0$ gilt: $-3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T > 0$.

Zur Charakterisierung des Spannungszustands werden ferner definiert:

– Als hydrostatischer Spannungsanteil: $\sigma_{hyd} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$

– Als mittlere Scherspannung: $\sigma_{Scher} = \frac{1}{\sqrt{2}} \left[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 \right]^{1/2}$

Diese kann nach dem von Mises-Kriterium nicht größer werden als die Fließspannung σ_F : $\sigma_{Scher} \leq \sigma_F$. Die Fließspannung gibt als Materialparameter die Grenze an, ab der die Scherspannungen durch instantane plastische Dehnungen abgebaut werden. Dies geschieht

durch schnelle Versetzungsbewegungen und ist volumenerhaltend. Als Materialkonstante sollte σ_F bei Vollfilmen bzw. Leiterbahnen des gleichen Materials gleich sein.

Abweichungen zu obiger Theorie sind zum einen zu erwarten wegen der nicht gegebenen quaderförmigen Geometrie. Unsere Leiterbahnen haben trapezförmige Querschnitte. Zum anderen, und in den Auswirkungen größer, bedingt die endliche Passivation Differenzen zur Theorie, die ja von einer unendlichen Passivation ausging. Wie Finite-Elemente-Rechnungen zeigen, weichen besonders die Spannungen σ_3 von den theoretischen Werten ab, da sich eine endliche Passivation als ganzes "durchbiegen" kann.

4.4. Ergebnisse

Untersucht wurden folgende Proben:

- Probe 5, Vollfilm, zur Bestimmung des ungedehnten Gitterparameters d_0 des Au.
- Strukturierte und passivierte Au-Filme (LB = Leiterbahn):
 - Probe 3.2, $2\ \mu\text{m}$ LB-Breite
 - Probe 4.6, $6\ \mu\text{m}$ LB-Breite
 - Probe 5, $1\ \mu\text{m}$, $2\ \mu\text{m}$ und $6\ \mu\text{m}$ LB-Breite
- "Entpassivierte", strukturierte Au-Filme: Bei Probe 3.2 und Probe 5.6 wurde durch ein RIE-Verfahren die Passivation wieder entfernt.

4.4.1. Vollfilm

Die Vollfilmmessungen erfolgten im wesentlichen zur Bestimmung des ungedehnten Au-Gitterparameters $d_0(T)$ in Abhängigkeit von der Temperatur T . Es wurden an Probe 5 drei Temperatur-Zyklen mit den Messungs-Nr. 1-3 gemessen (in Tab. (4.1) auf S. 64 am Ende des Vollfilm-Abschnitts sind alle durchgeführten RSE-Experimente aufgelistet). Alle Messungen erfolgten am gleichen Stück der Probe 5. Am Ende aller Messungen dieser Arbeit wurde nochmals $d_0(20^\circ\text{C})$ gemessen. Es zeigten sich keine Veränderungen gegenüber den ersten Messungen, wobei der zeitliche Abstand ca. sieben Monate betrug.

Abb. (4.6) zeigt die Au-[333]-Reflexe bei Raumtemperatur und bei 420°C . Man sieht:

- Der Fit des α_1 -Peaks ist sehr gut, beim α_2 -Reflex treten untergrundbedingt stärkere Abweichungen zwischen Meßkurve und Fitfunktion auf (besonders deutlich bei der Raumtemperatur-Messung bei ca. Kanalnummer 1050). Am Fit des Si-Reflexes (Abb. (4.3)) mit seinem höheren Signal-Untergrund-Verhältnis sieht man, daß sowohl α_1 - als auch α_2 -Reflex gut angepaßt werden. Das bedeutet, daß die Anlage gut justiert war. Bei der Au-Reflexlagen-Bestimmung wurde als ausreichend angesehen, wenn die α_1 -Position

im Rahmen der Fitstatistik perfekt war. Denn lediglich sie wird in der weiteren Auswertung verwendet.

- Die Standardabweichung σ der angepaßten Gaußverteilung beträgt:

$$\sigma(25^\circ\text{C}) = 49 \text{ Kanäle} \approx 0,33^\circ \quad (\text{in } 2\theta)$$

$$\sigma(420^\circ\text{C}) = 34 \text{ Kanäle} \approx 0,23^\circ$$

Die Peakbreite ist zum einen ein qualitatives Maß für Spannungsinhomogenitäten von Korn zu Korn. Sie ist bei hoher Temperatur, wo der Film eine kleinere Spannung aufweist, kleiner als bei Raumtemperatur. Mit dem Abkühlen wächst also nicht nur der Mittelwert der Spannungen, sondern auch die Breite der Spannungsverteilung. Ein weiterer Grund für die Kurvenverbreiterung kann eine angewachsene Versetzungsdichte sein. Dies bedeutet gestiegene Spannungsinhomogenitäten innerhalb eines Korns.

Abb. (4.7) zeigt beispielhaft die lineare $d(\sin^2\psi)$ -Abhängigkeit bei Raumtemperatur der Messung Nr. 3 von Probe 5. Daraus berechnen sich der ungedehnte Gitterparameter d_0 nach

Gl. (14), S. 48, und die Spannung σ nach Gl. (13), die mit $\varepsilon = \frac{d-d_0}{d_0}$ eine Geradengleichung für d über $\sin^2\psi$ darstellt. Aus der gemessenen Geradensteigung m und dem bestimmten d_0 erhält man:

$$\sigma = \frac{2m}{d_0 \cdot s_{44}} \quad (21)$$

Positives m bedeutet größere Netzebenenabstände mit wachsendem ψ , also bei Ebenen, die stärker gegen die Oberfläche geneigt sind: Zugspannung in der Filmebene. Analog bedeutet negatives m Druckspannung in der Filmebene.

Abb. (4.8) zeigt die gemessenen $d_0(T)$ -Werte bei Messung Nr. 3 von Probe 5. Deutlich ist die gute Übereinstimmung zwischen den Messungen beim Aufheizen und Abkühlen. Systematische Meßfehler sind also sehr klein. Angefittet ist ein Polynom 3. Grades, mit welchem die $d_0(T)$ -Werte für die Auswertung der Leiterbahn-Messungen bestimmt wurden.

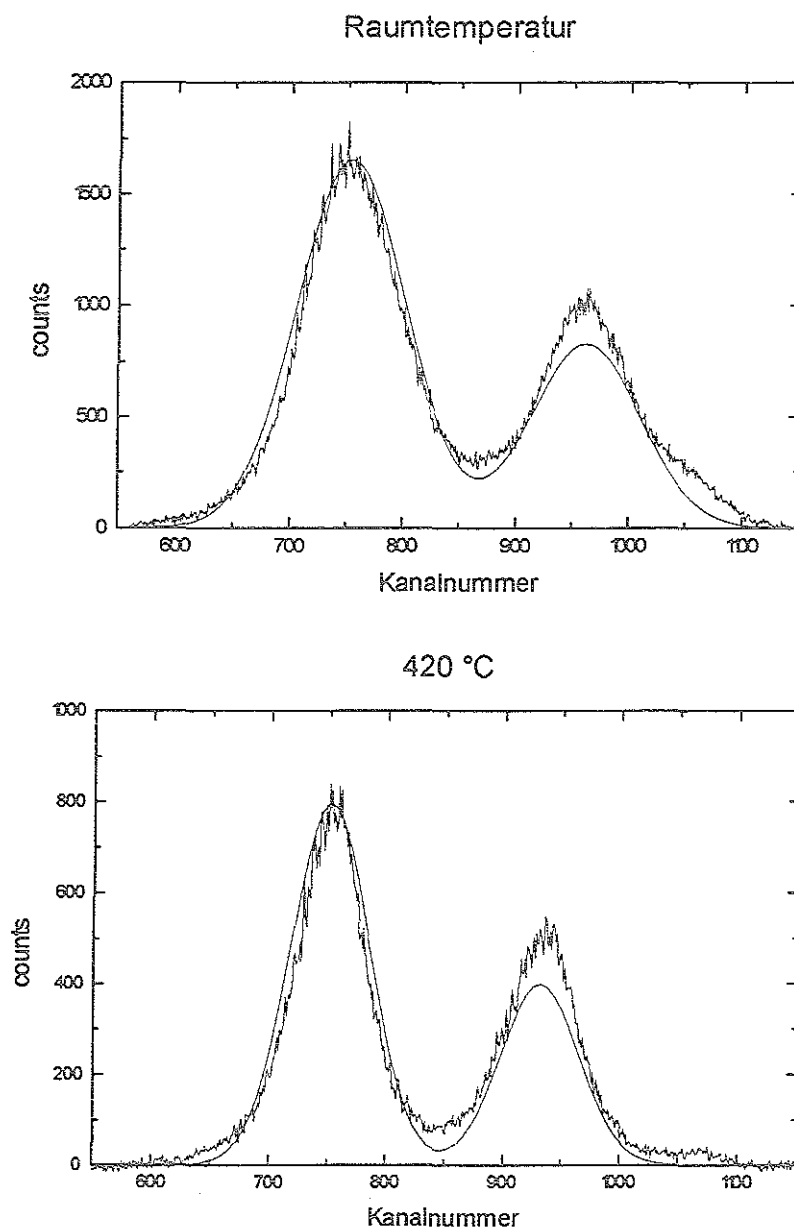


Abb. (4.6): Au-333-Reflexe bei RSE-Messung Nr. 3 von Probe 5 (Vollfilm), oben bei Raumtemperatur, unten bei 420 °C. Dargestellt sind die Linien bei $\psi = 90^\circ$, d.h. Messungen an Ebenen parallel zur Oberfläche. Die glatte Linie ist der Fit einer Doppelgaußfunktion nach Gl. (9).

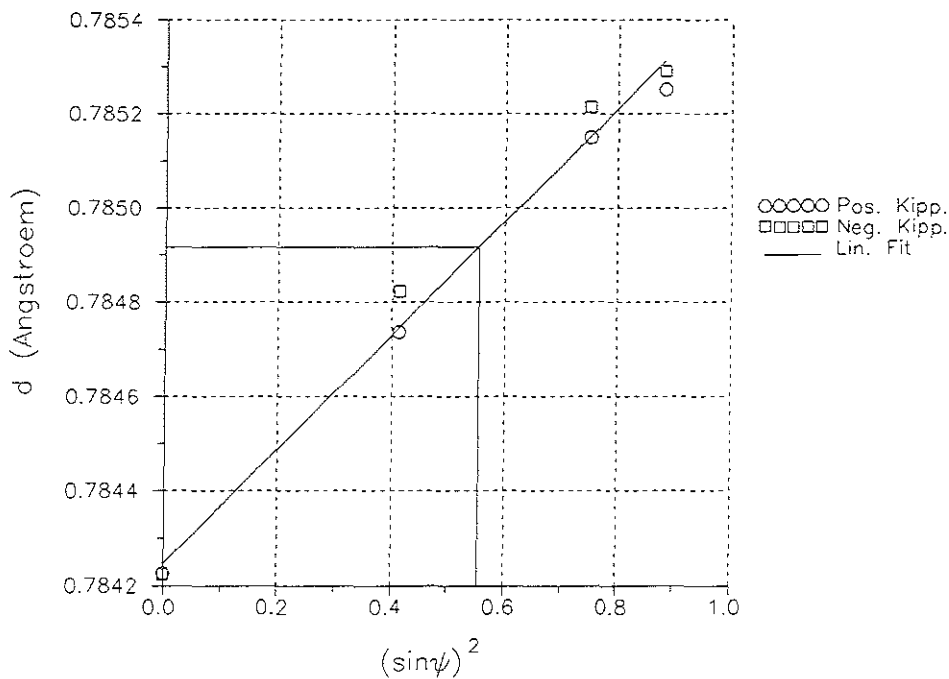


Abb. (4.7): Probe 5, Messung Nr. 3. Gitterparameter $d(\sin^2 \psi)$ des Au bei Raumtemperatur. "Positive Kippungen" sind die Kippungen mit $\psi > 0$. Eingetragen sind ferner $\sin^2 \psi_0$ (Gl. (15)) und das daraus bestimmte d_0 (Gl. (14)).

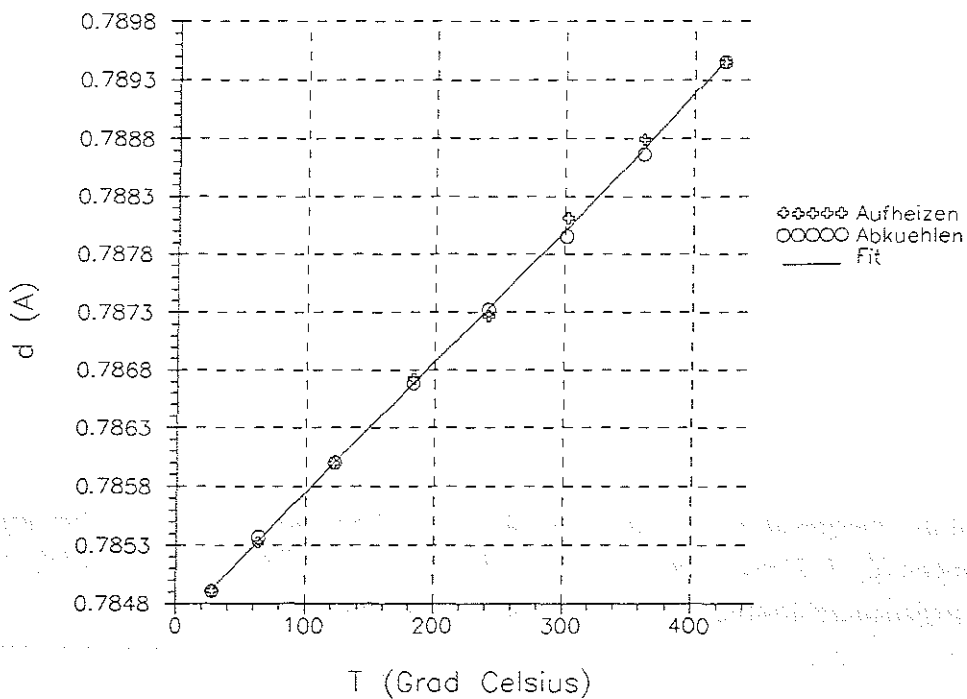


Abb. (4.8): Ungedehnter Gitterparameter $d_0(T)$ der Vollfilmmessung Nr. 3 (Probe 5). Meßwerte und angefitetes Polynom 3. Grades zur Interpolation bei anderen Temperaturen.

Abb. (4.9) zeigt die nach Gl. (14) bestimmten $d_0(T)$ -Werte bei allen drei Vollfilm-Zyklen und den Vergleich mit Literaturwerten für Au. Bei letzteren ist $d_0(25^\circ\text{C}) = 0,784875 \text{ \AA}$ (für den Abstand der {333}-Ebenen) aus Ref. [71] genommen und die thermische Ausdehnung aus Ref. [72]. Es sind jeweils die Fitkurven (Polynome 3. Grades) eingetragen. Der Raumtemperatur-Wert wird durch die Messungen bestätigt. Besonders bei Temperaturen über 100°C sieht man, daß bei einem bestimmten d die gemessene Temperatur stets höher ist als der Literaturwert für dieses d (zur Temperaturmessung s. S. 43), d. h. die Probe ist stets kühler als die Thermoelementanzeige. Dieses Verhalten erklärt sich aus der Position des für die Temperaturmessung verwendeten Thermoelements im Kleber zwischen Ofen und Probe, wogegen die Au-Schicht die Grenze zur Umgebungsluft bildet. Aus Abb. (4.9) sieht man, daß bei 400°C die Differenz zwischen Literaturwert und Mittelwert der drei Meßzyklen ca. 23°C beträgt.

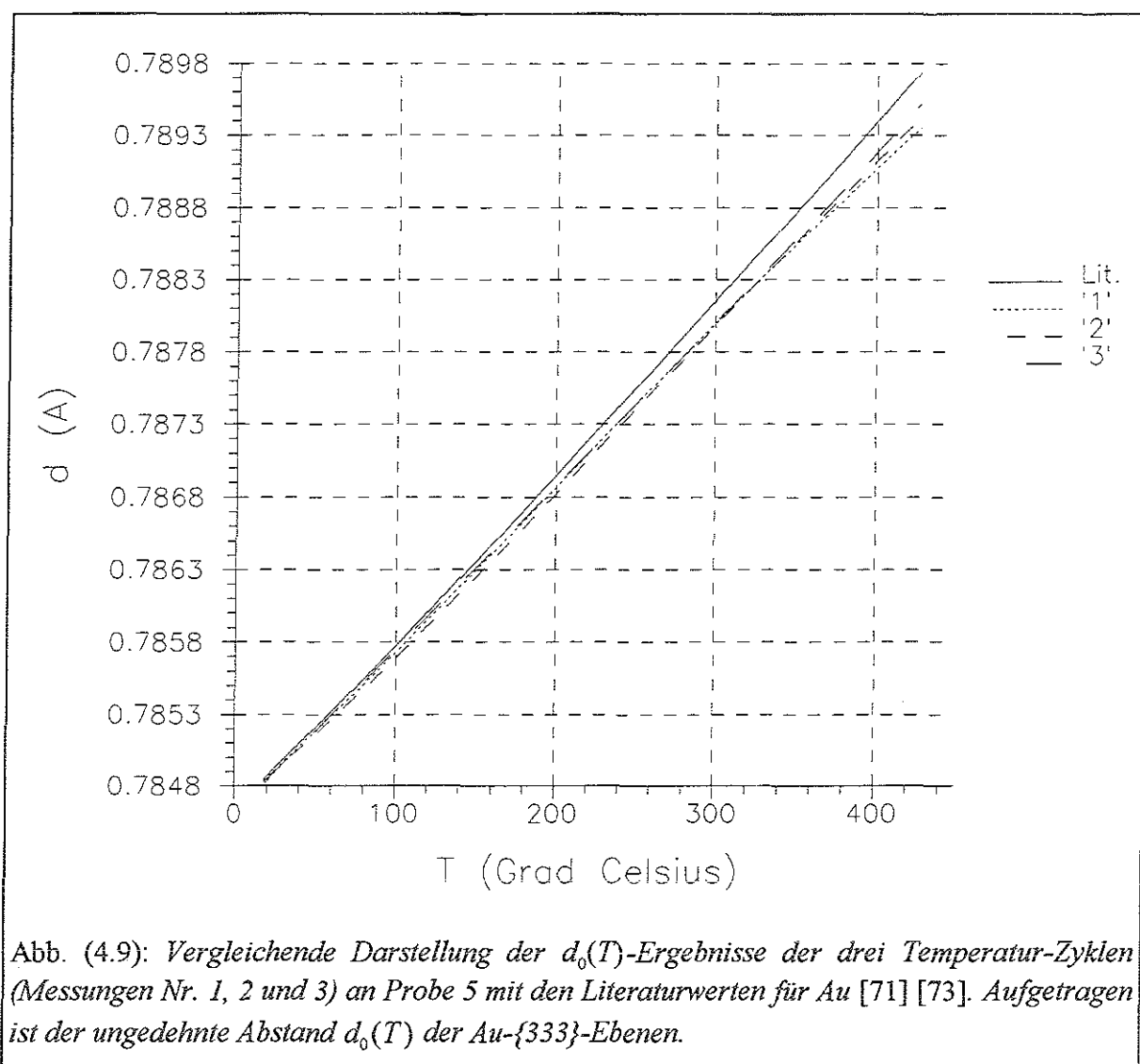


Abb. (4.9): Vergleichende Darstellung der $d_0(T)$ -Ergebnisse der drei Temperatur-Zyklen (Messungen Nr. 1, 2 und 3) an Probe 5 mit den Literaturwerten für Au [71] [73]. Aufgetragen ist der ungedehnte Abstand $d_0(T)$ der Au-{333}-Ebenen.

Für die Auswertungen an strukturierten Filmen wird das gemessene $d_{0,exp}(T)$ verwendet, da bei allen Messungen die Art der Temperaturmessung gleich war. Es kommt nicht auf die absolute Übereinstimmung einer angezeigten Temperatur mit der wahren Probertemperatur an, sondern darauf, daß verschiedene Messungen immer den gleichen T -Wert ergeben. Damit

erfolgt die korrekte Zuordnung der d_0 -Werte bei der Auswertung dreidimensionaler Spannungszustände $\sigma(T)$. Die Ungenauigkeit dabei wird aus den Abweichungen zwischen den drei Vollfilmzyklen bestimmt. Abb. (4.9) gibt 13 °C als maximale Abweichung bei 400 °C. Diese Ungenauigkeit als Fehler in d_0 ausgedrückt beträgt $\Delta d_0 \approx 1 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$. Für einen dreiachsigen Spannungszustand folgt aus Gl. (17) durch partielle Ableitung und unter der Annahme dreier gleicher Spannungen $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = \sigma$ ein $\Delta \sigma$ von ca. 65 MPa. Dieser Fehler ist bei niedrigeren Temperaturen deutlich kleiner, wie Abb. (4.9) zeigt.

Abb. (4.10) zeigt den Spannungsverlauf bei Messung Nr. 3 von Probe 5. Der Startwert ist geringer als der Endwert der Spannung nach dem Zyklus, da vor dem Zyklus die Probe sechs Wochen bei Raumtemperatur gelagert war. Relaxationseinflüsse sind bereits nach einigen Stunden deutlich in Abb. (4.10) zu erkennen.

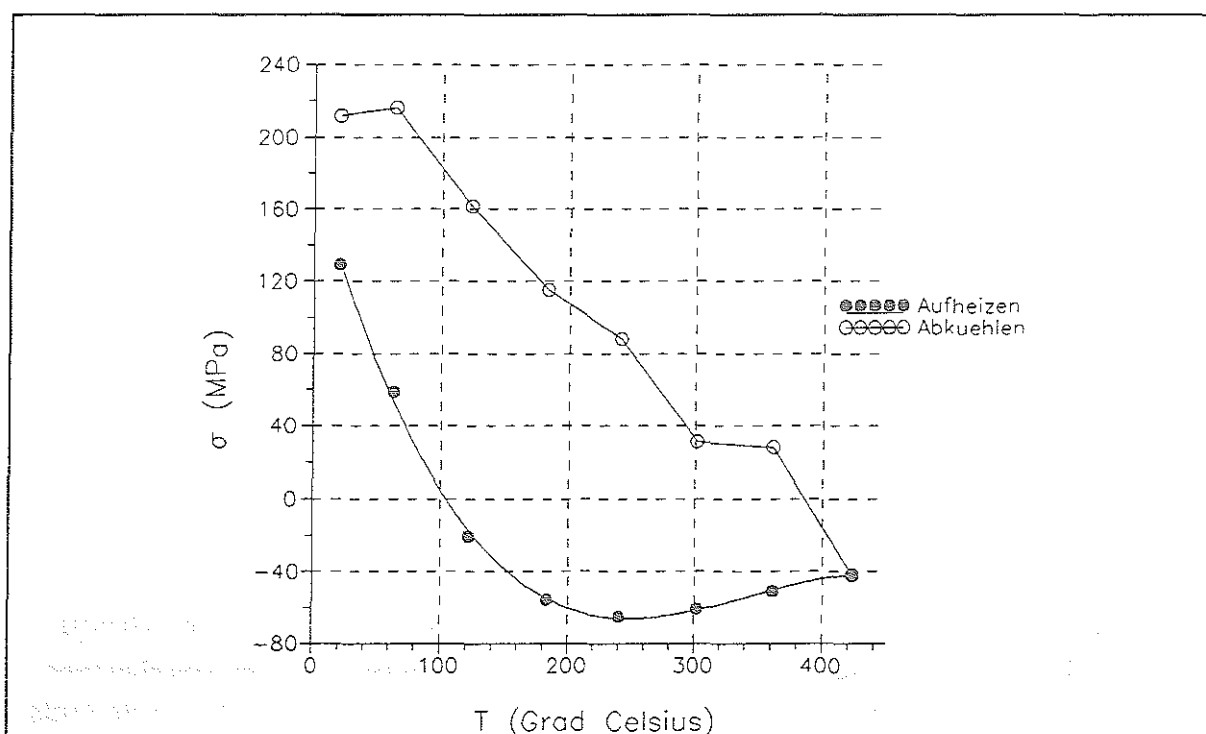


Abb. (4.10): Spannungsverlauf beim Vollfilm-Temperzyklus der Messung Nr. 3 von Probe 5. Beim Abkühlen war vor der Messung bei 300 °C eine Meßpause von ca. 13 h, vor der abschließenden Messung bei Raumtemperatur eine von ca. 18 h. Beidesmale ist deutlich Spannungsrelaxation zu erkennen.

Alle drei gemessenen Zyklen (Messungen Nr. 1-3) zeigen einen ähnlichen Verlauf. Insbesondere liegt bei 400 °C immer Druckspannung von -30 bis -40 MPa vor und der Wert nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur liegt stets bei ca. 210 MPa Zugspannung.

Zum Vergleich gibt Abb. (4.11) eine ältere Messung an einem ebenfalls 1,2 µm dicken Vollfilm [63]. Dabei wurde der Film bis auf ca. 520 °C aufgeheizt. Der $\sigma(T)$ -Verlauf stimmt beim Aufheizen gut mit den Messungen dieser Arbeit überein. Der Nulldurchgang liegt beidemale bei ca. 120 °C und es werden jeweils maximale Druckspannungen von ca. 60 MPa aufgebaut. Durch das Aufheizen auf höhere Temperaturen wird bei der älteren Messung die

Druckspannung fast vollständig abgebaut. Beim Abkühlen werden bei ihr bei niederen Temperaturen kleinere Zugspannungen von max. 150 MPa erreicht als bei den Messungen an Probe 5. Dies ist darauf zurückzuführen, daß in [63] die Messung jedes einzelnen Spannungswertes wegen einer langsameren Temperaturregelung länger dauerte als bei den neueren Messungen an Probe 5. Damit fand im früheren Temperaturzyklus eine größere Spannungsrelaxation statt.

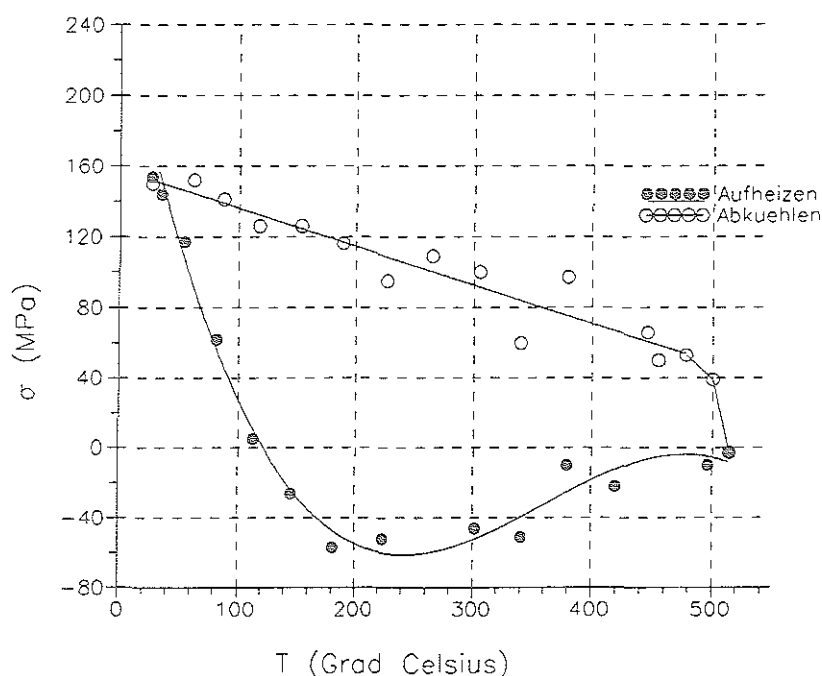


Abb. (4.11): Spannungsverlauf $\sigma(T)$ an einem ebenfalls 1,2 μm dicken Vollfilm [63].

Einen Vergleich mit einer $\sigma(T)$ -Messung nach der Waferbiege-Methode an einem ebenfalls ca. 1,2 μm dicken Vollfilm zeigt die Abb. (4.12) [74]. Die Messungen erfolgten von Raumtemperatur bis ca. 470 °C. Beim Aufheizen werden wegen der schnelleren Meßmethode größere Drücke erreicht. Der Nulldurchgang der Spannung findet bei höherer Temperatur als bei den RSE-Experimenten statt. Allerdings lag der Startwert mit ca. 70 °C und 200 MPa höher als bei den RSE-Experimenten. Beim Abkühlen sind die gemessenen Zugspannungen ähnlich denen von Probe 5, insbesondere liegt der maximal erreichbare Wert mit ca. 210 MPa bei dem in dieser Arbeit gemessenen. Bei allen drei dargestellten Messungen werden beim Abkühlen bereits ca. 20 °C unterhalb der jeweiligen Maximaltemperatur wieder Zugspannungen aufgebaut.

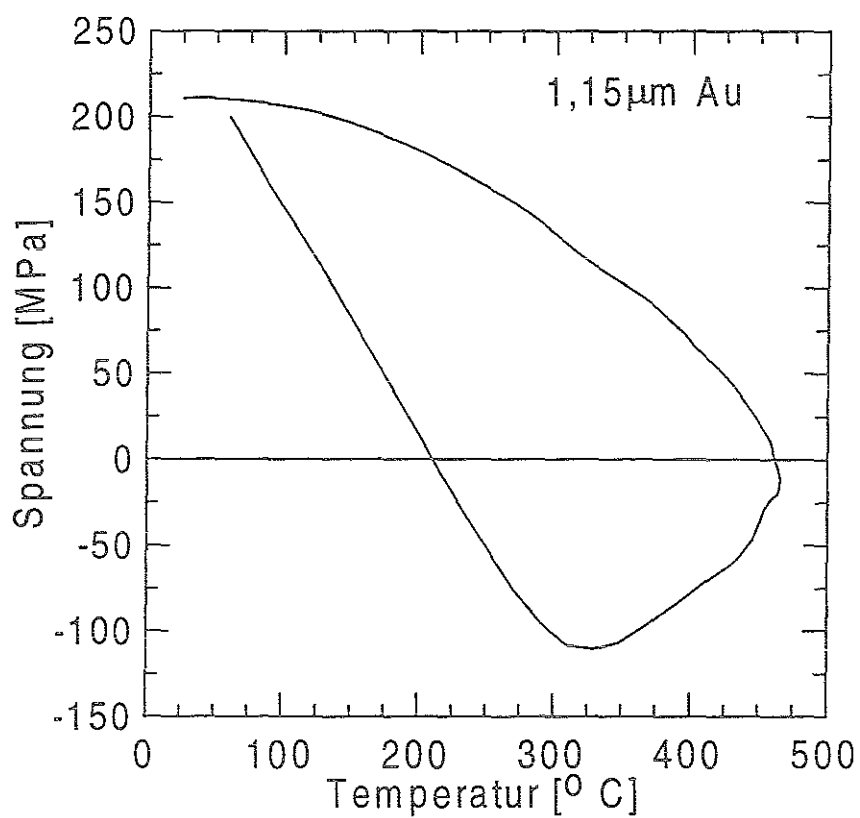


Abb. (4.12): Spannungsverlauf $\sigma(T)$ an einem 1,24 μm dicken Vollfilm, gemessen mit der Waferbiege-Methode [74].

Probe	Nr. der RSE-Messung	passiviert (p) unpass. (-)	Zeit nach Aufdampfung / nach Passivierung	Messung / Zyklus
3.2	1	-	6 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	2	p	9 Mon. / 1 Mon.	20°C
	3	p	12 Mon. / 4 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	4	p	-"-	20°C → 400°C → 250°C
	5	p	-"-	3 d isotherm bei 250°C
	6	p	20 Mon. / 12 Mon.	20°C
	7	- (Pass. entfernt)	21 Mon.	20°C
4.6	1	-	6 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	2	p	9 Mon. / 1 Mon.	20°C
	3	p	12 Mon. / 4 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	4	p	-"-	20°C → 400°C → 250°C
	5	p	-"-	3 d isotherm bei 250°C
	6	p	20 Mon. / 12 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
5 (Vollfilm)	1	-	14 Mon.	20°C → 420°C → 20°C
	2	-	16 Mon.	20°C → 420°C → 20°C
	3	-	18 Mon.	20°C → 420°C → 20°C
5.1	1	p	16 Mon. / 0,5 Mon.	100°C → 400°C → 20°C
5.2	1	p	18 Mon. / 2,5 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	2	p	19 Mon. / 3,5 Mon.	4 d isotherm bei 250°C
5.6	1	p	19 Mon. / 3,5 Mon.	20°C → 400°C → 20°C
	2	p	-"-	5 d isotherm bei 250°C
	3	- (Pass. entfernt)	21 Mon.	20°C
7.1 a)	1	p (o. Mo)	21 Mon. / 0,5 Mon.	20°C
7.1 b)	2	p (m. Mo)	-"-	20°C
4.1	1	p	21 Mon. / 10 Mon.	20°C (SAXS-Probe)
6.2	1	p	21 Mon. / 11 Mon.	20°C (SAXS-Probe)

Tab. (4.1): Durchgeführte RSE-Experimente. Sie werden für jede Probe fortlaufend nummeriert.

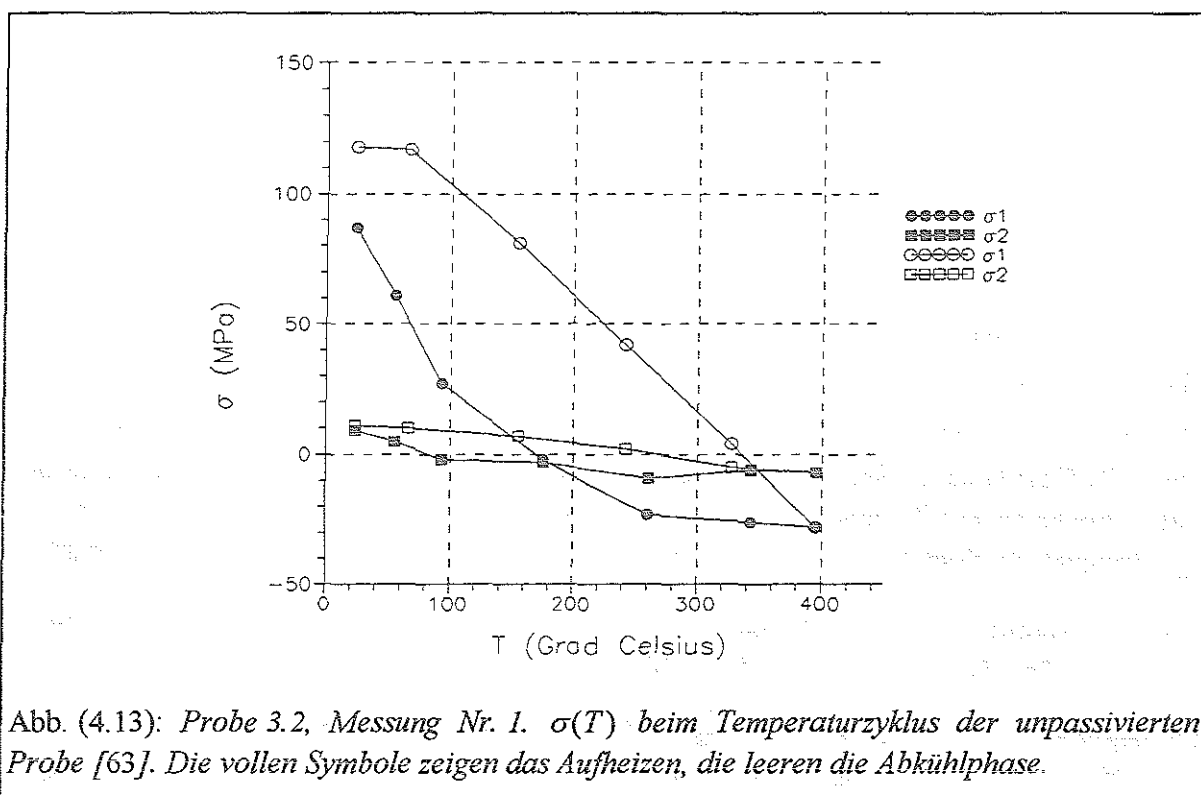
4.4.2. Passivierte Leiterbahnen

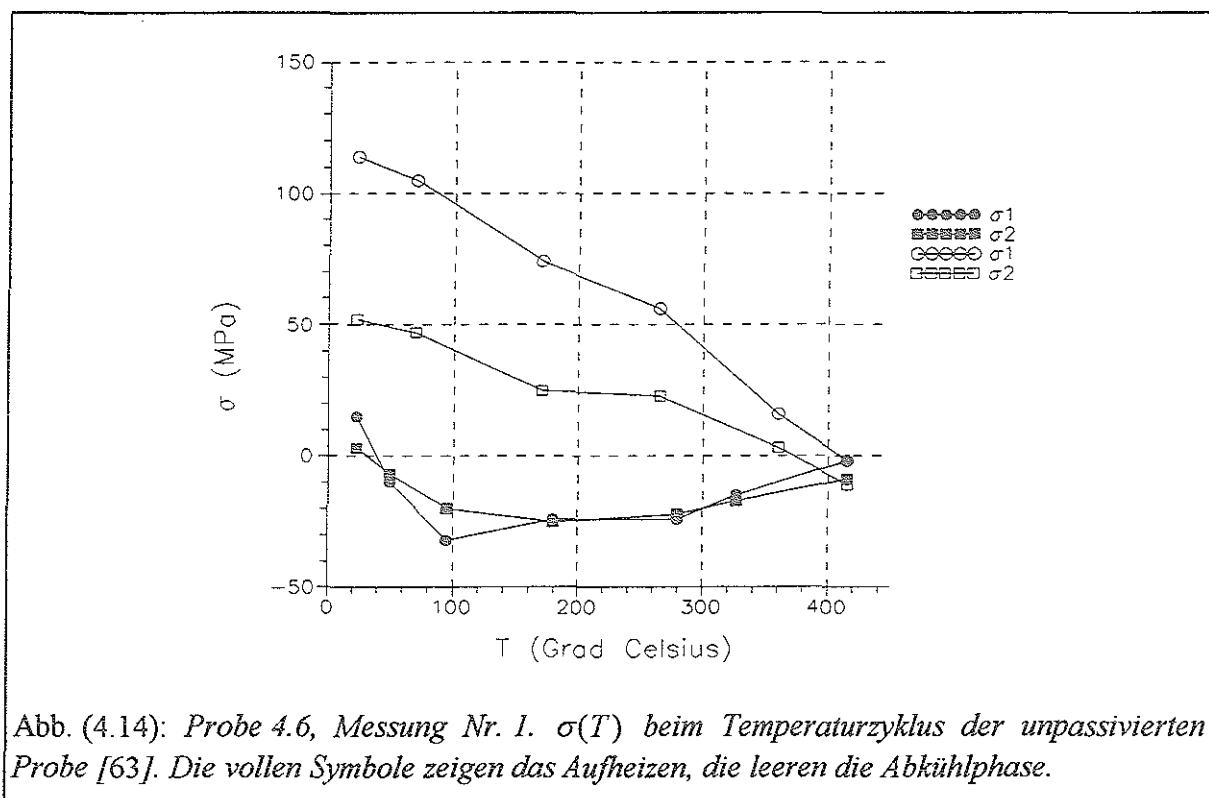
Bei den Experimenten ergaben sich zwei Arten von Proben, die Typen "A" und "B". Proben des Typs "A" (3.2 und 4.6) zeigten nach ihrer Passivierung große dreidimensionale Spannungen und mit zunehmender Beobachtungszeit auffällige Veränderungen. Proben des Typs "B" (4.1, 5.1, 5.2, 5.6, 6.2 und 7.1) zeigten weder ähnlich große Spannungen noch zeitliche Änderungen. Die Details werden im folgenden ausgeführt.

4.4.2.1. Typ "A"

Vom Typ "A" sind die Proben 3.2 und 4.6. Beide wurden mehrfach untersucht. Tab. (4.1) führt alle durchgeführten Messungen in Kurzform auf. Die Ergebnisse dabei sind im folgenden in chronologischer Reihenfolge angegeben.

1. Unpassivierte Proben: Die jeweiligen Messungen Nr. 1 und 2 der beiden noch unpassivierten Proben wurden im Rahmen einer vorangegangenen Arbeit durchgeführt [63]. Die Ergebnisse der Temperaturzyklen daraus zeigen die Abb. (4.13) und (4.14).





Für den ungedehnten Gitterparameter d_0 wird der Literaturwert bestätigt. Wie erwartet stimmen bei beiden Proben die Spannungen σ_1 in Leiterbahnlängsrichtung überein. Quer zur Leiterbahn ist die Spannung σ_2 bei den $2\mu\text{m}$ breiten Leiterbahnen über den gesamten Temperaturbereich nahezu Null. Bei den breiteren Leiterbahnen wird ein Wert von σ_2 beobachtet, der beim Aufheizen im Druckbereich gleich groß ist wie σ_1 , wobei beide jedoch nur maximal 30 MPa erreichen. Beim Abkühlen auf Raumtemperatur erreicht σ_2 mit ca. 50 MPa Zugspannung einen ungefähr halb so großen Wert wie σ_1 . Die Spannungswerte nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur sind, auch in Leiterbahnrichtung, kleiner als bei den Messungen am Vollfilm dieser Arbeit (Probe 5, Messungen Nr. 1-3). Der Grund dafür liegt in den längeren Meßzeiten (mehr Temperaturpunkte und langsamere Temperaturregelung) bei den Messungen Nr. 1 der Proben 3.2 und 4.6 und den daraus resultierenden größeren Relaxationseffekten schon während des Zyklus.

2. Passivierte Proben bei Raumtemperatur: Erste Messungen (Nr. 2) an den passivierten Proben 3.2 und 4.6 erfolgten an einer anderen Röntgenanlage als der für diese Arbeit verwendeten [63]. Ihnen ging eine mehrstündige 480°C -Temperung voraus. Die Auswertung erfolgte unter der Annahme des Literaturwertes für den Gitterabstand der Au-{333}-Ebenen $d_0(25^\circ\text{C}) = 0,784875\text{ \AA}$. In folgender Tabelle (4.2) sind zum Vergleich die Werte aus der jeweiligen Messung Nr. 3., die am Zyklusbeginn, also ebenso nach dem Abkühlen von einer mehrstündigen Temperung bei ca. 420°C , erhalten wurden, angegeben:

	Probe 3.2		Probe 4.6	
Messung Nr.	2	3	2	3
σ_1 [MPa]	480	510	460	330
σ_2 [MPa]	460	440	430	290
σ_3 [MPa]	340	330	310	110

Tab. (4.2): *Proben 3.2 und 4.6, Vergleich der Spannungen bei Raumtemperatur zwischen den Messungen Nr. 2 und 3 (drei Monate zeitlicher Abstand)*

Man sieht daraus, daß bei Probe 3.2 die im Abstand von ca. drei Monaten erhaltenen Werte übereinstimmen. Bei Probe 4.6 zeigen alle drei Spannungen nach der dreimonatigen Lagerzeit bereits verminderte Werte. Dies setzt sich in den nächsten acht Monaten fort und tritt nach dieser Zeit auch bei Probe 3.2 auf. Es wurde bei den Messungen Nr. 2 und 3 keine Si-Referenz gemessen. Der maximale Fehler könnte daher ± 100 MPa betragen (s. S. 45). Obwohl die Messungen Nr. 2 bzw. 3 an verschiedenen Anlagen erfolgten, werden keine systematischen Abweichungen der Spannungswerte der beiden Proben beobachtet. Deshalb scheinen die obigen Folgerungen über das zeitliche Verhalten der Spannungen erlaubt zu sein.

3. Erste Temperaturzyklen der passivierten Proben: Im Rahmen der vorliegenden Arbeit erfolgten die Messungen Nr. 3-5 als erste Tests für die Messung von Temperaturzyklen passivierter Proben noch ohne Si-Referenz. Einen Tag (Probe 4.6) bzw. vier Tage (Probe 3.2) vor dem Temperaturzyklus der Messung Nr. 3 wurden die Proben eine Stunde bei 400 °C an Luft getempert.

Für Probe 3.2 geben die Abb. (4.15) - (4.17) die Spannungen in den drei Raumrichtungen während der Messung Nr. 3 an. Zwischen der abschließenden Messung beim Aufheizen auf 400 °C und der ersten vor dem anschließenden Abkühlen wurde die Probe 17 h bei dieser maximalen Temperatur gehalten. Man sieht:

- Bei niederen Temperaturen ist σ_1 in Leiterbahnrichtung die größte und σ_3 in der Normalrichtung die kleinste Spannung (s. die obige Tabelle). Bei hohen Temperaturen befinden sich die Leiterbahnen unter einem allseitig gleichen Druck, der bei 400 °C ca. -300 MPa beträgt. Der Spannungshub beim Abkühlen von 400 °C auf Raumtemperatur beträgt:

$$\Delta\sigma_1 \approx 850 \text{ MPa} , \Delta\sigma_2 \approx 780 \text{ MPa} , \Delta\sigma_3 \approx 680 \text{ MPa}$$

- Der Vergleich der beiden Aufheizkurven (Meßreihe Nr. 3 bzw. 4) zeigt gute Übereinstimmung (Abb. (4.18)) ab ca. 150 °C. Bei tiefen Temperaturen sind die Spannungen während des zweitens Aufheizens (Meßreihe Nr. 4) größer. Dies ist verständlich, da das Aufheizen der Meßreihe Nr. 4 direkt auf das Abkühlen von Meßreihe Nr. 3 folgte. Vor dem Aufheizen der Meßreihe Nr. 3 konnte die Probe dagegen vier Tage bei Raumtemperatur relaxieren.
- Es gibt nahezu keine Hysterese zwischen Aufheizen und Abkühlen, d. h. die passivierten Au-Leiterbahnen verhalten sich fast rein elastisch. Bei der Temperung bei konstant 400 °C über 17 h zeigt die Probe in keiner Raumrichtung irgendwelchen Spannungsabbau. Es gibt also bei 400 °C, wo die Leiterbahnen unter maximaler Druckspannung stehen, keinen

Hinweis auf nicht-elastisches Verhalten. Bei einer Temperung bei 250 °C über drei Tage (Messung Nr. 5, Abb. (4.19)) ist wegen der kleinen Absolutwerte der bestimmten Spannungen innerhalb der Fehlergrenzen ebenfalls keine Relaxation erkennbar. Bei Raumtemperatur zeigt ein Vergleich der vor bzw. nach der Messung Nr. 3 aufgenommenen Werte, daß die Startwerte nach viertägiger Lagerung etwas relaxiert sind. Bei niederen Temperaturen befinden sich die Leiterbahnen unter Zug. Sie verhalten sich dabei also anders als unter Druck, wo keine Spannungsrelaxation zu beobachten war.

- Der Nulldurchgang der Spannung liegt bei ca. 200-240 °C. Er liegt damit deutlich unterhalb der nominellen Passivierungstemperatur von 400 °C. Einer der mögliche Gründe dafür ist, daß die tatsächliche Temperatur, die während der Passivierung an den Leiterbahnen herrschte, kleiner war als die Temperatur der Heizplatte (s. Kap. "Passivierung", S. 15). Nach dem dort beschriebenen Verfahren der Passivierung war dies mit großer Sicherheit der Fall, eine Temperaturabsenkung um nahezu 200 °C erscheint aber unwahrscheinlich. Eine weitere, zusätzliche Erklärungsmöglichkeit ist, daß der aus der Vollfilmmessung genommene ungedehnte Gitterparameter d_0 des Au bei diesen Proben nicht mehr zutrifft. Ein kleineres d_0 würde alle Spannungswerte vergrößern, mithin den Nulldurchgang zu höheren Temperaturen verschieben. Der Grund für ein geändertes d_0 könnte die Eindiffusion von Verunreinigungen in das Au bei der Passivierung sein. Eine Abschätzung dieser Effekte liefert einen maximalen systematischen Fehler von 50 MPa. Dies würde den Spannungsnullpunkt um maximal 40 °C verschieben. In Messung Nr. 7 an Probe 3.2 gab es tatsächlich Hinweise auf ein verkleinertes d_0 . Eine dritte Möglichkeit ist, daß die Leiterbahnen während der Passivierung unter Druckspannung standen. Die Messungen an den unpassivierten Proben (Abb. (4.13) zeigen kleine Druckspannungen ab ca. 200 °C. Weiter wäre denkbar, daß sich die Proben durch Gasabgabe aus der Passivation irreversibel verändern. Von Si_3N_4 -Passivierungen ist z. B. bekannt, daß sie beim ersten Tempern nach der Abscheidung Wasserstoff abgeben.

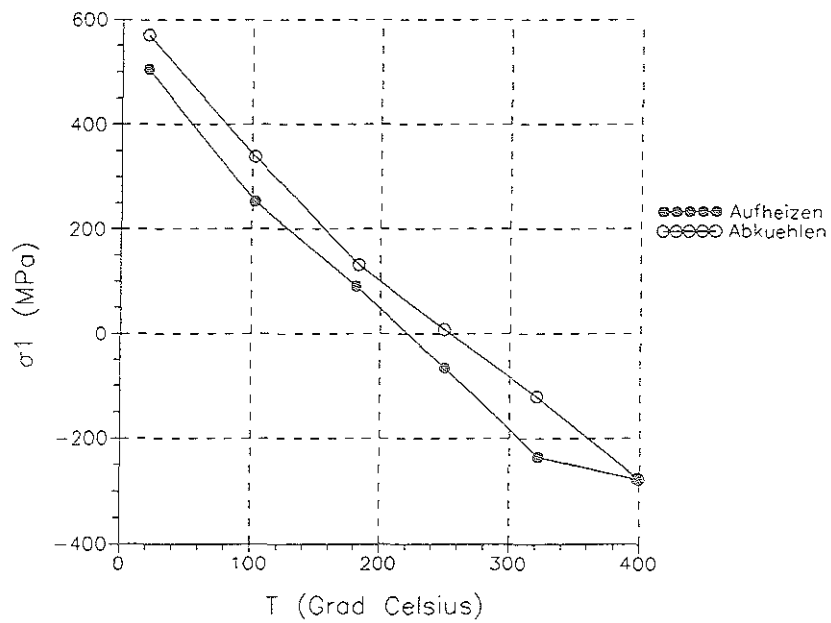


Abb. (4.15): Temperzyklus der Messung Nr. 3 von Probe 3.2. Spannung σ_1 in Leiterbahnrichtung. Zwischen den beiden Messungen bei 400 °C lagen 17 h. Dabei tritt keine meßbare Spannungsrelaxation auf.

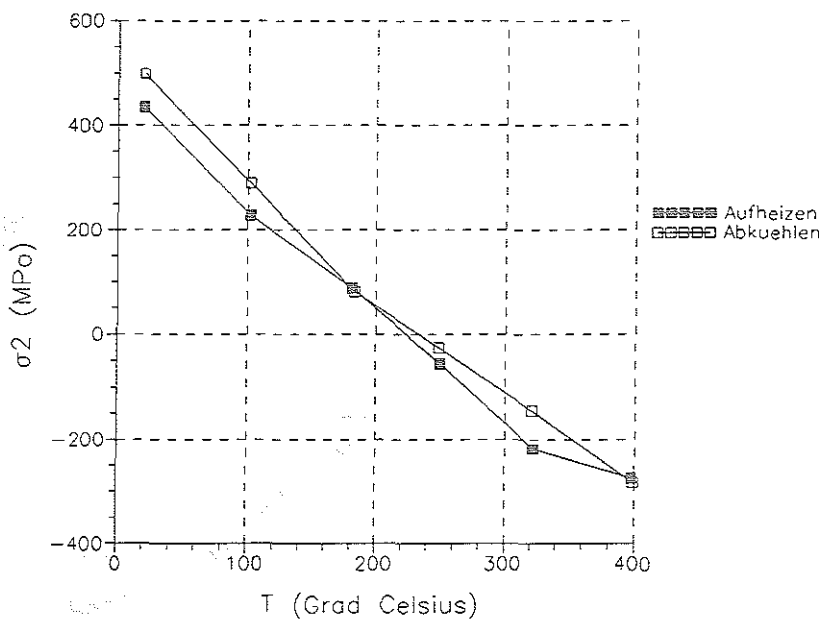


Abb. (4.16): Temperzyklus der Messung Nr. 3 von Probe 3.2. Spannung σ_2 quer zur Leiterbahnrichtung.

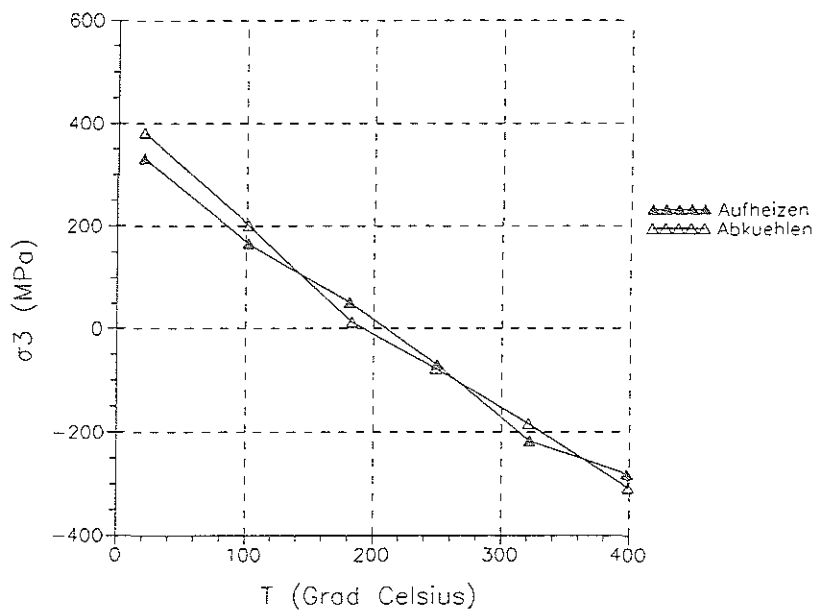


Abb. (4.17): Temperzyklus der Messung Nr. 3 von Probe 3.2. Spannung σ_3 in der Richtung senkrecht zur Leiterbahnebene.

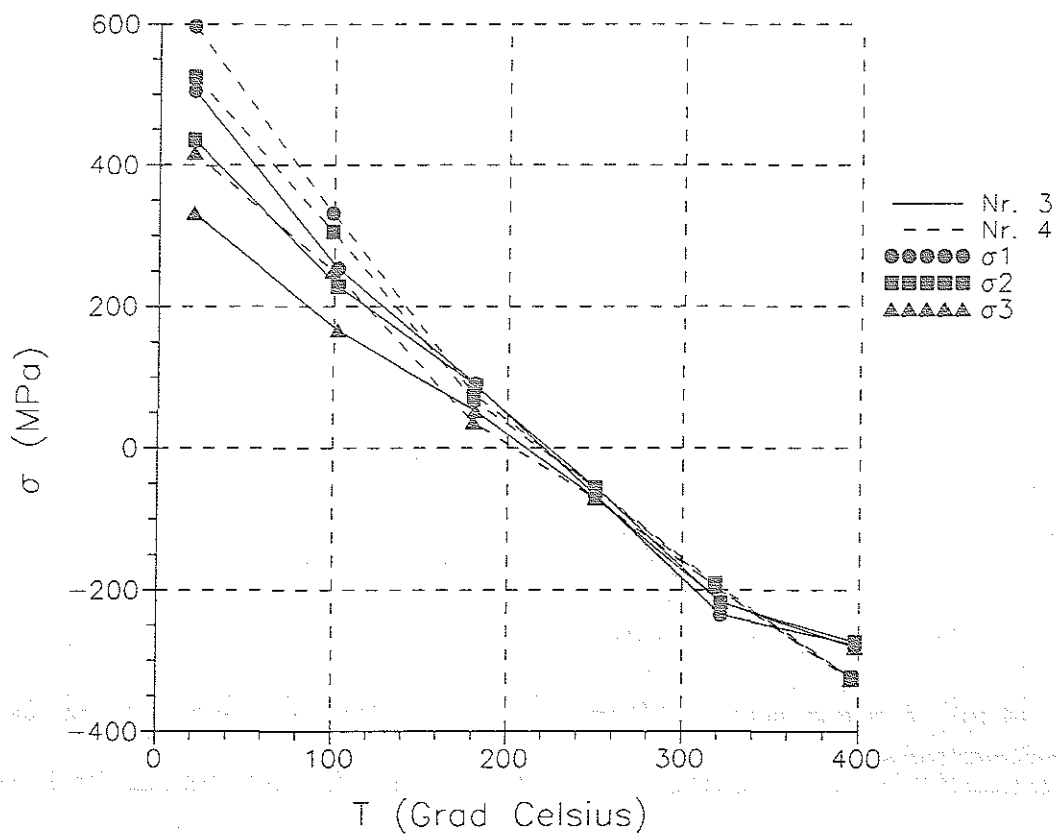


Abb. (4.18): Vergleich der beiden Aufheizungen der Messungen Nr. 3 bzw. 4 der Probe 3.2.

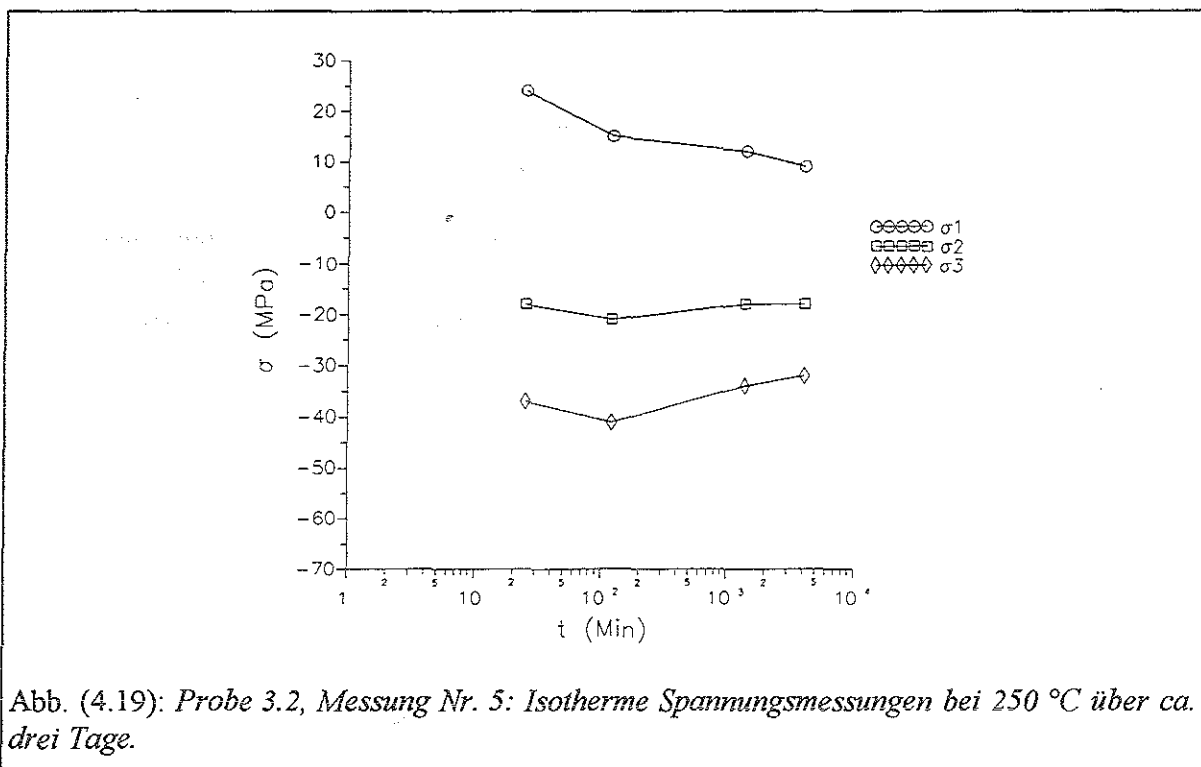


Abb. (4.19): Probe 3.2, Messung Nr. 5: Isotherme Spannungsmessungen bei 250 °C über ca. drei Tage.

Für die Probe 4.6 zeigen die Abbn. (4.20) - (4.22) die Spannungen bei den Temperaturzyklen der Meßreihen Nr. 3 und 4. Die Aufheizungen beider Meßreihen weichen über den gesamten Temperaturbereich voneinander ab. In den Abbn. sind daher die Meßergebnisse beider Aufheizungen (Symbole) mit ihrem arithmetischen Mittel (durchgezogene Linie) eingetragen. Als Ergebnisse bleiben festzuhalten:

- Wie bei Probe 3.2 ist bei niederen Temperaturen im Zugspannungsbereich σ_1 die größte Spannung, σ_3 ist nur ca. halb so groß wie σ_1 . Bei hohen Temperaturen im Druckspannungsbereich sind wieder alle drei Spannungen von ähnlicher Größe. Der Spannungshub beim Abkühlen von 400 °C auf Raumtemperatur ist in allen Richtungen über 200 MPa kleiner als bei Probe 3.2. Er beträgt:

$$\Delta\sigma_1 \approx 580 \text{ MPa} , \Delta\sigma_2 \approx 540 \text{ MPa} , \Delta\sigma_3 \approx 330 \text{ MPa}$$

Im Vergleich zu den Messungen Nr. 2 (s. Tabelle auf S. 67) sind alle drei σ_i bei Raumtemperatur signifikant kleiner geworden. Dies ist ein erster Hinweis auf eine Veränderung der Proben durch eine teilweise Ablösung der Passivation.

- Es gibt Hysterese im Spannungsverlauf zwischen Aufheizen und Abkühlen. Probe 4.6 verhält sich nicht rein elastisch. Bei Meßreihe Nr. 3 lagen zwischen den beiden 400 °C-Messungen 14 h Wartezeit. Alle drei σ_i relaxieren in dieser Zeit um ca. 60-80 MPa. Eine gleichförmige Druckabnahme aller drei Spannungen kann auf Abbau von bestehenden Hohlräumen im Au oder zwischen Au und Passivation beruhen. Isotherme Experimente bei 250 °C über mehrere Tage zeigen wieder aufgrund der kleinen Spannungswerte und des damit verbundenen geringen Meßeffekts keinen eindeutigen Spannungsverlauf (Abb. (4.23)). Bei den kleinen vorliegenden Spannungen gibt es damit innerhalb der Fehlergrenzen keine Anzeichen für Relaxationsprozesse. Auch bei den Raumtemperatur-Werten war keine Spannungsabnahme erkennbar. Der Startwert von Messung Nr. 4 wurde drei Tage nach dem Abkühlen der Messung Nr. 3 aufgenommen. Er war größer als der

Startwert von Messung Nr. 3, der nur einen Tag nach erfolgter Abkühlung von einer Temperung aufgenommen wurde.

- Der Nulldurchgang der Spannungen liegt beim Aufheizen bei $T = (230 \pm 50)^\circ\text{C}$, also wie bei Probe 3.2 unterhalb der nominellen Passivierungstemperatur.

Zusammenfassend zeigt Probe 4.6 erste Alterungseffekte, die an einem Spannungsabbau gegenüber den Messungen Nr. 2, welche drei Monate früher stattfanden, erkennbar sind. Darüber hinaus zeigt sie spezifische Abweichungen zu Probe 3.2: So ist die Spannung σ_3 der Probe 4.6 im Zugspannungsbereich deutlich kleiner als die beiden anderen Spannungen und als der entsprechende Wert von Probe 3.2. Probe 4.6 zeigt Hysterese zwischen Aufheizen und Abkühlen. Diese Unterschiede lassen sich auf das kleinere Aspektverhältnis zurückführen. Die Probe verhält sich mit den breiteren Leiterbahnen, wie erwartet, "vollfilm-ähnlicher".

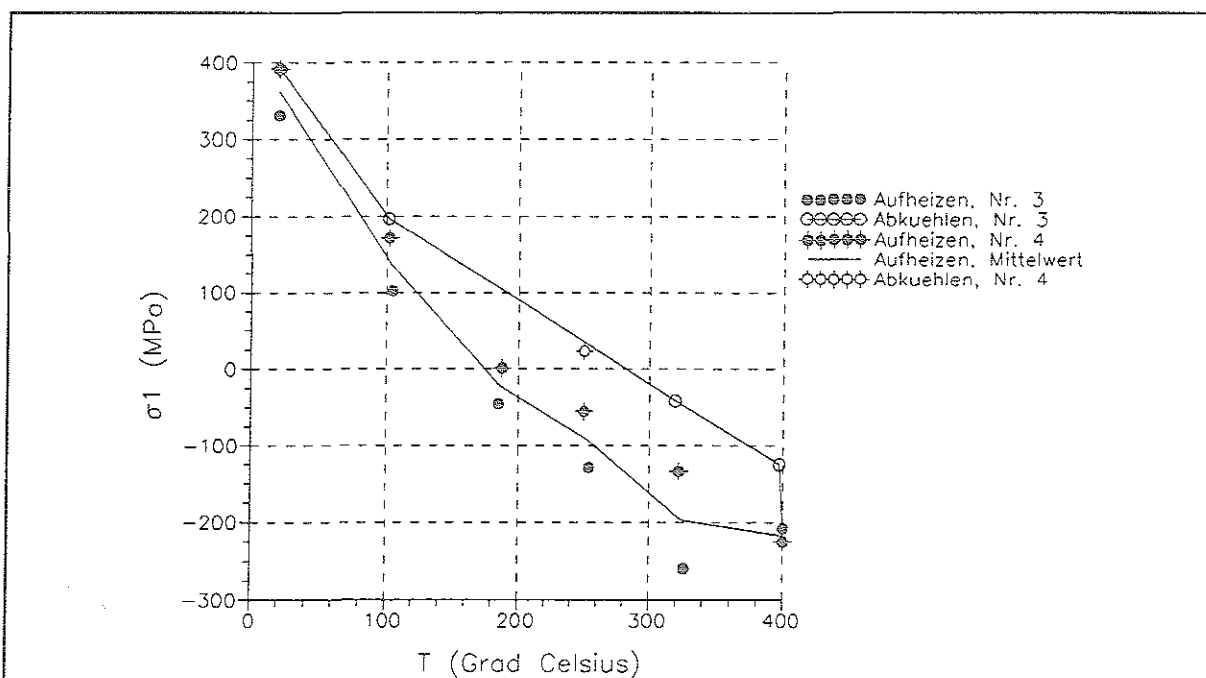
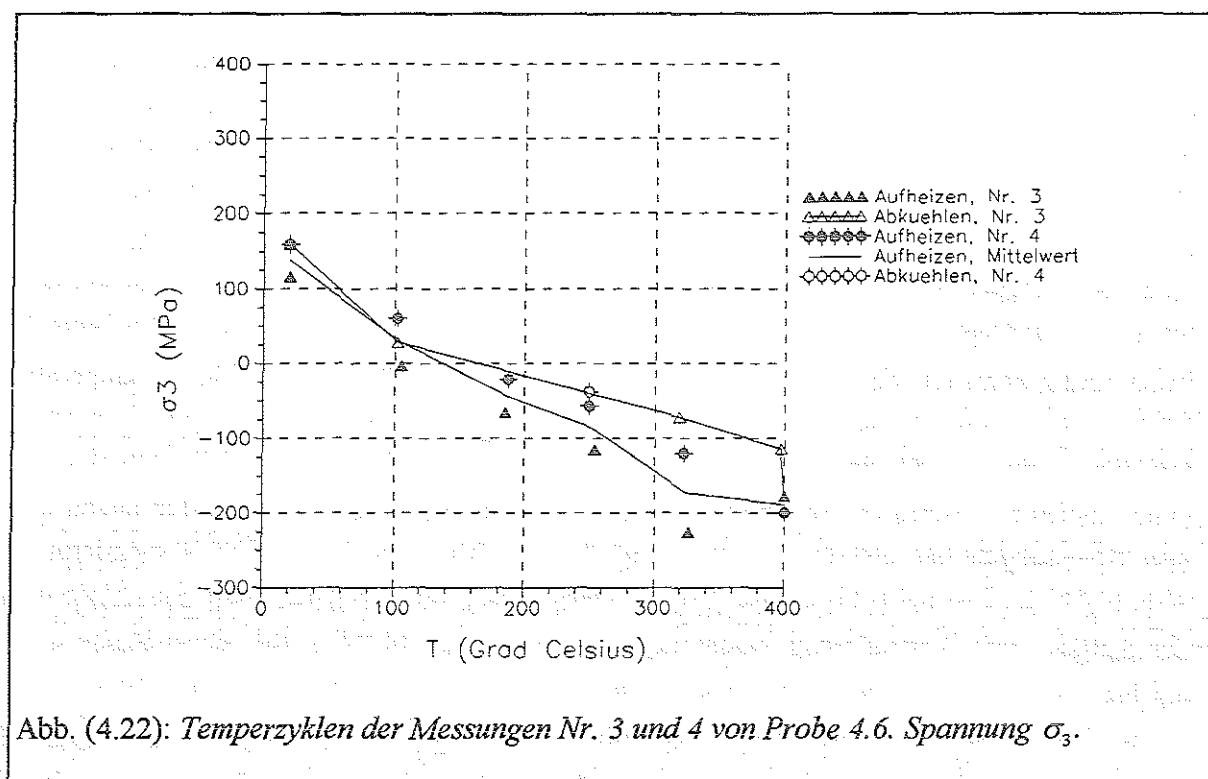
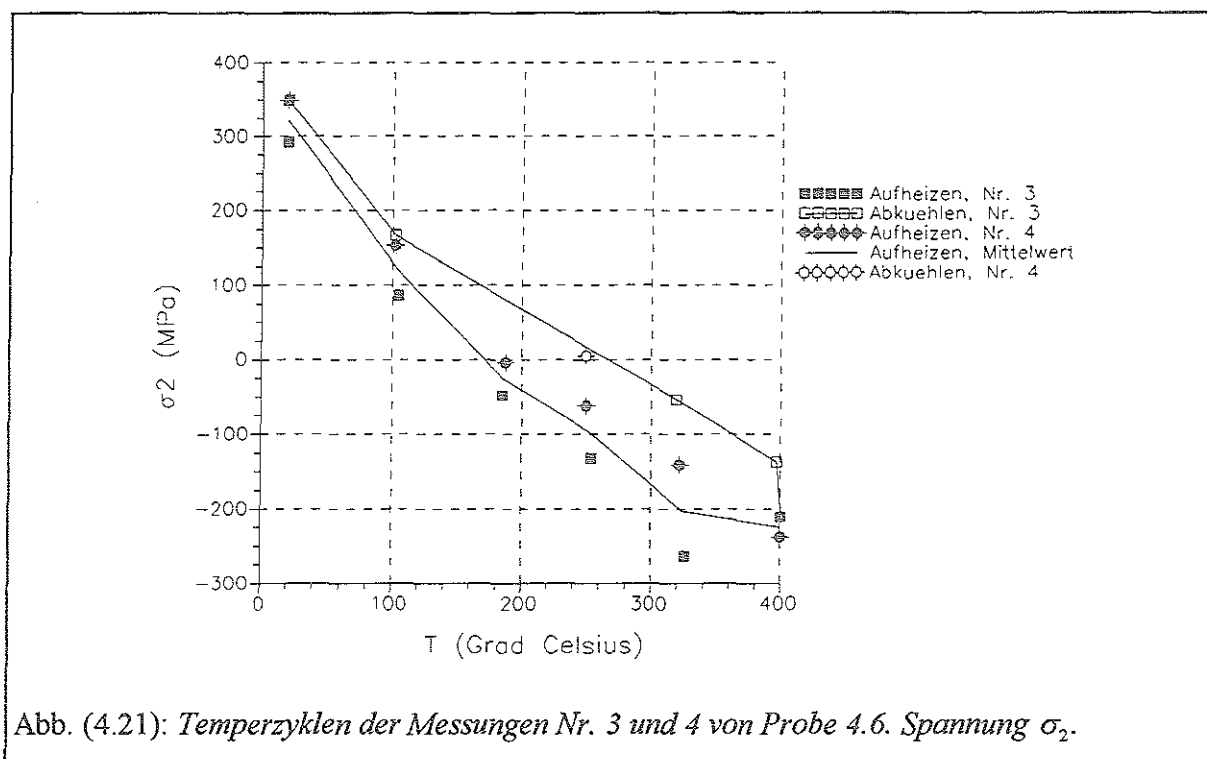


Abb. (4.20): Temperzyklen der Messungen Nr. 3 und 4 von Probe 4.6. Spannung σ_1 in Leiterbahnrichtung. Bei 400°C lagen zwischen dem 1. Aufheizen und dem Beginn der Abkühlung 14 Stunden. Beim Abkühlen fanden bei 250°C und bei 180°C jeweils ca. zweistündige Wartezeiten statt. Beim Aufheizen ist der Mittelwert zwischen den Messungen Nr. 3 und 4 eingezeichnet.



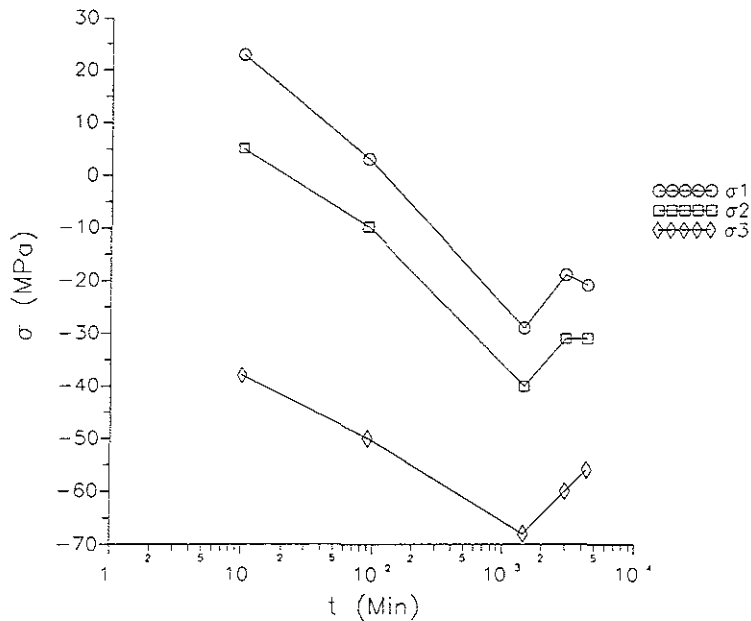


Abb. (4.23): Probe 4.6, Messung Nr. 5: Isotherme Spannungsmessungen bei 250 °C über ca. drei Tage.

Im folgenden sollen die Meßergebnisse mit dem elastischen Modell nach Eshelby, das auch den Einfluß der Passivation enthält, verglichen werden. Daraus soll eine Aussage getroffen werden, ob in den Leiterbahnen aufgrund mechanischer Spannungen Porenbildung zu erwarten ist. Dazu werden die experimentellen Spannungsdifferenzen $\Delta\sigma_i^{exp}$ zwischen den Messungen bei verschiedenen Temperaturen mit den bei rein elastischer Rechnung erwarteten $\Delta\sigma_i^{elast}$ verglichen. Dabei müssen die Temperaturintervalle, in denen Zug- bzw. Druckspannungen herrschen, getrennt betrachtet werden. Denn Porenbildung wird nur bei zunehmender Zugspannung erwartet, also bei der Abkühlung von T_0 mit $\sigma_i^{exp}(T_0) = 0$ auf Raumtemperatur. Ferner sind in diesen beiden Temperaturintervallen die Spannungsverteilungen, wie schon erwähnt, sehr verschieden. Bei beiden Proben gilt $T_0 \approx 210^\circ\text{C}$ Nominaltemperatur (Thermoelement-Anzeige). Bei Probe 3.2 wird T_0 aus dem gemeinsamen Nulldurchgang aller drei Spannungen bei den beiden Aufheizungen von Messung Nr. 3 und 4 bestimmt (s. Abb. (4.18)). T_0 ist dabei bis auf ca. $\pm 10^\circ\text{C}$ genau. Bei Probe 4.6 wird T_0 aus dem Mittelwert der Aufheiz- und Abkühlkurven bestimmt (s. Abbn. (4.20) - (4.22)). Bei dieser Probe ist T_0 nur bis auf ca. $\pm 70^\circ\text{C}$ genau. Die größere Ungenauigkeit rührt im Vergleich zu Probe 3.2 aus der stärkeren Hysterese und aus der relativ großen Abweichung des Temperaturverlaufes von $\sigma_3(T)$ von $\sigma_1(T)$ und $\sigma_2(T)$ her. Die experimentellen Spannungswerte werden bei Raumtemperatur und bei 400°C (dort am Ende der Aufheizungen) jeweils als Mittelwert der Messungen Nr. 3 und 4 bestimmt. Die Werte $\Delta\sigma_i^{elast}$ werden aus Gl. (19) mit $\Delta\varepsilon = -\Delta\alpha \cdot \Delta T$ berechnet. Dabei ist $\Delta\alpha = 13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (s. S. 54). Für ΔT wird mit der Vollfilm-Eichung (Abb. (4.9)) die vom Thermoelement angezeigte Temperatur auf die wahre Proben-Temperatur umgerechnet. In die elastischen Rechnungen des Eshelby-Modells geht das Aspektverhältnis a ein. Es ist bei den trapezförmigen Leiterbahnquerschnitten schwierig zu bestimmen. Aus den Leiterbahnbreiten an ihrer Ober- bzw. Unterseite wird ein

"experimenteller" Wert abgeschätzt. Bei Probe 3.2 ergibt sich $a = 0,75 \pm 0,25$, bei Probe 4.6 $a = 0,20 \pm 0,03$. Bei Probe 3.2 wird daher jeweils mit den beiden Grenzwerten $a = 1/2$ bzw. $a = 1$ gerechnet, bei Probe 4.6 mit $a = 1/5$. Weiter werden die hydrostatischen Spannungsanteile σ_{hyd} und die Scherspannungen σ_{Scher} (s. S. 55), wie sie im Experiment bzw. bei rein elastischer Erwartung auftreten, miteinander verglichen. Tab. (4.3) gibt die Werte für Probe 3.2, Tab. (4.4) die für Probe 4.6.

	210 °C - 25 °C			400 °C - 210 °C		
	σ^{exp} / MPa	σ^{elast} / MPa		σ^{exp} / MPa	σ^{elast} / MPa	
a	$0,75 \pm 0,25$	1/2	1	$0,75 \pm 0,25$	1/2	1
$\Delta\sigma_1$	550	440	430	300	460	440
$\Delta\sigma_2$	480	370	300	300	380	310
$\Delta\sigma_3$	380	190	280	300	200	280
σ_{hyd}	470	330	340	300	350	340
σ_{Scher}	150	220	140	0	230	150

Tab. (4.3): Probe 3.2, Vergleich der experimentellen Spannungswerte mit den nach der Eshelby-Theorie berechneten. Zu den Spannungswerten ist das jeweils verwendete bzw. das "experimentelle" Aspektverhältnis a angegeben.

	210 °C - 25 °C		400 °C - 210 °C	
	σ^{exp} / MPa	σ^{elast} / MPa	σ^{exp} / MPa	σ^{elast} / MPa
a	$0,20 \pm 0,03$	1/5	$0,20 \pm 0,03$	1/5
$\Delta\sigma_1$	360	440	220	460
$\Delta\sigma_2$	320	410	220	430
$\Delta\sigma_3$	140	90	190	100
σ_{hyd}	270	310	210	330
σ_{Scher}	200	340	30	350

Tab. (4.4): Probe 4.6, Vergleich der experimentellen Spannungswerte mit den nach der Eshelby-Theorie berechneten.

Man sieht:

- In allen Fällen stimmen die hydrostatischen Spannungsanteile aus dem Experiment mit den rein elastisch berechneten im Rahmen der Meßfehler überein. Die Werte von Probe 3.2 bei den niederen Temperaturen, also die Zugspannungen, sind dabei an der oberen Grenze, die die Meßfehler erlauben. Denn größere Spannungen als die rein elastisch berechneten wären physikalisch unverständlich. Porenbildung wird bei beiden Proben nicht erwartet, da die experimentellen hydrostatischen Spannungsanteile nicht signifikant kleiner sind als die berechneten.
- Es fand bei beiden Proben Spannungsumverteilung im Druckspannungsbereich (hohe Temperaturen) statt. Die experimentellen Spannungen sind in allen drei Raumrichtungen gleich groß und damit $\sigma_{Scher}^{exp} \approx 0$. Nach der rein elastischen Erwartung ist σ_1 jeweils die größte Spannung und je nach Aspektverhältnis sind die beiden anderen Spannungen weniger oder mehr verkleinert. σ_{Scher}^{elast} liegt damit bei einigen 100 MPa. Der Vergleich zeigt also, daß unter Druck alle Scherspannungen abgebaut werden. Dies könnte durch instantanes Versetzungsgleiten geschehen.
- Im Bereich der Zugspannungen (niedere Temperaturen) fand bei Probe 4.6 Spannungsumverteilung statt. σ_3 wuchs auf Kosten der Lateralspannungen an. Bei Probe 3.2 war je nach tatsächlich vorliegendem Aspektverhältnis keine Umverteilung nötig, wie Tab. (4.3) zeigt.
- Bei beiden Proben bleibt das unterschiedliche Verhalten zwischen Zug- und Druckspannung festzuhalten. Nur im Zugspannungsbereich bleiben Scherspannungen, die es nach der elastischen Erwartung immer geben sollte, bestehen.

Die hydrostatischen Spannungsanteile lassen bei beiden Proben keine Porenbildung erwarten. Diese Aussage soll mit Hilfe der Gl. (20), S. 55, überprüft werden. Sie berechnet das gebildete Porenvolumen aus dem Vergleich der rein elastischen Eigendehnungen mit den Eigendehnungen, die aus den experimentellen Spannungswerten bestimmt werden. Die Rechnungen erfolgen nur in dem Temperaturintervall, in dem die Zugspannungen zunehmen, also bei Abkühlung von 210 °C auf Raumtemperatur. Die folgende Tab. (4.5) gibt die einzelnen Terme A (rein thermisch bedingte Volumenänderung, $A = -3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T$), B (Verhalten der Leiterbahn) und C (Verhalten der Passivation) an sowie das daraus berechnete $\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^{Poren}$.

Das angegebene Fehlerintervall bei den Termen B und C resultiert aus dem Fehler der experimentellen Spannungswerte von ± 100 MPa.

Man erkennt, daß das aus den experimentellen Daten berechnete Porenvolumen $\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^{Poren}$ in allen drei Fällen negativ ist. Ein negatives $\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^{Poren}$ bedeutet nach Gl. (20) abnehmendes Porenvolumen. Anders ausgedrückt besagt dieses Ergebnis, daß die aus den experimentellen Daten berechneten Eigendehnungen größer sind als $3 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T$. Dies ist bei anwachsender Zugspannung physikalisch unverständlich.

	Probe 3.2		Probe 4.6
α	1/2	1	1/5
$A / 10^{-3}$	6,8	6,8	6,8
$B / 10^{-3}$	$2,8 \pm 0,6$	$2,8 \pm 0,6$	$1,6 \pm 0,6$
$C / 10^{-3}$	$8,9 \pm 2,3$	$7,2 \pm 1,7$	$7,6 \pm 5,6$
$\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^{Poren} =$ $= A - B - C$	$-(4,9 \pm 2,9)$	$-(3,2 \pm 2,3)$	$-(2,4 \pm 6,2)$

Tab. (4.5): Proben 3.2 und 4.6, Berechnung des gebildeten Porenvolumens nach Gl. (20). Der angegebene Fehler resultiert aus den Unsicherheiten der experimentell bestimmten Spannungen.

Im Detail sieht man bei den beiden Proben:

- Unter Berücksichtigung der Meßfehler könnte bei Probe 4.6 ein positives $\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^{Poren}$, was Porenwachstum bedeutet, vorliegen. Dies wäre konsistent mit der im betrachteten Temperaturintervall gefundenen geringfügigen Abnahme des hydrostatischen Drucks (Tab. (4.4)). Damit könnte bei Probe 4.6 eine geringe Spannungsrelaxation durch Porenbildung stattgefunden haben.
- Bei Probe 3.2 wird nicht einmal im Rahmen der Meßfehler ein anwachsendes Porenvolumen berechnet. Nach den Ergebnissen aus Tab. (4.3), die $\sigma_{hyd}^{exp} > \sigma_{hyd}^{elast}$ zeigen, ist kein Porenwachstum zu erwarten. Aber auch $\sigma_{hyd}^{exp} > \sigma_{hyd}^{elast}$ ist physikalisch sinnlos, genau wie das berechnete schrumpfende Porenvolumen.

Eine Ursache für die erstaunlichen Befunde sind die großen Meßunsicherheiten. Verstärkt machen sich diese im Summanden C bemerkbar (Tab. (4.5)), in dem die Spannung σ_3 mit dem Kehrwert des Aspektverhältnisses ($>1!$) gewichtet wird (Gl. (20)). Zusätzlich ist bei beiden Proben der experimentelle Wert von σ_3 deutlich größer als der nach der elastischen Erwartung berechnete. Ein weiterer Grund für die Abweichungen zwischen den gemessenen Größen und den nach der Eshelby-Theorie berechneten kann darin liegen, daß bei den Proben dieser Arbeit die Annahmen, auf denen die Theorie basiert, nicht gerechtfertigt sind. Es bliebe zu prüfen, ob Finite-Element-Rechnungen sinnvollere Ergebnisse liefern.

Eine zwingende Aussage über das Porenvolumen läßt sich somit nicht treffen. Allein aus der Tatsache, daß die hydrostatischen Spannungen, bei denen σ_3 nicht so stark gewichtet wird, in der Nähe der elastisch erwarteten liegen, kann gefolgert werden, daß kein beobachtbares Porenvolumen gebildet wird. So geben TEM-Aufnahmen (s. Abbn. (2.15) und (2.16)) der Probe 4.6 tatsächlich keine Hinweise auf Porenbildung im Au. Sie zeigen lediglich Hohlräume zwischen Au und Passivation.

4. Messungen an passivierten Proben nach langer Lagerung: Die Messungen Nr. 6 wurde ca. acht Monate nach den Messungen Nr. 3-5 durchgeführt, um eventuelle Alterungserscheinungen festzustellen. Sie bestand bei Probe 4.6 aus einem Zyklus mit vier Temperaturen: Raumtemperatur $\rightarrow 250\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 425\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow$ Raumtemperatur. Drei Tage vor diesem Zyklus wurde die Probe zwei Stunden bei $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ getempert. Probe 3.2 wurde ausschließlich bei Raumtemperatur nach einer $420\text{ }^{\circ}\text{C}$ -Temperung untersucht. Direkt davor fand eine probeweise Messung des Vollfilms statt, die den erwarteten Raumtemperatur-Gitterparameter ergab. Das Diffraktometer war also korrekt justiert. Alle Messungen erfolgten mit Si-Referenz. Es ergaben sich die folgende Spannungswerte (zum Vergleich sind die Werte aus Messung Nr. 3 (s. S. 67 und die Abbn. (4.20) - (4.22)) nochmals mit aufgenommen):

Probe	T / $^{\circ}\text{C}$	σ_1 / MPa	σ_2 / MPa	σ_3 / MPa
3.2	25	110 (510)	20 (440)	-90 (330)
4.6	25	220 (330)	170 (290)	-30 (110)
	250	-50	-50	-50
	425	-210 (-220)	-210 (-220)	-170 (-190)
	25	220	170	-50

Tab. (4.6): Experimentelle Spannungswerte der Messung Nr. 6 an den Proben 3.2 und 4.6. In Klammern sind zum Vergleich die Ergebnisse der jeweiligen Messung Nr. 3 nochmals angegeben.

Man sieht:

Für Probe 4.6 stimmen die Raumtemperatur-Werte vor und nach dem Aufheizen gut miteinander überein.

Es gibt bei beiden Proben Abweichungen zu den Ergebnissen der Messungen Nr. 3 bis 5. Besonders bei Probe 3.2 fällt auf, daß die Zugspannungen bei Raumtemperatur von Messung Nr. 6 gegenüber den frühen Messungen um ca. 400 MPa (!) kleiner wurden. Bei Probe 4.6 beträgt diese Differenz 100 MPa , wobei zu bedenken ist, daß bei Probe 4.6 bereits zwischen den Messungen Nr. 2 und 3 Spannungsabbau festgestellt wurde. Nur Probe 4.6 wurde in Messung Nr. 6 aufgeheizt. Die dabei gemessenen Druckspannungen stimmen in etwa mit den älteren überein.

Unverständlich bei Messung Nr. 6 sind die negativen Spannungen σ_3 , also Druck, bei Raumtemperatur. Zu kleine Spannungen kann man durch Einsetzen eines zu großen d_0 (aus den Vollfilm-Eichungen) in der Auswertung erhalten. Daraus würde folgen, daß die Vollfilm-Eichung für diese Proben nicht mehr zutrifft. Der ungedehnte Gitterparameter wäre nicht mehr gleich dem der Filme nach dem Aufdampfen. Bei der Probe 3.2 gibt eine Messung von $d_0(20^{\circ}\text{C})$ nach Entfernung der Passivation tatsächlich Hinweise auf ein verkleinertes d_0 .

Außer den Absolutwerten der Spannungen änderte sich im Zeitraum zwischen den Messungen Nr. 3 und 6 auch die Form der Braggreflexe. Die Abbn. (4.24) bzw. (4.25) zeigen den Vergleich der Linienformen bei $\psi = 0^\circ$ zwischen den Messungen Nr. 3 und 6 an Probe 4.6 bei Raumtemperatur bzw. 400°C . Bei Raumtemperatur liefert die spätere Messung Nr. 6 deutlich breitere Linien als die Messung Nr. 3. Die jeweiligen Standardabweichungen der Gaußfits betragen $\sigma(\text{Nr. 3}) = 0,40^\circ$ bzw. $\sigma(\text{Nr. 6}) = 0,56^\circ$. Bei den Hochtemperaturmessungen wird dagegen in etwa die gleiche Linienbreite bei den Messungen Nr. 3 und 6 beobachtet. Die größere Raumtemperatur-Peakbreite bei der Messung Nr. 6 zeigt eine breitere Spannungsverteilung an und deutet damit auf zeitliche Änderungen der Mikrostruktur hin. TEM-Aufnahmen von Probe 4.6 zeigen eine teilweise Lösung der Passivation von der Leiterbahnoberkante. Die Passivation bleibt dabei zusammenhängend und geschlossen, es werden lediglich Hohlräume zwischen Au und Passivation gebildet. Dies kann die beobachteten Effekte erklären:

- Durch die (teilweise) fehlende Haftung zwischen Au und Passivation können keine großen Zugspannungen, wie sie noch bei den Messungen Nr. 3-5 auftraten, gebildet werden.
- Das Verhalten bei hohen Temperaturen unter Druck bleibt unbeeinflusst, da die Passivation geschlossen und "eng anliegend" bleibt.
- Durch die unterschiedliche Haftung von Korn zu Korn nehmen die Spannungsinhomogenitäten zu und die Linienbreiten wachsen an.

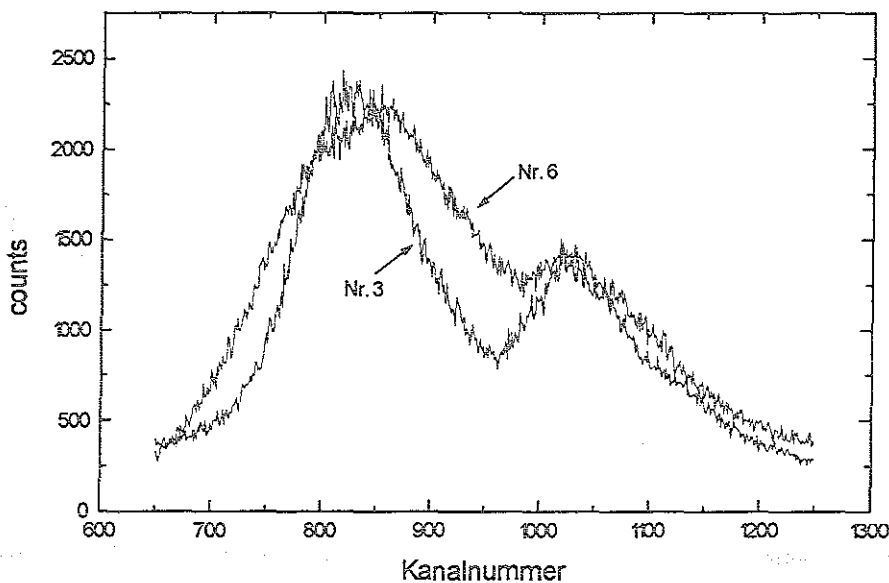


Abb. (4.24): Probe 4.6. Vergleich der Braggreflexe bei Raumtemperatur der Messungen Nr. 3 und 6.

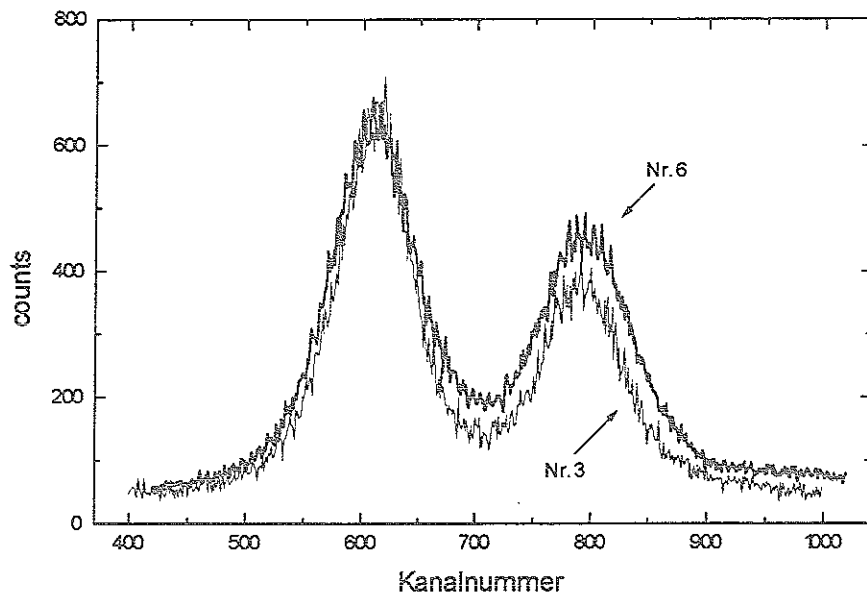


Abb. (4.25): Probe 4.6. Vergleich der Braggreflexe bei 400 °C der Messungen Nr. 3 und 6.

5. Proben nach Entfernung der Passivation: Mit einem RIE-Prozeß (reactive ion etching) wurde bei Probe 3.2 die Passivation entfernt. Das dabei verwendete Gas war CHF_3 . Der Druck in der Reaktionskammer war $30 \mu\text{bar}$ bei einem Durchfluß von $20 \frac{\text{ml}}{\text{Min.}}$. Die eingestrahlte HF-Leistung betrug 300 W . Beim Prozeß stellte sich eine bias-Spannung von ca. -670 V ein (Probenteller gegen geerdete Kammer). Es erfolgte keine zusätzliche Heizung, die Probentemperatur während des Ätzens kann nicht bestimmt werden. Die Prozeßdauer betrug 25 Min. , um $0,5 \mu\text{m}$ Si_3N_4 zu entfernen. Im REM erfolgte eine optische Kontrolle auf vollständige Passivationsentfernung. Die 2-dimensionale Auswertung nach Gl. (16) einer RSE-Messung bei Raumtemperatur vor einer Temperung ergibt:

$$\sigma_1 = 110 \text{ MPa} \quad \sigma_2 = 30 \text{ MPa} \quad d_0 = 0,784689 \text{ \AA}$$

Nach Abkühlung von einer einstündigen Temperung bei 500°C ergibt sich:

$$\sigma_1 = 160 \text{ MPa} \quad \sigma_2 = 60 \text{ MPa} \quad d_0 = 0,784643 \text{ \AA}$$

Zur gleichen Zeit wurde die Probe 5.6 ebenfalls entpassiviert gemessen. Bei ihr ergab sich der vom Vollfilm erwartete Wert für d_0 . Bei der Probe 3.2 könnte sich demnach der Raumtemperatur-Gitterparameter im Laufe des beobachteten Zeitraums um ca. $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$ verkleinert haben.

Welche Vorgänge könnten eine Änderung des ungedehnten Gitterparameters erklären? Leerstellen wirken verkleinernd auf das Gitter. Sie sind bereits bei Raumtemperatur leicht beweglich, so daß sie sich zusammen lagern können. Solche Agglomerate, denkbar sind Tetraeder oder Ringe, haben einen noch größeren Einfluß auf den Gitterparameter als Einzelleerstellen. Bei den erreichten Temperaturen von maximal 400°C können

Leerstellenagglomerate in Au noch stabil sein. So wird die Ausheilung von durch Abschrecken eingefrorenen Leerstellen-Clustern erst bei über 450 °C abgeschlossen [75]. Wann die Bildung der Leerstellen erfolgte, kann aus den bisherigen Untersuchungen nicht bestimmt werden. Denkbar wäre die Bildung bereits während des Abkühlens nach der Passivierung.

Zusammenfassend treten während der achtmonatigen Lagerung der Proben des Typs "A" folgende Effekte auf:

- Die Zugspannungen bei niederen Temperaturen verkleinern sich.
- Die Linienbreiten der Braggreflexe bei Raumtemperatur nehmen zu, d. h. Spannungsinhomogenitäten wachsen an.
- Bei niederen Temperaturen treten negative Spannungen σ_3 auf. Dieses unverständliche Ergebnis kann durch Einsetzen eines verkleinerten ungedehnten Gitterparameters d_0 in die Spannungsberechnung aufgehoben werden.

4.4.2.2. Typ "B"

Vom Typ "B" sind die Proben 4.1, 5.1, 5.2, 5.6, 6.2 und 7.1. Sie zeigten bei den RSE-Experimenten deutlich andere Spannungen als die Typ "A"-Proben. Eine Auflistung aller durchgeführten Messungen gibt Tab. (4.1).

Probe 5

Die Felder aller drei Leiterbahnbreiten wurden gleichzeitig, also unter identischen Bedingungen, passiviert. Die Passivierungen der Proben des Typs "A" 3.2 und 4.6 dagegen fanden davon getrennt und auch untereinander zu verschiedenen Zeiten statt.

Es wurden RSE-Messungen mit allen drei Leiterbahnbreiten durchgeführt. Die drei Proben zeigten dabei nur Abweichungen untereinander, die aufgrund der unterschiedlichen Leiterbahnbreiten zu erwarten waren. Meßreihe Nr. 1 war ein Temperzyklus der passivierten Proben. Einen (Probe 5.1), fünf (Probe 5.2) bzw. drei Tage (Probe 5.6) vor dem jeweiligen Zyklusstart erfolgte eine 400 °C-Temperung. Meßreihe Nr. 2 bestand aus Messungen zur Spannungsrelaxation bei konstant 250 °C über vier (Probe 5.2) bzw. fünf Tage (Probe 5.6). Abschließend wurden bei Probe 5.6 bei Raumtemperatur Spannungen und Gitterparameter nach Entfernung der Passivation bestimmt (Messung Nr. 3).

Abb. (4.26) zeigt beispielhaft das $d(\sin^2\psi)$ -Diagramm der Raumtemperatur-Messung am Beginn der Messung Nr. 1 der Probe 5.2. Vergleichsweise sind die vor der Passivierung erhaltenen Werte ebenfalls eingetragen [63]. Man erkennt, daß sich die Differenz zwischen ε_1 bzw. ε_2 und ε_3 gegenüber dem Zustand vor der Passivierung vergrößerte. Dies bedeutet größere Spannungswerte und -differenzen.

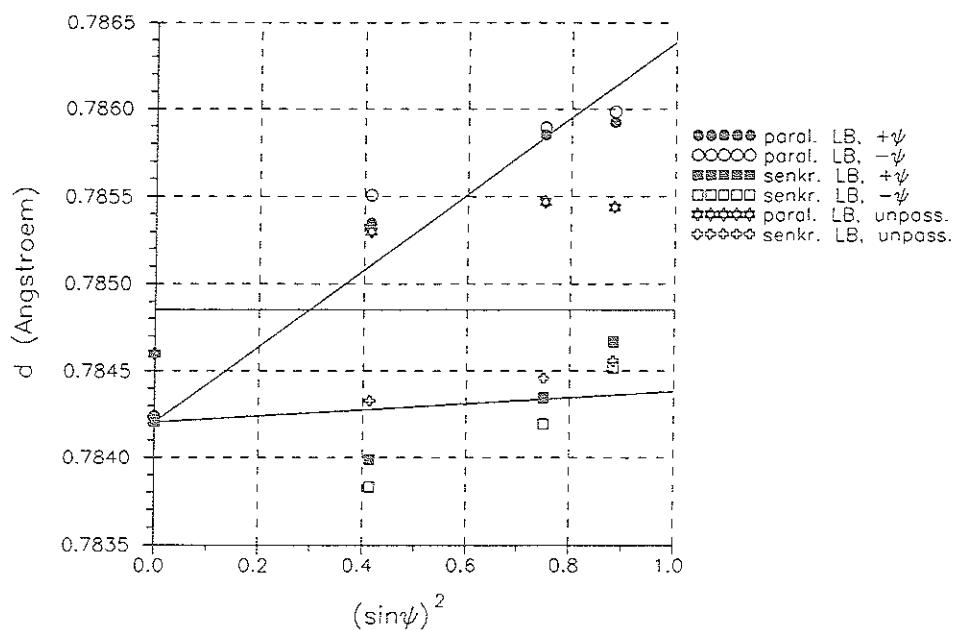


Abb. (4.26): Probe 5.2. $d(\sin^2 \psi)$ -Kurve der ersten Raumtemperatur-Messung von Meßreihe Nr. 1. Die durchgezogene waagrechte Linie gibt $d_0 = 0,784850 \text{ \AA}$. Ferner ist der lineare Fit eingezeichnet und zum Vergleich die Ergebnisse der Messungen an dieser Probe vor ihrer Passivierung [63].

Die folgende Tabelle faßt die Spannungswerte bei Raumtemperatur aller Proben des Typ "B" zusammen. Zum Vergleich sind die Spannungswerte aus Messung Nr. 3 an Probe 3.2 (Typ "A") ebenfalls aufgeführt:

Probe	σ_1 / MPa	σ_2 / MPa	σ_3 / MPa
5.1	180	60	30
5.2	200	80	20
5.6	220	170	20
4.1	140	30	0
6.2	140	120	0
7.1	130	30	0
3.2 (Typ "A")	510	440	330

An unpassivierten Proben wurden vergleichsweise folgende Spannungen gefunden [63]:

Leiterbahn- breite / μm	σ_1 / MPa	σ_2 / MPa	σ_3 / MPa
1	110	10	0
2	110	20	0
6	110	50	0

Der Vergleich zwischen den Proben der Typen "A" und "B" zeigt, daß die Typ "B"-Proben in allen drei Richtungen um ca. 300 MPa kleinere Zugspannungen haben. Zudem ist bei den Typ "B"-Proben die Spannung σ_3 nahezu Null. Gleichzeitig weisen die Typ "B"-Proben Unterschiede zu den unpassivierten Proben, die deutlich kleinere Spannungen σ_1 und σ_2 ausbilden, auf.

Temperzyklen der Proben 5.1-5.6 (Messung Nr. 1): Die Abbn. (4.27)-(4.29) zeigen die Verläufe $\sigma_i(T)$ der Spannungen bei der Messung Nr. 1 von Probe 5.2. Die eingetragenen Fehlerbalken geben den minimalen Fehler $\Delta\sigma = 33$ MPa nach S. 45 an. Die Abbn. (4.30)-(4.32) zeigen die entsprechenden Spannungsverläufe von Probe 5.6. Der besseren Übersichtlichkeit wegen wurde hier auf die Fehlerbalken verzichtet. Die Spannungen wurden jeweils nach Gl. (17) für dreiaxiale Spannungszustände ermittelt. Man sieht keinen monotonen Kurvenverlauf. Ferner liegen die Werte für $\sigma_3(T)$ bis auf wenige "Ausreißer" bei Null. Die Ursache für die "Ausreißer" könnte eine nach diesen späten Messungen festgestellte Unsicherheit in der Thermoelement-Kontaktierung sein. Die Tatsache, daß die "Ausreißer" in allen drei Spannungen bei der gleichen Temperatur auftreten, und daß keine Systematik erkennbar ist, deutet darauf hin, daß diese Möglichkeit tatsächlich zutrifft. Durch die Annahme einer maximalen Temperaturunsicherheit von ca. 15 °C können die Ausreißer beseitigt werden. Damit können ferner alle Spannungen $\sigma_3(T)$ im Rahmen ihres Fehlers zu Null gesetzt und die Daten gemäß Gl. (16) zweiachsig ausgewertet werden. Die Spannungsverläufe $\sigma_1(T)$ und $\sigma_2(T)$ damit zeigen die Abbn. (4.33) und (4.34). Die Messung Nr. 1 an Probe 5.1 enthielt zu wenige untersuchte Temperaturen, als dies bei ihr festgelegt werden könnte, was als "Ausreißer" betrachtet wird. Ihre Spannungen bei dreiachsiger Auswertung zeigt die Abb. (4.35).

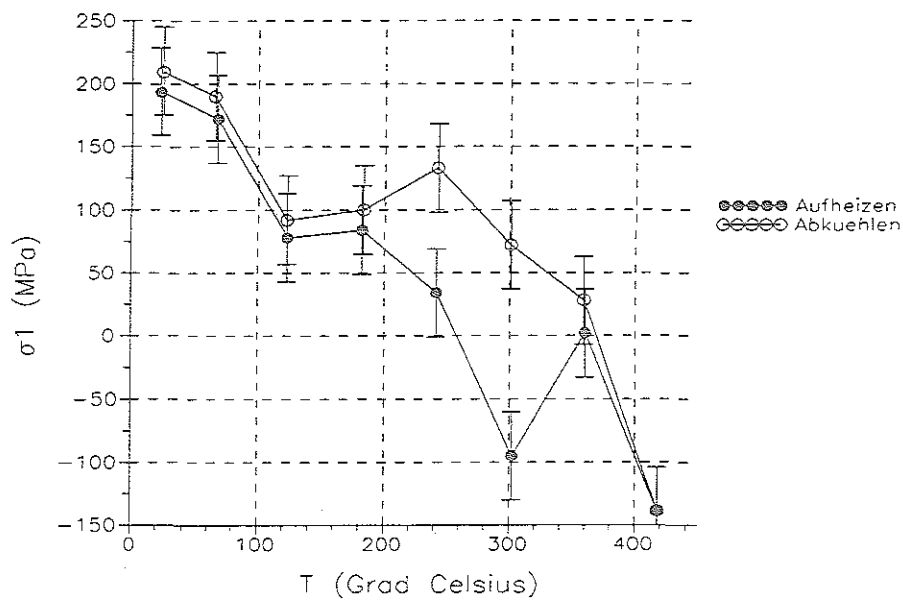


Abb. (4.27): Probe 5.2, Messung Nr. 1, $\sigma_1(T)$ bei dreiachsiger Auswertung. Die Fehlerbalken geben $\Delta\sigma = 33$ MPa nach S. 45. Meßpausen waren beim Aufheizen 14 h vor der 240 °C-Messung und 13 h vor der 420 °C-Messung und beim Abkühlen 18 h vor der 180 °C-Messung und 16 h vor der 20 °C-Messung. Es gab nur eine Messung bei 420 °C.

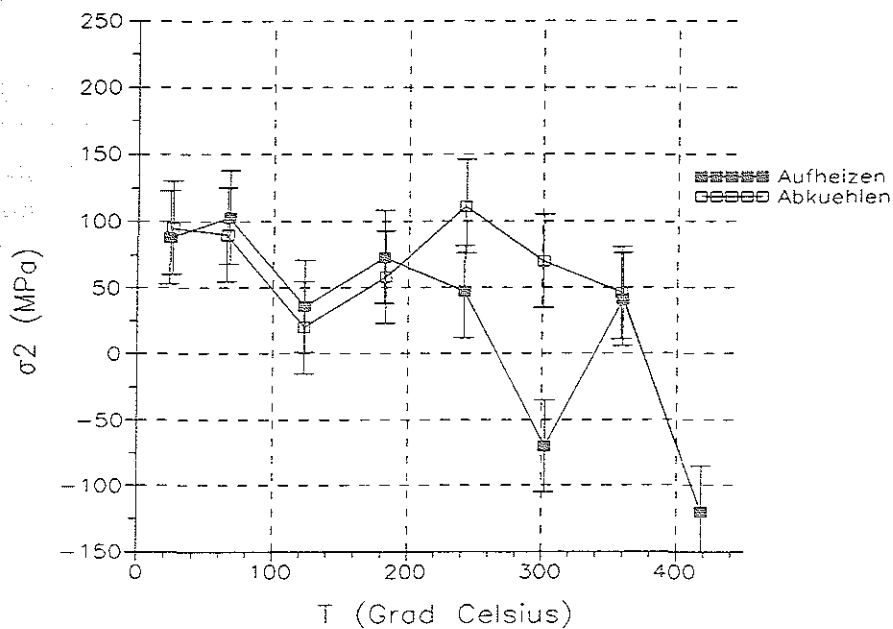


Abb. (4.28): Probe 5.2, Messung Nr. 1, $\sigma_2(T)$ bei dreiachsiger Auswertung.

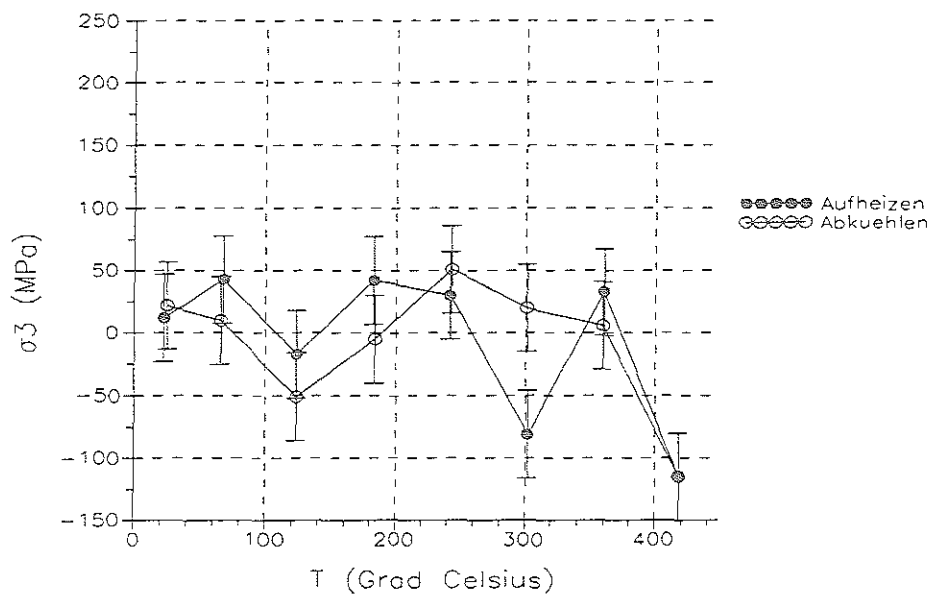


Abb. (4.29): Probe 5.2, Messung Nr. 1, $\sigma_3(T)$ bei dreiachsiger Auswertung.

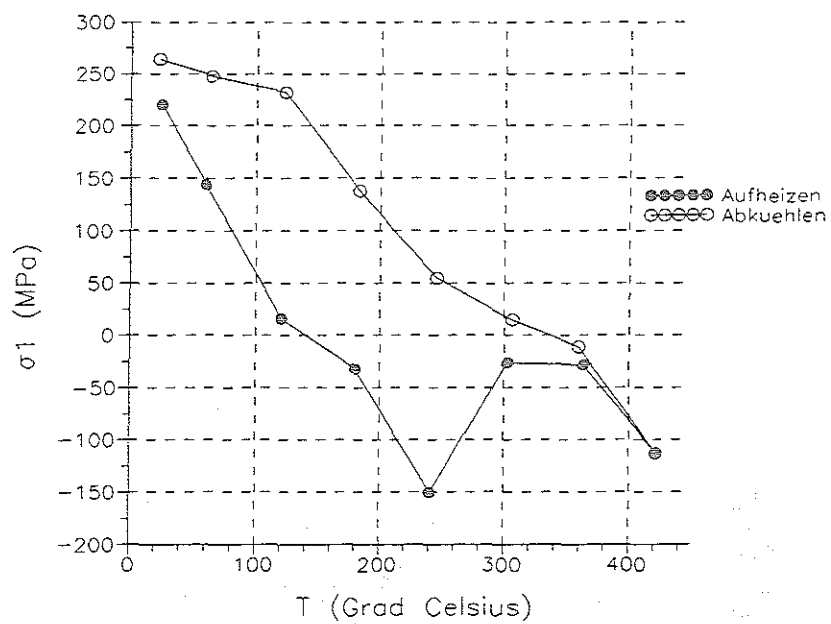


Abb. (4.30): Probe 5.6, Messung Nr. 1, $\sigma_1(T)$ bei dreiachsiger Auswertung. Meßpausen waren während der Aufheizung 12 h vor der 300 °C-Messung und während der Abkühlung 11 h vor der 180 °C-Messung und 7 h vor der 20 °C-Messung.

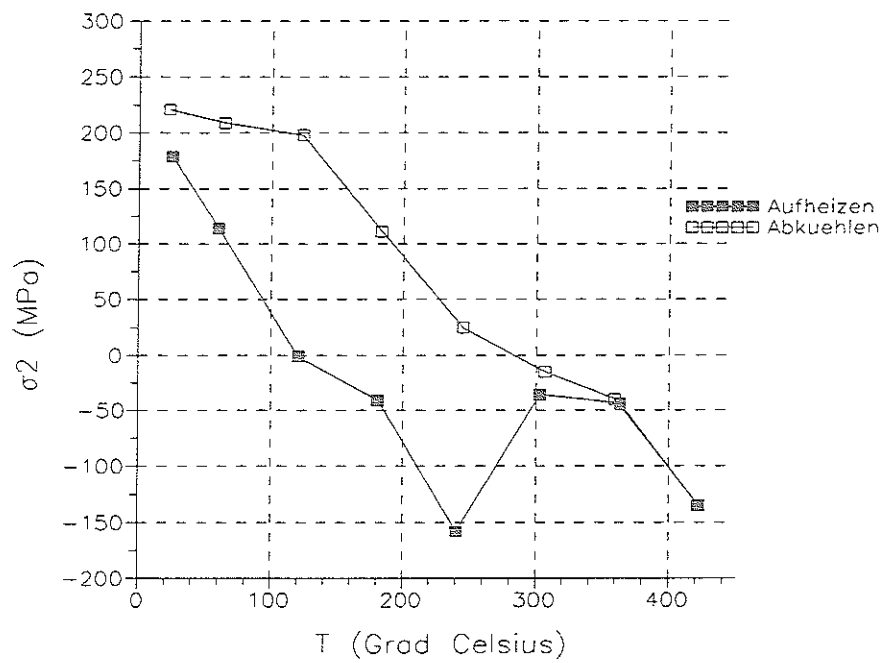


Abb. (4.31): Probe 5.6, Messung Nr. 1, $\sigma_2(T)$ bei dreiachsiger Auswertung.

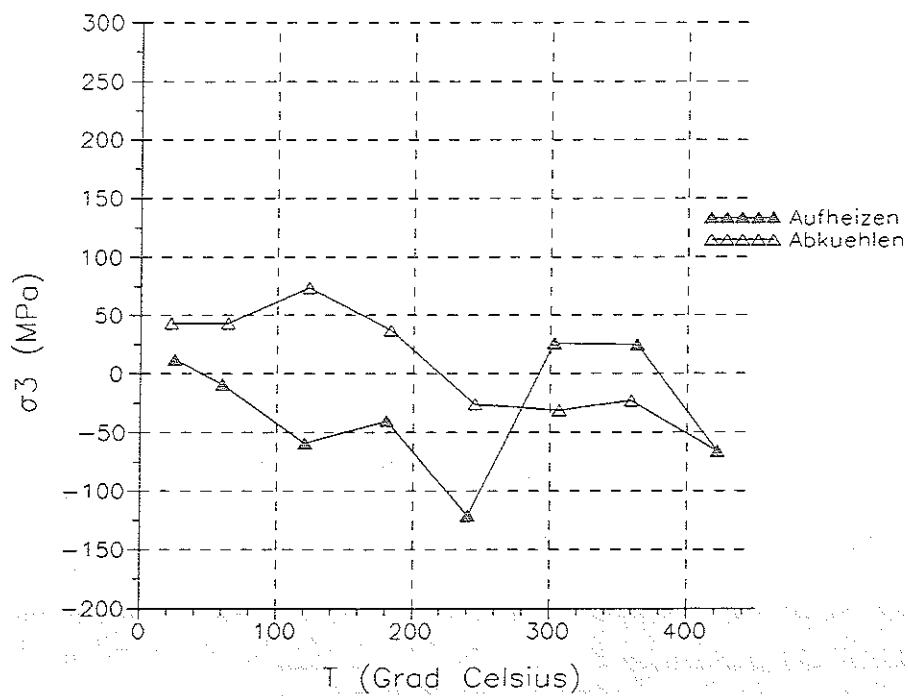


Abb. (4.32): Probe 5.6, Messung Nr. 1, $\sigma_3(T)$ bei dreiachsiger Auswertung.

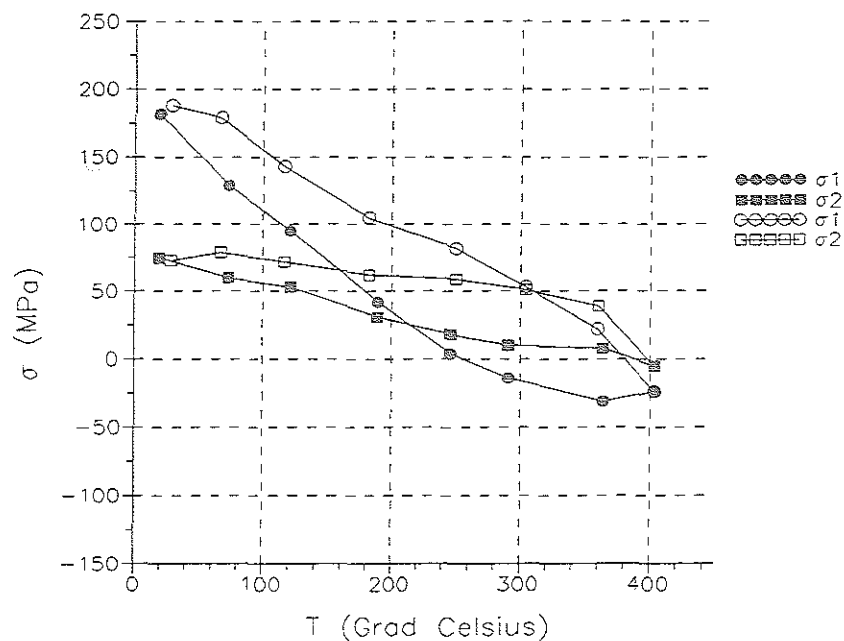


Abb. (4.33): Probe 5.2, Messung Nr. 1, $\sigma(T)$ bei zweiachsiger Auswertung. Die vollen Symbole zeigen die Aufheizung, die offenen die Abkühlphase.

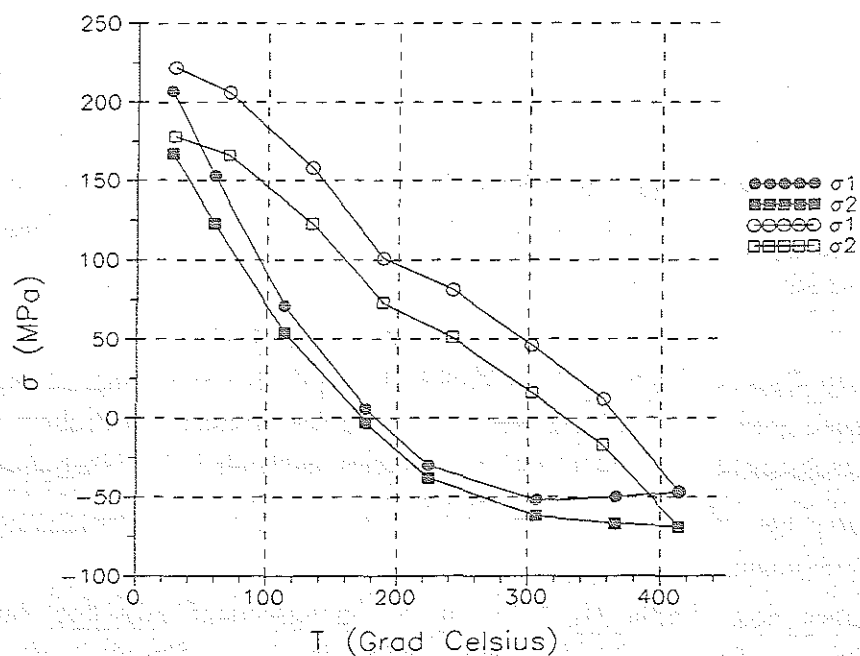
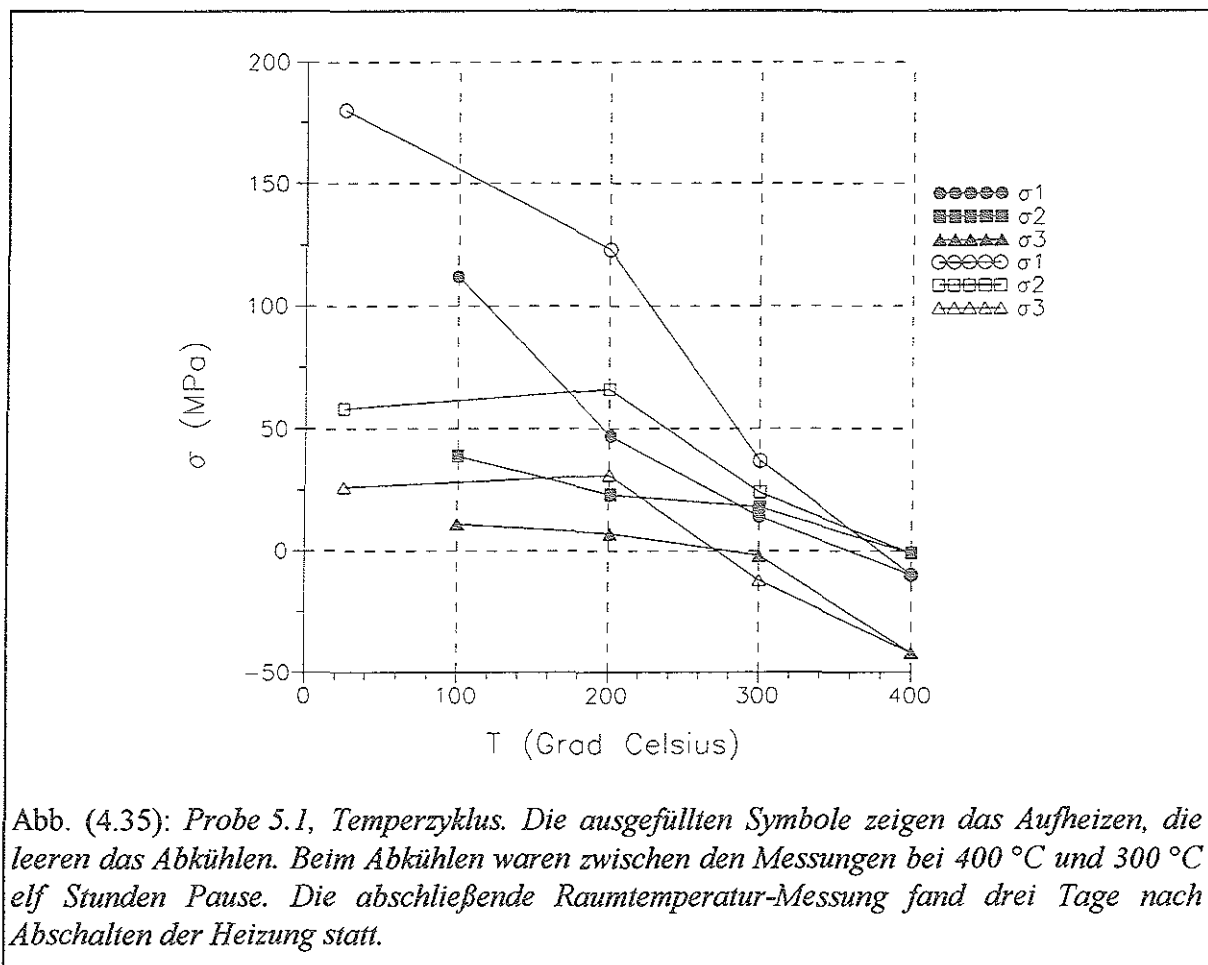


Abb. (4.34): Probe 5.6, Messung Nr. 1, $\sigma(T)$ bei zweiachsiger Auswertung. Die vollen Symbole zeigen die Aufheizung, die offenen die Abkühlphase.



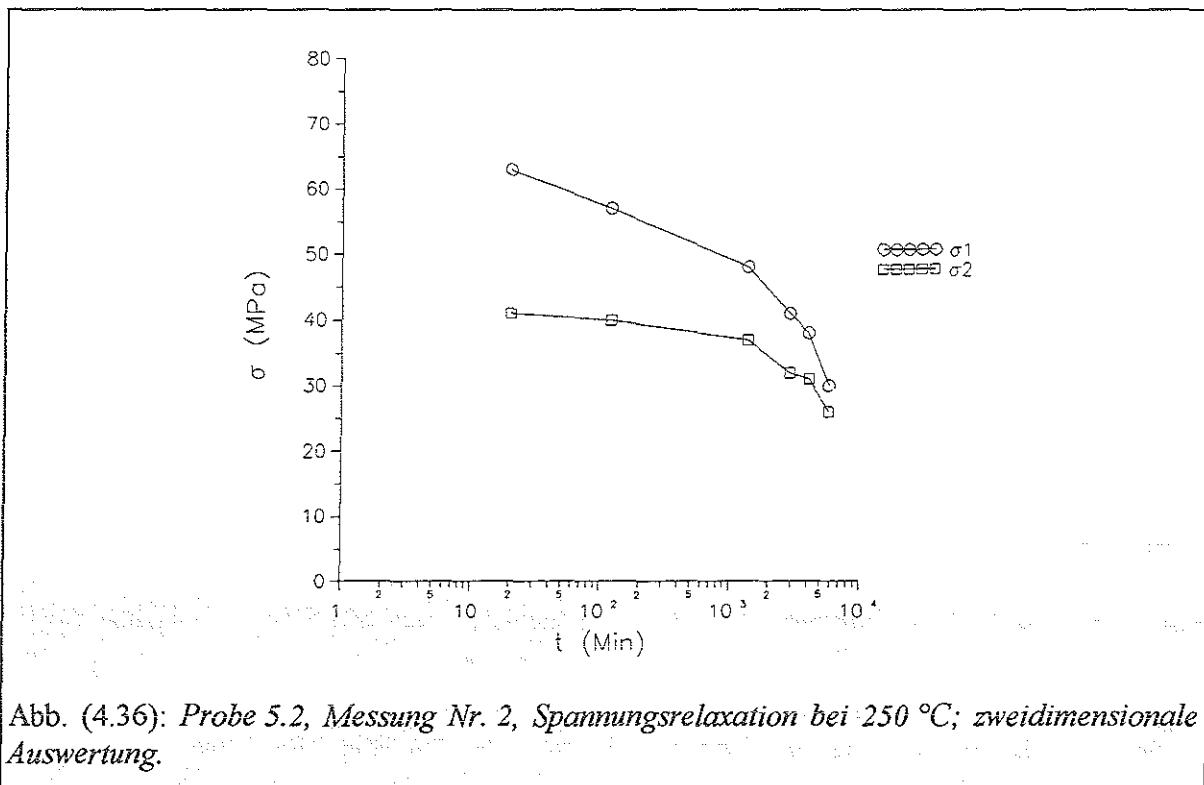
Die zweidimensionale Auswertung der Messungen Nr. 1 von den Proben 5.2 und 5.6 zeigt monotone Spannungsverläufe. Dies war zu erwarten, da die zweiachsige Auswertung $\sigma_3 = 0$ voraussetzt und danach $d_0(T)$ berechnet. Durch das geänderte $d_0(T)$ werden die beiden anderen Spannungen genau wie σ_3 verschoben und damit auch ihre Temperaturverläufe geglättet. Die Ergebnisse der Temperaturzyklen sind:

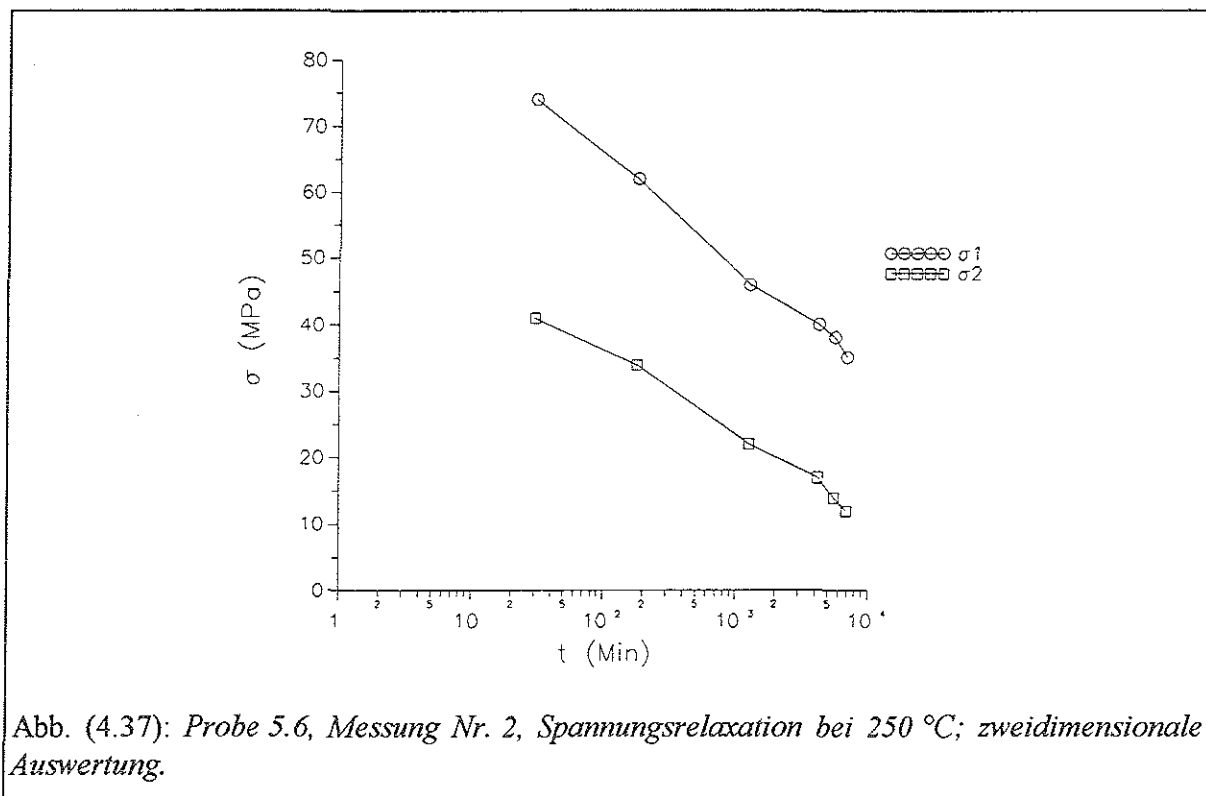
- Die Spannung σ_1 in Leiterbahnrichtung beträgt bei Raumtemperatur ca. 200 MPa bei allen drei Proben. Dies ist gleich der beim Vollfilm beobachteten Spannung. σ_2 ist bei Probe 5.6 fast genauso groß, bei Probe 5.2 werden ca. 80 MPa erreicht, bei Probe 5.1 ca. 60 MPa. Die Unterschiede bei σ_2 erklären sich aus den verschiedenen Leiterbahnbreiten der Proben.
- Es werden bei allen drei Proben höchstens 50 MPa Druckspannungen bei hohen Temperaturen aufgebaut.
- Alle Proben zeigen eine Hysterese im Spannungsverlauf zwischen Aufheizung und Abkühlung. Bei den 2 μm breiten Leiterbahnen steht dies im Gegensatz zu Probe 3.2 vom Typ "A".
- Probe 5.6 verhält sich über alle Temperaturen ähnlich wie der Vollfilm (Probe 5). Bei den breiten Leiterbahnen macht sich die Passivation nicht mehr bemerkbar.

- Bei den Proben 5.1 und 5.2 sind die Spannungen σ_2 signifikant größer als bei unpassivierten Proben mit gleich breiten Leiterbahnen. Hier ist ein schwacher Einfluß der Passivation erkennbar.
- Die Spannung σ_3 ist bei allen drei Proben (nahezu) gleich Null. In dieser Richtung ist also kein Einfluß der Passivation erkennbar.

Die Erklärung für den nur in den Lateralrichtungen vorhandenen Effekt der Passivation geben die TEM-Untersuchungen (Abb. (2.18), S. 27). Die betrachteten Leiterbahnen von Probe 5.2 zeigten dabei durchweg keine Haftung zwischen Au und Passivation an der Leiterbahnoberkante. Die "3"-Richtung ist also bei den Proben des Typs "B" frei.

Messung Nr. 2 an Proben 5.2 und 5.6: Die isothermen Messungen bei 250 °C der Meßreihen 2 an den Proben 5.2 und 5.6 zeigen die Abbn. (4.36) und (4.37). Aufgetragen sind die Ergebnisse der zweiachsigen Auswertung. Man beobachtet eine Relaxation der vorhandenen Zugspannungen innerhalb von fünf Tagen auf jeweils etwa die Hälfte des Startwertes. Diese beobachtete zeitabhängige plastische Verformung dürfte, ähnlich wie beim Vollfilm, auf Versetzungskriechen zurückzuführen sein. Eine Bildung von Kriechporen ist wegen $\sigma_3 \approx 0$ unwahrscheinlich.





Nach Abschluß der Messungen Nr. 1 und 2 wurde die Probe 5.6 entpassiviert untersucht (Messung Nr. 3; vgl. Probe 3.2, S. 80). Die Messung erfolgte bei Raumtemperatur ohne vorhergehende Temperung. Es ergab sich:

$$\sigma_1 = 120 \text{ MPa} \quad \sigma_2 = 70 \text{ MPa} \quad d_0 = 0,784822 \text{ \AA}$$

Der erhaltene ungedehnten Gitterparameter d_0 ist gleich dem gemessenen Wert des Vollfilms bei Raumtemperatur.

Probe 7.1

An den 1 μm breiten Leiterbahnen wurde untersucht, ob eine Mo-Schicht zwischen Au und Passivation die Haftung verändert, also die RSE-Spannungswerte beeinflusst. Dazu wurde je eine Hälfte des Leiterbahnfeldes mit bzw. ohne Mo-Zwischenschicht mit Si_3N_4 passiviert. Die Dicke der Mo-Schicht betrug 10 nm. Zwei Tage vor den RSE-Messungen wurden beide Proben bei 400 °C getempert. Die Ergebnisse waren bei dreiachsiger Auswertung:

$$\text{Probe 7.1 a), ohne Mo: } \sigma_1 = 130 \text{ MPa} \quad \sigma_2 = 30 \text{ MPa} \quad \sigma_3 = 0 \text{ MPa}$$

$$\text{Probe 7.1 b), mit Mo: } \sigma_1 = 130 \text{ MPa} \quad \sigma_2 = 30 \text{ MPa} \quad \sigma_3 = 0 \text{ MPa}$$

Es ergaben sich keine Differenzen, Mo trägt also unter den gegebenen Passivierungsbedingungen nicht zu besserer Haftung zwischen Au und Passivation bei. Die dreidimensionale Auswertung bestätigt, daß $\sigma_3 = 0$ gilt.

SAXS-Proben

An den zwei Proben 4.1 und 6.2 mit passivierten Leiterbahnen, an denen zuvor SAXS-Experimente durchgeführt wurden, wurde anschließend röntgenographisch die Spannung bestimmt. Beide Proben wurden vor der RSE 2 h bei 420 °C an Luft getempert. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur zeigten sie folgende Spannungen:

Probe 4.1: $\sigma_1 = 140 \text{ MPa}$ $\sigma_2 = 30 \text{ MPa}$ $\sigma_3 = 0$

Probe 6.2: $\sigma_1 = 140 \text{ MPa}$ $\sigma_2 = 120 \text{ MPa}$ $\sigma_3 = 0$

Die Werte sind in gleicher Größenordnung wie bei Probe 5, insbesondere verschwindet die Spannung σ_3 . Damit erklärt sich, daß sich bei der SAXS bei verschiedenen Temperaturen keine Änderungen des Streusignals ergaben. Denn bei freier Bewegungsmöglichkeit in einer Richtung können die Leiterbahnen thermisch induzierte Spannungen allein durch Versetzungsplastizität ohne Porenbildung oder -wachstum ausgleichen.

4.4.2.3. Vergleich der beiden Probentypen

Typ "A":

Es wurden zwei Proben mit diesem Verhalten untersucht, Probe 3.2 und Probe 4.6. Folgende Ergebnisse ergaben sich:

- Vor Passivierung:
 - $d_0(25^\circ\text{C})$: Literaturwert
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach Temperung bei ca. 400 °C:
 - Probe 3.2: $\sigma_1 = 110 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 20 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 0$
 - Probe 4.6: $\sigma_1 = 110 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 50 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 0$

- Nach Passivierung :
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach Temperung:
 - Probe 3.2: $\sigma_1 \approx \sigma_2 \approx 470 \text{ MPa}$, $\sigma_3 \approx 340 \text{ MPa}$
 - Probe 4.6: $\sigma_1 \approx \sigma_2 \approx 380 \text{ MPa}$, $\sigma_3 \approx 210 \text{ MPa}$

Diese Werte wurden unabhängig voneinander an zwei verschiedenen Röntgenanlagen im zeitlichen Abstand von ca. drei Monaten bestätigt. Bei Probe 4.6 zeigte sich in diesem Zeitraum leichter Spannungsabbau.

- Spannungen bei 400 °C:
 - Probe 3.2: $\sigma_1 \approx \sigma_2 \approx \sigma_3 \approx -300 \text{ MPa}$
 - Probe 4.6: $\sigma_1 \approx \sigma_2 \approx \sigma_3 \approx -200 \text{ MPa}$
- Beim Temperzyklus: Probe 4.6 zeigt eine geringe Hysterese im Spannungsverlauf zwischen Aufheizung und Abkühlung, Probe 3.2 dagegen verhält sich nahezu vollständig elastisch.
- Nulldurchgang der Spannung beim Aufheizen vor Erreichen der nominellen Passivierungstemperatur.

- Der Vergleich mit rein elastischem Verhalten (Eshelby-Theorie) zeigt, daß ein Abbau der mittleren Scherspannung erfolgte. Unter Druck werden die Scherspannungen sogar vollständig abgebaut.
- Selbst bei den vorliegenden großen Zugspannungen, gab es keine Hinweise auf hydrostatischen Spannungsabbau durch Porenbildung.
- Ca. acht Monate später:
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach Temperung:
 - Probe 3.2: $\sigma_1 = 110 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 20 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = -90$
 - Probe 4.6: $\sigma_1 = 220 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 170 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = -40$
 - Die negativen Werte der Spannung σ_3 können durch eine Verkleinerung des ungedehnten Gitterparameters d_0 erklärt werden.
 - Die Braggreflexe bei den RSE-Experimenten bei Raumtemperatur hatten sich deutlich verbreitert, was auf angewachsene Spannungsinhomogenitäten hinweist.
 - TEM nach den Spannungsmessungen (Probe 4.6): Teilweise Ablösungen an den Leiterbahn-Oberseiten zur Passivation hin; keine Anhaltspunkte für Poren im Au
- Nach Entpassivierung:
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach Temperung:
 - Probe 3.2: $\sigma_1 = 160 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 60 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 0$
 - Der ungedehnte Gitterparameter wurde etwas verkleinert.

Typ "B":

Zum Typ "B" gehörten die Proben 4.1, 5.1, 5.2, 5.6, 6.2 und 7.1. Nicht mit allen dieser Proben wurden bei der RSE vollständige Temperaturzyklen ausgeführt. Soweit Experimente stattfanden, zeigten sie einheitlich folgendes Verhalten:

- Zu allen Zeiten unverändert:
 - $d_0(25^\circ\text{C})$: Literaturwert
- Nach Passivierung:
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach Temperung:
 - $\sigma_1 \approx 200 \text{ MPa}$, $\sigma_2 \approx 60 \text{ MPa}$ bis 180 MPa je nach Aspektverhältnis, $\sigma_3 \approx 0$
 - Spannungen bei 400°C :
 - $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$: Ca. 0 bis -70 MPa
 - Beim Temperzyklus: Hysterese im Spannungsverlauf zwischen Aufheizung und Abkühlung
 - Isotherme Spannungs-Relaxation bei 250°C über vier Tage: Halbierung der Spannungen σ_1 und σ_2
- Nach Entpassivierung:
 - Spannungen bei Raumtemperatur nach zwei Monaten Raumtemperatur-Lagerung:
 - Probe 5.6: $\sigma_1 = 130 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 70 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 0$

Die wesentlichen Unterschiede zwischen den Typen "A" und "B" sind:

- TEM-Untersuchungen zeigen eine teilweise (Typ "A" nach langer Lagerung) bzw. vollständige (Typ "B") Trennung zwischen Au und Passivation an der Leiterbahnoberseite. Dies bewirkt bei den Leiterbahnen beider Probentypen, daß bei Temperaturabnahme keine Zugspannung σ_z aufgebaut wird. Daher ist bei beiden Probentypen keine Porenbildung zu erwarten.
- Proben des Typ "A" zeigen bis zu vier Monaten nach ihrer Passivierung große Spannungen. Weitere acht Monate später sind ihre Spannungen stark abgesunken. Der Effekt der Spannungsabnahme trat neu und unerwartet auf. Daher wurde sein Zeitverlauf nicht untersucht. Parallel zum Spannungsabbau vergrößerten sich die Spannungsinhomogenitäten.
- Proben des Typ "B" zeigen bereits zwei Wochen nach ihrer Passivierung nur noch vergleichsweise kleine Spannungen. Ob sie in den ersten zwei Wochen ähnlich große Spannungen wie Typ "A" besaßen und diese nur schneller abbauten, oder ob sie niemals solch große Spannungen aufbauten, kann nicht entschieden werden. D. h. es bleibt unsicher, ob bereits die Passivierung anders ablief, oder ob erst danach andere Prozesse in den Proben abliefen.
- Bei den Typ "A"-Proben gibt es Hinweise auf eine Verkleinerung des ungedehnten Gitterparameters des Au und/oder auf Druckspannung σ_z bei Raumtemperatur. Dies deutet auf andere ablaufende Prozesse im Vergleich zu "B"-Proben hin und nicht nur auf eine andere Kinetik. Ursache, Zeitpunkt und Geschwindigkeit dieser Prozesse müssen in späteren Untersuchungen ermittelt werden.

Welcher Herstellungsschritt ist am wahrscheinlichsten die Ursache für die Existenz zweier unterschiedlicher Probenarten? Die Aufdampfanlage stand ausschließlich für die Abscheidungen der für diese Arbeit benötigten Schichten zur Verfügung. Es kann dabei also von konstanten, reproduzierbaren Bedingungen ausgegangen werden. Die Strukturierung im FhG-ISiT erfolgte ebenfalls mit konstanten Eigenschaften. Das größte Problem im Zuge der Probenherstellung war die Durchführung der Passivierungen in großem zeitlichen Abstand voneinander an einer Anlage, die zwischenzeitlich oft auf die Betriebsbedingungen anderer Nutzer umgestellt werden mußte. Zudem war vor der Passivierung keine Reinigung der Probenoberfläche z. B. von Wasserdampfadsorbaten möglich. Verschiedene Proben hatten daher vor der Passivierung verschiedene Oberflächen. Während der Passivierung selbst war keine Temperaturkontrolle möglich. Dazu kommt, daß bei den Modellexperimenten dieser Arbeit insgesamt zu wenige Proben hergestellt werden konnten, um durch systematische Tests die Prozeßabläufe zu optimieren.

5. Zusammenfassung

Es gelang, passivierte Au-Leiterbahnen mit technologisch relevanten Abmessungen herzustellen. Dazu wurden Au-Filme von $1,2\ \mu\text{m}$ Dicke bei $300\text{--}500\ ^\circ\text{C}$ aufgedampft. Ihre Körner waren äquial, die Korngröße entsprach der Filmdicke. Dies stimmt mit den Erwartungen nach Strukturzonenmodellen überein. Alle Filme hatten eine starke $\langle 111 \rangle$ -Textur. Ihr Restwiderstandsverhältnis von ca. 50 deutete auf nur geringe Verunreinigungen hin. Die Proben wurden mittels Ionenstrahl-Lithographie strukturiert. Die kleinste Leiterbahnbreite betrug dabei ca. $1,3\ \mu\text{m}$. Die Querschnitte der Bahnen waren leicht trapezförmig. Die Proben wurden bei ca. $300\ ^\circ\text{C}$ (nicht direkt meßbar) mit Si_3N_4 passiviert. Der Prozeß der Passivierung war in der zur Verfügung stehenden Anlage, die auch von vielen anderen Arbeitsgruppen des Forschungszentrums genutzt wird, nicht reproduzierbar möglich. Aufgrund der zu verschiedenen Zeiten durchgeführten Passivierungen ergaben sich so zwei Arten von Proben: Die des Typs "A" hatten anfangs eine gut haftende Passivation, die sich allerdings im Laufe von ca. einem Jahr teilweise ablöste. Bei Proben des Typs "B" wurde eine schlechte Haftung der Passivation beobachtet, wobei erste Messungen zwei Wochen nach der Passivierung stattfanden.

An den passivierten Leiterbahnen wurden röntgenographische Spannungsmessungen (RSE) durchgeführt, ergänzt durch Untersuchungen mit Elektronenmikroskopie (REM und TEM). Mit Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) erfolgten erste Testmessungen an Leiterbahnen und zur Methodik der Kontrastvariation an durch ionenunterstütztes Aufdampfen entstandenen Kr-Ausscheidungen in Au-Filmen. Dabei konnte die hohe Empfindlichkeit der Methode demonstriert werden.

Bei den RSE-Untersuchungen wurden systematische Temperaturzyklen und Relaxationsexperimente durchgeführt. Proben des Typs "A" lagen mit $2\ \mu\text{m}$ (Probe 3.2) und $6\ \mu\text{m}$ (Probe 4.6) breiten Leiterbahnen vor. Sie zeigten anfänglich bei Raumtemperatur große dreidimensionale Zugspannungen. Bei beiden Leiterbahnbreiten lagen diese bei ca. $470\ \text{MPa}$ in den Richtungen entlang und quer zu den Leiterbahnen (Spannungen σ_1 bzw. σ_2) und bei ca. $330\ \text{MPa}$ in Richtung der Substratnormalen (σ_3). Beim Aufheizen auf $400\ ^\circ\text{C}$ bauten sich in allen drei Richtungen ungefähr gleich große Druckspannungen von $300\ \text{MPa}$ bei den $2\ \mu\text{m}$ breiten und $200\ \text{MPa}$ bei den $6\ \mu\text{m}$ breiten Leiterbahnen auf. Der Nulldurchgang der Spannungen lag zwischen $200\ ^\circ\text{C}$ bis $280\ ^\circ\text{C}$ und damit bei oder etwas unter der vermutlichen Passivierungstemperatur. Über den gesamten Temperaturzyklus von Raumtemperatur bis $400\ ^\circ\text{C}$ zeigten die Spannungen von Probe 3.2 keine Hysterese zwischen Aufheizen und Abkühlen, die von Probe 4.6 eine geringe. Die zwischen Raumtemperatur und $400\ ^\circ\text{C}$ beobachteten Spannungsvariationen wurden mit den aufgrund der bekannten Materialparameter für rein elastisches Verhalten berechneten Werten verglichen. Diese Rechnungen erfolgten mit Hilfe der Eshelby-Theorie für Leiterbahnen gleicher Abmessungen, die in einer unendlich ausgedehnten, elastischen Passivation eingebettet sind. Dieser Vergleich ergab innerhalb der Unsicherheiten des Modells und der Messungen eine qualitative Übereinstimmung. Bei den $6\ \mu\text{m}$ breiten Bahnen ergab der Vergleich Hinweise auf eine Spannungsumverteilung, d. h. auf Kosten der Lateralspannungen σ_1 und σ_2 anwachsende Spannung σ_3 . Diese Umverteilung weist auf eine plastische Scherverformung durch Versetzungsgleiten im Au hin. Der Vergleich mit den theoretischen Spannungen gab jedoch keinen zwingenden Hinweis auf Spannungsabbau durch Porenbildung.

Nach acht Monaten Alterung bei Raumtemperatur verschwand bei den Proben des Typs "A" die Spannung σ_3 und die Spannungen in Leiterbahnrichtung waren auf $\sigma_1 \approx 200 \text{ MPa}$ verkleinert, quer dazu auf $\sigma_2 \approx 100 \text{ MPa}$ bzw. 200 MPa bei den $2 \mu\text{m}$ bzw. $6 \mu\text{m}$ breiten Leiterbahnen. Gleichzeitig nahmen die örtlichen Spannungsinhomogenitäten in den Bahnen stark zu, wie eine Verbreiterung der beobachteten Braggreflexe bei der RSE anzeigte. Der ungedehnte Gitterparameter des gealterten Au verkleinerte sich etwas. Die Ursache dieser Alterungseffekte sind vermutlich örtliche Ablösungen der Passivation, die durch TEM-Untersuchungen bestätigt wurden. Diese werden auf lokale Korrosionsprozesse bei der Lagerung der Proben an Raumluft zurückgeführt.

Proben des Typs "B" hatten schon direkt nach der Herstellung ähnlich kleine Spannungen wie die des Typs "A" nach dem Alterungsprozeß. Der Mechanismus der vermutlich auch hierfür verantwortlichen, teilweisen Passivationsablösung ist noch unverstanden und zur Zeit nicht kontrollierbar. Übereinstimmend damit wurde bei ersten SAXS-Experimenten, die an Leiterbahnen des Typs "B" durchgeführt wurden, sowohl bei Temperaturwechseln als auch bei isothermer Relaxation kein Effekt, der von einer möglichen Porenbildung oder -wachstum herrührt, gefunden. Aus der Analyse der beobachteten SAXS-Intensitäten konnte trotzdem eine untere Grenze für einen mit SAXS beobachtbaren Volumenanteil an Poren (mit einem angenommenen Durchmesser von 1 nm) von ca. $3 \cdot 10^{-5}$ abgeschätzt werden.

Da die Passivation unabhängig von den Spannungen über alle Versuche rißfrei und dicht blieb, ist ihr teilweiser Haftungsverlust beim technologischem Einsatz der Au-Leiterbahnen nicht unbedingt ein Nachteil. Es ist so z. B. möglich, spannungsarme Leiterbahnen zu erhalten. Diese sind für praktische Anwendungen geeigneter als solche mit großen mechanischen Spannungen und allen daraus resultierenden Problemen. Zudem bestätigten Messungen unter Stromfluß an identisch hergestellten unpassivierten Leiterbahnen die hohe Elektromigrationsfestigkeit von Au. Bei einem weiter vertieften Verständnis der Herstellungsprozesse wäre also die gezielte Produktion spannungsarmer und elektromigrationsfester Au-Leiterbahnen möglich.

6. Literaturverzeichnis

- [1] N. Nomura et. al., Microelectronic Engineering 21, 3, 1993
- [2] P. B. Ghate et. al., Thin Solid Films 45, 69, 1977
- [3] W. Schilling, 21. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich GmbH, 1990
- [4] F. M. d'Heurle, P. S. Ho in Thin Films: Interdiffusion and Reactions, ed. by J. M. Poate et. al., S. 243, Wiley, 1978
- [5] T. Kwok, P. S. Ho in D. Gupta, P. S. Ho (Edts.), Diffusion Phenomena in Thin Films and Microelectronic Materials, S. 369 ff, Noyes, 1988
- [6] C. V. Thompson, J. R. Lloyd, MRS Bulletin, S. 19, Dez. 1993
- [7] P. A. Flinn et. al., MRS Bulletin, S. 26, Dez. 1993
- [8] J. Klema et. al., Proc. 22nd Annual Int. Reliability Symp., IEEE New York, S. 1, 1984
- [9] J. Curry et. al., Proc. 22nd Annual Int. Reliability Symp., IEEE New York, S. 6, 1984
- [10] J. T. Yue et. al., Proc. 23rd Annual Int. Reliability Symp., IEEE New York, S. 126, 1985
- [11] T. Turner, K. Wendel, Proc. 23rd Annual Int. Reliability Symp., IEEE New York, S. 142, 1985
- [12] M. A. Korhonen et. al., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 309, 121, 1993
- [13] P. Børgesen et. al., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 309, 187, 1993
- [14] J. Y. Kim, R. E. Hummel, Phys. Stat. Sol. A 122, 255, 1990
- [15] I. Brodie, J. J. Muray, The Physics of Micro/Nano-Fabrication, Plenum Press, 1992
- [16] T. B. Massalski (Edt.), Binary Alloy Phase Diagrams, 2. Ausgabe, S. 428 ff, Amer. Soc. for Metals, 1990
- [17] J. W. Robinson (Ed.), Handbook of Spectroscopy, Vol. 1, CRC Press, 1974
- [18] E. I. Alessandrini et. al., J. Appl. Phys., 45 (11), 4888, 1974
- [19] D. R. Collins et. al., Appl. Phys. Lett., 8 (12), 323, 1966
- [20] M. A. George et. al., J. Vac. Sci. Technol. A8 (3), 1491, 1990
- [21] P. T. Vianco et. al., Proc. IEEE 44-th Annual Symp. on Frequency Control, S. 207, 1990
- [22] L. S. Hung et. al., J. Appl. Phys. 60 (12), 4177, 1986
- [23] M. A. Nicolet, Thin Solid Films 52, 415, 1978

- [24] A. Munitz, Y. Komem, *Thin Solid Films* **37**, 171, 1976
- [25] R. Rosenberg et. al. in J. M. Poate et. al. (Edts.), *Thin Films - Interdiffusion and Reactions*, S. 13, Wiley & Sons, 1978
- [26] G. Majni et. al., *Thin Solid Films* **38**, 15, 1976
- [27] G. A. Geach, D. Summers-Smith, *Journal of the Institute of Metals* **82**, 471, 1953-54
- [28] J. M. Harris et al., *J. Vac. Sci. Technol.* **12** (1), 1975, 524
- [29] J. K. Boan et. al., *High Temp. Electronics, Conf. Proc.*, Tucson 25.-27.3.1981, S. 111
- [30] S. Raud et. al., *Appl. Phys. A* **52**, 151, 1991
- [31] H. R. Kaufman et al., *J. Vac. Sci. Technol.* **21** (3), 1982, 725
- [32] H. R. Kaufman, *Fundamentals of Ion-Source Operation*, Commonwealth Scientific Corporation, 1984
- [33] V. Dietz, Thesis, RWTH Aachen 1991
- [34] P. Gulde, FhG ISiT, Entwicklungsbericht, Nov. 1992
- [35] U. Burges, Dissertation RWTH Aachen, 1995
- [36] A. Steffen, private Mitteilung
- [37] M. Ohring, *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press, 1992
- [38] J. A. Thornton, *SPIE Vol. 821 Modeling of Optical Thin Films*, 1987
- [39] C. R. M. Grovenor et. al., *Acta metall.*, **32**, 773, 1984
- [40] K. L. Chopra, *Thin Film Phenomena*, McGraw-Hill, 1969
- [41] P. Jung, private Mitteilung
- [42] Landolt-Börnstein NS III, 15a, 1982
- [43] L. Reimer, *Transmission Electron Microscopy*, Springer, 1984
- [44] W. Jäger, 17. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich GmbH, 1986
- [45] W. Jäger, private Mitteilung
- [46] H. Schröder, private Mitteilung
- [47] D. Beckers, private Mitteilung
- [48] H. G. Haubold et. al., *Rev. Sci. Instrum.* **60**, 1943, 1989
- [49] H. G. Haubold, 23. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich GmbH, 1992

- [50] G. Buth, Dissertation, RWTH Aachen, 1992
- [51] R. Gebhardt, Dissertation, RWTH Aachen, 1993
- [52] M. Schlenter, Diplomarbeit, RWTH Aachen, 1995
- [53] J. D. Jackson, Klassische Elektrodynamik, 2. Aufl., de Gruyter, 1983
- [54] D. T. Cromer, J. Appl. Crystl., **16**, 437, 1983
- [55] D. T. Cromer, D. A. Liberman, J. Appl. Crystl., **A 37**, 267, 1981
- [56] A. Guinier, G. Fournet, Small-Angle Scattering of X-Rays, Wiley & Sons, 1955
- [57] F. A. Smidt, International Materials Reviews, **35** (2), 61-128, 1990
- [58] Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, 6. Auflage, Oldenbourg, 1983
- [59] S. Steeb et. al., Röntgen- und Elektronenbeugung, expert-Verlag, 1985
- [60] I. C. Noyan, J. B. Cohen, Residual Stress, Springer, 1987
- [61] B. M. Clemens, J. A. Bain, MRS Bulletin S. 46, Juli 1992
- [62] M. Röttepohl, Diplomarbeit, RWTH Aachen, 1992
- [63] H. Huck, Diplomarbeit, RWTH Aachen, 1994
- [64] Landolt-Börnstein NS III, 17a, S. 61, S. 369
- [65] Landolt-Börnstein NS III, 2, S.3, 1969
- [66] G. Simmons, H. Wang, Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: A Handbook, M.I.T. Press, 1971
- [67] J. D. Eshelby, Proc. R. Soc. London Ser. A, **241**, 376, 1957
- [68] J. D. Eshelby, Proc. R. Soc. London Ser. A, **252**, 561, 1959
- [69] M. A. Korhonen et. al., J. Appl. Phys., **69** (3), 1748, 1991
- [70] M. F. Doerner, Ph.D. Dissertation, Stanford University, S. 122, 1987
- [71] Landolt-Börnstein, NS III, 6, S. 2
- [72] Y.S. Touloukian et al., Thermophysical Properties of Matter, Vol. 12, S. 125
- [73] The TPRC Data Series Vol. 12 "Thermal Expansion", S. 125
- [74] U. Burges, private Mitteilung
- [75] Landolt-Börnstein, NS III, 25, S. 224

Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. W. Schilling für die Anregung zu dieser Arbeit und die Möglichkeit, sie an seinem Institut durchzuführen, bedanken. Darüber hinaus half er stets mit klarem Blick und großer Zielstrebigkeit bei der Überwindung auftretender Schwierigkeiten. Vielen Dank!

Herrn Dr. H.G. Haubold danke ich für seine Betreuung, besonders bei der Röntgenkleinwinkelstreuung, und für seine große Hilfsbereitschaft. Und dies zuletzt in sicher schwieriger Zeit.

Bei Herrn Dr. P. Ehrhart bedanke ich mich für sein sehr großes Engagement bei den RSE-Experimenten, ihrer Deutung und nicht zuletzt bei der Erstellung dieses Manuskripts. Ohne ihn wäre vieles ungenauer, unklarer und unleserlicher geblieben.

Mein besonderer Dank gehört Herrn Dr. H. Schroeder dafür, daß er die ins Stocken geratene Probenstrukturierung wieder "auf den Weg brachte", und für aufmunternde Worte, als auch ich ins Stocken geraten war. Vergessen möchte ich nicht die vielen sonstigen Hilfen, u. a. bei der Elektronenmikroskopie. Ein herzliches Dankeschön!

Für das angenehme Arbeitsklima und die tolle Betreuung - rund um die Uhr! - am Hamburger JUSIFA-Meßplatz bedanke ich mich recht herzlich bei Herrn Dr. G. Goerigk.

Herzlich bedanke ich mich bei Herrn Dr. R. Gebhardt für die viele Hilfen bei der Kleinwinkelstreuung - und beim Überleben während Hamburger Meßzeiten.

Den Herren B. Renning (Fa. Varian) und H. Haselier sei Dank für die große und sehr sachkundige Hilfe bei der Inbetriebnahme der Aufdampfanlage. Herrn H. Haselier danke ich darüber hinaus für die sehr engagierte und sehr freundschaftliche Zusammenarbeit bei der Herstellung der Aufdampfschichten. Auch über die gesamte Dauer der Arbeit war er mit seinem reichen praktischen Erfahrungsschatz immer schnell zur Hilfe. Vielen Dank, Hans!

Für den tollen Teamgeist, die angenehme Zusammenarbeit bei vielen gemeinsamen Experimenten und ihre stete Hilfsbereitschaft danke ich den Herren U. Burges, D. Beckers, M. Rötepohl und H. Huck. An dieser Stelle möchte ich auch allen anderen Doktoranden und Diplomanden des Instituts ebenso herzlich für das kollegiale, kameradschaftliche Umfeld danken. So wie mit Euch, stelle ich mir Zusammenarbeit vor! Vom Fußball ganz zu schweigen...

Allen Mitarbeitern des ISI danke ich für ihre Bemühungen bei der Probenstrukturierung, der Passivierung und der Entpassivierung der Leiterbahnen. Bei Herrn Dr. P. Gulde (FhG-ISiT) bedanke ich mich für die Strukturierung der Filme und für viele (telefonische!) Ratschläge.

Bei Herrn Dr. Chr. Hünnekes bedanke ich mich für seinen großen Beitrag zur Auswertung der RSE-Daten und für einige Lehrstunden in Sachen Effektivität.

Viele kleine und große technische und programmiertechnische Hilfen erhielt ich von Herrn U. Dedek. Dafür möchte ich mich an dieser Stelle bedanken.

Auf Herrn P. Hiller war stets Verlaß. Zwei Röntgenanlagen und ein Segelflugzeug waren immer einsatzbereit. Vielen Dank.

Frau M. Garcia gebührt Dank für ungezählte organisatorische Hilfen und die Aufrechterhaltung eines reibungslosen Institutsbetriebs.

Bei Frau E. Würtz und bei Frau B. Heinen bedanke ich mich für zahlreiche REM-Untersuchungen, die äußerst wichtig waren, um den Fortgang der Probenherstellung ständig überwachen zu können. Frau D. Meertens gilt mein Dank für die kompetente Durchführung der TEM-Untersuchungen und Herrn Dr. D. Guggi und Herrn H. Nielen danke ich für die Texturmessungen. Herrn Dr. P. Jung und Herrn Dr. P. Meuffels mit ihren jeweiligen Mitarbeitern danke ich für die Bestimmungen des Kr-Gehalts in den Aufdampfschichten. Bei den Herren H. Jungbluth und R. Speen bedanke ich mich für die Erstellung vieler Schaubilder.

Ferner bedanke ich mich sehr herzlich bei allen nicht namentlich genannten Mitarbeitern des Instituts und der Werkstätten, die durch ihren wertvollen Beitrag erst eine experimentelle Arbeit ermöglichen.

Zum Schluß gilt mein lieber Dank meiner Frau Eva, die mich während der Promotionszeit tatkräftig unterstützte und - was noch schwieriger war - mich in dieser Zeit ertrug.

4. The fourth part of the document discusses the implications of the findings for future research and practice. It suggests that the results of this study could be used to inform policy decisions and to guide the development of new programs and initiatives.

5. The fifth part of the document provides a conclusion and a summary of the key points. It reiterates the importance of the study and the need for further research in this area.

2. The second part of the document focuses on the role of the management team in overseeing the organization's performance. It states that the management team should regularly review the progress of various projects and departments to ensure they are on track. The text also highlights the importance of communication and collaboration between different teams within the organization.

3. The third part of the document discusses the financial aspects of the organization. It mentions that the management team should closely monitor the budget and ensure that all expenses are properly documented and justified. The text also notes that regular financial reviews are necessary to identify areas where costs can be reduced and resources can be better allocated.

4. The fourth part of the document addresses the human resources aspect of the organization. It states that the management team should ensure that all employees are properly trained and equipped to perform their duties. The text also mentions that regular performance evaluations and feedback sessions are important for maintaining a high level of employee engagement and productivity.

5. The fifth part of the document discusses the legal and regulatory requirements that the organization must comply with. It mentions that the management team should ensure that all operations are conducted in accordance with applicable laws and regulations. The text also notes that regular audits and compliance checks are necessary to avoid any legal issues or penalties.

6. The sixth part of the document discusses the overall goals and objectives of the organization. It states that the management team should clearly define the organization's mission and vision and ensure that all activities are aligned with these goals. The text also mentions that regular communication and reporting are essential for keeping everyone informed of the organization's progress and achievements.

Jül-3091
Juli 1995
ISSN 0944-2952