

Mechanische Eigenschaften und Zuverlässigkeit von Materialien in Mikrodimensionen

S. Bader, S.P. Baker, W.-M. Kuschke, E. Arzt*)

Die sich rapide entwickelnde Mikrotechnik stellt mit zunehmender Miniaturisierung der Bauteile immer höhere Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe. Das mechanische Verhalten von Materialien in kleinen Dimensionen (Mikromaterialien) weicht jedoch erheblich vom Verhalten derselben Materialien in Makrodimensionen ab. Es werden neue Testmethoden für Mikromaterialien vorgestellt und einige typische mechanische Besonderheiten besprochen. Im Interesse der weiteren Entwicklung neuer Mikrowerkstoffe, sowie der Zuverlässigkeit daraus hergestellter Komponenten erscheinen weitere grundlegende Untersuchungen auf diesem Gebiet dringend angebracht.

Mechanical Properties and Reliability of Materials in Microdimensions

Rapid developments in microtechnology place increasing demands on the mechanical properties of the materials involved as components are further miniaturized. The mechanical behavior of materials in small dimensions („micromaterials“) can be considerably different from the behavior of the same materials in bulk form. New mechanical test methods for micromaterials are presented and some of the special mechanical properties of these materials are discussed. In order to continue the development of new micromaterials as well as to improve their reliability further fundamental research in this area is urgently needed.

In modernen Technologien sind zunehmend metallische, halbleitende, keramische und polymere Werkstoffe gefragt, die als Mikrokomponenten bestimmte Funktionen zuverlässig übernehmen können. Beispielsweise bestehen mikroelektronische Bauelemente aus Dünnschichten und Leiterbahnen, die hohen elektrischen Stromdichten ausgesetzt sein können (Bild 1), z. B. [1]. Auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik werden

neuerdings freistehende dreidimensionale Mikrokomponenten gefertigt, die als Bestandteile von Mikrosensoren und -aktoren hohen Anforderungen standhalten müssen [2]. Im weiteren Sinne lassen sich hier auch Oberflächenschichten, wie z. B. verschleißbeständige Hartstoffschichten auf hochbeanspruchten

chanismen im Mikrobereich nicht ausreichend verstanden sind und daß viele Zuverlässigkeitsprobleme sich mit fortschreitender Miniaturisierung verschärfen. Ein wichtiges Beispiel hierfür ist die Schädigung von Leiterbahnen auf integrierten Schaltkreisen (Mikrochips) durch Risse und Poren während des

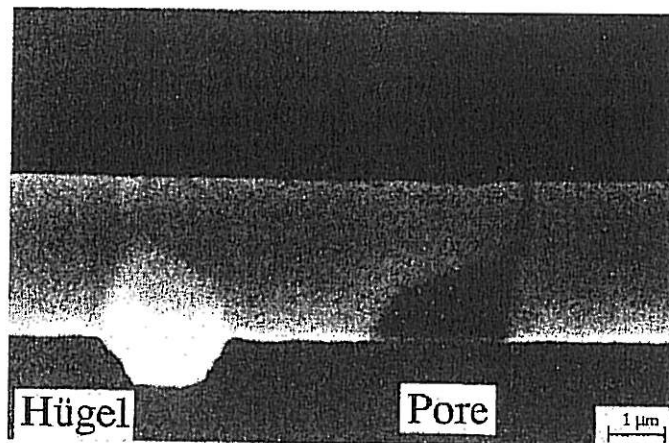


Abb. 1: Elektronenmikroskopische Aufnahme einer miniaturisierten Leiterbahn (Breite 3 μm) nach dem Versagen durch Poren- (rechts) und Hügelbildung (links). Für die Funktion und Zuverlässigkeit spielen neben den elastischen auch die mechanischen Eigenschaften eine wichtige Rolle.

Maschinenteilen exemplarisch anführen. All diesen Fällen ist die „Mikrodimensionalität“ gemeinsam: Die äußeren Abmessungen der Komponenten, die meist durch Strukturierung von Dünnschichten hergestellt werden, liegen in mindestens einer Richtung im Mikrometerbereich (und darunter). Wir bezeichnen im folgenden die Materialien, die speziell für solche miniaturisierte Komponenten entwickelt werden, als „Mikromaterialien“. Die Zuverlässigkeit von Mikromaterialien ist entscheidend für die Funktion der daraus hergestellten Bauteile. Die Entwicklung des letzten Jahrzehnts, insbesondere auf dem Gebiet der Mikroelektronik, hat gezeigt, daß die Versagensme-

Betriebs oder der Herstellung. Dabei kristallisiert sich zunehmend heraus, daß die mechanischen Eigenschaften – insbesondere das Verhalten von Mikromaterialien gegenüber äußeren und thermischen Spannungen – neben den eigentlichen Funktionskennwerten wie elektrische Leitfähigkeit, dielektrische Konstanten etc. viel stärker als bisher bei der Materialentwicklung berücksichtigt werden müssen. Die Einsicht, daß Zuverlässigkeit nur durch ein vertieftes Verständnis des mechanischen Verhaltens erreicht werden kann, spiegelt sich auch an der rapide wachsenden Zahl von Forschungsprojekten und Publikationen zu dieser Thematik wider [3].

*)Dr. S. Bader, Dr. S.P. Baker, Dr. W.-M. Kuschke, Prof. E. Arzt; Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaft und Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart, Stuttgart

Kompliziert, aber auch interessant, wird dieses junge Forschungsgebiet dadurch, daß sich die mechanischen Eigenschaften von Mikromaterialien in den wenigsten Fällen aus denen desselben Werkstoffs in Makrodimensionen ableiten lassen. Dies wird hauptsächlich durch unterschiedliche Werkstoffgefüge einerseits und durch die geometrische Einengung der Kristallgitterdefekte andererseits bedingt, z. B. [4]. Darüberhinaus werden die mechanischen Eigenschaften stark durch Herstellungsart und -parameter, sowie durch das Substrat beeinflusst. Um diese Effekte zu erfassen, sind spezielle Prüfmethode erforderlich, die den extrem geringen Abmessungen der Prüfobjekte Rechnung tragen.

In dieser Übersicht werden zunächst einige der neueren Prüfverfahren für Mikromaterialien, insbesondere für die in Abb. 2 gezeigten Geometrien vorgestellt (Kapitel 1). Danach erfolgt die Beschreibung der bisher bekannten und sich abzeichnenden Besonderheiten in den mechanischen Eigenschaften, insbesondere in bezug auf elastisches und plastisches Verformungsverhalten (Kapitel 2). Schließlich werden einige Schlußfolgerungen, die sich aus heutiger Sicht für die Konstruktion mit Mikromaterialien ergeben, gezogen (Kapitel 3). Insgesamt soll der Versuch unternommen werden, eine „Momentaufnahme“ der derzeit stürmischen Entwicklung eines neuen Zweigs der Material- und Werkstoffwissenschaft zu erstellen.

1 Prüfverfahren zur Ermittlung mechanischer Eigenschaften von Mikromaterialien

Ziel dieser Methoden ist es, „klassische“ mechanische Werkstoffkenngrößen wie

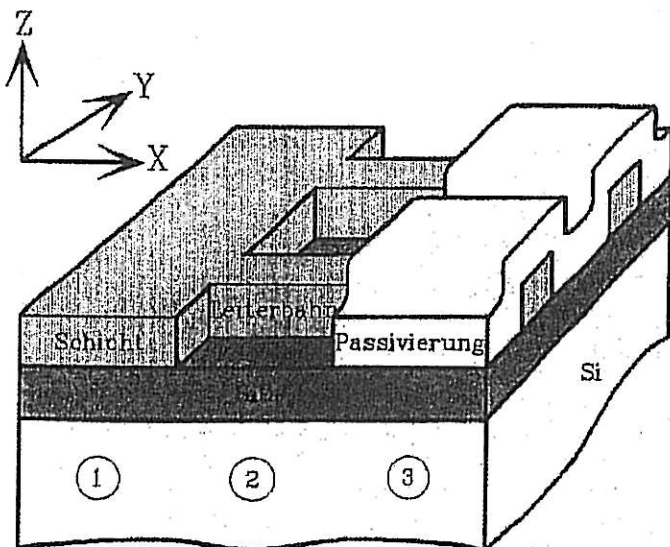


Abb. 2: Wichtige Geometrien für Mikromaterialien, wie sie in mikroelektronischen Bauteilen Verwendung finden: 1) kontinuierliche Dünnschicht, 2) zu Leiterbahnen strukturierte Dünnschicht, 3) mit Deckschicht geschützte Leiterbahnen. Das mechanische Verhalten ist in diesen Dimensionen (typischerweise im Mikrometerbereich) stark von Geometrieinflüssen geprägt.

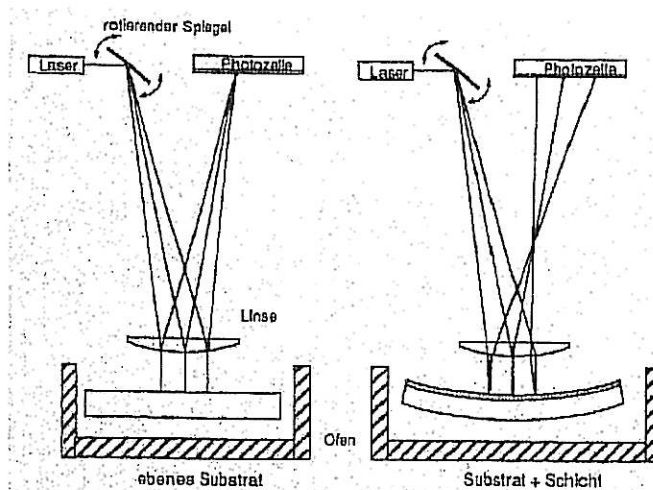


Abb. 3: Ermittlung von Schichtspannungen mit der Substratkrümmungsmethode: Auf optischem Weg wird die Verkrümmung der Schicht-Substrat-Paarung gemessen und in die Spannung in der Dünnschicht umgerechnet. Durch Temperaturänderungen mit einem Ofen können Spannung-Temperatur-Kurven aufgenommen werden (Abb. 4).

Elastizitätsmodul, Streckgrenze, Härte, Bruchfestigkeit, Bruchdehnung, usw. an kontinuierlichen und strukturierten Dünnschichten zu ermitteln. Dabei ergibt sich aufgrund der Wechselwirkung mit dem Substrat die Besonderheit, daß derartige Materialien großen mechanischen „Vorspannungen“ ausgesetzt sein können. Diese entstehen einerseits dadurch, daß während der Schichtabscheidung zunächst Nicht-Gleichgewichtsstrukturen entstehen, die sich danach umbilden („Wachstumsspannungen“, z. B. [5,6]). Andererseits können unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat bei Temperaturänderungen thermische Dehnungen und Spannungen hervorrufen, z. B. [4,5]. Die Kenntnis sowie die Kontrolle dieser Spannungen in Dünnschichten ist von großer Wichtigkeit, da sie alleine – oder nach Überlagerung mit mechanischen Zusatzspannungen – zum Versagen führen können. Ein praktisches Beispiel ist die Porenbildung in Leiterbahnen lediglich aufgrund des Temperaturwech-

sels von der Herstellungs- zur Einsatztemperatur, z. B. [7]. Methoden zur Ermittlung dieser Spannungen, sowie anderer Eigenschaften, werden im folgenden besprochen und an ausgewählten Beispielen illustriert. Wir orientieren uns dabei an den experimentellen Möglichkeiten, die in unserem Mikro- und Nanomechanik-Labor inzwischen zur Verfügung stehen.

1.1 Spannungsmessung nach der Substratkrümmungsmethode

Diese Methode wurde speziell für die Prüfung von dünnen Schichten entwickelt. Sie nutzt die Tatsache, daß eine dünne, unter Spannung stehende Schicht eine Krümmung des Substrates bewirkt, aus der die Schichtspannung σ nach folgender Gleichung berechnet werden kann [8]:

$$\sigma = A \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{t_s^2}{t_f} \frac{1}{R} \quad (1)$$

wobei R der Krümmungsradius des Schichtsystems, E_s und ν_s der E-Modul und die Poissonzahl des Substrates, t_s und t_f die Dicken von Substrat und Schicht sind. A ist eine dimensionslose Geometriekonstante. Je nach angestrebter Genauigkeit kommen verschiedene Verfahren der Krümmungsmessung zur Anwendung. Im einfachsten Fall kann die Durchbiegung eines dünnen, langen Testsubstrates direkt mit einer Mikrometerschraube gemessen werden. Sehr hohe Genauigkeiten erreichen Verfahren, bei denen die Durchbiegung auf kapazitivem [9,10] oder optischem [8] Weg gemessen wird. Solche Methoden wurden bereits bei einer Vielzahl von Dünnschichten mit Erfolg angewendet [6, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18].

Abb. 3 zeigt eine Prinzipskizze der Ver-

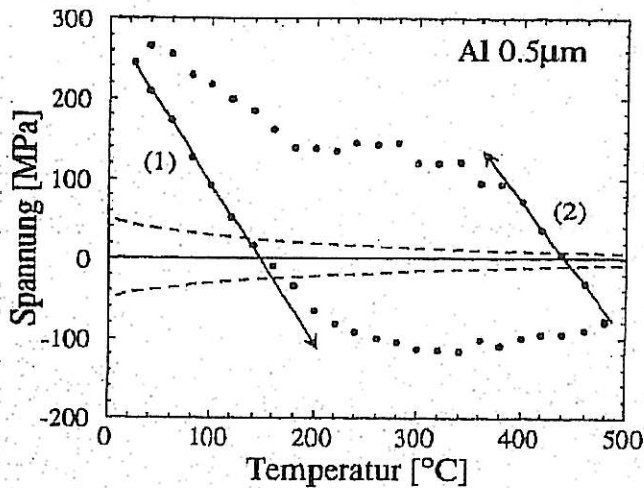


Abb. 4: Typischer Verlauf der Schichtspannungen als Funktion der Temperatur während Aufheiz- (1) und Abkühlphase (2), wie sie als Ergebnis von thermischer Dehnung und Spannungsrelaxationsmechanismen entstehen. Die Analyse dieser Hysteresekurven erlaubt die Bestimmung von elastischen und plastischen Kenndaten für die Dünnschicht. Die viel niedrigere Streckgrenze von Aluminium vergleichbarer Reinheit in massiver Form ist strichliert eingezeichnet.

suchs-anordnung, die eine Weiterentwicklung früherer Apparaturen darstellt [8]. Ein Laserstrahl wird von einem rotierenden Spiegel entlang einer Geraden über das Substrat oder die Schicht gelenkt. Die Optik ist so justiert, daß Abweichungen von der Planarität des Schichtsystems als Strahlauslenkungen von einer Photozelle registriert werden. Mit Hilfe dieser Anordnung läßt sich eine Auflösung in der Messung des Krümmungsradius von 10^{-4} m erreichen, was einer typischen Genauigkeit von etwa 2 MPa in der Spannungsmessung entspricht. Eine solche Spannungsmessung dauert nur zwischen 1 und 2 sec.

Die Versuchsprobe ist auf drei Auflagepunkten in einem Ofen mit Schutzgasatmosphäre (N_2 , Ar) gelagert. Aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat werden durch gezielte Temperaturänderungen thermische Spannungen in der Schicht erzeugt, die sich bei rein elastischem Werkstoffverhalten folgendermaßen errechnen:

$$\sigma = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \Delta T \Delta \alpha \quad (2)$$

Hierbei ist ΔT die Temperaturänderung, $\Delta \alpha$ die Differenz der Wärmeausdehnungskoeffizienten sowie E_f und ν_f der E-Modul und die Poissonzahl der Schicht. Abb. 4 zeigt als typisches Beispiel das Spannungs/Temperaturverhalten einer 0,5 μ m dicken Al-Schicht auf einem oxidierten Si-Substrat [11]. Die Ausgangsspannung bei Raumtemperatur, das Ergebnis aus Wachstums- und thermischen Spannungen, beträgt 240 MPa. Da der Wärmeausdehnungskoeffizient von Al ($25 \cdot 10^{-6} K^{-1}$) wesentlich höher als der des Si-Substrates ($3 \cdot 10^{-6} K^{-1}$) ist, nehmen beim Aufheizen die Spannungen in der

Al-Schicht ab und gehen schließlich in den Druckspannungsbereich über. Die Verformung erfolgt zunächst elastisch entsprechend Gl. (2) entlang der in Abb. 4 eingezeichneten „thermo-elastischen“ Geraden. Nachdem sich genügend hohe Druckspannungen aufgebaut haben, weicht die Meßkurve vom linearen Verlauf ab: Die Al-Schicht hat die „Streckgrenze“ überschritten und beginnt, sich plastisch zu verformen. Mit weiter steigender Temperatur nehmen die Druckspannungen aufgrund vermehrt stattfindender thermisch aktivierter Verformungsprozesse ab.

Beim Abkühlen wird eine ähnliche Sequenz durchlaufen. Die zunächst rein elastische Verformung geht beim Erreichen einer bestimmten Zugspannung in eine plastische über. Im Abkühlzyklus durchläuft die Spannungs/Temperaturkurve kein Maximum, da die Fließspannung mit fallender Temperatur ansteigt. Mit dieser Methode lassen sich also das elastische und plastische Verhalten der Schicht bestimmen und mit einem Zug- bzw. Druckversuch an Massivmaterialien vergleichen. Im Unterschied dazu wird der Versuch an Dünnschichten jedoch nicht unter isothermen Bedingungen durchgeführt, und der aufgebrachte Spannungszustand ist nicht einachsrig, sondern zweiachsrig. Interessanterweise neigen Materialien in Dünnschichtform dazu, wesentlich höhere Festigkeiten aufzuweisen als in massiver Form (siehe strichlierte Kurve in Abb. 4). Diese Tatsache wird in Kap. 2 ausführlich besprochen.

Ein wesentlicher Vorteil der Substratkrümmungsmethode liegt in der hohen Meßgeschwindigkeit, die es erlaubt, auch das Spannungsrelaxationsverhalten in situ zu untersuchen. Dabei wird die Temperatur konstant gehalten und der Abbau der

Spannung als Funktion der Zeit gemessen. Aus den so erhaltenen Zeitgesetzen lassen sich Hinweise auf die auftretenden Verformungsmechanismen gewinnen [8,16]. Als Nachteil dieser Methode erweist sich die Tatsache, daß nur Spannungen in kontinuierlichen Schichten untersucht werden können. Die Untersuchung der Spannungen in strukturierten Schichten [19] ist aufwendig und nicht unumstritten [7]. Ebenso wenig lassen sich die Spannungen in Schichtsystemen mit mehreren übereinanderliegenden Schichten getrennt voneinander bestimmen.

1.2 Röntgenographische Spannungsmessung

Mechanische Spannungen bewirken eine Veränderung des Gitterabstandes von Netzebenen in einem Kristall. Steht eine dünne Schicht auf einem Substrat unter Zugspannung, so wird der Abstand der Netzebenen senkrecht zur Schichtoberfläche gegenüber dem spannungsfreien Ebenenabstand aufgeweitet. Aufgrund der Querkontraktion nimmt gleichzeitig der Abstand parallel zur Schichtoberfläche liegender Ebenen ab. Dies wird bei der röntgenographischen Spannungs-

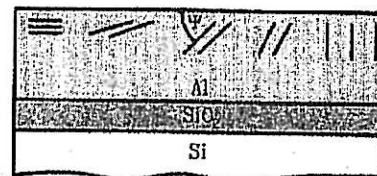
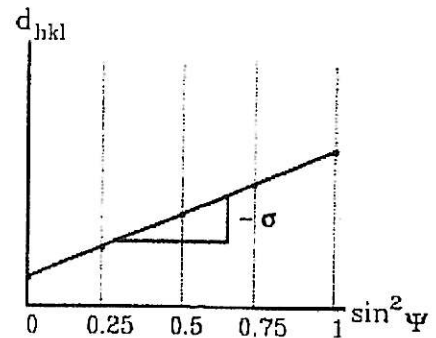


Abb. 5: Röntgenographische Spannungsmessung: Der Abstand d_{hkl} einer Netzebenenschar (hkl) wird in Abhängigkeit von der Orientierung (Ψ) der Ebenen in der Schicht gemessen. Aus der Auftragung von d_{hkl} gegen $\sin^2 \Psi$ läßt sich die Schichtspannung ermitteln.

messung ausgenutzt, indem der Netzebenenabstand einer bestimmten Ebenenschar in Abhängigkeit von der Orientierung dieser Ebenen in der Schicht gemessen wird (Bild 5). Bei einer Auftragung des Netzebenenabstandes $d(\Psi)$ gegen $\sin^2 \Psi$, wobei Ψ der Verkippungswinkel

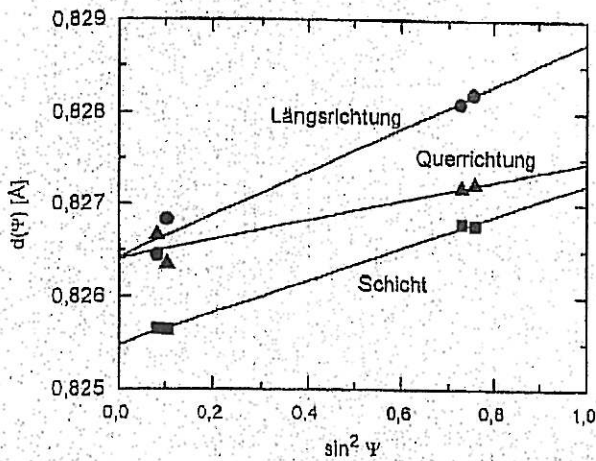


Abb. 6: Typisches Ergebnis der röntgenographischen Spannungsmessung an einer Al-Schicht mit der Dicke 0,5 µm und an daraus strukturierten, passivierten Leiterbahnen (Breite: 1,5 µm, Messung in Längs- und Querrichtung). Die Spannungswerte werden gemäß Gl. (3) aus Steigung bzw. Achsenabschnitt der Meßgeraden bestimmt.

der Netzebene gegenüber der Probenoberfläche ist, kann aus der Steigung der sich ergebenden Geraden die Spannung in der Schicht ermittelt werden [20]:

$$d(\psi) = d_0 \left[\frac{(1+\nu_f)\sigma}{E_f} \sin^2 \psi - \frac{2\nu_f}{E_f} \sigma + 1 \right] \quad (3)$$

Hierbei ist d_0 der Netzebenenabstand für den spannungsfreien Fall. Diese Methode ist für die Untersuchung von Eigenspannungen an makroskopischen Proben bereits gut etabliert; in der Anwendung auf Mikromaterialien ist den kleinen Probenvolumina entweder durch längere Belichtungszeiten oder stärkere Strahlquellen Rechnung zu tragen.

Der Vorteil der röntgenographischen Spannungsmessung besteht darin, daß im Gegensatz zur Substratkrümmungsmethode schon kleine Probenstücke für eine Spannungsmessung geeignet sind und daß eine Spannungsanalyse sowohl an durchgehenden als auch an strukturierten Schichten (Leiterbahnen) durchgeführt werden kann. Dies ist selbst dann noch möglich, wenn sich die Leiterbahnen unter einer schützenden Passivierungsschicht befinden, z. B. [21]. Die Spannungsmessung an Leiterbahnen erfordert zwei Messungen, d. h. eine Messung in Leiterbahnrichtung und eine weitere quer dazu. Ein typisches Beispiel hierfür, gemessen an passivierten Al-Leiterbahnen sowie einer passivierten Al-Dünnschicht, ist in Abb. 6 dargestellt. Die Genauigkeit, die mit Hilfe der röntgenographischen Spannungsmessung erzielt wird, liegt bei typischerweise 10 MPa für dünne Schichten und 20 MPa für Leiterbahnen. Insbesondere an passivierten Leiterbahnen werden sehr hohe Spannungen gemessen (mehrere 100 MPa), was ebenfalls in Kap. 2 näher diskutiert werden soll.

Von Nachteil ist bei der röntgenographischen Spannungsmessung die gegenüber

der Substratkrümmungsmethode lange Meßzeit, die zwischen einigen Minuten und mehreren Stunden liegen kann. Dies beschränkt teilweise die in-situ Beobachtung dynamischer Prozesse wie der Spannungsrelaxation und der plastischen Verformung.

1.3 Ultramikrohärte- und Nanohärtemessungen

Bei der klassischen Makrohärtemessung wird ein spitzer Eindruckskörper („Indenter“) mit der Kraft F in ein Material gedrückt und nach dem Entlasten die Fläche A des Eindrucks bestimmt. Die Härte H berechnet sich dann als $H = F/A$. Für eine Reihe von Materialien, wie z. B. die meisten reinen Metalle, läßt sich die Streckgrenze Y nach folgender Gleichung mit der Härte korrelieren: $Y \approx H/3$ [22]. Um die Eigenschaften immer kleinerer Bereiche und Volumina messen zu können, führte die Entwicklung zu kleineren Eindruckskräften („Mikrohärte“, „Ultramikrohärte“, „Nanohärte“). Ein-

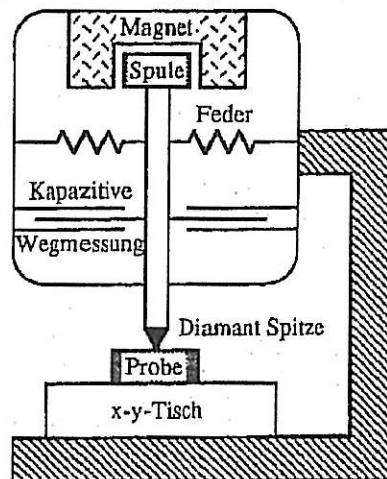


Abb. 7: Prinzipskizze des „Nanoindenters“, einer hochempfindlichen Härtemeßapparatur zur Bestimmung elastischer und plastischer Kenngrößen von Mikromaterialien.

druckexperimente im Nanometerbereich sind notwendig, um die mechanischen Eigenschaften von dünnen Schichten und Mikrostrukturen zu bestimmen. Dazu sind heute einige kommerzielle Apparaturen verfügbar [23,24,25]. Im folgenden wird der Nanoindenter II der Firma Nano Instruments (Abb. 7) beschrieben, der für solche Problemstellungen eingesetzt wird.

Eine Diamantspitze sitzt auf einem an sehr weichen Blattfedern aufgehängten Schaft, auf den Kräfte induktiv mit einer Genauigkeit von ca. 0,25 µN aufgebracht werden können. Die Verschiebung des Schafts wird über einen kapazitiven Wegaufnehmer mit einer Ortsempfindlichkeit von etwa 0,2 nm gemessen. Die Versuchsprobe ist auf einem x-y-Tisch

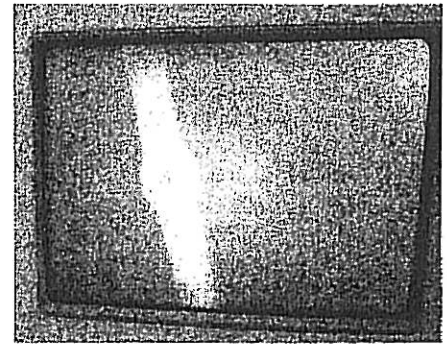


Abb. 8: Nanoindenter-Eindruck in einer 5 µm breiten Leiterbahn. Zur Demonstration ist die Eindrucktiefe größer gewählt als zur Messung üblich.

gelagert, der einer Genauigkeit von 0,5 µm verschoben werden kann. Um Meßartefakten vorzubeugen und die Treffergenauigkeit in komplizierten Strukturen zu erhöhen, ist die Unterbringung der Apparatur in einem konstant temperierten Raum erforderlich.

Die Eindrücke des Nanoindenters sind viel zu klein, als daß ihre Fläche optisch bestimmt werden könnte. Es werden daher die vom Indenter übertragene Kraft und seine Verschiebung kontinuierlich aufgezeichnet. Abb. 8 zeigt einen exakt positionierten Eindruck in eine 5 µm breite Al-Leiterbahn. In Abb. 9 wird das Kraft/Verschiebungs Diagramm eines 0,2 µm tiefen Eindrucks in dieselbe Leiterbahn wiedergegeben. Während die Kraft mit einer vorbestimmten Rate aufgebracht wird, findet sowohl elastische als auch plastische Verformung statt. Bei der Entlastung wird die elastische Dehnung zunehmend abgebaut.

Zur Bestimmung der Härte muß die Fläche des Eindrucks nach vollständiger Entlastung aus dem Diagramm ermittelt werden. Eine exakte Bestimmung ist deshalb nicht möglich, weil weder die Geo-

metrie des Indenters im unmittelbaren Bereich der Spitze, noch die Kontaktfläche des Indenters mit dem Material beim Eindruck bekannt ist [26]. Neben der exakten Kalibrierung der Apparatur sind Modellrechnungen notwendig, um die Kontaktfläche hinreichend genau zu bestimmen [27,28]. Mit dem Nanoindenter lassen sich auf diese Weise nicht nur die Härte, sondern aus der Steigung der Entlastungsgeraden (Abb. 9) auch elastische Eigenschaften ermitteln. Nach diesem Prinzip können die mechanischen Eigenschaften kleiner Probenvolumina, wie dreidimensionale Mikrostrukturen, ermittelt werden, derzeit aber nur bei Raumtemperatur. Allerdings ist das Prüfverfahren aufwendig und bedarf einer im Vergleich zur herkömmlichen Makrohärte weitaus kompetenteren Betreuung.

1.4 Weitere Untersuchungsmethoden

Neben diesen Verfahren wurde noch eine Reihe weiterer Verfahren entwickelt, wie z. B. der „Bulge Test“ [30,31] und die Mikrozugmaschinen [32,33,34] zur Untersuchung freitragender Schichten, sowie die Mikrobalken-Verbiegungsmethode [35], bei der eine balkenförmige Mikrostruktur mit einem Indenter verbogen wird, woraus sich die elastischen Eigenschaften bestimmen lassen. Auch Verfahren zur Bestimmung der inneren Reibung von Schichten wurden entwickelt [29]. Diese Verfahren werden jedoch nur für ganz bestimmte Untersuchungen eingesetzt, da entweder die Probenpräparation sehr aufwendig oder die Versuchsdurchführung schwierig ist.

1.5 Vergleich der Prüfverfahren

In Tab. 1 werden die besprochenen Prüfverfahren zusammenfassend dargestellt und miteinander verglichen. Abhängig davon, welche Materialeigenschaften bestimmt werden sollen, haben die Untersuchungsverfahren ihre Vorzüge und Nachteile. Die Untersuchung lokaler Eigenschaften ist nur mit dem Nanoindenter möglich;

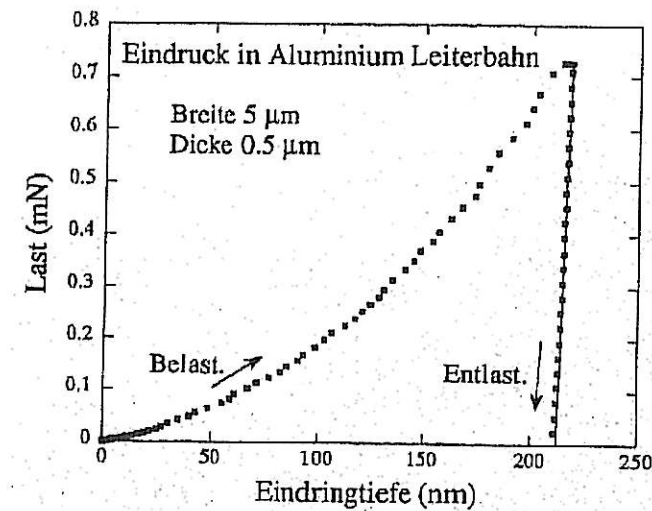


Abb. 9: Kraft-Verschiebungsdiagramm für einen Nanoindenterversuch an einer 5 μm breiten Al-Leiterbahn auf Silizium. Aus diesen Daten lassen sich die Härte und elastische Eigenschaften mit hoher Ortsauflösung ermitteln.

hiermit können elastische Konstanten und – über die Härte – auch die Fließgrenze bestimmt werden. Elastische Konstanten können prinzipiell auch mit dem Bulge Test bestimmt werden, im Gegensatz zum Nanoindenter jedoch nicht mit lokaler Auflösung. Zur Messung von Spannungen, auch in Abhängigkeit von der Temperatur, eignen sich sowohl die Röntgendiffraktometrie als auch die Substratkrümmungsmetho-

Schichten. Die Charakterisierung strukturierter Schichten, wie zum Beispiel von Leiterbahnen, ist nur mit der Röntgendiffraktometrie und dem Nanoindenter möglich. Abschließend muß gesagt werden, daß die hier besprochenen Untersuchungsmethoden einander ergänzen und für eine vollständige Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Mikromaterialien möglichst in Kombination angewandt werden sollten.

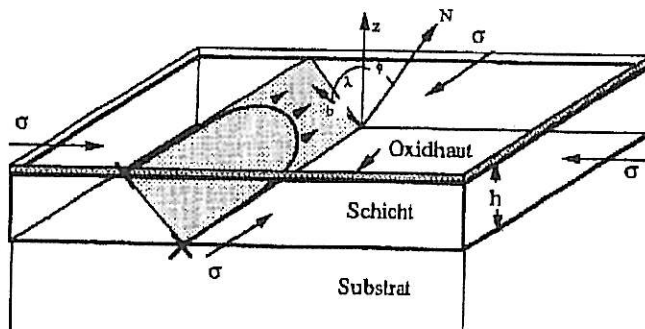


Abb. 10: Modell der plastischen Verformung einer dünnen Schicht, in der die Versetzungsbewegung durch das Substrat und eine Oberflächenschicht behindert wird [4,41]. Es ergibt sich eine Fließspannung, die umgekehrt proportional zur Schichtdicke ist.

Bei letzterem Verfahren lassen sich auch Aussagen über die Fließgrenze gewinnen, was auf röntgenographischem Wege aufgrund der in manchen Fällen relativ langen Meßzeit nur bedingt möglich ist. Alle vier Methoden eignen sich zur Untersuchung kontinuierlicher

2. Mechanisches Verhalten von Mikrostrukturen: Ausgewählte Beispiele und Tendenzen

In den letzten Jahren wurden verschiedenste Mikromaterialien mit den oben beschriebenen und ähnlichen Methoden untersucht. Es kristallisierte sich dabei zunehmend heraus, daß das mechanische Verhalten von Mikromaterialien gegenüber Massivmaterialien einige wichtige Besonderheiten aufweist, die im folgenden aus heutiger Sicht skizziert werden.

2.1 Spannungen aufgrund von Substrateffekten

Kontinuierliche und strukturierte Dünnschichten, die mit einem Substrat fest verbunden sind, neigen dazu hohe

Tab. 1: Übersicht der besprochenen Prüfverfahren zur Ermittlung mechanischer Eigenschaften von Mikromaterialien

Prüfmethoden	Kontinuierliche/strukturierte Schichten	lokale Eigenschaften	Hochtemperaturanwendung	Fließgrenze	Elastische Konstanten
Substratkrümmung	K	nein	ja	ja	nein
Röntgendiffraktometrie	K,S	nein	ja	bedingt	nein
Nanohärtemessung	K,S	ja	nein	bedingt	ja
Bulge Test	K	nein	nein	nein	ja

mechanische Spannungen auszubilden, die in dieser Form für Massivmaterialien untypisch sind. Für die Funktion und Zuverlässigkeit von Mikromaterialien sind diese Spannungen von großer Bedeutung, insbesondere wenn sich ihnen noch zusätzliche Spannungen, z. B. aufgrund von hohen elektrischen Stromdichten [36,37] überlagern. Bei der Herstellung freitragender Mikrokomponenten durch Ablösen von einem Substrat können diese Spannungen außerdem zum unerwünschten Verzug des Bauteils führen [38]. Das Verständnis ihrer Ursachen und die möglichst kontrollierte Einstellung der Schichtspannungen sind daher von großem technischen Interesse. Spannungen in Dünnschichten entstehen durch Materialprozesse, die eine relative Längenänderung zwischen Schicht und Substrat herbeiführen wollen, welche jedoch wegen der festen Verbindung zum Substrat behindert ist. Im wesentlichen kommen dafür zwei Mechanismen in Frage:

- a) Temperaturänderungen in Verbindung mit unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat führen zu thermischen Spannungen. Viele Schichten werden bei Temperaturen weit oberhalb der späteren Anwendungstemperatur hergestellt. Auf metallische Schichten auf Keramik- oder Halbleitersubstraten (Optik, Mikroelektronik) wirken daher im Einsatz Zugspannungen, während keramische Schichten auf metallischen Substraten (Verschleiß-, Korrosionsschutzschichten) meist Druckspannungen ausgesetzt sind. Extrem hohe Zugspannungen können auf diese Weise in Leiterbahnen auf integrierten Schaltkreisen entstehen, wenn sie zusätzlich mit einer keramischen Schutzschicht („Passivierung“) überzogen sind (Tab. 2). Der Abbau dieser Spannungen ist dadurch erschwert, daß einerseits der hydrostatische Spannungsanteil beträchtlich, andererseits der Laufweg der Gitterversetzungen durch die Mikrodimensionalität geometrisch eingeengt ist. Die Folge ist daher die Bildung von Poren („Stress Voiding“), die zum Versagen der Leiterbahnen führen können, z. B. [7].
- b) Die zweite wichtige Ursache für Spannungen in Schichten liegt in Gefügeänderungen während oder nach der Herstellung, wodurch meistens geringfügige Volumenänderungen entstehen. Während dieser Effekt in Massivmaterialien in vielen Fällen ohne Bedeutung ist, werden bei der

Tab. 2: Röntgenographisch bestimmte Spannungswerte in 0,5 µm dicken und 1,5 µm breiten Al-Leiterbahnen auf Silizium in Längs- (x) und Querrichtung (y) der Leiterbahnen, sowie senkrecht zur Schichtebene (z) [39].

	σ_x [MPa]	σ_y [MPa]	σ_z [MPa]
unpassiviert	330	100	0
passiviert	570	535	200

Abscheidung von Schichten, z. B. durch Sputtern oder Aufdampfen, so hohe Dichten von Defekten erzeugt, daß sie selbst oder ihr Ausheilen oft zu beträchtlichen Spannungen führen („Wachstumsspannungen“), z. B. [5,9]. Phasenumwandlungen und Ausscheidungsreaktionen können ähnliche Auswirkungen haben.

Insgesamt muß man festhalten, daß auf dem technisch so wichtigen Gebiet der Schichtspannungen noch viele grundlegende Fragen ungeklärt sind. Die Zuverlässigkeit derart beanspruchter Mikromaterialien ist besonders dadurch gefährdet, daß die Spannungswerte meist beträchtlich über denen liegen, die Massivproben ähnlicher Zusammensetzung ohne plastischen Fließen ertragen können. Die Ursachen dafür sind Gegenstand des folgenden Abschnitts.

2.2 Plastizität und Festigkeit

Plastische Verformung wird in Mikromaterialien durch dieselben Mechanismen bewirkt wie in Massivmaterialien, nämlich vorwiegend durch Versetzungsgleiten und Diffusionskriechen. Dennoch zeigen viele Materialien in Mikrodimensionen wesentlich höhere Streckgrenzen und Festigkeiten (siehe z. B. Abb. 4). Dies ist aus Sicht der Zuverlässigkeit zunächst von Vorteil, erschwert aber auch den Abbau hoher elastischer Verzerrungen.

Dieses mechanische Verhalten läßt sich im wesentlichen auf zwei Ursachen zurückführen:

- a) Aufgrund des Herstellprozesses ist das Gefüge von Schichtmaterialien durch eine kleine Korngröße, die oft weit unter der Schichtdicke (z. B. in der Größenordnung 10 nm–1 µm) liegt, gekennzeichnet. Wie auch in Massivmaterialien wird die Versetzungsbewegung durch Korngrenzen stark behindert (Hall-Petch-Effekt) [40]. Obwohl der genaue funktionale Zusammenhang zwischen Streckgrenze und Korngröße in diesem Bereich nicht als gesichert gilt, ist es erwiesen, daß dieser Effekt einen wichtigen Beitrag zum Widerstand gegen plastische Verformung dünner Schichten liefert.

- b) Die geometrische Begrenzung eines Mikromaterials, insbesondere durch Oberflächenschichten und/oder das mit ihm verbundene Substrat, führt zur Einengung der Versetzungsbewegung (Abb. 10). Um zur Verformung beizutragen, müssen Versetzungen einen Krümmungsradius annehmen, der etwa der Schichtdicke entspricht [4,41]. Daraus ergibt sich, daß die Spannungen in der Schicht nur bis zu einem bestimmten Betrag, der umgekehrt proportional zur Schichtdicke ist, abgebaut werden können. Obwohl dieser Effekt für Mikrobauteile noch nicht ausreichend untersucht ist, deutet sich damit an, daß die Fließgrenze eines Mikromaterials unter bestimmten Randbedingungen mit zunehmender Miniaturisierung steigen wird.

Bei hohen Temperaturen müssen zusätzlich Kriechprozesse, vor allem das Diffusionskriechen, berücksichtigt werden [42,43]. Die hohen Dichten an Korngrenzen kommen diesem Mechanismus entgegen, da diese als schnelle Diffusionspfade dienen. Es ist daher im allgemeinen damit zu rechnen, daß das plastische Fließen bei hohen Temperaturen in Mikromaterialien eher erleichtert wird, wie z. B. bei Cu-Schichten [16]. Genauere mechanistische Überlegungen dazu stehen aber noch aus.

2.3 Elastische Eigenschaften

Das elastische Verhalten eines Materials wird durch die Eigenschaften und die Dichte der interatomaren bzw. intermolekularen Bindungen bestimmt und ist daher in erster Näherung strukturunabhängig. Dies bedeutet, daß bei konstanter Zusammensetzung sich die elastischen Eigenschaften über die gesamte Spannweite möglicher Defektdichten, die üblicherweise in Massivmaterialien auftreten, nicht signifikant ändern. Auch die hohen Defektdichten, die zum Teil in gesputterten Schichten und Mikrostrukturen auftreten, sollten normalerweise nicht zu größeren Änderungen des elastischen Verhalten führen. Ausführliche systematische Untersuchungen, die dies bestätigen könnten, sind jedoch nicht durchgeführt worden.

2.4 Bruchverhalten, Zähigkeit und Ermüdung: mögliche Tendenzen

Während das Bruchverhalten von Massivmaterialien ausführlich untersucht ist, gibt es nur sehr wenige detaillierte Arbeiten über das von Mikromaterialien. Folgende Effekte der Mikrodimensionalität sind denkbar: Der Duktilbruch eines Materials wird durch „Grübchen-Bildung“, meist an Einschlüssen oder anderen Spannungskonzentrationen, ausgelöst, wobei sich ein charakteristischer Grübchen-Abstand einstellt. Sinkt die Bauteilgröße unter diesen, im Massivmaterial beobachteten Abstand, dann ist zu erwarten, daß der Bruchmechanismus zu einem spröden Verhalten umschlägt.

In einem spröden Material wird die Bruchspannung von der Ausdehnung des kritischen Defekts oder Risses und der Bruchzähigkeit bestimmt. Für Mikromaterialien ergibt sich nun folgende interessante Situation: Einerseits erreicht die Größe der Prozeßzone vor der Rißspitze unter Umständen die Bauteilgröße, wodurch sich der Zähigkeitswert gegenüber dem in Massivmaterialien stark verändern kann [44]. Andererseits kann das Bauteil selbst kleiner als der mittlere Fehlerabstand sein, so daß sich die Fehler- und damit die Bruchstatistik stark verschieben („Volumeneffekt“). Daraus folgt im Prinzip, daß die meisten Mikrobauteile frei von kritischen Fehlern sein werden, während ein zufällig auftretender Effekt groß gegenüber der Dimension des Bauteils ist und daher zu raschem vorzeitigem Versagen führen sollte.

Ähnlich spekulative Überlegungen lassen sich bezüglich des erwarteten Ermüdungsverhaltens anstellen. Obwohl der Volumeneffekt die Mikromaterialien in Bezug auf Ribinitierung im Probeninneren begünstigen könnte, muß aufgrund des größeren Oberflächen/Volumen-Verhältnisses mit vermehrter Oberflächenribinitierung gerechnet werden. Grundlegende Untersuchungen dieser Effekte, die für die Langzeitzuverlässigkeit z. B. von Mikrosensoren und -aktoren wesentlich sein können, erscheinen dringend erforderlich.

3. Ausblick: Einige Konsequenzen für Entwicklung und Einsatz für Mikromaterialien

Obwohl im Verständnis des mechanischen Verhaltens von Mikromaterialien noch wesentliche Fragen offen sind, können bereits einige vorläufige Schlußfolgerungen gezogen werden. Aufgrund der vorliegenden Ergebnisse verstärkt sich

zunehmend der Eindruck, daß die mechanischen Eigenschaften und die Zuverlässigkeit von Mikromaterialien nicht einfach aus dem Verhalten von Massivproben abgeleitet werden können. Vielmehr muß mit einer Veränderung des Eigenschaftsspektrums, insbesondere hin zu höheren Fließgrenzen und Spannungen bei noch unklaren Auswirkungen auf das Bruchverhalten, gerechnet werden. Kinetische Effekte, wie Diffusion und damit verbundene Mechanismen (Kornwachstum, Diffusion, etc.), spielen aller Voraussicht nach aufgrund der kleinen Dimensionen eine wesentlich größere Rolle und können zu größeren zeitlichen Änderungen der Eigenschaften führen.

Die Entwicklung neuer Mikromaterialien kann nur dann gezielt erfolgen, wenn diese Effekte ausreichend verstanden und in weiter Konsequenz bewußt ausgenutzt werden. Deshalb ist eine tiefere, systematische Erfassung der Miniaturisierungseffekte in bezug auf das mechanische Verhalten dringend geboten. Wichtige Zielsetzung ist die Entwicklung von neuen Teststrukturen, Untersuchungsmethoden und Erklärungsansätzen, die auf dem bekannten Verhalten von Massivmaterialien aufbauen, aber die Besonderheiten von Mikromaterialien berücksichtigen. Für den gezielten Werkstoffeinsatz werden auch adaptierte „Design Rules“ sich als unumgänglich erweisen.

Insgesamt wird es eine lohnende Aufgabe für die Materialforschung sein, der sich rapide weiterentwickelnden Mikrotechnik eine Werkstoffpalette zur Verfügung zu stellen, die über die schon eingesetzten Materialien hinausgeht. Aufgrund der bisherigen Entwicklung darf man erwarten, daß dies auch zunehmend für solche Anwendungen gelten wird, in denen die mechanische Funktion und Zuverlässigkeit noch nicht im Vordergrund stehen.

Literatur

[1] Thompson C.V., Lloyd J.R.: *Mat. Res. Soc. Bulletin* 18, Nr. 12 (1993) 19
 [2] Menz W., Bley P.: *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1993
 [3] *Materials Research Society, Pittsburg, Pennsylvania* (Hrsg.): *Thin Films: Stresses and Mechanical Properties I-IV*, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, 130 (I) (1989); 188 (II) (1990); 239 (III) (1992); 308 (IV) (1993)
 [4] Nix W.D.: *Met. Trans.* 20A (1989) 2217
 [5] Doerner M.F., Nix W.D.: *CRC Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 14 „Stresses and Deformation Processes in Thin Films on Substrates“ (1988) 225
 [6] Abermann R.: *Mater. Res. Soc. Proc.*, Pittsburg, 239 (1992) 25
 [7] Flinn P.A., Sauter Mack A., Besser P.R.,

Marieb T.N.: *Mat. Res. Soc. Bulletin* 18, Nr. 12 (1993) 26
 [8] Flinn P.A., Gardner D.S., Nix W.D.: *IEEE Trans. on Electron Devices* 34 (1987) 689
 [9] Pill-Kauffmann, W.: *Dissertation*, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1990
 [10] Moske M., Samwer K.: *Rev. Sci. Instrum.* 59 (1988) 2012
 [11] Bader S., Flinn P.A., Arzt E., Nix W.D.: *J. Mat. Res.* 9 (1994) 3/8
 [12] Murakami M., Kuan T.-S., Blech I.A.: *Treatise on Materials Science and Technology* 24 (1982) 163
 [13] Venkatraman R., Bravman J.C., Nix W.D., Davies P.W., Flinn P.A., Fraser D.B.: *J. Electronic Materials* 19 (1990) 1231
 [14] Venkatraman R., Chen S., Bravman J.C.: *J. Vac. Sci. Technol. A* 9 (1991) 2536
 [16] Thouless M.D., Gupta J., Harper J.M.E.: *J. Mat. Res.* 8 (1993) 1845
 [17] Flinn P.A.: *J. Mat. Res.* 6 (1991) 1498
 [18] von Preissig F.J., Nix W.D.: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 239 (1992) 207
 [19] Moske M.A., Ho P.S., Mikalson D.J., Cuomo J.J.: *J. Appl. Phys.* 74 (1993) 1716
 [20] Glocker R.: *Materialprüfung mit Röntgenstrahlen*, 4. Auflage, Springer-Verlag, Berlin (1958) S. 355
 [21] Flinn P.A., Chiang C.: *J. Appl. Phys.* 67 (1990) 2927
 [22] Tabor D.: *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, London, 1951
 [23] Nano Indenter II, Nano Instruments, Inc., Knoxville, Tennessee, USA
 [24] UMIS-2000, CSIRO, Linfield, NSW 2070, Australien
 [25] Fischerscope, Helmut Fischer GmbH, 71069 Sindelfingen
 [26] Baker S.P.: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Pittsburgh, 308 (1993) 209
 [27] Doerner M.F., Nix W.D.: *J. Mater. Res.* 1 (1986) 601
 [28] Oliver W.C., Pharr G.M.: *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564
 [29] Prieler M., Bohn H.G., Schilling W., Trinkhaus H.: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Pittsburgh, 308 (1993) 305
 [30] Small M.K., Nix W.D.: *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1553
 [31] Vlassak J.J., Nix W.D.: *J. Mater. Res.* 7 (1992) 3242
 [32] Ruud, J.A., Josell D. et al.: *J. Mater. Res.* 8 (1993) 112
 [33] Noyan I.C., Shekh G.: *J. Mater. Res.* 8 (1993) 764
 [34] Read D.T., Dally J.W.: *J. Mater. Res.* 8 (1993) 1542
 [35] Weihs T.P., Hong S. et al.: *J. Mater. Res.* 3 (1988) 931
 [36] Blech J.R., Tai K.L.: *Appl. Phys. Lett* 30 (1977) 387
 [37] Arzt E., Nix W.D.: *J. Mat. Res.* 6 (1991) 731
 [38] Menz W., Bley P.: *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim (1993) S. 212
 [39] Kuschke W.-M., Arzt E.: *Appl. Phys. Lett.* 64 Vol. 9 (1994)
 [40] Venkatraman R., Bravman J.C.: *J. Mater. Res.* 7 (1992) 2040
 [41] Freund L.B.: *J. Appl. Mech.* 54 (1987) 553
 [42] Gibbs G.B.: *Philos. Mag.* 13 (1966) 589
 [43] Frost H.J., Ashby M.F.: *Deformation-Mechanism Maps*, Pergamon Press, Oxford (1982) S. 26
 [44] Broek D.: *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht (1986) S. 116