





Instituut voor Materiaalonderzoek

Faculteit Wetenschappen

Studie van elektromigratie in polykristallijne Al-metaalbanen met behulp van een hoge resolutie weerstandsmeettechniek

Proefschrift voorgelegd tot het behalen van de graad van Doctor in de Wetenschappen Richting natuurkunde aan het Limburgs Universitair Centrum, te verdedigen door

VEERLE D'HAEGER

Promotor : Prof. Dr. L.M. Stals Co-promotor : Prof. Dr. L. De Schepper

1996

539.2 1910theek un iversit 03 04 0095017 3 - AC: 1.3er - Vacatur myslin within ? - dwand 539.2 DHAE - dwarstrowels . en actualismys 1996 -EM: T Struct, & withe much b uhasselt







Instituut voor Materiaalonderzoek

Univer

Studie van elektromigratie in polykristallijne Al-metaalbanen met behulp van een hoge resolutie weerstandsmeettechniek

Proefschrift voorgelegd tot het behalen van de graad van Doctor in de Wetenschappen Richting natuurkunde aan het Limburgs Universitair Centrum, te verdedigen door

VEERLE D'HAEGER

Promotor : Prof. Dr. L.M. Stals Co-promotor : Prof. Dr. L. De Schepper

1996



aan Adamo aan mijn ouders



Dankwoord

Graag wil ik van deze gelegenheid gebruik maken om allen die geholpen hebben bij het tot stand komen van dit proefschrift van harte te danken.

In de eerste plaats wil ik mijn promotor Prof. Dr. L. Stals van harte bedanken voor de gelegenheid die hij mij geboden heeft om onderzoekswerk te verrichten onder zijn deskundige begeleiding in de groep Materiaalfysica.

Dankzij mijn co-promotor Prof. Dr. L. De Schepper werd ik ingewijd in het onderwerp, dat uiteindelijk tot dit werk zou leiden.

Graag dank ik eveneens de andere leden van de interne doctoraatscommissie, Prof. Dr. G. Knuyt en Dr. W. De Ceuninck voor hun oprechte belangstelling gedurende het opvolgen van mijn onderzoekswerk. De suggesties van Prof. De. G. Knuyt waren interessant en waardevol. Dr. W. De Ceuninck wens ik te bedanken vanwege zijn onuitputtelijk bron van ideeën en stimulerende raadgevingen.

De maanden die ik doorbracht bij Prof. Fantini aan de Universiteit van Parma en bij Dr. A. Scorzoni en Dr. I. De Munari in Bologna (CNR LAMEL) waren uitermate verhelderend en ik wil hen daarom ook van harte danken voor de vele leerrijke discussies over de hoge resolutie weerstandsmetingen.

Verder dank ik alle collega's van de afdeling Elektronische Materialen voor de technische hulp bij het uitvoeren van de weerstandsmetingen en Drs. P. Cosemans voor de hulp bij het T.E.M.-werk.

Een laatste dankwoord richt ik graag aan alle andere collega's van het Instituut voor Materiaalonderzoek voor de nooit aflatende medewerking en de aangename werksfeer.

Tenslotte wens ik eveneens mijn echtgenoot Adamo te bedanken voor de jarenlange belangstelling en steun.



Туре	Metallisatie	T _{dep} (°C)	Passivatie	1 (µm)	w (µm)	h (µm)	w/d
\boldsymbol{A}^{AM}	Al 1%Si 0,5%Cu	250	J	6000	10	0,8	2,1
BAM	Al 1%Si 0,5%Cu	400	J	6000	10	0,8	1,8
CAM	Al 1%Si	250	J	6000	10	0,8	3,8
DAM	Al 1%Si	400	Ţ	6000	10	0,8	2,5
EAM	Al 1%Si 0,5%Cu	180	J	6000	10	0,8	2
${\rm I\!\!F}^{\rm AM}$	Al 1%Si	180	1	6000	10	0,8	3,5
\mathbf{G}^{I}	Al	~60	N	2000	3	0,8	5
H	Al 1%Si	~60	N	2000	3	0,8	5
I	Al 1%Si 0,5%Cu	200	N	2000	3	0,8	1,5
J^{AM}	Al 1%Si	400	N	10000	7	1	2,5
JPAM	Al 1%Si	400	J	10000	7	1	2,5
K10 ^{AM}	Al 1%Si	250	J	6000	10	0,8	3,8
K4 ^{AM}	AI 1%Si	250	J	2400	4	0,8	1,5
L4 ^L	Al 1%Si	400	J	10000	4	1	3
L0.8 ^L	Al 1%Si	400	J	2000	0,8	1	0,6
M ^{AM}	Al 1%Si	400	J	6000	10	1	2,5
NAM	Al 1%Si 0,5%Cu	400	J	6000	10	1	3

Lijst gebruikte preparaten

^{AM} : Alcatel Mietec - Oudenaarde (België) ¹ : IMEC - Leuven (België) ^L : CNR Lamel - Bologna (Italië)

l : lengte van de metaalbaan

w : breedte van de metaalbaan

h : dikte van de metaalbaan

d : gemiddelde korrelgrootte van de metallisatie



Lijst met afkortingen

AC	Alternating Current
BEM	Breakdown Energy Of Metal
DAC	Digitaal-Analoog Convertor
DC	Direct Current
EM	Elektromigratie
FCC	Face Centered Cubic
HRWMT	Hoge Resolutie Weerstandsmeettechniek
HT	Hoge Temperatuur
IC	Integrated Circuit
IEEE	Institute of Electrical and Electronic Engineers
LT	Lage Temperatuur
MTTF	Median Time To Failure
NP	Niet-Gepassiveerd
P	Gepassiveerd
PID	Proportional, Integrated, Derivative
REM.	Raster Elektronen Microscoop
SW	Snelheid van de Weerstandsverandering
SWEAT	Standard Wafer-level Electromigration Accelerated Test
TEM.	Transmissie Elektronen Microscoop
TCR	Temperature Coefficient of Resistivity
TRACE	Temperature-ramp Resistance Analysis to Characterize Electromigration
TTF	Time To Failure
ULSI	Ultra Large Scale Integrated
VLSI	Very Large Scale Integrated
WIJET	Wafer-level Isothermal Joule-heated Electromigration Test



Lijst met symbolen

ox.	TCR
β	opwarm-/afkoelsnelheid
Cv	evenwichtsconcentratie aan vacatures in materiaal onder spanning
Cvo	evenwichtsconcentratie aan vacatures in spanningsvrij materiaal
D	diffusiecoëfficiënt
Do	bulkfrequentiefactor in spanningsvrij materiaal
Do,KG	korrelgrensfrequentiefactor in spanningsvrij materiaal
d	gemiddelde korrelgrootte
δ	effectieve korrelgrensbreedte
D,	bulkfrequentiefactor in materiaal onder spanning
ΔR_{ent}	weerstandsdriftcriterium
ΔT_{Joule}	temperatuurtoename ten gevolge van Joule-opwarming
Е	activatie-energie
Ebd	bindingsenergie
E	vormingsenergie
E	migratie-energie
$\mathbf{E}_{\mathbf{v}}$	elektrische veldsterkte
Ev	volumetrische vervorming
F	kracht
FE	elektrische kracht
Fp	mechanische wrijvingskracht
G	Gibbs vrije energie
G _p	gladheidsparameter
γ	relatieve weerstandsverandering per °C ten gevolge van de verandering in concentratie aan additie-elementen in oplossing
н	enthalpic
h	dikte
1	stroom
1	EM-belastingsstroom
J	atomaire flux.
i	stroomdichtheid
Ĵ _B	kritische Blech-stroomdichtheid
jent	stroomdichtheidscriterium

Ĵar	drempelwaarde voor de stroomdichtheid
K	snelheidsconstante
k	Boltzmann-constante
κ	thermische uitzettingscoëfficiënt
1	lengte
l _a	kritische Blech-lengte
λ _B	gemiddelde vrije weglengte van elektronen
N	atomaire dichtheid
n	stroomdichtheidexponent
Vo	frequentiefactor
VD	Debye-frequentie
NKG	atomaire dichtheid aan de korrelgrens
Р	vermogen
Po	periode van een harmonische functie
р	hydrostatische druk
Q(E)	totale energiedichtheid
q(E,T,t)	energiedichtheid uit evenwicht
q.(E,T)	energiedichtheid in evenwicht
$\theta(E,T,t)$	gloeifunctie of activatiefunctie
R	weerstand
Ro	weerstand bij t=0
R	voor temperatuurinstabiliteiten gecorrigeerde weerstand
R	weerstand bij hoge EM-belastingsstroom Iem
R ₁₀	weerstand bij lage meetstroom lo
R _p	thermische weerstand van de verpakking
R _{th}	thermische weerstand van substraat/passivatielaag
Г _в	reflexiecoëfficiënt voor een elektron aan een korrelgrens
ρ	bulkresistiviteit
Pt	residuele resistiviteit
PL	ideale resistiviteit
S	doorsnede
SE	entropie
S(E)	spectrum aan activatie-energieën
S	standaarddeviatie
σ	mechanische spanning
Т	absolute temperatuur (in Kelvin)

T*	ingestelde testtemperatuur
Tdep	temperatuur waarop de metallisatie afgezet wordt
Tem	werkelijke temperatuur van de metaalbaan tijdens EM
T_{gl}	uitgloeitemperatuur
Tk	kamertemperatuur
Tomg	omgevingstemperatuur
T _{pase}	temperatuur waarop de passivatielaag afgezet wordt
T,	smelttemperatuur
t	tijd
t _r	falingstijd
ti	incubatietijd
τ	relaxatieconstante
V	volume
Vr	relaxatievolume
w	breedte
$\Omega_{\rm v}$	atomair volume
Z*	effectief ladingsgetal

A = materiaalconstante $(1/t_i = A j^n \exp(-E/kT))$ A* = materiaalconstante (SW=A* j^n exp(-E/kT)) A' = A* j^n A" = A* exp(-E/kT) B* = materiaalconstante ($t_i = B* j^n \exp(E/kT)$) B' = B* j^n B" = B* exp(E/kT)

$$\mathbf{A} \sim \mathbf{A}^* \sim 1/\mathbf{B}^* \sim \frac{\mathbf{o}}{d} D_0 \rho Z^* e N_{KG}$$



Inhoud

Inleiding	1
Hoofdstuk 1 : Elektromigratie (EM)	5
1.1 Inleiding	5
1.2 Algemene aspecten van EM	7
1.3 Invloed van de structuur van de metallisatie	10
1.4 Samenvatting	17
Hoofdstuk 2 : Classificatie van EM-meettechnieken	19
2.1 Conventionele meettechnieken	19
2.2 Niet-conventionele resistometrische meettechnieken met hoge meetresolutie	26
2.3 Samenvatting	42
Hoofdstuk 3 : Thermisch geactiveerde reversibele en irreversibele	43
weerstandsveranderingen zonder DC- stroombelasting	
3.1 Probleemsituering	43
3.2 De invloed van temperatuurbehandelingen op metaalbanen	44
3.3 Studie van thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in niet-gepas- siveerde zuiver Al-metaalbanen	55
3.4 Studie van de invloed van 1wt%Si-additie op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in niet-gepassiveerde Al-metaalbanen	68
3.5 Studie van de invloed van een passivatielaag op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in Al 1wt%Si-metaalbanen	80

3.6 Studie van de invloed van geometrie versus gemiddelde korrelgrootte op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in gepassiveerde Al 1wt%Si- metaalbanen	82
3.7 Studie van de invloed van 0,5wt%Cu-additie op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in gepassiveerde Al 1wt%Si-metaalbanen	88
3.8 Samenvatting	94
Hoofdstuk 4 : Weerstandsveranderingen geïnduceerd door hoge	97
DC-stroombelasting bij hoge temperatuur	
4.1 Inleiding	97
4.2 Tijdsafhankelijkheid	102
4.3 Afhankelijkheid van de temperatuur; bepaling van de activatie-energie	111
4.4 Afhankelijkheid van de stroomdichtheid; bepaling van de stroomdichtheids- exponent	116
4.5 Correlatie met conventionele MTTF-testen	122
4.6 Samenvatting	125
Hoofdstuk 5 : Weerstandsveranderingen geïnduceerd door lage	127
DC-stroombelasting bij hoge temperatuur	
5.1 Inleiding	127
5.2 Tijdsafhankelijkheid	131
5.3 Afhankelijkheid van de temperatuur; bepaling van de activatie-energie	136
5.4 Afhankelijkheid van de stroomdichtheid; bepaling van de stroomdichtheids- exponent	165
5.5 Samenvatting	174

ł	Hoofdstuk 6 : Analyse van de weerstandsveranderingen via de	
s	cheiding van de resistiviteits- en geometrie- bijdrage en	
ŀ	carakterisatie van de stadia tijdens een EM-experiment	
6	.1 Inleiding	
6	.2 Beschrijving van de analyseprocedure	
6	.3 Technische aspecten van de meetprocedure	
6	.4 Analyse van thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen zonder DC- stroombelasting	
6	.5 Analyse van de weerstandsveranderingen geïnduceerd door lage DC- stroombelasting bij hoge temperatuur	
6	.6 Karakterisatie van de drie stadia tijdens EM in niet-gepassiveerde Al- metallisaties : correlatie tussen weerstandsveranderingen en geobserveerde schade in de metaalbanen	
6	.7 Samenvatting	
B	Besluiten	
A	ppendix	
P	ublicatielijst	
n	afarantialiist	



Inleiding

Gedurende de laatste jaren is er uitgebreid onderzoek verricht naar de betrouwbaarheid van micro-elektronische systemen. Toenemende miniaturisatie leidt tot een voortdurende vraag naar nieuwe structuren en metallisaties met een grotere levensduur. Eén van de belangrijkste oorzaken van falingen in metallisaties is echter nog steeds elektromigratie.

Elektromigratie (EM) is essentieel een diffusie-gedreven proces. Indien een metaalbaan onderworpen wordt aan een hoge stroomdichtheid, dan zal deze een atomaire flux veroorzaken. Ten gevolge van de "elektronenwind" ontstaat er massa-accumulatie en -uitputting op plaatsen waar een fluxdivergentie heerst in de metaalbaan. Dit proces zal uiteindelijk tot het falen van de geleider leiden, respectievelijk door middel van een kortsluiting of van een open kring.

Doordat het effect van EM bij reële condities slechts geobserveerd kan worden na onrealistisch lange meettijden zullen conventionele versnelde EM-testen uitgevoerd worden bij temperaturen T>150°C en stroomdichtheden j>1MA/cm¹ (= 10^{6} A/cm²). Een frequent gebruikte conventionele test is de MTF-techniek, waarbij statistische informatie over de falingstijden van het geteste systeem gecollecteerd wordt bij bepaalde condities voor temperatuur en stroomdichtheid. Door middel van een extrapolatieprocedure kan dan de verwachte levensduur van het systeem bepaald worden. Andere zogenaamde "vlugge" methoden maken gebruik van extreem hoge versnellingscondities. De belangrijkste vraag bij deze conventionele testtechnieken is echter of de processen die optreden tijdens deze sterk versnelde condities dezelfde zijn als deze bij de reële condities. In sommige gevallen is het aangetoond dat deze veronderstelling niet correct is en bijgevolg tot verkeerde conclusies kan leiden over het EM-gedrag in de geteste metaalbanen.

Een alternatieve en veelbelovende meettechniek is voorgesteld : de zogenaamde hoge resolutie weerstandsmeettechniek (HRWMT). Het belangrijkste voordeel van deze methode is de hoge meetresolutie, waardoor het mogelijk wordt de eerste stadia van EM te bestuderen. Het meest gebruikte type HRWMT is gebaseerd op de "brug"-methode. Hierbij wordt de hoge resolutie verkregen door de verhouding van de weerstand van de geteste baan tot deze van een referentiebaan te berekenen. Deze manipulatie van de weerstandsdata resulteert in de eliminatie van externe temperatuurfluctuaties, wat de voornaamste oorzaak is van een slechte resolutie in de weerstand. Bij deze methode wordt eveneens - foutief - verondersteld dat alle temperatuur-geactiveerde processen die simultaan in de geteste baan gedurende EM optreden, eveneens geëlimineerd worden.

In hoofdstuk 1 van dit proefschrift wordt het begrip elektromigratie gedefinieerd en worden tevens de belangrijkste factoren besproken die het elektromigratieproces in een metaalbaan bepalen.

Hoofdstuk 2 geeft een kort overzicht van de conventionele meettechnieken. Verder worden de HRWM-technieken kritisch besproken. In dit proefschrift wordt een nieuw type HRWM-techniek aangewend, die verder aangeduid wordt als de "absolute" HRWM-techniek. Hierbij wordt de hoge resolutie verkregen door een zeer stabiele omgevingstemperatuur te creëren. Metingen zijn hierbij uitgevoerd in twee types ovensystemen ; een gasbuisoven en een siliconen-oliebad. Beide ovensystemen bezitten hun eigen specifieke voordelen. Het belangrijkste voordeel van de "absolute" techniek in vergelijking met de "brug"-technieken is het feit dat weerstandsveranderingen kunnen gemeten worden, geïnduceerd door processen die optreden *in de geteste baan alleen.* Door deze eigenschap is het mogelijk de eerste stadia van EM te bestuderen bij lage stroomdichtheidbelastingen, in de orde van de reële condities. Een ander belangrijk voordeel van de techniek is dat eveneens zuiver thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen kunnen gemeten worden, geïnduceerd door structurele veranderingen in de metallisatie. Deze metingen leveren belangrijke informatie op die nuttig kan zijn bij het interpreteren van EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen.

In hoofdstuk 3 worden de resultaten gepresenteerd van experimenten zonder hoge DC-stroombelasting. Verschillende types metallisaties zijn gebruikt om de invloed van thermisch geactiveerde processen in de metaalbanen te bestuderen. Twee types experimenten zijn uitgevoerd om eventuele optredende "irreversibele" en "reversibele" processen te karakteriseren.

voorgaande analyse is uitermate belangrijk indien EM-geïnduceerde De weerstandsveranderingen bij hoge stroomdichtheden bestudeerd worden, zoals in hoofdstuk 4 besproken wordt. Het blijkt dat zelfs na een passende uitgloeibehandeling. een Al-gelegeerde metaalbaan "reversibele" temperatuur-geactiveerde van weerstandsveranderingen optreden gedurende het EM-experiment. Indien een metaalbaan onderworpen wordt aan een hoge stroom, dan zal de temperatuur in de toenemen ten gevolge van Joule-opwarming. metaalbaan Door deze temperatuurtoename zal een bepaalde concentratie aan legeringselementen oplossen, wat aanleiding geeft tot een niet-lineaire weerstandstoename. Dit eerste stadium gedurende een EM-experiment wordt vaak verkeerd geïnterpreteerd in termen van de opbouw van een vacaturesupersaturatie door de "elektronenwind". Met de "absolute" HRWMT is aangetoond dat dit initiële stadium een zuiver thermisch geactiveerd proces

Inleiding

is. Verder is aangetoond dat de HRWMT eveneens kan gebruikt worden bij hoge stroomdichtheden om een vlugge indicatie te krijgen over de EM-weerstand van verschillende metallisaties. Een goede correlatie is gevonden met conventionele MTF-resultaten op dezelfde metallisaties.

In hoofdstuk 5 blijkt dat de "absolute" HRWM-techniek zeer geschikt is om de initiële weerstandsveranderingen te meten tijdens lage EM-stroombelastingen, in de orde van de reële condities. Bovendien is het mogelijk de eerste stadia van EM te bestuderen zonder het "storende" effect van simultaan optredende zuiver thermisch geactiveerde processen. Verschillende types metallisaties zijn bestudeerd en het besluit is dat het EM-proces in drie te onderscheiden stadia verloopt : een eerste stadium, waarin geen weerstandsveranderingen geobserveerd worden (incubaticperiode), een tweede stadium waarin de weerstand lineair met de tijd verandert (lineair fase) en een derde stadium waarin de weerstandsveranderingen afwijken van het lineaire gedrag. Voor niet-gepassiveerde banen is dit derde stadium de catastrofale fase omdat de weerstand hier drastisch toeneemt en dit uiteindelijk tot faling leidt. Zowel het eerste als tweede stadium worden in dit proefschrift gekarakteriseerd door het meten van de weerstandsveranderingen bij verschillende temperaturen en verschillende stroomdichtheden

Tenslotte wordt in hoofdstuk 6 een nieuwe analysetechniek voorgesteld, waarmee een scheiding van de bijdrage aan resistiviteitsveranderingen van de bijdrage aan geometrische veranderingen kan uitgevoerd worden. De techniek is gebaseerd op de veronderstelling dat de Regel van Matthiessen kan gebruikt worden tijdens EM-experimenten bij lage stroombelasting en op het feit dat temperatuurfluctuaties in de omgeving gereflecteerd worden in de weerstand van de metaalbaan. Door gebruik te maken van een specifieke meetprocedure en een mathematische manipulatie van de gecollecteerde data kan de TCR (Temperatuur Coëfficiënt van de Weerstand) in vaste tijdsintervallen in-situ gedurende de hele meting bepaald worden. Met de variaties in TCR is het mogelijk de resistiviteitsveranderingen en bijgevolg ook de veranderingen in geometrie te bepalen. Indien EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen geanalyseerd worden met deze techniek, dan blijkt dat het lineaire stadium te wijten is aan resistiviteitsveranderingen terwijl het catastrofale stadium veroorzaakt wordt door geometrische veranderingen. Deze resultaten zijn tevens bevestigd door REM-studies.



Hoofdstuk 1 : Elektromigratie

1.1 Inleiding

1.1.1 Situering

In de micro-elektronica leidt de steeds toenemende miniaturisatie tot het verkleinen van de dimensies van de verschillende componenten en het ontwikkelen van meerlagen-structuren. Een gevolg hiervan is dat er steeds nieuwe falingsmechanismen ontdekt worden en dat er een blijvende vraag is naar betrouwbare systemen. Het proces dat aan de basis ligt van de meeste falingen van stroomvoerende geleiders¹ in geïntegreerde schakelingen, is elektromigratie (EM), een mechanisme dat veroorzaakt wordt door de hoge stroomdichtheid in de geleider. Het voortdurende verkleinen van dc dimensies van elektronische componenten in de microtechnologie beïnvloedt in sterke mate de betrouwbaarheid en de levensduur van deze geleiders.

Om elektromigratie-schade te voorkomen in metaalbanen, moet een ontwerp voldoen aan bepaalde regels, die een grens opleggen aan de maximum toelaatbare stroomdichtheid. De meest gangbare norm is de militaire standaard die een maximale stroomdichtheid van $0.5MA/cm^2$ voor gepassiveerde Al-banen vooropstelt [MIL77]. Voor een baan die bijvoorbeeld 1µm breed en 1µm dik is, betekent dit een maximale stroom van slechts 5mA. Dit verklaart waarom men grote inspanningen doet om nieuwe materialen te ontwikkelen, die beter bestand zijn tegen EM.

In de loop der jaren is de studie van elektromigratie en de ontwikkeling van modellen die voorspellingen kunnen doen over de verwachte levensduur van een systeem, steeds belangrijker geworden. Een logisch gevolg van de snelle evolutie in de micro-elektronica is de voortdurende nood aan snelle, maar vooral betrouwbare testen. Aangezien elektromigratie-geïnduceerde schade zich onder reële condities slechts manifesteert na zeer lange tijd (in de orde van enkele jaren), zullen testen uitgevoerd moeten worden onder versnelde condities. De versnellingsfactoren zijn hierbij temperatuur en stroomdichtheid. De meeste industriële testen zijn echter nog steeds tijdrovend en maken bovendien gebruik van extreem hoge versnellingscondities. Dit blijkt soms tot tegenstrijdige en zelfs irrelevante resultaten te leiden, zodat de zoektocht naar een vlugge en goede testtechniek nog steeds verder gaat.

¹ Er dient hier opgemerkt te worden dat elektromigratie niet uitsluitend voorkomt in metalen, maar ook in vloeibare legeringen, gesmolten zouten en (an)isotrope kristallen.

1.1.2 Definitie en historische evolutie

Elektromigratie (ook soms elektrotransport of elektrodiffusie genoemd) is het proces waarbij een transport van metaalatomen ontstaat o.i.v. een uitwendig aangelegd elektrisch veld. Tengevolge van deze "elektronenwind" ontstaat uiteindelijk macroscopische schade in de metaalbaan onder de vorm van gaten (*voids*) en ophopingen (*hillocks*) en/of uitstulpingen (*whiskers*). Gaten kunnen uiteindelijk tot open circuits leiden en extreme ophoping van materiaal leidt tot kortsluiting met naburige metaalgeleiders of tot het breken van de bovenliggende passivatielaag en bijgevolg tot corrosie van de metallisatie.

Het fenomeen werd voor het eerst opgemerkt door Geradin in 1861 toen een lood/tin-legering na elektrolyse aan het éne uiteinde bros werd en aan het andere uiteinde zacht. De interesse in het onderwerp nam sterk toe sinds de halfgeleidertechnologie dunne filmgeleiders in gebruik nam (1965) en verschillende experimenten aantoonden dat massatransport o.i.v. een elektrische stroom een grote rol speelde in de levensduur van de geleiders.

Blech en Sorbello publiceerden de eerste resultaten over EM als één van de voornaamste falingsoorzaken in Al-geleiders *[BLE68]*. Sindsdien is uitgebreid onderzoek verricht op verschillende metalen en metaallegeringen. De meeste belangstelling gaat echter nog steeds uit naar Al-legeringen omdat deze wegens een aantal gunstige eigenschappen² nog steeds gebruikt worden in de micro-elektronica.

In 1976 publiceerden Blech en Herring een belangrijk artikel dat een nieuw licht wierp op het fenomeen [BLE76]. Zij vonden dat tijdens EM een mechanische spanningsgradiënt opgebouwd werd in de metaalbaan. Ten gevolge van deze spanningsgradiënt wordt een terugstroom van metaalionen gecreëerd, die in zekere mate de directe stroom o.i.v. de elektronenwind kan reduceren. Een gevolg hiervan is het bestaan van een drempelwaarde voor de stroomdichtheid, de zgn. Blech-stroomdichtheid j_B , of voor de lengte van de metaalbaan, de zgn. Blechlengte l_B waarbij EM optreedt. In de meeste reële systemen zijn de dimensies van de baan echter zó, dat j_B zeer klein³ en bijgevolg niet te bepalen is.

² Al bezit een lage resistiviteit en een goede adhesie met Si, dat gebruikt wordt als substraat. Bovendien is Al gemakkelijk te verdampen en te etsen.

³ Blech berekende dat het product $(j_B l_B)$ een constante is bij een bepaalde temperatuur. Voor een Al-metallisatie op 200°C is dit product $(j_B l_B) \sim 1250$ A/cm. Voor polykristallijne banen zou de Blech-lengte gelijk zijn aan de totale baanlengte en bijgevolg is een polykristallijne metaalbaan met een lengte van bijvoorbeeld 2000 µm niet gevoelig aan EM voor stroomdichtheden $j < j_B = 0,006$ MA/cm². Om dit te verifiëren moet men aantonen dat in een metaalbaan, onderworpen aan $j < j_B$ nooit EM-schade ontstaat. Dit is praktisch onmogelijk aangezien EM-experimenten bij dergelijke lage j onrealistisch lange meettijden zouden vergen.

Recente studies van elektromigratie leggen zich enerzijds toe op een fundamenteler begrip van de transportmechanismen in de metallisaties en anderzijds op de ontwikkeling van technieken om de metallisaties op een zinvolle en betrouwbare manier te evalueren. In dit opzicht bieden de resistometrische technieken ongetwijfeld voordelen t.o.v. de "klassieke" meetmethodes. Onder deze laatste klasseert men gewoonlijk het meten van de middelbare levensduur ("Median Time To Failure" - MTTF), de directe observatie van gaten in de REM (Raster Elektronen Microscopie) en driftsnelheidsmetingen van de metaalionen. Het is belangrijk bij de resistometrische technieken een onderscheid te maken tussen de zogenaamde "snelle" technieken, die gebruik maken van extreem hoge versnellingsfactoren, en de hoge resolutie weerstandsmeettechniek (HRWM), die toelaat te testen met een veel hogere meetresolutie. De HRWM-techniek kan enerzijds gebruikt worden als een "snelle" testmethode, maar biedt tevens de mogelijkheid om fundamenteel wetenschappelijk onderzoek te doen. De techniek biedt immers het grote voordeel dat systemen onder veel lagere versnellingscondities kunnen getest worden en dat de eerste stadia van EM nauwkeurig kunnen bestudeerd worden op een relatief korte tijdschaal. Een korte beschrijving van de meest gebruikte "klassieke" technieken en een kritische evaluatie van de resistometrische meettechnieken wordt gegeven in hoofdstuk 2.

1.2 Algemene aspecten van EM

1.2.1 Diffusie in vaste stoffen

Elektromigratie is essentieel een diffusieproces van atomen in een geleider [KWO88a]. In bulk materiaal kan men drie verschillende types van beweging onderscheiden :

- (1) beweging van interstitiële atomen (onzuiverheden inbegrepen)
- (2) beweging van vacatures
- (3) beweging van isotopen (dit laatste geval wordt niet beschouwd bij EM)

In het algemeen kan de atomaire flux van de mobiele ionen (geval 1 en 2) in het gastmateriaal o.i.v. een uitwendige kracht uitgedrukt worden door de volgende fluxvergelijking :

Hoofdstuk 1

$$J = F \frac{D}{kT} N$$
(1.1)
met N : atomaire dichtheid van het mobiele element

$$D=D_0 \exp(-E/kT) : diffusiecoëfficiënt$$

$$D_0 : frequentiefactor$$

E : activatie-energie voor diffusie

T : absolute temperatuur

F : drijvende kracht

k : constante van Boltzmann.

Deze fluxterm wordt bepaald door een algemene drijvende kracht F. In het geval van EM zal deze kracht uit twee termen bestaan : enerzijds een directe elektrostatische interactie tussen het elektrisch veld en de ionische kern van de atomen, F_g, en anderzijds een "mechanische" wrijvingskracht, F_p, tussen de ionen en de ladingdragers. Deze laatste kracht ontstaat ten gevolge van de uitwisseling van impulsmomenten tussen de metaalionen en de geleidende elektronen.

Berekeningen en studies tonen aan dat voor Al-geleiders (en de meeste metalen) de wrijvingskracht F, verschillende orden groter is dan de elektrische kracht Fe. Het is ook de kracht F, die vaak aangeduid wordt met de term "elektronenwind". Om de kracht die op het metaalion inwerkt in het algemeen te beschrijven, voert men het effectieve ladingsgetal Z' in, dat het effect van beide voorgenoemde bijdragen beschrijft. Z* stelt het aantal ladingen voor dat het atoom zou moeten hebben opdat het een kracht zou ondervinden gelijk aan F. Z'e is dan de effectieve lading van het metaalion tijdens EM.

De totale drijvende kracht in uitdrukking (1.1) is dus

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_{\mathbf{n}} + \mathbf{F}_{\mathbf{E}} = \mathbf{Z}^* \mathbf{e} \mathbf{E}. \tag{1.2}$$

Voor systemen die uit één enkele component bestaan, wordt uitdrukking (1.1) dan

$$\mathbf{J} = \rho \mathbf{j} \mathbf{Z}^* \mathbf{e} \mathbf{N} \frac{\mathbf{D}_0}{\mathbf{k} \mathbf{T}} \mathbf{e}^{-\mathbf{E}/\mathbf{k} \mathbf{T}}$$
(1.3)

 $\mathbf{E} = \rho \mathbf{i}$ met

p : resistiviteit van het materiaal i: stroomdichtheid.

8

Elektromigratie

Voor de meeste materialen (bijvoorbeeld Al) die gebruikt worden voor de metallisaties van VLSI (Very Large Scale Integrated) verbindingen is $Z^*<0$; d.w.z. dat de elektronenwind domineert t.o.v. de elektrostatische kracht en dat het massatransport gebeurt in de richting van de anode, volgens de elektronenstroom. Voor andere materialen (bv. Au, Ag) is massatransport in de richting van de kathode gevonden en dus $Z^*>0$ [HUN61,BLE68]. Het is nog steeds niet duidelijk wat de invloed is van additie-elementen op deze waarde, maar alles duidt erop dat Z^* verandert a.f.v. de eigenschappen van en concentratie aan additie-elementen.

1.2.2 Falingen veroorzaakt door EM

Vergelijking (1.3) stelt de atomaire flux voor die ontstaat o.i.v. EM. Indien men het diffusiemechanisme nader beschouwt, dan is het duidelijk dat er naast de stroom van atomen ook een even grote en tegengestelde stroom van vacatures bestaat. Als de fluxdivergentie nul is, dan zal er in een bepaald gebied evenveel materiaal binnenkomen als verdwijnen. Deze situatie kan dus nooit tot schade of faling leiden. Metaalgeleiders zullen enkel falen indien op een bepaalde plaats een atomaire fluxdivergentie ontstaat die verschilt van nul. In reële metallisaties zullen altijd fluxdivergentiepunten aanwezig zijn, zoals bijvoorbeeld korrelgrenzen, puntdefecten en onzuiverheden. Op deze plaatsen zal de fluxdivergentie verschillen van nul. In polykristallijne banen wordt een niet-uniforme korrelstructuur meestal beschouwd als de belangrijkste bijdrage aan de fluxdivergentie [ATT71,CHO90].

In een fluxdivergentiegebied kunnen de vacatures accumuleren en kan een supersaturatie optreden met als gevolg een uitputting van materiaal in de vorm van gaten. In het meest extreme geval zal een open kring ontstaan, doordat de geleider volledig onderbroken is op een bepaalde plaats. Dit is de belangrijkste vorm van schade door EM, maar niet de enige. Het omgekeerde fenomeen, de accumulatie van atomen, kan aanleiding geven tot uitstulpingen en ophopingen. Deze kunnen tot kortsluitingen leiden tussen naburige geleiders of tot het breken van de beschermende passivatielaag.

1.2.3 Versnellingsparameters voor EM : temperatuur en stroomdichtheid

Aangezien elektromigratie essentieel een diffusieproces is, zal de temperatuur een bepalende rol spelen in het diffusiemechanisme. Elektromigratie in <u>bulk materiaal</u> komt meestal voor bij temperaturen in de orde van de smelttemperatuur T_p . Dit betekent dat het diffusiemechanisme hier meestal roosterdiffusie zal zijn. Uit experimenten blijkt dat de vereiste gemiddelde stroomdichtheid voor EM in bulk materiaal j~10⁴ A/cm². De hoge stromen die bijgevolg gebruikt moeten worden, zullen een groot Joule-opwarmingseffect tot gevolg hebben. Aangezien deze Joule-opwarming hier slecht kan afgevoerd worden, zal dit ook een limiet stellen aan de maximale stroomdichtheid die kan bereikt worden in bulk materiaal.

In <u>dunne film geleiders</u> echter (zoals gebruikt in elektronische componenten) zijn de reële condities verschillend. De componenten worden gebruikt bij relatief lage temperaturen : $0.3T_* < T < 0.7T_*$ (waarbij T, de absolute smelttemperatuur). De stroomdichtheden waarbij EM optreedt, liggen in de orde van 10^5 A/cm². Elektromigratie in dunne polykristallijne filmen zal bijgevolg vooral via de korrelgrenzen gebeuren en de bijdrage aan roosterdiffusie is heel klein. Ook hier zal een bijdrage zijn vanwege de Joule-opwarming in de filmen. Dit effect is echter kleiner dan in bulk materiaal (enkele tot tientallen graden opwarming) door de betere volume/oppervlakte-verhouding van de geleiders in vergelijking met bulk materiaal en de zeer effectieve koeling via het substraat. Meestal wordt als substraat silicium gebruikt, dat een goede thermische geleidbaarheid bezit.

"Klassieke" testen worden meestal uitgevoerd bij stroomdichtheden in de orde van 1-10 MA/cm². Bij de zogenaamde "vlugge" testen kan dit zelfs tot 50 MA/cm² oplopen. Dit betekent dat de geteste systemen falen ten gevolge van mechanismen die voor komen bij 10 tot 500 keer hogere stroomdichtheden. Het is niet altijd evident dat deze resultaten een maatstaf zijn voor falingen die optreden bij reële stroomdichtheden. In sommige gevallen zullen deze testen zelfs een vertekend beeld geven en tot foutieve interpretaties leiden *[LLO93]*. Het is bijgevolg niet altijd voordelig om de resultaten in een zo kort mogelijke testtijd te willen verzamelen. Vaak zijn testen onder lagere versnellingscondities en bijgevolg gedurende langere tijd, méér representatief en dus ook betrouwbaarder.

1.3 Invloed van de structuur van de metallisatie

De structuur van de metallisatie is, naast de testcondities, eveneens bepalend voor het diffusiemechanisme dat aan de basis ligt van het EM-proces. Hier volgt een kort overzicht van de factoren die een rol spelen in de studie van EM in metallische filmen en banen.

1.3.1 Geometrie, topografie en lagenstructuur

· geometrie

Elektromigratie komt zowel in bulk materiaal, in dunne filmen als in banen voor. Het is duidelijk dat de geometrie van het systeem bepalend zal zijn voor het diffusiemechanisme dat overheerst.

Uitdrukking (1.3) drukt de flux van materiaal uit o.i.v. een algemeen diffusiemechanisme in een polykristallijne vaste stof. Tijdens het EM-proces, dat via een diffusie van vacatures verloopt, moet men verschillende bijdragen in rekening brengen. Voor elk van deze processen kan men een specifieke waarde toekennen aan de parameters E, D_0 , Z^{*}, ρ en N.





- 1. roosterdiffusie (bulkdiffusie)
- 2. korrelgrensdiffusie
- 3. diffusie van vacatures van een korrelgrens naar het rooster

4. diffusie van vacatures van uitgebreide defecten (dislocaties,...) naar het rooster

5. oppervlaktediffusie

Van groot belang bij het karakteriseren van de diffusiemechanismen die domineren in een bepaald temperatuurgebied, is het bepalen van de activatie-energie van elk van deze processen. Afhankelijk van de temperatuur en de geometrie/structuur van een metallische film kunnen verschillende diffusieprocessen bijdragen tot EM (zie figuur 1.1).

De bepaling van de activatie-energie van deze diffusieprocessen steunt op theoretische beschouwingen, gebaseerd op de roosterdiffusie via vacatures.

Vacaturediffusiemechanisme

De activatie-energie voor roosterdiffusie kan men schrijven als de som van de vormingsenergie E_f en de migratie-energie E_m van een vacature : $E_{rd}=E_f+E_m$. In het FCC-rooster van Al is deze energie de bindingsenergie E_{bd} van een atoom met zijn 12 dichtste buren en dus $E_{rd}=E_{bd}$. In de nabijheid van een vacature herleidt deze energie zich tot $11/12E_{bd}$ en correspondeert met E_m , d.i. de energie nodig om te migreren.

Voor de vorming van een vacature is een energie E_{bd} nodig om een atoom weg te halen uit zijn FCC-structuur en een bijkomende energie $E_p=2/12E_{bd}$ om het atoom in het rooster te brengen. Er geldt dus dat $E_f=14/12E_{bd}$ en bijgevolg $E_f=0,78eV$ en $E_m=0,62eV$.

Aan de korrelgrenzen zijn reeds vacatures aanwezig en is de structuur minder dicht; dus zal de korrelgrensdiffusie-energie $E_{KG} \approx E_{m}$

Oppervlaktediffusie kan in werkelijkheid slechts voorkomen in speciale gevallen, zoals bijvoorbeeld langs het oppervlak van een pas gevormd gat (void). In het algemeen is een metallische film echter bedekt met een natuurlijke oxidelaag die de beweging van deze vacatures hindert. Dit betekent dat de gemeten activatie-energie voor oppervlaktediffusie meestal groter zal zijn dan deze theoretisch berekende waarde.

In tabel 1.1 worden de theoretisch berekende waarden gegeven voor de activatie-energie die bij de verschillende diffusieprocessen horen in een Al-film.

diffusiemechanisme	activatie-energie E (eV)
rooster	1,4
korrelgrens	0,4-0,5
korrelgrens => rooster	0,62
defecten => rooster	>0,62
oppervlakte	0,28

 Tabel 1.1 :
 Diffusiemechanismen en bijbehorende activatie-energieën in een Al-film

 (volgens [SCH81]).

EM in metaalbanen kan volgens elk van deze mechanismen gebeuren, afhankelijk van het temperatuurgebied waarin deze getest worden en afhankelijk van de geometrie en de korrelstructuur, zoals later duidelijk wordt.

Agarwala en medewerkers publiceerden een aantal studies, waarin de invloed van de baanbreedte en baanlengte op de levensduur nagegaan wordt [AGA70]. Zij vonden een

Elektromigratie

scherpe afname van de MTTF met de baanlengte. Boven een bepaalde kritische waarde voor de baanlengte blijkt de MTTF geen functie meer te zijn van de lengte. Dit resultaat bevestigt het voorgaande model, gebaseerd op de aanwezigheid van fluxdivergentiepunten als directe aanleiding voor het ontstaan van falingen. Hoe langer de baan, hoe meer kans op de aanwezigheid van random verdeelde defecten in de baan. Vanaf een bepaalde drempelwaarde voor de baanlengte zal er altijd een fataal fluxdivergentiepunt aanwezig zijn. Dit resultaat is door andere onderzoekers bevestigd [KWO88b, ATA94]. Zelfs indien een aantal fluxdivergentiepunten aanwezig zijn in een korte baan, dan wordt soms een extreem hoge levensduur gevonden, wat eveneens een bevestiging is voor het bestaan van de zogenaamde Blech-drempellengte [BLE76].

De conclusie, dat de MTTF toeneemt als functie van de baanbreedte, kan opnieuw begrepen worden in termen van fluxdivergentiepunten. In verschillende studies, zowel experimenteel als theoretisch wordt de verdeling van de falingstijden gecorreleerd met de korrelafmetingen *[KIN80,ARZ91]*. Het lineaire verband tussen MTTF en baanbreedte geldt echter niet meer indien de baanbreedte vergelijkbaar wordt met de gemiddelde korrelgrootte van de metallisatie. In dit geval zal een opmerkelijke vermindering in de dichtheid aan fluxdivergentiepunten, de MTTF van de metaalbaan opnieuw sterk doen toenemen *[KWO88b, VAI80]*. Dit effect moet opnieuw in het licht van de korrelstructuur gezien worden. In paragraaf 1.3.2 wordt duidelijk dat het niet zozeer de dimensies van de baan op zich zijn die de EM-weerstand bepalen, maar wel de verhouding tussen baanbreedte en gemiddelde korrelgrootte *[CIO93,GAN73]*.

Indien het relatief lange banen betreft, worden deze in een meanderstructuur aangemaakt, om de ingenomen ruimte tot een minimum te herleiden. Uit studies blijkt dat de structuur van dit type banen falingen kan induceren die eigen zijn aan hun specifieke geometrie : de hoeken van de meanders kunnen immers bijkomende fluxdivergentiepunten bevatten, die niet aanwezig zijn in rechte banen.

Ook de configuratie van de overgang van de metaalbaan naar het contactpad kan in sommige gevallen bepalend zijn voor de plaats van de faling [DEM93].

· topografie

Het meest eenvoudige systeem is een vlakke baan op een vlak substraat. De hedendaagse micro-elektronica gebruikt echter steeds complexere structuren. Dit impliceert dat de metaalbanen niet altijd in één vlak zullen liggen, maar dat de meerlagenstructuur soms hoogteverschillen oplegt aan de metaalbaan. De kromming van de baan kan opnieuw bijkomende fluxdivergentiepunten induceren en tot nieuwe falingsmechanismen leiden.

> In dit werk worden enkel vlakke metaalbanen bestudeerd.

lagenstructuur

Sinds de VLSI (Very Large Scale Integrated) en ULSI (Ultra Large Scale Integrated) circuits is de noodzaak ontstaan om meervoudige lagenstructuren te ontwerpen, waarbij soms 2-3 metaallagen boven elkaar kunnen voorkomen, gescheiden door diëlektrische lagen en/of geleidende lagen. De onder- en bovenliggende lagen waartussen de metallisatie gevat is, zullen eveneens een invloed uitoefenen op het EM-gedrag van de metaalbaan *[GIV92]*. Zo blijkt het gebruik van een barrièrelaag (bv. Ti/TiN) een gunstige invloed te hebben op de levensduur van metallisaties *[BLE76,GRA94]*. In het geval van faling van de metallisatie, kan de barrièrelaag immers als reservegeleider dienen, zodat het elektrisch circuit niet onderbroken wordt. Uit verschillende studies blijkt dat ook een bovenliggende passivatielaag in sommige gevallen cen onverwachte negatieve invloed heeft op de EM-weerstand van de metaalbaan, maakt dat dit nog steeds een onderwerp van discussie is. Zo bestaan er uitgebreide studies over het effect van verschillende types en diktes passivatielagen op het EM-gedrag van metallisaties *[BLE76,CAS91,ATA94]*.

In hoofdstuk 4 wordt de voorgestelde HRWM-techniek aangewend als een relatief "vlugge" meettechniek. Het betreft hierbij een studie van industriële metallisaties. Hiermee bedoelen we metallisaties die niet speciaal gemaakt werden voor fundamenteel onderzoek, wat impliceert dat de structuur en samenstelling van de metallisaties niet de meest eenvoudige vorm hebben. Zo zullen de banen wel vlak zijn, maar wegens hun lengte in meandervorm aangebracht zijn. Dit is hier echter van ondergeschikt belang, aangezien het doel van dit hoofdstuk is de mogelijkheid te onderzoeken van het gebruik van de HRWM-techniek als "vlugge" testmethode, in vergelijking met een "klassieke" testmethode. Een ander aspect van industriële metallisaties is de aanwezigheid van een passivatielaag. Met behulp van de HRWM-techniek wordt dan ook een vergelijkende studie uitgevoerd tussen verschillende types industriële metallisaties met en zonder nitride-passivatielaag. De bedoeling hiervan is uit te zoeken of het met de nieuwe meettechniek mogelijk is op relatief korte tijdsschaal een beduidend verschil te observeren tussen de metallisaties met en zonder passivatielaag.

In hoofdstukken 5 en 6 wordt de HRWM-techniek aangewend als instrument om fundamenteel wetenschappelijk onderzoek te doen. Hierbij worden de metaalbanen aan stroomdichtheden onderworpen die vergelijkbaar zijn met de reële condities. De metallisaties die hierbij bestudeerd worden zijn eenvoudiger van structuur en samenstelling. Zo zullen alle niet-gepassiveerde metallisaties vlak zijn en uit rechte banen bestaan.

1.3.2 Korrelstructuur

Zoals reeds duidelijk is uit het voorgaande zal de microstructuur van de metallisatie eveneens een grote rol spelen in het diffusiemechanisme tijdens EM. Zowel de kristaloriëntatie als de gemiddelde korrelgrootte zijn hierbij belangrijke parameters. Uit studies blijkt dat een uitgesproken uniforme kristaloriëntatie de weerstand tegen EM vergroot door een vermindering in het aantal fluxdivergentiepunten *[BAC88]*.

Het is echter vooral de verhouding tussen de baanbreedte w en de gemiddelde korrelgrootte d die bepalend blijkt te zijn voor het diffusiemechanisme en de optredende falingen in de metaalbaan [HON93a]. In figuur 1.2 wordt een schematisch overzicht gegeven van de 3 baantypes die kunnen voorkomen. Type (1) stelt een polykristallijne baan voor waarbij w/d>2, d.w.z. dat er minstens 2 korrels in de breedte voorkomen. Type (3) is de extreme situatie van een zogenaamde "bamboo"-baan. In dit geval zal de gemiddelde korrelgrootte veel groter zijn dan de baanbreedte, zodat er geen tripelpunten in de baan voorkomen. Alle korrelgrenzen staan min of meer loodrecht op de baan; korrelgrenzen met het diffusiepad volgens de lengterichting komen dus niet voor. Type (2) tenslotte is een intermediaire situatie, waarbij polykristallijne segmenten ("clustersecties") afgewisseld worden door "bamboo"-segmenten. Deze baanstructuur wordt aangeduid als "bijna-bamboo".

In het geval van polykristallijne banen (w/d>2) zal het dominerende EM-mechanisme korrelgrensdiffusie zijn in het bestudeerde temperatuurgebied. De gepubliceerde waarden voor de activatie-energie, verkregen via verschillende meettechnieken, lijken deze hypothese inderdaad te bevestigen [SH171, HEU72, HUM75, HUM76, COT88, NER89]. Observaties van de veranderingen van de structuur tijdens en na EM-testen [REY82] duiden eveneens op diffusieproces dat via de korrelgrenzen gebeurt. Uitdrukking (1.3) herleidt zich in dit geval tot
$$\mathbf{J}_{\mathrm{KG}} = \frac{\delta}{d} \frac{D_0}{kT} \rho \mathbf{j} \mathbf{Z}_{\mathrm{KG}}^* \mathbf{e} \mathbf{N}_{\mathrm{KG}} \mathbf{e}^{\mathrm{E}/\mathrm{KT}}$$
(1.4)

met δ : effectieve korrelgrensbreedte d: gemiddelde korrelgrootte $Z^*_{KG} e$: effectieve lading voor korrelgrensdiffusie N_{KG} : atomaire dichtheid van het mobiele element aan de korrelgrens.



Figuur 1.2: Classificatie van baantypes volgens baanbreedte/gemiddelde korrelgrootte w/d: (1) polykristallijn w/d>2 (2) bijna-bamboo w/d \sim 1 (3) bamboo w/d<1.

In dit proefschrift zal een systematische studie van verschillende types polykristallijne banen uitgevoerd worden. De HRWM-techniek is ook uitgetest op "bijna-bamboo"- en "bamboo"-banen. Deze resultaten worden niet vermeld, aangezien er geen systematische studie is uitgevoerd op dit type banen. De voorgestelde HRWM-techniek is vanzelfsprekend niet beperkt tot de studie van polykristallijne structuren, maar kan eveneens een middel zijn om totaal andere types metaalbanen en structuren te bestuderen.

1.3.3 Chemische samenstelling van de metallisatie

De belangrijkste factor die de evolutie van het EM-proces bepaalt is de chemische samenstelling van de metallisatie, zoals ook duidelijk blijkt uit de parameters ρ , D_0 en E in vergelijking (1.3).

In de micro-elektronica worden meestal Al en Al-legeringen gebruikt en dit is ook de reden waarom de meeste studies Al-metallisaties betreffen. In de meeste gevallen wordt een legering van Al met Si en Cu gebruikt voor industriële structuren. Tot nu toe blijkt dit nog steeds één van de samenstellingen te zijn die het best bestand is tegen EM. De laatste jaren is men ijverig op zoek gegaan naar ander (en beter ?) materiaal. Zo zijn een

Elektromigratie

aantal studies uitgevoerd op andere metallisaties zoals Au, Ag, In,... [BLE75,HER74,HUM75,HUN61,LEV93,LLO79,NAH88,NER89] en zijn andere legeringen van Al uitgetest [SMA92,AKI94,KNO92], maar tot nu toe is er nog geen metallisaties gevonden die immuun is tegen EM. Men verwachtte positieve resultaten van zuiver Cu-metallisaties, aangezien deze een lagere resistiviteit dan Al bezitten. Dit type metallisatie bleek echter geen spectaculaire verbetering in de EM-resistentie teweeg te brengen [LLO95,MAS91,NIT93,PAR91].

De additie van Si aan de Al-metallisatie heeft als voornaamste functie de diffusie van Si vanuit het substraat naar de metallisatie tegen te gaan. Daarenboven blijkt AlSi ook beter dan zuiver Al te hechten aan het Si-substraat. Tenslotte blijkt Si-additie eveneens een licht verhoogde EM-resistentie teweeg te brengen in het geval van enkelvoudige metaalstructuren [KOU92].

De additie van Cu aan de Al-metallisatie is een historisch gegroeid proces, dat eigenlijk toevallig tot stand gekomen is. Uitgebreide studies tonen aan dat toevoeging van Cu aan de metallisatie een sterk verhoogde EM-resistentie tot gevolg heeft. MTTF-studies vinden een levensduur die minstens 20 keer hoger ligt voor Cu-gedopeerde Al-metallisaties t.o.v. zuiver Al-metallisaties [AME70,FRE93,HEU72,SHI71]. Er bestaat nog steeds discussie over de exacte rol van Cu tijdens het EM-proces.

Het aspect van de invloed van de chemische samenstelling van de metallisatie zal uitgebreid aan bod komen in deze studie. Hoofdstuk 3 bespreekt de invloed van thermische behandelingen op de weerstand van verschillende types metallisaties. In hoofdstuk 4 worden de resultaten voorgesteld van EM-testen onder hoge versnellingscondities op AI 1%Si- en Al 1%Si 0,5%Cu-metallisaties. Hoofdstukken 5 en 6 tenslotte bevatten een studie van de initiële stadia van EM in Al- in Al 1%Si-metaalbanen.

1.4 Samenvatting

In dit hoofdstuk worden de algemene aspecten van EM als diffusiemechanisme behandeld. De belangrijkste factoren die het EM-proces beïnvloeden zijn besproken, waarbij telkens is aangegeven welke hiervan in detail bestudeerd worden in dit proefschrift. Indien men de invloed van EM in metaalbanen wil bestuderen, is het duidelijk dat men over een goede en representatieve meettechniek moet beschikken. In het volgende hoofdstuk worden de meest gebruikte conventionele technieken besproken. Daarnaast wordt ook aandacht besteed aan enkele niet-conventionele technieken, zoals de 1/f-ruismeettechniek en de hoge resolutie weerstandsmeettechnieken, waartoe de in dit proefschrift aangewende methode behoort.

Hoofdstuk 2 : Classificatie van EM-meettechnieken

2.1 Conventionele meettechnieken

2.1.1 Algemene kenmerken

Onder deze meettechnieken klasseren we de "klassieke" testen die vaak in de industrie gebruikt worden om de EM-weerstand van metaalbanen te karakteriseren en de zgn. alternatieve "vlugge" technieken.

Een belangrijk kenmerk van deze technieken is, dat tijdens een EM-test de metallisatie onderworpen wordt aan sterke versnellingscondities (j>1MA/cm² en T>150°C voor AI). De bedoeling van deze testen is immers in zo kort mogelijke tijd zo veel mogelijk informatie te bekomen en daarom worden de geteste systemen soms aan extreem hoge stroomdichtheden onderworpen, die 10 tot zelfs 100 keer de stroomdichtheid onder gebruiksomstandigheden kunnen bedragen. De systemen worden belast tot faling of tot een vooropgesteld falingscriterium bereikt wordt. Ook in het laatste geval is er meestal reeds onherstelbare schade aangericht. Daarom worden deze conventionele technieken soms ook aangeduid als destructieve methodes. Zo toonden REM-observaties aan dat relatieve weerstandsveranderingen van nauwelijks 1% reeds veroorzaakt worden door het ontstaan van macroscopisch waarneembare veranderingen zoals gaten. Daarom worden hier ook de zgn. "vlugge" resistometrische meettechnieken, die gebruik maken van extreem sterke versnellingscondities en waarbij weerstandsveranderingen >1% gedetecteerd worden, gerangschikt onder de destructieve technieken. Resistometrische technieken die in staat zijn weerstandsveranderingen <1% op te meten, zullen hier gerangschikt worden onder de "hoge resolutie weerstandsmeettechnieken" (HRWM). Indien men kleine weerstandsvariaties in de orde van enkele honderden tot duizenden ppm wil detecteren, is een hoge meetresolutie een noodzakelijke voorwaarde.

2.1.2 Relevantie van de resultaten

Destructieve technieken zijn gebaseerd op de cumulatieve informatie van het volledige levensverloop van een metallisatie. Bijgevolg kunnen deze methodes niet gebruikt worden om de verschillende fundamentele processen te bepalen die aan de basis liggen van EM. Dit verklaart waarschijnlijk de grote spreiding in de resultaten en conclusies bekomen door verschillende onderzoekers, indien zij d.m.v. deze traditionele technieken proberen fysische parameters, zoals de activatie-energie, te bepalen *[OAT94]*. Hun resultaten kunnen afhankelijk zijn van de versnellingscondities omdat zij de hele geschiedenis van een geteste metallisatie in rekening brengen.

De resultaten uit de destructieve technieken zijn echter wél een duidelijke vingerafdruk voor de gevoeligheid van een systeem aan EM. Zo heeft de MTTF-techniek zijn nut reeds bewezen in de industrie als een vlugge methode om metallisaties onderling te vergelijken.

2.1.3 MTTF (=Median Time To Failure)- of levensduurtesten

Sinds de jaren '60 is de meest verspreide techniek in EM-studies de "levensduur"-meettechniek of MTTF-techniek. Met deze methode wil men statistische informatic bekomen over de gemiddelde levensduur van een bepaalde metallisatie of specifiek systeem onder sterk versnelde condities (T>150°C en j=1-4MA/cm²). Via de evaluatie van statistische betrouwbaarheidsparameters kunnen verschillende technologische processen vergeleken worden en kan men een voorspelling doen over de levensverwachting van het systeem onder normale werkingscondities. Voor commercieel gebruik zijn er enkele standaard meetsystemen beschikbaar. Het betreft eenvoudige meetopstellingen die gemakkelijk kunnen ingebracht worden in een bestaand produktiesysteem en daarom is deze techniek nog steeds de meest verspreide om EM-testen uit te voeren. MTTF-testen kunnen zowel op wafer-niveau als op keramisch verpakte preparaten uitgevoerd worden. Uiteraard kunnen ook verschillende baanstructuren [AGA70] en verschillende types metallisaties getest worden [SCH87, TOW86, HOW73].

De analyse van de data steunt op de empirische vergelijking van Black (2.1), die een verband weergeeft tussen de MTTF en de activatie-energie E, de stroomdichtheidexponent n en een voorfactor A [BLA69,BLA78]. Als de activatie-energie (via een Arrhenius-plot) en de stroomdichtheidsexponent bepaald zijn, dan wordt via extrapolatie m.b.v. de Black-vergelijking een schatting gemaakt voor de levensduur van het systeem onder reële condities [NEL71].

$$1/t_{\rm f} = A \, j^{\rm n} \exp(-E/kT) \tag{2.1}$$

met t_r : falingstijd A : materiaalconstante j: stroomdichtheid

- n : stroomdichtheidsexponent
- E : activatie-energie
- k : constante van Boltzmann
- T : absolute temperatuur (in Kelvin).

De MTTF voor een set identieke systemen wordt bekomen door deze te onderwerpen aan specifieke temperatuur- en stroomcondities die het EM-proces versnellen. De falingstijden, behorend bij een vooropgesteld falingscriterium (open kring, kortsluiting met een naburige kring, kritische weerstandstoename) worden opgemeten voor elk systeem. De MTTF wordt gedefinieerd als het punt van de TTF(=Time To Failure)-verdeling waarop 50% van de systemen gefaald zijn. Een andere belangrijke betrouwbaarheidsparameter is de vormfactor, die een maat is voor de spreiding van de MTTF's rond de middelbare waarde [WE192].

De MTTF-methode steunt op een paar fundamentele veronderstellingen :

- De diffusiemechanismen voor EM onder sterke versnellingscondities zijn dezelfde als onder normale werkingscondities.
 - (2) Het is mogelijk een éénduidige bepaling van de fysische parameters uit vergelijking (2.1) uit te voeren. Aangezien deze parameters functie zijn van de structuur van de metallisatie, veronderstelt men hierbij dus dat de microstructuur van een metallisatie gedurende de hele test constant blijft.
 - (3) 3 levensduurtesten bij verschillende temperaturen zijn voldoende voor de bepaling van een activatie-energie.
 - (4) De statistische verdeling van de MTTF-data is gekend en éénduidig (meestal lognormaal of Weibull verondersteld) en de vormfactor σ is constant.

2.1.4 Alternatieve vlugge meettechnieken

De MTTF-techniek eist nog steeds een relatief lange meettijd, zodat reeds vroeg naar "vlugge" methodes gezocht werd. Sinds 1983, met de introductie van de TRACE-techniek, heeft men verschillende methodes voorgesteld, elk met hun voor- en

¹ Merk op dat in deze vergelijking geen rekening wordt gehouden met de drempelwaarde voor de stroomdichtheid, de zogenaamde Blech-stroomdichtheid, j_{B} . $I, p. v. j^n$ zou men $(j-j_B)^n$ moeten schrijven. Meestal is j_B echter verwaarloosbaar klein t.o.v. de aangewende stroomdichtheden tijdens deze testen, zodat vergelijking (2.1) een goede benadering is.

nadelen. Het zwakste punt van deze "vlugge" methoden blijft echter de relevantie van de bekomen resultaten. Hierna volgt een kort overzicht van de belangrijkste van deze "vlugge" technieken en hun belangrijkste voor- en nadelen.

TRACE (=Temperature-ramp Resistance Analysis to Characterize Electromigration)

In 1983 stelden Pasco en Schwarz [PAS83a] een nieuwe en "vlugge" resistometrische techniek voor. Het basisidee is een verpakte metaalbaan te onderwerpen aan een temperatuurhelling, terwijl de baan belast wordt met een extreem hoge stroom. De starttemperatuur is meestal 25°C en de weerstandsveranderingen worden gemeten gedurende het experiment. Binnen ongeveer 1 uur kunnen dan de parameters A en E uit vergelijking (2.1) bepaald worden [SAT90,SAT91]. De methode is toegepast op verpakte metallisaties onder verschillende atmosferen [PAS83b,FEL85] en ook op wafer-niveau onder lucht [FIN86,FIN88].

BEM (=Breakdown Energy of Metal)

In 1985 introduceerden Hong en Crook een "vlugge" techniek op wafer-niveau [HON85]. Hierbij wordt de metaalbaan belast m.b.v. een computergestuurd stroomprofiel totdat een open circuit ontstaat. De thermische belasting wordt geleverd via Joule-opwarming. Bij elke stroomstap wordt de weerstand van de baan gemeten en de temperatuur berekend via de TCR (Temperature Coefficient of the Resistivity) α van de metallisatie. De testtijd is slechts ongeveer 1 min. doordat stroomdichtheden van >10⁷ A/cm² gebruikt worden.

SWEAT (=Standard Wafer-level Electromigration Acceleration Test)

In 1985 werd de SWEAT-techniek voorgesteld door Root en Turner als een karakterisatietechniek met de mogelijkheid informatie te leveren over de kwaliteit van een metallisatie op wafer-niveau in minder dan 15 seconden [ROO85]. De geteste structuur wordt hierbij onderworpen aan een stroomprofiel en de thermische belasting wordt uitsluitend geleverd door Joule-opwarming.

WIJET (=Wafer-level Isothermal Joule-heated Electromigration Test)

Deze laatste techniek is voor het eerst gepubliceerd in 1987 door Jones en Smith. M.b.v. deze techniek worden de falingstijden van de testbanen gemeten, terwijl deze onderworpen zijn aan een hoge stroomdichtheid, die eveneens de constante thermische

belasting levert [JON87]. De stroomdichtheden die nodig zijn om EM-testen uit te voeren tussen 200°C en 400°C zijn 9-12MA/cm². Door deze sterke versnellingscondities kan de testtijd gereduceerd worden tot enkele minuten. Indien een schatting gemaakt wordt van de stroomdichtheidsexponent n, kan via een statistische analyse van de data een activatie-energie bepaald worden.

- > De "vlugge" technieken bieden op het eerst gezicht enkele belangrijke voordelen :
 - de meettijd is extreem kort (soms enkele seconden tot maximaal 10h), te wijten aan de extreem hoge stroombelastingen tijdens het testen.
 - (2) de mogelijkheid bestaat om op wafer-niveau te testen.
 - (3) bij de meeste van deze technieken is geen uitwendig verwarmingselement aanwezig en is er dus ook geen opwarmtijd nodig.
 - (4) "lastige" bijkomende thermisch geïnduceerde effecten, zoals interdiffusie van metallisatie en onderliggende lagen, kunnen vermeden worden. Door de hoge thermische geleidbaarheid van het substraat zal de opwarming immers gelokaliseerd zijn in de zone rond de metaalbaan.
- Bij de analyse van de resultaten, verkregen aan de hand van deze "vlugge" technieken worden verschillende veronderstellingen gebruikt, die tot foutieve conclusies kunnen leiden. De belangrijkste zijn de volgende :
 - de weerstandsveranderingen (tot 10%) beïnvloeden enkel het temperatuuronafhankelijke deel van de weerstand R₃, afkomstig van de verstrooiing aan defecten en onzuiverheden.
 - (2) de correcte temperatuur van de metaalbaan is de oventemperatuur T_{omg}, plus een term ΔT te wijten aan de Joule-opwarming. Uit experimenten blijkt echter dat, indien de oventemperatuur toeneemt, ook de Joule-opwarming toeneemt.
 - (3) de empirische vergelijking (2.1) wordt hier gebruikt in de catastrofale faze van EM (ΔR/R₀=5-10%), alhoewel in deze faze heel waarschijnlijk verschillende diffusieprocessen tegelijk voorkomen.
 - (4) voor de toepassing van sommige technieken zijn speciaal ontworpen teststructuren nodig (vb. SWEAT-methode). Het grote probleem bij het toepassen van deze methode is het feit dat deze structuren vaak ook een ingewikkeld temperatuurprofiel bezitten. Het resultaat hiervan is dat er lokaal grote temperatuurdivergenties zullen optreden, zodat het niet exact is met de gemiddelde testtemperatuur voor de hele baan te rekenen. Bovendien zullen op plaatsen met een lokaal verhoogde temperatuurdivergentie ook de eerste falingen optreden.

Deze falingen worden dan foutief geïnterpreteerd als veroorzaakt door de "elektronenwind".

(5) voor het bepalen van de reële falingstijd van een systeem, is het soms nodig a priori een waarde voor de activatie-energie en voor de stroomdichtheidsexponent n te kiezen. Dit betekent dat deze technieken geen enkele waarde hebben als onderzoeksmethode, maar enkel bruikbaar zijn om informatie te leveren over de kwaliteit van een metallisatieproces.

Uit microscopie-analyse vond men dat de schade geïnduceerd door deze "vlugge" technieken bij extreem hoge versnellingscondities veel omvangrijker is dan deze geïnduceerd tijdens testen bij veel lagere versnellingscondities. Alles wijst er dus op dat de resultaten bekomen met deze "vlugge" technieken heel voorzichtig moeten geïnterpreteerd worden en bovendien kan men zich terecht de vraag stellen naar de relevantie van testen die onder extreem hoge versnellingscondities gebeuren [MEI89,LLO93].

2.1.5 De 1/f-ruismeettechniek

De laagfrequente ruismeettechniek is een aantal jaren geleden voorgesteld als een nieuw en gevoelig instrument om structurele veranderingen in metaalfilmen ten gevolge van mechanische spanningen en/of elektromigratie te bestuderen *[CEL76]*. De techniek is gebaseerd op de aanname dat metalen inherent vrij zijn van ruis. Uit experimenten kan geconcludeerd worden dat in polykristallijne filmen, de ruis slechts boven de achtergrondruis van het systeem komt bij stroomdichtheden $j>1MA/cm^2$. De methode bestaat erin tijdens constante DC-stroombelasting en bij een bepaalde testtemperatuur (vaak enkel door Joule-opwarming gegenereerd) de laagfrequente weerstandsfluctuaties te analyseren die geïnduceerd worden aan de uiteinden van het preparaat. De spectrale dichtheid van weerstandsfluctuaties blijkt via een Arrhenius-model afhankelijk te zijn van de temperatuur *[YAN89,CEL91]*.

De versnellingscondities zijn minder sterk dan deze die gebruikt worden in de conventionele en "vlugge" technieken en dit is ook de reden waarom deze techniek soms geklasseerd wordt onder de niet-destructieve technieken. Het is echter niet mogelijk ruismetingen uit te voeren bij stroomdichtheden in de orde van de gebruikscondities (j<0.5MA/cm²). De techniek wordt complementair aan de conventionele MTTF-testen beschouwd, omdat zij informatie levert over de stadia van EM vóór faling. Er is eveneens een kwalitatieve correlatie gevonden tussen de resultaten van beide technieken, maar het blijkt nog steeds niet mogelijk een uitspraak te doen i.v.m. de betrouwbaarheid van een bepaald metallisatie-proces, uitgaande van 1/f-ruisresultaten [CEL92, CIO93].

Over de fysische fenomenen die aan de basis van de opgemeten spectra liggen, wordt nog steeds gediscussieerd. De meest aanvaarde opvatting is dat de gemeten ruis te wijten is aan de generatie/annihilatie van vacatures en dislocaties in het materiaal [DIL91,YAN91]. Eén van de belangrijkste nadelen van de techniek is dat, in tegenstelling tot wat vaak beweerd wordt, het onmogelijk is de vroege stadia van EM te bestuderen. Er gaat immers een aanzienlijke tijd verloren om de temperatuur van het systeem te stabiliseren tijdens stroombelasting, zodat de getoonde data representatief zijn voor een later stadium in het EM-proces.

2.1.6 De resistometrische meettechniek met lage meetresolutie

Rosenberg en Berenbaum waren de eersten die een resistometrische meettechniek introduceerden om de structurele veranderingen van een metallisatie tijdens EM te analyseren *[ROS68]*. Het meetsysteem bestond uit een siliconenoliebad waarin het preparaat op een constante temperatuur gehouden werd. Eenzelfde metaalbaan werd gedurende een bepaalde tijd achtereenvolgens op twee verschillende temperaturen gehouden, met dezelfde stroombelasting. Via de totale weerstandsverandering en een Arrhenius-type vergelijking werd dan de activatie-energie voor EM bepaald.

Deze methode werd eveneens gebruikt door Shine en d'Heurle [SH171]. Hummel en medewerkers tenslotte gebruikten een speciaal ontworpen teststructuur om EM in verschillende metallisaties te bestuderen via een resistometrische techniek [HUM71,HUM75,HUM76].

In recente studies worden lage resolutie resistometrische meettechnieken nog steeds gebruikt, indien de omstandigheden niet toelaten de techniek te verfijnen tot een hoge resolutie meettechniek, zoals bijvoorbeeld tijdens in-situ REM/TEM (Raster/Transmissie Elektronen Microscopie)-studies [CHA90a].

Een gemeenschappelijk kenmerk van deze eenvoudige weerstandsmeettechnieken is de lage meetresolutie, die vooral bepaald wordt door de instabiliteit van de omgevingstemperatuur. Onafhankelijk van het medium waarin het preparaat zich bevindt (lucht, inert gas, siliconenolie, ...) is de temperatuurstabiliteit nooit beter dan $\pm 0.5^{\circ}$ C. Voor AI-metallisaties betekent dit een meetresolutie in de weerstand van ± 1000 ppm bij een typische testtemperatuur van T=200°C. M.b.v. deze lage resolutie-meettechnieken meet men typisch weerstandsveranderingen in de orde van

procenten, zodat de eenvoudige resistometrische technieken zeker niet voldoende nauwkeurig zijn om de initiële stadia van EM te bestuderen.

2.2 Niet-conventionele resistometrische meettechnieken met hoge meetresolutie

2.2.1 Algemene kenmerken

Vooral vanuit wetenschappelijk oogpunt bestaat er een zekere nood aan hoge resolutie resistometrische meettechnieken (HRWM). Het grote voordeel van deze HRWMtechnieken is het feit dat betekenisvolle resultaten kunnen verkregen worden in een relatief korte tijd.

In het algemeen is de resolutie van een resistometrische meettechniek afhankelijk van verschillende factoren. De meeste moderne resistometrische technieken maken gebruik van een stroomcalibrator, die voor de stroombelasting zorgt, en een multimeter, die de spanning over het preparaat meet. In formule (2.2) wordt de meetresolutie uitgedrukt in functie van de fluctuaties δ van de belangrijkste beïnvloedende factoren :

 $(\delta R)/R = (\delta V)/V + (\delta I)/I + (\alpha \,\delta T)/(1 + \alpha T)$ (2.2)

met V: spanning

I: stroom

a : TCR (Temperatuurcoëfficiënt van de Weerstand)

T : temperatuur van de omgeving.

De twee eerste termen worden bepaald door de stabiliteit van de meetapparatuur. Het is dus belangrijk om in eerste instantie zo stabiel mogelijke multimeters en stroombronnen te gebruiken. Verder worden de weerstandsveranderingen vooral door de temperatuurfluctuaties van de omgeving beïnvloed. Het elimineren van deze temperatuurfluctuaties is heel belangrijk, omdat deze een grote invloed uitoefenen op de weerstand. Indien een systeem eenvoudig blootgesteld is aan lucht, dan zijn korte termijn-temperatuurfluctuaties van $\pm 1^{\circ}$ C niet ondenkbaar. Op kamertemperatuur zou dit voor een Al-geleider een resolutie in de weerstand van ± 4000 ppm betekenen ! Daarbij komt dat de temperatuur van de omgeving ook op lange termijn kan variëren (bijvoorbeeld dag- en nachtregime) met enkele graden, zodat het duidelijk is dat een hoge resolutie resistometrische techniek slechts kan verkregen worden indien men deze temperatuurfluctuaties onderdrukt.

Het meest gebruikte concept om deze temperatuurfluctuaties te elimineren, is gebaseerd op het principe van de Wheatstone-brug. Hierbij zijn de gemeten data steeds *relatieve* weerstandsveranderingen van de geteste baan t.o.v. een naburige onbelaste metaalbaan. Aangezien beide banen onderhevig zijn aan dezelfde temperatuurfluctuaties van de omgeving, lijkt dit een ideale methode om de ongewenste fluctuaties te elimineren.

Een variante op deze techniek is het simultaan meten van de absolute weerstand van een belaste en onbelaste baan. De grote temperatuurfluctuaties van de omgeving impliceren dat deze absolute variaties op zich niet bruikbaar zijn. Door achteraf een eenvoudige manipulatie uit te voeren van de meetdata, die neerkomt op het berekenen van de verhouding van de relatieve weerstandsvariaties van belaste en onbelaste baan, bekomt men een hoge resolutie. In essentie komt deze methode overeen met deze gebaseerd op de Wheatstone-brug.

Het zwakke punt van dit type meettechnieken is het feit dat enkel gemanipuleerde weerstandsdata kunnen bestudeerd worden, afkomstig van zowel de geteste baan als van de referentiebaan. Dit blijkt in sommige gevallen tot misleidende resultaten te leiden. Beide technieken worden geklasseerd als de <u>"brug"-technieken</u> en worden besproken in paragraaf 2.2.2.

In dit proefschrift wordt een nieuw type HRWM-techniek voorgesteld, die verder aangeduid zal worden als de "absolute" techniek om onderscheid te maken met de "brug"-technieken. Deze <u>"absolute" techniek</u> is gebaseerd op het creëren van een zo stabiel mogelijke omgevingstemperatuur. Het belangrijkste verschil in vergelijking met de "brug"-technieken is dat de gemeten hoge resolutie-weerstandsdata nu *absoluut zijn*. Hiermee wordt bedoeld dat de geobserveerde weerstandsveranderingen, op de resolutie na, veroorzaakt worden door processen die zich afspelen in de geteste baan alleen. Uit de studie voorgesteld in dit werk, zal blijken dat op deze manier onderscheid zal kunnen gemaakt worden tussen de werkelijke EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen en weerstandsveranderingen, geïnduceerd door andere simultaan optredende processen. Dit blijkt grote voordelen te bieden, zoals duidelijk aangetoond in het verdere verloop van dit proefschrift.

2.2.2 De "brug"-techniek : hoge meetresolutie m.b.v. een referentieweerstand

Meetprincipe

In 1988 stelden Lloyd en Koch een hoge resolutie resistometrische techniek voor, die tegelijk alle thermisch geïnduceerde weerstandsveranderingen zou elimineren *[LLO88]*. Sindsdien werden verschillende variaties op deze "brug"-techniek voorgesteld, maar de basis voor het verkrijgen van de hoge meetresolutie blijft dezelfde *[DIO91,KRA93]*.

Het principe van de meettechniek is als volgt :

- (1) De geteste baan wordt continu belast met een hoge DC-stroom.
- (2) Een naburige identieke² onbelaste metaalbaan bevindt zich op dezelfde chip en wordt als referentiebaan gebruikt. Tijdens de meetcyclus (gedurende ~40s) wordt de hoge belastingsstroom ook door deze referentiebaan gestuurd, opdat de baantemperaturen identiek zouden zijn tijdens de meting.
- (3) De hoge meetresolutie (in de orde van enkele ppm) wordt verkregen doordat, via het balanceren van de Wheatstone-brug, relatieve weerstandsveranderingen ΔR gemeten worden.

De belangrijkste variant op de "brug"-techniek van Lloyd is deze van Baldini en Scorzoni, die een licht gewijzigd concept toepasten om elektromigratie op wafer-niveau te meten [BAL91]. Zij gebruiken hierbij twee naburige metaalbanen op dezelfde wafer, om te compenseren voor de thermische fluctuaties van de verwarmingsplaat, waarop de preparaten aangebracht zijn.

Het principe van deze meettechniek is als volgt :

- (1) De testbaan wordt belast met een hoge stroom; tijdens de meetcyclus (enkele seconden) echter wordt een kleine gepulseerde DC-meetstroom gebruikt. Volgens de auteurs zal de testbaan tijdens het meten van de weerstandvariaties ogenblikkelijk de temperatuur van de verwarmingsplaat aannemen.
- (2) Tegelijk worden de weerstandsveranderingen van een naburige identieke³ referentiebaan op dezelfde chip continu gemeten.

² In het geval van Lloyd en Koch bedoelt men hiermee dezelfde dimensies en samenstelling.

³ In het geval van Scorzoni, betreft het metaalbanen van dezelfde samenstelling en met dezelfde initiële weerstandswaarde, maar met verschillende dimensies. De reden voor het verschil in de afmetingen van de banen is, dat de geteste banen submicron "bamboo"-banen zijn. De referentiebaan wordt breder en langer gemaakt en is bijgevolg polykristallijn. (3) De hoge meetresolutie (in de orde van enkele tientallen ppm) wordt verkregen doordat de verhouding van de relatieve weerstandsveranderingen van testbaan en referentiebaan berekend wordt.

· Basisveronderstellingen van de "brug"-technieken

Essentieel zijn de "brug"-technieken gebaseerd op volgende veronderstellingen :

- (1) de TCR van testbaan en referentiebaan is identiek
- (2) het gedissipeerde vermogen in de testbaan en de referentiebaan is identiek
- (3) de temperatuur van de testbaan en de referentiebaan tijdens de meetcycli is identiek
- (4) de korte belasting van de referentiebaan veroorzaakt geen EM (in het geval van Lloyd en medewerkers)

Indien (1) en (2) gelden, worden alle temperatuurfluctuaties van de omgeving geëlimineerd. De auteurs veronderstellen dat, indien daarnaast ook (3) geldt, ook alle weerstandsveranderingen geïnduceerd door thermisch geactiveerde processen (die simultaan met EM kunnen voorkomen) geëlimineerd worden. Dit is echter slechts waar, indien tijdens de hele testmeting de temperatuur van de testbaan en de referentiebaan identiek is ! Mogelijke thermisch geactiveerde processen zoals korrelgroei, precipiteren/ oplossen van additie-elementen,... zijn immers langdurige processen die zich afspelen over verschillende uren of dagen. Tijdens de meetcycli zijn de testbaan en de referentiebaan dus wel op dezelfde temperatuur, maar tijdens de belastingscycli niet. De testbaan bevindt zich globaal gezien steeds op een hogere temperatuur en de processen die zich op lange termijn afspelen zullen dus verschillend zijn in testbaan en referentiebaan. De relatieve weerstandsvariaties bekomen via een "brug"-techniek, kunnen dus nooit het effect van de elektronenwind correct weergeven. Bovendien kunnen via een "brug"-techniek de processen die voorkomen in de testbaan nooit gescheiden worden van de processen die zich afspelen in de referentiebaan.

2.2.3 De "absolute" techniek : hoge meetresolutie m.b.v. extreme stabiliteit van de omgevingstemperatuur

Inleiding

De "absolute" HRWM-techniek kan enerzijds gebruikt worden als conventionele meetmethode, d.w.z. tijdens hoge versnellingscondities; anderzijds blijkt het een krachtige techniek te zijn voor de studie van de eerste stadia van EM.

Door de hoge resolutie en de mogelijkheid om absolute weerstandswaarden onmiddellijk na het aanbrengen van de belastingscondities en in-situ tijdens EM te meten, biedt de techniek een goed alternatief voor de "brug"-technieken.

· Beschrijving van het meetsysteem

Tegenwoordig worden alle verouderingsexperimenten *in-situ* uitgevoerd. Hierbij wordt de bestudeerde fysische eigenschap tijdens het verouderingsexperiment op temperatuur gemeten. De algemene technische aspecten van de in-situ "absolute" HRWM-technick zijn elders reeds besproken [DEC90].

In figuur 2.1 wordt de schematische voorstelling gegeven van de meetopstelling die gebruikt wordt bij de in-situ "absolute" HRWM-techniek.

In dit proefschrift worden twee types ovensystemen gebruikt, naargelang de aard van de toepassing, nl. een gasbuisoven en een oliebadoven. Deze ovens worden uitvoerig besproken. Hier volgt eerst een korte bespreking van de gemeenschappelijke componenten van het "absolute" HRWM-systeem.

Voor beide oventypes bestaat het verwarmingselement uit een weerstandsdraadwikkeling tegen de wand van het eigenlijke recipiënt. Bij het gasbuisovensysteem worden deze wikkelingen aan de buitenkant aangebracht en bij de oliebadoven aan de binnenkant van het recipiënt. Als voorbeeld wordt in de figuur het type I-ovensysteem getoond (1). De rest van de componenten van het meetsysteem zijn volledig gemeenschappelijk. De stroom door de wikkelingen wordt geleverd door een DC-gestabiliseerde spanningsbron (2). De spanning die geleverd wordt door deze bron wordt gecontroleerd door de temperatuur(T)-computer (3). Deze computer bevat speciaal ontworpen software die het meet- en regelsysteem stuurt. De wisselwerking tussen de T-computer en de bron gebeurt via een DAC (digitaal-analoog convertor)-bord. De temperatuur in de omgeving van het preparaat wordt bepaald m.b.v. een platina-weerstand-thermometer (Pt100), die zo dicht mogelijk bij het preparaat geplaatst wordt. De bepaling van de weerstand van de Pt100 gebeurt m.b.v. een hoge precisie multimeter (4) via een vierpuntsmeting. Via een IEEE-communicatie wordt deze waarde doorgegeven aan de T-computer, die de bijbehorende temperatuurwaarde berekent. Naargelang deze waarde afwijkt van de insteltemperatuur wordt de spanning van de bron bijgeregeld. Deze bijsturing wordt berekend via een PID-regelalgoritme (*[MIN88, COO69]*). Details i.v.m. de bepaling van de optimale PID-parameters en de toepassing van het algoritme worden vermeld in *[DEC90]* en *[STU94]*.



Figuur 2.1 : Schematische voorstelling van het in-situ HRWM-systeem.

De mogelijkheid bestaat om verschillende metaalbanen sequentieel op te meten tijdens éénzelfde experiment. Hiervoor is een multiplexer (5) vereist, die over verschillende kanalen beschikt. De selectie van deze kanalen gebeurt opnieuw via een IEEE-communicatie, nu met de weerstand (R)-computer (6). Deze tweede computer wordt gebruikt voor het coördineren van alle procedures aangaande de meting van de gekozen fysische grootheid. De uitgang van de multiplexer is verbonden met een hoge precisie multimeter (7), die m.b.v. een spanningsmeting de weerstandswaarde van het geselecteerde kanaal bepaalt. Deze waarde wordt opnieuw doorgegeven aan de R-computer. De stroomcalibrator (8) levert hierbij de stroom die door het preparaat gestuurd wordt. Voor sommige toepassingen (zie hoofdstuk 5 en 6) is het nodig om exact gelijktijdig twee componenten te kunnen meten. In dat geval is een extra hoge precisie multimeter gebruikt i.p.v. een multiplexer.

Opmerking : thermospanningen

Door de verschillende samenstellingen van het preparaat, de contacten met de houder en de bedrading, kunnen thermospanningen over de contactpunten ontstaan. Indien deze groot worden, kunnen zij een onbekende niet-constante bijdrage leveren tot de meetspanning. In sommige gevallen kan men de stroomomkeringstechniek gebruiken om deze thermospanningen te elimineren [KE184]. Hierbij worden steeds twee opeenvolgende spanningsmetingen uitgevoerd, waarbij de zin van de meetstroom omgekeerd wordt. Via een combinatie van beide spanningsmetingen kunnen eventuele thermospanningen geëlimineerd worden [DEC90]. Dit is echter een methode die niet onmiddellijk kan gebruikt worden in het geval van EM. Voor dit type experimenten is immers een constante DC-stroombelasting nodig.

Mits een kleine aanpassing kan men de stroomomkeringstechniek echter wel gebruiken. Hiervoor wordt bijvoorbeeld gedurende een langere tijd (=belastingscyclus) een hoge DC-stroom door het preparaat gestuurd. Deze cycli worden dan afgewisseld door de korte meetcycli, waarbij een kleine AC-meetstroom of een gepulseerde DC-stroom gebruikt wordt. Deze methode is uitgetest en bij het vergelijken van de resultaten verkregen m.b.v. beide methodes werd geen merkbaar verschil geobserveerd.

Ter controle werden de thermospanningen opgemeten gedurende een constante hoge DC-stroombelasting op hoge temperatuur. De gemeten thermospanningen zijn in de orde van $5\mu V$ en bereiken binnen enkele minuten hun saturatiewaarde. Dit betekent dat de fout die geïntroduceerd wordt indien hiervoor niet gecorrigeerd wordt, constant is tijdens een isotherme meetcyclus. Bovendien zal deze thermospanning relatief weinig invloed op de gepresenteerde meetresultaten hebben, aangezien de gemeten spanningen over de metaalbanen altijd voldoende groot zijn.

· Beschrijving van de ovensystemen en bijbehorende preparaathouders

Type I : De gasbuisoven

Beschrijving van het gasbuisovensysteem

De gasbuisoven (figuur 2.2) is samengesteld uit een dunwandige inoxbuis ($d_{wand}=0.3$ mm, $\emptyset_{buiten}=25$ mm, 1=200mm) die bifilair aan de buitenkant omwikkeld is met weerstandsdraad. Rond de verwarmingsdraad is isolerende kwartskous aangebracht om elektrisch contact tussen de ovenbuis en de draad te vermijden. Verder is het geheel nog eens omwikkeld met een kwartslint om extra bescherming tegen kortsluiting te bieden en om de oven thermisch te isoleren.

Het preparaat bevindt zich in een speciaal ontworpen preparaathouder (1) in het centrum van de oven. Via een gastoevoer (2) kunnen in de gasbuisoven verschillende atmosferen gecreëerd worden. De hierna vermelde experimenten die in dit type oven uitgevoerd zijn, gebeurden steeds onder een inerte atmosfeer van helium (400mbar overdruk). Via een debietregelaar (3) verdwijnt het gas uit het ovensysteem. Het debiet is voor alle metingen constant op 20 sccm ingesteld.





Beschrijving van de gasbuisoven-preparaathouder

Voor dit type gasbuisoven werd een houder ontworpen die aangepast is aan de structuur van de gemeten preparaten, nl. verpakte IC's.

Het is hierbij belangrijk dat de preparaten op een gemakkelijke, reproduceerbare manier kunnen gemonteerd worden. De preparaten die in deze studie gemeten worden zijn alle keramisch verpakte IC's, die echter wel van afmeting kunnen verschillen. In figuur 2.3 wordt de houder getoond, die gebruikt werd voor het type I ovensysteem. Via een opening in de buisoven wordt de volledige bedrading naar binnen gevoerd. Deze opening is vacuümdicht gemaakt met een twee-componentenlijm.



Figuur 2.3 : Preparaathouder voor het gasbuisovensysteem :

(1) : nikkel stroom- en spanningsdraden

- (2) : inox schroefcontacten
- (3): Pt100 temperatuursensor
- (4) : aluminium bondingsdraad
- (5) : keramische IC-verpakking

De Pt100 wordt zo dicht mogelijk bij het preparaat geplaatst om een goed thermisch contact te verzekeren. De stroom- en spanningsdraden worden via inox schroefcontacten aangebracht op de vernikkelde/vergulde IC-pootjes. Binnenin de verpakking maken de metaalbanen via bondingspaden en aluminium draadverbindingen (\emptyset =25µm) contact met deze pootjes.

Type II: De oliebadoven

Beschrijving van het oliebadovensysteem

Voor bepaalde specifieke toepassingen is een ander type oven ontwikkeld : de oliebadoven (figuur 2.4). Deze bestaat uit een thermisch geïsoleerd recipiënt, gevuld met siliconenolie (1). De olie is bestand tegen temperaturen tot maximaal 260°C. Een temperatursensor (2), die voor de temperatursturing in het bad zorgt, is langs een opening onderin het recipiënt in de olie aangebracht. Aangezien het recipiënt klein is en de olie een goede thermische geleider is, kan in dit geval de Pt100, die voor de temperatursturing zorgt, op een korte afstand van de houder aangebracht worden. Een propeller (3), bevestigd op een centrale as, zorgt voor een zo homogeen mogelijke verdeling van de temperatuur in de olie. Een nieuw type preparaathouder (4) is ontworpen, zodat het preparaat op een eenvoudige en vlugge manier kan gemanipuleerd worden.



Figuur 2.4 : Schematische voorstelling van type II ovensysteem : de oliebadoven.

Beschrijving van de oliebadoven-preparaathouder

Voor dit type II oven werd een nieuwe houder ontworpen die conform is met het type bestudeerde preparaten, nl. verpakte IC's.

In figuur 2.5 wordt de preparaathouder in detail getoond. De houder wordt bevestigd aan een teflon-deksel dat perfect op het recipiënt past en het systeem thermisch isolerend afsluit van storende invloeden van buitenaf. Langs de buitenkant van het deksel wordt een aluminium buis bevestigd, die een vlugge manipulatie van het systeem houder+deksel mogelijk maakt. De volledige bedrading wordt naar binnen gevoerd via deze buis en een opening in het tefondeksel. Aan de binnenkant van het deksel is een speciale hoge temperatuur IC-houder gemonteerd via een schroefcontact. De stroom- en spanningsdraden worden dan op de pootjes van de IC-houder gesoldeerd.



Figuur 2.5 : Preparaathouder voor het siliconenbadovensysteem :

(1) : nikkel stroom- en spanningsdraden

(2) : hoge temperatuur IC-houder

(3) : keramische IC-verpakking

(4) : Pt100 temperatuur sensor

Het preparaat wordt dan met zijn pootjes in de IC-houder geklemd en binnenin de verpakking maken de metaalbanen via bondingspaden en aluminium draadverbindingen (\emptyset =25µm) contact met deze pootjes.

Voor sommige toepassingen wordt gebruik gemaakt van een tweede Pt100 die zich in een uitsparing in de preparaathouder heel dicht bij het preparaat bevindt, zoals aangeduid op

36

de figuur. Het doel van deze tweede Pt100 is het simultaan opmeten van de temperatuurfluctuaties op de plaats van het preparaat. In hoofdstuk 5 en 6 wordt uitvoeriger ingegaan op de functie ervan.

· Karakteristieke eigenschappen van type I- en type II-ovensystemen

Voor bepaalde experimenten werd in deze studie het Type I ovensysteem gebruikt en voor andere types experimenten blijkt het Type II ovensysteem aangewezen te zijn. De reden hiervoor is, dat elk van de ovensystemen typische eigenschappen bezit. Naargelang de eisen en het beoogde doel van een experiment kan men daarom opteren voor één van beide types.

Een eerste belangrijk verschilpunt betreft de meetresolutie van beide ovensystemen. In figuur 2.6 wordt de temperatuurstabiliteit gedurende een aantal dagen tijdens een isotherme stap in beide ovensystemen getoond.



Figuur 2.6 : Temperatuurstabiliteit tijdens een isotherme stap : (a) Type I : gasbuisoven (b) Type II : oliebadoven.

Indien weerstandsveranderingen in de orde van procenten gemeten worden, dan voldoet het gasbuisovensysteem als "absolute" HRWM-techniek. Het is echter duidelijk dat het oliebadsysteem best gebruikt wordt indien een extreem hoge resolutie vereist is. Daarom zal dan ook van het laatste ovensysteem gebruik gemaakt worden bij de studie van de vroege stadia van EM in hoofdstukken 5 en 6. In tabel 2.1 worden enkele gemiddelde waarden gegeven voor de meetresolutie die bereikt wordt in beide types ovensystemen tijdens een experiment op T=200°C. Verder worden eveneens de maximale in-situ opwarm- en afkoelsnelheden van beide systemen vermeld. Voor sommige toepassingen is het gebruik van type II af te raden, aangezien de intrinsieke afkoeling van de siliconenolie relatief traag is. Indien men bovendien systemen wil testen op een temperatuur T>260°C, dan kan dit niet in het oventype II uitgevoerd worden. Bovendien is oventype I handig indien men experimenten wil uitvoeren onder verschillende atmosferen [DES89].

Een extreem belangrijk voordeel van het type II-systeem is de mogelijkheid om op zeer korte tijd van temperatuur te veranderen. Hiervoor kunnen twee oliebadovensystemen gebruikt worden, die elk op een bepaalde temperatuur ingesteld worden. Door de goede manipuleerbaarheid van de preparaathouders kan er heel vlug van oven (en dus van temperatuur) gewisseld worden.

Type ovensysteem	Meetresolutie bij T=200°C (ppm)	Maximale opwarmsnelheid (°C/min)	Maximale afkoelsnelheid (°C/min)
I (gasbuisoven)	20	10	10
II (oliebadoven)	10	30	2

Tabel 2.1: Karakteristieke eigenschappen voor type I- en type II-ovensystemen : de gemiddelde meetresolutie gedurende 24 uur voor Al-metallisaties en de maximale in-situ opwarm- en afkoelsnelheden.

2.2.4 Kritische evaluatie : de "brug"-techniek versus de" absolute" techniek

· De "brug"- techniek

De "brug"-techniek heeft zeker zijn nut bewezen als HRWM-techniek voor de studie van EM. De verkregen resolutie is ook vaak verbazingwekkend goed (tot 1ppm !).

De 3 veronderstellingen voor wat betreft de eigenschappen van de testbaan en de referentiebaan moeten echter wat nauwkeuriger bekeken worden, aangezien de relevantie van de meetdata volledig bepaald wordt door de geldigheid van deze veronderstellingen. Indien het identieke preparaten betreft qua samenstelling en dimensies, gemonteerd op dezelfde chip, dan zijn deze veronderstellingen een goede benadering van de situatie.

Zelfs dan kunnen echter problemen ontstaan. Uit experimenten en simulaties blijkt dat er een temperatuurgradiënt bestaat in de metaalbaan *[SCH88]*. De temperatuur is maximaal in het midden van de baan en minimaal aan beide uiteinden. Hoe hoger de stroomdichtheid in de baan, hoe groter de Joule-opwarming en de T-gradiënt. Verder zal de temperatuurstijging ten gevolge van Joule-opwarming in de testbaan zich gradueel verspreiden in het vlak van het substraat. Dit betekent dat een naburige referentiebaan, zelfs indien deze zich slechts op enkele micrometer bevindt van de testbaan, slechts een fractie van deze temperatuurtoename zal ondervinden. Bijgevolg zullen testbaan en referentiebaan zich nooit op exact dezelfde temperatuur bevinden.

Een ander belangrijk en meestal verwaarloosd probleem betreft de thermisch geactiveerde processen die simultaan tijdens EM kunnen optreden. Hiermee worden processen bedoeld die zich op langere tijd afspelen (enkele uren of langer) en die uitgebreid worden besproken in hoofdstuk 3. Deze processen kunnen weerstandsveranderingen veroorzaken van enkele honderden ppm tot zelfs procenten en zijn dus heel belangrijk aangezien ze de interpretatie van de weerstandsveranderingen moeilijker maken. Vooral de "brug"-techniek is heel gevoelig aan dit laatste, aangezien deze slechts relatieve weerstandsveranderingen kan tonen, afkomstig van twee banen.



Figuur 2.7: Relatieve weerstandsveranderingen tijdens een EM-test met een "brug"-methode : de geteste banen zijn uitgegloeide gepassiveerde Al 1%Si-metallisaties met l=1000µm, w=0.8µm en t=1µm. De testcondities zijn j=2MA/cm² en T_{em} =240°C (ΔT_{Joule} =+8°C) ([SCOR95]).

Indien de voorgaande onderstellingen dus niet 100% correct zijn, zal het uiteindelijke resultaat een combinatie zijn van EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen en een residu, dat een maat is voor het verschil in eigenschappen tussen testbaan en referentiebaan. Figuur 2.7 illustreert dit aan de hand van een typische EM-meting, uitgevoerd met een "brug"-methode. Zoals blijkt is een veel voorkomend resultaat een niet-lineaire weerstandsverandering als functie van de tijd in het initiële stadium van EM. Dit wordt door verschillende auteurs geïnterpreteerd als het optreden van een niet-evenwichtsproces geïnduceerd door de elektronenwind. Deze niet-lineaire fase zou dan corresponderen met de opbouw van een kritische vacatureconcentratie *[LLO90, NIE94]*. Afhankelijk van de versnellingsparameters wordt uiteindelijk een tweede stadium bereikt, waarin de weerstandsveranderingen kan tonen (wegens de té lage absolute resolutie), is het gevaarlijk aan te nemen dat alle geobserveerde relatieve weerstandsveranderingen geïnduceerd zijn door de "elektronenwind". De "brug"-techniek beschikt immers over geen enkele manier om te controleren of dit inderdaad zo is.

Een ander type experimenten dat vaak uitgevoerd wordt zijn EM-testen tijdens constante temperatuur- en stroombelasting, waarbij de hoge stroombelasting na zekere tijd gestopt wordt en de weerstandsveranderingen continu blijven doorgemeten worden. Het resultaat van zo'n experiment wordt getoond in figuur 2.8.



Figuur 2.8: Typisch weerstandsverloop van een uitgegloeide gepassiveerde Al 1%Si-metaalbaan tijdens een EM-experiment bij $j=2MA/cm^2$ en $T=240^{\circ}C$ $(\Delta T_{Joule}=+8^{\circ}C)$. Na 20u testtijd is de hoge DC-stroom afgezet en een weerstandsdaling wordt geobserveerd ([SCO95]).

De bedoeling van dit type experimenten is het relaxatieproces te bestuderen na EM en na te gaan in welke mate de schade, aangebracht tijdens EM, kan hersteld worden. Een weerstandsdaling wordt opgemeten nadat de hoge DC-stroom afgezet is. Dit proces treedt op gedurende verschillende uren en wordt in vele studies geïnterpreteerd als het resultaat van massatransport om de metaalbaan in een meer gerelaxeerde toestand te brengen *[LLO90, NIE94]*. Volgens verschillende auteurs duidt dit erop dat ten minste een deel van de schade, aangebracht tijdens EM, hersteld wordt via een vacaturemechanisme. Het is ook dit herstelmechanisme dat verantwoordelijk geacht wordt voor de geobserveerde langere falingstijden tijdens EM-experimenten met gepulseerde DC-belasting.

+ De "absolute" techniek

De meetresultaten verkregen m.b.v. deze nieuwe techniek zijn "absoluut". D.w.z. dat de getoonde weerstandsveranderingen afkomstig zijn van processen die voorkomen in 1 baan, nl. de geteste baan. Er zullen dus zeker geen interferenties zijn met eventuele processen die zich afspelen in een referentiebaan en die de weerstandsdata kunnen manipuleren.

De "absolute" data kunnen echter nog wel weerstandsveranderingen bevatten, geïnduceerd door andere processen dan EM, die gelijktijdig kunnen optreden in de testbaan. Het enige waar men zeker van is, is het feit dat het om thermisch geactiveerde processen gaat die zich afspelen in dezelfde testbaan.

Dit blijkt echter geen overkomelijk probleem te zijn, omdat de "absolute" techniek nu juist als enige techniek de mogelijkheid biedt om deze thermisch geactiveerde processen (naast EM) afzonderlijk te bestuderen. Indien men de bijdrage in de weerstand van deze simultaan optredende processen voldoende kan karakteriseren, dan pas is het mogelijk om de échte EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen te bepalen.

Zo zal met behulp van de "absolute" techniek worden aangetoond dat het initiële niet-lineaire stadium NIET veroorzaakt wordt door de elektronenwind, maar een reversibel thermisch geactiveerd proces is dat zich afspeelt in de testbaan. In het geval van meetresultaten verkregen via een "brug"-techniek kan de situatie nog ingewikkelder worden en kan dit stadium veroorzaakt zijn door processen die optreden in de referentiebaan en/of de testbaan. Indien dit eerste stadium verkeerd geïnterpreteerd wordt, dan is het ook gevaarlijk een EM-model te ontwikkelen dat gebaseerd is op deze metingen. Zo impliceert het EM-model van Niehoff dat dit initiële niet-lineaire stadium in de weerstandsveranderingen volledig toe te schrijven is aan EM [NIE94].

Met behulp van de "absolute" techniek zal eveneens worden aangetoond dat het grootste deel van deze relaxatie NIET veroorzaakt wordt door een herstelmechanisme na EM, maar door een zuiver thermisch geactiveerd proces, dat zich afspeelt in de testbaan en/of de referentiebaan en dat niet gerelateerd is met het EM-proces. Deze resultaten zijn belangrijk aangezien ze een nieuw licht werpen op de basismechanismen van het EM-proces.

2.3 Samenvatting

In dit hoofdstuk worden de belangrijkste conventionele meettechnieken voor EM voorgesteld. Een gemeenschappelijk kenmerk van deze technieken is de relatief lange meettijd en het gebruik van hoge versnellingscondities in vergelijking met de reële werkingscondities van de metaalbanen. De niet-conventionele "snelle" testen gebruiken extreem hoge versnellingscondities, zodat de relevantie van de verkregen resultaten sterk in twijfel moet getrokken worden.

Een veelbelovende nieuwe klasse van meettechnieken zijn de hoge resolutie weerstandsmeettechnieken (HRWMT). De zogenaamde "brug"-technieken maken hierbij gebruik van een referentieweerstand om weerstandsveranderingen geïnduceerd door zuivere temperatuurveranderingen te elimineren. Door deze meetmethode zullen steeds gemanipuleerde resultaten getoond worden en dit kan soms tot een foutieve interpretatie van de geobserveerde weerstandsveranderingen leiden.

In dit proefschrift is geopteerd voor een nieuw type meettechniek, nl. de "absolute" HRWMT. De hoge meetresolutie wordt nu verkregen door een extreem stabiele omgevingstemperatuur te creëren. Het grootste voordeel van de techniek is dan ook dat nu weerstandsveranderingen kunnen gedetecteerd worden, afkomstig van processen die optreden in de geteste baan alleen.

Voor een correcte interpretatie van de weerstandsveranderingen gemeten tijdens EM-testen is het in eerste instantie belangrijk de invloed van zuiver thermische behandelingen op de weerstand van de bestudeerde metaalbanen nader te onderzoeken. De "absolute" HRWMT blijkt de aangewezen techniek te zijn om de invloed van structurele veranderingen in de geteste banen ten gevolge van thermische belastingen te meten. In het volgende hoofdstuk wordt dan ook een uitgebreide studie voorgesteld van zuiver thermisch geactiveerde processen die kunnen optreden in verschillende types Al-metallisaties en die aanleiding kunnen geven tot weerstandsveranderingen.

Hoofdstuk 3 : Thermisch geactiveerde reversibele en irreversibele weerstandsveranderingen zonder DC-belasting

3.1 Probleemsituering

Eén van de belangrijkste factoren die het EM-gedrag bepalen, is de microstructuur van de metallisatie. Hiermee wordt zowel de korrelstructuur als de chemische samenstelling bedoeld. Om de verschillende types metallisatie te karakteriseren is gebruik gemaakt van TEM en REM. Daarnaast worden de weerstandvariaties bestudeerd die de metallisaties ondergaan indien zij onderworpen worden aan een thermische behandeling, zonder hoge DC-belastingsstroom. De karakterisatie van de metallisaties en de studie van hun gedrag o.i.v. zuiver thermische belastingen is een belangrijk onderdeel van dit werk, aangezien het een niet te verwaarlozen rol zal spelen in de studie van EM m.b.v. resistometrische technieken. In dit werk wordt het EM-proces gekarakteriseerd door middel van de in hoofdstuk 2 voorgestelde "absolute" HRWM-techniek. Bij het gebruik van de zogenaamde "brug"-technieken wordt algemeen aangenomen dat alle weerstandsveranderingen die gemeten worden. veroorzaakt worden door de "elektronenwind". Op basis hiervan zijn enkele theoretische EM-modellen uitgewerkt, die duidelijk voor discussie vatbaar zijn /NIE94, De basis van deze modellen is immers de veronderstelling dat alle SCO941. weerstandsveranderingen, veroorzaakt door simultaan optredende processen naast EM, volledig geëlimineerd kunnen worden. Uit de bespreking in hoofdstuk 2 is echter duidelijk dat het praktisch onmogelijk is om deze effecten 100% te elimineren. Indien men EM wil bestuderen m.b.v. een HRWM-techniek is het belangrijk om deze zuiver thermisch geactiveerde bijdrage te kunnen onderscheiden van de bijdrage door de "elektronenwind". Met de "brug"-techniek is het echter niet mogelijk het weerstandsgedrag van één enkele metallisatie afzonderlijk te bestuderen. Om het gedrag van een metallisatie onder invloed van zuiver thermische behandelingen te bestuderen, is het noodzakelijk over een "absolute" meettechniek met hoge meetresolutie te beschikken. Deze techniek laat toe weerstandsveranderingen te observeren, veroorzaakt door processen die optreden in de geteste metaalbaan alleen. Daarom blijkt de

ontwikkelde "absolute" HRWM-techniek een ideaal instrument te zijn om een metallisatie te karakteriseren. Zo kan een metallisatie eerst onderworpen worden aan een geschikte temperatuurbehandeling om de invloed van enkel thermisch geactiveerde processen te bestuderen. Zo beschikt men over de nodige kennis om weerstandsveranderingen geïnduceerd door deze thermische processen te scheiden van weerstandsveranderingen geïnduceerd door de "elektronenwind" zelf. Indien men de fundamentele fysische processen wil karakteriseren, die de EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen veroorzaken, is dit duidelijk van het grootste belang.

3.2 De invloed van temperatuurbehandelingen op metaalbanen

3.2.1 Beschrijving van de structuur van de metaalbanen

In de praktijk wordt de structuur en de chemische samenstelling van de metallisaties steeds complexer. Eén van de redenen hiervoor is de steeds verder toenemende miniaturisatie van de componenten en de daarmee gerelateerde zoektocht naar materiaal dat bestendig is tegen elektromigratie. Om de HRWM-techniek op een correcte manier aan te wenden bij de studie van EM in metaalbanen, blijkt het essentieel te zijn de invloed van thermische behandelingen op de weerstand van de verschillende types metallisatie te kennen. De hoge temperatuur tijdens EM-testen zal immers een invloed hebben op de toestand waarin de metaalbaan zich bevindt.



Figuur 3.1: Dwarsdoorsnede van de structuur van de bestudeerde Al-metaalbanen : (a) niet-gepassiveerd (b) gepassiveerd.

In dit hoofdstuk worden de resultaten gepresenteerd van een studie van het gedrag van verschillende types metallisatie o.i.v. thermische behandelingen. Figuur 3.1 toont de dwarsdoorsnede van de twee belangrijke groepen structuren die bestudeerd zijn. Een eerste groep betreft de niet-gepassiveerde metallisaties. In eerste instantie worden polykristallijne zuiver Al-metaalbanen onderzocht. Dit type metallisatie wordt niet langer gebruikt in industriële toepassingen, maar is belangrijk als referentiemateriaal. Daarna wordt de invloed van de additie van 1wt%Si in een identieke Al-metaalbaan nagegaan. In de meeste metallisaties wordt immers opzettelijk Si toegevoegd aan de Al-metallisatie om Si-diffusie vanuit het onderliggende Si-substraat naar de Al-metallisatie te verhinderen *[TOT69, VAN71]*.



Figuur 3.2: REM-opname van een IC van het niet-gepassiveerde type (a) : de pijltjes rechts duiden naburige metaalbanen aan met baanbreedtes variërend van 1,0µm tot 3,0µm.

Vervolgens wordt de invloed van een passivatielaag nagegaan door het gedrag van niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties te vergelijken met geometrisch identieke gepassiveerde Al1%Si-metallisaties. Tenslotte wordt de invloed van het toevoegen van 0,5wt%Cu aan de AlSi-metallisatie onderzocht door gepassiveerde vlakke Al1%Si-metalbanen te vergelijken met identiek gepassiveerde Al1%Si0,5%Cu-metaalbanen. Het is bekend dat het toevoegen van een kleine hoeveelheid Cu aan een Al-metallisatie een gunstige invloed op de levensduur van de metaalbaan heeft [AME70]. Ondanks de uitgebreide studies die reeds uitgevoerd zijn op

dit type metallisatie, is er nog steeds twijfel over de rol van Cu tijdens het EM-proces. Bovendien is weinig gekend over de invloed van de structuur van een gelegeerde metallisatie (zoals bijvoorbeeld Al(Si,Cu)) op de weerstand. Dit laatste type zal uiteindelijk de meest complexe structuur zijn die aan bod komt in deze studie. In figuur 3.2 wordt een REM-opname getoond van het gebruikte type niet-gepassiveerde IC-structuur. Op één verpakt stukje wafer zijn meestal verschillende metaalbanen aanwezig, zoals aangeduid op de foto. In deze studie worden de 3µm brede polykristallijne metaalbanen van dit type IC bestudeerd.

3.2.2 Thermisch geactiveerde processen (zonder hoge DC-stroombelasting)

In deze paragraaf wordt een overzicht gepresenteerd van de verschillende mogelijke processen die kunnen optreden in de metallisaties o.i.v. thermische behandelingen. Speciale aandacht gaat hierbij naar de invloed van deze processen op de weerstand van de metallisatie.

Defectrelaxatie (1)

Indien een metallisatie afgezet wordt, dan gaat dit gepaard met het aanbrengen van atomaire schade, zoals dislocaties en puntdefecten [FRO92]. Hierdoor wordt een niet-evenwichtstoestand in de metallisatie gecreëerd. Deze defecten kunnen eventueel verwijderd worden tijdens een gloeibehandeling via een relaxatiemechanisme. In de literatuur wordt algemeen aangenomen dat dit gebeurt via diffusie van puntdefecten en het glijden en klimmen van dislocaties [DAM71]. Deze mechanismen zijn thermisch gedreven diffusieprocessen en worden geactiveerd in het temperatuurgebied waarin de uitgloei-experimenten en ook EM-testen gewoonlijk uitgevoerd worden.

Het verdwijnen van deze defecten zal een daling in de resistiviteit en bijgevolg ook in de weerstand teweegbrengen. Het gaat hier om een éénmalig, irreversibel proces.

· Korrelgroei (2)

Korrelgroei is een diffusiegecorreleerd proces dat optreedt vanaf $T\approx 0.5T_s$. Uit de literatuur is bekend dat koud afgezette AI-metaalfilmen korrelgroei ondergaan vanaf ongeveer 100°C [THO88]. Het is een ingewikkeld proces dat, afhankelijk van de depositieparameters, de substraattemperatuur en de chemische samenstelling van de metallisatie, onder verschillende vormen kan optreden. Normale korrelgroei treedt op tijdens depositie op een hoge temperatuur, maar rekristallisatie en (ab)normale

korrelgroei kan ook optreden tijdens nagloeibehandelingen van koud gedeponeerde metaalfilmen op temperaturen T>100°C. Men kan stellen dat, als de gemiddelde korreldiameter groter wordt, ook de gemiddelde defectconcentratie zal afnemen. Dit heeft opnieuw een weerstandsdaling tot gevolg. Korrelgroei is een irreversibel proces.

· Veranderingen in de evenwichtsconcentratie aan vacatures (3)

Het is bekend dat de concentratie aan vacatures in een metaal afhankelijk is van de temperatuur. Bij elke temperatuur hoort een evenwichtsconcentratie, die voor zuiver AI kan geschreven worden als [SIM60].

$$C_{va} = \exp(2,4) \exp(-0,76 \text{eV/kT})$$
 (3.1)

met C_{v0}: evenwichtsconcentratie aan vacatures bij temperatuur T in een spanningsvrij materiaal (in at%).

De resistiviteitsverandering is verder afhankelijk van de verandering in vacatureconcentratie via de vergelijking [SIM60]

$$\Delta p = B \Delta C = B [C_{v_0}(T_2) - C_{v_0}(T_1)]$$
(3.2)

met $B = 3 \mu\Omega cm/(at\% monovacatures)$ (3.3) $C_{v0}(T_1)$: evenwichtsconcentratic aan vacatures bij T_1 $C_{v0}(T_2)$: evenwichtsconcentratie aan vacatures bij T_2 .

Dit effect zal reversibel zijn, aangezien bij elke temperatuur een nieuwe evenwichtstoestand hoort. Om de invloed van een temperatuurbehandeling op de verandering in vacatureconcentratie te onderzoeken, kan in eerste instantie de invloed van een initiële uitgloeibehandeling van twee types metaalbanen beschouwd worden. De hoogste temperatuur die bereikt wordt tijdens het produktieproces (depositietemperatuur of passivatietemperatuur) fungeert hierbij als begintoestand van de metallisatie. In tweede instantie kan de invloed van opeenvolgende temperatuurbehandelingen op een uitgegloeid preparaat onderzocht worden.

Als voorbeeld zullen de berekeningen in eerste instantie uitgevoerd worden voor een initiële gloeibehandeling op T=200°C. In tweede instantie worden de veranderingen in concentratie berekend ten gevolge van een temperatuurstap van T=240°C naar T=200°C, wat correspondeert met een typische temperatuurstap bij het type

"reversibele" experimenten. Tabel 3.1 geeft de berekende waarden voor twee categorieën van Al-metaalbanen met een lengte $I=2000\mu m$, breedte $w=3\mu m$ en een dikte h=0.8 μm , wat realistische waarden zijn voor enkele van de gebruikte preparaten. Voor een niet-gepassiveerde lage temperatuur gedeponeerde (LT/NP) metaalbaan komt de eerste temperatuurbehandeling overeen met een stap van T=60°C naar T=200°C en voor gepassiveerde (al dan niet bij hoge temperatuur gedeponeerde) (HT/P) metaalbanen komt de berekening overeen met een stap van T=400°C naar T=200°C.

Туре	$T_1 => T_2 (^{\circ}C)$	∆c (at%)	Δρ (μΩcm)	$\Delta \mathbf{R} (\Omega)$
LT/NP	60=>200	+8,9 10-8	+2,7 10-7	+2,3 10-6
	240=>200	-3,4 10-7	-1,1 10-6	-9,2 10-6
HT/P	400=>200	-2,3 10-5	-6,8 10-5	-5,8 10-4

Tabel 3.1 : Berekende veranderingen in vacatureconcentratie en corresponderende weerstandsveranderingen ten gevolge van verschillende temperatuurstappen voor 2 typische metaalbanen met $R_0 \approx 42\Omega$ op $T = 200^{\circ}C$.

Uit deze berekeningen is duidelijk dat de verandering in evenwichtsconcentratie aan vacatures ten gevolge van kleine temperatuurstappen een verwaarloosbaar kleine invloed heeft op de weerstand van een metaalbaan, ongeacht het type.

Mechanische spanningsrelaxatie (4)

Ten gevolge van de opeenvolgende thermische behandelingen tijdens het productieproces, zullen mechanische spanningen ontstaan in de metaalbanen [GAR90, FRO92]. Deze ontstaan ten gevolge van het verschil in de thermische uitzettingscoëfficiënten van de metallisatie (Al), de omgevende lagen, zoals het substraat (SiO₂ en Si) en eventuele isolerende tussenlagen of passivatielagen (nitride, oxide) [BUR92]. Aluminium bezit een grote thermische uitzettingscoëfficiënt in vergelijking met de omgevende lagen. Indien een systeem bestaande uit een koud afgezette Al-metaalfilm op een Si-substraat opgewarmd wordt, dan zal de metallisatie het meest willen uitzetten. Doordat deze echter aan de omgevende lagen gehecht is, zal de Al-metallisatie onder drukspanning komen te staan. Een Al-metallisatie, gedeponeerd op hoge temperaturen, zal tijdens het afkoelen daarentegen meer willen krimpen in vergelijking met de omgevende lagen. In extreme gevallen kunnen de spanningen in het

materiaal zo groot worden, dat tijdens het relaxeren van deze spanningen gaten kunnen ontstaan in de banen. Men spreekt dan van *spanningsmigratie*.

Alhoewel de kritische trekspanning in bulk Al¹ relatief klein is, kunnen Al-banen zelfs spanningen in de orde van 200-400MPa weerstaan [LI-88, KOR91]. Deze extreem hoge spanningen kunnen dan relaxeren via plastische deformatie. In eerste instantie zal dit relaxatiemechanisme verlopen via het glijden van dislocaties. Relaxatie van hoge spanningen in metaalbanen zullen echter eveneens gepaard gaan met geometrische veranderingen : o.i.v. een trekspanning zullen gaten (voids) groeien of massa-ophopingen (hillocks) verminderen en o.i.v. een drukspanning zullen gaten krimpen of zal massa-ophoping ontstaan. Grote mechanische spanningen kunnen dus ook een oorzaak van faling in metaalbanen zijn (NIX92]. Verder zal het spanningsrelaxatieproces niet éénmalig zijn. In-situ REM-studies tonen immers aan dat deze gaten en ophopingen kunnen verdwijnen en opnieuw ontstaan [FLI92, BES92]. Figuur 3.3 geeft een schematische voorstelling van het ontstaan van deze mechanische spanningen t.g.v. het verschil in thermische uitzettingscoëfficiënten.



Figuur 3.3 : Schematische voorstelling van het ontstaan van mechanische spanningen in een niet-gepassiveerde Al-metallisatie tijdens thermische behandelingen. L_{a} is de initiële lengte van de metaalbaan en κ is de thermische uitzettingscoëfficiënt ($\kappa_{Al} = 30 \ 10^{-6} \ K^{-1}$; $\kappa_{Stop} = 0.5 \ 10^{-6} \ K^{-1}$; κ_{si} $= 2,7 \ 10^{-6} \ K^{-1}$) : (a) Bij de depositietemperatuur T_{dep} is de metallisatie in een spanningsvrije toestand (b) Vrijstaande metallisatie : tijdens het afkoelen op $T < T_{dep}$ (c) Vastgehechte metallisatie : buiging en ontstaan van een trekspanning $\sigma > 0$.

¹ De kritische spanning die bulk Al kan weerstaan alvorens plastische deformatie te ondergaan is ongeveer 11,7MPa [MET79]. De studie van deze thermisch geactiveerde mechanische spanningen en de opeenvolgende relaxatie gebeurt essentieel m.b.v. twee technieken : het meten van de variatie in roosterparameters via X-stralendiffractie [BES94] en het meten van de verandering in de kromming van het substraat via een laser-afbuigtechniek [FL187, GAR88].

Gezien de grote mechanische spanningen die kunnen optreden in de metaalbanen en het belang dat hieraan in recente studies gehecht wordt, wordt hier een gedetailleerde studie voorgesteld van de mogelijke invloed van spanningsrelaxatie op de weerstand.

(1) Directe bijdrage : geometrische verandering

Dit zal een onmiddellijk effect op de weerstand hebben via de geometrische factoren (lengte l en doorsnede S). Om de bijdrage van dit effect te beschrijven, is het model van Korhonen gebruikt [KOR91]. Hierin worden de omgevende diëlektrica (substraat, passivatie,...) zelf als star beschouwd, zodat deze enkel de spanningstoestand van de metaalbaan bepalen via het verschil in thermische uitzettingscoëfficiënten. Een metaalbaan onder trekspanning zal dan relaxeren door het groeien van gaten, terwijl een drukspanning zal relaxeren via het vullen van reeds aanwezige gaten.

Het verband tussen de geometrische verandering en het verschil in thermische uitzettingscoëfficiënten kan uitgedrukt worden via de volumetrische vervorming als

$$\varepsilon_{\rm V}=3\Delta\alpha \ \Delta T$$
 (3.4)

met ε_v : relatieve vervorming

 $\Delta \alpha$: verschil in thermische uitzettingscoëfficiënten van Al en de omringende lagen (substraat, passivatielaag, barrièrelagen,...)

 ΔT : de verandering in temperatuur, die de mechanische spanning in het materiaal genereert.

Tijdens de spanningsrelaxatie zal deze relatieve vervorming afnemen en aanleiding geven tot een geometrische verandering met dezelfde snelheid. Na een volledige spanningsrelaxatie zal de totale relatieve verandering in volume $\Delta V/V_0 = \varepsilon_V$. In het algemeen wordt het verband tussen de relatieve weerstandsverandering en de volumeverandering dan gegeven door

$$\Delta R/R_0 = f \Delta V/V_0 = f \varepsilon_v = f 3\Delta \alpha \Delta T$$
(3.5)

met f: vormfactor (f ≥ 1) (f=1 voor cilindervormige gaten en f>1 voor complexere gaten [GEN91]).

(2) Directe bijdrage : resistiviteitsverandering

Een tweede direct effect van de verandering in de spanningstoestand van een materiaal is een verandering in de resistiviteit, uitgedrukt in een spanningscoëfficiënt voor de resistiviteit $(\Delta \rho / \rho) / \Delta \sigma$. In tabel 3.2 worden enkele typische experimenteel bepaalde spanningscoëfficiënten voor Al gegeven, respectievelijk voor bulk materiaal en voor dunne filmbanen.

Type materiaal	$(\Delta \rho / \rho) / \Delta \sigma (Pa^{-1})$	
bulk ¹	4,5 10-11	
dunne film-banen ²	0,7 10-11	

Tabel 3.2 : Spanningscoëfficiënten van de resistiviteit (volgens ¹[TEZ90] en ¹[ALE95]).

Koud gedeponeerde niet-gepassiveerde Al-metallisaties

Uit de literatuur en spanningsmetingen is bekend dat een niet-gepassiveerde koud gedeponeerde Al-baan op hoge temperatuur onderhevig is aan een drukspanning. Indien deze drukspanning relaxeert, dan gaat dit volgens het model van Korhonen gepaard met het vullen van bestaande gaten en/of het groeien van ophopingen in de metaalbaan. Deze eerste "directe" bijdrage in de geometrische factor zou een weerstandsdaling tot gevolg hebben. De verandering in de spanningstoestand gaat echter bovendien gepaard met een "directe" verandering in de resistiviteit. Een afname in drukspanning zal een toename in de resistiviteit tot gevolg hebben, zoals uitgedrukt in de spanningscoëfficiënt voor de resistiviteit.

Hoge T-gedeponeerde Al-metallisaties en/of gepassiveerde Al-metallisaties

Elke metallisatie, gedeponeerd op een hoge temperatuur T_{dep} , zal in een spanningsvrije toestand zijn bij deze T_{dep} . Op elke temperatuur lager dan deze T_{dep} zal de metaalbaan zich in trekspanning bevinden. Dit blijkt uit verschillende publikaties van spanningsmetingen op gelijkaardige preparaten en uit de specifieke spanningmetingen op dit type metaalbanen.

Indien deze trekspanning relaxeert, dan gaat dit volgens het model van Korhonen gepaard met de groei van gaten. Deze bijdrage in de geometrische factor leidt tot een
toename in de weerstand. De afname in de trekspanning gaat echter tegelijk gepaard met een afname in de resistiviteit.

Er kan berekend worden dat beide termen (geometrische en resistiviteitsbijdrage) elkaar grotendeels compenseren, zodat het totale effect op de weerstand ten gevolge van de spanningsrelaxatie klein wordt. Tabel 3.3 toont de berekende bijdragen aan de weerstandsveranderingen voor elk van de voorgaande processen ten gevolge van een initiële uitgloeibehandeling op T=200°C. Tenslotte vermeldt de tabel ook de resultaten voor een temperatuurstap van T=240°C naar T=200°C op de twee vermelde types voorgegloeide metaalbanen. Voor de berekeningen is gebruik gemaakt van de experimenteel bepaalde parameter ($\Delta \rho / \rho$)/ $\Delta \sigma$ van Alers, zoals vermeld in tabel 3.2 en een elastische spanningscoëfficiënt 2,1MPa/°C zoals bepaald door Tezaki [*TEZ90*]. Hierbij moet opgemerkt worden dat deze waarde slechts een benadering is. Waarschijnlijk is ook het effect van de volumeverandering op de weerstand kleiner dan hier berekend is. Het blijkt dus dat de invloed van mechanische spanningsrelaxatie op de weerstand moeilijk te bepalen is. Voor kleine temperatuurstappen kan echter aangenomen worden dat deze bijdrage verwaarloosbaar is [*SCO95*].

Туре	$T_1 \Rightarrow T_2 (^{\circ}C)$	∆V/V (ppm)	Δρ/ρ (ppm)	ΔR/R (ppm)
LT/NP	60=>200	- 3600	+ 2000	- 1600
	240=>200	- 1100	+ 1200	+ 100
HT/P	400=>200	+ 5300	- 3000	+ 2300
	240=>200	+ 1100	- 1200	- 100

Tabel 3.3 :Bijdragen tot de verandering in resistiviteit en geometrie ten gevolge van
spanningsrelaxatieprocessen die optreden tijdens verschillende
temperatuurbehandelingen op twee types metallisatie (R_0 (200°C)≈42 Ω)
met dimensies zoals vroeger vermeld.

(3) Indirecte bijdrage : verandering in de vacatureconcentratie

Naast de vorige twee "directe" bijdragen van spanning op de weerstand is er nog een "indirecte" bijdrage. Het is bekend dat een mechanische spanning, uitgeoefend op een materiaal, eveneens de vacatureconcentratie zal wijzigen [KOR93]. Aangezien de resistiviteit functie is van de vacatureconcentratie, zal dit indirecte effect eveneens de weerstand beïnvloeden. De invloed van een temperatuurbehandeling op de verandering in de evenwichtsconcentratie aan vacatures in een spanningsvrij materiaal blijkt verwaarloosbaar klein te zijn, maar het is niet uitgesloten dat de bijdrage ten gevolge van spanningen veel groter is.

Volgens Korhonen kan de evenwichtsconcentratie aan vacatures in aanwezigheid van een spanning geschreven worden volgens

$$C_v = C_{v_0} \exp[(-V_f p + \Omega_v \sigma)/kT]$$
(3.6)

met C_{vo} : vacatureconcentratie in afwezigheid van spanning V_f : relaxatie-volume van een vacature (<0) p: hydrostatische spanning Ω_v : atomaire volume σ : lokale spanning in het vlak van de metallisatie.

Voor *niet-gepassiveerde* metaalbanen is de component van de spanning loodrecht op het vlak van de metallisatie $\sigma_3=0$, aangezien de spanning volgens deze richting vrij kan relaxeren. Bovendien is de spanningscomponent volgens de breedte van de metaalbaan - voor smalle banen - zeer klein, zodat $\sigma_2 \approx 0$. De hydrostatische spanning is verder gedefinieerd als

$$p = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$$
 (3.7)

zodat $p=\sigma_1/3=\sigma/3$.

Voor gepassiveerde metaalbanen is de loodrechte component $\sigma_3 \neq 0$ en $\sigma_3 < \sigma$ [TEZ90]. De component volgens de breedte $\sigma_2 < \sigma$ en deze volgens de lengterichting $\sigma_1 = \sigma$. De hydrostatische spanning is in dit geval dus $p=(\sigma_1+\sigma_2+\sigma_3)/3 < \sigma$.

Voor beide types metaalbanen geldt bijgevolg altijd $|\mathbf{p}| \le |\sigma|$. Bovendien is V_r slechts een kleine fractie van het atomair volume, zoals aangetoond in metingen van het activatie-volume voor zelfdiffusie in Al onder hydrostatische druk *[FLI72,BOC83]*. Daarom zal de term (V_r p) in (3.6) verwaarloosd worden in de verdere berekeningen. De invloed van de spanning op de vacatureconcentratie wordt uitgedrukt in exp($\Omega\sigma/kT$), zodat bij een constante temperatuur geldt

$$\Delta C = C_v - C_{v0} \approx C_{v0} [\exp(\Omega \sigma/kT) - 1]. \qquad (3.8)$$

Het is duidelijk dat het teken van de spanning (druk- of trekspanning) zal bepalen of de vacatureconcentratie afneemt of toeneemt. Men kan berekenen dat de maximale verandering in vacatureconcentratie bereikt wordt voor trekspanningen. Bovendien wordt deze bijdrage slechts belangrijk voor extreem hoge spanningen in de orde van enkele GPa. In gepassiveerde Al-metaalbanen worden de hoogste trekspanningen gemeten en deze zijn maximaal ongeveer 400MPa [KOR90], zodat ook deze bijdrage kan verwaarloosd worden [SCO96].

De conclusie uit deze analyse van thermisch geïnduceerde spanningen is tenslotte, dat er verschillende bijdragen zijn voor de weerstand ten gevolge van spanningsrelaxatie. Er is aangetoond dat de indirecte bijdrage verwaarloosbaar klein is en dat de twee directe bijdragen tegengesteld zijn en elkaar grotendeels compenseren. Uit de experimenten die uitgevoerd zijn op de verschillende types metaalbanen, zal bovendien blijken dat de berekende waarden de waargenomen weerstandsveranderingen niet kunnen verklaren. Daarom zal voor de interpretatie van de waargenomen weerstandsverandering gezocht worden.

· Precipiteren/oplossen van additie-elementen (5)

Zoals reeds vermeld, worden aan een Al-metallisatie vaak additie-elementen toegevoegd. Ook deze additie-elementen kunnen een belangrijke rol spelen in de processen die optreden tijdens thermische belasting van de metallisatie. Afhankelijk van de concentratie aan additie-elementen en de uitgloeitemperatuur bestaat er een evenwichtsfaze tussen de Al-matrix en de intermetallische faze. Voor filmen zijn deze evenwichtstoestanden uitvoerig bestudeerd en samengevat in de fasediagrammen [HAN58]. Deze fasediagrammen kunnen gebruikt worden als leidraad voor het gedrag van de additie-elementen tijdens uitgloeibehandelingen. Het is duidelijk dat dit slechts een benadering kan zijn van het gedrag in dunne filmen en smalle banen, aangezien de beperking in de dimensies een grote invloed kan hebben OD het precipitatie/oplossingsproces. In dit proefschrift zullen naast zuiver Al- ook Al1%Si- en A11%Si0,5%Cu-metallisaties bestudeerd worden. Hiervoor zal gebruik gemaakt worden van de fasediagrammen van respectievelijk Al(Si) en Al(Cu).

Voor wat de invloed van precipitaatvorming op de weerstand betreft, kan gesteld worden dat, voor filmen met een bepaalde concentratie aan additie-elementen, hoe groter de concentratie aan precipitaten, hoe kleiner de concentratie aan opgeloste onzuiverheidsatomen. Dit betekent eveneens een lagere waarde voor de resistiviteit/weerstand van de metallisatie [SAN94]. Daarenboven is precipiteren/oplossen een reversibel proces. Dit reversibel proces zal het grootste deel van de waargenomen weerstandsveranderingen kunnen verklaren.

3.3 Studie van thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in niet-gepassiveerde zuiver Al-metallisaties

3.3.1 Beschrijving van de preparaten

In deze paragraaf worden de meest eenvoudige structuren bestudeerd, nl. de niet-gepassiveerde polykristallijne zuiver Al-metallisaties. De metallisaties zijn koud gesputterd² op een geoxideerd (0.1 μ m) Si-substraat en geëtst in een vlakke, rechte metaalbaan. Alle gemeten banen zijn 3 μ m breed, 2000 μ m lang en 0,8 μ m dik. Gedurende het verdere verloop van dit werk wordt dit type metaalbanen aangeduid als *type G*.

3.3.2 Thermische gloeibehandeling van een niet-voorbehandelde metallisatie

Enkele isotherme uitgloei-experimenten zijn uitgevoerd, waarbij zuiver Al-metaalbanen onderworpen worden aan een hoge temperatuur in een type II-ovensysteem. Het gebruikte type II-ovensysteem biedt het voordeel dat de preparaten vlug op de testtemperatuur kunnen gebracht worden en dat eventuele weerstandsveranderingen vlug kunnen gedetecteerd worden. Voor details over dit type ovensysteem wordt verwezen naar de bespreking in hoofdstuk 2.

Figuur 3.4 toont een typische meting van het weerstandsverloop in een 3µm brede Al-metaalbaan die voor het eerst op T=200°C geplaatst is. Er wordt een daling in de weerstand opgemeten. Na enkele dagen is de relaxatie compleet, wat gereflecteerd wordt in een stabiele weerstand, binnen de meetresolutie. Dit betekent dat de metaalbaan een stabiele toestand, behorend bij de testtemperatuur, bereikt heeft.

Aangezien het om zuiver Al-metallisaties gaat, kan het precipiteren van

² In praktijk betekent dit dat de metallisatie afgezet wordt bij een substraaitemperatuur van ongeveer 60°C.

additie-elementen als oorzaak van de weerstandsdaling uitgesloten worden. In eerste instantie verwaarlozen we hierbij het feit dat zich (via diffusie vanuit de Si-oxidelaag) toch een kleine concentratie aan Si in de matrix zou kunnen bevinden.



Figuur 3.4 : Weerstandsverloop tijdens een eerste uitgloeibehandeling op $T=200^{\circ}C$ van een koud gedeponeerde Al-metaalbaan (type G) ($R_0(200^{\circ}C)\approx 43\Omega$).

Mogelijke verklaringen voor deze initiële weerstandsafname zijn nog korrelgroei en het uitgloeien van een bepaalde concentratie aan defecten. Figuur 3.5a toont een TEM-opname³ van de Al-film na depositie en een uitgloeibehandeling gedurende 1/2u. op 270°C. De reden voor deze extra temperatuurbehandeling is, dat de koud gedeponeerde Al-banen bij het vastlijmen in de keramische verpakking een thermische behandeling ondergaan. Tijdens het lijmen is het systeem gedurende ongeveer 15min. op T=170°C en gedurende ongeveer 15min. op 270°C. De gemiddelde korrelgrootte is 650nm. De defectdichtheid in de Al-korrels is klein. Figuur 3.5b toont een TEM-opname van een Al-film uitgegloeid gedurende 1/2u. op 270°C en 100h op T=200°C. De gemiddelde korrelgrootte is vergelijkbaar. Korrelgroei lijkt trouwens

³ De verdunningsmethode voor het produceren van een TEM-preparaat is hierbij uitermate belangrijk. Indien een klassieke methode, zoals verdunning met een Ar⁺-ionenbombardement, gebruikt wordt, dan induceert de methode meestal zelf een aantal defecten in de metallisatie. Dit kan een vertekend beeld leveren en aanleiding geven tot een verkeerde interpretatie. Hier werd een nieuwe verdunningstechniek aangewend, waardoor minder defecten geïnduceerd worden. De techniek is een combinatie van een mechanische verdunning m.b.v. de zgn. Tripod en een kortstondige ionenbundelverdunning onder een lage hoek. erg onwaarschijnlijk, aangezien de preparaten reeds een hoge T-behandeling op T=270°C ondergaan hebben en korrelgroei reeds opgetreden is tijdens deze temperatuurbehandeling.

De defectdichtheid in de korrels is niet merkbaar gewijzigd. Zoals blijkt uit de TEM-opnames in figuur 3.5 zal een Al-metallisatie zowel vóór als na het uitgloeien een aantal uitgebreide defecten in de bulk van de korrels bevatten, zoals dislocatielijnen. De invloed van de temperatuurbehandeling op de defectconcentratie is echter moeilijk nauwkeurig te bepalen aan de hand van deze TEM-observaties.





De gemeten totale weerstandsveranderingen tijdens de initiële uitgloei-experimenten van type G Al-metaalbanen zijn klein en de relatieve verandering bedraagt maximaal -1000ppm. Indien via vergelijking (3.2) en de factor A uit (3.3) een schatting gemaakt wordt van de verandering in vacatureconcentratie die correspondeert met een absolute weerstandsverandering ΔR =-0,0372 Ω uit figuur 3.4, dan vindt men een vermindering van Δc =-0,0015 at% aan monovacatures. Zo'n kleine verandering in defectconcentratie is moeilijk te verifiëren via de hier getoonde TEM-opnames.

· Karakterisatie van het defectrelaxatie-proces : het 1 activatie-energie model

Het uitgloeien van defecten kan beschouwd worden als een relaxatieproces, waarbij de defectconcentratie verandert als functie van de tijd.

De verandering van de defectconcentratie met de tijd wordt vaak beschreven door [DAM71]

$$dq/dt = -F(q) K = -F(q) v_0 \exp(-E/kT)$$
 (3.9)

met q : volumeconcentratie aan defecten beschikbaar voor relaxatie F(q) : willekeurige functie van q K : snelheidsconstante van het relaxatie-proces, beschreven via een Boltzmann-factor v_0 : frequentiefactor E : activatie-energie.

Deze vergelijking is empirisch bepaald en gebaseerd op chemische reactievergelijkingen. De parameters E en v_0 moeten nog experimenteel bepaald worden.

Een analoge vergelijking kan verkregen worden, gebaseerd op thermodynamische beschouwingen [CHR81]. Hierbij wordt verondersteld dat het proces zich afspeelt bij constante druk en temperatuur.

dq/dt	= -F(q) $v_p \exp(-\Delta G/kT)$	
	= -F(q) $v_{\rm p} \exp(\Delta S_{\rm g}/k) \exp(-\Delta H/kT)$	(3.10)
met	F(q) : zelfde betekenis als in (3.9)	
	∆G : verandering in Gibbs vrije energie	
	ΔS_{E} : verandering in activatie-entropie	
	ΔH : verandering in enthalpie	
	v _n : Debye frequentie.	

Indien vergelijkingen (3.9) en (3.10) vergeleken worden, dan is het duidelijk waarom de frequentiefactor v_0 beduidend verschillend kan zijn van de Debye frequentie. Indien de entropieterm belangrijk wordt, kan v_0 enkele grootte-orden afwijken van de Debye frequentie, die gewoonlijk in de buurt van $v_0 \approx 10^{13}$ Hz ligt.

In het algemeen zal de chemische snelheidsvergelijking (3.9) de reactieorde n bevatten, zodat

$$F(q)=q^n$$
. (3.11)

Uit een studie van het initiële relaxatieproces in Al1%Si-metaalbanen blijkt dat een 1ste orde (n=1) relaxatie-proces kan beschouwd wordt met een constante activatie-energie E tijdens een isotherme temperatuurbehandeling [STU94]. Dit betekent dat F(q)=q en vergelijking (3.11) wordt

$$dq/dt = -q v_0 \exp(-E/kT).$$
(3.12)

Na integratie bekomt men voor de concentratie aan defecten als functie van de tijd

$$q(t) = q(0) \exp(-v_0 t \exp(-E/kT)).$$
 (3.13)

De verandering in defectconcentratie kan niet rechtstreeks gemeten worden. Deze is wel gerelateerd aan een meetbare fysische parameter, nl. de resistiviteit. Indien de geometrie van het preparaat constant blijft, dan kan men dus de verandering in de defectconcentratie meten via een verandering in de weerstand.

$$\Delta R(t) = R(T,t) - R(T,0)$$

= C [(q(t) - q(0))]
= C' [exp(-v₀t exp(-E/kT)) -1]
= C' [exp(-t/\tau)-1] (3.14)
met $\tau = \tau_0 \exp(E/kT) = 1/v_0 \exp(E/kT)$: relaxatieconstante
C'=Cq(0) en C : evenredisbeidsconstante onafhankelijk

Dit model kan nu gebruikt worden om via verschillende methodes de activatie-energie van het relaxatieproces te bepalen.

· Methode 1 : Bepaling van de activatie-energie via de relaxatietijden

van t en T.

In figuur 3.6 (a) worden de weerstandsdata getoond voor uitgloei-experimenten bij verschillende temperaturen. De data kunnen goed gefit worden m.b.v. vergelijking (3.14). Dit kan een aanduiding zijn voor het feit dat het betreffende proces inderdaad

kan beschreven worden met behulp van 1 activatie-energie.

De gefitte data leveren bij elke temperatuur een karakteristieke relaxatietijd τ op. De activatie-energie kan dan bepaald worden via een lineaire fit van de data (ln τ) als functie van (1/kT), zoals weergegeven in figuur 3.6 (b). De fittingsparameters zijn dan de activatie-energie E (via de richtingscoëfficiënt) en de frequentiefactor v_0 (via het afgesneden deel). De bekomen activatie-energie is E=(1,33±0,02)eV. De op die manier bepaalde frequentiefactor $v_0 \approx 2 \ 10^{10}$ Hz.





(b) Arrhenius-plot voor het bepalen van de activatie-energie via de relaxatietijden.

 Methode 2 : Bepaling van de activatie-energie via de methode van de dwarsdoorsnede ("cross-cut")

Dit is een klassieke methode om de activatie-energie van een relaxatieproces te bepalen via isotherme uitgloeibehandelingen [DAM71]. Deze methode veronderstelt dat men beschikt over een set van identieke preparaten met dezelfde initiële defectconcentratie.

Deze preparaten worden dan op verschillende uitgloeitemperaturen T, geplaatst en $\Delta q(t)$ is een maat voor de verandering in defectconcentratie als functie van de tijd. Een horizontale lijn zal punten verbinden met dezelfde absolute verandering in defect concentratie, de zogenaamde kritische verandering in de defect concentratie, $\Delta q_e(t)=q(t)-q(0)$.

Voor de punten met dezelfde verandering in defectconcentratie geldt

$$\Delta q_{\rm C} = C_0 t_i \exp(-E/kT_i) \tag{3.15}$$

met Co: constante, onafhankelijk van E

en dus

$$\ln t_{\rm s} = \ln \left(C_{\rm o} \,\Delta q_{\rm c} \right) + E/kT_{\rm s}^4 \tag{3.16}$$

d.w.z. dat de snijpunten (T,,t,) in een Int versus 1/kT grafiek op een rechte zullen liggen. De activatie-energie wordt dan bepaald door de richtingscoëfficiënt van de rechte. Merk hierbij op dat deze methode enkel mag gebruikt worden indien een proces gekarakteriseerd wordt door 1 enkele activatie-energie. Indien dit niet het geval is, zal de activatie-energie functie zijn van het gekozen drifteriterium [DAM71].

De gekozen kritische verandering in defect concentratie Δq_c correspondeert nu met een kritische verandering in weerstand $\Delta R_c \sim \Delta q_c$, zodat vergelijking (3.16) wordt

$$\ln t_i = \ln \left(C \Delta R_c \right) + E/kT_i. \tag{3.17}$$

met C : constante, onafhankelijk van E.

Bij elke temperatuur vindt men nu een andere waarde voor de tijd t, behorend bij de gekozen kritische weerstandsverandering ΔR_e en via de Arrhenius-vergelijking (3.17) kan de activatie-energie bepaald worden. Deze methode kan nu toegepast worden op de weerstandsveranderingen geobserveerd tijdens uitgloei-experimenten bij verschillende temperaturen, zoals getoond in figuur 3.7. De 4 gekozen driftcriteria ΔR_c zijn eveneens aangeduid in de figuur.

Merk op :

In de loop van dit proefschrift zullen vaak grafieken getoond worden waarbij de In-functie van een bepaalde parameter uitgezet wordt. Omdat deze parameter meestal niet dimensieloos is, wordt bij het berekenen van de In-waarden altijd de getalwaarde van de parameter gebruikt, behorende bij de S.I.-eenheid.



Figuur 3.7 : Bepaling van de activatie-energie via de "cross-cut"-methode bij 4 verschillende driftcriteria : $\#1(\Delta R_c=-0,005\Omega), \ \#2(\Delta R_c=-0,010\Omega), \ \#3(\Delta R_c=-0,015\Omega) \text{ en } \#4(\Delta R_c=-0,020\Omega).$



Figuur 3.8 : (a) Arrhenius-plots voor het bepalen van de activatie-energie via de "cross-cut"-methode bij verschillende driftcriteria ΔR_c .

(b) De activatie-energie, bepaald in (a), als functie van het gekozen driftcriterium ΔR_c .

Figuur 3.8a toont de Arrhenius-plots, behorend bij de voorgaande metingen. De data kunnen goed gefit worden met een rechte en de resulterende activatie-energie is $E=(1,35\pm0,2)eV$, onafhankelijk van het gekozen driftcriterium. Dit wordt nog duidelijker in figuur 3.8b, waar de gevonden activatie-energie als functie van het gekozen driftcriterium uitgezet wordt. Dit laatste is dus opnieuw een aanduiding voor de aanwezigheid van een 1-activatie-energieproces.

· Methode 3 : Bepaling van de activatie-energie via de methode van Overhauser

Een derde methode die kan toegepast worden voor het bepalen van de activatie-energie met behulp van isotherme experimenten, is de zogenaamde methode van Overhauser [DAM71]. De voorwaarden waarbij deze methode mag toegepast worden en de procedure worden in detail besproken in de Appendix.

De methode maakt gebruik van een plotse verandering in de uitgloeitemperatuur tijdens de uitgloeibehandeling van 1 preparaat. In het gebied waar de temperatuur plots verandert, kan men stellen dat de defectconcentratie en dus ook de corresponderende weerstandsverandering ΔR constant is. Daarna wordt de afgeleide berekend in dat discontinuïteitspunt voor het weerstandsverloop R(t) bij temperaturen T₁ en T₂.





De activatie-energie E wordt dan bepaald via de vergelijking [DAM71]

$$E = k \ln(\frac{[d(\Delta R)dt]_1}{[d(\Delta R)/dt]_2})(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}).$$
(3.18)

Figuur 3.9a toont de werkwijze voor het bepalen van deze activatie-energie via deze methode. Een metaalbaan wordt hierbij onderworpen aan een uitgloei-experiment op $T=180^{\circ}C$. Nadat een bepaalde verandering in de weerstand waargenomen wordt, verandert men plots de temperatuur naar $T=200^{\circ}C$. In het discontinuïteitspunt worden

de respectievelijke afgeleiden berekend bij T=180°C en T=200°C. De activatie-energie bepaald via deze procedure levert een waarde $E=(1,32\pm0,08)eV$ in het temperatuurinterval [180°C, 200°C]. Deze procedure kan nu toegepast worden in verschillende temperatuurgebieden. Figuur 3.9b toont de resultaten van deze analyse. Het blijkt dat in een uitgebreid temperatuurgebied steeds dezelfde activatie-energie bekomen wordt. Dit bevestigt nogmaals de hypothese dat tijdens de uitgloei-experimenten van zuiver Al-metaalbanen een 1 activatie-energieproces geactiveerd wordt.

De met de drie voorgestelde methoden bepaalde activatie-energie correspondeert met de literatuurwaarde voor een bulkdiffusieproces in zuiver Al, onafhankelijk van de Het uitgloeien van defecten kan via verschillende gebruikte analysemethode. mechanismen optreden. Uit klassieke uitgloei-experimenten vindt men ook dat in de meeste gevallen de data kunnen gefit worden m.b.v. één enkele exponentiële functie [DAM71]. De meest eenvoudige mechanismen zijn het verdwijnen van vacatures via het oppervlak (uitwendig of inwendig) en de recombinatie van vacatures met interstitiëlen. In beide gevallen is de activatie-energie steeds de migratie-energie voor vacatures, ongeveer E=0,8-0,9eV. Deze activatie-energie kan echter niet de gevonden Een mogelijke verklaring voor de berekende hogere waarden verklaren. activatie-energie E≈1,3eV is het feit dat het niet om enkelvoudige vacatures gaat. Het is waarschijnlijker dat vacaturesclusters zullen migreren tijdens het uitgloei-experiment. Het opbreken van deze clusters kan dan de waargenomen hogere activatie-energie verklaren.

Een andere mogelijke verklaring is het feit dat de vacatures kunnen interageren met de aanwezige onzuiverheden, zelfs indien de fractie aan onzuiverheden zeer klein is *[KIN63]*. De activatie-energie kan dan verhoogd worden, met een factor bepaald door de bindingsenergie tussen de onzuiverheden en de vacatures. Afhankelijk van het type onzuiverheden kan deze bindingsenergie zo groot worden dat de som van beide energieën de gevonden activatie-energie E=1,3eV zou kunnen verklaren.

Indien één van de voorgaande redeneringen correct is, dan betekent dit dat er een irreversibel proces optreedt tijdens deze eerste uitgloeibehandeling. Als dezelfde uitgegloeide metaalbaan achtereenvolgens onderworpen wordt aan temperatuurbehandelingen bij lagere temperaturen, dan kan dit proces dus niet langer optreden. In de volgende paragraaf zullen experimenten uitgevoerd worden om de laatste hyposthese te controleren.

3.3.3 Thermische nagloeibehandelingen van een voorgegloeide metallisatie

In deze paragraaf worden experimenten opgezet, met de bedoeling te onderzoeken of er zich eventueel reversibele processen afspelen in dit type metallisatie. Zoals reeds vermeld zou een kleine hoeveelheid aan onzuiverheden (Si,...) in de Al-matrix kunnen precipiteren/oplossen tijdens opeenvolgende temperatuur- behandelingen.

Om deze mogelijkheid te onderzoeken, worden de geteste preparaten steeds onderworpen aan een eerste uitgloeibehandeling op T=240°C gedurende enkele dagen (typisch 72u.). Het doel van deze eerste stap is alle irreversibele processen te activeren, zodat gedurende thermische behandelingen bij temperaturen T<240°C enkel nog eventuele reversibele processen kunnen geactiveerd worden. Figuur 3.10 toont het temperatuurprofiel dat gebruikt wordt bij de studie van reversibele processen. Hierbij zijn de stappen aangeduid met [3] en [4] de eigenlijke temperatuurstappen waarbij de reversibele processen kunnen bestudeerd worden. Deze stappen kunnen herhaald worden bij dezelfde temperaturen T_2 en T_3 om het reversibele karakter van de eventueel optredende weerstandsveranderingen te controleren.

Voor dit type experimenten is steeds een type II-ovensysteem gebruikt, tenzij anders vermeld is. Indien de reversibele processen slechts kleine weerstandsveranderingen induceren, die bovendien sterk geactiveerd worden bij de gebruikte testtemperaturen, dan is het vanzelfsprekend belangrijk het preparaat zo vlug mogelijk op de gewenste temperatuur te brengen. Het wijzigen van temperatuur in een type I-oven vergt immers een zekere tijd, gedurende dewelke reeds weerstandsveranderingen kunnen optreden. Met behulp van een type II-oven kan deze overgangsperiode geminimaliseerd worden.



Figuur 3.10 : Temperatuurprofiel voor de studie van reversibele processen : [1] Eerste uitgloeistap, waarin alle eventuele irreversibele processen geactiveerd worden. [2] Eerste "reversibele" stap vanuit toestand [1]. [3] en [4] Typische T-stappen, horende bij de zgn. "reversibele" experimenten.

Door de specifieke constructie van het oventype II en de bijbehorende preparaathouder. is het nu mogelijk het preparaat veel vlugger op een andere temperatuur te brengen. Hiervoor worden twee identieke oliebadsystemen gebruikt, elk gestabiliseerd op de betreffende temperatuur. Het veranderen van temperatuur gebeurt dan door het preparaat met zijn houder zo vlug mogelijk te transporteren naar een tweede oliebad. Deze manipulatie duurt slechts enkele seconden. Dit garandeert dat het preparaat intussen ook heel weinig zal afkoelen en dus vlug de nieuwe temperatuur zal aannemen. Het inbrengen van een preparaat+preparaathouder, die zich op een verschillende temperatuur bevinden dan de olie waarin ze ondergedompeld worden, veroorzaakt een tijdelijke instabiliteit in de temperatuursturing. De tijd nodig om de temperatuur in het oliebad opnieuw te stabiliseren is in de orde van enkele minuten (ongeveer 5 minuten), onafhankelijk van de grootte van de temperatuurstap. Ondanks het feit dat gedurende deze tijd ook hier geen betrouwbare data kunnen gecollecteerd worden, is het type II-ovensysteem toch nog altijd beter dan het type I-ovensysteem voor het uitvoeren van dit type experimenten. In een type I-ovensysteem is de maximale opwarmsnelheid $\beta = 10^{\circ}$ C/min. Voor de afkoelsnelheid is dit ongeveer $\beta = 20^{\circ}$ C/min. Dit betekent dat de tijd, nodig om een bepaalde temperatuurstap te induceren, sterk afhankelijk is van het gewenste temperatuurprofiel. Bovendien is er eveneens hier een aantal minuten nodig om de ingestelde temperatuur te stabiliseren. Dit betekent concreet dat dit type I-ovensysteem slechts even goed is als het type II-ovensysteem voor temperatuurstappen ΔT<10°C.

Indien weerstandsveranderingen, geïnduceerd door reversibele processen waargenomen worden, kan de temperatuurafhankelijkheid verder bestudeerd worden door hetzelfde preparaat sequentieel aan "reversibele" stappen van de vorm [3] en [4] te onderwerpen telkens bijvoorbeeld bij dezelfde temperatuur T_3 en verschillende temperaturen T_2 .

Figuren 3.11a en 3.11b tonen de weerstandsveranderingen tijdens sequentiële temperatuurbehandelingen van het type [3] en [4] op een uitgegloeide type G-metaalbaan. De resultaten tonen de absolute weerstandsveranderingen op respectievelijk $T_3=230^{\circ}$ C en $T_2=170^{\circ}$ C.





 $T=170^{\circ}C \ (R_o(170^{\circ}C)=43\Omega).$

Herhaalde experimenten van dit type tonen aan dat er geen meetbare reversibele thermisch geactiveerde processen optreden tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen op een uitgegloeide type G-metaalbaan.

3.3.4 Besluit

Zuiver Al-metaalbanen die voor het eerst aan een temperatuurbehandeling onderworpen worden, vertonen relatief kleine weerstandsdalingen. Deze weerstandsdalingen zijn thermisch geactiveerd en kunnen beschreven worden m.b.v. een 1 activatie-energie model. De activatie-energie, verkregen met behulp van verschillende analysemethodes, ligt in de orde van E=1,3eV en kan toegewezen worden aan het uitgloeien van clusters van defecten, al dan niet via een interactie met onzuiverheden. Opeenvolgende thermische behandelingen op een uitgegloeide Al-metaalbaan bevestigen de conclusie dat een irreversibel proces optreedt tijdens de eerste uitgloeibehandeling. De experimenten tonen eveneens aan dat er geen meetbare reversibele processen optreden. In zuiver Al-metallisatie worden ook geen precipitatie- of oplossingsprocessen verwacht. Deze studie staaft eveneens de idee dat reversibele processen ten gevolge van spanningsrelaxatie geen invloed hebben op de weerstand, aangezien deze evengoed zouden moeten optreden in dit type metallisatie.

67

3.4 Studie van de invloed van 1wt%Si-additie op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in niet-gepassiveerde Almetaalbanen

3.4.1 Beschrijving van de preparaten

In deze paragraaf zal de invloed van het toevoegen van 1wt%Si aan een Al-metallisatie op de thermisch geactiveerde processen onderzocht worden. De gemeten structuren zijn, behalve de samenstelling, identiek aan de zuiver Al-metaalbanen zoals besproken in het vorige deel. De metallisaties zijn eveneens koud gesputterd en niet-gepassiveerd. Ook de dimensies van de bestudeerde banen zijn identiek. Gedurende het verdere verloop van dit werk wordt dit type metaalbanen aangeduid als *type H*.

3.4.2 Thermische gloeibehandeling van een niet-voorbehandelde metallisatie

De type H-metaalbanen zijn onderworpen aan uitgloeibehandelingen op verschillende temperaturen. Zoals duidelijk uit figuur 3.12 blijkt, worden eveneens bij type H-metallisaties weerstandsdalingen geobserveerd. De snelheid van de weerstandsveranderingen is opnieuw functie van de temperatuur.



Figuur 3.12 : Weerstandsveranderingen tijdens uitgloeibehandelingen bij respectievelijk T=160°C, T=180°C, T=200°C en T=220°C.

· Karakterisatie van het relaxatieproces

In vergelijking met de resultaten van type G-preparaten zijn de amplitudes van de weerstandsveranderingen nu beduidend groter. Indien de geobserveerde weerstandsdalingen te wijten zouden zijn aan hetzelfde irreversibele relaxatieproces als bij de type G-metaalbanen, dan is het moeilijk te verklaren waarom het effect hier zoveel groter zo zijn. Het feit dat er meer onzuiverheden in de vorm van Si-atomen aanwezig zijn, kan een deel verklaren, maar er is geen enkele reden waarom drie keer zoveel defecten zouden verdwijnen tijdens identieke uitgloei-experimenten in vergelijking met type G-preparaten. Aangezien het enige verschil tussen beide types metaalbanen de samenstelling is, moet de verklaring te vinden zijn in de rol die de Si-atomen spelen tijdens de thermische behandelingen.

Om de waargenomen weerstandsdalingen in termen van precipiteren/oplossen te kunnen verklaren is het belangrijk te bepalen wat de initiële structuur van de metaalbanen is. De metallisaties zijn koud gedeponeerd, maar tijdens het lijmen van de IC's in de verpakking zijn de preparaten gedurende ongeveer 15min. op 170°C en 15min. op 270°C geweest. Dit is een temperatuur, waarbij thermische processen vlug geactiveerd worden. Aangezien deze temperatuurbehandeling echter relatief kortstondig is, zal de evenwichtstoestand bij T=270°C waarschijnlijk niet volledig bereikt worden voor wat betreft de concentratie aan opgeloste en geprecipiteerde Si-atomen. Na het lijmen van de preparaten wordt relatief vlug afgekoeld. Ook de afkoelsnelheid zal mee bepalen wat de uiteindelijke samenstelling van de metallisatie zal zijn. Praktisch betekent dit dat, alhoewel de preparaten koud gedeponeerd zijn en vanuit kamertemperatuur naar een hoge testiemperatuur gebracht worden, de initiële samenstelling van de metallisatie zal corresponderen met deze van een evenwichtsfaze bij een temperatuur in de buurt van T=270°C. Voor de verdere analyse van de resultaten wordt aangenomen dat de metallisatie de evenwichtstoestand behorende bij T=260°C bereikt heeft. Uit de analyse van de geobserveerde weerstandsveranderingen zal blijken dat dit een redelijke veronderstelling is.

In figuur 3.13 wordt een fragment van het fasediagram getoond, dat gereproduceerd is aan de hand van het fasediagram volgens Hansen [HAN58, VAN73]. Uit het bestuderen van het volledige fasediagram vindt men dat 1wt%Si volledig in oplossing is vanaf T \approx 600°C, een temperatuur die nooit zal bereikt worden tijdens het produceren van de preparaten noch tijdens de opeenvolgende temperatuurbehandelingen. Voor lagere temperaturen zal de microstructuur volgens het fazediagram bestaan uit de Al-matrix, waarin een bepaalde concentratie aan Si-atomen in oplossing is, in evenwicht met een zekere concentratie aan Si-precipitaten. Hoe hoger de temperatuur, hoe groter de concentratie aan opgeloste Si-atomen.



Figuur 3.13 : Oplosbaarheid van Si in Al in het Al-rijke deel : lage temperatuurgebied volgens het fasediagram van Hansen [HAN58].

De verandering in concentratie aan opgeloste Si-atomen ten gevolge van een bepaalde temperatuurstap, kan bepaald worden uit het fasediagram in figuur 3.13. Verder is in de literatuur een correlatiefactor bekend, die de concentratie aan opgeloste additie-elementen relateert aan een toename in resistiviteit. Voor het oplossen van Si-atomen in Al is deze factor B=0,7 $\mu\Omega$ cm/(at%Si) [VAN73]. Met een temperatuurverandering van T=260°C naar T=160°C correspondeert een afname in de concentratie aan opgeloste Si-atomen van ongeveer Δc =-0,02at%Si, aangezien een deel van de Si-atomen zal precipiteren. Dit betekent dat de resistiviteit afneemt met $\Delta \rho$ =-0,015 $\mu\Omega$ cm. In de veronderstelling dat de geometrie van de baan niet verandert, leidt dit tot een weerstandsafname van ΔR =-0,13 Ω . Indien verder een schatting gemaakt wordt van de waarde van de saturatieweerstand (=evenwichtstoestand voor de samenstelling volledig verklaard worden door dit precipitatieproces. Bepaling van de activatie-energie van het precipitatieproces via de methode van de dwarsdoorsnede

De weerstandsdata, zoals getoond in figuur 3.12, kunnen - in tegenstelling tot de initiële weerstandsveranderingen van de type G-banen - niet langer gefit worden m.b.v. slechts 1 exponentiële functie. Dit is een eerste aanduiding voor het feit dat zich hier een proces afspeelt dat niet langer kan gekarakteriseerd worden m.b.v. één enkele activatie-energie. Bovendien bevestigt dit de voorafgaande opmerking dat deze weerstandsveranderingen niet kunnen toegewezen worden aan hetzelfde proces als bij de type G-preparaten.

Indien op de data uit figuur 3.12 de "cross-cut"-methode toegepast wordt, blijkt bovendien de gevonden activatie-energie functie te zijn van het gekozen criterium. Dit wordt duidelijk aan de hand van figuur 3.14. De berekende activatie-energie stijgt met toenemend criterium. Dit duidt op het bestaan van een spectrum van activatie-energieën [DAM71]. Indien de activatie-energie in een groter gebied van criteria (<-0,09 Ω) zou kunnen bepaald worden, dan zou een extremum in de activatie-energie de gemiddelde activatie-energie van het spectrum aangeven [STU94]. De spreiding op de energiebepaling is dan een maat voor de breedte van het spectrum 2σ op halve hoogte. Uit figuur 3.14 kan afgeleid worden dat de piekenergie ongeveer E≈1,2eV en de breedte op halve hoogte 2σ ≈0,2eV zal bedragen.



Figuur 3.14 : Bepaling van de activatie-energie via de "cross-cut"-methode bij verschillende driftcriteria (-0,09 $\Omega \le \Delta R_c \le -0,005\Omega$).

· Bepaling van het activatie-energiespectrum a.d.h.v. de methode van Gibbs

Aangezien het precipitatieproces niet kan gekarakteriseerd worden m.b.v. 1 enkele activatie-energie, is er een andere methode noodzakelijk om het energiespectrum te bepalen. De methode van de dwarsdoorsnede geeft immers slechts een aanwijzing voor het bestaan van zo'n spectrum van activatie-energieën. Een model dat toelaat het activatie-energiespectrum te bepalen is bijvoorbeeld het activatie-energiespectrum (AES)-model van Gibbs [GIB82]. Voor een uitgebreide bespreking van het AES-model wordt verwezen naar [DEC90] en [STU94]. Hier zullen enkel de meest relevante aspecten besproken worden.

Het model van Gibbs steunt op het model dat Primak in 1955 publiceerde. Hierin wordt een model voorgesteld voor het beschrijven van structuurrelaxatie aan de hand van een verdeling van processen [PR155]. Gibbs stelde een uitbreiding van het model voor door de uit-evenwichtsdichtheid aan processen q(E) op te splitsen in een totale dichtheid aan processen Q(E) en een evenwichtsdichtheid $q_s(E,T)$. Op die manier kunnen zowel de irreversibele als de reversibele processen volledig begrepen worden in termen van dit model. Als basis van deze theorie geldt opnieuw de algemene chemische snelheidsvergelijking (3.11).

Deze vergelijking wordt nu uitgebreid tot

$$\Delta \mathbf{R}(\mathbf{T}, \mathbf{t}) = \mathbf{K} \int_0^\infty \mathbf{S}(\mathbf{E}) \mathbf{q}(\mathbf{E}, \mathbf{T}, \mathbf{t}) \, d\mathbf{E}$$

= $\mathbf{K} \int_0^\infty \mathbf{C}(\mathbf{E}) \mathbf{q}(\mathbf{E}) \, \theta(\mathbf{E}, \mathbf{T}, \mathbf{t}) d\mathbf{E}$
= $\mathbf{K} \int_0^\infty \mathbf{C}(\mathbf{E}) \left[\mathbf{Q}(\mathbf{E}) - \mathbf{q}_s(\mathbf{E}, \mathbf{T}) \right] \, \theta(\mathbf{E}, \mathbf{T}, \mathbf{t}) d\mathbf{E}$ (3.19)

met ΔR : totale gemeten weerstandsverandering die de structuurrelaxatie karakteriseert
 K : constante
 S(E) : spectrum aan activatie-energieën
 q(E) : energiedichtheid uit evenwicht
 Q(E) : totale energiedichtheid
 q,(E,T) : energiedichtheid in evenwicht
 θ (E,T,t) : gloeifunctie of activatiefunctie.

Voor een isotherme temperatuurbehandeling en in de veronderstelling dat zich een 1ste orde proces afspeelt, kan men de gloeifunctie schrijven als

$$\Theta(E, T, t) = 1 - \exp(-v_0 t \exp(-E/kT)).$$
(3.20)

72

De gloeifunctie bepaalt de manier waarop de oorspronkelijke defectverdeling wordt aangetast tijdens het uitgloei-experiment. Voor elke temperatuur T en tijd t geeft deze functie weer in welke mate een proces met energie E al heeft bijgedragen tot het proces.

De volgende werkwijze is een variant van de *methode van de afgeleide*. Het kan aangetoond worden dat voor een breed en traag variërend energiespectrum de gloeifunctie goed kan benaderd worden door een stapfunctie bij energie E_0 [DEC90]. Dit betekent dat alle processen met energie $E < E_0$ reeds bijgedragen hebben tot de relaxatie en alle processen met $E \ge E_0$ nog moeten bijdragen. De energie E_0 wordt dan gegeven door [PRI55]

$$E_0 = kT \ln v_0 t. \tag{3.21}$$

In deze benadering wordt vergelijking (3.19)

$$\Delta R(T,t) = K \int_0^\infty S(E) \theta(E,T,t) dE = K \int_0^{E_0} S(E) dE.$$
(3.22)

De afgeleide naar de eindenergie E₀ levert dan eenvoudig

$$S(E) = K d(\Delta R(T,t))/dE. \qquad (3.23)$$

Indien de meetwaarden $\Delta R(T,t)$ gekend zijn, kan dus via de methode van de afgeleide op een eenvoudige manier het energiespectrum benaderend bepaald worden.

Voor de analysemethode die hier aangewend wordt, zal vergelijking (3.22) gebruikt worden. Hierbij worden de gemeten weerstandsdata gefit met de integraal van een vooropgesteld energiespectrum S(E).

Het doel van het toepassen van het model van Gibbs is het bepalen van de positie en de breedte van het energiespectrum. Hiervoor zijn enkele exacte oplossingsmethoden ontwikkeld, die toelaten het onbekende spectrum te bepalen, waarbij de gloeifunctie exact in rekening gebracht wordt [DEC90, STU94]. Hier wordt echter geopteerd voor een benaderende oplossingsmethode. Daarbij wordt op een eenvoudige manier informatie over het energiespectrum verkregen via het opleggen van een bepaalde vorm voor het spectrum. In dit proefschrift zal voor de analyse van de data gebruik gemaakt worden van het Gauss-distributiemodel zoals voorgesteld door Gibbs.

De gloeifunctie wordt in de berekeningen vervangen door een stapfunctie, wat in eerste instantic een goede benadering blijkt te zijn [DEC90]. Uit de studie van deze gloeifunctie blijkt dat deze de vorm heeft van een asymmetrische piek met een breedte van ongeveer 7kT. Dit betekent dat, indien de gloeifunctie benaderd wordt door een stapfunctie, het bekomen energiespectrum ook breder zal zijn dan het werkelijke spectrum. In eerste instantie is het de bedoeling het proces te karakteriseren aan de hand van een activatie-energie, zodat vooral de positie van het spectrum op de De positie en de breedte van het spectrum aan energie-as belangrijk is. activatie-energieën wordt dan bepaald door een fittingsprocedure op de weerstandsdata toe te passen. Hiervoor worden eerste de gemeten weerstandsdata geplot als functie van de energie E=kTln(vot). Hiervoor wordt in eerste instantie een bepaalde frequentiefactor vooropgesteld. Daarna zal de zogenaamde "cumulatieve Gauss-distributie" gefit worden aan de gemeten weerstandsdata, zoals aangegeven in vergelijking (3.22). Deze procedure kan toegepast worden op de verschillende weerstandsdata, gemeten bij verschillende isotherme temperaturen.

Figuur 3.15 toont de meetdata uit figuur 3.12, uitgezet als functie van de energie E. De analysemethode bestaat erin een iteratieproces uit te voeren voor verschillende frequentiefactoren v_0 . Voor de berekening van de energieschaal in figuur 3.15 is bijvoorbeeld een frequentiefactor $v_0=10^9$ Hz gebruikt.



Figuur 3.15 : Gemeten weerstandsveranderingen als functie van de energie bij temperaturen $T=160^{\circ}C$, $T=180^{\circ}C$, $T=200^{\circ}C$ en $T=220^{\circ}C$ en een frequentiefactor $v_0=10^{\circ}$ Hz.

Figuur 3.16 toont zowel de gemeten weerstandsveranderingen bij T=160°C als de fit met een "cumulatieve Gauss-distributiefunctie". De fittingsparameters zijn hierbij de amplitude, de positie en de breedte van de Gaussverdeling.



Figuur 3.16 : Gemeten weerstandsveranderingen bij $T=160^{\circ}C$ (_) en gefitte cumulatieve Gaussdistributiefunctie (o) als functie van de energie.

De methode voor het bepalen van de piekenergie en bijbehorende frequentiefactor voor het proces bestaat erin de berekende Gaussspectra, behorende bij de verschillende temperaturen en bij bepaalde frequentiefactoren, te verschuiven langs de energie-as totdat alle pieken samenvallen *[STU94]*. De werkwijze wordt voorgesteld in figuren 3.17a 3.17b en 3.17c. Deze laten enkele berekende spectra zien voor drie verschillende frequentiefactoren $v_0=10^5$ Hz, $v_0=10^9$ Hz en $v_0=10^{13}$ Hz.



Figuur 3.17 : Berekende spectra van activatie-energieën voor $T=160^{\circ}C$, $T=180^{\circ}C$, $T=200^{\circ}C$ en $T=220^{\circ}C$ bij (a) $v_0=10^{5}$ Hz (b) $v_0=10^{9}$ Hz en (c) $v_0=10^{13}$ Hz.

Uit het vergelijken van de figuren is duidelijk dat de juiste frequentiefactor in de buurt van $v_0=1\ 10^9\ Hz$ ligt en dat de bijbehorende piekenergie ongeveer $E_{max}=1,2eV$ is. Voor de exacte bepaling van de frequentiefactor is een minimalisatieprocedure gevolgd. Hierbij worden de piekenergieën bij de verschillende temperaturen als functie van de frequentiefactor bepaald en vervolgens worden de standaardafwijkingen s op de piekenergieën berekend. De minimalisatieprocedure levert dan de goede frequentiefactor, zoals voorgesteld in de plot van figuur 3.18. De zo bepaalde frequentiefactor is dan $v_0=2\ 10^9\ Hz$, de piekenergie E=1,22eV en de breedte op halve hoogte $2\sigma=0,2eV$.



Figuur 3.18 : Bepaling van de frequentiefactor v_0 via minimalisatie van de standaardafwijkingen s op de piekenergiewaarden.

3.4.3 Thermische nagloeibehandelingen van een voorgegloeide metallisatie

Een tweede reeks experimenten is uitgevoerd op dit type preparaten. Het betreft hier de zogenaamde nagloeibehandelingen, zoals reeds beschreven in de vorige paragraaf. Deze experimenten worden uitgevoerd op uitgegloeide preparaten. De initiële uitgloeistap gebeurt temperatuur steeds op сеп hogere dan de opeenvolgende temperatuurbehandelingen. In tegenstelling tot de type G preparaten, zullen de met Si-gedopeerde Al-metallisaties nu wel weerstandsveranderingen ondergaan gedurende deze temperatuurbehandelingen. Uit de experimenten blijkt dat het hier om volledig reversibele processen gaat, waarbij de geobserveerde weerstandsveranderingen volledig kunnen beschreven worden in termen van het precipiteren/oplossen van Si-atomen. Figuur 3.19 toont de weerstandsveranderingen zoals deze geobserveerd worden gedurende opeenvolgende "reversibele" temperatuurbehandelingen. Na een initiële uitgloeibehandeling op T=260°C, worden de preparaten onderworpen aan een

temperatuurbehandeling op T=240°C. Als de weerstand stabiel is, dan worden de metaalbanen onderworpen aan een temperatuurstap op T=210°C. De plot in figuur 3.19, aangeduid met [1] toont de weerstandsveranderingen tijdens deze stap. Plot [2] toont de weerstandsveranderingen tijdens een opeenvolgende stap op T=240°C. Plot [3] toont een beeld van de weerstandsveranderingen tijdens een opeenvolgende stap op T=210°C en plot [4] tenslotte toont de resultaten tijdens een volgende temperatuurstap op T=240°C. Al deze metingen zijn sequentieel uitgevoerd in het type II ovensysteem op eenzelfde preparaat. Het voordeel voor wat betreft de analyse van deze data is, dat de begintoestand voor de structuur van de metallisatie nu beter gekend *is*. Bovendien kunnen deze "reversibele" experimenten op één enkel preparaat uitgevoerd worden, zodat geen bijkomende "fouten" geïntroduceerd worden door het verschil in initiële toestand. Uit het vergelijken van de waargenomen weerstandsveranderingen tijdens identieke temperatuurbehandelingen op eenzelfde preparaat is duidelijk dat zich hier werkelijk een "reversibel" proces afspeelt.



Figuur 3.19: Weerstandsveranderingen in een op T=240°C uitgegloeide type H-metaalbaan tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen op respectievelijk T=210°C [1] T=240°C [2] T=210°C [3] T=240°C [4].

Dit type "reversibele" experimenten is uitgevoerd tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen op verschillende temperaturen, telkens vertrekkende vanuit dezelfde evenwichtstoestand bij T=240°C. De resultaten van deze metingen zijn in figuur 3.20a getoond. In figuur 3.20b worden de Gauss-distributiefuncties getoond, zoals bekomen uit de fit van de gemeten weerstandsdata uit figuur 3.20a met een frequentiefactor $v_0=10^9$ Hz. Deze spectra zijn opnieuw berekend bij verschillende frequentiefactoren.



Figuur 3.20 : (a) Weerstandsveranderingen van een uitgegloeide type H-metaalbaan tijdens nagloeibehandelingen op respectievelijk $T=150^{\circ}C$, $T=170^{\circ}C$, $T=190^{\circ}C$ en $T=210^{\circ}C$, telkens vertrekkende van een stabiele toestand bij $T=240^{\circ}C$.

(b) Berekende spectra van activatie-energieën bij $v_0 = 1.10^{\circ}$ Hz uit (a).

De exacte bepaling van de frequentiefactor volgt uit figuur 3.21, waar de standaardafwijkingen s op de piekenergieën bepaald zijn. Uit de minimalisatieprocedure volgt een frequentiefactor $v_0=1$ 10° Hz en een bijbehorende piekenergie E=1,20eV met 2 $\sigma=0,2eV$.



Figuur 3.21 : Bepaling van de frequentiefactor v_0 via minimalisatie van de standaardafwijkingen op de piekenergiewaarden.

3.4.4 Besluit

De weerstandsveranderingen die optreden tijdens de eerste temperatuurbehandeling van een koud afgezette Al1wt%Si-metaalbaan zijn gekarakteriseerd met behulp van het activatie-energiemodel van Gibbs. Het blijkt dat de gemeten data goed beschreven kunnen worden met dit model, waarbij een Gaussdistributie van de activatie-energie verondersteld wordt. Uit de analyse kan verder geconcludeerd worden dat het spectrum gecentreerd is rond E=1,22eV met een breedte op halve hoogte van $2\sigma=0,2eV$. De berekende frequentiefactor is $v_0=2$ 10⁹ Hz. Ook de weerstandsdata afkomstig van reversibele experimenten zijn geanalyseerd op deze manier. De bekomen energiespectra zijn bijna identiek, met een piekenergie rond E=1,20eV en een frequentiefactor van $v_0=1$ 10⁹ Hz. Dit duidt erop dat de processen die optreden, via eenzelfde diffusiemechanisme zullen verlopen. De gevonden activatie-energie duidt op een thermische geactiveerd diffusieproces van Si-atomen in Al. De frequentiefactor wijkt af van de Debye-frequentie, wat zou kunnen verklaard worden door de bijdrage van de entropieterm, zoals uitgedrukt in vergelijking (3.10).

Het irreversibele proces dat optreedt in zuiver Al, zal ook hier waarschijnlijk optreden. Dit is echter gekarakteriseerd in de vorige paragraaf als een 1 activatie-energieproces met $E\approx 1,3eV$. Aangezien het spectrum aan activatie-energieën, behorende bij het reversibele precipitatieproces van Si in Al gespreid is rond de waarde E=1,2eV met een breedte $2\sigma=0,2eV$, is het duidelijk waarom geen onderscheid kan gemaakt worden tussen beide processen bij de spectrumanalyse. Het feit dat de spectra, behorende bij de eerste uitgloeibehandelingen, breder zijn en bovendien verschoven naar iets hogere energiewaarden, kunnen aanwijzingen zijn voor de simultane aanwezigheid van een irreversibel proces.

3.5 Studie van de invloed van een passivatielaag op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in Al 1wt%Si-metaalbanen

3.5.1 Beschrijving van de preparaten

In deze paragraaf zal de invloed van een passivatielaag op de weerstandsveranderingen ten gevolge van thermische behandelingen onderzocht worden. Hiervoor worden twee types geometrisch identieke Al1wt%Si-metaalbanen vergeleken. Zowel de gepassiveerde als de niet-gepassiveerde metaalbanen zijn op hoge temperatuur gedeponeerd. Dit garandeert dat de metallisatie bij de passivatietemperatuur bijna geen structuurverandering meer zal ondergaan. De depositietemperatuur is in de buurt van de passivatietemperatuur, zodat de initiële samenstelling van beide types vergelijkbaar zal zijn. De passivatielaag bestaat uit een Si-nitridelaag van ongeveer 1 μ m dik. Alle gemeten structuren zijn polykristallijn en de bestudeerde banen hebben een lengte van 1=40000 μ m, een breedte van w=7 μ m en een dikte van h=0,8 μ m. In de verdere uiteenzetting worden deze niet-gepassiveerde metaalbanen aangeduid als *type J* en de gepassiveerde als *type JP*.

3.5.2 Thermische nagloeibehandelingen van een voorgegloeide metallisatie

De resultaten van een eerste temperatuurbehandeling op T=190°C voor type J en type JP-metaalbanen worden hier niet gepresenteerd. De initiële structuur van de metallisaties zal niet volledig identiek zijn wegens de spreiding op de concentratie aan additie-elementen. Dit betekent dat de geobserveerde weerstandsveranderingen tijdens een eerste gloeibehandeling ook niet echt kunnen vergeleken worden. Daarom zijn de metaalbanen eerst onderworpen aan een uitgloeibehandeling op hoge temperatuur (T=260°C) om de metallisaties in een gelijkaardige initiële evenwichtsstructuur te brengen. Daarna worden de weerstandsveranderingen bestudeerd, zoals opgemeten tijdens zogenaamde "reversibele" experimenten. De resultaten van zo'n gloeistap op T=190°C worden in figuur 3.22 getoond. In eerste instantie valt op dat de weerstandsdalingen in beide types metaalbanen zeer gelijkaardig zijn, zowel voor wat betreft de amplitudes als voor de snelheid waarmee het proces verloopt. Via het fazediagram in figuur 3.13 kan de verandering in concentratie aan opgeloste Si-atomen ten gevolge van een temperatuurstap van T=260°C naar 190°C berekend worden. Men vindt dan Ac=-0.022at%Si en de bijbehorende verandering in resistiviteit

 $\Delta \rho$ =-0,00015µΩm. Rekening houdend met de dimensies van de geteste banen en in de veronderstelling dat de geometrie niet wijzigt, kan een weerstandsverandering van ΔR =-0,2Ω berekend worden, wat ongeveer correspondeert met de totale weerstandsdrift geobserveerd voor beide types. De amplitudes kunnen bijgevolg volledig verklaard worden in termen van Si-precipitatie.



Figuur 3.22 : Initiële uitgloeibehandeling op T=190°C van een type J en type JP-metaalbaan.

Het minimale verschil in precipitatiesnelheid kan nog te wijten zijn aan een klein verschil in de initiële evenwichtstoestand. Een andere mogelijke verklaring is het feit dat de passivatielaag ervoor zorgt dat de metaalbaan zich onder een grotere trekspanning bevindt. Uit de literatuur is bekend dat trekspanningen precipitaatvorming kunnen bevorderen door een lokale vermindering van de energie [DAM71].

3.5.3 Besluit

Indien een gepassiveerde en niet-gepassiveerde geometrisch identieke Al1%Si-metaalbaan aan een thermische behandeling onderworpen worden, zal in beide gevallen een daling in de weerstand gemeten worden. De amplitudes van de weerstandsdalingen kunnen volledig verklaard worden in termen van Si-precipitatie. Het kleine verschil in kinetiek kan te wijten zijn aan een spreiding in de initiële samenstelling of aan een licht versnelde precipitatie ten gevolge van de hogere trekspanning in de gepassiveerde metaalbaan. Uit deze metingen kan besloten worden dat het aanbrengen van een SiN-passivatielaag op zich geen meetbare invloed heeft op de weerstandsveranderingen ten gevolge van het precipitatiegedrag in een Al-metallisatie. De belangrijkste factor die de amplitude en de snelheid van het precipitatie-proces bepaalt, is de thermische voorgeschiedenis van de metallisatie.

3.6 Studie van de invloed van geometrie versus gemiddelde korrelgrootte op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in gepassiveerde Al 1wt%Si- metaalbanen

3.6.1 Beschrijving van de preparaten

Een ander belangrijk aspect dat het precipitatieproces zou kunnen beïnvloeden, is de geometrie van de metaalbaan en meer bepaald de verhouding tussen baanbreedte en gemiddelde korrelgrootte. Om dit te onderzoeken zijn twee groepen gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen bestudeerd. Elke groep bevat banen van éénzelfde wafer op korte afstand van elkaar, wat betekent dat alle produktieomstandigheden identiek zijn.

De eerste groep betreft twee identieke gepassiveerde brede Al1%Si-metaalbanen, gedeponeerd bij T=180°C. De gemiddelde korreldiameter is $d\approx 2\mu m$, zodat alle banen nog een polykristallijne structuur hebben. De filmdikte is h=1 μ m. Enkel de geometrie van de metaalbanen is verschillend, zoals samengevat in tabel 3.4. Deze groep banen wordt verder aangeduid als *type K*.

Туре	l (μm)	w (μm)	w/d
K10	6000	10	5
K4	2400	4	2
L4	10000	4	3
L0.8	2000	0,8	0,6

Tabel 3.4 : Bestudeerde metaalbanen type K en type L.

Een tweede groep betreft twee identieke gepassiveerde Al1%Si-banen, waarvan de geometrie zodanig is dat het precipitatiegedrag in een polykristallijne baan vergeleken

kan worden met dat in een zogenaamde "bamboo"-baan. De gemiddelde korreldiameter is $d=1,4\mu m$. De filmdikte is $h=0.8\mu m$ en de geometrie van de banen is vermeld in tabel 3.4. Deze groep metaalbanen wordt verder aangeduid als *type L*.

3.6.2 Thermische nagloeibehandeling van een uitgegloeide metallisatie

Om het precipitatiegedrag in de verschillende types metallisaties te vergelijken, zullen thermische nagloeibehandelingen uitgevoerd worden op uitgegloeide preparaten. Het vergelijken van de initiële uitgloeibehandelingen is immers moeilijker, aangezien de thermische voorgeschiedenis niet exact gekend is. Bij het uitvoeren van de "reversibele" experimenten wordt een standaardisatiebehandeling toegepast om eventuele initiële verschillen in de microstructuur te elimineren. en beter gedefinieerde toestand vertrekt.

· Type K-metaalbanen

Aangezien de twee verschillende metaalbanen in éénzelfde verpakking zitten, zullen deze exact dezelfde temperatuurbehandelingen gedurende exact dezelfde tijden ondergaan. Eerst zijn de banen onderworpen aan een uitgloeibehandeling op T=280°C gedurende enkele dagen. Daarna zijn "reversibele" experimenten uitgevoerd, telkens vertrekkende vanuit een stabiele toestand bij T=260°C. Het precipitatieproces is bestudeerd bij temperaturen T=170°C, T=190°C, T=210°C en T=230°C.



Figuur 3.23 : Weerstandsveranderingen in uitgegloeide type K4- en K10-metaalbanen tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen vanuit $T=260^{\circ}C$ bij $T=170^{\circ}C$, $T=190^{\circ}C$, $T=210^{\circ}C$ en $T=230^{\circ}C$.

Figuur 3.23 toont de weerstandsveranderingen tijdens deze temperatuurstappen voor respectievelijk type K10- en K4-metaalbanen. Deze weerstandsdata zijn geanalyseerd via de methode van Gibbs, zoals beschreven in de vorige paragraaf. De resultaten van deze analyse zijn samengevat in tabel 3.5.

Туре	E (eV)	2σ (eV)	ν ₀ (Hz)
K10	1,23	0,2	1 10°
K4	1,22	0,2	1 109

Tabel 3.5 Resultaten van de spectrumanalyse volgens de methode van Gibbs voor type K-metaalbanen.

Deze analyse bevestigt dat een identiek proces geactiveerd wordt tijdens deze temperatuurbehandelingen. De bekomen activatie-energie en frequentiefactor liggen in de buurt van deze zoals bepaald bij de type H-metaalbanen tijdens de opeenvolgende temperatuurbehandelingen. Het reversibele proces dat zich eveneens in de type K-banen afspeelt, kan opnieuw toegeschreven worden aan de precipitatie van een bepaalde concentratie aan Si-atomen.

Uit het vergelijken van de metingen in figuur 3.23 is duidelijk dat de weerstandsdalingen, zoals opgemeten tijdens nagloeibehandelingen, ongeveer identiek zijn voor de twee types polykristallijne metaalbanen. Zowel de amplitudes als de snelheid van de weerstandsveranderingen zijn gelijklopend. In het geval van polykristallijne banen wordt het precipitatiegedrag dus blijkbaar niet beïnvloed door de Het precipiteren wordt meestal beschouwd als een geometrie van de banen. diffusie-gelimiteerd proces, waarbij de precipitaten vooral zullen gevormd worden op plaatsen waar de oppervlakte-energie minimaal is. Dit kan aan het scheidingsoppervlak tussen het substraat en de metallisatie zijn, aan dat tussen metallisatie en passivatielaag. aan de randen van de metaalbaan, of aan inwendige oppervlakken (korrelgrenzen). Uit REM-studies blijkt dat precipitaten in polykristallijne banen vooral gevormd worden aan drievoudige korrelgrenzen [BER71, COL94a]. Dit betekent dat de diffusiesnelheid van de Si-atomen in polykristallijne filmen vooral bepaald wordt door de gemiddelde korreldiameter, zodat het logisch is dat het precipitatiegedrag in de twee hier bestudeerde types metaalbanen identiek is.

· Type L-metaalbanen

Deze banen zijn opnieuw onderworpen aan een uitgloeibehandeling op T= 260° C gedurende enkele dagen. Daarna worden "reversibele" experimenten uitgevoerd, vertrekkende van een stabiele toestand bij T= 240° C. Het precipitatieproces is bestudeerd in polykristallijne en "bamboo"-banen tijdens temperatuurbehandelingen op T= 232° C, T= 210° C, T= 200° C en T= 180° C. Figuren 3.24a en 3.24b tonen de resultaten van de weerstandsmetingen voor respectievelijk type L4- en L0.8-metaalbanen.



Figuur 3.24 : Weerstandsveranderingen in uitgegloeide metaalbanen tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen vanuit $T=240^{\circ}$ C bij $T=180^{\circ}$ C, $T=200^{\circ}$ C, $T=210^{\circ}$ C en $T=232^{\circ}$ C (a) type L4 en (b) type L0.8.

Deze weerstandsdata zijn geanalyseerd via de methode van Gibbs, zoals beschreven in de vorige paragraaf. De resultaten van deze analyse zijn samengevat in tabel 3.6. De hier bepaalde activatie-energie en frequentiefactor liggen opnieuw in de buurt van E=1,2eV en $v_0=10^{9}$ Hz, wat betekent dat zich in de polykristallijne en in de "bamboo"-banen een identiek proces afspeelt.

Туре	E (eV)	2σ (eV)	ν ₀ (Hz)
L4	1,20	0,2	1 10°
L0.8	1,22	0,2	2 10 ⁹

Tabel 3.6 :

6: Resultaten van de spectrumanalyse volgens de methode van Gibbs voor type L-metaalbanen.

In beide types L-banen wordt tijdens thermische behandelingen opnieuw een reversibel proces geactiveerd, dat kan toegeschreven worden aan Si-precipitatie.

Indien de metingen in figuur 3.24a en 3.24b vergeleken worden, is het duidelijk dat de weerstandsveranderingen niet langer identiek zijn. Zowel de amplitudes als de snelheid waarmee het proces zich voltrekt zijn nu duidelijk verschillend voor de twee types banen. Het precipitatiegedrag wordt dus blijkbaar wél beïnvloed door de verhouding In polykristallijne banen worden de gemiddelde korreldiameter/baanbreedte. precipitaten vooral gevormd aan tripelpunten [COL94a]. "Bamboo"-banen worden echter gekenmerkt door korrelgrenzen loodrecht op de baanlengte en kunnen bijgevolg geen tripelpunten bevatten. Uit REM-studies vindt men dat in dit laatste type banen de precipitaten aan de randen van de banen gevormd worden [COL94b]. De diffusieafstand voor de Si-atomen is immers het kortst indien de atomen vanuit de bulk naar de zijkanten of naar het bovenoppervlak diffunderen. Deze plaatsen worden gekarakteriseerd door een lage oppervlakte-energie, zodat de precipitaten daar gemakkelijk kunnen gevormd worden. Via dit model, dat geïllustreerd wordt in figuur 3.25, is het nu mogelijk de waargenomen verschillen te verklaren.



Figuur 3.25 : Model voor precipitatievorming in (a) polykristallijne metaalbanen en (b) "bamboo"-banen.

Terwijl de diffusiesnelheid van de Si-atomen in polykristallijne filmen vooral bepaald wordt door de gemiddelde korreldiameter, zal deze in de "bamboo"-banen dus bepaald worden door de breedte van de banen. Dit betekent dat in de "bamboo"-banen de precipitaatvorming vlugger zal gebeuren, wat ook de geobserveerde hogere snelheid van de weerstandsverandering in dit type banen verklaart. Het verschil in amplitudes is eigenlijk geen intrinsiek effect. Aangezien de precipitatiesnelheid in de type L0.8-banen hoger is, zal ook tijdens de stabilisatieperiode voor de temperatuur een groter deel van het proces reeds geactiveerd zijn, zodat de amplitudes voor dit type banen kleiner lijken. In werkelijkheid kan men echter dezelfde amplitudes verwachten, aangezien de totale weerstandsverandering een maat is voor de concentratie aan gevormde precipitaten. Deze concentratie wordt in principe enkel bepaald door het fazediagram en de correlatiefactor voor de resistiviteit. Natuurlijk is het best mogelijk dat ook de korrelstructuur deze concentratie voor een deel meebepaalt. Het is immers bekend dat het precipitatiegedrag in bulk aluminium verschilt van dat in dunne filmen, zodat het niet denkbeeldig is te veronderstellen dat ook de dimensies van de banen een invloed zullen uitoefenen op de concentratie aan opgeloste/geprecipiteerde elementen. Voor polykristallijne banen lijkt dit echter geen meetbaar effect te zijn.

3.6.3 Besluit

Om het precipitatiegedrag in metallisaties met verschillende geometrie te vergelijken. zijn thermische nagloeibehandelingen uitgevoerd op uitgegloeide preparaten. Voor polykristallijne metaalbanen kan men besluiten dat het precipitatiegedrag blijkbaar niet beïnvloed wordt door de geometrie van de banen. Zowel de amplitude als de snelheid van de weerstandsveranderingen is vergelijkbaar voor de bestudeerde types metaalbanen. Indien het precipitatiegedrag in "bamboo"-banen vergeleken wordt met dat in identieke polykristallijne banen, vindt men een duidelijk verschil in de gemeten weerstandsveranderingen. De verhouding van de baanbreedte t.o.v. de gemiddelde korreldiameter blijkt wel degelijk een invloed te hebben op het precipitatiegedrag. Dit kan begrepen worden in termen van het diffusieproces dat optreedt tijdens de precipitatie. De diffusieafstand zal in grote mate de snelheid bepalen. In "bamboo"-banen zullen de precipitaten gevormd worden aan de randen van de baan. De diffusieafstand is beduidend kleiner dan in de identieke polykristallijne banen, waar de diffusicafstand bepaald wordt door de gemiddelde korrelafmetingen. Precipitaatvorming zal bijgevolg vlugger gebeuren in de "bamboo"-banen. Dit verklaart ook de geobserveerde hogere snelheid van de weerstandsverandering in dit type banen.
3.7 Studie van de invloed van 0,5wt%Cu-additie op de thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen in gepassiveerde Al 1wt%Simetaalbanen

3.7.1 Beschrijving van de preparaten

Een laatste aspect dat onderzocht wordt, is het precipitatieproces in Al(Si,Cu)-legeringen. De invloed van 0,5wt%Cu-additie is bestudeerd door twee groepen van metaalbanen te meten. De éne groep betreft gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen (*type M*) en de tweede groep geometrisch identieke Al1%Si0.5%Cu-metaalbanen (*type N*). De resultaten die hier gepresenteerd worden, zijn afkomstig van polykristallijne 10µm brede metaalbanen, met een lengte l=6000µm en een dikte h=1µm. Beide types metallisaties zijn gedeponeerd op T_{dep} =400°C en gepassiveerd met een 1µm dikke Si-nitridelaag bij een passivatietemperatuur T_{pass} =380°C. De gemiddelde korreldiameter is d=4µm voor de type M-metaalbanen en d=3,2µm voor de type N-metaalbanen.

3.7.2 Thermische nagloeibehandelingen van een voorgegloeide metallisatie

Opnieuw wordt het effect van een nagloeibehandeling bestudeerd op uitgegloeide Al(Si,Cu)-metaalbanen. Hierdoor is de initiële samenstelling beter onder controle.

Al(Cu) is een uitgebreid bestudeerd systeem, aangezien het in de metallurgie ook vaak gebruikt wordt omwille van zijn goede mechanische eigenschappen. In figuur 3.25 wordt een deel van het fasediagram gegeven, gereproduceerd aan de hand van de studie van het Al-Cu-systeem van Murray [MUR85]. Hier wordt het lage temperatuurgebied gegeven van het Al-rijke deel van het fasediagram, aangezien dit het meest interessante gebied is voor de beschouwde systemen. Uit het fasediagram kan men besluiten, dat 0,5wt%Cu (~0,2at%Cu) volledig in oplossing zal zijn in de Al-matrix vanaf T>300°C. Bij T<300°C zal de evenwichtsfaze bestaan uit een bepaalde concentratie geprecipiteerd Cu en de rest van het Cu in oplossing.

Cu precipiteert via het vormen van een verbinding met Al. Dit proces is heel wat ingewikkelder dan in het (Al,Si)-systeem. Afhankelijk van de temperatuur en de concentratie kan de precipitatie in verschillende stadia optreden. In theorie - voor bulk materiaal - is dit steeds een sequentiële opeenvolging van verschillende (Al,Cu)-fasen, maar in concrete situaties kan de startfaze anders zijn, of kunnen zelfs sommige stappen overgeslagen worden. Meestal zal echter een combinatie van concentraties van de verschillende (meta-)stabiele fazen aanwezig zijn. In principe is de volledige precipitatiesequentie als volgt :



Hierbij zijn de opeenvolgende precipitaatvormen de zogenaamde Guinier-Preston-zones (GP I) en de θ '- en θ "-fasen in metastabiel evenwicht met de omgevende Al-matrix, beneden de oplosbaarheidsgrens. De vormingssequentie van deze metastabiele fazen is normaal gezien zoals vermeld en volgens afnemende temperatuur. In het werk van Murray is een gedetailleerde beschrijving gegeven van de microstructuur van de verschillende metastabiele fazen [MUR85]. Elk van deze metastabiele fazen beschikt over een specifieke oplosbaarheidscurve, waarover echter geen betrouwbare data bekend zijn.



Figuur 3.25 : Oplosbaarheid van Cu in Al in het Al-rijke deel : lage temperatuurgebied volgens het fasediagram van Murray [MUR85].

Het blijkt dat de geometrie van het bestudeerde systeem voor een groot deel zal meebepalen hoe het precipitatieproces verloopt en welke metastabiele fasen zullen gevormd worden. Zo is bekend dat in dunne filmen de vorming van GP-zones vertraagd wordt t.o.v. bulk materiaal en dat θ' -precipitaten gevormd worden zonder voorafgaande vorming van de θ'' -faze [MAD72]. Het is waarschijnlijk dat in smalle banen het precipitatieproces nog anders verloopt. Het precipiteren van Cu in smalle banen is door sommige auteurs bestudeerd m.b.v. REM-waarnemingen. Zo vonden Colgan en zijn medewerkers dat de vorming van stabiele Al₂Cu-precipitaten sterk afhankelijk is van de baanbreedte [COL94]. In polykristallijn materiaal zal een kleinere gemiddelde korreldiameter de diffusieafstand voor precipitatie reduceren. Verder zullen in heel smalle banen met een "bamboo"-structuur de precipitaten vooral aan de randen van de banen gevormd worden, omdat daar een grotere structurele wanorde heerst dan aan het onderste of bovenste scheidingsoppervlak [ROS91, BAR95].

Voor wat betreft de invloed van het vormen van (meta-)stabiele AI-Cu-verbindingen op de weerstand, kan men stellen dat, hoe lager de temperatuur, hoe minder Cu-atomen zich in oplossing zullen bevinden. Dit betekent dat tijdens het precipitatieproces een afname in de onzuiverheidsconcentratie optreedt, wat rechtstreeks gereflecteerd wordt in een afname in de resistiviteit.



Figuur 3.26 : Weerstandsveranderingen tijdens opeenvolgende temperatuurbehandelingen op T=240°C, T=220°C, T=200°C, T=180°C en T=160°C na een uitgloeistap op T=260°C in (a) type M-metaalbanen (b) N-metaalbanen.

In dit proefschrift worden de type M- en type N-metaalbanen eerst onderworpen aan een uitgloeibehandeling op T=280°C. Daarna worden de twee types metaalbanen in een stabiele toestand gebracht op T=260°C. Vanuit deze evenwichtstoestand worden dan gloeibehandelingen uitgevoerd bij verschillende lagere temperaturen. De resultaten van de corresponderende weerstandsmetingen zijn in figuren 3.26a en 3.26b getoond.

Aangezien dit type metallisaties zowel Si als Cu bevat, zal voor het totale effect van de temperatuurbehandeling op de weerstand van de baan met beide precipitatieprocessen rekening gehouden worden. Als voorbeeld wordt het effect ten gevolge van een temperatuurstap van T=260°C naar T=160°C berekend.

Bij overgang vanuit de evenwichtstoestand bij T=260°C naar een lagere temperatuur zal een deel van de Si-atomen precipiteren. De verandering in evenwichtsconcentratie, zoals bepaald via het fazediagram, is Δc =-0,05at% en de verandering in resistiviteit $\Delta \rho$ =-0,035µΩcm. De berekende weerstandsverandering voor de gemeten metaalbaan is dan ΔR (AlSi)=-0,2Ω.

Uit het (Al,Cu)-fasediagram kan men besluiten dat bij een temperatuur van T=260°C het grootste deel van de Cu-atomen in oplossing zullen zijn. Bij overgang van deze evenwichtstoestand naar T=160°C, zal het grootste deel van Cu in geprecipiteerde vorm aanwezig zijn. Dit kan onder de vorm van één van de metastabiele fazen zijn of als de stabiele Al₂Cu-verbinding. Uit het fasediagram kan echter enkel afgeleid worden hoeveel van de atomen in hun stabiele vorm aanwezig zijn. Dit betekent dat de berekeningen een minimale limietwaarde voor de geprecipiteerde Cu-concentratie zullen leveren. Voor de beschouwde T-overgang van 260°C naar 160°C kan een limietwaarde van Δc =-0,15at% berekend worden. Dit correspondeert met een verandering in de resistiviteit van $\Delta \rho$ =-0,05µΩcm. Voor de bestudeerde banen betekent dit een weerstandsverandering van ΔR =-0,3Ω en voor de totale weerstandsverandering in een type N-baan ten gevolge van deze temperatuurbehandeling zou dit ΔR (AlSiCu)=-0,5Ω betekenen.

Indien de totale weerstandsveranderingen, die optreden ten gevolge van identieke temperatuurbehandelingen in de type M en type N-metaalbanen, vergeleken worden, dan is het effect van precipitatie in de Al(Si,Cu)-metaalbanen steeds 2 à 3 keer groter dan in de Al(Si)-metaalbanen. Deze factor komt overeen met de hier berekende verhouding $\Delta R(AISi)/\Delta R(AISiCu) \cong 2.5$.

 Type
 E (eV)
 2σ (eV)
 ν₀ (Hz)

 M
 1,23
 0,2
 1 10°

 N
 1,41
 0,3
 8 10°

De weerstandsveranderingen tijdens de gloeibehandelingen op respectievelijk type Men type N-metaalbanen zijn verder geanalyseerd via de methode van Gibbs. De resultaten van de spectrumanalyse zijn samengevat in tabel 3.7.

Tabel 3.7: Resultaten van de spectrumanalyse volgens de methode van Gibbs voor type M- en type N-metaalbanen.

Deze analyse bevestigt dat tijdens deze temperatuurbehandelingen een gelijkaardig proces geactiveerd wordt. De bekomen activatie-energie en frequentiefactor voor de type M-metaalbanen liggen in de buurt van deze zoals bepaald bij de type H-, type I- en type J-metaalbanen tijdens de opeenvolgende temperatuurbehandelingen. Voor de type N-metaalbanen is een hogere activatie-energie bepaald. Deze waarde correspondeert met de activatie-energie E=1,4eV voor bulkdiffusie van Cu in Al [C.R.C.]. Het gevonden spectrum is eveneens iets breder dan dat voor de type M-metaalbanen. Dit kan te wijten zijn aan het feit dat zich in dit type banen zowel Si- als Cu-precipitatie afspeelt. De analyse is uitgevoerd in de veronderstelling dat er een enkelvoudige Gauss-verdeling heerst voor de activatie-energie, maar het echte spectrum kan best bestaan uit een verdeling met twee afzonderlijke pieken. Aangezien beide processen geactiveerd worden met een energie die in elkaars buurt ligt, zal het nog mogelijk zijn de gemeten data te fitten met een eenvoudige Gauss-verdeling voor de energie. Het spectrum wordt echter schijnbaar breder, omdat de piekenergieën ongeveer $\Delta E=0.15 \text{eV}$ uit elkaar liggen, elk met een breedte van $2\sigma=0,2eV$. Het reversibele proces dat zich in de type N-banen afspeelt, kan bijgevolg toegeschreven worden aan het simultaan optreden van Si- en Cu-precipitatie. De frequentiefactor voor de type N-banen ligt ook iets hoger dan voor vergelijkbare metallisaties zonder Cu. Indien deze factor de entropieterm bevat, dan is het logisch dat deze omgevingsfactor verschillend is voor beide types metallisaties. Indien men echter in termen van twee afzonderlijke pieken in de energieverdeling redeneert, dan is de bekomen frequentiefactor een soort gemiddelde waarde. Indien dezelfde frequentiefactor voor Si-precipitatie beschouwd wordt als in de type M-metaalbanen, dan zou dit betekenen dat de frequentiefactor voor Cu-precipitatie Vo.cn>8 109Hz.

Nu blijken zowel de amplitudes als de snelheden van de weerstandsveranderingen verschillend te zijn voor de bestudeerde twee types polykristallijne banen. De verklaring voor het verschil in amplitudes ligt vooral in het feit dat de Cu-precipitatie meer bijdraagt tot de weerstandsverandering. De reden hiervoor is de sterkere afhankelijkheid van de concentratie aan opgeloste Cu-atomen van de temperatuur. In polykristallijne filmen zal zowel Si-precipitatie als Cu-precipitatie bepaald worden door de diffusielengte, wat bepaald wordt door de gemiddelde korreldiameter. Deze is in beide gevallen vergelijkbaar. De snelheid van precipitatorming wordt echter vooral bepaald door de diffusiesnelheid van de precipiterende atomen in het gastmateriaal. De diffusiesnelheid van Si-atomen in Al *JVAN71, C.R.C.J.* Dit verklaart ook waarom de snelheid van de weerstandsveranderingen bij dezelfde temperatuur in de type N-metaalbanen groter is dan in de type M-metaalbanen.

3.7.3 Besluit

De invloed van Cu op de thermisch geïnduceerde processen in polykristallijne metaalbanen is bestudeerd door het vergelijken van twee identieke types banen. Uit de metingen blijkt dat zowel de amplitudes als de snelheden van de geobserveerde weerstandsveranderingen verschillend zijn bij de twee types banen voor identieke temperatuurbehandelingen. In de Al(Si)-banen wordt enkel Si-precipitatie verwacht, terwijl in de banen met 0,5%Cu-additie tegelijk Cu-precipitatie kan optreden. Aangezien de snelheid van precipitatievorming vooral bepaald wordt door de diffusiesnelheid van de precipiterende atomen in het gastmateriaal, zal Cu-precipitatie vlugger optreden dan Si-precipitatie [C.R.C, VAN71].

De waargenomen amplitudes van de weerstandsveranderingen kunnen opnieuw verklaard worden door beide fasediagrammen te beschouwen. Aangezien het type N-metallisaties zowel Si als Cu bevat, zal voor het totale effect van een temperatuurbehandeling op de verandering in concentratie aan opgeloste atomen in rekening gebracht worden. Via de correlatiefactoren voor Si- en Cu-oplossing kunnen de bijbehorende resistiviteitsveranderingen berekend worden en deze blijken goed te corresponderen met de geobserveerde veranderingen in de weerstand. Een gemeenschappelijk resultaat van herhaalde metingen is, dat het effect van precipitatie in de Al(Si,Cu)-metaalbanen ongeveer 2 à 3 keer groter dan in de Al(Si)-metaalbanen. Deze factor komt overeen met de berekende verhouding $\Delta R(AISi)/\Delta R(AISiCu) \approx 2,5$, zoals bekomen aan de hand van de fasediagrammen.

De spectrumanalyse bevestigt verder dat tijdens deze temperatuurbehandelingen een gelijkaardig proces geactiveerd wordt. De waarde van de activatie-energie E=1,4eV zoals bepaald voor de type N-metaalbanen correspondeert met een bulkdiffusieproces van Cu-atomen in Al. Het bredere spectrum in dit type banen kan te wijten zijn aan het simultaan optreden van Si- en Cu-precipitatie.

3.8 Samenvatting

In hoofdstuk 3 is de invloed van zuiver thermische behandelingen op de weerstand van verschillende types metallisaties bestudeerd met behulp van de "absolute" HRWM-techniek. Dit onderzoek is enerzijds belangrijk omdat in de literatuur geen uitgebreide studie bekend is die in-situ weerstandsveranderingen correleert met structurele veranderingen ten gevolge van thermische behandelingen in gelegeerde Al-metaalbanen. Anderzijds zullen de bekomen resultaten relevante informatie leveren bij de interpretatie van EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen, zoals duidelijk wordt in het volgende hoofdstuk.

Er zijn twee types experimenten uitgevoerd : enerzijds initiële uitgloeibehandelingen en anderzijds de zogenaamde "reversibele" experimenten. In een eerste paragraaf zijn alle mogelijke thermische geactiveerde processen besproken die kunnen optreden in - al dan niet gelegeerde Al-banen. De invloed op de weerstand is telkens berekend voor enkele typische uitgloeibehandelingen. Uit deze bespreking is duidelijk dat als mogelijke irreversibele proces het uitgloeien van defectclusters in aanmerking komt. De waargenomen reversibele weerstandsveranderingen kunnen op hun beurt verklaard worden door het oplossen en precipiteren van additie-elementen in de Al-matrix.

Indien niet-gepassiveerde koud gedeponeerde zuiver Al-metaalbanen onderworpen worden aan een initiële uitgloeibehandeling op een bepaalde temperatuur, dan worden weerstandsdalingen geobserveerd. Tijdens sequentiële temperatuurbehandelingen worden geen weerstandsveranderingen geobserveerd binnen de meetresolutie (~15ppm). Dit duidt erop dat er geen observeerbare reversibele processen optreden in dit type metallisatie. De weerstandsdalingen die optreden tijdens de eerste uitgloei-behandelingen worden daarom toegewezen aan het uitgloeien van defectclusters. De waargenomen amplitudes van de weerstandsveranderingen zijn zó klein (~1000ppm), dat de corresponderende vermindering in defectconcentratie niet waarneembaar is met TEM-observaties. Het geactiveerde proces kan echter wel gekarakteriseerd worden aan de hand van zijn activatie-energie. Verschillende analysemethodes zijn aangewend om de activatie-energie te bepalen en de resultaten komen goed overeen. Uit deze studie blijkt dat het proces inderdaad kan gekarakteriseerd worden met één activatie-energie E $\approx 1,3$ eV. Indien het uitgloeien van defecten het betreffende proces is, dan correspondeert deze activatie-energie met de som van de bulk vacaturemigratie-energie van Al en de bindingsenergie van vacatures met eventuele onzuiverheden of met de activatie-energie voor migratie van vacatureclusters.

Indien niet-gepassiveerde koud gedeponeerde Al1%Si-metaalbanen onderworpen worden aan een initiële uitgloeibehandeling op een bepaalde temperatuur, dan worden opnieuw weerstandsdalingen met amplitudes die beduidend groter zijn dan in zuiver Al-metallisaties. Tijdens sequentiële temperatuurbehandelingen worden nu eveneens weerstandsveranderingen geobserveerd. Dit duidt erop dat er zich nu wel reversibele processen voordoen in dit type metallisatie. Bovendien kunnen zowel de initiële weerstandsveranderingen als de weerstandsveranderingen tijdens "reversibele" processen niet meer gekarakteriseerd worden met behulp van één enkele activatie-energie. De geobserveerde weerstandsveranderingen kunnen volledig begrepen worden in termen van oplossen/precipiteren van een bepaalde concentratie Si-atomen in de Al-matrix. Voor het analyseren van het precipitatieproces is gebruik gemaakt van het energiespectrummodel van Gibbs. Uit deze analyse kan men besluiten dat het precipitatieproces van Si gekarakteriseerd wordt met een energiespectrum, gecentreerd rond E=1,2eV en met een breedte op halve hoogte van 25=0,2eV. De bijbehorende frequentiefactor is dan vo=2 109 Hz. Uit deze metingen blijkt eveneens dat de invloed van een passivatielaag op de weerstandsveranderingen ten gevolge van precipitatievorming, verwaarloosbaar klein is. Een vergelijkende studie is uitgevoerd op gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen met verschillende verhoudingen VOOL baanbreedte/gemiddelde korrelgrootte. Uit de metingen blijkt dat bij polykristallijne banen de gemiddelde korrelgrootte bepalend is voor de kinetiek. Indien echter polykristallijne en "bamboo"-banen met dezelfde gemiddelde korrelgrootte vergeleken worden, dan blijkt de kinetiek van het precipitatieproces verschillend te zijn. In "bamboo"-banen blijkt dat de diffusielengte voor precipitatie bepaald wordt door de baanbreedte en niet - zoals in polykristallijne banen - door de gemiddelde korrelgrootte. De additie van 0.5%Cu aan Al1%Si-metaalbanen blijkt enerzijds weerstandsmetingen te veroorzaken die 2 à 3 keer groter zijn in amplitude, wat verklaard kan worden door het simultaan optreden van Si- en Cu-precipitatie. Anderzijds blijkt uit de spectrumanalyse dat het spectrum voor de Al1%Si0,5%Cu-metallisaties gecentreerd is rond E=1,4eV, terwijl het spectrum voor Al1%Si-metallisaties steeds gecentreerd is rond E=1,2eV. De

terwijl het spectrum voor Al1%Si-metallisaties steeds gecentreerd is rond E=1,2eV. De verschuiving naar hogere energiewaarden kan verklaard worden door de hogere activatie-energie voor Cu-diffusie in Al.



Hoofdstuk 4 : Weerstandsveranderingen geïnduceerd door hoge DC-stroombelasting bij hoge temperatuur

4.1 Inleiding

4.1.1 EM tijdens sterke versnellingscondities

Tijdens traditionele levensduurtesten wordt het elektromigratieproces versneld door de componenten te onderwerpen aan een hoge stroomdichtheid bij hoge temperatuur. De testtemperatuur in "klassieke" testen is typisch T \approx 200°C en de stroomdichtheid is j>1MA/cm².

De MTTF-techniek is de meest gebruikte "klassieke" testmethode in de micro-elektronica. Hierbij wordt een significante set van geleiders onderworpen aan versnelde stroom- en temperatuurcondities, zoals reeds besproken in hoofdstuk 2. Het doel van deze levensduurtesten is het bepalen van de nodige parameters die toelaten een extrapolatie uit te voeren van de data bij versnelde condities naar de normale werkingscondities van de component. Typische testtijden voor MTTF-bepalingen zijn relatief lang : weken tot maanden.

In dit hoofdstuk zal worden aangetoond dat de HRWM-techniek kan gebruikt worden als een relatief vlugge "klassieke" testtechniek. Componenten kunnen hierbij getest worden onder hoge versnellingscondities, vergelijkbaar met deze gebruikt tijdens MTTF-testen. Er wordt aangetoond dat het mogelijk is een significant resultaat te bekomen op een veel kortere tijdsschaal van typisch enkele dagen. Met behulp van de HRWM-techniek is het bovendien mogelijk een duidelijk onderscheid te maken tussen de EM-resistentie van verschillende types metallisaties. Tenslotte vinden we een duidelijke correlatie tussen MTTF-resultaten en de resultaten verkregen met behulp van de voorgestelde HRWM-techniek.

4.1.2 Beschrijving van de metallisaties

De componenten die gebruikt worden in deze studie zijn typische commerciële metallisaties¹. Het substraat bestaat uit Si met een 0,7 μ m geoxideerde toplaag (SiO₂). Een 0,8 μ m dunne Al-metaalfilm is op het substraat gesputterd en de metaalbanen zijn in een meanderstructuur geëtst via fotolithografie. De metaalstructuur is gepassiveerd op een temperatuur T_{mese}=380°C met een Si-nitridelaag van ongeveer 1 μ m dik.

Elk preparaat van een bepaald type is afkomstig uit eenzelfde wafer en bezit dus dezelfde microstructuur voor wat betreft chemische samenstelling, korrelgrootte, Elk verpakt stukje wafer bevat o.a. 3 banen (a, b en c)2 met verschillende dimensies. In alle metingen waarvan de resultaten in dit hoofdstuk vermeld worden zijn enkel de type a banen belast met een EM-stroom. De beide andere types b en c zijn simultaan gemeten als referentie, al wordt hiervan in eerste instantie bij de "absolute" HRWM-techniek geen gebruik Daarbij wordt een kleine meetstroom gebruikt van I=0,5mA. Voor gemaakt. referentiebaan b betekent dit een verwaarloosbaar kleine stroomdichtheid j=0,01MA/cm2 en voor referentiebaan c is dit zelfs slechts j=0,005MA/cm². De chemische samenstelling van de metallisaties is Al met respectievelijk lwt%Si- en lwt%Si0,5wt%Cu-additie, gedeponeerd bij verschillende temperaturen. Het onderzoek omvat 6 types polykristallijne metallisaties, waarop eveneens conventionele MTTF-testen uitgevoerd zijn. In tabel 4.1 zijn alle geteste metallisaties gerangschikt. De gemiddelde korrelgrootte is bepaald aan de hand van een REM-studie, waarvoor de passivatielaag verwijderd werd.

Туре	Metallisatie	Depositietemperatuur T _{dep} (°C)	Gemiddelde korrelgrootte d (µm)	
Α	Al 1%Si 0,5%Cu	250	2,1	
В	Al 1%Si 0,5%Cu	400	1,8	
С	Al 1%Si	250	3,8	
D	Al 1%Si	400	2,5	
E	Al 1%Si 0,5%Cu	180	2,0	
F	Al 1%Si	180	3,5	

Tabel 4.1 : De 6 types metallisaties getest m.b.v. de MTTF- en HRWM-techniek.

¹ De bestudeerde verpakte componenten zijn geproduceerd door ALCATEL MIETEC, Oudenaarde.

² Baan a : breedte w=10 μ m en totale lengte l=6000 μ m. Baan b : w=4 μ m / l=2400 μ m. Baan c : w=2 μ m / l=1200 μ m. De initiële weerstand van elke baan is dezelfde.

4.1.3 Bepaling van de testtemperatuur van de metallisatie tijdens EM

De exacte bepaling van de testtemperatuur tijdens een EM-test onder hoge stroombelasting is niet zo triviaal. Het is namelijk niet zo dat de ingestelde temperatuur van de omgeving onmiddellijk de correcte testtemperatuur levert. Tijdens hoge stroombelastingen kan de temperatuur in de metaalbaan namelijk beduidend verschillend zal zijn van deze éénduidige omgevingstemperatuur.

Eerst en vooral zal, vanwege het Joule-effect tijdens EM-testen bij hoge stroomdichtheden, de temperatuur van de baan tijdens stroombelasting, T_{em} , altijd hoger zijn dan de temperatuur van de omgeving (gasoven/oliebad), T_{omg} . Door de Joule-opwarming geldt altijd dat $T_{em} = T_{omg} + \Delta T_{Joule}$.

Het is in verschillende opzichten belangrijk de temperatuur van de metaalbaan zo nauwkeurig mogelijk te bepalen. Het is bekend dat, indien tijdens EM-testen bij hoge stroombelastingen niet gecorrigeerd wordt voor de Joule-opwarming, dit leidt tot foutieve bepalingen van de stroomdichtheidsexponent. In de literatuur zijn waarden gepubliceerd voor de stroomdichtheidsexponent die extreem groot zijn zodat de verwachte levensduur van de componenten sterk onderschat wordt [BOB75,PAR85]. Deze redenering voor een foutieve bepaling van de stroomdichtheidsexponent kan herhaald worden voor wat betreft de bepaling van de activatie-energie van het EM-proces. Deze foutieve bepaling van de testtemperatuur zal altijd leiden tot een onderschatting van de verwachte levensduur. Bovendien worden daardoor vaak onrealistisch hoge activatie-energieën berekend, die tot verkeerde conclusies leiden over het verantwoordelijke diffusieproces tijdens de EM-testen.

Het komt er dus duidelijk op aan de bijdrage aan Joule-opwarming zo nauwkeurig mogelijk te bepalen. In deze paragraaf wordt verder een methode voorgesteld om deze bijdrage te bepalen.

Bovendien blijkt uit experimenten dat de temperatuur in de metaalbaan niet uniform verdeeld is, zodat het gebruik van een constante temperatuur een vereenvoudiging van de reële situatie is [BAE94]. Aangezien de bondingspaden koud zullen zijn, zullen aan de uiteinden van de metaalbaan immers temperatuurgradiënten ontstaan en hoe groter de gebruikte stroomdichtheid, hoe groter deze temperatuurgradiënten worden [BAE94]. Dit levert niet enkel een probleem bij het bepalen van de exacte testtemperatuur, maar veroorzaakt ook vaak ongewenste falingen aan de uiteinden van de metaalbaan [LLO92]. Met de structuren die normaal gezien beschikbaar zijn is het echter niet mogelijk deze

temperatuurgradiënten te bepalen, aangezien elke bepaling van de temperatuur via het meten van de weerstand van de totale baan gebeurt. In de volgende bespreking zullen de vermelde temperaturen dus steeds een gemiddelde waarde voor de totale metaalbaan zijn.

- Procedure en resultaten

Om de temperatuurtoename in de metallisatie ten gevolge van het aanleggen van een hoge stroom te bepalen, wordt het preparaat eerst op een bepaalde constante temperatuur T_{omg} gebracht die in de buurt van de gebruikte EM-testtemperaturen ligt. De weerstand van de metaalbaan wordt gemeten door een kleine meetstroom door het preparaat te sturen. Deze meetstroom moet voldoende klein zijn opdat er geen EM kan optreden en opdat de Joule-opwarming verwaarloosbaar klein is. Op het ogenblik dat de structuur van de metallisatie in evenwicht is ($\Delta R \approx 0$), wordt de hoge belastingsstroom aangelegd. De weerstand van de metaalbaan zal onmiddellijk stijgen ten gevolge van het Joule-effect. Dit is een effect dat in 1 à 2 microseconden optreedt [FUR90,MAI89,SHO90]. Met behulp van de TCR op temperatuur T_{em} kan dan de temperatuurtoename berekend worden via de eenvoudige formule

$$\Delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{\Delta R}{R_{10}}$$
(4.1)

met $\Delta R = R_1 - R_{10}$

 R_{10} : weerstand tijdens lage meetstroombelasting I_0 R_1 : weerstand tijdens hoge teststroombelasting I α : temperatuurcoëfficiënt van de metallisatie op T_{em} .

Figuur 4.1 toont de resultaten van een reeks experimenten om deze Joule-bijdrage te bepalen op een type B-metallisatie. De vooraf beschreven procedure werd hier achtereenvolgens toegepast bij twee constante insteltemperaturen $T_{omg}=150^{\circ}C$ en $T_{omg}=200^{\circ}C$ en bij verschillende stroombelastingen. Uit deze metingen kan het lineaire verband tussen vermogen en Joule-opwarming bepaald worden. De evenredigheidsfactor is een maat voor de thermische geleidbaarheid van het substraat en de keramische verpakking.



Figuur 4.1: Bepaling van de Joule-opwarming van een 10μm brede metallisatie ten gevolge van hoge DC-stromen (van I=25mA, j=0,63MA/cm² tot I=200mA, j=2,5MA/cm²) bij [1] T_{omg}=150°C en [2] T_{omg}=200°C.

Bespreking

De berekende temperatuurtoename door Joule-opwarming in de geteste banen blijkt relatief groot te zijn en kan dus zeker niet verwaarloosd worden. De oorzaak van deze relatief grote opwarming ligt in eerste instantie bij de gebruikte hoge stroomdichtheden. Een tweede bepalende factor is het feit dat het om brede banen gaat (w=10 μ m) die verpakt zijn. Voor dezelfde stroomdichtheden bij smallere verpakte banen, vindt men een veel kleinere Joule-opwarming. Dit wordt duidelijk via volgende berekeningen.

Het vermogen P geleverd door de belaste baan is

$$P = R I^{2} = \rho \frac{1}{s} j^{2} S^{2} = \rho I j^{2} w h$$
(4.2)

met R: weerstand van de metaalbaan

I : stroom door de metaalbaan

p : resistiviteit van de metaalbaan

- j: stroomdichtheid
- S, I, w, h : doorsnede, lengte, breedte en dikte van de metaalbaan.

Het bedrag aan Joule-opwarming bestaat uit twee termen voor een verpakte metallisatie, nl. een eerste term die bepaald wordt door de warmtegeleiding naar het substraat - en eventueel ook de passivatielaag - toe (thermische geleidbaarheid van SiO₂) en een tweede

101

term, bepaald door de warmtegeleiding naar de (keramische) verpakking. De temperatuurstijging ten gevolge van het Joule-effect wordt dus

$$\Delta T = R_{th} P + R_{p} P$$

met R_{tb} : thermische weerstand van substraat/passivatie R_{p} : thermische weerstand van de verpakking

Uiteindelijk geldt dus dat

$$\Delta T = (\mathbf{R}_{th} + \mathbf{R}_{p}) \rho \mathbf{I} \mathbf{j}^{2} \mathbf{w} \mathbf{h} .$$
(4.3)

Deze uitdrukking beschrijft de temperatuurtoename in de metaalbaan ten gevolge van het aanleggen van een hoge stroomdichtheid. Het is duidelijk dat de voornaamste bepalende factor voor de Joule-opwarming in verpakte metallisaties naast de stroomdichtheid, de breedte van de metaalbaan is. Zoals blijkt uit formule (4.3) zal de correctie dus vooral belangrijk zijn tijdens EM-experimenten bij hoge stroombelastingen in brede banen. Indien smallere banen getest worden, dan wordt het Joule-effect veel kleiner. De eigenschappen van de onder- en bovenliggende laag (dikte, samenstelling) spelen uiteraard ook een belangrijke rol, maar dit is een factor die meestal vastligt vanwege produktie-overwegingen in de microtechnologie.

In het verder verloop van dit werk zal de aangegeven EM-testtemperatuur steeds de voor Joule-opwarming gecorrigeerde waarde zijn, m.a.w. de gemiddelde temperatuur in de metaalbaan zelf.

4.2 Tijdsafhankelijkheid

4.2.1 Kinetiek van EM-gedrag bij onbehandelde metallisaties

Indien een niet-voorbehandelde metaalbaan onderworpen wordt aan een hoge stroomdichtheid bij hoge temperaturen, dan kan men de weerstandsveranderingen meten als functie van de tijd. In deze studie wordt geopteerd voor EM-testen gedurende isotherme temperatuurbehandelingen. EM-testen uitgevoerd tijdens continu lineaire temperatuurbehandelingen zijn moeilijker uit te voeren. Bovendien kunnen er zich bijkomende complicaties voordoen, aangezien de structuur van de metallisatie functie is van de temperatuur. Zoals reeds besproken in hoofdstuk 3, kunnen simultaan reversibele, thermisch geactiveerde processen optreden die de interpretatie van de weerstandsveranderingen moeilijk maken.

In figuur 4.2 worden resultaten van typische EM-testen getoond op 2 types niet-voorbehandelde metallisaties, uitgevoerd m.b.v. de "absolute" HRWM techniek. Een eerste faze wordt gekenmerkt door een weerstandsdaling. Afhankelijk van de versnellingsparameters (T, j) wordt een minimum bereikt en begint een tweede faze waarin de weerstand stijgt. De initiële weerstandsdaling wordt gemeten tijdens EM-experimenten op alle types niet-uitgegloeide gelegeerde Al-metallisaties en is duidelijk niet geïnduceerd door de elektronenwind.

Zoals reeds aangetoond in hoofdstuk 3 kan dit stadium toegewezen worden aan een reversibel thermisch geactiveerd proces : precipitatie van de additie-elementen in Al. Het tweede lineaire stadium is dan toe te wijzen aan EM-geïnduceerde veranderingen in de metallisatie.



Figuur 4.2: Weerstandsveranderingen van 2 types onbehandelde metallisaties tijdens een EM-experiment : (a) type D [A11%Si] : T_{em} =260°C en j=0,6MA/cm² ($\Delta T_{Joule} \approx +5$ °C) (b) type B [A11%Si0,5%Cu] : T_{em} =260°C en j=1,6MA/cm² ($\Delta T_{Joule} \approx +25$ °C).

4.2.2 Kinetiek van EM-gedrag bij voorgegloeide metallisaties

Om de bijdragen van zuiver thermisch geactiveerde en EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen te scheiden, worden de metallisaties onderworpen aan een voorgloeibehandeling. Tijdens deze temperatuurbehandeling zullen irreversibele processen (uitgloeien van defecten) evenals reversibele processen (precipitatie van additie-elementen) optreden, zoals besproken in hoofdstuk 3. Deze processen geven aanleiding tot een weerstandsdaling. Gedurende deze eerste stap wordt de metallisatie onderworpen aan een verwaarloosbaar kleine meetstroom, I_0 , bij een hoge uitgloeitemperatuur T_{gl} gedurende typisch 48-72 uur. De temperatuur T_{gl} wordt hoger dan de testtemperatuur tijdens EM, T_{em} , gekozen. Enerzijds is dit opdat alle irreversibele processen geactiveerd zouden worden, anderzijds om deze processen voldoende te versnellen. De snelheid waarmee het preparaat vervolgens afgekoeld wordt naar T_{em} wordt zo traag mogelijk gekozen (tussen tijden t_1 en t_2). In een vorig hoofdstuk werd aangetoond dat de bijdrage aan weerstandsveranderingen t.g.v. de reversibele processen kleiner is na trage opwarm-/afkoelsnelheden. Na relaxatie op T_{em} , (op tijdstip t_3). In figuur 4.3 wordt schematisch het temperatuur-en stroomverloop getoond van zo'n EM-experiment op voorgegloeide metallisaties.



Figuur 4.3 : Schematische voorstelling van het temperatuur- en stroomprofiel voor het uitvoeren van een EM-experiment op een voorgegloeide metallisatie.

Figuur 4.4a laat het resultaat zien van een voorgloeibehandeling op een gepassiveerde Al 1%Si0,5%Cu-metallisatie (type B) en figuur 4.4b het daarop volgende EM-experiment op dezelfde voorgegloeide metallisatie. Tijdens het EM-experiment zal de weerstand nu onmiddellijk stijgen ten gevolge van het opzetten van de hoge DC-stroom. Bij hoge DC-stroombelasting van metaalbanen bestaande uit Al-legeringen vindt men een typisch weerstandsgedrag als in figuur 4.4b. Dit resultaat lijkt op metingen bekomen via "brug"-technieken. Zoals echter reeds aangehaald in hoofdstuk 2 is het gevaarlijk aan te nemen dat alle weerstandsveranderingen die men meet toe te wijzen zijn aan EM. Het enige dat we met zekerheid kunnen stellen is, dat m.b.v. de "absolute" HRWM-techniek, alle geobserveerde weerstandsveranderingen afkomstig zijn van processen die zich afspelen in de geteste metaalbaan !

Uit hoofdstuk 3 is duidelijk dat reversibele processen in de Al-metaalbanen aanleiding zullen geven tot weerstandsveranderingen. Deze weerstandsveranderingen worden geactiveerd door zuivere temperatuurveranderingen. Zo zal een plotse toename in de temperatuur aanleiding geven tot een niet-lineaire stijging in de weerstand, terwijl een plotse afname in de temperatuur aanleiding geeft tot een niet-lineaire weerstandsdaling. Slechts enkele graden temperatuurverandering zijn voldoende om processen te activeren die weerstandsveranderingen induceren van enkele honderden tot duizenden ppm. Deze reversibele processen kunnen begrepen worden in termen van precipitatie en oplossen van de additie-elementen in Al.





(b) Weerstandsveranderingen gedurende het daarop volgende EMexperiment op dezelfde uitgegloeide metaalbaan bij $T_{em}=250^{\circ}C$ en $j=1,5MA/cm^2$ ($\Delta T_{soule}\approx+10^{\circ}C$).

In dit hoofdstuk worden legeringen van Al besproken, zodat het effect van precipiteren en oplossen van de additie-elementen op de weerstand zeker in rekening moet gebracht worden. Bij het aanleggen van de hoge DC-stroombelasting zal Joule-opwarming optreden. Voor deze types preparaten zal de temperatuurstijging ten gevolge van dit effect enkele graden zijn, afhankelijk van de waarde van de stroom. De berekende temperatuurstijging ten gevolge van de stroombelasting in het EM-experiment uit figuur 4.4b is bijvoorbeeld $\Delta T_{\text{Joule}} \approx +8^{\circ}$ C. Uit de experimenten uitgevoerd op dit type metallisatie in hoofdstuk 3 is bekend dat ten gevolge van deze opwarming een deel van de Cu-precipitaten in oplossing zal gaan, wat gepaard gaat met een weerstandsstijging van ongeveer 1500ppm. Deze relatieve weerstandsverandering correspondeert met de waargenomen initiële stijging in het eerste deel van de meting.

Om deze conclusie beter te staven, zijn controlemetingen uitgevoerd op verschillende types metallisaties. Hierbij zijn zogenaamde "temperatuurstap-" of "reversibele" experimenten uitgevoerd, waarbij een uitgegloeide metallisatie een vooraf bepaalde temperatuurbehandeling ondergaat. De temperatuurverandering correspondeert hierbij met de hoeveelheid Joule-opwarming in het begin van een EM-experiment op een identiek preparaat. In beide gevallen worden de weerstandsveranderingen opgemeten als functie van de tijd. Een voorbeeld van zo'n vergelijkend experiment is getoond in figuur 4.5a en 4.5b.

Uit het vergelijken van de opgemeten data in beide figuren is het duidelijk dat zowel de amplitude van de weerstandsveranderingen als de kinetiek van het proces vergelijkbaar zijn. Dit betekent dat de eerste niet-lineaire faze in het EM-experiment kan toegewezen worden aan het oplossen van een bepaalde concentratie aan Cu-precipitaten ten gevolge van de Joule-opwarming in de metaalbaan. Met behulp van de "absolute" HRWM-techniek is men bijgevolg in staat de weerstandsveranderingen, direct geïnduceerd door de elektronenwind, te scheiden van de weerstandsveranderingen, geïnduceerd door andere simultaan optredende processen.

Een vaak voorkomend type experiment, uitgevoerd met HRWM-technieken, betreft het opmeten van de weerstandsveranderingen na het afzetten van de EM-stroom. Hierbij worden weerstandsdalingen geobserveerd die door vele auteurs toegewezen worden aan een relaxatiemechanisme [LLO87, LLO90, L1_92]. Dit betekent dat het grootste deel van de geïnduceerde schade tijdens het EM-experiment opnieuw hersteld kan worden. Verschillende onderzoekers baseren zich op deze waarnemingen om een theoretisch model voor EM op te stellen [BAU91, LLO90, NIE93a, NIE93b]. Weerstandsmetingen, uitgevoerd tijdens EM-experimenten bij gepulseerde DC-belasting kunnen eveneens meestal verklaard worden door deze thermische geactiveerde processen in rekening te brengen [HIN92, SHO90]. Herhaalde experimenten uitgevoerd met de "absolute" HRWM-techniek duiden erop dat het grootste deel van de weerstandsdalingen na EM dus eveneens een gevolg zijn van een proces, geactiveerd door de temperatuurdaling ten gevolge van het Joule-effect. Dit proces wordt, zoals besproken in hoofdstuk 3. toegewezen aan het uitprecipiteren van een bepaalde concentratie aan additie-elementen. In hoofdstuk 5 wordt deze conclusie verder gestaafd door het uitvoeren van EM-experimenten op zuiver Al en bij lage stroomdichtheden.





(a) Initièle stadium tijdens een EM-experiment op een uitgegloeide type D-metaalbaan met $T_{omg}=225^{\circ}C$ en $j=1,5MA/cm^2$ ($\Delta T_{Joule}\approx+15^{\circ}C$).

(b) Weerstandsverandering op $T=240^{\circ}C$ na een abrupte temperatuurstijging van $+15^{\circ}C$.

4.2.3 Definitie van een evaluatieparameter voor EM

Zoals uit de voorgestelde EM-metingen in 4.2 en 4.4 is het lineaire deel van de weerstandsveranderingen duidelijk geïnduceerd door EM. In dit stadium kan de snelheid van de weerstandsverandering (SW) bepaald worden. Deze parameter wordt gedefinieerd als de afgeleide van de relatieve weerstandsverandering naar de tijd

$$SW = \frac{d(\Delta R/R)}{dt}$$
(4.4)

met

SW : de <u>S</u>nelheid van de <u>W</u>eerstandsverandering $\Delta R/R=(R(t)-R(0))/R(0)$: relatieve weerstandsverandering R(t) : weerstand van de metaalbaan op tijd t en temperatuur T_{em} t : tijd tijdens een EM ensemberend en T

t : tijd tijdens een EM-experiment op Tem-

107

Deze parameter zal verder gebruikt worden als evaluatieparameter om het EM-gedrag van de verschillende types bestudeerde metallisaties te karakteriseren m.b.v. de HRWM.

4.2.4 Model voor weerstandsveranderingen geïnduceerd door EM

Om een analyse te kunnen uitvoeren van de weerstandsveranderingen ten gevolge van de elektronenwind, is het noodzakelijk over een model te beschikken dat de afhankelijkheid van deze parameter beschrijft als functie van de versnellingsparameters en als functie van de materiaaleigenschappen.

Theoretische EM-modellen

Verschillende modellen zijn voorgesteld om het proces van EM te beschrijven, maar geen van alle blijken ze in staat alle waargenomen fenomenen te verklaren. De fysische mechanismen die aan de basis liggen van EM zijn goed gekend en worden algemeen geaccepteerd. EM kan essentieel als een diffusieproces beschreven worden, waarbij de drijvende kracht het uitwendig aangelegde elektrisch veld is. Indien echter vertrekkende van de diffusievergelijkingen van Fick, een vergelijking (zie formule (1.3)) opgesteld wordt, dan blijken de gevonden meetresultaten hieraan niet te voldoen. Zo zal een eenvoudige fluxvergelijking aanleiding geven tot een stroomdichtheidsexponent n=1, terwijl met de meeste EM-testtechnieken n>1 geobserveerd wordt.

Enkele nieuwe modellen zijn voorgesteld, waarbij het zogenaamde Blech-effect in rekening gebracht wordt. In deze modellen worden twee fluxvergelijkingen opgesteld : enerzijds de flux van de diffunderende atomen/vacatures ten gevolge van de "elektronenwind" en anderzijds de terugdiffusie van atomen/vacatures door de spanningsgradiënt die ontstaat tijdens EM [LLO91,LLO93,SHA86]. Deze zijn gebaseerd op de creatie en migratie van vacatures door de elektronenwind. Al deze modellen leiden echter enkel tot een uitdrukking voor de falingstijd, t_p van een component die onderworpen wordt aan EM i.f.v. de versnellingsfactoren (T en j). Bauer anderzijds geeft - een nogal intuïtieve - verklaring voor de verschillende stadia die optreden tijdens een EM-experiment uitgevoerd met een lage resolutie weerstandsmeettechniek [BAU91].

Een twee-deeltjesflux-model tenslotte, dat gecorreleerd is met weerstandsmetingen uitgevoerd m.b.v een hoge resolutie "brug"-techniek, is ontwikkeld door Niehoff [NIE93,NIE94]³.

³ Zoals reeds vroeger vermeld, is uit de resultaten bekomen via een "brug"-techniek niet altijd af te leiden wat de echte bijdrage is van de elektronenwind aan de gemeten Daarnaast bestaat een reeks EM-modellen die de evolutie van de mechanische spanning tijdens EM beschrijven in gepassiveerde banen [KOR93a,KOR93b,KOR93c]. Hierbij wordt verondersteld dat de spanning, opgebouwd tijdens EM de groei van gaten, initieel aanwezig in de baan, bevordert. Er bestaan uitgebreide studies van de spanningsevolutie in bijna-bamboo en bamboo type gepassiveerde metaalbanen. Deze laatste reeks modellen zijn in essentie gebaseerd op dezelfde principes als de vacatureflux-modellen.

Geen van deze modellen kan echter alle waargenomen fenomenen verklaren. De reden hiervoor is dat EM een heel complex fenomeen is, dat bepaald wordt door verschillende factoren die elkaar ook nog eens onderling kunnen beïnvloeden. Om dit te illustreren wordt in figuur 4.6 een schematisch overzicht gegeven van de belangrijkste van deze factoren en hun invloed op het EM-mechanisme.



Figuur 4.6 : Schematische voorstelling van de belangrijkste factoren die het EM-proces in een metaalbaan beïnvloeden.

Zelfs indien deze modellen niet alle fenomenen kunnen verklaren, bezitten ze meestal toch een paar gemeenschappelijke en te verifiëren kenmerken. Zo worden de stroomdichtheidsafhankelijkheid en de temperatuurafhankelijkheid van de falingstijd op

weerstandsveranderingen. In vele modellen worden daardoor alle geobserveerde weerstandsveranderingen toegeschreven aan EM, wat niet altijd correct is. Zo wordt ook de niet-lineaire initiële faze, geobserveerd tijdens weerstandsmetingen, beschreven door het twee-deeltjesfluxmodel van Niehoff als een eerste faze in het EM-proces. dezelfde manier beschreven. De uitdrukking voor de falingstijd, herleidt zich meestal tot de volgende vorm, die dezelfde vorm heeft als de empirische Black-vergelijking [BLA69] :

$$1/t_f = A j^n \exp(-E/kT)$$
(4.5)

met t_r : falingstijd of tijd behorende bij een bepaald falingscriterium

A : materiaalconstante

n : stroomdichtheidsexponent (~2)

j: stroomdichtheid

E : activatie-energie

k : constante van Boltzmann

T : absolute temperatuur.

Het is duidelijk dat het gebruik van dit model eveneens impliceert dat er zich slechts één proces afspeelt met één bepaalde activatie-energie E.

· Empirisch model voor EM-geinduceerde weerstandsveranderingen

Uit experimenten vindt men dat de falingstijd omgekeerd evenredig is met de snelheid van de weerstandsveranderingen [BOB75, MAI88].

Op basis van vergelijking (4.5) leidt dit tot een uitdrukking van de volgende vorm

$$SW = \frac{d(\Delta R/R)}{dt} = A^* j^n \exp(-E/kT)$$
(4.6)

met A": materiaalconstante

andere symbolen : dezelfde betekenis als vroeger.

Bij metingen verkregen m.b.v. resistometrische "brug"-technieken wordt deze vergelijking vaak gebruikt om de invloed van temperatuur en stroomdichtheid op de SW te bestuderen *[SCO90, SCO91, SH171, ROS68, HUM76, MA188]*. Een belangrijke veronderstelling bij het gebruik van deze vergelijking is het feit dat EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen voldoen aan een eerste orde kinetiek. D.w.z. dat de weerstand lineair met de tijd verandert en dat een karakteristieke SW-factor kan bepaald worden. Uit experimenten blijkt dat deze lineaire toename van de weerstand tijdens EM inderdaad in vele gevallen optreedt *[HUM76]*, maar in andere gevallen treedt er bijna geen weerstandsverandering op tot faling *[DEL85, SPE89]* of treden abrupte weerstands-

veranderingen op tijdens de test [HON93, SHI91]. Meestal zijn deze effecten te wijten aan de specifieke geometrie versus gemiddelde korrelgrootte van de geteste banen of aan de extreem hoge versnellingsfactoren die gebruikt worden.

In deze studie van polykristallijne metaalbanen is onder alle gebruikte testcondities een faze te onderscheiden waarin de weerstand lineair met de tijd stijgt o.i.v. EM. Initiële niet-lineaire weerstandsveranderingen worden in deze studie toegeschreven aan thermisch geactiveerde processen die onafhankelijk van EM kunnen optreden (uitgloeien van defecten, precipiteren/oplossen van additie-elementen, ...). Het is deze lineaire faze die verder zal gebruikt wordt om de invloed van de versnellingsparameters te onderzoeken met behulp van vergelijking (4.6).

4.3 Afhankelijkheid van de temperatuur; bepaling van de activatie-energie

4.3.1 Polykristallijne gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

Figuur 4.7 laat de weerstandsveranderingen zien van EM-experimenten op verschillende onbehandelde Al 1%Si-metallisaties (type F) als functie van de tijd. De stroomdichtheid is dezelfde tijdens elke test : $j=1.9MA/cm^2$.



Elke meting is uitgevoerd op een nieuwe metallisatie en op een andere testtemperatuur T_{em} . De totale tijdsduur van elke meting is 48 uur. Bij de laagste temperaturen is de initiële weerstandsdaling (zoals hierboven besproken) nog duidelijk waar te nemen. Deze daling wordt kleiner naarmate de temperatuur toeneemt en bij T_{em} =200°C is deze zelfs volledig verdwenen. Dit betekent dat het relaxatie-proces volledig gemaskeerd wordt door het EM-proces.

De Boltzmann-factor in vergelijking (4.6) levert een methode om de activatie-energie van het diffusiemechanisme te bepalen dat aan de basis ligt van het EM-proces. Indien men een Arrhenius-plot maakt van ln (SW) i.f.v. 1/kT dan bepaalt de helling de activatie-energie E. Voor dit type metallisaties wordt een goede lineaire fit bekomen. De waarde voor de activatie-energie $E=(0,7\pm0.1)eV$ zoals berekend via de data uit figuur 4.8 duidt op een korrelgrensdiffusie-proces. De bestudeerde metaalbanen zijn hier van type F (zie tabel 4.1). Uit REM-studies blijkt dat het om polykristallijne banen gaat en uit de literatuur is bekend dat in het beschouwde temperatuurgebied ($T_{em}<0.5T_s$) diffusie via korrelgrenzen inderdaad het meest waarschijnlijke proces is.



Figuur 4.8 : Arrhenius-plot voor het EM-proces in All%Si-metaalbanen (type F).

4.3.2 Polykristallijne gepassiveerde AI1%Si0,5%Cu-metallisaties

Figuur 4.9 laat de weerstandsveranderingen zien van EM-experimenten op onbehandelde Al1%Si0,5%Cu-metallisaties (type E) als functie van de tijd. De stroomdichtheid is opnieuw dezelfde tijdens elke test : $j=1,9MA/cm^2$. Elke meting is uitgevoerd op een

nieuwe metallisatie en op een andere testtemperatuur T_{em} . De tijdsduur van elke meting is 48 uur.

Als men deze metingen vergelijkt met deze uitgevoerd op de Al1%Si-metallisaties, dan is het duidelijk dat de initiële weerstandsdaling nu veel belangrijker is. In hoofdstuk 3 is dit proces uitvoerig besproken en toewezen aan het effect van Cu-precipitatie. Zelfs bij de hoogste testtemperatuur is het effect van de precipitatie nog duidelijk waar te nemen. Zoals bij Al1%Si neemt de amplitude van de daling af bij toenemende temperatuur. Bij lage temperaturen is het precipitatieproces een traag lopend proces. Zoals reeds uit figuur 4.9 af te leiden is, heeft additie van Cu aan de Al-metallisatie een gunstig effect op de weerstand tegen EM. Dit gunstige effect is reeds aangetoond in verschillende MTTF-studies en [AME70, DHE71, FRE93, KIM92a, KIM92b]. Voor de weerstandsmetingen betekent dit dat bij lage versnellingscondities het EM-proces een zeer kleine SW zal hebben. Dit alles heeft tot gevolg dat vlugge EM-testen onder lage versnellingscondities bij dit type metallisaties praktisch onmogelijk zijn.



Bij niet-voorbehandelde metallisaties zal het effect van de precipitatie op de weerstandsveranderingen zo groot zijn dat deze de EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen maskeren. Sommige auteurs concluderen hieruit dat de enige oplossing erin bestaat EM-testen uit te voeren onder extreem hoge versnellingscondities [SAN94]. De vraag hierbij is dan terecht of deze testen dan nog relevant zijn [LLO92].

Via de Boltzmann-factor in vergelijking (4.6) kan opnieuw de activatie-energie van het diffusiemechanisme bepaald worden dat aan de basis ligt van het EM-proces. De Arrhenius-plot In (SW) i.f.v. 1/kT wordt getoond in figuur 4.10. Het blijkt dat voor dit type metallisaties uit deze data niet langer een éénduidige lineaire fit kan bekomen worden. De plot toont een afwijking van de lineariteit a.f.v. de temperatuur. Uit de lineaire fit in het hoge temperatuurgebied kan een waarde afgeleid worden voor de activatie-energie van ongeveer $E=(0,7\pm0.1)eV$. Dit duidt erop dat in dit gebied opnieuw Al-korrelgrensdiffusie het dominerende mechanisme is. In het lage temperatuurgebied gaat de activatie-energie over naar hogere waarden (~1,2eV). Deze waarde komt in de buurt van de activatie-energie voor bulkdiffusie in Al (~1,4eV).



Figuur 4.10: Arrhenius-plot voor het EM-proces in type E Al 1%Si 0,5%Cu-metaalbanen.

De bestudeerde metaalbanen zijn hier van type E (zie tabel 4.1). REM-studies tonen aan dat type E polykristallijne banen zijn. In het beschouwde testtemperatuurgebied ($T_{em} < 0.5T_{v}$) zal diffusie via korrelgrenzen inderdaad ook voor dit type het meest waarschijnlijke proces zijn.

Dit is ook de verklaring voor de bekomen activatie-energie voor korrelgrensdiffusie in het hoge temperatuurgebied. Bij deze hoge temperaturen zullen de Cu-atomen in oplossing zijn in de Al-matrix. Uit het fasediagram vindt men dat 0,5wt%Cu volledig in oplossing is bij T>300°C. Opgeloste Cu-atomen bevinden zich meestal in de bulk van de korrels. Sommige studies wijzen uit dat de Cu-atomen zich ook in opgeloste toestand aan de

korrelgrenzen kunnen vestigen, maar de concentratie aan Cu-atomen aan de korrelgrenzen is altijd klein in vergelijking met de bulkconcentratie [SMA94].

Bij temperaturen T<300°C zullen de Cu-atomen precipiteren, zoals uit het fazediagram blijkt. Dit is een ingewikkeld proces dat uit verschillende stappen kan bestaan, naargelang de temperatuur en de uitgloeitijd. De eindfaze van dit proces is een evenwicht tussen de Al-matrix, waarin een concentratie Cu-atomen in oplossing is en een nieuwe stabiele faze (0-faze) Al₂Cu. Uit studies van dit precipitatiegedrag in metaalbanen kan men besluiten dat deze Al, Cu-precipitaten zich vooral zullen vormen aan de korrelgrenzen, bij voorkeur aan tripelpunten [BER71, COL94a, FRE93, NEM94]. Een aantal van de precipitaten kan zich ook aan dislocaties vormen [HOY91]. Indien een deel van de korrelgrenzen gedecoreerd zijn met deze precipitaten, dan kan dit de korrelgrensdiffusie belemmeren en/of vertragen. Dit laatste wordt vaak als een plausibele verklaring aangenomen voor de bekomen activatie-energie van bulkdiffusie in het lage temperatuurgebied [LLO90, NEM94]. Deze verklaring is echter in strijd met de algemene diffusietheorie, waar de activatie-energie bepaald wordt door het temperatuurbied waarin het diffusieproces geactiveerd wordt. Deze theorie stelt dat in het lage temperatuurgebied (0,3T,<T<0,5T, waarbij T,=smelttemperatuur in Kelvin) korrelgrensdiffusie het dominerende mechanisme is [SCH87]. Voor een Al-metallisatie is dit temperatuurgebied ongeveer tussen 200°C en 300°C. Voor nog lagere temperaturen Dit diffusieproces wordt echter in Al wordt oppervlaktediffusie belangrijk. gekarakteriseerd door een lage activatie-energie van ongeveer E=0,28eV, zodat dit geen verklaring kan zijn voor de bekomen waarde voor de activatie-energie.

Er zijn echter nog andere mogelijke verklaringen voor de waargenomen hoge activatie-energie :

(1) De Al₂Cu-precipitaten aan de korrelgrenzen vertragen en/of stellen het EM-proces uit. Bovendien kunnen zich ook Cu-atomen in oplossing aan de korrelgrenzen bevinden en deze kunnen op hun beurt het EM-proces beïnvloeden. Het is bekend dat de activatie-energie voor diffusie in een metallisatie met een bepaalde onzuiverheidsgraad, groter is dan in zuiver materiaal. De reden hiervoor is, dat de onzuiverheidsatomen zich kunnen binden met de migrerende atomen, zodat de activatie-energie verhoogd wordt met een bedrag gelijk aan de bindingsenergie van de migrerende atomen met de onzuiverheidsatomen [DAM71]. (2) Studies tonen aan dat toevoeging van een kleine hoeveelheid Cu aan een Al-metallisatie - zelfs in oplossing - het materiaal veel sterker (mechanisch) maakt [VEN90]. Trekspanningstesten uitgevoerd op dit materiaal tonen aan dat de kritische spanning waarbij het materiaal breekt veel hoger ligt bij Al-Cu-legeringen dan bij zuiver Al. De verklaring hiervoor ligt in het feit dat precipitaten en onzuiverheidsatomen in oplossing de aanwezige dislocatielijnen kunnen vasthouden. Zo zal plastische vervorming, veroorzaakt door het verplaatsen en accumuleren van dislocatielijnen, gehinderd worden. Uit verschillende studies blijkt duidelijk dat er een zekere correlatie bestaat tussen de mechanische strekte van een materiaal en zijn EM-resistentie [ARZ91].

4.4 Afhankelijkheid van de stroomdichtheid ; bepaling van de stroomdichtheidsexponent

4.4.1 Polykristallijne gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

Zoals uit vergelijking (4.6) blijkt, kan men de afhankelijkheid van de stroomdichtheid uitdrukken via de exponent n. In de literatuur wordt een grote spreiding in n gepubliceerd gaande van n=1 tot 5 en hoger. Deze grote spreiding in de resultaten is vaak een gevolg van de gebruikte meetmethode. Bij sterk versnelde testen, waarbij j in de orde 1MA/cm²-10MA/cm², zal de bijdrage aan Joule-opwarming immers zeer belangrijk zijn. Indien hiervoor niet gecorrigeerd wordt, kan inderdaad een exponent n bekomen worden die onrealistisch hoog is.

Een uitgebreide studie van de stroomdichtheid-afhankelijkheid is uitgevoerd op 4 types metallisaties (types A, B, C en D zoals beschreven in tabel 4.1). Hiervoor zijn opnicuw 48 uur durende EM-testen uitgevoerd tijdens constante temperatuur T_{em} =269°C en bij verschillende stroombelastingen. Tijdens deze versnellingscondities is een lineaire toename in de weerstand als functie van de tijd waar te nemen, zodat de SW-en kunnen bepaald worden.

Figuren 4.11a en 4.11b tonen de resultaten op 2 types niet-voorbehandelde Al1%Si-metaalbanen. Zoals reeds besproken in vorige paragraaf zal de weerstand initieel dalen. De lineair stijgende faze wordt opnieuw gebruikt de parameter SW te bepalen en de j-afhankelijkheid te karakteriseren.

Uit deze metingen is duidelijk dat type C-metallisaties minder onderhevig zijn aan EM dan type D-metallisaties. Het enige verschil tussen deze 2 types is de depositietemperatuur van de metaalfilm. Dit heeft vooral invloed op de gemiddelde korrelgrootte, zoals ook duidelijk uit tabel 4.1. Beide banen bestaan uit polykristallijn materiaal, maar de gemiddelde korrelgrootte van type C is kleiner dan die van type D.



Figuur 4.11 : EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen in een All%Si-metaalbaan bij $T_{gm}=269^{\circ}C$: (a) type C : [1] j=0,3MA/cm² [2] j=0,6MA/cm² [3] j=0,9MA/cm² [4] j=1,3MA/cm² [5] j=1,6MA/cm² ($\Delta T_{Joule}=1^{\circ}C - 28^{\circ}C$) (b) type D : [1] j=0,3MA/cm² [2] j=0,6MA/cm² [3] j=0,9MA/cm² [4] j=1,3MA/cm² ($\Delta T_{Joule}=1^{\circ}C - 23^{\circ}C$).

Kleinere korrels betekent in eerste instantie dat het materiaal mechanisch sterker is [CHA90b,MAH95]. Aangezien precipitatie een diffusie-gelimiteerd proces is, zal de diffusielengte vooral bepaald worden door de gemiddelde korrelgrootte. Dit betekent dat ook de diffusielengte voor de Si-atomen in het geval van kleinere korrels korter is. Bij eenzelfde temperatuur zal de evenwichtsconcentratie aan Si-precipitaten in type C-metaalbanen dus vlugger bereikt worden en eventueel zelfs groter zijn. Dit kan een reden zijn voor het vertragen en/of belemmeren van korrelgrensdiffusie en bijgevolg voor geobserveerde de verhoogde EM-resistentie.

4.4.2 Polykristallijne gepassiveerde Al1%Si0.5%Cu-metallisaties

Figuren 4.12a en 4.12b tonen de resultaten op 2 types niet-voorbehandelde Al 1%Si 0,5%Cu-metaalbanen. De initiële weerstandsdaling is opnieuw beduidend groter dan voor Al 1%Si-metaalbanen. In het gebied waar de weerstand lineair stijgt a.f.v. de tijd, kan de parameter SW worden gebruikt om de j-afhankelijkheid te karakteriseren.

Uit deze metingen is er opnieuw een duidelijk onderscheid te maken tussen beide types : de type A-metallisaties blijken veel minder onderhevig zijn aan EM dan de type B-metallisaties. Opnieuw is het enige verschil tussen deze 2 types de depositietemperatuur van de metaalfilm. Uit REM-analyses blijkt dat de gemiddelde korrelgrootte van type A is kleiner dan die van type D. Type A-metallisatie zal dus mechanisch sterker zijn. Dit betekent ook dat de diffusielengte voor de Cu-atomen kleiner is. De Al₂Cu-precipitaten zullen zich bij voorkeur aan de korrelgrenzen vormen. Bij eenzelfde temperatuur zal de evenwichtsconcentratie aan Al₂Cu-precipitaten in type A-metaalbanen dus vlugger bereikt worden en eventueel zelfs groter zijn. Dit is een plausibele reden voor het vertragen en/of belemmeren van korrelgrensdiffusie en bijgevolg voor de verhoogde EM-resistentie.





(a) type $A : [1] = 0.94 \text{ MA/cm}^2$ [2] $j=1.3\text{ MA/cm}^2$ [3] $j=1.6\text{ MA/cm}^2$ [4] $j=1.9\text{ MA/cm}^2$ [5] $j=2.2\text{ MA/cm}^2$ [6] $j=2.5\text{ MA/cm}^2$ ($\Delta T_{Joule} = 6^\circ \text{C} - 38^\circ \text{C}$). (b) type $B : [1] = 1.3 \text{ MA/cm}^2$ [2] $j=1.6 \text{ MA/cm}^2$ [3] $j=1.9\text{ MA/cm}^2$ [4] $j=2.2\text{ MA/cm}^2$ [5] $j=2.5\text{ MA/cm}^2$ ($\Delta T_{Joule} = 18^\circ \text{C} - 38^\circ \text{C}$).

· Methode 1 : bepaling van stroomdichtheidsexponent n op verschillende preparaten

Deze methode maakt gebruik van de weerstandsdata zoals opgemeten in figuren 4.11a, 4.11b, 4.12a en 4.11b. Elke meting correspondeert daarbij met een nieuw preparaat van het bestudeerde type metallisatie.

De 4 types metallisaties kunnen nu onderling vergeleken worden voor wat betreft hun resistentie tegen EM en de j-afhankelijkheid kan bepaald worden. Hiervoor wordt een plot gemaakt van de SW-en van de 4 types i.f.v. de gebruikte belastingsstromen of stroomdichtheden. Uit figuur 4.13 is dan duidelijk dat de 4 types metallisaties onmiddellijk kunnen onderscheiden worden. Hieruit blijkt dat Cu-additie het EM-proces sterk vertraagt. Een verschil in de gemiddelde korrelgrootte wordt gereflecteerd in een sterkere of minder sterke j-afhankelijkheid.

Indien vergelijking (4.6) toegepast wordt op deze resultaten, kan men de stroomdichtheidsexponent n bepalen. Hiervoor moet het verband gezocht worden tussen de SW-en en de stroomdichtheden j voor elk type metallisatie. Uit de meetpunten in figuur 4.13 zou in eerste instantie kunnen geconcludeerd worden dat er een lineair verband is tussen SW en j. Dit zou betekenen dat de stroomdichtheidsexponent n=1.

Een direct gevolg van de conclusie n=1, is dat er een drempelwaarde j_{dr} voor j moet bestaat, waarvoor geldt





Figuur 4.13 : SW als functie van de stroomdichtheid bij $T_{em}=269^{\circ}C$ voor 4 types metallisaties : [A] type A [B] type B [C] type C [D] type D.

Deze veronderstelling is gecontroleerd door verschillende metingen uit te voeren op type D-metaalbanen bij stroomdichtheden die veel kleiner zijn dan de verwachte jd. Indien n=1 dan zou een metaalbaan van type D bijvoorbeeld niet gevoelig mogen zijn aan EM Uit experimenten blijkt dat zelfs bij een belasting met voor j<j_=0,3MA/cm² j=0,06MA/cm2 nog EM optreedt ! De resultaten van zo'n lage stroomdichtheidsmetingen worden getoond in hoofdstuk 5. Dit betekent zeker dat n≠1. Indien de resultaten van zowel hoge als lage stroomdichtheidstesten op type D-metaalbanen in één plot (figuur 4.14) geplaatst worden, dan levert n≈2 de beste fit. Uit deze resultaten is het ook duidelijk waarom sommige auteurs een waarde n=1 vinden m.b.v. resistometrische meettechnieken [MAI89]. Indien slechts een beperkt gebied van de stroomdichtheid gebruikt wordt om de exponent n te bepalen, dan vindt men inderdaad een lineair verband tussen SW en j. Het is noodzakelijk EM-experimenten uit te voeren over een breed i-gebied, waarbij eveneens het lagere j-gebied moet bestudeerd worden. Men moet echter over een heel nauwkeurige HRWM-techniek beschikken om deze metingen te kunnen uitvoeren in een redelijke meettijd en bovendien moet de interpretatie van de weerstandsveranderingen en de bepaling van de testtemperatuur op een correcte manier gebeuren.





⁴ Deze drempelwaarde j_{dr} mag niet verward worden met de zgn. kritische drempelwaarde bepaald door Blech j_{c} . Een experimentele bepaling van deze j_{c} voor deze types metallisaties is praktisch onmogelijk omdat de verwachte waarde voor j_{c} kleiner is dan 0.005MA/cm². Meten bij deze stroomdichtheid zou een onredelijk lange meettijd vergen omdat de SW heel klein is en omdat de incubatietijd (zie hoofdstuk 5) sterk toeneemt als functie van de stroomdichtheid.

· Methode 2 : bepaling van stroomdichtheidsexponent n op 1 preparaat

Een tweede methode om de exponent n te bepalen, bestaat erin 1 enkel preparaat bij een constante temperatuur te belasten met verschillende stroomdichtheden. Dit levert het voordeel dat geen bijkomende fouten geïntroduceerd worden door de spreiding in de initiële toestand van elke metallisatie. Deze methode moet echter voorzichtig toegepast worden, aangezien een slordige toepassing ervan tot foutieve resultaten kan leiden.

Een belangrijke opmerking betreft het gebruik van een constante temperatuur tijdens het totale experiment. Indien tijdens de verschillende stappen van het experiment hoge stroomdichtheden aangelegd worden, moet in eerste instantie gecorrigeerd worden voor de bijdrage aan Joule-opwarming. Indien in een groot stroomdichtheidsgebied gemeten wordt, zal bijgevolg ook de temperatuur van de metaalbaan steeds veranderen.

Een manier om dit probleem te omzeilen is het meten in een relatief klein stroomgebied bij 1 bepaalde temperatuur. Andere stroomgebieden kunnen dan bestudeerd worden door hetzelfde preparaat te onderwerpen aan aangepaste temperaturen. Een andere handige methode echter om hiervoor te corrigeren bestaat erin simultaan met het stroomprofiel een temperatuurprofiel aan te leggen, waarbij de neerwaartse temperatuurstappen overeenkomen met berekende Joule-opwarmingen tijdens de opeenvolgend stroombelastingsstappen.

Figuur 4.15a toont zo bijvoorbeeld de resultaten van de twee eerste stappen tijdens een EM-experiment, waarbij een type D-metaalbaan onderworpen wordt aan verschillende stroombelastingen. De getoonde weerstandsveranderingen zijn gemeten tijdens stroomdichtheden van respectievelijk j=0,94MA/cm² en j=1,3MA/cm². Via een plot van SW als functie van de aangelegde stroomdichtheid j, zoals in figuur 4.15a kan de stroomdichtheid- exponent bepaald worden. De beste fit levert dan een stroomdichtheidsexponent n≈2.1. Het totale experiment bestaat uit verschillende stoombelastingsstappen, waarbij telkens gecorrigeerd is voor de Joule-opwarming door eveneens de omgevingstemperatuur aan te passen met het juiste bedrag. Zo kan een groot j-gebied doorlopen worden.



Figuur 4.15 : (a) Twee eerste stappen van een EM-experiment voor de bepaling van n op één type D Al1%Si0,5%Cu-metaalbaan bij T_{em}=200°C en opeenvolgende stroombelastingen [1] j=0,94 MA/cm² ($\Delta T_{Joule}=3^{\circ}C$) [2] $j=1,3MA/cm^{2}$ [3] $j=1,6MA/cm^{2}$ [4] $j=1,9MA/cm^{2}$ [5] $j=2,2MA/cm^{2}$ [6] $j=2,5MA/cm^{2}$ (AT Inule = 25°C).

> (b) Plot voor het bepalen van de stroomdichtheidsexponent n uit opeenvolgende metingen op 1 type D- metaalbaan bij T_{em} =200°C.

4.5 Correlatie met conventionele MTTF-testen

4.5.1 Bepaling van een falingscriterium voor HRWM

Voorspellingen van de levensduur voor materiaalsystemen bij normale werkingscondities zijn zeer belangrijk in industriële toepassingen. Tot nu toe is het bepalen van de MTTF de meest verspreide en gebruikte techniek. Indien een verband kan gevonden worden tussen resultaten verkregen via de HRWM-techniek en de klassieke resultaten, dan kan de HRWM-technick een alternatief bieden om op een kortere tijdsschaal (hoge resolutie) en met een grotere betrouwbaarheid (tijdens lagere stroomdichtheden) voorspellingen te doen. De uitgevoerde EM-testen op de 4 types metallisaties A, B, C en D m.b.v. de HRWM-techniek kunnen nu gebruikt worden om een verband te zoeken met de MTTF-resultaten op deze types. Deze conventionele testen zijn uitgevoerd in een klassiek industrieel meetsysteem door Alcatel Mietec, Oudenaarde. De testcondities zijn

122

Туре	Metallisatie	T _{dep} (°C)	MTTF (u)
A	Al1%Si0,5%Cu	250	201
В	A11%Si0,5%Cu	400	107
C	Al1%Si	250	24
D	Al1%Si	400	18

 T_{omg} =200°C en j=4MA/cm². De falingstijden blijken lognormaal verdeeld te zijn en de MTTF-waarden zoals daaruit bepaald, zijn gegeven in tabel 4.2.

Tabel 4.2 : MTTF-resultaten voor 4 types metallisaties.

Om een vergelijkende studie te kunnen maken is het noodzakelijk een falingscriterium te bepalen voor de resultaten verkregen via de HRWM-techniek. De evaluatieparameter SW die gedefinieerd is voor het initiële lineaire gedeelte van het EM-proces is een bruikbare parameter gebleken om de metallisaties te karakteriseren. Voor deze SW kan nu ook een falingscriterium vooropgesteld worden. Hiervoor kan een kritische SW gekozen worden, waarna de bijbehorende corresponderende stroomdichtheden j_{erit} voor de 4 types metallisaties kunnen bepaald worden. Deze werkwijze kan men beschouwen als soort een methode van de dwarsdoorsnede [DAM71]. In figuur 4.16 zijn de resultaten van de SW-en a.f.v. de stroomdichtheden getoond met de 4 vooropgestelde falingscriteria : $SW_{erit,1}=0,05$ ppm/s, $SW_{erit,2}=0,1$ ppm/s, $SW_{erit,3}=0,15$ ppm/s en $SW_{erit,4}=0,2$ ppm/s. In tabel 4.3 worden de bijbehorende kritische stroomdichtheden voor de 4 types metallisaties behorende kritische stroomdichtheden voor de 4 types metallisaties behorende bij de 4 falingscriteria, gegeven.

Туре	SW _{crit.1}	SW _{erit.2}	SW _{crit.3}	SW _{crit4}
A	1,50	2,20	2,40	2,6
В	0,90	1,50	1,80	2,0
С	0,50	0,75	0,95	1,0
D	0,20	0,45	0,60	0,7

Tabel 4.3 : Kritische stroomdichtheden bij 4 verschillende falingscriteria SW_{crit} voor 4 types metallisaties.


Figuur 4.16: SW als functie van de stroomdichtheid voor 4 types metallisaties en 4 gekozen falingscriteria SW_{ent.P}, SW_{ent.2}, SW_{ent.3} en SW_{ent.4}

4.5.2 Vergelijkende studie HRWM-resultaten en conventionele MTTF-resultaten

De MTTF-resultaten zijn als functie van de bepaalde j_{ent} in een plot in figuur 4.17 samengebracht voor de vier gestelde falingscriteria. Er is een duidelijke correlatie tussen de resultaten verkregen via de twee technieken. Deze correlatie blijkt eveneens onafhankelijk te zijn van het gekozen falingscriterium.



Figuur 4.17 : MTTF-resultaten a.f.v. j_{crit} behorende bij falingscriteria $SW_{crit,t}$, $SW_{crit,t}$, $SW_{crit,t}$, $SW_{crit,t}$ and $SW_{crit,t}$ voor 4 types metallisaties : type A [A], type B [B], type C [C] en type D [D].

Deze resultaten tonen aan dat het mogelijk is betrouwbaarheidsindicatoren te bepalen uit HRWM. Een mogelijke betrouwbaarheidsindicator voor deze polykristallijne metallisaties is de voorgestelde j_{ent} . In bijna-bamboo metallisaties zal het transportmechanisme waarschijnlijk een combinatie van korrelgrens- en bulkdiffusie zijn, terwijl in bamboo metallisaties een combinatie van oppervlakte- en bulkdiffusie kan optreden. Ook voor dit type metaalbanen zou een gelijkaardige procedure kunnen voorgesteld worden om een corresponderende betrouwbaarheidsindicator te bepalen. Studies toonden aan dat voor bijna-bamboo- en bamboo-type metaalbanen de falingen sterk afhankelijk zijn van het aantal polykristallijne secties en/of het aantal fluxdivergentiepunten. Een gevolg hiervan is dat de falingsdistributie breed zal zijn of zelfs multimodaal, zodat het aangewezen is voor dit type metallisaties een voldoende aantal banen onder dezelfde versnellingscondities te testen.

4.6 Samenvatting

In dit hoofdstuk is aangetoond dat de HRWM-techniek kan gebruikt worden als een "klassieke" testtechniek. De EM-weerstand van componenten kan hierbij getest worden onder hoge versnellingscondities, vergelijkbaar met deze gebruikt tijdens MTTF-testen. Er is aangetoond dat het mogelijk is een significant resultaat te bekomen op een relatief korte tijdsschaal van typisch enkele dagen.

Voor de analyse wordt een nieuwe evaluatieparameter gedefinieerd, die toelaat de weerstandsveranderingen, geïnduceerd door EM te gebruiken als karakterisatie. Een analyse uitgevoerd het bepalen IS VOOL van de temperatuuren stroomdichtheidsafhankelijkheid van deze evaluatieparameter. Het is belangrijk dat deze analyses uitgevoerd worden bij de exacte baantemperatuur. Om deze te bepalen moet een goede correctie uitgevoerd worden voor de bijdrage aan Joule-opwarming tijdens hoge stroombelastingen.

Uit de temperatuurafhankelijkheid kan de activatie-energie van het diffusieproces tijdens EM bepaald worden. Voor Al 1%Si-type metaalbanen kan zo een éénduidige activatieenergie bepaald worden van $E=(0,7\pm0,1)eV$, wat kan toegewezen worden aan een Al-korrelgrensdiffusieproces. Voor Al 1%Si 0,5%Cu-type metaalbanen vindt men geen éénduidige activatie-energie. Deze verandert als functie van de temperatuur. In het hoge temperatuurgebied vindt men een activatie-energie die vergelijkbaar is met deze voor Al-korrelgrensdiffusie. In het lage temperatuurgebied echter is de activatie-energie veel hoger. Een mogelijke verklaring hiervoor kan te vinden zijn in het feit dat bij deze lage temperaturen ($T \approx 200^{\circ}$ C) het grootste deel van de Cu-atomen geprecipiteerd zijn aan de korrelgrenzen. In de literatuur is bekend dat de migrerende atomen zich kunnen binden aan precipitaten en onzuiverheden in de korrelgrenzen, zodat de activatie-energie voor het betreffende diffusieproces verhoogd wordt met deze bindingsenergie.

De stroomdichtheidsafhankelijkheid wordt uitgedrukt in de stroomdichtheidsexponent n. Voor alle types metallisaties is een factor n=2 bepaald. Dit is enkel mogelijk indien een relatief groot stroomdichtheidsgebied bestudeerd wordt.

Verder is aangetoond dat met behulp van de HRWM-techniek een duidelijk onderscheid kan gemaakt worden tussen het EM-gedrag van verschillende types metallisaties. Tenslotte is ook een duidelijke correlatie gevonden tussen conventionele MTTF-resultaten en de resultaten verkregen met behulp van de voorgestelde HRWM-techniek.

Hoofdstuk 5 : Weerstandsveranderingen geïnduceerd door lage DC-stroombelasting bij hoge temperatuur

5.1 Inleiding

5.1.1 EM bij lage DC-stroombelasting

Normale werkingscondities voor polykristallijne metaalbanen zijn een temperatuur T \approx 80°C en een stroomdichtheid j<0,1MA/cm². Uit vorige hoofdstukken is reeds de noodzaak gebleken voor het testen onder versnelde condities. Bij klassieke testen, zoals MTTF-analyses, betekent dit meestal een testtemperatuur T>200°C en stroomdichtheden van 1 tot 5MA/cm². Bij de alternatieve versnelde testen zijn deze condities nog sterker; daar kan de stroomdichtheid zelfs 50MA/cm² bedragen. Onderzoekers zijn er echter steeds meer van overtuigd dat het testen onder deze extreme condities best vermeden wordt, aangezien deze aanleiding kunnen geven tot verkeerde conclusies over het falingsmechanisme dat aan de basis ligt van EM *[MEI89,LLO92]*. Hierna volgt een opsomming van de belangrijkste "storende" effecten die tijdens extreme belastingen kunnen optreden en waarmee rekening moet gehouden worden bij het interpreteren van testresultaten onder versnelde condities.

+ Joule-opwarming

Indien hoge stroomdichtheden gebruikt worden, kan de bijdrage aan Joule-opwarming belangrijk worden. De temperatuurtoename ten gevolge van Joule-opwarming in de metaalbaan kan dan enkele tientallen graden bedragen. Vooral voor brede banen is de Joule-opwarming groot, zoals aangetoond in hoofdstuk 4. Hoe hoger de testtemperatuur, hoe groter ook deze Joule-bijdrage. Indien deze bijdrage niet correct in rekening gebracht wordt, zal dit tot een overschatting van de activatie-energie en de stroomdichtheidsexponent leiden [SHI71].

Anderzijds zal deze opwarming ten gevolge van het Joule-effect - in het geval van legeringen - aanleiding geven tot het oplossen van een bepaalde concentratie aan additie-elementen. Zoals aangetoond in hoofdstukken 3 en 4, geeft dit aanleiding tot

niet-verwaarloosbare weerstandsveranderingen op lange termijn, die de interpretatie en modellering van de EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen beïnvloeden [NIE94, DEM94].

temperatuurgradiënten

Een ander aspect dat belangrijk wordt bij het gebruik van hoge stroomdichtheden, is het ontstaan van temperatuurgradiënten in de metaalbaan. Simulaties van de temperatuurverdeling in een metaalbaan onderworpen aan een hoge stroomdichtheid, tonen aan dat aan de kathode en de anode grote temperatuurgradiënten kunnen ontstaan *[BAE94, SHO90]*. Indien dit effect dominant wordt, dan kunnen deze temperatuurgradiënten de oorzaak zijn van falingen in de metaalbaan, gesitueerd aan de kathode- en anodezijde. Hierdoor is de relevantie van testen onder extreem hoge stroombelastingen niet altijd evident, al worden in sommige studies wel degelijk correlaties met testen bij lagere stroombelastingen aangetoond *[PAS83a, PAS83b]*. Dit is echter niet zo verwonderlijk; aangezien een metallisatie van mindere kwaliteit natuurlijk ook gevoeliger zal zijn aan falingen ten gevolge van temperatuurgradiënten.

· basismechanisme van het EM-proces

Vanuit commercieel oogpunt is het uiteindelijke doel van versnelde EM-testen het voorspellen van de levensduur van een component onder zijn normale werkingscondities en het vergelijken van de betrouwbaarheid van verschillende metallisaties. Hierbij veronderstelt men dat het verband tussen de gemeten parameter en de versnellingsfactoren gekend is. Bovendien gaat men ervan uit dat de fysische processen die aan de basis liggen van EM tijdens de versnelde testen dezelfde zijn als tijdens normale werking van de component. In sommige gevallen, zoals bij "bijna-bamboo"-banen, is dit zelfs een zeer twijfelachtige veronderstelling [LLO90].

Het is dus in alle opzichten opportuun om de EM-weerstand van componenten te testen bij temperaturen en stroomdichtheden die zo dicht mogelijk in de buurt van de normale werkingscondities liggen. Het is vanzelfsprekend dat het detecteren van falingstijden in dit geval veel te lange meettijden zou vergen, zodat naar andere EM-criteria moet gezocht worden.

De voorgestelde hoge resolutie testmethode biedt nu de mogelijkheid om testen uit te voeren bij veel lagere versnellingscondities. De weerstandsveranderingen, geïnduceerd door de elektronenwind tijdens het testen, zullen hierbij een maat zijn voor de aangebrachte schade in de metaalbaan.

Uit onderzoek blijkt dat - afhankelijk van de bestudeerde metallisatie - tenminste één van de versnellingsfactoren relatief hoog moet gehouden worden om de meettijd binnen redelijk perken te houden. In dit werk wordt geopteerd voor het uitvoeren van EM-testen bij relatief hoge temperatuurbelasting (150°C<T<240°C) en stroomdichtheden in de orde van de normale condities (0,05MA/cm²<j<0,5MA/cm²). De omgekeerde werkwijze, nl. testen bij hogere stroomdichtheden en normale werkingstemperaturen, is niet zo evident. Indien men EM-testen wil uitvoeren bij lagere temperaturen, dan moeten de stroomdichtheden veel hoger zijn om het EM-proces te activeren binnen een redelijke tijd. Een onvermijdelijk gevolg hiervan is dat de Joule-geïnduceerde opwarming dan opnieuw groot wordt, met alle vooraf beschreven gevolgen vandien.

Een ander belangrijk aspect dat pleit voor het testen bij lagere stroomdichtheden met behulp van de "absolute" HRWM-methode, is het feit dat deze testmethode de mogelijkheid biedt om de eerste stadia van het EM-proces te bestuderen.

5.1.2 Beschrijving van de metallisaties

De componenten die gebruikt worden in dit hoofdstuk zijn zo eenvoudig mogelijk van structuur en samenstelling¹. De reden hiervoor is duidelijk : om het fysisch proces te bestuderen dat aan de basis van EM ligt, is het van belang in eerste instantie alle mogelijke complicerende factoren zoveel mogelijk te elimineren en bijgevolg de structuur en samenstelling zo eenvoudig mogelijk te houden.

Het substraat bestaat uit Si met een $0,1\mu$ m dikke geoxideerde toplaag (SiO₂). Een 0.8μ m dunne Al-metaalfilm is op het substraat gesputterd. Daarna zijn rechte metaalbanen geëtst via fotolithografie. Het betreft hier vlakke metaalbanen zonder anti-reflexielaag en/of passivatielaag en zonder barrièrelaag.

Elk preparaat van een bepaalde samenstelling is afkomstig uit eenzelfde wafer en heeft dezelfde behandelingen ondergaan tijdens het produktieproces. Dit betekent dat deze banen dus dezelfde chemische samenstelling en gemiddelde korrelgrootte zullen bezitten. Om de stukjes wafer te bevestigen in de verpakking, is het noodzakelijk deze vast te kleven. Hiervoor is een polyimide-lijm gebruikt, die tijdens het lijmen gedurende ~15min. op 170°C en ~15min. op 270°C geplaatst wordt.

¹ De bestudeerde verpakte componenten zijn geproduceerd door IMEC, Leuven.

Elk verpakt stukje wafer bevat een aantal banen met verschillende dimensies, die via Al-bondingsdraden verbonden zijn met de uitwendige meetpinnen. In deze studie worden enkel 3µm brede banen getest. De chemische samenstelling van de metallisaties is in eerste instantie zuiver Al en in tweede instantie Al met 1wt%Si-additie. Verder zullen ook enkele resultaten op gepassiveerde Al1%Si-metallisaties gepresenteerd worden. In tabel 5.1 zijn de 3 types polykristallijne geteste metallisaties gerangschikt. De gemiddelde korrelgrootte is bepaald via een REM-studie van de verpakte structuren en via TEM-verdunningen van stukjes wafer².

Туре	Metallisatie	Passivatie	Depositietemperatuur T _{dep} (°C)	Gemiddelde korrelgrootte d (µm)
G	Al	N	~60	0,6
Н	Al1%Si	N	~60	0,6
D	Al1%Si	J (SiN T _{pess} =380°C)	400	3,8

Tabel 5.1: Karakterisatie van de 3 types niet-gepassiveerde metallisaties getest m.b.v. HRWM techniek.

Bij de koud gedeponeerde metallisaties treedt er geen thermisch etsen van de 2 korrelgrenzen op, zodat de korrelgrenzen niet te detecteren zijn in de REM. Daarom werd voor deze types metallisatie de gemiddelde korrelgrootte bepaald via TEM-opnames van stukjes metallisatie afkomstig van dezelfde wafer. Bij het verpakken deze echter wel een bijkomende metallisaties ondergaan van de temperatuurbehandeling gedurende ~15min. op 170°C en ~15min. op 270°C. Dit betekent dat korrelgroei reeds optreedt tijdens deze nagloeibehandeling. Om een vergelijkbare korrelstructuur te verkrijgen zullen de stukjes wafer onderworpen worden aan dezelfde temperatuurbehandeling. Vanwege de gelimiteerde afmetingen van de metaalbanen (vooral in de breedte) zal korrelgroei hier gehinderd worden. Aangezien korrelgroei in dunne filmen vrij kan optreden in de richting van het vlak, zal de bepaalde gemiddelde korrelgrootte een limietwaarde leveren voor de maximale korrelgrootte in de metaalbanen.

5.2 Tijdsafhankelijkheid

5.2.1 Meetprocedure voor EM-testen onder lage DC-stroombelasting

Indien men de "absolute" HRWM-techniek wil aanwenden als een fundamentele onderzoeksmethode om de eerste stadia van EM te onderzoeken, dan is het onvermijdelijk over een extreem hoge meetresolutie te beschikken. Uit onderzoek blijkt immers dat de EM-geïnduceerde schade die correspondeert met enkele duizenden ppm weerstandstoename, reeds macroscopisch groot kan zijn. Indien men weerstandsveranderingen in de orde van honderd tot duizend ppm wil meten, dan is de vereiste meetresolutie in de orde van 10ppm. In hoofdstuk 2 is reeds aangetoond dat het ovensysteem type II (oliebad) hiervoor het meest aangewezen is. Dit zal dan ook het meetsysteem zijn waarvoor we opteren in dit hoofdstuk

Om de initiële weerstandsveranderingen in de metaalbaan ten gevolge van EM op een correcte manier te detecteren is het van groot belang zo nauwkeurig mogelijk te bepalen wanneer de temperatuur in de onmiddellijke nabijheid van het preparaat stabiel is. De relatieve weerstandsveranderingen worden steeds berekend t.o.v. de eerste weerstandswaarde op de testtemperatuur. Om deze te bepalen, wordt als onafhankelijke thermometer een Pt100-weerstand gebruikt, die in zo goed mogelijk thermisch contact geplaatst wordt met het preparaat (zie figuur 2.5). De gebruikte Pt100 is een zeer stabiele weerstand, die enkel gevoelig is aan de fluctuaties van de omgevingstemperatuur en de lange termijn-temperatuurstabiliteit is $\delta T < 0.002^{\circ}$ C, zoals ook blijkt uit figuur 5.1.



Figuur 5.1: Temperatuurstabiliteit van oventype II gedurende een aantal dagen op $T=170^{\circ}C$ gemeten met een Pt100 in thermisch contact met het preparaat.

Via de "absolute" HRWM-techniek beschikt men steeds over een set absolute weerstandswaarden van zowel de testbaan als van de Pt100 en deze data worden simultaan gecollecteerd. De initiële weerstandswaarde R_o van de metaalbaan wordt dan bepaald als de waarde die gemeten wordt op het tijdstip waarop de Pt100 stabiel is binnen 0.01°C van de ingestelde testtemperatuur.

Stroom- en temperatuurprofiel

Een typisch EM-experiment onder lage DC-stroombelasting m.b.v. de verbeterde "absolute" HRWM-techniek verloopt in verschillende stappen. Voor het stroom- en temperatuurprofiel verwijzen we naar figuur 4.3. De EM-experimenten in dit hoofdstuk zullen uiteraard steeds op voorgegloeide preparaten uitgevoerd worden. Zoals uit de resultaten gepresenteerd in hoofdstuk 3 blijkt, kunnen immers in het geval van niet-uitgegloeide Al-metallisaties (zowel legeringen als zuiver Al) belangrijke weerstandsdalingen de initiële stadia van EM maskeren. De hoge temperatuur uitgloeistap verzekert dat weerstandsveranderingen ten gevolge van irreversibele processen - zoals korrelgroei en het uitgloeien van defecten - uitgeschakeld worden.

Verder is het eveneens belangrijk dat de overgang van de uitgloeitemperatuur naar de testtemperatuur traag gebeurt en dat de belastingsstroom slechts aangelegd wordt nadat ook op de testtemperatuur de structuur van de metallisatie volledig in evenwicht is. In hoofdstuk 3 werd aangetoond dat in Al-legeringen ook reversibele weerstandsveranderingen optreden ten gevolge van precipiteren/oplossen van de additie-elementen. Slechts indien de metallisatie ook op de testtemperatuur in een stabiele toestand is, is het mogelijke de eerste stadia van EM te detecteren.

Aangezien de metaalbanen nu belast worden met relatief kleine stromen, zal de Joule-opwarming minimaal zijn. Bijgevolg zal ook de lange termijn weerstandsverandering, geïnduceerd door het oplossen van een deel van de additie-elementen, minimaal zijn. Hierna wordt het effect van kleine Joule-opwarmingen, voor elk type metallisatie dat in dit hoofdstuk aan bod komt, bondig besproken.

zuiver Al-metallisaties

In de type G A1-metallisaties induceert de Joule-opwarming geen reversibele processen, zoals reeds aangetoond in hoofdstuk 3.

Al1%Si-metallisaties

Uit de studie van de type H Al1%Si-metallisaties in hoofdstuk 3 leiden we af dat een kleine concentratie aan Si-precipitaten zal oplossen ten gevolge van de temperatuurstijging. Een temperatuurstijging van 1°C zal een totale relatieve weerstandsstijging van ongeveer 20ppm tot gevolg hebben. Dit kan uitgedrukt worden a.d.h.v. een parameter γ =20ppm/°C. De temperatuurstijging ten gevolge van het Joule-effect is maximaal 0,2°C voor de gebruikte lage stroombelastingen en kan de weerstandsveranderingen ten gevolge van het oplossen van Si kunnen bijgevolg verwaarloosd worden voor dit type niet-gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen.

Tenslotte zijn ook gepassiveerde Al1%Si-metallisaties (type D) bestudeerd. Uit de studie in hoofdstuk 3 kunnen we besluiten dat voor deze metaalbanen de parameter γ =60ppm/°C is. De EM-experimenten op dit type gepassiveerde metaalbanen zijn uitgevoerd bij een maximale stroom van 10,4mA (j=0,13MA/cm²). Deze stroom heeft een opwarming van de metaalbaan van <0,5°C tot gevolg, zodat ook voor dit type metaalbanen bij het opzetten van de belastingsstroom geen meetbare weerstandsveranderingen geobserveerd worden die geïnduceerd worden door het oplossen van Si.

AI1%Si0,5%Cu-metallisaties

Indien men Al-legeringen met Cu-additie wil bestuderen, dan is het veel moeilijker het Joule-effect en de daardoor geïnduceerde processen te vermijden.

Enerzijds zal het oplossen van Cu-precipitaten in de Al-matrix immers aanleiding geven tot veel grotere weerstandsveranderingen, zoals blijkt uit hoofdstuk 3. Voor de bestudeerde gepassiveerde Al1%Si0,5%Cumetallisaties (type F) kan een parameter γ =200ppm/°C bepaald worden. Minimaliseren van de weerstandsveranderingen geïnduceerd door processen ten gevolge van het Joule-effect, zou een maximale toegelaten temperatuurtoename betekenen van ~0,1°C. Voor dit type metaalbaan zou dit een belastingsstroom betekenen van I_{em}<2mA en bijgevolg een stroomdichtheid van slechts j<0,02MA/cm²!

Anderzijds zijn AlSiCu-metallisaties veel bestendiger tegen EM (een levensduur van 10 tot 20 keer deze van AlSi-metallisaties). Bij deze lage

stroomdichtheden (j~0,02MA/cm²) komt het EM-proces heel traag op gang en wordt het proces bovendien heel zwak geactiveerd. Dit betekent dat EM-testen bij zo'n lage stroombelastingen praktisch onmogelijk blijken te zijn aangezien dit extreem tijdrovend zou zijn! Bij AlSiCu-metallisaties blijkt het dus bijzonder moeilijk te zijn het effect van het oplossen van de Cu-precipitaten in het initiële stadia van een EM-test te vermijden. Relatief lage stroomdichtheidstesten garanderen echter wel dat dit effect geminimaliseerd wordt.

5.2.2 Kinetiek van het EM-proces onder lage DC-stroombelasting bij gepassiveerde en niet-gepassiveerde metallisaties

Vooraleer een volledige studie uit te voeren van het EM-proces onder lage j-condities, is het interessant om het globale weerstandsverloop van een metaalbaan tijdens een EM-test te bekijken. Dit geeft een idee over de kinetiek van het proces en een eerste aanwijzing over de verschillen die optreden ten gevolge van het aanbrengen van een passivatielaag over de metallisatie.

In figuur 5.2a wordt een typische meetcurve getoond van het weerstandsverloop tijdens een EM-test bij lage j-belasting op een niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisatie (type H). In figuur 5.2b is de meetcurve getoond tijdens een EM-test op een gepassiveerde Al1%Si-metallisatie (type D).

Het is duidelijk dat er bij beide types metallisaties 3 stadia kunnen onderscheiden worden : een *incubatieperiode* [1], waarin eventuele EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen binnen de meetresolutie liggen, een *lineaire fase* [2], waarin de weerstand lineair met de tijd verandert, en tenslotte een *afwijkende fase* [3], waarin de weerstandsveranderingen niet langer lineaire als functie van de tijd verlopen. Deze 3 fasen worden gedetecteerd voor alle types metallisaties tijdens EM-testen bij lage stroomdichtheden.

Tijdens testen bij lage versnellingscondities blijkt dat vooral dit derde stadium sterk gepassiveerde en niet-gepassiveerde metallisaties. verschillend is voor Niet-gepassiveerde metallisaties zullen niettegenstaande een lage j-belasting overgaan naar een versnelde fase, die uiteindelijk tot faling leidt. De derde fase zal daarom voor niet-gepassiveerde metallisaties verder aangeduid worden als de catastrofale fase. daarentegen Gepassiveerde metallisaties lijken tijdens testen bij lage versnellingscondities in de derde fase naar een evenwichtstoestand over te gaan. Dit

kan verklaard worden door het feit dat een passivatielaag het ontstaan van massa-ophopingen en bijgevolg ook de groei van gaten in de metaalbaan zal vertragen. Tijdens EM-testen op gepassiveerde metaalbanen bij sterk versnelde condities zal de schade echter zó vlug evolueren, dat een eventueel herstelmechanisme ten gevolge van spanningsgeïnduceerde terugdiffusie zich niet kan ontwikkelen. In dat geval kan de massa-accumulatie bijna ongehinderd verdergaan. De daardoor ontstane lokale drukspanningen leiden binnen relatief korte tijd tot het doorbreken van de passivatielaag en het falen van de metaalbaan. Tijdens de lage j EM-testen op gepassiveerde Al1%Si-metallisaties daarentegen is geen enkele van de metaalbanen gefaald binnen de meettijd (tot 20 dagen). Indien gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen toch zouden falen onder deze lage versnellingscondities, dan zal dit waarschijnlijk slechts na een zeer lange testtijd gebeuren en op een relatief onvoorspelbare manier.





Het feit dat zowel voor niet-gepassiveerde als voor gepassiveerde metallisaties fase 1 en fase 2 voorkomen, duidt erop dat het mechanisme dat aan de basis ligt van vroege EM-weerstandsveranderingen tijdens lage j-belasting in beide gevallen hetzelfde is. De duur van de incubatieperiode (fase 1) en de snelheid van de weerstandsveranderingen tijdens het lineaire stadium (fase 2) zijn echter wél functie van de structuur en de samenstelling van de metallisatie, zoals in de volgende paragrafen aangetoond wordt.

In de catastrofale fase wordt het EM-proces ingewikkeld. De in de baan aangebrachte macroscopische schade zal een lokale toename in temperatuur en stroomdichtheid tot gevolg hebben, zodat de versnellingsparameters niet meer constant kunnen beschouwd worden, maar zullen veranderen als functie van tijd en plaats in de metaalbaan.

In dit hoofdstuk worden de initiële stadia van EM bestudeerd. Hiermee worden de eerste en tweede fase bedoeld. Deze kunnen een duidelijke aanwijzing geven over de basismechanismen van EM. In paragraaf 5.3 wordt de temperatuurafhankelijkheid van het eerste en tweede stadium besproken. In paragraaf 5.4 wordt de afhankelijkheid van de stroomdichtheid bestudeerd.

5.3 Afhankelijkheid van de temperatuur : bepaling van de activatie-energie

5.3.1 Polykristallijne niet-gepassiveerde Al-metallisaties

· Fase 1 : incubatietijd

Indien een voorgegloeide zuiver Al-metallisatie voor het eerst onderworpen wordt aan een relatief lage stroomdichtheid j tijdens een isotherme tempertuurbehandeling, dan observeert men in eerste instantie een incubatietijd. Gedurende een bepaalde tijd, afhankelijk van de belastingcondities, worden geen weerstandsvariaties gedetecteerd binnen de meetresolutie. In de literatuur is deze incubatiefase een bekend begrip. Tijdens EM-testen m.b.v. lage resolutie weerstandsmeettechnieken wordt namelijk eveneens een "incubatieperiode" geobserveerd [BAU91]. De meetresolutie is hierbij echter zo klein, dat gedurende de zogenaamde "incubatieperiode" reeds weerstandsveranderingen kunnen opgetreden zijn in de orde van enkele duizenden ppm. Zoals uit REM-observaties blijkt, zal dit al aanleiding geven tot macroscopische schade in de metaalbaan.

Ook de "incubatieperiode" geobserveerd m.b.v. hoge resolutie "brug"-technieken moet voorzichtig geïnterpreteerd worden *[MOC90]*. De meetresultaten verkregen met deze techniek geven immers nooit de weerstandsveranderingen in de geteste baan alleen weer, maar zijn steeds een combinatie van weerstandsveranderingen in de geteste baan en de referentiebaan. Indien de weerstandsveranderingen die optreden in de testbaan gecompenseerd worden door de weerstandsveranderingen in de referentiebaan, dan kan

dit aanleiding geven tot het observeren van een valse incubatieperiode. Een echte incubatietijd kan op deze manier ook gemaskeerd worden door weerstandsveranderingen die optreden in de referentiebaan.

Het detecteren van een incubatietijd voor de weerstandsveranderingen tijdens EM is bijgevolg enkel mogelijk indien voldaan is aan de volgende voorwaarden :

- * de structuur van de metallisatie is in evenwicht op de testtemperatuur
- * de meetresolutie is voldoende groot
- * de metaalbaan wordt onderworpen aan een relatief lage stroombelasting, zodat een verwaarloosbare Joule-opwarming optreedt en zodat geen processen geactiveerd worden die de EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen kunnen wijzigen
- * de gemeten weerstandsveranderingen zijn enkel afkomstig zijn van de testbaan zelf of de referentieweerstand is ongevoelig aan lange termijn weerstandsveranderingen

In figuur 5.3 zijn de resultaten getoond van een EM-experiment op een Al-metaalbaan. Deze is uitgegloeid gedurende een aantal dagen op T=240°C. Daarna wordt de baan langzaam naar de testtemperatuur gebracht. De belastingsstroom wordt pas aangelegd op het moment dat de structuur van de metallisatie in evenwicht is op die temperatuur.





In (a) worden de weerstandsveranderingen getoond gedurende de laatste uren van deze laatste stap. De structuur van de metallisatie is stabiel op het ogenblik dat geen

weerstandsveranderingen gedetecteerd worden. Dan wordt de metaalbaan onderworpen aan een EM-stroombelasting. In (b) zijn de weerstandsdata getoond, onmiddellijk na het aanleggen van deze stroom. De incubatietijd is nu duidelijk te detecteren : gedurende een aantal uur blijft de weerstand van de belaste metaalbaan ongewijzigd binnen de meetresolutie. Na deze periode neemt de weerstand toe en start fase 2.

Experimenten zijn uitgevoerd tijdens verschillende temperatuur- en stroombelastingen. Voor het detecteren van de incubatietijd zijn telkens nieuwe preparaten nodig. De incubatietijd blijkt immers enkel op te treden tijdens de eerste stroombelasting. Indien een preparaat, na een belasting met een stroomdichtheid j_1 , tijdens fase 2 sequentieel onderworpen wordt aan een nieuwe belasting j_2 ($j_1 <> j_2$), dan treedt deze incubatietijd niet meer op. Ook indien op een bepaald ogenblik tijdens de lineaire fase de stroom afgezet wordt gedurende een aantal dagen, waarna opnieuw een stroombelasting aangelegd wordt, zal de incubatietijd niet meer optreden. Dit betekent dat na het doorlopen van de volledige incubatieperiode een toestand opgetreden is in de metaalbaan die onomkeerbaar is.

Om te verifiëren of het proces dat optreedt tijdens fase 1 irreversibel of reversibel is, is het volgende experiment uitgevoerd :

- 1. een Al-metaalbaan A1 wordt gedurende 3 dagen uitgegloeid op T1=240°C
- 2. preparaat A1 wordt op een testtemperatuur T2<T1 gebracht
- nadat de structuur in evenwicht is op T₂, wordt een kleine EM-stroombelasting aangelegd (j₂)
- 4. de incubatietijd t_{i_1} , behorende bij T_2 en j_1 wordt opgemeten, d.w.z. dat het preparaat verder belast wordt tot de lineaire fase duidelijk kan gedetecteerd worden.
- 5. een nieuw identiek preparaat A2 wordt uitgegloeid op T1=240°C
- preparaat A₂ wordt op een testtemperatuur T₂ gebracht en blijft onbelast totdat de structuur in evenwicht is op T₂
- preparaat A₂ wordt onderworpen aan een stroombelasting I₁ (j₁) gedurende een tijd t₂<t_i (hierbij wordt verondersteld dat in preparaten, afkomstig van eenzelfde wafer, dezelfde processen optreden die aanleiding geven tot de incubatietijd)
- de stroombelasting I₁ wordt verwijderd, terwijl de weerstand continu verder gemeten wordt op T₂ gedurende een tijd t₃>t,
- deze meetcyclus wordt herhaald vanaf punt 7 totdat de volledige belastingstijd van preparaat A₂ overeenkomt met de totale continue belastingstijd van A₁
- de laatste belastingscyclus wordt verlengd totdat ook voor preparaat A₂ fase 2 kan geobserveerd worden

Uit figuur 5.3(b) kan de incubatietijd gedetecteerd worden voor een preparaat A₁. De incubatietijd tijdens een EM-experiment bij I=3mA (j=0,13MA/cm²) en T=170°C is ongeveer t=28u. Figuur 5.4 toont het totale stroomprofiel tijdens het experiment op preparaat A₂ voor de totale meetcyclus vanaf punt 7. De belastingstijd (stap 7) is t₂=20u en de onbelaste meetcyclus (stap 8) duurt telkens ongeveer t₃=48u. De metingen tonen aan dat gedurende deze onbelaste periodes geen weerstandsveranderingen optreden. Deze worden hier niet getoond. Figuur 5.5 toont zowel de gemeten weerstandsdata uit figuur 5.3 als de sequentieel opgemeten weerstandsveranderingen gedurende de belastingscycli van A,. Het is duidelijk dat er tijdens deze laatste belastingsperioden geen weerstandsveranderingen gedetecteerd worden binnen de meetresolutie. Indien de belastingstijden korter zijn dan de verwachte incubatietijd, is het mogelijk fase 2 zolang uit te stellen als gewenst. In dit experiment bijvoorbeeld is de incubatietijd verlengd tot meer dan 7 dagen. Dit duidt erop dat er een zuiver reversibel proces optreedt tijdens fase 1. Gedurende de onbelaste meetcycli zal dan een relaxatieproces optreden, zodat de toestand van de metaalbaan bij het begin van elke nieuwe belastingscyclus dezelfde zal Ook dit relaxatieproces gaat gepaard met een niet-detecteerbare zijn. wcerstandsverandering.



Figuur 5.4 : Stroomprofiel tijdens de meetcyclus van een uitgegloeide Al-metaalbaan A_2 op $T=170^{\circ}C$.



Figuur 5.5 : Weerstandsveranderingen van uitgegloeide Al-metallisatie op $T=170^{\circ}C$: [1] tijdens een continue belasting met $j_1=0,13MA/cm^2$ (A_1) [2] tijdens opeenvolgende belastingsperioden (stap 7) met $j_1=0,13MA/cm^2$ (A_2).

De temperatuurafhankelijkheid van de incubatieperiode is bestudeerd tijdens constante stroombelastingen. Indien men veronderstelt dat de temperatuurafhankelijkheid met een Arrhenius-factor kan beschreven worden, dan kan, naar analogie met vergelijking (4.6), de stroomdichtheid- en temperatuurafhankelijkheid van de incubatietijd t, beschreven worden als

$$\mathbf{t}_{i} = \mathbf{B}^{*} \mathbf{j}^{n} \exp(\mathbf{E}/\mathbf{k}\mathbf{T}) \tag{5.8}$$

met t_i : incubatietíjd B* : materiaalconstante (onafhankelíjk van T en j) andere grootheden : zelfde eenheden als vroeger.

Een nieuwe parameter, B', kan ingevoerd worden om de temperatuursafhankelijkheid te beschrijven bij een bepaalde constante stroomdichtheid

$$t_i = B' \exp(E/kT)$$
(5.9)

met B'=B*j" : factor afhankelijk van de materiaaleigenschappen en de stroomdichtheid.

Via de Arrhenius-plot in figuur 5.6 kan de activatie-energie bepaald worden voor het proces dat optreedt tijdens deze incubatieperiode. Een lineaire fit leidt voor deze metallisaties tot de bepaling van een activatie-energie E=0.51eV. Uit vergelijking met

140

5 4 3 5 2 1 0 22 23 24 25 26 27 28 1/kT (eV^{*})

literatuurwaarden voor de activatie-energie van diffusie-processen in zuiver AI in tabel 1.1, vindt men dat deze waarde correspondeert met een korrelgrensdiffusieproces in AI.

Figuur 5.6: Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het proces tijdens de incubatieperiode.

Verklaring van de incubatietijd

In de literatuur worden verschillende mogelijke verklaringen gegeven voor de aanwezigheid van een incubatieperiode voor het EM-proces. Deze kunnen herleid worden tot volgende 4 verklaringen :

- diffusie van Cu-atomen over een afstand gelijk aan de Blech-lengte vooraleer Aldiffusie optreedt [AME70]
- 2. migratie van microgaten, initieel aanwezig in de metaalbaan [KOR93a]
- 3. opbouw van een kritische vacatureconcentratie voor het ontstaan van gaten [ITS93 SHA93, LLO91]
- 4. opbouw van een stationair evenwicht in de spanningsverdeling in de baan [KLI94]

Verklaring 1 wordt bevestigd door REM-studies die aantonen dat in (Al,Cu)-legeringen Cu-atomen eerst zullen migreren over een bepaalde afstand vooraleer de diffusie van Al-atomen start [AME70]. Dit effect wordt verklaard door de Blech-theorie. De homogene diffusie van Cu in Al zal niet rechtstreeks aanleiding geven tot een verandering in de weerstand. Indien echter lokaal een Cu-concentratiegradiënt ontstaat in de metaalbaan, dan kan dit wel weerstandsveranderingen veroorzaken. Cu-diffusie in

Al kan echter niet de enige oorzaak zijn voor het ontstaan van een incubatieperiode, aangezien in deze studie ook een incubatietijd geobserveerd wordt in zuiver Al en in Al1%Si-metallisaties. Het is echter wel zo, dat onder dezelfde versnellingscondities, de incubatietijd merkelijk groter wordt voor Al-metallisaties die Cu bevatten, zodat de aanwezigheid van Cu waarschijnlijk wel zal bijdragen tot de incubatietijd.

Verklaring 2 kan men verwerpen, aangezien in het geval van niet-gepassiveerde metallisaties geen reden is te veronderstellen dat er initieel microgaten aanwezig zouden zijn in de metallisatie. De beschouwde metaalbanen zijn immers koud afgezet. Dit betekent dat de metallisatie op een hogere temperatuur aan een drukspanning onderhevig zal zijn. Relaxatie van deze spanning (die eventueel kan optreden tijdens de voorafgaande uitgloeibehandelingen) kan eventueel aanleiding geven tot het ontstaan van ophopingen, maar niet tot gaten. Zelfs indien men veronderstelt dat er tóch microgaten in de metallisatie aanwezig zijn, dan nog is er geen reden waarom deze microgaten terug zouden diffunderen na het afzetten van de stroombelasting.

Verklaringen 3 en 4 verwijzen in essentie naar hetzelfde proces. In EM-modellen, gebaseerd op de verdeling en evolutie van spanning in een metaalbaan tijdens belasting. spreekt men eveneens van een "incubatietijd" [KOR93a,KOR93b]. Hiermee duidt men de periode aan waarin de evenwichtsspanning tijdens EM opgebouwd wordt. In de verschillende modellen worden, afhankelijk van de beschouwde systemen. beginvoorwaarden. vergelijkingen afgeleid die de randvoorwaarden en spanningsevolutie beschrijven in functie van de tijd. Hetzelfde geldt voor de modellen die het verloop van de vacatureconcentratie als functie van de tijd beschrijven [LLO91]. Het basisprincipe is echter hetzelfde en gebaseerd op de idee dat het EM-proces kan beschouwd worden als een vacaturediffusieproces. Aan de kathodezijde ontstaat dan een drukspanning door de concentratietoename aan atomen. Aan de anode-zijde ontstaat een trekspanning door de concentratietoename aan vacatures. Dit proces zal stoppen als een kritische druk- en trekspanning bereikt wordt, bepaald door de belastingscondities en de mechanische eigenschappen van het materiaal, waarna spanningsrelaxatie kan optreden via plastische deformatie (KLI94). In de vacaturemodellen zal dan een kritische vacatureconcentratie bereikt worden voor gatenvorming. Relaxatie van trekspanning gebeurt door het ontstaan van gaten en drukspanning relaxeert door het ontstaan van bergen/uitstulpingen. Er zijn modellen die deze kritische vacature-opbouw beschrijven in termen van weerstandsmetingen [NIE94]. De essentie van deze modellen is echter dat deze periode gekenmerkt wordt door een detecteerbare niet-lineaire

weerstandsverandering als functie van de tijd. In dit proefschrift wordt aangetoond dat deze weerstandsveranderingen echter niet geïnduceerd zijn door de "elektronenwind". Indien de "incubatieperiode" voor de opbouw van een kritische vacatureconcentratie zou overeenkomen met de hier gedetecteerde incubatietijd m.b.v. de HRWM-techniek, dan zou dit wel degelijk betekenen dat de weerstand niet verandert tijdens de opbouw van deze toestand. De periode die in de spanningsevolutiemodellen en vacaturemodellen aangeduid wordt als "incubatieperiode", kan dus enkel overeenkomen met de incubatieperiode die hier geobserveerd wordt, indien de invloed van de toename in defectconcentratie op de weerstand tijdens deze periode verwaarloosbaar klein is.

· Fase 2 : lineaire fase

Het effect van de elektronenwind wordt pas detecteerbaar in de tweede fase. Onder alle condities voor temperatuur en stroomdichtheid wordt deze lineaire fase gedetecteerd. De tijdsduur van deze fase is echter wel functie van de structuur en samenstelling van de metallisatie en van de versnellingscondities. Daarom kan de helling van de weerstandsverandering in deze lineaire fase gebruikt worden als karakteristieke parameter voor het EM-proces in fase 2. De helling neemt toe in functie van de temperatuur en de stroomdichtheid. Hier wordt de temperatuurafhankelijkheid beschreven door een Arrhenius-factor. Voor de weerstandsveranderingen wordt het verband tussen de snelheid van de weerstandsverandering en de versnellingsparameters dan gegeven door vergelijking (4.6).

Methode 1 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

In figuur 5.7 worden de resultaten van EM-experimenten getoond, uitgevoerd op identieke preparaten onder dezelfde stroombelasting en bij verschillende temperaturen. Elke meting is hierbij uitgevoerd op een nieuw preparaat dat eerst onderworpen is aan een passende temperatuurbehandeling, zoals voorgesteld in figuur 4.



Figuur 5.7: Weerstandsveranderingen tijdens EM-experimenten op verschillende uitgegloeide Al-metaalbanen : j=0,25MA/cm² en [1] T=150°C [2] T=170°C [3] T=190°C [4] T=210°C.

In fase 2 van de weerstandsveranderingen wordt telkens de snelheid van de weerstandsverandering bepaald via een lineaire fit. Via de Arrhenius-plot in figuur 5.8 kan dan de activatie-energie voor het EM-proces in fase 2 bepaald worden. De bekomen activatie-energie is nu E=0,48eV. Indien deze waarde vergeleken wordt met de literatuurwaarden uit tabel 1.1, dan komt deze goed overeen met de waarde van een korrelgrensdiffusieproces in Al.



Figuur 5.8: Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende Al-metaalbanen.

144

Methode 2 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de hellingen op 1 preparaat

Deze methode biedt het grote voordeel, dat voor de bepaling van de activatie-energie nu slechts 1 preparaat nodig is. Daardoor wordt de bepaling van E dus onafhankelijk van de spreiding op de initiële toestand van de verschillende preparaten. De fout op de bepaling van de activatie-energie met behulp van de vorige methode kan immers nog veroorzaakt worden door de spreiding in de initiële defectconcentratie van de verschillende preparaten.

Deze methode is gebaseerd op een de veronderstelling dat het proces bepaald wordt door 1 activatie-energie. In het geval van EM-experimenten op zuiver Al-metaalbanen tijdens lage DC-stroombelasting kan het volgende argument aangehaald worden om deze veronderstelling te motiveren :

De methode wordt gebruikt om de initiële fase (fase 2) van EM te bestudeerd. Men kan daarom veronderstellen dat in deze fase slecht 1 type diffusieproces optreedt, dat gekarakteriseerd wordt door 1 activatie-energie³. De goede lineaire fit die bekomen wordt voor de bepaling van de activatie-energie tijdens de experimenten op verschillende preparaten, is reeds een aanwijzing dat deze activatie-energie inderdaad éénduidig is. Deze bewering wordt verder gestaafd door het uitvoeren van EM-experimenten bij verschillende stroomdichtheden. Indien tijdens fase 2 slechts 1 type diffusieproces optreedt, dan moet de activatie-energie immers ook onafhankelijk zijn van de gebruikt stroomdichtheid. In sommige studies wordt een stroomdichtheidsafhankelijkheid van de activatie-energie gevonden *[LLO88]*. Indien echter gecorrigeerd wordt voor de Joule-opwarming, d.w.z. indien de testtemperatuur correct bepaald wordt, dan blijkt men echter een constante activatie-energie te bekomen.

In figuur 5.9 (a) ziet men de resultaten van EM-experimenten sequentieel uitgevoerd op eenzelfde preparaat tijdens een constante stroombelasting van I=6mA ($j=0,25MA/cm^2$). Hierbij worden de relatieve weerstandsveranderingen steeds berekend t.o.v. de eerste waarde op de testtemperatuur. In de plot worden dan deze relatieve veranderingen van alle sequentieel uitgevoerde experimenten na elkaar getoond. Deze methode is toegepast

³ In de catastrofale fase (fase 3) is het aannemelijk dat er verschillende processen tegelijk zullen optreden, elk met hun eigen activatie-energie. Zoals reeds vroeger opgemerkt zijn ook de versnellingsparameters in de catastrofale fase niet meer constant en vergelijking (4.6) kan dus niet meer gebruikt worden.

tijdens verschillende stroombelastingen. Figuur 5.9 (b) toont de weerstandsveranderingen opgemeten tijdens dit type EM-experimenten bij j=0.50 MA/cm².



Figuur 5.9: Methode van de hellingen voor het bepalen van de activatie-energie van het EM-proces op één voorgegloeide Al-metaalbaan bij [1] T=150°C [2] T=170°C [3] T=190°C [4] T=210°C [5] T=230°C en (a) j=0,5 MA/cm² en (b) j=0,50MA/cm².

De activatie-energie kan nu bepaald worden, indien een Arrhenius-plot van (ln SW) i.f.v. (1/kT) gemaakt wordt. Dit geeft aanleiding tot de volgende vergelijking

$$\ln SW = \ln A' - E/kT$$
(5.10)

met A'=A*jⁿ : factor afhankelijk van de materiaaleigenschappen en de stroomdichtheid.

In figuur 5.10 worden de resultaten van de experimenten uit de voorgaande figuren samengevat in een Arrhenius-plot. Het is duidelijk dat de activatie-energie éénduidig kan bepaald worden via een lineaire fit. Verder is de activatie-energie ook onafhankelijk van de stroomdichtheid, wat opnieuw de hypothese bevestigt dat het om een proces gaat, gedreven door 1 activatie-energie.



Figuur 5.10: Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het EM-proces in Al-metaalbanen tijdens fase 2 m.b.v. de methode van de hellingen op 1 preparaat bij [1] j=0,13 MA/cm² [2] j=0,25 MA/cm² [3] j=0,38 MA/cm² [4] j=0,50 MA/cm².

In tabel 5.2 worden de resultaten samengevat. Indien m.b.v. 1 preparaat sequentieel identieke experimenten uitgevoerd worden, dan vindt men eveneens een spreiding Σ =0,02eV op de activatie-energie. De spreiding op de getoonde resultaten ligt binnen deze spreiding Σ . In de tabel zijn ook de standaarddeviaties s van de kleinste kwadraat-fittingsparameters uit de verschillende Arrhenius-plots gegeven.

j (MA/cm ²)	E (eV)	s _e (eV)	In A'	Sta A'
0,13	0,48	0,02	-7,30	0,60
0,25	0,49	0,02	-6,10	0,50
0,38	0,52	0,02	-4,10	0,60
0,50	0,48	0,02	-3,80	0,60

Tabel 5.2: De activatie-energie voor EM in Al-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende stroomdichtheden.

Uit de waarden in tabel 5.2 kan ook de voorfactor A^* uit vergelijking (4.6) berekend worden. De factor $A'=A^*j^n$ uit vergelijking (5.10) kan bepaald worden en via een plot van (ln A') als functie van (ln j) kan de materiaalconstante A^* berekend worden.

147

Bovendien is het via deze plot ook mogelijk de stroomdichtheidsexponent te bepalen. De helling van de lineaire fit levert namelijk de stroomdichtheidsexponent n. Figuur 5.11 toont de resultaten en een stroomdichtheidsexponent n=2,1 is hieruit bepaald.



Figuur 5.11 : Het bepalen van de stroomdichtheidsexponent n uit een plot van de factor (In A') in functie van de stroomdichtheid.

Aangezien een goede lineaire fit bekomen wordt, is het duidelijk dat A* inderdaad een constante is, die enkel bepaald wordt door de structuur en samenstelling van de beschouwde metallisatie. De voorfactor, berekend uit de fittingsparameter, is voor de bestudeerde Al-metallisaties A*=12,9 10^{-14} s⁻¹. Deze factor zal enkel materiaalparameters bevatten, zoals de diffusiecoëfficiënt D₀, de effectieve lading Z*e en de resistiviteit ρ .

Methode 3 : bepalen van de activatie-energie via de methode van Overhauser

De activatie-energie van een thermisch geactiveerd proces kan ook via de methode van Overhauser bepaald worden *[DAM71]*. De procedure en voorwaarden voor het toepassen van deze methode zijn beschreven in de Appendix. De experimenten, zoals gepresenteerd in figuur 5.9, kunnen nu gebruikt worden om de activatie-energie via de methode van Overhauser te bepalen in het volledige temperatuurgebied [150°C, 230°C]. De werkwijze is geïllustreerd in figuur 5.12a : de twee hellingen van de weerstandsveranderingen SW₁ en SW₂ zijn hier geconstrueerd in het discontinuïteitspunt [2] bij $T_1=150$ °C en $T_2=170$ °C. Toepassen van vergelijking (A4) uit de Appendix in het aangeduide discontinuïteitspunt levert de activatie-energie in [T_1, T_2]. De resultaten voor discontinuïteitspunten [2], [3], [4] en [5] uit figuur 5.9a zijn samengevat in figuur 5.12b. Het is duidelijk dat er slechts een kleine spreiding op de berekende activatie-energieën aanwezig is, zodat men kan besluiten dat E onafhankelijk is van de temperatuur en er bijgevolg ook geen spectrum zal aanwezig zijn.



Figuur 5.12 : (a) Illustratie van de methode van Overhauser voor de bepaling van de activatie-energie in [150°C, 170°C].

(b) Activatie-energie als functie van de temperatuur, bepaald via de methode van Overhauser, via de weerstandsveranderingen zoals getoond in figuur 5.9a bij $j=0.25MA/cm^2$.

Deze activatie-energie-bepalingen zijn nu eveneens uitgevoerd bij verschillend stroomdichtheden en de resultaten van deze berekeneningen zijn samengevat in tabel 5.3. De activatie-energie blijkt ook onafhankelijk te zijn van de stroomdichtheid, wat nogmaals het feit van het 1 activatie-energieproces bevestigt.

E(eV) ⁽¹⁾	j=0,13MA/cm ²	j=0,25MA/cm ²	j=0,38MA/cm ²	j=0,50MA/cm2
[150°C, 170°C]	0,51	0,51	0,50	0,50
[170°C, 190°C]	0,49	0,50	0,49	0,51
[190°C, 210°C]	0,50	0,51	0,49	0,49
[210°C, 230°C]	0,49	0,50	0,51	0,51

Tabel 5.3: De activatie-energie voor EM in Al-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende stroomdichtheden, bepaald via de methode van Overhauser $\binom{a}{\pm} \pm 0.01 eV$.

149

5.3.2 Polykristallijne niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

· Fase 1 : incubatietijd

Indien een voorgegloeide Al1%Si-metallisatie voor het eerst onderworpen wordt aan een relatief lage stroomdichtheid j tijdens een isotherme temperatuurbehandeling, dan observeert men eveneens in eerste instantie een incubatietijd.

In figuur 5.13 zijn de resultaten getoond van een EM-experiment op een voorgegloeide Al1%Si-metaalbaan. Figuur 5.13a laat de weerstandsveranderingen zien gedurende de laatste uren van deze uitgloeistap. Op het ogenblik dat geen weerstandsveranderingen gedetecteerd worden, zal de structuur van de metallisatie stabiel zijn. In figuur 5.13b zijn de weerstandsdata getoond, onmiddellijk na het aanleggen van de EM-stroombelasting. Na de incubatietijd start, zoals bij zuiver Al-metaalbanen, opnieuw een lineaire fase.



Figuur 5.13 : Weerstandsveranderingen in type H-metaalbaan op $T=170^{\circ}C$: (a) vóór het aanbrengen van de stroombelasting (j \approx 0) (b) onmiddellijk na het aanbrengen van de stroombelasting (j=0,25 MA/cm²).

Opnieuw zijn experimenten uitgevoerd tijdens verschillende temperatuur- en stroombelastingen, zoals in figuur 5.14 getoond. Elk experiment is uitgevoerd op een nieuw identiek preparaat, aangezien ook hier de incubatietijd enkel optreedt tijdens de eerste stroombelasting. Het proces dat optreedt tijdens de incubatieperiode is dus opnieuw een éénmalig irreversibel proces, indien fase 2 reeds bereikt is.



Figuur 5.14: EM-experimenten op verschillende identieke uitgegloeide All%Si-metaalbanen (type H) bij j=0,25MA/cm² en T=170°C [1], T=190°C [2], T=210°C [3] en T=230°C [4].

De temperatuurafhankelijkheid van fase 1 is bestudeerd door de Al1%Si metaalbanen te onderwerpen aan dezelfde constante stroombelasting, op verschillende temperaturen. M.b.v. vergelijking 5.8 kan dan opnieuw de activatie-energie bepaald worden via een Arrhenius-plot. Een lineaire fit, zoals aangeduid in figuur 5.15, leidt voor de Al1%Si-metallisaties tot een activatie-energie van E=0,61eV. Uit vergelijking met de literatuurwaarden voor de activatie-energie van diffusie-processen in tabel 1.1, vindt men dat ook deze waarde in de orde ligt van de activatie-energie voor korrelgrensdiffusie in zuiver Al.

Uit de experimenten blijkt verder dat de lengte van de incubatieperiode, bij dezelfde versnellingscondities, in dezelfde orde ligt als bij de Al-metallisaties. De toevoeging van 1%Si blijkt slechts weinig invloed te hebben op de duur van de incubatietijd. Door de kleine oplosbaarheidsgraad van Si in Al (minder dan 0,01% bij 200°C) zullen de meeste Si-atomen geprecipiteerd zijn aan de korrelgrenzen. Gangulee en d'Heurle vonden dat de diffusie van de geprecipiteerde Si-atomen onderdrukt wordt [GAN71], zodat men kan besluiten dat de Si-precipitaten niet zullen bijdragen tot de diffusie in fase 1. Verder bestudeerde Van Gurp de diffusie van opgeloste Si-atomen in dunne brede Al-banen en bepaalde hiervoor een activatie-energie E=0,9eV [VAN71]. Andere auteurs publiceerden waarden van 0,79eV to 1,05eV [MMC71]. In vergelijking met de activatie-energie voor Al-zelfdiffusie via de korrelgrenzen is dit een hoge waarde, wat erop duidt dat ook de diffusie van Si-atomen in oplossing onderdrukt wordt in het bestudeerde temperatuurgebied.



Figuur 5.15 : Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het proces tijdens de incubatieperiode.

Dit verklaart tevens waarom de geobserveerde incubatietijden in de Al en Al1%Si-metallisaties in dezelfde orde zijn. Het proces dat optreedt tijdens de incubatietijd bij niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties zal bijgevolg een vergelijkbaar reversibel Al-diffusieproces zijn.

· Fase 2 : lineaire fase

De helling van de weerstandsveranderingen in deze lineaire fase wordt gebruikt als karakteristieke parameter voor het EM-proces in deze fase. De helling neemt toe in functie van de temperatuur en de stroomdichtheid. De temperatuurafhankelijkheid wordt beschreven door de Arrhenius-factor in vergelijking (4.6).

Methode 1 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

Uit de weerstandsmetingen in figuur 5.14 kan de activatie-energie bepaald worden voor het EM-proces in de lineaire fase. Dit type experimenten is eveneens uitgevoerd onder verschillende constante stroombelastingen. De snelheid van de weerstandsverandering wordt telkens bepaald met behulp van een lineaire fit.

De Arrhenius-plots in figuur 5.16 worden gebruikt om de activatie-energie voor het EM-proces in fase 2 te bepalen bij de verschillende stroomdichtheden. De gevonden activatie-energieën zijn samengevat in tabel 5.4. Indien deze waarden vergeleken

worden met de literatuurwaarden uit tabel 1.1, dan zijn deze in de orde van de waarde voor Al-korrelgrensdiffusie.



Figuur 5.16: Arrhenius-plots voor bepalen van de activatie-energie van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende All%Si-metaalbanen bij j=0,25MA/cm² [1], j=0,38MA/cm² [2] en j=0,50MA/cm² [3].

j (MA/cm ²)	E (eV)	s _E (eV)	In A'	S _{In A'}
0,25	0,59	0,02	-3,90	0,50
0,38	0,59	0,02	-3,20	0,50
0,50	0,60	0,02	-2,40	0,60

Tabel 5.4: De activatie-energie voor EM in All%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende stroomdichtheden.

Methode 2 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de hellingen op 1 preparaat

Ook in het geval van EM-experimenten op Al1%Si-metaalbanen tijdens lage DC-stroombelasting kan gebruik gemaakt worden van de methode van de hellingen zoals beschreven in de vorige paragraaf.

Voor de Al1%Si-metallisaties zal de structuur van de metallisatie functie zijn van de temperatuur. Bij het aanleggen van de belastingsstroom zou ten gevolge van de Joule-opwarming dus initieel een niet-lineaire fase kunnen optreden in de weerstandsverandering. Het Joule-effect zal tijdens deze experimenten echter verwaarloosbaar klein zijn. Men gaat er opnieuw van uit dat in fase 2 van EM slechts 1

153

type diffusieproces optreedt, gekarakteriseerd door 1 activatie-energie. De hellingen van de weerstandsveranderingen worden berekend bij elke temperatuur en via vergelijking (5.10) wordt de activatie-energie bepaald. In figuur 5.17a ziet men de resultaten van EM-experimenten sequentieel uitgevoerd op eenzelfde preparaat tijdens een constante stroombelasting van I=6mA (j=0,25MA/cm²). Dit type EM-experimenten is opnieuw toegepast tijdens verschillende stroombelastingen. In figuur 5.17b worden de resultaten van de analyse van deze experimenten via de methode van de hellingen samengevat in klassieke Arrhenius-plots. De activatie-energie kan telkens éénduidig bepaald worden via een lineaire fit en deze is onafhankelijk van de stroomdichtheid.



Figuur 5.17 : (a) Methode van de hellngen voor het bepalen van de activatie-energie van het EM-proces op één voorgegloeide All%Si-metaalbaan met j=0,25MA/cm² en [1] T=170°C [2] T=190°C [3] T=210°C [4] T=230°C.
(b) Arrhenius-plots voor het bepalen van de activatie-energie bij [1] j=0,25 MA/cm² [2] j=0,38 MA/cm² [3] j=0,50 MA/cm².

In tabel 5.5 worden de resultaten samengevat. De spreiding op de resultaten ligt binnen de spreiding Σ =0.02eV op de activatie-energie voor 2 identieke experimenten.

j (MA/cm ²)	E (eV)	s _E (eV)	In A'	Sin A
0,25	0,60	0,03	-3,70	0,6
0,38	0,59	0,02	-2,90	0,6
0,50	0,59	0,02	-1,70	0,4



Uit deze tabel is duidelijk dat de activatie-energie opnieuw onafhankelijk is van de stroomdichtheid. De bekomen waarde voor de activatie-energie duidt op een korrelgrensdiffusieproces tijdens de lineaire fase. Indien deze getalwaarde vergeleken wordt met de literatuurwaarde voor bulk Al, dan is deze laatste lager. De aanwezigheid van 1wt%Si verhoogt blijkbaar de waarde van de activatie-energie. Dit kan verklaard worden door het feit dat Al-atomen eventueel kunnen gebonden zijn aan Si-atomen, waardoor de activatie-energie verhoogd wordt met een factor gelijk aan deze bindingsenergie.

Uit de waarden in tabel 5.5 kan de voorfactor A* uit vergelijking (4.6) berekend worden voor dit type metallisatie. Via vergelijking (5.10) kan de stroomdichtheidsexponent bepaald worden uit een plot van (ln A') als functie van (ln j). De helling van de lineaire fit levert dan de exponent n. Figuur 5.18 toont de plot en de lineaire fit waaruit een stroomdichtheidsexponent van n=1,9 is bepaald. Aangezien een goede lineaire fit bekomen wordt, is het duidelijk dat A* ook voor dit type metallisatie een constante is, die enkel afhankelijk is van de materiaaleigenschappen. Uit de fittingsparameter wordt voor dit type metallisatie A*=5,7 10⁻¹⁵ s⁻¹ berekend.



Figuur 5.18: Bepalen van de stroomdichtheidsexponent uit een plot van de factor (lnA') in functie van de stroomdichtheid.

Methode 3 : bepalen van de activatie-energie via de methode van Overhauser De methode van Overhauser kan hier ook gebruikt worden, mits een kleine wijziging in de procedure toe te passen. Indien de methode strikt toegepast wordt, moet de afgeleide berekend worden van de verandering van de gemeten parameter in het punt waarin de temperatuur verandert. Op het ogenblik dat de temperatuur wijzigt zal echter ook de microstructuur van de Al-legering wijzigen, wat gereflecteerd wordt in een initiële niet-lineaire weerstandsverandering. Het is bijgevolg niet correct de Overhauser-methode in de strikte zin te gebruiken. Aangezien de Joule-opwarming verwaarloosbaar klein is in deze EM-experimenten en de temperatuurstappen die bestudeerd worden relatief klein zijn, zal dit effect echter minimaal zijn. In de tweede fase van het EM-proces zijn de weerstandsveranderingen lineair als functie van de tijd. Het zal deze fase zijn die gebruikt wordt om de activatie-energie te bepalen. De afgeleide van de weerstandsveranderingen wordt dan bepaald in de lineaire fase zowel vóór als na het wijzigen van de temperatuur.

Uit de bepaling van de activatie-energie tijdens experimenten bij verschillend temperatuurstappen, kan men nagaan of de activatie-energie inderdaad éénduidig is. Deze bewering wordt verder gecontroleerd door het uitvoeren van EM-experimenten m.b.v. de Overhauser-methode bij verschillende stroomdichtheden.

De resultaten voor alle discontinuïteitspunten [2], [3], [4] en [5] uit figuur 5.17a zijn samengevat in figuur 5.19.



Figuur 5.19 : Activatie-energie voor Al1%Si-metaalbanen als functie van de temperatuur, bepaald via de methode van Overhauser, via de weerstandsveranderingen zoals getoond in figuur 5.17a bij $j=0.25MA/cm^2$.

Aangezien er slechts een kleine spreiding op de berekende activatie-energieën aanwezig is, kan men besluiten dat E onafhankelijk is van de temperatuur en zal er bijgevolg ook geen spectrum aanwezig zijn.

Tabel 5.6 tenslotte toont de resultaten van EM-experimenten zoals in figuur 5.17a m.b.v. de Overhauser-methode bij respectievelijke stroomdichtheden $j=0.25MA/cm^2$, $j=0.38MA/cm^2$ en $j=0.50MA/cm^2$. De bepaling van de activatie-energie is éénduidig en onafhankelijk van de stroomdichtheid.

E(eV) ⁽¹⁾	j=0,25MA/cm ²	j=0,38MA/cm ²	j=0,50MA/cm ²
[170°C, 190°C]	0,60	0,59	0,60
[190°C, 210°C]	0,59	0,61	0,60
[210°C, 230°C]	0,59	0,59	0,59

 Tabel 5.6:
 De activatie-energie voor EM in All%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij

 verschillende stroomdichtheden, bepaald via de methode van Overhauser
 (²¹ 0.01eV).

5.3.3 Polykristallijne gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

· Fase 1 : incubatietijd

Indien een voorgegloeide gepassiveerde Al1%Si-metallisatie voor het eerst onderworpen wordt aan een relatief lage stroomdichtheid j tijdens een isotherme tempertuurbehandeling, dan wordt eveneens een incubatietijd gedetecteerd.

In figuur 5.20 zijn de resultaten getoond van een EM-experiment op een voorgegloeide gepassiveerde Al1%Si-metaalbaan van type D. De getoonde weerstandsdata zijn deze, onmiddellijk na het aanleggen van de EM-stroombelasting. De incubatietijd is nu opnieuw duidelijk te detecteren. Op een bepaald ogenblik start - analoog als bij de niet-gepassiveerde Al en Al1%Si metaalbanen - fase 2.

Experimenten zijn uitgevoerd tijdens verschillende temperatuur- en stroombelastingen. Elk experiment is uitgevoerd op een nieuw en identiek preparaat, aangezien de processen tijdens de incubatietijd slechts éénmalig optreden. Bijgevolg zal voor elke bepaling van de incubatietijd, behorende bij een bepaalde temperatuur en stroomdichtheid, een nieuw preparaat nodig zijn.



Figuur 5.20 : Weerstandsveranderingen in een uitgegloeide type D-metaalbaan op $T=236^{\circ}C$ onmiddellijk na het aanbrengen van de stroombelasting (j=0,13 MA/cm^{2}).

De temperatuurafhankelijkheid van fase 1 is bestudeerd door de type D-metaalbanen te onderwerpen aan een constante stroombelasting, op verschillende temperaturen. M.b.v. vergelijking (5.8) kan dan de activatie-energie bepaald worden via een Arrhenius-plot.

Een lineaire fit, zoals aangeduid in figuur 5.21, leidt voor deze gepassiveerde Al1%Si-metallisaties tot een activatie-energie van E=0,57eV. Indien deze waarde vergeleken wordt met de activatie-energie bepaald voor de niet-gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen, dan ligt deze waarde in dezelfde orde. Dit wijst erop dat ook voor de gepassiveerde metallisaties hetzelfde proces optreedt in fase 1 als voor de niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties.



Figuur 5.21 : Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het proces tijdens de incubatieperiode.

De duur van de incubatietijd is nu echter langer dan voor de niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties bij vergelijkbare belastingscondities. Zo is de incubatietijd voor een niet-gepassiveerde Al1%Si-metaalbaan bij T=230°C en j=0,13MA/cm² bijvoorbeeld slechts ~1u, terwijl deze voor een gepassiveerde Al1%Si-metaalbaan bij T=225°C en j=0,13MA/cm² langer dan 15u duurt. Aangezien de activatie-energie vergelijkbaar is, zal dit uitgedrukt worden in de voorfactor B'=B*jⁿ uit vergelijking (5.9). Deze voorfactor bevat een constante materiaalfactor en een factor, afhankelijk van de stroomdichtheid.

In onderstaande tabel 5.7 worden de berekende voorfactoren B* voor de 3 types bestudeerde metallisaties geven.

Туре	Metallisatie	B* (s)
G	Al	1.4 105
Н	Al1%Si	6.9 10 ⁶
D	Al1%Si	1.9 109

Tabel 5.7 : Voorfactoren B* uit vergelijking (5.9) voor fase 1.

Mogelijke verklaringen voor het verschil in de factoren B* voor de verschillende types Al-metallisaties zijn de volgende :

- 1. De initiële spanningstoestand
- 2. De gemiddelde korreldiameter
- 3. De initiële concentratie aan Si-precipitaten/opgeloste Si-atomen
- 4. De kritische spanning voor plastische deformatie

Hierna zullen elk van deze mogelijkheden besproken worden.

1. De initiële spanningstoestand

De types G en H-metallisaties zijn beide koud afgezet. De spanningstoestand in deze metallisaties zal dus vergelijkbaar zijn en het verschil in voorfactor kan dus niet te wijten zijn aan deze factor.

De spanningstoestand in een gepassiveerde metaalbaan is duidelijk verschillend van deze in een niet-gepassiveerde metaalbaan *[CHI92]*. De theoretische correlatie tussen mechanische spanning en de frequentiefactor van de diffusiecoëfficiënt wordt gegeven door *[SCO95]*
(5.11)

$D_{\sigma} = D_0 \exp(\sigma \Omega / kT)$

- met D_{σ} : bulkfrequentiefactor in een materiaal onder spanning (cm²/s)
 - D_0 : bulkfrequentiefactor in spanningsvrij materiaal (cm²/s)
 - σ : spanning (Pa)
 - Ω_{c} : atomair volume (m³)
 - k : Boltzmann-constante (J/K)
 - T : absolute temperatuur (K).

Uit deze relatie kan men afleiden dat een trekspanning (σ >0) een toename in de diffusiviteit zal teweegbrengen en een drukspanning (σ <0) een afname. Gepassiveerde metallisaties zullen op de testtemperatuur meestal onderhevig zijn aan een trekspanning, terwijl koud gedeponeerde niet-gepassiveerde metallisaties op die temperatuur aan een drukspanning onderhevig zijn. Dit kan bijgevolg geen verklaring zijn voor de gevonden langere incubatietijden en bijbehorende grotere B*-waarde voor de type D-metallisaties, aangezien een grotere frequentiefactor kortere incubatietijden betekent.

2. De gemiddelde korreldiameter

De gemiddelde korreldiameter voor type G en type H metallisaties zijn vergelijkbaar, zodat ook deze factor geen verklaring kan bieden voor het verschil in factor B*.

Doordat de gepassiveerde metaalbanen tijdens het aanbrengen van de passivatielaag aan een hoge temperatuur-behandeling onderworpen worden, zal de gemiddelde korrelafmeting groter zijn voor dit type banen. Uit vergelijking van de waarden in tabel 5.1 kan men afleiden dat type D-banen een gemiddelde korrelgrootte hebben die ongeveer 5 keer groter is dan deze voor type H-banen.

Indien men de korrelgrensdiffusiviteit correct wil uitdrukken, dan moet de frequentiefactor voor polykristallijn materiaal geschreven worden als [SCO95] :

$$D_{0,KG} = D_0 \,\delta/d \tag{5.11}$$

- met D_{0,KG} : korrelgrensfrequentiefactor in spanningsvrij materiaal
 - D₀: bulkfrequentiefactor
 - d : gemiddelde korrelgrootte
 - δ : effectieve korrelgrensbreedte

Aangezien de frequentiefactor kwadratisch omgekeerd evenredig is met de factor B*, betekent dit dat de factor B* voor de gepassiveerde banen 25 keer groter zal zijn. Dit kan echter nog niet de totale toename in B* voor type D verklaren.

3. De initiële concentratie aan Si-precipitaten/opgeloste Si-atomen

De resistiviteit zal functie zijn van de concentratie aan opgeloste elementen. Hoe hoger deze concentratie, hoe groter de resistiviteit van de geleider. Het is moeilijk te bepalen hoe groot de concentratie is aan opgeloste atomen in de gepassiveerde en niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties. Uit de studie in hoofdstuk 3 kan men besluiten dat het aanbrengen van een passivatielaag weinig of geen invloed heeft op het precipitatiegedrag van de additie-elementen. De gemiddelde korreldiameter blijkt enkel een invloed te hebben op de snelheid van het proces.

4. De kritische spanning voor plastische deformatie

Tijdens de incubatietijd treedt een volkomen reversibel proces op. Indien dit bijvoorbeeld gepaard gaat met het ontstaan van spanningen in het materiaal, dan wordt de duur van de incubatietijd vooral bepaald door de waarde van de kritische trekspanning in het materiaal. Uit studies van Al-legeringen is bekend dat legeringen, mits een aangepaste thermische voorbehandeling, een mechanisch sterker materiaal opleveren. Zuiver materiaal wordt daarom vaak gedopeerd met een kleine concentratie aan onzuiverheden om de mechanische sterkte te verhogen. Ook de aanwezigheid van kleine precipitaten, homogeen verspreid aan de korrelgrenzen, blijkt een gunstig effect te hebben op de mechanische sterkte en verhoogt de kritische spanning waarbij plastische vervorming optreedt [DOR50]. Deze additie-elementen en hun precipitaten kunnen ook een invloed hebben op de frequentiefactor D_0 . In de literatuur vindt men meestal een kleinere diffusiviteit voor legeringen, wat een verklaring kan zijn voor de grotere B* van type H in vergelijking met type G.

Verder is ook bekend dat het aanbrengen van een starre passivatielaag de kritische drukspanning drastisch kan verhogen [CH192]. Deze drukspanning is gecorreleerd met de kritische trekspanning, nodig voor het vormen van gaten in de metaalbaan. Een grotere kritische trekspanning kan uitgedrukt worden in termen van een sterk verlaagde frequentiefactor en dit kan een tweede oorzaak zijn voor de veel grotere B* en de langere incubatietijden voor type D in vergelijking met type H.

· Fase 2 : lineaire fase

De helling van de weerstandsveranderingen in de lineaire fase neemt toe in functie van de temperatuur en de stroomdichtheid. De temperatuurafhankelijkheid wordt beschreven door de Arrhenius-factor in vergelijking (4.6).

Methode 1 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

In figuur 5.22 worden de resultaten van EM-experimenten getoond, uitgevoerd op verschillende, maar identieke preparaten onder constante stroombelasting en bij verschillende temperaturen.



Figuur 5.22 : Weerstandsveranderingen tijdens EM-experimenten op uitgegloeide gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen met j=0,13MA/cm² en [1] T=225°C [2] T=236°C [3] T=269°C [4] T=300°C.

De snelheid van de weerstandsverandering wordt telkens bepaald met behulp van een lineaire fit. Via de Arrhenius-plot in figuur 5.23 kan dan de activatie-energie voor het EM-proces in fase 2 bepaald worden. De activatie-energie bepaald via de lineaire fit is E=0,67eV. Dit is een waarde vergelijkbaar met deze bepaald voor de niet-gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen.



Figuur 5.23 : Arrhenius-plot voor bepalen van de activatie-energie van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende gepassiveerde All%Si-metaalbanen.

Methode 2 : bepalen van de activatie-energie via de methode van de hellingen op 1 preparaat

Deze methode is toegepast voor verschillende stroomdichtheden. De resultaten zijn samengevat in tabel 5.8.

j (MA/cm ²)	E (eV)	s _E (eV)	ln A'	S _{In A} .
0,13	0,66	0,03	-4,30	0,6
0,25	0,63	0,03	-3,20	0,6
0,50	0,68	0,03	-1,80	0,6

 Tabel 5.8:
 De activatie-energie voor EM in gepassiveerde All%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende stroomdichtheden.

Methode 3 : bepalen van de activatie-energie via de Overhauser-methode

In tabel 5.9 zijn de resultaten samengevat van de analyse van EM-experimenten op 1 gepassiveerde Al1%Si-metaalbaan type D met behulp van de methode van Overhauser. De activatie-energie is berekend in verschillende temperatuurintervallen en bij respectievelijke stroomdichtheden $j=0.13MA/cm^2$, $j=0.25MA/cm^2$ en $j=0.50MA/cm^2$. Het EM-proces tijdens fase 2 is ook voor dit type preparaten bepaald door een 1 activatie-energieproces en de activatie-energie is tevens onafhankelijk van de stroomdichtheid.

163

E(eV) ⁽¹⁾	j=0,13MIA/cm ²	j=0,25MA/cm ²	j=0,50MA/cm ²
[150°C, 170°C]	0,66	0,65	0,66
[170°C, 190°C]	0,65	0,66	0,65
[190°C, 210°C]	0,65	0,66	0,64
[210°C, 230°C]	0,66	0,64	0,66

Tabel 5.9: De activatie-energie voor EM in gepassiveerde All%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende stroomdichtheden, bepaald via de methode van Overhauser (⁴⁾ 0.01eV).

Het EM-diffusieproces in fase 2 zal ook voor dit type metallisatie een korrelgrensdiffusieproces zijn. Dit betekent dat vooral de voorfactor A*, afhankelijk van de samenstelling en structuur van het materiaal, het gunstige effect van de gepassiveerde metallisaties o.i.v. EM bepaalt. Indien de fittingsparameter A' uit vergelijking (5.10) bepaald wordt, dan kan de materiaalconstante A*=4,3 10^{-30} s⁻¹ berekend worden voor de type D-metaalbanen.

In onderstaande tabel 5.10 worden de berekende materiaalparameters A* voor de 3 types bestudeerde metallisaties samengevat.

Type	Metallisatie	A* (s ⁻¹)	
G	Al	1,3 10-13	
Н	Al1%Si	5,7 10-15	
D	Al1%Si	4,3 10-30	

Tabel 5.10 Materiaalconstante A* voor drie types metallisaties berekend via vergelijking (4.6).

Het grootste verschil is opnieuw te vinden in het vergelijken van type H en type D metallisaties. De argumenten aangehaald voor het verschil in de parameter B* voor fase I gelden hier opnieuw. Het blijkt dus opnieuw de grotere gemiddelde korrelafmeting en het de verhoogde kritische treksterkte te zijn die de frequentiefactor van de diffusiecoëfficiënt bepalen, waardoor A* beduidend kleiner wordt.

5.4 Afhankelijkheid van de stroomdichtheid : bepaling van de stroomdichtheidsexponent

5.4.1 Polykristallijne niet-gepassiveerde Al-metallisaties

- Fase 1 : incubatietijd

Uit de experimenten blijkt dat de incubatietijd ook functie is van de aangelegde stroomdichtheid. Deze stroomafhankelijkheid is bestudeerd door verschillende identieke voorgegloeide zuivere Al-metallisaties te onderwerpen aan verschillende lage stroomdichtheden j tijdens isotherme temperatuurbehandelingen. Bij deze experimenten is de testtemperatuur steeds dezelfde. De afhankelijkheid van de stroomdichtheid kan - naar analogie met vergelijking (4.6) - uitgedrukt worden in een exponent n. Dit betekent dat men voor de incubatietijd de volgende relatie kan beschouwen

$$\mathbf{t} = \mathbf{B}^n \mathbf{j}^n \tag{5.12}$$

met B"=B*exp(E/kT) : factor afhankelijk van de materiaaleigenschappen en de temperatuur

Figuur 5.24 toont een plot van $(\ln t_i)$ in functie van $(\ln j)$. Via een lineaire fit kan uit deze plot de stroomdichtheid-exponent n voor fase 1 bepaald worden. Voor dit type metallisaties vindt men n=1,9.



Figuur 5.24 : Plot voor het bepalen van de stroomdichtheidsexponent tijdens de incubatieperiode bij Al-metallisaties.

165

De bepaling van deze stroomdichtheidsexponent is vooral belangrijk vanuit commercieel oogpunt, aangezien de duur van de incubatietijd sterk afhankelijk is van deze parameter. Indien de snelheid van de vroege weerstandsveranderingen (SW) als parameter gebruikt wordt om de levensduur van een type metaalbaan te schatten, dan is het gevaarlijk deze incubatietijd te verwaarlozen. Bij EM-testen onder hoge stroomdichtheidsbelasting zal fase 1 niet aanwezig zijn en is er geen probleem aangezien de lineaire fase onmiddellijk start. Indien de incubatietijd echter verwaarloosd wordt bij EM-testen onder lage stroomdichtheidsbelasting dan kan na extrapolatie van de resultaten uit de versnelde testen een grove onderschatting van de verwachte levensduur gemaakt worden.

- Fase 2 : lineaire fase

Zoals reeds vermeld is de tijdsduur van de lineaire fase van de weerstandsveranderingen afhankelijk van de stroomdichtheid. Men kan hierbij opnieuw de helling van de weerstandsverandering gebruiken als parameter om het EM-proces in deze fase te karakteriseren. Het verband tussen de snelheid van de weerstandsverandering en de stroomdichtheid is zoals uitgedrukt in vergelijking (4.6).

Methode 1 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

EM-experimenten zijn uitgevoerd op verschillende identieke preparaten onder verschillende stroombelastingen en bij dezelfde constante temperatuur. De plot in figuur 5.25 toont (ln SW) in functie van (ln j). Een lineaire fit levert een éénduidige bepaling van de exponent n=2,0 in fase 2.



Figuur 5.25 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheidsexponent van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende Al-metaalbanen.

Methode 2 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de hellingen op 1 preparaat

Deze stroomdichtheidsafhankelijkheid en de bijbehorende bepaling van de exponent n kan ook via de zogenaamde methode van de hellingen op 1 preparaat bepaald worden.

In plaats van de temperatuur abrupt te wijzigen, wordt nu echter de stroomdichtheid plots veranderd. Bij het uitvoeren van deze testen is het heel belangrijk dat de aangelegde stromen zo klein zijn, dat er geen Joule-opwarming optreedt. Indien deze Joule-bijdrage immers niet verwaarloosbaar is, dan zal ook de temperatuur van de metaalbaan veranderen als functie van de aangelegde stroom. Voor deze bijdrage zou eventueel kunnen gecorrigeerd worden, indien de Joule-bijdrage exact bepaald kan worden. Hierbij zou het preparaat niet alleen aan een stijgend stroomprofiel, maar tegelijk aan een dalend temperatuurprofiel moeten onderworpen worden. Aangezien hier echter EM-testen uitgevoerd worden bij lage j-belastingen, zal de Joule-opwarming verwaarloosbaar klein zijn en kan men de testen uitvoeren bij een constante omgevingstemperatuur.

Figuur 5.26 toont de resultaten van EM-experimenten sequentieel uitgevoerd op eenzelfde preparaat tijdens een constante temperatuur.



Figuur 5.26 : Methode van de hellingen voor het bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 op 1 Al-metaalbaan bij $T=170^{\circ}C$ en $j=0,13MA/cm^2$, $j=0,25MA/cm^2$, $j=0,38MA/cm^2$, $j=0,50MA/cm^2$.

Figuur 5.27 toont een plot van (ln SW) in functie van (ln j) bij verschillende temperaturen. Voor elke testtemperatuur is via een lineaire fit de stroomdichtheidsexponent n bepaald.



Figuur 5.27 : Plot voor het bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 via de methode van de hellingen op 1 Al-metaalbaan bij verschillende temperaturen.

In tabel 5.11 worden naast de fittingsparameters n en (ln A") uit vergelijking (4.6), de standaarddeviaties s_n en s_{A^n} uit de kleinste kwadraatfitting gegeven. Uit de analyse van deze parameters blijkt dat de stroomdichtheid-exponent n onafhankelijk is van de temperatuur en constant. De spreiding op de resultaten ligt binnen de fout op de bepaling.

T (°C)	n	Sn	In A"	Sin A"
150	2,0	0,10	-43,10	0,50
170	1,9	0,10	-41,40	0,40
190	2,1	0,10	-42,90	0,30
210	2,1	0,10	-43,50	0,30

 Tabel 5.11
 De stroomdichtheid-exponent voor EM in Al-metaalbanen tijdens fase 2

 bij verschillende temperaturen.

5.4.2 Polykristallijne niet-gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

- Fase 1 : incubatietijd

De stroomdichtheidsafhankelijkheid is eveneens bestudeerd door verschillende identieke voorgegloeide Al1%Si-metallisaties te onderwerpen aan verschillende lage stroomdichtheden j tijdens isotherme tempertuurbehandelingen. Tijdens deze experimenten is de testtemperatuur steeds dezelfde. Figuur 5.28 toont een plot van (lnt_i) in functie van (ln j). Via een lineaire fit kan uit deze plot stroomdichtheid-exponent n voor fase l bepaald worden. Voor dit type metallisaties vindt men n=($2,0\pm0.1$).



Figuur 5.28: Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent tijdens de incubatieperiode (fase 1) voor verschillende Al1%Si-metallisaties.

· Fase 2 : lineaire fase

In de lineaire fase van de weerstandsveranderingen kan opnieuw de afhankelijk van de stroomdichtheid bestudeerd worden. Het verband tussen de snelheid van de weerstandsverandering en de stroomdichtheid wordt dan uitgedrukt in vergelijking (4.6).

Methode 1 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

EM-experimenten zijn uitgevoerd op verschillende identieke preparaten onder verschillende stroombelastingen en bij dezelfde constante temperatuur. De plot in figuur 5.29 toont (ln SW) in functie van (ln j). Een lineaire fit levert een éénduidige bepaling van de exponent $n=(2,1\pm0.1)$ in fase 2.



Figuur 5.29 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende Al1%Si-metaalbanen.

Methode 2 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de hellingen op 1 preparaat

In figuur 5.30 ziet men de resultaten van EM-experimenten sequentieel uitgevoerd op cenzelfde preparaat tijdens een constante temperatuur. De figuur toont een plot van (ln SW) in functie van (ln j). Voor elke testtemperatuur kan dan via een lineaire fit de stroomdichtheidsexponent n bepaald worden.



Figuur 5.30 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 op 1 Al1%Si-metaalbaan en bij [1] T=170°C, [2] T=190°C en [3] T=210°C.

T (°C)	n	Sn	In A"	S _{In A"}
170	2,0	0,10	-44,60	0,30
190	2,1	0,10	-44,70	0,40
210	2,1	0,10	-43,90	0,40

Ook uit deze analysemethode volgt dat de stroomdichtheid-exponent n onafhankelijk is van de temperatuur en constant, zoals blijkt uit de gegevens in tabel 5.12.

Tabel 5.12: De stroomdichtheid-exponent voor EM in All%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende temperaturen.

5.4.3 Polykristallijne gepassiveerde Al1%Si-metallisaties

· Fase 1 : incubatietijd

De stroomdichtheidafhankelijkheid is eveneens bestudeerd door verschillende identieke voorgegloeide gepassiveerde A11%Si-metallisaties te onderwerpen aan verschillende lage stroomdichtheden j tijdens isotherme tempertuurbehandelingen. Ook tijdens deze experimenten is de testtemperatuur steeds dezelfde. Figuur 5.31 toont de resultaten van de metingen op 3 verschillende preparaten. Hieruit kunnen de incubatietijden t_i bepaald worden.



Figuur 5.31 : Weerstandsveranderingen tijdens EM-experimenten op uitgegloeide gepassiveerde Al1%Si-metaalbanen bij T=269°C en [1] j=0,06MA/cm² [2] j=0,09MA/cm² [3] j=0,13MA/cm².

171

Figuur 5.32 toont een plot van (ln t_j) in functie van (ln j). Via een lineaire fit kan uit deze plot de stroomdichtheid-exponent n voor fase 1 bepaald worden. Voor dit type metallisaties vindt men $n=(2,1\pm0,1)$.



Figuur 5.32 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent tijdens de incubatieperiode voor gepassiveerde Al1%Si-metallisaties.

· Fase 2 : lineaire fase

Zoals reeds vermeld is ook de tijdsduur van de lineaire fase van de weerstandsveranderingen afhankelijk van de stroomdichtheid. Men kan hierbij opnieuw de helling van de weerstandsverandering gebruiken als parameter om het EM-proces in deze fase te karakteriseren. Het verband tussen de snelheid van de weerstandsverandering en de stroomdichtheid wordt dan uitgedrukt in vergelijking (4.6)

Methode 1 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de dwarsdoorsnede op verschillende preparaten

Uit figuur 5.31 kunnen de parameters SW bepaald worden. De plot in figuur 5.33 toont (ln SW) in functie van (ln j). Een lineaire fit levert een éénduidige bepaling van de exponent $n=(2,1\pm0,1)$ in fase 2.



Figuur 5.33 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 op verschillende gepassiveerde All%Si-metaalbanen.

Methode 2 : bepalen van de stroomdichtheidsexponent n via de methode van de hellingen op 1 preparaat

Deze stroomdichtheidsafhankelijkheid en de bijbehorende exponent n kan nu ook via de methode van de hellingen bepaald worden. In figuur 5.34 ziet men de resultaten van EM-experimenten sequentieel uitgevoerd op eenzelfde preparaat tijdens constante temperaturen. Figuur 5.35 toont een plot van (ln SW) in functie van (ln j). Voor elke testtemperatuur kan dan via een lineaire fit de stroomdichtheid-exponent n bepaald worden.



Figuur 5.34 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent van het EM-proces tijdens fase 2 op 1 gepassiveerde All%Si-metaalbaan bij T=250°C en T=300°C en [1] j=0,06MA/cm² [2] j=0,09MA/cm² [3] j=0,13MA/cm²



Figuur 5.35 : Plot voor bepalen van de stroomdichtheid-exponent tijdens fase 2 van het EM-proces op 1 gepassiveerde Al1%Si-metaalbaan bij T=250°C en T=300°C.

Zoals blijkt uit tabel 5.13 zal ook voor dit type metallisaties de stroomdichtheidsexponent n onafhankelijk van de temperatuur zijn.

T (°C)	n	S _n	In A"	Sin A"
250	2,0	0,10	-42,10	0,70
300	2,1	0,10	-41,90	0,50

 Tabel 5.13 : De stroomdichtheid-exponent voor EM in gepassiveerde

 Al1%Si-metaalbanen tijdens fase 2 bij verschillende temperaturen.

5.5 Samenvatting

Tijdens conventionele en "snelle" EM-testen worden vaak extreem hoge versnellingscondities gebruikt. Het voordeel van de vlugge resultaten weegt echter vaak niet op tegen de vele nadelen die hieraan kunnen verbonden zijn. De interpretatie van de resultaten, verkregen tijdens zo'n testen moeten steeds voorzichtig geïnterpreteerd worden. Ten gevolge van de hoge stroomdichtheden zullen bijvoorbeeld temperatuurgradiënten ontstaan die tot falingen in de metaalbaan kunnen leiden die niet

gerelateerd zijn aan de "elektronenwind". Een ander groot nadeel is het feit dat het EM-proces sterk versneld wordt tijdens de catastrofale fase, zodat de schade zich vlug ontwikkelt en de versnellingsparameters niet langer constant blijven.

De "absolute" HRWM-techniek is een ideaal middel om EM-testen uit te voeren onder veel lagere stroombelastingen. Het gevolg hiervan is dat het EM-mechanisme kan bestudeerd worden tijdens de eerste stadia van het proces. In dit hoofdstuk zijn de resultaten gepresenteerd van een studie van EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen tijdens de initiële stadia in niet-gepassiveerde zuiver Al en (niet-)gepassiveerde Al1%Si metaalbanen. Drie verschillende stadia kunnen onderscheiden worden : een incubatietijd, een lineaire fase en een afwijking van het lineaire gedrag.

De invloed van de versnellingsparameters op de twee initiële fazen is onderzocht. Zowel de incubatietijd als de lineaire fase kunnen beschreven worden met een Arrhenius-vergelijking, die toelaat een activatie-energie voor het proces te bepalen. Voor alle bestudeerde types metallisaties is een éénduidige bepaling van de activatie-energie mogelijk en de processen die optreden in beide fazen zijn gekarakteriseerd als Al-korrelgrensdiffusieprocessen. Het diffusieproces dat optreedt tijdens de incubatietijd is volledig reversibel, terwijl in de lineaire fase een irreversibel proces optreedt. Deze waarnemingen kunnen gecorreleerd worden met de EM-vacaturemodellen. Tijdens de incubatietijd zal dan vacaturediffusie o.i.v. de "elektronenwind" optreden, wat geen invloed heeft op de weerstand. Op een bepaald ogenblik wordt een kritische vacatureconcentratie bereikt en kunnen vacatures initieel accumuleren tot microgaten, waarna deze verder zullen groeien. Dit zou dan gekenmerkt worden door een lineaire toename in de weerstand.

In tweede instantie is de stroomdichtheidsafhankelijkheid onderzocht. Dit kan uitgedrukt worden in de zogenaamde stroomdichtheid-exponent n. Zowel voor de incubatietijd als voor de lineaire fase is een exponent $n\approx 2$ bepaald.

Alhoewel in dit hoofdstuk een karakterisatie van de basismechanismen van het EM-proces is uitgevoerd via het bepalen van de activatie-energie, blijft de intrigerende vraag nog steeds : wat veroorzaakt de geobserveerde weerstandsveranderingen ?

Aangezien de weerstand gevoelig is zowel aan resistiviteitsveranderingen als aan veranderingen in de geometrie lijkt het in eerste instantie onmogelijk beide parameters te scheiden. In het volgende hoofdstuk echter wordt een nieuwe analysetechniek voorgesteld die toelaat deze scheiding wel degelijk door te voeren. Hiervoor is een specifieke meet- en rekenprocedure vereist, die uitgebreid besproken wordt.



Hoofdstuk 6 : Analyse van de weerstandsveranderingen via de scheiding van de resistiviteitsen geometriebijdrage en karakterisatie van de stadia tijdens een EM-experiment

6.1 Inleiding

In de vorige hoofdstukken is een studie voorgesteld van de invloed van de versnellingscondities op het EM-proces voor verschillende types metaalbanen. De voorgestelde hoge resolutie meettechniek laat toe de weerstandsveranderingen in de metaalbanen nauwkeurig en in-situ op te meten. Er bestaat echter nog steeds onenigheid over de precieze oorzaak van deze weerstandsveranderingen. De in de literatuur voorgestelde EM-modellen zijn enerzijds gebaseerd op een toename in de lokale vacature-concentratie [LLO93,NIE94] en anderzijds op een toename van het gemiddelde gatenvolume [KOR93]. Vertaald naar de weerstand zou dit voor de eerste groep betekenen dat de elektronenwind een verandering in de resistiviteit veroorzaakt, terwijl een toename van het gatenvolume een verandering in de geometrie teweegbrengt. Om het weerstandsverloop tijdens EM te beschrijven in termen van fundamentele diffusiemechanismen, is het belangrijk te bepalen welke van beide factoren bijdragen tot de initiële weerstandsveranderingen tijdens een EM-experiment. In dit hoofdstuk wordt een nieuwe meet- en analysetechniek voorgesteld die het mogelijk maakt de bijdrage aan resistiviteitsveranderingen en geometrische veranderingen te onderscheiden. De techniek wordt enerzijds aangewend om de weerstandsveranderingen te analyseren die optreden tijdens een thermische behandeling van een metaalbaan, en anderzijds om de verschillende stadia in de weerstandsveranderingen die optreden tijdens een lage DC-stroombelasting op hoge temperatuur, te karakteriseren.

6.2 Beschrijving van de analyseprocedure

De nieuwe analyseprocedure, voorgesteld in dit hoofdstuk, maakt gebruik van de Regel van Matthiessen voor de gemeten metaalbanen. De geldigheid van de regel wordt sterk beïnvloed door de samenstelling en geometrie van het materiaal waarop deze toegepast wordt. In het geval van dunne filmen kunnen bijvoorbeeld oppervlakteverstrooiing en de korrelstructuur de oorzaken zijn voor afwijkingen op de Regel van Matthiessen voor bulk materiaal. Aangezien de bestudeerde metaalbanen polykristallijne dunne filmstructuren zijn, is het belangrijk de mogelijke afwijkingen nader te beschouwen.

6.2.1 De Regel van Matthiessen voor bulk materiaal

De Regel van Matthiessen stelt dat de resistiviteit van een geleider opgesplitst kan worden in verschillende onderling onafhankelijke bijdragen [ASH76]. De twee belangrijkste factoren die bijdragen tot de resistiviteit van bulk materiaal bij een gegeven temperatuur T zijn botsingen met de roostertrillingen en met de aanwezige onzuiverheden. De Regel van Matthiessen wordt daarom vaak beschreven d.m.v. de volgende uitdrukking :

$$\rho(\mathbf{T}) = \rho_{\mathrm{L}}(\mathbf{T}) + \rho_{\mathrm{I}} \tag{6.1}$$

 $\begin{array}{ll} \mbox{met} & \rho(T): \mbox{bulk resistiviteit van het metaal of de legering} \\ \rho_L(T) & \mbox{ideale resistiviteit (veroorzaakt door de verstrooiing van elektronengolven door de fononen in het rooster)} \end{array}$

 ρ_i : residuele resistiviteit (veroorzaakt door de aanwezigheid van defecten en onzuiverheden; onafhankelijk van de temperatuur).

De temperatuurafhankelijkheid van de resistiviteit kan dan uitgedrukt worden via α , de temperatuurcoëfficiënt van de resistiviteit (=TCR). Deze parameter is gedefinieerd als

$$\alpha = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho(T)}{dT}, \tag{6.2}$$

In het algemeen is α lineair afhankelijk van de temperatuur en wordt gedefinieerd als de verandering van de resistiviteit bij T=0°C, die correspondeert met een temperatuurverandering van 1°C.

In een klein temperatuurinterval $[T_1, T_2]$ kan de TCR α geschreven worden als

$$\alpha = \frac{\rho(T_2) - \rho(T_1)}{\rho(T_1)(T_2 - T_1)}.$$
(6.3)

met $\rho(T_1)$: resistiviteit bij T_1 $\rho(T_2)$: resistiviteit bij T_2 .

Indien de verandering in de resistiviteit te wijten is aan een toename in de defectconcentratie, dan wordt dat gereflecteerd in de residuele resistiviteit $\rho_{\rm I}$ en het resultaat is een parallelle verschuiving in de plot van de resistiviteit versus de temperatuur.

6.2.2 Polykristallijne dunne film : oppervlakte-effect en invloed van de korrelstructuur

Het is bekend dat de resistiviteit van polykristallijne dunne filmen altijd groter is dan deze van hetzelfde bulk materiaal [MAY69]. Een eerste factor die bepalend kan zijn voor de hogere resistiviteit in dunne filmen is de oppervlakteverstrooiing. Deze bijdrage wordt belangrijk indien de dikte van de film t<< $\lambda_{\rm B}$ (gemiddelde vrije weglengte van de elektronen). Voor Al is $\lambda_{\rm B}$ bij kamertemperatuur (T_k) ongeveer 60nm [DOB77], terwijl de dikte van de gebruikte filmen gewoonlijk in de orde van 1µm is. Dit betekent dat het effect van de oppervlakteverstrooiing bij temperaturen T>T_k zeker verwaarloosd kan worden.

Een tweede mogelijke oorzaak voor het verschil in resistiviteit tussen bulk en polykristallijn materiaal, is de korrelstructuur. Korrelgrenzen spelen namelijk een belangrijke rol bij de bepaling van de weerstand, aangezien deze een hoge defectconcentratie bezitten. In 1969 stelden Mayadas en medewerkers een model voor de resistiviteit van dunne metaalfilmen voor dat dit effect in rekening brengt *[MAY69,MAY70]* via het introduceren van een reflectiecoëfficiënt r_e aan de korrelgrenzen. In dit model kan de resistiviteit als functie van de temperatuur geschreven worden als

$$\rho(T) = [\rho_{L}(T) + \rho_{I}] / f(\beta)$$
en f(\beta) = 1 - 3/2\beta + 3\beta^{2} - 3\beta^{3} ln(1+1/\beta)
en \beta = [\lambda_{n}(T)/d] r_{n} / (1-r_{n})
(6.4)

179

met f(β) : temperatuurafhankelijke term, brengt het effect van de korrelgrenzen in rekening
 λ_B : bulk gemiddelde vrije weglengte
 d : gemiddelde korreldiameter
 r, : reflectiecoëfficiënt per geleidend elektron aan de

potentiaalbarrière van de korrel (=maat voor de sterkte van de barrière).

Via dit model is het mogelijk aan te tonen dat de TCR een stijgende functie is van de reflectiecoëfficiënt. Dit betekent dat een wijziging in de korrelstructuur gereflecteerd zal worden in de TCR. Veranderingen in α kunnen echter ook rechtstreeks te wijten zijn aan veranderingen in ρ_t doordat de defectconcentratie wijzigt. In elk geval betekent een verandering in de TCR, een verandering in de microstructuur van het materiaal. Indien de TCR constant is en er worden weerstandsveranderingen gedetecteerd tijdens een test, dan betekent dit - indien de Regel van Matthiessen geldig is - dat de geometrie van de metallisatie verandert. In dit geval kan men van macroscopische veranderingen spreken, zoals bijvoorbeeld het ontstaan van gaten in een metaalbaan.

In de volgende analysemethode zal de bijdrage van de korrelgrenzen verwaarloosd worden. Indien men veronderstelt dat de reflectiecoëfficiënt verandert van 0 (geen reflectie) tot 0,5 (50% reflectie), dan zal de bijdrage van de eerste orde term in $f(\beta)$ verwaarloosbaar klein zijn t.o.v. de bijdrage van de residuele resistiviteit ρ_i .

6.2.3 Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen

Het is niet mogelijk 100% de Regel van Matthiessen te verifiëren. Deze scheiding van de roosterbijdrage en de defectbijdrage zal slechts volledig correct zijn indien beide elkaar op geen enkele wijze beïnvloeden, wat slechts bij benadering zo is bij een kleine concentratie aan defecten [ASH76]. De geldigheid van de regel is dus in principe heel beperkt.

In de volgende bespreking wordt verondersteld dat de Regel van Matthiessen in voldoende mate bruikbaar is, zodat deze kan aangewend worden om de data te analyseren. De resultaten van de analysemethode, gebaseerd op deze veronderstelling, zullen tot plausibele conclusies leiden. Het blijkt dus dat de Regel van Matthiessen, ook al is deze niet 100% geldig, bij benadering kan gebruikt worden om de betreffende processen in deze systemen te beschrijven.

Bepaling van de verandering in resistiviteit m.b.v. de verandering in TCR α
 De Regel van Matthiessen kan ook geschreven worden als

$$\frac{d\rho_{v}(T)}{dT} = \frac{d\rho_{n}(T)}{dT} \qquad \forall T \qquad (6.5)$$

met ρ_v : resistiviteit voor het verouderingsexperiment ρ_n : resistiviteit na het verouderingsexperiment.

De temperatuurcoefficienten van de resistiviteit respectievelijk voor en na de veroudering worden dan via vergelijking (6.2)

$$\alpha_{\mathbf{v}} = \frac{1}{p_{\mathbf{v}}} \left(\frac{dp}{dT}\right)_{\mathbf{v}} \tag{6.6}$$

 $\alpha_n = \frac{1}{\rho_n} \left(\frac{d\rho}{dT}\right)_n. \tag{6.7}$

Uit combinatie van (6.5), (6.6) en (6.7) volgt

$$\alpha_{\nu}\rho_{\nu} = \alpha_{n}\rho_{n}. \tag{6.8}$$

Als de relatieve verandering in resistiviteit en in TCR respectievelijk gedefinieerd wordt als

$$\Delta \rho / \rho = (\rho_n - \rho_v) / \rho_v \tag{6.9}$$

$$\Delta \alpha / \alpha = (\alpha_n - \alpha_v) / \alpha_v \tag{6.10}$$

dan kan met behulp van vergelijkingen (6.8), (6.9) en (6.10) afgeleid worden dat

$$\Delta \rho / \rho = - \frac{\Delta \alpha / \alpha}{1 + \Delta \alpha / \alpha}. \tag{6.11}$$

Bepaling van de verandering in geometrie m.b.v. de verandering in factor (Rα)
 Het verband tussen weerstand en resistiviteit is gegeven door de wet van Pouillet als

$$R = \rho \frac{l}{S}$$
(6.12)

en

en

met 1 : lengte van de metaalbaan S : doorsnede van de metaalbaan.

In de volgende afleiding wordt de lengte van de metaalbaan constant verondersteld. Dit is een verantwoorde veronderstelling, aangezien berekend kan worden dat de eventuele lengteveranderingen verwaarloosbaar klein zijn *[SAN94]*. Dit betekent dat enkel de effectieve doorsnede S nog kan veranderen ten gevolge van het verouderingsexperiment. Met behulp van vergelijking (6.12) kan berekend worden dat

$$\mathbf{R}_{\mathbf{v}} \alpha_{\mathbf{v}} = (\mathbf{d}\mathbf{R}/\mathbf{d}\mathbf{T})_{\mathbf{v}} = \frac{1}{S_{\mathbf{v}}} (\frac{d\rho}{dT})_{\mathbf{v}}$$
(6.13)

en

$$\mathbf{R}_n \alpha_n = (\mathrm{d}\mathbf{R}/\mathrm{d}\mathbf{T})_n = \frac{1}{S_n} (\frac{d\rho}{dT})_n \tag{6.14}$$

met S_v: doorsnede van de metaalbaan voor het verouderingsexperiment

S_n: doorsnede van de metaalbaan na het verouderingsexperiment.

Via vergelijking (6.5) kan uit (6.13) en (6.14) afgeleid worden dat

$$\mathbf{R}_{\mathbf{v}}\alpha_{\mathbf{v}}\mathbf{S}_{\mathbf{v}}=\mathbf{R}_{\mathbf{n}}\alpha_{\mathbf{n}}\mathbf{S}_{\mathbf{n}}.$$
(6.15)

De relatieve veranderingen in $(R\alpha)$ en in doorsnede S worden nu respectievelijk gedefinieerd als

$$\Delta(R\alpha)/(R\alpha) = (R_n \alpha_n - R_v \alpha_v)/(R_v \alpha_v)$$
(6.16)

en

$$\Delta S/S = (S_n - S_v)/S_v. \tag{6.17}$$

Tenslotte kan een verband berekend worden tussen de verandering in factor ($R\alpha$) en de verandering in doorsnede S

$$\Delta \mathbf{S}/\mathbf{S} = -\frac{\Delta (R\alpha)/(R\alpha)}{1 + \Delta (R\alpha)/(R\alpha)},\tag{6.18}$$

Uit vergelijkingen (6.11) en (6.18) is duidelijk dat, indien de verandering in TCR, $\Delta \alpha / \alpha$, en de verandering $\Delta (R\alpha)/(R\alpha)$ kan bepaald worden, de bijdrage aan de verandering in resistiviteit van deze in geometrie (doorsnede) kan gescheiden worden. De hoge meetresolutie van de voorgestelde techniek laat toe de weerstand, en bijgevolg ook de TCR met grote nauwkeurigheid te bepalen. Dit is belangrijk, aangezien deze resolutie een bepalende factor zal zijn voor de nauwkeurigheid waarmee de scheiding van de parameters kan uitgevoerd worden.

6.2.4 Discrete bepaling van de TCR α

Voor Al-metallisaties vindt men een goede lineariteit voor de weerstand als functie van de temperatuur in een redelijk groot interval. Dit betekent dat de geometrie constant blijft en dat de lineariteit van de weerstand veroorzaakt wordt door de lineariteit van de resistiviteit. In een klein temperatuurinterval $[T_1, T_2]$ kan men dan voor de weerstand R schrijven dat

 $R(T) = R(T_1) [1 + \alpha_T (T - T_1)]$ (6.19)

met

R(T)= $\rho I/S$; de weerstand op temperatuur T (<T₂) R(T₁)= $\rho_1 I/S$; de weerstand op temperatuur T₁ α_T ; TCR in het temperatuurinterval [T₁,T₂].

op kamertemperatuur

Een eerste manier om de TCR te bepalen, bestaat erin een klein temperatuurinterval rond kamertemperatuur te beschouwen en de weerstand van de metaalbaan op te meten. Via vergelijking (6.5) kan α_{T} bepaald worden. De berekening van α_{T} kan op twee verschillende manieren gebeuren : enerzijds via de weerstandswaarden op twee verschillende temperaturen T_1 en T_2 en anderzijds via de helling van de weerstandsverandering tussen T_1 en T_2 [STU94].

De bepaling van de TCR kan dan voor en na het uitvoeren van een experiment gebeuren, zodat de verandering van de TCR ten gevolge van het verouderingsproces kan berekend worden. De lineaire temperatuurstap van T_1 naar T_2 zal het mogelijk maken de afgeleide van de weerstand naar de temperatuur te bepalen. Tussen de

De TCR α_{voor} en α_{na} kan dan uit de temperatuurstappen voor en na het verouderingsexperiment berekend worden als

$$\alpha = \frac{1}{R(T_1)} \frac{R(T_2) \cdot R(T_1)}{T_2 \cdot T_1}$$
(6.20)

of via de helling als

$$\alpha = \frac{1}{R(T_1)} \frac{dR}{dT}.$$
(6.21)

op testtemperatuur

Een licht gewijzigde vorm van de vorige methode, is de bepaling van de TCR voor en na een experiment op de testtemperatuur zelf. Aangezien de TCR een functie is van de temperatuur, zullen de absolute waarden uiteraard verschillend zijn. Indien echter de resistiviteit en de geometrie van de metaalbaan niet veranderen *tijdens* het opwarmen en afkoelen, dan zal de verandering van TCR $\Delta \alpha$ dezelfde zijn.

Het berekenen van de TCR gebeurt op dezelfde manier als in (6.6) en (6.7), maar in plaats van een klein temperatuurinterval rond kamertemperatuur te beschouwen, wordt nu een klein temperatuurinterval $[T_1,T_2]$ in de buurt van de testtemperatuur gebruikt om de TCR te bepalen. Voor T₁ kan bijvoorbeeld een lagere temperatuur als T_{test} genomen worden, terwijl voor T₂ een hogere temperatuur of eventueel de testtemperatuur T_{test} zelf kan gebruikt worden.

6.2.5 Continue bepaling van de TCR α

Uit de voorgaande discrete bepalingen van de TCR voor en na het verouderingsexperiment is het slechts mogelijk 1 waarde voor de verandering van de TCR te bepalen. Dit betekent dat ook slechts 1 waarde voor $\Delta \rho/\rho$ en voor $\Delta S/S$ kan bepaald worden.

In de volgende procedure wordt een methode voorgesteld om de TCR α op de testtemperatuur meerdere keren tijdens een verouderingsexperiment te bepalen. Een verouderingsexperiment duurt typisch enkele dagen. Via de voorgestelde methode kan α bepaald worden per tijdsinterval van ongeveer 1 uur, zodat een plot van de verandering van α als functie van de tijd kan gemaakt worden.

· Concept van de analysetechniek

Het principe van de "absolute" HRWM-techniek bestaat erin de temperatuur van de omgeving zo stabiel mogelijk te maken. Dit zal dan de gewenste hoge meetresolutie leveren. Deze hoge meetresolutie kan echter ook verkregen worden zonder dat hiervoor een hoge temperatuurstabiliteit in de oven vereist is. Hiervoor is het echter noodzakelijk de weerstandsfluctuaties ten gevolge van deze temperatuurveranderingen te elimineren. In het geval van de "brug"-technieken wordt hiervoor een identieke metaalbaan gebruikt als referentieweerstand. Het is echter ook mogelijk dit concept toe te passen m.b.v. de "absolute" meettechniek door een temperatuursensor in zo goed mogelijk thermisch contact te plaatsen met het preparaat. In dit geval zullen duidelijk enkel en alleen de externe temperatuur-geïnduceerde weerstandsveranderingen geëlimineerd worden. De berekende TCR van de metaalbaan levert dan de mogelijkheid om via een manipulatie van de gemeten weerstandsdata de gewenste resolutie te bekomen. Het grote voordeel van deze methode is niet alleen dat nu geen zware eisen gesteld worden aan de technologie van het ovensysteem, maar vooral dat zij de mogelijkheid biedt om on-line de TCR van een metallisatie te berekenen. Dit zal, zoals in voorgaande paragraaf vermeld, bijkomende nuttige informatie leveren over de parameters die de weerstandsveranderingen induceren.

Algoritme voor het bepalen van de gecorrigeerde weerstand en de TCR van de metaalbaan

De gemeten weerstandsdata R(t) zullen duidelijk beïnvloed worden door de temperatuurfluctuaties van de omgeving. De temperatuurcoëfficiënt α beschrijft dit effect via de relatie (6.20) als

$R(T)=R(T^{*})(1+\alpha(T-T^{*}))$	(6.22)
------------------------------------	--------

met R(T): gemeten weerstandswaarde op temperatuur T $R(T^*)$: weerstandswaarde op testtemperatuur T* T: effectieve temperatuur op de plaats van het preparaat T*; ingestelde isotherme testtemperatuur.

Tijdens het verouderingsexperiment worden simultaan de weerstand van de metaalbaan en de temperatuur in de buurt van het preparaat opgemeten als functie van de tijd. Dit betekent dat men over een set data (R_i , t_i) en (T_i , t_j) beschikt met i=1...N. Hierbij is het van groot belang dat de twee parameters op hetzelfde tijdstip gemeten worden, zodat op elk ogenblik de weerstand als functie van de temperatuur gekend is. De data (R_i, T_i) voor i=1...N kunnen dan gebruikt worden om via een correctie de exacte weerstandswaarden R_{our} op de ingestelde temperatuur T* te berekenen.

$$R_{corr}(T^*)=R(T)/(1+\alpha(T-T^*)).$$
 (6.23)

Met behulp van een reeksontwikkeling kan (6.23) geschreven worden als

$$R_{corr}(T^*) = R(T) (1 - \alpha(T - T^*) + ...).$$
(6.24)

De mathematische formulering wordt sterk vereenvoudigd aangezien slechts de 0de en 1ste orde termen van de reeksontwikkeling relevant zijn. De hogere orde termen kunnen verwaarloosd worden indien de term $\alpha(T-T^*) \leq 1$. Voor Al-metallisaties op T=200°C is $\alpha \approx 2000$ ppm/°C en in de experimenten zal (T-T*) $\leq 0,5$ °C, zodat $\alpha(T-T^*) \approx$ 1000 ppm en dus ≤ 1 .

De TCR α kan bepaald worden via een minimalisatieprocedure van de gemeten data. Hier wordt voor de methode van Cook geopteerd [COO63]. Het is vanzelfsprekend dat ook meer complexe minimalisatieprocedures kunnen aangewend worden.

De methode van Cook is gebaseerd op de definitie van een "gladheidsparameter" Gp als

$$G_p = \sum (R_{corr,i+1} - R_{corr,i})^2 \text{ voor } i=1..N$$
 (6.25)

met R_{corr,i}: gecorrigeerde weerstandswaarde bij de ingestelde temperatuur T_i*.

Deze parameter is een maat voor de "soepelheid" waarmee de N gecorrigeerde waarden elkaar opvolgen. Indien twee opeenvolgende gecorrigeerde waarden ver uit elkaar liggen, dan zal dit gereflecteerd worden in een abrupte verandering in de parameter G_p . De beste waarde voor de TCR α zal dan deze zijn die aanleiding geeft tot de meest "zachte" en constante gladheidsparameter. Deze TCR wordt dan verkregen door te eisen dat

$$\frac{\mathrm{dG}_{\mathrm{P}}}{\mathrm{d}\alpha} = 0. \tag{6.26}$$

Met behulp van vergelijking (6.24) kunnen de gecorrigeerde weerstandswaarden berekend worden

$$R_{\text{corri}} = R_i - \alpha R_i \Delta T_i$$
(6.27)
$$R_{\text{corri}} = R_i - \alpha R_i \Delta T_i$$
(6.28)

De minimalisatievoorwaarde (6.26) wordt dan met behulp van (6.27) en (6.28)

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}\alpha} \left(\Sigma (\mathbf{R}_{i+1} - \alpha \mathbf{R}_{i+1} \Delta \mathbf{T}_{i+1} - \mathbf{R}_i - \alpha \mathbf{R}_i \Delta \mathbf{T}_i) \right) = 0 \quad . \tag{6.29}$$

Na berekening kan hieruit de TCR α , waarbij de maximale resolutie voor de weerstandsdata verkregen wordt, bepaald worden als

$$\alpha = \frac{\sum (R_{i+1} - R_i) (R_{i+1} \Delta T_{i+1} - R_i \Delta T_i)}{\sum (R_{i+1} \Delta T_{i+1} - R_i \Delta T_i)^2},$$
(6.30)

De TCR α , bepaald via deze procedure, kan dan in vergelijking (6.24) gebruikt worden om de N voor T-afwijkingen gecorrigeerde weerstandswaarden te berekenen en zo de gewenste hoge resolutie te bekomen. Het algoritme biedt dus het voordeel dat via de gemeten weerstandswaarden en de temperatuurwaarden tegelijk de TCR α van de metallisatie en de gecorrigeerd weerstandsdata kunnen bepaald worden.

· Procedure voor het bepalen van de TCR van de metaalbaan als functie van de tijd

Uit het voorgaande blijkt dat de correctie op de weerstandsdata enkel kan uitgevoerd worden indien de TCR α van de metallisatie gekend is. Indien deze parameter constant is tijdens het volledige experiment, volstaat het α éénmalig te bepalen. Deze bepaling kan dan via het voorgaande algoritme uitgevoerd worden of via de methode voorgesteld in paragraaf 6.3.4.

Als geopteerd wordt voor een éénduidige bepaling van α , dan ontstaan er echter complicaties indien α gedurende het verloop van de verouderingsprocessen verandert. Dan kunnen de gecorrigeerde data immers niet berekend worden door slechts 1 waarde voor de TCR in te vullen voor de gehele tijdsduur van het experiment. In principe zou in dat geval een continu veranderende TCR moeten gebruikt worden in vergelijking (6.24). Een continue bepaling van deze parameter als functie van de tijd in de strikte zin van het woord is onmogelijk. Hier wordt een procedure voorgesteld die toelaat deze parameter in relatief kleine tijdsintervallen Δt_j (j=1.,M) te bepalen, zodat een bijna "continu" verloop van α in functie van de tijd kan opgemeten worden. Dit maakt het

187

en

mogelijk een correctie uit te voeren van de weerstandsdata met een correcte gemiddelde α per tijdsinterval Δt_i .

Onderstel de totale tijdsduur van een verouderingsexperiment gelijk aan t_{tot} en het totale aantal meetpunten gelijk aan N. De totale tijdsduur wordt dan opgedeeld in M tijdsintervallen Δt_i met telkens N/M meetpunten, zodat $t_{tot}=\sum \Delta t_i$ voor j=1..M.

Indien in elk interval de TCR kan bepaald worden met de voorgaande methode, dan beschikt men over een set data $(\alpha_j, \Delta t_j)$ voor j=1..M. Hierbij is elke α_j een gemiddelde waarde voor het betreffende tijdsinterval.

Vergelijking (6.24) is dan geldig voor alle meetpunten i=1..N/M in elk interval en dus

$$R_{corr,ij}(T^*)=R_{i,j}(T_i)(1-\alpha_j(T_i-T^*))$$
 (i=1..N/M, j=1..M). (6.31)

Het resultaat is een set gecorrigeerde weerstandsdata voor de totale meetperiode van het experiment en bovendien beschikt men over een set parameters α_j gedurende het verouderingsexperiment.

Om kleine veranderingen van α gedurende het totale verouderingsexperiment te kunnen detecteren is het noodzakelijk deze parameter zo nauwkeurig mogelijk te bepalen in de kleine tijdsintervallen. Deze bepaling is niet triviaal. In de volgende paragraaf worden daarom de technische aspecten van de meetprocedure behandeld.

6.3 Technische aspecten van de meetprocedure

6.3.1 Ovensysteem en preparaathouder

Het ovensysteem waarvoor geopteerd werd voor dit type metingen is het oliebadsysteem (type II). De inerte siliconenolie heeft een hoge warmtegeleidingscoëfficiënt. Dit betekent dat de temperatuur van de omgeving vlug overgedragen wordt naar het preparaat. De temperatuur van de Pt100-thermometer (zie figuur 2.5) zal dan een goede benadering zijn voor de temperatuur van de metallisatie. Aangezien de analyse-procedure toegepast is voor enerzijds stroomloze metingen en anderzijds voor EM tijdens lage DC-stroombelastingen zal ook de Joule-opwarming verwaarloosbaar zijn. Dit betekent dat de gemeten temperatuur ook bij benadering de temperatuur van de baan zal zijn.

Het ontwerp van preparaathouder is zoals in figuur 2.5. Elke afwijking van de centrale positie van het preparaat en/of de propeller kan aanleiding geven tot een asymmetrische temperatuurverdeling in het oliebad en zal bijgevolg de resolutie bepalen waarmee de TCR kan berekend worden. Voor de discrete methode levert dit nog steeds een goede resolutie op, aangezien de rekenprocedure relatief eenvoudig is. Door de aard van het gebruikte rekenalgoritme echter, zal dit wel een grote invloed hebben op de bepaling van de TCR via de techniek van de continue bepaling. In het laatste geval blijkt de positie van het preparaat een kritische factor te zijn. Vóór elk experiment is het dus belangrijk de meest gunstige positie te bepalen, zodat een maximale resolutie kan verkregen worden.

6.3.2 Stroom- en temperatuurprofiel

Het gebruikte stroom- en temperatuurprofiel is afhankelijk van het bestudeerde type metingen en van de analyseprocedure voor het bepalen van de TCR.

Discrete bepaling van de TCR α

De voorgestelde analyseprocedure kan toegepast worden op elk systeem waarvan een temperatuurgevoelige parameter kan opgemeten worden. In deze studie is de procedure toegepast op twee types van metingen. Enerzijds kunnen de weerstandsveranderingen geanalyseerd worden die geactiveerd worden door zuiver thermische belastingen, zoals besproken in hoofdstuk 3. Anderzijds kan de techniek aangewend worden om EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen te bestuderen.

In het eerste geval zal continu een verwaarloosbaar kleine meetstroom aangelegd worden. In het tweede geval zal een stroomprofiel zoals voorgesteld in figuur 4.3 gebruikt worden. Dit betekent dat tijdens de temperatuurstappen voor de discrete bepaling van de TCR in alle gevallen een verwaarloosbare meetstroom gebruikt wordt. Tijdens de EM-belastingsstap wordt een constante lage DC-stroom aangelegd.

Zoals reeds in vorige paragraaf uitgelegd kunnen twee discrete methodes gebruikt worden. De bijbehorende temperatuurprofielen zijn dan zoals voorgesteld in figuren 6.2 en 6.3. Voor de discrete bepaling van de TCR worden telkens temperatuurstappen aangelegd.



Figuur 6.2: Schematische voorstelling van het temperatuurprofiel voor de discrete bepaling van de TCR op T_{kamer} voor en na een verouderingsexperiment.



Figuur 6.3 : Schematische voorstelling van het temperatuurprofiel voor de discrete bepaling van de TCR op T_{test}voor en na een verouderingsexperiment.

Hierbij is het belangrijk een zo stabiel mogelijke omgevingstemperatuur te realiseren, aangezien een goede temperatuurstabiliteit een nauwkeurige bepaling van de weerstanden $R_{1,voor}$, $R_{1,no}$ op een temperatuur T_1 en $R_{2,voor}$ en $R_{2,no}$ op een temperatuur T_2 . Dit garandeert een nauwkeurige bepaling van α .

Continue bepaling van de TCR α

De bepaling van α blijkt het meest kritieke punt te zijn van de analysetechniek voor de continue bepaling van de TCR. Uit het rekenalgoritme, uitgewerkt in de vorige paragraaf, blijkt dat het de "ongewenste" temperatuurfluctuaties in de buurt van het preparaat zijn die aangewend worden om deze parameter te bepalen. Indien deze

temperatuurfluctuaties niet aanwezig zijn, dan is het onmogelijk α via de voorgestelde procedure te bepalen. Indien deze fluctuaties te klein zijn, wordt ook de nauwkeurigheid waarmee α kan bepaald worden kleiner. De temperatuurfluctuaties mogen anderzijds echter ook niet té groot worden, aangezien dit de mathematische procedure kan bemoeilijken. Een belangrijk "storend" effect - het optreden van de reversibele processen geïnduceerd door temperatuurveranderingen - kan bovendien een correcte bepaling van α hinderen in het geval van Al-legeringen. Ook de frequentie waarmee de T-storingen optreden blijkt een belangrijke parameter te zijn.

De bepaling van de parameter α zal bijgevolg optimaal kunnen uitgevoerd worden door een gecontroleerde storing van de ingestelde isotherme temperatuur te induceren. Het is hierbij van het grootste belang dat zowel de thermometer-Pt100 als het preparaat zelf deze storing zo goed mogelijk opnemen. Hier wordt geopteerd voor een superpositie van een isotherme testtemperatuur T* en een sinusvormige temperatuurfluctuatie T_{sin}. Hierbij zullen de amplitude en de periode van de harmonische storing de kritische parameters zijn voor de nauwkeurigheid van de bepaling van α .

Uit de experimenten blijkt dat een harmonische fluctuatie met een periode van P=12min en een amplitude van T₀=0.5°C een goede keuze is. De periode is zo gekozen, dat de fluctuaties relatief traag zijn en beide systemen (Pt100 en preparaat) het aangelegde temperatuurprofiel voldoende kunnen volgen. Uit experimenten is gebleken dat elk systeem een karakteristieke responstijd heeft. Een juiste keuze van het aangelegde temperatuurprofiel moet ervoor zorgen dat deze respons zoveel mogelijk gelijklopend gebeurt. Een verouderingsexperiment duurt typisch enkele dagen (ongeveer 48-72u). Indien men een redelijk aantal meetpunten ($\alpha, \Delta t$) wil collecteren, dan zijn tijdsintervallen van At=1u een aannemelijke keuze. Dit betekent dat de TCR a bepaald kan worden over 5 periodes van het sinusoïdale temperatuurprofiel en dat elke α een uitgemiddelde waarde zal zijn over een periode van 1u. Aangezien uit de experimenten blijkt dat eventuele veranderingen in α relatief klein zijn, zullen de afwijkingen op de weerstandsveranderingen, gecorrigeerd met behulp van deze gemiddelde waarde eveneens minimaal zijn. Figuur 6.3 toont een typisch temperatuurprofiel, zoals aangelegd tijdens dit type experiment.

De temperatuursturing gebeurt dan volgens

$$T^{*}(t)=T^{*}+T_{sn}(t)=T^{*}+T_{0}\sin(2\pi t/P_{0})$$

(6.32)



met T_0 : amplitude van de sinus-storing P_0 : periode van de sinus-storing.



6.3.3 Resolutie van de methode voor het bepalen van α

In figuur 6.5 worden de respectievelijke responsen gegeven van het preparaat en de temperatuursensor (Pt100) op de plaats van het preparaat. Het is duidelijk dat beide systemen gevoelig zullen zijn aan de externe temperatuurfluctuaties, zoals opgelegd door de temperatuursturing in figuur 6.4. Terwijl de weerstand van de Pt100 enkel gevoelig is aan deze fluctuaties, kan de weerstand van het preparaat echter ook nog veranderen ten gevolge van intrinsieke processen die optreden in de metaalbaan. In het geval van een thermische belasting zullen precipitatieprocessen optreden in Al-legeringen en in het geval van een EM-stroombelasting zal schade geïnduceerd worden in de metaalbaan.

Beide processen induceren weerstandsveranderingen die onafhankelijk van de harmonische weerstandsfluctuatie zullen optreden. Het doel van de voorgestelde analyseprocedure is deze "echte" intrinsieke weerstandsveranderingen opnieuw te filteren uit de "gemaskeerde" weerstandsveranderingen. Een belangrijk bijkomend voordeel van de methode is het bekomen van een continu verloop van de TCR gedurende het verouderingsexperiment.



Figuur 6.5: Temperatuur- en weerstandsveranderingen zoals respectievelijk gedetecteerd door de Pt100-temperatuursensor (a) en een Al-metaalbaan (b) tijdens een temperatuursturing zoals in figuur 6.4.

Om de respons van Pt100 en Al-baan te vergelijken, worden de relatieve weerstandsveranderingen van de Al-baan, $\Delta R/R$, en de absolute temperatuurveranderingen van de Pt100 vermenigvuldigd met de TCR α , $\alpha\Delta T$, weergegeven in één plot in figuur 6.6. Hierbij wordt gebruik gemaakt van de plausibele veronderstelling dat de TCR van een Pt100 constant blijft gedurende een verouderingsexperiment.



Figuur 6.6: Relatieve veranderingen $\alpha \Delta T$ en $\Delta R/R$ zoals gedetecteerd tijdens de temperatuursturing in figuur 6.4 respectievelijk door de Pt100 (...) en de Al-metaalbaan (_).

De trend van beide responssignalen is dezelfde; toch kan er nog een verschil waargenomen worden. Dit is in eerste instantie te wijten aan het feit dat in de Al-baan simultaan intrinsieke processen optreden die een weerstandsverandering teweegbrengen, gesuperponeerd op de thermisch geïnduceerde harmonische weerstandsveranderingen.

Een tweede oorzaak is een klein faseverschil tussen beide signalen. Dit blijkt ook constant te variëren, zodat hiervoor niet kan gecorrigeerd worden door een faseconstante in te voeren.

Met behulp van het algoritme beschreven in de vorige paragraaf, kan nu de TCR van de metaalbaan berekend worden. Via de gemeten data, zoals gegeven in figuur 6.6 wordt zo in het eerste interval (0-1u) een TCR α =2535,16ppm/°C en in het tweede interval een TCR α =2535,23ppm/°C bepaald. Aangezien de verwachte fout op de TCR-bepaling zeker groter dan 1ppm/°C zal zijn, zal voor het berekenen van de gecorrigeerde weerstandsdata gedurende de totale tijdsduur slechts één enkele α =2535ppm/°C gebruikt worden.



Figuur 6.7: Weerstandsveranderingen zoals gedetecteerd tijdens de temperatuursturing in figuur 6.4 door de Al-metaalbaan (...) en gecorrigeerde weerstandsveranderingen via vergelijking (6.25). In het totale tijdsinterval is een TCR α =2535ppm/°C gebruikt, zoals bepaald via vergelijking (6.31).

Figuur 6.7 toont het resultaat van het correctie-algoritme, toegepast op de data uit figuur 6.6. Een gevolg van het verschil in respons tussen de Pt100 en de Al-metaalbaan is het feit de gecorrigeerde weerstandsveranderingen nog een "fout" vertonen in de vorm van een storing met kleine amplitude. Deze storing lijkt een perfect periodieke vorm te hebben, maar nauwkeurige analyse van de data wijst uit dat het signaal een

niet-constante periode bezit. Dit komt doordat er blijkbaar een niet-constant faseverschil heerst tussen de gemeten weerstandsveranderingen van de metaalbaan en de temperatuurveranderingen zoals gemeten door de temperatuursensor. Indien de gecorrigeerde relatieve weerstandsveranderingen berekend worden, dan blijkt dat deze residuele storing een amplitude van slechts 30ppm te hebben. De totale weerstandsveranderingen die bestudeerd worden tijdens de verouderingsexperimenten zullen in de orde van duizenden tot tienduizenden ppm zijn, waardoor dit residu verwaarloosbaar is.

· Resolutie van de techniek voor de discrete en de continue TCR-bepaling

De fout op de TCR-bepaling zal bepaald worden door de manier waarop de twee systemen (P100 en Al-metaalbaan) respons geven op de opgelegde storing in de temperatuur. Indien deze respons ideaal zou zijn, d.w.z. indien de weerstand van beide systemen onmiddellijk en perfect zou reageren, zonder vertraging en zonder vervorming van het opgelegde profiel, dan zou de resolutie van de methode voor het bepalen van de TCR zeer hoog zijn en enkel bepaald door meetresolutie van de meetapparatuur en de temperatuurfluctuaties van de isotherme temperatuursturing. Dit is echter niet het geval. Zoals reeds vermeld kan de asymmetrische temperatuurverdeling en de niet-centrale positie van de preparaathouder aanleiding geven tot een slechtere resolutie. Bovendien blijkt uit figuur 6.6 dat de responstijd niet volledig identiek is voor beide systemen. Er is een klein faseverschil tussen de beide responssignalen, dat echter niet constant is, zodat hiervoor niet kan gecorrigeerd worden. Een gevolg hiervan is dat de meetresolutie van deze analysetechniek beduidend lager is dan deze van de techniek voor de discrete bepaling van de TCR.

Een andere oorzaak voor de lagere resolutie bij het bepalen van de TCR via de continue techniek is het rekenalgoritme op zich. De berekening voor de TCR is hier complexer. Foutenberekening toont aan dat voor de berekening van de TCR via de continue methode de resolutie ongeveer 10 keer slechter is, wat correspondeert met de gevonden resultaten.
6.4 Analyse van thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen zonder DC-stroombelasting

6.4.1 Beschrijving van de preparaten

In hoofdstuk 3 zijn weerstandsveranderingen bestudeerd, veroorzaakt door thermische behandelingen van verschillende types Al-metallisaties. Er is reeds aangegeven dat deze weerstandsveranderingen geïnduceerd zijn door reversibele processen in Al-legeringen ten gevolge van het precipiteren/oplossen van bepaalde concentraties aan Si en/of Cu. Dit betekent dat deze processen vooral invloed zullen hebben op de defectconcentratie in de matrix. Indien een Al-legering, in structuurevenwicht bij een bepaalde temperatuur, op een lagere temperatuur gebracht wordt, dan zullen Si- en/of Cu-atomen vanuit de matrix naar de korrelgrenzen diffunderen om er te precipiteren. Via de voorgestelde analysetechniek kunnen deze resistiviteitsveranderingen berekend worden via de veranderingen in TCR.

De discrete methode is een eerste manier om de verandering in TCR van de metaalbaan na een thermische behandeling te verifiëren. De methode voor de continue bepaling van de TCR kan dan getoetst worden aan de hand van dit eerste type verouderingsexperimenten. De resultaten, verkregen met beide technieken, worden vergeleken. Indien deze in overeenstemming zijn dan kan de continue analysetechniek in een volgende stap aangewend worden om de schade, geïnduceerd door EM te analyseren.

Туре	Samenstelling	Passivatielaag	Dimensies (l x b x h) (µm x µm x µm)
ЛР	Al 1%Si	J (SiN - T _{pass} =380°C)	10000x7x1
Ĵ	A11%Si	N	10000x7x1
Н	Al 1%Si	N	2000x3x0,8
Ĩ	A11%Si0,5%Cu	N	2000x3x0,8

Tabel 6.1: Beschrijving van de preparaten voor de analyse van thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen zonder DC-stroombelasting.

6.4.2 Weerstandsveranderingen geïnduceerd door thermische behandelingen

· Analyse van de weerstandsveranderingen via de discrete TCR-bepaling

Alle voorgestelde weerstandsmetingen zijn uitgevoerd m.b.v. het temperatuurprofiel in figuur 6.4 en met een verwaarloosbare meetstroom. Figuur 6.8 toont de weerstandsveranderingen van een type I-metaalbaan tijdens een eerste isotherme temperatuurbehandeling op hoge temperatuur. Zoals verwacht wordt een daling in de weerstand geobserveerd gedurende enkele dagen. De totale amplitude van de daling is hier ongeveer -28000ppm.

Dit type metingen is uitgevoerd op verschillende preparaten van type J, JP, H en I. Het resultaat is telkens een daling in de weerstand. Zoals reeds aangetoond in hoofdstuk 3 zal de amplitude van de totale weerstandsverandering afhankelijk zijn van de samenstelling van de metallisatie en van de depositieparameters, maar de kinetiek van het proces is vergelijkbaar. De resultaten van de uitgevoerde stappen voor en na een isotherme behandeling gedurende 72 uur op T=200°C zijn samengevat in tabel 6.2.



Figuur 6.8 : Weerstandsveranderingen tijdens een isotherme temperatuurbehandeling van een type 1- metaalbaan op T=200°C gedurende 72u.

Via de berekende parameters in tabel 6.3 en m.b.v. vergelijkingen (6.12) en (6.19) kan dan de scheiding in resistiviteits- en geometrische veranderingen doorgevoerd worden. Naast de bepaling van de TCR op kamertemperatuur, kan de TCR ook bepaald worden op testtemperatuur. De verkregen resultaten zijn samengevat in tabel (6.4)

Туре	$\mathbb{R}_{v,30^{oC}}(\Omega)^{(1)}$	$\mathbb{R}_{\gamma,35^{\circ}C}(\Omega)^{(1)}$	$\mathbf{R}_{n,30^{\circ}C}(\Omega)^{(1)}$	$ R_{n,35°C}(Ω)^{(1)} $
JP	189,25	192,64	187,50	190,90
J	190,44	193,81	189,07	192,46
H	40,33	41,12	39,60	40,38
I	40,35	40,43	38,52	39,32

Tabel 6.2: Gemiddelde weerstandsdata R op $T=30^{\circ}C$ en $T=35^{\circ}C$ voor en na verouderingsexperimenten gedurende 72u. op $T=200^{\circ}C [^{(1)} \pm 0,001\Omega]$.

Туре	α,(ppm/°C) ⁽²⁾	α,(ppm/°C) ⁽²⁾	$\mathbb{R}_{v}\alpha_{v}(\Omega/^{o}\mathbb{C})^{(3)}$	$\mathbf{R}_{\mathbf{n}}\alpha_{\mathbf{n}} (\Omega/^{\circ}\mathbf{C})^{(3)}$
ЛР	3582	3623	0,68	0,68
J	3555	3590	0,68	0,68
Н	3893	3969	0,16	0,16
1	3950	4182	0,16	0,16

Tabel 6.3 : Berekende temperatuurcoëfficiënten α en parameters (R α) op kamertemperatuur [30°C-35°C] voor en na verouderingsexperimenten gedurende 72u. op T=200°C [⁽²⁾±3ppm/°C ⁽³⁾±0,001Ω/°C].

Туре	$\Delta \alpha / \alpha$ (ppm)	Δρ/ρ (ppm) ⁽⁴⁾	$\Delta(\mathbf{R}\alpha)/(\mathbf{R}\alpha)$ (ppm)	ΔS/S (%) ⁽⁴⁾	ΔR/R (ppm)
ЛР	10902 *	-10784 *	1475 *	-0,15 *	-9231 *
	7571 **	-7514 **	1587 **	-0,16 **	-5860 **
J	8720 *	-8645 *	1477 *	-0,15 *	-7152 *
	6329 **	-6289 **	1296 **	-0,13 **	-4650 **
Н	19522 *	-19148 *	1070 *	-0,10 *	-18175 *
	10284 **	-10363 **	1243 **	-0,12 **	- 11489 **
I	58734 *	-55458 *	1094 *	-0,11 *	-45455 *
10.00	30943 **	-30014 **	1578 **	-0,16 **	-28734 **

Tabel 6.4 :Berekende resistiviteitsveranderingen en veranderingen in doorsnede ten
gevolge van een verouderingsexperiment gedurende 72u op $T=200^{\circ}C$ via
twee methodes : discrete bepaling op kamertemperatuur (*) discrete
bepaling op testtemperatuur (**) $\int^{(4)} \pm 0.15 J$.

Vergelijking van de resultaten verkregen via beide discrete technieken toont aan dat er geen merkbare verschillen zijn. Dit is een aanduiding voor het feit dat tijdens het afkoelen/opwarmen geen meetbare geometrische veranderingen optreden in de metaalbaan. Op het eerste gezicht lijkt deze vaststelling in contradictie met de opvatting dat geometrische veranderingen kunnen optreden tijdens opeenvolgende thermische behandelingen. Zoals in hoofdstuk 3 besproken is, zal ten gevolge van de verschillende thermische uitzettingscoëfficiënten van de Al-metallisatie en het onderliggende Si-substraat de metaalbaan immers in eerste instantie een lengteverandering ondergaan [SAN94]. Dit is een proces dat zich voltrekt in een extreem korte tijd in de orde van enkele microseconden. Men kan echter aantonen dat deze lengteveranderingen verwaarloosbaar kleine weerstandsveranderingen induceren /SAN947. De geometrische verandering die kan optreden ten gevolge van de relaxatie van de aanwezige spanningen in de Al-metaalbaan, zal slechts geactiveerd worden tijdens hoge thermische belastingen op lange termijn. Gezien de vlugge opwarm- en afkoelsnelheid van de metaalbaan zullen deze processen geen invloed hebben op de bepaling van de TCR. Enkel gedurende langdurige thermische behandelingen kunnen eventueel geometrische veranderingen optreden in de metaalbaan. Deze veranderingen zullen dan echter zowel via de discrete methode op kamertemperatuur als via deze op testtemperatuur gedetecteerd worden.

berekende Voor bestudeerde metallisaties blijken de alle types resistiviteitsveranderingen de grootste bijdrage te leveren. De bijdrage aan veranderingen in doorsnede ligt binnen de fout op de berekeningen. Dit resultaat is in overeenstemming met een uitgebreide studie uitgevoerd op type K-metaalbanen [STU94]. In tabel 6.4 zijn verder ook de relatieve weerstandsveranderingen AR/R weergegeven, zoals berekend via de weerstandsdata tijdens de temperatuurstappen rond kamertemperatuur en rond de testtemperatuur. De relatieve weerstandsveranderingen op testtemperatuur blijken in goede overeenstemming te zijn met de relatieve isotherme in-situ gemeten tijdens het weerstandsveranderingen zoals verouderingsexperiment op die temperatuur. Dit betekent dat slechts een klein deel van de processen reeds geactiveerd worden in de kleine periode, nodig om een stabiele testtemperatuur in de omgeving van het preparaat te verkrijgen.

Indien de resultaten in tabel (6.4) vergeleken worden, dan kan men besluiten dat de weerstandsveranderingen die optreden tijdens een isotherme uitgloeibehandeling, volledig kunnen toegeschreven worden aan veranderingen in de resistiviteit. De bijdrage aan geometrische veranderingen is verwaarloosbaar t.o.v. de bijdrage in resistiveitsveranderingen. Indien tijdens het relaxatieproces wijzigingen in de

doorsnede optreden, dan is de invloed hiervan op de weerstand nihil¹. De berekende resistiviteitsveranderingen duiden op een verandering in de structuur van de Al-metallisatie. Dit kan toe te schrijven zijn aan een verandering in de defectconcentratie of aan een wijziging in de reflectiecoëfficiënt aan de korrelgrenzen. Beide verklaringen zijn consistent met het precipitatie-model. Het is dus waarschijnlijk dat beide processen simultaan zullen optreden tijdens een uitgloeibehandeling. Tijdens het precipiteren vermindert de bulk-defectconcentratie, aangezien precipitaatvorming vooral aan de korrelgrenzen optreedt [SAN94]. Deze vermindering in defectconcentratie resulteert volgens Matthiessen in een evenwijdige verschuiving van de helling dp/dT. Het is aannemelijk dat de precipitaten een invloed zullen hebben op de korrelgrensdiffusiviteit en dus ook op de reflectiecoëfficiënt r.. Dit zal sterk afhankelijk zijn van de concentratie en de verdeling van de deeltjes aan de korrelgrenzen, maar intuïtief kan men stellen dat een toename in de concentratie aan precipitaten aan de korrelgrenzen, een toename in de reflexiecoëfficiënt zal veroorzaken. Dit resulteert volgens het model van Mayadas eveneens in een toename van de TCR [MAY70].

· Analyse van de weerstandsveranderingen via de continue TCR-bepaling

Het uitgloei-experiment is een ideaal middel om het voorgestelde analysemodel voor de continue TCR-bepaling te testen. Het meest voor de hand liggende preparaat om de nieuwe techniek in eerste instantie op uit te testen, bestaat uit het type metallisatie waarbij de grootste weerstandsveranderingen optreden ten gevolge van het precipitatie-proces. Uit de resultaten van hoofdstuk 3 blijkt dit een (Al,Cu)-legering te zijn, zodat de eerste metingen uitgevoerd zijn op dit type metaalbanen. Figuur 6.9a toont het resultaat van een meting op een type I-metaalbaan m.b.v. de analysetechniek voor de continue bepaling van de TCR. De temperatuursturing is zoals voorgesteld in figuur 6.4. De test is uitgevoerd gedurende 72 u. op een isotherme temperatuur van T=200°C. De amplitude van de aangelegde harmonische temperatuurstoring geeft aanleiding tot weerstandsoscillaties van ± 2000 ppm op testtemperatuur. Deze weerstandsvariaties zullen gesuperponeerd zijn op de veranderingen in de weerstand ten

¹ Aangezien de gemeten parameter (weerstand) echter een globale verandering meet, is het mogelijk dat een lokale verandering in de geometrie optreedt. Deze lokale verandering zal een kleine invloed hebben op de gemeten weerstand, die een gemiddelde is voor de totale baan. Daarom is het van belang de meetresolutie van deze techniek zo groot mogelijk te maken. Kortere banen zullen eveneens gevoeliger zijn aan lokale veranderingen. gevolge van het precipitatieproces tijdens de thermische behandeling. Via het voorgestelde algoritme kunnen deze oscillaties nu geëlimineerd worden, waardoor de gecorrigeerde weerstandsveranderingen uit de "gestoorde" meting kunnen gefilterd worden. Het resultaat van deze procedure is voorgesteld in figuur 6.9b. De correcte weerstandsdata zijn berekend met behulp van 1 constante TCR α per tijdsinterval van luur.

Het opheffen van de storingen levert als bijkomend resultaat een continue weergave van de TCR α gedurende het totale uitgloei-experiment. De resultaten van deze berekeningen zijn weergegeven in figuur 6.10a. Via vergelijkingen (6.12) en (6.19) kan nu het "continue" verloop van de resistiviteitsveranderingen en de veranderingen in de doorsnede van de metaalbaan gedurende het totale experiment berekend worden. Figuur 6.10b tenslotte bevat alle resultaten van het experiment. De gecorrigeerde weerstandsdata geven de relatieve weerstandsveranderingen weer tijdens het experiment, terwijl via de analysetechniek een scheiding van de beide parameters (resistiviteit en geometrie) kan uitgevoerd worden.



Figuur 6.9: Relatieve weerstandsveranderingen in een voorgegloeide type I-metaalbaan tijdens een verouderingsexperiment op T*=160°C m.b.v. de techniek voor de continue TCR-bepaling (a) zoals gemeten tijdens het experiment en (b) gecorrigeerde weerstandsveranderingen.



Figuur 6.10: (a) Bepaling van de TCR in een voorgegloeide type I-metaalbaan tijdens een verouderingsexperiment op T*=160°C m.b.v. de techniek voor de continue TCR-bepaling.

(b) Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in een voorgegloeide type I-metaalbaan tijdens een verouderingsexperiment op $T^*=160^{\circ}C$ m.b.v. de techniek voor de continue TCR-bepaling. : gecorrigeerde weerstandsveranderingen (_), resistiviteitsveranderingen (0) en veranderingen in de doorsnede S (Δ).



Figuur 6.11 : Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in een voorgegloeide type I-metaalbaan tijdens een verouderingsexperiment op $T^*=200^{\circ}$ C m.b.v. de techniek voor de continue TCR-bepaling. : gecorrigeerde weerstandsveranderingen (_) resistiviteitsveranderingen (o) en veranderingen in de doorsnede S (Δ). Het resultaat van deze analyses bevestigt het model van precipitaat-vorming tijdens uitgloeibehandelingen van Al-legeringen. De weerstandsveranderingen, geobserveerd gedurende thermische behandelingen van Al-legeringen, zijn volledig toe te schrijven aan resistiviteitsveranderingen. Veranderingen in de doorsnede zijn verwaarloosbaar. De bijdrage aan resistiviteitsveranderingen is afhankelijk van de depositieparameters en de samenstelling van de metallisatie en wordt rechtstreeks veroorzaakt door de verandering in de bulk-defectconcentratie.

Een tweede reeks experimenten, uitgevoerd m.b.v. deze techniek, betreft het onderzoek naar de invloed van een passivatielaag op het precipitatieproces. Het blijkt dat de kinetiek van het precipitatieproces in gepassiveerde en niet-gepassiveerde metaalbanen vergelijkbaar is voor wat betreft de weerstandsmetingen. Figuur 6.12a en 6.12b tonen de resultaten van de analysetechniek van de continue α -bepaling respectievelijk voor een type J- en een type JP-metaalbaan. In beide gevallen blijkt dat de weerstandsveranderingen volledig toe te schrijven zijn aan resistiviteitsveranderingen.





(a) in een voorgegloeide type J-metaalbaan

(b) in een voorgegloeide type JP-metaalbaan.

Het verschil in amplitude van de totale weerstandsverandering kan te wijten zijn aan het verschil in korrelgrootte en/of initiële samenstelling. De concentratie aan precipitaten/opgeloste elementen is namelijk sterk afhankelijk van de thermische voorgeschiedenis tijdens het produktieproces. Uit REM-analyses blijkt dat de gemiddelde korrelgrootte vergelijkbaar is.

Zelfs indien de depositietemperatuur hoog genoeg² en identiek is, kan er nog een verschil in precipitatiegedrag zijn. Zo kan dit minimale verschil ook geobserveerd worden indien identieke preparaten van eenzelfde wafer getest worden en is waarschijnlijk te wijten aan een spreiding in de initiële toestand van de metallisatie. Men kan bijgevolg besluiten dat zowel gepassiveerde als niet-gepassiveerde Al-legeringen geen veranderingen in de doorsnede zullen ondergaan tijdens een isotherme behandeling die gedetecteerd kunnen worden m.b.v. de HRWM-techniek.

6.5 Analyse van weerstandsveranderingen geïnduceerd door lage DC-stroombelasting bij hoge temperatuur

6.5.1 Beschrijving van de preparaten

In dit deel zullen de weerstandsveranderingen van een type G-metaalbaan geanalyseerd worden m.b.v. voorgestelde technieken. Aangezien uit de studie in hoofdstuk 5 blijkt dat dit type metallisaties het minst goed bestand is tegen EM, zijn deze preparaten het meest aangewezen om EM te bestuderen tijdens lage DC-stroombelastingen. Het zal immers blijken dat de techniek voor de continue bepaling van de TCR tijdens EM het beste resultaat levert indien de weerstandsveranderingen, geïnduceerd door de

² Het aanbrengen van een passivatielaag gebeurt bij een temperatuur in de buurt van T_{paux} =380°C. Dit betekent dat, indien de depositietemperatuur van een Al-metallisatie T_{dep} <380°C, de gepassiveerde metallisatie een grotere gemiddelde korrelgrootte en een hogere concentratie aan opgeloste additie-elementen bezit. Het is bijgevolg moeilijk een identiek gepassiveerde en niet-gepassiveerde metaalbaan te produceren zonder dat een post-uitgloeibehandeling op de wafer uitgevoerd is. De meest identieke metallisaties zullen deze zijn met T_{dep} > T_{paux} . Bij T_{dep} zal dan 0,5wt% Cu meestal volledig in oplossing zijn, terwijl de concentratie aan opgeloste Si-atomen vergelijkbaar zal zijn. Een minimaal verschil in het precipitatiegedrag kan nog te wijten zijn aan een spreiding op de initiële concentratie aan additie-elementen.

elektronenwind zo traag mogelijk gebeuren. Bruuske veranderingen in de weerstand als gevolg van een té sterk versneld EM-proces zullen gereflecteerd worden in een onnauwkeurige bepaling van de TCR.

6.5.2 Analyse van weerstandsveranderingen geïnduceerd door EM

· Analyse van de weerstandsveranderingen via de continue TCR-bepaling

De techniek voor de continue bepaling van de TCR gedurende een volledig EM-experiment kan nu eveneens toegepast worden. In figuur 6.13 worden de relatieve weerstandsveranderingen van een uitgegloeide Al-metaalbaan getoond, zoals opgemeten tijdens een EM-experiment en een temperatuursturing zoals in figuur 6.4. Opnieuw zullen de opgelegde harmonische temperatuurfluctuaties gereflecteerd worden in de weerstand van het preparaat. Hierop zijn de weerstandsvariaties gesuperponeerd, die optreden in de baan o.i.v. de elektronenwind. M.b.v. de voorgestelde analyseprocedure wordt de TCR α per tijdsinterval van 1 uur bepaald via vergelijking (6.31) gedurende de gehele meting. Het resultaat van deze berekeningen wordt getoond in figuur 6.14.



Figuur 6.13 : Weerstandsveranderingen gedurende een EM-experiment op een uitgegloeide type G-metaalbaan volgens de procedure voor de continue α -bepaling bij T=190°C en j=0,25MA/cm².

Uit de figuur is reeds duidelijk dat de resolutie van de techniek voor de continue α-bepaling in hoge mate mee bepaald wordt door de snelheid waarmee de weerstandsvariaties, geïnduceerd door het verouderings- en/of EM-proces, optreden in de metaalbaan. Indien deze weerstandsveranderingen té vlug gebeuren, dan zal de resolutie slechter worden. Daarom is het enkel mogelijk deze techniek toe te passen tijdens EM-experimenten bij lage versnellingscondities.

Zoals tijdens de uitgloei-experimenten, kan nu eveneens tijdens het EM-experiment met behulp van vergelijkingen (6.12) en (6.19) een scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen doorgevoerd worden. Figuur 6.15 toont het resultaat van deze scheiding. Het blijkt dat de resistiviteit van de metaalbaan gedurende EM constant blijft, m.a.w. de structuur van de metallisatie verandert niet binnen de resolutie van de gebruikte analysetechniek. Bijgevolg zal het grootste deel van de weerstandsveranderingen veroorzaakt worden door geometrische veranderingen, meer bepaald door een afname in de doorsnede van de metaalbaan. In werkelijkheid zullen zowel gaten als ophopingen ontstaan in de metaalbaan. Simulaties tonen echter aan dat de bijdrage van de ophopingen verwaarloosbaar is t.o.v. de bijdrage van de gaten, zodat het grootste deel van de geobserveerde weerstandstoename inderdaad toe te wijzen is aan een toename in het gatenvolume.

Aangezien de resolutie van de techniek beperkt is (± 1500 ppm), is het echter mogelijk dat in de initiële stadia (de eerste honderden ppm weerstandsverandering) veranderingen in resistiviteit optreden die niet met deze techniek kunnen gedetecteerd worden. In een volgende paragraaf zal daarom de techniek van de discrete α -bepaling opnieuw aangewend worden om deze initiële stadia te karakteriseren.



Figuur 6.14 : TCR-veranderingen gedurende een EM-experiment op een uitgegloeide type G-metaalbaan op T=190°C en bij j=0,25MA/cm².



Figuur 6.15 : Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in een uitgegloeide type G-metaalbaan tijdens een EM-experiment bij T*=190°C en j=0,25MA/cm² m.b.v. de techniek voor de continue TCR-bepaling ; gecorrigeerde weerstandsveranderingen (_) resistiviteitsveranderingen (o) en veranderingen in de doorsnede S (Δ).

Uit figuur 6.14 kan men eveneens afleiden dat de resolutie van de TCR-bepaling op 1 bepaald ogenblik tijdens het EM-experiment beduidend slechter is, nl. bij ongeveer 120u. testtijd. Dit wordt gereflecteerd in de bepaling van de resistiviteitsverandering en bijgevolg ook in de bepaling van de verandering van de doorsnede. Uit het vergelijken van de drie plots op figuur 6.15 wordt duidelijk dat de reden voor deze slechtere resolutie ligt in het ontstaan van fluctuaties in de weerstand van de metaalbaan, geïnduceerd door de elektronenwind zelf. Dit betekent dat de resolutie van de techniek ook slechter wordt, naarmate men de catastrofale fase nadert. Bruuske weerstandsveranderingen ten gevolge van EM zullen gereflecteerd worden in een onnauwkeurige bepaling van de TCR. Plotse sprongen in de TCR en bijgevolg in de resistiviteit en geometrische factor zijn dus niet te wijten aan intrinsieke processen die zich afspelen in de baan, maar worden geïntroduceerd door de analysetechniek zelf.

De analysetechniek is toegepast tijdens verschillende lage versnellingscondities op uitgegloeide type G-metaalbanen. Figuren 6.16a en 6.16b tonen het resultaat van enkele typische analyses, uitgevoerd met behulp van deze techniek. Het is duidelijk dat het resultaat reproduceerbaar is : het grootste deel van de weerstandsveranderingen tijdens EM worden geïnduceerd door veranderingen in de geometrie van de metaalbaan. Bij

een constante baanlengte, betekent dit een afname in de doorsnede, veroorzaakt door het ontstaan van gaten in de metaalbaan.



Figuur 6.16 : Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in een uitgegloeide type G-metaalbaan tijdens EM : gecorrigeerde weerstandsveranderingen () resistiviteitsveranderingen (0) en veranderingen in de doorsnede (Δ) : (a) bij T*=190°C en j=0,13MA/cm² en (b) bij T*=210°C en j=0,25MA/cm².

6.6 Karakterisatie van de drie stadia in EM bij niet-gepassiveerde Al-metallisaties : correlatie tussen weerstandsveranderingen en geobserveerde schade in de metaalbanen

6.6.1 Fase 1 : incubatietijd

Gedurende deze eerste fase worden geen weerstandsveranderingen gedetecteerd binnen de meetresolutie. Dit betekent dat in de incubatieperiode geen meetbare resistiviteitsveranderingen en geen geometrische veranderingen optreden, tenzij deze elkaar volledig zouden compenseren. In een voorgegloeide Al-metallisatie zal de lage DC-stroombelasting bijgevolg geen verandering in de structuur induceren, terwijl initieel ook geen wijzigingen in de doorsnede optreden.

Indien een metaalbaan bestudeerd wordt m.b.v. de REM nadat de belasting gestopt is tijdens de incubatieperiode, dan wordt ook geen merkbare schade geobserveerd. Uit de analyse in hoofdstuk 5 is gebleken dat het proces, dat optreedt tijdens deze incubatieperiode volledig reversibel is. De bepaalde activatie-energie correspondeert met een korrelgrensdiffusieproces. Een mogelijke verklaring is het ontstaan van elastische vervormingen o.i.v. de "elektronenwind". De duur van de incubatietijd is dan een maat voor de tijd nodig om de kritische spanning op te bouwen, waarbij plastische vervorming zal optreden.

6.6.2 Fase 2 : lineaire fase

In de lineaire fase verandert de weerstand lineair met de tijd. De tijdsduur van deze tweede fase is afhankelijk van de versnellingsparameters (stroomdichtheid en temperatuur). De totale relatieve weerstandsverandering die overeenkomt met deze fase is echter voor elk type bestudeerde Al-metaalbaan ongeveer +2000ppm, onafhankelijk van de versnellingsfactoren. Dit duidt erop dat bij overgang van fase 2 naar fase 3 een vergelijkbaar schadeniveau aanwezig zal zijn in alle types metallisaties. De samenstelling en structuur van de metaalbaan zal enkel bepalen hoeveel tijd nodig is om dit schadeniyeau op te bouwen. Uit deze studie blijkt dat het toevoegen van additie-elementen, maar vooral het aanbrengen van een passivatielaag de tijdsduur van de lineaire fase opmerkelijk kan verlengen. Dit kan verklaard worden door het feit dat zowel het toevoegen van additie-elementen als het aanbrengen van een passivatielaag een gunstige invloed uitoefenen op de mechanische sterkte van de Al-baan (CHI92). Het gevolg hiervan is een kleinere diffusiesnelheid van de Al-atomen /SCO951. In het geval van de bestudeerde polykristallijne metaalbanen in het gebruikte temperatuurgebied betekent dit concreet een tragere Al-korrelgrensdiffusie en bijgevolg een langere tijdsduur voor de lineaire fase.

De voorgestelde analysetechniek voor het scheiden van de bijdragen aan resistiviteits- en geometrische veranderingen blijkt over een te kleine resolutie te beschikken om de eerste honderden ppm weerstandsveranderingen te karakteriseren. Aangezien met behulp van de HRWM-techniek reeds een toename in de weerstand gemeten worden, kan men stellen dat er reeds een vorm van schade aangebracht is in de metaalbaan. REM-observaties tonen aan dat tijdens deze lineaire intiële fase nog steeds geen macroscopische schade (gaten en/of ophopingen) aangebracht is in de metaalbaan. Verschillende schadeniveaus, verkregen onder verschillende versnellingscondities zijn bestudeerd. Alle observaties leiden tot dezelfde conclusie en bevestigen de hypothese dat in fase 2 nog geen macroscopische schade geïnduceerd wordt door de "elektronenwind".

 Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in fase 2

Aangezien de resolutie van de techniek voor de continue α -bepaling te klein is om de initiële weerstandsvariaties te verklaren, moet een andere methode gebruikt worden om deze te karakteriseren. Uit de resultaten via de continue TCR-bepaling, kan men besluiten dat in deze fase, binnen de resolutie van de techniek, zowel ρ -veranderingen als veranderingen in de doorsnede S kunnen optreden. Om hierover uitsluitsel te geven, wordt geopteerd voor het gebruik van de techniek van de discrete TCR-bepaling op de testtemperatuur. Deze methode levert immers een resolutie in de orde van 150ppm voor de bepaling van α , wat voldoende is om een scheiding van de veranderlijken mogelijk te maken. Tabel 6.5 toont de resultaten van de met deze methode uitgevoerde metingen op type G- en type H-metaalbanen. De berekeningen tonen aan dat de weerstandsveranderingen in de lineaire fase hoofdzakelijk geïnduceerd worden door een toename in de resistiviteit van de metaalbaan. Dit betekent concreet dat gedurende de periode waarin de weerstand lineair toeneemt met de tijd, een detecteerbare toename in de defectconcentratie zal optreden o.i.v. de "elektronenwind".

Туре	Δα/α ⁽¹⁾ (ppm)	Δρ/ρ ^(ι) (ppm)	Δ(Rα)/(Rα) ⁽¹⁾ (ppm)	ΔS/S ⁽¹⁾ (%)	ΔR/R (ppm)
G	-1052	+1051	+51	-0,01	+1000
	-877	+877	+77	-0,01	+800
_	-680	+680	+80	-0,01	+600
	-513	+513	+113	-0,01	+400
н	-1073	+1072	+72	-0,01	+1000
	-884	+883	+83	-0,01	+800
	-664	+664	+64	-0,01	+600
	-505	+505	+105	-0,01	+400

Tabel 6.5: Berekende resistiviteitsveranderingen en veranderingen in doorsnede gedurende de lineaire fase van een EM-experiment bij $T=170^{\circ}C$ en $j=0,13MA/cm^2$ op een type G-metaalbaan via de methode van de discrete TCR-bepaling op testtemperatuur $\int_{0}^{(0)} \pm 0,01\%$].

Reversibele of irreversibele schade ?

In de literatuur wordt de initiële schade veroorzaakt door de "elektronenwind" vaak "reversibel" verondersteld. Men gaat hierbij uit van de veronderstelling dat de aangebrachte schade in deze fase zo minimaal is, dat het preparaat volledig in zijn oorspronkelijke toestand kan hersteld worden na het afzetten van de stroombelasting [LLO87,NIE93]. Dit kan beschreven worden aan de hand van het model van Blech, die stelt dat tijdens de opbouw van de EM-geïnduceerde spanning, een tegengestelde spanning opgebouwd wordt, ten gevolge van het ontstaan van een concentratiegradiënt. De spanningsgradiënt induceert op zijn beurt een terugdiffusie van atomen. Dit proces duurt totdat een evenwicht in de spanningsverdeling bereikt wordt. Op het ogenblik dat de stroombelasting weggenomen wordt, zal enkel de terugdiffusie-term overblijven, zodat de atomen terug naar hun oorspronkelijk toestand diffunderen. Een mogelijk bewijs hiervoor wordt door vele onderzoekers gezien in het feit dat, na het afzetten van een EM-stroombelasting, een afname in de weerstand gemeten wordt. Deze weerstandsdaling wordt door verschillende auteurs geïnterpreteerd als een structuurrelaxatie, waarbij de aangebrachte schade tijdens de EM-test - al dan niet volledig - hersteld wordt.

Met behulp van de HRWM-techniek is hier echter aangetoond dat thermisch geactiveerde reversibele weerstandsvariaties ten gevolge van structuurveranderingen in de metaalbaan belangrijk kunnen worden - vooral tijdens EM-testen bij hoge stroombelastingen. Dit betekent dat de geobserveerde weerstandsveranderingen tijdens een EM-test zeer voorzichtig moeten geïnterpreteerd worden. Zo werd in hoofdstuk 3 en 4 aangetoond dat de Joule-opwarming ten gevolge van de hoge stroombelasting enkele graden kan bedragen. Deze temperatuurveranderingen in de metaalbaan zullen in het begin van een EM-test bij Al-legeringen aanleiding geven tot de voorafgaand beschreven reversibele processen. Zo is aangetoond dat de vaak geobserveerde initiële nict-lineaire weerstandsveranderingen niet geïnduceerd worden door de "elektronenwind". Zo moeten ook de weerstandsveranderingen, gedetecteerd na het afzetten van een hoge stroombelasting geïnterpreteerd worden in het licht van deze resultaten.

Ook met de HRWM-techniek worden zogenaamde relaxatie-fenomenen waargenomen in Al-legeringen na het afzetten van een hoge DC-stroom. De geobserveerde exponentiële weerstandsveranderingen kunnen hierbij echter grotendeels verklaard worden door het optreden van de reversibele processen na het verlagen van de temperatuur ten gevolge van het elimineren van de Joule-opwarming. Een goede manier om te controleren of er werkelijk een herstelmechanisme aanwezig is nadat een zeker schadeniveau aangebracht is in de metaalbaan, is het uitvoeren van EM-testen tijdens lage stroombelastingen. Dit garandeert dat er geen temperatuurvariaties kunnen optreden ten gevolge van Joule-opwarming en dat er eveneens geen reversibele weerstandsveranderingen geïnduceerd worden die de interpretatie hinderen.

Een aantal van dit type experimenten zijn uitgevoerd op verschillende types Al-metallisaties. De DC-stroombelasting is hierbij verwijderd na het aanbrengen van verschillende schadeniveaus tijdens fase 2. Het besluit van deze studie is, dat slechts een kleine fractie van de schade reversibel is. Onafhankelijk van het schadeniveau of de gebruikte versnellingsparameters wordt telkens een weerstandsdaling gemeten van ongeveer -50ppm. Dit betekent dat een totaal herstel van de schade slechts mogelijk is, indien ook het aangebrachte schadeniveau correspondeert met een weerstandstoename van slechts +50ppm! Niettegenstaande geen observeerbare schade aanwezig is in de metaalbaan, zullen dus reeds irreversibele veranderingen opgetreden zijn tijdens het intiële lineaire EM-stadium. Dit is een aanwijzing voor het optreden van een irreversibele plastische vervorming tijdens fase 2, geïnduceerd door veranderingen in de resistiviteit. Een mogelijke oorzaak hiervan is een verhoogde concentratie aan dislocatielijnen en -loops [DAM71].

6.6.3 Fase 3 : catastrofale fase

In de derde fase neemt de weerstand niet langer lineair toe met de tijd. Voor niet-gepassiveerde Al-metallisaties is dit de catastrofale fase : de processen worden sterk versneld en leiden binnen de kortste tijd tot faling van de metaalbaan.

De tijdsduur van deze tweede fase is opnieuw afhankelijk van de versnellingsfactoren (stroomdichtheid en temperatuur). De totale relatieve weerstandsverandering die kan bereikt worden vóórdat faling optreedt, zal echter afhankelijk zijn van het type Al-metaalbaan en van de dimensies. Brede en lange banen (bijvoorbeeld w=10 μ m, l=6000 μ m) zullen falen bij relatieve weerstandsveranderingen die enkele procenten kunnen bedragen, terwijl smallere en kortere banen (bijvoorbeeld w=3 μ m, l=2000 μ m) falen bij enkele tienduizenden ppm weerstandstoename. Dit duidt erop dat hetzelfde schadeniveau veel "schadelijker" zal zijn bij smallere banen dan bij bredere banen. Het is dus gevaarlijk een éénduidige en hoge relatieve weerstandsverandering als falingscriterium te gebruiken voor verschillende structuren.

Daarom kunnen nu de EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen zoals opgemeten via de HRWM-techniek een goed alternatief bieden om een falingscriterium vast te leggen,

dat minder sterk afhankelijk is van de dimensies van de banen. Uit de studie blijkt dat, indien in een Al-metaalbaan een schadeniveau bereikt wordt dat correspondeert met een weerstandsverandering groter dan +2000ppm, gaten en/of ophopingen geobserveerd Verschillende metaalbanen, belast onder verschillende worden in de REM. versnellingscondities zijn bestudeerd en alle observaties leiden tot dezelfde conclusie : ze bevestigen de hypothese dat slechts in fase 3 macroscopisch waarneembare schade geïnduceerd wordt door de "elektronenwind". Nu kan een falingscriterium vastgelegd worden dat veel lager ligt in vergelijking met de klassieke falingscriteria. Dit falingscriterium zal dan een maat zijn voor de snelheid waarmee een pepaald type metallisatie zal falen o.i.v. EM en kan een goed alternatief bieden voor de conventionele testen. Het criterium wordt gekozen binnen de lineaire fase, d.w.z. bij relatieve weerstandsveranderingen <2000ppm. De spreiding op deze resultaten is relatief klein. Dit betekent dat ook de extrapolatie naar gebruikerscondities betrouwbaarder zal zijn. Indien men bovendien over een HRWM-techniek beschikt, is het mogelijk de EM-testen uit te voeren bij veel lagere versnellingscondities, die in de orde van de gebruikerscondities liggen. Een bijkomend pluspunt van de HRWM-techniek en het testen bij lage DC-stroombelastingen is de mogelijkheid de incubatietijden, die optreden tijdens de eerste fase van de EM-test, nauwkeurig te bepalen. Deze incubatietijden zullen immers een belangrijke rol spelen bij het bepalen van de correcte minimale levensduur van een bepaald type metallisatie m.b.v. weerstandsmetingen.

+ Scheiding van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen in fase 3

Uit de resultaten bekomen via de continue TCR-bepaling, kan men besluiten dat in deze fase een afname in de doorsnede S zal optreden. REM-onderzoek bevestigt dat de weerstandsveranderingen in de lineaire fase grotendeels geïnduceerd worden door het ontstaan van gaten en ophopingen in de metaalbaan. De bijdrage van gaten tot de weerstandsveranderingen is veel groter dan de bijdrage van de ophopingen, zodat de afname in doorsnede bepalend zal zijn voor de weerstandstoename in de baan. O.i.v. de "elektronenwind" zal dus een afname in de doorsnede optreden, op het ogenblik dat een nieuwe kritische waarde voor de spanning bereikt wordt, waarop irreversibele plastische vervorming optreedt. Deze vorm van plastische vervorming wordt vertaald naar macroscopische veranderingen in het materiaal. Niet-gepassiveerde Al-metaalbanen bezitten een vrij oppervlak en vrije randen. Dit betekent dat op plaatsen waar lokaal een drukspanning heerst vrij gemakkelijk ophopingen van massa kunnen ontstaan.

Anderzijds zullen op plaatsen waar lokaal een trekspanning heerst ook gemakkelijk gaten kunnen groeien.

Om deze hypothese te verifiëren zijn REM-analyses uitgevoerd op verschillende types niet-gepassiveerde metaalbanen voor en na DC-stroombelasting. Een studie is uitgevoerd van de aangebrachte schade, gecorreleerd met verschillende stadia in de weerstandsmetingen. Hierdoor is het mogelijk een correlatie te vinden tussen deze drie stadia en de vorm van schade in de niet-gepassiveerde Al-metaalbanen.

De REM-opname in figuur 6.18 toont een voorgegloeide Al1%Si-metaalbaan van type H voor het aanleggen van de DC-stroombelasting. De REM-opname in figuur 6.19a toont dezelfde metaalbaan na een EM-experiment bij $j=0,25MA/cm^2$ en een temperatuur T=150°C (fase 2) en in figuur 6.19b is dezelfde belaste baan getoond in een later stadium (fase 3). De relatieve weerstandsveranderingen die gecorreleerd zijn met deze REM-opnames worden weergegeven in figuur 6.17.



Figuur 6.17 : Weerstandsveranderingen tijdens een EM-experiment op een type H voorgegloeide metaalbaan bij j=0,25MA/cm² en T=150°C : de pijltjes [1] [2] en [3] corresponderen met de REM-momentopnamen in figuren 6.18, 6.19 en 6.20.

De pijltjes duiden de tijdstippen aan waarop de preparaten uit de oliebadoven gehaald zijn om in de REM te onderzoeken.



Figuur 6.18 : REM-opname van een type H voorgegloeide Al1%Si-metaalbaan vóór EM : correspondeert met de toestand aangeduid door [2] in figuur 6.17.



Figuur 6.19 : REM-opname van een type H voorgegloeide Al1%Si-metaalbaan na EM bij lage j-belasting : (a) schadeniveau corresponderend met de toestand aangeduid door [3] in figuur 6.17 (gaten en ophopingen) (b) detailopname van de schade corresponderend met toestand [3] in figuur 6.17.

6.7 Samenvatting

De discrete techniek voor het bepalen van de TCR is een goede methode om een eerste richtlijn te geven over het proces dat aanleiding geeft tot de weerstandsveranderingen die optreden in Al-legeringen ten gevolge van temperatuurbehandelingen. Indien de

215

TCR bepaald wordt in een klein temperatuurinterval, waarin geen geometrische veranderingen optreden, dan is het mogelijk de verandering van de TCR ten gevolge van een verouderingsexperiment te bepalen. Een nieuwe analysetechniek is voorgesteld, die het mogelijk maakt om de verandering van de TCR on-line gedurende het verouderingsexperiment te bepalen. Verder is aangetoond dat het plausibel is de Regel van Matthiessen aan te wenden om een scheiding van de resistiviteitsverandering en de verandering in geometrie door te voeren. Via deze studie is het mogelijk de weerstandsvariaties toe te wijzen aan resistiviteitsvariaties en meer bepaald afnames in de defectconcentratie. Dit betekent dat de resultaten conform zijn met het model van precipitatieprocessen tijdens de warmtebehandelingen.

De HRWM-techniek biedt de mogelijkheid de schade te meten, geïnduceerd door het aanleggen van een EM-stroombelasting bij hoge temperatuur. Om een correcte interpretatie van de weerstandsveranderingen te kunnen uitvoeren, is het belangrijk de verschillende stadia tijdens een EM-experiment te karakteriseren. Een belangrijke stap hierbij is het bepalen van de bijdrage aan resistiviteits- en geometrische veranderingen.

De voorgestelde techniek voor de continue bepaling van de TCR blijkt ook voor het on-line bepalen van de TCR tijdens een EM-experiment, goede resultaten op te leveren. Hierbij wordt de TCR telkens bepaald in kleine temperatuurintervallen van 0,5°C rond de ingestelde testtemperatuur, zodat geen geometrische veranderingen kunnen optreden. De analyse van weerstandsveranderingen, geïnduceerd tijdens EM in Al-metaalbanen, toont aan dat het mogelijk is de weerstandsvariaties in de catastrofale fase eenduidig toe te wijzen aan geometrische variaties. REM-analyses bevestigen het ontstaan en groeien van gaten in deze fase; wat resulteert in een afname van de doorsnede van de metaalbaan.

Voor de karakterisatie van de lineaire fase is het noodzakelijk opnieuw een beroep te doen op de discrete methode voor het bepalen van de TCR, wegens de te lage resolutie van de continue techniek. Experimenten duiden erop dat in deze eerste stadia veranderingen in de resistiviteit de geobserveerde weerstandsveranderingen verklaren. Herhaalde experimenten zijn uitgevoerde waarbij de weerstandsveranderingen gemeten worden nadat de lage EM DC-stroombelasting weggenomen wordt bij het bereiken van een bepaald schadeniveau. De conclusie van deze studie is dat slechts een minimaal gedeelte van de aangebracht schade tijdens EM reversibel is. Dit betekent dat ook in de initiële fase, waar slechts enkele honderden ppm relatieve weerstandsveranderingen gedetecteerd worden, reeds irreversibele schade is toegebracht aan de metaalbaan. Daarom wordt ook deze lineaire fase als maximale falingscriterium voorgesteld voor het bepalen van de levensduur van een metallisatie.

Besluiten

In dit proefschrift is een studie voorgesteld van het elektromigratieproces in verschillende types metaalbanen. Een alternatieve en veelbelovende meettechniek is hiervoor gebruikt : de zogenaamde "absolute" hoge resolutie weerstandsmeettechniek (HRWMT). Een gemeenschappelijk kenmerk met de "brug"-technieken is de hoge meetresolutie, waardoor het mogelijk wordt de eerste stadia van EM te bestuderen. Het belangrijkste voordeel van deze "absolute" techniek in vergelijking met de "brug"-technieken is het feit dat weerstandsveranderingen kunnen gemeten worden, geïnduceerd door processen die optreden in de geteste baan alleen. Dit is belangrijk, aangezien de hoge resolutie bij de "brug"-technieken verkregen wordt door de verhouding van de weerstand van de geteste baan en deze van een referentiebaan te berekenen. In dit werk is aangetoond dat door deze datamanipulatie weliswaar externe dat temperatuurfluctuaties geëlimineerd worden, maar tevens parasitaire weerstandsveranderingen kunnen geïnduceerd worden. Deze zijn afkomstig van zuiver thermisch geactiveerde processen die zich afspelen in de referentiebaan en maken de interpretatie van de weerstandsveranderingen moeilijk.

Met behulp van de "absolute" techniek blijkt het mogelijk de eerste stadia van EM te bestuderen bij lage stroomdichtheidbelastingen, in de orde van de reële condities. Een ander belangrijk voordeel van de techniek is dat zuiver thermisch geactiveerde weerstandsveranderingen kunnen bestudeerd worden, geïnduceerd door structurele veranderingen in de metallisaties. Deze metingen leveren belangrijke extra informatie die nuttig kan zijn bij het interpreteren van EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen. In een niet-gepassiveerde koud gedeponeerde zuiver Al metaalbaan, voor het eerst onderworpen aan een uitgloeibehandeling, wordt een weerstandsdaling geobserveerd. opeenvolgende thermische behandelingen worden verder geen Gedurende weerstandsveranderingen geobserveerd binnen de meetresolutie. Dit leidt tot de conclusie dat in zuiver Al-metallisaties enkel een irreversibel proces optreedt gedurende de eerste uitgloeibehandeling. Dit proces kan gekarakteriseerd worden door 1 enkele activatie-energie E=1,3eV. Een mogelijk verklaring voor deze waarde is de migratie van vacatureclusters of van vacatures gebonden aan onzuiverheden. Verschillende types Al1%Si-metaalbanen zijn onderzocht en alle vertonen een weerstandsdaling gedurende de eerste uitgloeibehandeling. Bovendien zijn ook "reversibele" weerstandsveranderingen geobserveerd gedurende opeenvolgende temperatuurstappen. De amplitudes van de weerstandsveranderingen kunnen nu verklaard worden in termen van precipitatie-/oplossingsprocessen in Al(Si). Weerstandsveranderingen gedurende de

eerste en opeenvolgende uitgloeistappen kunnen nu niet langer gekarakteriseerd worden door 1 enkele activatie-energie. De precipitatiekinetiek is geanalyseerd door middel van de activatie-energiespectrum (AES)-methode van Gibbs. Voor Al 1%Si-metallisaties is de activatie-energie steeds gecentreerd rond E=1,2eV en het spectrum heeft een breedte 2σ =0,2eV. De corresponderende frequentiefactor is bepaald als v₀=10⁹ Hz. Tenslotte is de invloed van 0,5%Cu-additie in Al1%Si-banen op de thermisch geïnduceerde weerstandsvariaties bestudeerd. De geobserveerde variaties zijn 2 tot 3 keer groter dan deze geobserveerd in identieke Al1%Si-banen. Dit is te wijten aan het simultane effect van Si- en Cu-precipitatie. Het corresponderende activatie-energiespectrum is gecentreerd rond E=1,4eV en bezit een breedte van 2σ =0,3eV. Een mogelijk verklaring voor de hogere waarde van de activatie-energie is de activatie-energie voor Cu-diffusie in Al.

Uit herhaalde metingen blijkt dat tijdens hoge EM-stroombelasting initieel niet-lineaire weerstandsveranderingen optreden. Deze eerste stadia worden vaak verkeerd geïnterpreteerd in termen van de opbouw van een vacaturesupersaturatie door de "elektronenwind". In dit proefschrift is aangetoond dat dit niet-lineaire stadium een zuiver thermisch geactiveerd proces is, geïnduceerd door de Joule-opwarming tijdens de hoge DC-stroombelasting. Anderzijds is aangetoond dat de "absolute" HRWMT kan gebruikt worden bij hoge stroomdichtheden om een vlugge indicatie te krijgen over de EM-weerstand van verschillende metallisaties. Hierbij is een nieuwe evaluatieparameter gedefinieerd, om de resultaten verkregen met de HRWMT te analyseren. Een goede correlatie is gevonden met conventionele MTTF-resultaten op dezelfde metallisaties.

Wegens de hoge meetresolutie kunnen eveneens weerstandsveranderingen gemeten worden tijdens lage EM-stroombelasting. Doordat hierbij geen Joule-opwarming optreedt zullen ook geen reversibele zuiver thermisch geactiveerde processen optreden. Verschillende types metallisaties zijn bestudeerd en een gemeenschappelijk resultaat is dat het EM-proces in drie te onderscheiden stadia verloopt : een eerste stadium, waarin geen weerstandsveranderingen geobserveerd worden (incubatieperiode), een tweede stadium waarin de weerstand lineair met de tijd verandert (lineaire fase) en een derde stadium waarin de weerstandsveranderingen afwijken van het lineaire gedrag. Voor niet-gepassiveerde banen is dit derde stadium de catastrofale faze omdat de weerstand hier drastisch toeneemt en dit uiteindelijk tot faling leidt. Zowel het eerste als tweede stadium worden in dit proefschrift gekarakteriseerd door het meten van de weerstandsveranderingen bij verschillende temperaturen verschillende en

Besluiten

stroomdichtheden. Uit de experimenten blijkt dat de incubatieperiode veroorzaakt wordt door een reversibel proces, met een activatie-energie die correspondeert met korrelgrensdiffusie. Het lineaire stadium wordt veroorzaakt door een irreversibel proces, waarbij de activatie-energie eveneens correspondeert met korrelgrensdiffusie. Dit betekent dat gedurende dit stadium reeds irreversibele schade opgetreden is in de metaalbaan. Het blijkt echter dat deze vorm van schade niet waarneembaar is met behulp van REM-studies. Enkel gedurende het derde stadium kan macroscopische schade geobserveerd worden : verschillende gaten en ophopingen zijn verdeeld over de volledige lengte van de metaalbaan.

Tenslotte is in dit proefschrift een nieuwe analysetechniek voorgesteld, waarmee een scheiding van de bijdrage aan resistiviteitsveranderingen van de bijdrage aan geometrische veranderingen kan uitgevoerd worden. Deze techniek is gebaseerd op de veronderstelling dat de Regel van Matthiessen geldig is tijdens EM-experimenten bij lage stroombelasting en op het feit dat temperatuurfluctuaties in de omgeving gereflecteerd worden in de weerstand van de metaalbaan. Om de techniek te kunnen toepassen is een specifieke meetprocedure voorgesteld. Na een mathematische manipulatie van de gecollecteerde data is het mogelijk de TCR in vaste tijdsintervallen in-situ te bepalen gedurende de hele meting. Via de variaties in TCR is het dan mogelijk de resistiviteitsveranderingen en bijgevolg ook de veranderingen in geometrie te bepalen. Indien EM-geïnduceerde weerstandsveranderingen geanalyseerd worden met deze nieuwe techniek, dan blijkt dat het lineaire stadium veroorzaakt wordt door resistiviteitsveranderingen, terwijl tijdens het catastrofale stadium vooral geometrische veranderingen optreden. Deze resultaten zijn conform met REM-observaties tijdens de verschillende stadia van een EM-experiment. Deze stadia kunnen geïnterpreteerd worden in termen van het volgende EM-model. Tijdens de incubatietijd wordt een kritische vacatureconcentratie opgebouwd, waarvan het effect niet meetbaar is met de HRWMT. De lineaire fase wordt dan veroorzaakt door een niet-herstelbare groei van microgaten, gereflecteerd in een resistiviteitstoename. De catastrofale fase in de weerstandsveranderingen bij niet-gepassiveerde Al-metaalbanen wordt vooral bepaald door de geometrische factor, nl. door een afname in de doorsnede van de metaalbaan.

Uit dit proefschrift kan men dus besluiten dat de "absolute" HRWM-techniek een krachtig instrument is om zowel weerstandsveranderingen veroorzaakt door structurele veranderingen in de metallisatie als EM-geïnduccerde weerstandsveranderingen te bestuderen.



Appendix : Methode van Overhauser voor het bepalen van de activatie-energie

Een thermisch geactiveerd proces kan gekarakteriseerd worden door het bepalen van de Indien een proces volledig gedreven wordt door 1 enkele activatie-energie. kunnen enkele eenvoudige methodes (zoals de activatie-energie. dan "cross-cut"-methode of methode van de dwarsdoorsnede) toegepast worden om deze te bepalen. Een alternatieve methode voor het bepalen van de activatie-energie is de methode van Overhauser of de methode van de verhouding van de hellingen. Het voordeel van deze methode is dat de processen die optreden tijdens een uitgloei-experiment niet noodzakelijk geactiveerd moeten zijn door slechts 1 activatie-energie. Dit wordt duidelijk in de volgende uiteenzetting.

Indien het uitgloeien van een defect gebeurt via een 1-activatie-energieproces met constante activatie-energie, dan kan de snelheid van de verandering in defectconcentratie *in het volledige temperatuurgebied* beschreven worden door volgende vergelijking [DAM71]

$$dn/dt = -F(n) K = -F(n) K_0 \exp(-E/kT)$$
(A1)

met n: defectconcentratie F(n): een continue functie van n K: karakteristieke snelheidsconstante K_0 : pre-exponentiële factor E: activatie-energie van het proces.

Deze vergelijking is gebaseerd op twee fundamentele veronderstellingen. nl.

(1) de Boltzmann-factor exp(-E/kT) kan uitgedrukt worden als een multiplicatieve factor

(2) de activatie-energie E is onafhankelijk van de defectconcentratie n.

De Overhauser-methode maakt eveneens gebruik van deze vergelijking. Het voordeel van de methode is dat de activatie-energie nu in beperkte temperatuurgebieden kan bepaald worden, zodat een proces met 1 constante activatie-energie geen noodzakelijke voorwaarde is.

De methode bestaat erin de temperatuur plots te veranderen tijdens een uitgloei-experiment op 1 preparaat, zoals geïllustreerd in figuur 1.



Figuur 1: Schematische voorstelling van de methode van Overhauser voor het bepalen van de activatie-energie in $[T_p,T_2]$.

In het punt a corresponderend met n=n* wordt de temperatuur gewijzigd van T_1 naar T_2 . Dan wordt de helling van de n(t)-curve geconstrueerd in punt a aan beide zijden van de discontinuïteit. De hellingen corresponderend met T_1 en T_2 zijn dan respectievelijke R_1 en R_2 . Via vergelijking (A1) kan men vervolgens schrijven dat

$$R_1 = -F(n^*) K_0 \exp(-E/kT_1)$$
(A2)

$$R_2 = -F(n^*) K_0 \exp(-E/kT_2)$$
(A3)

Met behulp van vergelijkingen (A2) en (A3) kan men dan de activatie-energie berekenen in het temperatuurinterval $[T_1, T_2]$ via

$$\ln\left(\frac{R_1}{R_2}\right) = -\frac{E}{k}\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)$$
(A4)

Deze berekening kan toegepast worden in verschillende temperatuurgebieden en biedt dus een eenvoudige methode om te controleren of er tijdens een uitgloei-experiment al dan niet een proces optreedt met 1 activatie-energie.

Publicatielijst

- [DEC94] W.De Ceuninck, V.D'Haeger, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals, Reliability study of on-chip interconnects : prediction of electromigration resistance on a short time scale, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.337, p.663-668, 1994.
- [DEC95] W.De Ceuninck, J.Manca, V.D'Haeger, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals, Design of a new test structure for the study of electromigration with early reistance change measurements, ESREF'95, Glasgow, 1995.
- [DHA93] V.D'Haeger, H.Stulens, W.De Ceuninck, L.De Schepper, L.Tielemans, G.Gallopyn, P.DePauw and L.M.Stals, The use of early resistance and early TCR changes to predict the reliability of on-chip interconnects, ESREF'93, Bordeaux, p.141-146, 1993.
- [DHA94a] V.D'Haeger, H.Stulens, W.De Ceuninck, L.De Schepper, L.Tielemans, G.Gallopyn, P.DePauw and L.M.Stals, The use of early resistance and early TCR changes to predict the reliability of on-chip interconnects, ORE Int., p.309-314, 1994.
- [DHA94b] V.D'Haeger, W.De Ceuninck, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals. Electromigration behaviour of on-chip interconnects : influence of stress parameters studies by early resistance changes, ESREF'94, Glasgow, p.361-365, 1994.
- [DHA96a] V.D'Haeger, W.De Ceuninck, G.Knuyt, L.De Schepper and L.M.Stals, Characterization of the early stages of electromigration in Al-based metal lines by means of a HRRMT based on an extremely stable ambient temperature, aanvaard voor publicatie, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., 1996.
- [DHA96b] V.D'Haeger, W.De Ceuninck, G.Knuyt, L.De Schepper and L.M.Stals, A new technique to characterize the early stages of electromigration-induced resistance changes at low current densities, aanvaaard voor publicatie ESREF'96, Bordeaux, 1996.
- [DHA96c] V.D'Haeger, W.De Ceuninck, L.De Schepper and L.M.Stals, Determination of EM-mechanisms at low current densities : separation of resistivity and geometrical variations, ingezonden voor publicatie in Appl. Phys. Lett., 1996.
- [SCO95] A.Scorzoni, I.De Munari, H.Stulens and V.D'Haeger, The influence of thermal-mechanical effects on resistance-changes during and after electromigration experiments, Mat.Res.Soc. Proc.Symp., Vol.391, p.513-519, 1995.
- [SCO96] A.Scorzoni, I.De Munari, H.Stulens and V.D'Haeger, Non-linear resistance behaviour in the early stages and after electromigration in Al-Si lines, aanvaard voor publicatie in J.Appl.Phys., 1996.

[VAN91]	B.Vanhecke,	L.De	Schepper,	W.De	Ceuninck,	V.D'Haeger,
	M.D'Olieslaeg gold-aluminur Bordeaux, 199	gher, E.E n interfi 91.	Beyne, J.Rogge aces and in	en and L. thin alı	M.Stals, Elect uminum track	romigration at ts, ESREF'91,
[VAN93]	B.Vanhecke,	L.De	Schepper,	W.De	Ceuninck,	V.D'Haeger,
	M.D'Olieslaeg	gher, E.E. of hetero	seyne, J.Rogg geneous syste	en and L. ems, Micr	M.Stals, Electroelectr. and I	Reliab., Vol.33

no.8, p.1141-1157, 1993.

[AAG87]	S.M.Aagesen, J.L.Stevenson, Component reliability assessment and assurance using a new step-stress test, ORF. Int., Vol.3, p.239-249, 1987.
[AGA70]	B.Agarwala, M.Attardo, A.Ingraham, Dependence of electromigration -induced failure time on length and width of aluminum thin-film conductors, J.Appl. Phys. Vol. 41, p. 3954-3960, 1970.
[AK194]	M.Akiya and M.Ishii, Mg content dependence of the electromigration resistance of fine-grained Al-Si alloys, J.Electrochem.Soc., Vol.141 no.10, p.2857-2859, 1994.
[AME70]	I.Ames, F.M.d'Heurle, R.E.Horstmann, Reduction of electromigration in aluminum films by copper doping, IBM J.Res.Devel., p.461-463, 1970.
[ARZ91]	E.Arzt and W.D.Nix, A model for the effect of line width and mechanical strength on electromigration failure of interconnects with 'near-bamboo' grain structures, Mat Res.Soc.Symp.Proc., Vol.6 no.4, p.731-736, 1991.
[ARZ94]	E.Arzt, O.Kraft, W.D.Nix and J.E.Sanchez, Electromigration failure by shape change of voids in bamboo lines, J.Appl.Phys., Vol.76 no.3, p.1563-1571, 1994.
[ASH76]	N.W.Ashcroft and N.D.Mermin, Solid State Physics, ed. D.G.Crane, 1976.
[ATA94]	E.M.Atakov, J.J.Clement, B.Miner, Two electromigation failure modes in polycrystalline aluminum interconnects, IEEE/IRPS, p.213-224, 1994.
[ATT71]	M.J.Attardo, R.Rutledge and R.C.Jack, Statistical metallurgical model for electromigration failure in Al thin-film conductors, J.Appl.Phys. Vol.42 no.11, p.4343-4349, 1971.
[BAC88]	B.Bacconnier, G.Lormano, M.Papapietro, M.Achard, AM.Papon, A study of heatine rate and texture influences on annealing hillocks by a statistical characterisation of aluminum thin-film topography, J.Appl.Phys., Vol.64 no.11, p.6483-6489, 1988.
[BAE94]	B.Baerg, R.Crandall and K.Wu, Wide line, low current electromigration in Al-Cu metallization with refractory underlayer, IEEE/IRPS, p.192-197, 1994.
[BAL90]	G.L.Baldini, A.Scorzoni, Electromigration and Matthiessen's rule : experiments on non-passivated Al1%Si films, Thin Solid Films, Vol. 191, p.31-36, 1990.
[BAL91]	G.L.Baldini, A.Scorzoni, Interaction between electromigration and mechanical stress-induced migration : new insights by a simple wafer-level resistometric technique, IEEE Trans. on Electron Devices, Vol.38 no.3, p.469-475, 1991.
[BAR95]	I.R.Barkshire and M.Prutton, Al ₂ Cu precipitate distribution in AlCu interconnects after electromigration stressing : a study by Auger microsocopy and ion beam levelling, J.Appl.Phys., Vol.77 no.3, p.1082, 1995.

[BAU91]	C.L.Bauer, Stress and current-induced degradation in thin-film
[BAX90]	W.J.Baxter, PC.Wang, Finite element prediction of high cycle fatigue
	life of aluminum alloys, Metall.Trans. A, Vol.21A, p.1151-1159, 1990.
[BER71]	L.Berenbaum and R.Rosenberg, Electromigration damage in Al-Cu thin films Proc. 9th Annu Reliab Phys Symp. p. 136-141, 1971
IRES071	P. Raysar M.C. Moddan and P.A. Flinn In-situ alactron microsconu
[00072]	observation of the dynamic behavior of electromigration voids in passivated aluminum lines, J.Appl.Phys., Vol.72 no.8, p.3792-3797, 1992.
[BLA69]	J.R.Black, Electromigration - A brief survey and some recent results, IEEE Trans.on Electron Devices, Vol. ED-16 no.4, p.338-347, 1969.
[BLE68]	I.A.Blech and E.S.Meieran, Electromigration in thin Al films, J.Appl.Phys. Vol.40 no.2, p.485-491, 1968.
[BLE75]	I.A.Blech and E.Kinsbron, Electromigration in thin gold films on molybdenum surfaces, Thin Solid Films, Vol. 25, p.327-334, 1975.
[BLE76a]	I.A.Blech, Electromigration in thin aluminum films on titanium nitride, J.Appl.Phys., Vol.47 no.4, p.1203-1208, 1976.
[BLE76b]	I.A.Blech and C.Herring, Stress generation by electromigration, Appl.Phys.Lett., Vol.29 no.3, p.131-133, 1976.
[BLE77]	1.A.Blech and K.L.Tai, Measurement of stress gradients generated by electromigration, Appl.Phys.Lett., Vol.30 no.8, p.387-389, 1977.
[BOB75]	A.Bobbio, O.Saracco, A modified reliability expression for the electromigration time-to-failure, Microel. and Reliab., Vol.14, p.431-433, 1975.
[BRI23]	P.W.Bridgeman, The effect of pressure on the electrical resistance of cobalt, aluminum, nickel, uranium and calsium, Proc. of the Am.Soc. of Arts and Sciences, Vol. 58 no.4, 1923.
[BØR93]	P.Børgesen, M.A.Korhonen, D.D.Brown, CY.Li, Mat.Res.Soc.Proc.Symp., Vol.309, p.187-199, 1993.
[CAS91]	E.Castano, J.Maiz, P.Flinn, In-situ observation of dc and ac electromigration in passivated Al-lines, Appl.Phys.Lett., Vol.59 no.1, p.129-131, 1991.
[ÇEL91]	Z.Çelik-Butler, W.Yang, H.Huang, W.R.Hunter, Characterisation of electromigration parameters in VLSI metallizations by 1/f noise measurements Solid State Electron, Vol 34 no 2, p. 185-188, 1991
[ÇEL92]	Z.Çelik-Butler, M.Ye, Prediction of electromigration failure in W/Al-Cu multilayered metallizations by 1/f noise measurements, Solid State Electron., Vol35 no.9, p.1209-1212, 1992.
[CHA71]	P.Chaudhari, Grain growth and stress relief in thin films, J. of Vac. Sc. and Techn., Vol.9 no.1, p.520-522, 1971.
[CHA89a]	C.Y.Chang, R.W.Vook, Y.C.Lee and I.Hoshi, Istohermal annealing of hillocks in Al-Cu films, Thin Solid Films, Vol. 181, p.57-63, 1989
[CHA89b]	C.Y. Chang and R.W. Vook, Thermally induced hillock formation in Al-Cu films, J.Mater.Res., Vol.4 no.5, 1989.

[CHA90a]	C.Y.Chang, V.D.Vankar, Y.C.Lee, R.W Vook, A.J.Patrinos and J.A.Schwarz, Electromigration studies using in situ TEM electrical
Sector Land	resistance measurements, Vacuum, Vol.41 no.4-6, p.1434-1436, 1990.
[CHA90b]	P.Chantikul, S.J.Bennison and B.R.Lawn, Role of grain size in the strenght and R-curve properties of alumina, J.Amer.Ceram.Soc., Vol.73,
COTTINUE	no.8, p.2419-2427, 1990.
[CHA91]	C. J. Chang and R.W. VOOK, In-situ observation of electromigration damage by surface or interface diffusion in Al and Al alloy films, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol. 225, p. 125-129, 1991.
[CHA93]	C.Y.Chang, R.W.Vook, Formation and growth of electromigration induced islands in aluminum and in aluminum alloy films, Thin Solid
Constant of	Films, Vol.223, p.23-30, 1993.
[CH192]	C. Chiang, G.Neubauer, A.Sauter Mack, K.Yoshioka, G.Cuan, P.A.Funn and D.B.Fraser, Hardness and modulus studies on dielectric thin films, Mat.Res.Svmp.Proc., Vol.265, p.219-230, 1992.
[CH090]	J.Cho and C.V.Thompson, Electromigration-induced failures in interconnects with bimodal grain size distributions, J. of Electr. Mater., Vol 19 no. 11, 1990
ICHR811	IW Christian Transformations in metals and allows Part I. Oxford
Termory	Peroamon Press 1981
[CIO93]	C.Ciofi, A.Diligenti, F.Giacomozzi, A.Nannini and B.Neri, Low frequency electromigration noise and film microstructure in Al/Si stripes : electrical measurements and TEM analysis, J. of Electr. Mater., Vol.22 no.11, 1992
[COL93]	E.G.Colgan, K.P.Rodbell and D.R.Vigiotti, Mat.Res.Symp. Proc., Vol 309 p 423, 1993
[COL94]	E.G.Colgan and K.P.Rodbell, The role of Cu distribution and Al_2Cu precipitation on the electromigration reliability of submicrometer $Al(Cu)$ lines 1 Appl Phys. Vol 75 no 7, 1994
ICON891	P D T O Connor Arrhenius and Electronics ORE Int. Vol 5, p.255, 1989.
1000631	B.C. Cook Nuclear Instruments and Methods. Vol. 24, p. 256, 1963.
[COT91]	JP.Cottu and JJ.Couderc, Thermal expansion stress in a metallic matrix composite : in situ TEM observations, J.Mat.Sci., Vol.26, 2005 2000 1001
10 11 1711	p.2983-2990, 1991.
[DAM/1]	and Breach, 1971.
[DEC90]	W.DeCeuninck, Studie van struktuurrelaxatie in enkele amorfe legeringen met behulp van elektrische weerstandsmetingen, proefschrift, Diepenbeek (B), 1990.
[DEC94]	W.De Ceuninck, V.D'Haeger, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals, Reliability study of on-chip interconnects : prediction of electromigration resistance on a short time scale, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.337, p.663-668, 1994.

[DEC95]	W.De Ceuninck, J.Manca, V.D'Haeger, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals, Design of a new test structure for the study of electromigration with agrily reistance change macromemon ESPEE'05 Classer 1005
[DEL85]	D.J.LaCombe and E.Parks, A study of resistance variations during electromigration, Proc. 23rd Annu, IEEE/IRPS, p.74-80, 1985.
[DEM93]	I.De Munari, G.L.Baldini, A.Scorzoni, F.Tamarri, M.Vanzi and F.Fantini, ASTM Standard Structures for electromigration applied to narrow Al/TiN/Ti lines : drawbacks and new proposal, ESREF93, Bordeaux, 1993.
[DEM94]	I. De Munari, A. Scorzoni, F.Tamarri and F.Fantini, Activation energy of the early stages of electromigration in All%Si/TiN/Ti bamboo lines, ESREF94, Glasgow, p.355-360, 1994.
[DES89]	L.De Schepper, L.M.Stals, L.Tielemans and J.Roggen, Accurate measurements and interpretation of resistance changes in off-chip interconnects due to ageing in an inert gas atmosphere, EUROMAT Aachen, 1989.
[DES90]	L.De Schepper, L.M.Stals and J.Roggen, A new approach to reliability of electronic material systems, ESA Electr.Comp.Conf. ESTEC, 1990.
[DHA93]	V.D'Haeger, H.Stulens, W.De Ceuninck, L.De Schepper, L.Tielemans, G.Gallopyn, P.DePauw and L.M.Stals, ESREF'93, Bordeaux, p.141-146, 1993.
[DHA94a]	V.D'Haeger, H.Stulens, W.De Ceuninck, L.De Schepper, L.Tielemans, G.Gallopyn, P.DePauw and L.M.Stals, The use of early resistance and early TCR changes to predict the reliability of on-chip interconnects, QRE Int., p.309-314, 1994.
[DHA94b]	V.D'Haeger, W.De Ceuninck, H.Stulens, L.De Schepper and L.M.Stals, Electromigration behaviour of on-chip interconnects : influence of stress parameters studies by early resistance changes, ESREF'94, Glasgow, p.361-365, 1994.
[DHA96a]	V.D'Haeger, W.De Ceuninck, G.Knuyt, L.De Schepper and L.M.Stals, Characterization of the early stages of electromigration in Al-based metal lines by means of a HRRMT based on an extremely stable ambient temperature, aanvaard voor publicatie, Mat.Res.Soc.Symp.Proc. 1996
[DHA96b]	V.D'Haeger, W.De Ceuninck, G.Knuyt, L.De Schepper and L.M.Stals, A new technique to characterize the early stages of electromigration-induced resistance changes at low current densities, aanvaaard voor publicatie ESREF'96, Bordeaux, 1996.
[DHE71]	F.M.D'Heurle, The effect of copper additions on electromigration in Al thin films, Metall.Trans., Vol.2, p.683-689, 1971.
[DIL91]	A.Diligenti, B.Neri, A.Nannini and S.Ciucci, Variations of temperature coefficient and noise in thin Al and Al/Si resistors subjected to high current density, J. of Electr. Mater., Vol.20 no.7, 1991.

[DIO91]	M.J.Dion, Extra-EM : Extraction of temperature and resistance for acceleration of electromigration at wafer-level, IEEE/IRPS, p.287-297, 1991.
[DOB77]	E.Dobierzewska-Mozrzymas and F.Warkusz, Thin Solid Films, Vol.43, p 267, 1977
[DOR50]	J.E.Dorn, P.Pietrokowsky and T.E.Tietz, The effect of allying elements on the plastic properties of aluminum alloys, Trans. AIME, Vol.188, p.933-943, 1950.
[DWY94]	V.M.Dwyer, FS.Wang and P.Donaldson, Electromigration failure in a finite conductor with a single blocking boundary, J.Appl.Phys., Vol.76 no. 11, p.7305-7310, 1994.
[ENG72]	A.T.English, K.L.Tai and P.A.Turner, Electromigration in conductor stripes under pulsed DC powering, Appl.Phys.Lett., Vol.21 no.8, p.397-378, 1972.
[FEL91]	J.Fellinger and F.Fischer, Comments on "Electromigration and Matthiessen's rule experiments on non-passivated Al-1%Si films", 1991.
[FIS77]	F.Fischer, J.Fellinger, Failure analysis of thin-film conductors stressed with a high current density by application of Matthiessen's rule, Proc. of the 15th Annu. IEEE/IRPS, p.250-256, 1977.
[FRE93]	D.R.Frear, J.R.Michael and A.D.Romig, Jr., The effect of Cu alloying on Al alloy thin films : microstructural mechanisms that enhance electromigration resistance, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.309, p.359-367, 1993.
[FR190]	B.Fritzsch and A.Zehe, Analysis of migration energy dependence on atomic number for diffusion in metals, Phys.Stat.Sol. B, Vol.162, p.K69, 1990.
[FRI93]	B.Fritzsch and A. Zehe, Void formation during electromigration in diluted allows, Cryst.Res.Technol., Vol. 28 no.5, p.44-48, 1993.
[FR092]	H.J.Frost, Deformation mechanisms in thin films, Mat.Res.Soc.Symp.Proc. Vol.265, p.3-14, 1992.
[FUN88]	K.Funk, M.A.Bosch and T.Muller, Restgas- und Temperaturabhangigkeit der kristallisation aufgedampfter aluminiumschichten, BALZERS Fachbericht p. 1-14 1988
[FUR90]	T.Furusawa, K.Hinode and Y.Homma, Pulsed Current electromigration mechanism – instantaneous temperature profile model, Ext.Abstr. of the 22nd Int. Conf. on Solid State Devices and Mater., p.255-258, 1990.
[GAN73]	A.Gangulee and F.M.d'Heurle, Anomalous large grains in alloyed aluminum thin films : II. electromigration and diffusion in thin films with very large grains. Thin Solid Films, Vol. 16, p. 227-236, 1973
[GAR85]	D.S.Gardner, T.L.Michalka, P.A.Flinn, T.W.Barbee Jr. K.C.Sarawat, J.D.Meindl, Proc. of the 2nd IEEE VLSI Multilevel Int. Conf., p.102, 1985.
[GEN91]	M.Genut, Z.Li, L.Bauer, S.Mahajan, P.F.Tang and A.G.Milnes, Characterization of the early stages of electromigration at grain

boundary triple junctions, Appl.Phys.Lett., Vol.58 no.21, p.2354-2356, 1991.

[GHA90] I.M.Ghauri, M.Z.Butt, Grain growth in copper and alpha-brasses, J.of Mater. Science, Vol.25, p.4782-4784, 1990.

- [GIB82] M.Gibbs and J.Evetts, Proc. 4th Int.Conf.on rapidly quenched metals, eds. T.Masumoto, K.Suzuki, Sendai Japan, p.479, 1982.
- [GIE93] A.Giese and Y.Estrin, Mechanical behaviour and microstructure of fatigued aluminum single crystals, Scr.Metall. et Mater., Vol.28, p.803-807, 1993.
- [GIV92] J.H.Givens, L.A.Miller, B.W.Porth, R.A.Serafin, P.A.Burke and S.E.Luce, Electromigration evaluation of aluminum alloys in multilevel metallization, Thin Solid Films, Vol. 220, p.14-18, 1992.
- [GLA95] A.Gladkikh, Y.Lereah, E.Glickman, M.Karpovski, A.Palevski and J.Schubert, Hillock formation during electromigration in Cu and Al thin films : three dimensional grain growth, Appl.Phys.Lett., Vol.66 no.10, p.1214-1215, 1995.
- [GRA94] C.D.Graas, H.A.Le, J.W.McPherson and R.H.Havemann, Electromigration reliability improvement of W-plug vias by titanium layering, IEEE/IRPS, p. 173-177, 1994.
- [HAL72] E.Hall, E.Philofsky and A.Gonzales, A scanning electron microscopy study of electromigration in an Al-2%Cu thin film, p.333-343, 1972.
- [HAM58] F.S.Ham, Theory of diffusion-limited precipitation, J.Phys.Chem.Solids, Vol.6, p.335-351, 1958.
- [HER74] C.Herzig and W.Wiemann, Experimental determination of the electrostatic driving force in the electromigration of Tin in Gold and Gold-Tin alloys, Phys. Stat. Sol. A, Vol. 26, p.459-467, 1974.
- [HIN92] K.Hinode, T.Furusawa and Y.Homma, Relaxation phenomenon during electromigration under pulsed current, IEEE/IRPS, p.205-210, 1992.
- [HON93] C.Hong, M.Togo and K.Hoh, Influence of grain boundary configuration in aluminum films on abrupt resistance changes during electromigration, Jpn. J.Appl.Phys., Vol.32, p.L247–L250, 1993.
- [HOW73] J.K.Howard, Electromigration-stimulated motion of a liquid alloy defect in aluminum thin films, J.Appl.Phys., Vol.44 no.5, p.1997-2001, 1973.
- [HOY91] J.J Hoyt, On the coarsening of precipitates located on grain boundaries and dislocations, Acta Metall. Mater., Vol.39 no.9, p.2091-2098, 1991.
- [HUM75] R.E.Hummel and H.J.Geier, Activation energy for electrotransport in thin silver and gold films, Thin Solid Films, Vol. 25, p.335-342, 1975.
- [HUM76] R.E.Hummel, R.T. Dehoff and H.J.Geier, Activation energy for electrotransport in thin aluminum films by resistance measurements, J.Phys.Chem.Solids, Vol.37, pp.73-80, 1976.
- [ITS93] I.F.Itskovitch and R.S.Sorbello, Electomigration-induced failure and reliability of metallizations in integrated circuits, J.Appl.Phys., Vol.74 no.2, p.983-987, 1993.
- [JON87] R.E.Jones and L.D.Smith, J.Appl. Phys., Vol. 61, p.4670, 1987.

[KEI84]	Keithley Instruments, Low level measurements, 1984.
[KIM92a]	C.Kim, J.W.Morris, The influence of Cu precipitation on electromigration
and the second	Jailure in Al-Cu-Si, J.Appl.Phys., Vol.72 no.5, p.1837, 1992.
[KIM92b]	C.Kim, J.W.Morris, The mechanism of E.M. failure of narrow Al-2Cu-1Si thin films interconnects, J.Appl. Phys., Vol. 73 no. 10, p.4885-4893, 1992.
[KIN80]	E.Kinsbron, A model for the width dependence of electromigration
mar to th	lifetimes in Al thin-film stripes, Appl. Phys. Lett., Vol. 50, p.908-970, 1980.
[KL194]	L.Klinger, E.Glickman, A.Kalsman and L.Levin, Time dependence of stress and hillock distributions during electromigration in thin metal film interconnections, Mater.Sci. and Engin., Vol.B23, p.15-18, 1994.
[KNO92]	D.B.Knorr and K.P.Rodbell, Effects of tecture, microstructure and alloy content on electromigration of aluminum-based metallization, SPIE Submicrometer Met., Vol. 1805, p.210-221, 1992.
[KOR93a]	M.A.Korhonen, P.Borgesen, D.D.Brown and CL.Li, The effect of thermally induced stresses on electromigration lifetime of near-bamboo interconnects, Mat.Res.Soc.Symp. Proc. Vol.309, p.121-127, 1993.
[KOR93b]	M.A.Korhonen, P.Borgesen, D.D.Brown and C.Li, Microstructure based statistical model of electromigration damage in confined line metallizations in the presence of thermally induced stresses, J.Appl.Phys., Vol.74 no.8, p.4995-5004, 1993.
[KOR93c]	M.A.Korhonen, P.Borgesen, Tu, C.Li, Stress evolution due to electromigration in confined metal lines, J.Appl.Phys., Vol.73 no.8, p.3790, 1993.
[KOU92]	Koubuchi, Ishida, Sahara, Tanigaki, Kato, Onuki and Suwa, Effects of Si on electromigration of Al-Cu-Si/TiN layered metallization, 1992.
[KRA93]	J.R.Kraayeveld, A.H.Verbruggen and S.Radelaar, Comparison between 1/f-noise, high resolution resistometric and life-time electromigration studies of A1 and A1(Si), Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.309, p.307-312, 1993.
[KWO87]	T.Kwok, T.Nguyen, P.Ho and S.Yip, Current dnesity and temperature distributions in multilevel interconnection with studs and vias, IEEE/IRPS, p.130-135, 1987.
[LEV93]	L.E.Levine, G.Reiss and D.A.Smith, In situ scanning-tunneling-microscopy studies of current driven mass transport in Ag. J. Appl. Phys. Vol. 74 no. 9, p. 5476-5481, 1993
[LLO79]	J.R.Lloyd and Nakahara, The effect of high DC stressing on pre-existing voids in thin gold films. Thin Solid Films, Vol. 64, p. 163-169, 1979.
[LLO87]	J.R.Lloyd, R.H.Koch, Study of electromigration-induced resistance and resistance decay in Al-film conductors, Proc. of the 25th Annu. IEEE/IRPS, p.161-168, 1987.
[LLO88]	J.R.Lloyd, M.Shatzkes and Challener, Kinetic study of electromigration failure in Cr/Al-Cu thin film conductors covered with polyimide and the problem of the stress dependent activation energy, IEEE/IRPS, p.216-225, 1988.
[LLO90]	J.R.Lloyd, Role of copper in electromigration lifetimes of aluminum conductors Appl Phys Lett Vol 57 no. 11, p.1167-1168, 1990
----------	---
[LLO91]	J.R.Lloyd and J.Kitchin, The electromigration failure distrubution : the fine line case, J.Appl. Phys., Vol.69 no.4, p.2117-2127, 1991.
[LLO92]	J.R.Lloyd, Quick tests for electromigration : useful but not without danger, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.265, p.177-187, 1992.
[LLO93]	J.R.Lloyd and J.Kitchin, The finite electromigration boundary value problem, Mat.Res.Soc.Symp.Proc., Vol.9 no.3, p.563-569, 1993.
[LLO95]	J.R.Lloyd and J.J.Clement, Electromigration in copper conductors, Thin Solid Films, Vol. 262, p. 135-141, 1995.
[MAI88]	J.A.Maiz, I.Segura, A resistance change methodology for the study of electromigration in Al-Si interconnects, Proc. of the 26th Annu. IEEE/IRPS, p.209-215, 1988.
[MAS91]	K.Masu, Y.Hiuram, K.Tsubouchim, T.Ohmi and N.Mikoshiba, In situ observation of electromigration in Cu film using scanning µ-reflexion high energy electron diffraction microscope, Jpn.J. of Appl.Phys., Vol.30 no. 12B, p.3642-3645, 1991.
[MAY69a]	A.F.Mayadas, R.T.C.Tsui, R.Rosenberg, Resistivity of RF sputter-thinned Al-films, Appl. Phys.Lett., Vol. 14, p.74, 1969.
[MAY69b]	A.F.Mayadas, M.Shatzkes and J.F.Janak, Electrical resistivity model for polycrystalline films L the case of specular reflection at external surfaces, Appl. Phys. Lett., Vol. 14, p. 345, 1969.
[MAY70]	A.F.Mayadas, M.Shatzkes, Electrical-resistivity model for polycrystalline films : the case of arbitrary reflection at external surfaces, Phys.Rev. B, Vol. 1, p.1382, 1990.
[ME189]	J.Meiggs, E.Kazama, K.Miyamoto and H.Matsumoto, The validity of a standard electromigration model at high stress conditions, p.115-119, 1989.
[MIL77]	Military specification MIL-M-38510 D, General Specifications for Microcircuits, US Dept. of Defense, August 1977.
[NAH88]	R.K.Nahar, N.M.Devashrayee and W.S.Khokle, Diffusivity of Al in Ti and the effect of Si doping for very large scale integrated circuit interconnect metallization J.Vac Sci Technol B. Vol 3, p.880-883, 1988
[NEL71]	W.Nelson, Analysis of accelerated life test data - Part I : The Arrhenius model and graphical methods, Trans. on Electr.Insulation, Vol.EI-6 no.4, p.165-181, 1971.
[NEM94]	T.Nemoto and T.Nogami, Segregation of Cu to grain boundaries by ageing treatment and its effect on EM resistance for AlCu/TiN lines, IEEE/IRPS, p. 207-212, 1994.
[NIE93]	J.Niehoff, H.C.DeGraaff and J.F.Verwey, Empirical modeling of electromigration early resistance changes, MRS Symp.Proc., Vol.309, p.295-300, 1993.
[NIE94]	J.Niehof, Electromigration early resistance change modeling, PhD-thesis, Univ.Twente, 1994.

Referentielijst

1

[NIT93]	T.Nitta, T.Ohmi, T.Hoshi, S.Sakai, K.Sakaibara, S.Imai and T.Shibata, Evaluating the large electromigration resistance of copper interconnects employing a newly developed accelerated life-test method,
[OAT94]	J.Electrochem.Soc., Vol. 140 no.4, p.1131-1993. A.S.Oates, Current density dependence of electromigration failure of
	no. 12, p. 1475, 1995.
[PAR91]	C.W.Park and R.W.Vook, Activation energy for electromigration in Cu films, Appl.Phys.Lett., Vol.59 no.2, p.175-177, 1991.
[PAS82]	R.W.Pasco and J.A.Schwarz, Temperature-ramp resistance analysis to characterize electromigration, Solid-state Electr., Vol.26 no.5, p.445-452, 1982.
[PAS83a]	R.W.Pasco and J.A.Schwarz, The application of a dynamic technique to the study of electromigration kinetics, Proc. of the 21th Annu. IEEE/IRPS, p.10-23, 1983.
[PAS83b]	R.W.Pasco and J.A.Schwarz, Temperature ramp resistance analysis to characterize electromigration, Solid State Electr., Vol.26 no.5, p.445-452, 1983.
[REY82]	F.H.Reynolds, Semiconductor component accelerated testing and data analysis, Proc. of the NATO, Advanced Study Institute, p.517-596, 1982.
[REY84]	A.Rey, P.Noel, P.Jeuch, Proc. of the 1st Int. IEEE VLSI Multilvel Int.Conf., p.139, 1984.
[ROO85]	B.J.Root and T.Turner, Proc. of the 23rd Int.Rel.Phys.Symp., p.100-107, 1985.
[ROS68]	R.Rosenberg and L. Berenbaum, Resistance monitoring and effects of nonadhesion during electromigration in aluminum films, Appl.Phys.Lett., Vol.12 no.5, pp.201-204, 1968.
[SAN94]	J.E.Sanchez, Jr. and V.Pham, Interpretation of resistance changes during interconnect reliability testing, MRS Symp.Proc., Vol.354, p.213-218,1995.
[SAT90]	K.Sato, C.Y.Chang, A.Patrinos, R.W.Vook and J.A.Schwarz, Combined resistance and temperature change measurement for the study of electromigration, Vacuum, vol.41 no.4-6, p.1229-1230, 1990.
[SAT91]	K.Sato, A.J.Patrinos, C.Y.Chang, R.W.Vook and J.A.Schwarz, Kinetic study of elctromigration in AI and AI alloy thin films by combined resistance and temperature change measurements, J.Elctrochem.Soc., Vol. 138 no.9, p.2774-2778, 1991.
[SCH81]	HU.Schreiber and B.Grabe, Electromigration measuring techniques for grain boundary diffusion activation energy in aluminum, Solid State Electronics, Vol. 24 no. 12, p. 1135-1146, 1981.
[SCH88]	A.P.Schwarzenberger, C.A.Ross, J.E.Evetts and A.L.Greer, Electromigration in the presence of a temperature gradient : experimental study and modelling, Microstructural science for thin film

metallizations in electronic applications, eds. J.Sanchez, D.A.Smith and N.Delanerolle, p.177-184, 1988.

- [SCO90] A.Scorzoni, G.C.Cardinali, G.L.Baldini and G.Soncini, A resistometric method to characterize electromigration at the wafer level, Microel.Reliab., Vol.30, p.123-132, 1990.
- [SCO91] A.Scorzoni, B.Neri, C.Caprile, F.Fantini, Electromigration in thin film interconnect lines : models, methods and results, Mat.Sci.Reports, Vol.7, p.143-220, 1991.
- [SCO95] A.Scorzoni, I.De Munari, H.Stulens and V.D'Haeger, The influence of thermal-mechanical effects on resistance-changes during and after electromigration experiments, Mat.Res.Soc. Proc.Symp., Vol.391, p.513-519, 1995.
- [SCO96] A.Scorzoni, I.De Munari, H.Stulens and V.D'Haeger, Non-linear resistance behaviour in the early stages and after electromigration in Al-Si lines, J.Appl.Phys., 1996, in press.
- [SCO96] A.Scorzoni, I.De Munari, H.Stulens and V.D'Haeger, Non-linear resistance behaviour in the early stages and after electromigration in Al-Si lines, J.Appl.Phys., 1996, in press.
- [SHA86] M.Shatzkes and J.R.Lloyd, A model for conductor failure considering diffusion concurrently with electromigration resulting in a current exponent of 2, J.Appl.Phys., Vol.59 no.11, p.3890-3893, 1986.
- [SHA93] M.Shatzkes and Y.Huang, Characteristic length and time in electromigration, J.Appl. Phys., Vol. 74 no. 11, 1993.
- [SHI71] M.C. Shine and F.M. d'Heurle, Activation energy for electromigration in aluminum films alloyed with copper, IBM J.Res.Develop., Vol.15, no.5, p.378-383, 1971.
- [SHI91] S.Shingubara, H.Kaneko, M.Saitoh, Electromigration-induced abrupt changes in electrical resistance associated with void dynamics in aluminum interconnects, J.Appl. Phys., Vol.69 no.1, p.207-212, 1991.
- [SIG73] R.A.Sigsbee, Electromigration and metallization lifetimes, J.Appl.Phys., Vol.44 no.6, p.2533-2540, 1973.
- [SMA92] Small and Smith, Selection of solutes for improving electromigration resistance of metals : a new insight, ApplPhys.Lett., Vol.60 no.26, p.3435, 1992.
- [SPE89] G.Specchiulli, C.Caprile and F.Fantini, On the validity of resistometric techniques in electromigration studies of narrow stripes, Thin Solid Films, Vol. 172, pp.L85-L89, 1989.
- [STU94] H.Stulens, Het bepalen van activatie-energiespectra voor structuurrelaxatie van thermisch niet-stabiele systemen, proefschrift, Diepenbeek (B), 1994.
- [THO88] C.V.Thompson, Observations of grain growth in thin films, Microstructural science for thin film metallizations in electronic applications, eds. J.Sanchez, D.A.Smith and N.Delanerolle, p.115-127, 1988.

Referentielijst

[THO93]	C.V.Thompson and H.Kahn, Effects of microstructure on interconnect and via reliability : multimodal failure statistics, J.Electron.Mat., Vol.22, no.6, p.581-587, 1993.
[TOW85]	P.H.Townsend, H.A.Vander Plas, Proc. of Mater. Res. Soc., Vol. 47, p.212, 1985.
[VAI80]	Vaidya, Sheng and Sinha, Linewidth dependence of electromigration in evaporated Al-0.5%Cu, 1980.
[VAN91]	B.Vanhecke, L.De Schepper, W.De Ceuninck, V.D'Haeger, M.D'Olieslaegher, E.Beyne, J.Roggen and L.M.Stals, Electromigration at gold-aluminum interfaces and in thin aluminum tracks, ESREF'91, Bordeaux, 1991.
[VAN93]	B.Vanhecke, L.De Schepper, W.De Ceuninck, V.D'Haeger, M.D'Olieslaegher, E.Beyne, J.Roggen and L.M.Stals, Electromigration : investigation of heterogeneous systems, Microelectr. and Reliab., Vol.33 no.8, p.1141-1157, 1993.
[VEN90]	R.Venkatraman, J.Bravman, W.D.Nix, P.W.Davies, P.A.Flinn and D.B.Fraser, Mechanical properties and microstructural charaterization of Al-0.5%Cu thin films, J.Electron.Mater., Vol.19 no.11, p.1231-1347, 1990.
[VRI88]	J.W.C. de Vries, Temperature and thickness dependence of the resistivity of thin polycrystalline aluminum, colbalt, nickel, palladium, silver and gold films, Thin Solid Films, Vol.167, p.24, 1988.
[WEI92]	E.A.Weiss, E.Kinsbron, M.M.Snyder, B.Vogel and N.Croitoru, Electromigration behaviour analysis of aluminum thin film conductors using maximum likelihood methods, Microel.Reliab., Vol.32 no.6, p.887-900, 1992.
[YAN89]	W.Yang, Z.Çelik-Butler, H.H.Hoang and W.R.Hunter, Detection of electromigration in VLSI metallization layers by low-frequency noise measurements, IEEE/IRPS, p.681-684, 1989.
[YAN91]	W.Yang and Z.Çelik-Butler, A model for electromigration and low-frequency noise in thin metal films, Solid-state Electr., Vol.34 no.8, p.911-916, 1991.





