

LIMBURGS UNIVERSITAIR CENTRUM



Instituut voor Materiaalonderzoek

ie.

Faculteit Wetenschappen

# Microstructurele studie van thermisch- en stroomgedreven processen in Al-gebaseerde on-chip interconnecties m.b.v. elektronenmicroscopie

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

# PATRICK COSEMANS

Promotor : Prof. dr. L. De Schepper Co-promotoren: dr. M. D'Olieslaeger dr. W. De Ceuninck



LIMBURGS UNIVERSITAIR CENTRUM



Instituut voor Materiaalonderzoek

Faculteit Wetenschappen

# Microstructurele studie van thermisch- en stroomgedreven processen in Al-gebaseerde on-chip interconnecties m.b.v. elektronenmicroscopie 981311



0 1 DEC. 1998

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

# PATRICK COSEMANS

Promotor : Prof. dr. L. De Schepper Co-promotoren: dr. M. D'Olieslaeger dr. W. De Ceuninck

> 57.086 COSE 1999

.luc.luc.luc.



# Dankwoord

Hoewel mijn naam in hoofdletters op de voorkant van dit proefschrift prijkt, was het onmogelijk om zonder hulp van een aantal mensen dit werk tot een goed einde te brengen.

In de eerste plaats dank ik Prof. dr. Luc De Schepper voor het aanvaarden van het promotorschap en de continue begeleiding gedurende de volledige duur van het doctoraat.

Omdat mijn onderzoekswerk uitgevoerd werd op de afdelingen Analyse én Elektronische Materialen werd mijn doen en laten kritisch gevolgd door twee co-promotoren; dr. Ward De Ceuninck wat betreft de elektrische testen en dr. Marc D'Olieslaeger wat betreft de analytische studies. Dank je wel aan beiden, met een extra woord van dank aan Marc voor de zware taak van het verbeteren van de eerste versie van dit proefschrift.

Prof. dr. Lambert Stals wens ik te bedanken omdat hij mij de gelegenheid heeft gegeven om aan het IMO dit proefschrift voor te bereiden en Prof. Dr. Gilbert Knuyt voor de vele opmerkingen en raadgevingen i.v.m. de diffusiemechanismen besproken in dit proefschrift.

Het IWT bedank ik voor het toekennen van een specialisatiebeurs waardoor ik financieel niets tekort kwam gedurende de duur van het doctoraat.

Ook dank ik Prof. dr. K. Maex, dr. Ir. Ann Witvrouw en dr. Joris Proost van IMEC voor het ter beschikking stellen van de teststructuren en de vele vruchtbare discussies omtrent het onderwerp van dit proefschrift.

Dr. A. Scorzoni and Dhr. Garulli van het LAMEL instituut in Bologna, Italië, wil ik bedanken voor hun hulp bij de ontwikkeling van de aangepaste TEM-verdunningstechniek.

Verder dank ik ook alle collega's voor de aangename werksfeer waarin ik mocht werken. In het bijzonder dank ik Jean-Claude Depoorter en Danny Polus voor de technische ondersteuning, dr. Jan D'Haen voor de enthousiaste begeleiding bij TEM en SEM-studies, Hilde Pellaers voor de hulp bij de monsterpreparatie en dr. Jo Vlekken en dr. Ting-Di Wu voor het uitvoeren van de SIMS-metingen.

981311

0 1 DEC. 1998

Ten slotte wil ik nog mijn (schoon)familie, vrienden en fitnesscollega's bedanken voor de voortdurende interesse en aanmoedigingen bij het verwezenlijken van dit proefschrift. Een bijzonder woord van dank gaat uit naar Heidi, voor alles...

Patrick Cosemans

# Inhoud

In	houd		5
1.	Inleidi	ng	9
	1.1 Elekt	tromigratie: een stand van zaken	11
	1.1.1	Inleiding	11
	1.1.2	Fysisch model	12
	1.1.3	Faling t.g.v. elektromigratie	15
	1.1.3.	1 Mechanische spanningen	16
	1.1.3.	2 Gradiënten	17
	1.1.4	Microstructurele veranderingen tegen elektromigratie	19
	1.1.4.	1 Defectrelaxatie	19
	1.1.4.	2 Productie van éénkristal films en banen	19
	1.1.4.	3 Verminderen van het aantal korrelgrenzen	20
	1.1.4.	4 Doperen van de aluminium metallisaties	22
	1.1.4.	5 Invloed van Ti/TiN laag	25
	1.1.4.	6 Textuur van metallisaties	26
	1.1.5	Multilaagstructuren	26
	1.1.6	Invloed van de bondvlakken	27
	1.1.7	Toekomstige metallisaties	28
	1.2 Elekt	romigratie meettechnieken	30
	1.3 Analy	ytische technieken	31
2	TEM-p	preparatietechniek	33
	2.1 Inleid	ding	33
	2.2 Conv	ventionele technieken	33
	2.3 De Trinodmethode		37
	2.5 DC 1	Tipouniethoue	
	2.4 De aangepaste Tripodtechniek		39
	2.5 Studie van de opwarming van de Ar-ionenbundel in het		45
	Ionenbund		
	2.6 Same	envatting	47
3	Studie	van thermisch geïnduceerde processen in Al-interconn	49
	3.1 Films	structuren	49
	3.1.1	Doel van het onderzoek	49
	3.1.2	Experiment	49

	313	Stu	idie van zuiver Al-metallisaties	51
	314	Stu	idie van Al-0 5wt %Cu metallisaties	54
	315	Stu	idie van Al-1wt %Si-0 5wt %Cu metallisaties	62
	316	Stu	idie van de invloed van temperatuurstappen op de verschillende	02
	metall	isatie	s	66
	3.1	61	AlCu metallisaties	66
	31	6.2	AlSiCn metallisaties	68
	3.1.7	Stu	idie van Si-precipitatie	70
	3.2 Nie	t oer	nassiveerde haanstructuren	73
	321	Doe	el van het onderzoek	73
	322	Evr	periment	73
	323	De	invloed van de temperatuurprocessen tijdens vernakking op de	15
	micros	truch	nivited van de temperatuurprocessen tijdens verpakking op de	75
	3.2	3.1	Al en AlSi baanstructuren (T. $ < 100^{\circ}C$ )	75
	324	Stu	die van AlSiCu baanstructuren met T200°C	77
	325	Stu	die van AlSiCu baanstructuren met $T_{depos} = 200$ C	07
	5.2.5	Stu	ule van Alsteu baanstructuren met T <sub>depos</sub> =400 C	04
	3.3 Mu	Itilaa	agstructuren	87
	3.3.1	Doe	el van het onderzoek	87
	3.3.2	Exp	periment	88
	3.3.3	Inv	loed van thermische processen op de microstructuur	91
	3.4 Stu	die v	van de bondvlakken	93
	3.4.1	Doe	el van het onderzoek	93
	3.4.2	Exp	periment	94
	3.4.3	Res	sultaten	96
	3.4.	3.1	REM en TEM studie van de bondvlakken	96
	3.4.	3.2	Studie van het diffusiemechanisme en bepaling van de activatie-	
	ener	rgie.	104	
	3.4.	3.3	Model voor de Cu-diffusie in de verarmingszone	08
	3.4.4	San	nenvatting1	12
4	Studi	e vai	n stroomgedreven processen in Al- interconnecties 1	13
	4.1 Nie	t gep	passiveerde baanstructuren1	13
	4.1.1	Doe	el van het onderzoek	13
	4.1.2	Exp	perimenteel	14
	4.1.3	Bep	paling van de Joule-opwarming	14
	4.1.4	Stu	die van AlSiCu metallisaties gedeponeerd op T <sub>dep</sub> =400°C1	21
	4.1.5	Stu	die van AlSiCu metallisaties gedeponeerd op T <sub>dep</sub> =200°C	34
	4.1.6	San	nenvatting1	42
	4.2 Mu	ltilaa	agstructuren1	45
	4.2.1	Doe	el van het onderzoek	45
	4.2.2	Exn	periment	45
	4.2.3	Res	sultaten	46

v	eranderingen	
4	.2.3.1.2 Resultaten en bespreking	16;
4.3 Stu	die van de bondvlakken	
4.3.1	Doel van het onderzoek	
4.3.2	Experiment en resultaten	
4.3.3	Bespreking	
5 Conc	lusies	
Bijlage A:	De HRWM techniek	
Bijlage B:	Analytische technieken	
Bijlage C:	Preparatietechnieken	
Publicatie	25	
Deferenti	28	190

# 1. Inleiding

Vanaf het ontstaan van de geïntegreerde schakelingen (IC's) wordt getracht om een groter aantal functies op steeds minder oppervlakte te combineren. Dit heeft tot gevolg dat niet alleen de componenten steeds kleiner worden maar ook de banen die de verschillende componenten verbinden om tot welbepaalde functies te komen. Deze interconnecties bestaan hoofdzakelijk uit Al vanwege de lage elektrische weerstand, de vlotte toepasbaarheid en de compatibiliteit met Si gebaseerde halfgeleidermaterialen (substraat).

Door de banen te versmallen, kwam plaats vrij voor nieuwe componenten. Op een gegeven moment werd het maximum van het aantal componenten op een chip bereikt omdat de interconnecties meer dan de helft van de beschikbare oppervlakte innamen om de verbinding tussen de verschillende componenten te verzorgen. De banen werden dus niet enkel smaller maar ook langer hetgeen de betrouwbaarheid deed dalen.

Er waren echter nog andere problemen waarmee de interconnecties te kampen hadden. Een probleem waar onmiddellijk na de introductie van de IC (begin jaren 60) melding van werd gemaakt is elektromigratie.

Elektromigratie is een fysisch verouderingsproces dat plaatsvindt in de interconnecties onder invloed van een aangelegde stroom doorheen de banen. Er ontstaat een atomaire flux van metallisatieatomen waardoor in de baan aan fluxdivergente punten gaten en/of scheuren ontstaan. Dit kan leiden tot faling van de baan.

Elektromigratie wordt tot op heden nog steeds beschouwd als het grootste probleem in het maken van betrouwbare interconnecties tussen de verschillende componenten en/of functies op een chip. Ondanks het vele onderzoek dat in de loop der jaren uitgevoerd werd naar dit mechanisme is men er nog steeds niet in geslaagd een eenduidige verklaring te geven over de werking van het mechanisme. Het is dus ook niet mogelijk om vooraf te voorspellen waar en wanneer elektromigratie zal leiden tot faling van de baan. Door het steeds verkleinen van de afmetingen van de chip en dus ook de banen zal de stroomdichtheid doorheen de baan toenemen waardoor het elektromigratieproces versneld wordt. Het is dus van het grootste belang dat de werking van het mechanisme gekend is.

Parallel met het zoeken naar een verklaring wordt er voortdurend gezocht naar materialen of technieken om elektromigratie te minimaliseren of te elimineren. Grote vooruitgang werd geboekt, toen experimenteel werd aangetoond dat elektromigratie aanzienlijk vertraagd kan worden door het toevoegen van additieelementen aan de metallisatie. Sindsdien is er geëxperimenteerd met verschillende legeringen. Hoe en waarom deze additie-elementen elektromigratie vertragen is ook nog steeds niet volledig verklaard.

Andere technieken waarvan experimenteel vastgesteld werd dat ze de weerstand tegen elektromigratie verhogen zijn onder andere de vermindering van het aantal korrelgrenzen en defecten in de structuur, het aanbrengen van een passivatielaag en het gebruik van intermediaire Ti(/TiN) lagen.

Door het verfijnen van de lithografietechnieken werd het mogelijk om IC's met een multilaagstructuur te vervaardigen. In deze structuren worden de componenten en de interconnecties op verschillende niveaus boven elkaar geplaatst. Het voordeel is een aanzienlijke plaatswinst, aangezien de afstand tussen de componenten verkleind wordt en dus ook de interconnecties korter worden. Voor deze toepassingen wordt gebruik gemaakt van verticale interconnecties, meestal bestaande uit wolfraam.

De meest recente ontwikkelingen in het compacter maken van de IC's, maakt gebruik van baanstructuren ingebed in het Si-substraat.

Bij multilaagstructuren wordt er gebruik gemaakt van interconnecties met verschillende samenstelling. Hierdoor zal het falingsmechanisme verschillen van de gewone interconnecties. De verticale wolfraam interconnecties laten geen migratie van metallisatieatomen toe. Aan de uiteinden van deze interconnecties zal ofwel een ophoping ofwel een holte ontstaan afhankelijk van de stroomrichting.

Ondanks de schade die elektromigratie kan veroorzaken, is het in operationele omstandigheden een traag proces. Om elektromigratie te bestuderen, zal het proces versneld moeten worden. De voornaamste experimentele techniek om het elektromigratiemechanisme te bestuderen, zijn versnelde elektrische weerstandsmetingen. Door de baanstructuren op een hoge temperatuur en bij hoge stroomdichtheden te testen is het mogelijk om elektromigratie te bestuderen. Door de temperatuur te variëren en/of de stroomdichtheid in de baan te veranderen, wordt getracht een aantal processen te verklaren.

In dit proefschrift wordt een stap verder gegaan door de teststructuren na de elektrische metingen te bestuderen met de analytische technieken zoals analytische transmissie-elektronenmicroscopie (ATEM) en rasterelektronenmicroscopie (REM). Op verschillende kritieke tijdstippen tijdens het elektromigratieproces wordt de test onderbroken zodat een link kan gelegd worden tussen de elektrische metingen en de overeenkomstige microstructuur. Op deze manier wordt getracht een beter inzicht te verkrijgen in de mechanismen die aan de basis liggen van het elektromigratieproces. De structuren die onderzocht worden zijn alle Al metallisaties met al dan niet kleine addities van Si en/of Cu. Hoofdzakelijk zal dan ook aandacht besteed worden op welke manier de additie-elementen bijdragen tot een betere weerstand tegen elektromigratie in de baanstructuren.

In het vervolg van dit hoofdstuk wordt een overzicht gegeven van de huidige stand van zaken in de studie van het hoe en waarom van elektromigratie. Wanneer neemt elektromigratie een aanvang? Wat zet het proces op gang? Welke rol hebben de additie-elementen en waarom? Wat is de bijdrage van de intermediaire lagen?

Vervolgens worden een aantal technieken voorgesteld waarmee het elektromigratieproces bestudeerd wordt.

In Hoofdstuk 2 wordt naast een overzicht van de bestaande preparatietechnieken, een verbeterde preparatietechniek voor ATEM voorgesteld. Met deze techniek wordt het mogelijk grote oppervlakken te verdunnen wat leidt tot een overzichtelijker beeld van de metallisaties en de baanstructuren.

Hoofdstuk 3 geeft een overzicht van de invloed van thermische processen op de microstructuur van de metallisaties en baantjes. Door het uitvoeren van temperatuurstappen wordt het aantal defecten in de microstructuur verminderd en ontstaan er nieuwe fasen van de additie-elementen waardoor de structuur een hogere weerstand heeft tegen elektromigratie.

In Hoofdstuk 4 wordt de invloed van een stroombelasting in verschillende baantypes bestudeerd.

Hoofdstuk 5 geeft een overzicht van wat bereikt is en wat er in de toekomst kan gedaan worden om het elektromigratieprobleem verder te ontrafelen.

#### 1.1 Elektromigratie: een stand van zaken.

# 1.1.1 Inleiding

Uit de definitie die in de inleiding werd gegeven volgt dat elektromigratie beschouwd kan worden als een diffusieproces. Diffusie van metaalatomen naar naburige vacatures kan enkel plaatsvinden als de atomen thermisch geactiveerd zijn en indien er een naburige vacature aanwezig is. Zonder een naburige vacature zal het thermisch geaktiveerde atoom steeds terugvallen naar de oorspronkelijke positie. De waarschijnlijkheid dat op een bepaalde atoomplaats een vacature

aanwezig is, is evenredig met  $\exp\left(\frac{-E_{\nu}^{f}}{kT}\right)$ , met  $E_{\nu}^{f}$  de vormingsenergie voor een vacature. De waarschijnlijkheid dat een naburig atoom thermische geaktiveerd wordt, is evenredig met  $\exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right)$ . De waarschijnlijkheid dat er diffusie optreedt, wordt dan gegeven door het produkt van de twee waarschijnlijkheden;  $\exp\left(\frac{-\left(E_{v}^{f}+E_{a}\right)}{kT}\right)$ , waar  $E_{v}^{f}+E_{a}=Q$  de activatieënergie voor diffusie genoemd

wordt [Malone97].

Wanneer er geen invloed van buitenaf aanwezig is in het metaal zal er geen macroscopische verandering zijn. Door het aanleggen van een stroom zullen de conductie-elektronen een extra energie geven aan de thermisch geactiveerde metaalatomen, waardoor de richting van diffusie parallel zal zijn aan de richting van de elektronenwind. Experimenteel werd deze theorie bevestigd door in-situ TEM observaties van de diffusiestroom [Blech 67]

#### Fysisch model 1.1.2

De invloed van een elektrisch veld op een metaal bestaat uit twee componenten; enerzijds de invloed van het elektrisch veld op de metaalionen samen en anderzijds de invloed op de conductie-elektronen. De resulterende kracht F kan als volgt geschreven worden:

$$F = n_i e Z_i E - n_e e E \tag{1.1}$$

 $n_i$  is de ionendichtheid in het rooster e is de eenheid van elektrische lading  $Z_i$  is de valentie van het ion E is de grootte van het elektrisch veld  $n_e$  is de vrije elektronendichtheid

De vrije elektronen ondervinden een kracht door de botsingen met de roosterionen. In de evenwichtstoestand is deze kracht gelijk aan de kracht die de conductieelektronen ondervinden van het aangelegde elektrisch veld.

$$n_e e E = \sum_{k=1}^{n_i} \delta_k \cdot E = n_i \delta \cdot E \tag{1.2}$$

 $\delta$  is de wrijvingscoëfficient.

Omdat elektromigratie enkel geassocieerd is met de ionen in geactiveerde toestand, kan de kracht ten gevolge van het elektrisch veld en de elektronenwind op elk van deze ionen geschreven worden als:

$$F_i = eZ_i E - \delta_d E = eEZ^* \tag{1.3}$$

$$Z^* = \left(Z_i - \frac{\delta_d}{e}\right) \tag{1.4}$$

 $Z^*$  wordt de effectieve valentie genoemd. Uit vergelijking (1.4) volgt dat  $Z^*$  zowel de invloed van het elektrisch veld (eerste term) als die van de elektronenwind (tweede term) omvat. Uit de experimenteel bepaalde ionensnelheid en met een theoretische benadering van  $\delta_d$  kan  $Z^*$  bepaald worden. Indien  $Z^*>0$  zal de invloed van het elektrisch veld overheersen en zullen de ionen naar de kathode migreren. Indien  $Z^*<0$  zullen de ionen onder invloed van de elektronenwind naar de anode migreren. Voor de meeste geleiders is  $Z^*$  negatief. Voor Al metallisaties is  $Z^*=-10$ . In dit geval kan de invloed van het elektrisch veld verwaarloosd worden.

De ionensnelheid kan geschreven worden als

$$v_i = \frac{D_i}{kT} F_i \tag{1.5}$$

 $D_i$  is de diffusiecoëfficient k is de Boltzmannconstante T de temperatuur

Met  $N_i$  als de hoeveelheid ionen per eenheid van volume, volgt voor de ionenflux  $J_i$ :

$$J_{i} = \frac{N_{i}e\rho jZ^{*}}{kT} D_{0} \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right)$$
(1.6)

 $\rho$  is de elektrische resistiviteit van de geleider *j* is de stroomdichtheid

 $D_0$  is de diffusieconstante.

of vereenvoudigd

$$J = A \cdot j \cdot \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \tag{1.7}$$

#### A is een constante.

De vergelijking toont dat er een lineair verband bestaat tussen de ionenflux en de stroomdichtheid in de metallisatie en aangezien de activatie-energie in de exponent staat, heeft ook deze een grote invloed op de ionenflux. In een polykristallijne structuur zal de activatie-energie verschillen al naargelang het diffusiemechanisme. De belangrijkste processen zijn korrelgrensdiffusie, oppervlaktediffusie en bulkdiffusie.

- ✓ Oppervlaktediffusie is theoretisch gezien het snelste diffusiepad. In werkelijkheid zal de oppervlaktediffusie geblokkeerd worden door een dunne oxidelaag aan het oppervlak van de metallisatie. Oppervlaktediffusie wordt pas belangrijk als er gaten aan de randen van de baanstructuren gevormd worden [Vook92].
- ✓ Korrelgrensdiffusie is ook een snel diffusiepad. De randatomen van de verschillende korrels vormen slechts zwakke roosterbindingen. Door de verschillende oriëntatie van de naburige korrels is er een grote concentratie van defecten aanwezig in de korrelgrens die diffusie kunnen versnellen (zie Figuur 1.1a). Dit diffusieproces heeft de grootste invloed op de migratie van metaalionen.
- Bulkdiffusie is, door de sterke roosterbindingen van de atomen, een traag diffusieproces. In polykristallijne structuren zal dit diffusiemechanisme slechts een beperkte bijdrage leveren aan de migratie.

Schreiber en zijn medewerkers [*Schreiber81*] berekenden de theoretische activatieenergieën voor de verschillende diffusiepaden uitgaande van de experimenteel bepaalde activatie-energie voor bulkdiffusie. In Tabel 1.1 worden de verschillende activatie-energieën voor de verschillende diffusiepaden weergegeven. Ten gevolge van oxidatie aan het oppervlak is de activatie-energie voor oppervlaktediffusie in realiteit hoger dan hier weergegeven. De activatie-energie voor de overgang van korrelgrensdiffusie naar bulkdiffusie bevindt zich logischerwijs tussen de twee afzonderlijke diffusieprocessen.

Diffusieproces	Activatieënergie (eV)
Bulk	1.4
Korrelgrens naar bulk	0.62
Korrelgrens	0.4-0.5
Oppervlakte	0.28

Tabel 1.1: Activatie-energieën voor verschillende diffusieprocessen in Al [Schreiber81]

### 1.1.3 Faling t.g.v. elektromigratie

Experimenteel onderzoek toont aan dat faling hoofdzakelijk het gevolg is van de groei en het coaguleren van gaten in de baan. Het ontstaan en de groei van deze gaten gebeurt in de korrelgrenzen voornamelijk onder invloed van korrelgrensdiffusie [*Blech69*] [*d'Heurle70*]. Het falingsproces kan opgedeeld worden in drie verschillende fazen: de *incubatiefaze*, de *lineaire faze* en de *catastrofale faze*.

- Tijdens de incubatiefaze is er geen irreversibele weerstandsverandering in de baan. Onderzoek toont aan dat tijdens de incubatiefaze geen blijvende schade wordt aangebracht in de baan. Wanneer tijdens de incubatiefaze het elektromigratieproces onderbroken wordt, zal, wanneer de nodige relaxatietijd in acht wordt genomen, de incubatiefaze oneindig lang duren. Er zal geen elektromigratie optreden in de baan [D'Haeger96].
- In de lineaire faze wordt de kritische vacaturedichtheid overschreden en onstaan er gaten in de baan, hoofdzakelijk t.g.v. korrelgrensdiffusie.
- In de catastrofale faze worden bestaande gaten groter aan een steeds sneller tempo. Onderzoek toont aan dat oppervlaktediffusie het belangrijkste mechanisme wordt [Vook92].

#### 1.1.3.1 Mechanische spanningen

Gaten die zeer vroeg tijdens elektromigratie ontstaan, stoppen echter meestal met groeien en zorgen niet voor de uiteindelijke faling van de baan [Shih93] [Shih96]. Deze gaten worden waarschijnlijk veroorzaakt door mechanische spanningen die reeds aanwezig waren in de metallisatie voor elektromigratie werd gestart. Spanningen ontstaan hoofdzakelijk door de verschillende thermische uitzettingscoëfficienten van de verschillende lagen (substraat, metallisatie, passivatie, barrièrelagen) waaruit een metallisatie opgebouwd is. Er zijn twee soorten spanningen die in een metallisatie kunnen voorkomen: trekspanningen en drukspanningen.

#### ✓ trekspanningen

Al heeft een grotere uitzettingscoëfficient dan het Si-substraat. Wanneer Al wordt gedeponeerd op een temperatuur  $T_0$  zal de metallisatie in een spanningsvrije toestand zijn. Wordt de metallisatie vervolgens op een temperatuur  $T_1 < T_0$  gebracht, dan zal de Al-metallisatie meer krimpen dan het substraat. De metallisatie is echter vastgehecht aan het substraat waardoor er trekspanningen in de metallisatie ontstaan. Relaxatie van deze spanningen kan resulteren in de vorming van gaten in de metallisatie of het verminderen van reeds aanwezige ophopingen.

#### ✓ drukspanningen

Wordt de metallisatie op een temperatuur  $T_2>T_0$  gebracht, dan zal de Al metallisatie meer uitzetten dan het onderliggende substraat. Er ontstaat een drukspanning in de metallisatie. Relaxatie van deze spanningen resulteert in het ontstaan van ophopingen of het opvullen van bestaande gaten.

De spanningen kunnen echter ook leiden tot een herstel van de schade in de baan. Een voorbeeld hiervan is de gepassiveerde baan. De passivatielaag doet spanningen in de baan ontstaan tijdens het elektromigratieproces. Deze spanningen relaxeren door een terugflux van metaalatomen waardoor eerder ontstane gaten terug opgevuld kunnen worden. Voorwaarde is echter dat de omvang van de schade beperkt is en dat de passivatielaag niet breekt onder te grote spanningen. Op het moment dat de passivatie breekt, zal de terugflux van materiaal wegvallen en zal de baan snel falen. Deze eigenschap van de passivatielaag draagt bij tot een verhoogde weerstand tegen elektromigratie wat ook tot uiting komt in de verhoogde levenduur van gepassiveerde metaalbanen t.o.v. niet gepassiveerde banen.

# 1.1.3.2 Gradiënten

De ionenflux is niet rechtstreeks de oorzaak van elektromigratie. Indien de flux in de volledige metallisatie uniform is (en er een oneindige bron en put beschouwd wordt), zal de metallisatie geen macroscopische veranderingen ondergaan. Faling van de metallisatie zal enkel voorkomen indien er fluxdivergente punten aanwezig zijn zoals thermische of microstructurele gradiënten [*Vaidya80*].

#### ✓ Thermische gradiënten

Door het aanleggen van een stroom in de interconnecties zal het Jouleeffect de temperatuur van de baan verhogen. Een thermische gradiënt zal dan ook voornamelijk in de buurt van een warmteafvoer te vinden zijn, bvb. aan de uiteinden van de interconnectie. In de baan zelf ontstaan grote thermische gradiënten pas als er schade (gaten) ten gevolge van andere gradiënten aanwezig is. Rond de gaten zal de stroomdichtheid vergroten door de kleinere doorsnede. Dit resulteert in een bijkomende Jouleopwarming. Door deze opwarming wordt de verdere groei van het gat gestimuleerd. Dit gaat continu verder tot het gat groot genoeg is om faling van de interconnectie te veroorzaken [*Sigsbee73*].

#### ✓ Microstructurele gradiënten

Dit soort gradiënten verwijst voornamelijk naar de korrelgroottedistributie die een invloed heeft op het aantal diffusiepaden over de doorsnede van de baan, misoriëntatie van de atoomstructuur tussen twee korrels aan de korrelgrens en de verschillende korrelgrenshoeken met de richting van de elektronenstroom. In Figuur 1.1 worden deze gradiënten voorgesteld. Al deze variaties veroorzaken een niet-uniforme ionenflux doorheen de baan. Wanneer J>0 zullen er op die plaats in de baan gaten ontstaan. Een veel voorkomende plaats waar gaten gevormd worden, is het tripelpunt waar 3 korrelgrenzen bij elkaar komen. Wanneer J<0 zal er een ophoping van materiaal voorkomen. Een voorbeeld van dergelijke situatie is als een korrelgrens zich over de volledige breedte van de baan uitstrekt. Diffusie is enkel mogelijk door een overgang van korrelgrensdiffusie naar bulkdiffusie. Door het verschil in diffusiesnelheid zal de inkomende materiaalstroom groter zijn dan de uitgaande hetgeen resulteert in een ophoping.



Figuur 1.1: Fluxdivergenties veroorzaakt door microstructurele gradiënten. a) hoek in de kristaloriëntatie van twee rakende korrels. b) inclinatie van korrelgrenzen met de richting van de elektronenstroom c) bimodale korrelgrootteverdeling.

De microstructurele gradiënten worden beschouwd als de belangrijkste fluxdivergente punten die vervolgens thermische gradiënten in de interconnectie doen ontstaan (Figuur 1.2). Om de weerstand tegen elektromigratie te verhogen, wordt daarom voornamelijk onderzoek verricht naar de invloed van microstructurele veranderingen in de interconnecties. In de volgende paragraaf wordt een overzicht gegeven van microstructurele ingrepen die de weerstand tegen elektromigratie kunnen verhogen.



Figuur 1.2: REM opname van een interconnectie met gatenvorming aan de kathodezijde en ophopingen aan de anodezijde.De elektronenstroom beweegt van rechts naar links.

### 1.1.4 Microstructurele veranderingen tegen elektromigratie

## 1.1.4.1 Defectrelaxatie

Na depositie van de Al-metallisatie zal, ten gevolge van de verschillende kristalstructuur van het substraat en de metallisatie, een groot aantal structurele defecten aan de substraatzijde van de metallisatie voorkomen. Door de metallisatie vóór de elektromigratietest op een hoge temperatuur uit te gloeien, zal een groot deel van de defecten relaxeren. Dit resulteert in een daling van de weerstand en een verhoogde weerstand tegen elektromigratie.

# 1.1.4.2 Productie van éénkristal films en banen

Uit Tabel 1.1 blijkt dat er een groot verschil is tussen de activatie-energie voor rooster- (1.4eV) en korrelgrensdiffusie (0.4-0.5eV) in Al-metallisaties. Een

voor de hand liggende oplossing om het diffusieproces te vertragen, is het verminderen van het aantal korrelgrenzen in de interconnectie.

Al éénkristallen worden beschouwd als de ideale structuur bestendig tegen elektromigratie. D'Heurle toonde aan dat hoge stroombelasting gedurende meer dan 10000 uur geen elektromigratieschade teweeg bracht in de éénkristalbaan [d'Heurle70].

Er wordt nog steeds onderzoek uitgevoerd naar een depositieproces dat betrouwbare éénkristalbanen levert [*Niwa92*].

#### 1.1.4.3 Verminderen van het aantal korrelgrenzen

Zolang er geen betrouwbare Al-éénkristallen zijn, wordt getracht om het aantal korrelgrenzen te verminderen door *korrelgroei* te stimuleren (temperatuurgestuurd) of door de *baanbreedte* te verkleinen.



Figuur 1.3:MTF-grafiek met de falingstijden voor verschillende korrelstructuren [Cho90].

#### Korrelgroei

Na depositie worden de metallisaties onderworpen aan een hoge temperatuurbehandeling. Niet alleen treedt er dan korrelgroei op, ook het aantal defecten, geïntroduceerd gedurende de depositie, wordt aanzienlijk verminderd. In Figuur 1.3 wordt een overzicht getoond van interconnecties met verschillende korrelstructuren.

Het blijkt dat een niet-uniforme verdeling (bimodale korrelstructuur) de slechtste resultaten geeft. Dit omwille van de grote fluxdivergentie aan de korrelgrens van de extreem grote Al-korrel. Voor de baan die een uitgloeibehandeling kreeg, wordt een hogere levensduur gevonden dan voor de niet behandelde baan [*Cho90*].

Black berekende een activatie-energie van 0.48eV voor Al-banen met een kleine korrelstructuur  $(1.2 \ \mu m)$  en een activatie-energie van 0.84 eV voor een Albaan met grote korrels [*Black69*]. De verhoging van de levensduur is ongeveer lineair met de groei van de korrels. Deze verbetering is echter gelimiteerd door de maximale korrelgrootte die bereikt kan worden. Een bepalende factor voor dit maximum is de dikte van de baan [*Kwok87*].

Door het aanpassen van de uitgloeitechnieken kan de levensduur verder verbeterd worden. Onderzoek toont aan dat een snelle thermische uitgloei (*Rapid Thermal Anneal*) een betere korrelgroei veroorzaakt door het feit dat er een grote spanning in de metallisatie opgebouwd wordt. Hierdoor worden meer dislocaties gevormd die de korrelgrensmobiliteit verhogen [*Sanchez92b*].

#### Baanbreedte

Een tweede mogelijkheid om het aantal korrelgrenzen en tripelpunten in een interconnectie te verminderen, is de baanbreedte te variëren. De levensduur stijgt nagenoeg lineair met het breder worden van de banen bij eenzelfde temperatuur en stroomdichtheid [*Agarwala70*]. Het duurt steeds langer om een gat in de baan te krijgen die de volledige breedte overspant. Miniaturisatie eist echter de versmalling van banen om plaatswinst. Experimenteel onderzoek toonde aan dat de levenduur van de banen afnam zolang de verhouding B/KG>1 (breedte/korrelgrootte) bleef. Door de grote verscheidenheid in korrelgroottes en het nog steeds aanwezig zijn van tripelpunten ontstaan er veel gradienten wat de levensduur van de baan negatief beïnvloed. De levensduur nam echter toe wanneer B/KG<1. Voor banen met een breedte die ongeveer de helft is van de gemiddelde Al korrelgrootte stijgt de levenduur sterk. De banen hebben een bijna-bamboo structuur waardoor korrelgrensdiffusie geneutraliseerd wordt [*Vaidya80*] [*Arzt91*] [*Yeo97*].

Door enkel een uitgloeistap uit te voeren, is het onmogelijk om alle tripelpunten uit een baan te verwijderen. Er zullen steeds lange polykristallijne delen aanwezig blijven in de baan. Door de metallisatie eerst uit te gloeien en pas dan smalle baantjes te etsen, is het mogelijk om een (bijna-)bamboostructuur te krijgen. Dit betekent dat er (bijna) geen tripelpunten meer voorkomen in de baan. De baan bestaat (bijna) volledig uit een enkelvoudige rij van Al-korrels. Er bestaat geen continu korrelgrensdiffusiepad waardoor de diffusie van Al sterk gereduceerd wordt. In Figuur 1.3d wordt de hogere levenduur vergeleken met de andere korrelstructuren.

Door de overgang van korrelgrensdiffusie in polykristallijne banen naar een combinatie van korrelgrens- en roosterdiffusie in (bijna-)bamboo banen zal de faling op een andere manier plaatsvinden. Zoals eerder vermeld, worden de gaten in brede interconnecties voornamelijk in de korrelgrenzen gevormd.

In bijna-bamboo interconnecties komen voornamelijk intragranulaire gleufvormige gaten voor [Sanchez92]. Volgens verschillende studies worden, ten gevolge van een ophoping van vacatures, gaten gevormd in de eerste bambookorrel stroomopwaarts aan het begin van een polykristallijn deel van de baan [Kim93] [Rose92]. Hoe langer het polykristallijne stuk hoe sneller de faling van de baan zal optreden.

Blech toonde aan dat er een kritische baanlengte (of stroomdichtheid) voor elektromigratie bestaat [*Blech76*]. Wanneer de Blechlengte  $l_B$  niet overschreden wordt zal er geen elektromigratie optreden. Bijvoorbeeld, voor Al op 200°C is  $j_B l_B \sim 1250 \text{ A/cm}$ . Met een stroomdichtheid van 2 MA/cm<sup>2</sup> zal het polykristallijne stuk niet langer mogen zijn dan 6  $\mu$ m. Hoe langer de polykristallijne stukken in een baan, hoe groter de kans dat elektromigratie zal optreden.

#### 1.1.4.4 Doperen van de aluminium metallisaties

Verschillende doperingen zijn onderzocht om na te gaan of de weerstand tegen elektromigratie verhoogd kon worden. Toevoeging van Si, Cu, Mg, Cr, Mn, O, Ni en Ti hebben een positieve invloed terwijl Au en Ag geen invloed hebben op het elektromigratieproces [*Kim96*]. De verbetering van de elektromigratieweerstand wordt op verschillende manieren veroorzaakt:

- Een aantal substitutionele elementen (Cu en Mg) vormen een verbinding met vacatures en migreren in de richting van de stroom waardoor een ophoping van vacatures en dus de vorming van gaten verhinderd wordt.
- ✓ De concentratie aan doperingsmateriaal in de metallisatie overschrijdt steeds de oplosbaarheidsgrens. De resulterende precipitaten blokkeren de korrelgrenzen en functioneren als diffusiebarrieres.

✓ Substitutionele elementen verhogen de mechanische sterkte van de film [Arzt91]. Hierdoor zal in gebieden onderhevig aan een trekspanning, de vorming van gaten geminimaliseerd worden.

### Invloed van Cu-additie

Vrij snel nadat elektromigratie gedefinieerd was, toonde experimenteel onderzoek aan dat toevoeging van 4%Cu aan een Al-metallisatie, de levensduur met een factor 70 verlengt [*Ames70*]. Cu heeft echter enkel een vertragende invloed op het elektromigratieproces. De uiteindelijke faling gebeurt op dezelfde manier als voorheen door de vorming van een fataal gat.

De Cu-dopering varieert meestal tussen de 0.5 en 4wt.%. Om produktietechnische redenen worden er geen hogere doperingen gebruikt. Enerzijds is Cu moeilijk te etsen waardoor er reststoffen kunnen achterblijven met een mogelijke vervuiling of kortsluiting van de baan tot gevolg. Anderzijds zijn AlCu legeringen zeer gevoelig aan corrosie na het etsen ten gevolge van de vorming van Cu-chloride aan het oppervlak van de metallisatie [*Venkatraman90*]. De meest gebruikelijke dopering is 0.5wt.%. Verschillende studies tonen aan dat de gemiddelde levensduur voor deze dopering beter is dan voor hogere graden van dopering [*Dietrich96*]

De microstructuur en de positie van de additie-elementen in de baan zijn net als de Al-microstructuur functie van temperatuur en stroomdichtheid. Hierdoor varieert ook de weerstand tegen elektromigratie. Via experimenteel onderzoek tracht men, door het veranderen van deze parameters, een beeld te krijgen van de positieve werking van de additie-elementen. Tegelijkertijd wordt onderzocht bij welke configuratie de baanstructuren de hoogste weerstand hebben tegen elektromigratie.

Uit het fazediagram volgt dat de oplosbaarheidsgrens van 0.5wt.% Cu zich situeert op  $320^{\circ}$ C. Wanneer de metallisaties op een lagere temperatuur gedeponeerd of uitgegloeid worden, zal er een oversaturatie onstaan van het aanwezige Cu. Het teveel aan Cu zal uitprecipiteren in de vorm van CuAl<sub>2</sub>. Door uitgloeien op een temperatuur boven de oplosbaarheidsgrens zal Cu uniform verdeeld en volledig in oplossing zijn. Wordt er vervolgens weer afgekoeld naar een lagere temperatuur, dan zullen, afhankelijk van de afkoelsnelheid, verschillende CuAl<sub>2</sub>-fazen gevormd worden: Guinier-Preston plaatjes, de metastabiele  $\theta'$  en  $\theta''$  fazen of de stabiele  $\theta$  faze. Langdurige temperatuurbehandelingen resulteren altijd in de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-faze [*Laird66*]. De precipitaten komen zowel voor in de Al-korrels als in de korrelgrenzen. Op welke manier de precipitaten de weerstand tegen elektromigratie verhogen is nog steeds onderwerp van discussie. Het is algemeen aanvaard dat de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten dienst doen als Cu-reservoir voor die delen van de interconnectie waar de meerderheid van de Cu-atomen reeds in de richting van de elektronenwind gemigreerd is. Elektromigratie start pas als de totale concentratie aan Cu is gemigreerd over een kritische lengte in de baan. In dat gebied zal uiteindelijk ook de faling plaatsvinden.

Voor smalle Al-1wt.%Si-2wt.%Cu banen werd aangetoond dat de falingstijd evenredig is met de intragranulaire dichtheid van de  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-precipitaten en gerelateerd met de tijd die nodig is om deze te verwijderen over een kritische lengte. De intragranulaire dichtheid en de snelheid van diffusie naar de korrelgrenzen van de precipitaten kan beïnvloed worden door vóór de elektromigratietesten een uitgloeistap op lage temperatuur uit te voeren [*Kim92*] [*Kim 93*].

In brede banen is de invloed van een voorafgaande temperatuurbehandeling minder uitgesproken. De kleine verbetering van de gemiddelde levensduur wordt door sommigen toegeschreven aan de herverdeling en de overgang van de metastabiele fazen naar de stabiel  $\theta$ -faze van de precipitaten tijdens de voorafgaande temperatuurbehandeling [*Frear93*]

Andere theorieën stellen dat de uitgloeistap een negatieve invloed heeft op de precipitaten. De meest gunstige toestand is deze waarbij het Cu onder de vorm van vele kleine precipitaten in de korrelgrenzen voorkomt zodat de meeste korrelgrenzen en tripelpunten bezet zijn. Op deze manier kan Cu-migratie op eender welke plaats snel opgevangen worden. De uitgloeistap om korrelgroei te stimuleren en defecten uit te gloeien zal echter resulteren in minder en grotere precipitaten waardoor verschillende precipitaatvrije korrelgrenzen ontstaan [Patrinos91].

Sanchez toonde met TEM en REM onderzoek aan dat de precipitaten in de korrelgrenzen fluxdivergenties kunnen zijn die de vorming van gaten in de hand werken [Sanchez92c].

In dit proefschrift zal een vergelijkende studie gemaakt worden van Al metallisaties met een kleine Cu-concentratie, die op verschillende temperaturen gedeponeerd zijn. De verschillende fazen in het elektromigratieproces worden aan een microstructureel onderzoek onderworpen. Hierbij wordt vooral aandacht besteed aan de studie van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Door eenvoudig verpakte banen te bestuderen, wordt getracht om de commerciële structuren zo dicht mogelijk te benaderen en randeffecten uit te sluiten.

### Invloed van Si-additie

In Al metallisaties die op een Si-substraat gedeponeerd werden, kon Sidiffusie vanuit het substraat geobserveerd worden [*McCaldin72*]. Ten gevolge van hoge temperatuurbehandelingen diffundeert Si vanuit het substraat in de metallisatie. Deze diffusie heeft tot gevolg dat de gaten die in het substraat onstaan opgevuld worden met Al waardoor kortsluiting kan ontstaan aan de ohmse contacten. Door 1wt.% Si toe te voegen aan de Al metallisatie zal de metallisatie verzadigd zijn met Si. Diffusie vanuit het substraat zal hierdoor sterk gereduceerd worden [*Pramanik83*].

De toevoeging van Si bleek naast de onderdrukking van Si-diffusie uit het substraat ook een positieve invloed te hebben op de levensduur. De levensduur is tot vijf keer hoger dan voor zuivere Al metallisaties.

Voor niet-gepassiveerde metallisaties worden de korrelgrenzen geblokkeerd door Si-precipitaten. In tegenstelling tot AlCu metallisaties zal, ten gevolge van de hoge activatie-energie (1.05eV), Si diffusie niet het belangrijkste transportmechanisme zijn. Elektromigratie verloopt via oppervlakte-diffusie en resulteert in faling door gatenvorming aan de negatieve terminal en ophopingen aan de positieve terminal ten gevolge van thermische gradiënten [*VanGurp71*].

Studie van elektromigratie in AlSi metallisaties met passivatielaag toonde aan dat er, afhankelijk van de temperatuur, twee verschillende diffusiemechanismen aanwezig waren. Elektromigratietesten bij lage temperaturen (<210°C) wijzen op de groei van gaten ten gevolge van Al-migratie doorheen de korrelgrenzen. Testen bij hoge temperaturen (>210°C) wijzen op Si-migratie doorheen Al-korrelgrenzen en dislocaties. Door de migratie van Si zal het negatieve contact niet meer verzadigd zijn met Si. Er ontstaat opnieuw Si diffusie vanuit het onderliggende substraat wat resulteert in faling ten gevolge van kortsluiting van het contact. Door de Si migratie zal aan het positieve contact een ophoping van Si onstaan. Si precipiteert uit en groeit aan het Si substraat waardoor de weerstand stijgt en faling kan optreden [*Black78*].

Tegenwoordig is de additie van Si niet belangrijk meer. Cu-additie van Al metallisaties geeft nog betere levensduurverwachtigen en de Si-diffusie vanuit het substraat wordt geblokkeerd door het aanbrengen van intermediaire Ti/TiN laagjes.

#### 1.1.4.5 Invloed van Ti/TiN laag

De oorspronkelijke functie van de Ti/TiN laag is het vermijden van Sidiffusie vanuit het onderliggende substraat in de metallisatie. Bijkomend zorgt het Ti voor een goede hechting van de gesputterde Al-lagen. Ti/TiN als toplaag zorgt voor een onderdrukking van materiaalophopingen en is een goede anti-reflectielaag voor de lithografie. Interactie tussen de Ti-laag en de Al-metallisatie resulteert in een TiAl<sub>3</sub> tussenlaag. Zolang er er een deel van de oorspronkelijke Ti-laag aanwezig is tussen de metallisatie en het substraat zal de effectiviteit als diffusiebarriere behouden blijven. Onderzoek toont aan dat de metallisaties met een Ti-onderlaag een veel groter betrouwbaarheid hebben dan de gewone AlSiCu metallisaties op een Si-substraat. Wanneer de Al-metallisatie op een bepaalde plaats een gat gevormd heeft, zal de Ti-laag de stroom verder geleiden [*Farahani87*].

Wanneer de Ti/TiN laag als toplaag en dus ook als passivatielaag gebruikt wordt zal de ophoping van Al tegengewerkt worden. De mechanische spanning die zo ontstaat zal het elektromigratieproces vertragen tot de Ti/TiN-laag breekt en de mechanische spanning wegvalt.

#### 1.1.4.6 Textuur van metallisaties

De laatste jaren werd aangetoond dat ook de textuur van een metallisatie een invloed heeft op het elektromigratieproces [*Dietrich96*], [*Knorr91*], [*Niwa93*]. Het blijkt dat dunne metallisaties met een (111) textuur een duidelijke verhoging van de weerstand tegen elektromigratie vertonen. Rose [*Rose92*] toonde aan dat de overgrote meerderheid van falingen in een (111) metallisatie voorkwam in die korrels die afweken van deze textuur.

De verhoging van de elektromigratieweerstand door de textuur wordt verklaard door de vorm van de gaten die in dergelijke structuren gevormd worden. De gaten in een (111) textuur zijn vrij stabiel en hebben een efficiente verhouding in oppervlakte-energie over volume. Wanneer deze gaten gaan bewegen en in een korrel met een andere textuur terecht komen, zal het gat veranderen in een langwerpig smal gat dat de breedte van de baan kan overspannen zonder dat het gat verder moet groeien alvorens faling optreedt [*Vaidya81*].

De metallisaties in dit proefschrift zijn alle onder welbepaalde condities gedeponeerd zodat een sterke (111)-textuur gevormd wordt (zie Hoofdstuk 3).

#### 1.1.5 Multilaagstructuren

In de eerste plaats werden de multilaagstructuren ontwikkeld om een verdere miniaturisering van de IC's mogelijk te maken. Door steeds meer componenten op een chip te plaatsen in éénzelfde vlak werd uiteindelijk het kritieke punt bereikt waarop de overgrote meerderheid van de bruikbaare ruimte ingenomen werd met interconnecties. Bijkomend nadeel was dat de lengte van baantjes daardoor ook aanzienlijk toenam wat elektromigratie in de hand werkte.

Door het gebruik van multilaagstructuren en verticale interconnecties (via's) tussen de verschillende niveau's, werd veel ruimte vrijgemaakt voor nieuwe schakelingen en functies en werden de meeste baantjes veel korter wat de betrouwbaarheid van de structuren vergrootte.

De elektromigratieresultaten bekomen voor de enkelvoudige structuren zijn hier echter niet meer geldig. Ten eerste is er de afwezigheid van de brede metaalvlakken aan de uiteinden van de baan (bondvlakken) voor de aanhechting van de draden die de verbinding vormen tussen de chip en de verpakking. Bij enkelvoudige structuren doen deze bondvlakken dienst als reservoir waardoor elektromigratie tegengegaan wordt. Ten tweede wordt er voor de verticale interconnecties gebruik gemaakt van wolfraamplugs die niet onderhevig zijn aan elektromigratie [Hu93]. Dit maakt dat de faling van een multilaagstructuur op een andere manier zal gebeuren dan voor enkelvoudige banen. Al-migratie zal nog steeds enkel optreden als Cu over een kritische lengte in de baan gemigreerd is. Faling gebeurt echter niet meer in de korrelgrenzen maar aan in de grenslaag tussen de baan en de W-plug. Voor zuivere Al-banen wordt een activatie-energie van 0.58eV gevonden wat erop duidt dat korrelgrensdiffusie nog steeds het voornaamste mechanisme is. Voor AlCu metallisaties is de activatie-energie 0.80eV. Elektromigratie wordt hier bepaald door Cu-diffusie langsheen de korrelgrenzen (0.81eV) en niet door het oplossen van de precipitaten (0.42 eV) [Hu92].

In dit proefschrift wordt een TEM-studie uitgevoerd op multilaagstructuren van submicronbaantjes. Naast de studie van het precipitaatgedrag in deze baanstructuren zal ook gezocht worden naar een verklaring voor de weerstandsdaling die tijdens het elektromigratieproces voorkomt.

# 1.1.6 Invloed van de bondvlakken

In dit proefschrift zal ook de invloed van de bondvlakken onderzocht worden. Onderzoek toont aan dat wanneer de verbindingsdraad uit een andere legering bestaat dan de metallisatie, er een diffusieproces plaatsgrijpt. De verbindingsdraad is meestal een AlSi-draad. Aan de grens tussen de AlSiCu metallisatie en de verbindingsdraad ontstaat er een fluxdivergentie voor Cu. Uitgloeistappen op hoge temperatuur initiëren een Cu-diffusieproces vanuit de metallisatie naar en in de verbindingsdraad. Dit proces zorgt echter voor een verlaging van de Cu-concentratie in de baanstructuur. Aangezien Cu essentieel is om de weerstand tegen elektromigratie te verhogen, kan dit verarmingsproces een negatieve invloed hebben op de betrouwbaarheid van de metallisaties.

Wanneer de verbindingsdraad uit een andere legering bestaat, kan ook het omgekeerde proces plaatsvinden. Een studie met Al-0.5%Mg verbindingsdraden resulteert in een diffusie van Mg in de Al-metallisatie [*Fritzsche98*].

#### 1.1.7 Toekomstige metallisaties

Er zal steeds getracht worden om het aantal functies op één enkele chip te vergroten en tegelijkertijd de afmetingen van de chip zelf te verkleinen. De voorlopig aangewezen manier lijkt het aantal metaalniveaus's op te drijven en de banen te versmallen en dichter bij elkaar te leggen. Dit is echter niet zo eenvoudig.

Wanneer meer metaalniveau's op elkaar geplaatst worden zal voor het topniveau een oppervlakteruwheid ontstaan die de som is van de ruwheden van de onderliggende niveau's. Enkel door een verbetering van lithografie en planarisatieprocessen kan op deze manier een betrouwbare structuur opgebouwd worden.

Het steeds versmallen van baanstructuren en ze dichter bij elkaar plaatsen is ook geen oneindig proces. Het verkleinen van de dimensies van de baanstructuren leidt tot een sterke verhoging van de weerstand van de baan. Wanneer de banen te dicht bij elkaar geplaatst worden, ontstaan er capaciteiten tussen de banen onderling wat resulteert in ruis. Zo zijn er twee capaciteiten;  $C_{crosstalk}$  tussen de banen in eenzelfde niveau en  $C_{plane}$  tussen de banen op verschillende niveau's.

$$C_i = 2k\varepsilon_0 w l/t$$

- k: diëlectrische constante van de tussenlaag
- ε<sub>0</sub>: permitiviteit van het diëlectricum
- 1: lengte van de interconnect
- w: breedte van de interconnect
- t: dikte van de interconnect

Wanneer de afmetingen nog verkleind worden, zal de opbouw van de multilaagstructuren hertekend moeten worden, rekening houdend met deze capaciteiten. Verder kan er afgestapt worden van het gebruik van Al als interconnectiemateriaal en overgegaan worden naar beter geleidende materialen.

Tegenwoordig wordt zeer veel onderzoek uitgevoerd naar de toepassing van Cu als basismateriaal voor metaalbanen. Na zilver is Cu het best geleidende materiaal en het heeft een hoge weerstand tegen elektromigratie. De problemen doen zich echter voor op procestechnisch vlak. Er zijn nog steeds problemen met de depositie van Cu en het etsen van betrouwbare baanstructuren. Eens deze problemen overwonnen, zal Cu een verdere miniaturisering van de IC's mogelijk maken [*Bruschi97*].

Een tweede mogelijkheid is het gebruik van wolfraam baantjes op de laagste niveau's van multilaagstructuren. W wordt reeds wereldwijd gebruikt als verticale verbindingsbaan (via). Deze banen hebben als nadeel een hoge resistiviteit wat het gebruik beperkt tot korte baantjes maar het grote voordeel is dat ze elektromigratievrij zijn [*Wilson93*].

### 1.2 Elektromigratie meettechnieken

Elektromigratie is onder operationele omstandigheden een traag lopend proces. Om onderzoek te kunnen uitvoeren naar het elektromigratiemechanisme en de invloed op de microstructuur, zal het proces versneld worden door de temperatuur en de stroomdichtheid doorheen de baan te verhogen. Typische condities hiervoor zijn j>1MA/cm<sup>2</sup> en T>150°C. Tijdens de test worden in-situ weerstandsveranderingen doorheen de baan opgemeten. De belasting wordt aangehouden tot een vooropgesteld falingscriterium bereikt wordt. Dit kan totale faling van de baan zijn of een vooropgesteld percentage weerstandsverandering.

In de literatuur wordt op verschillende plaatsen een uitgebreid overzicht gegeven van de bestaande elektrische technieken om elektromigratie te bestuderen en levensduurbepalingen uit te voeren [D'Haeger96] [Scorzoni91].

In dit proefschrift worden de weerstandsvariaties uit de versnelde testen gekoppeld aan veranderingen in de microstructuur. Het falingscriterium wordt ingegeven door de verschillende fazen die de weerstand tijdens de test doorloopt (zie paragraaf 1.1.3).

Extreem hoge versnellingscondities zijn niet aangewezen omdat het proces oncontroleerbaar wordt. De verschillende fazen lopen zeer snel in elkaar over zodat het onmogelijk wordt om het proces te stoppen aan het eind van de incubatiefaze of de lineaire faze. De techniek moet ook over een hoge resolutie beschikken om kleine weerstandsvariaties zichtbaar te maken. De aangewezen techniek voor deze studie is een hoge resolutie weerstandsmeettechniek (HRWMtechniek). De techniek die in dit proefschrift gebruikt wordt is de *absolute techniek* die een hoge resolutie verkrijgt door een zeer stabiele omgevingstemperatuur te creëren. In Bijlage A wordt de HRWM-techniek in detail beproken

# 1.3 Analytische technieken

Techniek	Voordelen	Beperkingen
TEM	-Resolutie < 1nm -Met EDX: Kwalitatieve en kwantitatieve analyses -Diffractie-analyse (kristalstructuur en orientatie)	-Monsterpreparatie -Destructief
REM	-Geen monsterpreparatie nodig -Niet-destructief -Snelheid -Met backscatterdetector: onderscheiding van verschillende fazen.	-Resolutie 15-100 nm afh. van preparaat -Beperkte kristallografische informatie -Oplading van diëlectrica
ОМ	-snel -goedkoop -Niet-destructief	-Lage vergroting -Geen chemische informatie
SIMS	-zeer hoge gevoeligheid (ppm) -resolutie: 1~μm -Chemische elementanalyse in de z-richting -Ruimtelijke verdeling van aanwezige elementen.	-Destructief -Kwantitatieve analyses zijn complex door de verschillende detectiegevoelig- heid van matrix tot matrix.

Tabel 1.2: Overzicht van de gebruikte analytische technieken voor de microstructurele studies in dit proefschrift.

Om de microstructuur te analyseren, worden in dit proefschrift verschillende analytische technieken gecombineerd. Tabel 1.2 toont een bondig overzicht van deze technieken met de voordelen en de beperkingen. Door deze vier analytische technieken te combineren, kan er een duidelijke analyse gemaakt worden van de metallisaties en baanstructuren. Een uitgebreider overzicht van de werking van deze toestellen wordt beschreven in Bijlage B.

# 2 TEM-preparatietechniek

# 2.1 Inleiding

Om een TEM studie uit te voeren, worden een aantal eisen gesteld aan de preparaten:

- de preparaatdikte varieert van 100 tot 1000 nm al naargelang het materiaal en de elektronenbundelsterkte.
- de doorsnede van de preparaten is maximum 3 mm.
- · er is een groot elektronen transparant gebied
- het preparaat heeft een uniforme dikte in het transparante gebied
- het preparaat moet finaal nog mechanisch sterk genoeg zijn om handelbaar te zijn.
- de microstructuur heeft geen verandering ondergaan tijdens het verdunningsproces.

Deze laatste eis is zeer belangrijk aangezien in dit proefschrift een deel van de studie uitgevoerd wordt naar temperatuurafhankelijke invloeden op de microstructuur van de preparaten. Indien het preparaat tijdens het verdunningsproces langdurig blootgesteld wordt aan een te hoge opwarming, kan dit leiden tot verkeerde conclusies aangaande temperatuureffecten op de microstructuur.

Er werd een preparatietechniek ontwikkeld die aan al deze eisen voldoet. In het vervolg van dit hoofdstuk wordt een overzicht gegeven van een aantal veel gebruikte technieken samen met de voor- en nadelen. Dienend als basis voor de nieuwe techniek wordt de Tripod methode uitgebreid besproken

# 2.2 Conventionele technieken

In een beperkt aantal gevallen is het mogelijk om preparaten te maken met behulp van **microtomie**. Met behulp van een diamantzaag worden preparaten met een dikte van minder dan 1  $\mu$ m rechtstreeks van het onderzoeksmateriaal gesneden. De techniek is uitermate geschikt voor polymeren en biologische preparaten. Bij keramische materialen en metalen kan de microstructuur echter ernstig beschadigd worden.

In dit proefschrift worden hoofdzakelijk preparaten van geïntegreerde schakelingen (IC's) uit de micro-elektronica bestudeerd. Bij het ontwikkelen van deze IC's wordt gebruik gemaakt van metaallegeringen met als resultaat een polykristallijne microstructuur.

In de loop der jaren werden verschillende technieken voorgesteld voor het verdunnen van polykristallijne preparaten. Al deze technieken laten toe om de preparaten in vlakke doorsnede ("planview") of dwarsdoorsnede ("crosssectional") te verdunnen. De preparaten in vlakke doorsnede geven informatie over de microstructuur in de x- en y-richting en worden in dit proefschrift onder andere gebruikt voor de bepaling van de korrelgrootte en studie van precipitatie. De preparaten in dwarsdoorsnede worden voornamelijk gebruikt om de verschillende eigenschappen van het preparaat als functie van de diepte (z-richting) te bestuderen. De dwarsdoorsnede wordt dan ook veelvuldig gebruikt bij het onderzoek van gelaagde structuren en de korrelevolutie in een dunne film.

#### Elektropolijsten.

Het principe van deze techniek bestaat erin om van het preparaat de anode te maken van een electrolytische cel. Als er een stroom aangelegd wordt, zal het metaal aanwezig op de anode worden opgelost en afgezet op de kathode. Door de keuze van een gepaste spanning zal het preparaat geleidelijk verdund worden over een relatief groot oppervlak en zal uiteindelijk perforatie optreden. De randen van deze perforatie zijn meestal elektronentransparant. Het voordeel van deze techniek is de snelheid; metalen van 0.1 mm dikte kunnen in enkele minuten tijd verdund worden tot transparantie. Het grote nadeel van deze techniek ligt in het feit dat hij enkel bruikbaar is voor elektrisch geleidende preparaten. Voor keramische materialen en halfgeleiders werden andere technieken ontwikkeld.

#### Chemische techniek.

Hiervoor worden chemische oplossingen gebruikt die, al naargelang de samenstelling van het preparaat, het preparaat aanetsen tot een aanvaardbare dikte. Deze techniek is zeer succesvol bij oxydes. Nadelen zijn echter dat er soms gevaarlijke chemische oplossingen aan te pas komen en dat het proces zeer moeilijk onder controle te houden is. Zo zal tijdens het verdunnen van gelaagde structuren elke laag anders reageren op de chemicaliën waardoor het onmogelijk wordt om een uniforme dikte over het gehele preparaat te krijgen.

De techniek is wel succesvol indien gebruik gemaakt wordt van speciaal voorziene substraten in plaats van het algemeen gebruikte Si-substraat. Bij deze preparaten kan het substraat in zijn geheel worden weggeëtst met behulp van een chemische oplossing die enkel reageert met het substraat en niets van de te bestuderen structuren aantast. Nadeel is echter dat deze substraten andere eigenschappen vertonen dan het Si-substraat. Zo kan bijvoorbeeld de microstructuur van het testmateriaal na depositie op het nieuwe substraat een totaal andere oriëntatie vertonen of kan tijdens hoge T-testen de warmteafvoer afwijkend zijn zodat de microstructuur zich verschillend zal gedragen. Het is dan ook zeer moeilijk te verifiëren of de resultaten die voortvloeien uit deze preparaten representatief zijn voor monsters op Si-substraten..

### • FIB (Focused Ion Beam).

Deze techniek wordt voornamelijk gebruikt indien een welbepaald klein gebied in het preparaat onderzocht dient te worden, bijvoorbeeld één welbepaalde via in een multilaagpreparaat. Indien de via gelocaliseerd is, wordt het monster met een diamantzaag versneden en mechanisch gepolijst tot een grootte van 300  $\mu$ m X 2.5 mm waarbij de via zich in het centrum van het preparaat bevindt. Vervolgens wordt het gebied rond de via weggeëtst met de FIB-techniek. De bundel kan met behulp van een elektrostatische lens gefocuseerd worden tot submicron diameter. Hierdoor is het mogelijk om finaal een zeer dun strookje van ongeveer 100 nm dikte van het gebied met de via over te houden. Voor Al viastructuren in micro-elektronica monsters duurt het etsen met FIB ongeveer 10 uur maar dit kan gehalveerd worden indien er eerst een deel weggeëtst wordt met een laserbundel [*Hata 92*].

Zoals eerder vermeld is deze techniek enkel bruikbaar indien zeer kleine gebiedjes bestudeerd dienen te worden. Voor een systematische studie van baanstructuren komt deze techniek niet in aanmerking.

#### SiN<sub>x</sub> vensters

Het gebruik van SiN<sub>x</sub> vensters is een relatief nieuwe techniek. Deze vensters zijn transparant voor elektronen en dus onmiddellijk bruikbaar bij TEM onderzoek. Voordat de metallisatie op het substraat gedeponeerd wordt, wordt er eerst een 0.1 µm dikke SiNx-film op het Si-substraat afgezet. Door lokaal, bijvoorbeeld onder een baantje, het Si-substraat chemisch weg te etsen ontstaat er een elektronentransparant venster in het monster zonder dat er aan de metallisatie geraakt wordt (Figuur 2.1). Voordeel van deze techniek is dat voor baanstructuren de volledige baan met TEM bestudeerd kan worden. Nadeel is dat net als bij de chemische etstechniek, de teststructuren niet rechtstreeks op het Si-substraat afgezet zijn waardoor tijdens temperatuurafhankelijke experimenten onduidelijkheid bestaat over de opwarming in de teststructuur [Smith94], [Shaw95], [Riege95], [Kang97].


Figuur 2.1: Dwarsdoorsnede van de baanstructuur boven een SiN<sub>x</sub> venster.

#### mechanisch polijsten en ionenbundeltoestel

De meest voorkomende en veel gebruiksvriendelijkere techniek is een combinatie van mechanisch polijsten en het gebruik van het ionenbundeltoestel. Hier wordt een onderscheid gemaakt in de preparatie van vlakke doorsnede preparaten en dwarsdoorsnede preparaten. In Bijlage C.1 wordt de preparatietechniek in detail beschreven.

Het nadeel van deze techniek is vooral de traagheid van verdunnen tijdens het ionenbombardement ( $1\mu$ m/uur). Dit kan versneld worden door de ionenbundel onder een hoge hoek met het preparaat te laten invallen. Dit zorgt echter voor een temperatuursverhoging van het preparaat. Aangezien in dit proefschrift onderzoek wordt verricht naar temperatuurafhankelijke processen dient de opwarming van het preparaat zoveel mogelijk tegengegaan te worden. Hierdoor zal meestal onder een kleinere hoek dan 15° verdund moeten worden wat het proces nog meer vertraagd. Een ander nadeel is het feit dat de ionenbundeltechniek een etsproces is wat op microscopische schaal tot een versterking van de vooraf aanwezige topografie kan leiden. Verdere nadelen zijn de stralingsdefecten die geïntroduceerd worden en zich manifesteren als puntdefecten in het preparaat; de preferentiële verdunning bij gelaagde preparaten (vooral bij dwarsdoorsnede) en in mindere mate de contaminatie van het preparaat ten gevolge van het etsen van nabijgelegen materialen zoals de preparaathouder.

Voor de vlakke metaalstructuren die in dit proefschrift worden bestudeerd, kan één van de voorgaande technieken gebruikt worden. Voor de studie van baanstructuren waarbij de breedte varieert tussen 0.7 en 10  $\mu$ m en die opgebouwd zijn uit verschillende lagen zijn de voorgestelde technieken minder toepasbaar. Het is bijvoorbeeld onmogelijk om met de voorgestelde ionenbundeltechniek de exacte plaats van de holte te voorspellen op micrometerschaal. Voor de baanstructuren is het echter noodzakelijk dat de holte juist langs de baan ontstaat zodat de baan zelf in het elektronentransparante gedeelte van de rand rond de holte valt.

Om verdunningen te realiseren die aan de gestelde eisen voldoen werd gebruik gemaakt van de Tripodmethode. Met deze techniek is het in principe mogelijk om enkel door mechanisch polijsten elektronentransparante verdunningen te maken. Indien een ionenbombardement uiteindelijk nog noodzakelijk is, zal de duur van deze polijststap echter aanzienlijk verminderd zijn in vergelijking met andere technieken.

In de volgende paragraaf wordt de Tripodmethode beschreven en wordt er nagegaan in hoeverre de doorgedreven mechanische verdunning een invloed heeft op de microstructuur.

#### 2.3 De Tripodmethode

In de jaren 80 werd de Tripod ontwikkeld bij IBM door Klepeis en Benedict [*Klepeis88*]. Het toestel bestaat uit twee concentrische schijven. De basisschijf heeft drie steunvoetjes, elk verbonden met een micrometer, die hoogtecorrecties mogelijk maken tijdens het polijstproces. De tweede kleinere schijf is de preparaathouder en kan onder de basisschijf tussen de steunvoetjes vastgemaakt worden. De steunvoetjes met micrometer staan 120° uit elkaar. De nylon voetjes aan het uiteinde van de micrometers kunnen worden vervangen.

Enkel deze voetjes en het preparaat zijn tijdens het polijsten in contact met de polijstdoek. Het gebruik van deze nylon voetjes voorkomt in grote mate de metaalcontaminatie van de polijstdoek en dus ook het preparaat. In het centrum van de twee schijven is een doorzichtig pyrex glas aangebracht waarop het preparaat vastgekleefd wordt zodat het preparaat tijdens het polijstproces continu zichtbaar blijft. In Figuur 2.2 wordt een schets getoond van het Tripod toestel.



Figuur 2.2: Schets van de Tripod ontwikkelt door Klepeis en Benedict.

De techniek is gebaseerd op een ver doorgedreven mechanische polijststap zodat een preparaat met een groot elektronentransparant oppervlak verkregen wordt, waar in het ideale geval geen bijkomende ionenbundelverdunning nodig is. Wanneer toch een ionenbundelverdunning nodig blijkt, kan dit onder zeer lage hoek en in een korte tijdsspanne uitgevoerd worden omdat de preparaten reeds zeer dun zijn  $(2-3\mu m)$ . Hierdoor worden alle negatieve aspecten van het ionenbundelverdunningsproces vermeden (preparaatopwarming, preferentiële verdunning, stralingsdefecten). Een gedetailleerde beschrijving van het volledige polijstproces wordt in Bijlage C.2 weergegeven.

Toepassing van de Tripodmethode geeft duidelijk betere resultaten dan de conventionele ionenbundeltechniek, maar er zijn toch enkele nadelen aan deze techniek verbonden:

- De drie nylon steunvoetjes slijten met een verschillende snelheid af tijdens het polijstproces waardoor het polijstvlak op het preparaat veranderd. Ook kunnen nylonresten in het preparaat terechtkomen.
- De controle en het corrigeren voor de planparallelliteit van het polijstvlak neemt veel tijd in beslag en is niet altijd afdoende.
- Het is pas in een laat stadium van het mechanisch polijsten dat met behulp van de kleur van het preparaat zekerheid bestaat over het al dan niet planparallel zijn van het preparaat. Grote correcties zijn op dat moment niet meer mogelijk.

 De kostprijs van de polijstfolie is hoog. De folie slijt vlug af en polijstresten zetten zich makkelijk vast in de folie waardoor mechanische vervormingen in dunne preparaten geïnduceerd worden. Vooral de polijstfolie met een lage diamantkorrelgrootte is hieraan onderhevig. Indien er gewerkt wordt met zachte materialen zoals Al kunnen dergelijke vervormingen fataal zijn voor het preparaat.

In de volgende paragraaf wordt een beschrijving gegeven van een aangepaste techniek, gebaseerd op de hierboven beschreven Tripodmethode, maar die een oplossing biedt voor de nadelen die vermeld werden.

#### 2.4 De aangepaste Tripodtechniek.

De basis van deze techniek is dezelfde als de Tripod techniek. Er wordt zo lang mogelijk mechanisch gepolijst waarna een zo kort mogelijke ionenbundelverdunning volgt.

Voor het mechanisch polijsten wordt de Tripod vervangen door een glazen schijf met een diameter van 60 mm en een dikte van 15 mm (Figuur 2.3). Het preparaat wordt met behulp van een was [*Gatan2*] in het midden van de schijf gekleefd met het substraat naar buiten toe. De was is, in tegenstelling met de Tripod, sterk genoeg om het preparaat ter plaatse te houden tijdens het polijsten. Op 90°C wordt de was vloeibaar en kan het preparaat gekleefd worden. Dit is lager dan de depositietemperatuur (100°C) zodat de microstructuur tijdens deze kortstondige opwarming geen verandering ondergaat. Na het kleven van het preparaat kan door het glas gemakkelijk worden gecontroleerd of de lijmlaag uniform verdeeld is onder het preparaat. Indien nodig kan de was opnieuw opgewarmd worden zodat de nodige correcties kunnen uitgevoerd worden. (Voor de contactlijm bij de Tripodmethode kan het preparaat enkel verwijderd en opnieuw gekleefd worden nadat de lijm opgelost wordt in aceton.)



Figuur 2.3: Beeld van de glazen schijf met de aanduiding van de plaats van het preparaat en de Si-steunvoetjes.

Een voordeel van de glazen schijf is het grote transparante oppervlak, in tegenstelling tot het beperkte oppervlak van het pyrex glas bij de Tripod. Zodoende kunnen ook grotere preparaten gepolijst worden. Op deze manier is het mogelijk om met één polijstproces meerdere TEM-preparaten uit éénzelfde monster te vervaardigen.

Op de glazen schijf worden tegelijkertijd met het monster vier stukjes gelijksoortig materiaal met ongeveer dezelfde grootte en dikte als het preparaat op gelijke afstand van elkaar gekleefd. In de hier beschreven experimenten zijn de stukjes voornamelijk Si omdat voornamelijk Si-substraat weggepolijst dient te worden. Deze stukjes Si nemen de functie over van de 3 micrometervoetjes bij de Tripod. Door het gebruik van 4 steunen in plaats van 3 wordt het gemakkelijker om het preparaat planparallel te polijsten. Indien het te bestuderen gebied zich dicht bij de rand van het preparaat situeert zal er uit voorzorg tegen beschadiging tijdens het polijsten een extra stukje Si tegen het preparaat gekleefd worden.

Na het uitharden van de was wordt de overtollige was rondom het preparaat en de Si-voetjes verwijderd (met een scalpel) om contaminatie tijdens het polijstproces te voorkomen.

Tijdens het polijsten wordt geen gebruik gemaakt van de Tripodpolijstfolie maar van schuurpapier en polijstdoeken die op een roterende schijf geplaatst worden. In de eerste faze wordt gebruik gemaakt van schuurpapier met korrelgrootte van 14  $\mu$ m. De steunvoetjes worden gelijktijdig en met dezelfde snelheid als het preparaat gepolijst. De glazen schijf wordt regelmatig geroteerd om eenzijdige vervorming van het monster tegen te gaan en om een gelijkmatige verdunning van de Si-stukjes te verkrijgen.

Vlakke doorsnede			
Techniek	Specificaties	Dikte	Referentie
Kleven van monster en 4 'voetjes' op de glazen schijf	Monster en voetjes moeten ongeveer even groot zijn en uit gelijksoortig materiaal bestaan. Lijmen: op 90°C		Lijm: Gatan was [Gatan2].
Mechanisch polijsten	Ruwheid Schuurpapier: 14 µm Controle planparallelliteit: MM*	>45 µm	Schuurpapier: P1200 [Streurs1]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek Diamantspray: $3 \mu m$ Controle planparallelliteit: MM <sup>*</sup>	>12 µm	Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek Diamantspray: 1 μm. Rode kleur	>±5 µm	Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Polijstdoek Mechanisch polijsten Diamantspray: ¼ μm. Rood-Gele kleur		>±2 µm	Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek SiO suspensie: 0.04 µm	Krasvrij	Polijstdoek: DP- PLAN [Streurs1]
Prep. losmaken van de glazen schijf	Losmaken in aceton		
Lijmen van ringvormige houder op het monster en reinigen.	Materiaal houder: molybdeen Ø <sub>houder</sub> : 3 mm Ø <sub>Centrale opening</sub> : 1 mm Lijmen: 10 min. op 90°C reinigen in ethyl-alcohol		Houder: [Agar Scientific] Lijm: Gatan GI epoxy [Gatan1]
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel,preparaatopp</sub> : 3°		Balzers RES010 [Balzers]

\*: MM staat voor Micrometer.

# Tabel 2.1: Preparatie-overzicht voor de aangepaste Tripodtechniek.

Diktecontrole van het preparaat is, door de eenvoudigheid van de constructie mogelijk met een gewone micrometer. Door de positie van de vier voetjes is het eenvoudig te controleren of er nog planparallel gepolijst wordt zonder dat de dikte van het preparaat op verschillende uiteinden moet gemeten worden. Indien er een afwijking in dikte vastgesteld wordt tussen de Si-voetjes kan dit bijgestuurd worden door lokaal, aan de dikker zijde, druk uit te oefenen tijdens het polijsten.

Als het preparaat nog een dikte heeft van 40 à 50  $\mu$ m, wordt overgeschakeld op polijstdoeken van het type DP-DUR. Dit zijn vrij harde doeken waarop een diamantspray met een bepaalde korrelgrootte gespoten wordt. Om krassen te voorkomen worden de doeken vochtig gehouden met een water/olie suspensie. Het gebruik van harde doeken wordt aanbevolen omdat zachtere doeken preferentiële verdunning in de hand werken. Achtereenvolgens wordt diamantspray gebruikt met korrelgrootte 3, 1 en  $\frac{1}{4} \mu$ m. Tot een preparaatdikte van 15  $\mu$ m moeten de voetjes regelmatig gecontroleerd worden om planparallelliteit van het preparaat na te gaan en kan er indien nodig nog gecorrigeerd worden. Bij dunnere preparaten is een grote correctie niet meer mogelijk. Tijdens het verdere polijstproces wordt het preparaat gecontroleerd op dikte (via de kleur) en krassen.

Na het polijstproces wordt het preparaat losgeweekt in aceton. De ringvormige houder wordt op het preparaat gekleefd met GATAN G1 lijm en het geheel wordt nadien schoongemaakt in ethylalcohol. Net als bij de Tripodmethode worden de laatste micrometers verdund met de Argon-ionenbundel onder een hoek van 3° met het preparaatoppervlak. Aangezien het mechanisch polijstproces beter en gemakkelijker controleerbaar is, resulteert dit in betere TEM preparaten. De verdunningstijd van de preparaten in het ionenbundeltoestel wordt hierdoor merkelijk gereduceerd. Dit laatste heeft een positief effect op de toestand van de preparaten. De nadelen die eerder werden vermeld (stralingsdefecten, preferentiële sputtering en contaminatie) worden vermeden of geminimaliseerd.

Uit de beschrijving volgt duidelijk dat de aangepaste methode een aantal voordelen heeft ten opzichte van de Tripodtechniek voorgesteld door Klepeis en Benedict.

- Gelijkmatige verdunning van grote prepraten is mogelijk wat resulteert in meerdere TEM preparaten uit één monster of volledige baanstructuren die elektronentransparant kunnen gemaakt worden.
- Het gebruik van steunvoetjes bestaande uit gelijksoortig materiaal levert een gelijkmatige verdunning van monster en steunvoetjes.
- Diktemetingen kunnen uitgevoerd worden met een micrometer. Afwijkingen van planparallelliteit kunnen gecorrigeerd worden door lokaal de druk manueel te veranderen tijdens het mechanisch polijstproces.
- Tijdswinst zowel voor mechanische als voor ionenbundelverdunning.
- · Goedkoper.

De voorgestelde techniek kan ook aangewend worden voor het maken van dwarsdoorsneden. Hiervoor wordt in de eerste plaats gebruikt gemaakt van de werkwijze met mechanisch polijsten en ionenbundelverdunning voorgesteld bij de conventionele technieken. Twee monsters van gelijke afmetingen worden met de bovenzijde naar elkaar toe gekleefd met *Gatan G1* epoxylijm. Dit preparaat wordt na uitharden van de lijm met een diamantzaag in verschillende monsters van ongeveer  $150\mu$ m breed gezaagd. Door het zagen met de diamantzaag zijn er langs beide zijden van het preparaat defecten geïntroduceerd. Het preparaat zal dus, in tegenstelling tot de vlakke doorsnede, aan beide zijden gepolijst moeten worden.

Het preparaat wordt op de glazen schijf gekleefd samen met vier steunvoetjes. In een eerste faze zal het preparaat niet verdund worden maar zal één zijde gepolijst worden tot de defecten ten gevolge van het zagen verdwenen zijn. Dit polijsten gebeurt mechanisch op polijstdoeken waarna het preparaat losgemaakt wordt om eventueel nog een korte ionenbundelbehandeling te ondergaan.

In de tweede faze wordt het preparaat (met de gepolijste zijde naar het glas toe) terug op de schijf gekleefd. Het verdunningsproces verloopt verder analoog aan dat van de vlakke doorsnede. Het volledige overzicht van het polijstproces voor een dwarsdoorsnede wordt in Tabel 2.2 weergegeven.

Dwarsdoorsnede			
Techniek	Specificaties	Dikte	Referentie
Zagen van monsters	Afmeting: 3x3 mm (2 monsters)		Diamantzaag [ <i>Buehler</i> ] Figuur 2.2a
Lijmen van 2 monsters	Met de bovenzijde naar elkaar toe		Gatan G1 epoxy [Gatan1]
Zagen van monster	Dikte: 150 µm I Figuur 2.2b		Diamantzaag [Buehler]
Faze 1			
Kleven van monster en 4 'voetjes' op de glazen schijf	Monster en voetjes moeten ongeveer even groot zijn en uit gelijksoortig materiaal bestaan. Lijmen: op 90°C		Lijm: Gatan was [Gatan2].
Mechanisch polijsten	Polijstdoek Diamantspray: $3 \mu m$ Controle planparallelliteit: MM <sup>*</sup> $\pm 140 \mu m$		Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek Diamantspray: 1 $\mu$ m. Controle planparallelliteit: MM	±140 µm	Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2
Mechanisch polijsten	blijsten Polijstdoek Diamantspray: $\frac{1}{4} \mu m$ . $\pm 140 \mu m$ Controle planparallelliteit: MM		Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2
Mechanisch polijsten	Polijstdoek	Krasvrij	Polijstdoek: DP-

	SiO suspensie: $0.04 \mu m$		PLAN [Streurs1]
Prep. losmaken van de glazen schijf	Losmaken in aceton		
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel,preparaatopp</sub> .: 3° Gedurende korte tijd		Balzers RES010 [Balzers]
Faze 2			
Kleven van monster en 4 'voetjes' op de glazen schijf	en 4 en Monster en voetjes moeten ongeveer even groot zijn en uit gelijksoortig materiaal bestaan. Lijmen: op 90°C		Lijm: Gatan was [Gatan2].
Mechanisch polijsten	Ruwheid Schuurpapier: $14 \ \mu m$ Controle planparallelliteit: $MM^*$ >45 \ \mu mSc PLPolijstdoekPolijstdoek		Schuurpapier: P1200 [Streurs1]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek Diamantspray: $3 \mu m$ >12 $\mu m$ Controle planparallelliteit: MM <sup>*</sup>		Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	Polijstdock Diamantspray: 1 μm. >± Rode kleur		Polijstdock: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	hanisch polijsten Polijstdoek Diamantspray: ¼ μm. Rood-Gele kleur		Polijstdoek: DP- DUR [Streurs1] Spray: [Streurs2]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek SiO suspensie: 0.04 µm Krasvr		Polijstdoek: DP- PLAN [Streurs1]
Prep. losmaken van de glazen schijf	Losmaken in aceton		1
Lijmen van ringvormige houder op het monster en reinigen.	Materiaal houder: molybdeen Ø <sub>houder</sub> : 3 mm Ø <sub>Centrale opening</sub> : 1 mm Lijmen: 10 min. op 90°C reinigen in ethyl-alcohol		Houder: [Agar Scientific] Lijm: Gatan G1 epoxy [Gatan1]
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel, preparatopp</sub> : 3°		Balzers RES010 [Balzers]

\*: MM staat voor Micrometer.

Tabel 2.2: Preparatie-overzicht voor dwarsdoorsnede met de aangepaste Tripodtechniek.

# 2.5 Studie van de opwarming van de Ar-ionenbundel in het ionenbundeltoestel.

Een groot deel van de experimenten die uitgevoerd werden in het kader van dit proefschrift zijn gericht op het bestuderen van de invloed van thermische processen op de microstructuur van de metallizaties. Het is dan ook van zeer groot belang dat er geen veranderingen in de microstructuur geïnduceerd worden ten gevolge van temperatuurstijgingen tijdens de monsterpreparatie.

Zoals reeds eerder gemeld, is er geen goede methode voorhanden om de opwarming van het preparaat tijdens een ionenbombardement of het mechanisch polijsten exact te bepalen.

Voor het mechanisch polijsten bestaat er weinig gevaar voor een hoge opwarming. Het preparaat wordt immers voortdurend gekoeld door het water dat op de polijstdoek aangebracht wordt om de polijstresten te verwijderen.

Om de opwarming, veroorzaakt door de ionenbundel, na te gaan zijn reeds verschillende experimenten uitgevoerd. Kim et al. [Kim87] toonden aan dat voor een Au-laag op een Si-substraat de temperatuur tot 370°C kan oplopen ten gevolge van eutectische reacties die ontstaan aan het Au/Si-grensvlak. Bahnck [Bahnck90] experimenteerde met een thermokoppel tussen 2 dunne plaatjes die in de ionenbundel geplaatst wordt en stelde een opwarming van ongeveer 100°C vast.

Gezien de discrepantie van deze resultaten, werden er enkele experimenten ondernomen met Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu-preparaten die op kamertemperatuur gedeponeerd werden. Tijdens depositie ondergaat de metallisatie een opwarming van ongeveer 80-100°C. Indien een opwarming van het preparaat voorkomt die hoger is dan 100°C, zal dit resulteren in korrelgroei. Een gemiddelde Al korrelgrootte van een Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu metallisatie van 130 nm werd bepaald met rasterelektronenmicroscopie (REM). Na mechanisch polijsten en ionenbundelverdunning onder een hoek van 3° met het oppervlak, werd de gemiddelde Al korrelgrootte bepaald met TEM. Een waarde van 100 nm werd vastgesteld. De oorzaak van deze lagere waarde is dat het preparaat dikker is dan 130 nm. Hierdoor is er een overlapping van verschillende boven elkaar gelegen korrels mogelijk waardoor ook korrelgrenzen van lager gelegen Al-korrels worden geobserveerd in het helder veld beeld van de TEM. Met de rasterelektronenmicroscoop wordt enkel het oppervlak van het preparaat geanalyseerd zodat onderliggende korrelgrenzen niet zichtbaar zijn.

Een tweede identieke AlSiCu metallisatie werd op dezelfde manier verdund. Tijdens het ionenbombardement wordt de ionenbundel onder een hoek van 15° met het preparaatoppervlak gepositioneerd. De gemiddelde Alkorrelgrootte bedraagt hier 158 nm. Dit is een indicatie dat er opwarming voorkomt tijdens de ionenbundelverdunning onder een hoek van 15° met het preparaatoppervlak. Aangezien de depositietemperatuur ongeveer 100°C bedraagt, dient deze opwarming meer dan 100°C geweest zijn. In Figuur 2.4 is de korrelstructuur van de twee TEM preparaten weergegeven.



Figuur 2.4: De Al korrelstructuur van een AlSiCu metallisatie gedeponeerd op kamertemperatuur. TEM opname met de ionenbundel a) onder een hoek van  $3^{\circ}$  met het preparaatoppervlak, b) onder een hoek van  $15^{\circ}$  met het preparaatoppervlak. (45 kX)

Een tweede experiment werd uitgevoerd met een Al-0.5wt.%Cu metallisatie met een  $T_{depos}$ = 200°C. Gebruik makend van de aangepaste methode, was het mogelijk om een groot preparaat mechanisch te polijsten zodat uit dit preparaat 2 TEM preparaten gemaakt konden worden. Één van de preparaten werd onder een hoek van 3° met het preparaatoppervlak verdund terwijl het andere preparaat onder een hoek van 15° met het preparaatoppervlak verdund werd. De gemiddelde Al-korrelgrootte voor deze preparaten is dezelfde. Dit betekent dat de opwarming van het preparaat de 200°C niet overschrijdt tijdens het ionenbundelverdunningsproces. Er moet wel opgemerkt worden dat door het gebruik van de aangepaste verdunningsmethode er zeer ver mechanisch gepolijst werd, waardoor de verdunningstijd bij een invalshoek van 15° slechts 15 minuten bedroeg.

Een bijkomend voordeel van het verdunnen onder een lage hoek is de afwezigheid van een oppervlaktestructuur die gecreëerd wordt door de ionenbundel onder hoge invalshoek. In Figuur 2.5 wordt een Al-metallisatie getoond die verdund is met de ionenbundel onder een hoek van 15° gedurende lange tijd. In de microstructuur van het preparaat is er duidelijk een oppervlaktestructuur onder de vorm van concentrische cirkels zichtbaar. Door het ronddraaien van de metallisatie tijdens de verdunning wordt deze structuur in de metallisatie geïnduceerd. Deze structuur komt niet voor bij verdunningen onder een lage hoek.



Figuur 2.5: Oppervlaktestructuur na langdurige verdunning met de ionenbundel onder een hoek van 15°.

De resultaten van deze experimenten tonen aan dat er tijdens de ionenbundelverdunning een opwarming kan voorkomen indien er onder een hoge hoek verdund wordt. De opwarming voor Al-legeringen liggen tussen 100 en 200°C. Voor preparaten met een depositietemperatuur lager dan 200°C is het belangrijk dat de tijd in het ionenbundeltoestel zo kort mogelijk gehouden wordt en dat de bundel onder een lage hoek staat. Voor preparaten die een depositietemperatuur hebben die groter is dan 200°C, is het effect van de opwarming verwaarloosbaar. Het is echter aangewezen om ook hier de tijd in het ionenbundeltoestel en de invallende hoek van de ionenbundel zo klein mogelijk te houden om o.a. de wijziging van de oppervlaktestructuur tegen te gaan.

# 2.6 Samenvatting

In dit hoofdstuk werd een overzicht gegeven van de meest voorkomende verdunningstechnieken voor TEM preparaten. De Tripod-techniek is een veelbelovende methode maar de grootste nadelen zijn de moeilijkheid om planparallelliteit te behouden en de tijdrovende diktecontroles. Verder is er de hoge prijs van de polijstfilmen.

In het kader van dit proefschrift werd er een techniek ontwikkeld die alle voordelen van de Tripod methode heeft en tegelijkertijd de nadelen van de Tripod elimineert. De techniek maakt gebruik van een glazen schijf waarop vier hulpvoetjes gelijmd worden. Dit vergemakkelijkt planparallel polijsten. De voetjes bestaan uit gelijksoortig materiaal als het preparaat zodat een gelijkmatige verdunning garandeert wordt. Diktemetingen kunnen met een micrometer uitgevoerd worden. De verdunningstijd met een Ar-ionenbundel kan door de goede mechanische polijsttechniek sterk verminderd worden. Dit maakt het mogelijk te verdunnen onder een bundelhoek van 3° gedurende korte tijd. Dit resulteert in grote elektronentransparante preparaten zonder de nadelen van eventuele opwarming en zonder defecten die geïntroduceerd worden door het ionenbombardement onder hoge invalshoek.

# 3 Studie van thermisch geïnduceerde processen in Al-interconnecties

# 3.1 Filmstructuren

### 3.1.1 Doel van het onderzoek

In de literatuur zijn reeds verschillende resultaten verschenen met betrekking tot de microstructuur van Al-metallisaties. Het probleem is echter dat de informatie zeer gefragmenteerd is zodat het moeilijk wordt om een vergelijking te maken tussen de verschillende resultaten. Zo zijn er bijvoorbeeld voor verschillende onderzoeksgroepen verschillen in dikte, depositievoorwaarden, legeringen e.a. voor de Al-metallisaties. Door een systematische studie uit te voeren op analoog gefabriceerde en verdunde preparaten kan er een goede vergelijking gemaakt worden tussen de verschillende monsters. Door eerst niet geëtste metallisaties te bestuderen wordt reeds veel informatie verkregen over de veranderingen die in de microstructuur optreden tijdens depositie op verschillende temperaturen, met verschillende additie-elementen en verschillende nabehandelingen. Deze informatie kan vervolgens als basis dienen om de microstructuur van geëtste metallisaties (baanstructuren) te bestuderen.

# 3.1.2 Experiment

De metallisaties die in dit hoofdstuk onderzocht worden zijn alle Algebaseerde metallisaties, al dan niet gedopeerd met kleine hoeveelheden Si en/of Cu. Op een Si-substraat wordt met behulp van '*chemical vapour deposition*' (CVD), een dunne laag met dikte t=200 nm SiO<sub>2</sub> afgezet. Hierop wordt vervolgens met een clustertoestel de Al-metallisatie (t=800 nm) gedeponeerd. In Figuur 3.1 wordt aan de hand van een TEM opname de doorsnede van de metallisaties getoond. De depositie gebeurt bij verschillende temperaturen en een hoog vermogen (8 kW) zodat er zich een sterke textuur vormt in de metallisatielaag. Studies tonen immers aan dat een sterke (111)-textuur een positieve invloed heeft

op het elektromigratiegedrag van de baanstructuren [*Dietrich96*], [*Knorr91*], [*Niwa93*], [*Rose92*], [*Vaidya81*]. Voor alle metallisaties wordt dan ook hetzelfde hoge vermogen aangehouden.



Figuur 3.1:Helderveld TEM opname van de doorsnede van een AlSiCu metallisatie op een SiO<sub>2</sub>-laag (100kX).

In Tabel 3.1 wordt een overzicht gegeven van de verschillende eigenschappen van de metallisaties, de preparatiemethodes en de technieken waarmee de metallisaties bestudeerd worden.

Bij de vorming van legeringen, worden de additie-elementen gelijktijdig met het Al gedeponeerd. Zoals reeds vermeld in het eerste hoofdstuk worden de additie-elementen aan de metallisatie toegevoegd om de weerstand tegen elektromigratie te verhogen. De concentraties van de additie-elementen Si en Cu zijn standaardwaarden voor het onderzoek dat binnen het kader van dit proefschrift uitgevoerd wordt.

Depositie van de metallisaties werd uitgevoerd bij 3 verschillende temperaturen: 400°C, 200°C en 'koud'. 'Koud' betekent bij kamertemperatuur. Er treedt echter nog steeds een opwarming van ongeveer 80°C, inherent aan het depositieproces, op.

Het verdunnen van de verschillende preparaten voor TEM-onderzoek gebeurt deels met de Tripodtechniek en deels met de aangepaste methode.

De studie van de microstructuur gebeurt volledig met TEM ondersteund door energiedispersieve X-stralen analyse (EDX) voor de chemische elementenanalyse.

	Al
Preparaten	Al-0.5wt.%Cu
	Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu
	Koud
$T_{depositie}$ (°C)	200°C
	400°C
Preparatie	Tripodmethode
	Aangepaste Techniek
Analisa	ATEM
Analyse	SIMS

*Tabel 3.1: Overzicht van de gebruikte monsters, de depositietemperaturen, de ATEM preparatietechnieken en de analysemethoden.* 

# 3.1.3 Studie van zuiver Al-metallisaties

In Tabel 3.2 worden de gemiddelde korrelgrootten van zuiver Almetallisaties weergegeven bij verschillende depositietemperaturen. Het is duidelijk dat de gemiddelde korrelgrootte stijgt met toenemende depositietemperatuur. De korrelstructuur is in overeenkomst met de structuur voorgesteld in het Movchan-Demchichin-diagram [Bunshah82].

	'koud'	200°C	400°C
zuiver Al	425 nm	1.36 µm	~ 4.00 µm

Tabel 3.2: Gemiddelde Al korrelgrootten (d) voor zuivere Al metallisaties.

De TEM opnamen in Figuur 3.2 tonen de korrelstructuur van de verschillende Al metallisaties bij verschillende temperaturen.

Merk op dat de verschillende opnamen niet dezelfde vergroting hebben.

- Figuur 3.2a en Figuur 3.2b: 17 kX.
- Figuur 3.2c: 5kX.

Door de grootte van de Al-korrels voor de metallisaties met  $T_{depos.}=400^{\circ}C$ , is de structuur mechanisch minder sterk dan bij de metallisaties gedeponeerd bij lagere temperaturen. Aangezien de metallisatie slechts een dikte van 800 nm heeft, bestaan de metallisaties, afgezet bij  $T_{depos.}=400^{\circ}C$  en met een gemiddelde korrelgrootte van ongeveer 4  $\mu$ m, slechts uit een enkelvoudige aaneenschakeling van Al-korrels. Vandaar de transparantie van de korrelgrenzen in de TEM-

opname. Bij de lagere afzettemperaturen is er een willekeurige opeenstapeling van korrels wat voor een mechanisch sterkere verbinding zorgt.

In de metallisaties zijn weinig defecten zichtbaar in de korrelstructuur. Defecten die voorkomen (meestal in de grotere korrels), bestaan uit sets van 3 lijnen die elkaar snijden onder een hoek van 60°. Figuur 3.2d wordt een voorbeeld van dergelijke defecten getoond. Deze opname is een vergroting van het gebied in Figuur 3.2b dat met een pijl aangeduid wordt. Deze vorm van defecten worden schroefdislocaties genoemd en zijn een gevolg van de sterke (111) textuur van de Al-metallisatie. Dergelijke defectstructuren kunnen worden veroorzaakt door het schuur- en polijstproces tijdens preparatie en/of spanningen in de metallisatie ten gevolge van het verschil in mechanische uitzettingscoëfficienten tussen de Al-metallisatie en de onderliggende SiO<sub>2</sub>-laag. Door een aangelegde spanning kan een halve dislocatielus ontstaan aan de korrelgrens en via de (111)-vlakken doorheen de korrel bewegen waarbij een dislocatie achterblijft aan de Al/SiO<sub>2</sub>-grens [*Venkatraman90*]. Ander zeldzame defecten die voorkomen in de metallisatie zijn voornamelijk dislocatielijnen en dislocatieringen.

Opmerkelijk is ook het grote verschil in Al-korrelgrootte dat voorkomt in de microstructuur. Ondanks deze grote variatie in korreldiameter, valt dit binnen de normale verdeling voor korrelgrootten en wordt beschouwd als normale korrelgroei [*Metal72*]. In preparaten die een thermische nabehandeling krijgen wordt abnormale korrelgroei vastgesteld. Het is bekend dat voor dunne preparaten (twee dimensionale structuur) en preparaten met een sterke textuur, een normale korrelgroei tegengewerkt kan worden door lage mobiliteit van de korrelgrenzen. Sommige korrels hebben de mogelijkheid om bij voldoende hoge temperatuur deze kracht te overwinnen en groeien dan zeer sterk, wat resulteert in abnormale korrelgroei of rekristallisatie.



Figuur 3.2: De TEM opnamen tonen de korrelstructuur van een zuiver Al metallisatie voor verschillende depositietemperaturen: a) koud (17kX), b) 200°C (17kX), c) 400°C (5kX). d) Deze opname toont een vergroting van de schroefdislocaties uit b). De structuur bestaat uit drie sets van dislocatielijnen ten gevolge van spanningen in het materiaal.

# 3.1.4 Studie van Al-0.5wt.%Cu metallisaties

In Tabel 3.3 worden de gemiddelde Al korrelgrootten weergegeven voor Al-0.5wt.%Cu metallisaties met depositietemperaturen  $T_{dep.}=200^{\circ}C$  en 400°C. Depositie op kamertemperatuur ('koud') is omwille van technische redenen niet mogelijk. Depositie op 100°C echter wel. Aangezien de metallisaties een opwarming krijgen van ongeveer 80°C tijdens koude depositie werd een test uitgevoerd om na te gaan of er een substantieel verschil is tussen metallisaties met  $T_{dep.}=100^{\circ}C$  en 80°C. Indien dit niet het geval is, kan de AlCu metallisatie mee opgenomen worden in de systematische studie.

De test werd uitgevoerd voor zuivere Al metallisaties gedeponeerd op 100°C en 'koud'. De gemiddelde Al-korrelgrootte voor depositie op 100°C bedraagt 750 nm wat beduidend groter is dan de 425 nm bij depositie op kamertemperatuur. De oorzaak van dit verschil kan gevonden worden in een iets hogere depositietemperatuur en de condities van de verschillende sputtertoestellen die nooit exact dezelfde zijn. AlCu metallisaties met  $T_{depos.}$ =100°C zullen niet verder bestudeerd worden in dit proefschrift.

	'koud'	200°C	400°C
Al-0.5wt.%Cu		550 nm	~ 4.00 µm

Tabel 3.3: Gemiddelde Al korrelgrootten voor Al-0.5wt.%Cu metallisaties.

In vergelijking met de Al-metallisatie afgezet bij 200°C, is de gemiddelde Al korrelgrootte veel kleiner voor de AlCu metallisatie gedeponeerd op dezelfde temperatuur. Dit is een gevolg van het feit dat Cu tijdens depositie de Alkorrelgroei belemmert door het blokkeren van de korrelgrenzen [*Mayumi87*].

Uit het AlCu-fazediagram in Figuur 3.3 volgt dat 0.5% Cu volledig in oplossing is bij 310°C. Dit betekent dat voor een hogere temperatuur de totale Cu-concentratie in oplossing is. De korrelgrenzen worden niet meer geblokkeerd. De gemiddelde korrelgrootte voor Al en Al-0.5wt.%Cu op  $T_{depos.}$ =400°C is dan ook dezelfde.

Bij een depositietemperatuur van 200°C is de oplosbaarheidgrens van Cu nog niet overschreden. Een deel van de Cu atomen zal voorkomen in de vorm van precipitaten (Figuur 3.4a). De precipitaten kunnen in verschillende fasen voorkomen in de metallisatie als functie van de tijd, temperatuur en concentratie. Wanneer de Cu-concentratie volledig in oplossing is in de Al-metallisatie en deze wordt vervolgens zeer snel afgeschrikt, dan worden in de loop van de tijd alle precipitaatfasen doorlopen [Murray85].

Studies op metallisaties met hoge Cu-concentraties maakte het mogelijk om de verschillende fasen in de precipitaatvorming te bestuderen.

De precipitaatvorming vangt op lage temperatuur aan met een groepering van Cu-atomen in (001)-vlakken zodat schijfvormige deeltjes gevormd worden. Deze zeer kleine precipitaten worden de Guinier-Preston zones (GP-zones) genoemd.

Wanneer de metallisatie veroudert of de temperatuur verhoogd wordt gaan de precipitaten groeien en worden de metastabiele  $\theta$ ''-CuAl<sub>2</sub>-precipitaten gevormd. Er bestaat nog steeds discussie over de samenstelling van deze fase gaande van zuiver Cu-precipitaten in de vorm van een stapeling van GP-zones tot een stapeling van Cu-lagen gescheiden door Al-lagen.

Via de metastabiele  $\theta$ '-fase wordt uiteindelijk de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-fase gevormd. Figuur 3.5 toont een gecombineerd fase en temperatuur-tijd transformatiediagram. Uit dit diagram volgt dat voor een dopering van 0.5wt.%Cu weinig tot geen metastabiele fasen voorkomen in de metallisatie. Enkel de  $\theta$ '-fase kan voorkomen indien snel afgekoeld wordt na depositie. Voor hogere Cudoperingen kunnen de metastabiele fasen sneller voorkomen. Voor de hier bestudeerde metallisaties zal dan ook voornamelijk de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-fase voorkomen.

Studies van de metastabiele  $\theta$ '-fase bij hogere doperingen tonen aan dat deze precipitaten niet de ronde vorm hebben die voor de preparaten in dit proefschrift worden gevonden maar uniform verdeeld zijn over de korrelgrenzen [*Mis93*]. Het blijkt dat deze structuren mechanisch sterker zijn dan de structuren met stabiele precipitaten [*Lin91*]. Dit zou de weerstand kunnen verhogen tegen elektromigratie omdat er geen Cu-arme korrelgrenzen aanwezig zijn in de metallisatie. Het bestaan van de metastabiele fase is echter tijdgebonden en gaat altijd over in de stabiele fase waarna dezelfde processen voorkomen als bestudeerd in de metallisaties van dit proefschrift.

De Cu-dopering zou kunnen verhoogd worden om de metastabiele fasen langer aanwezig te hebben in de structuur. Studies tonen echter aan dat een te grote hoeveelheid Cu een kwaliteitsvermindering van de metallisaties teweegbrengt. Deze kwaliteitsvermindering manifesteert zich onder de vorm van corrosie door het Cu dat aan de oppervlakte van de metallisaties uitprecipiteert [Lee81]



Figuur 3.3: (AlCu) fase diagram voor lage concentraties Cu.



Figuur 3.4: a) TEM opname van een AlCu metallisatie. De zwarte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. b) Diffractie patroon van een CuAl<sub>2</sub>-precipitaat in een AlCu metallisatie.

Elektronendiffractie toont aan dat de precipitaten voorkomen in de vorm van de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> fase (Figuur 3.4b). Deze ronde precipitaten situeren zich zowel op de korrelgrenzen als in de korrels en hebben een gemiddelde korrelgrootte van ongeveer 100 nm. De CuAl<sub>2</sub> precipitaten zijn eenvoudig waarneembaar op de TEM beelden ten gevolge van hun relatief hoge absorptiecoëfficiënt die ervoor zorgt dat de precipitaten als zwarte deeltjes zichtbaar zijn (Figuur 3.6b).



Figuur 3.5: AlCu fasediagram die het effect van de afkoelsnelheid op de precipitaatfase toont. [Ahn87]

Door de metallisatie niet volledig planparallel te polijsten, is het mogelijk om een beeld te krijgen van de microstructuur op verschillende diepte in de metallisatie. De dunne stukken metallisatie (verst doorgepolijst) geven een beeld van de microstructuur dicht tegen het oppervlak van de metallisatie weer (Figuur 3.6a). De dikkere delen geven een beeld van de microstructuur dichter bij de substraatzijde (Figuur 3.6b). Uit de TEM beelden blijkt duidelijk dat er enkel een verdeling van CuAl<sub>2</sub> precipitaten voorkomt in de dikkere stukken van de metallisatie en dus dichter bij de substraatzijde van het preparaat. Met behulp van secundaire ionen massa spectroscopie (SIMS) werd de Cu-concentratie bepaald als functie van de diepte onder het oppervlak.



Figuur 3.6: Al korrelstructuur voor een Al-0.5wt.%Cu metallisatie a) Deze opname (17 kX) toont een sterk verdund deel van de metallisatie. Er zijn geen precipitaten aanwezig in de korrelstructuur. b) Deze TEM opname (45 kX) toont een dikker deel van de metallisatie. Er zijn duidelijk CuAl<sub>2</sub> precipitaten aanwezig in de korrelgrenzen en de korrels.



Figuur 3.7: a) SIMS diepteprofiel voor de Cu-verdeling in de z-richting van het AlCu preparaat afgezet bij 200°C. De oorsprong op de x-as toont de distributie aan de oppervlakte van de metallisatie. Het einde van het profiel geeft de Cu distributie aan de grens metallisatie/SiO<sub>2</sub>. Er is een niet-uniforme distributie van de Cu-concentratie met een piek aan de substraatzijde. b) Defecten aanwezig in het dunste deel van de metallisatie onder de vorm van dislocatieringen.(100 kX)

In Figuur 3.7a wordt het resultaat getoond van deze SIMS diepteprofilering. Op de verticale as wordt het aantal tellingen van CuCs clusters per seconde weergegeven. Op de horizontale as duidt de oorsprong de oppervlakte van de metallisatie aan. Het diepteprofiel wordt weergegeven over een diepte van 800 nm tot aan de overgang van metallisatie naar substraat. Figuur 3.7a toont een niet-uniforme Cu-distributie in de AlCu metallisaties gedeponeerd op substraatzijde significante T<sub>denos</sub>=200°C. Aan de is er een Cuconcentratieverhoging.

In de literatuur wordt de oorzaak van dit fenomeen aan het sputterproces toegeschreven [Ahn87] [Lin87]. Tijdens depositie worden vele defecten gecreëerd in de eerste atoomlagen van de metallisatie ten gevolge van de structurele verschillen in laagopbouw tussen het oxide en de metallisatie. Deze defecten zijn plaatsen waar Cu bij voorkeur uitprecipiteert. Wanneer de thermische energie voldoende hoog is, diffunderen de Cu-atomen uit de omgeving naar deze defecten. Dit resulteert in een snelle precipitaatgroei in de omgeving van de grenslaag.

De niet-uniforme distributie van de CuAl2-precipitaten kan een grote invloed hebben op het elektromigratieproces in de baanstructuren. De resistiviteit van de metallisatie varieert met de afstand tot het oppervlak. In de eerste 400 nm onder het oppervlak van de metallisatie is de resistiviteit beduidend lager dan in de 400 nm vanaf het substraat. Door de afwezigheid van Cu in de tophelft van de interconnectie valt de functie van het Cu als weerstand tegen elektromigratie weg. Migratie van Al kan gemakkelijk plaatsvinden in dit deel van de baan. De beperkte levensduur van dit type baanstructuren is dan ook niet enkel een gevolg van de vele korrelgrenzen en tripelpunten maar ook ten gevolge van de niet-uniforme Cudistributie. Een microstructurele studie van baanstructuren met een depositietemperatuur T<sub>depos</sub>=200°C wordt in Hoofdstuk 4 van dit proefschrift uitgevoerd.

Merk op dat een perfecte TEM-verdunning kan leiden tot een verkeerde interpretatie van de microstructuur. Het TEM-preparaat wordt steeds naar het oppervlak toe verdund. Om een goed TEM-preparaat te maken mag de dikte van het preparaat maximaal 400 nm dik zijn. Hierdoor wordt de meerderheid van de precipitaten, die zich voornamelijk aan de substraatzijde bevinden, weggepolijst. Ook voor *in-situ* elektromigratietesten in de microscoop is dit gevaar reëel. Wanneer het substraat weggeëtst wordt, is het mogelijk dat een klein deel van de structuur mee verwijderd wordt. In dit geval zal een groot deel van de precipitaten ook verdwenen zijn waardoor de resultaten van de elektromigratietest niet overeenstemmen met de realiteit. In Figuur 3.7b wordt een TEM opname getoond waarin een aantal regelmatig voorkomende defecten aanwezig is. De defecten zijn dislocatieringen. Mogelijke oorzaken zijn het polijstproces of spanningen die in de metallisatie aanwezig zijn.

Voor AlCu metallisaties met depositietemperatuur  $T_{depos.}=400$ °C wordt dezelfde korrelgrootte gevonden als bij zuivere Al-metallisaties afgezet bij dezelfde depositietemperatuur (Figuur 3.8). Uit het fasediagram wordt duidelijk dat de oplosbaarheidgrens voor 0.5wt.% Cu overschreden is waardoor alle Cu-atomen zich in oplossing bevinden. Er zijn geen precipitaten meer aanwezig in de structuur die de korrelgrenzen kunnen blokkeren en als dusdanig de korrelgroei belemmeren.



Figuur 3.8: TEM opname (3 kX) van Figuur 3.9: SIMS diepteprofiel van de de korrelstructuur voor een AlCu Cu-verdeling in de z-richting van het metallisatie met  $T_{depos.}$ =400°C. De AlCu preparaat ( $T_{depos.}$ =400°C). De zwarte lijnen die aanwezig zijn in de oorsprong op de x-as toont de distributie Al korrels zijn buigingslijnen ten aan de oppervlakte van de metallisatie. gevolge van de mechanisch zwakke Het einde van het profiel geeft de Cu structuur (door de grote Al korrels). distributie aan de grens metallisatie/SiO<sub>2</sub>. Het Cu is volledig in oplossing. Er is duidelijk een uniforme distributie van de Cu-concentratie.

Zoals eerder vermeld, is het mogelijk dat door een snelle afkoeling van de metallisatie, één van de metastabiele fasen van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten kan voorkomen. [*Ahn87*]. Figuur 3.10a toont een beeld van een  $\theta$ '-CuAl<sub>2</sub> precipitaat. Uit het diffractiepatroon in Figuur 3.10b kan deze fase afgeleid worden. De

metallisatie is gedeponeerd op  $T_{depos.}=200^{\circ}C$  en heeft vervolgens een temperatuurcyclus ondergaan tot 450°C [*Proost96*].

Zoals bij de metallisatie gedeponeerd bij  $T_{depos.}=200^{\circ}C$ , werd ook hier een SIMS profiel gemaakt (Figuur 3.9) om de Cu distributie in de z-richting van de metallisatie te bepalen. In het profiel is duidelijk te zien dat er nu wel een uniforme Cu-verdeling in de AlCu laag voorkomt. Cu is volledig in oplossing en heeft zich uniform verdeeld over de metallisatie.



Figuur 3.10: a) TEM beeld van een CuAl<sub>2</sub> precipitaat in de metastabiele  $\theta$ '-fase. b) diffractiepatroon horende bij de het precipitaat uit de opname.

Voor metallisaties gedeponeerd bij deze temperatuur is de resistiviteit over de volledige diepte uniform. Dergelijke hoge temperaturen komen echter nooit voor bij elektromigratie-experimenten of onder operationele omstandigheden. Door lange tijd bij lagere temperaturen experimenten uit te voeren, precipiteert het Cu terug uit. In paragraaf 3.1.6 wordt aangetoond dat er opnieuw een niet-uniforme verdeling ontstaat in de zrichting van de metallisatie.

De reden voor deze hoge depositietemperatuur is het stimuleren van de korrelgroei. Door het in oplossing zijn van de volledige Cu-concentratie wordt, in tegenstelling tot bij een depositietemperatuur van  $T_{depos}=200^{\circ}$ C, de korrelgrensmobiliteit niet meer gehinderd door precipitaten. Hierdoor vermindert het aantal korrelgrenzen en verhoogt de weerstand tegen elektromigratie.

#### 3.1.5 Studie van Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu metallisaties

In Tabel 3.4 wordt de gemiddelde Al korrelgrootte van de AlSiCu metallisaties weergegeven voor 3 depositietemperaturen: 'koud', 200°C, 400°C.

	'koud'	200°C	400°C
Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu	100 nm	640 nm	$\sim 4.00 \mu{\rm m}$

Tabel 3.4: Gemiddelde Al korrelgrootten voor Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu metallisaties.

Voor de 'koud' gedeponeerde metallisaties is er een gemiddelde Al korrelgrootte van slechts 100 nm (Figuur 2.5). Ook hier wordt dit effect veroorzaakt door het verhinderen van het glijden van de Al korrelgrenzen door CuAl<sub>2</sub> precipitaten.



Figuur 3.11:. SIMS profiel voor de Cu-verdeling in de z-richting van het 'koud' gedeponeerde AlSiCu preparaat. De oorsprong op de x-as toont de verdeling aan de oppervlakte van de metallisatie. Het einde van het profiel geeft de Cu verdeling aan de grens metallisatie/SiO<sub>2</sub>. Er is een uniforme verdeling van de Cu-concentratie

Volgens het (AlCu) fasediagram zal het merendeel van het Cu in geprecipiteerde toestand aanwezig zijn in de metallisatie. Door de zeer kleine Al korrelgrootte en dus het overvloedig aanwezig zijn van korrelgrenzen en tripelpunten, zijn de precipitaten zeer klein. Door de lage depositietemperatuur krijgen de Cu-atomen onvoldoende thermische energie om te diffunderen en zich samen te voegen tot grote precipitaten. In Figuur 3.11 wordt het SIMS profiel weergegeven van een 'koud' gedeponeerde AlSiCu metallisatie. Zoals verwacht is er een uniforme verdeling van de Cu-concentratie in het preparaat.



Figuur 3.12:.a) TEM helderveldbeeld van de oppervlakte van een koud gedeponeerd AlSiCu preparaat dat met EDX geanalyseerd wordt op de chemische samenstelling. De pijlen duiden de precipitaten aan die m.b.v. EDX kunnen worden gelocaliseerd. b) Resultaat van de EDX analyse voor de Cuconcentratie. Er zijn vier Cu-houdende precipitaten detecteerbaar in de metallisatie.

In Figuur 3.12a wordt een helderveld TEM beeld getoond van een koud gedeponeerde metallisatie. De Al-korrels en de precipitaten hebben ongeveer dezelfde grootte waardoor het moeilijk wordt om de precipitaten onmiddellijk te onderscheiden van gediffracteerde Al-korrels. In dergelijke gevallen is het mogelijk om de precipitaten op te sporen met behulp van EDX Figuur 3.12b toont een EDX-analyse van het gebied uit Figuur 3.12a waaruit duidelijk de positie van vier Cu-houdende precipitaten blijkt.

Voor de metallisaties afgezet bij T<sub>denos.</sub>=200°C worden ongeveer dezelfde gemiddelde Al-korrelgrootte gevonden als voor de AlCu metallisaties. In Figuur 3.13 wordt een TEM opname getoond van de microstructuur. De piil wijst een CuAl<sub>2</sub> precipitaat aan. De opname vertoont veel defecten als gevolg van het feit dat er geen uiteindelijke verdunning met de ionenbundel toegepast is. De deformaties zijn een gevolg van het mechanisch polijstproces.



korrelstructuur van een zwarte pijl duidt een de finale polijststap met ionenbundel.(35 kX)

Figuur 3.13: TEM opname van de Figuur 3.14:. SIMS profiel voor de Cu-AlSiCu verdeling in de z-richting van een AlSiCu metallisatie afgezet op 200°C. De preparaat gedeponeerd op 200°C. De CuAl<sub>2</sub> oorsprong op de x-as toont de verdeling precipitaat aan. De vele deformaties aan de oppervlakte van de metallisatie. zijn een gevolg van het weglaten van Het einde van het profiel geeft de Cu de verdeling aan de grens metallisatie/SiO<sub>2</sub>. Er is een niet-uniforme verdeling van de Cu-concentratie

De precipitaten hebben net als bij de AlCu metallisaties een gemiddelde korrelgrootte van 100 nm. Ook hier bevinden ze zich zowel in de korrelgrenzen als in de Al korrels. In Figuur 3.14 wordt een SIMS profiel weergegeven van de metallisatie. Opnieuw is er een niet-uniforme verdeling van de Cu-atomen in de zrichting van de metallisatie. De reden is ook hier de gunstige positie voor het uitprecipiteren van Cu in het defectrijke gebied dicht bij het substraat.

Voor AlSiCu gedeponeerd op een temperatuur van 400°C (Figuur 3.15) is de gemiddelde Al korrelgrootte (Tabel 3.4) vergelijkbaar met de gemiddelde korrelgrootte voor de AlCu metallisatie afgezet bij dezelfde temperatuur. Net als bij de AlCu metallisatie is de grote toename van de korreldiameter een gevolg van het wegvallen van de blokkerende functie van de CuAl<sub>2</sub> precipitaten op de korrelgrenzen. Het resultaat van de SIMS studie (Figuur 3.16) toont het profiel van een uniforme Cu-verdeling in de z-richting van de metallisatie.



kX)



Figuur 3.15: TEM opname van de Figuur 3.16:. SIMS profiel voor de Cukorrelstructuur van een AlSiCu verdeling in de z-richting van een AlSiCu metallisatie afgezet op 400°C.(3 preparaat gedeponeerd op 400°C. De oorsprong op de x-as toont de verdeling aan de oppervlakte van de metallisatie. Het einde van het profiel geeft de Cu verdeling aan de grens metallisatie/SiO<sub>2</sub>. Er is een uniforme verdeling van de Cu-concentratie.

# 3.1.6 Studie van de invloed van temperatuurstappen op de verschillende metallisaties

Nu de microstructuur van de verschillende metallisaties bij verschillende depositietemperaturen gekend is, worden de metallisaties die het additie-element Cu bevatten, onderworpen aan thermische nabehandelingen. Zo kan nagegaan worden hoe de temperatuurvariaties een invloed kunnen hebben op de microstructuur van de verschillende metallisaties. In het bijzonder wordt ook gekeken naar het precipiteer- en oplosgedrag van de additie-elementen. Onderzoek toont immers aan dat temperatuurbehandelingen die elektromigratietesten voorafgaan (uitgloeistappen), een gunstige invloed hebben op de levensduur van de interconnecties.

Wanneer de uitgloeistap op T>T<sub>depos.</sub> uitgevoerd wordt, zal de Alkorrelgrootte toenemen en dus het aantal korrelgrenzen afnemen waardoor de weerstand tegen elektromigratie verhoogd wordt. Ook het aantal defecten die tijdens depositie in de metallisatie geïntroduceerd werden, zal door de uitgloeistap afnemen. Over de invloed van de temperatuurstappen op de Cu-verdeling in de metallisatie is minder gekend. De SIMS resultaten uit de vorige paragraaf tonen aan dat er een niet-uniforme Cu-verdeling in de z-richting van de metallisatie is, die een negatieve invloed kan hebben op de levenduur. In deze paragraaf wordt nagegaan of de Cu-verdeling verandert onder invloed van verschillende temperatuurstappen.

#### 3.1.6.1 AlCu metallisaties

Een AlCu metallisatie met  $T_{depos.} = 400^{\circ}$ C, werd uitgegloeid op  $T_{uitgloei} = 200^{\circ}$ C gedurende 70 uren in een vacuümoven om oxidatie van de metallisatie te voorkomen. Na deze uitgloeistap wordt het preparaat verdund. Het resultaat wordt getoond in Figuur 3.17a. De gemiddelde Al korrelgrootte is dezelfde gebleven als voorheen (4  $\mu$ m). Op de korrelgrenzen, voornamelijk in tripelpunten, zijn er verschillende grote CuAl<sub>2</sub> precipitaten aanwezig. De precipitaten zijn veel groter in vergelijking met deze van een metallisatie die afgezet is op 200°C. De gemiddelde korrelgrootte van de precipitaten is ongeveer 400-500 nm.

Door de grote Al korrels zijn er veel minder korrelgrenzen en tripelpunten dan in een metallisatie die afgezet wordt bij 200°C. Hierdoor zal meer Cu op dezelfde plaatsen uitprecipiteren wat resulteert in grote CuAl<sub>2</sub> precipitaten. De vorm van de precipitaten verschilt ook van deze uit de metallisatie gedeponeerd op 200°C. Op  $T_{depos.}=200$ °C zijn de precipitaten rond of ovaal van vorm (zie Figuur 3.6b). Hier hebben de precipitaten een onregelmatige vorm. Studie van de diffractiepatronen van de precipitaten toont aan dat alle precipitaten voorkomen als de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> fase. Dit is een gevolg van de lange uitgloeitijd op hoge temperatuur.



Figuur 3.17: a) TEM opname van een AlCu metallisatie afgezet op 400°C en uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven. De CuAl<sub>2</sub> precipitaten zijn de zwarte korrels op de korrelgrenzen. b) SIMS profiel voor een AlCu metallisatie gedeponeerd op 400°C en vervolgens uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven. Er is een lichte verhoging van de Cuconcentratie aan het oppervlak en aan de substraatzijde van de metallisatie.

In Figuur 3.17b wordt het SIMS profiel getoond van een gelijkaardig behandelde metallisatie. Er is een duidelijke verhoging van de Cu-concentratie naar de oppervlakte en de substraatzijde toe. Aangezien de gemiddelde Al korrelgrootte ongeveer 4  $\mu$ m is en de dikte van de metallisatie 0.8  $\mu$ m bedraagt, zullen de meeste korrelgrenzen doorlopen van de oppervlakte naar de substraatzijde. Dit maakt dat de energetisch meest gunstige posities voor de Cu precipitaten ofwel aan de oppervlakte ofwel aan de defectstructuren aan de substraatzijde gesitueerd worden en niet centraal in de metallisatie. Dit verklaart de verhoging van de Cu-concentratie aan de boven- en onderzijde van de metallisatie.

#### 3.1.6.2 AlSiCu metallisaties

Een analoog onderzoek werd eveneens uitgevoerd naar de invloed van temperatuurvariaties op AlSiCu metallisaties.



Figuur 3.18: a) TEM opname van een AlSiCu metallisatie afgezet op 400°C en uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven. b) SIMS profiel voor een AlSiCu metallisatie gedeponeerd op 400°C en vervolgens uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven. Net als bij de AlCu metallisatie is er een Cu-concentratieverhoging aan de boven- en onderzijde van de metallisatie.

De metallisaties werden afgezet op 400°C en vervolgens uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven. In Figuur 3.18a wordt een TEM opname van de microstructuur getoond. Centraal in de opname bevindt zich een CuAl<sub>2</sub> precipitaat. Evenals bij de AlCu metallisaties is de gemiddelde Al korrelgrootte niet gewijzigd. De precipitaten hebben dezelfde gemiddelde korrelgrootte als deze van de AlCu metallisaties (400-500nm) die een analoge temperatuursbehandeling ondergingen. De meerderheid van de precipitaten bevindt zich op de korrelgrenzen die, zoals reeds eerder vermeld, de energetisch meest gunstige positie is. Ook hier zijn de precipitaten onregelmatig van vorm. De randen van de precipitaten volgen zeer strikt de vorm van de korrelgrens.

In Figuur 3.18b wordt het overeenkomstige SIMS profiel weergegeven. Net als bij de analoog behandelde AlCu metallisaties is er een niet-uniforme Cu verdeling in de diepte van de metallisatie. Er ontstaan twee pieken van Cu concentraties; de eerste aan het oppervlak van de metallisatie en de andere aan de substraatzijde.

Deze resultaten zijn in tegenstelling met de literatuur waar geopperd wordt dat er steeds een uniforme verdeling is na uitgloeiing van de metallisaties [Venkatraman90].

Wanneer de SIMS-profielen van de AlCu en de AlSiCu-metallisaties vergeleken worden, is voor het AlSiCu-systeem de Cu-concentratiepiek aan de substraatzijde hoger dan voor de AlCu-metallisatie. Dit kan verklaard worden door de aanwezigheid van 1wt.%Si in de metallisatie. Bij 400°C is de Si-concentratie volgens het fazediagram niet volledig in oplossing. Hierdoor zullen de nog aanwezige Si-precipitaten verhinderen dat de meeste defecten uitgegloeid worden. Hierdoor zal een groot deel van de Cu-concentratie terug precipiteren aan deze defecten aan de substraatzijde. In het AlCu-preparaat worden de Al-korrelgrenzen niet gehinderd door aanwezige precipitaten waardoor het merendeel van de defecten verdwijnt uit de metallisatie. De CuAl<sub>2</sub>-precipitaten zullen dan voornamelijk voorkomen aan de oppervlakte van de metallisatie.

Een tweede thermisch experiment werd uitgevoerd op een AlSiCu metallisatie die afgezet werd bij kamertemperatuur ("koud") en daarna, gedurende 70 uren op 200°C, uitgegloeid werd. Figuur 3.19a toont een TEM opname van deze metallisatie. De gemiddelde Al korrelgrootte van 680 nm is vergelijkbaar met de gemiddelde Al korrelgrootte voor metallisaties afgezet bij 200°C. De precipitaten zijn voornamelijk te vinden op de korrelgrenzen en hebben een onregelmatige vorm. Figuur 3.19b toont het bijhorende SIMS profiel. In vergelijking met het SIMS profiel van een koud gedeponeerde metallisatie (Figuur 3.11) wordt een verhoging van de Cu concentratie naar de substraatzijde toe vastgesteld.

Tijdens het koude depositieproces is de thermische energie voor de diffusie van Cu-atomen zeer laag waardoor deze zeer weinig mobiliteit bezitten om zich te verplaatsen naar energetisch gunstige posities zoals de defectstructuren aan de substraatzijde. Hierdoor is het Cu na koude depositie ongeveer uniform verdeeld over de diepte van de metallisatie. Door de uitgloeistap op 200°C krijgen de precipitaten wel voldoende thermische energie om te diffunderen naar defecten en korrelgrenzen. Door de initieel kleine Al-korrels zal de meerderheid van het Cu dat in de korrels aanwezig is, snel naar een korrelgrens kunnen diffunderen wat leidt tot overwegend CuAl<sub>2</sub>-precipitaten in de korrelgrenzen en niet in de Al-korrels.



Figuur 3.19: a) AlSiCu metallisatie gedeponeerd op kamertemperatuur en uitgegloeid op 200°C gedurende 70 uren in een vacuümoven.(17 kX) b) SIMS profilering toont een verhoogde Cu concentratie naar de substraatzijde toe.

### 3.1.7 Studie van Si-precipitatie

In de AlSiCu metallisaties wordt niet enkel het additie-element Cu toegevoegd aan de metallisatie maar ook Si. Zoals in de inleiding vermeldt, wordt een kleine hoeveelheid Si toegevoegd om diffusie van Si vanuit het substaat in de metallisatie te voorkomen.

Aan de metallisaties die in dit proefschrift bestudeerd worden, werd 1wt.% Si toegevoegd. Het gedrag van Si in de Al-matrix is dat van een additie element; er is een temperatuurafhankelijke oplosbaarheid en er worden precipitaten gevormd bij lage temperaturen. Dit geeft net als bij Cu-additie aanleiding tot reversibele processen. Op de TEM opnamen zijn nergens duidelijke Si precipitaten aanwezig. Dit wordt vooral veroorzaakt door het feit dat Si ongeveer dezelfde absorptiecoëfficiënt heeft als Al. Hierdoor wordt detectie vrij moeilijk. Een mogelijkheid is opnieuw een EDX analyse uit te voeren op de metallisatie.

Het blijkt echter dat de Si-precipitaten zeer duidelijk zichtbaar worden in de vorm van zwarte deeltjes in het secundaire elektronenbeeld van de TEM (Figuur 3.20).



Figuur 3.20: TEM en Raster TEM beeld tonen hetzelfde gebied. Op het rasterbeeld zijn duidelijk de Si-precipitaten als zwarte precipitaten zichtbaar. Op het helderveldbeeld zijn de zwarte korrels de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten.

TEM studie toont aan dat de meerderheid van de Si-precipitaten zich aan de substraatzijde van de metallisatie bevinden (Figuur 3.21a+b). De hoeveelheid neemt sterk af naar het oppervlak toe. Dit is een bijkomende reden waarom er weinig Si-precipitaten in de TEM gedetecteerd worden. Door de noodzakelijke verdunning van de preparaten voor TEM studie, wat naar het oppervlak toe gebeurt, worden vele van de Si-precipitaten weggepolijst. Figuur 3.21c toont het een Si-precipitaat met bijhorend diffractiepatroon. De oriëntatie en de structuur van het diffractiepatroon tonen met zekerheid aan dat het hier om Si precipitaten gaat. Er wordt geen verbinding gevormd met Al uit de metallisatie.


Figuur 3.21: Raster TEM opnamen van dezelfde metallisatie met verschillende concentraties van Si precipitaten voor verschillende diktes van de metallisatie; a)Dicht tegen het substraat, b) dicht tegen het oppervlak. c) Uitvergroting van een Si-precipitaat in een helderveldbeeld met in de inzet het overeenkomstig diffractiepatroon.

## 3.2 Niet gepassiveerde baanstructuren

### 3.2.1 Doel van het onderzoek

Door het uitvoeren van een analytische studie van geëtste metallisaties wordt getracht om een beter inzicht te krijgen in de processen die zich afspelen tijdens elektromigratie in de baanstructuren. Er wordt vooral aandacht besteed aan de invloed die de CuAl<sub>2</sub> precipitaten hebben op het elektromigratiegedrag van de baantjes. In dit eerste deel zal nagegaan worden hoe de baanstructuren zich gedragen onder invloed van thermische processen. De baanstructuren zijn niet gepassiveerd zodat de eventuele verschillen in microstructuur eenduidig aan de geometrie van de baan kunnen toegewezen worden. De microstructuur wordt vergeleken met deze voor de filmstructuren uit paragraaf 3.1 en de literatuur.

Vervolgens zullen de irreversibele en reversibele processen bestudeerd worden die plaatsgrijpen in de baan. Uit weerstandsmetingen blijkt dat voor alle preparaten initieel een irreversibele weerstandsdaling plaatsvindt. In de literatuur wordt deze daling toegeschreven aan het uitgloeien van defecten en korrelgroei. In dit hoofdstuk zal nagegaan worden of deze effecten ook effectief in de microstructuur plaatsgrijpen. Vervolgens zal de invloed van de reversibele processen bestudeerd worden. Door de banen op verschillende temperaturen te brengen, zal de weerstand stijgen of dalen. Deze weerstandsveranderingen worden toegeschreven aan het oplossen of uitprecipiteren van de aanwezige additieelementen. Met SEM en TEM is het mogelijk om een duidelijk beeld te krijgen van deze processen.

#### 3.2.2 Experiment

De baanstructuren die in dit hoofdstuk bestudeert worden, zijn met behulp van fotolithografie geëtst uit metallisaties analoog aan deze uit paragraaf 3.1. De geëtste structuur bestaat uit rechte baanstructuren met verschillende breedte zonder passivatie- of barrièrelagen. De wafer wordt in verschillende delen gesneden die elk op hun beurt in een keramische verpakking gekleefd worden. Tijdens het kleven wordt de structuur gedurende 15 min op 170°C en 15 min op 270°C gebracht. Vervolgens worden Al1%Si verbindingsdraden ultrasoon op de bondvlakken aan de uiteinden van de baan vastgehecht. Deze verbindingsdraden staan in voor het elektrisch contact tussen de testbanen en de keramische verpakking. Het resultaat wordt weergegeven in Figuur 3.22.



Figuur 3.22: Overzicht van de geëtste metallisatie met de baanstructuren die in dit proefschrift bestudeerd worden. De inzet is een vergroting van de rechthoek en toont een bondvlak met een gedeelte van 2 banen en de AlSi verbindingsdraad. De cijfers naast de baantjes geven de breedte ( $\mu$ m) van de banen aan.

De bestudeerde banen hebben een lengte van  $200\mu$ m en  $2000\mu$ m, een breedte van  $3\mu$ m en een dikte van  $0.8\mu$ m. De depositietemperatuur bedraagt respectievelijk  $200^{\circ}$ C en  $400^{\circ}$ C.

Baanstructuren die een thermische belasting ondergaan worden in een buisoven geplaatst onder een He-atmosfeer om oxidatie van de niet gepassiveerde baanstructuren tegen te gaan. Wanneer de verpakking het toeliet, werden sommige baanstructuren in een oliebad geplaatst om de thermische processen te ondergaan. Het voordeel van een oliebad i.v.m. een buisoven is de grotere thermische stabiliteit. In een buisoven is de tempertuurstabiliteit  $\pm 0.01^{\circ}$ C terwijl een oliebad een stabiliteit heeft van  $\pm 0.005^{\circ}$ C [D'Haeger96]. Microstructureel onderzoek wordt uitgevoerd met TEM en REM. De banen die een lengte van  $200\mu$ m hebben kunnen over de gehele lengte bestudeerd worden met beide technieken. Voor de lange baanstructuren ( $2000\mu$ m) kan de structuur niet volledig elektronentransparant gemaakt worden.

# 3.2.3 De invloed van de temperatuurprocessen tijdens verpakking op de microstructuur.

In deze paragraaf wordt een studie uitgevoerd op de voorheen beschreven baanstructuren voor zowel verpakte als onverpakte structuren. Uit deze studie kan de invloed van de thermische processen, die voorkomen tijdens het verpakkingsproces, op de microstructuur bestudeerd worden.

#### 3.2.3.1 Al en AlSi baanstructuren (T<sub>depos</sub> < 100°C)

Voor deze studie wordt gebruik gemaakt van zuiver Al-metallisaties. Deze metallisaties werden bij kamertemperatuur gedeponeerd. Temperatuurstappen hoger dan 100°C zullen een Al-korrelgroei tot gevolg hebben.

In Figuur 3.23 wordt de Al-korrelstructuur getoond van een 3  $\mu$ m brede Al baan die niet verpakt werd. De gemiddelde Al-korrelgrootte kan voor baanstructuren niet meer bepaald worden met de cirkelmethode voorgesteld bij de studie van filmstructuren. In dit geval wordt een gelijkaardige methode gebruikt waar de cirkel vervangen wordt door enkele rechte lijnen waarlangs het aantal korrelgrenzen geteld wordt. Voor de bepaling van de gemiddelde korrelgrootte wordt verondersteld dat de korrels een cirkelvormige structuur bezitten.





In Tabel 3.5 wordt de gemiddelde Al-korrelgrootte voor deze baan structuren vergeleken met de gemiddelde korrelgrootte voor de vlakke Almetallisaties. Aangezien de metalisatie enkel een etsproces ondergaan heeft, zijn deze waarden ongeveer gelijk.



3 µm

76

Figuur 3.24: Helder-veld TEM beeld (9kX) van een verpakte Al-baan ( $w=3\mu m$ ). Tijdens het verpakkingproces: 15 min op 170°C en 15 min op 270°C. In Figuur 3.24 wordt een analoge Al-baan getoond die wel temperatuurstappen (15 min op170°C, 15 min op 270°C) ondergaan heeft ten gevolge van het verpakkingsproces.

Ook voor deze baan werd op dezelfde manier als voor de niet-verpakte baan de gemiddelde Al-korrelgrootte bepaald (Zie Tabel 3.5). Uit deze vergelijking blijkt dat de microstructuur van de Al-baan niet beïnvloedt wordt door de korte opwarming tijdens het verpakken van de baanstructuren.

Gemiddelde Al- korrelgrootte	Geëtst	Geëtst en verpakt	
Zuiver Al	494±10 nm	490±16 nm	

Tabel 3.5: Gemiddelde Al korrelgroottes voor Al metallisaties.

Hetzelfde experiment werd uitgevoerd voor een AlSi-metallisatie die ook op kamertemperatuur gedeponeerd werd. De resultaten van de gemiddelde Al korrelgroottebepaling tonen dat ook hier geen wijzigingen optreden voor de verschillende preparaten.

Uit deze experimenten kan dus besloten worden dat de opwarming gedurende de verschillende temperatuurstappen tijdens het kleven van de preparaten in de keramische verpakking weinig of geen macroscopische invloed heeft op de microstructuur van de metallisaties.

#### 3.2.4 Studie van AlSiCu baanstructuren met T<sub>depos</sub>=200°C

In Figuur 3.25 wordt een TEM opname getoond van de microstructuur van een AlSiCu metaalbaan gedeponeerd op  $T_{depos.}=200^{\circ}C$ . In het bovenste gedeelte van de Figuur wordt een deel van de baan getoond waar juist de SiO<sub>2</sub>-laag weggepolijst is. Dit betekent dat het preparaat nog ongeveer de dikte van de baan heeft (±800nm). Er zijn vele kleine CuAl<sub>2</sub>-precipitaten aanwezig in de microstructuur. In het onderste gedeelte van de figuur wordt een ander gebied van dezelfde baan getoond maar waar de baan verder is gepolijst. De microstructuur die hier getoond wordt geeft een beeld van de tophelft van de baan. Er zijn nog slechts enkele precipitaten aanwezig. De niet-uniforme Cu-distributie als functie van de diepte in de baan.



Figuur 3.25: TEM opnamen van een onbelaste AlSiCu baan met  $w=3\mu m$ , t=0.8 $\mu m$ . Het bovenste baangedeelte toont de microstructuur aan de substraatzijde. De zwarte deeltjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De onderste opname toont de microstructuur naar het oppervlak van de baan toe.



Figuur 3.26: a) TEM opname van een CuAl<sub>2</sub>-precipitaat in een AlSiCu baan. b) Diffractiepatroon van het CuAl<sub>2</sub>-precipitaat uit a). De diffractiespots van onderliggende Al-korrels zijn eveneens zichtbaar.

In Figuur 3.26 wordt een helderveld TEM opname getoond van een CuAl<sub>2</sub>-precipitaat en het bijhorende difractiepatroon. Het feit dat de precipitaten kleine afmetingen hebben en enkel voorkomen aan de substraatzijde van de metallisatie maakt het moeilijker om een duidelijk diffractiepatroon van deze precipitaten te bekomen. Er is veel interferentie met de diffractiepatronen van onderliggende Al-korrels.

De bepaling van de gemiddelde Al-korrelgrootte geeft dezelfde korrelgrootte als voor de niet-geëtste metallisaties (Tabel 3.6). Door de afzetting op 200°C zal er geen korrelgroei optreden tijdens de temperatuurstappen voor het etsen en verpakken van de baanstructuren.

Gemiddelde Al- korrelgrootte	Niet geëtst	Geëtst en verpakt	Uitgloei T=230°C
AlSiCu T <sub>depos.</sub> =200°C	640 ±81 nm	654±40 nm	949±90 nm

Tabel 3.6: Vergelijking van de gemiddelde Al-korrelgrootte voor niet geëtste en geëtste metallisaties. De derde kolom geeft de gemiddelde korrelgrootte voor uitgegloeide banen.

De baanstructuren die in dit proefschrift bestudeerd worden, ondergaan tijdens de verouderingsexperimenten een stroombelasting van j=1MA/cm<sup>2</sup> en een temperatuurbelasting T<sub>instel</sub>=230°C. Deze temperatuurbelasting wordt zo hoog mogelijk gekozen (maximum voor de buisoven) om het verouderingsproces zo te versnellen dat elektromigratie kan bestudeerd worden.

Tijdens depositie van de metallisaties worden vele defecten geïntroduceert in de microstructuur voornamelijk ten gevolge van structurele verschillen tussen substraat en metallisatie waardoor een niet-evenwichtstoestand ontstaat.

Door de baan voorafgaand aan het verouderingsexperiment een uitgloeistap te laten ondergaan, relaxeert de structuur naar een evenwichtstoestand. Dit resulteert in een irreversibele weerstandsdaling. Onderzoek toont aan dat het uitgloeien van de metallisaties voor het uitvoeren van een verouderingsproces een positieve invloed heeft op het elektromigratieproces [Kim92].

Om de microstructuur te bestuderen werd een baan onderworpen aan een uitgloeistap op  $T_{instel}=230^{\circ}C$  gedurende 50 uur. Om het weerstandsverloop te kunnen weergeven werd een kleine stroom I=0.2 mA doorheen de baan gestuurd. Deze stroom veroorzaakt geen Joule-opwarming. De richting van de stroom werd

tijdens de meting periodisch omgekeerd om zeker geen elektromigratie in de baan te induceren tijdens de uitgloeistap.

In Figuur 3.27 wordt het weerstandsverloop van een AlSiCu baan met  $w=3 \mu m$  weergegeven. Er is duidelijk een relatieve weerstandsdaling van ongeveer 6000 ppm.





Deze baan werd vervolgens geprepareerd voor TEM-studie. In Figuur 3.7 wordt de microstructuur van de volledige baan getoond. De zwarte deeltjes in de structuur zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Wanneer de microstructuur vergeleken wordt met de microstructuur van een niet-belaste baan wordt er een stijging van de gemiddelde Al-korrelgrootte vastgesteld. Dit is een gevolg van het uitgloeien op een hogere temperatuur dan de depositietemperatuur. Door de hogere temperatuur zal volgens het fasediagram ook iets meer Cu in oplossing zijn. De bepaling van de gemiddelde precipitaatgrootte (~115nm) kan dit kleine verschil echter niet aantonen. Hieruit volgt dat de precipitaten niet van plaats veranderen tijdens de thermische behandeling. Indien dit wel het geval zou zijn, werden waarschijnlijk grotere precipitaten gevonden in de microstructuur.

De resultaten van deze studie zullen als basis dienen om de invloed van stroombelasting op de microstructuur na te gaan.



Figuur 3.28: Samenstelling van TEM opnamen waarin de microstructuur van een AlSiCu baan ( $l=200\mu m$ ,  $w=3 \mu m$ ) over de volledige lengte van de baan getoond wordt. De zwarte deeltjes in de Figuur zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten.

#### 3.2.5 Studie van AlSiCu baanstructuren met T<sub>depos</sub>=400°C

Voor de baanstructuren met depositietemperatuur  $T_{depos.}$ =400°C bedraagt de gemiddelde Al-korrelgrootte ongeveer 4 $\mu$ m (zie Hoofdstuk 3.1). Aangezien het uitgloeiproces plaatsvindt op een temperatuur  $T_{instel} < T_{depos.}$ is er geen verdere korrelgroei. Wel zal het Cu uitprecipiteren op de korrelgrenzen en in de Al-korrels onder de vorm van CuAl<sub>2</sub>-precipitaten.

In Figuur 3.29 wordt het weerstandsverloop weergegeven voor een AlSiCu-baan die gedurende 100 uur op 230°C uitgegloeid wordt. Net als bij de baan uit de vorige paragraaf wordt ook hier een zeer kleine stroom van I=0.2 mA doorheen de baan gestuurd om het weerstandsverloop te kunnen volgen.



Figuur 3.29: Weerstandsverloop voor een AlSiCu-baan tijdens een uitgloeistap van 100 uur op 230°C. Er is een irreversibele weerstandsdaling ten gevolge van het uitgloeien van defecten en het precipiteren van Cu.

Wanneer de amplitude van deze weerstandsdaling vergeleken wordt met de weerstandsdaling voor  $T_{depos}$  = 200°C blijkt er een verschil van ongeveer 10000ppm te bestaan tussen de verschillende monsters met verschillende depositietemperaturen. Om dit te verklaren worden de verschillende processen beschouwd die plaatsvinden in de verschillende structuren:

T<sub>depos</sub> = 200°C: Al-korrelgroei (weerstandsdaling) Oplossen van Cu, Si-precipitaten (weerstandsstijging) Uitgloeien van defecten (weerstandsdaling)

### T<sub>depos</sub> = 400°C: Precipitatie van Cu, Si-precipitaten (weerstandsdaling) Uitgloeien van defecten (weerstandsdaling)

Deze opsomming beschouwt enkel de processen die een verschil in weerstandverandering kunnen geven in de verschillende metallisaties.

Het belangrijkste verschil tussen beide structuren is het reversibele precipitatiegedrag van de additie-elementen. Om te bepalen hoeveel weerstandsverandering geïnduceerd wordt door het precipitatieproces, werd een uitgegloeide metallisatie onderworpen aan een temperatuurbelasting T>T<sub>uitgloei</sub>. In Figuur 3.30 wordt het weerstandsverloop getoond voor een metallisatie die uitgegloeid werd op T<sub>uitgloei</sub>=230°C en vervolgens op een temperatuur van 237°C gebracht werd.



Figuur 3.30: Relatieve weerstandsverandering voor een uitgegloeide AlSiCu baanstructuur ( $T_{uitgloei}=230$ °C) die vervolgens gedurende 18 uur op 237°C gebracht is.

Dit resulteert in een relatieve weerstandsstijging  $\Delta R/R_0 = ~700$  ppm. De relatieve weerstandsverandering per temperatuurseenheid ten gevolge van Cu- en Si-precipitatie bedraagt ongeveer  $\Delta R/R_0 = ~100$  ppm/°C.

Voor de baan met  $T_{depos}$ =400°C betekent dit een daling van ongeveer 8000 ppm, aangezien er precipitatie plaatsvindt vanaf het moment dat de oplosbaarheidsgrens (310°C) overschreden wordt.

Voor de baan met  $T_{depos.}=200^{\circ}$ C is dit een stijging van ongeveer 3000 ppm. Dit geeft een verschil van ~11000 ppm. Het kleine verschil tussen de hier berekende en de experimenteelbepaalde weerstandsvariatie kan verklaard worden met de kleine extra weerstandsdaling ten gevolge van de Al-korrelgroei.

In Figuur 3.11 wordt een REM-BSE beeld getoond van de microstructuur van een interconnectie gedeponeerd op  $T_{depos}$ = 400°C. De Al-korrelgrootte is dezelfde gebleven als voorheen. Net als bij de niet-geëtste metallisaties waar een uitgloei uitgevoerd wordt op  $T_{uitgloei}$ =200°C, precipiteren de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten zowel in de Al-korrels als op de korrelgrenzen met een voorkeur voor de tripelpunten en de randen van de baan (Figuur 3.31). Net als bij de niet-geëtste metallisaties hebben de precipitaten een onregelmatige vorm.



Figuur 3.31: a) TEM opname van een gedeelte van een AlSiCu-baan. De precipitaten (zwarte deeltjes) komen vooral voor op de tripelpunten en aan de rand van de baan.

Om na te gaan of de microstructuur nog veranderingen ondergaat indien deze langdurig aan een uitgloeiproces onderworpen worden, werden verschillende baanstructuren gedurende periodes tussen 300 en 450 uur aan een uitgloeibehandeling onderworpen. De precipitaten veranderen echter niet van plaats en de weerstandsvariatie is nagenoeg nul.



Figuur 3.32: REM\_BSE opname waarin de microstructuur van een AlSiCu baan ( $l=200\mu m$ ,  $w=3 \mu m$ ) over de volledige lengte van de baan getoond wordt. De witte deeltjes in de Figuur zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten.



## 3.3 Multilaagstructuren

### 3.3.1 Doel van het onderzoek

Zoals besproken in de inleiding, zijn multilaagstructuren de structuren van de toekomst voor geïntegreerde schakelingen. Door de niet aflatende miniaturisering en het steeds complexer worden van de de geïntegreerde schakeling zal men in de toekomst overgaan tot structuren met verbindingsbanen op meerdere niveau's. Aangezien de elementaire actieve en passieve componenten, die verbonden moeten worden om tot een geïntegreerde schakeling te komen, steeds kleiner worden en dichter bij elkaar geplaatst worden, moeten de interconnecties tussen deze componenten ook smaller worden. Uiteindelijk zullen er (semi-)bamboebanen voorkomen op de laagste niveaus in een multilaagstructuur. Het is bekend dat een baan met deze structuur onderhevig is aan een andere elektromigratiemechanisme. Waar er in een polykristallijne baan vooral korrelgrensdiffusie aan de basis ligt van het elektromigratieprobleem, zal in een semi-bamboebaan faling door elektromigratie bepaald worden door de plaats en de lengte van de nog steeds aanwezige polykristallijne delen in de baan.

Een tweede verandering in vergelijking met de eerder bestudeerde structuren is de aanwezigheid van verschillende barrièrelagen boven en onder de metallisatie. Deze lagen hebben dezelfde functie als bij één laag van banen die omgeven zijn met de barrièrelagen nl.; goede eigenschappen tegen diffusie, tegen vorming van ophopingen en als anti-reflectielaag voor de lithografie. Bijkomend zorgen de barrierelagen hier voor een vermindering van de spanning in de baan die veroorzaakt wordt door verschillende thermische uitzettingscoefficient van de diëlektrische tussenlaag. Te grote spanningen kunnen leiden tot spanningsmigratie en de vorming van gaten in de baan.

Om de verbinding tussen de verschillende niveau's tot stand te brengen, wordt er gebruik gemaakt van verticale baanstructuren, ook wel via's genoemd. De samenstelling van de via's evolueerde van Al-1%Si naar Wolfraam (W) plugs omgeven met een Ti/TiN laag. Zoals eerder vermeld, is het voordeel van W-via's dat er geen elektromigratie plaatsvindt en dat depositie gemakkelijker is in de smalle via-gaten. Nadeel is dat de resistiviteit van W groter is dan die van Al-1%Si. De viastructuren zijn echter kort (< 1 $\mu$ m) zodat de invloed van deze hogere resistiviteit zeer beperkt blijft. Door de resistentie van W tegen elektromigratie zal er onder invloed van een elektronenwind van een aangelegde stroom geen metallisatiemateriaal van het ene niveau in de baanstructuur op het volgende niveau terechtkomen. Hierdoor is het echter wel mogelijk dat er een ophoping ontstaat van gemigreerd Al en additie-atomen aan de zijde waar de elektronen de via ingaan en gatenvorming in de buurt waar de elektronenstroom de via verlaat.

In deze paragraaf zal er een studie gemaakt worden van de multilaagstructuur na depositie en na het uitvoeren van een thermische belasting. In het volgende hoofdstuk zal de microstructuur van deze banen vergeleken worden met banen die een thermische en een stroombelasting ondergaan hebben.

Door de gelaagde structuur is het niet mogelijk om met REM de baanstructuur op onderliggende niveau's te bestuderen. Daarom zal de microstructuur met TEM bestudeerd worden.

## 3.3.2 Experiment

De structuren die bestudeerd worden bestaan uit 2 metaal-niveau's (METAL 1 en METAL 2) gescheiden door een diëlectrische oxidelaag (IMD). Figuur 3.33 toont een zijaanzicht van de volledige structuur. De metaalbanen zijn beide Al-1%Si-0.5%Cu banen met een Ti/TiN laag boven en onder de baan. Bovenop de totale structuur is er nog een Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-passivatielaag aangebracht om beschadiging van de toplaag te voorkomen en ophopingen te onderdrukken. Aangezien de passivatielaag bij een hoge temperatuur afgezet wordt, kan dit een invloed hebben op de microstructuur van de metaalbanen.





De lengte, dikte en breedte van de metaalbaan op METAL 1 niveau zijn respectievelijk 800  $\mu$ m, 0.5  $\mu$ m en 0.7  $\mu$ m. De depositie van de metaalbanen en de Ti/TiN –lagen gebeurde bij 300°C, terwijl de verschillende lagen van de dielectrische tussenlaag afgezet werden bij 450°C. Deze hoge afzettemperaturen maken dat de gemiddelde Al korrelgrootte in de banen groter is dan de breedte van de baan, wat de baan een semi-bamboe karakter geeft.

De stroom en de spanningsdraden worden vastgemaakt op de bondvlakken op METAL 2 die op hun beurt met een W plug (via) verbonden zijn met de baan op METAL 1 niveau. De via heeft een diameter van 0.5  $\mu$ m en is volledig omgeven door de een Ti/TiN laag.

Na depositie van alle lagen volgt er nog een finale 'sinter' gedurende 20 minuten bij 420°C. Vervolgens wordt de multilaagstructuur vastgekleefd in een keramische verpakking waarbij Al-1%Si draden de verbinding verzorgen tussen de verpakking en de multilaagstructuur.

Voor de preparatie van deze multilaagpreparaten voor TEM wordt de techniek gebruikt die beschreven staat in hoofdstuk 2. Het is niet mogelijk om de baan over de volledige lengte (800  $\mu$ m) te verdunnen vermits de omliggende structuur niet sterk genoeg is om de baan vast te houden.

In Figuur 3.34a wordt een TEM opname getoond van een uiteinde van de baan samen met een deel van het bondvlak op METAL 1 niveau. Zoals eerder gezegd worden de bondvlakken op METAL 2 niveau gebruikt voor het contact met de buitenwereld. METAL 1 en METAL 2 zijn echter identiek aangemaakte niveau's. Het bondvlak op de foto heeft geen enkele functie in deze multilaagstructuren. De pijl met 'via' geeft aan waar de W-plug op het bondvlak terecht komt en waarlangs de stroom doorheen de baan gestuurd wordt. De brede baan die van het bondvlak naar beneden loopt, is verbonden met een tweede bondvlak hetwelk op METAL 2 dienst doet als bondvlak voor de spanningsdraden.



Figuur 3.34: a) TEM foto die een overzicht geeft van de metallisatiestructuur op METAL 1 niveau aan het uiteinde van de baan. De Al korrelstructuur is zichtbaar. b) TEM foto die een uitvergroting van een deel van het bondvlak toont. Diffractie(zie inzet) toont aan dat de zwarte deeltjes resten zijn van de Ti/TiN laag die boven en onder de metallisatie voorkomt.

Figuur 3.34b is een TEM foto die en uitvergroting toont van een deel van het bondvlak op METAL 1. De zwarte deeltjes in de structuur zijn resten van de Ti/TiN laag die boven en onder de baan aangebracht zijn. De inzet van de foto toont het diffractiepatroon van Ti zoals gevonden voor de grote zwarte korrel. Door de hoge afzettemperatuur en de finale 'sinter' op 420°C is alle Cu in oplossing. Er zijn geen precipitaten in de structuur aanwezig. De grijze ronde korrels en de grijze band aan de rand van het bondvlak zijn effecten van de verdunningstechniek.

#### 3.3.3 Invloed van thermische processen op de microstructuur.

De multilaagstructuren worden in een buisoven geplaatst onder een Heatmosfeer. Gedurende 50 uur worden deze preparaten onderworpen aan een uitgloeibehandeling bij 230°C. In Figuur 3.35 wordt het weerstandsverloop weergegeven van verschillende preparaten. Evenals bij de gewone baanstructuren geeft dit een dalend weerstandsverloop. Ten gevolge van de zeer smalle banen die hier gebruikt worden is de uitgloeistap echter niet volledig. Zelfs na een uitgloeistap van 200 uur bij T<sub>uitgloei</sub>=230°C is er nog steeds een daling merkbaar. Daarom wordt er na 50 uur gestopt met uitgloeien. Na 50 uren is de grootste daling in de preparaten immers verdwenen.



*Figuur 3.35: Weerstandsverloop voor verschillende multilaagpreparaten tijdens uitgloei op 230°C gedurende 50 uren.* 

De daling voor deze preparaten is evenals bij de niet gelaagde structuren een gevolg van uitgloeien van defecten en spanningen in de microstructuur en het uitprecipiteren van Cu uit de Al-matrix.

TEM-onderzoek kon echter geen Cu-precipitaten in de microstructuur aantonen. Studie van de bondvlakken achter de via vertoonde ook geen

precipitaten. Een EDX-analyse toonde slechts in één geval een zeer klein Cuhoudend precipitaat aan de rand de metallisatie (Figuur 4.24a).

Een mogelijke oorzaak kan gevonden worden in het feit dat niet de volledige baan verdund kan worden voor TEM-onderzoek. Dat er geen precipitaten in de bondvlakken gevonden wordt, kan verklaard worden door de interferentie van de resten van de Ti/TiN-laag. In Figuur 3.36 wordt een TEM opname van een gedeelte van het bondvlak getoond. Er is duidelijk te zien dat de resten van de Ti/TiN-laag zich voornamelijk op de korrelgrenzen bevinden waar het Cu bij voorkeur uitprecipiteert. Omdat de EDX-analyse slechts een beeld geeft van de toplaag van de metallisatie zal het Cu niet of moeilijk gedetecteerd worden. Een derde mogelijke verklaring kan gevonden worden in de preparatie van de structuren voor TEM. Omdat de structuren multilagen zijn moeten zowel de toplaag als het onderliggend substraat weggepolijst worden. Uit de SIMS-studie volgt dat de metallisaties waarvoor Cu bij depositie volledig in oplossing is, tijdens een uitgloei op lagere temperatuur twee concentratiepieken vertonen zowel aan de bovenzijde als de onderzijde. Door polijsten aan bovenzijde en onderzijde kunnen de precipitaten weggepolijst worden.



Figuur 3.36: TEM opname van een gedeelte van het bondvlak van METAL1. De kleine korrels zijn resten van de Ti/TiN-laag. Er zijn geen CuAl<sub>2</sub>-precipitaten gedetecteerd.

### 3.4 Studie van de bondvlakken

#### 3.4.1 Doel van het onderzoek

Elektromigratietesten op baanstructuren kunnen zowel op verpakte als onverpakte structuren uitgevoerd worden. Tijdens de aanmaak van teststructuren worden er meerdere testbanen geëtst (fotolithografie) in een metallisatie op een Sisubstraat. Deze baantjes kunnen opgemeten worden door met metalen naalden het contact tussen een willekeurige testbaan met de rest van de meetopstelling te bewerkstelligen ('wafer-level' techniek). De naalden worden tijdens het meten van een bepaalde teststructuur op de desbetreffende bondvlakken gedrukt. Deze bondvlakken zijn verbredingen aan de uiteinden van de baan om een elektrisch contact met de baan mogelijk te maken.

Na het etsen van de baantjes kan de metallisatie ook verdeeld worden, waarna de afzonderlijke stukken in een keramische verpakking gekleefd worden. De connectie tussen de testbanen en de verpakking wordt gemaakt met AlSi draden. Tijdens het kleven van de preparaten in de verpakking en het maken van de verbinding tussen de testbanen en de verpakking, wordt de volledige structuur op verschillende temperaturen gebracht (zie paragraaf 3.1). Dit kan lichte wijzigingen in de microstructuur van de metaalbaan veroorzaken die een invloed kunnen hebben op het weerstandsverloop en de elektromigratie-testen. Bij wafer-level testen wordt het preparaat bestudeerd zoals het gedeponeerd is en wordt er dus geen rekening gehouden worden met veranderingen die achteraf bij het verpakken kunnen optreden.

In dit proefschrift werd gebruik gemaakt van verpakte baanstructuren. Aangezien het overgrote deel van de commerciële geïntegreerde schakelingen verpakt is, is het belangrijk dat er ook rekening gehouden wordt met de eventuele microstructurele veranderingen die kunnen optreden tijdens het totale verpakkingsproces. Een tweede reden om verpakte preparaten te gebruiken is de mogelijkheid om op metaalbanen met dezelfde voorgeschiedenis temperatuurgedreven processen te bestuderen. Wil men temperatuurgedreven processen op wafer-level structuren bestuderen moet deze wafer eerst in verschillende stukken gezaagd worden om de verschillende delen vervolgens aan verschillende temperaturen te kunnen onderwerpen.

De structuren die in dit hoofdstuk onderzocht worden hebben een Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu samenstelling. Het contact van deze structuren met de verpakking wordt gemaakt door Al-1wt.%Si draden vanaf de bondvlakken naar de verschillende voetjes van de verpakking. Door het gebruik van een verschillende legering ontstaat er een Cu-concentratiegradiënt aan het grensvlak tussen bondvlak en draad. Hierdoor zal er een Cu-diffusie optreden van het bondvlak naar en in de AlSi draad.

Zoals besproken in paragraaf 3.2.1. worden de baanstructuren vóór elke elektromigratietest aan een uitgloeibehandeling onderworpen om o.a. defecten, ontstaan tijdens het depositieproces en de lithografie van de baanstructuren, te verwijderen. Aangezien de uitgloeistap plaatsvindt bij hoge temperaturen (> 200°C) wordt echter ook het Cu-diffusieproces versneld.

Wanneer dit proces lang aanhoudt, kan uiteindelijk Cu vanuit de metaalbaan diffunderen naar het bondvlak en in de AlSi-draad. Cu speelt echter een voorname rol in de weerstand tegen elektromigratie. Het verdwijnen van Cu uit de metaalbaan kan zo een invloed hebben op het elektromigratieproces en de betrouwbaarheid van de metaalbaan.

# 3.4.2 Experiment

De bestudeerde metaalbanen zijn dezelfde als deze besproken in paragraaf 3.2.1. Figuur 3.37 toont een overzicht van een deel van de teststructuur met het bondvlak. De cijfers langs de testbanen geven de breedte van de respectievelijke baan weer. Het bondvlak heeft een oppervlakte van 100  $\mu$ m<sup>2</sup>.



Figuur 3.37 Overzicht van de teststructuur in de omgeving van het bondvlak. De testbaantjes worden aangeduid met een cijfer dat de breedte van de respectievelijke baan weergeeft.

Voor de studie van dit diffusieproces wordt gebruik gemaakt van zowel REM (Philips XL30-FEG) als ATEM (Philips CM12). De voor- en nadelen van beide technieken werd reeds besproken in de inleiding. Voor de beeldvorming in de REM wordt gebruik gemaakt van een 'backscatter electron detector' (BSE). Deze detector detecteert de achterwaarts verstrooide elektronen. De energie die deze elektronen bezitten, is sterk afhankelijk van het atoomnummer van de chemische elementen. Op het beeld dat gevormd wordt, kunnen de Cu-houdende precipitaten dan ook gemakkelijk herkend worden tussen de Al-korrelstructuur.

Nr.	Type metallisatie	$T_{dep}$ . (°C)	Opmerkingen	
<b>T1</b>	Al-Si-Cu	200	TEM: bondvlak AD	
T2	Al-Si-Cu	400	TEM: bondvlak na uitgloei op 240°C en EM op 240°C	
R1	Al-Si-Cu	400	REM: bondvlak na verschillende uitgloeistappen. Op 230°C (AD, 30h., 330h.)	
R2	Al-Si-Cu	400	REM: bondvlak-volledige baan na verschillende uitgloeistappen op 230°C. (100h., 200h.) en na EM-test(1MA/cm <sup>2</sup> , 50h., 100h., 240h.)	
R3	Al-Si-Cu	400	REM: bondvlak-baan na verschillende uitgloeistappen op 230°C (AD, 50h., 150h., 250h.) en na EM-test (1.5MA/cm <sup>2</sup> )	
R4	Al-Si-Cu	400	REM: bondvlak-volledige baan na 330h. uitgloei op 230°C en na EM-test (1MA/cm <sup>2</sup> , 50h.)	
R5	Al-Si-Cu	400	REM: bondvlak-volledige baan na 450h. uitgloei op 230°C en na EM-test (1MA/cm <sup>2</sup> , 50h.)	

*Tabel 3.1: Overzicht van de preparaten die voor de studie van de bondvlakken gebruikt worden. (AD='as deposited').* 

Voor preparaten met een lage depositietemperatuur stelt zich het probleem van de grote hoeveelheid aan kleine precipitaten. Door het grote interactievolume van de REM en het feit dat de vele kleine precipitaten elkaar kunnen overlappen, wordt overgegaan tot TEM-onderzoek. Dit maakt de detectie en additioneel kristallografisch onderzoek van CuAl<sub>2</sub>-precipitaten mogelijk.

Voor de verdunning van de preparaten wordt gebruik gemaakt van de verbeterde verdunningstechniek die beschreven wordt in Hoofdstuk 2. Tabel 3.1 geeft een overzicht van de verschillende preparaten die in dit onderzoek gebruikt worden. De codes die voor de preparaten staan, worden in de tekst gebruikt als referentie ('T' staat voor TEM-onderzoek, 'R' staat voor REM-onderzoek). In de laatste kolom van de tabel staan de experimenten die uitgevoerd werden op de verschillende preparaten. In dit hoofdstuk wordt er aandacht besteed aan de invloed van de thermische processen op de microstructuur van de preparaten. In het volgende hoofdstuk zal de invloed van een stroombelasting op de thermisch belaste metaalbanen bestudeerd worden.

### 3.4.3 Resultaten

#### 3.4.3.1 REM en TEM studie van de bondvlakken.

Zoals in Tabel 3.1 weergegeven wordt, is er voor preparaat R1 een REMstudie uitgevoerd vlak na depositie en verpakking ('as deposited') van het preparaat en in het bijzonder de bondvlakken. De resultaten van deze studie worden als referentie gebruikt om na bijkomende experimenten de microstructurele verschillen te onderscheiden. Figuur 3.38 toont een beeld van de microstructuur in het bondvlak na depositie en verpakking. Omwille van de kleine precipitaten werd voor de duidelijkheid een tekening gemaakt van de korrelstructuur waarop de precipitaten aangeduid worden als zwarte korrels gemakkelijker zichtbaar zijn tussen de Al-korrels (Figuur 3.38a). In de REM-BSE-beeld zijn de precipitaten de witte korrels waarvan enkele aangeduid worden met pijltjes (Figuur 3.38b). Deze vergroting komt overeen met de rechthoek uit de tekening in Figuur 3.38a.

Er worden Cu-houdende precipitaten gevonden zowel in de Al-korrels als in de korrelgrenzen. Volgens het fasediagram kunnen er echter bij de depositietemperatuur van 400°C geen precipitaten meer voorkomen. Het kleine aantal precipitaten dat hier toch gedetecteerd wordt, is een gevolg van verschillende temperatuurstappen lager dan 400°C tijdens daaropvolgende processen zoals het etsproces (30 min. op 150°C), en het kleven van de testchip in een keramische verpakking (15 min. 170°C en 15 min op 270°C).



Figuur 3.38: a) Tekening van een REM-BSE foto van een AlSiCu bondvlak afgezet op 400°C. De pijltjes duiden op de (zwarte) CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De rechthoek komt overeen met de vergroting rechts van de tekening. b) REM-BSE foto (5kX) van een deel van het bondvlak. De witte vlekjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten (zwarte pijlen).

Diffractiestudie van de precipitaten toont aan dat deze voorkomen in de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> fase (zie paragraaf 3.1). Op de tekening in Figuur 3.38a is duidelijk te zien dat de aanwezige precipitaten over het volledige oppervlak van het bondvlak voorkomen. De bonddraad die gedeeltelijk zichtbaar is onder aan de tekening wordt ultrasoon vastgemaakt op het bondvlak. Onderzoek heeft uitgewezen dat het ultrasoon vasthechten bij kamertemperatuur van AlSibonddraden op het bondvlak geen diffusie van Cu veroorzaakt tussen de het bondvlak en de draad [*Krzanowski89*]. Om dit te verifiëren bij de hier bestudeerde preparaten werd preparaat T1 (T<sub>depos</sub>= 200°C) verdund voor TEM-studie. Door de depositie op 200°C (beneden de oplosbaarheidgrens voor 0.5wt.%Cu) zal er een groot aantal precipitaten voorkomen in de microstructuur. Indien er diffusie van Cu optreedt tijdens het vasthechten van de bonddraden op de bondvlakken zal dit zichtbaar zijn als een precipitaatarm gebied rond de bonddraad in het bondvlak.



Figuur 3.39: TEM BF foto van een AlSiCu bondvlak afgezet op 200°C. De zwarte vlekjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten.

Figuur 3.39 is een helderveld TEM foto van de microstructuur in het bondvlak van T1. De CuAl<sub>2</sub>-precipitaten zijn de zwarte vlekjes op de foto. Door de lage depositietemperatuur zijn, zoals verwacht, veel kleine CuAl<sub>2</sub>-precipitaten aanwezig in de microstructuur, zowel in de korrelgrenzen als in de korrels zelf. Er is een homogene distributie van de precipitaten over het gehele bondvlak en rond de verbindingsdraad.. Diffractieanalyse toont aan dat de Cu-houdende precipitaten alle in de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-faze zijn.



Figuur 3.40: a) Tekening van een REM-BSE foto van hetzelfde gebied van het AlSiCu bondvlak uit Figuur 3.38a, afgezet op 400°C en gedurende 30 uur uitgegloeid op 230°C. Een groot aantal nieuwe CuAl<sub>2</sub>-precipitaten werden gevormd door de uitgloei op lage temperatuur. De rechthoek komt overeen met de vergroting rechts van de tekening. b) REM-BSE foto (5 kX) van een deel van het bondvlak overeenkomstig met Figuur 3.38b. De witte vlekjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Preparaat R1 werd na de initiële REM studie terug in de buisoven onder He-atmosfeer geplaatst en vervolgens uitgegloeid op T<sub>instel</sub>=230°C gedurende 30 uur. Figuur 3.40b toont een REM-opname van hetzelfde gebied als in Figuur 3.38b. Ten gevolge van de uitgloei op lage temperatuur ontstaat er een oversaturatie van Cu-deeltjes in oplossing. Om opnieuw een evenwichtstoestand te krijgen zal Cu uitprecipiteren waardoor vele nieuwe CuAl<sub>2</sub>-precipitaten worden gevormd. Reeds bestaande precipitaten groeien. In Figuur 3.40b duiden de zwarte pijlen naar een precipitaat dat gegroeid is tijdens de uitgloei (bovenste pijl) en naar een precipitaat dat gevormd werd uit het samengaan van 2 kleine precipitaten (2<sup>de</sup> zwarte pijl). In de tekening (Figuur 3.40a) is duidelijk te zien dat er een precipitaatarme zone ontstaat rond de AlSi verbindingsdraad. Na 30 uur ligt de grens van de verarmingszone op ongeveer 15  $\mu$ m van de rand van de draad.

Na een verdere uitgloeiperiode van ongeveer 330 uur op  $T_{instel}=230^{\circ}C$  is de Cu-verarmingszone verder gegroeid. De diffusieafstand vanaf de rand van de AlSi-draad reikt nu tot 50  $\mu$ m in de omtrek (Figuur 3.41a). In de vergroting in Figuur 3.41b zijn bijna alle precipitaten verdwenen.

De Cu-verarmingzone strekt zich tijdens het uitgloeiproces in alle richtingen uit rondom de ovale hechting van de draad. Dit betekent dat de verarmingszone ook in de richting van de testbaantjes evolueert. Figuur 3.42 toont REM-opnamen van preparaat R2 na verschillende uitgloeistappen in de omgeving van de testbaan. Dit preparaat is identiek aan R1 met dit verschil dat de verbindingsdraad dicht bij de testbaantjes gelegen is. De AlSi-draad zit links op het bondvlak vastgehecht (buiten beeld). Figuur 3.42a toont de baan en een deel van het bondvlak zoals het na depositie en verpakking voorkomt. Slechts enkele kleine (witte) CuAl<sub>2</sub>-precipitaten zijn zichtbaar. Figuur 3.42b geeft een overzicht van de baan na 50 uur uitgloei op 230°C. Net als bij het vorige preparaat groeien sommige precipitaten en worden er nieuwe gevormd. Figuur 3.42c (150 uur) en Figuur 3.42d (250 uur) tonen hoe de verarmingzone zich uitstrekt tot in de testbaan. De pijlen wijzen naar precipitaten die verdwijnen door de AlSi-draad op het bondvlak.

Uit deze resultaten blijkt duidelijk dat de AlSi-draad een effect heeft op de concentratie en de structuur van het Cu in een AlSiCu metallisatie. Aan de grens van de AlSi-draad en de AlSiCu metallisatie ontstaat er een concentratiegradiënt die, tijdens hoge temperatuurbehandelingen, een snelle Cu-diffusie vanuit de metallisatie in de AlSi-draad induceert. Uit meerdere uitgloei-experimenten volgt dat de diffusieafstand functie is van de wortel van de tijd (zie paragraaf 3.4.3.2).



Figuur 3.41: a) Tekening van een REM-BSE foto van hetzelfde gebied van het AlSiCu bondvlak uit Figuur 3.38a, afgezet op 400°C en gedurende 330 uur uitgegloeid op 230°C. Bijna alle CuAl<sub>2</sub> precipitaten zijn verdwenen. De verarmingszone reikt over een afstand van ~50µm vanaf de rand van de draad. De rechthoek komt overeen met de vergroting rechts van de tekening. b) REM-BSE foto (5 kX) van een deel van het bondvlak overeenkomstig met Figuur 3.38b. De witte vlekjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De pijlen wijzen naar plaatsen waar precipitaten verdwijnen of verdwenen zijn in de korrelgrenzen en in de Al-korrels.



Figuur 3.42: Samengestelde REM-BSE foto's van een gedeelte bondvlak en testbaan van een AlSiCu metallisatie. De bonddraad zit links buiten beeld op het bondvlak. a) De structuur na depositie en verpakking. Enkel kleine (witte) precipitaten zijn aanwezig. b) Na 50 uur uitgloei op 230°C zijn nieuwe CuAl<sub>2</sub> precipitaten gevormd. c) Na 150 uur uitgloei op 230°C is het volledige bondvlak in de richting van de testbaan, vrij van Cu-houdende precipitaten. d) Na 250 uur uitgloei verdwijnen er precipitaten uit de testbaan (pijlen).

In Figuur 3.43 wordt schematisch weergegeven hoe de Cu-verarmingszone zich uitstrekt als functie van de tijd rond de AlSi-draad. De ovale curves rond de draad tonen hoever de verarmingzone zich uitstrekt respectievelijk na 30 uur en na 330 uur uitgloeiproces bij  $T_{instel}$ =230°C. Vanaf het moment dat de verarmingszone de testbaantjes bereikt, ontstaat er Cu-diffusie uit de baantjes waardoor de Cu-concentratie in de baan daalt en de microstructuur van de baan verandert.

Cu is echter aan de structuur toegevoegd omdat het een verhoogde weerstand biedt tegen elektromigratie. In een Cu-houdende Al-baan zal onder invloed van de elektronenwind Al pas migreren als het Cu verdwenen is uit de baan. De CuAl<sub>2</sub>-precipitaten dienen hierbij als reservoirs voor die delen van de baan waar de Cu concentratie reeds sterk gedaald is onder invloed van de stroom. Faling van de baan wordt op die manier sterk vertraagd. Aangezien de Cu-gradient de precipitaten doet verdwijnen uit de baan kan dit de resultaten van de elektromigratie-testen op de baan wijzigen en zorgen voor een versnelde faling van de baan in de Cu-arme gedeelten van de baan (dichtbij het bondvlak).





Er is echter niet altijd een lange uitgloeistap nodig om Cu-diffusie uit de testbaantjes te induceren. Tijdens het monteren van de AlSi-draden op de bondvlakken kan de draad nooit precies gecentreerd worden op het bondvlak.

Figuur 3.44 toont een tekening van een metallisatie waarbij de AlSi-bonddraad niet centraal op het bondvlak geplaatst is. Het is duidelijk dat hier de diffusie vanuit de testbaantjes bij een relatief korte temperatuurstap kan voorkomen.



Figuur 3.44: Een slechte plaatsing van een bonddraad kan Cu-diffusie vanuit de testbaan al na een korte uitgloeiperiode veroorzaken.

# 3.4.3.2 Studie van het diffusiemechanisme en bepaling van de activatieenergie.

Van alle preparaten van Tabel 3.1 werd na elke uitgloeistap een REM-BSE opname gemaakt van de Cu-verarmingszone rond een AlSi draad. Op al deze foto's werd de straal van de verarmingszone bepaald. Omdat de draad niet altijd over het gehele ovale hechtingsvlak de metallisatie raakt, werd de straal berekend met volgende formule:





*r* de straal van de verarmingszone  $d_v$  de diameter van de verarmingszone  $w_h$  de breedte van de hechting

De resultaten van deze metingen worden in een afstand-versus-tijd grafiek uitgezet (Figuur 3.45).



Figuur 3.45: Diffusieafstand versus  $\sqrt{t}$  voor uitgloei-experimenten op verschillende temperaturen. De witte bollen geven de diffusieafstanden gemeten tussen de rand van de bonddraad en de grens van de verarmingszone in de testbanen (230°C).

105

met

De zwarte bollen zijn alle diffusieafstanden voor uitgloei-experimenten bij  $230^{\circ}$ C gemeten op grote bondvlakken. De lijn door deze punten is een eerste-orde regressie. Hieruit volgt dat er een lineair verband is tussen de diffusieafstand en de wortel van de tijd. De witte bollen geven de afstanden gemeten tussen de rand van de bonddraad en de grenzen van de verarmingszones die in een testbaantje liggen. Er kan hier geen diameter van de verarmingszone gemeten worden. Een exacte bepaling van de verarmingsgrens wordt door het beperkt aantal precipitaten bemoeilijkt. De onzekerheid die in de figuur aangegeven wordt op deze punten is de gemiddelde afstand tussen de precipitaten van een  $3\mu$ m baan.

Toch is het duidelijk dat deze punten systematisch hoger liggen dan deze voor de grote oppervlakken in het bondvlak. (Het eerste punt ligt op de regressielijn omdat hier nog steeds diffusie in het bondvlak meespeelt). Dit kan wijzen op het feit dat de totale oppervlakte een bepalende factor is in de snelheid van het diffusieproces.

Uit deze grafiek is het mogelijk om de diffusiecoëfficiënt D voor Cu in een Al(Si)-matrix te berekenen met behulp van volgende formule:

$$L \cong \sqrt{Dt} \tag{3.1}$$

met

L is de diffusieafstand t de tijd.

Na berekening volgt dat  $D \approx 1.74 \times 10^{-3} \,\mu m^2/s$  is bij uitgloei-experimenten op 230°C. De activatie-energie van het proces kan vervolgens berekend worden met onderstaande formule:

$$D = D_{\circ} \exp(-\frac{Q}{kT})$$
(3.2)

met

Q de aktivatie-energie, k de constante van Boltzmann, T de temperatuur.

Hiervoor moeten de diffusiecoëfficiënten bij verschillende andere temperaturen ook gekend zijn. In Figuur 3.45 worden bijkomende diffusieafstanden gegeven voor uitgloei-experimenten op 215°C en 200°C. De diffusiecoëfficiënt bij 200°C bedraagt D =  $1.98 \times 10^{-4} \,\mu m^2/s$  en bij 215°C D =  $5.09 \times 10^{-4} \,\mu m^2/s$ .



Figuur 3.46: Arrhenius-plot voor het bepalen van de aktivatie-energie van het diffusieproces.

Uit de Arrhenius-plot (Figuur 3.46) volgt na een lineaire fit de activatieenergie van het proces nl. Q = 1.48 eV. Uit de literatuur [*Howard76*], [*Nogami96*] volgt Q=1.35 eV voor Cu-diffusie in de Al-korrels: Voor Cu-diffusie via de Alkorrelgrenzen is de activatie-energie Q=0.81 eV.

Het diffusieproces is dus een combinatie van verschillende processen. Vanaf het moment dat Cu-diffusie optreedt, is er een verlaging van de Cuconcentratie in oplossing in de metallisatie. De CuAl<sub>2</sub>-precipitaten zullen bijgevolg beginnen oplossen om deze concentratiedaling op te vangen. De activatie-energie voor dit proces is Q ~ 1.7 eV (4wt.% Cu) [Colgan94]. Vervolgens is er zowel diffusie langsheen de korrelgrenzen (Q~0.81 eV) als in de korrels (precipitaten in de Al-korrels, Q~1.35 eV). Berekeningen met de literatuurwaarden tonen aan dat er voornamelijk korrelgrensdiffusie voorkomt in de metallisatie en zeer weinig diffusie in de korrels zelf (~1  $\mu$ m na 330 uur op 230°C). Op de REM-BSE foto's (Figuur 3.40 en Figuur 3.41) is het duidelijk dat ook de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten uit Alkorrels met een straal groter dan 1  $\mu$ m verdwijnen. Hierdoor kan aangenomen worden dat er ook een gedeelte van het Cu diffundeert via oppervlaktediffusie.

4
## 3.4.3.3 Model voor de Cu-diffusie in de verarmingszone

In deze paragraaf wordt een model beschreven voor de groei van de Cuverarmingszone zoals deze voorkomt in de baanstructuren die in dit proefschrift bestudeerd worden.

Door de complexiteit van de polykristallijne baanstructuren is het onmogelijk om een exact model te geven voor de Cu-diffusie in de metaalbaan onder invloed van de verbindingsdraad. Er moeten dus eerst een aantal aannames gemaakt worden.

- Er wordt een eendimensionale diffusie verondersteld doorheen een halfoneindige baan. Omdat het hier om een relatief traag diffusieproces gaat en de baan een lengte heeft van 200µm mag de baan beschouwd worden als een halfoneindig medium.
- De dichtheid van de korrelgrenzen wordt constant verondersteld doorheen de baan wat terecht is indien een poly-kristallijne baan bestudeerd wordt.
- Er wordt aangenomen dat alle Cu-precipitaten zich in de korrelgrenzen bevinden.
- Er wordt verondersteld dat alle precipitaten dezelfde grootte hebben.

Aangezien er enkel een diffusieproces beschreven wordt en er geen krachten van buitenaf bijdragen aan het systeem geldt de volgende diffusievergelijking voor het systeem.

$$\frac{\partial c(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

Op tijdstip t=0 is de Cu-concentratie maximaal  $c_0$  over de volledige lengte van de baan. Stel de overgang van de metallisatie naar de verbindingsdraad op x=0. Door de oneindig opname van de verbindingsdraad en het feit dat er slechts diffusie in één richting plaatsvindt, kan het systeem benaderd worden als een half oneindig systeem met in x=0 een oneindige Cu-afgave.

De randvoorwaarden voor het systeem worden als volgt beschreven:

c(0,t) = 0	voor alle $t > 0$
$c(x,0)=c_0$	voor $t=0$ en $x>0$

Wanneer  $c'(x,t) = c_0 - c(x,t)$  beschouwd wordt, herleiden de randvoorwaarden zich tot :

$$c(0,t) = c_0 \qquad \text{voor alle } t > 0$$
  

$$c(x,0) = 0 \qquad \text{voor } t = 0 \text{ en } x > 0$$

De oplossing van de diffusievergelijking met deze randvoorwaarden staat op verschillende plaatsen beschreven [Crank75], [Philibert90].

Een eenvoudige manier om tot een oplossing te komen, is het gebruik van Laplacetransformaties.

De diffusievergelijking wordt herschreven door aan beide zijden te vermenigvuldigen met een exponentiële  $e^{pt}$  en te integreren over t.

$$\int_{0}^{\infty} e^{-pt} \frac{\partial^{2} c}{\partial x^{2}} dt = \frac{1}{D} \int_{0}^{\infty} e^{-pt} \frac{\partial c}{\partial t} dt$$

Partiële integratie en toepassen van de randvoorwaarden geeft voor de tweede term

$$\int_{0}^{\infty} e^{-pt} \frac{\partial c^{*}}{\partial t} dt = \left[c^{*} e^{-pt}\right]_{0}^{\infty} + p \int_{0}^{\infty} c^{*} e^{-pt} dt = pc$$

met  $\overline{c}' = \int_{0}^{\infty} c' e^{-pt} dt$ 

waardoor de diffusievergelijking herleid wordt tot:

$$D\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} = p\overline{c},$$

De oplossing van deze differentiaalvergelijking rekening houdend met de randvoorwaarden geeft

$$\overline{c'} = \frac{c_0}{p} e^{-\sqrt{\frac{p}{D}x}}$$

Uit de tabellen met Laplace-vergelijkingen volgt dat deze vergelijking volgt uit volgende functie

$$c' = c_0 erfc \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$$

Door opnieuw c' te vervangen door c volgt als oplossing voor de diffusievergelijking:

$$c = c_0 erf \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$$

Oplossingen van de errorfunctie staan getabelleerd [Physics98].

Wanneer deze functie wordt toegepast op het verarmingsproces dat in de baanstructuren voorkomt, wordt volgend verloop zichtbaar.

Op tijdstip t=0 is er geen Cu-diffusie uit de baan (Figuur 3.47). De baan heeft een uniforme verdeling van CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Zoals eerder vermeld heeft de depositie van de verbindingsdraad geen Cu-diffusie geïnduceerd vanuit de metallisatie in de verbindingsdraad.



Figuur 3.47: Cu-concentratie in de metaalbaan op t=0. De metaalbaan heeft over de volledige lengte een uniforme Cu-concentratie. De rand van de verbindingsdraad wordt op x=0 gekozen.



Figuur 3.48: De Cu-concentratie in de metaalbaan met op x=0 de rand van de AlSi-verbindingsdraad gedurende een uitgloeistap van t=50 en 400 uur bij T=230°C. De stippellijn geeft de experimenteel gemeten grenswaarde.

In Figuur 3.48 wordt de verdeling van de Cu-concentratie over de lengte van de baan weergegeven na een uitgloeistap van 50 en 400 uur bij een temperatuur van 230°C. De volle horizontale lijn geeft de oplosbaarheidgrens voor 0.5wt.%Cu bij een temperatuur van 230°C.

Voor 0.5wt.%Cu in de metallisatie is volgens het fasediagram de oplosbaarheidgrens op 310°C. De metallisaties werden echter uitgegloeid bij verschillende lagere temperaturen nl. T=200°C, T=215°C en T=230°C. Voor al deze temperaturen betekent dit dat het Cu deels in geprecipiteerde en deels in opgeloste toestand in de metallisatie voorkomt. Volgens het fasediagram is respectievelijk 0.08, 0.12 en 0.18wt.%Cu in oplossing bij T=200°C, T=215°C en T=230°C.

Wanneer deze resultaten vergeleken worden met de experimentele resultaten uit Figuur 3.45 blijkt dat er een systematische fout gemaakt wordt bij het opmeten van de precipitaatgrens. De oorzaak hiervan is dat de precipitaten langzaam oplossen zodat net voor de oplosbaarheidgrens overschreden wordt, er nog slechts zeer kleine precipitaten voorkomen. Op de REM-opnamen die gebruikt worden voor het meten van de verarmingszone zijn deze precipitaten niet meer zichtbaar.

Wanneer deze banen aan een stroombelasting onderworpen worden, zal onmiddellijk elektromigratie plaatsvinden in dat deel van de baan waaruit de

precipitaten verdwenen zijn. Uit de literatuur volgt immers dat Al-migratie onmiddellijk aanvangt wanneer de oplosbaarheidgrens overschreden wordt [Kim97].

Wanneer het Al kan migreren over een afstand gelijk aan de Blechlengte, kan dit leiden tot faling van de baan. Voor AlCu-banen is de Blechlengte  $jL_{B} \sim 800$ A/cm. Dit geeft bij een stroomdichtheid van j=1 MA/cm<sup>2</sup> een kritieke lengte  $L=8\mu$ m [Kim97].

## 3.4.4 Samenvatting

In deze paragraaf werd de invloed van de AlSi-verbindingsdraden op AlSiCu metallisaties nagegaan. Door de verschillende samenstelling van de verbindingsdraad en de metallisatie zal er Cu-diffusie optreden tussen de metallisatie en de verbindingsdraad. Deze diffusie wordt echter versneld indien het preparaat op hoge temperaturen gebracht wordt.

Onderzoek toont aan dat de straal van de diffusiezone evenredig is met  $\sqrt{t}$ . De activatie-energie voor het diffusieproces is bepaald aan de hand van een Arrheniusplot en bedraagt Q=1.48 eV. Vergelijking met literatuurwaarden toont aan dat het diffusieproces voornamelijk via de korrelgrenzen verloopt.

Tijdens het uitvoeren van versnelde verouderingstesten worden de metallisaties gedurende lange tijd op hoge temperaturen gebracht. Door een slechte positionering van de verbindingsdraad (dicht bij de testbaantjes) zal na verloop van tijd de verarmingszone tot ver in de baantjes reiken. Dit verandert de microstructuur van de baan waardoor in het Cu-arme deel van de baan de weerstand tegen elektromigratie veel lager is dan in de rest van de baan.

In het volgende hoofdstuk zal nagegaan worden welke invloed dit diffusieproces heeft op de elektromigratiegedrag van de baan.

# 4 Studie van stroomgedreven processen in Al- interconnecties

## 4.1 Niet gepassiveerde baanstructuren

# 4.1.1 Doel van het onderzoek

Elektromigratie ontstaat wanneer een uni-directionele stroom aangelegd wordt in een metaalbaan. Omdat elektromigratie een traag lopend proces is, worden versnelde testcondities gebruikt tijdens de levensduurtesten. Normale versnellingscondities voor klassieke testen zijn bij  $T=200^{\circ}C$  en j>1MA/cm<sup>2</sup>.

In dit hoofdstuk wordt een studie uitgevoerd naar de invloed van de aangelegde stroom op de microstructuur. Door de metallisaties tegelijkertijd aan een hoge stroom en een hoge temperatuur te onderwerpen komen vele processen op hetzelfde moment voor in de baanstructuren. In het vorige hoofdstuk werd de invloed van de hoge temperatuur op de metallisaties bestudeerd. Met de kennis van die processen kan de exacte invloed van de aangelegde stroom uit de metingen afgeleid worden.

Uit de literatuur is bekend dat het elektromigratieproces onderverdeeld kan worden in drie fazen; de incubatiefaze, de lineaire faze en de catastrofale faze. In elk van deze fazen wordt het elektromigratieproces door een verschillende proces gedomineerd. Voor zuivere Al metallisaties blijkt de incubatieperiode oneindig verlengd te kunnen worden wanneer op regelmatige tijdstippen, binnen de incubatieperiode, een relaxatie van de metallisatie mogelijk gemaakt wordt [D'Haeger96].

In de lineaire faze is korrelgrensdiffusie het primaire mechanisme voor het elektromigratieproces. In de catastrofale faze wordt oppervlaktediffusie het voornaamste diffusieproces.

In dit hoofdstuk wordt bestudeerd hoe de microstructuur verandert tijdens de verschillende fazen en wat de aanzet is voor overgang van de ene naar de andere faze. Deze studie wordt uitgevoerd voor Cu-houdende metallisaties gedeponeerd bij verschillende temperaturen.

## 4.1.2 Experimenteel

De preparaten die in deze paragraaf beschreven worden zijn van hetzelfde type als in het vorige hoofdstuk; AlSiCu metaalbanen met een lengte  $1=200 \ \mu m$ , een dikte  $t=0.8 \ \mu m$  en een breedte  $w=3 \ \mu m$ . De baanstructuren zijn gedeponeerd op een Si-substraat bij 400°C en 200°C en niet gepassiveerd.

Het niet gepassiveerd zijn van de metallisaties maakt het mogelijk om een REM-studie uit te voeren op eender welk moment tijdens het elektromigratieproces. Na de REM-studie kan de baan verder onderworpen worden aan de elektromigratietest. Door relatief korte banen te gebruiken voor de elektromigratietesten is het mogelijk om de volledige baan te bestuderen met REM.

In het vorige hoofdstuk werd een overzicht gegeven van verschillende thermische processen en hun invloed op de microstructuur van Al-metallisaties. In dit hoofstuk worden de uitgegloeide preparaten onderworpen aan een hoge stroomdichtheid 1-1.5MA/cm<sup>2</sup>. De insteltemperatuur  $T_0$  waarbij de elektromigratietesten plaatsvinden is 230°C, dezelfde temperatuur als bij voorgaande uitgloeiprocessen. In werkelijkheid zal de metaalbaan zich op een hogere temperatuur bevinden door de Joule-opwarming die wordt geïnduceerd door de aangelegde stroom. Om de exacte temperatuur van de baan te kennen, wordt de Jouleopwarming van de baan vooraf bepaald.

De weerstandsmetingen worden uitgevoerd met het HRWM systeem beschreven in het eerste hoofdstuk. De weerstandsmeting wordt op verschillende tijdstippen onderbroken om een REM-studie uit te voeren.

## 4.1.3 Bepaling van de Joule-opwarming

De temperatuur  $T_{EM}$  waarop de baan zich tijdens de elektromigratietest bevindt is niet de ingestelde temperatuur  $T_0$  maar steeds een som van  $T_{EM}$  en een kleine variabele Jouleopwarming  $\Delta T_{joule}$ .

De Joule-opwarming is niet uniform over de volledige lengte van de baan maar varieert met de geometrie van de metallisatie. Aan de bondvlakken is er een sterke daling van de Joule-opwarming. Hoe hoger de stroomdichtheid, hoe groter de temperatuurgradient zal zijn aan de uiteinden van de baan. Er kunnen ook lokaal plaatsen voorkomen in de baan waar de temperatuur hoger is dan elders bvb. ten gevolge van een slechte adhesie van de metallisatie aan het onderliggende oxide.

Tijdens de elektromigratietest zelf zal bij het ontstaan van gaten in de metaalbaan de stroomdichtheid lokaal stijgen wat ook een lokale stijging van de temperatuur veroorzaakt. Om de exacte temperatuur van de baan te kennen tijdens de elektromigratietest moet de Joule-opwarming berekend worden. Theoretisch kan de Joule-opwarming berekend worden uit de volgende vergelijking[*Wilson93*]:

$$K\frac{d^{2}T}{dx^{2}} - j\mu\frac{dT}{dx} + j^{2}\rho - \frac{H}{t}(T - T_{0}) = 0$$
(4.8)

K: thermische geleidbaarheid j: de stroomdichtheid  $\mu$ : de Thomsoncoëfficient  $\rho$ : de elektrische resistiviteit  $T_0$ : de insteltemperatuur  $T=T_{EM}$  $\frac{H}{t} = \frac{(K \cdot K_{ox})}{(t \cdot t_{ox})}$ 

Deze warmteflux-vergelijking geeft het thermische transport van de metallisatie naar het onderliggende substraat in het ideale één-dimensionale geval. De warmteoverdracht tussen de geleider en het substraat wordt gegeven door de term  $H(T-T_0)/t$  en is evenredig met  $pj^2$ .

Voor stroomdichtheden beneden de smeltstroom en wanneer het Thomsoneffect genegeerd wordt geeft de oplossing van bovenstaande vergelijking het temperatuurprofiel over de lengte van de metaalbaan.

Wanneer de oorsprong in het midden van de baan genomen wordt en de insteltemperatuur  $T_0$  aan de uiteinden van de baan (x=±l/2), dan geeft de oplossing voor de vergelijking de Joule-opwarming in de metallisatie.

$$T - T_0 = \frac{\rho_0 j^2}{\frac{H}{t} - \rho_0 \alpha j^2} * \left[ 1 - \frac{Cosh\left(\frac{1}{2}\sqrt{Kx^2\left(\frac{H}{t} - \rho_0 \alpha j^2\right)}\right)}{Cosh\left(\frac{1}{2}\sqrt{KL^2\left(\frac{H}{t} - \rho_0 \alpha j^2\right)}\right)} \right]$$
(4.9)

 $\alpha$ : TCR  $\rho_0$ : resistiviteit bij T<sub>0</sub> Bij aanname van een oneindig lange baan en een constante temperatuur over de lengte van de baan volgt

$$T - T_0 = \frac{\rho_0 j^2}{\frac{H}{t} - \rho_0 \alpha j^2}$$
(4.10)

Schafft [*Schafft87*] en Bilotti [*Bilotti74*] herberekenden deze vergelijking voor een twee-dimensionaal systeem. Er wordt een correctiefactor ingevoerd om de verandering van de verhouding tussen oxidedikte en baanbreedte in rekening te brengen. De vergelijking voor de bepaling van de Joule-opwarming wordt dan:

$$T - T_0 = \frac{\rho_0 j^2}{\frac{K_{ox}}{t \cdot t_{ox}} [1 + 0.88t_{ox} / w] - \rho_0 \alpha j^2}$$
(4.11)

In de Tabel 4.1 wordt een overzicht gegeven van de verschillende variabelen voor de metallisaties die in dit proefschrift gebruikt worden. Aan de hand van deze formule wordt de Joule-opwarming berekend voor de in dit proefschrift bestudeerde metallisaties.

	Al	SiO <sub>2</sub>	Cu
Thermische geleidbaarheid (Wcm <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup> )	2.37	0.01	3.90
t (µm)	0.8	0.1	
L (μm)	2000		
ρ ( <b>μΩcm</b> )	4.483		

Tabel 4.1: Overzicht van de variabelen voor de bepaling van de Jouleopwarming van een metallisatie onder invloed van een stroombelasting. De thermische geleiding wordt gegeven voor 200°C.

De Joule-opwarming van een metallisatie kan dan bepaald worden indien de temperatuurcoëfficiënt voor de resistiviteit (TCR)  $\alpha$  van de baan bekend is. De

TCR beschrijft de temperatuurafhankelijkheid van de resistiviteit van de metallisatie:

$$\rho(T) = \rho_0 \left( 1 + \alpha (T - T_0) \right)$$
(4.12)

of

$$\alpha = \frac{1}{R_0} \frac{\Delta R}{\Delta T} \tag{4.13}$$

De TCR kan experimenteel bepaald worden door een lage stroom, die geen Jouleopwarming veroorzaakt, doorheen de baan te sturen. Door op verschillende temperaturen de weerstand van de baan te meten kan de TCR worden bepaald.

In Figuur 4.1 wordt het weerstandsverloop van een 3  $\mu$ m zuivere Al baan weergegeven in het temperatuurinterval [120°C, 200°C]. Er is duidelijk een lineair verband tussen het weerstands- en temperatuurverloop. De TCR berekend uit deze grafiek is  $\alpha$ =2.395x10<sup>-3</sup> °C<sup>-1</sup>.

Met behulp van formule 4.4 kan de Joule-opwarming voor een Al baan berekend worden. In Figuur 4.2 wordt de berekende Joule-opwarming voor verschillende stroomdichtheden weergegeven. Slechts bij zeer grote stroomdichtheden zal de Joule-opwarming een voorname invloed hebben op de temperatuur. Wanneer echter bredere banen aan een stroombelasting onderworpen worden zal de Jouleopwarming sterk oplopen met toenemende breedte. Dit kan verklaard worden aan de hand van het vermogen dat door de baan geleverd wordt:

$$P = RI^2 = Rj^2 wt \tag{4.14}$$

De Joule-opwarming is functie van het gedissipeerde vermogen doorheen de oxidelaag en de keramische verpakking. Uit (4.14) volgt dan dat de Joule-opwarming evenredig is met de breedte van de baan.



Figuur 4.1: a) RT grafiek voor een Al baan. b) RT grafiek voor een AlSiCu baan. De stroomdichtheid is 0.008 MA/cm<sup>2</sup>. Door de lage stroomdichtheid zal er geen Joule-opwarming in de baan optreden. Uit deze grafiek kan dan de TCR van de baan bepaald worden.

Wanneer echter niet alle gegevens over de testbaan bekend zijn, kan de Joule-opwarming ook experimenteel bepaald worden. Hiervoor wordt gebruik gemaakt van formule 4.7.

De weerstand van de baan wordt op de insteltemperatuur  $T_0$  met een kleine meetstroom bepaald. Wanneer er geen weerstandsveranderingen meer optreden in de baan, wordt de hoge elektromigratiestroom aangelegd. De weerstand van de baan zal stijgen ten gevolge van de Joule-opwarming. Met behulp van de weerstandswaarde van de baan onder invloed van de hoge stroombelasting en de TCR  $\alpha$  kan de Joule-opwarming berekend worden uit de volgende formule:

$$\Delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{\Delta R}{R_0} \tag{4.15}$$

## $\Delta R = R_1 - R_0$

R<sub>1</sub>: weerstandswaarde bij hoge stroombelasting R<sub>0</sub>: weerstandswaarde bij lage stroombelasting



Figuur 4.2: De curve met de volle bollen geeft de Joule-opwarming berekend met formule 4.4 voor een Al baan met  $w=3\mu m$ ,  $t=0.8\mu m$  en  $l=2000\mu m$  op een insteltemperatuur van 200°C. De curve met de open bollen geeft de Jouleopwarming experimenteel bepaald voor een gelijkaardige Al baan.

In Figuur 4.2 wordt de experimenteel bepaalde waarden voor de Jouleopwarming weergegeven voor een Al-baan. Het blijkt dat voor grote stroomdichtheden een afwijking ontstaat tussen de berekende en de experimenteel opgemeten waarden. Een mogelijke verklaring is het feit dat er nog steeds een aantal benaderingen worden gebruikt in het theoretische model. Door de grote bondvlakken aan de uiteinden van de baan zal er bij hoge stroomdichtheden een temperatuurgradiënt ontstaan tussen het centrum en de uiteinden van de baan. Hiervoor wordt in het theoretisch model een constante temperatuur veronderstelt.

In Figuur 4.3 worden de resultaten getoond van de experimenten voor de bepaling van de Joule-opwarming in de verschillende AlSiCu metaalbanen die in dit proefschrift gebruikt worden.



Figuur 4.3: a) Joule-opwarming voor een AlSiCu baan gedeponeerd op 400°C met  $w=3\mu m$ ,  $t=0.8\mu m$  en  $l=200\mu m$  op een insteltemperatuur van 230°C. b) Joule-opwarming voor een AlSiCu baan gedeponeerd op 200°C met dezelfde geometrie en dezelfde insteltemperatuur als a). (24mA=1MA/cm<sup>2</sup>)

#### Invloed van de Joule-opwarming op de microstructuur

Uit de verschillende curves blijkt dat de Joule-opwarming voor de Al metallisaties verwaarloosbaar is voor stroomdichtheden kleiner dan 2MA/cm<sup>2</sup> (48mA). Voor de experimenten uitgevoerd in het kader van dit proefschrift wordt nergens een hogere stroomdichtheid gebruikt voor Al banen. De hoofdreden voor een beperkte stroomdichtheid wordt verklaard door de grote elektromigratiegevoeligheid van zuivere Al-banen. Voor de studie van het elektromigratieproces is het belangrijk dat de verschillende fazen duidelijk waarneembaar zijn in het weerstandsverloop. Door een hoge stroombelasting op de banen zullen de verschillende fazen echter zeer snel in elkaar overgaan waardoor de overgangen tussen de verschillende fazen niet meer kunnen worden waargenomen.

Wanneer de Joule-opwarming niet meer kan verwaarloosd worden, is de invloed meestal beperkt tot een sneller verloop van het elektromigratieproces. Slechts wanneer de Joule-opwarming het preparaat op een hogere temperatuur zou brengen dan de voorafgaande T<sub>uitgloei</sub> kunnen er geometrische veranderingen optreden in de baan in de vorm van korrelgroei.

Voor de AlSiCu metallisaties is de Joule-opwarming niet verwaarloosbaar maar nog steeds beperkt in het stroomdichthedeninterval [0.5 MA/cm<sup>2</sup>, 2 MA/cm<sup>2</sup>] waarin de metingen voor dit proefschrift uitgevoerd worden. Wat betreft de

eventuele korrelgoei ten gevolge Joule-opwarming kan hier dezelfde opmerking gemaakt worden als bij de zuiver Al-metallisatie.

Zoals in hoofdstuk 3 besproken wordt treden wel temperatuurafhankelijke reversibele processen op in de met Cu en Si gedopeerde Al metallisaties. De Jouleopwarming veroorzaakt hier een verandering van de microstructuur. Een klein deel van het in precipitaatvorm aanwezige Cu en Si gaat in oplossing en veroorzaakt een verhoging van de weerstand van de metaalbaan.

Dit proces neemt tijd in beslag en is duidelijk zichtbaar in de incubatieperiode van de elektromigratietest. De weerstandsverandering varieert rond de 100 ppm/°C. Uit de weerstandsvariaties die opgemeten worden, blijkt dat er geen ander processen voorkomen tijdens de incubatieperiode.

Wanneer de Joule-opwarming de uitgloeitemperatuur overstijgt, is de weerstandsstijging kleiner. Er komen hier twee processen voor tijdens de incubatieperiode. Enerzijds is er de reversibele weerstandsstijging ten gevolge van het oplossen van additie-elementen en anderzijds is er een weerstandsdaling ten gevolge van verder uitgloei van defecten en eventuele korrelgroei.

Bij alle baanstructuren die verder in dit proefschrift vermeld worden zal telkens de insteltemperatuur weergegeven worden.

# 4.1.4 Studie van AlSiCu metallisaties gedeponeerd op $T_{dep.}=400$ °C.

In het vorige hoofdstuk werd de invloed van de temperatuur op de microstructuur besproken. De initiële daling is toe te schrijven aan twee processen die gelijktijdig plaatsgrijpen. Enerzijds is er het uitgloeien van defecten wat een irreversibel proces is, inherent aan de depositie. Anderzijds is er het uitgloeistap op een temperatuur lager dan de depositietemperatuur. Dit is een reversibel proces. REM-observatie van de baan na het uitgloeiproces wordt in dit hoofdstuk gebruikt als referentie om veranderingen in de microstructuur te kunnen vaststellen.

## De incubatieperiode

In Figuur 4.4 wordt het weerstandsverloop gegeven van een AlSiCu baan die vooraf een uitgloeiproces onderging gedurende 200 uur op 230°C (zie hoofdstuk 3). Na stabilisatie op 230°C wordt de 3  $\mu$ m brede baan gedurende 50 uur onderworpen aan een stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> (24 mA). De stippellijn geeft de temperatuurstabiliteit weer van het buisovensysteem.

Gedurende de eerste 40 uur kan er een niet-lineaire stijging van de weerstand worden vastgesteld. Dit is de incubatieperiode van het elektromigratieproces. De duur van de incubatieperiode is functie van de temperatuur en de stroomdichtheid. De laatste 10 uur van het weerstandsverloop geeft een lineaire stijging van de weerstand in functie van de tijd.

De niet-lineaire stijging tijdens de incubatieperiode is het gevolg van de Joule-opwarming van de baan. Uit Figuur 4.3 volgt dat, voor een temperatuur van 230°C en een stroomdichtheid van 1 MA/cm<sup>2</sup>, de Joule-opwarming ongeveer 2°C bedraagt. De effectieve temperatuur van de baan tijdens de belasting is dus ~232°C en aangezien de structuur op 230°C uitgegloeid werd, gaat een klein deel van het Cu, dat in precipitaatvorm aanwezig was in de microstructuur, terug in oplossing. Dit reversibel proces heeft een weerstandsstijging tot gevolg.



Figuur 4.4: Weerstandsverloop tijdens een elektromigratietest van 50 uur op T=230 °C en IMA/cm<sup>2</sup> uni-directionele stroom. Gedurende de eerste 40 uur van de test is er een reversibele stijging t.g.v. het oplossen van precipitaten geïnduceerd door de Joule-opwarming. De lineaire snelle stijging gedurende de laatste 10 uur is het begin van de lineaire faze van het elektromigratieproces.

Wanneer de baan op een temperatuur  $T_{instel} < T_{uitgloei} - T_{joule}$  gebracht wordt, komt geen stijging van de weerstand voor. Dit betekent dat de processen die tijdens de incubatieperiode aan de basis liggen van de weerstandsstijging enkel veroorzaakt worden door het reversibele oplosbaarheidsgedrag van Cu en Si in de Al-matrix.



Figuur 4.5: Collage van REM-BSE opnamen van een AlSiCu baan na een EM test met j=1 MA/cm<sup>2</sup> en  $T_{instel}=230$ °C gedurende 50 uur. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub> precipitaten. Er is een herverdeling van deze precipitaten opgetreden in vergelijking met de microstructuur na de uitgloeistap (Figuur 3.32).

Het begin van de lineaire faze is de aanzet voor de vorming van gaten en ophopingen in de baan analoog als bij de zuiver Al metallisaties.

Het baanstructuur werd opnieuw bestudeerd met REM. In Figuur 4.5 wordt een collage van de volledige baanstructuur getoond. De richting van de elektronenwind is van rechts naar links. In de baan is het begin van ophopingen en gaten zichtbaar die met pijltjes aangeduid worden. Het meest opvallende is echter de herverdeling van de precipitaten in de microstructuur in vergelijking met de situatie na de uitgloeistap. Het aantal en de oppervlakte van alle zichtbare CuAl<sub>2</sub>precipitaten wordt in Figuur 4.6 weergegeven in twee histogrammen.

Het aantal precipitaten neemt af maar de gemiddelde precipitaatdiameter neemt toe. De positie van de precipitaten verandert aanzienlijk. Op verschillende plaatsen verdwijnen de precipitaten volledig om vervolgens op andere plaatsen terug op te duiken. Wanneer de totale oppervlakte wordt berekend die de precipitaten innemen blijkt de hoeveelheid Cu te zijn toegenomen aan het oppervlak van  $6.9\pm0.2 \,\mu\text{m}^2$  naar  $8.3\pm0.3 \,\mu\text{m}^2$ .

Dit is echter geen bewijs dat er Cu vanuit de bondpaden naar de baan is gediffundeerd. Uit de SIMS studie van vlakke metallisaties volgt dat het aanwezige Cu niet uniform verdeeld is over de metallisatie. Er is een concentratieverhoging naar het substraat en het oppervlak toe. Tijdens de incubatieperiode kan Cu dat nog aanwezig was in de baan, naar het oppervlak diffunderen onder invloed van de elektronenwind of de extra energie ten gevolge van de Joule-opwarming.



Figuur 4.6: Histogrammen voor de oppervlakteverdeling van de  $CuAl_2$  precipitaten aanwezig in de AlSiCu baan, a) na 100 uur uitgloei, b) na 50 uur elektromigratie (T=230°C).

Een gelijkaardige herverdeling van de precipitaten is ook vastgesteld in sub-micronbaantjes [Scorzoni96].

Om na te gaan of de herverdeling in de brede  $3\mu$ m baantjes enkel een gevolg is van de aangelegde stroom, werd een gelijkaardig preparaat belast met een wisselstroom van dezelfde grootte als de voorheen gebruikte gelijkstroom. Door een wisselstroom aan te leggen wordt het effect van de de stroombelasting op de microstructuur teniet gedaan. Enkel thermische processen zoals de Jouleopwarming kunnen voor een invloed op de microstructuur hebben.



Figuur 4.7:a) Weerstandsverloop van de AlSiCu baan tijdens de wisselstroombelasting van  $IMA/cm^2$  gedurende 50 uur op  $T_{instel}=230$ °C. Er is een minieme stijging van de weerstand ten gevolge van het oplossen van CuAl<sub>2</sub>-precipitaten geïnduceerd door de Joule-opwarming. b) wisselstroombelasting van 3MA/cm<sup>2</sup>.



*Figuur 4.8: REM-BSE opname van een AlSiCu metaalbaan na een uitgloeibehandeling op*  $T_{instel}$ =230°C gedurende 100 uur. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub> precipitaten.



Figuur 4.9: REM-BSE opname van dezelfde AlSiCu metaalbaan als in Figuur 4.8 na een elektromigratietest met een wisselstroom van 1 MA/cm<sup>2</sup> op  $T_{instel}=230$ °C gedurende 50 uur. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Uit vergelijking met Figuur 4.8 kan er geen herverdeling van de

Het AlSiCu baantje krijgt, analoog aan het preparaat uit Figuur 4.5, eerst een uitgloeistap van 100 uur in een buisoven. Het weerstandsverloop vertoont opnieuw een initiële weerstandsdaling.

Vervolgens wordt de baan onderworpen aan een wisselstroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 50 uur en nadien aan 3 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 18 uur beide op 230°C. Het weerstandsverloop van de meting met 1MA/cm<sup>2</sup> stroombelasting vertoont een zeer kleine stijging ten gevolge van het oplossen van een deel van de precipitaten geïnduceerd door de Joule-opwarming (~2°C) van het preparaat (Figuur 4.7a). Voor de meting met 3MA/cm<sup>2</sup> wisselstroom is er een stijging van ongeveer 600 ppm ten gevolge van de Joule-opwarming (~7°C) in de baan (Figuur 4.7b).

Figuur 4.8 toont een REM-BSE opname van de volledige baan na de uitgloeifaze. De witte deeltjes zijn CuAl-precipitaten. Figuur 4.9 geeft een REM BSE opname van dezelfde baan 50 na de uur durende wisselstroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup>. Uit de vergelijking van de korrelstructuur en de verdeling van de precipitaten blijkt duidelijk dat de structuur geen veranderingen heeft ondergaan tijdens de stroombelasting. Voor de tweede test met een wisselstroom van 3MA/cm<sup>2</sup> zijn sommige precipitaten kleiner geworden als gevolg van de Joule-opwarming wat tot uiting komt in het stijgende weerstandsverloop. Ook hier treedt geen herverdeling van de precipitaten op.

Deze studie toont aan dat de herverdeling van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten tijdens de incubatietijd van de elektromigratietest een rechtstreeks gevolg is van de aangelegde uni-directionele stroom en niet geïnduceerd wordt door thermische effecten ten gevolge van de Joule-opwarming. Tijdens de uitgloeifaze op  $T_{instel}=230^{\circ}C$  is er een oversaturatie van Cu in oplossing in de metaalbaan. Een deel van het Cu zal uitprecipiteren aan het oppervlak en in de buurt van het substraat totdat het evenwicht terug hersteld is.

Vanaf het moment dat de baan een stroombelasting ondergaat, gaan de Cu-atomen, onder invloed van de elektronenwind, migreren naar energetisch gunstige posities in de baan waar de geometrie van de baan een verdere migratie belemmert. In die delen van de baan waar Cu volledig verdwenen is, start de Almigratie. Op dat moment gaat de incubatieperiode over in de lineaire faze. In Figuur 4.5 zijn reeds de gevolgen van de Al-migratie zichtbaar. Een versmalling van de baan (zie pijl) en ophopingen kunnen reeds worden vastgesteld. De eerste pijl duidt een plaats aan waar de geometrie van de baan zowel Cu als Al-migratie tegengaat. Dit resulteert in de vorming van een ophoping.

## De lineaire faze

De AlSiCu baan (100 uur uitgloei bij 230°C en 50 uur een stroombelasting van 1MA/cm<sup>2</sup> bij 230°C) wordt vervolgens terug in de buisoven op  $T_{instel}=230$ °C gebracht waarbij opnieuw een uni-directionele stroom van 1MA/cm<sup>2</sup> doorheen de baan gestuurd wordt. Na 50 uur bijkomende belasting werd de elektromigratietest opnieuw stilgelegd om de korrelstructuur te bestuderen in de microscoop.

In Figuur 4.10 wordt het weerstandsverloop weergegeven. Gedurende de eerste 10 uur is er geen weerstandsverandering waarna gedurende de volgende 40 uur een lineaire stijging voorkomt van ~2000ppm. De incubatietijd is het gevolg van de langzame afkoeling en opwarming van de baanstructuur. Gedurende deze periode zonder stroombelasting kan de microstructuur relaxeren. Delen van de baan die onder invloed van de elektronenwind Cu-arm zijn, kunnen tijdens deze periode opnieuw aangevuld worden. Na het aanleggen van de uni-directionele stroom moet opnieuw de kritische toestand bereikt worden waarop Al-migratie plaatsgrijpt die de lineaire stijging van de weerstand in de baan veroorzaakt.



Figuur 4.10: Het weerstandsverloop van de AlSiCu metaalbaan gedurende een extra belasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> op  $T_{instel}=230$ °C gedurende 50 uur. De metaalbaan bevindt zich na 10 uur in de lineaire faze van het elektromigratieproces.



Figuur 4.11: REM-BSE opname van een AlSiCu metaalbaan na 100 uur uitgloei bij 230°C en tweemaal 50 uur stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> bij 230°C. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De precipitaten zijn lichtjes verandert van vorm maar er wordt geen herverdeling van de precipitaten in de metaalbaan vastgesteld. Het aantal en de grootte van ophopingen en gaten is toegenomen (zie pijlen).

Figuur 4.11 toont het resultaat van een REM-BSE opname van de volledige baan na deze extra stroombelasting van 50 uur. De richting van de elektronenwind is van rechts naar links.

De precipitaten (witte deeltjes) waarvan een deel van vorm verandert is, zijn voor het merendeel op dezelfde posities terug te vinden. Er treedt geen herverdeling van de precipitaten meer op zoals voorkwam tijdens de incubatieperiode. Nader onderzoek van de precipitaten toont aan dat de precipitaten die met de zwarte pijlen aangeduid worden, uit de baan geduwd worden door onderliggende ophopingen van gemigreerd Al.

Het aantal ophopingen en gaten is tijdens deze elektromigratiestap toegenomen wat resulteert in een weerstandsstijging. Het voornaamste diffusieproces is nog steeds korrelgrensdiffusie.

## De catastrofale faze

Hetzelfde preparaat wordt nogmaals aan de stroombelasting van 1  $MA/cm^2$  onderworpen op een temperaatuur  $T_{instel}=230^{\circ}C$  gedurende 140 uur. Figuur 4.12 toont het weerstandsverloop van de baan gedurende deze stroombelasting. De stippellijn geeft de temperatuurstabiliteit van de oven weer.



Figuur 4.12: Weerstandsverloop tijdens de derde stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> op  $T_{instel}$ = 230°C gedurende 140 uur. De stippellijn geeft de temperatuurstabiliteit van de buisoven weer. De weerstandsmeting vertoont eerst het vervolg van de lineaire faze en vervolgens de aanzet naar de catastrofale faze.

Om na te gaan of de korte incubatieperiode een temperatuur- of stroomgedreven proces is, werd het volledige preparaat gedurende 20 uur op T=230°C gestabiliseerd vooraleer de stroombelasting aangelegd werd. Ook hier blijkt na deze temperatuurstap nog een incubatieperiode aanwezig in het weerstandsverloop. Gedurende de eerste 4 uren van de stroombelasting wordt een kleine daling van de weerstand (~150 ppm) vastgesteld waarna de weerstand weer lineair toeneemt.

In het eerste gedeelte van het weerstandsverloop is nog steeds een deel van de lineaire faze aanwezig. De laatste 40 uur geeft grotere uitwijkingen van het weerstandsverloop in aanloop naar de volledige faling van de baan.

De microstructuur wordt opnieuw bestudeerd met REM-BSE en wordt weergegeven in Figuur 4.18. In vergelijking met de lineaire faze is het aantal gaten en ophopingen toegenomen De Al-ophopingen die de precipitaten uit de baan duwen zijn gegroeid en duidelijk zichtbaar in de baan (zie zwarte pijlen). Eén van de theorieën die de vertraging van elektromigratie verklaren wanneer Cu aan de metallisatie toegevoegd wordt, duidt de precipitaten als oorzaak aan. Volgens deze theorie blokkeren de precipitaten de korrelgrenzen. In deze studie blijkt echter dat de grote precipitaten op verschillende plaatsen uit de baan gedrukt worden waardoor de blokkerende werking wegvalt. Dit is een aanijzing dat het eerder de geometrie van de korrelstructuur is die bepaalt waar de ophopingen gevormd worden en dat de precipitaten dienst doen als reservoir voor Cu-arme delen van de baan. Het precipitaat dat door de linkse zwarte pijl aangeduid wordt in Figuur 4.13 is volledig verdwenen. Enkel de Al-ophoping blijft aanwezig in de baan.



Figuur 4.13: REM-BSE opname van een AlSiCu metaalbaan na een uitgloei gedurende 100 uur bij 230°C en een stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 240 uur op  $T_{instel}=230$ °C. De metaalbaan bevindt zich aan het begin van de catastrofale faze. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Het aantal gaten en ophopingen is toegenomen De precipitaten aangeduid met de zwarte pijlen worden uit de metaalbaan gedrukt door onderliggende Al-ophopingen.

# 4.1.5 Studie van AlSiCu metallisaties gedeponeerd op T<sub>dep.</sub>=200°C.

In deze paragraaf wordt een AlSiCu baan bestudeerd met dezelfde geometrie als deze uit de vorige paragraaf. De baan heeft een lengte  $l=200\mu$ m, een breedte w=3 $\mu$ m en een dikte t=0.8 $\mu$ m. De baan is niet gepassiveerd en is gedeponeerd op een Si-substraat met een dunne laag (~120nm) ertussen. Het verschil met de vorige baan is de depositietemperatuur. De baan in de vorige paragraaf was gedeponeerd op T<sub>dep.</sub>=400°C terwijl de baan in deze paragraaaf gedeponeerd is op T<sub>dep.</sub>=200°C.

De verschillende depositietemperatuur uit zich in een verschillende microstructuur:

- De gemiddelde Al-korrelgrootte is verschillend (zie Tabel 3.4).
- Door het groot aantal korrelgrenzen en tripelpunten voor de lage depositietemperatuur zullen de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten meer verspreid zijn en dus als kleine precipitaten voorkomen.
- Tijdens een elektromigratietest zal de Joule-opwarming niet alleen het gedeeltelijk oplossen van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten veroorzaken maar ook een korrelgroei induceren.

In het vorige hoofdstuk werden de thermische processen besproken die in deze baanstructuren plaatsvinden. Hier wordt analoog aan de baan bij de hoge depositietemperatuur een studie gemaakt van de microstructuur tijdens de verschillende fazen van het elektromigratieproces.

Omdat de gemiddelde korrelgrootte veel kleiner is dan bij de hoge depositietemperatuur was het niet meer mogelijk om een duidelijk beeld van de precipitaatverdeling in de baan te krijgen met REM-BSE. Er werd beslist om deze baanstructuren te verdunnen voor TEM. Nadeel van deze methode was echter dat niet steeds dezefde baan verder belast kon worden zolas dat gebeurde met het preparaat uit de vorige paragraaf. Voor elke faze van het elektromigratieproces werd een nieuw preparaat uitgegloeid, belast en verdund.

#### De incubatieperiode

Na een uitgloeistap van 50 uur op T=230°C wordt de baan belast met een uni-directionele stroom van 1 MA/cm<sup>2</sup> op T<sub>instel</sub>=230°C gedurende 50 uur. In Figuur 4.14 wordt het weerstandsverloop getoond van de AlSiCu baan. Gedurende de eerste 30 uur van de stroombelasting vertoont de baan een weerstandsdaling van ongeveer 2700 ppm. De volgende 20 uur stijgt de weerstand en begint de lineaire faze.



Figuur 4.14:Weerstandsverloop van een uitgegloeide AlSiCu baan met  $l=200\mu m$ ,  $w=3\mu m$ ,  $t=0.8\mu m$  en  $T_{dep.}=200$ °C waar gedurende 50 uur een stroom van  $1MA/cm^2$  aangelegd werd op een temperatuur  $T_{instel}=230$ °C. In het eerste deel van de elektromigratietest is er een weerstandsdaling waarna de lineaire faze aanvangt. De stippellijn toont de temperatuurstabiliteit van de buisoven.

In tegenstelling tot een weerstandsstijging tijdens de incubatieperiode voor de banen gedeponeerd op  $T_{dep}=400^{\circ}C$ , komt hier een weerstandsdaling voor. De oorzaak is het verschil in het aantal processen dat voorkomt tijdens de incubatieperiode voor beide baanstructuren.

Bij de banen gedeponeerd op hoge temperaturen  $T_{depos}$ > $T_{instel}$  is er tijdens de incubatieperiode slechts één proces dat een invloed heeft op het weerstandsverloop namelijk het reversibele proces van oplossen en precipiteren van Cu ten gevolge van temperatuurvariaties. De Joule-opwarming brengt de baan op een hogere temperatuur wat resulteert in het partieel oplossen van de CuAl<sub>2</sub>precipitaten. Dit heeft een weerstandsstijging tot gevolg.

Voor de banen gedeponeerd bij lage temperaturen  $T_{depos.}$ <br/> $T_{instel}$  komen meerdere processen tegelijk voor tijdens de incubatieperiode. Enerzijds is er opnieuw het thermisch gedreven proces van oplossen en precipiteren van Cu in de Al-matrix. Anderzijds is er de irreversibele Al-korrelgroei. De Joule-opwarming zal voor het reversibele proces een weerstandsstijging induceren terwijl het irreversibele proces van de korrelgroei een daling van de weerstand veroorzaakt. Voor een klein deel kan ook de irreversibele uitgloei van defecten nog voor een weerstandsdaling zorgen. De metallisaties zijn namelijk niet volledig uitgegloeid na

50 uur. Wanneer tijdens de stroombelasting de temperatuur van de baan stijgt, kan dit resulteren in een extra weerstandsdaling.

Om na te gaan of het totaal van deze thermische processen de volledige weerstandsdaling kunnen verklaren, werd een ander gelijkaardig uitgegloeid preparaat gedurende 50 uur op een temperatuur T<  $T_{instel}+T_{joule}$  gebracht. Uit Figuur 4.3b kan afgeleid worden dat de Joule-opwarming voor de baan ongeveer 2°C bedraagt voor een belasting van 1MA/cm<sup>2</sup>. De test werd uitgevoerd bij  $T_{instel}=225$ °C. Dit betekent dat er zeker geen Al-korrelgroei zal voorkomen in de metallisatie. Figuur 4.15 geeft het weerstandsverloop van dit preparaat.



Figuur 4.15: Weerstandsverloop voor een voorgegloeide AlSiCu baan gedurende 50 uur op een temperatuur T=225°C. De vermindering van resolutie in vergelijking met de voorgaande metingen is een gevolg van een continue TCR-bepaling.

In deze figuur wordt opnieuw een weerstandsdaling waargenomen. De daling is ongeveer even groot in amplitude als in tijd in vergelijking met de vorige preparaten. Het preparaat is praktisch volledig uitgegloeid zodat op een lagere temperatuur dit effect niet meer zal voorkomen. Zoals eerder vermeldt, kan korrelgroei ook niet voorkomen gedurende deze test.

Processen die wel kunnen voorkomen zijn een lichte daling ten gevolge van het uitprecipiteren van Cu op de lagere belastingstemperatuur. De exacte temperatuur waarop de meting uitgevoerd wordt is namelijk een ~3°C lager dan de uitgloeistap. Studie van reversibele weerstandsdalingen tonen echter aan dat deze daling ongeveer 100 ppm/°C bedraagt. In dit geval zal dit een daling van maximum 400 ppm veroorzaken.

Een tweede manier om de weerstandsdaling te verklaren is de techniek waarmee, door bepaling van de temperatuurcoëfficient van de resistiviteit (TCR), de weerstandsmeting opgedeeld kan worden in een bijdrage voor de resitiviteit en een bijdrage voor geometrie (bvb. een verbreding van de baan). In paragraaf 4.3.2.4 wordt deze techniek uitgebreid voorgesteld. In Figuur 4.16 wordt het resultaat getoond van deze techniek waarbij het weerstandsverloop uit Figuur 4.15 geanalyseerd wordt.





Er kan worden vastgesteld dat de weerstandsdaling toch volledig door resistiviteitsveranderingen bepaald wordt en geen gevolg is van een verandering in de geometrie.

Een mogelijke verklaring voor de daling is het verschil in Al-korrelgrootte bij beide depositietemperaturen. Door de kleine korreldiameters voor de lage depositietemperatuur zal Cu veel sneller kunnen diffunderen naar de korrelgrenzen waardoor de onzuiverheidsconcentratie en bijgevolg de weerstand daalt. Dit snellere diffusieproces wordt ook als reden aangehaald voor de hogere levenduur van deze interconnecties [D'Haeger96].



Figuur 4.17: TEM opname van een AlSiCu metaalbaan na een stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 50 uur op  $T_{instel}=230$ °C. In het elektromigratieproces geeft deze Figuur de microstructuur na de incubatieperiode aan het begin van de lineaire faze. De zwarte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. In vergelijking met de microstructuur na de uitgloeistap zijn er minder maar grotere precipitaten aanwezig in de microstructuur. In Figuur 4.17 wordt een overzicht van de volledige baanstructuur getoond na de incubatieperiode aan de hand van TEM opnames. Wanneer de microstructuur van deze baan vergeleken wordt met een gelijkaardige baan waarvoor enkel een uitgloeistap is uitgevoerd (Figuur 3.32) blijkt dat de verdeling van de precipitaten verandert is. Net als bij de baan gedeponeerd op hoge temperatuur is er een herverdeling van de precipitaten van vele kleine naar enkele grote precipitaten. In Figuur 4.18 worden twee histogrammen getoond met de precipitaatverdeling in functie van de oppervlakte.



Figuur 4.18: Histogrammen voor de verdeling van de precipitaatoppervlakken a) in een uitgegloeide metaalbaan, b) in een uitgegloeide en belaste metaalbaan.

Wanneer de histogrammen voor beide depositietemperaturen vergeleken worden na de uitgloeistap is het duidelijk dat er voor de lage depositietemperatuur meer kleine precipitaten voorkomen in de Al-korrelstructuur. Dit kan verklaard worden door de kleinere gemiddelde Al-korreldiameter in deze baanstucturen, waardoor er meer korrelgrenzen en tripelpunten in de matrix zijn die ideale locaties zijn voor precipitatie van Cu onder de vorm van CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Dit resulteert in een groter aantal kleinere precipitaten.

Vergelijking van de histogrammen na de belasting gedurende 50 uur geeft nagenoeg hetzelfde resultaat. Onder invloed van de aangelegde stroom gaan de Cuatomen diffunderen doorheen de baan waarna op verschillende plaatsen grote CuAl<sub>2</sub>-precipitaten gevormd worden. Voor het histogram  $T_{depos.}$ =400°C worden er meer kleine precipitaten geteld. Dit is een gevolg van enerzijds de preparatietechniek waarbij voor de TEM preparaten de baan aan beide zijden verdund moet worden. Hierdoor kan een deel van de kleine precipitaten

weggepolijst worden. Anderzijds is door de kleine gemiddelde korrelgrootte van metallisaties op lage  $T_{dep.}$  het aantal korrelgrenzen en dus diffusiepaden groter waardoor Cu gemakkelijker migreert doorheen de baan.

## De lineaire faze

Figuur 4.19 toont het weerstandsverloop voor een gelijkaardige baanstructuur als die uit de vorige paragraaf maar met een belastingstijd van 100 uur. Na de weerstandsdaling tijdens ongeveer de eerste 30 uur vangt de lineaire faze aan.



Figuur 4.19:Weerstandsverloop voor een voorgegloeide AlSiCu-baan  $(T_{instel}=230^{\circ}C \text{ gedurende 50 uur})$  belast met een stroom van 1 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 100 uur op een temperatuur  $T_{instel}=230^{\circ}C$ . Na de incubatieperiode volgt een langdurige lineaire faze.

De RTEM-opnamen in Figuur 4.24 geeft de overeenkomstige microstructuur weer. Ten gevolge van resten van de lijmlaag aan de topzijde van de baanstructuur is de resolutie van de helderveld TEM beelden slecht. Daarom wordt hier een rasterbeeld getoond van een deel van de baan. De grote witte precipitaten zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De zwarte deeltjes zijn Si-precipitaten. De elektronenwind beweegt van rechtsboven naar linksonder. De microstructuur vertoont enkele ophopingen en gaten aan de randen van de baan. Enkel de grote CuAl2-precipitaten zijn zichtbaar in de structuur omdat reeds een deel van de baan weggepolijst is. Dit is ook de reden waarom er weinig Si-precipitaten aanwezig zijn in de baan.



Figuur 4.20: RTEM opname van een AlSiCu metaalbaan na een stroombelasting van 1 MA/cm<sup>2</sup> gedurende 100 uur op  $T_{instel}=230$ °C. Deze Figuur geeft de microstructuur tijdens de lineaire faze van het elektromigratieproces. De witte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. De gaten en ophopingen hebben grotere vormen aangenomen in vergelijking met kortere belastingstijden..

Uit de grootte van de nog aanwezige precipitaten kan afgeleid worden dat ook hier een herverdeling van de precipitaten opgetreden is in de baan.

Merk op dat er meerdere ophopingen in de baan aanwezig kunnen geweest zijn. Door de preparatie voor TEM zijn de ophopingen bovenop de metaalbaan mogelijk weggepolijst. De ophopingen die zichtbaar zijn op de TEM-opnamen zijn enkel zijdelingse uitstulpingen aan de baan.

#### De catastrofale faze

In de catastrofale faze worden gaten en ophopingen in een versneld tempo gevormd waarna faling volgt als een gat de volledige breedte van de baan overspant of als een ophoping een naburige baan raakt.

Wanneer de baan gefaald is, wordt het moeilijk om een verdunning voor TEM te maken. De baan is gebroken en het systeem is zeer bros geworden. Tijdens de finale verdunningstappen zal de baan dan ook zeer gemakkelijk breken. Het is dan ook niet mogelijk om de volledige baan te verdunnen. De opnames die hier getoond worden zijn falingscentra van verschillende banen.

Door de kleine gemiddelde korrelgrootte is de volledige baan polykristallijn. De gaten die de faling van de baan veroorzaken werden allen gevormd in de korrelgrenzen.

## 4.1.6 Samenvatting

Onderzoek van de invloed van stroombelasting op niet-gepassiveerde baanstructuren toont aan dat tijdens de incubatieperiode een herverdeling van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten plaatsvindt. Er is een overgang van een metallisatie met veel kleine precipitaten naar een metallisatie met enkele grote precipitaten. Hoewel dit proces bij beide depositietemperaturen voorkomt is er toch een verschil in het weerstandsverloop tijdens deze periode. Daar waar de metallisaties met hoge depositietemperatuur een weerstandsstijging vertonen, is er een weerstandsdaling VOOL de baanstructuren met een lage depositietemperatuur. Deze weerstandsstijging is een gevolg van het oplossen van precipitaten door Jouleopwarming van de baan. De weerstandsdaling daarentegen is moeilijker te verklaren. Analyse van het weerstandsverloop toont aan dat de daling volledig toe te schrijven is aan resistiviteitsveranderingen en niet aan geometrische effecten. Een mogelijke verklaring is de mogelijkheid van het Cu om sneller naar de korrelgrenzen te diffunderen door de kleinere gemiddelde Al-korrelgrootte. Hierdoor daalt de onzuiverheidsconcentratie in de Al-korrels waardoor een weerstandsdaling wordt veroorzaakt. Een bewijs voor deze verklaring kan

gevonden worden in de langere levenduur van de baanstructuren gedeponeerd op deze temperatuur. De precipitaten kunnen veel sneller Cu-arme gebieden terug voorzien van Cu waardoor de migratie van Al vertraagd wordt.

Tijdens de lineaire en de catastrofale fase zijn de processen gelijklopend. Gaten worden gevormd in die delen van de baan waar Cu volledig verdwenen is. Ophopingen worden gevormd op plaatsen waar de korrelstructuur migratie belemmert. De hypothese dat de precipitaten de korrelgrenzen blokkeren blijkt niet helemaal op te gaan. Onderzoek toont aan dat de Al-ophopingen wel meestal voorkomen waar een precipitaat aanwezig is, maar langere belastingstijden tonen aan dat Al dikwijls het Cu uit de baan drukt waardoor de blokkerende functie wegvalt.
# 4.2 Multilaagstructuren

# 4.2.1 Doel van het onderzoek

In hoofdstuk 3 werd reeds vermeld dat de elektromigratieprocessen zoals gekend in de niet-gelaagde structuren, zullen veranderen voor multilaagstructuren. Zo is er enerzijds het verschil in thermische uitzettingscoefficient van de verschillende metaallagen en de dielectrische tussenlagen. Hierdoor zullen meer spanningen ontstaan in de metaalbanen. Anderzijds wordt het contact tussen de verschillende banen onderhouden met behulp van verticale baanstructuren. Deze vertikale verbindingen worden viastructuren genoemd en bestaan uit Wolfraam met rondom een Ti/TiN barrièrelaag. Deze structuren zijn niet onderhevig aan elektromigratie. Hierdoor zal tijdens stroomgedreven processen waarbij via's gebruikt worden, aan de zijde waar de elektronen de via instromen, een mogelijke ophoping van basismateriaal uit de baan ontstaan. Aan de andere zijde, waar de elektronen de via verlaten, zal er een holte ontstaan tengevolge van migratie van aanwezig Al onder invloed van de elektronenstroom.

In de inleiding werd reeds uitgebreid ingegaan op het onderzoek dat op deze structuren uitgevoerd is. In deze paragraaf wordt opnieuw het verband gelegd tussen de microstructuur zoals bestudeerd met TEM en de elektrische metingen.

# 4.2.2 Experiment

De structuren die bestudeerd worden zijn multilaagstructuren bestaande uit twee metaalniveau's (METAL1 en METAL2) gescheiden door een diëlektrische oxidelaag (paragraaf 3.2). Voorts zijn de banen op beide niveau's omgeven door een Ti/TiN-laag. Er wordt een studie uitgevoerd op de metaalbanen (l=800  $\mu$ m, t=0.5  $\mu$ m, w=0.7  $\mu$ m) op METAL1-niveau. De banen zijn gedeponeerd bij T<sub>depos</sub>=300°C en hebben vervolgens een temperatuurstap ondergaan bij 450°C tijdens de depositie van de oxidelaag. Hierdoor heeft de baan een semi-bamboestructuur.

Na de uitgloeistap op 230°C gedurende 50 uren worden de AlSiCu banen op METAL1 niveau onderworpen aan een stroombelasting van 3MA/cm<sup>2</sup> op 230°C. De stroomdraden zijn vastgehecht op de bondvlakken van METAL2. De stroom wordt vanuit METAL2 doorheen de via naar de baan op METAL1 gestuurd. Nadat de elektronenstroom doorheen de baan gelopen is, zal deze langs de andere via aan de anode terug naar METAL2 vloeien. De bondvlakken op METAL1 worden niet gebruikt.Met behulp van de vierpuntsmethode kunnen tijdens de belasting eventuele weerstandsveranderingen gedetecteerd worden. De weerstandsmetingen worden vervolgens op verschillende plaatsen onderbroken waarna de preparaten verdund worden voor TEM onderzoek.

Door de multilaagstructuur van de preparaten is het niet mogelijk om de banen te bestuderen met SEM. Er moet steeds een destructieve techniek toegepast worden. Dit maakt dat er steeds nieuwe preparaten belast en verdund moeten worden om een totaalbeeld te krijgen van de verschilende fazen in het elektromigratieproces. Zoals in de vorige hoofdstukken wordt ook voor de multilaagstructuren gebruik gemaakt van TEM.

Omdat de banen 800  $\mu$ m lang zijn is het echter niet mogelijk om de volledige baan te verdunnen voor TEM studie. Er zal steeds een verdunning gemaakt worden van de cathode of de anode. Dit zijn de plaatsen waar respectievelijk gaten gevormd worden en een ophoping van additie-elementen en Al rond de via ontstaat.

# 4.2.3 Resultaten

#### De Joule-opwarming



Figuur 4.21: Grafiek voor de Joule-opwarming in functie van de aangelegde stroomdichtheid in de 0.7µm brede baan in de multilaagstructuren.

In Figuur 4.21 wordt de Joule-opwarming weergegeven voor verschillende stroomdichtheden. In vergelijking met de brede enkelvoudige banen is de Jouleopwarming lager voor de smalle banen die bestudeerd worden. Dit kan ook afgeleid worden uit de formule voor de bepaling van de Joule-opwarming waar de opwarming evenredig is met de breedte van de baan.

#### De incubatieperiode

Wanneer de vergelijking wordt gemaakt met de enkelvoudige banen gedeponeerd op  $T_{depos}$ =400°C wordt verwacht dat het weerstandsverloop tijdens de incubatieperiode slechts een lichte stijging zal vertonen ten gevolge van de kleinere Joule-opwarming in de baan.

In Figuur 4.22 worden de relatieve weerstandsveranderingen in functie van de tijd voor verschillende preparaten getoond. De aangelegde stroomdichtheid is  $3MA/cm^2$  bij een temperatuur  $T_{instel}=230$ °C. Analoog aan de enkelvoudige banen gedeponeerd op 200°C komt hier een weerstandsdaling voor in plaats van de verwachte lichte stijging. In tegenstelling echter tot de enkelvoudige banen is de daling niet eenduidig maar varieert sterk van preparaat tot preparaat zowel in tijd als in amplitude. Eén van de banen vertoont zelfs na 400 uur nog steeds een weerstandsdaling.

In Figuur 4.23b wordt het weerstandsverloop van één van de preparaten nader geanalyseerd. Het preparaat vertoont na een weerstandsdaling van ongeveer 1000 ppm een plotse trapsgewijze weerstandsstijging. Na ongeveer 70 uur en een weerstandsstijging van 3000 ppm wordt de test stopgezet.

De weerstandsstijging is het gevolg van de vorming van gaten en ophopingen in de metallisatie. In de delen met de snelle weerstandsstijging wordt een groot gat gevormd waarna in het vlakke deel van de weerstandsstijging de verdere ontwikkeling van dat gat verhinderd wordt. Dit kan veroorzaakt worden door onder andere de geometrie van de baan of de korrelstructuur. De snelle weerstandsverandering is een gevolg van de baanbreedte. Aangezien de baan slechts 0.7µm breed is zal een klein gat de stroomdichtheid lokaal sterk verhogen ook de temperatuur gaat stijgen. Hierdoor wordt het waardoor elektromigratieproces op deze plaats versneld (current crowding) en zal dit voor een aanzienlijke weerstandsstijging zorgen.



Figuur 4.22: Weerstandsverloop van verschillende preparaten met een identieke voorgeschiedenis die onder identieke omstandigheden belast werden (3MA/cm<sup>2</sup>,  $T_{instel}=230^{\circ}C$ ).



Figuur 4.23: Relatieve weerstandsverandering in een 0.7  $\mu$ m brede Ti/TiN/AlSiCu/Ti/TiN baan onder invloed van een stroombelasting van 3MA/cm<sup>2</sup> bij een temperatuur van 230°C gedurende 70 uur.

Uit de studie van niet-gepassiveerde enkelvoudige baanstructuren blijkt dat voor de metallisaties gedeponeerd op temperatuur  $T_{depos.}$ =200°C ook een

weerstandsdaling voorkomt tijdens de incubatieperiode. De oorzaak van deze weerstandsdaling in de multilaagstructuren is onderwerp van discussie.

Enerzijds is er de hypothese dat de herverdeling van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten van vele kleine naar enkele grote precipitaten een vermindering van het aantal verstrooiïngspunten voor de elektronenstroom veroorzaakt. Dit heeft een weestandsdaling tot gevolg [*Scorzoni96*].

Een tweede hypothese stelt dat de weerstandsdalig veroorzaakt wordt door het breder worden van de baan. Extra Al-materiaal wordt aangevoerd vanuit de bondvlakken. De aanwezigheid van de Ti/TiN-lagen speelt hier een belangrijke rol als snel diffusiepad [Kouno97].

De eerste hypothese stelt dat de weerstandsdaling veroorzaakt wordt door een verandering in de microstructuur terwijl de tweede hypothese stelt dat de weerstandsverandering veroorzaakt wordt door geometrische veranderingen. Om uitsluitsel te geven over dit probleem bestaat er een techniek die uit de weerstandsmeting de resistiviteitsbijdrage en geometrische veranderingen kan scheiden. In paragraaf 4.2.3.1 wordt deze techniek uitvoerig besproken en wordt de weerstandsdaling aan de hand van deze techniek geanalyseerd.

#### Studie van de anodezijde van de baan

Omdat de volledige baan niet verdund kan worden, moet de keuze gemaakt worden om ofwel de anodezijde of de cathodezijde van de baan te bestuderen. Aangezien de Wolfraamvia's geen migratie van materiaal toelaten zal aan de anodezijde een ophoping van Al en Cu verwacht worden die onder invloed van de elektronenwind gemigreerd is. Aan de cathodezijde van de baan worden dan de gaten gevormd in de baan. Om na te gaan hoe de precipitaten gevormd worden en hoe deze evolueren onder invloed van de aangelegde stroom wordt eerst de baan aan anodezijde bestudeerd.

In Figuur 4.24 worden TEM-opnames getoond van de baan waarvan het weerstandsverloop weergegeven wordt in Figuur 4.22a. In Figuur 4.24a wordt een deel van de anode getoond. De pijl duidt de plaats aan waar de via contact maakt met de metallisatie. Merk op dat het gedeelte van het bondvlak achter de via niet in de stroomkring opgenomen is. De stroom- en spanningsdraden worden aan de bondvlakken op METAL2 vastgehecht. Dit is ook de reden waarom er geen grote precipitaten in het bondvlak gevonden worden zoals in de baan wel het geval is (zie Figuur 4.24bcd).

Als de metallisaties vergeleken worden met de toestand na een uitgloeistap op 230°C blijkt dat de precipitaten opnieuw een herverdeling ondergaan hebben tijdens de eerste uren van de stroombelasting. De precipitaten in het bondvlak op METAL1 zijn niet onderhevig aan de aangelegde stroom en vormen geen grote precipitaten. Dit is opnieuw een bewijs dat het proces van de herverdeling een stroomgedreven proces is.



Figuur 4.24: a) Anode bondvlak van een AlSiCu metaalbaan. De pijl duidt de locatie van de via aan. De zwarte deeltjes die over de volledige baan zitten, zijn resten van de Ti/TiN laag. De cirkel geeft de lokatie van een klein CuAl<sub>2</sub>precipitaat bepaald met EDX. b), c), d) De grote zwarte korrels zijn CuAl<sub>2</sub>precipitaten die voorkomen aan de anodezijde van de baan

Deze kleine precipitaten zijn, zoals besproken in hoofstuk 3, moeilijk visueel detecteerbaar door de aanwezigheid van de resten van de Ti/TiN-laag. De

cirkel in Figuur 4.24a duidt een precipitaat aan dat met behulp van EDX gelocaliseerd werd.

De gemiddelde Al-korrelgrootte is maximaal door de hoge depositietemperatuur en de bijkomende temperatuurbehandelingen tijdens depositie van het IMD gedeelte en het tweede niveau. De baan kan dan ook beschouwd worden als een semi-bamboe baan. Figuur 4.24b toont een bamboegedeelte van de baan terwijl Figuur 4.24c en d een polykristallijn deel van de baan tonen.

Op sommige plaatsen nemen de precipitaten de volledige breedte van de baan in. In tegenstelling tot de enkelvoudig niet-gepassiveerde structuren, kunnen de precipitaten hier niet uit de baan gedrukt worden door migrerend Al materiaal en kunnen de precipitaten de korrelgrenzen blokkeren en aldus de Al-migratie vertragen.

In Figuur 4.25 wordt het weerstandsverloop getoond van een analoge structuur maar zonder weerstandsstijging.



Figuur 4.25: Relatieve weerstandsverandering van een  $0.7\mu m$  brede Ti/TiN/AlSiCu/Ti/TiN baan met een belasting van 3 MA/cm<sup>2</sup> op T<sub>instel</sub>=230°C gedurende 400 uur.

Na een uitgloeistap van 50 uur op 230°C blijft de weerstand tijdens de stroombelasting voortdurend dalen. Bij het stopzetten van de meting na 400 uur is er een weerstandsverandering van ongeveer 8000 ppm opgetreden.

Figuur 4.26 toont een TEM-opname van de anode-zijde van de baan. De zwarte delen in de baan zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Over een lengte van ongeveer  $20\mu$ m vertoont de baan een bijna continue ophoping van Cu. Uit het bovenste deel van de foto blijkt duidelijk dat het Cu zich ophoopt rond de Wolfraam-via waarin

151

geen migratie voorkomt. Verderop in de baan komen enkele grote precipitaten voor zoals getoond in de vorige Figuur. Uit deze figuur blijkt duidelijk dat Cu onder invloed van de elektronenwind migreert in de richting van de anode.



Figuur 4.26: TEM opname aan de anode zijde van een Ti/TiN/AlSiCu/Ti/TiN baan na een elektromigratietest gedurende 400 uur op  $T_{instel}=230$ °C. Figuur 4.5 toont het overeenkomstig weerstandsverloop. De witte cirkel geeft de positie van de via weer.

Het feit dat de weerstand blijft dalen kan veroorzaakt worden door twee effecten. Enerzijds is er de opstapeling van Cu in de baan aan anode-zijde. Het aantal verstrooingspunten in de baan vermindert aanzienlijk en de weerstand van Cu is lager dan die van Al wat de weerstand doet dalen. Anderzijds is bekend dat in die delen van de baan waar Cu volledig verdwenen is, de Al-migratie op gang komt. In die delen van de baan zullen dan ook snel gaten gevormd worden. Door de beperkte breedte van de banen zal, eens een gat gevormd, de grootte van het gat en de weerstand van de baan snel toenemen. Het feit dat een grote hoeveelheid Cu in deze baan reeds naar de anode is gemigreerd, doet vermoeden dat er Cu of Al vanuit de anode in de baan diffundeert en eventuele gaten of Cu-arme gebieden voorziet van nieuw materiaal. Aangezien de via geen migratie toelaat, kan slechts Cu of Al uit het kleine gebied rond de via in de baan diffunderen. Door de toevoer van nieuw materiaal vanuit het bondvlak rond de via zal de baan dikker worden wat een weerstandsdaling tot gevolg heeft.

Figuur 4.27 toont een REM foto van de anode van de baan. Op deze foto zijn zeer duidelijk de CuAl<sub>2</sub>-ophopingen zichtbaar.



*Figuur 4.27: REM foto van de anode van de baan uit Figuur 4.6. De ophopingen zijn CuAl*<sub>2</sub>-precipitaten.

#### Studie van de kathodezijde van de baan

Aan de kathodezijde van de baan kan worden verwacht dat gaten zullen gevormd worden. Indien er Al-migratie zou plaatsvinden vanuit het bondvlak naar de metallisatie toe, kunnen eventueel gaten ontstaan rond de via. Om na te gaan of dit het geval is voor deze multilaagstructuren werden twee baantjes verdund voor TEM-onderzoek van de anodezijde die een gelijkaardig weerstandsverloop kenden zoals de preparaten die hierboven besproken worden (Figuur 4.28).

Het TEM-onderzoek van de kathodezijde van de baan wordt opnieuw bemoeilijkt door de aanwezigheid van Ti-resten op de baan. Er worden geen gaten gedetecteerd in de microstructuur rond de via of in de baan (Figuur 4.29). De mogelijke verklaring hiervoor is de vroegtijdinge stopzetting van de meting. Kleine insnoeringen van de baan of een klein gat in de baan buiten het bestudeerde gebied kunnen reeds een grote weerstandsstijging veroorzaken.



Figuur 4.28: Weerstandsverloop voor een voorgegloeide Ti/TiN/AlSiCu/Ti/TiN baan met een stroombelasting van 3 MA/cm<sup>2</sup> op een temperatuur  $T_{instel}=230$ °C, a) Analoog aan het weerstandsverloop in Figuur 4.3 is er eerst een weerstandsdaling gevolgd door een snelle weerstandsstijging. b) Er is een continue weerstandsdaling gedurende 250 uur.



Figuur 4.29: TEM opnames van de kathodezijde van de baan waarvan het weerstandsverloop in Figuur 4.8 weergegeven wordt. Zowel in de baan als in het bondvlak wordt geen vorming van gaten waargenomen.

Hetzelfde resultaat wordt gevonden voor een baan die een continue weerstandsdaling vertoont. Hier worden echter nog geen gaten verwacht aangezien de weerstand voortdurend afneemt.

#### 4.2.3.1 Studie van de weerstandsdaling in multilaagstructuren.

Zoals aangetoond in de vorige paragraaf vertonen de multilaagstructuren tijdens de elektomigratietesten initieel een weerstandsdaling. Niet alleen is er de daling maar de amplitude van de daling verschilt sterk van preparaat tot preparaat. Het onderzoek van de multilagen is vrij recent en de oorzaak van deze daling is nog niet gekend. Momenteel zijn er twee theorieën die de daling trachten te verklaren.

 Enerzijds is er de theorie geopperd door de groep van Scorzoni [Scorzoni96] waarbij de daling verklaart wordt aan de hand van een herschikking van de precipitaten in de baan. Tijdens depositie en de daaropvolgende uitgloei bevinden er zich in de baan vele kleine precipitaten die elk beschouwd kunnen worden als verstrooiïngscentra voor de elektronen tijdens stroomgedreven processen. Dit verhoogt de resistiviteit van de baan.

Zoals ook aangetoond is bij de gewone baanstructuren, treedt er tijdens de aanvang van het stroomgedreven proces een herschikking van de precipitaten op in de baan. De vele kleine precipitaten migreren onder invloed van de elektronenstroom naar gunstige posities waar de vele kleine precipitaten enkele grote precipitaten vormen. Hierdoor neemt ook het aantal verstrooiïngscentra af hetgeen een daling van de resistiviteit en dus van de weerstand tot gevolg heeft. Het probleem met deze theorie is dat er geen daling voorkomt in de baanstructuren gedeponeerd bij een temperatuur van 400°C die in de vorige paragrafen besproken werden. Ook daar was er een herschikking van de precipitaten geobserveerd.

 Een andere theorie verklaart de weerstandsdaling als een verdikking van de baan ten gevolge van Al atomen die vanuit het bondvlak in de baan migreren onder invloed van de aangelegde stroom [Kouno97].

Verschillende groepen hebben aangetoond met behulp van FIB en crosssectie TEM dat er effectief een verdikking van de baan voorkomt waarbij een extra Al laagje ofwel bovenop de oorspronkelijke metaalbaan groeit ofwel tussen de TiAl<sub>3</sub>- en de TiN-laag. Twijfels bij deze theorie zijn ten dele dezelfde als bij de theorie van Scorzoni. Waarom wordt de daling niet geobserveerd bij de gewone baanstructuren waar er toch op dezelfde manier een elektronenstroom vanuit het bondvlak in de baan gestuurd wordt? Verder is er nog de vraag waarom er zoveel verschil bestaat in de amplitude van de daling tijdens testen met verschillende preparaten. Ten derde toont het onderzoek in dit proefschrift aan dat met het gebruik van de viastructuren, waarbij er geen grote hoeveelheden Al vanuit het bondvlak in de baan kunnen migreren, evenzeer een daling teweeg gebracht wordt in het weerstandsverloop van deze preparaten.

Als de gewone preparaten gedeponeerd op 200°C buiten beschouwing gelaten worden, treedt er enkel een weerstandsdaling op bij preparaten die omgeven zijn door een Ti/TiN barrierelaag.

Wanneer de resultaten van de AlSiCu baanstructuur die een continue weerstandsdaling vertoonde (Figuur 4.26) in beschouwing genomen worden, kan er gesteld worden dat de weerstandsdaling een gevolg is van de CuAl<sub>2</sub> precipitatie in de baan. Om uitsluitsel te hebben of er al dan niet een verdikking van de baan optreedt, kan er een cross-sectie onderzoek uitgevoerd worden. Voor de preparaten die in deze studie onderzocht worden, zijn de banen echter te smal om cross-sectie TEM onderzoek uit te voeren.

Een andere mogelijkheid is een analyse maken van de weerstandsveranderingen via de scheiding van de resistiviteitsbijdrage en de geometrische bijdrage. Hieruit volgt eenduidig of de weerstandsdaling een gevolg is van een herschikking van precipitaten of een verdikking van de baan.

# 4.2.3.1.1 Scheiding van bijdrage aan resistiviteit en geometrische veranderingen

De techniek die hier voorgesteld wordt, heeft als basis de Regel van Matthiessen [Ashcroft76]. Deze stelt dat de resistiviteit van een geleider kan opgesplitst worden in verschillende onderling onafhankelijke bijdragen. De Regel van Matthiessen is in principe enkel geldig voor bulkmateriaal. Voor de baanstructuren die hier geanalyseerd worden, zal de geldigheid van de regel beïnvloed worden door de beperkte afmetingen en de korrelstructuur van de banen. Enerzijds zullen de afmetingen zorgen voor een oppervlakteverstrooiing (indien de filmdikte veel kleiner is dan de gemiddelde vrije weglengte van de elektronen) waardoor de resistiviteit van de baan zal toenemen, anderzijds bezit de korrelstructuur van een baan een aantal korrelgrenzen waardoor het aantal defecten in de structuur aanzienlijk toeneemt. Beide bijdragen zijn echter verwaarloosbaar voor de structuren die hier gebruikt worden. [D'Haeger96]. Door het toepassen van de Regel van Mathiessen, kan de resistiviteit van een geleider opgesplitst worden in verschillende bijdragen.

$$\rho(T) = \rho_r(T) + \rho_d \tag{4.16}$$

met

 $\rho(T)$  de bulkresistiviteit  $\rho_r(T)$  de resistiviteit veroorzaakt door roostertrillingen.  $\rho_d$  de resistiviteit veroorzaakt door de aanwezigheid van defecten.

Deze scheiding is maar in beperkte mate geldig wanneer beide bijdragen elkaar op geen enkele manier beïnvloeden. Eerdere toepassingen van de regel tonen aan dat, hoewel de regel niet volledig geldig is, er toch juiste conclusies kunnen getrokken worden uit de resultaten van de scheiding [*D'Haeger96*].

Indien de regel geldig is, kan volgende uitdrukking geschreven worden voor alle T:

$$\frac{d\rho_v(T)}{dT} = \frac{d\rho_n(T)}{dT}$$
(4.17)

met

 $\rho_v(T)$  de resistiviteit voor het elektromigratie-experiment  $\rho_n(T)$  de resistiviteit na het eletromigratieexperiment

Wanneer de TCR voor en na het elektromigratie-experiment gecombineerd wordt met deze vergelijking volgt

$$\alpha_{v}\rho_{v} = \alpha_{n}\rho_{n} \tag{4.18}$$

Met de uitdrukkingen

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{(\rho_n - \rho_v)}{\rho_v} \quad \text{en } \frac{\Delta \alpha}{\alpha} = \frac{(\alpha_n - \alpha_v)}{\alpha_v} \quad (4.19) \text{ en } (4.20)$$

kan de verandering van de resistiviteit uitgedrukt worden in functie van de TCR:

157

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = -\frac{\Delta\alpha/\alpha}{1 + \Delta\alpha/\alpha}$$
(4.21)

De relatie tussen de weerstand en de resistiviteit wordt gegeven door de wet van Pouillet:

$$R = \rho \frac{l}{S} \tag{4.22}$$

met

*l* de lengte van de baan S de doorsnede van de baan

Wanneer de lengte van de baan constant veronderstelt wordt, geldt:

$$R\alpha = \frac{1}{S} \left( \frac{d\rho}{dT} \right) \tag{4.23}$$

Met de regel van Mathiessens volgt voor een elektromigratie-experiment dat

$$R_{\nu}\alpha_{\nu}S_{\nu} = R_{n}\alpha_{n}S_{n} \tag{4.24}$$

De relatieve verandering in  $R\alpha$  en de doorsnede kan als volgt geschreven worden.

$$\frac{\Delta(R\alpha)}{R\alpha} = \frac{(R_n\alpha_n - R_\nu\alpha_\nu)}{R_\nu\alpha_\nu} \quad \text{en } \frac{\Delta S}{S} = \frac{(S_n - S_\nu)}{S_\nu} \quad (4.25) \text{ en } (4.26)$$

Met deze formules kan ook de verandering van de doorsnede van de baan in functie van de TCR geschreven worden.

$$\frac{\Delta S}{S} = -\frac{\Delta (R \alpha)/(R \alpha)}{1 + \Delta (R \alpha)/(R \alpha)}$$
(4.27)

Uit vergelijking (4.21) en (4.27) volgt dat de bijdrage aan resistiviteit en geometrie in een elektromigratie-weerstandsmeting gescheiden kunnen worden indien de TCR gekend is.

#### Bepaling van de TCR $\alpha$

Er zijn twee manieren om de TCR van een metaalbaan te bepalen; de discrete en de continue methode. In Tabel 4.2 worden de voor- en nadelen van beide technieken samengevat.

	Discrete Methode	Continue Methode
Voordelen	Snelheid (slechts 2 TCR bepalingen nodig)	Grote hoeveelheid data door in-situ bepaling van de TCR
Nadelen	Beperkte hoeveelheid data	Mindere resolutie



De discrete methode heeft als voordeel dat het een zeer snelle techniek is aangezien de TCR slechts tweemaal dient bepaald te worden. Een eerste maal voor het elektromigratie-experiment en een tweede maal na het elektromigratieexperiment.

Het nadeel van deze methode is beperkte hoeveelheid data. Er is slechts één bepaling van de resistiviteitsverandering en de geometrische verandering. Overgangen van het ene proces naar het andere zijn niet detecteerbaar. Er wordt enkel een waarde gegeven voor de totale verandering tijdens het elektromigratieproces.

Het voordeel van de continue techniek is vanzelfsprekend het groot aantal TCR bepalingen tijdens de totale duur van de meting. Door het aanleggen van een gecontroleerde temperatuurfluctuatie kan in principe voor elke periode de TCR bepaald worden.

Het nadeel van de techniek voor de continue TCR bepaling is de lagere resolutie van de TCR in vergelijking met de discrete bepaling. Deze resolutievermindering wordt veroorzaakt door verschillende factoren zoals

- het rekenalgoritme
- de verschillende responstijden voor Pt100 en weerstand van de baan op temperatuurfluctuaties
- afwijkingen van de isotherme temperatuursturing.

159

Ondanks deze lagere resolutie kunnen er toch betrouwbare besluiten getrokken worden uit de gegevens bekomen met deze methode. In de volgende paragraaf worden de resultaten van de experimenten getoond en besproken.

#### De discrete bepaling van de TCR

In een klein temperatuurinterval  $[T_1, T_2]$  kan de weerstand van de baan geschreven worden als

$$R(T) = R(T_1) [1 + \alpha (T - T_1)]$$
(4.28)

met

 $T_1 < T < T_2$  $\alpha$  de TCR in het interval  $[T_1 T_2]$ 

Uit deze formule kan de TCR bepaald worden voor en na het experiment. Indien er tijdens de elektromigratietest een weerstandsverandering optreedt, zal met behulp van de TCR de aard van de weerstandsverandering bepaald kunnen worden. Wanneer de TCR verschillend is voor en na het experiment, volgt uit formule (4.21) dat de gemeten weerstandsverandering tijdens het elektromigratieexperiment een gevolg is van veranderingen in de korrelstructuur of de defecten. Wanneer de TCR niet verandert is, zal de weerstandsverandering volgens formule (4.27) een verandering van de doorsnede van de metaalbaan weergeven. Dit kunnen gaten, ophopingen of verbredingen van de baan zijn.

#### De continue bepaling van de TCR

De tweede methode is de continue bepaling van de TCR. Door op geregelde tijdstippen tijdens het elektromigratieproces de TCR te bepalen kan een grafiek opgesteld worden voor de verandering van de TCR in functie van de tijd. Omdat de TCR enkel kan bepaald worden indien de weerstand van de baan gekend is in een klein temperatuurinterval  $[T_1, T_2]$ , wordt voor een continue bepaling van de TCR een gecontroleerde temperatuurfluctuatie aangelegd. Om deze temperatuurfluctuatie zo nauwkeurig mogelijk te bepalen aan de baan wordt een temperatuursensor (Pt100) in thermisch contact met het preparaat gebracht worden. Wanneer dit niet mogelijk is, kan de TCR niet worden bepaald met deze methode.

Experimenten tonen aan dat een ideale temperatuurfluctuatie bestaat uit een superpositie van de testtemperatuur  $T_{instel}$  en een sinusvormige fluctuatie  $T_{sin}$  met volgende parameters:

$$T(t) = T_{instel} + T_{sin}(t) = T_{instel} + T_0 \sin(2\pi t/P)$$
(4.29)

161

met  $T_0=0.5^{\circ}C$  de amplitude van de storing.  $P_0=12$  min. de periode van de storing.

Deze parameters zijn zo gekozen dat het totale systeem de aangelegde temperatuurfluctuatie gemakkelijk kan volgen wat de resolutie van de meting verbetert.

In Figuur 4.30 wordt het temperatuurprofiel en de overeenkomstige weerstandsverandering weergegeven van een AlSiCu baan.



Figuur 4.30: Temperatuurprofiel voor de continue TCR bepaling gemeten met de Pt100 in themisch contact met de baan (----) en overeenkomstig weerstandsverloop van een AlSiCu baan (multilaag) (\_\_\_\_).

In principe kan nu voor elke halve periode die in feite een klein temperatuurinterval is, de TCR bepaald worden. In realiteit zullen de TCR waarden die in de grafiek in functie van de tijd uitgezet worden een gemiddelde zijn over een aantal periodes. De TCR kan dan berekend worden met volgende formule:

$$\alpha = \frac{\sum (R_{i+1} - R_i) (R_{i+1} \Delta T_{i+1} - R_i \Delta T_i)}{\sum (R_{i+1} \Delta T_{i+1} - R_i \Delta T_i)^2}$$
(4.30)

In Figuur 4.31 wordt de TCR verandering in functie van de tijd uitgezet voor de belaste AlSiCu baan van de multilaagstructuur.



Figuur 4.31: TCR verloop van de belaste AlSiCu baan bepaald met behulp van formule (4.30).

Met de kennis van deze waarden kan het weerstandsverloop gecorrigeerd worden zodat de aangelegde temperatuurfluctuatie geëlimineerd wordt. Hiervoor wordt gebruik gemaakt van een reeksontwikkeling waarvan enkel de nulde en de eersteordeterm belangrijk zijn.

$$R_{cor}(T_{instel}) = R(T) \left[ 1 - \alpha (T - T_{instel}) + \dots \right]$$

$$(4.31)$$

Wanneer de gecorrigeerde data samen met de gemeten data in één grafiek geplaatst worden, blijkt dat het overgrote deel van de fluctuatie verdwenen is maar dat er nog steeds een kleine amplitudo op de gecorrigeerde waarden zit (Figuur 4.32). Deze fout echter verwaarloosbaar is in vergelijking met de weerstandsveranderingen die geïnduceerd worden tijdens het elektromigratieproces.



*Figuur 4.32: Combinatie van de gemeten en de gecorrigeerde weerstandsdata met behulp van de continue TCR-bepaling.* 

# 4.2.3.1.2 Resultaten en bespreking

In Figuur 4.33 wordt de relatieve weerstandsverandering getoond van het elektromigratie-experiment uitgevoerd op een AlSiCu-baan van hetzelfde type als beproken in paragraaf 4.2.2. De metaalbaan wordt eerst onderworpen aan een uitgloeibehandeling op 230°C gedurende 50 uur (Figuur 4.33a). Vervolgens wordt de baan op een temperatuur van  $T_{instel}=230$ °C belast met een uni-directionele stroom van 3 MA/cm<sup>2</sup> gedurende een periode van ~300 uur. Tijdens dit verouderings-experiment wordt er een temperatuurfluctuatie aangelegd volgens formule (4.29) (Figuur 4.33b).

Hoewel deze meting nog niet gecorrigeerd is, blijkt duidelijk dat er een weerstandsdaling voorkomt gedurende de volledige testduur. Met behulp van de aangelegde temperatuurfluctuatie en formule (4.30) is het mogelijk om een groot aantal TCR-waarden te bepalen gedurende het verloop van de meting.

163



164

Figuur 4.33: a) Weerstandsverloop tijdens de uitgloeistap van een AlSiCu metaalbaan gedurende 50 uur op een temperatuur  $T_{instel}=230$ °C. b) Weerstandsverloop van dezelfde metaalbaan die gedurende ~300 uur belast wordt met een stroom I=24 mA (3MA/cm<sup>2</sup>) op een temperatuur  $T_{instel}=230$ °C met een aangelegde temperatuurfluctuatie van ±0.5°C. Er is een continue weerstandsdaling gedurende de totale duur van de belasting.

Vanwege het groot aantal weerstandsdata werd voor elke 20 periodes een TCR-waarde bepaald werd. In Figuur 4.31 wordt het totaal van 75 TCR-waarden uitgezet. In deze Figuur is duidelijk een stijging van de TCR aanwezig. Uit de afgeleide formules voor de weerstandsbijdrage en de geometische bijdrage volgt dat de weerstandsbijdrage rechtstreekt afhankelijk is van de TCR. De verandering van de TCR in de loop van het verouderingsproces toont aan dat de korrelstructuur van de baan wijzigt wat een weerstandsdaling veroorzaakt. Dit betekent echter niet dat geen andere processen kunnen voorkomen tijdens het elektromigratie-experiment.

Nu de TCR gekend is kunnen formules (4.21) en (4.27) voor de verschillende bijdragen aan het weerstandsverloop berekend worden. In Figuur 4.34 worden de relatieve veranderingen van de verschillende bijdragen samen met de gecorrigeerde weerstandsdata uitgezet in functie van de tijd. Hieruit volgt duidelijk dat er zich tijdens de elektromigratietest zowel een verandering van de resistiviteit (2000ppm) als van de doorsnede (4000ppm) voordoet.



Figuur 4.34: Relatieve veranderingen van de resistiviteit( $\Delta \rho / \rho$ ), de geometrie ( $\Delta S/S$ ) en de gecorrigeerde weerstandsdata ( $\Delta R/R_{cor}$ ). Er is zowel een bijdrage van de resistiviteit als van de geometie aan de weerstandsdaling.

Wanneer Figuur 4.33a nader beschouwd wordt blijkt dat na t=50 uur het uitgloeiproces niet volledig voltooid is. In hoofdstuk 3 werd reeds vermeld dat het uitgloeiproces in een smalle AlSiCu metaalbaan een zeer traag en langlopend proces is. Het uitgloeiproces zal dus tijdens het elektromigratie-experiment verdergezet worden. Eerder onderzoek heeft aangetoond dat de weerstandsverandering tijdens de uitgloeifaze enkel veroorzaakt wordt door resistiviteitsveranderingen en niet door geometrische veranderingen [D'Haeger96].

Om na te gaan of het uitgloeiproces verder loopt tijdens het verouderingsproces wordt een 2<sup>de</sup> orde regressielijn doorheen de resistiviteitsbijdrage getrokken. Deze curve wordt achter het weerstandsverloop tijdens de uitgloeistap geplaatst. Figuur 4.35 toont aan dat de totale resistiviteitsbijdrage tijdens het verouderingsproces een verderzetting is van de uitgloei van de microstructuur van de baan.

165



Figuur 4.35: Combinatie van het weerstandsverloop tijdens de uitgloeistap gedurende t=50 uur en de variatie van de resistiviteitsbijdrage tijdens de stroombelasting gedurende t=300 uur. De totale resistiviteitsbijdrage aan de weerstandsdaling tijdens de elektromigratietest wordt veroorzaakt door de niet beëindigde uitgloeistap.

Uit deze resultaten kan besloten worden dat de eigenlijke weerstandsdaling veroorzaakt wordt door een verandering van de geometrie van de baan en niet door een verandering van de resistiviteit van de baan. De grote ophopingen van Cu aan de anodezijde van de baan dragen volgens deze resultaten niet bij aan een verandering van de weerstand van de baan.

Tijdens het verouderingsproces zal onder invloed van de elektronenwind materiaal vanuit het bondvlak in de baan migreren en diffunderen. Verschillende studies tonen aan dat deze weerstandsdaling enkel voorkomt in banen die omgeven zijn door een Ti/TiN laag [Kouno97], [Waltz97]. Voor de enkelvoudige baanstructuren met Tdepos.=400°C, besproken in dit proefschrift, wordt er ook geen weerstandsdaling waargenomen. terwijl bij enkelvoudige baanstructuren met een Ti/TiN-laag deze daling wel voorkomt [Scorzoni96]. De verklaring voor dit selectief proces wordt gezocht in het feit dat de Ti/TiN-lagen snelle diffusiepaden zijn voor het materiaal dat vanuit de bondvlakken onder invloed van de elektronenwind in de baan migreert.

De daling van 4000 ppm ten gevolge van de geometrische verandering zal echter maar een minieme verbreding van de baan veroorzaken. Toepassing van de wet van Pouillet leert dat de verbreding van de baan slechts gemiddeld ~5 nm bedraagt indien de weerstand daalt met 4000 ppm.

# 4.3 Studie van de bondvlakken.

# 4.3.1 Doel van het onderzoek

In deze paragraaf wordt de invloed van de Cu-diffusie in de testbanen bestudeerd met aandacht voor de manier waarop de verarmingszone het electromigratieproces kan beïnvloeden. Het feit dat Cu uit de baan diffundeert onder invloed van de verbindingsdraad kan een Cu-arme zone doen ontstaan in de testbaan zoals aangetoond werd in hoofdstuk 3. Door het verdwijnen van de precipitaten zijn er ook geen reservoirs van Cu meer aanwezig die een tekort kunnen aanvullen wanneer een deel van de baan Cu-vrij wordt onder invloed van de elektronenwind. Het Cu-arme deel van de baan is dan vergelijkbaar met een Al-baantje met een zeer lage dopering van Cu. In deze Cu-arme delen van de baan zal elektromigratie een aanvang nemen.

De verarmingszone en het overeenkomstig diffusieproces kan op deze wijze aan de basis liggen van een verhoogde kans op faling ten gevolge van elektromigratie. In deze paragraaf wordt onderzocht hoe de verarmingszone evolueert wanneer een stroombelasting aangelegd wordt.

# 4.3.2 Experiment en resultaten

Twee verschillende testen werden uitgevoerd om de invloed van het diffusieproces op het elektromigratiegedrag na te gaan. Twee preparaten  $(S2, S3)^1$  worden uitgegloeid  $(T_{instel}=230^{\circ}C)$  totdat de grens van de verarmingszone tot in de testbaantjes reikt. Vervolgens worden beide preparaten onderworpen aan een elektromigratietest  $(T_{instel}=230^{\circ}C)$  waarbij een stroom van  $1MA/cm^2$  doorheen de testbaan gestuurd wordt. Voor het eerste preparaat (S2) wordt de stroom zodanig aangelegd dat het bondvlak waar de verarmingszone tot in de baan reikt de anode is (Figuur 4.36a). Voor het 2<sup>de</sup> preparaat (S3) wordt het bestudeerde bondvlak als cathode gebruikt (Figuur 4.36b).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> De codes verwijzen naar de preparaten in Tabel 3.1.



Figuur 4.36: Schema van de EM-testen. Het bestudeerde bondvlak wordt gebruikt a) als anode, b) als cathode.



Figuur 4.37: a) REM-BSE opname van de korrelstructuur van een AlSiCu bondpad en baan na een uitgloei van 200 uur op 230°C. De gekartelde rand links op de foto is een klein deel van de AlSi bonddraad. De witte deeltjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. b) REM-BSE opname van hetzelfde gebied als a) na een elektromigratietest van 240 uur bij 230°C met een stroom van 1 MA/cm<sup>2</sup> (e<sup>-</sup> bewegen naar het bondpad toe). De pijlen duiden de gaten aan die in de baan en het bondpad gevormd werden t.g.v. de 'elektronenwind'.

Preparaat S2 wordt gedurende 200 uur uitgegloeid op 230°C. Figuur 4.37a toont de microstructuur na de uitgloeistap. Links op de foto is een klein deel van de AlSi verbindingsdraad zichtbaar. De verarmingszone reikt tot ongeveer 10  $\mu$ m in de testbaan. De witte deeltjes zijn CuAl<sub>2</sub>-precipitaten. Vervolgens wordt een stroom van 1 MA/cm<sup>2</sup> aangelegd in de baan.

Figuur 4.37b is een collage van REM-BSE opnamen na 240 uur stroombelasting. Er zijn precipitaten van verderop in de baan naar de anode toe gediffundeerd. Het precipitaat dat het dichtst bij het bondvlak lag, is opgelost. Op die plaats worden er gaten in de baan gevormd. Het is duidelijk dat deze gaten ontstaan in het Cuarme gedeelte van de baan. Verderop in de baan waar de verarmingszone geen invloed heeft worden gaten en ophopingen gevormd op de normale wijze zoals besproken in de eerste paragraaf van dit hoofdstuk.

Voor het tweede preparaat (S3) wordt de stroom in de omgekeerde richting aangelegd. Figuur 4.39a wordt de microstructuur van het preparaat getoond na de volledige uitgloeibehandeling (250 uur op 230°C). De toestand van de baan na de verschillende uitgloeistappen werd reeds besproken in het derde hoofdstuk. Ook hier situeert de grens van de verarmingszone zich ongeveer 10  $\mu$ m in de testbaan. Tijdens de test wordt een stroom aangelegd van 1.5MA/cm<sup>2</sup> waarbij het preparaat op 230°C gehouden wordt. De baan wordt belast tot faling (Figuur 4.38).

In Figuur 4.39b wordt het resultaat van de REM-studie in het verarmingsgebied getoond na de elektromigratietest waarbij de elektronenwind beweegt van links naar rechts.

Er is nagenoeg geen verandering opgetreden in de microstructuur. Het dichtstbijzijnde Cu-precipitaat is gegroeid. Uit deze resultaten blijkt dat het gediffundeerde Cu in de richting van het bondvlak en de verbindingsdraad gedeeltelijk opnieuw in de baan diffundeert onder invloed van de elektronenwind. Verderop in de baan worden er wel gaten en ophopingen van materiaal gevonden (Figuur 4.40). Ook hier worden de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten uit de baan gedrukt door de Al-ophopingen.



Figuur 4.38: Weerstandsverloop tijdens de stroombelasting van een AlSiCu baan met j=1.5 MA/cm<sup>2</sup>,  $T_{instel}=230$ °C.



Figuur 4.39: a) REM-BSE opname van de korrelstructuur van een deel van bondvlak en de baan na een uitgloeiperiode van 250 uur op 230°C. Er ontstaat een Cu-arm gebied van ongeveer  $15\mu m$  in de baan b) REM-BSE opname van het Cu-arme baangedeelte na elektromigratie. Er werden geen holtes gevormd in dit deel van de baan o.i.v. de elektronenwind (het elektromigratieproces). Het CuAl<sub>2</sub>-precipitaat is gegroeid.

171



Figuur 4.40: Schade in de AlSiCu baan na de verouderingstest. Er worden gaten en ophopingen gevormd in de baan. Het witte deeltje is opnieuw een CuAl<sub>2</sub>precipitaat dat uit de baan gedrukt wordt door een Al-ophoping.

Dezelfde experimenten worden uitgevoerd op preparaten S4 en S5 uit Tabel 3.1. Deze preparaten worden voor langere tijd uitgegloeid (330 uur en 450 uur) zodat de verarmde zone in de testbaan respectievelijk ~ $25\mu$ m en 15~ $\mu$ m bedraagt (resp. Figuur 4.41a en Figuur 4.43a).

Voor preparaat S4 wordt het bondvlak met de verarmingszone als anode gebruikt tijdens het elektromigratie-experiment. Gedurende een stroombelasting van  $j=1MA/cm^2$  bij een temperatuur  $T_{instel}=230^{\circ}C$  bedraagt de relatieve weerstandsstijging van de baan 2500 ppm na t=50 uur (Figuur 4.42a)

In Figuur 4.41b wordt de microstructuur van de baan na de test getoond aan de hand van REM-BSE opnamen. Een groot gat werd gevormd aan het begin van het bondvlak. Wanneer de positie en de grootte van de precipitaten vergeleken wordt met de toestand na de uitgloeistap, blijkt dat Cu vanuit de baan in de richting van het bondvlak gediffundeerd is. Ook zijn een klein aantal gaten zichtbaar aan de rand van de baan.



Figuur 4.41: a) REM-BSE opname waar een deel van de baan en bondpad getoond wordt na een uitgloeistap van 330 uren. Er is een verarmingszone die tot in de baan reikt. b) Dezelfde baan na een stroombelasting van 1MA/cm<sup>2</sup> gedurende 50 uur. Er is duidelijk vorming van een gat in het verarmde deel van de baan ( het bondpad wordt hier als anode gebruikt.)



Figuur 4.42: Weerstandsverloop voor een uitgegloeide AlSiCu baan gedurende t=50 uur onder invloed van een stroombelasting  $j=1MA/cm^2$  op een temperatuur  $T_{instel}=230$  °C. a) Preparaat S4; het bondvlak met de verarmingszone is de anode. b) Preparaat S5; het bondvlak met de verarmingszone is de cathode.

Voor preparaat S5 wordt het bondvlak met de verarmingszone als cathode gebruikt. In het weerstandsverloop is er na een korte en kleine stijging een lichte daling aanwezig tijdens de eerste 50 uur van de elektromigratietest (Figuur 4.42b). In Figuur 4.8b wordt de microstructuur getoond van de baan in de buurt van de verarmingszone met behulp van REM-BSE opnamen. Wanneer de vergelijking gemaakt wordt met de microstructuur na de uitgloeistap blijkt dat aan het begin van de baan een Al-ophoping gevormd wordt. Verderop in de baan duidt de pijl een nieuw CuAl<sub>2</sub>-precipitaat aan. Verder is er weinig verandering opgetreden in de rest van de baan. Het precipitaat en de ophoping zijn waarschijnlijk de oorzaak van de daling in de weerstand van de baan.

#### 4.3.3 Bespreking

Een verklaring voor het verschillende elektromigratiegedrag in functie van de stroomrichting kan gevonden worden in een omkering van de Cu-drift. Tijdens de uitgloei is er een diffusie van Cu-atomen vanuit de metallisatie naar de verbindingsdraad. Wanneer het bondvlak in de EM-experimenten gebruikt wordt als cathode wordt een deel van het gediffundeerde Cu terug in de baan gestuurd o.i.v. de elektronenwind. Hierdoor wordt er opnieuw Cu in het verarmde gebied gebracht hetgeen de Al-migratie tegengaat.



Figuur 4.43 : a) REM-BSE opnamen van een AlSiCu baan na een uitgloeiperiode van 450 uren op 230°C. Er zijn nog slechts 2 zeer kleine precipitaten aanwezig in de microsructuur van de baan (pijltjes).

In het geval dat het bondvlak als anode gebruikt wordt, wordt de diffusie zelfs versterkt in het verarmde gebied en zijn het slechts de Cu-atomen aanwezig verderop in de baan die elektromigratie in het verarmde gebied kunnen tegengaan.

Het probleem dat zich hier stelt kan relatief gemakkelijk vermeden worden door de AlSi draden te vervangen door AlSiCu draden met dezelfde samenstelling als de metallisatie waar de draden op vastgehecht worden. Hierdoor onstaat er geen gradient in de samenstelling waardoor er geen Cu-drift ontstaat.

Een probleem dat zich kan stellen bij het gebruik van meer exotische legeringen voor de metaalbanen, is de onmogelijkheid van het fabriceren van een gelijksoortige betrouwbare draad die de verbinding moet vormen tussen de verpakking en de teststructuur.

Wanneer het diffusiemechanisme niet kan voorkomen worden dient er bijzondere aandacht besteed te worden aan de plaatsing van de verbindingsdraad op het bondvlak. De draad moet in dit geval zo ver mogelijk van de testbaan geplaatst worden. Indien mogelijk moet het bondvlak vergroot worden.

# 5 Conclusies

In dit proefschrift werden de microstructurele processen bestudeerd die aan de basis liggen van het elektromigratieproces. In het bijzonder werd de invloed van de CuAl<sub>2</sub>-precipitaten op het elektromigratieproces bestudeerd. Hiervoor werd hoofdzakelijk gebruik gemaakt van transmissie-elektronenmicroscopie en rasterelektronenmicroscopie.

Om een betrouwbare studie van de baanstructuren te kunnen uitvoeren werd een nieuwe verdunningstechniek ontwikkeld die een TEMverdunning over de volledige lengte ( $l=200 \ \mu m$ ) van baanstructuren mogelijk maakt. De nieuwe techniek is gebaseerd op de *Tripod*methode en bestaat uit een doorgedreven mechanische polijststap ( $<5\mu m$ ) gevolgd door een kortstondige Arionenbundel-verdunning waarbij de bundel onder een kleine invalshoek (3° met het preparaatoppervlak) geplaatst wordt.

Dit resulteert in grote elektronentransparante preparaten zonder defecten of opwarming van het preparaat. Door de mogelijkheid om de invalshoek van de ionenbundel over 90° te variëren, kon aangetoond worden dat, voor een bundel onder een hoek van 15°, het preparaat reeds een opwarming ondergaat tussen 100 en 200°C.

In een eerste deel van dit proefschrift werd de microstructuur van vlakke Al-gebaseerde metallisaties bestudeerd. In het bijzonder werd de invloed van de additie-elementen Cu (0.5wt.%) en Si (1wt.%) geanalyseerd omdat toevoeging van deze elementen de weerstand tegen elektromigratie verhoogt. In de verdere studies van de baanstructuren kunnen deze resultaten als referentie gebruikt worden om veranderingen als gevolg van het etsproces te karakteriseren.

Er wordt met secundaire ionenmassaspectroscopie en transmissieelektronenmicroscopie aangetoond dat er voor verschillende metallisaties een niet-uniforme verdeling voorkomt van de additie-elementen in de diepte van de metallisatie.

Afhankelijk van de depositietemperatuur wordt een er Cuconcentratieverhoging vastgesteld aan de substraatzijde in de metallisatie (~100<T<sub>depos</sub><Cu-oplosbaarheidsgrens). Wanneer de metallisatie aan bijkomende temperatuurstappen onderworpen wordt, ontstaat er zowel een Cuconcentratieverhoging aan de substraatzijde als aan het oppervlak. Voor depositie op kamertemperatuur en boven de oplosbaarheidgrens wordt wel een uniforme verdeling gevonden.

De precipitaten die voorkomen in de metallisaties zijn voornamelijk in de stabiele  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>-faze en komen zowel voor op de korrelgrenzen (tripelpunten), als

in de Al-korrels. De Al-korrelgroei wordt belemmerd zolang er precipitaten aanwezig zijn in de metallisatie. De vorm van de precipitaten is dan weer afhankelijk van de gemiddelde Al-korrelgrootte. Voor kleine gemiddelde Alkorrelgroottes hebben de precipitaten een ronde vorm en voor de grote gemiddelde Al-korrelgroottes hebben de precipitaten een onregelmatige vorm.

Voor Si blijkt er steeds een concentratieverhoging aanwezig aan de grens met het SiO<sub>2</sub>.

In een tweede deel werden baanstructuren bestudeerd die geëtst werden uit metallisaties analoog aan deze bestudeerd in het eerste deel. Om de commerciële IC's zo dicht mogelijk te benaderen worden de geëtste baanstructuren in een keramische verpakking gelijmd. **De temperatuurprocessen tijdens het verpakkingsproces blijken geen invloed te hebben op de Al-korrelstructuur.** Voor de baanstructuren met een Cu-additie bestaat ook nog steeds de nietuniforme verdeling voor depositietemperaturen lager dan de oplosbaarheidgrens. Uitgloeistappen op een hogere temperatuur dan de depositietemperatuur veroorzaken wel een Al-korrelgroei. De irreversibele daling van de weerstand in de baan tijdens de uitgloeistap wordt veroorzaakt door het uitgloeien van defecten en eventucel Al-korrelgroei. Een deel van de daling is echter reversibel ten gevolge van Cu en Si-precipitatie indien de uitgloeitemperatuur lager is dan de depositietemperatuur. De precipitaten migreren niet tijdens deze uitgloeistappen.

Weerstandsmetingen hebben aangetoond dat het elektromigratieproces in verschillende stadia verloopt. Eerst is er een incubatieperiode die gevolgd wordt door de lineaire fase en de catastrofale fase. Om de invloed van een stroombelasting op de baanstructuren te bestuderen in deze verschillende stadia werden de weerstandsmetingen herhaald maar na elk stadium onderbroken voor een TEM of REM-studie. Voor preparaten gedeponeerd bij Tdepos.=400°C werd aangetoond dat tijdens de incubatieperiode een herverdeling van de CuAlprecipitaten voorkomt. De vele kleine precipitaten smelten samen en vormen minder en grotere precipitaten. Een wisselstroomexperiment bevestigt dat dit proces uitsluitend stroomgedreven is. Eens de herverdeling voltooid neemt de lineaire fase een aanvang waarin de vorming van gaten en ophopingen aanvangt. Tijdens deze fase blijkt dat de precipitaten op sommige plaatsen uit de metallisatie gedrukt worden. Dit betekent dat de precipitaten de korrelgrenzen niet blokkeren waardoor de Al-migratie belemmerd wordt, maar dat dit laatste een gevolg is van de korrelgrensstructuur. Sommige precipitaten lossen op om die delen van de baan te voorzien waar Cu grotendeels gemigreerd is. Er is echter geen herverdeling van de precipitaten meer. In de catastrofale fase is er de verdere vorming van gaten en ophopingen. Faling treedt op waar Cu volledig gemigreerd is.

Voor de baanstructuren gedeponeerd bij  $T_{depos}$ =200°C blijkt tijdens de incubatieperiode een weerstandsdaling voor te komen. Door het toepassen van de techniek van scheiding van resistiviteit en geometrie volgt dat de daling volledig te wijten is aan resistiviteitsverandering. Een mogelijke verklaring is dat door de kleine gemiddelde Al-korrelgrootte de hoeveelheid Cu die aanwezig is in de Al-korrels snel naar de korrelgrenzen kan diffunderen waardoor de weerstand van de baan daalt. Het verder verloop van het elektromigratieproces is analoog als voor de structuren gedeponeerd bij hoge temperatuur.

Studie van de aanhechting van de AlSi-verbindingsdraad tussen de metallisatie en de keramische verpakking toont aan dat er een Cudiffusieproces plaatsvindt van de metallisatie naar en in de verbindingsdraad ten gevolge van de concentratiegradiënt. De straal van de verarmingszone is functie van de wortel van de tijd. Door een slechte plaatsing van de verbindingsdraad kan tijdens het initiële uitgloeiproces reeds Cu uit de baan diffunderen naar de verbindingsdraad. Hierdoor ontstaat er een Cu-arm deel in de baan waardoor elektromigratie zeer snel kan plaatsvinden in dat deel van de baan.

Er werd tenslotte een studie uitgevoerd op **multilaagstructuren met een** submicron AlSiCu-baan omgeven door Ti/TiN-diffusiebarrières en aan het begin- en eindpunt van de baan een W-via. Ook hier blijkt voor verschillende preparaten een weerstandsdaling voor te komen in de baan. Toepassing van de scheidingstechniek voor resistiviteit en geometrie leert dat de weerstandsdaling een gevolg is van geometrische veranderingen in de baan. Vergelijkingen met structuren uit de literatuur toont aan dat er materiaal vanuit het bondvlak in de baan diffundeert via de TiAl<sub>3</sub>- en de Ti/TiN-laag wat resulteert in een verbreding van de baan en een daling van de weerstand.


# Bijlage A: De HRWM techniek

Enerzijds is er de *brug-techniek* die gebruik maakt van een referentiebaan om weerstandsveranderingen ten gevolge van temperatuurfluctuaties te elimineren en zo een hoge resolutie te bekomen. Anderzijds is er de *absolute techniek* die de hoge resolutie verkrijgt door een zeer stabiele omgevingstemperatuur te creëren.

#### De brugtechniek

De brug-techniek stuurt tijdens de elektromigratietest een continue DCstroom doorheen de testbaan. Tijdens de korte meetcyclus (gedurende ongeveer 40s) zal er een gelijkaardige stroom doorheen de referentiebaan gestuurd worden. Met een Wheatstone-brug worden relatieve weerstandswaarden bekomen die enkel invloed van de aangelegde stroom weergeven. Eén van de de basisveronderstellingen is namelijk dat alle temperatuurafhankelijke effecten geëlimineerd worden zowel van de omgeving als in de baan door tijdens de meetcyclus een identieke stroom doorheen de referentiebaan te sturen. Er wordt echter geen rekening gehouden met trage thermische processen zoals precipitatie en korrelgroei die onder invloed van de langdurige Joule-opwarming enkel in de testbaan voorkomen. Tijdens de korte meettijden dat de referentiebaan ook belast wordt, zullen deze processen hier niet voorkomen en dus ook niet in rekening gebracht worden.

#### De absolute techniek

absolute De techniek daarentegen meet in-situ absolute stabiele weerstandswaarden met een hoge resolutie door een uiterst omgevingstemperatuur te creëren. Dit maakt het mogelijk om zuiver thermisch geaktiveerde processen te bestuderen in de testbaan. Door de kennis van de weerstandsvariaties van deze processen kan de zuiver elektromigratiegedreven weerstandsverandering uit testdata berekend worden. Aangezien geen identieke referentiebaan noodzakelijk is, kan in principe elke willekeurige baan aan een elektromigratietest onderworpen worden. In dit proefschrift zal dan ook gebruik gemaakt worden van deze absolute techniek.

In Figuur A.1 wordt een overzicht getoond van het volledige HRWM systeem. Om de stabiele omgevingstemperatuur te creëren wordt gebruik gemaakt van een computergestuurde gasbuisoven onder He-atmosfeer of een oliebadoven. Een uitgebreide beschrijving van deze ovens en het besturingsmechanisme werd reeds door anderen uitgebreid besproken [*DeCeuninck90*] [*D'Haeger96*]. We geven hier enkel een korte beschrijving van het systeem.

Via de temperatuurcomputer en de weerstandscomputer die onderling verbonden zijn, wordt het volledige systeem gestuurd. De T-computer is verbonden met een temperatuursensor (Pt100) die tegen de preparaatverpakking geplaatst wordt. Aan de hand van de opgemeten weerstandswaarde van de Pt100 wordt de temperatuur van de buisoven berekend. Afwijkingen van de ingestelde temperatuur worden door de computer bijgestuurd via de voeding van het verwarmingselement.



#### Figuur A.1: Schematische voorstelling van het HRWM-systeem.

De R-computer stuurt de stroombron tijdens de de weerstandsmetingen en verwerkt de spanningsmeetgegevens, die door de multimeter over de testbaan opgemeten worden, tot een grafiek waarin de relatieve spanningsveranderingen uitgezet worden. Wanneer meerder banen simultaan gemeten worden stuurt de Rcomputer de multiplexer zodat voor alle banen een gelijkaardige grafiek gegenereerd wordt. Tijdens de uitgloeistap voorafgaand aan de eigenlijke elektromigratietest, wordt de DC-stroombron van het preparaat verbonden met een stroomomkeringsmechanisme. Dit om te voorkomen dat de kleine stroom die nodig is voor de weerstandsmeting, het elektromigratiemechanisme voortijdig op gang zou brengen. De stroomomkering zorgt ervoor dat de stroom periodiek omkeert tijdens de uitgloeistap. Voor de eigenlijke elektromigratietest wordt dit toestel uit de opstelling verwijderd.

Gedurende de meting wordt het preparaat in de buisoven onder een inerte Heatmosfeer geplaatst. Dit draagt bij aan de temperatuurstabiliteit en voorkomt oxidatie van niet-gepassiveerde Al-metallisaties.



# Bijlage B: Analytische technieken

In deze bijlage wordt een bondig overzicht gegeven van de werking en de functie van de verschillende analytische technieken die in dit proefschrift gebruikt worden.

#### Analytische transmissie-elektronenmicroscopie (ATEM)

ATEM is een unieke analysetechniek omdat hoge resolutie beeldvorming gecombineerd wordt met de mogelijkheid om zowel chemische als kristallografische informatie te verzamelen tot op nanokristallijne schaal.

De microscoop die bij dit onderzoek gebruikt wordt, is een Philips CM12 TEM en werkt bij een versnelspanningspanning van 120 keV.

Een gedetailleerde beschrijving van het principe van de TEM wordt in de literatuur uitvoerig beschreven [Beeston73], [Edington74], [Goodhew75], [Madden87].

Hier wordt enkel een overzicht gegeven van de verschillende manieren van beeldvorming aan de hand van de elektronebundelinterakties met het preparaat. Deze interacties kunnen in twee groepen opgedeeld worden: elastische en inelastische verstrooiing.

Elastische verstrooiing leidt tot voorwaartse diffractie- en transmissieelektronen en achterwaarts verstrooide (backscatter) elektronen. Inelastische verstrooiing leidt o.a. tot secundaire elektronen, Auger elektronen, X-stralen en fononen.

#### 1. Elastische verstrooiing

Een deel van de invallende elektronen zal het preparaat opnieuw verlaten zonder gediffracteerd te worden. De beelden gevormd met deze elektronen staan bekend als de helder-veldbeelden. Een ander deel van de elektronen zal diffracteren aan de atoomvlakken van het monster. In een helder-veldbeeld voor kristallijne materialen zal de afwezigheid van de gediffracteerde elektronen resulteren in structureel contrast. Voor niet-kristallijne materialen zal het contrast gevormd worden door materiaalafhankelijke absorptie van de invallende elektronen.

Voor kristallijne materialen zal elke set van atoomvlakken waarvoor voldaan is aan de Braggwet resulteren in de vorming van een diffractiespot. Door beeldvorming van het brandvlak wordt het diffractiepatroon gevormd op het fluorescentiescherm. Uit het diffractiepatroon kan eenduidig de kristalstructuur en de oriëntatie bepaald worden. Wanneer een beeld wordt gevormd van één specifieke diffractiespot, ontstaat een donker-veldbeeld.

Als het diffractiepatroon van een klein deel van het beeld gevormd moet worden, wordt gebruik gemaakt van het selectiediafragma (Selected Area Diafragma). Hiermee kunnen oppervlakken met een doorsnede groter dan 1  $\mu$ m geselecteerd worden. Indien dit ontoereikend is, kan de bundel gefocuseerd (Convergent Beam Electron Diffraction) worden tot een diameter van 10 nm.

Een deel van de gediffracteerde elektronen zal achterwaarts verstrooid worden. De opbrengst van deze elektronen is sterk afhankelijk van het atoomnummer zodat de verschillende elementen gemakkelijk onderscheidbaar zijn bij beeldvorming met deze elektronen.

#### 2. Inelastische verstrooiing

De interactie van een hoog-energetisch invallende elektron met een atoom kan resulteren in de uitstoot van een elektron op één van de binnenschillen. Tijdens de daaropvolgende de-exitatie komt er energie vrij in de vorm van X-stralen of een Auger-elektron waarvan de energie karakteristiek is voor ieder element. De Xstralen worden gedetecteerd met een energiedispersief X-stralenanalysetoestel (EDX). Als dusdanig kan kwalitatieve (soort chemisch element) en kwantitatieve (hoeveelheid van het element) informatie over de chemische samenstelling van het preparaat worden bekomen.

De interactie van de elektronenbundel met het preparaat kan ook leiden tot het los slaan van conductie-elektronen. Deze elektronen worden de secundaire elektronen genoemd, hebben een lage energie en worden gebruikt voor de studie van het preparaatoppervlak (RTEM). Het kleine elektroninteractievolume van het preparaat zorgt er tevens voor dat de resolutie van de rasterbeelden veel hoger is dan bij de rasterelektronenmicroscoop waar de bulk preparaten een groot interactievolume hebben.

Een groot deel van de energie die in de elektronenbundel aanwezig is, wordt omgezet in roostervibraties en dus warmte. Voor thermisch geleidende materialen wordt de warmte afgevoerd via de preparaathouder. Voor thermische isolatoren zoals keramische materialen of polymeren, moet er rekening gehouden worden met mogelijke wijzigingen in de structuur ten gevolge van de opwarming.

Uit dit overzicht blijkt dat TEM een grote hoeveelheid informatie over een preparaat kan geven. Er zijn echter ook beperkingen verbonden met deze techniek. Zo is de monsterpreparatie een destructieve en delicate aangelegenheid. In Hoofdstuk 2 wordt een overzicht gegeven van de algemeen gebruikte preparatietechnieken en er wordt een nieuwe techniek voorgesteld om de efficiëntie en controle tijdens de preparatie te verhogen.

#### Rasterelektronenmicroscopie (REM)

De rasterelektronenmicroscoop is ideaal voor hoge resolutie beeldvorming en chemische analyses van preparaatoppervlakken tot op micrometerschaal.

De REM die voor het in dit proefschrift beschreven onderzoek gebruikt wordt, is een XL30-FEG van Philips met een EDX-systeem voor chemische analyses. De versnelspanning varieert tussen 5 en 30 keV.

Het beeld wordt gevormd door secundaire elektronen die gemakkelijk vrijkomen uit het preparaat door de lage bindingsenergie.

Op dezelfde manier als bij ATEM komen er ook X-stralen en achterwaarts verstrooide elektronen vrij. De X-straling wordt gedetecteerd door de EDXsysteem waaruit kwantitatieve en kwalitatieve chemische analyses van het oppervlak volgen. De achterwaarts verstrooide elektronen kunnen gebruikt worden om de verschillende chemische elementen, aanwezig in het preparaat, zichtbaar te maken.

Een groot voordeel is het niet destructieve karakter van de techniek. Dezelfde preparaten kunnen op verschillende tijdstippen, als het experiment het toelaat, geanalyseerd worden zonder dat de microstructuur of de opbouw van het preparaat gewijzigd wordt. De meerderheid van de monsters heeft geen preparatie nodig wat ten goede komt aan de snelheid van de techniek.

Enige beperking ten opzichte van ATEM is een lagere resolutie door het grotere elektroninteractievolume van de preparaten.

#### Optische Microscopie (OM)

Tijdens preparatie is het belangrijk dat het preparaat op regelmatige tijdstippen gecontroleerd wordt op bvb. kleur en krassen. Ideaal hiervoor is de lichtmicroscoop met een lage vergroting zodat het volledige preparaat gecontroleerd kan worden.

In dit proefschrift wordt zowel van een reguliere als een geïnverteerde optische microscoop gebruik gemaakt. De geïnverteerde microscoop heeft het voordeel dat het monster niet moet losgekoppeld worden van het toestel waarmee de preparatie gebeurt indien de afmetingen studie onder de gewone lichtmicroscoop niet toelaten (zie Hoofdstuk 2; de Tripod).

#### Secundaire ionen massa spectroscopie (SIMS)

De drie voorgaande technieken kunnen allen een beeld genereren van het oppervlak of de interne structuur van een monster. OM en REM geven een beeld van de oppervlakte van het preparaat terwijl ATEM een beeld geeft van de interne structuur van de monsters. ATEM eist echter dat de preparaten een bepaalde preparaatafhankelijke dikte niet overschrijden om een studie mogelijk te maken. Dit leidt meermaals tot het wegetsen van een deel van de metallisatie of structuur. Om de preparaatopbouw in de z-richting te kennen, kunnen dwarsdoorsneden gemaakt worden. Wanneer er echter met legeringen gewerkt wordt, zijn er mogelijk verschillende fazen of precipitaten aanwezig in het monster die geen uniforme verdeling hebben doorheen de structuur. Daardoor kan er dan een vertekend beeld gecreëerd worden tijdens de ATEM studie zowel voor vlakke doorsnede als dwarsdoorsnede.

De oplossing voor dit probleem ligt bij SIMS. Met dit toestel is het mogelijk om een dieptestudie uit te voeren op een metallisatie waaruit kwalitatieve en kwantitatieve chemische gegevens voortvloeien.

Het toestel dat voor het onderzoek in dit proefschrift gebruikt wordt is een Cameca IMS 5f.

De SIMS techniek is gebaseerd op sputtering. Een primaire bundel van Cs ionen bombardeert het preparaatoppervlak met een energie tussen de 1 en 20 keV. Door de impact van de ionen worden atomen van de metallisatie gesputterd. De gesputterde atomen verlaten het oppervlak in de neutrale of de geïoniseerde toestand. Een deel van de neutrale atomen vormen een cluster met secundaire Cs<sup>+</sup> ionen. Deze clusters worden vervolgens gedetecteerd met een massaspectrometer en geanalyseerd op de massa/lading verhouding. De intensiteit van elk element wordt uitgezet op een grafiek met op de horizontale as de diepte in de metallisatie (z-richting). Het resultaat is een grafiek met een diepteprofilering van de verschillende chemische elementen die aanwezig zijn in de metallisatie en de relatieve concentraties (zie hoofdstuk 3).

Een beperking van SIMS is het verschil in detectiegevoeligheid tussen verschillende matrices. Kwantitatieve analyses worden hierdoor gecompliceerd. Bijkomend is er nog het destructieve karakter van de techniek en de limiet op de analyseerbare oppervlakte. Het gerasterde oppervlak is  $250\mu m^2$  waarvan een centraal gebied met een doorsnede van ongeveer  $30\mu m$  bijdraagt aan het signaal. Het is echter niet mogelijk om van een kleiner gebied een profilering te maken omdat het signaal te klein wordt. Baanstructuren met een breedte van 3  $\mu m$  zoals in dit proefschrift bestudeerd worden, kunnen dus niet met SIMS geanalyseerd worden.

# Bijlage C: Preparatietechnieken

## C.1 Mechanisch polijsten en ionenbundeltoestel.

#### ✓ Vlakke doorsnede

De preparaten voor vlakke doorsnede worden eerst mechanisch gepolijst aan de substraatzijde tot een dikte van ongeveer 50  $\mu$ m. Vervolgens worden de preparaten centraal lichtjes uitgehold (kuilverdunning) waarna het preparaat op een ringvormige houder gekleefd wordt en verder verdund wordt met behulp van een Argon-ionenbundel. De intensiteit (tot 6keV) en de diameter van de bundel kunnen gevarieerd worden, wat de snelheid van het verdunnen en de grootte van het verdunde oppervlak beïnvloed. De standaardhoek van de ionenbundel met het preparaatvlak is 15° omdat bij deze hoek de grootste sputteropbrengst (snelste verdunning) gerealiseerd wordt. Nadelig is dat door sputteren onder deze hoek een groot aantal defecten geïntroduceerd worden in het preparaat en dat de temperatuur hoog kan oplopen. De schattingen voor de opwarming in het centrum van de bundel lopen sterk uit elkaar (van 100°C tot 400°C).

Vlakke Doorsnede			
Techniek	Specificaties	Dikte	Referentie
Mechanisch polijsten op roterende polijst- doeken	Schuurpapier: P1200 Polijstdoeken: DP-DUR Diamantspray: 3 μm, 1μm, ¼ μm	>50 µm	Polijstdoeken [Streurs1] Diamantspray [Streurs2]
Kuilverdunning	Enkel substraatzijde	>20 µm	[Gatan]
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel,preparaatopp</sub> .: 15°	Tot centrale holte	Balzers RES010 [Balzers1]

Tabel C.1: Overzicht voor de preparatie van een vlakke doorsnede voor TEM studie.

Tijdens de ionenbundelverdunning wordt het preparaat voortdurend geroteerd om de oppervlakteruwheid van het preparaat te minimaliseren. In het ideale geval ontstaat er uiteindelijk een holte in het centrum van het preparaat. De

rand van deze holte is elektronentransparant en bruikbaar voor TEM onderzoek (Tabel C.1).

## ✓ Dwarsdoorsnede

Bij de preparatie van dwarsdoorsneden worden twee 3x3 mm monsters met de bovenzijde tegen elkaar gekleefd (Figuur C.1). Vervolgens wordt dit preparaat in schijfjes van ongeveer 150  $\mu$ m gezaagd met een diamantzaag. Na mechanisch polijsten tot een dikte van 20  $\mu$ m worden de schijfjes aan beide zijden gelijktijdig verdund met een ionenbombardement. De wigvormige rand die ontstaat aan de resulterende holte is elektronentransparant (Tabel C.2).

Dwarsdoorsnede			
Techniek	Specificaties	Dikte	Referentie
Zagen van monsters	Afmeting: 3x3 mm (2 monsters)		Diamantzaag [ <i>Buehler</i> ] Figuur 2.2a
Lijmen van 2 monsters	Met de bovenzijde naar elkaar toe		Gatan G1 epoxy [Gatan1]
Zagen van monster	Dikte: $150 \mu \text{m}$		Diamantzaag [ <i>Buehler</i> ] Figuur 2.2b
Mechanisch polijsten op roterende polijstdoeken	Schuurpapier: P1200 Polijstdoeken: DP-DUR Diamantspray: 3 µm, 1µm, ¼ µm	>20 µm	Polijstdoeken [Streurs1] Diamantspray [Streurs2]
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel,preparaatopp</sub> : 15° 2 zijden tegelijk	Tot centrale holte	Balzers RES010 [ <i>Balzers1</i> ] Figuur 2.2c

Tabel C.2: Overzicht van de preparatietechniek voor een dwarsdoorsnede TEM preparaat.



Figuur C.1: Overzicht van de preparatiemethode voor dwarsdoorsneden. a) Lijmen van twee monsters met de bovenzijde naar elkaar toe, b) Zagen van 150  $\mu m$  dikke schijfjes, c) mechanisch polijsten tot een dikte van 20  $\mu m$ , d) ionenbundelverdunning gelijktijdig aan beide zijden.

## C.2 De Tripodmethode

In Tabel C.3 wordt een overzicht gegeven van de verschillende stappen in de monsterpreparatie met de Tripod. Om te beginnen wordt het preparaat op het pyrex glas van de preparaathouder gekleefd. Aangezien aan het einde van het mechanisch verdunningsproces met de Tripod slechts een zeer dun preparaat overblijft, zal de lijm aan verschillende voorwaarden moeten voldoen om geschikt te zijn voor deze wijze van TEM-preparatie. Tijdens het testen van verschillende lijmsoorten werden volgende voorwaarden onderzocht:

- De sterkte van de lijm tijdens het verdunningsproces om vroegtijdig loskomen van het preparaat tegen te gaan.
- De uitharding van de lijm op lage temperatuur om geen structuurveranderingen te veroorzaken.
- De graad van oplosbaarheid van de lijm na het polijstproces. Dit opdat het preparaat zonder beschadiging loskomt van het glas en er geen lijmresten op de structuur achterblijven die de TEM-studie kunnen hinderen.
- De doorzichtigheid van de lijm om het preparaat te kunnen observeren doorheen het pyrex glas tijdens het polijstproces.

De meeste van de beschikbare lijm- en wassoorten voldoet enkel aan de laatste drie voorwaarden.

Het voortdurend loskomen van het preparaat is voornamelijk te wijten aan het veelvuldig gebruik van water tijdens het polijsten waardoor de lijm- of waslaag vooral aan de randen van het preparaat oplost. Het gebruik van water is echter nodig om zowel de polijstresten van de polijstdoek te verwijderen alsook om de opwarming van het preparaat tijdens het polijsten te minimaliseren. De contactlijm *Loctite superlijm [Loctite]* voldoet aan alle eisen die gesteld worden. De uitharding gebeurt bij kamertemperatuur en heeft dus geen invloed op de

microstructuur. Het enige nadeel is de snelle uitharding van de lijm waardoor er weinig tijd is om het preparaat te manoeuvreren tijdens het kleven.

Het polijsten gebeurt op een polijstfolie [3M Imperial<sup>TM</sup>] die op een glasplaat wordt aangebracht om een perfect vlakke ondergrond te hebben tijdens het polijstproces. De polijstfolie is verkrijgbaar in verschillende soorten ruwheid. Voor preparatie van de monsters in dit proefschrift wordt gebruik gemaakt van polijstfolie met de volgende ruwheden; 30, 15, 6, 3, 1, 0.5, 0.1  $\mu$ m. Door stelselmatig de ruwheid van de folie te verminderen, wordt een bijna krasvrij preparaat verkregen. In Tabel C.3 wordt een overzicht gegeven bij welke preparaatdiktes de folieruwheid verminderd wordt. Tijdens het polijsten wordt de folie en het preparaat continu gespoeld met water om vuilophoping en opwarming te vermijden.

De drie steunvoetjes kunnen tijdens het polijsten met behulp van de micrometers gelijkmatig teruggedraaid worden zodat het polijsten volledig onder controle gehouden kan worden. De nylon voetjes zijn het enige onderdeel van de Tripod die in contact komen met de polijstfolie en dus ook onderhevig zijn aan slijtage. Door het polijsten op een ronddraaiende schijf en de verschillende positie van de voetjes worden de voetjes niet gelijkmatig afgesleten waardoor afwijkingen van de planparallelliteit ontstaan. Om dit te controleren wordt de dikte van het preparaat aan verschillende uiteinden regelmatig nagemeten met een geïnverteerde microscoop. Indien nodig kan elk voetje afzonderlijk met de micrometers bijgestuurd worden om het polijstvlak te corrigeren. Deze controle en correctie nemen echter veel tijd in beslag. Telkens als er gecorrigeerd wordt kantelt het polijstvlak en moet er na kortstondig polijsten opnieuw gecontroleerd worden of de correctie het gewenste effect heeft. Door de Tripod tijdens het polijsten regelmatig te roteren, kan het effect van een niet-uniforme slijtage aan de voetjes van het toestel aanzienlijk verminderd worden.

Wanneer het preparaat nog ongeveer een dikte van  $5\mu$ m heeft, kan de planariteit en de dikte van de monsters tijdens het verdere polijsten uit de kleur van het materiaal afgeleid worden. Indien de kleur egaal is over het preparaat, is het perfect planair. Enkel indien er een kleine afwijking voorkomt, is correctie nog mogelijk. Een grote afwijking, bijvoorbeeld ten gevolge van het schuin kleven van het preparaat, is niet meer corrigeerbaar. Het is belangrijk dat in deze eindfase van het polijsten zo weinig mogelijk vuil en polijstresten op de polijstfolie achterblijven aangezien deze resten gemakkelijk het dunne preparaat kunnen beschadigen. Om dit te voorkomen is het van belang om voldoende spoelwater te gebruiken en de polijstfolie regelmatig te vervangen. Het Si-substraat gaat achtereenvolgens over van een rode via een gele naar een witte kleur. De witte kleur wordt veroorzaakt door de dunne  $SiO_2$  laag die zich situeert tussen het substraat en de metallisatie.

Om het gepolijste oppervlak volledig krasvrij te krijgen wordt finaal gebruik gemaakt van een viltdoek waarop een suspensie van 0.04  $\mu$ m silica aangebracht wordt. Er moet achteraf veelvuldig gespoeld worden met water omdat de suspensie de neiging heeft zich af te zetten op vooral zachte materialen (zoals AI) waardoor de krassen niet weggepolijst maar opgevuld worden met de suspensie.

Vlakke doorsnede			
Techniek	Specificaties	Dikte	Referentie
Kleven van monster op de preparaathouder	Ø <sub>max, preparaat</sub> : 9 mm Lijmen: op kamertemperatuur		Lijm: Loctite superglue
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: 30 µm Controle planparallelliteit: IM	>90 µm	Folie: [3M Imperial <sup>TM</sup> ]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: $15 \mu m$ Controle planparallelliteit: IM	>45 µm	Folie: [3M Imperial <sup>™</sup> ]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: $6 \mu m$ Controle planparallelliteit: IM*	>18 µm	Folie: [3M Imperial <sup>™</sup> ]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: $3 \mu m$ Controle planparallelliteit: $IM^*$	>9 µm	Folie: [3M Imperial <sup>TM</sup> ]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: 1 $\mu$ m Rode kleur	>±5 µm	Folie: [3M Imperial™]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: $0.5 \mu m$ Rood-Gele kleur	>±3 µm	Folie: [3M Imperial™]
Mechanisch polijsten	Ruwheid diamantfolie: $0.1 \mu m$ Gele kleur	>±2 µm	Folie: [3M Imperial <sup>TM</sup> ]
Mechanisch polijsten	Polijstdoek met SiO suspensie: 0.04 µm	krasvrij	Polijstdoek: DP- PLAN [Streurs]]
Prep. losmaken van Tripod en reinigen	Losmaken in aceton en reinigen in ethyl-alcohol		
Lijmen van ringvormige houder op het monster	Materiaal houder: Molybdeen Ø <sub>houder</sub> : 3 mm Ø <sub>Centrale opening</sub> : 1 mm Lijmen: 10 min. op 90°C		Houder: [Agar Scientific] Lijm: Gatan G1 epoxy [Gatan1]
Ar-ionenbundel- verdunning	Bundel: 5.0 keV, 4.0 mA Preparaatrotatie Hoek <sub>Bundel,preparaatopp</sub> : 3°		Balzers RES010 [Balzers]

\*: IM staat voor geïnverteerde microscoop

Tabel C.3: Overzicht van de monsterpreparatie met de Tripod techniek.

Voor de Al preparaten in dit proefschrift wordt het mechanisch polijsten hier stopgezet. Al is een zacht materiaal en verder polijsten kan de metallisatie makkelijk vervormen. De verdere verdunning wordt uitgevoerd met de ionenbundel.

Voor andere, hardere structuren (bvb. Ti/TiN) wordt wel nog verder gepolijst omdat de uiteindelijke verdunning in het ionenbundeltoestel anders te veel tijd in beslag neemt.

Na het mechanisch polijsten wordt het preparaat losgeweekt in aceton en gereinigd in ethyl-alcohol. Op het preparaat wordt vervolgens een concentrische houder aangebracht. De houder bestaat uit Molybdeen en heeft een diameter van 3 mm met een ronde opening van 1 mm. Het te bestuderen deel van het preparaat wordt over de holte gepositioneerd. Voor het lijmen van het preparaat op de houder wordt GATAN G1 lijm [*Gatan1*] gebruikt; een epoxylijm die bestand is tegen temperaturen tot 1300°C en die reeds bij minieme opwarming zeer snel uithard. De resten die over de rand van de houder uitsteken worden verwijderd zodat het preparaat precies in de preparaathouder van de microscoop past.

In het ideale geval resulteert deze preparatietechniek in een preparaat dat over de volledige oppervlakte elektronentransparant is. Indien het preparaat nog niet dun genoeg is, wordt de rest van de verdunning uitgevoerd met de Arionenbundel. Om te hoge opwarming te voorkomen en zo weinig mogelijk defecten te introduceren, wordt de bundel onder een hoek van 3° ten opzichte van het preparaatoppervlak geplaatst en wordt de intensiteit van de bundel beperkt (5keV, 4 mA). Dit vertraagt het verdunningsproces aanzienlijk, maar door het doorgedreven mechanisch polijsten -tot 2 à 3  $\mu$ m i.v.m. 20  $\mu$ m bij de oude methode- zal het ionenbombardement toch minder tijd in beslag nemen dan op de conventionele manier. De combinatie van het dunne preparaat en de lage invalshoek van de bundel resulteert in een groot elektronentransparant oppervlak. Een bijkomend voordeel is de vermindering van de preferentiële verdunning voor gelaagde preparaten omdat de duur van het ionenbombardement verkort is.

# **Publicaties**

P. Cosemans, M. D'Olieslaeger, W. De Ceuninck, L. De Schepper and L. Stals, "Study of the microstructure of IC interconnect metallisations using analytical transmission electron microscopy and secondary ion mass spectrometry", Microelectron. Reliab., Vol 36, No.11/12, pp.1699-1702, 1996

P. Cosemans, M. D'Olieslaeger, W. De Ceuninck, L. De Schepper and L. Stals, "Study of the microstructure of IC interconnect metallisations using analytical transmission electron microscopy and secondary ion mass spectrometry", Proceedings of ESREF96, 8-11 october 1996, pp. 1699.

J. Proost, A. Witvrouw, P. Cosemans, Ph. Roussel, K. Maex, "Stress relaxation in Al(Cu) thin films", Microelectronic Engineering, Vol. 33, pp. 137-147, 1997

P. Cosemans, J. D'Haen, A. Witvrouw, J. Proost, M. D'Olieslaeger, W. De Ceuninck, K. Maex and L. De Schepper, "Study of Cu diffusion in an Allwt.%Si0.5wt.%Cu bond pad with an Allwt.%Si bond wire attached using Scanning Electron Microscopy", Microelectron. Reliab., Vol 38, No.3, pp.309-315, 1998

A. Witvrouw, J. Proost, Ph. Roussel, P. Cosemans and K. Maex, "Stress relaxation in Al-Cu and Al-Si-Cu thin films", aanvaard voor publicatie in Journal of Material Research.



# Referenties

$[3M Imperial^{TM}]$	Diamond lapping film, 3M, St. Paul, MN 55144-1000, USA
[Agar Scientific] [Agarwala70]	Mo-grids, 3.05 mm, G2390, Agar Scientific LTD., UK. B.N. Agarwala, M.J. Attardo and A.P. Ingraham, J. Appl. Physics, <u>Vol.41</u> , 1970 pp. 3954
[Ahn87]	K.Y. Ahn, T. Lin and P.B. Madakson, Thin Solid Films, <u>Vol.153</u> , 1987 pp. 409, Effects of substrate temperature on copper distribution, resistivity and microstructure in magnetron-sputtered Al-Cu films.
[Ames70]	I. Ames, F.M. d'Heurle and R.E. Horstmann, IBM J. of Res. Develop. <u>14</u> , 1970 pp.461, Reduction of electromigration in Aluminum films by Copper Doping.
[Arzt91]	E. Arzt and W.D. Nix, J. Mater. Res., <u>Vol.6(4)</u> , 1991 pp.731, A model for the effect of line width and mechanical strength on electromigration failure of interconnects with 'near- bamboo' grain structures.
[Ashcroft76]	N.W. Ashcroft and N.M. Mermin, Solid state physics, ed. D.G. Crane, 1976
[Bahnck90]	D. Bahnck and R. Hull, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. <u>Vol.199</u> , 1990 pp. 253, Experimental measurement of transmission electron microscope specimen temperature during ion milling.
[Baldini90]	G.L. Baldini and A. Scorzoni, Thin Solid Films, <u>Vol.191</u> , 1990 pp. 31, Electromigration and Matthiessen's rule: Experiments on non-passivated Al-1%Si films.
[Balzers1]	Rapid etching system RES 010, BAL-TEC, Balzers, Liechtenstein.
[Beeston73]	B.E.P. Beeston, R.W. Horne and R. Markham, Electron Diffraction and optical diffraction techniques, North-Holland Amsterdam, 1973
[Berenbaum71]	L. Berenbaum and R. Rosenberg, Proc. Of IEEE Reliability Phys. Symp., 1971 pp.136, Electromigration damage in Al- Cy films
[Black69]	J.R. Black, IEEE Trans. Elec. Dev. <u>ED-16</u> , 1969 pp.338, Electromigration - A brief survey and some recent results.

[Black78]	J.R. Black, Motorola Semiconductor Products Group, Phoenix, Arizona, Electromigration of Al-Si alloy films
[Blech67]	I.A. Blech and E.S. Meieran, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.11(8)</u> , 1967 pp.263,Direct transmission electron microscope observation of electrotransport in aluminum thin films.
[Blech69]	I.A. Blech and E.S. Meieran, J. Appl. Phys., <u>Vol.40(2)</u> , 1969 pp.485, Electromigration in thin Al films.
[Blech76]	I.A. Blech, Journal of Appl. Phys., <u>Vol. 47(4)</u> , 1976 pp. 1203, Electromigration in thin aluminum films on titanium nitride.
[Bruschi97]	P. Bruschi, C. Ciofi, V. Dattilo, A. Diligenti, A. Nannini and B. Neri, Journal of Electronic Materials, <u>Vol.26(8)</u> , 1997 pp.L17, Copper metallizations for integrated circuits: TEM analysis and electrical characterization.
[Buehler]	Buehler diamantzaag ISOMET low speed, Buehler, Lake Bluff, Illinois USA
[Bunshah82]	R.F. Bunshah et al., Deposition Technologies for Films and Coatings, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, USA, 1982
[Cho90]	J. Cho and C.V. Thompson, Journal of Electronic Materials, Vol.19(11), 1990 pp.1207, Electromigration-induced failures in interconnects with bimodal grain size distributions
[Colgan94]	E.G. Colgan and K.P. Rodbell, J. Appl. Phys. <u>Vol.76(5)</u> , 1994 pp.2781, Kinetics of Al grain growth, CuAl <sub>2</sub> precipitation and dissolution in blanket thin films and fine lines.
[Crank75]	J. Crank, The mathematics of diffusion, Clarendon Press, Oxford, 1975
[D'Haeger96]	V. D'Haeger, Studie van elektromigratie in polykristallijne Al-banen met behulp van een hoge resolutie weerstandsmeettechniek, proefschrift Diepenbeek 1996
[De Ceuninck90]	W. De Ceuninck, Studie van structuurrelaxatie in enkele amorfe legeringen met behulp van elektrische weerstandsmetingen, proefschrift Diepenbeek 1990
[d'Heurle70]	F. d'Heurle and I. Ames, Appl. Phys. Let., <u>Vol.16(2)</u> , 1970 pp.80, Electromigration in single -crystal aluminum films.
[Dietrich96]	S. Dietrich, M. Schneegans, M. Moske and K. Samwer, Thin Solid Films, <u>275</u> , 1996 pp.159, Investigation on metallurgical properties and electromigration in AlCu metallizations for VLSI applications.

[Edington74]	J.W. Edington, The operation of the electron microscope, Thomson Litho Ltd., East Kilbride, Scotland, 1974
[Farahani87]	M.M. Farahani, T.E. Turner and J.J. Barnes, J. Electrochem. Soc., <u>Vol. 134(10)</u> , 1987 pp.2835, Evaluation of Titanium as a diffusion barrier between Aluminum and Silicon for 1.2 µm
[Frear93]	CMOS Integrated Circuits. D.R. Frear, J.R. Michael and A.D. Romig, Jr., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. <u>Vol.309</u> , 1993 pp.359, The effect of Cu-alloying on Al alloy thin films: microstructural mechanisms that
[Fritzsche98]	enhance electromigration resistance. H. Fritzsche et al., Proceedings of EuPac'98, 1998 pp.79, Aluminum thick wire bonding for high temperature applications
[Fritzsche98]	<i>H. Fritzsche et al., Proceedings of EUPAC'98, 1998 pp.79,</i> <i>Aluminium thick wire bonding for high temperature</i> <i>applications</i>
[Gatan]	Dimple grinder, Gatan INC., Pleasanton, CA94566 USA
[Gatan1]	G1 epoxy and hardener, Gatan INC., Pleasanton, CA94566 USA.
[Gatan2]	Transparant wax, Gatan INC., Pleasanton, CA94566 USA
[Goodhew75]	P.J. Goodhew, Electron microscopy and analysis, Wykeham Publications London, 1975
[Hata92]	Y. Hata, H. Nanatsue, Y. Hidaka, Y. Harada and M. Inoue, Kyoto research Lab., Matsushita electronics corp. Japan, 1992, Microstructure analysis technique for Aluminum metallizations by transmission electron microscopy.
[Howard76]	J.K. Howard, R.F. Lever, P.J. Smith and P.S. Ho, J. Vac. Sci. Technol. Vol.13, 1976 pp.68.
[Hu92]	C.K. Hu, P.S. Ho and M.B. Small, J. Appl. Phys. <u>Vol.72(1)</u> , 1992 pp. 291, Electromigration in two-level interconnect structures with Al alloy lines and W studs.
[Hu93]	C.K. Hu, M.B. Small, K.P. Rodbell, C. Stanis, N. Mazzeo, P. Blauner, P.S. Ho and R. Rosenberg, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., <u>Vol.309</u> , 1993 pp. 111, Electromigration damage in fine line Al allov lines due to interfacial diffusion.
[Kang97]	S.H. Kang and J.W. Morris, Jr., J. Appl. Phys. <u>Vol.82(1)</u> , 1997 pp. 196, Microstructural evolution of AlCu thin film conducting lines during post-pattern annealing.

[Kim87]	M.J. Kim and R.W. Carpenter, Ultramicroscopy Vol.21, 1987 pp.327, TEM specimen heating during ion beam
[Kim92]	thinning: microstructural instability. C. Kim and J.W. Morris, Jr., J; Appl. Phys., <u>Vol.72(5)</u> , 1992 pp.1837, The influence of Cu precipitation on
[Kim93]	<i>electromigration failure in AlSiCu.</i> <i>C. Kim and J.W. Morris, Jr., J; Appl. Phys., <u>Vol.73(10)</u>, 1993 pp.4885, The mechanisms of electromigration failure of</i>
[Kim96]	narrow Al-2Cu-1St thin film interconnects C. Kim and J.W. Morris, Jr., F.Y. Génin and M.J. Fluss, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., <u>Vol.428</u> , 1996 pp. 213, Influence of colute additions on electromicration in Al
[Kim97]	C. Kim, J.W. Morris, Jr. and H.M. Lee, J; Appl. Phys., <u>Vol.82(4)</u> , 1997 pp.1592, Kinetics of electromigration- induced edge drift in Al Cu thin film interconnects
[Klepeis88]	S.J. Klepeis et al., Mat. Res. Soc. Proc. <u>Vol.115</u> , 1988 pp.179, Specimen Preparation for Transmission Electron Microscomy
[Knorr91]	D.B. Knorr, D.P. Tracy and K.P. Rodbell, Appl. Phys. Lett., <u>59</u> , 1991 pp. 3241, Correlation of texture with electromigration behaviour in Al matallizations
[Kouno97]	<i>T. Kouno et al., J. Vacuum Science and technology, section</i> <i>B,</i> <u>Vol.15(5)</u> , 1997 pp.1800, Anomalous behaviour of resistance in Al alloy interconnections stacked with Ti layers during electromigration tests
[Krzanowski89]	J. E. Krzanowski, Proceedings of the 39 <sup>th</sup> Electronic Components Conf., 1989 pp. 450, A transmission electron microscom study of ultrasconic wire bonding
[Kwok87]	<i>T. Kwok, Proc. Of 4th IEEE VLSI Multilevel Interconnection</i> <i>Conf., 1987 pp.456.</i>
[Laird66]	C. Laird and H.I. Aaronson, Acta Metallurgica, <u>Vol.14</u> , 1966 pp.171, Mechanisms of formation of $\theta$ and dissolution of $\theta'$ precipitates in an Al-4%Cu alloy.
[Lee81]	W.Y. Lee, J.M. Eldridge and G.C. Schultz, J. Appl. Phys., Vol.52, 1981 pp.2994.
[Lin87]	T. Lin, Y. Ahn, J.M.E. Harper, P.B. Madakson and P.M. Fryer, Thin Solid Films <u>Vol.154</u> , 1987 pp.154, Relationship between substrate bias and microstructure in magnetron-sputtered Al-Cu films.

[Lin91]	T. Linn and V. Raman, Mat. Res. Soc. Symp.Proc., <u>Vol.226</u> , 1991 pp. 203, Microstructure and mechanical behaviour of
11	magnetron sputtered Al-Cu films.
[Loctite]	Loctite superglue, Loctite Belgium N.V., 2550 Kontich
[Madaen87]	M.C. Madden, Thin Solid Films <u>Vol.154</u> , 1987 pp.43, Transmission electron microscopy for the determination of the microstructure of thin films and interfaces.
[Malone97]	D.W. Malone and R.E. Hummel, Critical reviews in solid state materials sciences, <u>Vol.22(3)</u> , 1997 pp.199, Electromigration in integrated circuits.
[Mayumi87]	S. Mayumi et al., Proc. of the 25th. Ann. IEEE IRPS, 1987 pp.15, The effect of Cu-addition to Al-Si interconnects on stress induced open-circuit failures.
[McCaldin72]	J.O. McCaldin and H. Sankur, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.20(4)</u> , 1972 pp.171, Precipitation of Si from the Al metallization of integrated circuits
[Metal72]	Metals Handbook, 8th edition, vol.8, 1972 pp.698
[Mori97]	H. Mori, H. Okabayashi and M. Komatsu, Thin Solid Films, <u>Vol.300</u> , 1997 pp.25, Electromigration in layered Al lines studied by in-situ ultra-high voltage electron microscopy.
[Niwa92]	H. Niwa and M. Kato, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.60(20)</u> , 1992 pp.2520, Single-crystal Al films grown by sputtering on (111)Si substrates.
[Niwa93]	H. Niwa, S. Teramae and M. Kato, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.63(2)</u> , 1993 pp.203, Crystallography and electromigration resistance of epitaxial Al films grown on (011)Si substrates by the sputtering method.
[Nogami96]	T. Nogami and T. Nemoto, AIP Conference Proceedings Vol.373, 1996 pp.198
[Patrinos91]	A.J. Patrinos and J.A. Schwarz, Thin Solid Films, <u>Vol.196</u> , 1991 pp.47, The effect of microstructure on the resistance to electromigration of Al-Cu thin film conductors.
[Philibert90]	J. Philibert, Diffusion et transport de matière dans les solides, les éditions de physique, 1990.
[Pramanik83]	D. Pramanik and A.N. Saxena, Solid State Technology, 1983 pp.127, VLSI Metallization using Aluminum and its alloys.
[Proost96]	J. Proost, A. Witvrouw, P. Cosemans, Ph. Roussel and K. Maex, E-MRS'96, Stress relaxation in Al(Cu) thin films.
[Riege95]	S.P. Riege, A.W. Hunt and J.A. Prybyla, Mat. Res. Soc. Proc. <u>Vol.391</u> , 1995 pp. 249.

[Rose92]	J.H. Rose, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.61(18)</u> , 1992 pp.2170, Fatal electromigration voids in narrow aluminum-copper interconnect
[Sanchez92]	J.E. Sanchez, Jr., O. Kraft and E. Artz, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.61(26)</u> , 1992 pp.3121, Electromigration induced transgranular slit failures in near bamboo Al and Al-2%Cu thin-film interconnects.
[Sanchez92b]	J.E. Sanchez, Jr., D.R. Frear and J.W. Morris, Jr., Material Science Forum, <u>Vol.94-96</u> , 1992 pp.563, Grain growth in Al- 2%Cu thin films.
[Sanchez92c]	J.E. Sanchez, Jr., L.T. McKnelly and J.W. Morris, Jr., J.Appl. Phys., <u>Vol.72(7)</u> , 1992 pp.3201, Slit morphology of electromigration induced open circuit failures in fine line conductors.
[Schafft87]	H.A. Schafft, IEEE Trans. On Electr. Devices <u>Vol.ED-34(3)</u> , 1987 pp.664, Thermal analysis of EM test structures.
[Schreiber81]	H.U. Schreiber, Solid-State Electronics, <u>Vol.24</u> , 1981 pp. 583, Activation energies for different electromigration mechanisms in Aluminum.
[Scorzoni96]	A. Scorzoni, I. De Munari, R. Balboni, F. Tamarri, A. Garulli and F. Fantini, Microelectronics and reliability <u>Vol.36(11/12)</u> , 1996 pp.1691, Resistance changes due to Cu transport and precipitation during electromigration in submicrometric Al-0.5%Cu lines.
[Shaw95]	T.M. Shaw, C.K. Hu, K.Y. Lee and R. Rosenberg, Appl. Phys. Lett. Vol.67, 1995 pp.2296.
[Shih93]	W.C. Shih, A.L. Greer, Y.Z. Xu and B.K. Jones, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., <u>Vol.309</u> , 1993 pp. 369, Microstructure, damage and resistance during electromigration life-testing of Al-Cu interconnects.
[Shih97]	W.C. Shih, A.L. Greer, Y.Z. Xu and B.K. Jones, Thin Solid Films, <u>Vol.292</u> , 1997 pp. 103, Transmission electron microscopy of Al-Cu interconnects during in-situ electromigration testing.
[Sigsbee73]	R.A. Sigsbee, J. Appl. Phys., <u>Vol.44(6)</u> , 1973 pp.2533, Elektromigration and metalization lifetimes.
[Smith94]	D.A. Smith, M.B. Small and A.J. Garratt-Reed, Mat. Res. Soc. Proc. Vol.338, pp.313
[Streurs1]	Streurs polijstdoeken, Streurs S.A.S., Z.A. La Fontaine du Voisseau 03360 Nauilly Plaisance

[Streurs2]	Streurs diamantspray, Streurs S.A.S., Z.A. La Fontaine du Voisseau, 93360 Neuilly-Plaisance.
[Vaidya80]	S. Vaidya, T.T. Sheng and A.K. Sinha, Appl. Phys. Lett., <u>Vol.36(6)</u> , 1980 pp.464, Linewith dependence of electromigration in evaporated Al-0.5%Cu.
[Vaidya81]	S. Vaidya and A.K. Sinha, Thin Solid Films, 75, 1981 pp.253
[VanGurp71]	G.J. Van Gurp, Appl. Phys. Lett. <u>Vol.19</u> , 1971 pp.476, Electromigration in Al films containing Si.
[Venkatraman90]	<i>R.</i> Venkatraman, J.C. Bravman and W.D. Nix, J. Elec. Mat., <u>Vol.19(11)</u> , 1990 pp. 1231, Mechanical properties and microstructural characterisation of Al-0.5%Cu thin films.
[Vook92]	<i>R.W. Vook, C.Y. Chang and C.W. Park, SPIE <u>Vol. 1805</u>, 1992 pp.232, The role of surface diffusion in electromigration phenomena.</i>
[Waltz97]	P. Waltz, L. Arnaud, G. Tartavel and G. Lormand, Microelectronics and Reliability <u>Vol.37(10/11)</u> , 1997 pp.1553, Influence of thermal heating effect on pulsed DC electromigration.
[Wilson93]	S.R. Wilson, C.J. Tracy and J.L. Freeman, Jr., Handbook of multilevel metallization for integrated circuits, Noyes Publications, Westwod, New Jersey, USA., 1993
[Yeo97]	I.S. Yeo, P.S. Ho, S.G.H. Anderson and H. Kawasaki, J. Vac. Sci. Technol., <u>B15(4)</u> , 1997 pp. 908, Linewidth dependence of stress relaxation and microstructural change in passivated Al(Cu) lines.
