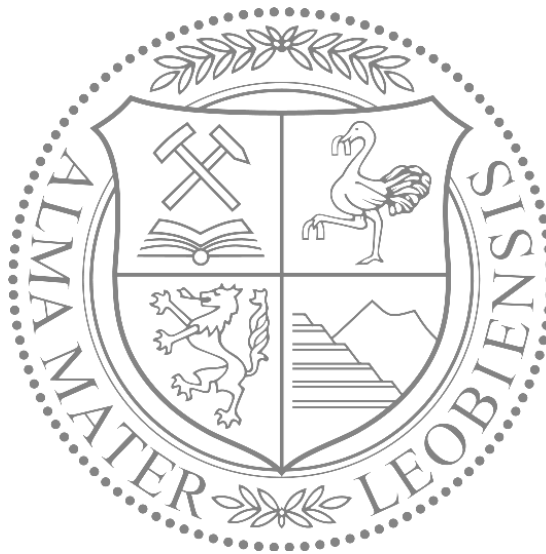


Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften miniaturisierter Kupferstrukturen aus der Leistungshalbleiterelektronik

Dissertation



Montanuniversität Leoben

Oktober 2011

Verfasst von Martin Smolka

am Kompetenzzentrum Automobil- und Industrie-Elektronik KAI, Villach
und am Erich Schmid Institut für Materialwissenschaften der ÖAW, Leoben

Erstgutachter: Prof. Dr. Gerhard Dehm

Zweitgutachter: Prof. Dr. Helmut Clemens

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, 16. Oktober 2010

Martin Smolka

Meiner Mama

und meinem Papa,

der sehr gerne den Abschluss meiner Ausbildung miterlebt hätte.

Kurzzusammenfassung

Leistungshalbleiterbauteile müssen hohe Robustheit gegen mechanische Spannungen bieten, die beim Schalten hoher Leistungen und der damit verbundenen Wärmeentwicklung entstehen. Eine genaue Kenntnis der mechanischen Eigenschaften der verwendeten Materialien ist daher essentiell für die Entwicklung zuverlässiger Bauteile. Da das mechanische Verhalten von Materialien in vielen Fällen mit der Größe der eingesetzten Strukturen variiert, sind mechanische Prüfverfahren für Proben mit den Dimensionen ihrer Anwendung von hohem Interesse.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein miniaturisierter Zugversuch an Kupfer-Polykristallen für den Temperaturbereich von RT bis 400°C realisiert. Die getesteten Proben hatten dabei die Breite von 20 µm und der Dicke von 5 µm bis 20 µm womit ihre Größe im Bereich realer Strukturen aus der Leistungshalbleiterelektronik lag. Die Experimente wurden unter *in situ* Beobachtung durch Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Neben den Spannungs-Dehnungszusammenhängen kann somit auch das Verformungsverhalten der miniaturisierten Proben in starker Vergrößerung untersucht werden. Damit sind detaillierte Einblicke in temperaturabhängige mikromechanische Mechanismen ermöglicht.

Die Arbeit umfasste die Entwicklung des Probenpräparationsprozesses durch elektrochemische Kupferabscheidung in Kombination mit Lithographie-Strukturierungsverfahren sowie einer Methode der Substratätzung zur Erzeugung freistehender Zugproben. Die Mikrostruktur der resultierenden Proben wurde mittels Rückstreuелеlektronenbeugung charakterisiert.

Die Experimente wurden an Proben verschiedener Dicke bei den Temperaturen von Raumtemperatur, 100°C, 200°C, 300°C und 400°C durchgeführt. Aus den Spannungs-Dehnungszusammenhängen wurden insbesondere die Fließgrenze, die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung der Materialien ausgewertet. Die Abhängigkeiten der Messdaten von der Temperatur, der Probendicke und der Mikrostruktur wurden in einer Gegenüberstellung mit Literaturwerten aus anderen miniaturisierten Zugversuchen sowie makroskopischen Experimenten diskutiert.

Abstract

Electronic power devices have to withstand high mechanical stresses which generate during the operation of high electric powers due to local heating and thermal expansion. The detailed knowledge of the mechanical characteristics of the used components is therefore an essential prerequisite for the design of robust devices. As the size of the used structures often influences the mechanical behavior of materials, the setup of mechanical tests in the dimension of the application is of high interest.

In these studies a miniaturized temperature dependent tensile test on polycrystalline copper has been set up. The tested samples had a width of 20 μm and a thickness ranging from 5 μm to 20 μm and therefore represent real structures in power electronic applications. The tensile tests were performed in situ in a scanning electron microscope (SEM) at temperatures up to 400°C. This allows the measurement of stress strain relations with simultaneous observation of the deformation behavior at high magnification.

The samples have been generated by electrochemical deposition and lithographic structuring. Further more a substrate etching process in order to generate freestanding samples has been setup. The microstructure of the samples was resolved by electron backscattered diffraction (EBSD).

Tensile tests on samples of different thickness were performed at room temperature, 100°C, 200°C, 300°C and 400°C. Mechanical parameters like yield stress, ultimate tensile strength and elongation at fracture have been evaluated from the stress strain relations. Dependencies of the data on temperature, sample thickness and microstructure has been evaluated and compared to literature values of other miniaturized and macroscopic tensile test setups.

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei Prof. Gerhard Dehm bedanken, der mich ausgezeichnet über die dreijährige Lernkurve bis zum Dokortitel geführt hat und stets durch seine Motivation nach jeder Art von Komplikationen neue Antriebskräfte wecken konnte. Prof. Helmut Clemens danke ich für die Erstellung des Zweitgutachtens zu dieser Arbeit.

Bei Josef Fugger und Prof. Herbert Grünbacher, die das Kompetenzzentrum Automobil- und Industrieelektronik (KAI) während meiner Arbeit in leitender Funktion betreuten, bedanke ich mich sehr herzlich dafür, dass sie mir die Möglichkeit zu diesem Forschungsprojekt gegeben haben.

Besonders möchte ich mich auch bei Dr. Thomas Detzel von Infineon Technologies Austria AG bedanken, der zum einen für die Koordination meines Projektes mit dem Industriepartner verantwortlich war und zudem durch viele Ratschläge zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat.

Dr. Werner Robl von Infineon Technologies AG danke ich für die Betreuung bei der Probenherstellung in Regensburg und die vielen Diskussionen, die diese Arbeit bereichert haben.

Bei Dr. Christian Motz bedanke ich mich für die kompetente Unterstützung als zweiter wissenschaftlicher Betreuer.

Ein besonderer Dank gilt folgenden Mitarbeitern der Firma Infineon für die Hilfe bei der Einarbeitung in der Halbleiter-Fertigungslinie und der folgenden Probenpräparation.

Aus Villach:

Fritz Kröner, Reinhold Grilz, Francisco Santos, Karin Schrettlinger,
Petra Fischer, Richard Gaisberger, Claudia Sgiaravello, Martin Zgaga, Henning Kraack
Gottfried Seebacher, Klaus Pinter, Josef Campidell, Thomas Ostermann, Sigrid Wabnig
Helmut Schönherr, Matthias Müller, Andreas Behrendt, Simone Heidegger,
Ahmad Fathulla, Kai Schreiber, Sokratis Sgouridis

Aus Regensburg:

Hans Groß, Max Krug, Jürgen Förster, Uwe Höckeke, Thomas Kunstmann
Rainer Leuschner, Florian Fischer, Christine Lindner, Holger Döpke

Dr. Thomas Grieser danke ich für die Bereitstellung und Empfehlung des Polymers PVB.

Diese Arbeit wäre nicht möglich gewesen, ohne die Arbeiten in der Institutswerkstatt von Franz Hubner und Christian Scheiner, ohne der sachkundigen Unterstützung bei allen chemischen Fragen von Traudi Haberz, Silke Modritsch und Gabi Moser und ohne der Hilfe bei elektronischen Installationen von Gerald Reiter und Herwig Felber

Alexander Wimmer, der in einer Folgedissertation auf diesem Gebiet forschen wird, danke ich für die vielen interessanten Diskussionen und wünsche ihm eine spannende Promotionszeit.

Bei allen Kollegen am Erich Schmid Institut, insbesondere den Sekretärinnen Marianne Fließner und Doris Schrut, meinen Bürokollegen Stefan Scheriau, Walther Heinz, Jürgen Maierhofer, Mario Stefanelli und allen weiteren Kollegen danke ich für die angenehme Arbeitsatmosphäre.

Alexandra Wucherer und Elisabeth Regittnig möchte ich für die organisatorische Betreuung danken, unter anderem bei der Verwaltung meiner Dienstreisen ☺.

Bei meinem kleinen Engel Julia bedanke ich mich für die viele Kraft und Unterstützung auf dem langen Weg zum Abschluss dieser Arbeit.

Meiner Familie danke ich sehr für die Ruhe, die ich immer wieder zu Hause tanken konnte und für den Zusammenhalt, der uns auch durch schwierige Situationen trägt.

Ich bedanke mich zudem bei meinen „Gastfamilien“ Hohensinner und Krampfl für die herzliche Aufnahme in Österreich ☺.

Für die Unterkunft auf Dienstreisen bedanke ich mich bei Oliver Weidinger, Christian Neugirg, Gerhard Kern sowie Anna und Friedemann Hanf.

Ganz besonders bedanke ich mich auch bei Carmen Grandl und Gerlinde Scherhag für die entgegenkommende und nette Betreuung bei den bürokratischen Hürden auf dem Weg zur Einreichung.

1. Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	13
2. Einleitung	15
3. Literaturzusammenfassung	19
4. Theoretische Grundlagen	25
4.1. Materialprüfung durch Zugversuch.....	25
4.2. Versetzungen in Kristallen.....	28
4.3. Plastizität in miniaturisierten Proben	41
4.4. Erholung und Rekristallisation.....	43
4.5. Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften von Kristallen.....	44
5. Experimentelle Methoden.....	48
5.1. Prinzip des verwendeten Mikrozugversuchs.....	48
5.2. Verwendete Proben und deren Herstellung.....	49
5.2.1. Probengeometrie.....	49
5.2.2. Substrat-System.....	50
5.2.3. Elektrochemische Kupfer-Abscheidung	53
5.2.4. Temperaturbehandlung.....	54
5.2.5. Rückseitenbehandlung mit Substratätzung	54
5.2.6. Bestimmung des Probenquerschnitts	57
5.3. Herstellung des Greifers	61
5.4. Versuchsaufbau	62
5.4.1. Das Faser-Zugmodul.....	62
5.4.2. Heizung für <i>in situ</i> Zugversuche im Rasterelektronenmikroskop.....	65
5.4.3. Maschinensteifigkeit	68
5.4.4. Genauigkeit der Spannungs- und Dehnungsmessung	68
5.4.5. In situ Betrieb des Faserzugmoduls	72
5.5. Mikrostrukturanalyse und Korngrößenauswertung.....	74
5.6. Sekundärionen Massenspektroskopie (SIMS)	74
6. Ergebnisse	76
6.1. Charakterisierung der Mikrozugproben	76
6.1.1. Geometrie	76
6.1.2. Mikrostruktur	77

6.1.3.	Chemische Zusammensetzung.....	85
6.2.	Mikro-Zugversuche.....	85
6.2.1.	Überblick über die getesteten Proben.....	85
6.2.2.	Drifteffekte in der Zugversuchsapparatur.....	87
6.2.3.	Raumtemperatur-Messungen.....	90
6.2.3.1.	Proben des Typs A.....	90
6.2.3.2.	Proben des Typs B.....	94
6.2.4.	Temperatur bis 400°C.....	97
6.2.4.1.	Proben des Typs A.....	98
6.2.4.2.	Proben des Typs B.....	105
6.2.5.	Korrelation von Schmidfaktorverteilung und Verformungslokalisation ..	112
7.	Diskussion.....	114
7.1.	Elastische Parameter.....	114
7.2.	Zugkurven mikroskopischer und makroskopischer Proben.....	115
7.3.	Temperaturabhängigkeit der Bruchdehnung.....	117
7.4.	Dickenabhängigkeit der Bruchdehnung.....	121
7.5.	Hochtemperatursprödigkeit im mikroskopischen und makroskopischen Experiment.....	124
7.6.	Raumtemperatur-Fließgrenze.....	126
7.7.	Temperaturabhängigkeit der Spannungswerte.....	129
7.8.	Vergleich der temperaturabhängigen Zugfestigkeit mit der Literatur	136
7.9.	Dickenabhängigkeit der Spannungswerte.....	137
8.	Zusammenfassung.....	139
8.1.	Experimentelle Methoden.....	139
8.2.	Ergebnisse.....	140
8.3.	Interpretation.....	141
8.4.	Ausblick.....	143
9.	Literaturverzeichnis.....	145
Anhang	157
A	Filterung der Wegmessdaten.....	157
B	Steigung im elastischen Bereich für alle Proben.....	161
C	Polfiguren zu den EBSD-Daten.....	162
D	Werte der Fließgrenze in Auftragung gegen die Korngröße.....	164

1. Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

ε	Dehnung	REM	Rasterelektronenmikroskop
σ	Spannung	EBSD	Engl. <i>Electron Backscattered</i>
τ	Schubspannung		<i>Diffraction</i>
ε_u	Gleichmaßdehnung	SIMS	Engl. <i>Secondary Ion Mass</i>
ε_f	Bruchdehnung		<i>Spectroscopy</i>
σ_y	Fließgrenze bei 0,2% Dehnung	FIB	Engl. <i>Focused Ion Beam</i>
σ_{UTS}	Zugfestigkeit		
τ_c	Kritische Schubspannung	PVB	Polyvinyl Butyral
b	Burgersvektor	ppm	Parts per million
s	Versetzungs-Linienelement		
<i>E</i>	Elastizitätsmodul		
<i>G</i>	Schubmodul		

2. Einleitung

Halbleiter-Bauelemente zur Steuerung elektrischer Komponenten mit hoher Leistungsanforderung erfahren eine stetig wachsende Nachfrage, nicht zuletzt aufgrund aktueller Technologieentwicklungen in Richtung Elektromobilität oder alternativen Energiegewinnungs-Lösungen mit intelligenten Verteilernetzwerken (*smart grids*). Für den Einsatz dieser Leistungshalbleiterelemente gelten erhöhte Anforderungen hinsichtlich ihrer Qualität und Langzeitfunktionalität.

Zum einen muss die Funktionalität dieser Bauteile aufgrund von Schwankungen der Umgebungstemperatur in einem weiten Temperaturbereich gewährleistet sein (*passive cycling*) [1]. Hohe Belastungen dieser Bauteile sind zum anderen in erster Linie durch elektrische Pulse beim Schalten induktiver Lasten wie Motoren oder Relais gegeben [2],[3]. Aufgrund dissipierter Energie in Form joulescher Energie entstehen punktuelle Temperaturschwankungen (*active cycling*). Moderne Bauteile überstehen kurzzeitige Temperaturspitzen von bis zu 350°C [4]. Durch die unterschiedliche Wärmeausdehnung der eingesetzten Materialien von Leiterrahmen (engl. *leadframe*), Substrat, darüberliegenden dünnen Schichten und der umgebenden Pressmasse entstehen mechanische Spannungen. Im Laufe der Entwicklung von zunehmend robusteren Bauelementen traten in Testverfahren Schädigungsmechanismen zu Tage, die oft auf rein thermomechanische Belastungen zurückzuführen sind.

Insbesondere in der Metallisierung, die in der Leistungshalbleiterelektronik nicht nur aus Leiterbahnen sondern auch aus einer großflächigen oft mehrere Mikrometer dicken Metallisierung („*Power Metallisierung*“ [5],[6]) besteht, kann Schädigung auftreten. Durch plastische Verformung der Metallisierung, wird nach wiederholten thermomechanischen Belastungszyklen die Bildung von Rissen und Hohlräumen [4],[7],[8], sowie Delamination [9],[10] beobachtet. Zudem führt die zyklische plastische Verformung zur Kumulierung hoher Spannungen in darüberliegenden Hartstoffschichten wie SiO₂ oder SiN (*ratcheting effect*) [3],[5],[9]-[12] und in der Folge zu Rissbildung. Die Konsequenz sind elektrische Kurzschlüsse oder Korrosionseffekte durch eindringende Feuchtigkeit [5].

Die Wahl der Materialien zur Konstruktion eines Leistungshalbleiter-Bauelements erfordert daher eine umfangreiche Kenntnis der thermomechanischen Eigenschaften. Materialforschung mit den vorrangigen Zielen, mechanische (a) Spannungen in den

2. Einleitung

Komponenten zu verringern sowie (b) die Komponenten resistenter gegen die thermomechanische Belastung zu machen, geht daher Hand in Hand mit der Entwicklung robuster Bauelemente.

Diese Arbeit fokussiert sich auf das Metallisierungsmaterial Kupfer. In der Halbleiterindustrie hat dieses Metall aufgrund der besseren Leitfähigkeit und des höheren Widerstands gegen Elektromigration in vielen Anwendungen den Einsatz von Aluminium ersetzt. In Leistungshalbleiter-Bauteilen zeigt dieses Material zudem eine deutlich geringere Degradation durch Riss- und Hohlrumbildung [4]. Diese Effekte sind jedoch auch hier nach hoher Anzahl thermischer Belastungszyklen nicht auszuschließen [4] (siehe Abbildung 1 [7]). Wachsende Produkthanforderungen verlangen daher weitere Materialforschung, mit der ein tiefer gehendes Verständnis der thermomechanischen Eigenschaften möglich ist und an denen gezielte Maßnahmen zur weiteren Materialoptimierung ansetzen können.

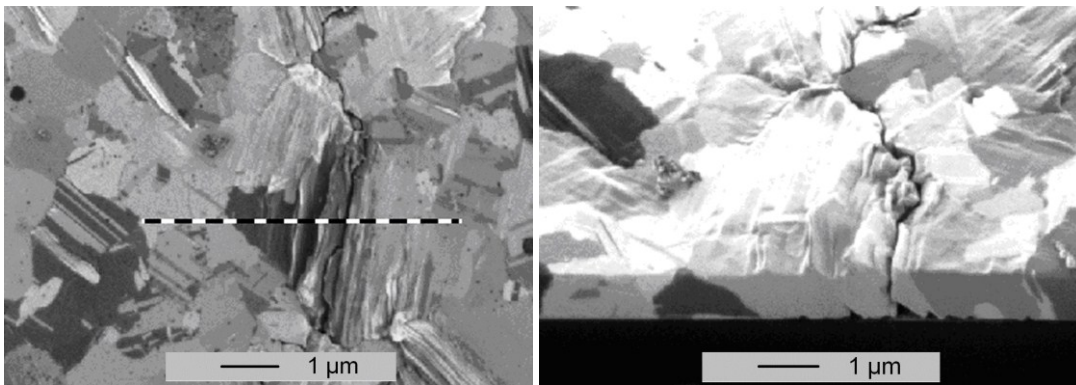


Abbildung 1: Rissbildung in einer Cu-Schicht nach zyklischer thermomechanischer Beanspruchung (Abbildungen entnommen aus [7]).

In Mikroelektronik-Bauelementen werden in der Regel Materialien eingesetzt, die auch in makroskopischen Konstruktionen technische Verwendung finden und daher vielfach mechanisch charakterisiert werden. Aufgrund der oft beobachteten Größeneffekte mechanischer Parameter (*mechanical size effects*) [13]-[20], können diese Daten jedoch in der Regel nicht direkt mit der Strukturgröße skaliert werden. Solche Effekte werden an Materialien einerseits im Zusammenspiel mit einem darunterliegenden Substrat beobachtet [21]-[29]. Aber auch freistehende Materialien zeigen eine Größenabhängigkeit mechanischer Parameter. Insbesondere an Cu wurde beobachtet, dass in dünnen freistehenden polykristallinen Schichten plastische Verformung bei geringerer Schichtdicke höhere Spannung erfordert [30]. Zudem

2. Einleitung

wurde auch an miniaturisierten Einkristallen beobachtet, dass die Spannungen zur Erzeugung plastischer Verformung umso höher sind, je kleiner die kleinste Dimension der Proben ist (Probenbreite bzw. -Durchmesser) [13]-[18]. Bisher wurde von keinem theoretischen Modell berichtet, das diese experimentellen Beobachtungen vollständig beschreibt [19],[20].

Das mechanische Verhalten miniaturisierter Strukturen kann daher oft nur durch Prüfverfahren gewonnen werden, bei denen die Proben die Dimensionen der Anwendung haben.

Das Testen von Materialien in kleinen Dimensionen stellt hohe experimentelle Anforderungen. Im Vergleich zu etablierten makroskopischen mechanischen Prüfverfahren, müssen sowohl die Aktorik- als auch die Sensorikkomponenten für geringe Kräfte und Wegabstände ausgelegt sein. Zur Beobachtung der Deformation- und Schädigungsmechanismen sind zudem Verfahren mit hoher Ortsauflösung wie beispielsweise Elektronenmikroskopie erforderlich. Im Vergleich zu der Vielzahl unterschiedlicher Methoden zum mechanischen Testen miniaturisierter Proben, behandeln nur wenige Literaturberichte deren Umsetzung für temperaturabhängige Messungen.

Im Rahmen der hier vorgestellten Dissertation wurde ein *in situ* Zugversuch im Rasterelektronenmikroskop für miniaturisierte Kupferproben entwickelt, der im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 400°C durchgeführt werden kann. Damit sind die in aktuellen Leistungshalbleiter-Bauelementen vorkommenden Temperaturspitzen von 350°C [4] dem Testverfahren zugänglich. Nach bestem Wissen des Autors liegt in der Literatur kein Bericht über einen Aufbau mit diesen Spezifikationen vor. Damit wurden die mechanischen Eigenschaften von miniaturisierten Kupferproben mit der Dicke von 5 µm, 10 µm und 20µm, der Breite von 20µm und der Länge von 130µm untersucht. Die Probenherstellung basiert auf Standardprozessen aus der Halbleiterindustrie. Der verwendete Prozess zur elektrochemischen Kupferabscheidung wurde mit zwei verschiedenen Elektrolyten umgesetzt.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, die Messungen der temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften miniaturisierter Kupferproben in Abhängigkeit der Probendicke und des verwendeten Abscheideelektrolyts darzustellen. Anhand dieser Messwerte wird der Einfluss der Parameter Probendicke, Mikrostruktur und

2. Einleitung

chemische Reinheit auf das temperaturabhängige mechanische Materialverhalten diskutiert. In Literaturvergleichen werden dabei Zusammenhänge zu anderen Experimenten an miniaturisierten sowie makroskopischen Proben etabliert.

Diese Arbeit ist wie folgt aufgebaut:

- In Kapitel 3 wird ein Literaturüberblick über Testverfahren der temperaturabhängigen mechanischen Parameter miniaturisierter Proben gegeben.
- In Kapitel 4 werden die theoretischen Grundlagen des Themengebietes zusammengefasst.
- Kapitel 5 fasst die experimentellen Methoden insbesondere mit der Probenpräparation und dem Aufbau der Zugversuchsapparatur zusammen.
- Kapitel 6 beschreibt die Ergebnisse der temperaturabhängigen Messungen mit den Spannungs-Dehnungszusammenhängen. Zudem wird das Verformungsverhalten anhand während der Zugversuche aufgenommener Rasterelektronenmikroskopaufnahmen dargestellt.
- In Kapitel 7 werden mechanische Kennwerte aus oben vorgestellten Messungen analysiert, sowie Zusammenhänge zwischen den mechanischen Eigenschaften und der Probengeometrie, Mikrostruktur und chemischer Reinheit dargestellt und mit Literaturwerten verglichen. Dabei wird insbesondere diskutiert inwieweit die vorgestellten Messungen mit anderen miniaturisierten Experimenten übereinstimmen sowie inwiefern das mechanische Verhalten der miniaturisierten Proben aus makroskopischen Experimenten extrapoliert werden kann.

3. Literaturzusammenfassung

Zur Untersuchung der Größenabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von Materialien wurde eine Vielzahl mechanischer Testmethoden für miniaturisierte Proben entwickelt. Im folgenden soll ein Überblick über wichtige Experimente gegeben werden, wobei besonderes Augenmerk den Techniken gilt, die auch für temperaturabhängige Messungen ausgelegt sind.

Die Technik der Nanoindentierung [31]-[36] ist insbesondere zur mechanischen Charakterisierung von Massivmaterialien aber auch für dünne Schichten geeignet. Dabei wird eine Diamantspitze in die Oberfläche des untersuchten Materials gedrückt, während die Eindringtiefe und die aufgewendete Kraft im häufigsten Fall kontinuierlich aufgezeichnet werden (Instrumentierte Nanoindentierung). Damit ist eine etablierte Methode zur Härteprüfung gegeben. Zudem kann aus der Entlastungskurve auf die elastischen Materialeigenschaften geschlossen werden. Plastische Eigenschaften, wie die Fließgrenze und Festigkeit, sind dagegen nicht direkt zu ermitteln, da der eindringende Prüfkörper eine komplexe mechanische Spannungsverteilung in dem untersuchten Material hervorruft. Eine Realisierung dieser Technik für Temperaturen bis zu 400°C wird beispielsweise von Farber et al. berichtet [37].

Wird als Prüfkörper ein flacher Stempel verwendet, kann die Nanoindenter-Apparatur zum Test miniaturisierter Druckproben auf einem Substrat eingesetzt werden (engl. *pillar compression test*) [13]-[17]. Hiermit kann das Material zumeist näherungsweise unter definiertem einachsigen Spannungszustand geprüft werden. Mögliche Probleme, wie z.B. die an der Grenzfläche zwischen Stempel und Probe auftretende Reibung, sind in der Literatur diskutiert [16]. Die Präparation der Druckproben wird oft durch einen fokussierten Ionenstrahl (engl. *focused ion beam*) realisiert. Nachteilig ist hier die vergleichsweise zeitaufwändige Herstellung. Der üblicherweise angewendete Beschuss durch Ga-Ionen kann zudem die mechanischen Eigenschaften beeinflussen (siehe [38]). Zudem sind auch lithographische Präparationsmethoden möglich [14], sowie das Testen stäbchenförmiger Phasen nach der Ätzung der umgebenden Matrix [39]. Das Verfahren wurde an unterschiedlichen Materialien getestet, beispielsweise neben den in der Mikroelektronik verwendeten

3. Literaturzusammenfassung

Metallen Cu [19], Au [14],[40], und W [17] auch an Hartschichten wie TiN [17]. Temperaturabhängige Messungen mit dieser Methode wurden von Korte et al. berichtet [41].

Das Substratkrümmungs-Experiment [21] (engl. *wafer curvature experiment*), für Anwendungen an Cu siehe insbesondere [22]-[29], ist ein Verfahren zur Charakterisierung temperaturabhängiger mechanischer Eigenschaften dünner Schichten, insbesondere in Abhängigkeit der Schichtdicke oder von Passivierungsschichten. Getestet werden dabei Materialien auf Substrat-Scheiben, so dass dieses Verfahren oft zum Test von Materialien der Mikrochip-Industrie Verwendung findet. Die untersuchte Schicht wird hier auf einer vergleichsweise dicken Substratscheibe hergestellt. Während des Versuchs befindet sich diese Scheibe in einer Kammer, in der die Temperatur variiert werden kann. Durch die unterschiedliche thermische Ausdehnung des Substrat- und Beschichtungsmaterials ergibt sich eine Verspannung und Krümmung der Scheibe, die beispielsweise mittels der Ablenkung reflektierter Laserstrahlen oder Röntgendiffraktometrie gemessen werden kann.

Mit dieser Methode kann also durch Variation der Temperatur eine Schicht gedehnt werden. Die dabei auftretende Dehnung kann bei bekanntem Wärmeausdehnungskoeffizient des Substrats und der Beschichtung, sowie mit den Werten der Substrat- und Schichtdicke berechnet werden. Bei bekannten elastischen Parametern des Substrats lassen sich zudem Spannungswerte auswerten. Ein entscheidender Nachteil dieser Methode besteht darin, dass die Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge nicht entkoppelt von der Temperatur gemessen werden können und die Dehnung limitiert ist.

Die nun folgenden Experimente erlauben die Zugbelastung von freistehenden miniaturisierten Proben und ermöglichen damit die Prüfung intrinsischer Materialparameter ohne Substrateffekte.

In dem sogenannten *bulge test*-Experiment [42]-[44] bedeckt die zu untersuchende Schicht ein Fenster eines Substrats. Eine Aufwölbung dieser Membran wird erreicht, indem eine ihrer Seiten unter erhöhten Druck gesetzt wird. Aus den Messdaten von Druckunterschied und Aufwölbung lässt sich die mechanische Spannung und Dehnung in der Schicht errechnen. Die untersuchten Schichtdicken reichen dabei von 173 nm [43] bis 4,2 μm [44]. Eine temperaturabhängige Realisierung dieses

3. Literaturzusammenfassung

Experimentes für Schichtdicken von 0,5 μm bis 5 μm wird von Cieslar et al. berichtet [45]. Nachteilig ist bei diesem Experiment, dass die mechanische Belastung durch kombinierte Zugspannungen und Biegemomente verursacht wird.

In einem ähnlichen Experiment von Espinosa et al. [46],[47] wird ein Fenster in einem Substrat von einem freistehenden Streifen des getesteten Materials überspannt (Breite von 2,5 μm bis 20 μm und Dicke von 0,2 μm bis 1 μm). In der Mitte des Streifens wird eine Nanoindenter-Spitze angesetzt und eine Belastung senkrecht zur Probenoberfläche aufgebracht. Die resultierende seitliche Auswölbung bewirkt dann Dehnungen und Zugspannungen in der Ebene des Streifens, welche durch die gemessenen Daten der applizierten Kraft sowie der Bewegung der Indenterspitze berechnet werden können. Ein ähnlicher Spannungszustand wird in den Arbeiten von de Boer et al. sowie Marteen et al. in beidseitig eingespannten freistehenden Streifen durch elektrostatische Kräfte erzeugt [48],[49]. Die Breite der Teststrukturen lag dabei zwischen 2,2 μm und 18,2 μm , die Dicke zwischen 0,43 μm und 0,62 μm .

Auch bei den zuletzt genannten Experimenten wirken Zugkräfte gemeinsam mit Biegemomenten. Dieser Nachteil ist bei den folgenden Techniken nicht gegeben, bei denen die Proben beidseitig eingespannt und unter einachsiger Zugbelastung getestet werden. Die essentielle Herausforderung bei diesen Versuchen ist die Realisierung der Probeneinspannung. Dafür sind eine Vielzahl von unterschiedlichen Methoden entwickelt worden.

Wird das untersuchte Material als Schicht auf einem nachgiebigen Polymer-Substrat hergestellt, so ist eine Probenfixierung mit konventionellen, verschraubbaren Klemmen möglich [50]-[53]. Dabei getestete Schichtdicken reichen von 50 nm [53] bis 3,2 μm [51], wobei die übrigen Probenmaße im Millimeterbereich liegen. Die Materialeigenschaften sind in diesem Fall jedoch durch das Substrat beeinflusst, die ermittelten Daten bleiben somit auf diesen speziellen Anwendungsfall beschränkt (zum Beispiel flexible Elektronik-Bauteile auf Polymer-Basis).

Auch beim Testen dünner Schichten mit großer Fläche (Bemaßungen im mm Bereich) ist es möglich die Probenenden durch Verschrauben zu klemmen. Ein solches Experiment an etwa 3 μm dicken Proben wird von Huang and Spaepen [54] berichtet, Messungen bei Temperaturen bis 300°C an 5 μm bis 540 μm dicken Schichten wurden mit dieser Technik von Lederer et al. realisiert [55]. In den Arbeiten [56]-[58] wurden Schichten mit 12 μm – 250 μm Dicke und Drähte mit

3. Literaturzusammenfassung

Durchmessern von 20 μm bis 125 μm mit beiden Enden in eine Apparatur geklebt und Zugversuche bei Temperaturen bis 300°C durchgeführt. Eine Testmethode für Drähte mit 5 μm bis 50 μm Durchmesser, die an einer Seite durch Kleben und an der gegenüberliegenden Seite mit einer Mikropinzette fixiert werden, wurde von Yang et al. [59],[60] veröffentlicht. Gegenüber den zuvor genannten Techniken mit beidseitig geklebten Proben begünstigt dieses Verfahren das Testen einer Sequenz von Proben, insbesondere in einer Vakuum-Kammer zur in situ Beobachtung, beispielsweise durch Rasterelektronenmikroskopie.

In einem oft verwendeten Verfahren, mit dem das Greifen miniaturisierter Proben erleichtert wird, wird das untersuchte Material in Form eines Streifens hergestellt, der einen tragenden Rahmen überspannt [61]-[64]. Dieser Rahmen wird beidseitig in eine Zugapparatur geklemmt und in der Folge durch Brechen oder Ätzen in zwei unabhängige Teile getrennt. Die Relativbewegung der einzelnen Rahmenteile ermöglicht nun die Dehnung der Probe. Die Breite der verwendeten Zugproben lag zwischen 20 μm und 100 μm , die Dicke zwischen 180 nm und 600 μm . Der Aufbau von Lin et al. [64] ist für Zugversuche bei Temperaturen bis zu 400°C geeignet.

Völlig freistehende Zugproben, deren Enden sich zu einem dreieckigen Kopf aufweiten, werden in [65] und [66] für 11 μm bis 200 μm dicke und 200 μm bis 500 μm breite Proben getestet. Die verwendete Zugapparatur bietet zwei Greifer, in deren Vertiefungen die Probenköpfe eingepasst und somit fixiert werden. Mit dieser beidseitigen Einspannung kann die Zugbelastung aufgebracht werden. Zwei Methoden wurden zur Anwendung dieser Technik für temperaturabhängige Zugversuche entwickelt; für elektrisch leitfähige Materialien erlaubt eine Heizung mit direktem Stromfluss durch die Probe Testtemperaturen von bis zu 1100°C mit einer Abweichung von $\pm 0.5^\circ\text{C}$ [67]. Der Test keramischer Proben wurde mit einem umgebenden Heizofen bei Temperaturen bis zu 1200°C realisiert [68].

Die Proben zu den Zugversuchen in den folgenden Arbeiten wurden jeweils in einseitiger Fixierung zu einem Substrat hergestellt, womit die Handhabung erleichtert wird. Das gegenüberliegende Ende ist dagegen zu einem freistehenden Kopf ausgeformt. Zur Einspannung dieses freien Endes wurden verschiedene Techniken entwickelt.

Ein miniaturisierter Klemm-Mechanismus für Proben der Dicke von 0,5 μm bis 1 μm und Breite von 300 μm wurde von Ogawa et al. vorgestellt [69]. Die Befestigung des

3. Literaturzusammenfassung

Probenkopfs durch Kleben wird in [70] (Probenbreite 100 μm , Dicke 1 μm) und [71] (Probenbreite 10 μm - 20 μm , Dicke 10 μm) realisiert, wobei der Kleber in letzterer Anwendung durch UV-Licht gehärtet wird. Die Fixierung des Probenkopfs mittels elektrostatischer Kräfte wird von Tsuchiya et al. in [72] geschildert. Diese Anwendungen beschränken sich jedoch nur auf Raumtemperatur.

Ein Experiment für Zugversuche bei Temperaturen bis zu 200°C wird von Read et al. [73]-[75] berichtet. Die Proben der Dicke von 0,2 μm bis 2,5 μm und Breite von 10 μm haben dabei einen Kopf mit Loch, in das ein Haken eingreift, mit dem die Belastung aufgebracht wird. Die Messung der Dehnung erfolgt bei diesem Experiment durch Auswertung von Aufnahmen unter dem Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop.

Von Kiener et al. wurde ein Greifmechanismus für stark miniaturisierte Proben der Breite von 0,5 μm bis 8 μm vorgestellt die mittels fokussierten Ionenstrahls präpariert wurden [18]. Das freie Ende der Proben weitet dabei an allen Seiten unter 45° zu einem Probenkopf auf. Ein Greifer, in dem die dazu invertierte Struktur ebenfalls mittels fokussierten Ionenstrahls ausgeschnitten wurde, wird dann mit diesem Kopf verhakt. Mit dieser beidseitigen Einspannung kann die Probe im Zugversuch belastet und die Verformung im Rasterelektronenmikroskop beobachtet werden.

Testmethoden, bei denen die geprüften Materialien direkt auf einem Chip integriert sind, auf dem sie von stabilisierenden Rahmen getragen werden, wurden erstmals von Haque and Saif vorgestellt [76]-[79]. Diese Verfahren ermöglichen die Handhabung und mechanische Prüfung stark miniaturisierter Proben aus Prozessen der Halbleiterindustrie mit der Dicke von lediglich 30 nm. Die Belastung der Probe wird extern aufgebracht, die Kraft- und Wegmessung erfolgt durch die Relativbewegung von Referenzbalken, die auf dem Chip integriert sind und wird durch optische oder elektronenmikroskopische Abbildung bestimmt. Die Zugversuche können im Rasterelektronenmikroskop (REM) oder Transmissionselektronenmikroskop (TEM) bei Messtemperaturen von 17°C bis 162°C durchgeführt werden [79]. Eine Umsetzung dieser Technik in modifizierter Ausführung zur Anwendung unter dem Lichtmikroskop wird von Lin et al. berichtet [80], wobei die Probendicke 500 nm bis 900 nm und die Breite 100 μm betrug.

3. Literaturzusammenfassung

Von Espinosa et al. [81] wurden Microchips entwickelt, die nicht nur stark miniaturisierte freistehende Proben der Dicke von 3,5 μm und Breite von 8 μm integrieren, sondern auch die für den Versuch nötige Aktorik (kraft- bzw. weggesteuerte Aktuatoren zur Probendehnung) sowie Sensorik (Kraft- und Wegmessung).

Die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Zugproben wurden in einseitiger Fixierung zu einem Substrat hergestellt. Zum Greifen ihres freien Endes wurde die Methode verwendet, die von Kiener et al. erstmals an miniaturisierten Proben vorgestellt wurde [18]. Im Gegensatz zu dieser Arbeit, bei der Probe und Greifer mittels fokussiertem Ionenstrahl hergestellt wurden, kamen hier lithographische Strukturierungstechniken mit Standard-Produktionsschritten der Mikroelektronik-Industrie zum Einsatz. Die realisierten Zugversuche können dabei bis zu Temperaturen von 400°C durchgeführt und die Verformung in situ im Rasterelektronenmikroskop beobachtet werden, was nach bestem Wissen des Autors in keiner anderen Literaturquelle berichtet wird.

Durch die Möglichkeit der Prüfung von parallel prozessierten Probensequenzen sind Messungen mit hoher Statistik in vergleichsweise kurzer Zeit durchführbar. Damit ist mit diesem Verfahren eine gute Prüfmethode für mechanische Eigenschaften von Materialien der Mikroelektronikindustrie in den Dimensionen ihrer Anwendung gegeben.

4. Theoretische Grundlagen

4.1. Materialprüfung durch Zugversuch

Im Zugversuch werden die mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes unter einachsiger Zugbelastung getestet. Die dafür übliche Probenform (beispielsweise durch Norm EN10002 festgelegt) ist in Abbildung 2 dargestellt. Im Versuch werden die beiden Probenenden in Halterungen eingespannt, deren kontinuierliche Relativbewegung eine fortschreitende Probendehnung bewirkt. Simultan erfolgt die Messung der für die Verformung aufgewendeten Kraft sowie der Verlängerung der Messlänge Δl .

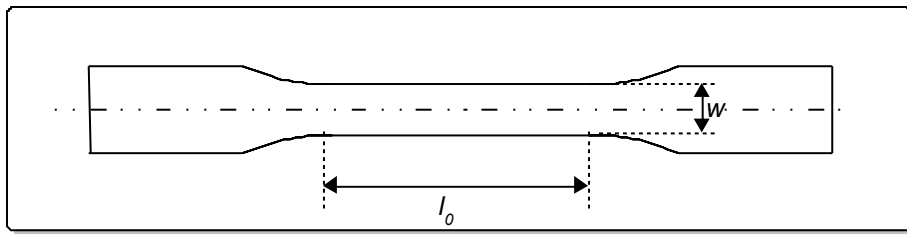


Abbildung 2: Die Form einer Flachzugprobe mit Messlänge l_0 , Breite w und Dicke t , in Anlehnung an die Norm EN10002.

Durch Auswertung des Probenquerschnitts A_0 und der Messlänge l_0 vor der Verformung lassen sich die Spannungs- und Dehnungswerte σ und ε wie folgt berechnen:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2)$$

Bei oben genannten Größen spricht man auch von den technischen Spannungs- bzw. Dehnungswerten; bei deren Berechnung wird nicht berücksichtigt, dass sich die Probenlänge und (aufgrund der Querkontraktion) auch die Proben-Querschnittsfläche während des Versuchs stetig verändern. Bezieht man hingegen eine infinitesimale Änderung der Kraft oder der Länge auf die zum jeweiligen Zeitpunkt des Versuchs vorliegende bereits reduzierte Fläche bzw. die schon gestreckte Länge, so spricht man hier von Werten der wahren Spannung und wahren Dehnung. Verteilt sich die

4. Theoretische Grundlagen

Verformung gleichmäßig über die gesamte Probe ohne die Bildung von lokalen Einschnürungen, so stehen wahre Spannung und wahre Dehnung in folgender Beziehung zu den technischen Spannungs- bzw. Dehnungswerten [82]:

$$\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon), \quad (3)$$

$$\sigma_w = \sigma (1 + \varepsilon) \quad (4)$$

Als Dehnrate $\dot{\varepsilon}$ bezeichnet man die Änderung der Dehnung pro Zeitintervall. Die Zugversuch-Apparatur kann für die Regelung des Dehnvorgangs entweder mit konstanter Dehnrate (weggesteuert) oder konstanter Laststeigerungsgeschwindigkeit (lastgesteuert) ausgelegt sein.

Für Rundstab-Proben ist das Verhältnis von Messlänge zu Durchmesser üblicherweise mit dem Wert 5 festgelegt (siehe EN10002). In Anlehnung an diese Festlegung gilt bei Proben mit rechteckiger Querschnittsfläche die gleiche Beziehung der Länge zum Durchmesser eines fiktiven Kreises mit äquivalenter Fläche. Es gilt damit für die Messlänge l_0 bei gegebener Probendicke t und der Probenbreite w [84]:

$$l_0 = 5,65\sqrt{w \cdot t} \quad (5)$$

Im folgenden sollen typische Kennwerte vorgestellt werden, die aus einem Zugversuch ermittelt werden können. Eine Kurve der Messwerte von Spannung und Dehnung (häufig Zugkurve genannt), wie sie bei den in dieser Arbeit vorgestellten Messungen typisch ist, ist in Abbildung 3 gezeigt. Bei geringfügiger Belastung wird zunächst ein linear elastisches Verhalten nach dem Hookeschen Gesetz beobachtet. Die Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve entspricht in diesem Bereich dem Elastizitätsmodul (E-Modul). Allerdings erfordert die Messung des E-Moduls eine sehr präzise Kalibrierung des Versuchsaufbaus und stellt hohe Anforderungen an die Messgenauigkeit, so dass der Zugversuch in der Regel nicht zur präzisen Bestimmung des E-Moduls eingesetzt wird. Große Ungenauigkeiten in der Bestimmung des E-Moduls sind insbesondere dann gegeben, wenn die Dehnung nicht direkt an der Probe sondern über die Bewegung der Einspannungen gemessen wird. Dieser Effekt wird beispielsweise anhand der Zugversuche von Sanders et al. an Proben mit Maßen im Milimeter-Bereich deutlich [85], bei denen Dehnungswerte einerseits über die Bewegung der Probeneinspannungen und andererseits über Dehnmessstreifen direkt an der Probe gemessen und verglichen werden.

4. Theoretische Grundlagen

Ab einer kritischen Spannung – der Fließgrenze – weicht die Zugkurve von diesem linear-elastischen Zusammenhang ab. Bei diesem Verhalten spricht man von plastischer Materialverformung. Ein beliebiger Spannungswert der zur Erreichung einer beliebigen plastischen Dehnung aufgewendet werden muss, wird allgemein als Fließspannung bei der jeweiligen Dehnung ε bezeichnet.

Der Übergang vom elastischen zum plastischen Materialverhalten läuft im betrachteten Beispiel kontinuierlich ab. Ein konkreter Spannungswert, für die Aktivierung von plastischer Verformung ist nicht direkt definierbar. Als Fließgrenze wird in der Regel die Spannung angegeben, bei der die Probendehnung durch plastische Verformung den Wert von 0,2% erreicht hat (siehe Abbildung 3). Man spricht dann von der 0,2% Fließgrenze σ_y . Die Ablesung nach nur geringer plastischer Dehnung, die aber in der Regel von Testapparaturen für makroskopische Proben aufgelöst werden kann, macht diesen Spannungswert zu einem guten Vergleichswert. In miniaturisierten Zugversuchen, kann dieser Wert aufgrund der Messwertstreuung oft nicht exakt bestimmt werden, so dass auf andere Definitionen zurückgegriffen werden muss [18].

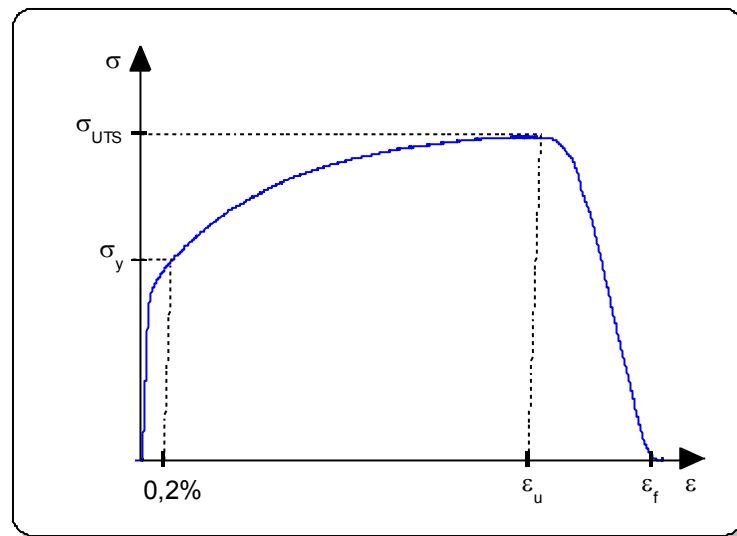


Abbildung 3: Eine für die Experimente in dieser Arbeit typische Spannungs-Dehnungskurve mit den in der Folge verwendeten Bezeichnungen Fließgrenze σ_y , Zugfestigkeit σ_{UTS} , Gleichmaßdehnung ε_u sowie Bruchdehnung ε_f .

Die maximale Spannung σ_{UTS} , der die Probe während des Zugversuchs standhält, wird als Zugfestigkeit bezeichnet. Bei polykristallinen Proben markiert dieser Spannungswert den Beginn der lokalisierten plastischen Verformung, also den Bereich an dem ein lokales Einschnüren der Probe einsetzt. Der bei diesem

4. Theoretische Grundlagen

Spannungsmaximum erreichte Wert der plastischen Dehnung ε_u (zur Ermittlung siehe Abbildung 3) wird als Gleichmaßdehnung bezeichnet. Die Dehnung ε_f , die zum Bruch der Probe führt, wird Bruchdehnung genannt.

4.2. Versetzungen in Kristallen

Im folgenden Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen der Verformung kristalliner Materialien durch Versetzungsbewegung zusammengefasst. Diese Darstellung folgt dabei in weiten Teilen den Ausführungen in [82]. Bei den detaillierten Ausführungen beschränken wir uns dabei stets auf Aussagen für den bei Kupfer vorliegenden kubisch-flächenzentrierten Kristalltyp (kfz-Kristall).

Unter Versetzungen versteht man linienförmige Störungen des regelmäßigen Aufbaus eines Kristalls [82]. Für die atomistische Anordnung solcher Kristallstörungen gibt es zwei essentielle Grundtypen, die in Abbildung 4 dargestellt sind.

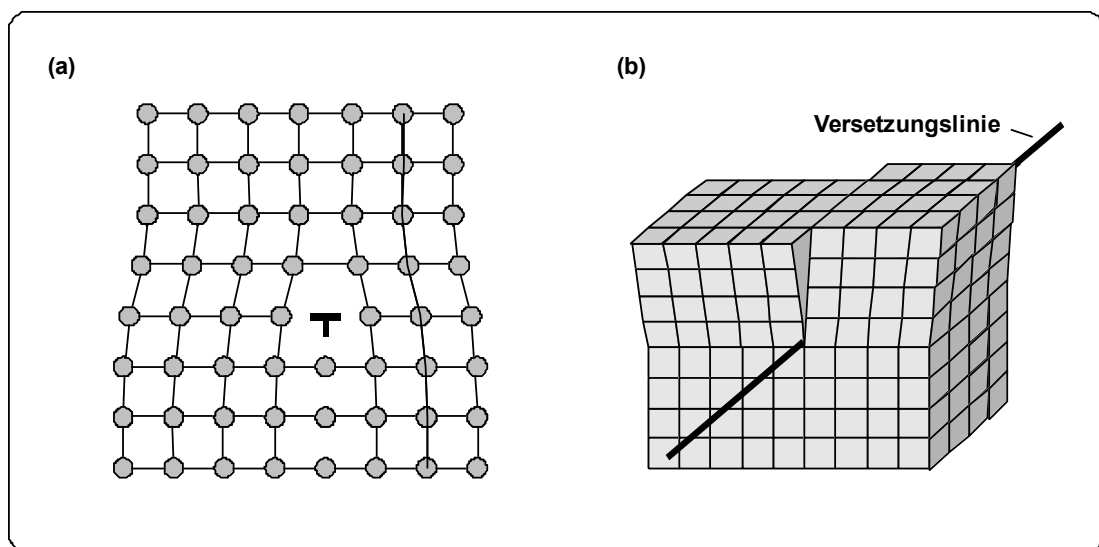


Abbildung 4: Darstellungen der beiden elementaren Versetzungstypen nach [82]. (a) Darstellung einer Anordnung von Atomsäulen um eine Stufenversetzung. (b) Das Kristallgitter um eine Schraubenversetzung.

Stufenversetzungen: Wie in Abbildung 4(a) dargestellt, kann eine solche Versetzung durch Einfügen einer zusätzlichen Teilebene in einen Kristall beschrieben werden.

4. Theoretische Grundlagen

Schraubenversetzung: Eine solche Versetzung wird durch Scherung nur eines Teilbereichs eines Kristalls (siehe Abbildung 4(b)) veranschaulicht.

Beiden Fällen gemeinsam ist, dass durch eine Versetzung zwei Teilkristalle in Einklang gebracht werden – im Fall der Stufenversetzung besitzt ein Teilkristall eine zusätzliche Kristallebene, im Fall der Schraubenversetzung ist ein Teilkristall um einen Gitterebenenabstand geschert. Dadurch entstehen im Bereich der Versetzung Gitterverspannungen.

Ein Maß für Betrag und Richtung der durch die Versetzung auszugleichenden Kristallverzerrung (Dehnung um eine Netzebene bzw. Scherung um einen Netzebenenabstand), wird mit dem Burgersvektor \mathbf{b} angegeben. Als das Linielement \mathbf{s} ist ein Einheitsvektor parallel zur Versetzungslinie definiert. Bei gekrümmten Versetzungen hat dieser Vektor damit in jedem Punkt entlang der Versetzung eine individuelle Richtung.

Aufgrund der Orientierung von Burgersvektor und Linielement kann zwischen Stufen- und Schraubenversetzung unterschieden werden; bei Stufenversetzungen stehen Burgersvektor und Linielement senkrecht zueinander, bei Schraubenversetzungen liegen sie in paralleler Orientierung. In der Regel bestehen Versetzungen aus einer Mischung dieser Typen. Die Komponenten des Burgersvektors parallel bzw. senkrecht zur Versetzungslinie werden dann als Stufen- \mathbf{b}_e bzw. Schraubenanteil \mathbf{b}_s definiert [82]

$$\mathbf{b}_s = (\mathbf{b} \cdot \mathbf{s})\mathbf{s} \quad (6)$$

$$\mathbf{b}_e = \mathbf{s} \times (\mathbf{b} \times \mathbf{s}) \quad (7)$$

Der Stufen- und Schraubenanteil kann entlang von gekrümmten Versetzungen variieren.

Die Gleitebene \mathbf{m} einer Versetzung ist wie folgt festgelegt [82]:

$$\mathbf{m} = \mathbf{s} \times \mathbf{b} \quad (8)$$

Die Verschiebung einer Stufenversetzung kann nur auf dieser Gleitebene erfolgen, solange Diffusionseffekte vernachlässigbar sind (siehe Klettern in Abschnitt 4.5).

Für Schraubenversetzungen, deren Bewegung im Kristall dagegen keinen Einschränkungen unterliegt, ist nach Gleichung (8) keine Gleitebene definiert.

4. Theoretische Grundlagen

Ein Beispiel für eine gemischte Versetzung mit Stufen- und Schraubenanteil ist in Abbildung 5 gezeigt. An diesem Beispiel wird ein wichtiger Mechanismus in der Bewegung von Versetzungen demonstriert; bei dem sogenannten Quergleiten verlässt ein Versetzungs-Teilstück mit reinem Schraubenanteil die ursprüngliche Gleitebene des Versetzungsringes. Durch Doppelquergleiten kann der Versetzungsring so auf eine parallele Gleitebene ausweichen. Mit diesem Mechanismus ist Versetzungen das Umgehen von Hindernissen möglich, die die Bewegung auf der ursprünglichen Gleitebene blockieren. Wie im folgenden Abschnitt 4.5 erläutert, ist dieser Mechanismus bei vielen Materialien jedoch erst bei hohen homologen Temperaturen¹ möglich.

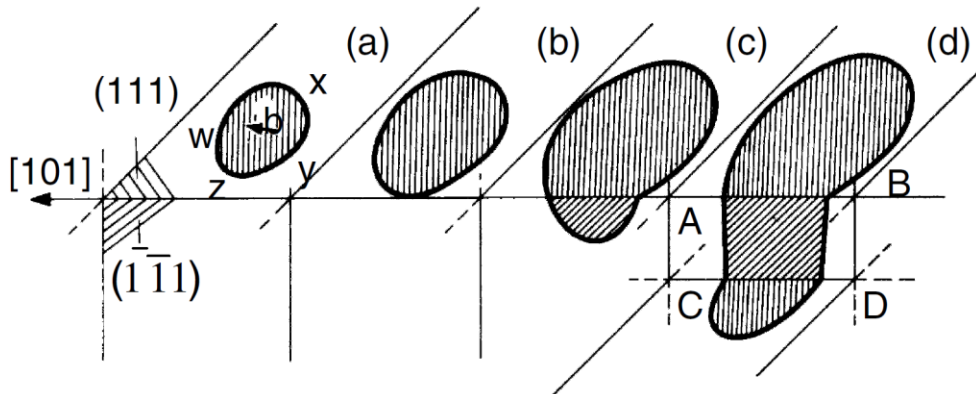


Abbildung 5: (entnommen aus [82]) (a) Ein Versetzungsring mit Stufen- und Schraubenanteil. An einem Punkt an dem die Versetzung reinen Schraubencharakter hat (b) (dort wo die Versetzung parallel zu \mathbf{b} verläuft), kann die Bewegung auf einer anderen Gleitebene fortgesetzt werden (c). Dieser Effekt wird Quergleiten genannt. Nach erneutem Quergleiten (d) kann die Versetzung in einer zur ursprünglichen Ebene parallelen Gleitebene die Bewegung fortsetzen.

Versetzungen können durch mechanische Spannungen bewegt werden. In Analogie zur Festlegung in der Mechanik wird eine Kraft auf eine Versetzung als die pro zurückgelegtem Weg verrichtete Arbeit definiert. In diesem Fall ist jedoch die Betrachtung von Kräften pro Versetzungslänge K sinnvoller. Wir betrachten den Fall eines Kristall mit der angelegten Schubspannung τ parallel zum Burgersvektor \mathbf{b} einer Versetzung. Die an jedem Punkt der Versetzungslinie wirkende Kraft pro Längeneinheit hat dann den Betrag K [82]:

¹ Mit der homologen Temperatur bezeichnet man die Temperatur im Bezug auf die Schmelztemperatur des betrachteten Materials (Werte in Kelvin gerechnet).

4. Theoretische Grundlagen

$$K = \tau \cdot b \quad (9)$$

Diese Kraft wirkt stets senkrecht zum Linienelement s der Versetzung.

Bei der Bewegung einer Versetzung werden die Atome im durchlaufenen Kristallbereich um den Burgersvektor \mathbf{b} verschoben, womit die irreversible plastische Verformung des Kristalls hervorgerufen wird. Verlässt eine Versetzung den Kristall an der Oberfläche, so entsteht dort eine Stufe mit der Höhe des Burgersvektors.

Eine theoretische Betrachtung über die minimale Schubspannung, die in der Gleitebene einer Versetzung in Richtung des Burgers Vektors wirken muss, um die Versetzungsbewegung zu initiieren, liefert folgendes genähertes Ergebnis [82]:

$$\tau_p = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi}{1-\nu} \frac{d}{b}\right). \quad (10)$$

Diese Spannung τ_p wird Peierls-Spannung genannt. Dabei bezeichnet G den Schubmodul und ν die Querkontraktionszahl. Mit d wird der Abstand zwischen den Gleitebenen repräsentiert, mit b die Länge des Burgersvektors, der die sogenannte Gleitrichtung vorgibt.

Diese Spannung zeigt also exponentielle Abnahme mit dem Abstand d der Gleitebenen und dem Kehrwert der Länge des Burgersvektors b . In kfz-Kristallen haben die $\{111\}$ -Ebenen den größten Abstand d zueinander. In diesem Fall bleibt die Bewegung von Versetzungen in erster Linie auf diese Ebenen beschränkt.

Die kürzest mögliche Verbindung von Atomen in diesen Ebenen beträgt vektoruell ausgedrückt $\frac{a}{2}[110]$, wobei a die Länge der Seitenkanten der Elementarzelle des kfz-Gitters bezeichnet. Versetzungen mit diesen Burgersvektoren können demnach nach Gleichung (10) mit den geringsten Spannungen bewegt werden. Die Kombination von Gleitebene und Gleitrichtung bezeichnet man als Gleitsystem. Im kfz-Gitter sind 12 dominierende Gleitsysteme mit den $\{111\}$ -Ebenen und den $[110]$ -Richtungen gegeben.

Obige Betrachtung haben wir ohne Berücksichtigung von Burgersvektoren gemacht, deren Länge nicht den Abständen zwischen Atomen in den $\{111\}$ -Ebenen entsprechen. Solche Versetzungen hinterlassen bei ihrer Bewegung das Gitter nicht

4. Theoretische Grundlagen

in seiner ursprünglichen energiearmen Konfiguration. Ihre Bewegung erfordert daher zusätzlichen Energieaufwand. Beispielsweise hinterlässt die Bewegung einer Versetzung mit Burgersvektor $\frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ (eine sogenannte Partialversetzung) in der Gleitebene einen sogenannten Stapelfehler. Dabei befinden sich die verschobenen Atome in einer Anordnung, die einer Spiegelung des ursprünglichen Gitters an der Gleitebene entspricht. Die Energie zur Erzeugung eines solchen Stapelfehlers (die Stapelfehlerenergie) ist in der Regel so hoch, dass dieser Typ von Partialversetzung selten allein die Verformung des Kristalls trägt².

Partialversetzungstypen haben für die plastische Verformung dennoch eine allgemeine Bedeutung: Die vollständigen Versetzungen mit Burgersvektor $\frac{a}{2}[110]$, die in kfz-Kristallen am leichtesten bewegt werden können, können in zwei Partialversetzungen aufspalten [82]:

$$\frac{a}{2}[1\bar{1}0] = \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}[1\bar{2}1] \quad (11)$$

Mit dieser Aufspaltung ist ein Energiegewinn verbunden, der wie folgt erklärt werden kann: Die im Verzerrungsfeld einer Versetzung enthaltene Energie kann für Stufen- als auch Schraubenversetzungen folgendermaßen abgeschätzt werden [82]:

$$E \cong \frac{1}{2}Gb^2 \quad (12)$$

Die Gesamtenergie der beiden Partialversetzungen zusammen ist in diesem Fall daher geringer als die Energie der ursprünglichen Versetzung³. Die beiden Partialversetzungen wirken aufeinander abstoßende Kräfte aus, die auf eine Vergrößerung ihres Abstandes hinwirken. Zwischen diesen Partialversetzungen liegt jedoch ein Stapelfehler vor, dessen Erzeugung mit Energieaufwand verbunden ist. Im Gleichgewicht stellt sich die Entfernung der Versetzungen daher so ein, dass die Energie des erzeugten Stapelfehlers mit dem Energiegewinn der Versetzungsaufspaltung ausgeglichen ist. Die Stärke der Aufspaltung von Versetzungen hängt mit der oben genannten materialspezifischen Stapelfehlerenergie

² Dies wird beispielsweise bei Kupfer nur bei tiefen Temperaturen unter 80 K beobachtet [82].

³ Gleichung (12) gilt jedoch nur für isolierte Versetzungen, so dass diese Folgerung nur gültig ist, falls die Partialversetzungen um ein Vielfaches des Gitterabstandes voneinander getrennt vorliegen.

4. Theoretische Grundlagen

zusammen und ist je nach Material unterschiedlich groß (in Cu mit der Stapelfehlerenergie von 40 mJ/m^2 ist die Aufspaltung der Partialversetzungen beispielsweise deutlich stärker als bei Al mit der Stapelfehlerenergie von 180 mJ/m^2).

Da aufgespaltene Schraubenversetzungen nicht mehr die Gleitebene wechseln können, erschwert dieses Phänomen das Quergleiten von Versetzungen (siehe Abbildung 5). Dazu muss die aufgespaltene Versetzung zunächst an einer Stelle wieder zur ursprünglichen Versetzung zusammenschnüren, was nur durch mechanische Spannungen oder thermische Aktivierung erreicht werden kann.

Die oben betrachteten Werte der Schubspannung entlang einer Gleitebene wollen wir nun in Bezug zu Spannungen an langen Proben unter eindimensionaler Zug- oder Druckbelastung setzen. Dazu betrachten wir den in Abbildung 6 dargestellten Einkristall der Querschnittsfläche A , der mit einer Kraft F bzw. Spannung σ belastet wird.

Für die Schubspannung in einer Gleitebene entlang der Gleitrichtung gilt das folgende Schmid'sche Schubspannungsgesetz:

$$\tau = \sigma \cos \kappa \cdot \cos \lambda = m \sigma \quad \text{mit } m = \cos \kappa \cdot \cos \lambda \quad (13)$$

Dabei ist κ der Winkel zwischen Zugachse und Gleitebenennormale und λ der Winkel zwischen Zugachse und Gleitrichtung. Der Schmidfaktor m erreicht den Maximalwert von 0,5, falls sowohl Gleitebenennormale als auch Gleitrichtung unter 45° zur Zugachse stehen.

Der Zusammenhang aus Gleichung (13) erklärt sich in Anlehnung an [84] folgendermaßen: Zur Bewegung von Versetzungen des betrachteten Gleitsystems tragen allein Schubspannungen in der Gleitebene entlang der Gleitrichtung bei. Die dazu beitragende Schubkraft beträgt $F_s = F \cdot \cos \lambda$. Diese Kraft verteilt sich auf die Fläche $A_s = \frac{A}{\cos \kappa}$, so dass sich die Schubspannung $\tau = F_s / A_s$ nach Gleichung (13)

berechnen lässt. Mit Kenntnis der Kristallorientierung kann damit der Bezug zwischen angelegter Spannung und der Schubspannung in den Gleitsystemen des Kristalls hergestellt werden.

4. Theoretische Grundlagen

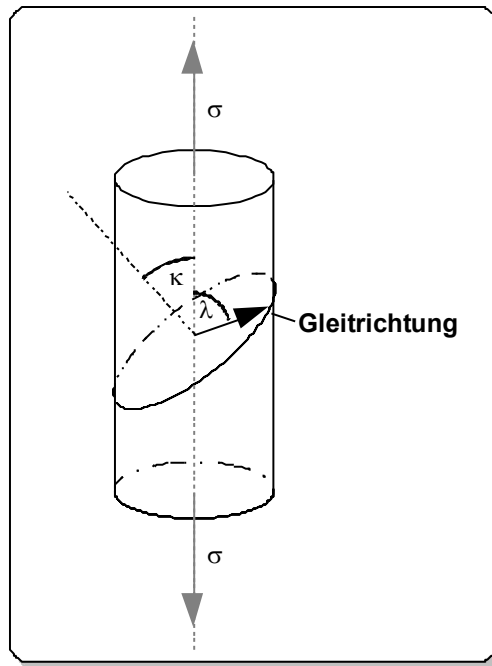


Abbildung 6: Ein Einkristall unter mechanischer Zugbelastung mit der Spannung σ . Eine Gleitebene deren Normale im Winkel κ zur Zugachse steht, sowie eine zugehörige Gleitrichtung mit dem Winkel λ zur Zugachse sind darin schematisch dargestellt.

Für polykristalline Materialien mit kfz-Kristallgitter wurde von Taylor ein mittlerer Schmidfaktor m_T , bzw. der Taylor-Faktor M_T berechnet [82]:

$$m_T = 0,327 \quad \text{bzw.} \quad M_T = \frac{1}{m_T} = 3,06 \quad (14)$$

Mit diesem Wert wird die extern angelegte Spannung und die mittlere Schubspannung zur Bewegung von Versetzungen in den Kristalliten in Bezug gesetzt:

$$\sigma = M_T \tau \quad (15)$$

Mit Gleichung (13) lässt sich nun die externe Spannung ermitteln, mit der die zur Versetzungsbewegung mindestens nötige Schubspannung nach Gleichung (10) erreicht wird. Experimentell sind jedoch meist höhere Spannungen zur Initiierung von Versetzungsbewegung erforderlich. Der Grund dafür sind vielfältige Mechanismen, die die Versetzungsbewegung erschweren. Im Folgenden sollen einige dieser Effekte zusammengefasst werden.

Zunächst betrachten wir den Effekt, dass sich Versetzungen in ihrer Bewegung gegenseitig behindern. Dieser Fall ist in einem realen Kristall stets gegeben; die

4. Theoretische Grundlagen

Versetzungsdichte – definiert als gesamte Länge aller Versetzungen pro Volumen - liegt beispielsweise auch in sorgfältig gezüchteten und geglühten Metallen bei 10^{10} m^{-2} [82].

Die gegenseitige Behinderung von Versetzungen ist zum einen dann gegeben, wenn sie sich auf nicht parallelen Gleitebenen befinden, sich also auf Ihrem Weg durch den Kristall schneiden können. Bei der Betrachtung eines Gleitsystems werden die Versetzungen auf nichtparallelen Gleitebenen häufig als Versetzungswald bezeichnet. Die zur Durchdringung eines Netzwerkes von Versetzungen auf nicht parallelen Ebenen benötigte so genannte Schneidspannung τ_s wird mit folgendem Zusammenhang beschrieben:

$$\tau_s = \frac{1}{2} Gb\sqrt{\rho_w} \quad (16)$$

Dabei bezeichnet ρ_w die Versetzungsdichte auf den nicht parallelen Gleitebenen, G den Schubmodul und b die Länge des Burgersvektors. Das gegenseitige Schneiden von Versetzungen kann durch thermische Aktivierung angeregt werden, so dass dieser Vorgang bei genügend hohen Temperaturen auch bei Spannungen unterhalb von τ_s ablaufen kann.

Auch Versetzungen auf parallelen Gleitebenen behindern ihre Bewegung gegenseitig. Der Grund dafür sind die von beiden Versetzungen verursachten Gitterverzerrungen. Zur Bewegung einer Versetzung im Feld einer anderen ist daher die sogenannte Passierspannung zu überwinden. Für diese Spannung gilt die folgende Proportionalitätsrelation:

$$\tau_p \propto Gb\sqrt{\rho_p} \quad (17)$$

Die Energiebarriere, die beim gegenseitigen Passieren von Versetzungen überwunden werden muss, ist so hoch, dass ein Effekt thermischer Aktivierung hier zu vernachlässigen ist [82].

Im Allgemeinen wird daher die kritische Schubspannung τ_o , die zur Bewegung von Versetzungen gegen die Behinderung durch andere Versetzungen anliegen muss, folgendermaßen ausgedrückt:

$$\tau_o = \alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (18)$$

4. Theoretische Grundlagen

Dabei ist α eine Konstante im Bereich von 0,5 [82] und ρ die gesamte Versetzungsdichte. Diese Relation gibt also wieder, in welchem Maße plastische Verformung mit der Versetzungsdichte erschwert wird. Die Fließgrenze eines Materials kann damit erhöht werden, indem ein Werkstoff mit möglichst hoher Versetzungsdichte gewonnen wird.

Im folgenden wollen wir uns nun damit befassen, wie die Versetzungsdichte im Zuge erfolgreicher plastischer Verformung erhöht werden kann und somit eine Steigerung der zur weiteren plastischen Verformung benötigten Spannung nach Gleichung (18) bewirkt wird. Dieser Effekt wird als Verformungsverfestigung (engl. *Taylor-hardening*) bezeichnet.

Die bekannteste Art von Quellen zur Erzeugung von Versetzungen aus dem Inneren des Kristalls sind die sogenannten Frank-Read-Quellen. Eine solche Quelle besteht aus einem Versetzungselement zwischen zwei unbeweglichen Verankerungspunkten⁴ (siehe B und C in Abbildung 7). Eine Schubspannung in der Ebene der Versetzung bewirkt nun eine Aufbiegung der Versetzung (Abbildung 7(b)). Mit steigender Kraft biegt sich die Versetzung soweit auf, dass sie nach hinten wieder zusammenläuft (Abbildung 7(e)). Die sich dabei begegnenden Versetzungsstücke löschen sich gegenseitig aus, so dass ein von der Versetzungsquelle gelöster Versetzungsring und erneut ein ungekrümmtes Versetzungsstück zwischen den Verankerungspunkten vorliegt.

Die für diesen Vorgang - genannt die Aktivierung der Quelle - benötigte Spannung ist umso größer, je kleiner der Krümmungsradius der erzeugten Aufbiegung ist. Der kleinste Krümmungsradius ist dann gegeben, wenn der Versetzungsabschnitt einen Halbkreis mit dem Durchmesser der Verankerungspunkte l_0 bildet. Die zur Aktivierung benötigte Spannung beträgt daher:

$$\tau_0 = \frac{Gb}{l_0} \quad (19)$$

⁴ Ein solcher Versetzungsabschnitt kann insbesondere durch Quergleiten entstehen, wodurch die Versetzung die betrachtete Gleitebene an den Verankerungspunkten verlässt.

4. Theoretische Grundlagen

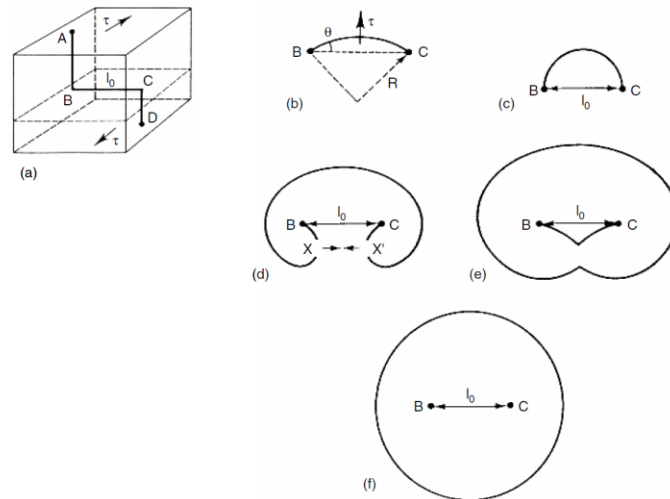


Abbildung 7: (entnommen aus [82]) Versetzungserzeugung durch eine Frank-Read-Quelle: (a) Eine Versetzungslinie zwischen zwei fixierten Punkten, die beispielsweise durch doppeltes Quergleiten entstehen kann. (b) Die Auswölbung der Versetzungslinie bei Wirkung einer mechanischen Spannung. (c) Der Zustand der maximalen Krümmung der Versetzungslinie. (d) und (e) Die Versetzungslinie wölbt sich weiter aus und schließt sich hinten, so dass ein unabhängiger Versetzungsring sowie erneut eine Versetzungslinie zwischen den fixierten Punkten vorliegen.

Die erzeugten Versetzungen bewirken jedoch Gitterverspannungen, die die weitere Erzeugung von Versetzungen erschweren. Die Quelle kann damit erst bei höheren Spannungen erneut aktiviert werden. Dies ist insbesondere dann der Fall, wenn die erzeugten Versetzungen den Bereich der Quelle nicht verlassen können, weil ihre Bewegung behindert ist (beispielsweise aufgrund der Beschränkung durch Korngrenzen).

Mit den bisher betrachteten Grundlagen wollen wir nun die Verformung eines reinen kfz-Einkristall erklären. Dazu betrachten wir einen Kristall, der so orientiert, dass ein Gleitsystem gegenüber den anderen Gleitsystemen einen hohen Schmidfaktor hat. Beispielsweise ist dies der Fall, wenn die Zugachse mit einer $[112]$ -Kristallrichtung zusammenfällt.

Die Verformung des Kristalls beginnt bei Erreichen der kritischen Schubspannung. Versetzungen können den Kristall leicht durchlaufen und verursachen somit die plastische Verformung (Bereich I, engl. *Easy glide*). In weiterer Folge des Zugversuchs beginnen sich Versetzungen zunehmend gegenseitig zu behindern, womit die Versetzungsdichte ansteigt und starke Verfestigung des Materials einsetzt (Bereich II). Ab einer kritischen Spannung nimmt die Festigkeit des Materials weniger stark zu. Ab diesem Bereich III können die Versetzungen durch Quergleiten

4. Theoretische Grundlagen

Hindernisse in der ursprünglichen Gleitebene überwinden. Die zur Aktivierung dieses Effekts nötige Spannung hängt wie oben geschildert von der Stapelfehlerenergie des Materials ab, mit der die Aufspaltung der Versetzungen beeinflusst wird. Versetzungen können damit Hindernisse umgehen, so dass der Effekt der gegenseitigen Behinderung nun abnimmt. Zudem können Versetzungen auf den neuen Gleitebenen auf entgegengesetzte Versetzungen treffen, mit denen sie sich auslöschen. Diese Reduzierung der Versetzungsdichte erleichtert die Versetzungsbewegung ebenfalls.

Nun betrachten wir die Verformung eines Polykristalls. Hierbei wird die Bewegung von Versetzungen durch die Korngrenzen blockiert, so dass die plastische Verformung im Vergleich zum Einkristall erschwert ist. Die Fließgrenze einer polykristallinen Probe steht dabei mit der mittleren Korngröße in Beziehung. Für eine Beschreibung dieses Zusammenhangs wird häufig auf ein Modell zurückgegriffen, das auf die Arbeit von Hall [86] zurückgeht.

Dabei wird angenommen, dass eine durch die Spannung τ aktivierte Versetzungsquelle ein Feld von n Versetzungen erzeugt, die durch gegenseitige Wechselwirkung auf Distanz gehalten und an der Korngrenze aufgestaut werden. Die im Bereich der ersten Versetzung an der Korngrenze kumulierte Spannung τ_{\max} beträgt aufgrund der Eigenschaften der Spannungsfelder von Versetzungen [82]:

$$\tau_{\max} = n\tau \quad (20)$$

Die Zahl der Versetzungen, die bei einer gegebenen Spannung aufgestaut werden können, ist dabei durch die Größe des betrachteten Korns beschränkt. Bei gegebener externer Spannung ist die an der Spitze des Versetzungsfeldes erreichte Spannung aufgrund der höheren Anzahl der aufgestauten Versetzungen daher in einem grobkörnigem Material größer. Ist diese Spannung hoch genug, um auch in benachbarten Körnern Plastizität hervorzurufen (beispielsweise indem dort Versetzungsquellen aktiviert werden), so kann die Verformung auch auf dieses Korn übergreifen und die gesamte Probe kann plastisch verformen. Dies tritt demnach bei größeren Körnern bei umso geringeren extern angelegten Spannungen ein.

Aus diesem Modell ergibt sich die folgende Gesetzmäßigkeit [82] zwischen Fließgrenze und Korngröße d , die als Hall-Petch-Gleichung bezeichnet wird:

$$\sigma_y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (21)$$

4. Theoretische Grundlagen

Mit σ_0 wird dabei die Spannung bezeichnet, die zur Bewegung von Versetzungen ohne den Versetzungsaufstau-Effekt benötigt wird. Dieses Potenzgesetz mit dem Exponenten $-1/2$ wurde an vielen Materialien, insbesondere an Cu bestätigt [87]. Dieser Effekt der Festigkeitssteigerung durch Verkleinerung der Korngröße wird als Feinkornhärtung bezeichnet.

Aufgrund der seltenen experimentellen Beobachtung von Versetzungsaufstau-Feldern, insbesondere an kfz-Materialien, ist das oben beschriebene Modell in Diskussion [20]. Wir wollen an dieser Stelle ein weiteres Modell zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Korngröße und Fließgrenze diskutieren, das auf den Arbeiten von Conrad und Ashby basiert (*Conrad-Ashby dislocation density model*). Damit wird eine Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der Korngröße als Ursache für den Effekt der Feinkornhärtung angenommen. Bei der Darstellung folgen wir dabei der Veröffentlichung von Conrad [88] und beschränken uns auf die dort getroffenen Aussagen für Korngrößen $> 1\mu\text{m}$.

Wir betrachten dazu einen Polykristall, der einer mechanischen Spannung unterliegt, die so groß ist, dass Versetzungsquellen aktiviert werden können. Ein Anstieg der Versetzungsdichte durch den Einfluss von Korngrenzen wird nun folgendermaßen begründet: Einerseits wird durch die Korngrenzen die Länge verringert, entlang derer Versetzungen frei gleiten können. Dadurch erhöht sich die Dichte sogenannter gespeicherter Versetzungen (engl. *stored dislocations*) in den Körnern. Da die einzelnen Körner statistisch orientiert sind und folglich in unterschiedliche Richtungen abgleiten, werden andererseits sogenannte geometrische Versetzungen generiert, die die unterschiedlich gerichteten Verformungen der Körner in Einklang bringen. Für die jeweils erzeugten Versetzungsdichten wird in beiden Fällen eine umgekehrte Proportionalität zur Korngröße d abgeleitet. Diese Versetzungen behindern aufgrund der erzeugten Kristallverspannungen die Bewegung neu erzeugter Versetzungen. Die Spannung zur Überwindung dieser Wechselwirkungen ist dabei durch Gleichung (18) beschrieben.

Basierend auf diesem Modell wird die Abhängigkeit der Fließgrenze von der Korngröße zusammenfassend also wie folgt erklärt: Unter Wirkung einer mechanischen Spannung werden Versetzungen in den Körnern generiert, die erzeugte Versetzungsdichte ist umso größer, je kleiner die Korngröße ist. Erst wenn die angelegte mechanische Spannung so hoch ist, dass eine hohe Anzahl von

4. Theoretische Grundlagen

Versetzungen die Wechselwirkungen mit dem Versetzungsfeld überwinden können, wird eine makroskopische Dehnung erzeugt, die beispielsweise in der 0,2% Fließgrenze gemessen werden kann. Der damit ermittelte Zusammenhang zwischen Fließgrenze und Korngröße entspricht der Form von Gleichung (21).

Da eine auf diesem Modell basierende Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze von Kupfer eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Befunden liefert, wird die theoretische Beschreibung in dieser Arbeit an diese Darstellung angelehnt.

Der oben beschriebene Anstieg der Festigkeit mit sinkender Korngröße setzt sich bei nanokristallinen Materialien nicht mehr fort. Chokshi et al. [89] berichteten von diesem Phänomen erstmals und schlugen zur Erklärung Effekte der Korngrenzendiffusion vor, die aufgrund der kurzen Diffusionswege bereits bei Raumtemperatur zum Tragen kommen. An Kupfer wird ein Ende der Gültigkeit des Hall-Petch-Gesetzes ab Korngrößen unterhalb von 25 nm berichtet, der weitere Trend der Entwicklung der Fließgrenze bei noch kleineren Körnern ist jedoch nicht bestätigt; von unterschiedlichen Messungen wurde sowohl eine Stagnation der Fließgrenze mit weiter sinkender Korngröße als auch ein Absinken berichtet (siehe [90] und dort zitierte Arbeiten).

Neben den oben genannten Effekten existieren noch vielfältige Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung eines Materials, die hier nur kurz erwähnt werden sollen.

Als Mischkristallhärtung bezeichnet man Effekte, die durch Fremdelemente erzeugt werden. Eingebaute Fremdatomen verursachen Verzerrungen des Kristallgitters und wechselwirken daher mit Versetzungen. Damit ist die Versetzungsbewegung erschwert und die kritische Schubspannung erhöht sich.

Des Weiteren können feine nichtmetallische Partikel in Materialien (Dispersionhärtung) oder auch die Bildung eines Phasengemisches bei der eine Phase als kleine Partikel vorliegt (Ausscheidungshärtung) die Bewegung von Versetzungen verhindern.

4.3. Plastizität in miniaturisierten Proben

Im folgenden wollen wir nun den Einfluss auf das mechanische Verhalten eines Materials betrachten, der sich ergibt, wenn die Dimensionen der betrachteten Proben miniaturisiert werden.

Dazu betrachten wir zunächst in Form dünner Schichten den Fall, bei dem nur eine Proben-Dimension miniaturisiert wurde. Wir beschränken uns dabei auf den Fall polykristalliner Schichten. Mit der Dicke dieser Schichten sinkt auch die mittlere Korngröße. Dünne Schichten liegen für ihre Anwendung sehr häufig auf einem Substrat vor und sind zudem häufig von Passivierungsschichten an der Oberfläche überzogen. Für das mechanische Verhalten solcher Schichten liegen viele experimentelle Resultate vor, die in erster Linie mit der *Wafer Curvature* Methode (siehe Abschnitt 3) gewonnen wurden. Wir verzichten an dieser Stelle auf die Darstellung der dabei ermittelten mechanischen Eigenschaften, da wir uns auf die intrinsischen Materialparameter unabhängig von der Zusammenwirkung mit Substraten oder Oberflächenbeschichtungen beschränken wollen.

Eine Untersuchung von freistehenden Schichten aus elektrolytisch abgeschiedenem Cu mit dem *Bulge Test*-Experiment (siehe Abschnitt 3) liegt in den Arbeiten von Xiang et al. vor [30]. Für die Abhängigkeit der Fließgrenze von der Korngröße ergab sich dabei eine gute Übereinstimmung mit der Hall-Petch-Gleichung (21).

Bei diesen Proben kann jedoch ein hoher Anteil von Versetzungen die freie Oberfläche verlassen; die oben angeführten Modellbedingungen zur Erklärung der Hall-Petch-Beziehung durch den Aufstau von Versetzungen sind hier also nicht voll erfüllt. Mit diesem Modell alleine lässt sich also die Gültigkeit der Hall-Petch-Beziehung für freistehende Schichten nicht vollständig erklären.

Weiteren Aufschluss über die Festigkeit von miniaturisierten Proben in Abhängigkeit ihrer Größe geben die Experimente an miniaturisierten Einkristallen unter Druck- sowie Zugbelastung. Bei diesen Experimenten betrachten wir anstatt der Korngröße die kleinste Abmessung der Probe (Probendurchmesser bzw. Probenbreite) als den kritischen Parameter d_c . Eine Abhängigkeit der Fließgrenze von der Dimension d_c , die erstmals von Uchic et al. [13] aus Druck-Experimenten an Ni-Einkristallen (kfz-Kristall) und Ni₃Al-Ta berichtet wurde, zeigt gute Übereinstimmung zur Hall-Petch-Beziehung für Polykristalle. Dieses Ergebnis wurde zudem an Cu [19] und an Au [14],[15] bestätigt. Ein Potenzgesetz zur Beschreibung der Fließgrenze in

4. Theoretische Grundlagen

Abhängigkeit des Probendurchmessers ergab in diesen Arbeiten einen Exponenten zwischen -0,4 und -0,6. Anzumerken ist, dass hierbei als Fließgrenze die Werte der Fließgrenze bei 5% bzw. 10% Dehnung abgelesen wurden.

Kiener et al. präsentierten in [91] einen Vergleich der Fließgrenzen bei 5% Dehnung von miniaturisierten einkristallinen Druckproben und polykristallinen Zugproben aus Cu in Abhängigkeit des charakteristischen Parameters d_c (der Probenbreite bzw. der mittleren Korngröße). Dabei stellte sich heraus, dass sich alle Werte in guter Näherung durch eine gemeinsame Gesetzmäßigkeit beschreiben lassen, deren Form mit der des Hall-Petch-Gesetzes übereinstimmt.

Es liegen also vielfache experimentelle Befunde vor, welche die Abhängigkeit der Fließgrenze von dem charakteristischen Parameter d_c nach einem Potenzgesetz mit einem Exponent nahe 0,5 belegen. Dies ist dahingehend erstaunlich, da bei den einkristallinen Proben keine Korngrenzen vorhanden sind, auf deren Einfluss dagegen die wichtigsten Modelle zur Erklärung der Fließgrenze polykristalliner Materialien (siehe Abschnitt 4.2) beruhen. In Anlehnung an [19] und [20] soll im folgenden eine Zusammenfassung häufig zitierter theoretischer Modelle zur Erklärung dieses Größeneffektes auf die Fließgrenze miniaturisierter Einkristalle gegeben werden:

Versetzungsnukleationsmodell (dislocation nucleation): Dieses Modell führt die Steigerung der Fließgrenze mit schrumpfender Probengröße darauf zurück, dass die Größe der Versetzungsquellen mit der Miniaturisierung eingeschränkt wird [20]. Ihre Aktivierung erfordert daher nach Gleichung (19) höhere Spannungen. Die kritische Spannung zum Einsetzen von plastischer Verformung ist nach diesem Modell umgekehrt proportional zur kleinsten Probenabmessung d_c .

Versetzungsverarmungsmodell (dislocation starvation) [92]: Dieses Modell nimmt an, dass in miniaturisierten Kristallen das hohe Oberflächen- zu Volumenverhältnis dazu führt, dass mehr Versetzungen die Probe verlassen als nukleiert werden können. Die zur Verformung nötigen Versetzungsmultiplikationsprozesse sind damit erschwert und das Material zeigt höhere Festigkeit. Für diese Modellannahme ist jedoch keine mathematische Formulierung bekannt [19].

Versetzungs-Aufstau-Modell (dislocation pile up): Kiener et al. argumentieren in [19], dass auch Effekte von Versetzungsaufstau die Festigkeit der miniaturisierten Proben beeinflussen könnten. Dabei wird der Aufstau an Schädigungsschichten an

der Oberfläche der Probe angenommen, die durch den Ga^+ -Ionenbeschuss bei der Probenherstellung verursacht werden.

Diese Modelle und der Zusammenhang zwischen Strukturgröße und Fließgrenze sind weiterhin in Diskussion. Insbesondere ist zudem das Zusammenwirken der oben genannten Effekte möglich [20].

4.4. Erholung und Rekristallisation

Im folgenden Abschnitt betrachten wir Einflüsse von Temperaturbehandlungen eines Werkstoffes auf die Versetzungsstruktur (durch Erholung) sowie die Mikrostruktur (durch Rekristallisation). Die Beschreibung folgt dabei in erster Linie den Ausführungen in [82] und [93].

Erholung: Unter Erholung versteht man thermisch aktivierte Reaktionen, mit denen Gitterbaufehler abgebaut werden. Durch die Zunahme der Temperatur können sich Versetzungen von Verankerungspunkten lösen, durch Quergleiten und Kletterprozesse die Gleitebene wechseln und so zu einem Netzwerk umlagern, das geringere Gitterspannungen verursacht. Zudem können sich Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor auslöschen, so dass die Versetzungsdichte abnimmt.

Rekristallisation und Kornvergrößerung: In einem feinkörnigen Werkstoff mit hoher Versetzungsdichte wird durch Temperaturbehandlung die Bildung von versetzungsarmen Körnern – den Rekristallisationskeimen – sowie deren Wachstum auf Kosten der feinen Körner hervorgerufen. Somit ergibt sich ein grobkörniges Gefüge mit geringerer Versetzungsdichte. Dieser Vorgang ist abgeschlossen, wenn die entstandenen neuen Körner aneinanderstoßen und somit das gesamte Volumen ausfüllen. Die treibende Kraft für diesen Vorgang der primären Rekristallisation ist die hohe Versetzungsdichte des Ursprungskristalls.

Nach dem Abschluss der primären Rekristallisation, erfolgt in der Regel noch eine weitere Kornvergrößerung, mit denen die Energie des Kristalls durch Verringerung der Korngrenzenflächen weiter minimiert wird. Diese Vorgänge werden als Kornvergrößerung zusammengefasst. Für den Fall dass dabei einige Körner stärker wachsen als die umgebenden Körner und somit eine bimodale Kornverteilung entsteht spricht man von sekundärer Rekristallisation.

4. Theoretische Grundlagen

Sowohl durch Erholung als auch Rekristallisation wird die Fließgrenze eines Werkstoffs herabgesetzt. Bei den oben beschriebenen Prozessen wird stets zwischen statischen und dynamischen Vorgängen unterschieden, je nachdem ob sie durch die Temperaturbehandlung allein bzw. mit gleichzeitiger mechanischer Verformung ablaufen.

Insbesondere dynamische Erholungs und Rekristallisationseffekte können die Eigenschaften von Materialien bei Hochtemperaturzugversuchen beeinflussen; sie können auch dann auftreten, wenn durch vorherige Glühbehandlung bei der maximalen Versuchstemperatur die statischen Prozesse bereits zu einem metastabilen Gleichgewichtszustand von Versetzungsstruktur und Gefüge geführt haben.

4.5. Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften von Kristallen

An dieser Stelle wollen wir wichtige Mechanismen zusammenfassen, auf Grund derer die mechanischen Eigenschaften eines kristallinen Werkstoffs mit der Temperatur variieren. Die Betrachtungen sind dabei wieder auf den Fall von kfz-Kristallen angepasst.

Elastische Eigenschaften:

Zunächst betrachten wir die Temperaturabhängigkeit der elastischen Eigenschaften. Der Elastizitätsmodul eines kristallinen Materials nimmt mit der Temperatur ab (siehe Abbildung 8). Dieses Verhalten kann in einer vereinfachten Darstellung der Ausführungen in [82] folgendermaßen erklärt werden: Der Elastizitätsmodul gibt die Zunahme der rückwirkenden Kraft, bezogen auf die Dehnung an, der das Material ausgesetzt wurde. Für dessen Erklärung auf Basis eines atomaren Modells betrachten wir daher die Wechselwirkungskräfte zwischen Atomen. Diese ergeben sich aus der gegenseitigen abstoßenden Kraft zwischen den Atomkernen bzw. den Elektronen sowie der jeweils anziehenden Wirkung zwischen diesen Atombestandteilen untereinander. Der Punkt an dem sich abstoßende und anziehende Kräfte ausgleichen markiert den Gleichgewichtspunkt bei tiefen Temperaturen. Mit höheren Temperaturen können sich die Atome zunehmend weiter voneinander entfernen. In weiterer Entfernung ist der Kraftverlauf in Abhängigkeit des interatomaren Abstands

4. Theoretische Grundlagen

jedoch flacher; bei einer Variation des Atomabstands variieren die Wechselwirkungskräfte in geringerem Maß, was gleichbedeutend mit der Verringerung des Elastizitätsmoduls ist.

Der Elastizitätsmodul E eines texturlosen Polykristalls steht mit folgender Gleichung mit dem Schubmodul G für Scherverformung in Bezug:

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (22)$$

Dabei bezeichnet ν die Querkontraktionszahl. Die Temperaturabhängigkeit gilt in diesem Fall also in direkter Proportionalität auch für den Schubmodul des Materials. Bei einkristallinen oder texturierten Polykristallen ist jedoch eine Richtungsabhängigkeit der elastischen Konstanten zu beachten.

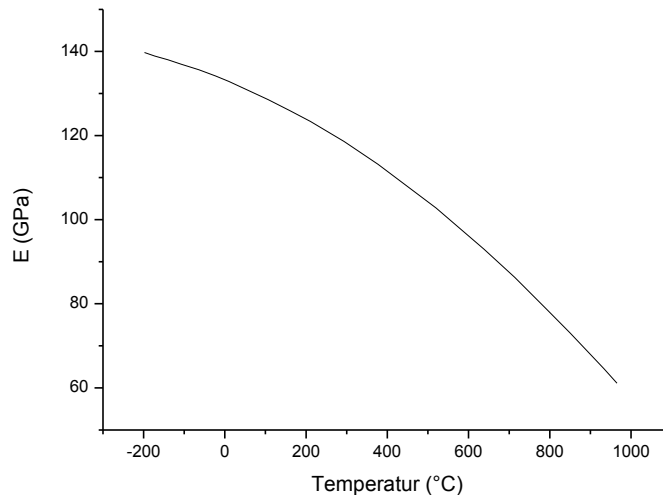


Abbildung 8: Die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls E von Cu nach [100].

Im folgenden wollen wir die Temperaturabhängigkeit von konventionellen Mechanismen der Versetzungsbewegung (Versetzungsgleiten) betrachten.

Temperaturabhängigkeit der Versetzungsplastizität:

Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls: Diese Folgerung hat nicht nur im Bereich der elastischen Verformung eines kristallinen Materials Konsequenzen; nach Gleichung (10) steht die kritische Spannung, die zur Bewegung einer Versetzung benötigt wird (Peierls-Spannung), in linearer Abhängigkeit von dem Schubmodul G . Die Bewegung von Versetzungen wird also aufgrund der Abnahme des Schubmoduls mit zunehmender Temperatur erleichtert. Für Cu folgt mit den Werten aus

4. Theoretische Grundlagen

Abbildung 8 bei einer Temperatursteigerung von Raumtemperatur auf 400°C eine Abnahme der Peierls-Spannung um ca. 20%.

Thermische Aktivierung zur Überwindung von Hindernissen: Die kritische Spannung zur Bewegung von Versetzungen nimmt zudem mit steigender Temperatur ab, da die Überwindung der Peierls-Spannung auch durch thermische Aktivierung erfolgen kann. Versetzungen können damit auch bei geringeren Spannungen durch den Kristall bewegt werden.

Zudem können Versetzungen durch thermische Aktivierung Hindernisse überwinden. Beispiele für solche Prozesse sind das Schneiden des Versetzungswaldes sowie die Überwindung der Wechselwirkung mit Fremdatomen.

Thermische Aktivierung von Quergleiten: Zudem werden mit steigender Temperatur Mechanismen der Versetzungsbewegung ermöglicht, die bei tiefen Temperaturen unterdrückt sind. Dazu gehört das Quergleiten, das aufgrund der Versetzungsaufspaltung der thermischen Aktivierung bedarf (siehe Abschnitt 4.2). Die Aktivierungstemperatur dieses Bewegungsmechanismus hängt von der Stapelfehlerenergie und damit der Stärke der Versetzungsaufspaltung zusammen. Für Al mit hoher Stapelfehlerenergie von 180 mJ/m² und geringer Aufspaltung ist die Aktivierung des Quergleitens beispielsweise leichter als bei Cu, bei dem aufgrund der geringeren Stapelfehlerenergie von 40 mJ/m² Versetzungen weitaus stärker aufgespalten sind.

Diffusionseffekte:

Versetzungskriechen: Durch die Diffusion von Leerstellen ist ein Bewegungsmechanismus von Versetzungen möglich, mit dem Stufenversetzungen ihre Gleitebene wechseln können. Bei diesem Effekt, der Versetzungskriechen oder auch Klettern genannt wird, wandert eine Versetzung durch Anlagern von Leerstellen in die nächste Kristallebene. Um die Versetzung entlang der ganzen Linienlänge in eine neue Ebene zu versetzen wird eine hohe Anzahl von Leerstellen benötigt, so dass dieser Vorgang eine hohe Leerstellenbeweglichkeit und damit hohe Temperaturen erfordert.

Folgende Effekte der Materialverformung werden allein auf Diffusion, ohne Beteiligung von Versetzungen zurückgeführt. Sie treten nur dann auf [82], wenn der

4. Theoretische Grundlagen

Effekt des Versetzungskriechens unterbleibt und sind damit also auf den Bereich geringer Spannungen beschränkt, bei denen Versetzungskriechen noch nicht aktiviert ist.

Diffusionskriechen (Nabarro-Herring-Kriechen): Von diesem Effekt spricht man, wenn die Dehnung eines Materials unter mechanischer Spannung aufgrund des Materialtransports durch Diffusion im Inneren der Kristallite erfolgt. Dieser Transport wird in erster Linie durch die Diffusion von Leerstellen getragen.

Korngrenzendiffusion (Coble-Kriechen): Bei diesem Effekt wird eine Materialdehnung durch Diffusion entlang der Korngrenzen hervorgerufen.

Welcher der beiden zuletzt genannten Diffusions-Effekte dominiert, hängt von der Korngröße des Materials ab, wobei der Effekt der Korngrenzendiffusion bei geringeren Korngrößen an Bedeutung gewinnt.

5. Experimentelle Methoden

5.1. Prinzip des verwendeten Mikrozugversuchs

Die verwendeten miniaturisierten Proben werden mit Standardmethoden aus der Halbleiterindustrie zur Abscheidung und Strukturierung von Schichten auf einkristallinem Siliziumsubstrat hergestellt. In einer folgenden teilweisen Ätzung des Substrates entstehen freistehende Proben die lediglich mit einem Ende mit dem Substrat in Verbindung bleiben (siehe Abbildung 9(a)). Das freistehende Ende der Proben ist jeweils zu einem Kopf ausgeformt, der in einen Greifer (siehe Abbildung 9(b)) eingehakt werden kann. Durch diese zweiseitige Fixierung (siehe Abbildung 9(c)) kann die Probe dann unter Zugspannung gesetzt werden. Der Greifer mit der Vertiefung zur Aufnahme des Probenkopfes wird ebenfalls mit Mikrostrukturierungsverfahren aus der Halbleiterindustrie hergestellt.

Zur Durchführung des Zugversuchs werden Greifer und Probe in eine Zugapparatur integriert. Die Sequenz von Proben ist dabei an einer Positioniereinheit fixiert, um deren Beweglichkeit in allen drei Raumrichtungen zu ermöglichen.

Vor dem Experiment werden Probe und Greifer entlang der Zugrichtung orientiert. Daraufgehend wird der Probenkopf über der Vertiefung des Greifers positioniert und dann in diese abgesenkt. Bei Bewegung der Probe in Zugrichtung treten daraufhin die Flanken des Probenkopfes in Kontakt mit dem Greifer. Jede nun erfolgende weitere Bewegung in Zugrichtung bewirkt eine Krafteinwirkung auf die Probe und der Dehnungsvorgang beginnt.

Sowohl die Proben als auch der Greifer werden durch thermischen Kontakt zu ihren beheizbaren Einspannungen durch Wärmeleitung auf die gewünschte Messtemperatur von Raumtemperatur bis 400°C gebracht.

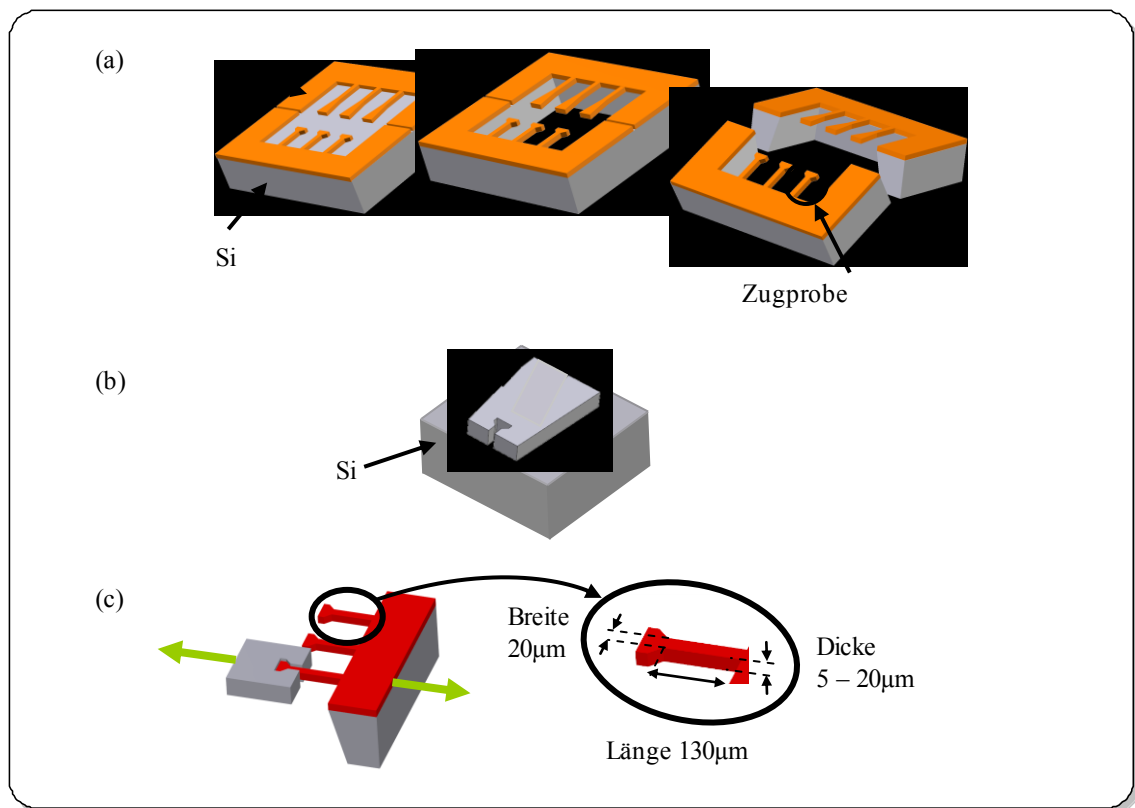


Abbildung 9: (a) Die strukturierte Abscheidung der Cu-Proben auf einem Si-Substrat, gefolgt von der Substratätzung zur Herstellung von freistehenden Proben und schließlich dem Vereinzeln eines Chips mit den frei zugänglichen Proben an einer Kante. (b) Der Greifer, hergestellt durch Reaktive Ionen Ätzung (DRIE für engl. Deep Reactive Ion Etch) in Silizium. (c) Das Prinzip des Mikrozugversuchs: Die Zugprobe steht mit einer Seite in Verbindung mit einem Chip, der Kopf am freien Ende wird in die Vertiefung im Greifer eingehakt. Mit dieser beidseitigen Fixierung kann die Probe nun belastet werden. Die Heizung der Probe erfolgt durch Wärmeleitung über die beiden eingespannten Enden.

5.2. Verwendete Proben und deren Herstellung

5.2.1. Probengeometrie

Alle in dieser Arbeit vorgestellten Versuche wurden an Proben mit der Geometrie aus Abbildung 10 durchgeführt. Die auf der Lithographiemaske vorgesehene Probenbreite (hier nominelle Probenbreite genannt) beträgt dabei 20 µm. Die Messlänge (siehe Abschnitt 4.1) entspricht hier der gesamten Probenlänge zwischen den Rundungen an den Probenenden, da die Dehnung nicht an der Probe selbst abgegriffen wird, sondern durch die Querhauptverschiebung (d.h. der Bewegung der Einspannvorrichtung) gemessen wird.

5. Experimentelle Methoden

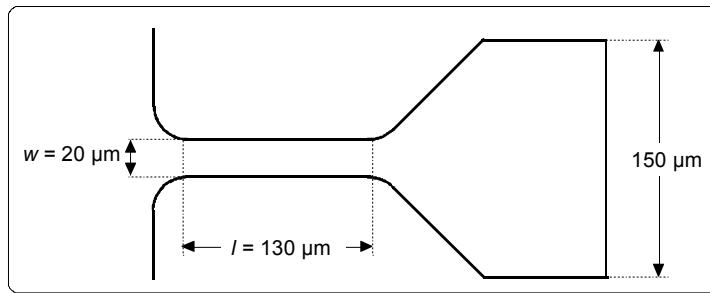


Abbildung 10: Die verwendeten Mikrozugproben mit den auf der Lithographimaske verwendeten nominellen Maßen. Die Probendicke wird über die abgeschiedene Schichtdicke variiert und betrug nominell 5 µm, 10 µm und 20 µm.

Für die Probendicke t wurden die Variationen von nominell 5 µm, 10 µm und 20 µm verwendet. Die Probenlänge ist so festgelegt, dass bei der maximalen Probendicke von 20 µm die Relation von Querschnittsfläche zu Probenlänge aus Gleichung (5) in Anlehnung an die Norm EN10002 erfüllt ist. Die realen Maße der Probe unterliegen bedingt durch den Herstellungsprozess sowohl systematischen als auch statistischen Abweichungen, auf die in Abschnitt 6.1.1 detailliert eingegangen wird.

Die Bemaßung der Proben muss so ausgelegt sein, dass plastische Verformungen des Probenkopfes während des Zugversuchs vermieden werden. Da die Dehnung nicht an der Probe selbst sondern aus der Bewegung der Einspannungen gemessen wird, wäre ein solcher Effekt der mechanischen Reaktion der Probe überlagert. Insbesondere die Trennung zwischen elastischem und plastischem Spannungsbereich der Probe wäre damit unmöglich. Daher muss gewährleistet werden, dass die Angriffsfläche zwischen Greifer und Probenkopf groß im Vergleich zum Probenquerschnitt ist. Mit dieser Maßnahme lassen sich zwar plastische Verformungen im Bereich der Probeneinspannung minimieren, nicht aber völlig ausschließen. Gründe dafür sind z.B. die leichte Fehljustage von Probe und Greifer um bis zu 1°, Unebenheiten der Probenseitenflächen sowie eventuelle Verunreinigungen im Kontaktbereich.

5.2.2. Substrat-System

Die Herstellung der Proben erfolgt in der Fertigungslinie der Firma Infineon Technologies AG auf $\langle 100 \rangle$ -orientierten Silizium-Scheiben, die zuvor mit einem System von Substratfilmen beschichtet wurden. Bedingt durch den Herstellungsprozess stehen diese Schichten bereits unter mechanischer Verspannung. Da in der späteren

5. Experimentelle Methoden

Prozessfolge Löcher in die tragende Siliziumscheibe geätzt werden, bleiben die hier beschriebenen Substrat-Schichten zeitweise als freitragende Membrane zurück. Deren mechanische Stabilität ist dabei von großer Bedeutung, so dass hier jeweils eine genauere Betrachtung der Spannungszustände erfolgt.

Die Schichtsequenz besteht zunächst aus einem 5 μm dicken SiO_2 -Film, der durch plasmaunterstützte Gasphasenabscheidung hergestellt wird (PE-CVD für engl. *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*). Mit dem Ziel der Minimierung der Defektdichte wurde die Oxidschicht in zwei Prozessschritten von je 2,5 μm abgeschieden. Da die Herstellung bei einer Temperatur von 400°C stattfindet und bei der folgenden Abkühlung das Substrat in stärkerem Maße kontrahiert, steht der fertig prozessierte Film unter kompressiver Spannung. Es folgt eine Temperaturbehandlung bei 950°C unter Inertgas-Atmosphäre zur Verdichtung des Oxids, mit dem Ziel, die Beständigkeit in der folgenden Substrat-Ätzung mit KOH zu erhöhen. Dabei erhöht sich die kompressive Verspannung, da sich Schicht und Substrat bei 950°C anpassen und bei der Abkühlung von dieser Temperatur eine noch größere Fehlanpassung zwischen den beiden Materialien entsteht [83].

Die im Vergleich zu in der Halbleiterindustrie üblichen Schichtdicken relativ hohe Dicke von 5 μm wurde mit dem Ziel gewählt, die mechanische Stabilität der Oxidschicht zu erhöhen, nachdem sie in Folgeprozessen als Membran über einem Fenster im Substrat freigelegt wurde. Dies wird anhand der folgenden Abschätzung plausibel; nimmt man an, dass die Schichtspannung nach der Abscheidung unabhängig von der Schichtdicke ist, so wächst die komprimierende Kraft in der Schicht linear mit der Dicke. Der Widerstand gegen Aufwölbung dieser Schicht nimmt jedoch mit der dritten Potenz der Schichtdicke zu [95]. Eine Steigerung der Schichtdicke – einhergehend mit linear steigender Kraft – bewirkt damit eine Reduktion der Aufwölbung. Diese Betrachtung rechtfertigt die Verwendung einer hohen Schichtdicke, lässt jedoch außer Betracht, dass die Schichtspannung mit der Dicke variieren kann [83].

Es folgt eine 50 nm WTi-Schicht als Haftungs- und Diffusionsbarriere, abgeschieden durch Kathodenzerstäubung (engl. *sputtering*). Mit den hier gewählten Werten für den Kammerdruck und der Sputterleistung stellt sich dabei eine kompressive Verspannung der Schicht ein. Es bleibt aber anzumerken, dass die Spannung in der WTi-Schicht durch die Abscheide-Parameter variiert werden kann. Es besteht also Spielraum für ein gezieltes Einstellen der Schichtspannung, was in Zukunft einen Ansatzpunkt für weitere

5. Experimentelle Methoden

Optimierungen des Prozesses bietet. Ohne Öffnen des Vakuums wird nun 150 nm Cu-Schicht ebenfalls durch Kathodenzerstäubung abgeschieden (engl. *seed layer*). Diese *seed layer*-Schicht steht unter Zugspannung. Sie dient als Substrat und Elektrode für den folgenden Prozess der elektrochemischen Abscheidung (ECD für engl. *Electro Chemical Deposition*). Die Temperatur bleibt bei diesen Prozessen unter 100°C.

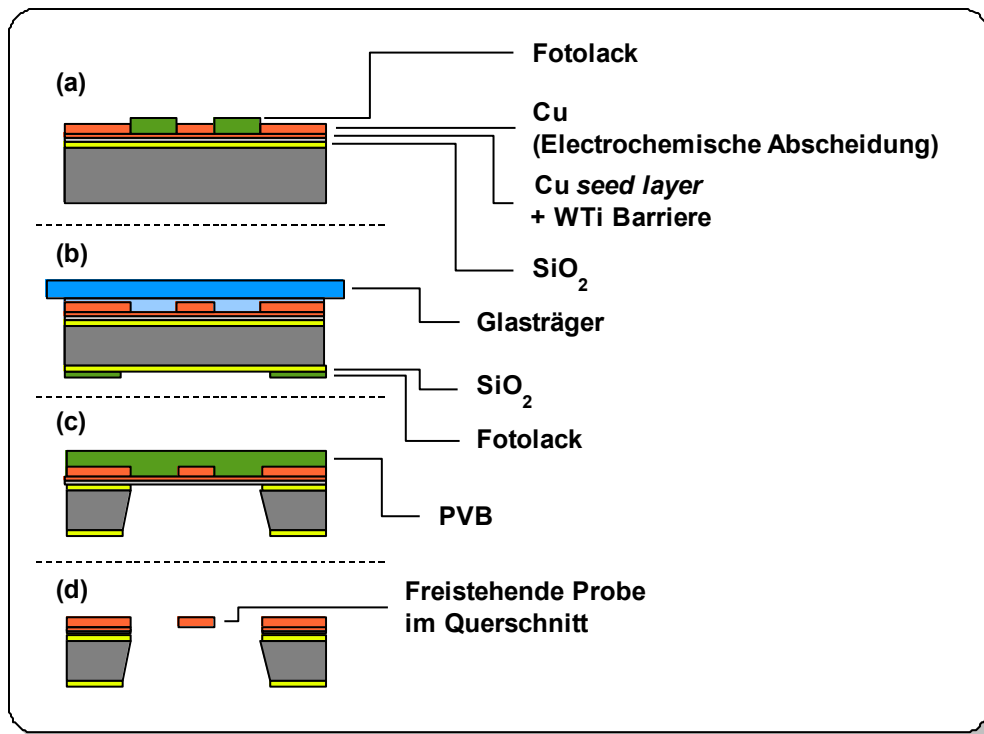


Abbildung 11: Schema der Prozessierung der Si-Scheiben zur Probenherstellung im Querschnitt. (a) Strukturierte elektrochemische Abscheidung von Kupfer auf einer Silizium-Scheibe mit SiO₂-, WTi- und Cu-Substratbeschichtung. (b) Versiegelung der fertigen Scheibenoberseite mit einem Glasträger zum Dünnschleifen der Scheibenrückseite mit folgender Abscheidung einer SiO₂ Schicht sowie Strukturierung einer Lackmaske. (c) Ätzung des Si-Substrats mit vorheriger Strukturierung einer SiO₂-Hartmaske. Die Scheiben-Vorderseite ist zum einen mit einer Schutzmaske abgedichtet und so vor der nasschemischen Ätzung geschützt. Zudem verhindert eine PVB-Beschichtung den Bruch der über den geätzten Bereichen verbleibenden Membrane. (d) Ätzung der verbleibenden Substrat-Membrane und Freistellung der Proben durch Auflösen der Polymerschicht.

5.2.3. Elektrochemische Kupfer-Abscheidung

Auf dem in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen Substratsystem folgt die Strukturierung eines Fotolacks durch Aufschleudern, Belichten mit Verwendung einer Fotomaske sowie Entwicklung (siehe Abbildung 11(a)). Der verwendete Fotolack unterbindet das Aufwachsen von Kupfer im elektrochemischen Abscheidungsprozess. Das Schichtwachstum erfolgt daher nur in den Regionen auf der Waferoberfläche, die nicht von Lack bedeckt sind. Diese direkte Erzeugung einer strukturierten Kupferschicht (engl.: *patterned plating*) macht weitere Schritte zur Strukturierung beispielsweise mittels Ätzung überflüssig. Vor der elektrochemischen Abscheidung erfolgt eine Plasma-Reinigung im O₂-Plasma, mit der alle Lackspuren auf dem freiliegenden Substrat entfernt werden.

Die elektrochemische Abscheidung läuft in einem Elektrolytbad ab, in der die bearbeitete Scheibe unter negativer Spannung gegenüber einem System von Anoden positioniert ist. Für die Abscheidung werden in der Elektrolytlösung positiv geladene Kupferionen erzeugt, die an der Scheibenoberfläche Elektronen aufnehmen und daher dort gebunden werden.

Mit weiteren anorganischen und organischen Zusätzen werden die Abscheidungseigenschaften beeinflusst, welche die Ausprägung von Abrundungen an Kanten und die Oberflächenrauigkeit beeinflussen. Eine weiterführende Beschreibung findet sich dazu in [96]. Mit den Komponenten des Elektrolytbades variiert jedoch auch die Konzentration eingebauter Fremdstoffe, wie Schwefel oder Chlor, worauf in Abschnitt 6.1.3 detailliert eingegangen wird.

Für die Probenherstellung waren in dieser Arbeit zwei Elektrolyte mit unterschiedlicher Konzentration der organischen Komponenten im Einsatz. Wir verwenden dafür im folgenden die Bezeichnung Elektrolyt A und B und sprechen dementsprechend je nach Herstellungsart von Proben typ A oder B. Zudem sei angemerkt, dass zur Abscheidung mit den beiden Elektrolyten eine unterschiedliche Stromdichte und somit unterschiedliche Abscheidungs geschwindigkeit angewendet wurde.

Bei diesem bei Raumtemperatur erfolgenden Prozess ergibt sich zunächst keine starke Verspannung zwischen Substrat und abgeschiedener Schicht. Erst durch nachfolgende Mikrostrukturveränderungen des Kupfers (siehe Abschnitt 4.4), insbesondere beschleunigt ablaufend in der folgenden Temperaturbehandlung (siehe 5.2.4) ergibt sich jedoch eine Zugspannung.

5. Experimentelle Methoden

Mit der Entfernung des Lacks ist die strukturierte Herstellung der Kupferschicht beendet. Es bleibt anzumerken, dass im standardisierten Prozessablauf der Chipfertigung nun eine Ätzung des *Cu-seed layers* und der WTi-Barriere von der Scheibenoberseite folgt. Dabei erfolgt auch ein Ätzabtrag von Kupfer an der Probenoberfläche. Diese wird dadurch so stark aufgeraut, dass sich Aufnahmen der lokalen Kristallorientierung mit der EBSD-Technik nicht realisieren ließen. Die Substratschichten werden daher ausnahmslos von unten entfernt, wie in Abschnitt 5.2.5 beschrieben wird. Zuvor wird jedoch eine Temperaturbehandlung durchgeführt, um die Mikrostruktur der Cu-Schicht einzustellen.

5.2.4. Temperaturbehandlung

Die erzeugte Kupferschicht weist nach der Abscheidung zunächst eine sehr feinkörnige Mikrostruktur mit Korngrößen im Nanometer-Bereich auf [28]. Diese Konfiguration ist bereits bei Raumtemperatur instabil und könnte zudem bei erhöhter Temperatur, beispielsweise bei der Anwendung in einem Mikrochip, Veränderungen unterliegen. Daher werden die Wafer einer Temperaturbehandlung von 30 min bei 400°C in Formiergasatmosphäre unterzogen. Damit werden Prozesse der Erholung und Rekristallisation beschleunigt, die in Abschnitt 4.4 näher beschrieben sind, so dass eine definierte metastabile Mikrostruktur entsteht. Durch diese Mikrostrukturveränderungen bei der erhöhten Temperatur und der während der Abkühlung erfolgenden stärkeren Kontraktion der Kupferschicht im Vergleich zum Substrat, steht die Schicht anschließend unter Zugspannung [83].

5.2.5. Rückseitenbehandlung mit Substratätzung

Nach der erfolgten Herstellung der Kupferproben auf der Oberseite der Silizium-Scheibe, folgen nun die Schritte zur Entfernung des Substrats unter den Proben. Diese Prozesse erfolgen alle von der Scheiben-Rückseite. Zu diesem Zweck werden die Scheiben mit der fertig prozessierten Oberseite auf Glasträger geklebt, so dass die bei der Produktion agierenden Roboter und Ablageflächen nicht direkt an der Kupfer-Oberseite angreifen (siehe Abbildung 11(b)). Zudem ermöglicht diese Stabilisierung die nachfolgende Reduktion der Silizium-Substratdicke durch mechanisches Schleifen und anschließendes nasschemisches Ätzen zur Glättung auf die Enddicke von 200 µm.

5. Experimentelle Methoden

Anschließend wird im CVD-Verfahren eine 2 μm dicke SiO_2 Schicht auf der Scheibenrückseite erzeugt. Hierbei wird ein Spezialprozess bei einer Temperatur von 150°C verwendet, der für den Glaträger und die fixierende Kleberschicht nicht zerstörend wirkt. Durch Aufschleudern wird eine Fotolackschicht erzeugt, in der durch Belichten und Entwickeln rechteckige Fenster geöffnet werden.

Mit diesen lackfreien Fenstern sind die Bereiche auf der Substrat-Rückseite definiert, die in den folgenden Ätzschritten entfernt werden sollen. Folglich müssen diese Strukturen genau unter den Proben positioniert sein, die damit freigelegt werden sollen. Die Belichtung der Scheiben-Rückseite muss daher in korrekter Ausrichtung zur Kupfer-Struktur der Vorderseite erfolgen.

Nach Entfernen des Glaträgers ist die Prozessierung der Scheiben in der Halbleiter-Fertigungslinie beendet. Alle bisher beschriebenen Prozessschritte wurden in den Anlagen von Infineon Technologies AG durchgeführt.

Unter Laborbedingungen wird nun durch Ätzung mit einer Lösung aus Flußsäure (HF) und Ammoniumfluorid (NH_4F) die SiO_2 -Schicht auf der Scheibenrückseite strukturiert (siehe Abbildung 11(c)). Bei diesem Prozessschritt ist die Scheiben-Vorderseite mit einer Klemmmaske (siehe Abbildung 12 (a)) gegen den Angriff der Ätzflüssigkeit abgedichtet. Diese Vorrichtung besteht aus einer Grundplatte, auf die zunächst die Scheibe gelegt wird und dann ein Ring aufgeschraubt wird. Dieser dichtet die Scheiben-Vorderseite mit einem zwischengelegten Dichtungsring ab und dient zugleich auch als Beckenrand zur Aufnahme der Ätzflüssigkeit, die somit auf der Scheibe wirken kann. Danach wird der Fotolack auf der Scheibenrückseite mit Aceton entfernt.

Aus den Scheiben werden nun Stücke der Größe 60 mm x 80 mm vereinzelt, da die folgenden Prozesse an kleineren Stücken leichter realisierbar sind. Zudem führt ein Versagen der Techniken mit eventueller Probenzerstörung (beispielsweise aufgrund durchgesickerten Ätzmittels) nicht zum Verlust der gesamten Scheibe.

Die Kupferstruktur auf der Scheiben-Oberseite wird nun durch wiederholtes Aufschleudern des in Ethanol gelösten Polymers Polyvinyl Butyral (PVB) mit einer dünnen Schutzschicht überzogen (siehe Abbildung 11(d)). Während dieses Vorgangs wird der Wafer durch Infrarotstrahlung auf ungefähr 50°C geheizt. Abschließend wird der Polymerfilm zwei Stunden lang bei 60°C vollständig ausgehärtet. Diese Schicht hat den Zweck, die bei der folgenden Substratätzung gedünnten Bereiche mechanisch zu stabilisieren.

5. Experimentelle Methoden

Die Ätzung des Silizium-Substrates erfolgt nasschemisch mit 30%-iger KOH. Das vereinzelte Scheibenstück wird dabei wieder in eine Klemmmaske gespannt, die die beschichtete Kupferseite vor den verwendeten Chemikalien schützt und deren Dichtung wieder dazu dient, die Ätzflüssigkeit über der eingespannten Scheibe zu halten (siehe Abbildung 12 (b)). Geheizt durch die Umgebungsluft in einem Ofen wird die Ätzung zunächst bei 70°C über 2 Stunden gestartet und dann bei 40°C bis zum Stopp an der SiO₂-Barriere abgeschlossen.

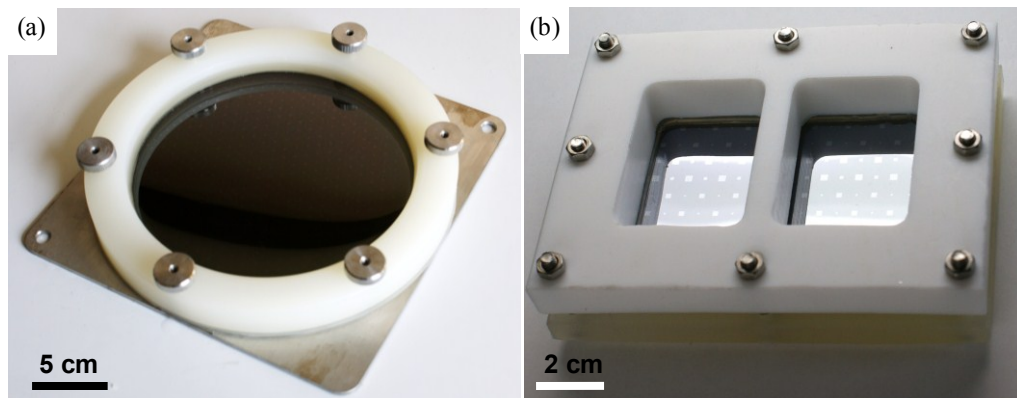


Abbildung 12: Dichtungsmaske (a) und (b) zur Ätzung der Scheibenrückseite bei abgedichteter Vorderseite. Links ist die Maske zur Einspannung der ganzen Scheibe mit 20 mm Radius, die Maske rechts ist für Bruchstücke der Scheibe von 60 x 80 mm² geeignet. Das Ätzmittel wird in die waagrecht gelagerte Maske eingeschüttet, die Ätzmaske dient also zugleich als Gefäß, bei dem die Dichtung die Flüssigkeit hält und die Siliziumscheibe den Boden darstellt. Für die Ätzung bei erhöhter Temperatur wird die Maske B in der Umgebungsluft eines Ofens aufgeheizt.

Bei letzterer Temperatur weist die PVB-Schicht genügend mechanische Stabilität auf, um zu verhindern, dass die dünneätzten Bereiche brechen, undicht werden und eine Verätzung der Kupferstruktur auf der Vorderseite verursachen. Diese Stabilisierungsmaßnahme ist insbesondere wichtig, da die dünnen Substratfilme aus SiO₂ und WTi nach ihrer Abscheidung auf dem Substrat unter Druckspannung stehen, die auch durch die Zugspannung des Cu-*seed layers* nicht kompensiert wird. Nach ihrer Freizätzung entspannen sich die Membrane daher durch Aufwölbung, womit ihr Durchbrechen sehr wahrscheinlich wird.

Ebenfalls mit Verwendung der Klemmmaske aus (Abbildung 12(b)) wird die SiO₂-Schicht erneut mit der Lösung aus HF und NH₄F entfernt.

In den folgenden Schritten wird das Waferstück ohne die Dichtungsmaske geätzt; die Schicht aus PVB genügt hier als Passivierung der Kupfer-Oberseite gegen die

5. Experimentelle Methoden

verwendeten Chemikalien. In verdünnter Lösung aus 8% H_2O_2 und 0,5% NH_3 wird bei 60°C die WTi-Barriere entfernt. Das ganzflächige Cu *seed layer* wird in 1% H_2O_2 mit 1% H_3PO_4 geätzt. Lediglich im zuletzt genannten Schritt kommt die Probe in Kontakt mit einer Ätzflüssigkeit und dies zudem nur von Ihrer Unterseite. Die Probenoberseite bleibt ohne Ätzangriff, was sich als essentiell für die Charakterisierung mittels EBSD herausgestellt hat.

Durch Lösen des Polymers PVB bei 50°C in Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$) und anschließender wiederholter vorsichtiger Spülung in Ethanol bei Raumtemperatur sind die Kupferproben vollständig freigelegt (siehe Abbildung 11(d) und Abbildung 13). Durch Brechen wird das Scheibenstück weiter vereinzelt, so dass Chips mit einer Reihe von freistehenden Proben an einer Kante entstehen.

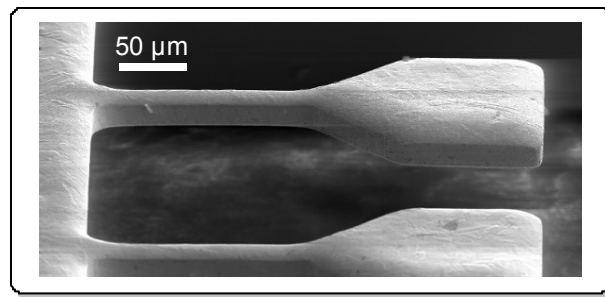


Abbildung 13: Die fertig prozessierten freistehenden Kupferproben in einseitiger Fixierung zum verbliebenen Substrat und einem freien Ende, das zu einem großflächigen Kopfausgeformt ist.

5.2.6. Bestimmung des Probenquerschnitts

Die Fläche des Probenquerschnitts ist für die Umrechnung der Kraft- in Spannungswerte nach Gleichung (1) notwendig. Da dieser Wert auch für die auf derselben Scheibe gefertigten Proben signifikante Streuungen aufweist, ist eine zerstörungsfreie Bestimmungsmethode vor dem Zugversuch nötig. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Geometrie der Querschnittsfläche mit dem zur Abscheidung verwendeten Elektrolyt variiert.

Abbildung 14 zeigt zunächst als Beispiel die Querschnittsfläche einer Probe, die mit dem Elektrolyt A hergestellt wurde. Ein Vergleich der realen Fläche dieses Querschnitts⁵ mit einem den Probenquerschnitt einschließenden Rechteck ergibt hier eine Abweichung von 9%. Zur Bestimmung der Querschnittsfläche dieser Zugproben wird daher jeweils die Fläche dieses Rechtecks mit den Seitenkanten w und d bestimmt

⁵ Die Flächenanalyse wurde durch digitale Bildauswertung vorgenommen.

5. Experimentelle Methoden

(Festlegung wie in Abbildung 14) und mit einem Geometriefaktor k multipliziert, der die Formabweichung berücksichtigt:

$$S_A = k \cdot w \cdot d \quad (23)$$

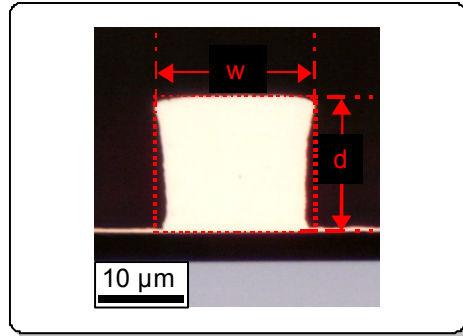


Abbildung 14: Der Querschliff einer Zugprobe des Typs A mit nomineller Dicke von $20 \mu\text{m}$. Die Querschnittsfläche dieser Proben zeigt eine systematische Abweichung von der idealen rechteckigen Form aufgrund der Wölbung der Oberseite und Seitenflächen. Die Querschnittsfläche wird daher durch ein Rechteck beschrieben, dessen Fläche um einen Formfaktor k korrigiert wird.

Für k wird der Mittelwert aus der Auswertung von 3 Proben auf 2 unterschiedlichen Chips verwendet (also insgesamt 6 Proben).

Eine Zusammenfassung der verwendeten Werte für den Geometriefaktor k findet sich in Tabelle 1. Zur Bestimmung der Größe dieses Rechtecks vor einem Zugversuch, werden d bzw. w mit der maximalen Probenbreite bzw. der maximalen Probenhöhe aus REM-Aufnahmen in Seitenansicht bzw. in Aufsicht ermittelt.

Tabelle 1: Die Werte für den Formfaktor k für die unterschiedlichen Probendicken, ermittelt aus dem Durchschnitt der Auswertungen an je 3 Proben auf 2 unterschiedlichen Chips.

Nominelle Probendicke	k
$5 \mu\text{m}$	0,95
$10 \mu\text{m}$	0,93
$20 \mu\text{m}$	0,91

Zur Abschätzung der Genauigkeit dieser Methode der Flächenbestimmung können die maximalen prozentualen Fehler der einzelnen Parameter aus der Produktgleichung (23) addiert werden. Für die Distanzmessung aus REM-Aufnahmen nehmen wir einen maximalen prozentualen Fehler von 5% an. Bei der Bestimmung der Probendicke wird

5. Experimentelle Methoden

eine zusätzliche Ungenauigkeit aufgrund der durch Ätzangriff aufgerauten Probenunterseite (siehe Abschnitt 5.2.5) berücksichtigt. Dieser Messfehler ist demnach abhängig von der gemessenen Probendicke. Die resultierenden Fehler sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Die Messfehler bei der Bestimmung der Querschnittsfläche von Proben des Typs A.

Parameter	maximaler prozentualer Fehler
$\Delta w/w$	$0,05$
$\Delta d/d$	$0,05 + 150 \text{ nm} / d$
$\Delta k / k$	$0,03^{(6)}$
$\Delta S_A/S_A$	$0,13 + 150 \text{ nm} / d$

Bei Proben, die mit Elektrolyt B abgeschieden wurden, ist die Querschnittsfläche der 10 μm und 20 μm dicken Proben an der Probenoberseite deutlich stärker abgerundet (siehe Abbildung 15(a)). Aus Querschnittsaufnahmen dieser Probenvariationen wurde ersichtlich, dass sich die Rundung an der Probenoberseite gut durch einen Kreisbogen mit Radius r annähern lässt. Zur Bestimmung der Fläche des Querschnitts bestimmen wir daher eine Ersatzkonstruktion, die aus einem Rechteck und einem aufgesetzten Kreisabschnitt besteht (siehe Abbildung 15(b)). Die Fläche des Rechtecks wird wieder mit einem Geometriefaktor k korrigiert, der die Abrundung an den Seitenflächen der Proben berücksichtigt. Die Fläche des Kreisabschnittes wird ebenfalls analytisch bestimmt und mit einem Korrekturfaktor k_o angepasst. Die Werte für k und k_o wurden aus Querschliffen an je 3 Proben von 2 Chips ausgewertet. Die ermittelten Werte sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Mit den in Abbildung 15(a) definierten Parametern d_1 , d_2 und w berechnet sich die Querschnittsfläche S_B folgendermaßen:

$$S_B = k \cdot d_1 \cdot w + k_o \left(r^2 \cdot \sin^{-1} \left(\frac{w}{2r} \right) - \frac{1}{2} (r - d_2) \cdot w \right) \quad (24)$$

mit der Definition $r = \frac{d_2}{2} + \frac{w^2}{8d_2}$.

⁶ Dieser Wert wurde aus der maximalen Abweichung bei der Auswertung von je 3 Proben an 2 Chips ermittelt.

5. Experimentelle Methoden

Die Parameter d_1 und d_2 werden erneut aus REM-Aufnahmen in Seitenansicht der Probe bestimmt (siehe Abbildung 15c), der Parameter w in Aufsicht. Zur Aufnahme der Seitenansicht wird der Chip mit der Probenreihe im REM senkrecht aufgekippt, so dass die Proben zunächst in Strahlrichtung stehen. Nach einer Rotation in der Chipebene um ca. 40° sind die Proben von der Seite zu sehen, mit nur geringfügiger Verdeckung durch ihren eigenen Kopf bzw. durch die benachbarte Probe.

Bei Proben des Typs B mit der Dicke $5\ \mu\text{m}$, wird die Querschnittsfläche ebenfalls nur mit einem Rechteck angenähert, was mit dem Faktor $k_0 = 0$ berücksichtigt wird.

Tabelle 3: Werte für die Formfaktoren k und k_0 zur Bestimmung der Querschnittsfläche von Proben des Typs B nach Gleichung (24). Im Fall der Probendicke von $5\ \mu\text{m}$ wird die Fläche in Analogie zu den Proben des Typs A nur aus einer rechteckigen Ersatzkonstruktion ohne Kreisfläche berechnet, was mit dem Formfaktor $k_0=0$ berücksichtigt wird.

Nominelle Probendicke	k	k_0
$5\ \mu\text{m}$	0,93	0
$10\ \mu\text{m}$	0,97	1,06
$20\ \mu\text{m}$	0,94	1,06

Eine exakte Analyse der Fehlerfortpflanzung in Gleichung (24) umgehen wir wie folgt:

- Der maximale prozentuale Fehler in der Ermittlung des Rechtecks samt Formkorrektur wird in Analogie zu oben aus der Summe der prozentualen Fehler von Breite w , Höhe d_1 und Formfaktor k berechnet und beträgt $0,13 + 150\ \text{nm} / d$.
- Wir nehmen vereinfacht an, dass die Fläche des Kreissegments linear mit d_2 und w skaliert. Der maximale prozentuale Fehler bei der Flächenbestimmung ergibt sich dann ebenfalls aus der Summe der prozentualen Fehler von w , d_2 und k_0 . Für diese Teilfläche beträgt der gesamte Fehler damit 0,13.

Für beide Teilkonstruktionen ergeben sich also ähnliche prozentuale Fehler. Den maximalen Fehler in der Bestimmung der Gesamtfläche können wir mit dem oberen Wert $0,13 + 150\ \text{nm} / d$ abschätzen.

Bei Proben des Typs B der Dicke $5\ \mu\text{m}$ wird wie im Fall der Proben des Typs A nur eine rechteckige Konstruktion zur Bestimmung des Probenquerschnitts angewendet.

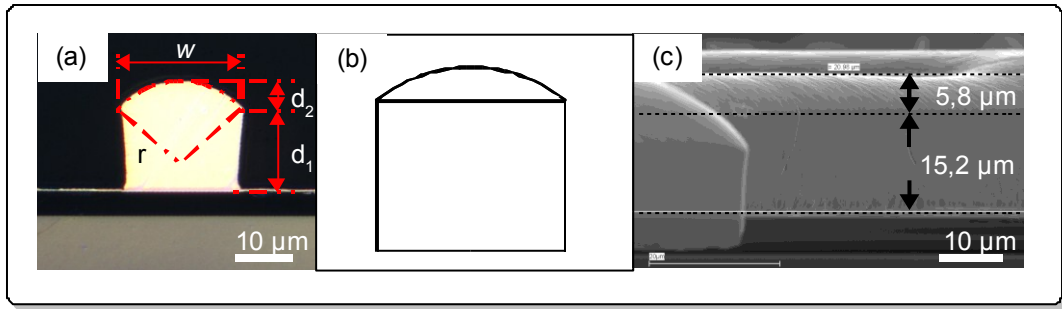


Abbildung 15: (a) Querschliff einer Zugprobe des Typs A in dem die Abrundung der oberen Probenfläche sichtbar wird. (b) Die Flächenkonstruktion zur Berechnung der Querschnittsfläche bestehend aus einem Rechteck und einem Kreissegment an der Oberseite. (c) Aus der Seitenansicht der Probe lassen sich die Parameter d_1 und d_2 ablesen.

5.3. Herstellung des Greifers

Der Greifer zur Fixierung des freistehenden Probenkopfes wird aus einer $\langle 100 \rangle$ -orientierten Silizium-Scheibe gefertigt. Dies geschieht in einer Tiefenätzung, die die Struktur des Greifers in der Waferebene erzeugt. Aufgrund der Auslegung der dafür verwendeten Prozessanlage müssen dafür 6 Zoll große Scheiben verwendet werden.

Zunächst wird die Siliziumoberfläche durch Oxidation im Ofenprozess mit einer Schicht aus 850 nm dickem thermischen SiO_2 versehen, die mittels Fotolithographieverfahren und folgender Plasmaätzung strukturiert wird. Für diesen Prozess wird dieselbe Fotomaske verwendet, die auch zur Probenherstellung dient, da darauf beide Strukturen enthalten sind. Da diese Maske für 8 Zoll Scheibengröße ausgelegt ist, wird nur ein Ausschnitt auf die 6 Zoll Scheiben übertragen.

Die so erzeugte Struktur der SiO_2 -Schicht wird im folgenden Prozess der Reaktiven Ionen Ätzung (DRIE für *Deep Reactive Ion Etching*) $80 \mu\text{m}$ senkrecht in die Tiefe geätzt. Die Qualität der Flanken der entstehenden Ätzgräben ist in Abbildung 16 dokumentiert und ist vergleichbar mit den Ergebnissen die durch Strukturierung mittels fokussiertem Ionenstrahl erreicht werden, wie beispielsweise in der Arbeit von Kiener et al. [18].

5. Experimentelle Methoden

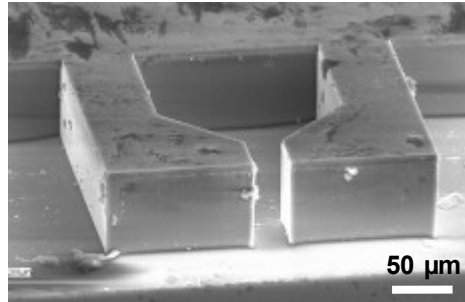


Abbildung 16: Der Greifer aus Silizium, hergestellt durch reaktive Ionenätzung, mit der die Struktur einer SiO_2 -Hartmaske senkrecht in die Tiefe geätzt wird.

Durch eine Temperaturbehandlung an Luft bei 950°C über 4 Stunden wird eine Oxidschicht an der Oberfläche erzeugt, die verhindern soll, dass sich die Cu-Proben bei den Hochtemperatur-Zugversuchen durch Diffusion mit dem Silizium des Greifers verbinden. Dies würde beim Lösen der Probe zu verbleibenden Kupfer-Resten am Greifer führen, so dass die Folgeexperimente gestört wären (siehe Abschnitt 6.2.4).

Durch Brechen der nun fertig prozessierten Scheibe werden Chips mit drei Greifern an einer Kante erzeugt. Mit Schleifpapier der Körnung bis zu $4000 \text{ Körner}/\text{mm}^2$ wird diese Kante so lange geschliffen, bis der vor der Greiferstruktur verbleibende Siliziumrand auf etwa $20 \mu\text{m}$ reduziert ist. Damit wird unterbunden, dass der Greifer bei einem Zugversuch mit dem Chip zusammenstößt, an dem die Proben befestigt sind.

5.4. Versuchsaufbau

5.4.1. Das Faser-Zugmodul

Wie oben beschrieben, stehen die Komponenten des Mikrozugversuchs – die miniaturisierten Proben sowie der zugehörige Greifer – jeweils in Verbindung mit einem Chip. Sie können daher durch konventionelles Klemmen in die makroskopische Apparatur eingebaut werden, die die Kontrolle des Zugversuchs übernimmt. Hierzu kommt das Faser-Zug-Modul der Firma Kammrath und Weiss aus Abbildung 17 zum Einsatz (für eine detaillierte Beschreibung siehe [59]).

Die lineare Bewegung zur Dehnung der Probe wird bei diesem Gerät von einem Hauptschlitten übernommen (siehe (b) in Abbildung 17), der durch eine motorgetriebene Spindel bewegt wird. Die Dehnrates $\dot{\epsilon}$ beträgt bei den in dieser Arbeit vorgestellten Zugversuchen stets $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Alle Zugversuche wurden weggesteuert

5. Experimentelle Methoden

durchgeführt. Dieser Antrieb bietet im Vergleich zu piezoelektrischen Komponenten den Vorteil eines langen Verstellwegs, der auch die Dehnung von langen Proben ermöglicht. Bei den hier vorgestellten temperaturabhängigen Messungen ist der lange Stellweg zudem von Vorteil, da so die Wärmeausdehnung der Probenhalterungen während des Aufheizvorgangs, die deutlich über 100 μm erreichen kann, kompensiert werden kann. Dies erlaubt beispielsweise die Durchführung einer Referenzmessung bei Raumtemperatur und die direkt anschließende Hochtemperaturmessung an Proben desselben Chips ohne Öffnen der Vakuumkammer. Die Geschwindigkeit der Bewegung wird mit einem induktiven Tacho geregelt, der in die Motorik integriert ist. Zur Messung der Schlittenposition dient ein Linearencoder (siehe (d) in Abbildung 17). Die Genauigkeit der Positionsmessung beträgt ± 75 nm. Dazu findet sich eine detaillierte Erläuterung in Anhang A.

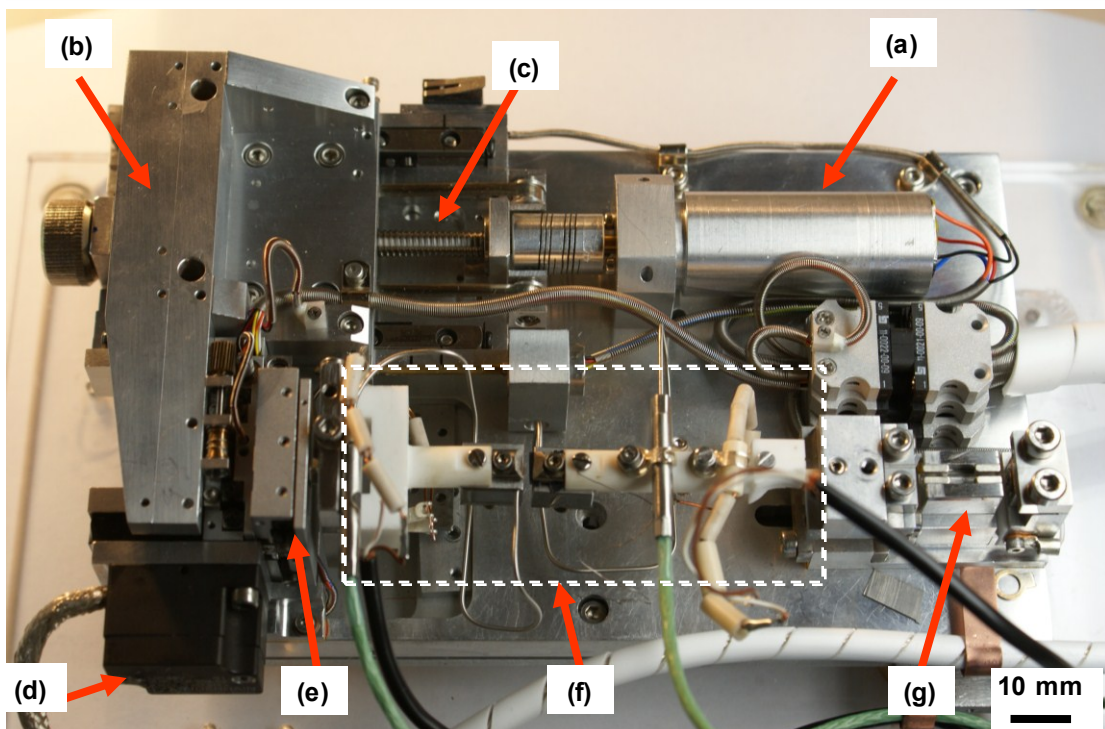


Abbildung 17: Das Mikrozugmodul mit der Aufrüstung für temperaturabhängige Zugversuche (siehe Abschnitt 5.4.2): (a) Motor zum Antrieb des Haupttisches (b) über eine Spindel (c). Die Messung der Bewegung des Haupttisches übernimmt ein Linearencoder (d). Eine 2D-Positioniereinheit (e) ermöglicht die Bewegung senkrecht zur Bewegungsrichtung des Haupttisches. Die Komponenten zur Einspannung von Probe und Greifer sowie deren Heizung (f) werden in Abbildung 19 im Detail vorgestellt. Die Probe wird damit zwischen dem Haupttisch und der Kraftmesszelle (g) eingespannt, so dass die aufgebrachte Last über den Motor gesteuert und simultan gemessen werden kann.

5. Experimentelle Methoden

An dem Hauptschlitten ist eine zusätzliche Positioniereinheit montiert, welche die Bewegung in die beiden Richtungen senkrecht zur Zugachse ermöglicht (siehe (e) in Abbildung 17). Dieses Gerät arbeitet mit Miniaturmotoren sowie piezoelektrischen Komponenten zur Feinjstuge. An dieser Einheit wird der Chip mit den Proben fixiert, der damit in allen drei Raumrichtungen beweglich ist.

In gegenüberliegender Position befindet sich die Kraftmesseinheit (siehe (g) in Abbildung 17), an der der Greifer fixiert wird, so dass die während des Zugversuchs aufgebrachte Kraft detektiert werden kann. Die hier verwendete Kraftmesszelle arbeitet mit einem gespannten Wolframdraht, der zur Schwingung bei seiner Eigenfrequenz angeregt wird. Der Draht ist dabei zwischen einem festen und einem beweglichen Block fixiert. Die Auslenkung des letzteren Blocks bewirkt eine von Blattfedern verursachte Rückstellkraft. Der Wolframdraht wird so fixiert, dass der bewegliche Block den Draht bereits vorspannt und daher bereits ohne externe Kraft eine Schwingung zustande kommen kann. Eine zusätzliche Kraft, die auf den gefedert gelagerten Block wirkt, ändert nun die Spannung des Wolframdrahts und somit seine Schwingungsfrequenz. Die Frequenzänderung wird von der Messelektronik detektiert und dient zur Bestimmung der Kraft. Die Amplitude des Rauschens der Kraftmessung liegt im Bereich von 10 μN , die Genauigkeit der Kraft-Kalibrierung beträgt 3%.

Durch die Übertragung der bei einem Zugversuch aufgewendeten Kraft auf diese Messeinheit, entsteht aufgrund der hohen Nachgiebigkeit des schwingenden Wolframdrahtes eine Dehnung, die im Vergleich zur Dehnung der Probe nicht zu vernachlässigen ist. Die Wegmessung muss daher mit dem Wert der Maschinensteifigkeit korrigiert werden, wie im Abschnitt 5.4.3 besprochen wird.

Mit diesen Komponenten kann nun die Probe zunächst mit Ihrem Kopf oberhalb der Vertiefung des Greifer positioniert und daraufhin in diese abgesenkt werden. Danach wird die Probe so bewegt, dass die Flanken des Kopfes mit dem Greifer in Kontakt treten. Durch eine lineare Bewegung in Zugrichtung wird dann die Probe gedehnt, die aufgewendete Kraft wird synchron aufgezeichnet.

Die Apparatur bietet keinen Freiheitsgrad zur Rotation der Proben und des Greifers. Deren Orientierung entlang der Zugachse muss daher vor der Einschleusung des Geräts bei der Installation der Chips vorgenommen werden. Die Orientierung wird dabei unter einem Lichtmikroskop überprüft und kann auf 1° Genauigkeit gewährleistet werden.

5.4.2. Heizung für *in situ* Zugversuche im Rasterelektronenmikroskop

Die in Abschnitt 5.4.1 beschriebene Zugversuchsapparatur wurde für die temperaturabhängigen Messungen mit eigens dafür entworfenen Komponenten aufgerüstet. Dazu wurden zwei beheizbare metallische Klemmen entwickelt, in denen die Chips für die Proben bzw. den Greifer eingeschraubt werden. Zur Heizung werden zwei Miniaturheizelemente des Typs „Glühstift“ der Firma Rauschert verwendet (siehe Abbildung 18(a)). Diese Elemente bestehen jeweils aus einer Widerstandsheizung mit Keramikeinbettung. An einer Seite der Heizstifte befindet sich die aktive Heizfläche der Größe von $3 \times 3 \text{ mm}^2$, am anderen Ende liegen die Kontaktflächen zur elektrischen Kontaktierung. Die maximal zulässige Heizleistung beträgt 17,5 W, die maximale Temperatur 1100°C . Beide Heizelemente werden in die passende Fräsung in einen Metallblock eingelegt (Abbildung 18(b)) und mit einem Deckplättchen verschraubt. Diese Komponenten sind aus der Stahl-Legierung Invar gefertigt, die eine geringe Wäremeausdehnung aufweist (Abbildung 18(c)). Zur Verbesserung des Wärmeübergangs wird zwischen Metall und dem Heizelement Graphitfolie geklemmt.

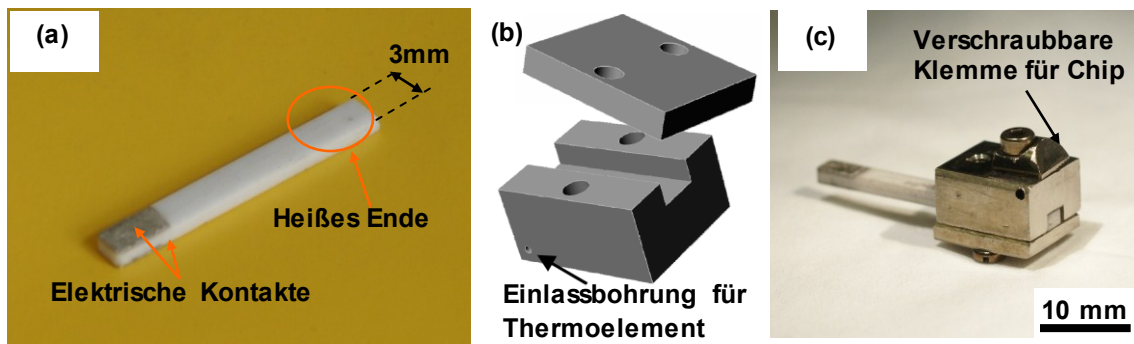


Abbildung 18: Der Aufbau der beheizbaren Klemmen. (a) Die Widerstandsheizung in ihrer stabförmigen Keramikeinbettung. Die beheizbare Fläche am heißen Ende misst ca $3 \times 3 \text{ mm}^2$, das andere Ende ist mit den beiden elektrischen Kontakten versehen. (b) Skizze des Block mit Einlassbohrung für das Thermoelement und das zugehörige Abdeckplättchen zur Aufnahme des Heizelements. Diese Komponenten sind jeweils aus Invar gefertigt. Die Auflagefläche für den zu heizenden Chip befindet sich in dieser Ansicht unten. (c) Die vollständige Installation der beheizbaren Chipklemme. Ein Chip kann mit dem halbzylindrischen Klemmblock auf die Oberseite der Heizung geklemmt werden.

Auf der Oberseite dieses beheizbaren Blocks wird der jeweilige Chip aufgelegt und mit einer Klemmbacke verschraubt. Die Temperatur beider Klemmen wird jeweils über ein

5. Experimentelle Methoden

Thermoelement gemessen, das in ein Loch in der Nähe der jeweiligen Chip-Position in den Metallblock eingesetzt wird. Es kommen Spezialthermoelemente (Typ K) mit einer elektrisch isolierten Metallschirmung zum Einsatz, deren Thermoleitungen nicht in Kontakt mit der Metallklemme kommen.

Die beheizbaren Klemmen werden mit keramischen Komponenten im Mikrozugmodul installiert (siehe Abbildung 19), um den Wärmefluss zu den sensiblen Messkomponenten zu minimieren. Dabei wird die Klemme für den Proben-Chip mit der Positioniereinheit, der Greifer-Chip mit der Kraftmesszelle verbunden. Die Kontaktflächen des Heizelements werden mit einer hochtemperaturtauglichen Klemme elektrisch kontaktiert.

Mit dieser Ausrüstung können die beiden Chips für Proben und Greifer über unabhängige Stromkreise auf die Temperatur von 400°C mit einer Abweichung von $\pm 20^\circ\text{C}$ gebracht werden. Wegen der hohen Leitfähigkeit der Kupferproben und ihrer geringen Probengröße, wird angenommen, dass Temperaturinhomogenitäten aufgrund von Wärmeabstrahlung innerhalb dieses Toleranzbereichs liegen.

Die zusätzlich angebrachten Verkabelungen zur Heizung und Temperaturmessung koppeln direkt an die empfindliche Kraftmesseinheit. Sie wurden daher in einer Schleife zum Boden des Mikrozugmoduls verlegt und dort zum Zweck der Zugentlastung angeschraubt. Leichte Verschiebungen der Kabelanordnung beim Ein- und Ausbau der Apparatur und auch beim Verfahren des Grundtisches im Elektronenmikroskop lassen sich jedoch nicht vermeiden. Um den Einfluss auf die Kraftmessung zu beurteilen, betrachten wir das Kabelsystem als eine mechanische Feder, die zur Kraftmesszelle parallel geschaltet ist. Durch die leichten Bewegungen bei Justagearbeiten verschiebt sich der Punkt an dem diese Feder entspannt wäre. Dahingegen kann angenommen werden, dass sich ihre Elastizitätskonstante nicht ändert. Damit ergibt sich allein eine Verschiebung des Gleichgewichtspunkts des Systems aus Verkabelung und Kraftmesszelle, der Zusammenhang von Auslenkung und Kraft (berücksichtigt in der Geräte-Kalibrierung) hingegen bleibt unverändert.

5. Experimentelle Methoden

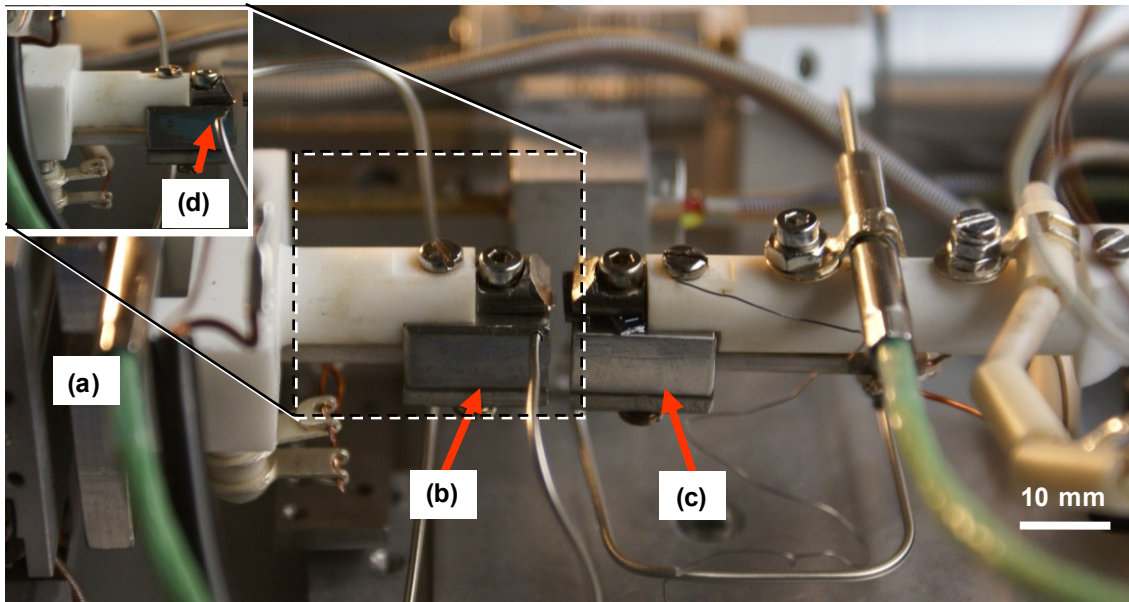


Abbildung 19: Detail der selbstgebauten Aufrüstung des Mikrozugmoduls (siehe Abbildung 17) für die temperaturabhängigen Mikrozugversuche: Die beheizbaren Chipklemmen aus Abbildung 18 werden mit keramischen Komponenten im Mikrozugmodul installiert. Die Klemme für den Probenchip (b) wird dabei mit der 2D-Positioniereinheit verbunden ((a) sowie (e) in Abbildung 17), der Chip mit dem Greifer (c) wird mit der Kraftmesszelle verbunden (in Abbildung 17 (g)). Die Temperatur beider Chipklemmen wird mit einem Thermoelement in einer Einlassbohrung in der Nähe der Chip-Position gemessen.

Eine entscheidende Schwierigkeit bei Hochtemperaturmessungen ist die erzeugte thermische Ausdehnung in der Messapparatur, die Drift-Effekte verursacht. Dies verlangt nach ausreichender Wartezeit zur thermischen Stabilisierung des Systems. Einige Effekte beispielsweise durch verbleibende Temperaturschwankungen oder langfristige Stabilisierungsvorgänge können jedoch nicht eliminiert werden. In der Folge sind in den temperaturabhängigen Mikrozugversuchen daher folgende Effekte zu bedenken:

- 1) Drift des Nullpunkts der Kraft- und Wegmessung
- 2) Änderung der Kalibrierung der Messgeräte
- 3) Ausdehnung der Proben-Einspannungen

Aufgrund der Ausdehnung der Proben-Einspannungen ist insbesondere zu beachten, dass sich Probe und Greifer während des Aufheizvorgangs vor dem Zugversuch in ausreichendem Abstand zueinander befinden; die Ausdehnung beträgt hierbei leicht über 100 μm ; ein Zusammenstoß mit dem Greifer würde die Probe dabei zerstören.

5.4.3. Maschinensteifigkeit

Die Maschinensteifigkeit der Apparatur wurde durch Zugversuche an einer makroskopischen Probe aus Wolfram bestimmt, die in die Chip-Klemmen eingespannt wurde. Aufgrund der hohen Steifigkeit dieser Probe wird angenommen, dass eine Zugkraft allein die Dehnung der Einspannvorrichtung mit der in Serie geschalteten Kraftmesszelle bewirkt. Der Wert der Maschinensteifigkeit ergibt sich dann aus der Steigung einer Regressionsgerade für die bei mehrmaligem Be- und Entlasten gemessenen Kraft-Weg-Daten:

$$k = \frac{\Delta F}{\Delta x} \quad (25)$$

Dabei bezeichnen ΔF und Δx die Kraft- bzw. Wegabschnitte eines Steigungsdreiecks der Regressionsgerade. In der Serienschaltung der Probe und ihrer Einspannung, kann die Probendehnung dL damit wie folgt aus der gemessenen Gesamtdehnung dL_{ges} und der aufgewendeten Kraft F errechnet werden:

$$dL = dL_{ges} - \frac{F}{k} \quad (26)$$

Diese Methode bleibt in der Genauigkeit jedoch hinter einer direkten Messmethode der realen Probendehnung zurück, die beispielsweise durch optische Verfahren möglich ist. Insbesondere reicht diese Bestimmung der Maschinensteifigkeit nicht, um elastische Dehnungen der Probe so exakt zu ermitteln, dass ihr E-Modul aus dem Zugversuch bestimmt werden kann.

Die hier beschriebene Messung der Maschinensteifigkeit wurde einmalig mit der Verkabelung für die Heizkomponenten durchgeführt. Mit der oben angeführten Annahme, dass eine leichte Verschiebung der Verkabelung die Kalibrierung der Kraftmesszelle unverändert lassen, kann auch die Maschinensteifigkeit als davon unabhängig betrachtet werden.

5.4.4. Genauigkeit der Spannungs- und Dehnungsmessung

Im folgenden wollen wir zusammenfassen, mit welcher Genauigkeit die Spannungs- und Dehnungswerte während eines Zugversuchs bestimmt werden können.

5. Experimentelle Methoden

Der maximale prozentuale Fehler in der Messung der Spannungen, ergibt sich aufgrund der Quotientengleichung (1) aus der Summe der maximalen prozentualen Fehler der Kraft und der Querschnittsfläche. Der maximale Fehler aufgrund der Kraftkalibrierung beträgt 3%, für die prozentualen Fehler in der Querschnittsbestimmung gelten die Werte aus Abschnitt 5.2.6. Die Werte für die 3 unterschiedlichen Probendicken sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

Tabelle 4: Die prozentualen Fehler in der Spannungsmessung.

	Prozentualer Fehler der Spannungsmessung
Dicke 5 μm	19%
Dicke 10 μm	18%
Dicke 20 μm	17%

Die Abschätzung des Fehlers in der Dehnungsmessung verlangt dagegen eine differenziertere Betrachtung.⁷ Dieser Messfehler entsteht zum einen dadurch, dass als Probenlänge l_0 die Länge des parallelen Streifens der Zugprobe interpretiert wird. Im Bereich der Rundungen an den Enden dieses Streifens erfolgt jedoch ebenfalls plastische Verformung. Für eine grobe Abschätzung betrachten wir an dieser Stelle die Darstellung in Abbildung 20. Für das Verhältnis von Zugfestigkeit zu Fließgrenze verwenden wir den Maximalwert für Proben des Typs A von 1,7 der sich bei den Messungen in Abschnitt 6.2 ergeben hat. Damit kann in einem Zugversuch überall dort die Fließgrenze überschritten werden, wo die Probe durch die Rundungen noch nicht weiter als den 1,7-fachen Wert der Probenbreite w aufgeweitet ist (siehe dazu Abbildung 20). Die für diesen Fall ermittelten Dehnungswerte überschätzen die reale Probendehnung um maximal 23%⁸. Diese Fehlerabschätzung gilt für die Dehnungsmessung, falls keine Kräfte anliegen (also bei der Bestimmung der Bruchdehnung nach Beendigung des Zugversuchs).

⁷ In diesem Absatz werden zur Vermeidung von Verwechslungen Dehnungswerte nicht in Prozent, sondern als Dezimalzahl angegeben. Prozentzahlen gelten ausschließlich für prozentuale Fehlerangaben.

⁸ An der Kopfseite der Probe wurde dabei angenommen, dass plastische Verformung bis zu dem Bereich eintreten kann, an dem der Greifer ansetzt.

5. Experimentelle Methoden

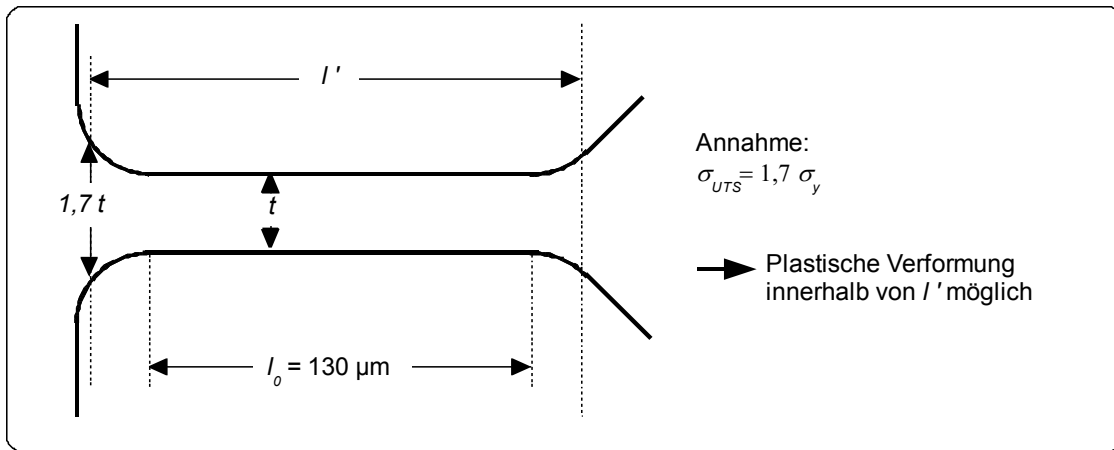


Abbildung 20: Detailausschnitt der Zugprobe. Bei der Belastung entstehen auch Verformungen im Bereich der Probenrundungen. Falls ein Verhältnis von Zugfestigkeit zu Fließgrenze von 1,7 angenommen wird, kann während eines Zugversuchs plastisches Fließen überall dort auftreten, wo die Probe aufweniger als den 1,7-fachen Wert der Probenbreite t aufgeweitet ist, bzw. bis zu der Position an der der Greifer ansetzt (in dieser Abbildung an der rechten Seite). Der in diesem Fall durch plastische Verformung außerhalb des parallelen Probenstreifens verursachte Fehler der Dehnungsmessung beträgt dann maximal 23%.

Falls die Probe jedoch unter mechanischer Belastung steht, ergeben sich zusätzliche Abweichungen, da die Dehnung nicht direkt an der Probe gemessen, sondern über die Bewegung der Einspannungen mittels der Maschinensteifigkeit berechnet wird. Die Maschinensteifigkeit wurde durch Zugversuche an steifen Proben gemessen, die in die Chipklemmen (siehe Abbildung 18 in Abschnitt 5.4.2) fixiert wird. Einerseits ist diese Maschinensteifigkeitsmessung mit Fehlern behaftet, die schwer zu quantifizieren sind, zudem gibt diese Maschinensteifigkeit nicht genau die Steifigkeit des Systems aus Probe und Greifer wieder; beispielsweise ist die Probe nicht direkt an einem steifen Substrat befestigt. Sie steht in Verbindung mit einer großflächigen Kupferschicht, die zwar auf dem Chip haftet, jedoch am Chiprand noch oft um einige Mikrometer freisteht. Diese freistehende Kupferfläche erfährt dann bei der Belastung der Probe ebenfalls eine Verformung, die mit der an einer steifen Probe gemessenen Maschinensteifigkeit nicht berücksichtigt wurde.

Um den dabei auftretenden maximalen Fehler abzuschätzen betrachten wir eine für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen typische Spannungs-Dehnungskurve in Abbildung 21(a).

5. Experimentelle Methoden

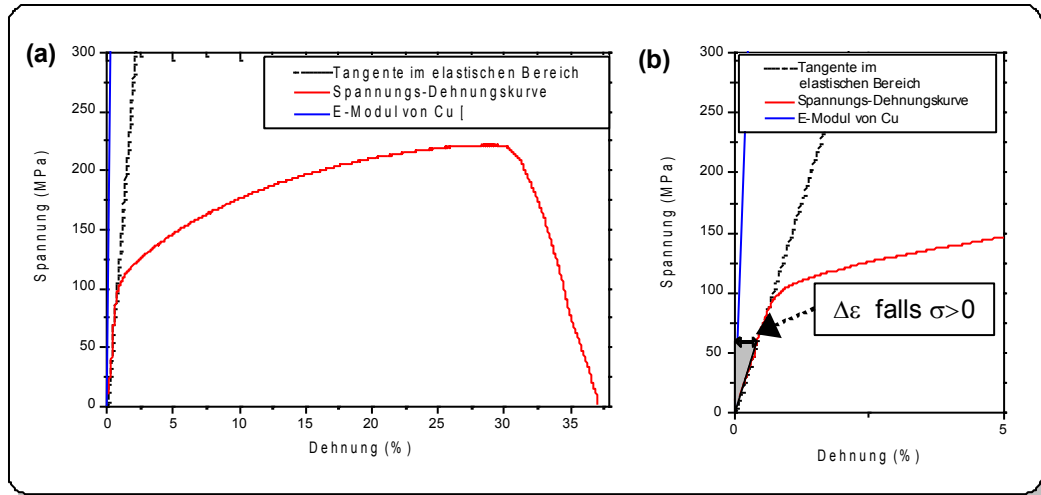


Abbildung 21: Analyse des Fehlers der Dehnungsmessung. Falls keine Kraft auf die Probe wirkt, so ist die Messgenauigkeit in erster Linie durch die zusätzliche Dehnung im Bereich der Probenrundung bestimmt (hier wurde der Fehler auf 23% geschätzt). Bei Belastung der Probe wird die Dehnung mit der Maschinensteifigkeit aus den Daten der Querhauptverschiebung berechnet. Die Ungenauigkeit dieser Methode ergibt eine zusätzliche Abweichung der Dehnungsmessung, die mit der aufgetragenen Spannung steigt. Der prozentuale Fehler ist bei geringeren Dehnungen, beispielsweise im elastischen Bereich hoch, fällt aber bei hohen Dehnungen weniger stark ins Gewicht (in der Beispielkurve liegt der Fehler bei einer Dehnung von 0,1 bei 8%)

Falls eine Kraft auf die Probe aufgebracht wird, lässt sich die Dehnung der Probe aus der Bewegung der Einspannungen nur mit geringerer Genauigkeit bestimmen. Dazu betrachten wir den Detailausschnitt in Abbildung 21(b). Die Steigung der Kurve im elastischen Bereich weicht dabei deutlich von dem E-Modul von Kupfer ab. Als maximalen Fehlerbereich für die Dehnung geben wir hier den Bereich zwischen der Zugkurve und der Spannungsachse an.

Dieser Wert $\Delta\varepsilon$ hängt damit von der aufgewendeten Spannung σ ab und kann wie folgt beschrieben werden:

$$\Delta\varepsilon = \frac{\sigma}{\lambda}$$

Dabei ist λ die Steigung im elastischen Bereich der Kurve. Dieser Fehler erzeugt eine große prozentuale Unsicherheit bei der Dehnungsmessung im elastischen Bereich, bei höheren Dehnungen fällt diese Unsicherheit aber deutlich geringer ins Gewicht. An der Beispielkurve aus Abbildung 21 beträgt bei einer Dehnung von 0,1 die Messabweichung 8%.

5. Experimentelle Methoden

Zusammenfassend ergibt sich also einerseits ein Fehler in der Bestimmung von l_0 andererseits in der Bestimmung der Probenverlängerung Δl . Da die Dehnung über die Quotientengleichung (2) aus den Werten Δl und l_0 ermittelt wird, kann der Gesamtfehler der Dehnungsmessung wieder durch Addition der prozentualen Fehler gewonnen werden. Damit resultiert, dass die Dehnungsmessung mit Fehlern in der Größenordnung um 30% behaftet sein kann. Für eine genauere Analyse ist daher in einer Folgearbeit die Korrelation der Dehnungsmessung mit Bildauswertungsverfahren geplant.

5.4.5. In situ Betrieb des Faserzugmoduls

Die in Abschnitt 5.4.1 beschriebene Apparatur wird für die Messungen in ein REM des Typs SEM LEO 440 eingebaut (siehe Abbildung 22). Die gesamte Apparatur ist auf einer aktiven Dämpfungseinheit gelagert, um äußere mechanische Schwingungen zu entkoppeln.

Die Steuerungs- und Messleitungen der Apparatur samt der nachgerüsteten Heizungskomponenten müssen durch die Vakuum-Kammerwand nach außen geführt werden. Dazu wird der von der Firma K&W gelieferte Vakuum-Flansch zum Betrieb des Mikrozugmoduls und ein eigens angefertigter Flansch für die Stromzufuhr und Temperaturmessung der Heizkomponenten verwendet.

Bei der Verdrahtung ist insbesondere auf die Vermeidung von elektromagnetischen Störfeldern zu achten, die eine fluktuierende Ablenkung des Elektronenstrahls und damit eine Bildstörung zur Folge hätten. Daher müssen die Verdrahtungen bestmöglich geschirmt werden. Des weiteren wird aus diesem Grund die Heizung mit Konstantspannung betrieben, die Störungsfreiheit des Spannungssignals ist dabei von erhöhter Wichtigkeit. Außerdem ist zu beachten, dass die zur Schirmung verlegten Masseleitungen keinen elektrisch geschlossenenen Kreis bilden; induzierte Spannungen könnten die empfindlichen Messungen stören.

5. Experimentelle Methoden

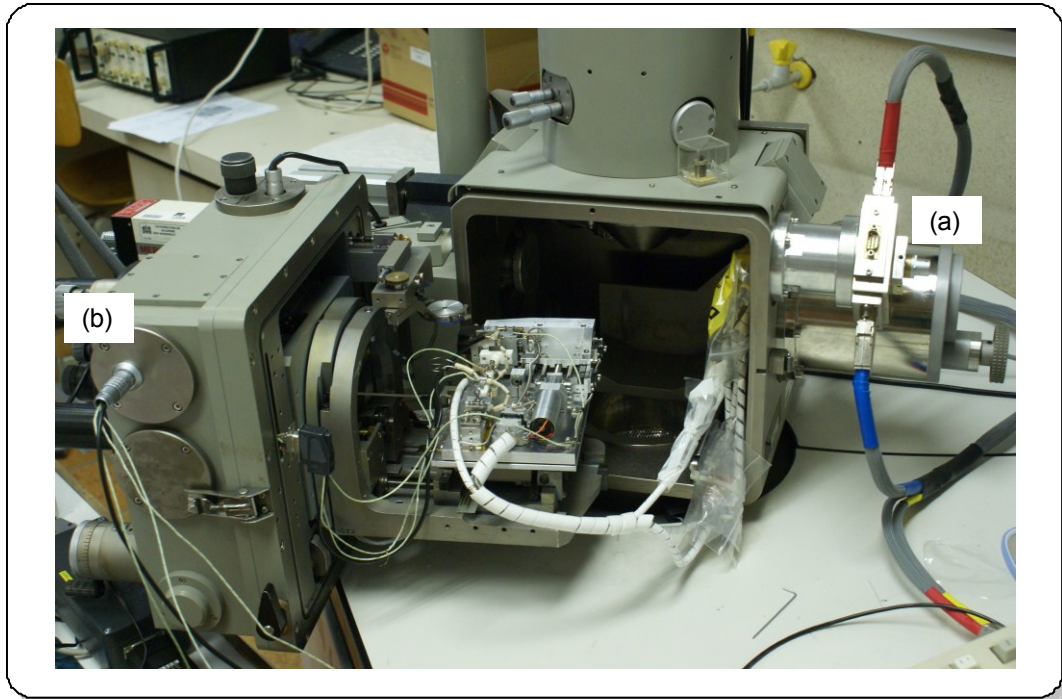


Abbildung 22: Der Einbau des Mikrozugmoduls aus Abbildung 17 in das Elektronenmikroskop. Die Steuerungs- und Messleitungen für die Mikrozugapparatur (a) und die Heizkomponenten (a) laufen durch unterschiedliche Durchführungen. Die sorgfältige Abschirmung der Zuleitungen ist von hoher Bedeutung, da elektromagnetische Felder den Elektronenstrahl bei der Bildaufnahme beeinflussen.

Um Kontakt der Apparatur zu den Detektoren und der Linse des REM zu unterbinden, muss mit großem Arbeitsabstand abgebildet werden (ca. 34 mm). Damit sind Einschränkungen in der Auflösung in Kauf zu nehmen.

Während der Durchführung des Zugversuchs, wird die Probenoberfläche synchron gescannt, um das Verformungsverhalten in Bildsequenzen festzuhalten. Dabei wird alle 10 Sekunden eine neue Aufnahme gestartet. Der Scanvorgang ist so gewählt, dass er in ca 5 Sekunden abgeschlossen ist. Die gleichzeitige Motorbewegung mit $0,1 \mu\text{m/s}$ bewirkt also eine Versetzung der unteren zur oberen Bildkante um 500 nm.

Abschließend kann der Ablauf der Experimente wie folgt zusammengefasst werden:

- Installation und Justage von Probe und Greifer unter dem Lichtmikroskop. Zu diesem Zeitpunkt bleiben Probe und Greifer noch ohne Kontakt von einander getrennt.
- Installation des Mikrozugmoduls im Elektronenmikroskop.

5. Experimentelle Methoden

- Nach Erreichen des Hochvakuums werden die Heizelemente gestartet, Probe und Greifer sollten sich dabei im Abstand von über 100 μm befinden, um einen Zusammenstoß aufgrund von Drifteffekten zu verhindern.
- Nach Erreichen der Versuchstemperatur werden Probe und Greifer verhakt und der Zugversuch durchgeführt. Dabei werden die Temperaturen der Probe als auch des Greifers kontinuierlich gemessen.

5.5. Mikrostrukturanalyse und Korngrößenauswertung

Die Verteilung der lokalen kristallographischen Orientierung auf der Oberfläche der Proben wird mittels der EBSD-Technik untersucht (EBSD für engl. *Electron Backscattered Diffraction*) [97]. Im Gegensatz zur häufig gebräuchlichen Abbildung mittels Sekundärelektronen, die das Material nach statistischen Streuprozessen mit geringen Energien im eV-Bereich verlassen, werden hier die am Kristallgitter gebeugten Rückstreuelektronen detektiert. Deren Energie liegt in der Größenordnung der Einstrahlenergie im keV-Bereich, sie werden auf einem Phosphorschirm detektiert. Daher kann die Quantität der austretenden Elektronen in Abhängigkeit ihres Austrittswinkels gemessen werden. Das dabei detektierte Beugungsmuster lässt dann auf die kristallographische Orientierung im Auftreffbereich des Strahls schließen. Die mit diesem Verfahren erreichbare Auflösung beträgt im Idealfall 25 nm.

Das EBSD-Verfahren erlaubt die Auflösung der Kornverteilung der Proben sowie von Texturen an der Probenoberfläche. Im Gegensatz zur Mikrostrukturanalyse mittels Röntgenbeugung ermittelt dieses Verfahren allein die kristallographische Information unmittelbar an der untersuchten Oberfläche. Informationen zur Tiefenverteilung der kristallographischen Orientierung liegen in dieser Arbeit daher nicht vor.

Das EBSD-Verfahren wurde in dieser Arbeit in einem Raster-Elektronenmikroskop des Typs Leo Gemini durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung betrug 20 kV, der Abstand der Messpunkte wurde zwischen 0,2 μm und 0,5 μm gewählt.

5.6. Sekundärionen Massenspektroskopie (SIMS)

Für eine vergleichende chemische Analyse der Kupferschichten aus den modifizierten Herstellungsprozessen wird in dieser Arbeit auf Messungen mit Sekundärionen-

5. Experimentelle Methoden

massenspektroskopie (SIMS für engl. *Secondary Ion Mass Spectroscopy* [98]) zurückgegriffen, die von Infineon durchgeführt wurde.

Bei dieser Methode wird der untersuchte Bereich der Probe mit Ionen beschossen, so dass sich die oberflächennahen Atome zum Teil als Ionen vom Kristall lösen. Diese werden in einem elektrischen Feld beschleunigt und zu einem massensensitiven Sensor gelenkt. Damit wird das Material schichtweise abgetragen und direkt chemisch analysiert. Das Messergebnis ist damit ein Profilbild der chemischen Zusammensetzung entlang der Tiefe des Materials.

6. Ergebnisse

6.1. Charakterisierung der Mikrozugproben

6.1.1. Geometrie

Bedingt durch das begrenzte Auflösungsvermögen der Belichtungstechnik, ergeben sich bei der Herstellung der Proben folgende systematische Abweichungen von der in der Lithographiemaske definierten Form:

- Die in der Lithographiemaske gezeichneten Ecken werden in den erzeugten Strukturen abgerundet. Als grober Richtwert für den Radius dieser Abrundungen gilt die Dicke der verwendeten Lackschicht (hier 16 μm oder 25 μm). Die in Abbildung 10 gezeichneten scharfen Ecken der Probenkopf-Struktur sind daher abgerundet. Dieser Effekt muss bei der Dimensionierung der Probenköpfe berücksichtigt werden, da damit ihre Kontaktfläche zum Greifer reduziert wird.
- Die Seitenflächen der Proben verlaufen nicht exakt senkrecht zur Substratfläche, sie sind zudem gewölbt.
- Die Breite der Proben ist größer als die Vorgabe auf der Lithographiemaske und nimmt mit dem zuvor genannten Effekt von unten nach oben zu.

Des Weiteren ist die Probengeometrie von Inhomogenitäten der Probendicke beeinflusst, die sich während der elektrochemischen Abscheidung ergeben. Insbesondere bei den mit Elektrolyt B hergestellten Proben wird eine abfallende Schichtdicke an Struktur-Rändern beobachtet. Dies führt zu einer Wölbung der Probenoberseite um die Probenachse.

In Abbildung 23 sind Beispiele der getesteten Proben jeweils mit ihrer spezifischen Querschnittsgeometrie dargestellt. Dabei wird die Rundung der Oberseite der Proben des Typs B deutlich. Die Auswertung des Querschnitts von Proben dieses Typs B mit Dicken von 10 μm und 20 μm wird daher wie in Abschnitt 5.2.6 beschrieben mit einem Rechteck mit aufgewölbter Oberseite genähert.

Zusätzlich zu den oben genannten Effekten ergeben sich herstellungsbedingte statistische Schwankungen der Probenmaße, so dass jede Probe vor dem Zugversuch vermessen wird.

6. Ergebnisse

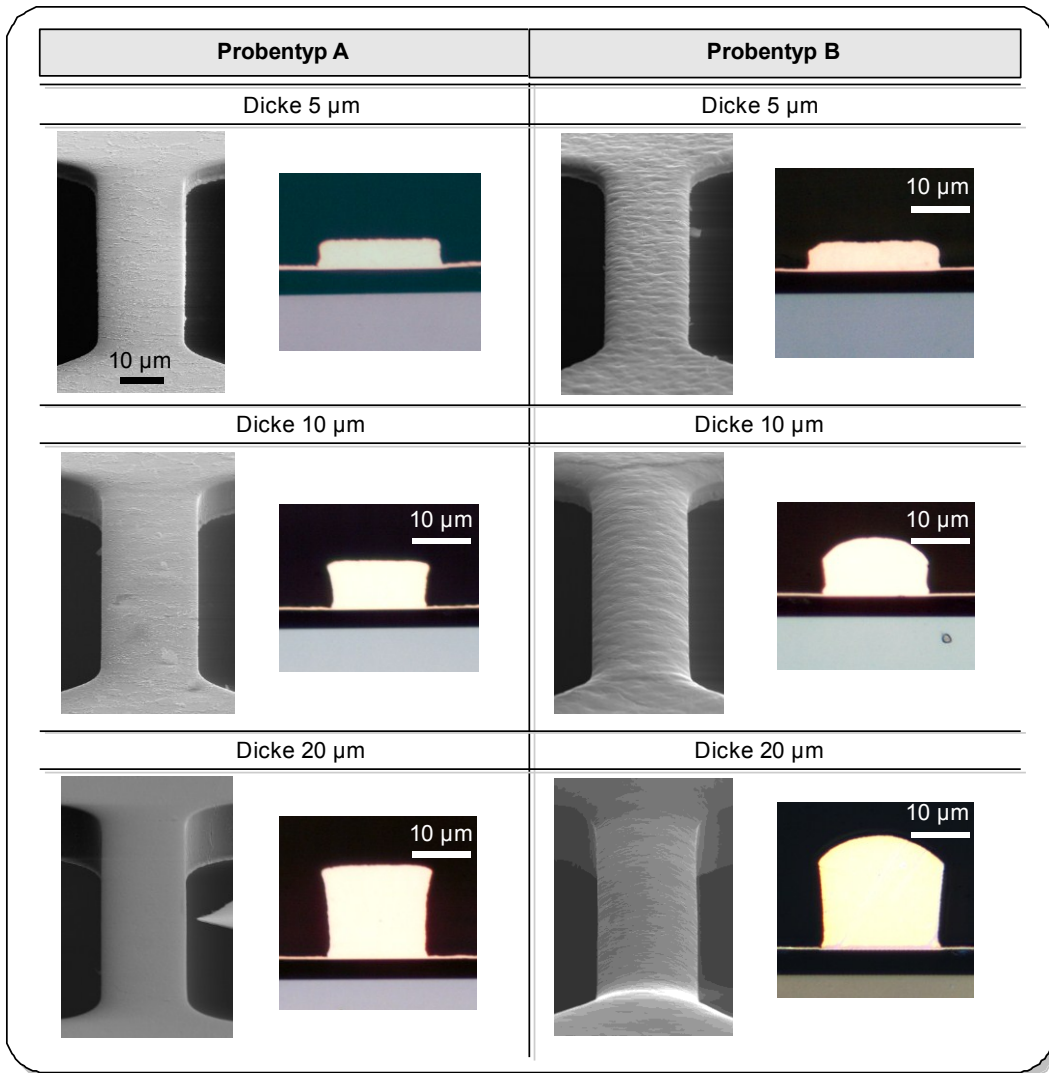


Abbildung 23: REM-Aufnahmen der sechs verschiedenen Probenvariationen in Schrägansicht, zusammen mit lichtmikroskopischen Aufnahmen von Querschliffen, die von Proben auf dem Substrat noch vor der Ätzung angefertigt wurden. Damit wird der Unterschied der Probenprofile ersichtlich; bei Proben des Typs A ergibt sich eine sehr homogene Dicke, während die Oberfläche der Proben des Typs B deutlich aufgewölbt ist.

6.1.2. Mikrostruktur

Die lokale kristallographische Orientierung der Zugproben wurde, wie in Abschnitt 5.5 beschrieben mittels EBSD-Technik aufgelöst. Damit wurden die Korngrößen und Texturen der verschiedenen Probentypen charakterisiert.

6. Ergebnisse

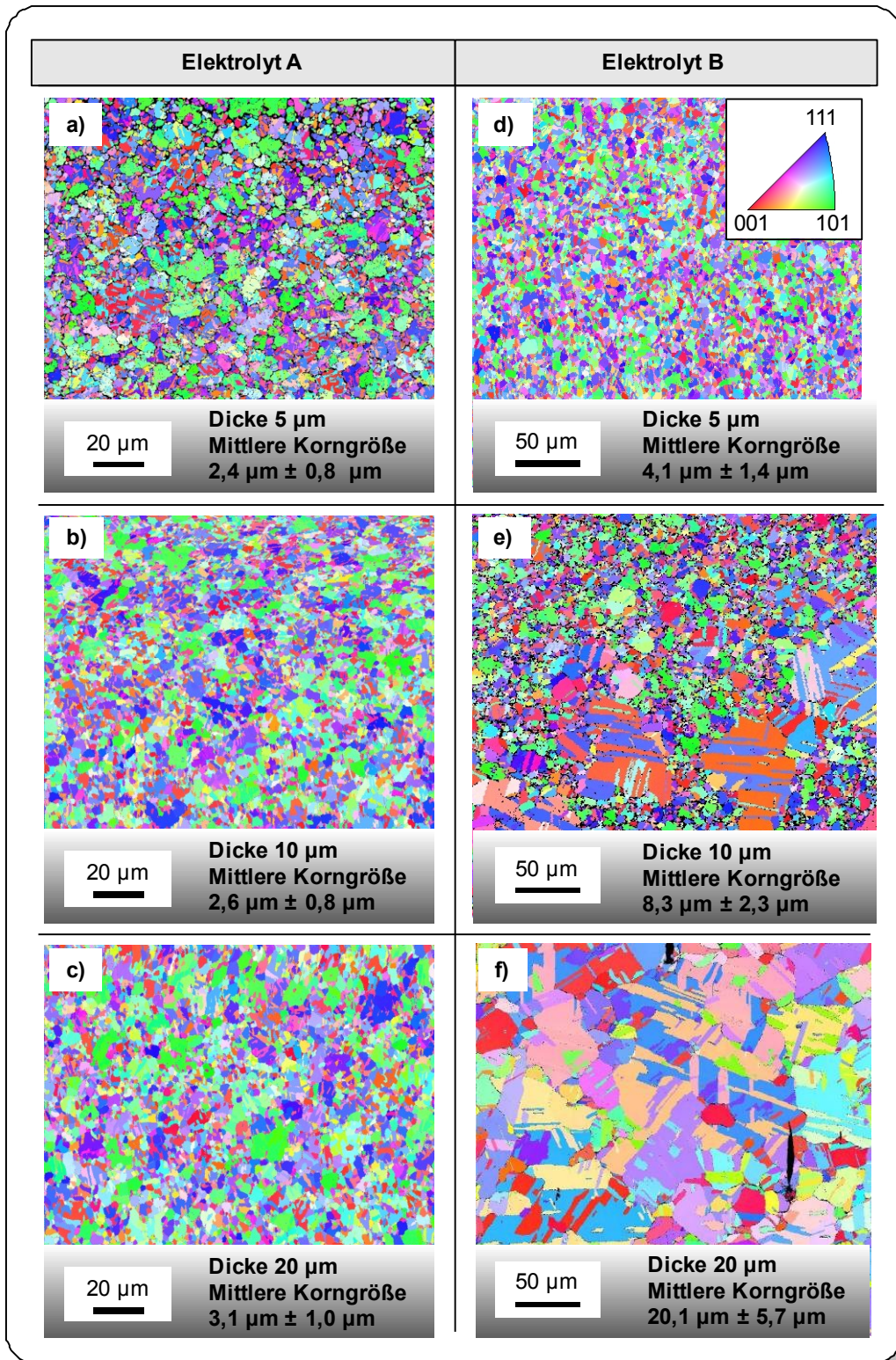


Abbildung 24: EBSD-Aufnahmen der Kristallstruktur aufausgedehnten Schichten, abgeschieden mit den beiden Elektrolyten A und B mit den Schichtdicken, die auch bei den Zugproben verwendet wurden. Die hier gezeigten Bilder stellen teilweise nur Ausschnitte der tatsächlich aufgenommenen Probenfläche dar, die Kornstatistik ist insbesondere im Fall der 20 µm dicken Schicht zu Elektrolyt B deutlich höher als in dieser Aufnahme gezeigt.

6. Ergebnisse

In Abbildung 24 finden sich zunächst Darstellungen der EBSD-Messungen an großflächigen Kupferschichten, welche jeweils auf den Scheiben zur Herstellung der sechs verschiedenen Probenvariationen mitprozessiert wurden. Die Dicke dieser Schichten kann leicht von der Dicke der jeweils generierten Zugproben abweichen.

Daraus ergeben sich folgende Beobachtungen:

- Bei den mit Elektrolyt A hergestellten Schichten variiert die Kornstruktur nicht signifikant mit der Schichtdicke. Anhand einiger parallel zu einander verlaufender Korngrenzen lassen sich deutlich Zwillingskristalle ausmachen.
- Bei den mit Elektrolyt B hergestellten Schichten nimmt die Größe der Körner mit der Schichtdicke deutlich zu. Auch hier sind Zwillingskristalle zu erkennen. Zudem ergibt sich hier bei einer Schichtdicke von 10 μm eine bimodale Kornverteilung, bei der eine Vielzahl kleiner Körner wenige außerordentlich große Körner umgeben. Bei 20 μm Schichtdicke dagegen stellt sich eine homogene Korngrößenverteilung ein.

Abbildung 25 zeigt die Korngrößenverteilungen in den oben genannten EBSD-Aufnahmen. Als Korngrenzen wurden dabei alle Linien an der Probenoberfläche gewertet, an denen eine Änderung der Kristallorientierung um mehr als 3° erfolgt. Aus der Fläche dieser Körner wird dann die Korngröße anhand des Durchmessers eines Kreises mit äquivalenter Fläche ermittelt. Dabei sind insbesondere kohärente Zwillingsgrenzen in die Auswertung mit einbezogen; Zwillingskristalle gelten also als eigene Körner.

Der Unterschied zu einer Auswertung, bei der Zwillingsgrenzen dagegen unberücksichtigt bleiben, soll in Abbildung 26 verdeutlicht werden. Grundlage dafür ist eine Schicht von 20 μm Dicke, die mit Elektrolyt B abgeschieden wurde. In dieser Abbildung wurden die Körner mit einer Farbe ausgefüllt, die über einen Farbcode mit der jeweiligen Korngröße korreliert ist.

In Abbildung 26(a) wurden alle Flächen als Körner gewertet, die wie oben beschrieben von Linien begrenzt sind, an denen eine Orientierungsänderung um mehr als 3° erfolgt. In Abbildung 26(b) dagegen wurden Zwillingsgrenzen als Begrenzungen ausgenommen. Dabei ist auffällig, dass die Kupfer-Schicht mit letzterer Auswertungsmethode aus äußerst großflächigen Körnern besteht. Eine

6. Ergebnisse

statistische Beschreibung der Mikrostruktur ist aufgrund der geringen Kornanzahl aus dieser Auswertung nicht möglich. Zudem überschreitet die Größe dieser Körner meist die Größe der verwendeten Zugproben. Bei Auswertungen der Kornstatistik werden in dieser Arbeit daher stets Zwillingskristalle als einzelne Körner gezählt.

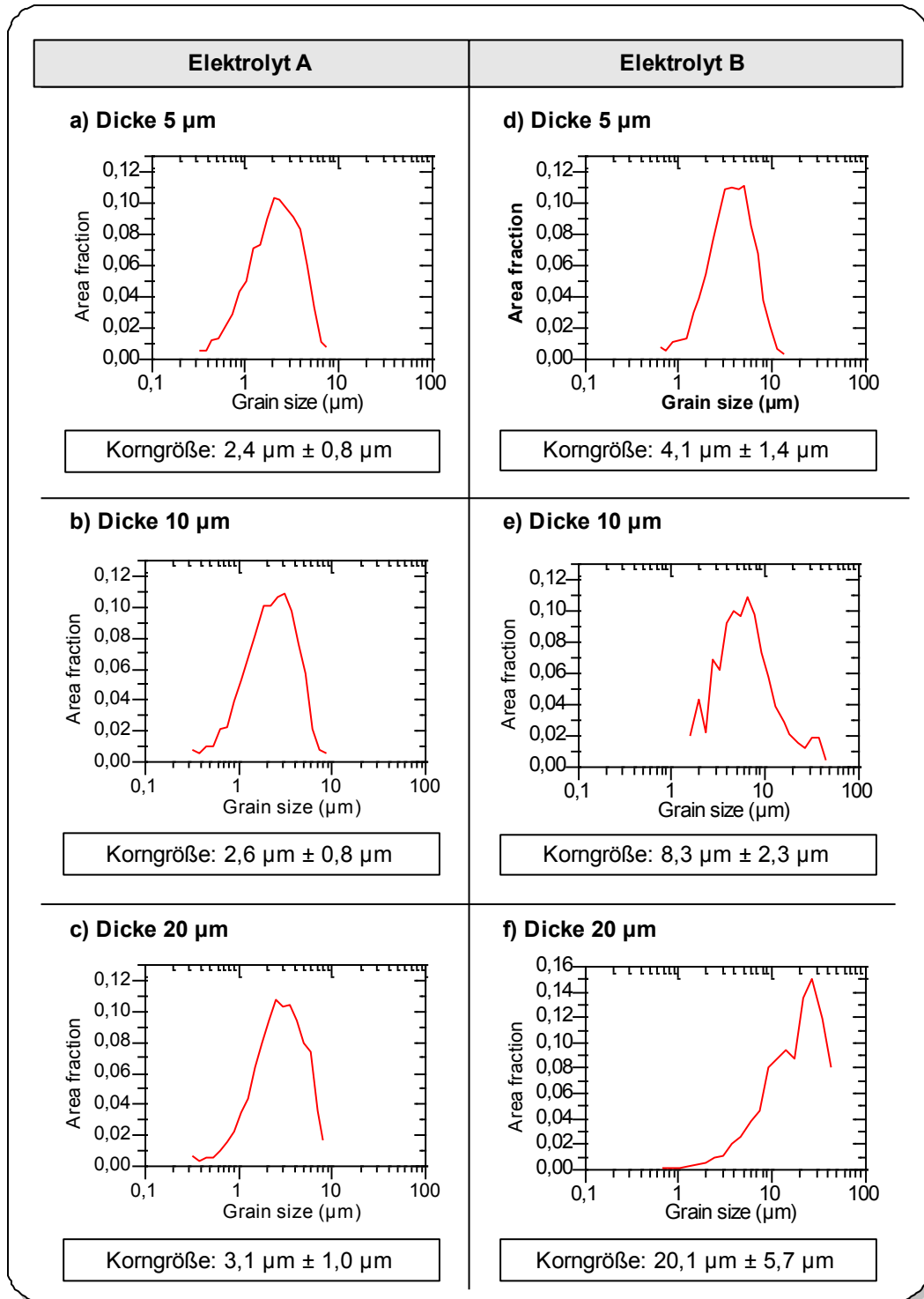


Abbildung 25: Verteilung der Korngrößen ermittelt durch automatisierte Flächenanalyse in den EBSD-Aufnahmen aus Abbildung 24.

6. Ergebnisse

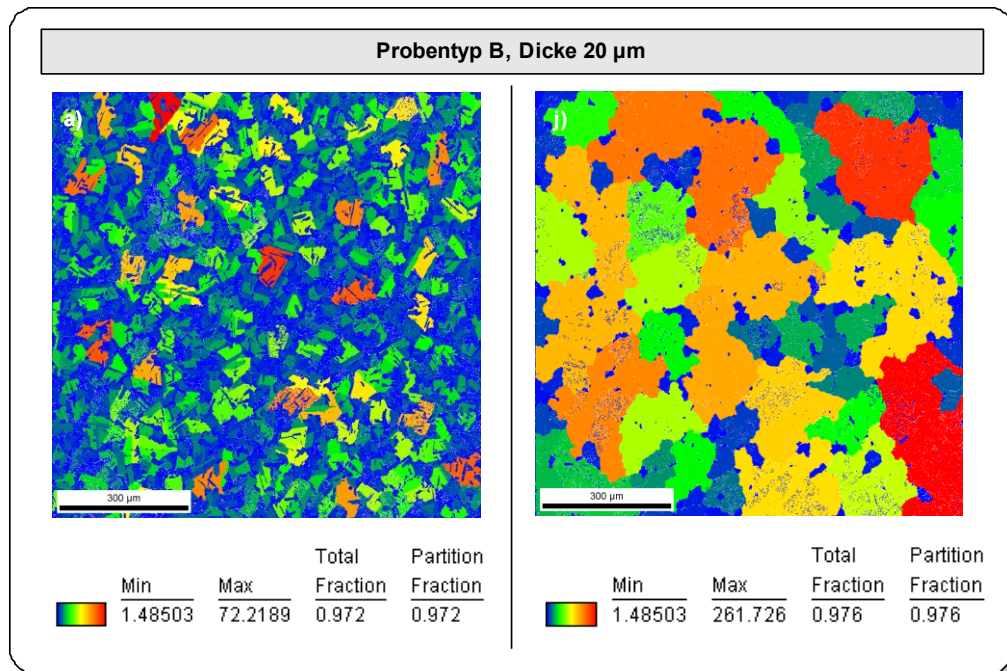


Abbildung 26: Die Farbkodierung in diesen Abbildungen beschreibt die Größe der einzelnen Körner. Links werden dabei alle Korngrenzen berechnet, bei denen die angrenzenden Kristallite eine Fehlorientierung über 3° aufwiesen, rechts dagegen werden kohärente Zwillingsgrenzen aus der Auswertung ausgeschlossen.

Zu den vorgestellten EBSD-Aufnahmen befinden sich im Anhang C die (001)-, (101)- sowie (111)-Polfiguren. Um die Ausprägung möglicher Texturen zu quantifizieren, wurden die Flächenanteile der Körner ermittelt, die so orientiert sind, dass ihre [100]-, [101]- bzw. [111]-Richtung mit der Toleranz von 10° mit der Oberflächennormale zusammenfällt.

Die Werte zu Proben des Typs A sind in Tabelle 1 dargestellt. In diesem Fall ergibt sich stets eine leichte Bevorzugung der $\langle 101 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung, dabei ist keine signifikante Schichtdickenabhängigkeit zu beobachten.

Tabelle 5: Flächenanteile der Körner mit $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 101 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung für Proben des Typs A. Für die Auswertung der Orientierung galt stets eine Toleranz von 10° um die jeweilige Kristallachse. Die Anteile der Kristallorientierungen zeigen hier keine deutliche Abhängigkeit von der Schichtdicke.

Probentyp A		Flächenanteil der Körner mit der Orientierung		
		$\langle 001 \rangle$	$\langle 101 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Proben- dicke	5 µm	22,1%	27,0%	25,8%
	10 µm	19,2%	27,4%	25,3%
	20 µm	19,6%	27,2%	22,6%

6. Ergebnisse

Dieselbe Auswertung ist in Tabelle 6 für die Proben des Typs B dargestellt. Bei der Schichtdicke von 5 μm sind wie oben $\langle 101 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Texturen am stärksten ausgeprägt. Bei der Schichtdicke von 10 μm ist jedoch die $\langle 101 \rangle$ -Textur am stärksten. Die Zahlen der 20 μm Schicht lässt auf eine regellose Orientierungsverteilung vermuten, wobei die zugrundeliegende Kornstatistik jedoch gering ist. In diesem Fall empfehlen sich daher röntgenographische Untersuchungsmethoden.

Tabelle 6: Flächenanteil der Körner mit $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 101 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung (mit 10° Toleranz) für Proben des Typs B. Bei 5 μm sind Körner bevorzugt in (101) - und (111) -Richtung orientiert, bei 10 μm Schichtdicke dagegen in (001) -Richtung. Bei 20 μm Schichtdicke ist keine eindeutige Vorzugsorientierung zu erkennen. (Siehe zudem die korrespondierenden Polfiguren in Anhang C)

Probentyp B		Flächenanteil der Körner mit der Orientierung		
		$\langle 001 \rangle$	$\langle 101 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Proben- dicke	5 μm	27,0%	34,3%	36,2%
	10 μm	36,9%	32,3%	34,0%
	20 μm	12,5%	8,6%	12,8%

In Abbildung 27 sind nun zu allen sechs verwendeten Zugproben-Variationen EBSD-Aufnahmen der Oberfläche von jeweils einer Probe gezeigt. Eine Charakterisierung der mittleren Korngröße wurde hier durch das Linienschnittverfahren vorgenommen. Dabei wurde eine Linie entlang der Probenachse ausgewertet. Für die Proben des Typs B mit Schichtdicke 20 μm wurde über die Ergebnisse an 5 Proben gemittelt, bei allen anderen Probentypen der an einer Probe ermittelte Wert verwendet. Dabei wird der Effekt der verwendeten Elektrolyte und der unterschiedlichen Schichtdicken nochmals deutlich:

- Elektrolyt A: Die im Vergleich zur Probenbreite geringe Korngröße zeigt keine signifikante Abhängigkeit von der Schichtdicke.
- Elektrolyt B: Die Korngröße wächst mit der Schichtdicke; die 20 μm dicken Proben bestehen nur aus wenigen Körnern, die teilweise über die ganze Probenbreite reichen.

6. Ergebnisse

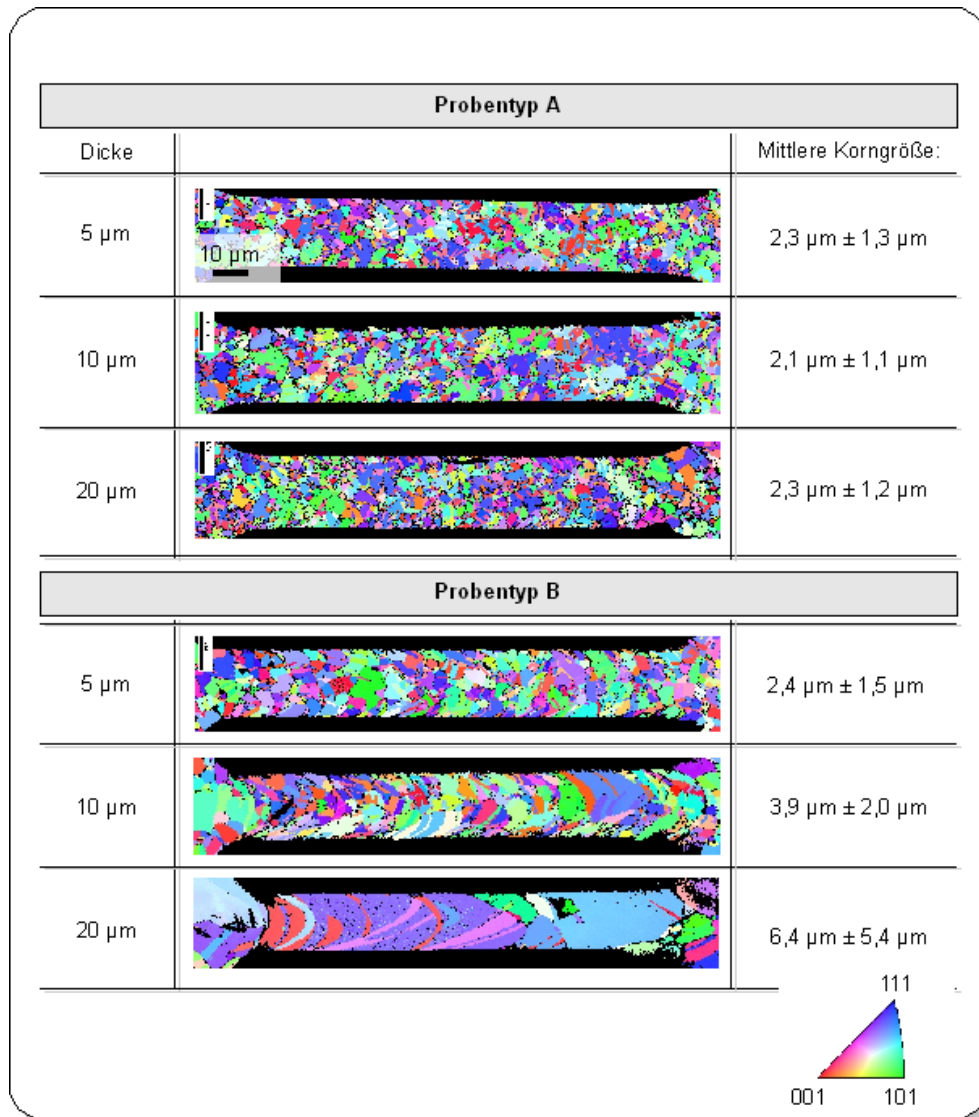


Abbildung 27: Beispiele von EBSD Aufnahmen zu den 2 verschiedenen Probentypen in den 3 verwendeten Dicken-Variationen. Bei Probentyp A ergibt sich kein signifikanter Einfluss der Schichtdicke auf die Kornstruktur. Im Gegenteil dazu nimmt die mittlere Korngröße bei Probentyp B mit der Schichtdicke zu. Proben der Dicke 20 μm bestehen in diesem Fall nur aus wenigen großen Körnern, die sich teilweise über die gesamte Probenbreite erstrecken.

6. Ergebnisse

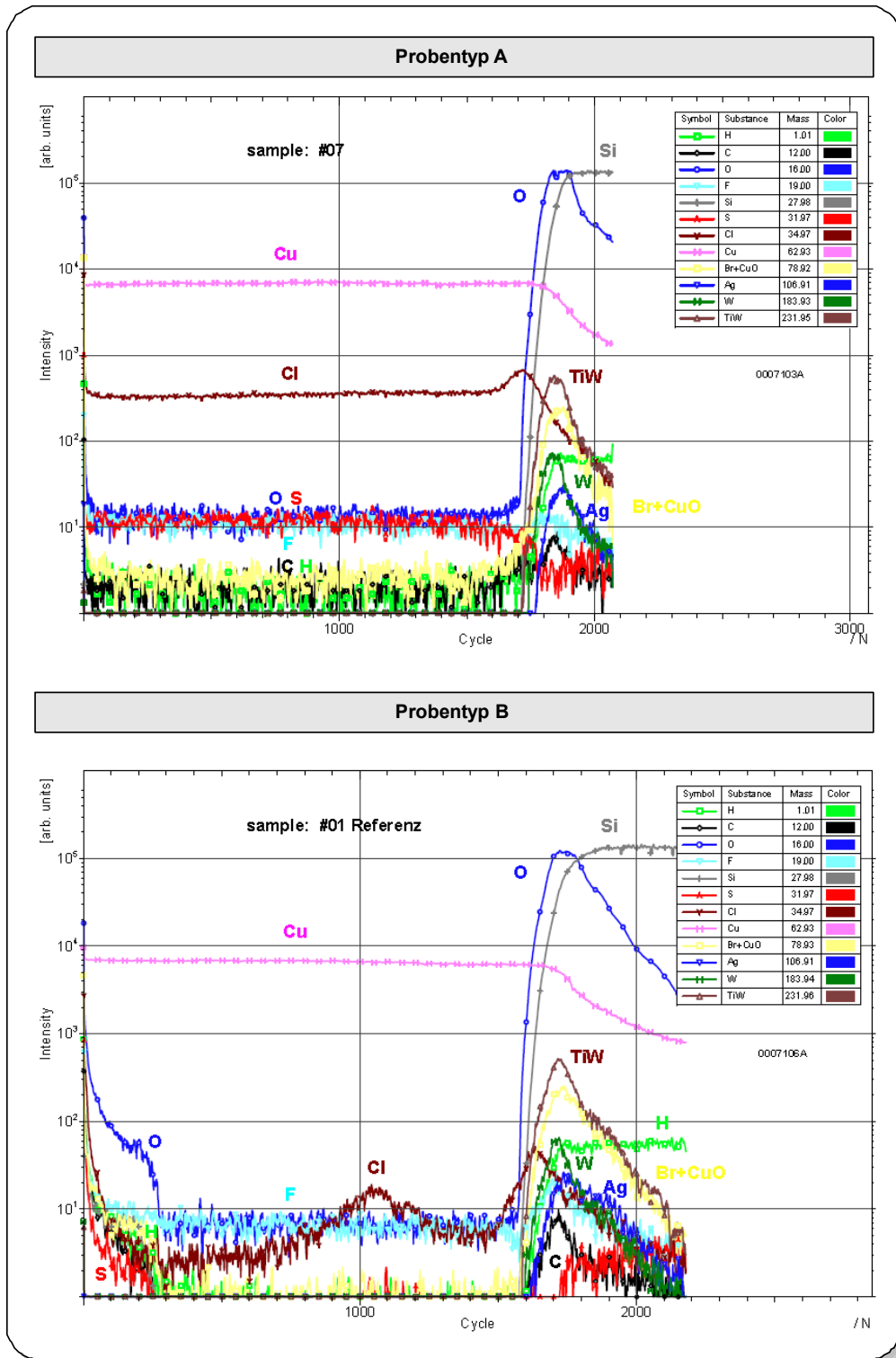


Abbildung 28: SIMS-Profil zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung der beiden Probentypen A und B (Abbildungen entnommen aus [99]); dazu wurde jeweils eine Kupferschicht auf Silizium mit SiO_2 -Zwischenbarriere untersucht. Die Kurven repräsentieren die Verteilung der Elemente entlang eines Querschnitts durch diese Materialkombination. Die linke Seite entspricht hier der Schicht-Oberseite, deutlich zu sehen ist das Ende der Cu-Schicht mit dem stark ansteigenden Signal von O und Si bei Erreichen des Substrats.

6.1.3. Chemische Zusammensetzung

Eine chemische Analyse von Kupferschichten abgeschieden mit den beiden Elektrolyten A und B liegt in Form von SIMS-Profilen in Abbildung 28 vor. Diese Messungen wurden bei Infineon im Rahmen der Arbeit von Rudolph [99] durchgeführt. Im Fall der Abscheidung mit Elektrolyt A wurde ein deutlicher Anteil der Elemente Cl und S nachgewiesen. Bei der Abscheidung mit Elektrolyt B resultiert eine deutlich geringere Konzentration von Cl, die von S liegt im Schichtinneren am Rande der Nachweisgrenze. Auch die Elemente H und C liegen bei dieser Schicht in deutlich geringerer Konzentration vor.

Diese Messungen belegen, dass die beiden verwendeten Proben A und B deutliche Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung zeigen. Die vorgestellten Messungen liefern keine Information über die örtliche Verteilung der Fremdstoffe; es kann damit also nicht bestimmt werden, ob die Elemente gleichmäßig gelöst oder örtlich konzentriert vorkommen, beispielsweise in Form von Ausscheidungen oder Belegungen von Korngrenzen durch Segregation.

6.2. Mikro-Zugversuche

6.2.1. Überblick über die getesteten Proben

Für beide Elektrolyte wurden Proben der Dicke 5 μm , 10 μm und 20 μm getestet. Die Messtemperaturen waren dabei Raumtemperatur (RT), 100°C, 200°C, 300°C und 400°C. Eine Übersicht der verwendeten Proben und Messungstemperaturen findet sich in Tabelle 1.

6. Ergebnisse

Tabelle 7: Übersicht über die durchgeführten Messungen. Die grün markierten Felder stehen für Messungen, bei denen die Proben zuvor nach dem in Abschnitt 5.2.6 beschriebenen Verfahren charakterisiert wurden. Gelb markierte Felder dagegen stehen für Messungen, deren Genauigkeit in der Schichtdickenmessung unter den in Abschnitt 5.2.6 angegebenen Werten liegt, da hier eine Bestimmungsmethode mit geringerer Präzision verwendet wurde (Messung der Probenkopfdicke bzw. der Dicke der Cu-Schicht auf dem Substrat). Zu weiß markierten Feldern liegen keine Messungen vor.

		Electrolyt					
		Elektrolyt A			Elektrolyt B		
Dicke		5 μm	10 μm	20 μm	5 μm	10 μm	20 μm
Temperatur	RT						
	100°C						
	200°C						
	300°C						
	400°C						

Bei RT und 400°C liegen Messungen zu allen 6 Probentypen vor, so dass ein Vergleich aller Proben an den beiden Extremen des messbaren Temperaturbereichs möglich ist. Die Schichtdicke von 10 μm wurde zudem bei beiden Probentypen bei allen Temperaturwerten getestet. In Tabelle 1 sind Messungen mit gelb gekennzeichnet, die mit erhöhtem Messfehler behaftet sind, da die Auswertung der Probendicke noch nicht wie in Abschnitt 5.2.6 beschrieben standardisiert war⁹. Es wurden je Probentyp und Temperatur in den meisten Fällen drei Zugversuche durchgeführt, mindestens jedoch in jedem Fall zwei Versuche.

⁹ In diesem Fall wurde die Dicke an gleichartig prozessierten Proben nach der Methode aus 5.2.6 ausgewertet und der Mittelwert als Dicke für diese Messungen verwendet. Dabei wurden jeweils die Werte von 13 Proben auf 3 unterschiedlichen Chips verwendet und der Messfehler in Form der Standardabweichung ausgewertet. Abweichend von den Angaben in 5.2.6 liegt damit bei Proben des Typs A mit 5 μm Dicke der Fehler der Dickenmessung bei 11% bei Proben des Typs B mit 5 μm Dicke bei 8%.

6.2.2. Drifteffekte in der Zugversuchsapparatur

Vor der Vorstellung der Ergebnisse der temperaturabhängigen miniaturisierten Zugversuche und der eingehenden Analyse der mechanischen Parameter, soll an dieser Stelle zunächst die Genauigkeit der modifizierten Messapparatur und ihre Einschränkungen durch Drifteffekte untersucht werden. Dazu folgt eine Charakterisierung der Nullpunkt-Drift der Messeinheiten für Weg und Kraft sowie die Wärmeausdehnung der Probeneinspannungen.

Die Nullpunkt drift der Kraftmesszelle wurde während Langzeitmessungen in der Vakuumkammer des verwendeten Elektronenmikroskops untersucht. Drei unterschiedliche Bedingungen wurden dabei verglichen; die Drift bei Raumtemperatur vor dem Abpumpen der Vakuumkammer, sowie unter Hochvakuum (Druck von 10^{-3} mbar und darunter) und bei 400°C unter Hochvakuum. Die Drifteffekte werden dabei immer auf einen Zeitraum von 10 Minuten bezogen, da die maximale Versuchsdauer der in dieser Arbeit vorgestellten Experimente im längsten Fall geringfügig unter diesem Wert lag.

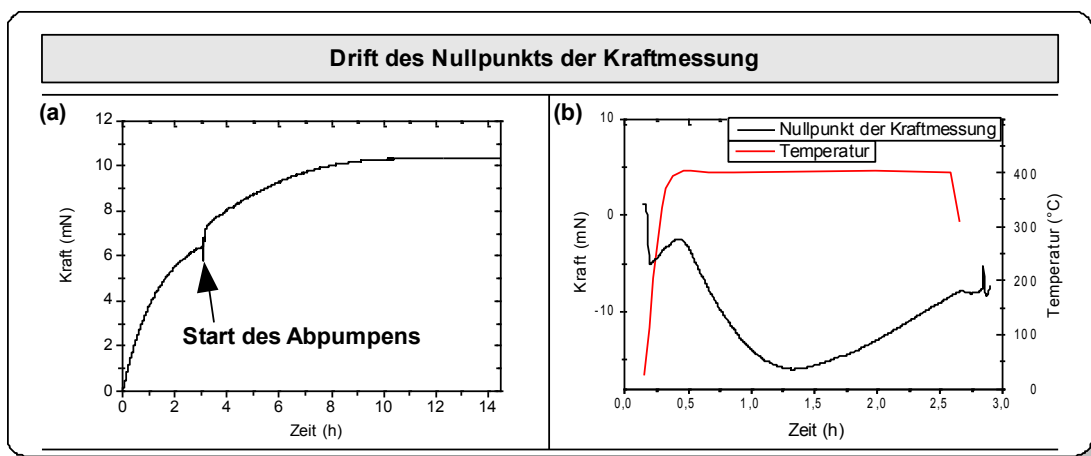


Abbildung 29: Die Drift des Nullpunkts der Kraftmessung bei Betrieb in der mechanisch gedämpften Vakuumkammer. (a) Langzeitmessung bei Raumtemperatur, wobei nach ca. 2,5 Stunden evakuiert wurde. (b) Langzeitmessung während des Aufheizens auf 400°C und anschließender Stabilisierungsphase. Die Umkehrreffekte der Drift können hier durch kombinierte Effekte der Temperatureausdehnung und Druckänderung hervorgerufen sein.

In allen Fällen wurde die sehr geringe Rauschamplitude im Bereich von $10\ \mu\text{N}$ bestätigt. Die gemessene Drift des Kraft-Nullpunkts überstieg bei Raumtemperatur niemals $1\ \text{mN}$ pro $10\ \text{min}$. Die Nullpunkt-Drift der Wegmessung lag innerhalb dieses Zeitraums unterhalb der Auflösungsgrenze.

6. Ergebnisse

Die Nullpunktdrift der Kraftmessung bei 400°C mit vorangehender Aufheizperiode ist in Abbildung 29 gezeigt. Der Trend der Drift zeigt dabei Richtungsänderungen, die durch kombinierte Ausdehnungseffekte und Kammerdruck-Änderungen zu erklären sind. Es wird ersichtlich, dass Messungen bei dieser Temperatur einer Stabilisierungszeit von mindestens einer Stunde nach Einschalten der Heizung bedürfen. Eine lineare Näherung, welche die Kraft-Nullpunktsdrift im Zeitraum von 10 Minuten beschreibt, ergibt nach dieser Wartezeit eine maximale Abweichung von $\pm 0,25$ mN. Eine lineare Driftkorrektur, die den Nullpunkt der Kraft vor und nach einem Hochtemperatur-Zugversuch angleicht, kann diesen Drift-Effekt also deutlich verringern.

Die Nullpunkt-Drift der Wegmessung betrug nach der Aufheizperiode von einer Stunde maximal 20 nm pro 10 Minuten. Dieser Betrag ist zwar vernachlässigbar, jedoch bedarf der Einfluss der Heizung auf die Wegmessung einer genaueren Analyse; für die Messung der Dehnung der Zugprobe, spielt nicht nur die Nullpunktdrift der Wegmesseinheit eine Rolle sondern in erster Linie auch die Ausdehnung der Einspannungen, die eine Relativbewegung der Enden der Probe bewirken.

Um diesen Effekt zu messen, wurde ein Haken in die für die Proben vorgesehene Klemme eingeklemmt (siehe Abbildung 19), der dann in eine Schraube in der gegenüberliegenden Klemme eingehakt werden kann. Durch Bewegung des Hakens in Zugrichtung kann somit eine beliebige Last aufgebracht, durch Bewegung in entgegengesetzter Richtung wieder entlastet werden. Nun wird ein Lastkontrolliertes Experiment durchgeführt, bei dem die Elektronik der Zugversuchsapparatur durch Verfahren des Hauptschlittens eine Kraft von 100 mN stabilisiert. Da die Chip-Klemmen dabei in festem Abstand gehalten sind, beschreibt der verfahrenene Weg allein die Ausdehnung der Einspannungen.

Nach Abwarten der Stabilisierungszeit von einer Stunde ergab die in Abbildung 30 präsentierte Messung eine maximale Ausdehnung der Einspannungen von 4,5 μm pro 10 Minuten, nach 90 Minuten 2 μm pro 10 Minuten. Dieser Betrag der Ausdehnung teilt sich in einem Zugversuch zwischen den Einspannungen und der Zugprobe im Verhältnis ihrer Steifigkeitswerte. Beim Test einer nachgiebigen Probe, insbesondere im plastischen Bereich, führt dieser Drifteffekt näherungsweise ausschließlich zu einer zusätzlichen Dehnung der Probe. Bei der in dieser Arbeit verwendeten Motorgeschwindigkeit von 0,1 $\mu\text{m/s}$ bedeutet dies eine Abweichung

6. Ergebnisse

der Dehnungsmessung von maximal 4%, falls vor der Messung eine Wartezeit von 1,5 Stunden eingehalten wurde.

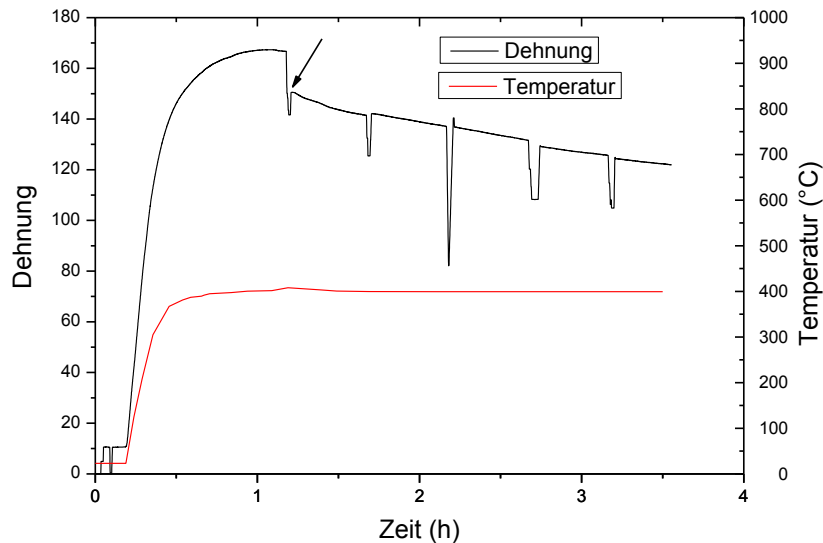


Abbildung 30: Langzeitmessung zur Bestimmung der Wärmeausdehnung der Probeneinspannungen: Die Chipklemmen wurden über einen Haken verbunden, so dass durch die Motorbewegung in Zugrichtung eine beliebige Last aufgebracht und durch entgegengesetzte Bewegung wieder entlastet werden kann. In einem lastkontrollierten Experiment wurde so eine Kraft von 100 mN durch automatisiertes Verfahren des Motors stabilisiert. Die Positionsänderung während des Aufheizens auf 400°C und anschließender Stabilisierungsphase ist nun ein Maß für die Ausdehnung der Einspannungen. Die Spitzen in der Messkurve entstehen durch kurzzeitiges Entlasten durch Rückwärtsfahren. Damit wurde der Nullpunkt der Kraftmessung mehrmals neu bestimmt.

Bei diesem Drift-Experiment wurde zusätzlich die oben charakterisierte Nullpunktdrift der Kraftmessung berücksichtigt, die zu einer Abweichung der applizierten Kraft von dem nominellen Wert von 100 mN führt. Aus diesem Grund wurde nach einer Stunde sowie zu jeder weiteren halben Stunde kurzzeitig entlastet und der Wert des Kraft-Nullpunkts neu ermittelt. Zwischen diesen Messwerten wurde jeweils eine lineare Näherung für die Drift des Kraft-Nullpunkts errechnet. Die mit dieser Drift verursachte Abweichung der aufgebrachten Last führt ebenfalls zu einer Längenänderung der Einspannungen, die mittels der Maschinensteifigkeit bestimmt werden kann (siehe Abschnitt 5.4.3). Der damit errechnete Beitrag betrug maximal 0,35 μm pro 10 Minuten und wurde von dem gemessenen Wegsignal subtrahiert.

6.2.3. Raumtemperatur-Messungen

Wie in Abschnitt 6.1 beschrieben, standen in dieser Arbeit Zugproben mit unterschiedlicher chemischer Verunreinigungskonzentration und unterschiedlicher Korngröße zur Verfügung. Die resultierenden Unterschiede im mechanischen Verhalten unter Zugbelastung werden im Folgenden zunächst bei Raumtemperatur vorgestellt.

6.2.3.1. Proben des Typs A

Wie aus der Analyse in Abschnitt 6.1.2 ersichtlich, ist bei allen Proben des Typs A die mittlere Korngröße deutlich geringer als die Probenbreite von 20 μm . Folglich grenzen in diesen Proben sowohl entlang der Länge als auch der Breite stets mehrere Körner aneinander. Die mechanische Reaktion ist also im Zusammenspiel einer hohen Anzahl von Körnern gegeben, womit die Versuchsbedingungen ähnlich zum Test von massiven polykristallinen Proben sind.

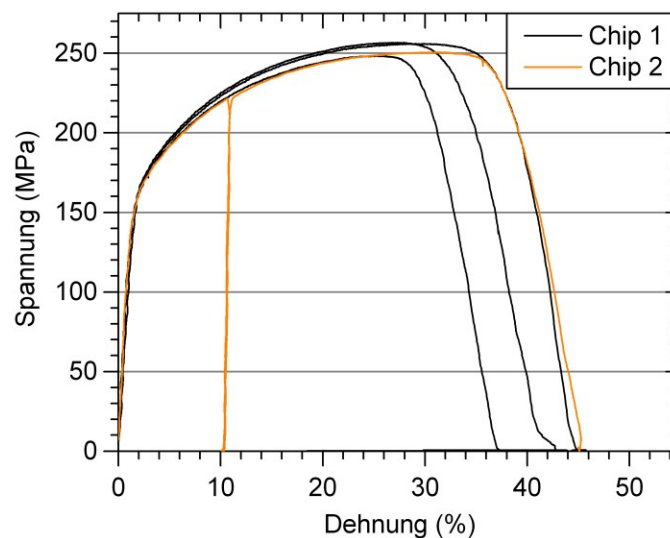


Abbildung 31: Raumtemperatur-Zugkurven zu vier gleichartig prozessierten Proben des Typs A. Drei der gemessenen Proben befanden sich dabei auf demselben Chip, eine zusätzliche Messung stammt von einer Probe eines anderen Chips (orange Kurve). Die mechanischen Eigenschaften dieser feinkörnigen Proben zeigen nur eine geringe Streuung. Der Vergleich der Messkurven zeigt daher die hohe Reproduzierbarkeit des Messverfahrens.

Wir betrachten zuerst Messungen an Proben der Dicke von 20 μm . Wie in Abbildung 31 ersichtlich, zeigen die Zugkurven der identisch dimensionierten Proben vor Erreichen der Gleichmaßdehnung eine sehr geringe Streuung. Zu bemerken ist, dass sich in diesem Fall die gute Übereinstimmung der Messkurven nicht nur an drei

6. Ergebnisse

Proben des gleichen Chips ergibt, sondern auch die Messung an einer Probe eines anderen Chips ein sehr ähnliches Ergebnis liefert. Dieses Experiment demonstriert damit die gute Reproduzierbarkeit des Messverfahrens.

Der im elastischen Bereich bei erstmaligem Belasten gemessene Tangentenmodul betrug bei diesen Messungen $12 \text{ GPa} \pm 2 \text{ GPa}$. Zum Vergleich wurde bei einem Zugversuch die Probe nach etwa 10% plastischer Dehnung zwischenzeitlich entlastet. Diese Entlastung ist in Abbildung 31 durch die gerade Linie zu erkennen, auf der die Spannung während des Experiments auf Null reduziert wird, die Dehnung dagegen aufgrund der irreversiblen plastischen Verformung der Probe nicht zu ihrem Anfangszustand zurückgeht. Lässt man eine Probenquerschnittsänderung durch Querkontraktion außer Betracht, so sollte die Steigung der Entlastungskurve identisch zur Steigung im elastischen Bereich der erstmaligen Belastung sein. Hier ergibt sich jedoch bei der Entlastung eine größere Steigung von 40 GPa. Auch unmittelbar zu Beginn des Zugversuchs ist daher offensichtlich bereits irreversible Verformung aufgetreten, von der angenommen werden kann, dass sie nicht in der Probe selbst verursacht wurde. Stattdessen sind Einpassvorgänge zwischen Probenkopf und Probe zu vermuten, beispielsweise erzeugt durch die gewölbten Seitenflächen des Probenkopfs (zu sehen aus Abbildung 23), durch Abweichung der gegenseitigen Ausrichtung von Probe und Greifer von bis zu 1° oder durch Verunreinigungen zwischen Greifer und Probe, die lokal erhöhte mechanische Spannungen hervorrufen und damit frühzeitiges plastisches Fließen verursachen. Diese Einpassvorgänge sind irreversibel; beim erneuten Belasten der Probe folgt die Kurve dem Verlauf bei vorherigen Entlastung; nun sind Greifer und Probe bereits weitgehend angepasst.

6. Ergebnisse

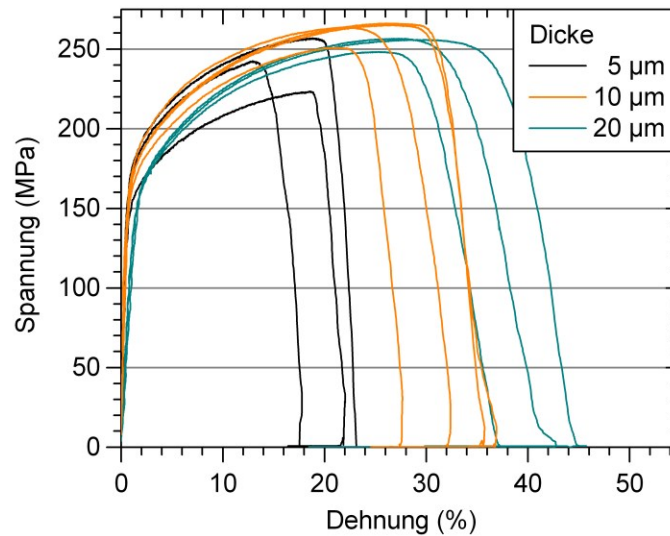


Abbildung 32: Zugkurven zu jeweils drei Proben des Typs A mit der Schichtdicke 5 µm, 10 µm und 20 µm. Bei geringen Dehnungen bis etwa 10% ergibt sich kein signifikanter Unterschied im mechanischen Verhalten der Proben.

In Abbildung 32 sind alle gemessenen Zugkurven bei Raumtemperatur an 5 µm und 10 µm dicken Proben des Typs A zusammen mit den schon oben besprochenen Ergebnissen an den 20 µm dicken Proben aufgetragen. Dabei wird ersichtlich, dass das Materialverhalten bei geringer Dehnung nicht signifikant von der Schichtdicke beeinflusst ist. Signifikante Unterschiede ergeben sich erst bei hoher Dehnung, zu erkennen an der Streuung der Gleichmaßdehnung, sowie der Bruchdehnung. Augenfällig ist zudem eine Abweichung der Steigung im elastischen Bereich, die jedoch nicht auf unterschiedliches Materialverhalten zurückgeführt wird. Wie in Abschnitt 7.1 genauer erläutert wird, liegen die Gründe in erster Linie in Abweichungen in der Dehnungsmessung.

Des weiteren sei an dieser Stelle angemerkt, dass die Streuung zwischen Messungen an Proben auf unterschiedlichem Chips bei geringerer Probendicke deutlich stärker ausfallen, als dies an Proben von 20 µm Dicke beobachtet wurde. Dieser Effekt lässt sich zum einen durch herstellungsbedingte Schwankungen der Probeneigenschaften erklären (beispielsweise der Rauigkeit der Unterseite nach der Ätzung des *Cu-seed layers*), die bei den Messungen an geringeren Probendicken stärker ins Gewicht fallen. Zudem unterliegt die Messung der Probendicke Abweichungen, die für alle Proben desselben Chips derselben Systematik unterliegen; beispielsweise wird die Dickenmessung durch leichte Variation des Kippwinkels beeinflusst, unter dem die Proben eines Chip im REM ausgemessen werden. Da dieser Winkel für jeden Chip

6. Ergebnisse

einmalig justiert wird, ist die Messung bei allen zugehörigen Proben in gleicher Art beeinflusst.

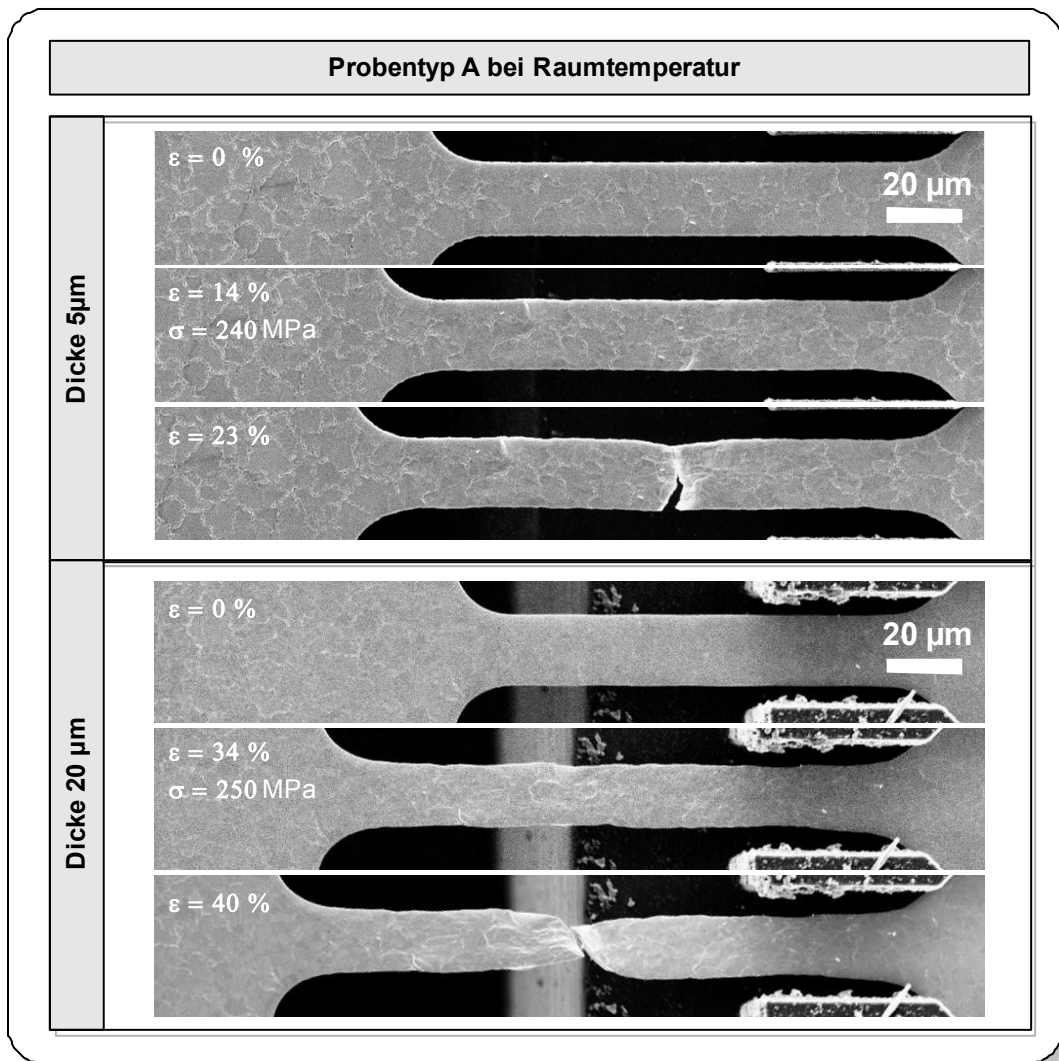


Abbildung 33: Sequenzen von REM-Aufnahmen während Raumtemperatur-Zugversuchen an 5 µm und 20 µm dicken Proben des Typs A. Im Gegensatz zu den 5 µm dicken Proben zeigen die Proben der Dicke 20 µm eine deutliche Einschnürung, der Bereich der Verformungslokalisierung ist zudem deutlich größer.

Auswertung von REM-Sequenzen: Das in den vorgestellten Zugkurven charakterisierte mechanische Verhalten bei Raumtemperatur soll nun mit den synchron aufgenommenen REM-Aufnahmen genauer studiert werden. Die Bildsequenzen in Abbildung 33 zeigen den Verlauf der Verformung bei zunehmender Dehnung zu den Schichtdicken 5 µm und 20 µm. In beiden Beispielen wird zunächst eine kontinuierlich über die Probe verteilte plastische Verformung beobachtet, bevor lokalisiertes Einschnüren einsetzt und die Probe duktil bricht. Bei Proben von 5 µm Dicke bleibt die Probenoberfläche bis zum Erreichen der

6. Ergebnisse

Bruchdehnung nahezu unverändert glatt, der Bruch erfolgt mit geringer lateraler Einschnürung. Dagegen wird bei den 20 μm dicken Proben, die eine deutlich höhere Bruchdehnung erreichen, die Oberfläche wellig aufgewölbt. An der Bruchstelle entsteht hier eine deutliche laterale Einschnürung. Zudem ist der Bereich, in dem die Einschnürung erfolgt, bei 20 μm dicken Proben deutlich größer als bei den 5 μm dicken Proben.

6.2.3.2. Proben des Typs B

Dieser Abschnitt behandelt die Raumtemperaturmessungen an den Proben des Typs B, die aus signifikant größeren Körnern als die Proben des Typs A bestehen. Die Zugkurven zu drei identisch prozessierten Proben der nominellen Dicke 20 μm sind in Abbildung 34 dargestellt. Die einzelnen Messungen zeigen offensichtliche Abweichungen; die plastische Deformation setzt bei deutlich unterschiedlichen Spannungen ein. Zudem variiert das Verfestigungsverhalten, erkennbar in der unterschiedlichen Steigung der Zugkurven im plastischen Bereich sowie der unterschiedlichen Werte für Zugfestigkeit und Bruchdehnung. In den Zugkurven werden nach unten abfallende Zacken beobachtet, die nicht durch Messartefakte verursacht sind und sich damit auf abrupte Spannungsabfälle zurückführen lassen. Im Vergleich zu den Messungen an Proben des Typs A werden hier deutlich geringere Spannungswerte erreicht.

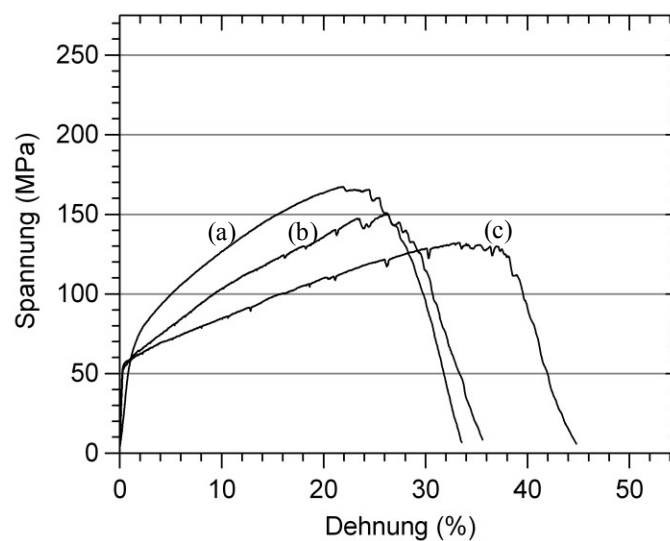


Abbildung 34: Zugkurven an Proben des Typs B mit 20 μm Dicke. Auffällig sind hier die geringe Übereinstimmung der Kurven sowie das Auftreten von Diskontinuitäten in Form von Spannungsabfällen. Die Kurven (a), (b) und (c) werden im Text erläutert.

6. Ergebnisse

In Abbildung 35 sind im Vergleich alle Raumtemperatur-Messungen an Proben des Typs B zusammen aufgetragen. Im Gegensatz zu den zuvor vorgestellten Messungen an 20 μm dicken Proben, verlaufen die Kurven zu Proben der Schichtdicke 5 μm und 10 μm ohne ausgeprägte Diskontinuitäten. Bei geringen Dehnungen bis 1% liegen die erreichten Spannungswerte bei der 5 μm dicken Schicht signifikant über den Werten der dickeren Schichten. Die 20 μm dicken Proben erreichen in jedem Dehnungszustand stets die geringsten Spannungswerte.

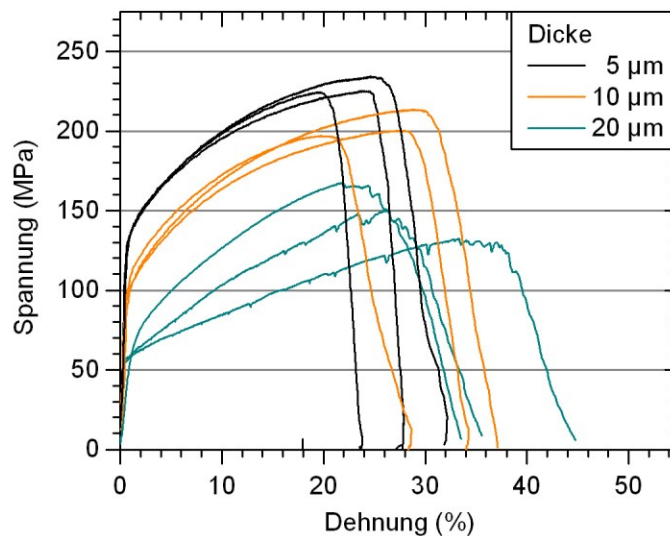


Abbildung 35: Zusammenfassung aller Messungen an Proben des Typs B bei Raumtemperatur. Die Schichtdicke hat hier einen deutlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften; bei den 5 μm und 10 μm dicken Schichten zeigen die Kurven bei geringen Dehnungen jeweils sehr ähnliche Verläufe. Bei der Schichtdicke von 20 μm streuen die Kurven dagegen sehr stark und Diskontinuitäten in Form von abrupten Spannungsabfällen (engl. stress drops) werden beobachtet.

Um dem unterschiedlichen Verhalten bei den verschiedenen Schichtdicken nachzugehen, betrachten wir erneut REM-Aufnahmen, die während der Zugversuche aufgenommen wurden (siehe Abbildung 36). Bei der Schichtdicke von 5 μm verläuft die Verformung ähnlich wie bei den Proben des Typs A gleicher Dicke; die Probenoberfläche erfährt nur eine geringfügige Aufwölbung, der Bruch der Probe tritt durch eine duktile Einschnürung ein, wobei die laterale Verjüngung gering ist. Ein deutlicher Unterschied im Verformungsverhalten ist dagegen bei 20 μm Schichtdicke zu beobachten. In den großen Körnern dieser Proben tritt bereits bei geringen Spannungen lokalisierte plastische Verformung auf, die in der Bildung von ausgeprägten Gleitbändern beobachtet werden kann. Die Aktivität eines Gleitbandes

6. Ergebnisse

stoppt jedoch bald nach seiner Entstehung und ein neues Gleitband bildet sich in der Nähe. Somit ergibt sich eine breite Verteilung der Verformung, resultierend in einem Feld paralleler Gleitbänder. Zudem werden oft auch gekreuzte Gleitbänder beobachtet, Kennzeichen für die Aktivität eines zweiten oder sogar dritten Gleitsystems.

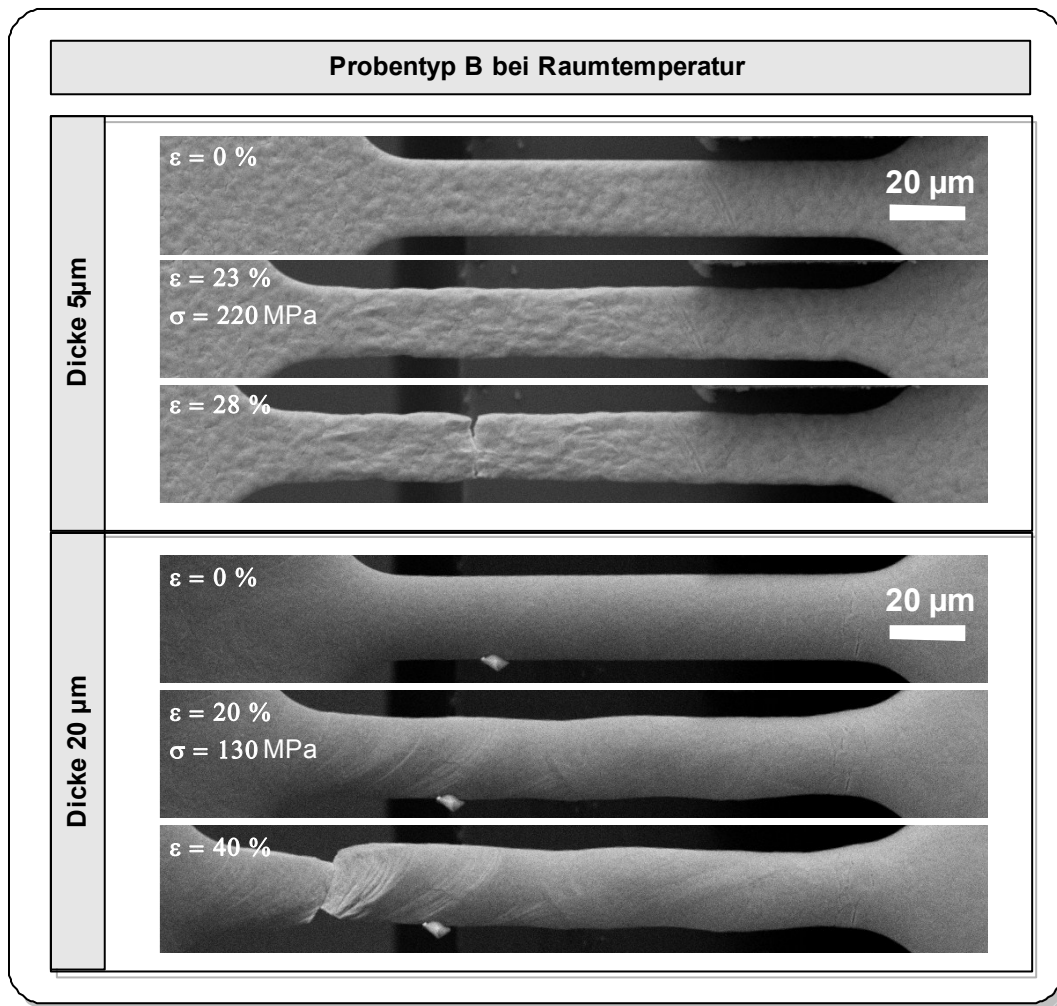


Abbildung 36: REM-Aufnahme-Sequenzen zu den Zugversuchen bei Raumtemperatur an 5 µm und 20 µm Dicke des Probentyps B. Die unterschiedliche Dicke des Materials bewirkt hier ein gravierend unterschiedliches Verformungsverhalten; eine 5 µm dicke Probe erfährt zunächst sehr homogene plastische Verformung, bis schließlich das Versagen durch Einschnürung eintritt. Bei der 20 µm dicken Probe verformen einzelne Kristallbereiche bevorzugt, was zur willkürlichen Biegung der Probe führt. Feine Gleitbänder zeigen die ungestörte Bewegung von Versetzungen durch große Bereiche der Probe. Schließlich führt das ausgedehnte Abscheren von Kristallebenen in einem schwächsten Bereich zum Bruch der Probe.

Das Verformungsverhalten ist zudem stark von der gegebenen Kornverteilung abhängig; bei zwei Proben schien ein bei weitem schwächster Bereich vorzuliegen,

6. Ergebnisse

in dem die Verformung während des gesamten Versuchs vornehmlich lokalisiert abläuft (Kurven (b) und (c) in Abbildung 34). In einem Experiment dagegen lief die Deformation weiter verteilt über die Probe ab. Hier lagen also Bereiche vor, in denen die plastische Verformung bei ähnlichen Spannungen einsetzt (Kurve (a) in Abbildung 34). Dabei erfährt der jeweils stärker verformende Bereich auch eine stärkere Verfestigung, so dass sich seine weitere Verformung zunehmend erschwert. Damit kann dann ein anderer, zuvor geringfügig festerer Bereich verformen. Dieser Prozess dauert an, bis schließlich in einem Bereich stark lokalisierte Einschnürung auftritt und die Probe durch intensives lokales Abgleiten entlang weniger Gleitbänder bricht.

6.2.4. Temperatur bis 400°C

Ein Problem bei der Durchführung der beschriebenen Zugversuche bei höherer Temperatur besteht darin, dass sich Greifer und Probe im beheizten Zustand an Ihrer Kontaktfläche verbinden. Beim Lösen der Probe nach dem Versuch verbleiben dann Cu-Körner am Greifer (siehe Abbildung 37), die einen Folgeversuch stören. Aus diesem Grund wird die Oberfläche des Greifers vor dem Versuch oxidiert, wie in Abschnitt 5.3 beschrieben. Nach einigen erfolgten Zugversuchen nutzt sich die Oxidschicht an den Kanten des Greifers ab, so dass dieser Effekt dort erneut beobachtet wird. Der Oxidationsvorgang sollte daher beispielsweise nach zehn erfolgten Versuchen wiederholt werden.

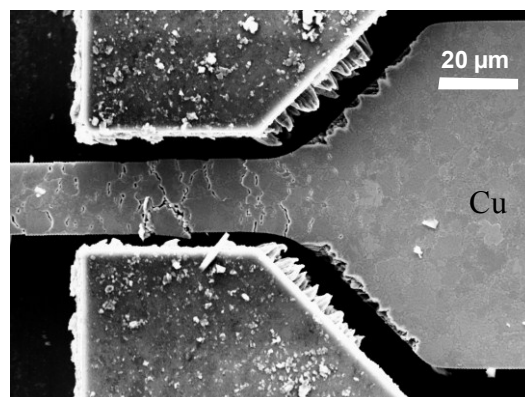


Abbildung 37: Bei 400°C verbinden sich die Cu-Probe und der Si-Greifer, so dass nach deren Trennung Cu-Reste am Greifer verbleiben. Zur Unterbindung dieses Effekts, kann die Oberfläche des Greifers zu SiO₂ oxidiert werden.

6. Ergebnisse

Im Folgenden werden nun die Ergebnisse der Zugversuche bei höheren Temperaturen vorgestellt, wobei wieder zwischen den zur Kupferabscheidung verwendeten Elektrolyten A und B unterschieden wird.

6.2.4.1. Proben des Typs A

Bei der Analyse des mechanischen Verhaltens der Proben des Typs A beginnen wir wieder zunächst bei der Schichtdicke von 20 μm . Abbildung 38 zeigt die Zugkurven im untersuchten Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 400°C.

Dabei lässt sich klar eine Abnahme der erreichten Spannungswerte mit der Temperatur ausmachen. Besonders zu betonen ist, dass die benötigte Spannung zum Einsetzen der plastischen Verformung eine deutliche Temperaturabhängigkeit zeigt, der Wert der Fließgrenze also stark mit der Temperatur sinkt. Zudem nimmt jedoch auch die Bruchdehnung ab; die Proben brechen mit zunehmender Temperatur bereits bei geringerer Dehnung.

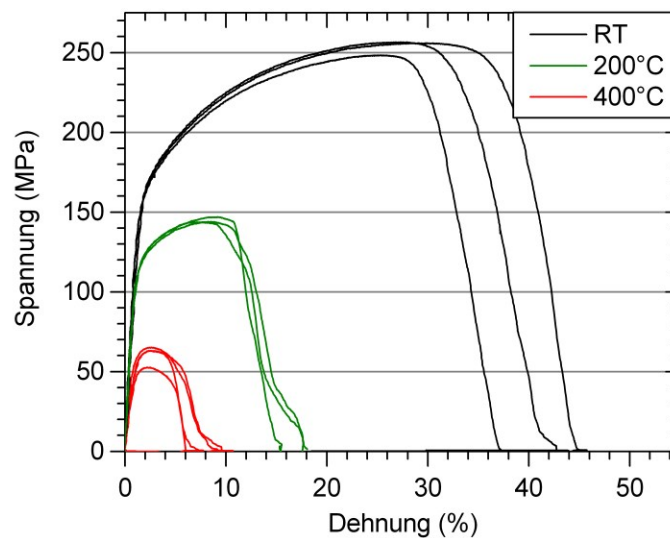


Abbildung 38: Temperaturabhängige Messungen an 20 μm dicken Proben des Typs A. Mit zunehmender Temperatur nehmen die gemessenen Spannungswerte ab, jedoch auch die erreichte Bruchdehnung.

Eine genauere Analyse der Temperaturabhängigkeit liegt für die Schichtdicke von 10 μm vor. Hier wurde noch zusätzlich bei 100°C und 300°C gemessen (siehe Abbildung 39). Mit den zusätzlichen Kurven lässt sich ersehen, dass mit dem Übergang von 100°C zu 200°C das stärkste Absinken der Bruchdehnung auftritt. Damit liegt nahe, dass in diesem Temperaturbereich ein bei Raumtemperatur noch nicht auftretender Verformungsmechanismus aktiviert wird.

6. Ergebnisse

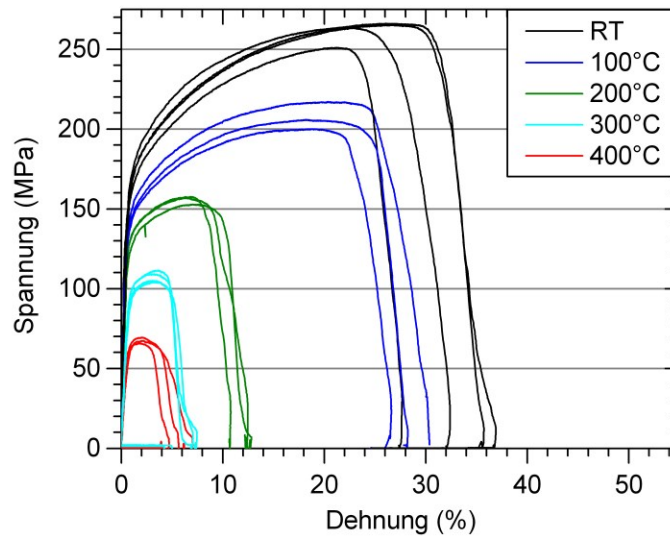


Abbildung 39: Die temperaturabhängigen Messungen an 10 µm dicken Proben des Typs A.

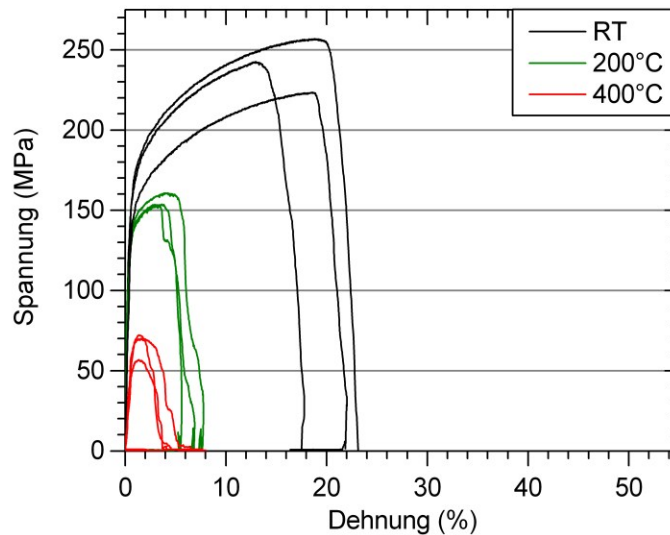


Abbildung 40: Die temperaturabhängigen Zugkurven an 5 µm dicken Proben des Typs A.

Der bei den bereits vorgestellten Probendicken gemessene Effekt wurde auch bei einer 5 µm dicken Proben bestätigt (siehe Abbildung 40). Diese starke Abnahme der Duktilität mit steigender Temperatur ist äußerst unerwartet, wenn man allein Versetzungsmechanismen als Ursache für die Materialverformung annimmt. Die in Abbildung 41 und Abbildung 42 gezeigten REM-Aufnahmen von Zugversuchen an 5 µm und 20 µm dicken Proben des Typs A bei den Temperaturen 200°C und 400°C legen den Grund für dieses Materialverhalten offen; mit zunehmender Temperatur bilden sich Risse an den Korngrenzen. Die Risse entstehen dabei über die ganze Probenfläche verteilt. Die Probe kann dann nicht mehr stark plastisch verformen und versagt ohne vorherige Einschnürung bei geringer Dehnung.

6. Ergebnisse

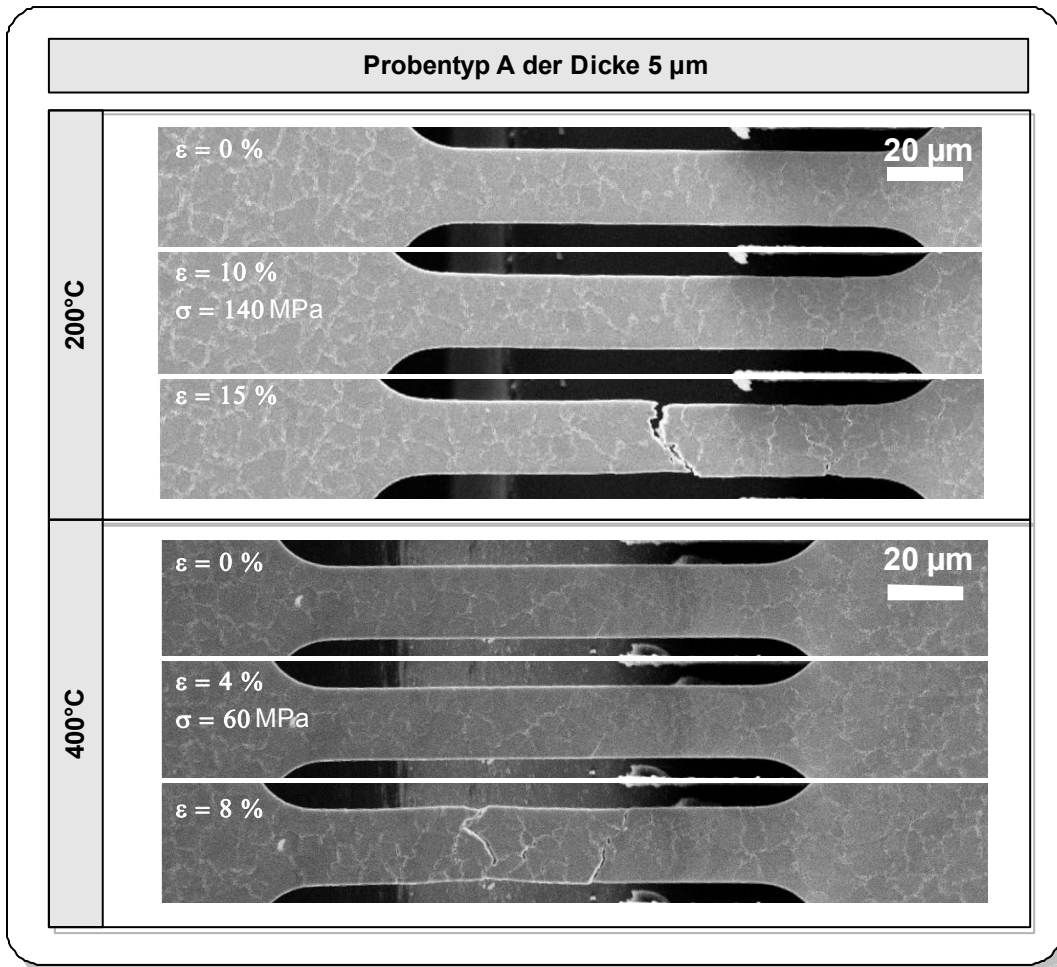


Abbildung 41: Zugversuche bei 200°C und 400°C an Proben des Typs A mit der Dicke 5 µm. Hier wird das spröde Hochtemperaturbruchverhalten sichtbar, das für das starke Absinken der Bruchdehnung mit höherer Temperatur verantwortlich ist.

In Abbildung 43 sind Detailausschnitte einer 5 µm dicken Zugprobe, die bei 200°C getestet wurde, abgebildet. In der REM-Aufnahme vor dem Versuch (Abbildung 43(a)) sind einige Korngrenzen anhand ihrer Vertiefungen der Oberfläche erkennbar. Nach dem Zugversuch lassen sich die entstandenen Risse damit eindeutig zu Korngrenzen zuordnen. Dies bestätigt die plausible Annahme, dass sich die Risse entlang von Korngrenzen bilden.

6. Ergebnisse

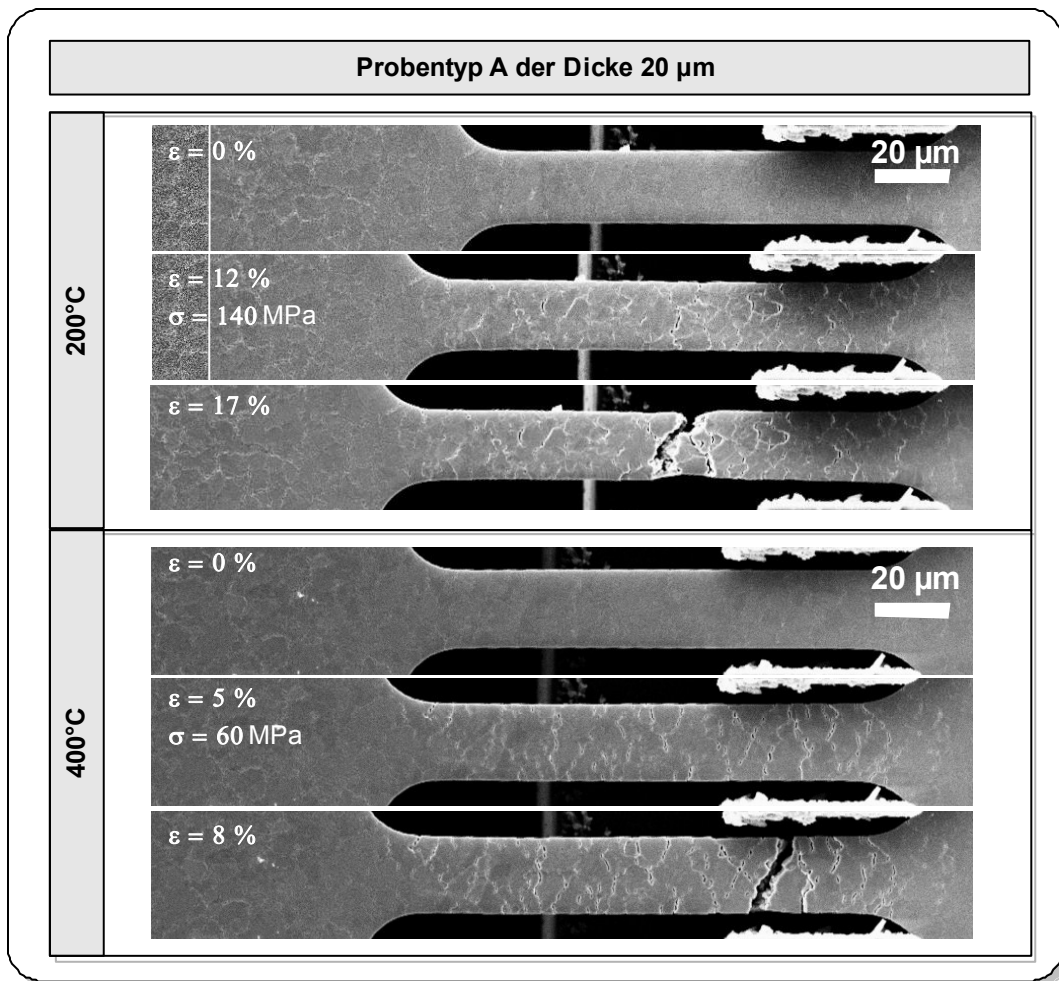


Abbildung 42: Zugversuche bei 200°C und 400°C an Proben des Typs A mit der Dicke 20 µm.

Im Detail ist zu den Experimenten an Proben des Typs A noch erwähnenswert, dass zwar bei Versuchstemperaturen ab 200°C ein sehr abrupt ablaufender Abfall der mechanischen Spannung bei etwa 5% Dehnung vonstatten geht, die Probe jedoch nicht komplett entlang der Korngrenzen gespalten wird; die Probe kann noch immer eine Gegenkraft entgegenbringen, die auf zunächst noch verbleibende Verbindungspunkte schließen lässt, die dann erst in der Folge brechen.

6. Ergebnisse

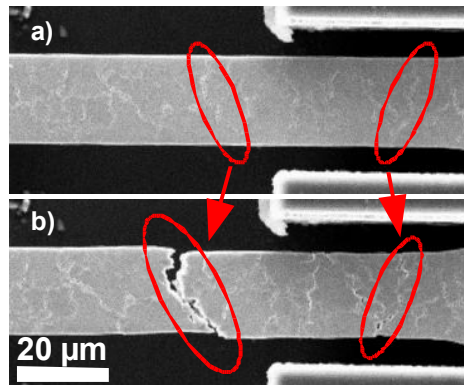


Abbildung 43: Detailuntersuchung einer 5 µm dicken Zugprobe des Typs A, die bei 200°C getestet wurde. Vor dem Versuch (a) lassen sich bereits einige Korngrenzen in der REM-Aufnahme aufgrund ihrer Einfurchungen der Oberfläche erkennen, deren Öffnung dann zum Versagen der Probe führt (b).

Mit den bei der Probendicke von 10 µm vorliegenden zusätzlichen Messtemperaturen kann der Übergang von duktilem zu sprödem Bruchverhalten genauer untersucht werden. In Abbildung 44 wird zunächst ebenfalls das duktile Verformungsverhalten bei Raumtemperatur bestätigt. Bei 100°C ist noch über die gesamte Probenoberfläche eine wellige Aufwölbung zu beobachten. Die Probe zeigt auch bei dieser Temperatur deutliche Einschnürung. Anders als bei Raumtemperatur, bilden sich jedoch kleine Öffnungen an der Probenoberfläche, die schließlich zur Rissentstehung und dem Bruch der Probe führen. Unmittelbar vor dem Bruch wird dabei das gegenseitige Abrutschen der beiden Probenhälften beobachtet, ein Anzeichen für Verschiebungen einzelner Kristallite entlang ihrer Korngrenzen. Bei dieser Temperatur ist demnach ein Übergangsbereich zwischen sprödem und duktilem Bruch gegeben.

6. Ergebnisse

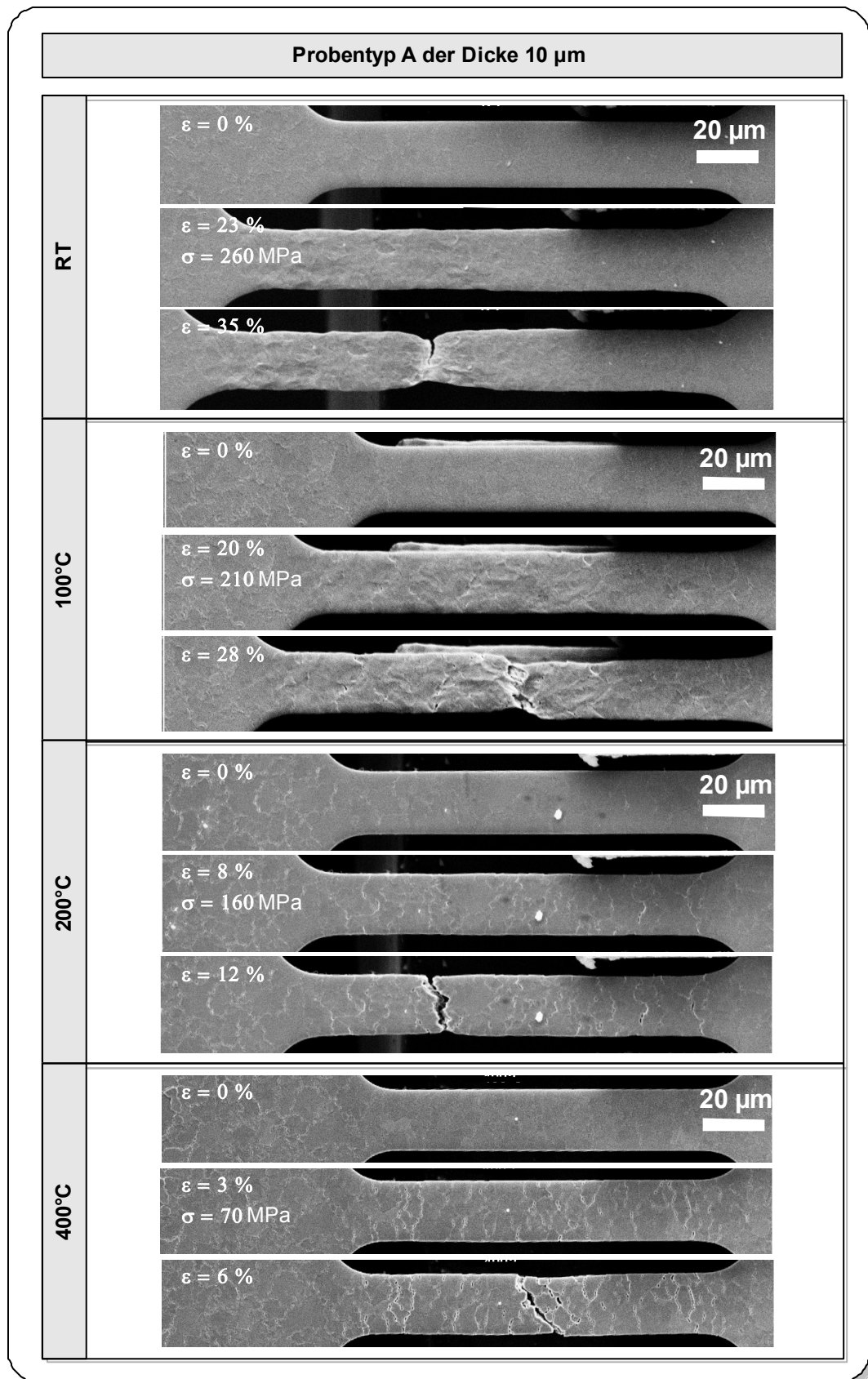


Abbildung 44: Die Temperaturabhängigkeit des Bruchverhaltens von 10 μm dicken Proben des Typs A.

6. Ergebnisse

Bei 200°C bilden sich über die ganze Probe verteilt Risse. In der Folge bricht die Probe dann entlang der Korngrenzen, so wie bereits in Abbildung 41 beobachtet. Abgesehen von diesen Effekten bleibt die Probenoberfläche glatt. Die Kupfer-Kristallite scheinen also keine intensive plastische Verformung zu erfahren, da schon vor der dazu nötigen Dehnung die Korngrenzen versagen.

Des Weiteren wurden Messungen durchgeführt, die die Reversibilität der beobachteten Hochtemperatur-Sprödigkeit belegen. Dazu wurden Versuche an einer Probensequenz auf demselben Chip durchgeführt. Der erste Versuch bei Raumtemperatur ergab das beschriebene duktile Bruchverhalten. Die benachbarte Probe zeigte bei dem folgenden Zugversuch bei 400°C sprödes Bruchverhalten entlang der Korngrenzen. Nach Abkühlen des gesamten Chips zeigte ein Zugversuch bei Raumtemperatur an einer weiteren Probe erneut duktilen Verhalten, wobei die Zugkurve eine gute Übereinstimmung mit der zuvor aufgenommenen Raumtemperaturmessung zeigte. Bei der erhöhten Temperatur tritt also eine Schwächung der Korngrenzen ein, die jedoch mit Abkühlung auf Raumtemperatur wieder vollständig aufgehoben wird.

Das in diesem Abschnitt beschriebene Materialverhalten ist für reines Kupfer äußerst unerwartet, so dass hier der Einfluss von Verunreinigungen vermutet werden kann. Insbesondere aus diesem Grund ist ein Vergleich zu den folgenden Messungen an Proben des Typs B interessant, da diese Proben nach Abschnitt 6.1.3 eine geringere Fremdstoffkonzentration aufweisen.

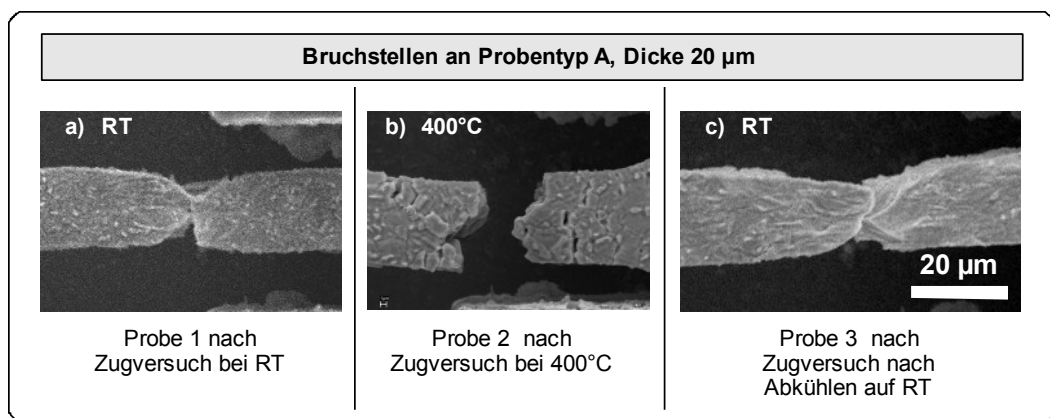


Abbildung 45: Zugversuche an 3 Proben desselben Chips (Typ A, 20 µm Dicke. Abweichend von der Beschreibung in Abschnitt 5.2.5 wurde hier die Ätzung des Cu-seed layers von der Probenoberseite vorgenommen. Die Probenoberfläche ist daher durch Ätzangriff aufgeraut)

6.2.4.2. Proben des Typs B

Die temperaturabhängigen Messungen an Proben von 20 μm Schichtdicke des Typs B sind in Abbildung 46 dargestellt. Bei diesen Proben nimmt die Korngröße mit der Schichtdicke zu, bei 20 μm dicken Proben reichen einige Körner über die ganze Probenbreite (siehe Abschnitt 6.1.2).

Wie bei den Proben des Typs A ist auch hier zu sehen, dass die erreichten Spannungswerte mit zunehmender Temperatur geringer werden, die benötigte Spannung zum Einsetzen der plastischen Verformung bei geringer Dehnung zeigt hier aber eine vergleichsweise moderate Temperaturabhängigkeit. Die Bruchdehnungswerte von mehr als 30% werden bei diesen Proben auch noch bis zur maximal untersuchten Temperatur beobachtet; im Unterschied zu den Proben des Typs A tritt hier also kein starkes Absinken der Bruchdehnung auf.

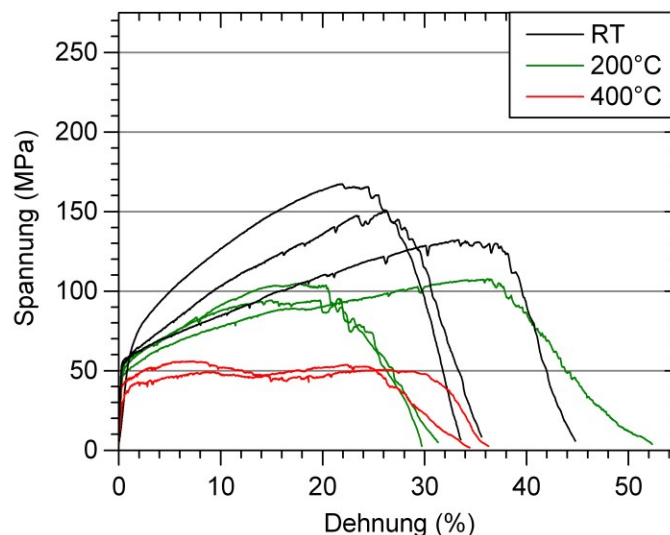


Abbildung 46: Die temperaturabhängigen Zugkurven zu Proben der Dicke 20 μm . Bei 400°C zeigen die Kurven nur noch eine geringe Verfestigung, so dass nach Einsetzen der plastischen Verformung die nominelle Spannung nur noch geringfügig steigt.

Die zuvor bei Raumtemperatur beobachtete Streuung der Messkurven ist auch bei 200°C deutlich ausgeprägt; die plastischen Verformung setzt bei deutlich unterschiedlichen Spannungen ein und das Verfestigungsverhalten weist eine deutliche Streuung auf, so dass sich folglich eine Streuung der maximalen Spannung sowie der Bruchdehnung ergibt. Außerdem lassen sich wieder Spannungsabfälle in Form von Zacken in den Zugkurven beobachten.

Bei 400°C zeigen die Kurven eine nur noch sehr geringe Verfestigung; nach dem Einsetzen der plastischen Verformung steigt die zur Dehnung nötige nominelle

6. Ergebnisse

Spannung nur noch geringfügig. Die sehr flach verlaufenden Kurven zeigen demnach auch gute Übereinstimmung. Die Zahl der Spannungsabfälle, beobachtet in Zacken in der Kurve, ist deutlich geringer.

Zugkurven zu Messungen an der Schichtdicke von 10 μm bei allen fünf verwendeten Temperaturwerten sind in Abbildung 47 dargestellt. Anders als bei der Schichtdicke von 20 μm ist hier die Streuung in der Verfestigung bei jeder Temperatur sehr gering. Außerdem werden bis 200°C keine Spannungseinbrüche beobachtet. Bereits ab 300°C zeigen die Messungen nur noch eine geringe Verfestigung, sie verlaufen zudem weniger kontinuierlich. Des weiteren treten bei einigen Zugkurven ausgeprägte Spannungsminima auf.

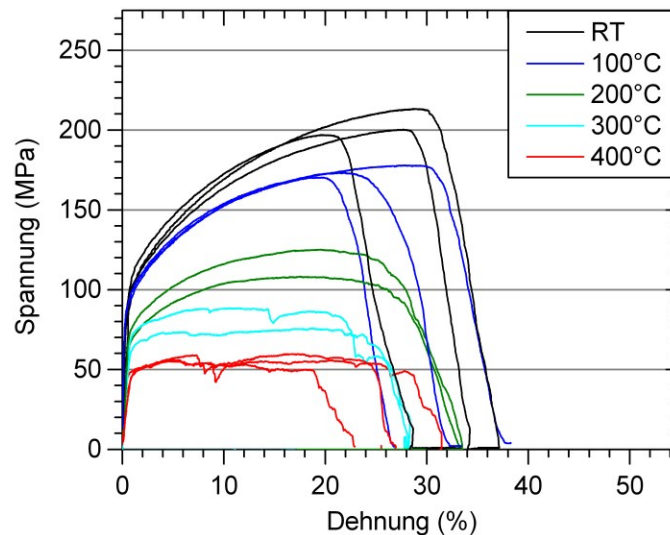


Abbildung 47: Die temperaturabhängigen Messungen an 10 μm dicken Proben des Typs B.

Die temperaturabhängigen Messungen an Proben des Typs B mit 5 μm Dicke sind in Abbildung 48 dargestellt. Zu betonen ist, dass diese Proben eine sehr ähnliche Mikrostruktur wie die Proben des Typs A derselben Dicke aufweisen. Daher ist bei dieser Probendicke insbesondere ein Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Materialien bei vergleichsweise geringem Einfluss der Korngröße möglich. Aus den Messdaten in Abbildung 48 wird der gravierende Unterschied augenfällig; die erreichten Werte der Bruchdehnung unterliegen nur geringem Temperatureinfluss.

6. Ergebnisse

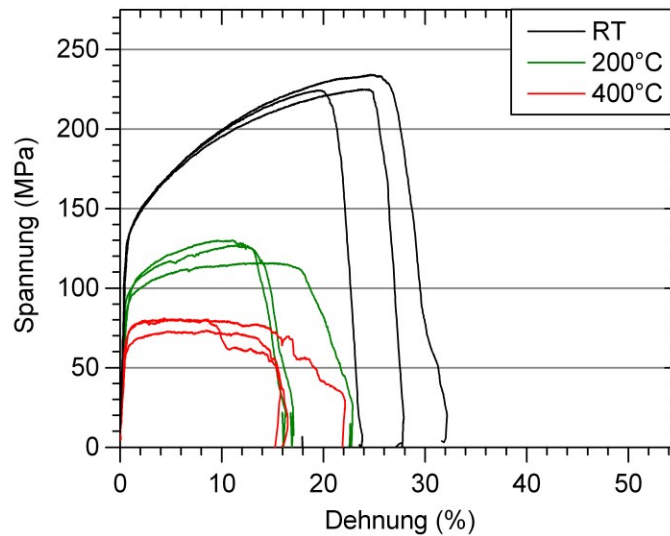


Abbildung 48: Die Messungen an Proben des Typs B der Dicke 5 μm .

Das temperaturabhängige Verformungsverhalten der Proben des Typs B soll nun mithilfe der REM-Aufnahmen studiert werden, die während den oben vorgestellten Messungen aufgezeichnet wurden. Abbildung 49 und Abbildung 50 zeigen dazu die Aufnahmen zu Versuchen an Proben der Dicke 5 μm und 20 μm bei den Temperaturen 200°C sowie 400°C. Bei 200°C ist bei diesen Proben noch eindeutig duktiler Verhalten zu beobachten. Bei 400°C bilden sich jedoch auch bei diesem Material Risse, es wird aber eindeutig noch plastische Verformung in den Kristalliten beobachtet. Zudem tritt hier ein Abrutschen der Körner entlang ihrer Korngrenzen auf (engl. *grain boundary sliding*).

Dieses Verhalten unterscheidet sich deutlich von den Beobachtungen an Proben des Typs A. Das duktile Materialverhalten bleibt im gesamten Temperaturbereich erhalten, eine Schwächung der Korngrenzen wird erst bei 400°C beobachtet. Zudem ist ein scharfer Bruch entlang von Korngrenzen im gesamten Temperaturbereich nicht aufgetreten.

6. Ergebnisse

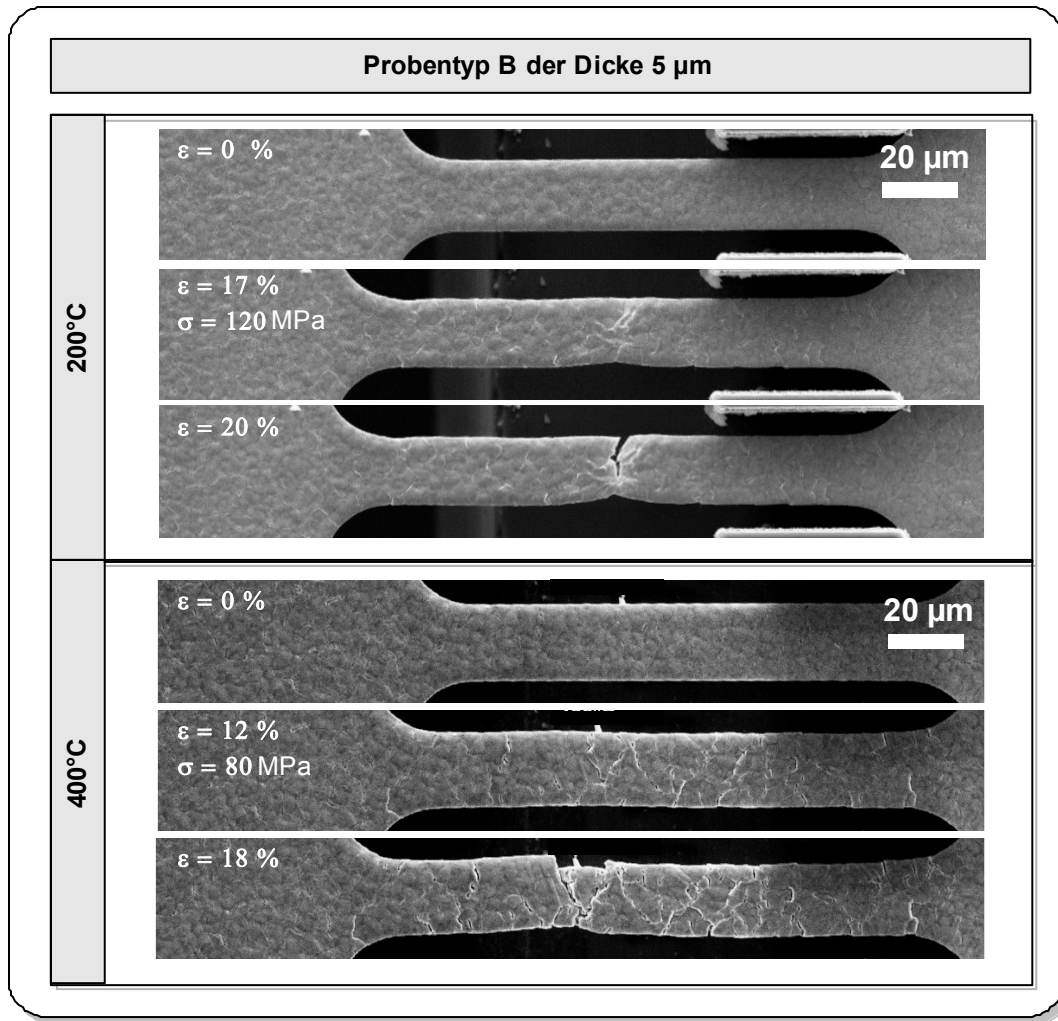


Abbildung 49: REM-Aufnahmen während Hochtemperatur-Zugversuchen an Proben des Typs B der Dicke 5 µm bei 200°C und 400°C.

Bei 20 µm dicken Proben des Typs B zeigt sich in Abbildung 50 bei 200°C zunächst ein ähnliches Verformungsverhalten wie bei Raumtemperatur; die plastische Verformung verteilt sich über die gesamte Probe, die kombinierte Verformung der wenigen großen Körner führt zur Verbiegung der Probe. Schließlich bilden sich ausgeprägte Gleitbänder auf der Probenoberfläche und der Bruch entsteht durch das vollständige Abgleiten des schwächsten Bereichs.

6. Ergebnisse

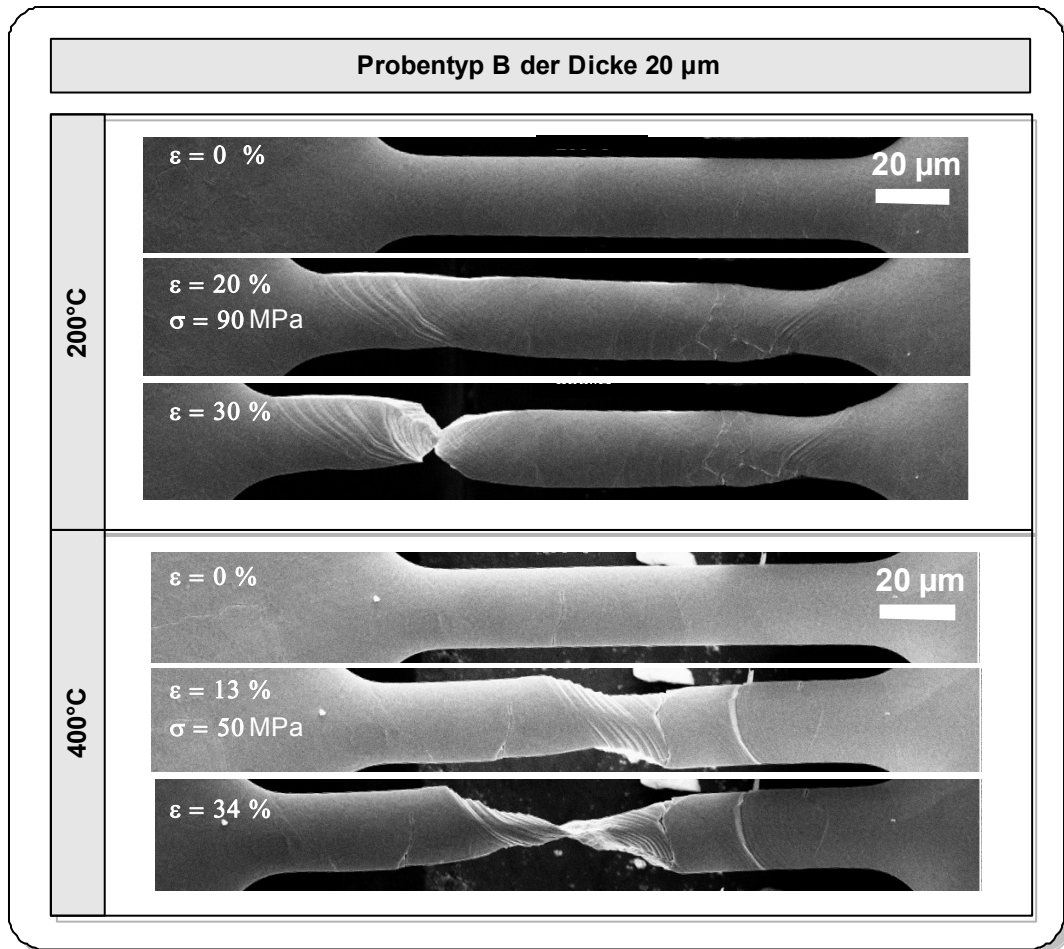


Abbildung 50: REM-Aufnahmen während Hochtemperatur-Zugversuchen an Proben des Typs B der Dicke 20 µm bei 200°C und 400°C.

Bei 400°C zeigte sich bei beiden untersuchten Proben eine strikte Konzentration der plastischen Verformung in einem Probenbereich. Dabei bilden sich zunächst einige Gleitbänder, die die ganze Breite der Probe queren. Damit gleiten nun zwei Teile der Probe gegeneinander ab, die damit eine Lateralbewegung erfahren. Die nur entlang der Zugachse bewegliche Proben-Einspannung kann dieser Bewegung nicht folgen, so dass sich die Probenhälften gegeneinander aufbiegen. In der Folge wird der Bereich an dem die Abgleitung stattfindet zu einer Rotation gezwungen, was deutlich an der Drehung der Gleitbänder in Richtung der Zugachse beobachtet werden kann. Bei der weiteren Dehnung entstehen neue Gleitbänder innerhalb des bereits eingeschnürten Bereichs. Die Einschnürung setzt sich stetig fort, so dass die Probe schließlich bis zu ihrem Versagen verjüngt wird.

6. Ergebnisse

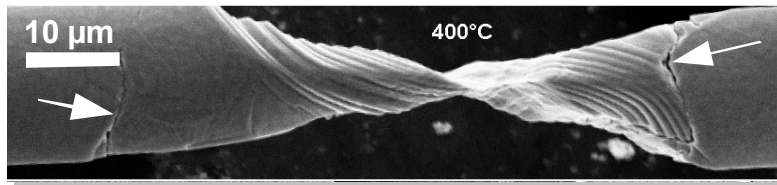


Abbildung 51: Dieser Detailausschnitt einer bei 400°C verformten Probe des Typs B mit 20 μm Dicke zeigt einerseits die entstandene Einschnürung durch Abgleiten entlang einzelner Kristallebenen. Außerdem lassen sich auch hier feine Risse in der Probe ausmachen (durch Pfeile markiert).

Wie in Abbildung 51 zu sehen, entstehen auch bei dieser Schichtdicke feine Risse in der Probe. Diese tragen jedoch nicht wesentlich zur Verformung bei; ein Abgleiten einzelner Kristallbereiche entlang von Korngrenzen wurde hier nicht beobachtet.

Abbildung 52 zeigt das Verformungsverhalten von Proben des Typs B mit 10 μm Dicke bei vier verschiedenen Temperaturwerten. Bei den Messungen bei 200°C fällt im Vergleich zu Raumtemperatur auf, dass sich bereits Erhebungen der Probenoberfläche an Korngrenzen bilden. Das Bruchverhalten bleibt jedoch bis 300°C duktil, die Proben versagen nach starker Einschnürung. Erst bei 400°C wird vermehrt das Öffnen von Rissen entlang von Korngrenzen beobachtet, so dass die Einschnürung vor dem Bruch geringer ausgeprägt ist. Die Proben zeigen jedoch noch stets starke plastische Verformung, wie anhand ausgeprägter Gleitbänder zu beobachten ist.

6. Ergebnisse

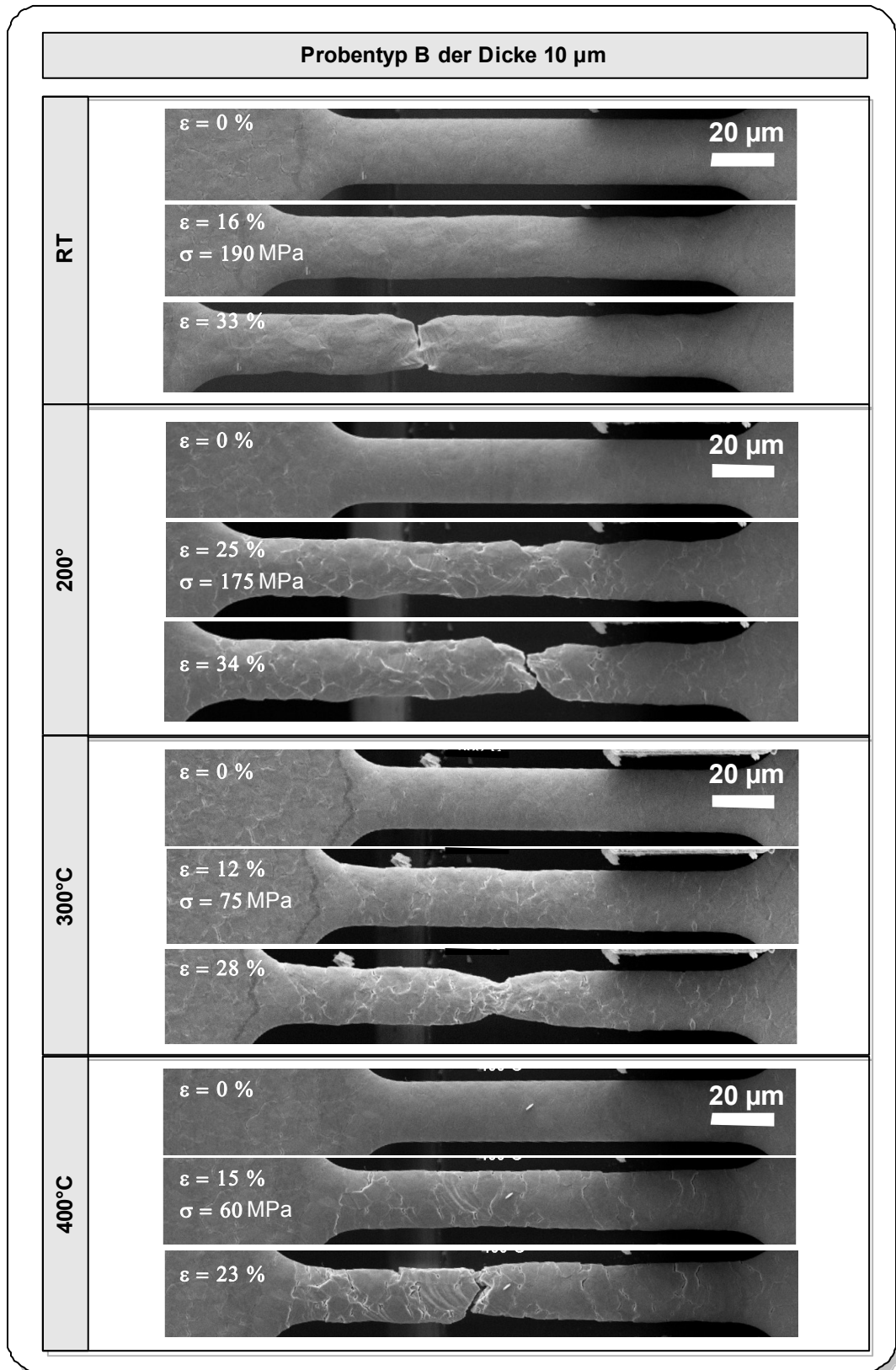


Abbildung 52: Die Temperaturabhängigkeit des Verformungsverhaltens der Proben des Typs B mit 10 μm Dicke.

6.2.5. Korrelation von Schmidfaktorverteilung und Verformungslokalisation

Im Folgenden sollen die REM-Aufnahmesequenzen zu den vorgestellten Zugversuchen mit der aus den EBSD-Daten ermittelten lokalen Schmidfaktorverteilung an der Probenoberfläche vor dem Versuch korreliert werden (siehe Abschnitt 4.2). Wir beschränken uns dabei auf die Proben der Dicke 20 μm des Typs B. Die Auswertungen zu jeweils zwei Proben bei Raumtemperatur, 200°C und 400°C sind in Abbildung 53 dargestellt.

An beiden Raumtemperaturmessungen zeigen die Proben einen feinkörnigen Bereich (siehe Abbildung 53(a) und (d)), der während des Versuchs auch tatsächlich nur geringfügig verformt; die starke plastische Verformung mit Bildung ausgeprägter Gleitbänder ist in großen Körnern mit hohem Schmid-Faktor konzentriert.

Die beiden bei 200°C getesteten Proben, zeigen jeweils über weite Bereiche sehr ähnliche Werte für den Schmidfaktor. Im Zugversuch wird eine über die gesamte Probe verteilte plastische Verformung beobachtet, bevor eine starke Lokalisierung und Bruch der Probe eintritt. Erstaunlich ist bei dem in Abbildung 53 (g-i) dokumentierten Versuch, dass auf der rechten Probenseite ein Bereich mit vergleichsweise geringem Schmidfaktor erheblich deformiert wird. In diesem Bereich sind daher Versetzungsquellen zu vermuten, die beispielsweise aufgrund ihrer Größe trotz der ungünstigeren Lage der Kristallebene aktiviert werden konnten. Für detaillierte Aussagen über den Verformungsmechanismus wären jedoch EBSD-Aufnahmen im Verlauf des Zugversuchs, zumindest nach Beendung des Experiments nötig.

Wie bereits oben besprochen, wird bei 400°C keine Verteilung der Verformung über die gesamte Probe beobachtet, stattdessen läuft die Verformung stark lokalisiert ab. Die lokalisierte Verformung tritt stets in Bereichen mit hohem Schmidfaktor ein.

6. Ergebnisse

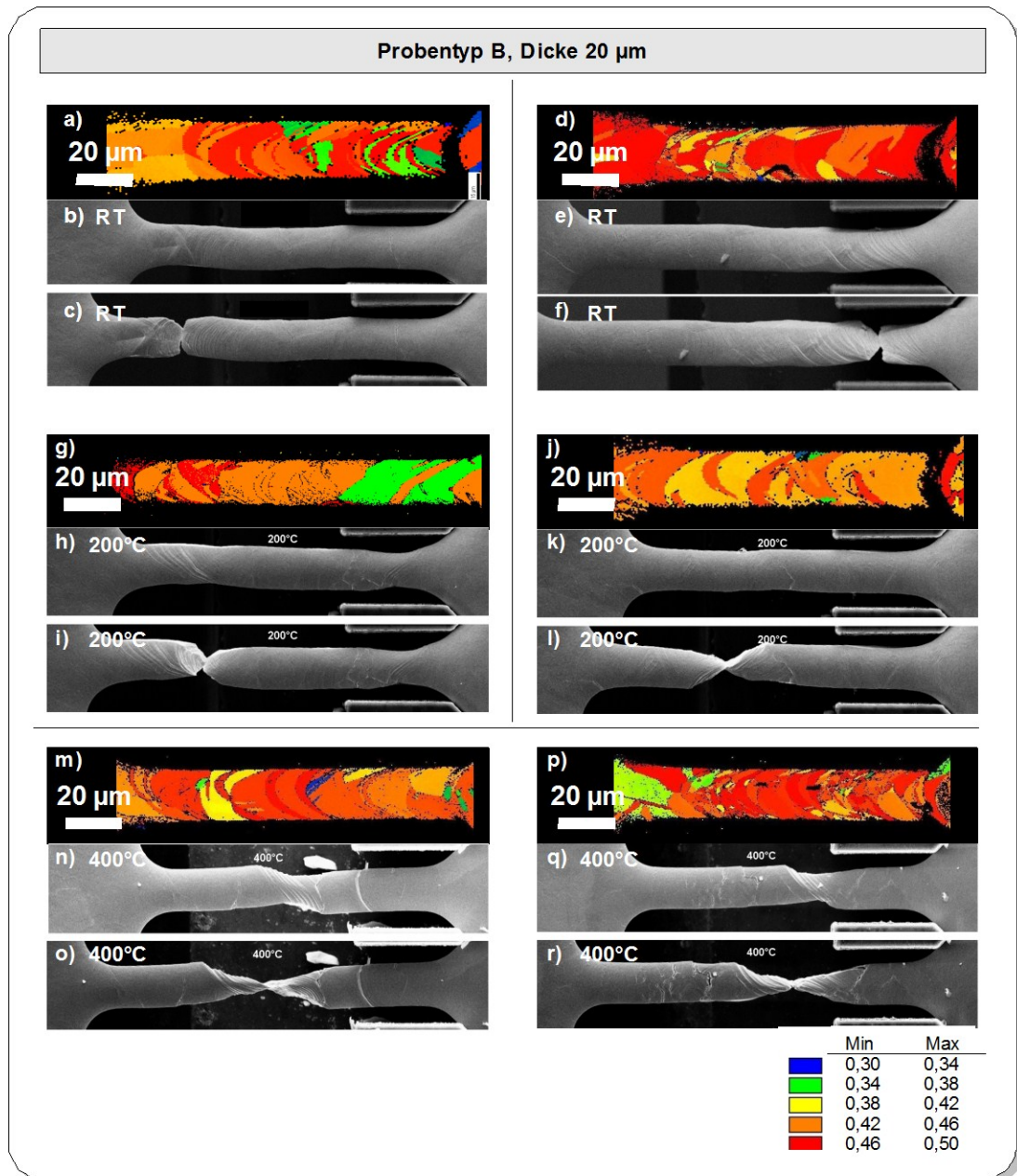


Abbildung 53: Proben der Dicke 20 μm des Typs B, aufgenommen während Zugversuchen bei unterschiedlichen Temperaturen zusammen mit der jeweiligen Verteilung der Schmid-Faktoren an der Probenoberfläche vor dem Zugversuch. Bei den Raumtemperatur-Zugversuchen (a-c) und (d-f) sind stets große Körner mit hohem Schmid-Faktor durch Bildung von Gleitbändern zu beobachten. Bereiche mit feinen Körnern dagegen bleiben nahezu unverformt. Die bei 200°C getesteten Proben (Abbildungen (g-i) und (j-l)) zeigen weite Bereiche mit sehr ähnlichem Schmid-Faktor (in Farbe Orange). Die Verformung verlief dabei zunächst über weite Teile der Probe verteilt. In (g-i) ist erstaunlich, dass auch ein Bereich mit relativ geringem Schmid-Faktor stark verformt (Farbe Grün). In den Experimenten bei 400°C (m-o) und (p-r) läuft die Verformung jeweils stark lokalisiert in einem großen Korn mit hohem Schmidfaktor ab.

7. Diskussion

Im folgenden Abschnitt werden die zuvor vorgestellten Messdaten detailliert analysiert und die Einflüsse der Probeneigenschaften wie Dicke, Mikrostruktur und chemischer Reinheit, sowie der Versuchstemperatur diskutiert. Dazu wurden aus den gemessenen Zugkurven die temperaturabhängigen Parameter Tangentenmodul im elastischen Bereich, Bruchdehnung, Fließgrenze, und Zugfestigkeit ausgewertet.

In einer Gegenüberstellung mit temperaturabhängigen Zugversuchen aus der Literatur werden die in dieser Arbeit vorgestellten Daten sowohl mit makroskopischen Messungen als auch anderen miniaturisierten Experimenten verglichen. Dabei wird insbesondere analysiert, in welcher Hinsicht in makroskopischen Proben ermittelte Extrapolationsmethoden auch auf die Experimente an miniaturisierten Proben angewendet werden können.

7.1. Elastische Parameter

In Abbildung 54 sind Werte der Steigung im elastischen Bereich der Zugkurven für Proben des Typs A und B mit 10 μm Dicke dargestellt. Die Werte weichen sehr deutlich von Literaturwerten für den elastischen Modul von polykristallinem Kupfer ab (128 GPa bei Raumtemperatur [100]). Selbst mechanische Anisotropieeffekte in Verbindung mit der Schichttextur könnten diese Werte im Bereich von 25 GPa nicht mit den elastischen Parametern makroskopischer Kupferproben in Einklang bringen. Da in anderen miniaturisierten Experimenten (z.B. [101]) kein Einfluss der Probendimensionen auf das elastische Verhalten gemessen wurde, nehmen wir an, dass dieser Effekt durch Abweichungen in der Dehnungsmessung begründet ist. Diese ergeben sich wie in Abschnitt 5.4.4 beschrieben insbesondere dadurch, dass die Dehnung nicht an der Probe selbst ausgewertet wird, sondern aus der Messung der Querhauptverschiebung mit der Maschinensteifigkeit errechnet wird. Dies führt insbesondere bei der Bestimmung der geringen elastischen Dehnungen zu hohen Abweichungen, wie beispielsweise in [85] durch Vergleich der Wegbestimmung über die Bewegung der Probeneinspannungen und mittels Dehnmessstreifen demonstriert wird. Die Auflösung der elastischen Eigenschaften des Materials ist im Rahmen dieser Arbeit daher nicht möglich.

7. Diskussion

Des Weiteren sei an dieser Stelle auf den Anhang B verwiesen, in dem die Steigungswerte für alle verwendeten Probenvariationen dargestellt sind.

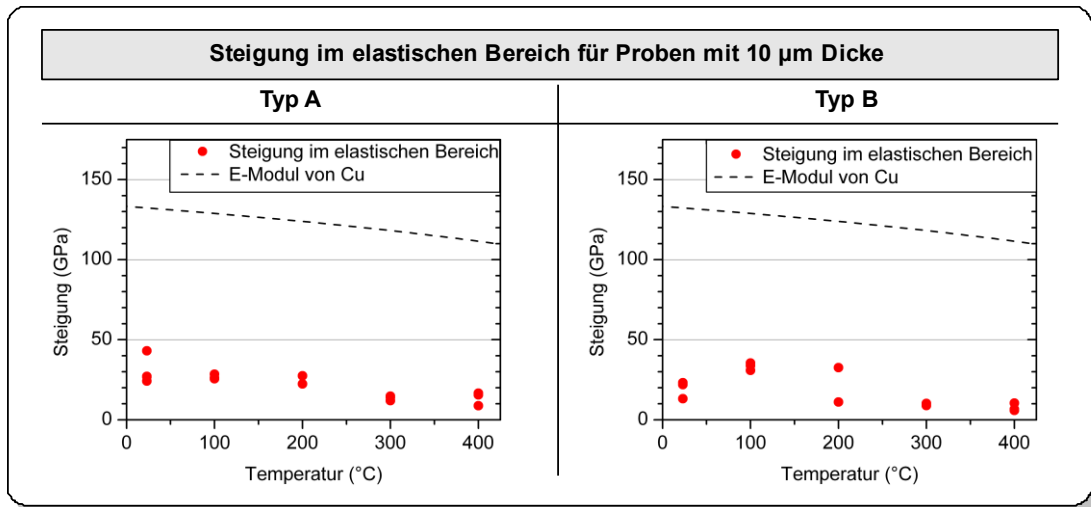


Abbildung 54: Die Werte des Tangentenmoduls im elastischen Bereich der Zugkurven für die Schichtdicke von 10 µm für beide Probentypen zusammen mit Literaturwerten für den temperaturabhängigen E-Modul von Cu [100]. Die Messwerte zeigen hohe Streuung und weichen deutlich von den Literaturwerten ab. Die verwendete Messmethode ist damit nicht für Aussagen über die Entwicklung des elastischen Verhaltens des Materials geeignet.

7.2. Zugkurven mikroskopischer und makroskopischer Proben

Ein Vergleich von Zugkurven mikroskopischer und makroskopischer Proben ist in Abbildung 55 gegeben. Darin werden die Kurven zu Proben des Typs A und B der Dicke 10 µm mit Messungen an massiven Kupferdraht-Proben aus [102] verglichen (Daten der dort verwendeten Proben: Durchmesser 760 µm, mittlere Korngröße 12 µm, Reinheit 99,999%, obere Grenze des Schwefelgehalts 1 ppm). Aus Gründen der Vergleichbarkeit zur Auftragung in [102] Auftragung wurden hier die Werte der wahren Spannung und wahren Dehnung verwendet (siehe Abschnitt 4.1).

7. Diskussion

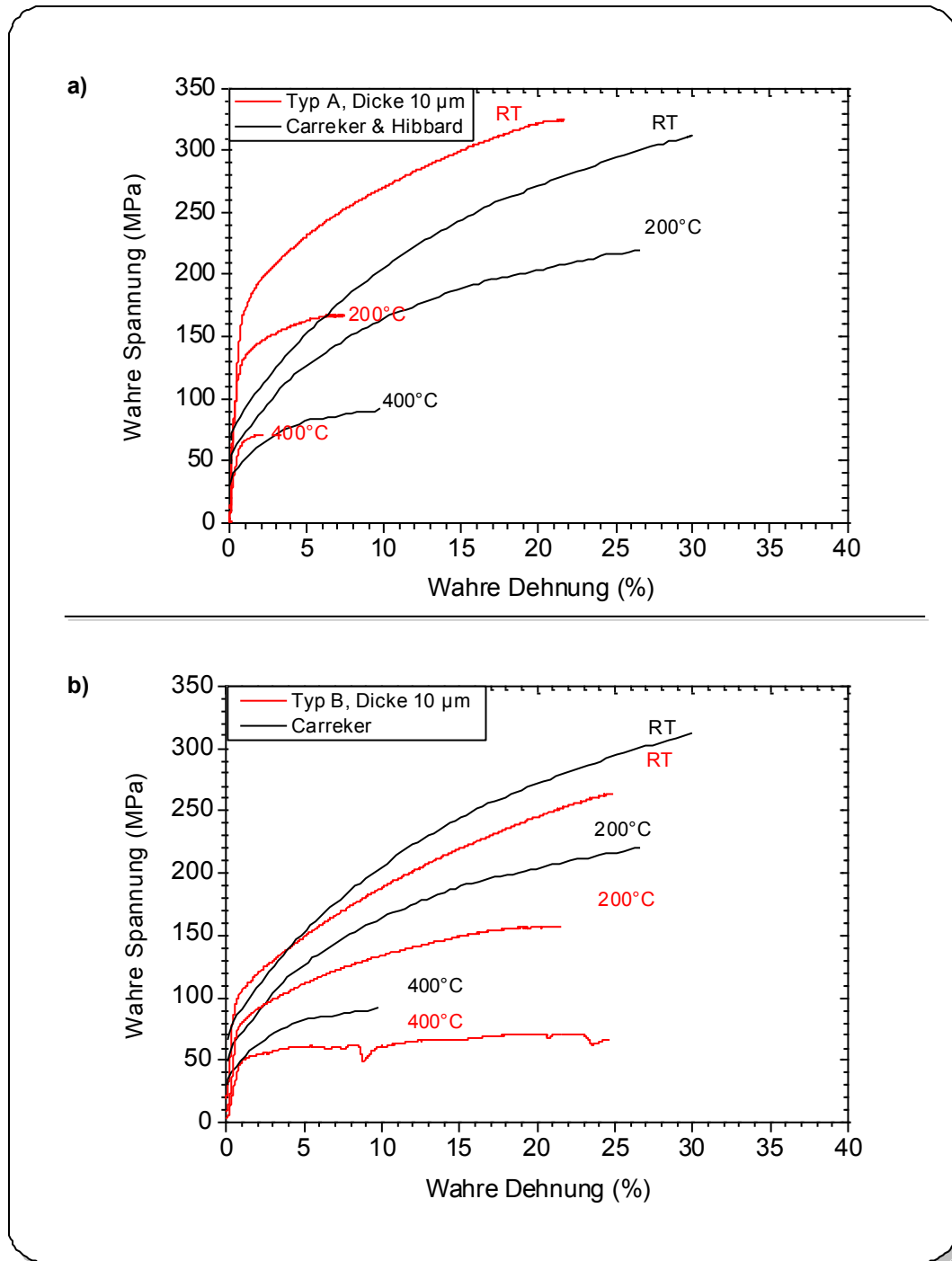


Abbildung 55: Spannungs-Dehnungskurven massiver Kupferdrähte (mittlere Korngröße 12 µm, Durchmesser 760 µm aus [102]) im Vergleich mit den Messungen an miniaturisierten Kupferproben aus dieser Arbeit: (a) Proben des Typs A der Dicke 10 µm mit 2,1 µm Korngröße, (b) Proben des Typs B der Dicke 10 µm mit 3,9 µm Korngröße.

Wir betrachten zunächst die Kurven bei Raumtemperatur in Abbildung 55a). Daran zeigt sich eine deutlich höhere Fließgrenze der mikroskopischen Probe, was mit der geringeren Korngröße zu erklären ist. In der Folge des Experiments verfestigen die

makroskopischen Proben mit den größeren Körnern deutlich stärker, so dass beim Bruch der Proben sehr ähnliche Spannungswerte vorliegen. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei hohen Dehnungen die Festigkeit der Proben durch das aufgestaute Versetzungsnetzwerk bestimmt wird, die Bedeutung der Korngrenzen für die Behinderung von Versetzungsbewegung nun also untergeordnet ist. Dies entspricht auch den in [102] vorgestellten Beobachtungen zu Proben mit unterschiedlicher Korngröße im Bereich von 12 μm bis 90 μm .

Auch bei den Hochtemperaturexperimenten zeigen die miniaturisierten Proben eine höhere Fließgrenze. Der weitere Kurvenverlauf der miniaturisierten Proben ist jedoch nun von der Hochtemperatursprödigkeit bestimmt, die zu einem frühzeitigen Bruch führt. Auch bei den makroskopischen Proben wurde laut [102] ein spröder Bruch entlang der Korngrenzen beobachtet, jedoch erst ab der Versuchstemperatur von 400°C.

In Abbildung 55(b) ist ein Vergleich derselben makroskopischen Experimente mit Messungen an Proben des Typs B der Dicke 10 μm vorgestellt. Daraus ergibt sich zunächst bei allen Temperaturen ebenfalls eine höhere Fließgrenze der mikroskopischen Proben, die auch in diesem Fall mit der geringeren mittleren Korngröße von 3,9 μm erklärt werden kann. Die mikroskopischen Proben verfestigen in diesem Fall aber so schwach, dass die erreichten Spannungswerte bei allen Temperaturen schon nach einigen Prozent Dehnung unter denen der makroskopischen Proben liegen. Insbesondere erreichen die makroskopischen Proben damit stets deutlich höhere Zugfestigkeitswerte. Dieses Phänomen kann dadurch erklärt werden, dass in dem Fall der miniaturisierten Proben eine hohe Anzahl von Körnern an den Probenrand grenzen. Versetzungen können somit das Material leichter verlassen; der Aufstauereffekt eines Versetzungsnetzwerks und die damit einhergehende Materialverfestigung sind demnach geringer. Ein solcher Effekt wird in der Arbeit von Chen und Ngan [103] an Silber beschrieben.

7.3. Temperaturabhängigkeit der Bruchdehnung

In Abbildung 56 sind die temperaturabhängigen Werte der Bruchdehnung für alle Probenvariationen aufgetragen.

7. Diskussion

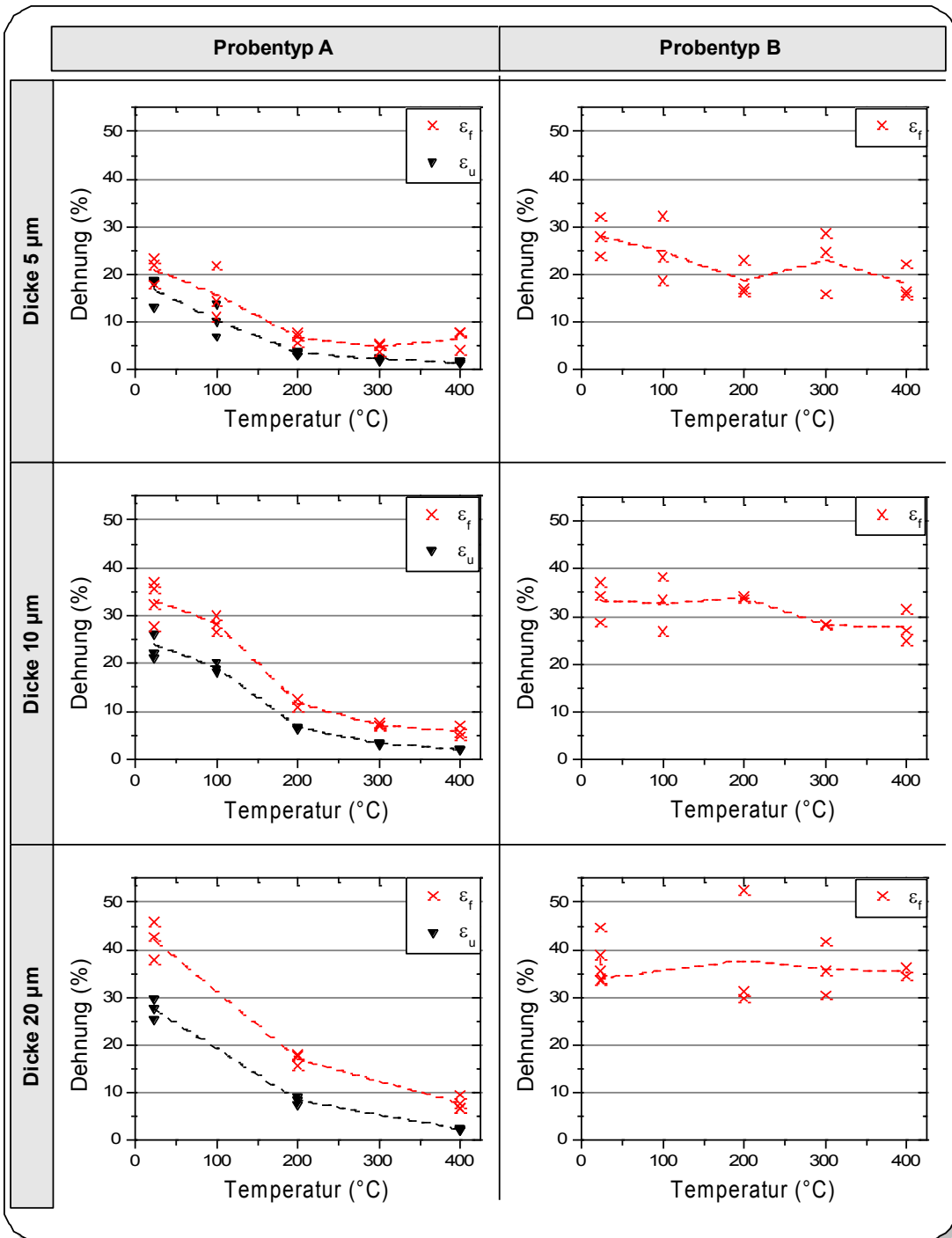


Abbildung 56: Die Temperaturabhängigkeit der Bruchdehnung ϵ_f für alle sechs Probenvariationen. Bei Proben des Typs A sind zum Vergleich zusätzlich die Werte der Gleichmaßdehnung ϵ_u aufgetragen. An Proben des Typs B wurde die Gleichmaßdehnung nicht aufgetragen, da aufgrund der mehrfachen Spannungsmaxima bei Zugversuchen ab 300°C die direkte Vergleichbarkeit dieses Wertes nicht gegeben ist.

Die Werte zu allen Proben des Typs A zeigen dabei eine deutliche Abnahme mit steigender Temperatur. Zu dieser bereits an den Zugkurven in Abschnitt 6.2.4.1 festgestellten Tendenz, wird hier an Proben der Dicke 10 μm zusätzlich das abrupte

7. Diskussion

Absinken der Messwerte zwischen 100°C und 200°C deutlich. In diesem Temperaturbereich vollzieht sich ein reversibler Übergang von duktilem zu sprödem Materialverhalten, bei dem die Stabilität der Korngrenzen erheblich reduziert wird. Dieses Verhalten legt die Annahme einer Korngrenzenbelegung mit Fremdstoffen aufgrund von Segregationseffekten nahe.

An Proben des Typs B wird dagegen kein eindeutiger Effekt der Temperatur auf die Bruchdehnung beobachtet. Die bei den Hochtemperatur-Zugversuchen an diesen Proben beobachtete vereinzelte Bildung von Rissen entlang von Korngrenzen (siehe Abschnitt 6.2.4.2) bewirkt also keine wesentliche Reduktion der Duktilität. Besonders zu betonen ist, dass dies auch für die Proben der Dicke 5 µm gilt, die gemäß Abschnitt 6.1.2 eine sehr ähnliche Mikrostruktur wie alle Proben des Typs A aufweisen. Mit der oben angeführten Annahme von Segregationseffekten im Fall von Proben des Typs A, schließen wir deshalb auf eine deutlich geringere Konzentration der dafür verantwortlichen Verunreinigungselemente in Proben des Typs B.

Eine Vermutung über die Ursache des Segregationseffekts ist anhand der chemischen Analyse aus Abschnitt 6.1 möglich. Die Messung an einer mit Elektrolyt A hergestellten Schicht zeigt eine deutlich höhere Konzentration von S und Cl als die Messung an einer Schicht des Typs B. Die Literaturquelle [104] beschreibt für schmelzmetallurgisch hergestelltes Cu das Auftreten von Korngrenzensprödigkeit ab einer Schwefelkonzentration von 18 ppm. Dies stützt die Vermutung, dass auch in unserem Fall die Anwesenheit von S, insbesondere mit der vor den Versuchen angewendeten Temperaturbehandlung bei 400°C, die Schwächung der Korngrenzen verursacht. Dabei ist nur in Proben des Typs A der Schwefelgehalt hoch genug, um unter den untersuchten Bedingungen ein Materialversagen durch Bruch entlang der Korngrenzen hervorzurufen.

Für eine genaue Ursachenbestimmung muss jedoch auf ortsauflösende chemische Analyseverfahren zurückgegriffen werden. Da die mechanischen Parameter eines Materials bereits durch die Belegung von Korngrenzen durch monoatomare Lagen eines Fremdstoffs erheblich beeinflusst sein können [105]-[107], sind für eine solche Analyse Verfahren mit Ortsauflösung im atomaren Bereich nötig. Dafür sind insbesondere Atomsondenmessungen in Betracht zu ziehen.

7. Diskussion

In Abbildung 57 sind die Werte der Bruchdehnung aus den Messungen an Proben des Typs A und B mit 10 μm Dicke zusammen mit den Literaturwerten makroskopischer Proben aus zwei Quellen [100] und [102] eingezeichnet.

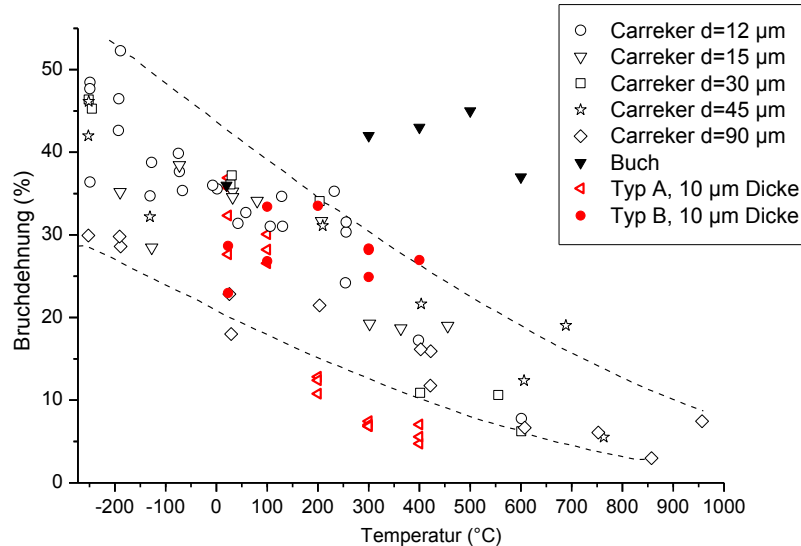


Abbildung 57: Die Bruchdehnung als Funktion der Temperatur mit den Daten makroskopischer Proben aus [100] und [102] sowie an Proben des Typs A und B mit 10 μm Dicke. Anmerkung: Anders als in Abbildung 55 sind hier Werte der technischen Dehnung aufgetragen.

In den Messungen aus [102] an Proben, deren Reinheit mit 99,999% spezifiziert ist, nimmt die Bruchdehnung mit steigender Temperatur ab. Die Daten aus Buch [100] zu elektrolytisch hergestellten Proben mit nicht spezifizierter Reinheit zeigen dagegen einen Anstieg der Werte bis 400°C. Dies dokumentiert, dass das Bruchverhalten unterschiedlicher Kupferproben deutlich variieren kann.

Die Werte zu den Proben des Typs A fallen bei steigender Temperatur deutlich stärker ab als die Literaturwerte aus [102]. Dies kann dadurch erklärt werden, dass bei diesen Proben schon bei geringeren Temperaturen sprödes Bruchverhalten beobachtet wird, als dies bei den Proben aus [102] der Fall ist. Die Messwerte an Proben des Typs B zeigen dagegen keine signifikante Abnahme der Bruchdehnung mit der Temperatur, liegen aber gut in dem Bereich der Streuung der Literaturwerte aus [102].

Aufgrund der hohen Streuung der verfügbaren Daten kann jedoch keine schlüssige Folgerung gezogen werden, ob die Messwerte eines der beiden miniaturisierten Probentypen mit der Temperaturabhängigkeit der makroskopischen Experimente aus [102] in Einklang liegen.

7.4. Dickenabhängigkeit der Bruchdehnung

Abbildung 58 zeigt die Abhängigkeit der Bruchdehnung von der Dicke beider Probenotypen bei Raumtemperatur, 200°C und 400°C. Bei Raumtemperatur und 200°C sind zudem noch die Werte der Gleichmaßdehnung aufgetragen, welche bei 400°C aufgrund mangelnder Vergleichbarkeit weggelassen wurden¹⁰.

Bei beiden Probenotypen wurde bei fast allen Temperaturen eine Zunahme der Dehnungswerte mit der Schichtdicke beobachtet. Dieser Effekt ergibt sich damit bei einer Vielzahl von Proben unterschiedlicher Mikrostruktur mit zudem unterschiedlichem Bruchverhalten (duktiler Einschnürung, Abgleiten einzelner Kristallbereiche bzw. spröder Korngrenzenbruch).

Dasselbe Ergebnis lieferten Zugversuche von Simons et al. [108] an gewalzten und temperaturbehandelten Cu-Folien (siehe Abbildung 59). Dabei wurden ebenfalls Proben unterschiedlicher Dicke getestet (von 10 µm bis 250 µm), deren Länge und Breite allerdings stets proportional zur verwendeten Dicke skaliert wurde. Dabei ergab sich ebenfalls eine Zunahme der Bruchdehnung mit der Probendicke. Ausgewählte Werte sind dazu in Abbildung 59 verglichen. In [108] wird zur Begründung dieser Abhängigkeit angeführt, dass Unebenheiten der Probenoberfläche bei dünnen Proben stärker ins Gewicht fallen; wird angenommen, dass alle Proben stets die gleiche Rauigkeit aufweisen, nehmen die dadurch bedingten prozentualen Dickenschwankungen mit abnehmender Probendicke zu. Die resultierenden Spannungsfuktuationen begünstigen damit die lokalisierte Verformung und Rissbildung. Gesicherte Aussagen über die Zusammenhänge zwischen Bruchdehnung und Probendicke lassen sich jedoch nur mittels detaillierter Untersuchung des Bruchverhaltens, insbesondere mit Auswertung der Bruchflächen treffen.

¹⁰ Das Auftreten mehrerer Maxima im Spannungs-Dehnungsdiagramm an Proben des Typs B bei 400°C, lässt hier keinen direkten Vergleich zu den betrachteten Werten zu, die einem einzigen Spannungsmaximum des Versuchs zugeordnet wurden.

7. Diskussion

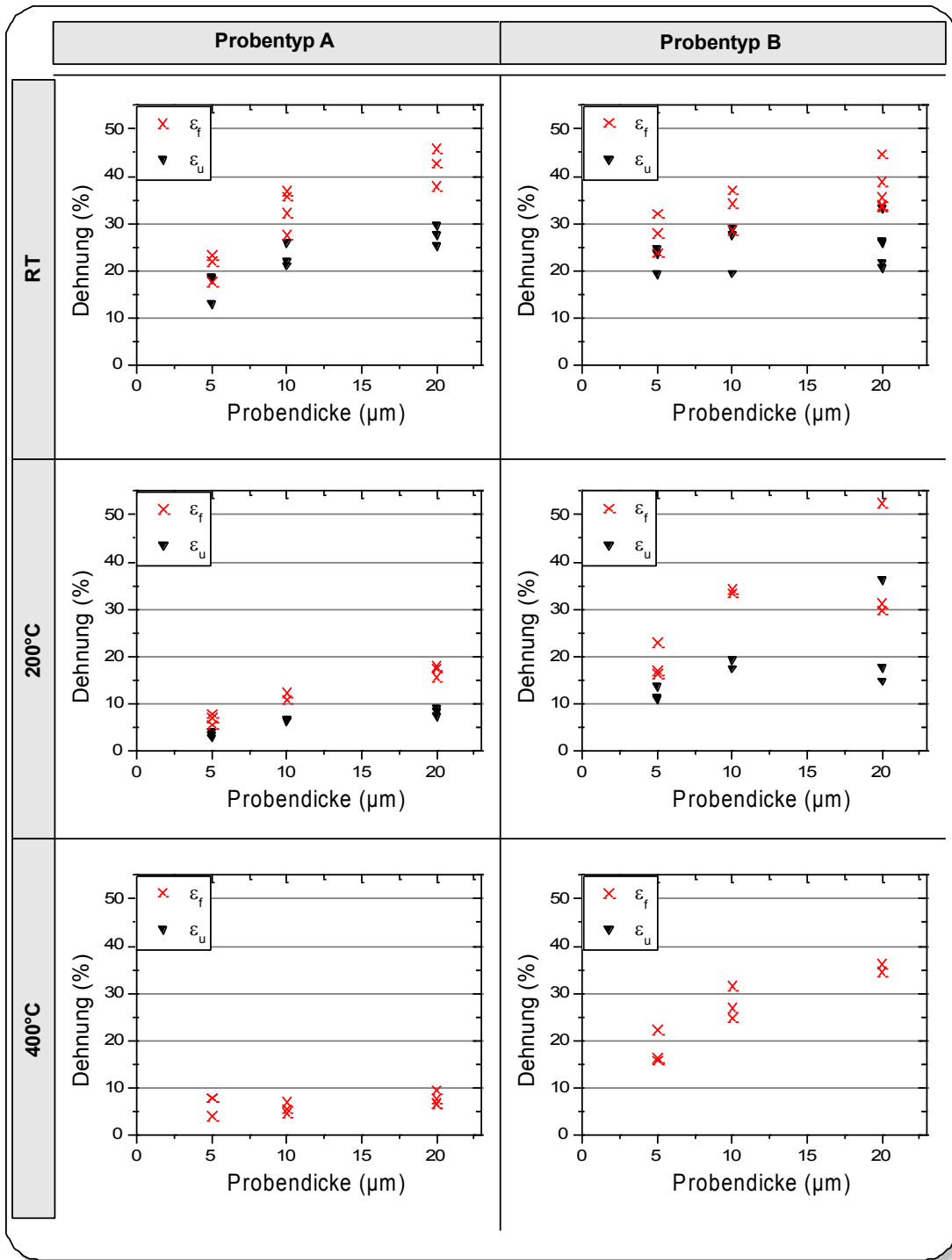


Abbildung 58: Der Zusammenhang von Probendicke und Bruchdehnung ϵ_f bzw. Gleichmaßdehnung ϵ_u für beide Probentypen bei Raumtemperatur, 200°C sowie 400°C. Die Werte der Gleichmaßdehnung wegen mangelnder Vergleichbarkeit bei 400°C nicht übernommen.

7. Diskussion

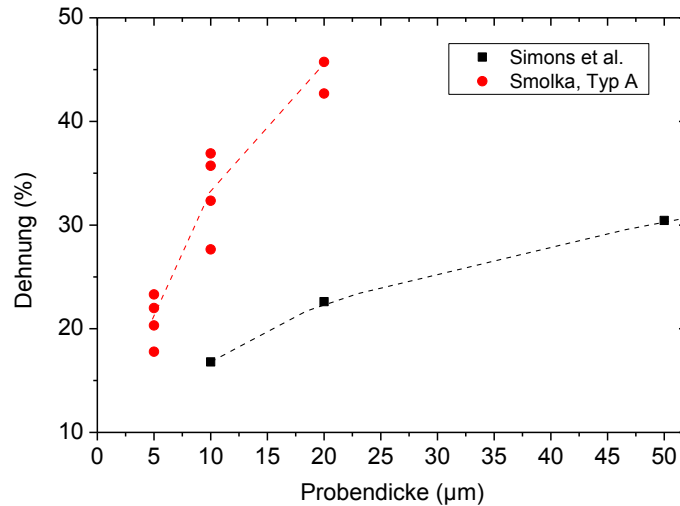


Abbildung 59: Werte der Raumtemperatur-Bruchdehnung in Abhängigkeit der Probendicke. Verglichen werden Proben des Typs A mit Folien aus gerolltem und wärmebehandeltem Kupfer aus [108].

Im Detail betrachten wir nun die Dickenabhängigkeit der Differenz zwischen Gleichmaßdehnung und Bruchdehnung in Abbildung 58. Damit ist angegeben, inwieweit die Dehnung nach dem Beginn von lokalisierter Verformung bzw. Rissbildung bis zum vollständigen Bruch der Probe gesteigert werden kann. Im Fall von Proben des Typs A zeigen die Werte der Bruchdehnung mit zunehmender Probendicke eine steigende Differenz zu den Werten der Gleichmaßdehnung. Kommt der Bruch durch duktile Einschnürung zustande, ist dieser Effekt wie folgt zu erklären; wie die Beobachtungen in Abschnitt 6.2.3.1 zeigen, nimmt die Größe des Bereichs der Einschnürung mit der Probendicke zu. Seine Dehnbarkeit bis zum Eintreten des vollständigen Bruchs nimmt in Bezug auf die Gesamtlänge der Probe daher ebenfalls zu.

Interessant ist insbesondere, dass dieser Effekt an Proben des Typs A auch dann beobachtet wird, wenn der Bruch nicht durch duktile Einschnürung sondern bei 200°C durch spröden Bruch entlang der Korngrenzen entsteht. Auch hier ist nach Erreichen der Gleichmaßdehnung (also ab dem Zeitpunkt der Entstehung von Rissen) die zusätzlich mögliche Dehnung bis zum tatsächlichen Bruch bei dickeren Proben höher; die vollständige Durchtrennung der Probe nach der ersten Rissentstehung ist bei dickeren Proben also erst nach höherer Dehnung erreicht. Diese Beobachtung ist insbesondere dann wichtig, wenn dieses Material für eine ununterbrochene elektrisch leitende Verbindung entlang der Probenachse ausgelegt

ist. Eine solche Verbindung ist demnach bei dünnerem Material bereits nach geringerer Dehnung durchtrennt.

7.5. Hochtemperatursprödigkeit im mikroskopischen und makroskopischen Experiment

Wie bereits oben erwähnt, wurde an den Messungen in [102] ebenfalls das Auftreten von Hochtemperatursprödigkeit der Korngrenzen beobachtet. Die Temperatur für das Einsetzen dieses Effekts nahm dabei mit der Korngröße der getesteten Proben zu. Wir wollen daher der Frage nachgehen, ob das Auftreten der Hochtemperatursprödigkeit in den in Abschnitt 6.2.4.1 vorgestellten Messungen an Proben des Typs A auf gemeinsame Abhängigkeiten zurückgeführt werden kann.

In Analogie zur Auswertung in [102] betrachten wir in Abbildung 60 ein Diagramm mit den Koordinaten von Korngröße und Temperatur¹¹. Darin wurden die Bereiche eingetragen, die laut [102] für eine Kombination der Werte von Temperatur und Korngröße stehen, bei denen klar ein duktiler Bruch bzw. ein spröder Bruch entlang der Korngrenzen beobachtet wurde. Diese Bereiche sind von einem Band getrennt, das einen Übergangs-Temperaturbereich zwischen den beiden Brucharten markiert. Dieser Übergangsbereich liegt bei umso höheren Temperaturen, je größer die Korngröße der getesteten Proben ist.

Um dieses Verhalten zu erklären machen wir folgende Annahmen:

- In den Proben aus [102] waren die Korngrenzen durch Segregationseffekte mit Fremdstoffen belegt (insbesondere wird der Einfluss von S vermutet, dessen Konzentration unter 1 ppm lag).
- Die Spannung, die benötigt wird um diese verunreinigten Korngrenzen zu trennen, nimmt mit steigender Temperatur ab.

Wie in Abschnitt 4.2 beschrieben, nimmt die während den Zugversuchen auftretende Spannung mit sinkender Korngröße zu (Feinkornhärtung). Bei geringerer Korngröße, können daher die Korngrenzen schon bei geringerer Temperatur aufgebrochen werden. Ein analytisch zu beschreibender Zusammenhang zwischen Korngröße und kritischer Temperatur für das Auftreten des spröden Bruchverhaltens ist aufgrund der vielfältigen Einflussparameter allerdings nicht zu erwarten (u.a.

¹¹ Abweichend zu [102] wird hier jedoch ein linearer Maßstab angewendet.

7. Diskussion

Temperaturabhängigkeit der Korngrenzenstabilität, der Fließgrenze sowie der Verfestigungsrate).

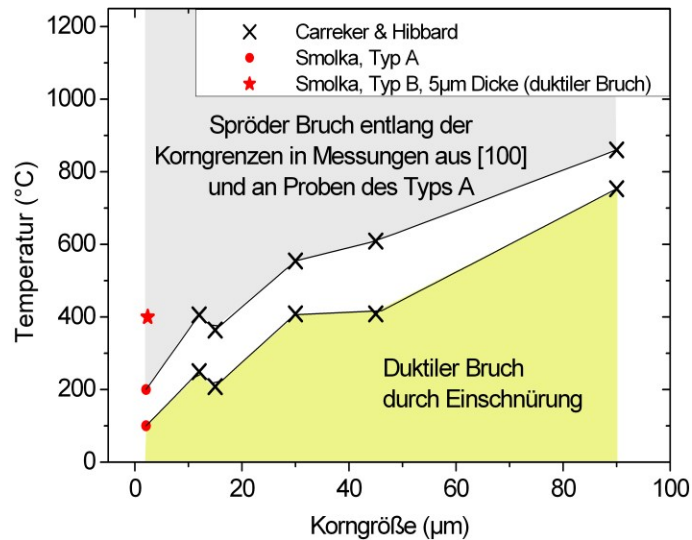


Abbildung 60: Hier sind zu jeder Korngröße die Temperaturbereiche getrennt, in denen bei Zugversuchen in [102] eindeutig duktiler Bruch durch Einschnürung bzw. spröder Bruch entlang der Korngrenzen auftrat. Diese Bereiche wurden noch durch die Messungen an Proben des Typs A erweitert. Zusätzlich ist ein Datenpunkt eingetragen, der eine Messung an Proben des Typs B repräsentiert, bei der jedoch noch klar duktiler Bruchverhalten auftrat.

In Abbildung 60 wurden die oben genannten Bereiche durch die Messungen an Proben des Typs A zu kleineren Korngrößen hin erweitert. Hier wurde das Bruchverhalten bei 100°C noch als duktil gewertet, ab 200°C als spröde (siehe Abschnitt 6.2.4.1). Das Band, das den Übergangsbereich zwischen den Brucharten markiert, lässt sich dadurch kontinuierlich fortsetzen.¹²

In dieses Diagramm ist zudem ein Datenpunkt eingezeichnet, der die Zugversuche bei 400°C an Proben des Typs B mit 5 µm Dicke repräsentiert. Bei diesem Versuch ist noch immer kein spröder Bruch entlang der Korngrenzen erfolgt.

¹² Die Messungen in [102] zeigen allerdings einen Anstieg des Übergangsbereich bei der kleinsten Korngröße von 12 µm. Bei diesen Proben wurde die Temperaturbehandlung mit 250°C durchgeführt (im Vergleich zu 350° und darüber bei allen anderen Proben). Daher vermuten wir, dass diese Temperatur noch nicht ausreichend war, um den Segregationseffekt an den Korngrenzen vor dem Experiment hervorzurufen.

7. Diskussion

Basierend auf den oben angeführten Annahmen ziehen wir nun folgende Schlüsse:

- Der Temperaturbereich in dem Proben des Typs A Hochtemperatursprödigkeit zeigen, lässt sich gut mit dem in [102] bestimmten Zusammenhang zwischen der Korngröße und der kritischen Temperatur für das Auftreten der Hochtemperatursprödigkeit vereinen.
- Die Messungen an Proben des Typs B fallen mit den oben vorgestellten theoretischen Überlegungen aus dem Trend der Messwerte aus [102]; das Material verformt bei einer Temperatur noch duktil, bei der Proben aus [102] mit deutlich größeren Körnern (15 μm) bereits entlang der Korngrenzen brechen. Damit lässt sich bei den Proben des Typs B eine deutlich höhere Reinheit vermuten, mit der der beschriebene Segregationseffekt nur in geringem Maße auftritt.
- Die kritische Verunreinigungskonzentration, ab der der Hochtemperatursprödigkeits-Effekt hervorgerufen wird, ist äußerst gering; die obere Grenze der Konzentration von beispielsweise S in Proben aus [102] betrug 1 ppm.

7.6. Raumtemperatur-Fließgrenze

Nach diesem Literaturvergleich zu den im Zugversuch erreichten Dehnungswerten betrachten wir nun die im Zugversuch auftretenden Spannungswerte und ihre Temperaturabhängigkeit.

Zunächst sollen die gemessenen Werte der Fließgrenze bei Raumtemperatur in Literaturwerte eingeordnet werden. Zum Vergleich verwenden wir erneut die bereits oben behandelten Messungen an makroskopischen Drähten aus [102] und zudem die Werte von Yang et al. [59], die aus Zugversuchen an dünnen Drähten mit Durchmessern von 14 μm bis 50 μm gewonnen wurden. Letzere Proben wiesen eine bambusähnliche Kornstruktur auf. Aus Gründen der Vergleichbarkeit verwenden wir in Anlehnung an die Darstellung von Kiener et al. [91] eine Umrechnung der extern angelegten Spannung in die Schubspannung, die in den Kristallen in der aktiven Gleitebene entlang der Gleitrichtung wirkt. Mit der statistischen Betrachtung nach Taylor berechnen wir für alle Proben, bei denen viele Körner über den Querschnitt verteilt liegen, die mittlere Schubspannung in den Kristalliten nach Gleichung (14) mit dem Taylor-Faktor $M = 3,06$ (siehe Abschnitt 4.2). Diese Umrechnung wurde für

7. Diskussion

die makroskopischen Drähte aus [102] sowie die im Rahmen dieser Arbeit getesteten Proben mit Ausnahme der Proben des Typs B der Dicke 20 μm angewendet. Bei letzteren Proben, bei denen einzelne Körner oft über die ganze Probenbreite reichen, nehmen wir an, dass stets ein Korn in einer Orientierung mit einem Gleitsystem mit Schmidfaktor 0,5 vorliegt. Dieser Fall war nach den in Abschnitt 6.2.5 dargestellten Schmidfaktorauswertungen bei den Raumtemperaturmessungen an dieser Probenvariation auch tatsächlich stets in guter Näherung gegeben. Dieselbe Umrechnung wenden wir auch bei den Werten aus [59] an.

Mit dieser Umrechnung ist in Abbildung 61(a) die kritische Schubspannung τ_c bei 0,2% plastischer Dehnung gegen die Korngröße d aufgetragen¹³. Zu diesen Messwerten ist eine Näherungskurve mit der Abhängigkeit $\tau_c = 7\text{MPa} + 57\text{MPa}\sqrt{\mu\text{m}d^{-1/2}}$ eingezeichnet. Diese Funktion wurde aus der Regressionsgerade der Messwerte in einer Auftragung von kritischer Schubspannung gegen den Kehrwert der Quadratwurzel der Korngröße ermittelt (siehe Abbildung 61(b); oft als engl. *Hall-Petch plot* bezeichnet).

Wir folgern daraus, dass sich die Werte der Fließgrenze aus Experimenten an mikroskopischen Proben in guter Übereinstimmung mit den makroskopischen Werten durch ein gemeinsames Potenzgesetz mit dem Exponent $-1/2$ beschreiben lassen. Der Hall-Petch-Koeffizient von $57\text{MPa}\mu\text{m}^{1/2}$ liegt dabei in der Nähe von Literaturwerten; für makroskopische Zugversuche berichtet [87] den Wert⁽¹⁴⁾ $36\text{MPa}\mu\text{m}^{1/2}$.

¹³ Zu beachten: In Literaturquelle [102] wurden die Werte der Fließgrenze bei 0,5% plastischer Dehnung ausgewertet.

¹⁴ Der in [87] angegebene Wert von $112\text{MPa}\mu\text{m}^{1/2}$ für den Hall-Petch-Koeffizient wurde hier aufgrund der betrachteten Schubspannungen ebenfalls durch den Taylor-Faktor 3,06 geteilt.

7. Diskussion

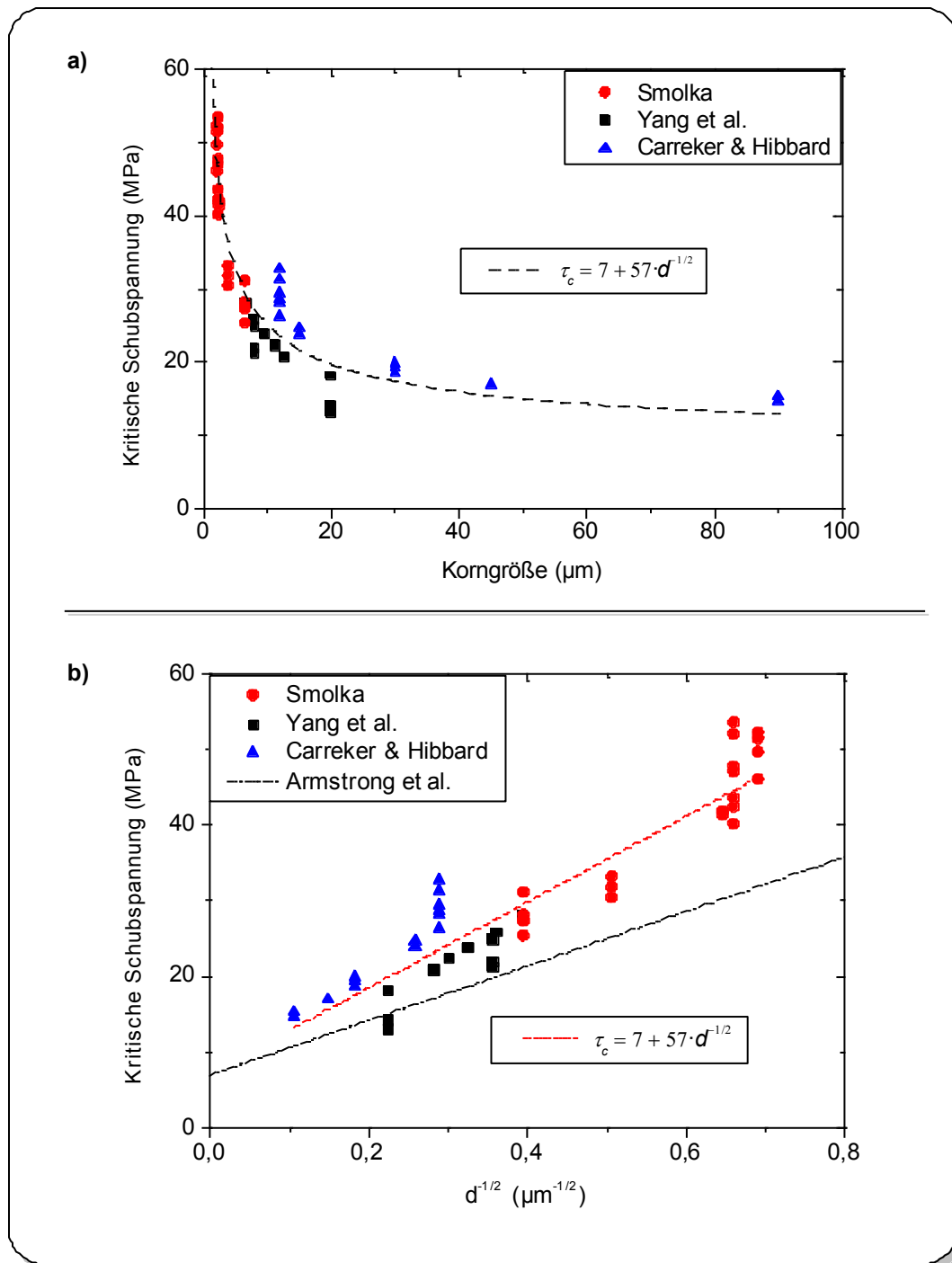


Abbildung 61: (a) Auftragung der kritischen Schubspannung aus Raumtemperaturmessungen an mikroskopischen und makroskopischen Proben gegen die Korngröße zusammen mit einer Näherungskurve in Anlehnung an das Hall-Petch-Gesetz. (b) Dieselben Werte der Schubspannung in Auftragung gegen die inverse Quadratwurzel der Korngröße. Die Werte werden mit einer linearen Funktion genähert, um die Gültigkeit des Hall-Petch-Gesetzes zu verdeutlichen. Zum Vergleich ist eine Gerade mit dem Hall-Petch-Koeffizient von $36 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ aus [87] eingetragen.

Dabei ist bemerkenswert, dass nicht nur die Werte an Proben unterschiedlichen Querschnitts mit einer einheitlichen Näherung beschrieben werden; diese

Interpolation umfasst einerseits Proben, bei denen das mechanische Verhalten durch das Zusammenwirken vieler einzelner aneinandergrenzender Körner gegeben ist – bei denen die Festigkeitssteigerung also auf den Einfluss der Korngrenzen zurückgeführt werden kann. Andererseits schließt diese Beschreibung Proben mit bambusähnlicher Kornstruktur ein, bei denen ein hoher Anteil der verformenden Körner nicht vollständig von Korngrenzen umgeben ist. Dass die Fließgrenze der Materialien auch in diesem Fall mit abnehmender Korngröße steigt, obwohl Versetzungen ohne Aufstauereffekt aus dem Rand der Probe herausgleiten können, ist mit den Modellen aus Abschnitt 4.3 (Versetzungsnukleations- und Versetzungsverarmungsmodell) zu erklären, die auch eine Steigerung der Spannung mit abnehmender Dimension zeigen

7.7. Temperaturabhängigkeit der Spannungswerte

In Abbildung 62 sind die temperaturabhängigen Werte der Fließgrenze und Zugfestigkeit für alle Probenvariationen aufgetragen. Daran erkennbar sind die bereits qualitativ aus den Zugkurven in Abschnitt 6.2 abgelesenen Zusammenhänge; bei Raumtemperatur erreichen alle Proben des Typs A ähnliche Werte für Fließgrenze und Zugfestigkeit. Die entsprechenden Werte an Proben des Typs B, sind stets geringer, hier nehmen die Spannungswerte mit zunehmender Schichtdicke ab.

Allen Messungen gemeinsam ist die Abnahme sowohl der Fließgrenze als auch der Zugfestigkeit mit der Temperatur. Die Werte der Zugfestigkeit nehmen allerdings stets in stärkerem Maße ab, und nähern sich somit bei höherer Temperatur zunehmend an die Fließgrenze an. Dies belegt die abnehmende Verfestigung des Materials mit steigender Temperatur. Bei 400°C sind Fließgrenze und Zugfestigkeit bereits annähernd gleich; nach Einsetzen der plastischen Verformung steigt die zur weiteren Dehnung nötige Spannung also nur noch geringfügig an. Diese Zusammenhänge wollen wir im folgenden auf Basis elementarer Modelle der Versetzungsinteraktion erklären.

7. Diskussion

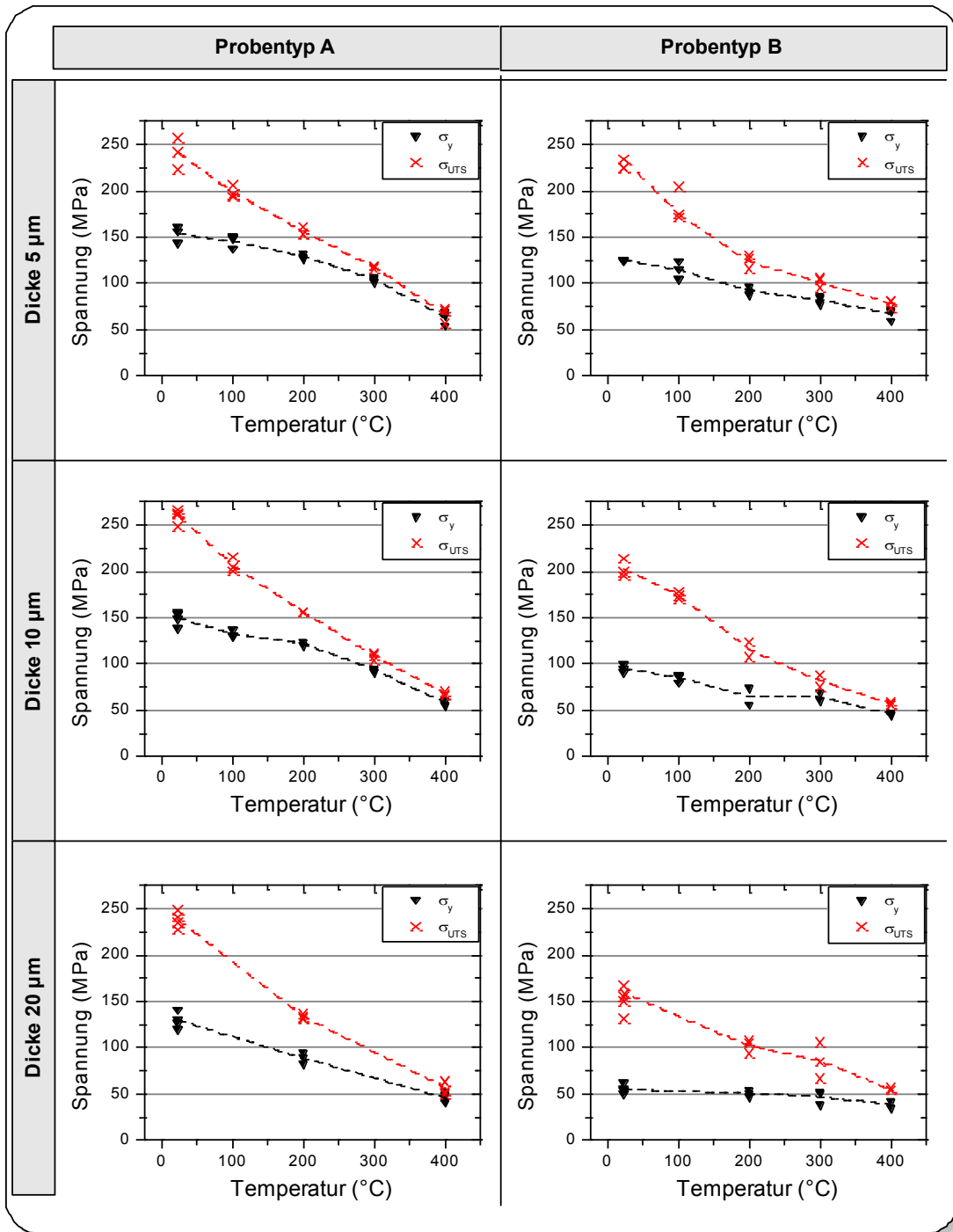


Abbildung 62: Die Temperaturabhängigkeit der Werte der Fließgrenze und Zugfestigkeit für alle sechs Probenvariationen.

Die temperaturabhängigen Werte der Fließgrenze aller Proben sind in Abbildung 63 mit ausgewählten Messserien aus [102] in einem Diagramm zusammengestellt. Wie bereits in Abschnitt 7.6 beschrieben, ist die Fließgrenze zunächst bei Raumtemperatur umso höher, je kleiner die Korngröße des Materials ist. Bei Temperaturzunahme nähern sich die Werte der Fließgrenze zunehmend an, die

7. Diskussion

Messwerte aus [102] folgen ab einer Temperatur von 600°C sogar einer gemeinsamen Trendlinie. Die Fließgrenze nimmt damit also bei feinkörnigerem Material stärker ab als bei grobkörnigem Material. Um diesen Effekt zu diskutieren, betrachten wir zunächst nur den Effekt der Temperatur auf die Dynamik der Versetzungsbewegung.

Nach dem Hall-Petch-Gesetz aus Gleichung (21) das hier nochmals mit einer Formulierung der Temperaturabhängigkeiten angeführt wird, setzt sich die Fließgrenze $\sigma_y(T)$ eines Polykristalls aus einer korngößenunabhängigen Komponente $\sigma_0(T)$ und einer Komponente zusammen, die mit abnehmender Korngröße zunimmt:

$$\sigma_y(T) = \sigma_0(T) + k(T)d^{-1/2} \quad (27)$$

In diesem Fall bezeichnet $k(T)$ den temperaturabhängigen Hall-Petch-Koeffizient und d die als temperaturunabhängig angenommene Korngröße (keine Rekristallisationsprozesse). Die Temperaturabhängigkeit des korngößenunabhängigen Anteils der Fließgrenze $\sigma_0(T)$ wurde kürzlich von Mil'man et al. [110] beschrieben. Nahe dem absoluten Temperaturnullpunkt sinkt dieser Anteil linear mit steigender Temperatur, bei hohen homologen Temperaturen bewirkt eine Temperaturzunahme einen exponentiellen Abfall.

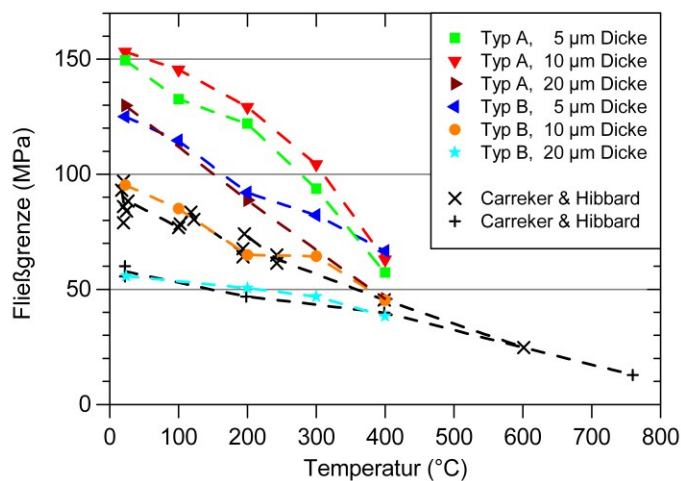


Abbildung 63: Die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze zu allen Messungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, zusammen mit ausgewählten Messungen aus [102]. Bei Raumtemperatur unterscheiden sich die Werte aufgrund des Effekts der Feinkornhärtung, sie nähern sich jedoch mit zunehmender Temperatur an.

7. Diskussion

Die Abhängigkeit der Fließgrenze von der Korngröße wird nach dem Conrad-Ashby-Modell, wie in Abschnitt 4.2 beschrieben, dadurch erklärt, dass sich in den Körnern eines Polykristalls Versetzungen sammeln, wobei die erzeugte Versetzungsdichte umso größer ist, je kleiner die Körner des Materials sind. Zur Erzeugung makroskopisch messbarer Verformungen müssen dann mechanische Spannungen vorliegen, die es einer Vielzahl neu erzeugter Versetzungen ermöglichen, das Spannungsfeld dieses Versetzungsnetzwerks zu überwinden.

Dieser Vorgang wird jedoch durch thermische Aktivierung erleichtert. Eine Beschreibung ist dazu für geringe homologe Temperaturen unter 0,25 für Kupfer (unter 66°C) in [109] gegeben. In diesem Temperaturbereich wird die Temperaturabhängigkeit des korngrößenabhängigen Anteils der Fließgrenze auf die thermische Aktivierung des Schneidens von Versetzungen zurückgeführt. Die Folge ist eine Abnahme der Hall-Petch-Konstante k mit steigender Temperatur, womit sich die Werte der Fließgrenze der Proben mit unterschiedlicher Korngröße annähern.

Bei höheren Temperaturen setzt zudem thermisch aktiviertes Quergleiten und Versetzungsklettern ein, womit die gegenseitige Behinderung von Versetzungen weiter abnimmt. Zudem wird durch Erholungsprozesse das Spannungsfeld der Versetzungen reduziert. Damit ist eine weitere Abnahme der Hall-Petch-Konstante k begründet, die an Kupfer in den Arbeiten von Miura et al. [111] für den Hochtemperaturbereich bis 400°C experimentell bestätigt wird. Mit steigender Temperatur wird daher die Korngrößenabhängigkeit der Fließgrenze immer geringer.

Dieselbe Betrachtung gilt auch für die Verformungsverfestigung des Materials; diese Eigenschaft begründet sich, wie in Abschnitt 4.2 dargestellt, darauf, dass sich während der Verformung eines Materials Versetzungen ansammeln, die dann die Bewegung nachfolgender Versetzungen behindern. Aufgrund der thermischen Aktivierung von Schneidvorgängen, Quergleiten und der durch Diffusion ermöglichten Kletterbewegungen, nimmt dieser Effekt mit höherer Temperatur jedoch ab. Zudem laufen damit ebenfalls Erholungsprozesse ab, mit denen die Dichte des Versetzungsnetzwerks abgebaut wird und dessen Spannungsfelder reduziert werden. Dies erklärt, warum in den Zugversuchen ab einer Temperatur von 300°C nach Einsetzen der plastischen Verformung nur noch ein geringfügiger Anstieg der erreichten Spannungen beobachtet wird.

7. Diskussion

Diese vereinfachte Modellbeschreibung wird jedoch dadurch verkompliziert, dass bei höheren Temperaturen Deformationsprozesse ohne Versetzungsbewegung eine Rolle spielen können, wie z.B. Korngrenzenmigration oder Korngrenzgleiten. Bei hohen homologen Temperaturen, können zudem Rekristallisationseffekte auftreten. Diese Feststellung soll mit der Darstellung in Abbildung 64 verdeutlicht werden. Hier sind die Werte der Fließgrenze zu Proben des Typs A, mit 10 μm Dicke zusammen mit ausgewählten Kurven aus [102] dargestellt. Damit verglichen werden Messdaten aus miniaturisierten Zugversuchen an Proben der Dicke 35 μm aus der Arbeit von Merchant et al.[101]. Die mittlere Korngröße der vor der Messung nicht temperaturbehandelten Proben betrug dabei bei Raumtemperatur 0,3 μm . Der Wert der Fließgrenze bei 300°C liegt bei diesen Proben unter allen zuvor vorgestellten Werten. Diese Beobachtung lässt auf den Einfluss der Effekte von Korngrenzgleiten und Rekristallisation vermuten.

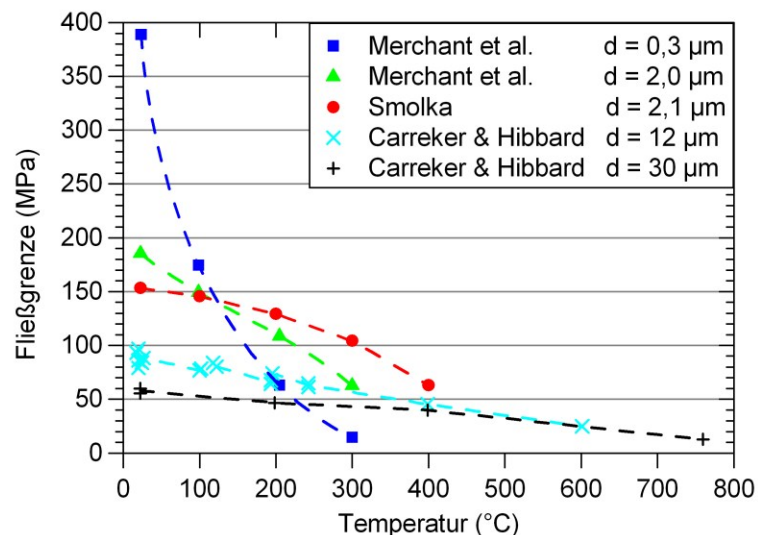


Abbildung 64: Die Abhängigkeit der Fließgrenze von der Versuchstemperatur für Proben des Typs A mit 10 μm Dicke und Literaturwerten aus [101] und [102]. Die Legende zeigt zu allen Datenpunkten die Korngröße d vor dem Versuch.

An den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen können die mechanischen Spannungen bei Proben des Typs A zudem durch die Bildung von Rissen beeinflusst sein, worauf wir im folgenden eingehen wollen.

Dazu betrachten wir in Abbildung 65 die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze an Proben des Typs A mit allen getesteten Dicken und die Proben des Typs B mit 5 μm Dicke. Alle diese Proben weisen wie in Abschnitt 6.1.2 gezeigt eine ähnliche

7. Diskussion

Mikrostruktur auf. Die Werte der 5 μm dicken Proben des Typs B haben bei Raumtemperatur eine leicht geringere Fließgrenze als Proben des Typs A, was sich durch die geringfügig größere Korngröße erklären lässt. Mit steigender Temperatur nähern sich die Werte der Fließgrenze kontinuierlich an was sich mit obigen Betrachtungen durch die temperaturabhängige Versetzungsdynamik erklären lässt. Dabei ist im Rahmen der Messgenauigkeit kein verstärktes Absinken der Werte ab 200°C aufzulösen. Die Spannung, die zur Initiierung von plastischer Verformung nötig ist, ist also im Rahmen der Messgenauigkeit unbeeinflusst davon, ob die gemessene Probe die in Abschnitt 7.5 beschriebene Korngrenzensprödigkeit zeigt oder nicht.

Diese Folgerung ist insbesondere interessant, da sie sich auf den Dehnungsbereich bezieht, der typischerweise bei der Anwendung von Cu in einem Halbleiterbauelement auftritt. Beispielsweise wird in einer dünnen Cu-Schicht auf Si-Substrat beim Erhitzen von Raumtemperatur auf 400°C eine Dehnung von lediglich 0,5% erreicht.

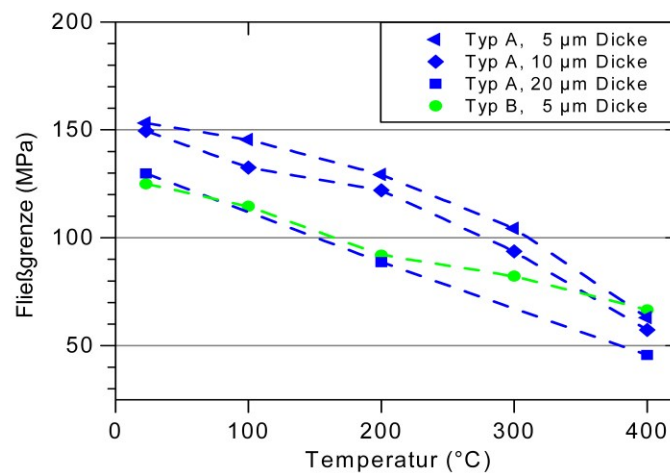


Abbildung 65: Die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze an Proben ähnlicher Mikrostruktur (alle Proben des Typs A sowie der 5 μm dicken Proben des Typs B). Dabei lässt sich an Proben des Typs A kein Einfluss der bei 200°C auftretenden Korngrenzensprödigkeit auflösen.

Dieselbe Betrachtung folgt nun für die Werte der Zugfestigkeit. Abbildung 66 zeigt dazu einen Vergleich der Mittelwerte der gemessenen Zugfestigkeiten an Proben der Dicke 5 μm des Typs A und B. Wir betrachten damit Proben mit ähnlicher Geometrie und ähnlicher Mikrostruktur (siehe Abschnitt 6.1.2). Der temperaturabhängige Verlauf der Messwerte ist dabei für beide Probentypen sehr

7. Diskussion

ähnlich. Insbesondere ist auch hier keine Abweichung aufzulösen, die abrupt bei 200°C einsetzt. Das frühzeitige Brechen der Proben des Typs A bei Temperaturen ab 200°C hat damit im Rahmen der Messgenauigkeit keinen Einfluss auf die maximale Spannung, die im Zugversuch an 5 µm dicken Proben beobachtet wird. Dieses Ergebnis lässt sich damit begründen, dass die Verfestigung beider Probentypen ab 200°C bereits sehr stark reduziert ist. Die Spannung in Proben des Typs B steigt im Zugversuch daher nicht mehr wesentlich über den Betrag, der bei Dehnungen erreicht ist, bei dem die Proben des Typs A brechen.

Abschließend ergeben die zuletzt vorgestellten Auswertungen, dass der an den Proben des Typs A beobachtete Effekt der Hochtemperatursprödigkeit nur auf die im Zugversuch erreichten Dehnungswerte messbaren Einfluss nimmt. Einflüsse auf die erreichten Spannungswerte können im Rahmen der Genauigkeit der verwendeten Messmethodik außer Betracht gelassen werden. Dies rechtfertigt insbesondere die obigen Erklärungen der Temperaturabhängigkeit der Spannungswerte auf der Basis von Verformungsmechanismen durch Versetzungsbewegung.

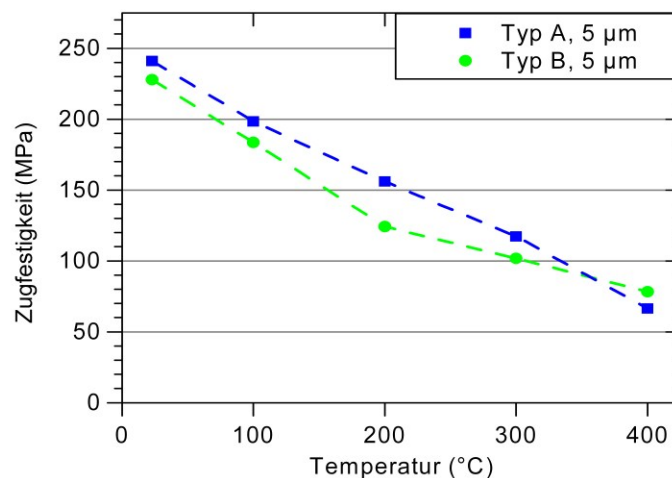


Abbildung 66: Die Temperaturabhängigkeit der Mittelwerte der Zugfestigkeit für Proben der Dicke 5 µm des Typs A und B. Beide Proben haben sowohl ähnliche Geometrie als auch Mikrostruktur. Obwohl die Bruchdehnung der Proben des Typs A ab 200°C im Vergleich zu Proben des Typs B deutlich geringer ist, werden im gesamten Temperaturbereich ähnliche Werte der Zugspannung erreicht.

7.8. Vergleich der temperaturabhängigen Zugfestigkeit mit der Literatur

Es folgt nun ein Vergleich der im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Werte der Zugfestigkeit mit den Literaturwerten aus [101]. In dieser Literaturquelle ergab sich, dass bei jeder Temperatur die Zugfestigkeit für alle Proben, ungeachtet ihrer Korngröße von 12 μm bis 90 μm , auf einen sehr ähnlichen Wert zusammenfielen. Dies wird damit begründet, dass die Proben bis zu ihrem Bruch bis zu einer maximalen Festigkeit verfestigen, die nun allein durch das Versetzungsnetzwerk verursacht wird. Der Effekt von Korngrenzen ist bei dieser hohen Dehnung damit untergeordnet.

Eine Auftragung dieser Literaturwerte der Zugfestigkeit zusammen mit den Messungen an 5 μm dicken Proben des Typs B demonstriert in diesem Fall eine gute Übereinstimmung der makroskopischen und mikroskopischen Experimente (Abbildung 67(a)); auch für die mikroskopischen Proben mit deutlich kleineren Körnern werden bei jeder Temperatur sehr ähnliche Zugfestigkeitswerte ermittelt wie an den makroskopischen Proben. Eine leichte Abweichung zeigen dagegen Proben des Typs B mit 10 μm Dicke (Abbildung 67(b)), eine deutliche Abweichung ist bei der Probendicke von 20 μm zu beobachten (Abbildung 67(c)).

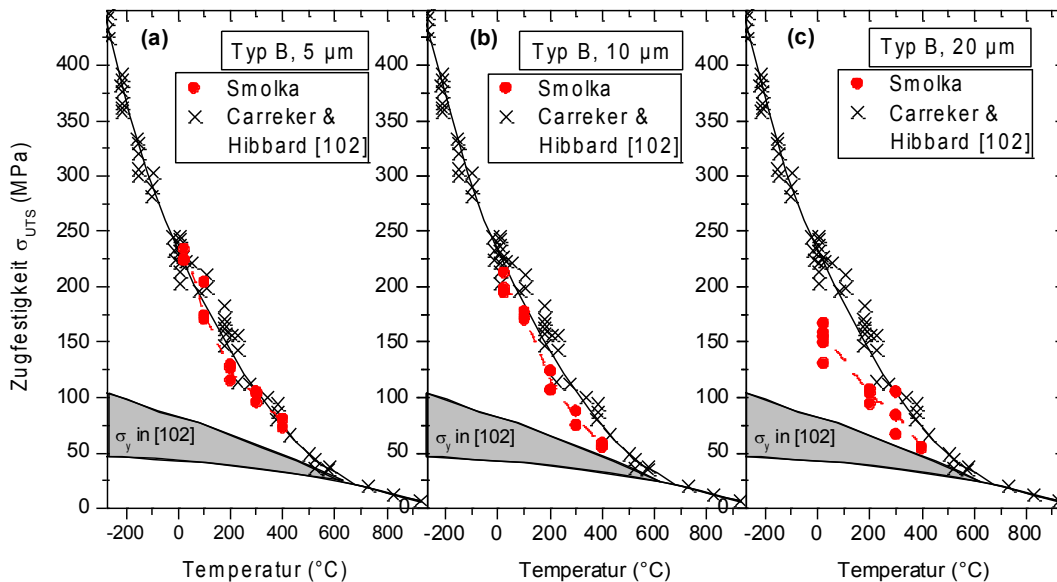


Abbildung 67: Die Temperaturabhängigkeit der Zugfestigkeit aus [102] an Proben mit Korngrößen im Bereich von 12 μm bis 90 μm im Vergleich zu den Messungen an Proben des Typs B mit (a) 5 μm Dicke, (b) 10 μm Dicke, (c) 20 μm Dicke.

Diese Proben verfestigen somit bis zum Auftreten des Bruchs in geringerem Maße als die makroskopischen Proben. Dies lässt sich zum einen dadurch erklären, dass Versetzungen das Material aufgrund der (im Vergleich zur Probenbreite) großen Körner an der Probenoberfläche leichter verlassen können; es baut sich somit eine geringere Versetzungsdichte auf, womit die erreichten Spannungswerte geringer sind. Dieser Effekt wurde auch von Chen und Ngan [103] an Ag beobachtet.

7.9. Dickenabhängigkeit der Spannungswerte

Abschließend folgt anhand von Abbildung 68 eine Diskussion der Werte der Fließgrenze und Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Probendicke. An Proben des Typs A ist an den Werten der Fließgrenze und Zugfestigkeit keine systematische Dickenabhängigkeit auszumachen. Dies lässt sich durch die ähnliche Mikrostruktur dieser Proben erklären.

An Proben des Typs B lässt sich in den meisten Fällen eine Abnahme von Fließgrenze und Zugspannung mit steigender Probendicke ausmachen. Dieser Effekt setzt sich bis zur Temperatur von 400°C fort. Diese Abnahme der Fließgrenze lässt sich dadurch erklären, dass bei diesen Proben mit Zunahme der Dicke auch die Korngröße steigt (siehe Abschnitt 6.1.2). Die Abnahme der Zugfestigkeit mit der Probendicke kann auf die im vorangegangenen Abschnitt beschriebene geringere Verfestigung der Proben mit großen Körnern zurückgeführt werden, an deren Oberfläche Versetzungen das Material verlassen können [103].

7. Diskussion

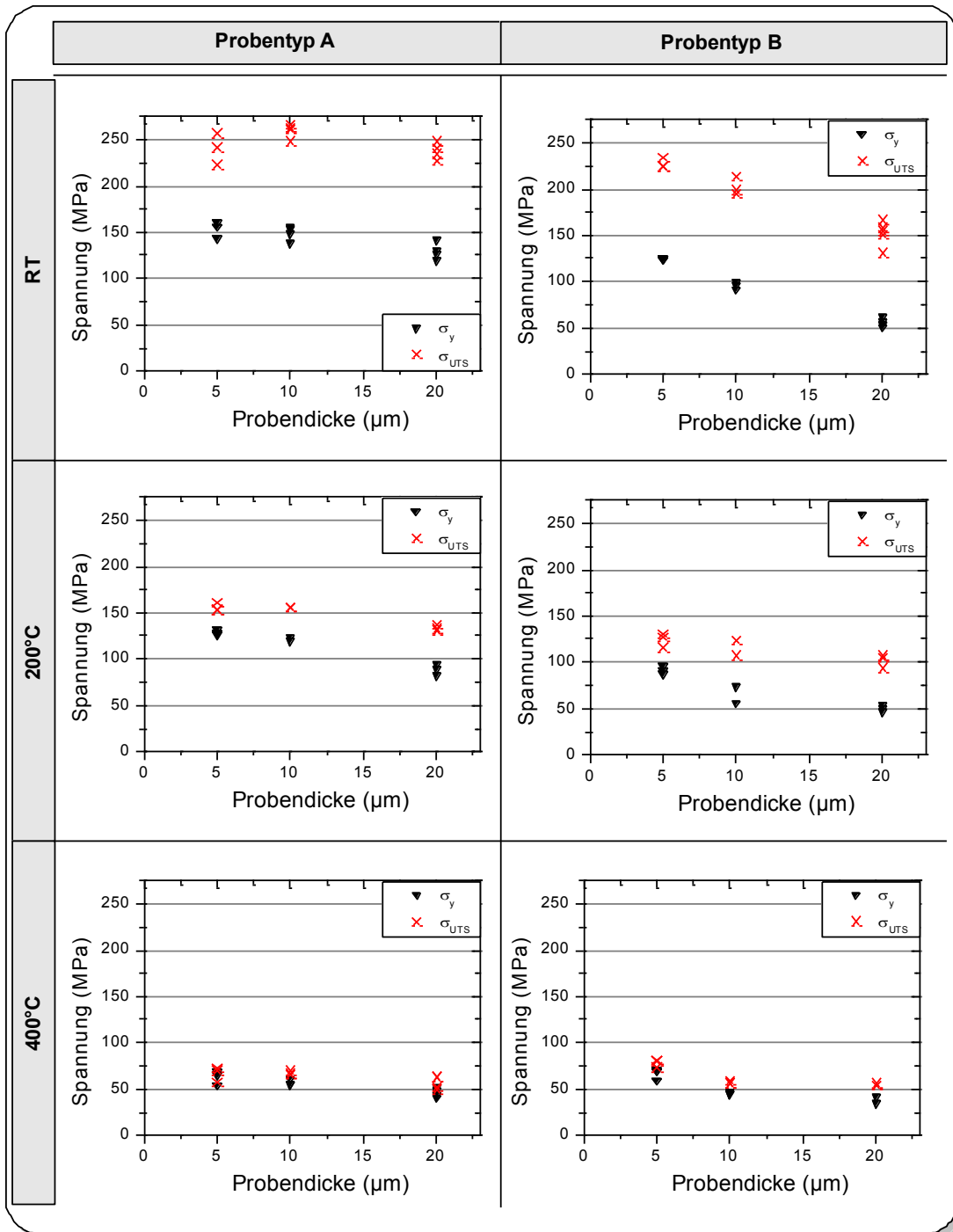


Abbildung 68: Die Abhängigkeit der Fließgrenze und Bruchfestigkeit von der Probendicke bei Raumtemperatur, 200°C und 400°C.

8. Zusammenfassung

In folgendem Abschnitt werden die in dieser Arbeit etablierten experimentellen Methoden, die erzielten experimentellen Ergebnisse sowie die gewonnenen Interpretationen zusammengefasst. Abschließend wird ein Ausblick für die zukünftige Bedeutung der vorliegenden Arbeit, sowie dem zukünftigen Forschungsbedarf auf diesem Gebiet gegeben.

8.1. Experimentelle Methoden

In dieser Arbeit wurde ein Zugversuch an miniaturisierten Cu-Proben realisiert. Als Vorbild für das verwendete Prinzip der Probeneinspannung dienten dabei die Arbeiten von Kiener et al. [18], in denen diese Methode erstmals an miniaturisierten Proben vorgestellt wurde.

Dieses Prinzip wurde für den Test von Strukturen der Mikroelektronikindustrie angepasst, so dass die Herstellung von Proben und Greifer auf Standardprozessen aus der Halbleiterfertigung basierten und insbesondere ohne die Strukturierungsverfahren mittels fokussiertem Ionenstrahl möglich ist.

Da die Herstellung in Planartechnologieprozessen auf einem Substrat erfolgte, wurde für die Erzeugung der freistehenden Proben das Material unter den Proben mittels nasschemischer Ätzung entfernt. Dieses Verfahren wurde so realisiert, dass die Kupferproben vor Kontakt mit den verwendeten Ätzchemikalien geschützt blieben. Zur mechanischen Stabilisierung der Proben wurde während dieser Präparation eine leicht lösliche Polymerbeschichtung verwendet, wovon nach bestem Wissen des Autors in der Literatur noch nicht berichtet wurde.

Das Herstellungsverfahren wurde mit zwei verschiedenen Elektrolyten jeweils für Proben mit 5 μm , 10 μm und 20 μm Dicke angewendet. Die Breite der Proben betrug 20 μm , ihre Länge 130 μm . Je nach verwendetem Abscheideelektrolyt werden die Proben mit Typ A bzw. Typ B unterschieden. Die Mikrostruktur der Proben wurde mittels EBSD aufgelöst, insbesondere mit dem Ziel, die mittlere Korngröße und die lokale Schmidfaktorverteilung zu bestimmen.

Zur Umrechnung der gemessenen Kraftwerte in nominelle Spannungswerte wurde für alle Probentypen ein Verfahren zur Bestimmung des Querschnitts entwickelt.

8. Zusammenfassung

Mit der Konstruktion von beheizbaren Klemmen zur Halterung der Komponenten des Mikrozugversuchs (des Greifers und der Zugproben) sind Messungen bei Temperaturen bis 400°C möglich.

Die Zugversuche können im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt werden, so dass die Möglichkeit besteht, die Deformation mit hoher Vergrößerung direkt zu beobachten. Nach bestem Wissen des Autors wurde in der Literatur kein Bericht veröffentlicht, der einen Aufbau mit diesen Möglichkeiten für den angegebenen Temperaturbereich beschreibt.

Ein entscheidender Vorteil dieses Experiments liegt in der Möglichkeit, mehrere parallel prozessierte Proben in einer Sequenz zu testen. Dies ermöglicht die temperaturabhängige mechanische Charakterisierung von Strukturen aus der Halbleiterfertigung mit hoher Statistik.

8.2. Ergebnisse

Die Charakterisierung der Mikrostruktur ergab für Proben des Typs A keinen signifikanten Einfluss der Probendicke auf die mittlere Korngröße, die stets im Bereich von 2,3 μm lag. Diese Proben setzen sich damit aus einer hohen Anzahl von Körnern zusammen. Bei Proben des Typs B hingegen nahm die mittlere Korngröße mit der Probendicke zu. Bei Proben des Querschnitts von 20 μm x 20 μm reichten einzelne Körner über die gesamte Probenbreite.

Die Zugversuche bei Raumtemperatur ergaben an allen Proben des Typs A einen ähnlichen Verlauf des Spannungs-Dehnungszusammenhangs unabhängig von der Probendicke, alle Proben brachen stets durch duktile Einschnürung. Systematische Unterschiede der Messdaten ergaben sich nur ab Erreichen der Probeneinschnürung; die Werte der Gleichmaßdehnung sowie die Bruchdehnung nehmen mit der Probendicke zu.

Bei Proben des Typs B nehmen die Raumtemperatur-Werte der Fließgrenze mit zunehmender Probendicke ab. Bei Proben der Dicke von 5 μm und 10 μm tritt erneut Bruch durch duktile Einschnürung auf. Zugkurven die an Proben des Querschnitts 20 μm x 20 μm gemessen wurden, zeigen eine deutliche Streuung; die plastische Verformung beginnt bei unterschiedlichen Spannungswerten, der weitere Kurvenverlauf ist in allen Experimenten stark unterschiedlich. Zudem zeigen die Messkurven deutliche Spannungseinbrüche (*stress drops*). Eine Analyse des

8. Zusammenfassung

Verformungsverhaltens dieser Proben zeigt das Abgleiten von Kristallbereichen durch Bildung ausgeprägter Gleitbänder an der Probenoberfläche. Insbesondere der Bruch kommt hier durch Abgleiten von Kristallbereichen eines großen schwachen Kornes zustande.

Die Hochtemperaturmessungen an Proben des Typs A ergaben bei allen Probendicken eine Abnahme der erreichten Spannungswerte mit der Temperatur. Zugleich nahm die Bruchdehnung mit der Temperatur ab. Die während der Zugversuche aufgenommenen REM-Aufnahmen zeigen den Übergang von duktilem Bruch bei Raumtemperatur zu sprödem Bruch entlang der Korngrenzen ab 200°C. Dieser Effekt ist für das Versagen dieses Probenotyps bei geringen Dehnungen um 5% verantwortlich.

Dieser Effekt zeigt sich bei den temperaturabhängigen Messungen an Proben des Typs B nicht; das Bruchverhalten bleibt hier bei allen gemessenen Probenvarianten bis zur Temperatur von 400°C duktil. Jedoch werden auch hier vereinzelte Risse an der Oberfläche beobachtet, die jedoch nicht zu sprödem Bruch führen. Auch bei diesen Proben nehmen die erreichten Spannungswerte mit der Temperatur ab. Ab 300°C zeigen die Proben nur noch eine geringfügige Verfestigung, so dass nach Erreichen der Fließgrenze bis zum Bruch der Probe nur vergleichsweise geringe der Spannungswerte erreicht werden. Als Sonderfall sind hier erneut die Proben mit 20 μm x 20 μm Querschnitt zu betrachten. Bei diesen Proben wird bei der Temperatur von 400°C eine starke Lokalisierung der Verformung beobachtet; die Bildung von Gleitbändern blieb auf einen schwächsten Bereich beschränkt, in dem letztlich auch der Bruch durch Abgleiten von Kristallbereichen entstand.

8.3. Interpretation

Der gravierendste Unterschied des Verformungsverhaltens der getesteten Proben liegt in der Hochtemperatursprödigkeit, die sich im untersuchten Temperaturbereich nur bei Proben des Typs A ab 200°C zeigt. Für die Ursache dieses Effektes wird die Segregation von Fremdstoffen an den Korngrenzen vermutet. Insbesondere wird ein entscheidender Einfluss des Elements S vermutet, für das aus SIMS-Messungen in Proben des Typs A ein höherer Gehalt als in Proben des Typs B bekannt ist.

Das Auftreten von Hochtemperatursprödigkeit an Cu wird auch in [102] von makroskopischen Zugversuchen berichtet. An Proben mit Korngrößen im Bereich

8. Zusammenfassung

von 12 μm bis 90 μm wurde dabei beobachtet, dass die Temperatur, ab der das Bruchverhalten nicht mehr duktil ist (hier kritische Temperatur genannt), mit der Korngröße zunimmt. Dies lässt sich dadurch erklären, dass in grobkörnigeren Proben beim Einsetzen von plastischer Verformung geringere Spannungen vorliegen. Das spröde Bruchverhalten tritt daher erst dann ein, wenn die Korngrenzen bei höherer Temperatur weiter geschwächt wurden. In einer Auftragung der kritischen Temperatur als Funktion der Korngröße liegen die Werte für Proben des Typs A in Übereinstimmung mit dem in [102] ermittelten Trend. Bei Proben des Typs B dagegen wird bei Temperaturen duktiler Bruchverhalten beobachtet, bei denen wesentlich grobkörnigere Proben aus [102] bereits spröde brachen. In Proben des Typs B wird daher eine wesentlich höhere Reinheit vermutet, mit der die Segregation von Fremdstoffen an den Korngrenzen nur schwach ausgeprägt ist. Die kritische Grenze der Verunreinigungskonzentration ist dabei äußerst gering; bei Proben aus Quelle [102] betrug die Obergrenze des Schwefelgehalts 1 ppm.

Zu den im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Werten der Fließgrenze sowie zu Literaturwerten aus makroskopischen und mikroskopischen Zugversuchen [59],[102] wurde jeweils die Schubspannung (bzw. die mittlere Schubspannung) in den Gleitebenen ausgewertet und in Abhängigkeit von der Korngröße in einem Hall-Petch-Diagramm dargestellt. Die Messpunkte lassen sich dabei mit einem Korrelationsfaktor R von 0,83 durch eine lineare Regressionsgerade beschreiben, deren Steigung in der Nähe von Literaturwerten liegt. Dies bestätigt zum einen die Feinkornhärtung nach dem Hall-Petch-Gesetz an Proben, die sich aus einer Vielzahl von Körnern zusammensetzen. Zudem umfasst der Vergleich aber auch Proben, bei denen ein hoher Anteil der Körner an der Probenoberfläche liegen. In diesem Fall kann der Wert der Fließgrenze also nicht allein auf den Einfluss der Korngrenzen zurückgeführt werden (wie beispielsweise von den Modellen von Hall oder Conrad und Ashby begründet) sondern ist zudem auf die Miniaturisierung des Probenvolumens zurückzuführen (was beispielsweise das Versetzungsnukleationsmodell und das Versetzungsverarmungsmodell erklären).

Die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze in den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen liegt in guter Übereinstimmung zu makroskopischen Experimenten [102]: Bei Raumtemperatur liegt die Fließgrenze umso höher, je kleiner die Korngröße des getesteten Materials ist. Bei Temperaturzunahme sinken die Werte und nähern sich dabei zunehmend an. Die relative Abnahme der

8. Zusammenfassung

Fließgrenze bei einer Temperaturzunahme ist damit also höher je feinkörniger das Material ist. Dieser Effekt lässt sich mit der Argumentation von Conrad und Ashby erklären, nach der in feinkörnigerem Material bei der Initiierung von plastischer Verformung eine höhere Versetzungsdichte erzeugt wird als in grobkörnigem Material. Aufgrund der gegenseitigen Behinderung von Versetzungen ergeben sich dadurch unterschiedliche Spannungen die zur plastischen Verformung nötig sind. Insbesondere durch die thermische Aktivierung des gegenseitigen Schneidens von Versetzungen, von Quergleitung, sowie Kletterbewegungen nimmt diese gegenseitige Beeinflussung mit der Temperatur jedoch ab. Die zur Verformung nötige Spannung zeigt damit zunehmend geringere Abhängigkeit von der Korngröße. Die in den im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Zugfestigkeitswerte mikroskopischer Proben unterschieden sich teilweise zu den Ergebnissen an makroskopischen Proben in [102]. In den makroskopischen Experimenten waren die temperaturabhängigen Werte der Zugfestigkeit unabhängig von der Korngröße von 12 μm bis 90 μm . Ähnliche Werte ergaben sich in dieser Arbeit, bei den feinkörnigen Materialien mit Korngrößen im Bereich von 2 μm . Proben, deren Körner teilweise über die ganze Probenbreite reichen (Proben des Typs B mit 20 μm x 20 μm Querschnitt) erreichten dagegen geringere Zugfestigkeitswerte. Dies erklärt sich dadurch, dass die in den großen Körnern erzeugten Versetzungen das Material an der freien Oberfläche leichter verlassen können. Mit der geringeren Versetzungsdichte ist daher Versetzungsbewegung und somit plastische Verformung bei geringeren Spannungen ermöglicht.

8.4. Ausblick

Die in dieser Arbeit etablierten experimentellen Methoden ermöglichen die Prüfung des mechanischen Verhaltens von Cu-Metallisierungs-Strukturen aus der Halbleitertechnik. Der im Testverfahren zugängliche Temperaturbereich schließt die Maximaltemperaturen ein, die in der regulären Anwendung moderner Leistungshalbleiterelemente auftreten [4]. Einflüsse durch Variationen im Cu-Abscheidungsprozess können damit frühzeitig schon vor dem Aufbau aufwändiger Test-Bauelemente untersucht werden.

Die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen eröffnen Fragestellungen, deren Klärung noch eine Vielzahl weiterer Untersuchungen bedürfen. Beispielsweise hat

8. Zusammenfassung

sich gezeigt, dass das mechanische Verhalten von elektrolytisch abgeschiedenem Kupfer entscheidend von dem bei der Abscheidung verwendeten Elektrolyt abhängt. Dieser Effekt ergibt sich einerseits durch die unterschiedliche Mikrostruktur und zudem durch äußerst geringe Fremdstoffanteile im ppm-Bereich. Weitere Forschungsarbeit ist dazu erforderlich, den vermuteten Segregationseffekt zu bestätigen und zudem die verursachenden Elemente aufzudecken. Da die mechanischen Parameter eines Materials bereits bei der Ablagerung von monoatomaren Lagen an den Korngrenzen entscheidend beeinflusst sein können, sind hier chemische Analyseverfahren mit Ortsauflösung im atomaren Bereich nötig. Insbesondere Atomsondenmessungen kommen hierfür in Betracht. Auf Basis dieser Ergebnisse ließen sich dann beispielsweise durch gezielte Steuerung der Legierungselemente die Materialparameter beeinflussen.

Des Weiteren wurden bei den Messungen in dieser Arbeit dynamische Effekte außer Betracht gelassen. Zugversuche mit variiertem Dehnrate, wie beispielsweise in [102][112] beschrieben, sind daher zur Aufdeckung temperaturabhängiger Verformungsmechanismen mit unterschiedlichen Aktivierungsenergien nötig. Zudem können Spannungsrelaxations- und Kriechexperimente [113] Aufschluss über diffusionsgesteuerte Verformungsmechanismen geben.

Die bei den Experimenten zu dieser Arbeit erreichten Dehnungen übertreffen die im Betrieb mikroelektronischer Komponenten auftretenden Werte bei weitem. Die Schädigungen treten dort in erster Linie durch Belastungszyklen auf. Um solche Effekte zu untersuchen, wäre die Anwendung bzw. Erweiterung der Testapparatur für zyklische Messungen daher lohnenswert.

9. Literaturverzeichnis

- [1] U. Scheuermann, Reliability challenges of automotive power electronics. *Microelectronics Reliability*, 49 (2009) 1319 - 1325
- [2] M. Glavanovics, H. Köck; V. Košel, T. Smorodin, Flexible active cycle stress testing of smart power switches. *Microelectronics Reliability*, 47 (2007) 1790 - 1794
- [3] T. Smorodin, P. Nelle, J. Busch, J. Wilde, M. Glavanovics, M. Stecher, Investigation and improvement of DMOS switches under fast electro-thermal cycle stress. *Solid-State Electronics*, 52 (2008) 1353 - 1358
- [4] M. Nelhiebel; R. Illing, C. Schreiber, S. Wöhlert, S. Lanzerstorfer, M. Ladurner, C. Kadow, S. Decker, D. Dibra, H. Unterwalcher, M. Rogalli, W. Robl, T. Herzig, M. Poschgan, M. Inselsbacher, M. Glavanovics, S. Fraissé, A reliable technology concept for active power cycling to extreme temperatures. *Microelectronics Reliability*, 5 (2007) 1219-1231
- [5] P. Alpern, P. Nelle, E. Barti, H. Gunther, A. Kessler, R. Tilgner, M. Stecher, On the Way to Zero Defect of Plastic-Encapsulated Electronic Power Devices-Part I: Metallization. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, 9 (2009) 269-278
- [6] W. Robl, M. Melzl, B. Weidgans, R. Hofmann, M. Stecher, Copper metallization for power devices. *ASMC (Advanced Semiconductor Manufacturing Conference) Proceedings*, (2007) 259-262
- [7] R.R. Keller, Interconnect failure due to cyclic loading. *Aip Conference Proceedings (Aip)*, (2002) 119-132
- [8] A. Testa, S. De Caro, S. Panarello, S. Patané, S. Russo, D. Patti, S. Poma, R. Letor, Reliability of planar, Super-Junction and trench low voltage power MOSFETs. *Microelectronics Reliability*, 50 (2010) 1789-1795
- [9] Z. Suo, E.W. Gerberich, W. Yang, I. Milne, R.O. Ritchie, B. Karihaloo, Reliability of Interconnect Structures. *Comprehensive Structural Integrity, Amsterdam, The Netherlands*, 8 (2002) 1-61
- [10] T. Detzel, M. Glavanovics, K. Weber, Analysis of wire bond and metallization degradation mechanisms in DMOS power transistors stressed

9. Literaturverzeichnis

- under thermal overload conditions. *Microelectronics Reliability* 44 (2004) 1485-1490
- [11] M.R. Begley, J.M. Ambrico, Channel cracking during thermal cycling of thin film multi-layers. *International Journal of Fracture*, 119 (2003) 325-338
- [12] M. Huang, Z. Suo, Q. Ma, H. Fujimoto, Thin film cracking and ratcheting caused by temperature cycling. *Journal of Materials Research*, 15 (2000) 1239-1242
- [13] M.D. Uchic, D.M. Dimiduk, J.N. Florando, W.D. Nix: Sample dimensions influence strength and crystal plasticity. *Science*, 305(5686) (2004) 986–89
- [14] J.R. Greer, W.C. Oliver, W.D. Nix: Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients. *Acta Materialia* 53 (2005) 1821–1830
- [15] C. Volkert, E. Lilleodden, Size effects in the deformation of sub-micron Au columns. *Philosophical Magazine*, 86 (2006) 5567-5579
- [16] D. Kiener, C. Motz, G. Dehm, Micro-compression testing: A critical discussion of experimental constraints. *Materials Science and Engineering A*, 505 (2009) 79–87
- [17] G. Dehm, H.P. Wörgötter, S. Cazottes, J.M. Purswani, D. Gall, C. Mitterer, D. Kiener, Can micro-compression testing provide stress–strain data for thin films? A comparative study using Cu, VN, TiN and W coatings. *Thin Solid Films*, 518 (2009) 1517–1521
- [18] D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm, R. Pippan: A further step towards an understanding of size-dependent crystal plasticity: In situ tension experiments of miniaturized single-crystal copper samples. *Acta Materialia*, 56 (2008) 580-592
- [19] D. Kiener, C. Motz, T. Schöberl, M. Jenko, G. Dehm, Determination of Mechanical Properties of Copper at the Micron Scale. *Advanced Engineering Materials*, WILEY-VCH Verlag, 8 (2006) 1119-1125
- [20] T. Zhu, A. Bushby, D. Dunstan, Materials mechanical size effects: a review. *Materials Technology*, 23 (2008) 193-209
- [21] P.A. Flinn, S.D. Gardner, W.D. Nix, Measurement and interpretation of stress in copper films as a function of thermal history. *IEEE Transactions on Electron Devices*, ED-34 (1987) 689-699

9. Literaturverzeichnis

- [22] P.A. Flinn, Measurement and interpretation of stress in copper films as a function of thermal history. *Journal of Materials Research*, 6 (1991) 1498-1501
- [23] M. Thouless, J. Gupta, J. Harper, Stress development and relaxation in copper films during thermal cycling. *Journal of Materials Research*, 8 (1993) 1845-1852
- [24] R. Vinci, E. Zielinski, J. Bravman, Thermal strain and stress in copper thin films. *Thin Solid Films*, 262 (1995) 142 - 153
- [25] R.M. Keller, S. Baker, E. Arzt, Stress-temperature behavior of unpassivated thin copper films. *Acta Materialia*, 47 (1999) 415 - 426
- [26] S. Baker, A. Kretschmann, E. Arzt, Thermomechanical behavior of different texture components in Cu thin films. *Acta Materialia*, 49 (2001) 2145 – 2160
- [27] G. Dehm, T. Balk, H. Edongué, E. Arzt, Small-scale plasticity in thin Cu and Al films. *Microelectronic Engineering*, 70 (2003) 412 - 424
- [28] R. Huang, W. Robl, T. Detzel, H. Ceric, Modeling of stress evolution of electroplated Cu films during self-annealing. *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings*, (2010) 911-917
- [29] R. Huang, C.A. Taylor, S. Himmelsbach, H. Ceric, T. Detzel, Apparatus for measuring local stress of metallic films, using an array of parallel laser beams during rapid thermal processing. *Measurement Science and Technology*, 21 (2010) 055702
- [30] Y. Xiang, X. Chen, J.J. Vlassak, The mechanical properties of electroplated Cu thin films measured by means of the bulge test technique. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 695 (2002) LA.9
- [31] M.F. Doerner, W.D. Nix: A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research*, 1 (1986) 601–609
- [32] W.C. Oliver, G.M. Pharr: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7 (1992) 1564–1574
- [33] K.W. McElhane, J.J. Vlassak, W.D. Nix: Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 13 (1998) 1300–1306

9. Literaturverzeichnis

- [34] G.M. Pharr: Measurement of mechanical properties by ultralow load indentation. *Materials Science and Engineering A*, 253 (1998) 151–159
- [35] W.D. Nix: Elastic and plastic properties of thin films on substrates: nanoindentation techniques. *Materials Science and Engineering A*, 234–236 (1997) 37–44
- [36] C.A. Schuh, Nanoindentation studies of materials. *Materials Today*, 9 (2006) 32 - 40
- [37] B.Y. Farber, V.I. Orlov, V.I. Nikitenko, A.H. Heuer, Mechanisms of energy dissipation during displacement- sensitive indentation in Ge single crystals at elevated temperatures. *Philosophical Magazine A*, 78 (1998) 671-677
- [38] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, G. Dehm, FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests. *Materials Science and Engineering A – Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 459 (2007) 262-272
- [39] H. Bei, S. Shim, E.P. George, M.K. Miller, E.G. Herbert and G.M. Pharr: Compressive strengths of molybdenum alloy micro-pillars prepared using a new technique. *Scripta Materialia*, 57 (2007) 397–400
- [40] A.S. Budiman, S.M. Han, J.R. Greer, N. Tamura, J.R. Patel, W.D. Nix: A search for evidence of strain gradient hardening in Au submicron pillars under uniaxial compression using synchrotron X-ray microdiffraction. *Acta Materialia*, 56 (2008) 602–608
- [41] S. Korte and W.J. Clegg: Micropillar compression of ceramics at elevated temperatures. *Scripta Materialia*, 60 (2009) 807–810
- [42] Y. Xiang, X. Chen, J.J. Vlassak: Plane-strain bulge test for thin films; *Journal of Materials Research*, 20 (2005) 2360-2370
- [43] X. Wei, D. Lee, S. Shim, X. Chena, and J.W. Kysar: Plane-strain bulge test for nanocrystalline copper thin films. *Scripta Materialia*, 57 (2007) 541-544
- [44] L. Nicola, Y. Xiang, J.J. Vlassak, E. Van der Giessen and A. Needleman: Plastic deformation of freestanding thin films: Experiments and modeling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54 (2006) 2089-2110
- [45] M. Cieslar, V. Oliva, A. Karimi, J.-L. Martin: Plasticity of thin Al films as a function of temperature. *Materials Science and Engineering A*, 387-389 (2004) 734-737

9. Literaturverzeichnis

- [46] H.D. Espinosa, B.C. Prorok, M. Fischer: A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 (2003) 47-67
- [47] H.D. Espinosa, B.C. Prorok, B. Peng: Plasticity size effects in free-standing submicron polycrystalline FCC films subjected to pure tension. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52 (2004) 667-689
- [48] M.P. de Boer, F.W. DeRiio, M.S. Baker: On-chip test structure suite for free-standing metal film mechanical property testing, Part I – Analysis. *Acta Materialia*, 56 (2008) 3344–3352
- [49] M.P. de Boer, A.D. Corwin, P.G. Kotula, M.S. Baker, J.R. Michael, G. Subhash, M.J. Shaw, On-chip laboratory suite for testing of free-standing metal film mechanical properties, Part II – Experiments. *Acta Materialia*, 56 (2008) 3313-3326
- [50] M. Macionczyk, W. Bruckner: Tensile testing of AlCu thin films on polyimide foils. *Journal of Applied Physics*, 86 (1999) 4922–4929
- [51] M. Hommel, O. Kraft: Deformation behavior of thin copper films on deformable substrates. *Acta Materialia*, 49 (2001) 3935–3947
- [52] Y. Xiang, T. Li, Z. Suo and J.J. Vlassak: High ductility of a metal film adherent on a polymer substrate. *Applied Physics Letters*, 87 (2005) 1–3
- [53] D. Wang, C. Volkert, O. Kraft, Effect of length scale on fatigue life and damage formation in thin Cu films. *Materials Science and Engineering A*, 493 (2008) 267 - 273
- [54] H. Huang and F. Spaepen: Tensile testing of free-standing Cu, Ag and Al thin films and Ag/Cu multilayers. *Acta Materialia*, 48 (2000) 3261-3269
- [55] M. Lederer, V. Gröger, G. Khatibi, B. Weiss: Size dependency of mechanical properties of high purity aluminium foils. *Materials Science and Engineering A*, 527 (2009) 590-599
- [56] H.D. Merchant, G. Kathibi, B. Weiss: Elastic and elastoplastic response of thin copper foils. *Journal of materials science*, 39 (2004) 1-14
- [57] G. Khatibi, R. Stickler, V. Gröger, B. Weiss: Tensile properties of thin Cu-wires with a bamboo microstructure. *Journal of Alloys and Compounds*, 378 (2004) 326-328

9. Literaturverzeichnis

- [58] B. Weiss, V. Gröger, G. Khatibi, A. Kotas, P. Zimprich, R. Stickler, B. Zagar: Characterization of mechanical and thermal properties of thin Cu foils and wires. *Sensors and Actuators A*, 99 (2002) 172-182
- [59] B. Yang, C. Motz, W. Grosinger, W. Kammrath, G. Dehm: Tensile behaviour of micro-sized copper wires studied using a novel fibre tensile module. *International Journal of Materials Research*, 99 (2008) 716-724
- [60] B. Yang, C. Motz, W. Grosinger, G. Dehm, Cyclic loading behavior of micro-sized polycrystalline copper wires. *Procedia Engineering*, 2 (2010) 925 - 930
- [61] R.R. Keller, J.M. Phelps, D.T. Read: Tensile and fracture behavior of free-standing copper films. *Materials Science and Engineering A*, 214 (1996) 42-52
- [62] D.S. Gianola, S. Van Petegem, M. Legros, S. Brandstetter, H. Van Swygenhoven, K.J. Hemker: Stress-assisted discontinuous grain growth and its effect on the deformation behavior of nanocrystalline aluminum thin films. *Acta Materialia*, 54 (2006) 2253-2263
- [63] T. Yi , L. Li and C.J. Kim: Microscale material testing of single crystalline silicon: process effects on surface morphology and tensile strength. *Sensors and actuators*, 83 (2000) 172-178
- [64] M.T. Lin, P. El-Deiry, R.R. Chromik, N. Barbosa, W.L. Brown, T.J. Delph, R.P. Vinci: Temperature-dependent microtensile testing of thin film materials for application to microelectromechanical system. *Microsystem Technologies*, 12 (2006) 1045-1051
- [65] D.A. LaVan and W.N. Sharpe: Tensile Testing of Microsamples. *Experimental Mechanics*, 39 (1999) 210-216
- [66] Y.M. Wang, K. Wang, D. Pan, K. Lu, K.J. Hemker, E. Ma: Microsample tensile testing of nanocrystalline copper. *Scripta Materialia*, 48 (2003) 1581-1586
- [67] M. Zupan, M. J. Hayden, C. J. Boehlert and K. J. Hemker: Development of High-Temperature Microsample Testing, *Experimental Mechanics*, 41 (2001) 1-6
- [68] W.N. Sharpe Jr, G. Beheim, N. Nemeth, L. Evans, O. Jadaan: Strength of single-crystal silicon carbide microspecimens at room and high temperature.

9. Literaturverzeichnis

- Proceedings 2005 SEM Annual Conference, Portland, OR*, Session 46, Paper 54 on CD. Bethel, CT: Soc. Exp. Mech.
- [69] H. Ogawa, K. Suzuki, S. Kaneko, Y. Nakano, Y. Ishikawa, T. Kitahara: Tensile testing of microfabricated thin films. *Microsystem Technologies*, 117 (1997) 117-121
- [70] W.N. Sharpe Jr. & J. Pulskamp & D.S. Gianola & C. Eberl & R.G. Polcawich & R.J. Thompson: Strain Measurements of Silicon Dioxide Microspecimens by Digital Imaging Processing. *Experimental Mechanics*, 47 (2007) 649-658
- [71] D. Son, J.J. Kim, J.Y. Kim, D. Kwon: Tensile properties and fatigue crack growth in LIGA nickel MEMS structures. *Materials Science and Engineering A*, 406 (2005) 274-278
- [72] T. Tsuchiya, O.Tabata, J. Sakata, Y. Taga, Specimen size effect on tensile strength of surface micromachined polycrystalline silicon thin films. *Proceedings IEEE, The Tenth Annual international workshop on micro electro mechanical systems, Nagoya, Japan, IEEE, New York, NY (1997)* 529-534
- [73] D.T. Read, Yi-Wen Cheng, Robert R. Keller, J.david McColskey: Tensile properties of free-standing aluminum thin films. *Scripta Materialia*, 45 (2001) 583-589
- [74] Y.W. Cheng, D.T. Read, J.D. McColskey, J.E. Wright: A tensile-testing technique for micrometer-sized free-standing thin films. *Thin solid films*, 484 (2005) 426-432
- [75] D.T. Read, Y.W. Cheng, R. Geiss: Morphology, microstructure, and mechanical properties of a copper electrodeposit. *Microelectronic engineering*, 75 (2004) 63-70
- [76] M.A. Haque, M.T.A Saif: Mechanical behavior of 30–50 nm thick aluminum films under uniaxial tension. *Scripta Materialia*, 47 (2002) 863-867
- [77] M.A. Haque, M.T.A. Saif: In-situ Tensile Testing of Nano-scale Specimens in SEM and TEM. *Experimental Mecanics*, 42 (2002) 123-128
- [78] M.A. Haque, M.T.A. Saif: Strain gradient effect in nanoscale thin films. *Acta Materialia*, 51 (2003) 3053-3061
- [79] M.A. Haque, M.T.A. Saif: Thermo-mechanical properties of nano-scale freestanding aluminum films. *Thin solid films*, 484 (2005) 364-368

9. Literaturverzeichnis

- [80] M.-T. Lin & C.-J. Tong & K.-S. Shiu: Novel Microtensile Method for Monotonic and Cyclic Testing of Freestanding Copper Thin Films. *Experimental Mechanics*, 50 (2010) 55-64
- [81] H.D. Espinosa, Yong Zhu and N. Moldovan: Design and Operation of a MEMS-Based Material Testing System for Nanomechanical Characterization. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 16 (2007) 1219-1231
- [82] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde. *Springer, Berlin Heidelberg, 3. Auflage, (2007)*
- [83] M. Ohring, Materials science of thin films: deposition and structure. *Acadademic Press, San Diego, (2002)*
- [84] W. Weißbach, M. Dahms, Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung. *Vieweg, Wiesbaden, 16. überarbeitete Auflage (2007)*
- [85] P. Sanders, J. Eastman, J. Weertman, Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium. *Acta Materialia*, 45 (1997) 4019 - 4025
- [86] E. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results. *Proceedings of the Physical Society, Section B*, 64 (1951) 747-753
- [87] T.H. Courtney, Mechanical behavior of materials. *McGraw-Hill, New York (1990)*
- [88] H. Conrad, Grain-size dependence of the flow stress of Cu from millimeters to nanometers. *Metallurgical and Materials Transactions A, Springer Boston*, 35 (2004) 2681-2695
- [89] A. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, On the Validity of the Hall-Petch Relationship in Nanocrystalline Materials. *Scripta Metallurgica*, 23 (1989) 1679-1683
- [90] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson, Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 51 (2005) 427-556
- [91] D. Kiener, M. Rester, S. Scheriau, B. Yang, R. Pippan, G. Dehm, Influence of external and internal length scale on the flow stress of copper *International Journal of Materials Research*, 98 (2007) 1047-1053
- [92] D.S. Balint, V.S. Deshpande, A. Needleman, E. Van der Giessen, Size effects in uniaxial deformation of single and polycrystals: a discrete dislocation

9. Literaturverzeichnis

- plasticity analysis. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 14 (2006) 409-422
- [93] E. Hornbogen, H. Warlimont, Metallkunde: Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen. Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 2. Auflage (1991)
- [94] T. Zhai, Y. Xu, J. Martin, A. Wilkinson, G. Briggs, A self-aligning four-point bend testing rig and sample geometry effect in four-point bend fatigue. *International Journal of Fatigue*, 21 (1999) 889 - 894
- [95] H. Dubbel, W. Beitz, K.-H. Grote, Taschenbuch für den Maschinenbau. Springer Berlin, Heidelberg, 20. Auflage (2001)
- [96] W. Robl, M. Melzl, B. Weidgans, R. Hofmann, M. Stecher, Last metal copper metallization for power devices. *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, 21 (2008) 358-362
- [97] F.J. Humphreys, Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD). *Scripta Materialia*, 51 (2004) 771 - 776
- [98] D. McPhail, Applications of Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS) in Materials Science. *Journal of Materials Science*, Springer Netherlands, 41 (2006) 873-903
- [99] C. Rudolph, Untersuchungen zum Einfluss von Additiven in Cu Plating Bädern auf die Kirkendall-Void Bildung an Cu-SnAg Grenzflächen, *Diplomarbeit an der Fachhochschule Regensburg, Regensburg (2010)*
- [100] A. Buch, Pure metals properties: a scientific-technical handbook. *ASM International, Materials Park, Ohio (1999)*
- [101] H.D. Merchant, G. Khatibi, B. Weiss, Elastic and elastoplastic response of thin copper foil. *Journal of Materials Science*, 39 (2004) 4157-4170
- [102] R.P. Carreker Jr. W.R. Hibbard Jr., Tensile deformation of high-purity copper as a function of temperature, strain rate, and grain size. *Acta Metallurgica*, 1 (1953) 654 – 663
- [103] X. Chen, A. Ngan, Specimen size and grain size effects on tensile strength of Ag microwires. *Scripta Materialia*, 64 (2011) 717 - 720
- [104] K. Dies, Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1967)

9. Literaturverzeichnis

- [105] P. Doig, P. Flewitt, The detection of monolayer grain boundary segregations in steels using stem-eds X-ray microanalysis. *Metallurgical and Materials Transactions A, Springer Boston*, 13 (1982) 1397-1403
- [106] J. Stark, H. Marcus, The influence of segregation on grain boundary cohesion. *Metallurgical and Materials Transactions A, Springer Boston*, 8 (1977) 1423-1429
- [107] T. Nieh, W. Nix, Embrittlement of copper due to segregation of oxygen to grain boundaries. *Metallurgical and Materials Transactions A, Springer Boston*, 12 (1981) 893-901
- [108] G. Simons, C. Weippert, J. Dual, J. Villain, Size effects in tensile testing of thin cold rolled and annealed Cu foils. *Materials Science and Engineering A*, 416 (2006) 290 - 299
- [109] H. Conrad, Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in Cu. *Materials Science and Engineering A*, 341 (2003) 216 - 228
- [110] Y. Millman, V. Trefilov, Physical Nature of the Temperature Dependence of Yield Stress. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 49 (2010) 374-385
- [111] S. Miura, N. Ono, Y. Nishimura, Hall-petch relation and twin boundaries in pure copper and Cu-Al Alloys. *Zairyo/Journal of the Society of Materials Science, Japan*, 58 (2009) 865-872
- [112] R. Zeyfang, O. Buck, A. Seeger, Thermally Activated Plastic Deformation of High-Purity Copper Single Crystals. *Physica Status Solidi (b), WILEY-VCH Verlag*, 61 (1974) 551-561
- [113] B. Wilshire, A. Battenbough, Creep and creep fracture of polycrystalline copper. *Materials Science and Engineering: A*, 443 (2007) 156 - 166

Anhang

Anhang A: Filterung der Wegmessdaten

In Abbildung sind die Rohdaten von Spannung und Dehnung aus einem Zugversuch dargestellt. Daran zeigt sich eine Oszillation der Messkurve.

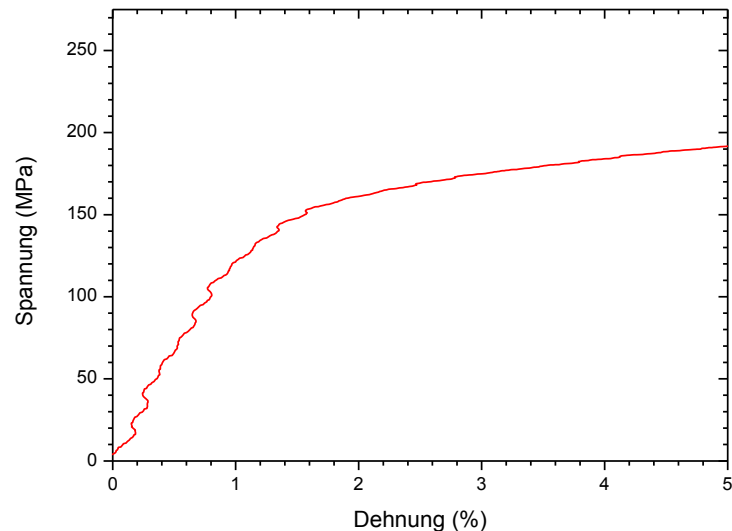


Abbildung 69: Eine Spannungs-Dehnungskurve aufgetragen mit den ungefilterten Wegmessdaten.

Folgende Beobachtungen ermöglichen es, die Ursache dieses Effekts zu begründen: Während der Bewegung des Motors mit konstanter Geschwindigkeit (gesteuert über einen integrierten induktiven Tacho) ist dem linearen Zeit-Weg-Zusammenhang eine Oszillation überlagert (siehe Abbildung 70).

Bei Zugversuchen an makroskopischen, nicht elastisch verformenden Proben, bei denen also Kraft und Weg in linearem Zusammenhang stehen, zeigte sich folgendes: Bei der Motorbewegung mit konstanter Geschwindigkeit wird wie beschrieben die Oszillation im Zeit-Weg-Zusammenhang beobachtet, nicht jedoch in den Zeit-Kraft-Kurven. Damit ist die Ursache allein auf die Wegmessung zurückzuführen.

Aus der in Abbildung 70 dargestellten Messung lässt sich im Detail erkennen, dass die Oszillationen sich wiederholen, nachdem der Motor jeweils um $2\ \mu\text{m}$ verfahren ist. Dieser Effekt ist auf das Laser-optische Messprinzip mittels eines beweglichen optischen Gitters mit Gitterabstand von $2\ \mu\text{m}$ zurückzuführen. Die Bewegung kann begründet durch diesen Effekt nur mit einer Genauigkeit von $\pm 75\ \text{nm}$ aufgezeichnet werden.

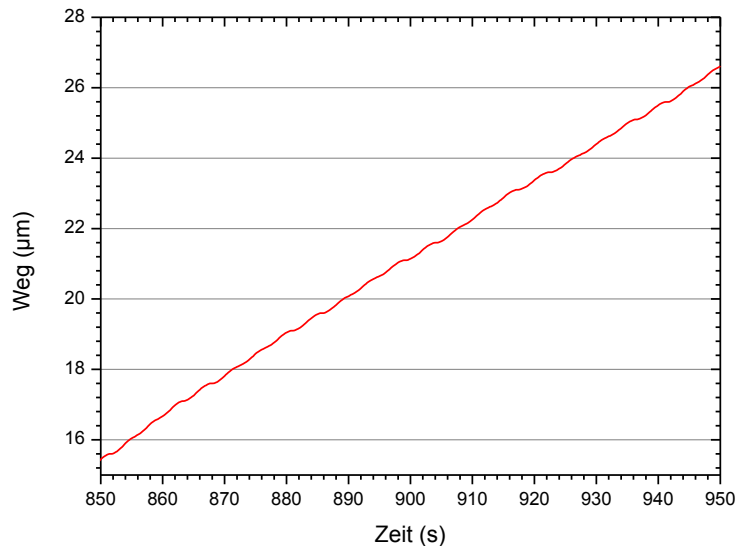


Abbildung 70: Ein Zeit-Weg-Diagramm mit den ungefilterten Wegdaten.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Methode bestimmt, um die Abweichungen der Wegmessung zu korrigieren.

Als Ausgangssignal werden dazu die Wegmessdaten in Abhängigkeit der Zeit $x_o(t)$ während eines Zugversuchs mit der Motorbewegung mit konstanter Geschwindigkeit verwendet. Zu diesen Daten wird die Ableitung nach der Zeit $\dot{x}_o(t)$ (also die Geschwindigkeit) berechnet (siehe Abbildung 71). Damit werden die Oszillationen sehr deutlich erkennbar. Zu betonen ist an dieser Stelle erneut, dass es sich dabei um keine realen Variationen der Motorgeschwindigkeit handelt, sondern um eine Abweichung in der Wegmessung.

Die Geschwindigkeitsdaten werden nun mit einer Datenoperation geglättet. Dazu wird jeder Datenpunkt durch den Durchschnittswert aus den umliegenden 500 Werten ersetzt. In der geglätteten Funktion sind nun Schwankungen über deutlich längere Zeitabstände zu beobachten, die auf reale Änderungen der Motorgeschwindigkeit zurückzuführen sind.

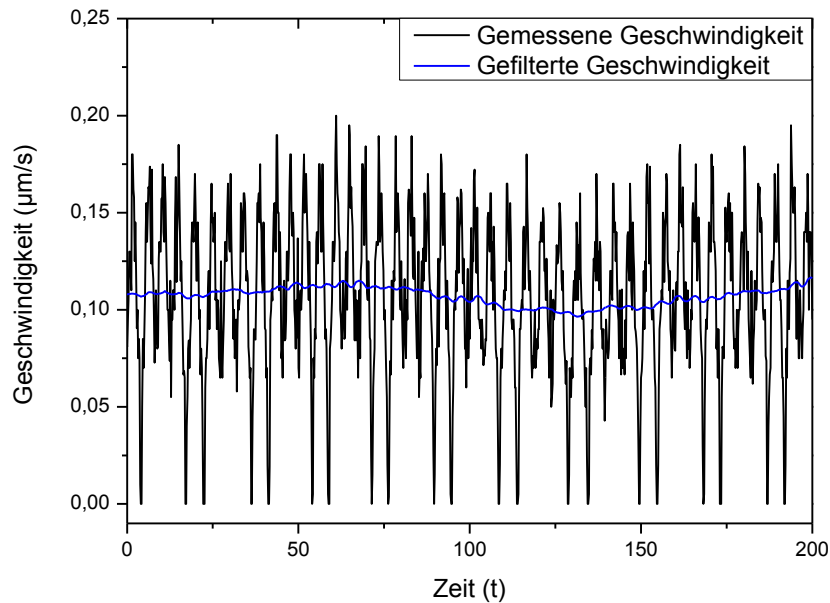


Abbildung 71: Die Geschwindigkeit zu den Zeit-Weg-Daten aus Abbildung 70, ermittelt durch Bildung der ersten Ableitung nach der Zeit. Auf diese Daten wird eine Filterung angewendet, die im Text erklärt ist.

Die geglättete Geschwindigkeitsfunktion wird nun integriert. Wir erhalten damit eine Weg-Zeit-Kurve $x_s(t)$, in der die Oszillationen deutlich reduziert sind. Diese Funktion spiegelt nun in erster Linie nur noch reale Variationen der Motorgeschwindigkeit wieder. Die hiermit erhaltene Funktion wird nicht direkt als Wegsignal verwendet, um unerwartete Effekte durch die Integralbildung nach der Mittelung auszuschließen.

Nun wird die Differenz dieser geglätteten Funktion $x_s(t)$ zu den Rohdaten $x_o(t)$ berechnet (Ergebnis in Abbildung 72 zu sehen). Daran sind nun die Oszillationen zu erkennen, die dem durch den Motor vorgegebenen Zeit-Weg-Zusammenhang überlagert sind. Diese Daten werden nun analog zu oben gefiltert, wobei hier jeder Datenpunkt durch den Mittelwert der umliegenden 200 Datenpunkte ersetzt wird. Danach wird die zuvor subtrahierte Funktion $x_s(t)$ wieder addiert. Damit ergibt sich eine Weg-Zeit-Kurve mit stark reduzierten Oszillationen. Diese Daten werden in der weiteren Folge dann zur Auswertung der Spannungs-Dehnungskurve verwendet. Das Resultat ist in Abbildung 73 mit einer Zugkurve vor und nach der Wegdatenfilterung dargestellt.

Anhang

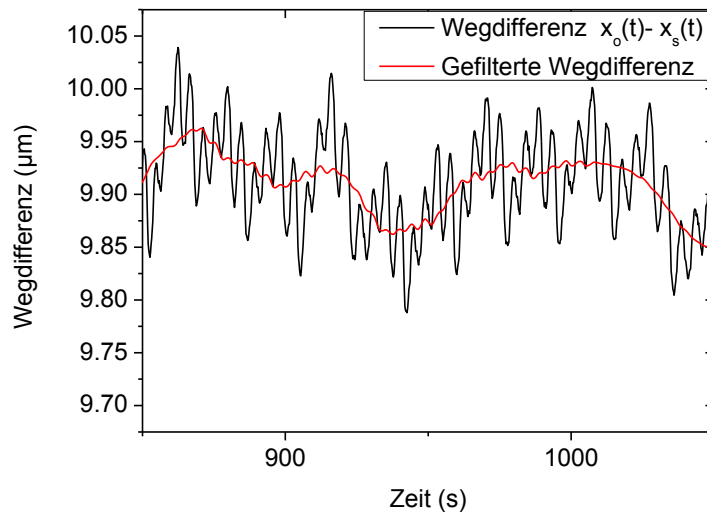


Abbildung 72: Die Differenz des Wegsignals und der Hilfsfunktion $x_s(t)$ (siehe Text) vor und nach der Filterung.

Voraussetzung für die Anwendbarkeit dieser Datenfilterung ist der kontinuierliche Betrieb des Motors über mehrere Mikrometer. Dagegen ist diese Korrektur nicht geeignet, falls während dem Versuch nur kurze Wegstrecken aufgezeichnet wurden, beispielsweise bei der Verwendung kurzer Proben.

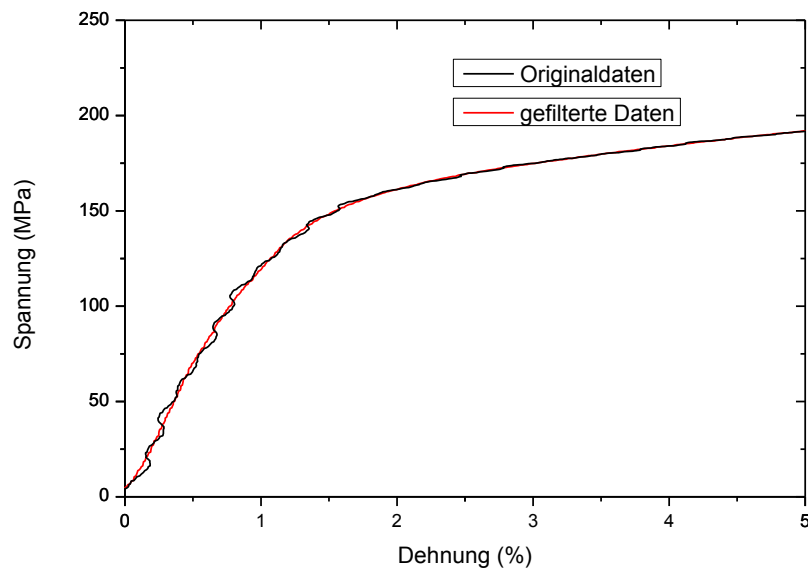


Abbildung 73: Vergleich der Spannungs-Dehnungskurve aus Abbildung 70 mit einer Auftragung nach Filterung der Wegdaten. Die Oszillationen sind in der gefilterten Kurve nun nicht mehr erkennbar.

Anhang B: Steigung im elastischen Bereich für alle Proben

Abbildung 74 zeigt die in Abschnitt 7.1 diskutierte Abhängigkeit der Steigung im elastischen Bereich der Spannungs-Dehnungsdiagramme für alle getesteten Proben. Es wird stets eine starke Messwertstreuung beobachtet.

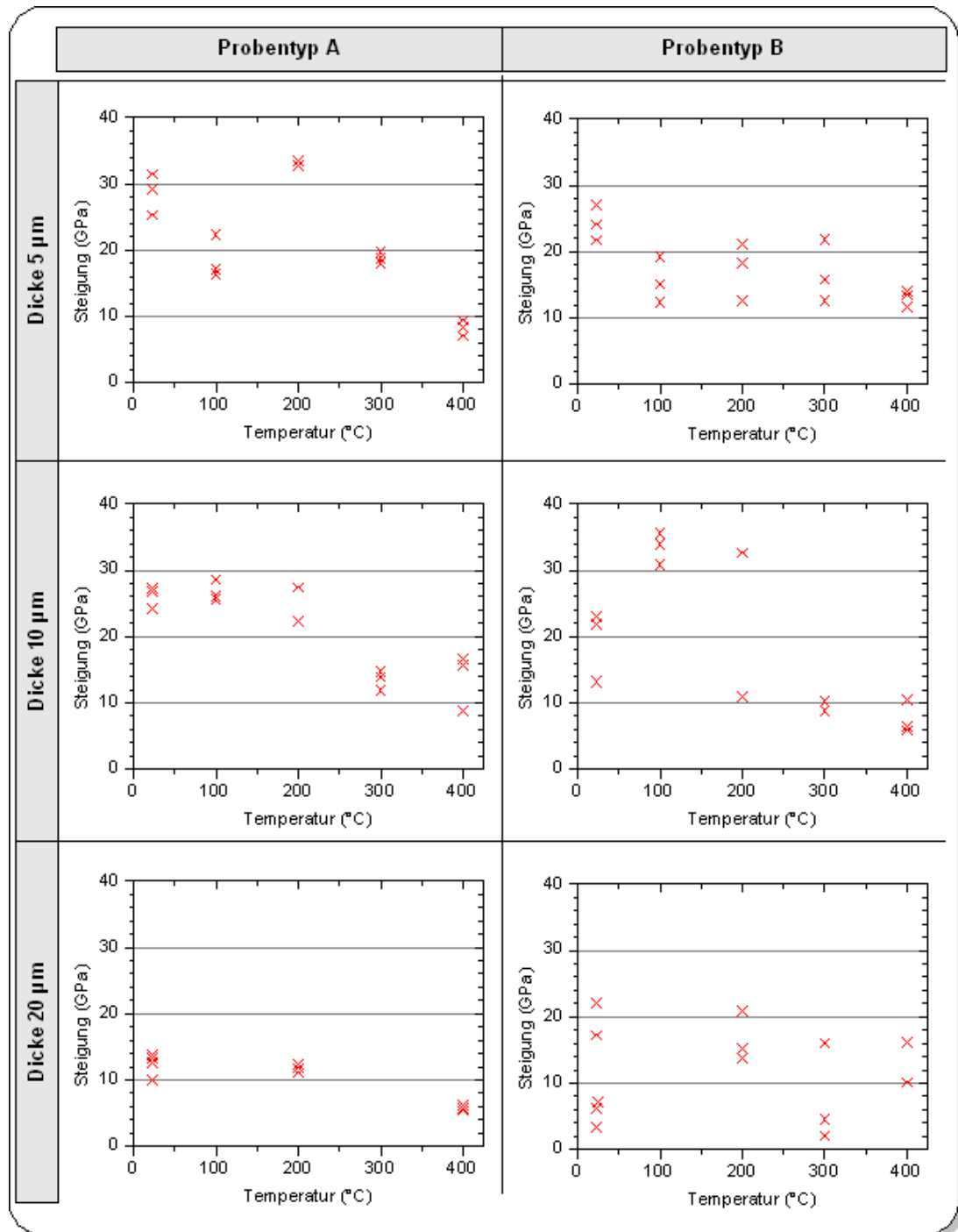


Abbildung 74: Die Temperaturabhängigkeit der Steigungswerte ermittelt aus den Spannungs-Dehnungsdiagrammen aller getesteter Proben.

Anhang C: Polfiguren zu den EBSD-Daten

Abbildung 75 und Abbildung 76 zeigen die (001)-, (101)- sowie (111)-Polfiguren zu den EBSD-Daten an großflächigen Cu-Schichten aus Abschnitt 6.1.2.. Zu allen Schichten des Typs A, sowie den Schichten des Typs B mit 5 μm und 10 μm Dicke weisen die Zentralen Maxima in den Polfiguren auf $\langle 111 \rangle$ - $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 101 \rangle$ - Fasertexturkomponenten hin. Deren Ausprägung wurde mit der Auswertung in Abschnitt 6.1.2 quantifiziert.

Die Auswertung an der Schicht des Typs B von 20 μm dicke lässt auf eine regellose Orientierungsverteilung vermuten. Bei letzterer Messung war die Kornstatistik auf der gemessenen Fläche von 1 mm^2 bereits hoch, für verlässliche Texturinformationen ist aber die Untersuchung einer noch größeren Fläche nötig, so dass sich hierfür eine röntgenographische Bestimmung empfiehlt.

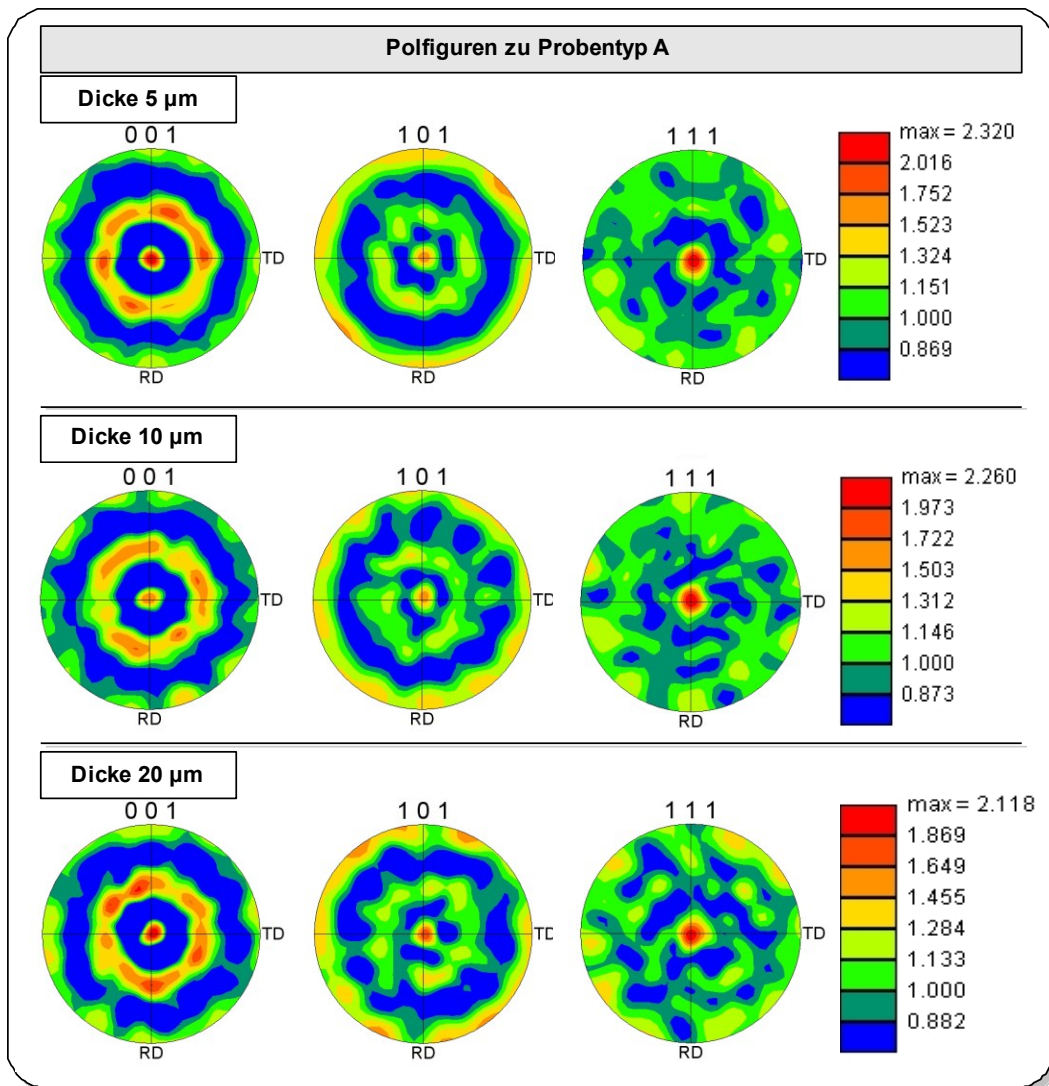


Abbildung 75: Die Polfiguren zu den EBSD-Messungen an Schichten, die mit Elektrolyt A hergestellt wurden.

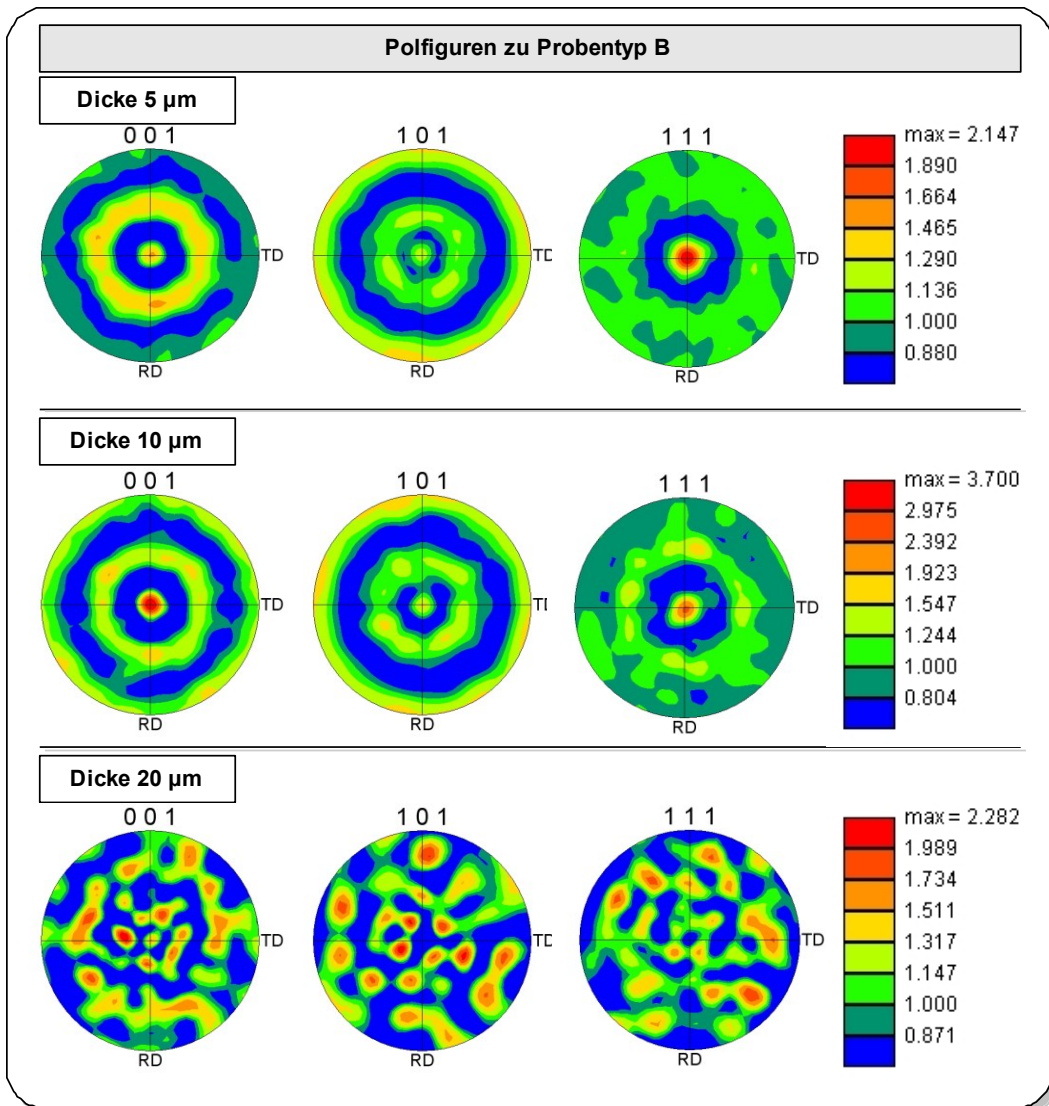


Abbildung 76: Die Polfiguren zu den EBSD-Messungen an Schichten, die mit Elektrolyt B hergestellt wurden.

Anhang D: Werte der Fließgrenze in Auftragung gegen die Korngröße

In Abbildung sind die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Fließgrenzwerte gegenüber der Korngröße bzw. der inversen Quadratwurzel der Korngröße dargestellt (Dieselben Werte wurden in Abschnitt 7.6 in Schubspannungswerte umgerechnet). Bei dieser Auftragung zeigt sich eine deutlich größere Diskrepanz zwischen den miniaturisierten und den makroskopischen Experimenten.

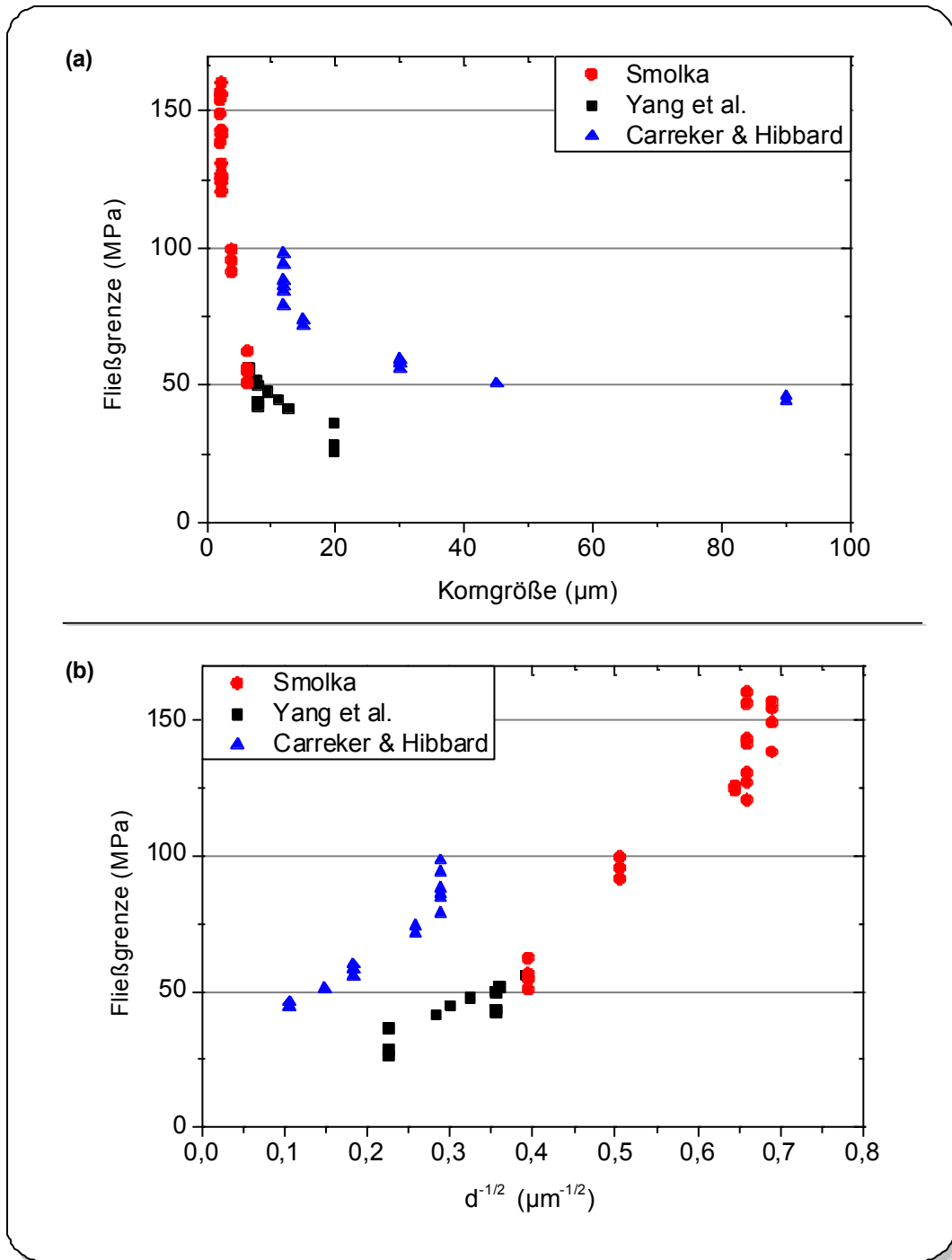


Abbildung 77: Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Werte der Fließgrenze in einer Auftragung gegen die Korngröße (a) sowie die inverse Quadratwurzel der Korngröße (Hall-Petch-Auftragung).

