

Abschlußbericht zum Verbundvorhaben

**Werkstoffdatenbank zur Simulation von
mikrosystemtechnischer Komponenten**

SimiKo

Teilvorhaben

Ermittlung von Materialkenngrößen

Berichter:

Dipl.-Ing. Bora Kocdemir
Dipl.-Ing. Matthias Mahlich
Prof. Dr. Hans-Jörg Fecht

1	EINLEITUNG	3
2	KONZEPTIONELLE ARBEITEN ZUR DATENBANK	4
2.1	THERMISCHER BIMORPH	4
2.2	GEHÄUSEDECKEL EINES HOCHLEISTUNGSMODULES	5
3	EXPERIMENTELLES	6
3.1	LASERAKUSTIK	6
3.2	LASERAKUSTISCHE MESSUNGEN AN VERSCHIEDENEN SiO_2 SCHICHTEN	7
3.3	UNTERSUCHUNGEN AM DREISCHICHTSYSTEM $\text{Si/SiO}_2/\text{Al}$	8
3.4	UNTERSUCHUNGEN AN MoCu	11
3.5	HERSTELLUNG DER MoCu- UND WCu-VERBUNDWERKSTOFF	12
3.6	EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN AN MoCu UND WCu	15
3.7	NANOINDENTATION	21
3.8	RÖNTGENDIFFRAKTOMETRIE	25
4	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	31
5	PUBLIKATIONEN	32

1 Einleitung

Die Mikrosystemtechnik als eine Schlüsseltechnologie der Zukunft erlaubt die Integration mechanischer, thermischer, optischer, (mikro)-elektronischer, akustischer und magnetischer Funktionselemente in beliebiger Kombination in einem Bauteil. Viele technische Entwicklungen erhalten durch diese Technologie neue Impulse und eröffnen für die Anwendung völlig neue Dimensionen. Hier kommt insbesondere die Tendenz zu einer kontinuierlichen Miniaturisierung und eine ständige Zunahme der Integrationsdichte zum Tragen.

Die Verfügbarkeit von hinreichend genauen Materialkennndaten ist die Voraussetzung für eine verlässliche Konstruktion und Fertigung mikrosystemtechnischer Komponenten. Mechanische und thermo-mechanische Simulationsrechnungen in Kombination mit Messungen an Realstrukturen erlauben die Auslegung von neuen Mikrosystemen, z.B. in der Sensorik und Aktorik. Insbesondere im Hinblick auf den vielfachen Einsatz neuer Materialien und die hochpräzise Herstellung komplizierter Verbundstrukturen mit kleinen Abmessungen wird eine Übersicht über relevante Materialdaten benötigt. Mechanische und thermomechanische Simulationsrechnungen auf der Basis von Finite-Elemente-Methoden in Kombination mit Messungen an Realstrukturen geben die Möglichkeit, die Gültigkeit der zugrundeliegenden numerischen Modellvorstellungen und Materialgesetze für Zuverlässigkeitsanalysen zu überprüfen. Der Vergleich von Simulation und Meßdaten an realen Strukturen ermöglicht darüber hinaus, zukünftige und allgemeingültige "Design-Richtlinien" für die Auslegung mikrosystemtechnischer Komponenten abzuleiten, auch im Hinblick auf eine anwendungsorientierte Design- und Lebensdaueroptimierung von Mikrosystemen.

2 Konzeptionelle Arbeiten zur Datenbank

Die in der Mikrosystemtechnik verwendeten Werkstoffe umfassen nahezu alle in der Technik bekannten Werkstoffgruppen (Metalle, Keramiken, Polymere, etc.). Um eine sinnvolle und im Sinne des Anwenders einer Datenbank „nachvollziehbare“ Nutzung der ermittelten Daten zu ermöglichen, wurde in der Definitionsphase eine grundlegende Klassifikation der Werkstoffgruppen durchgeführt (**Tabelle 1**). Jede der einzelnen Werkstoffklassen wurde von einem Projektpartner betreut, dessen Kenntnis eine kritische Evaluation der gemessenen Werkstoffdaten ermöglichte. So wurde sichergestellt, daß eine gesicherte Datenbasis Grundlage der Datenbank wurde.

Werkstoffgruppen

- Ceramic
- Films, Layers, Coatings
- Glass
- Glassceramic
- Glob Top
- Halbleiter
- Kleber
- Lote
- Metalle und Legierungen
- Spritzgußwerkstoffe
- Underfiller
- Vergußwerkstoffe
- organ. Schäume
- organ. Verbundwerkstoffe

Tabelle 1 Klassifikation der Werkstoffgruppen zur Datenbank

Weiterhin wurde festgelegt, die Anwendbarkeit der Datenbank an Beispielen aus der Praxis zu überprüfen. Dazu wurden sogen. Demonstratoren ausgesucht. Zum einen handelt es sich um einen thermomechanischen Bimorph, zum anderen um ein MIM-Cu/Mo Spritzgußteil als Gehäusedeckel eines Hochleistungsmoduls.

2.1 Thermischer Bimorph

Der thermomechanische Bimorph (Abbildung 1) funktioniert nach dem Prinzip eines Bimetallstreifens – Die Durchbiegung erfolgt bei Erwärmung durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten einer aus mindestens zwei Materialien aufgebauten Zunge. Neben den verwendeten Materialien selbst hängt die Durchbiegung zusätzlich noch von einer ganzen Reihe weiterer Parameter ab, wie z.B. Herstellungsprozeß, Schichtabfolge, Anisotropien, etc.

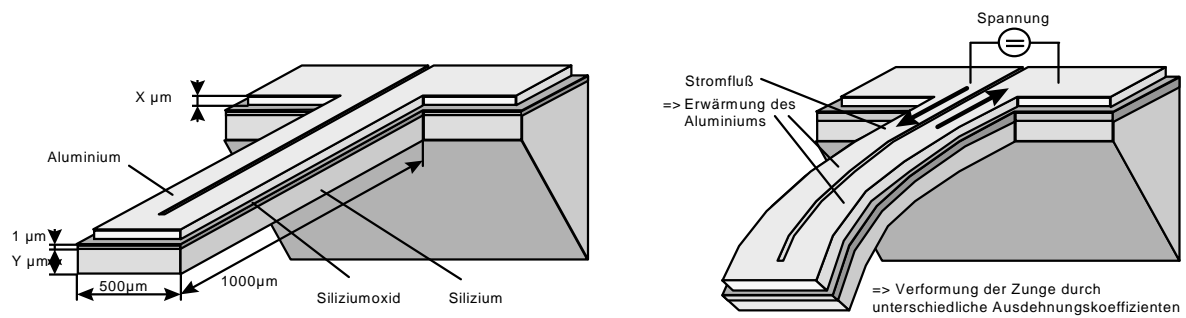


Abbildung 1 Modell des Demonstrators „Thermischer Bimorph“

2.2 Gehäusedeckel eines Hochleistungsmodules

Als zweiter Demonstrator wurde ein „Metal injection molding“ (MIM) Spritzgußteil, das Teil eines Hochleistungsmodules ist, ausgewählt. Die MIM Technik erlaubt die preisgünstige Produktion von komplizierten Formteilen aus unterschiedlichen Metallpulvern, hier Mo/Cu. Nach dem Spritzguß erfolgt eine Entbinderung und anschließende Sinterung zum Fertigteil. Um die Formhaltigkeit und gewünschten Eigenschaften des Fertigteiles zu gewährleisten ist eine genau Kenntnis und Kontrolle des Herstellungsprozesses notwendig, die durch Materialuntersuchungen in verschiedenen Stadien gemessen wurden.

3 Experimentelles

Neben der Sichtung und Evaluierung von Werkstoffdaten wurden im Rahmen des Projektes eigene experimentelle Untersuchungen an relevanten Werkstoffen vorgenommen. Im Vordergrund standen hier die im Eingang genannten Demonstratoren. Ziel war es, direkt anwendbare Werkstoffdaten zu ermitteln, die so in Simulationsrechnungen Verwendung fanden.

Die Mikrosystemtechnik erzeugt und verwendet Werkstoffe im Dimensionsbereich von wenigen μm und darunter. Zur Ermittlung von Werkstoffkennwerten wurden daher neben klassischer Werkstoffprüfung vor allem Methoden angewandt, die diesen reduzierten Dimensionen Rechnung tragen. Dazu gehören im Besonderen Surface Acoustic Wave Messungen an dünnsten Schichten, Nanoindenter- und Subnanoindentermessungen und temperaturabhängige Mikrodreipunktbiegung.

3.1 Laserakustik

Mit der Laserakustik können zerstörungsfrei die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen, insbesondere dünnen Schichten bestimmt werden. Das Meßprinzip (Abbildung 2) macht sich die Ausbreitungseigenschaften von akustischen Oberflächenwellen (OW) zunutze. Eine akustische Oberflächenwelle ist eine mechanische Schwingung, die sich über die Oberfläche ausbreitet. Sie wird mittels eines kurzen Laserimpulses an der Oberfläche des zu untersuchenden Werkstoffes erzeugt. Die Amplitude der OW fällt in das Material hinein exponentiell ab. Die Eindringtiefe der Welle nimmt mit zunehmender Frequenz ab. Aus der Schalldispersion bei verschiedenen Lauflängen der OW lassen sich die mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes bzw. einer Schicht berechnen.

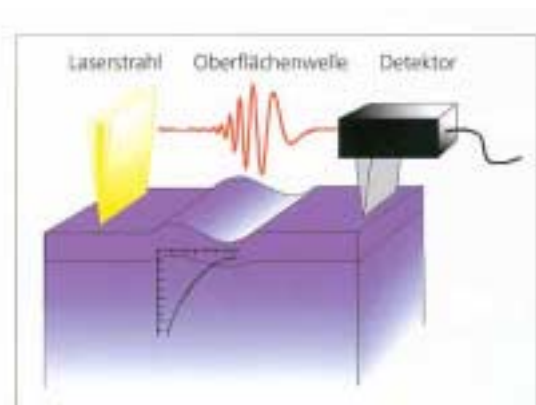


Abbildung 2 Grundprinzip der Laserakustik

3.2 Laserakustische Messungen an verschiedenen SiO₂ Schichten

Der Aufbau des thermischen Bimorphs ergibt sich aus Abbildung 1. Es handelt sich um ein Dreischichtsystem mit Silizium als Substrat, einer isolierenden SiO₂-Schicht und einem „Heizelement“ aus Aluminium. Siliziumdioxid kann durch unterschiedliche Prozesse auf reinem Silizium aufgewachsen werden, mit der Folge, daß sich die Eigenschaften dieser Schichten je nach Herstellungsart stark unterscheiden können. Es wurden daher verschiedene Oxide untersucht und verglichen. Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse dieser Untersuchungen. Die Ergebnisse für die E-Modulmessungen zeigen einen Unterschied von ca. 11 GPa oder relativ ca. 20%. Zurückzuführen ist dies auf die Herstellungsbedingungen, die z. B. starke Eigenspannungen in der Schicht erzeugen können oder auch der Gehalt an restlichem Wasserstoff in der Schicht. Abbildung 3 zeigt die Schalldispersionskurven der untersuchten Proben. Schichten ähnlicher und ungleicher Art können deutlich voneinander unterschieden werden.

Wafer#	Typ	Schichtdicke [nm]	E-Modul [GPa]
1	Trockenoxid	850	52,5
2	Trockenoxid	865	46,3
3	Trockenoxid	378	43,2
4	Trockenoxid	377	43,9
6	Thermisches Oxid	371	48,7
7		840	52,6
9	Centrotherm SiMI	470	54,5
10	Novellus SiMI	485	49,0

Tabelle 2 Ergebnisse der E-Modul Messungen an verschiedenen SiO₂ Schichten

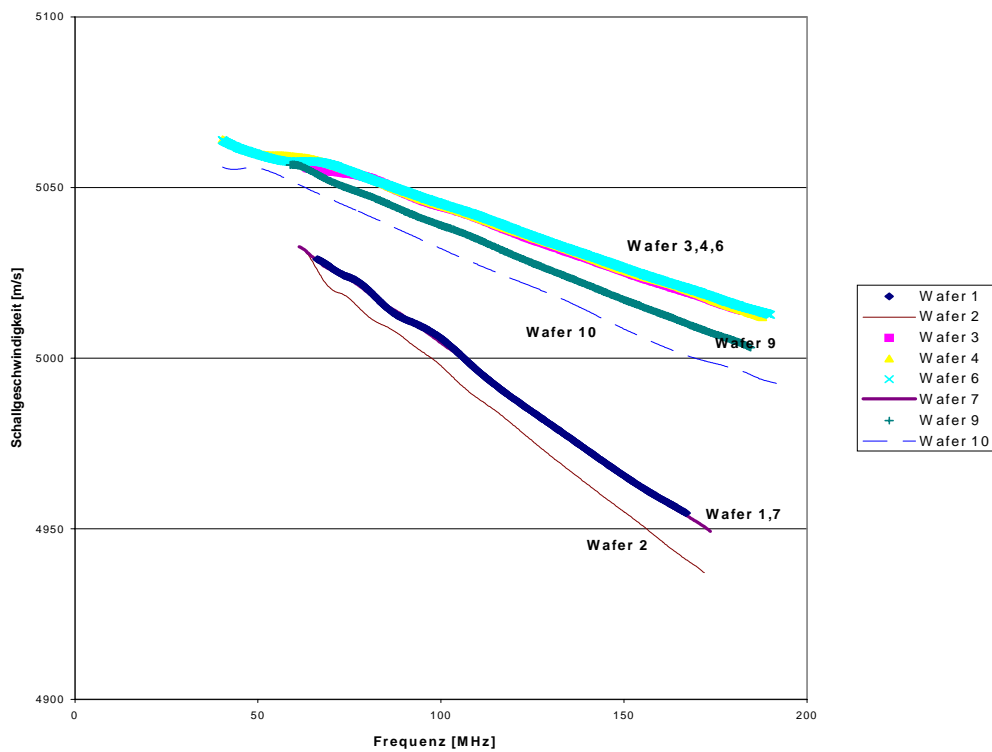


Abbildung 3 Schalldispersionskurven an verschiedenen oxidierten Wafern

3.3 Untersuchungen am Dreischichtsystem Si/SiO₂/Al

An einem flächigen Dreischichtaufbau Si/SiO₂/Al wurden die Werkstoffeigenschaften eines thermischen Bimorphs untersucht (Tabelle 3). Dazu wurden auf einem oxidierten Siliziumsubstrat unterschiedlich dicke Aluminiumschichten aufgedampft. Zwei Kombinationen wurden getestet:

Aufbau	Wafer 1 Schichtdicke [nm]	Wafer 2 Schichtdicke [nm]
Si	Substrat	Substrat
SiO ₂	1502	516
Al	1440	1535

Tabelle 3 Schichtaufbau der Bimorphteststruktur

Die Schichten wurden mittels Laserakustik (E-Modul), Nanoindentation (E-Modul und Härte) und röntgenographisch charakterisiert.

Der mittels Laserakustik ermittelte „in Schicht“ E-Modul der Al-Schichten liegt mit 77 GPa (für d=1535nm) und 70 GPa (für d=1440) im Bereich des theoretisch zu erwartenden Wertes. Auch die Nanoindentermessungen bestätigen diese Werte.

Die tiefengesteuerte Härtemessungen (Abbildung 4) jedoch ergeben einen Wert, der deutlich vom zu erwartenden Wert abweicht. Die Härte liegt lediglich bei ca. 0.8 GPa (ca. 30% des theor. Wertes), was auf eine starke Schichtanisotropie hinweist. Prinzipbedingt durch die Funktionsweise des Nanoindenters repräsentiert der ermittelte Härtewert nur die Eigenschaften senkrecht zur Schichtebene. Eine Messung der Härte parallel zur Schicht war aufgrund der geringen Schichtdicke nicht möglich.

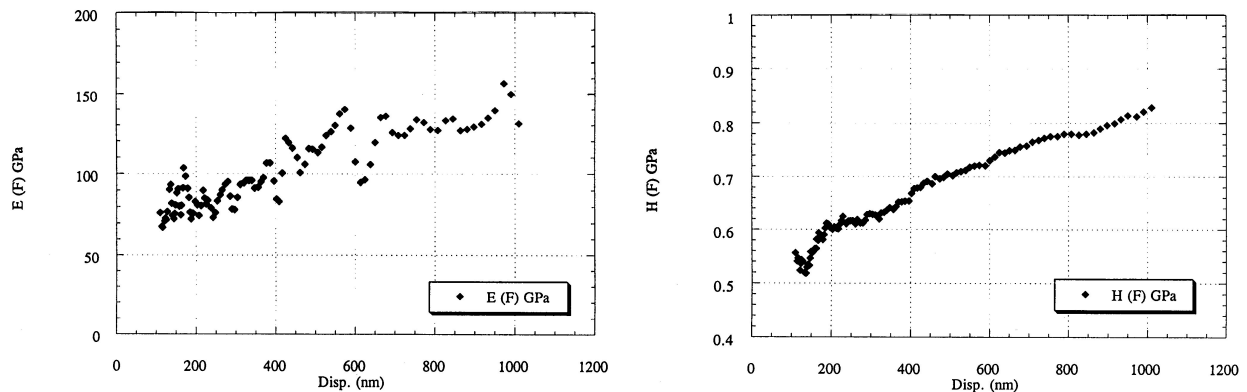


Abbildung 4 E-Modul und Härtemessung der Al-Schicht für d=1535nm

Die Schichtanisotropie wird bestätigt durch röntgenographische Untersuchungen (Abbildung 5). Es wurde nachgewiesen, daß die Aluminiumschichten eine starke $\langle 111 \rangle$ Texturierung aufweisen (Abbildung 6). Ursächlich für die Texturierung ist der Herstellungsprozeß, bei dem die Abscheidung durch thermisches Verdampfen erfolgt und durch die höhere Wachstumsgeschwindigkeit in $\langle 111 \rangle$ Richtung die gemessene Vorzugsorientierung erzeugt wird. Bei der Materialbeschreibung der FEM-Simulation des Bimorphs sind diese Eigenschaftsanisotropien zu berücksichtigen.

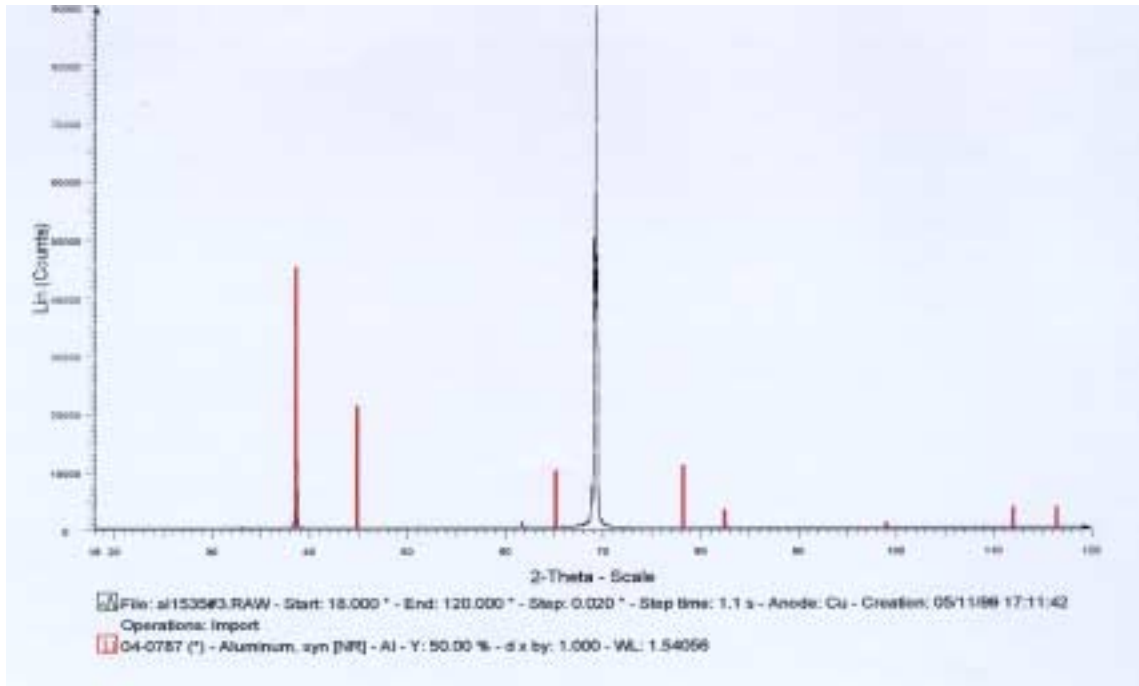


Abbildung 5 Röntgenscan an Al-Schicht d=1535nm

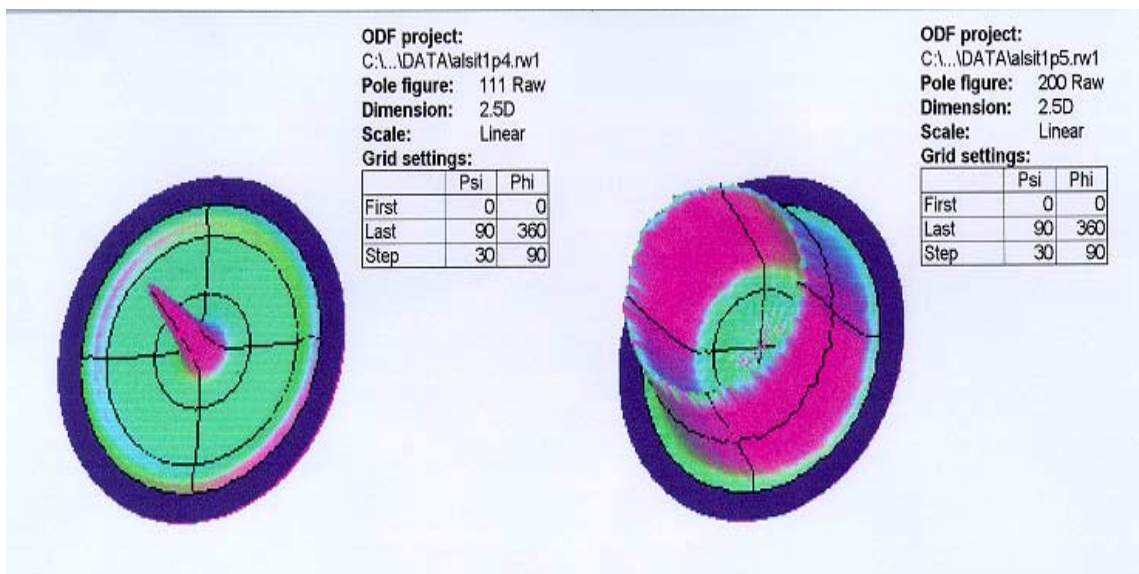


Abbildung 6 Polfigurmessung an Al-Schicht d=1535nm

3.4 Untersuchungen an MoCu

In den letzten Jahren ist das Interesse an MoCu- und WCu-Verbundwerkstoffen als Gehäusematerial bei Hochleistungsmodulen stark gestiegen. Die Ursachen dafür sind die niedrige thermische Ausdehnung und relativ hohe Wärmeleitfähigkeit, wodurch erstens der thermische Mismatch zu den anderen Komponenten kleiner und zweitens die entstehende Wärme von der Umgebung abtransportiert wird. In Tabelle 4 sind einige Materialeigenschaften unterschiedlicher Werkstoffen aufgelistet.

	Dichte (g/cm ³)	Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	Termische Ausdehnung (ppm/K)	Schmelz Temperatur (°C)	Elastizitätsmodul (GPa)
Mo	10.2	138, 145	5, 4.9	2622	326, 324
W	19.3	174, 163.3	4.5, 4.4	3387	411
Cu	8.96	403	16.6, 17	1083	145
MoCu30	9.77	190	7.5, 8.5		
WCu28	16.4	175	6.5, 8		248-314
AlSiC68	3.01	220	7.5, 8.7		260
Al	2.7	210	24	658	68.3
Si	2.33	148	2.3	1412	109-190
AlN	3.19-3.25	100-115	4.3-4.7	2727	310-343

Tabelle 4: Physikalische Eigenschaften der in Mikroelektronik verwendeten Materialien

Ein Hochleistungsmodul ist in Abbildung 7 schematisch dargestellt. Die unterschiedlichen Komponenten, wie Si-Chip, Metallisierungen, Substrat, Lot und Gehäuse des Moduls sind zusehen.

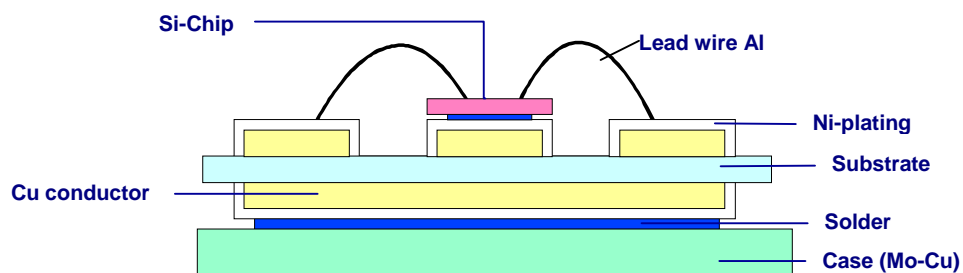


Abbildung 7: Schematische Darstellung eines Hochleistungsmoduls

3.5 Herstellung der MoCu- und WCu-Verbundwerkstoff

Der Grünling wird durch Metall-Spritzgiessen (MIM) hergestellt. Erst werden Metallpulver und Binder vermischt, damit die Mischung die Fliesseigenschaften des Kunststoffes annimmt. Um dann zum metallischen Bauteil zu gelangen wird der Binder thermisch oder chemisch entfernt. Da die meisten Binder ausschließlich aus organischen Substanzen bestehen, bestimmt die Entbinderung wesentlich den Gehalt an unerwünschten Oxiden und Kohlenstoffresten im Metall. Es gibt eine zweistufige Vorgehensweise. Erstens wird bei niedrigeren Temperaturen schnell der größte Teil des Binders, dann bei höheren Temperaturen den Rest des Binders entfernt, da die Anfänge des Sinterns bereits stattfinden können und damit die Formhaltigkeit gewährleistet wird. In Abbildung 8 sind die einzelnen Prozessschritte zu sehen. Beim Herstellungsprozess ist Flüssigphasensintern der letzte Schritt, wobei ein Kompaktbauteil unter Wasserstoffatmosphäre hergestellt wird.

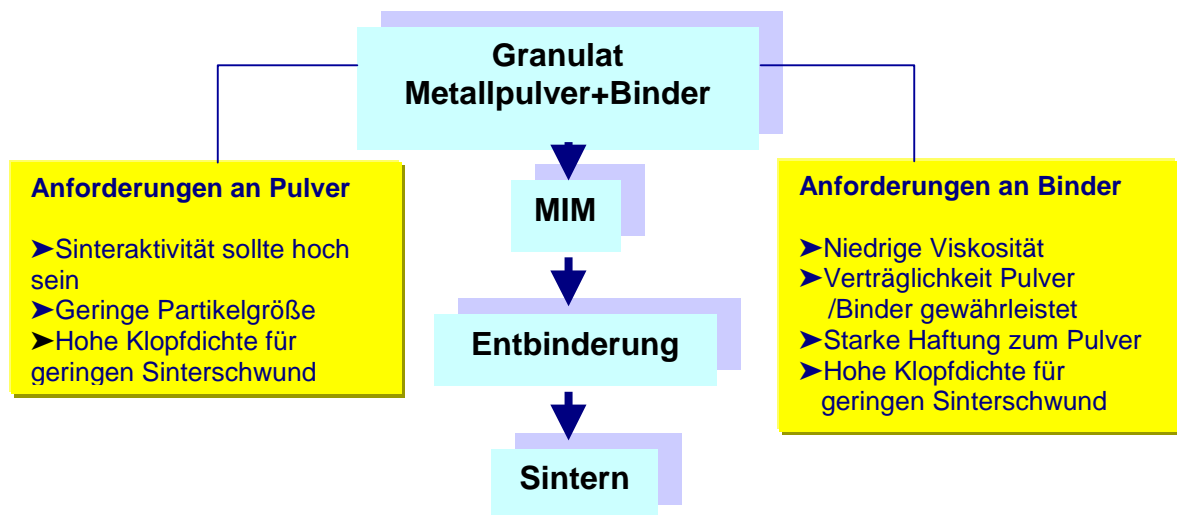


Abbildung 8: Herstellungsprozess der MoCu- und WCu-Verbundwerkstoffe

Sintern ist ein Wärmebehandlungsverfahren, das die Verdichtung des relativ ungebundenen Pulvers durch die Vernichtung der Hohlräume zum Ziel hat. Dies ist mit Energiegewinn verbunden, wobei die treibende Kraft dazu die Differenz der freien Energie zwischen Ausgang- und Endzustand ist. Dies geschieht bei homogenen Pulver durch die Reduzierung der inneren Oberflächen und Abbau der Strukturdefekten. Es gibt drei zeitlich aufeinanderfolgende Stadien beim Flüssigphasensintern. Das Anfangsstadium ist durch eine rasche Zunahme der Dichte infolge eines gegenseitigen Abgleitens von Festphasenteilchen auf den sie umgebenden Schmelzhäuten (Umordnungsprozeß) gekennzeichnet. Das Sinterzwischenstadium durch weitere aber nicht mehr so schnelle Verdichtung über den

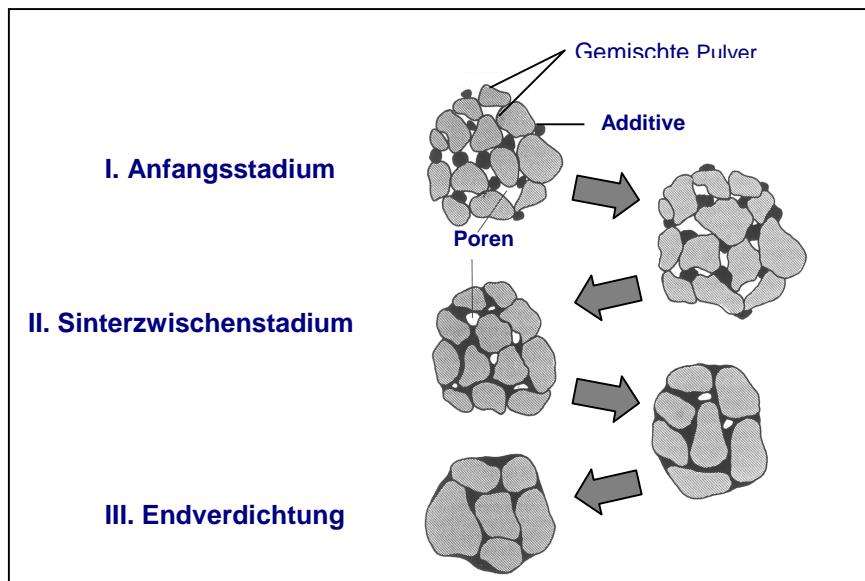


Abbildung 9: Stadien bei Flüssigphasensintern

gerichteten Transport von Festphasensubstanz in der Schmelze wie Koaleszenz. Danach tritt eine langsame Endverdichtung auf. Die Dichte nähert sich einem Endwert, der meist unter dem theoretischen möglichen Endwert liegt.

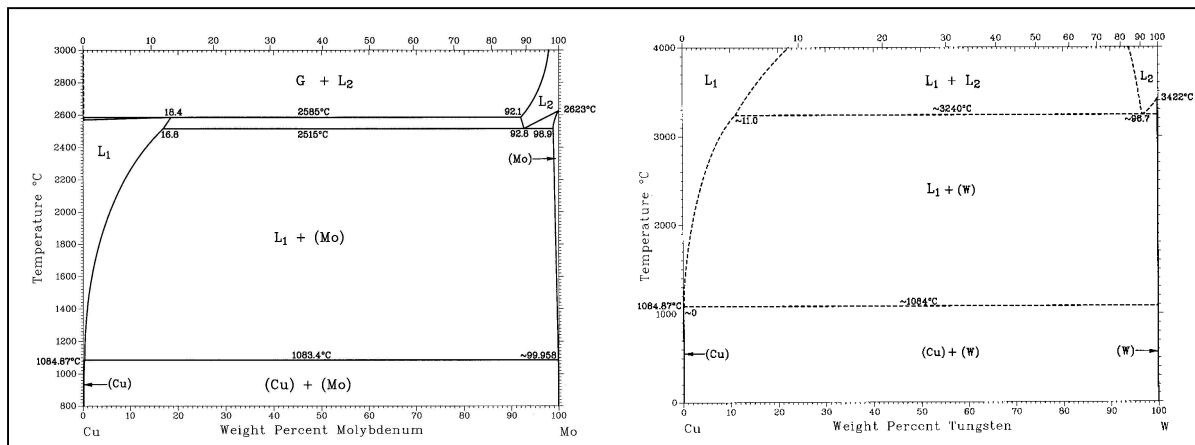


Abbildung 10: Phasendiagramme von Cu-Mo und Cu-W

In den Phasendiagrammen weisen die beiden Komponenten Cu-Mo bzw. Cu-W sowohl im flüssigen als auch im festen Zustand keine bzw. sehr geringe Löslichkeit ineinander auf. Wenn die Pulverkomponenten keine Löslichkeit ineinander aufweisen, dann tritt neben Einphasensintern auch Zusammensintern von einzelnen Teilchen auf. Nach Dupre ist die beim Sintern freiwerdende Energie $A_{\gamma F}$ gegeben als:

$$A_{\gamma F} = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_{AB} \quad [1]$$

Eine AB-Kontaktstelle ist erst dann möglich, wenn die Bedingung $A_{\gamma F} > 0$ erfüllt wird. Dafür muß die Grenzflächenspannung zwischen Teilchen γ_{AB} größer als die Summation einzelner Oberflächenspannungen γ_A und γ_B sein.

$$\gamma_{AB} < \gamma_A + \gamma_B \quad [2]$$

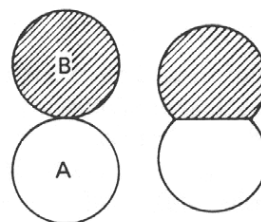
Anderenfalls hat man kein Kontaktwachstum, da die Zunahme der auf die Ausweitung der Kontaktfläche wirkende Kraft proportional der Abnahme von γ_{AB} ist. Nach der Erfüllung der Gleichung [2] kann noch eine Unterscheidung nach Pines gemacht werden.

$$\gamma_{AB} < |\gamma_A - \gamma_B| \quad \text{und} \quad \gamma_{AB} > |\gamma_A - \gamma_B| \quad [3]$$

Im ersten Fall entsteht eine Halsbildung. Dagegen werden die Teilchen mit der größeren Oberflächenspannung von den mit der niedrigeren durch Oberflächendiffusion so eingehüllt, daß weitere Verdichtung durch Einphasensintern erfolgt (**Abbildung 11**). Beim Flüssigphasensintern entstehen entweder Einlagerungs- oder Durchdringungsgefüge. Dies hängt von den Anteilen der sich bildenden Phasen von Komponenten ab. Im Gefüge treten auch bei langsamer Abkühlung immer thermisch induzierte Spannungen auf, die proportional zur Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Komponenten A und B ($\Delta\alpha_{AB}$), der Temperaturdifferenz ΔT und einer strukturellen Konstante ϕ sind.

$$\sigma_{th} = \phi(\alpha_A - \alpha_B)\Delta T \quad [4]$$

Fall 1: $\gamma_{AB} > |\gamma_A - \gamma_B|$



Fall 2: $\gamma_{AB} < |\gamma_A - \gamma_B|$

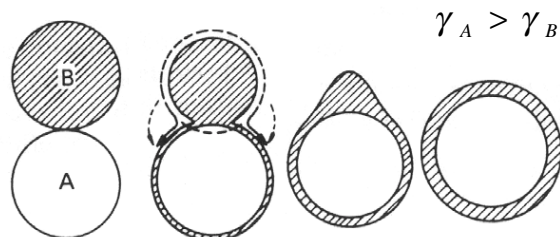


Abbildung 11: Kontaktwachstum beim Sintern von ineinander nicht lösliche Komponenten A und B, wobei $\gamma_A > \gamma_B$ ist.

3.6 Experimentelle Untersuchungen an MoCu und WCu

Die CuMo- und CuW-Verbundwerkstoffe wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM), transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Röntgendiffraktometrie strukturell, mittels tiefengesteuerter Nanoindentation mechanisch untersucht. **Tabelle 5** gibt die untersuchten Materialien wieder.

Probenbezeichnung	Mo (Gew%)	W(Gew%)	Cu (Gew%)
Mo60Cu	61		39
W70Cu		72	28
W80Cu		81	19

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Materialien (mittels EDX-Flächenanalyse ermittelt)

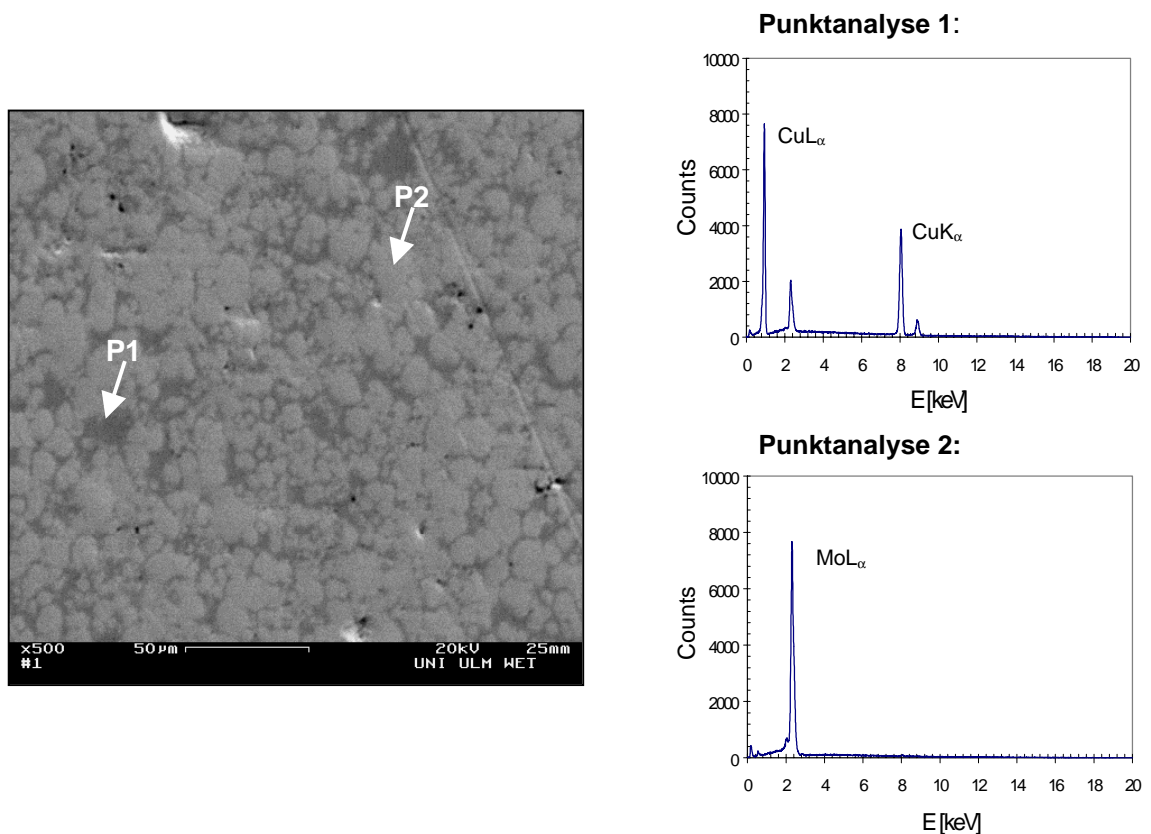


Abbildung 12: SE-Bild von einer gesinterten Probe und dazu gehörigen EDX-Punktanalysen

In **Abbildung 12** ist die Mikrostruktur einer polierten Oberfläche einer gesinterten CuMo-Probe zu sehen. Die hellere bzw. dunklere Phase ist mit Mo bzw. Cu gekennzeichnet. Alle Proben zeigen eine gute Homogenität, die auch durch die Elementverteilungsbilder bestätigt wurde (**Abbildung 13**).

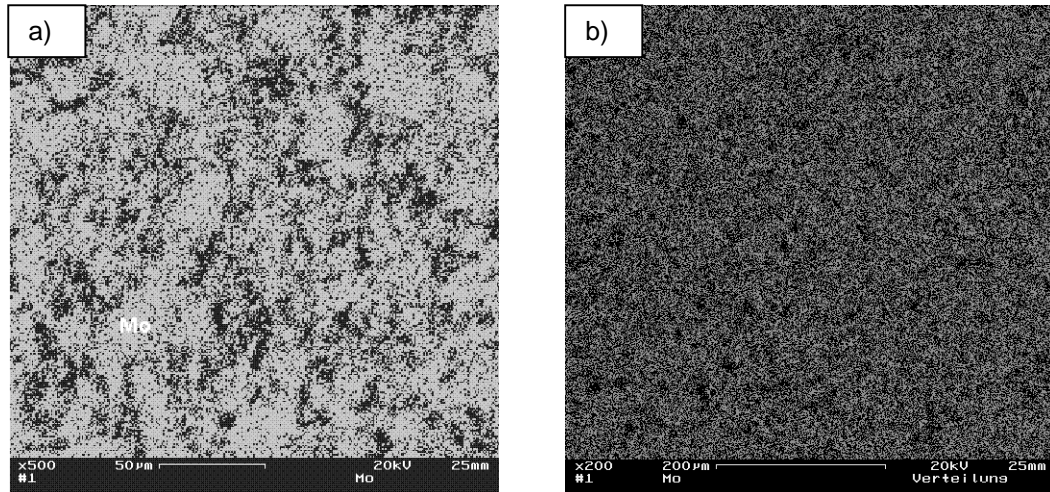


Abbildung 13: Elementverteilungsbilder der Probe Mo60Cu a) nach dem Spritzgiessen b) nach dem Sintern

in Abbildung 14 - Abbildung 20 sind die SE-Bilder von Bruchflächen der einzelnen Proben nach jedem Herstellungsschritt zu sehen. Im Vergleich zu WCu-Verbunden ist der MoCu-Verbund grobkörnig und die mittlere Korngröße liegt bei ca. einigen μm . Interessant ist die Mikrostruktur nach dem Sintern. Es ist ein durchgehendes Cu-Netz zu sehen, das durch die hellere Phase gekennzeichnet ist. Die Benetzung ist gut und es sind keine Risse zwischen den Partikeln zu sehen. Dies wurde auch durch TEM-Hellfeld-Aufnahmen bestätigt (Abbildung 21).

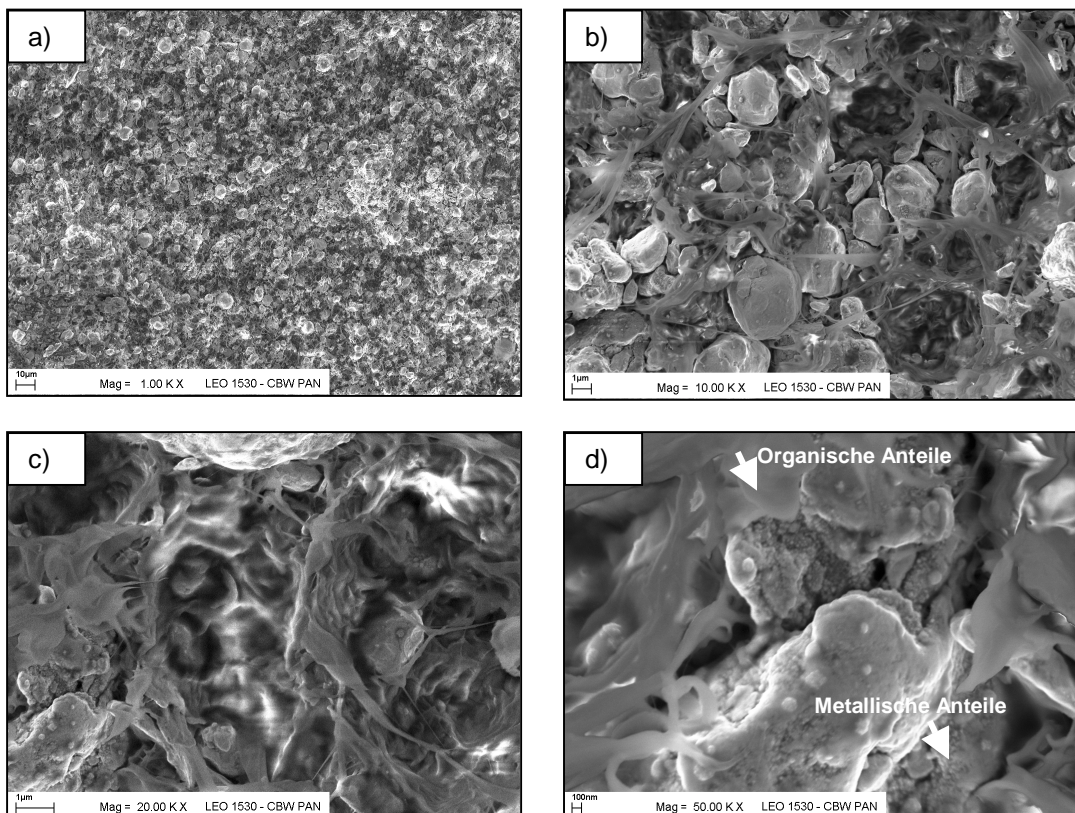


Abbildung 14: SE-Bilder der Probe Mo60Cu nach dem Spritzgiessen mit unterschiedlichen Vergrößerungen

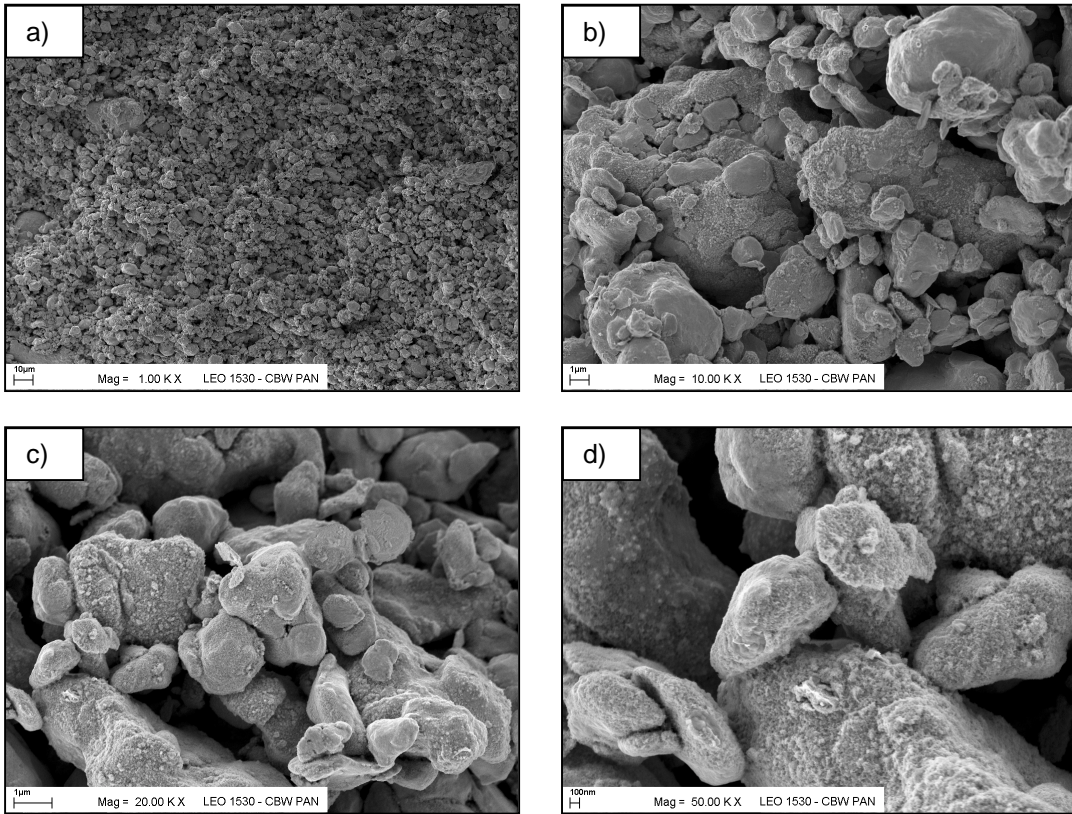


Abbildung 15: SE-Bilder von der Probe Mo60Cu nach Entbindern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

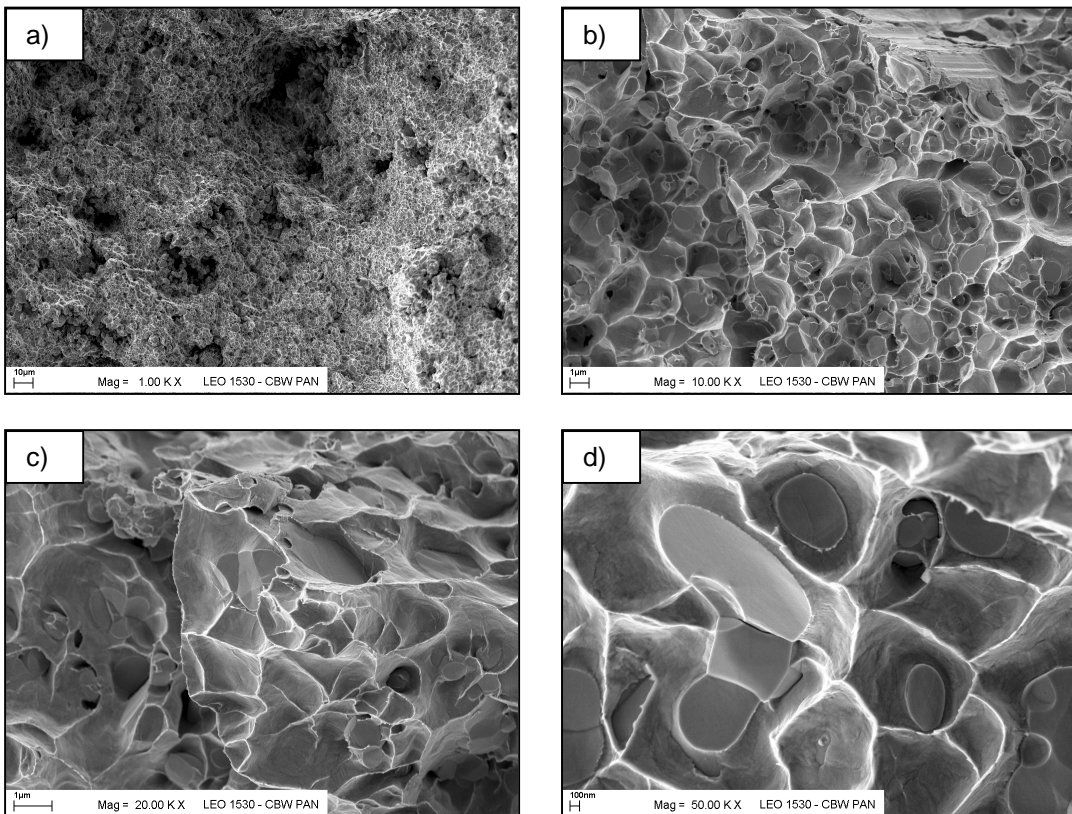


Abbildung 16: SE-Bilder von der Probe Mo60Cu nach Sintern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

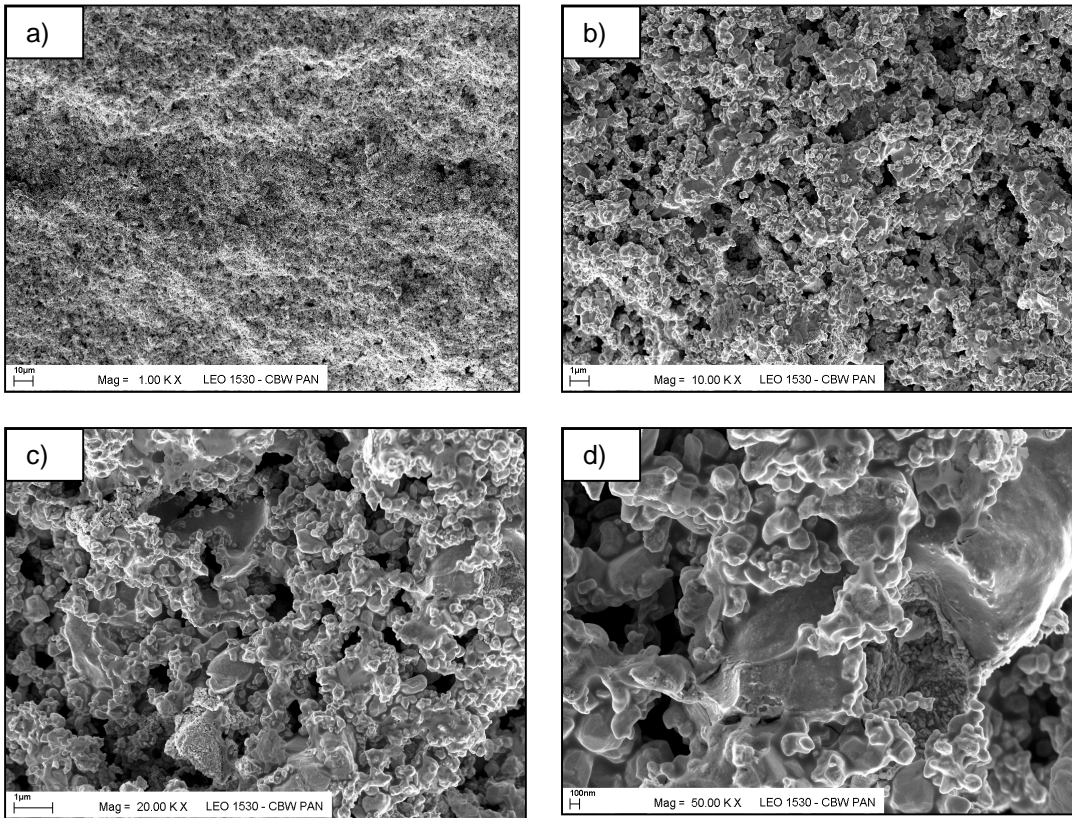


Abbildung 17: SE-Bilder von der Probe W70Cu nach Entbindern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

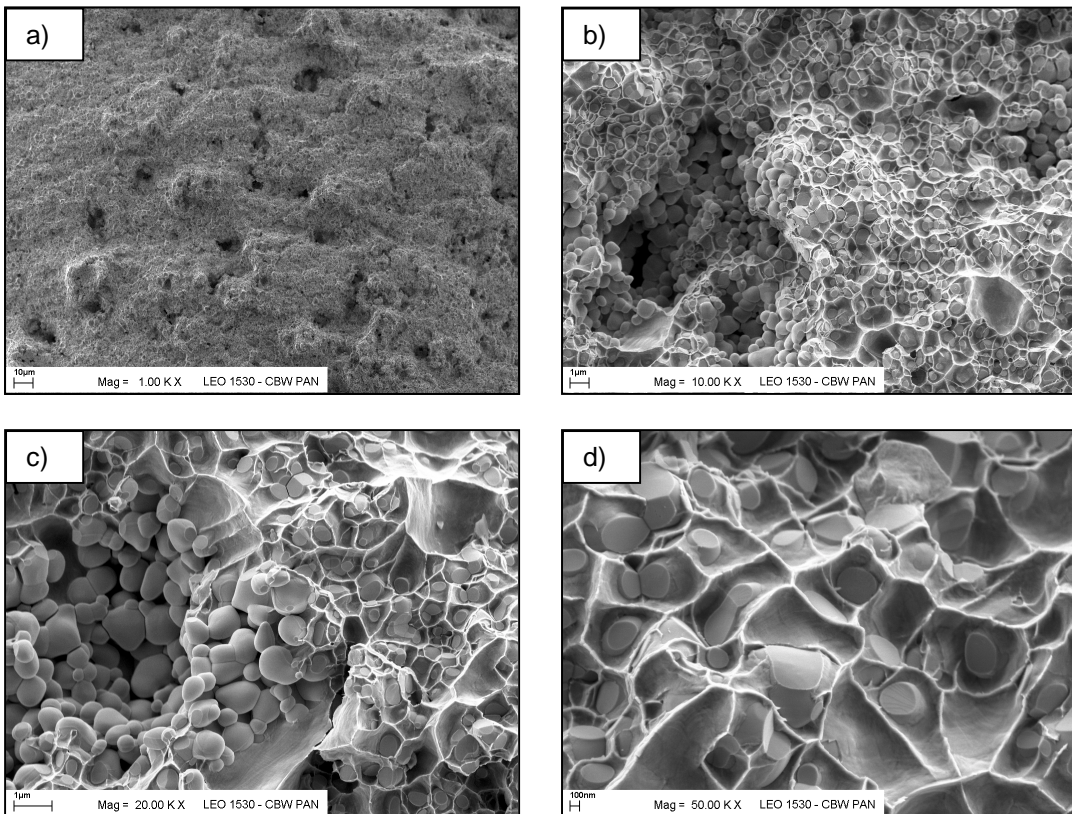


Abbildung 18: SE-Bilder von der Probe W70Cu nach Sintern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

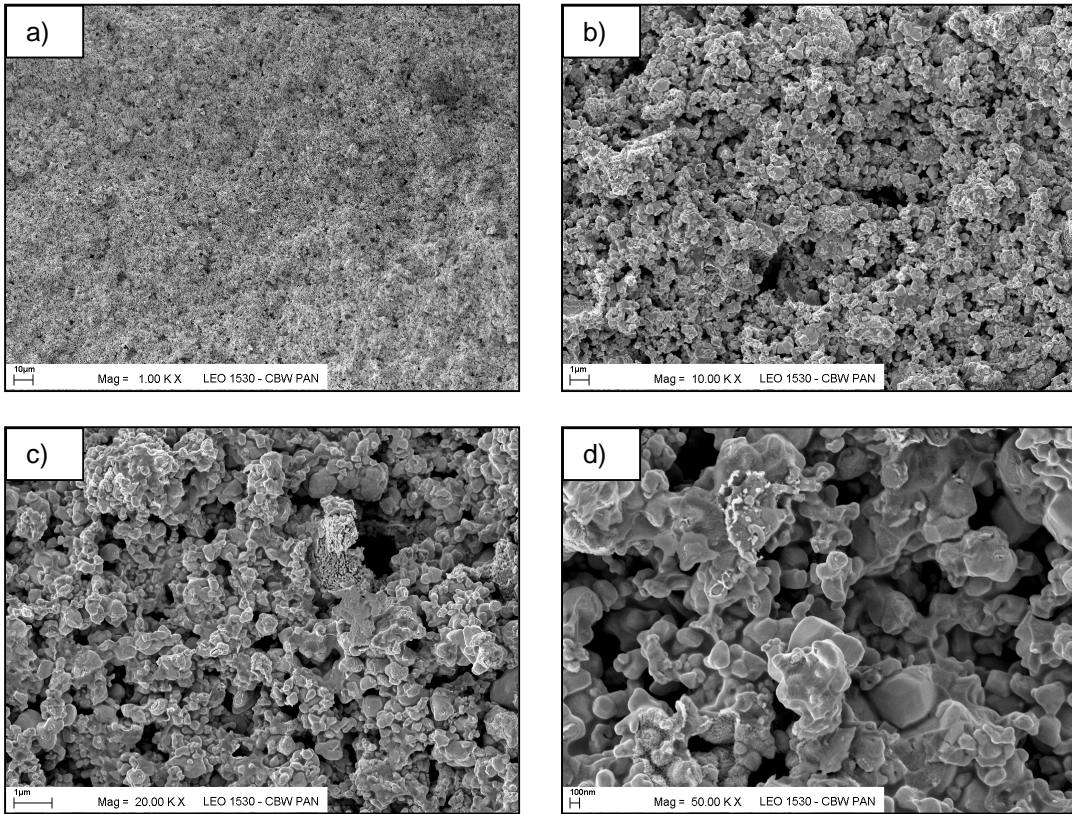


Abbildung 19: SE-Bilder von der Probe W80Cu nach Entbindern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

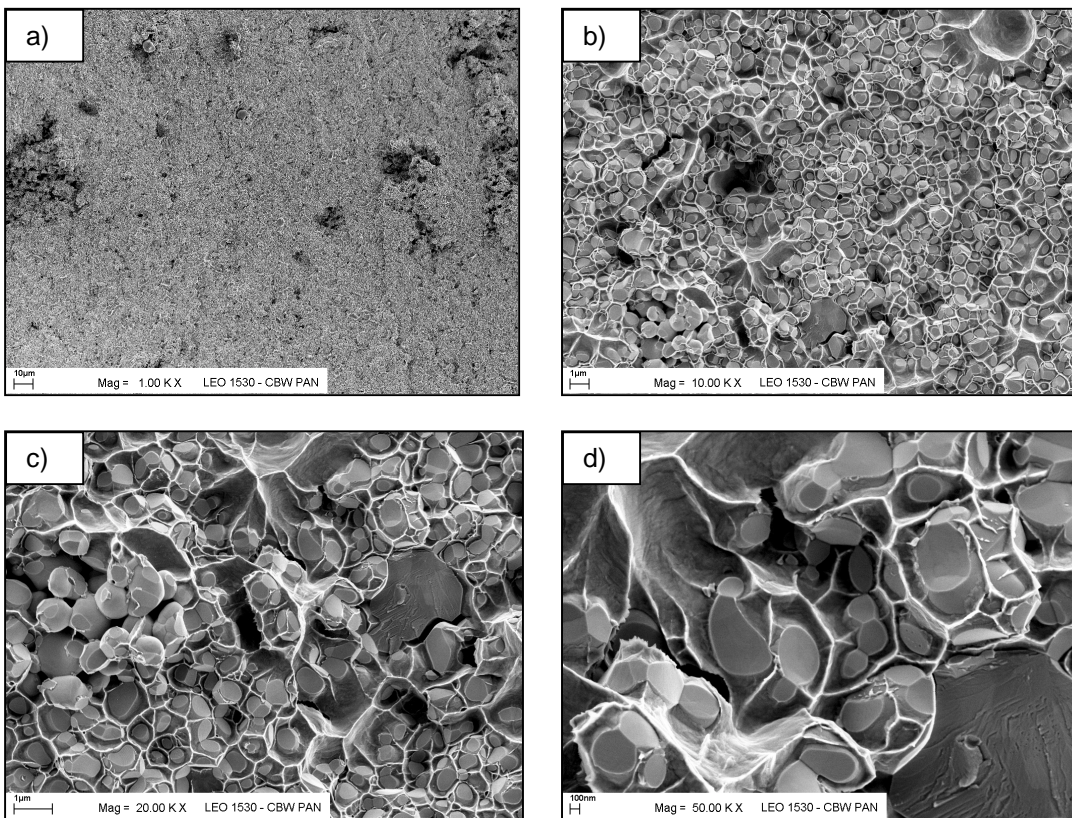


Abbildung 20: SE-Bilder von der Probe W80Cu nach Sintern mit unterschiedlichen Vergrößerungen

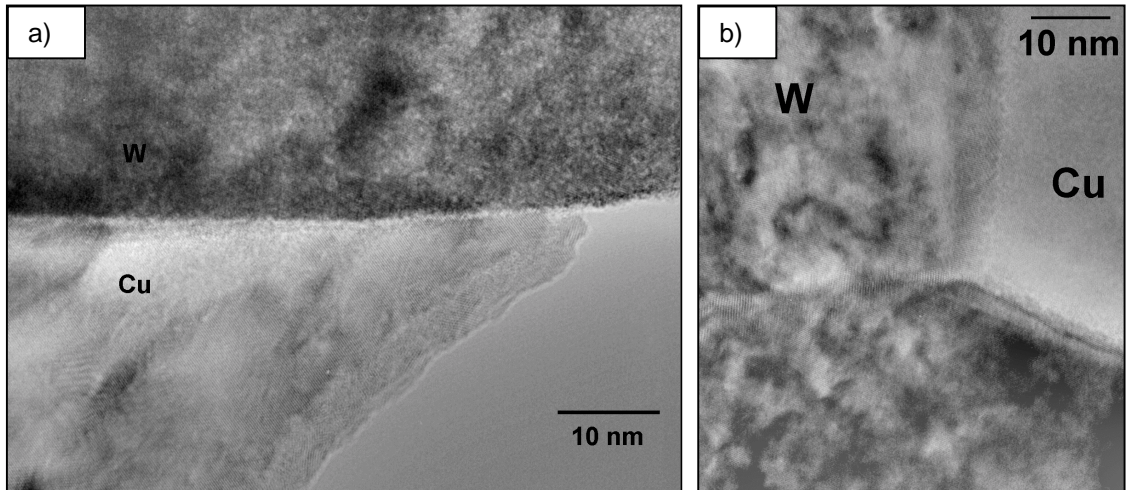


Abbildung 21: TEM-Hellfeldaufnahmen von der Probe W80Cu nach Sintern

3.7 Nanoindentation

Das Verfahren basiert darauf, daß ein Eindringkörper definierter Geometrie in die zu prüfende Oberfläche hineingedrückt und die Last und Eindringtiefe kontinuierlich aufgenommen wird. Die Prüfkraft wird über einen Elektromagneten aufgebracht und liegt im mN Bereich, wobei die Aufbringung der Prüfkraft mit einer Genauigkeit von bis zu $0,3 \mu\text{N}$ erfolgt. Die Messung der Eindringtiefe geschieht mittels eines kapazitiven Wegaufnehmers, der eine theoretische Auflösung von $0,02 \text{ nm}$ besitzt (Abbildung 22).

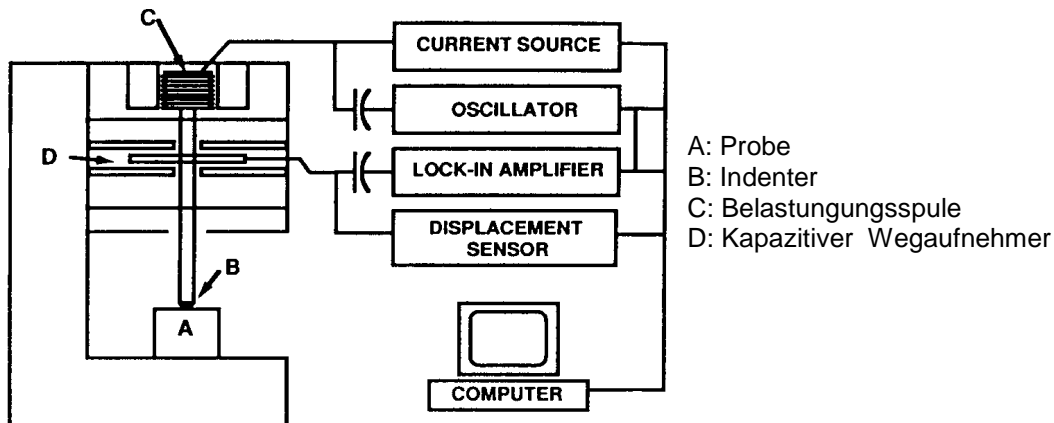


Abbildung 22: Funktionsschema des Nanoindenters

Dieses Meßverfahren hat darüber hinaus den Vorteil, daß damit der ganze Zusammenhang zwischen der Belastung und der Eindringtiefe und der Anteil der elastischen Rückfederung gemessen werden kann. Herkömmliche Härteprüfverfahren gestatten lediglich eine Aussage über die Eindringtiefe bei einer konstanten Prüflast. Aus dem Verlauf der elastischen Rückfederung läßt sich hieraus der Elastizitätsmodul bestimmen. Alle Meßdaten beziehen sich nur auf einen wenige μm^2 umfassenden Bereich. Damit lassen sich bei heterogenen Werkstoffen die Eigenschaften von einzelnen Gefügebestandteilen aber auch die Eigenschaften dünner Verschleiß- und Oberflächenschichten homogener Werkstoffe ermitteln. Unter optimalen Versuchsbedingungen lassen sich die Meßwerte auf bis zu 5% Abweichung genau bestimmen.

Zur Bestimmung der Kenngrößen Härte und E-Modul aus der Kraft- Eindringtiefe Kennlinie nach Abbildung 23 muß zunächst der Zusammenhang zwischen den beiden Meßgrößen bekannt sein. Hierzu kann man für einfache Prüfkörpergeometrien den von Sneddon gefundenen Potenzansatz verwenden.

$$P = \alpha h^m \quad [5]$$

Die Prüfkraft P ist eine Funktion der Eindringtiefe, wobei die Geometriekonstante m für die dreiseitige Pyramide 1,5 beträgt. Die Eigenelastizität des Indenters wird über den reduzierten E-Modul berücksichtigt. Für den Indenterwerkstoff Diamant gilt: $E_i = 1141 \text{ GPa}$ und $\nu_i = 0,07$.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad [6]$$

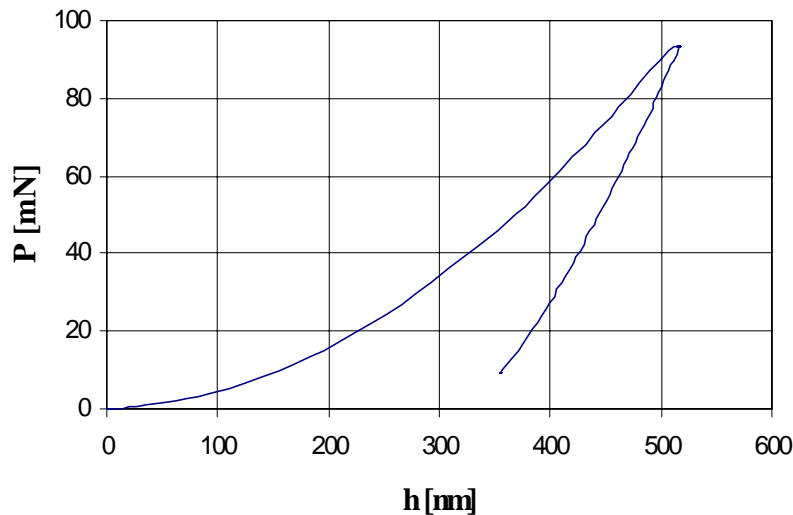


Abbildung 23: Aufgenommene Kraft- Eindringtiefe Kennlinie

Zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls der Probe wird zunächst die Anfangssteifigkeit S der Entlastungskennlinie bestimmt. Aus dieser läßt sich über die folgende Gleichung der E-Modul der Probe bestimmen. Diese Gleichung, die der Kontakttheorie entstammt, wurde ursprünglich für einen flachen zylindrischen Indenter abgeleitet. Deren Gültigkeit wurde aber später auch für andere Geometrien nachgewiesen. Setzt man voraus, daß die Kontaktfläche zum Zeitpunkt des Entlastungsbeginns gleich der nach der vollständigen Entlastung gemessenen Eindruckgröße ist, dann läßt sich der E-Modul der Probe aus den Gleichungen [6] und [7] berechnen.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad [7]$$

Für die Bestimmung der Anfangssteifigkeit der Entlastungskennlinie werden unterschiedliche Verfahren angewandt. Alte Verfahren aproximieren das obere Drittel der Entlastungskurve als Gerade und bestimmen daraus den E-Modul. Viele Werkstoffe zeigen eine starke Nicht-Linearität der Entlastungslinie. Oliver und Pharr beschreiben daher die Entlastungskurve analog zur Belastungskurve nach Gleichung [8] als Potenzfunktion mit den freien Parametern A und m , wobei h_f als plastische Eindringtiefe gegeben wird.

$$P = A (h - h_f)^m \quad [8]$$

Aus der Ableitung dieser Funktion im Punkt (P_{\max} , h_{\max}) erhält man dann eine genauere Übereinstimmung der Anfangssteifigkeit der Entlastungskennlinie mit den rechnerischen Werten und damit eine bessere Annäherung an den E-Modul der Probe.

Die Bestimmung der Härte erfolgt wie gewohnt aus der Definition:

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad [9]$$

Dabei wird die Eindruckfläche A aus der Eindringtiefe bestimmt. Diese Flächenfunktionen berücksichtigen zum Teil sogar eine Abstumpfung der Pyramidenspitze während des Versuches und sind in die Auswertungssoftware integriert. Als einfache Näherung kann man mit der einfachen Flächenfunktion des perfekten Berkovich-Indenters rechnen.

$$A(h_c) = 24.5 h_c^2 \quad [10]$$

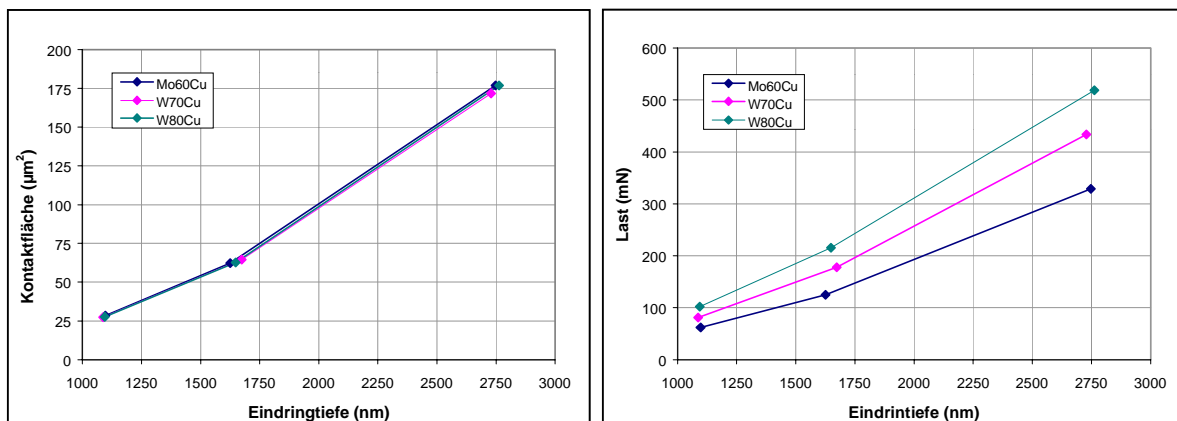


Abbildung 24: Kontaktfläche in Abhängigkeit von der Eindringtiefe

Abbildung 24 stellt die Abhängigkeit der Kontaktfläche bzw. Last von der Eindringtiefe dar. Aus den Diagrammen ist die Kontaktfläche bzw. dafür benötigte Last bei gegebener Eindringtiefe zusehen.

	Eindringtiefe (nm)	Last (mN)	A (μm^2)	E (GPa)	H (GPa)
Mo60Cu	1257	9.6	36.4	17.4	0.3
	1765	12.8	72.4	13.8	0.2
	2987	33.8	205.0	13.3	0.2
W70Cu	1132	29.5	28.7	51.9	1.0
	1692	56.6	64.7	51.3	0.9
	3005	180.2	200.4	47.9	0.9
W80Cu	1120	33.8	27.5	52.7	1.2
	1686	71.3	60.9	49.0	1.2
	3394	237.0	256.0	52.9	0.9

Tabelle 6: Ermittelte Parameter und Materialeigenschaften nach Entbindern

	Eindringtiefe (nm)	Last (mN)	A (μm^2)	E (GPa)	H (GPa)
Mo60Cu	1097	61.8	28.4	219	2.2
	1625	124.8	62.2	228	2.0
	2747	329.0	176.9	229	1.9
W70Cu	1087	81.4	27.4	234	3.0
	1674	178.1	64.6	236	2.8
	2729	433.9	171.8	248	2.5
W80Cu	1094	102.0	27.7	313	3.7
	1648	215.9	62.8	318	3.5
	2718	649.0	167.2	314	3.8

Tabelle 7 Ermittelte Parameter und Materialeigenschaften nach Sintern

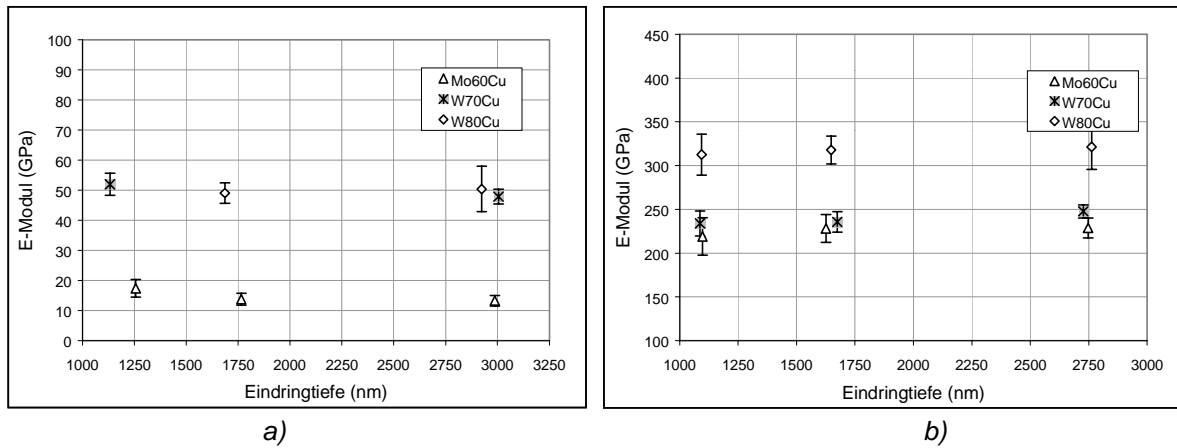


Abbildung 25: E-Moduli von MoCu- und WCu-Verbundwerkstoffen a) nach Entbindern b) nach Sintern

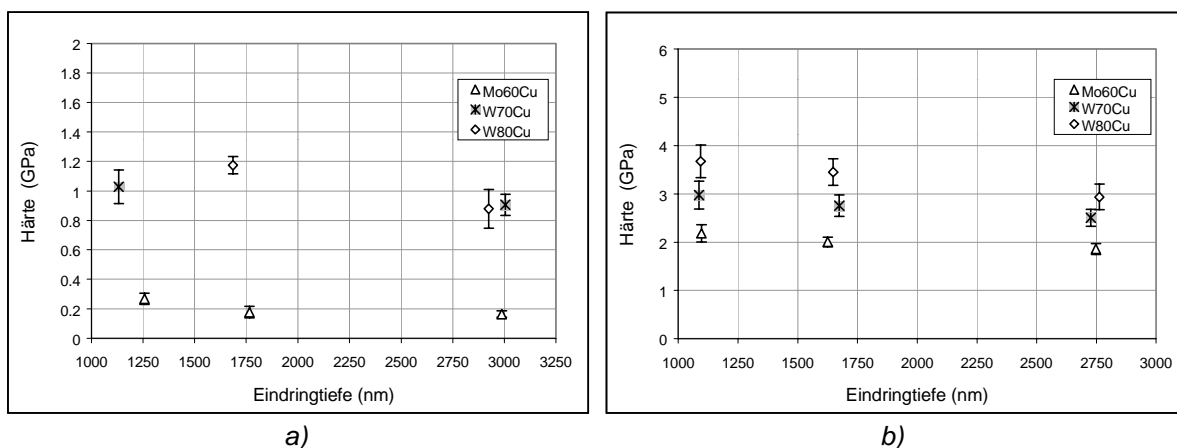


Abbildung 26: Härte von MoCu- und WCu-Verbundwerkstoffen a) nach Entbindern b) nach Sintern

Der Einfluß des Cu-Anteils im Verbund und die Eindringtiefe auf die gemessenen Eigenschaften, wie Elastizitätsmodul und Härte sind nach Entbindern bzw. nach Sintern in Abbildung 25 und Abbildung 26 dargestellt. Wie erwartet steigen die Elastizitätsmodul- und Härte nach Sintern signifikant an. Die Erhöhung des Cu-Anteils im Verbund führt zu niedrigeren Elastizitätsmodul- und Härtewerten. Im Vergleich zu MoCu-Verbund weisen die WCu- Verbundwerkstoffe aufgrund der niedrigeren Cu-Gehalte höhere E-Modul- und Härtewerte auf. Zur Reduzierung der Standardabweichungen ist eine Eindringtiefe von ca. $1\mu\text{m}$ notwendig.

3.8 Röntgendiffraktometrie

Die untersuchten Materialien sind aus Kristalliten aufgebaut, die durch Spannungen elastisch verformt werden. Röntgenografische Spannungsmessung RSM basiert auf die Bestimmung der Mittelwerte der elastischen Verformung. Daraus lassen sich die makroskopischen Spannungen im oberflächennahen Bereich ermitteln. Da die Körner über die Korngrenzen gekoppelt sind, können sich die Körner nicht frei verformen, wenn eine äußere Last aufgebracht wird und es entsteht im Inneren eines Kornes ein Spannungszustand mit ortsabhängigen Hauptachsenrichtungen und Spannungsbeträgen. Die Abweichung dieser lokalen Spannungen von den über das Korn gemittelten Spannungen sind Spannungen dritter Art.

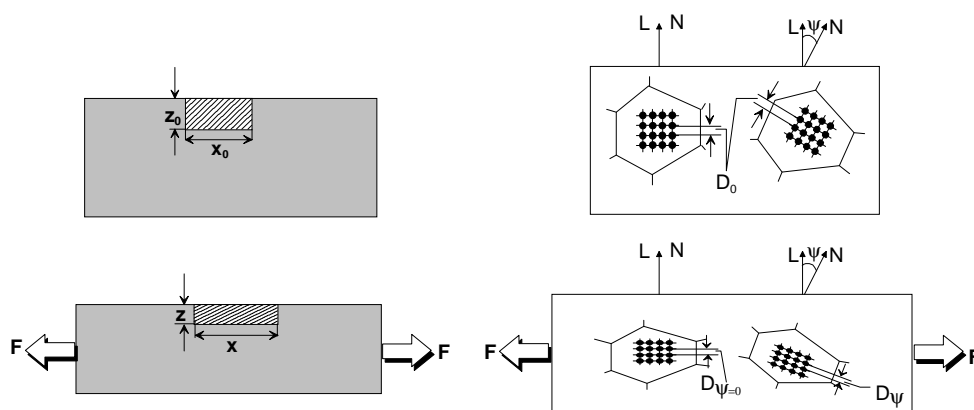


Abbildung 27: Schematische Darstellung der Makro- und Mikrodehnungen

Die Makro- und Mikrodehnungen werden in Abbildung 27 dargestellt. Im mikroskopischen Fall ist der im makroskopischen Fall gekennzeichnete Bereich aus Kristalliten aufgebaut. Die Orientierung wird durch die Flächennormale L und Gitterebennormale N bestimmt. Bei

Aufbringen einer äußeren Last tritt im makroskopischen und mikroskopischen Fall die Dehnungen:

$$\varepsilon = \frac{\Delta x}{x_0}, \quad \varepsilon = \frac{\Delta z}{z_0} \quad \text{und} \quad \varepsilon = \frac{\Delta D}{D_0}$$

Die Anlage besteht aus einem Röntgengenerator mit Röhre, einem Goniometer, einem Zählrohr, sowie schließlich einem Rechner. Die Probe steht im Zentrum des Goniometers, Die Normale auf den in Zählrohrrichtung reflektierenden Netzebenen halbiert immer den Winkel zwischen Primärstrahl und dem in Zählrohrrichtung reflektierten Strahl. Die Abbildung 28 veranschaulicht die geometrischen Verhältnisse bei einer Psi-Stressmessung. Man kann sowohl im negativen als auch im positiven Winkel messen.

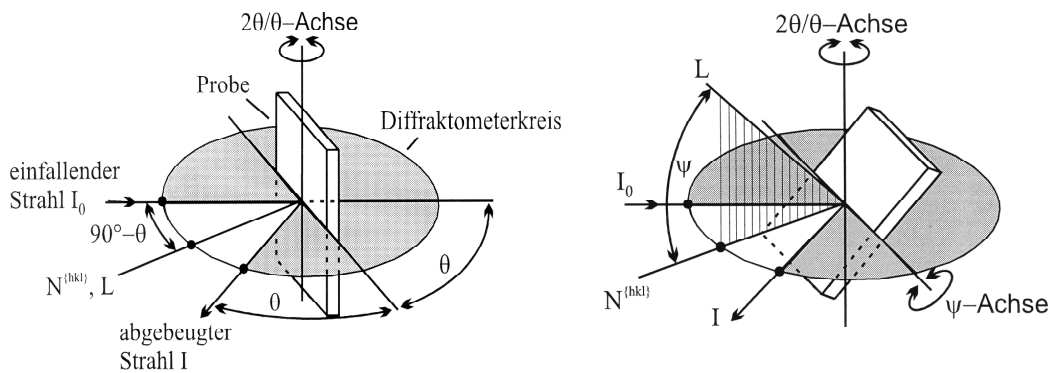


Abbildung 28: Geometrische Verhältnisse des ψ -Diffraktometers für $\psi=0^\circ$ und $\psi=45^\circ$

Eine Gitterdehnung lässt sich also aus Interferenzlinienverschiebungen ermitteln. Je größer der Braggwinkel θ_0 ist, desto größer ist die Interferenzlinienverschiebung $\Delta\theta$ bei gegebener Gitterdehnung bzw. relativer Netzebenenabstandsänderung. Deshalb erfolgen Gitterdehnungsmessungen meist im Rückstrahlbereich. Die Netzebenenabstände verschieden orientierter Kristallite werden mittels Messungen in unterschiedlichen Einstrahlrichtungen ψ erfasst und linear über $\sin^2\psi$ verteilt. (Abbildung 29).

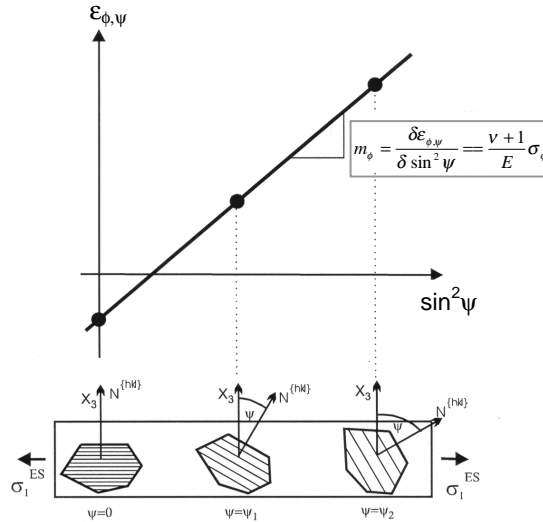


Abbildung 29: Schematische Darstellung des Messprinzips

Wenn die durch die Bragg'sche Gleichung gegebene Interferenzbedingung beim Einfallen eines monochromatischen Röntgenstrahls auf ein elastisch gedehntes Kristallgitter erfüllt ist, dann wird im Vergleich zum ungedehnten Gitter infolge der veränderten Netzebenenabstände eine Änderung des Braggwinkels und damit der Lage des gebeugten Röntgenstrahls festgestellt. Liegt ein durch die Hauptspannungen σ_1 , σ_2 und σ_3 gegebenen 3-achsiger Spannungszustand vor, so verknüpft das verallgemeinerte Hook'sche Gesetz die Hauptdehnungen ε_1 , ε_2 und ε_3 mit den Hauptspannungen, wobei E Elastizitätsmodul und ν die Querkontraktionszahl sind.

$$\begin{aligned}\varepsilon_1 &= \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3)] \\ \varepsilon_2 &= \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu(\sigma_1 + \sigma_3)] \\ \varepsilon_3 &= \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)]\end{aligned}\quad [11]$$

Durch die entsprechende Auslegung des Koordinatensystems beschreibt die Elastizitätstheorie die Dehnung $\varepsilon_{\phi,\psi}$ in der durch das Azimut ϕ gegenüber σ_1 und dem Distanzwinkel ψ gegenüber σ_3 gegebenen Richtung:

$$\varepsilon_{\phi,\psi} = \varepsilon_1 \sin^2 \psi \cos^2 \phi + \varepsilon_2 \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_3 \cos^2 \psi \quad [12]$$

Durch die Zusammenfassung der Gleichungen [11] und [12] zusammen, so ergibt sich:

$$\varepsilon_{\phi,\psi} = \frac{\nu+1}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \psi - \sigma_3) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) + \frac{1}{E} \sigma_3 \quad [13]$$

Der Term $(\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \psi) \sin^2 \psi$ ist die in Richtung ϕ, ψ wirksame Spannungskomponente $\sigma_{\phi, \psi}$.

$$\sigma_{\phi, \psi=90^\circ} = \sigma_\phi = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad [14]$$

Gleichung [14] ist der in Richtung $\psi=90^\circ$ wirkende Oberflächenspannungskomponent. Werden die Elastizitätskonstante S_1 und S_2 eingesetzt:

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad \text{und} \quad S_2 = \frac{2(\nu+1)}{E} \quad [15]$$

so folgt:

$$\varepsilon_{\phi, \psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_\phi - \sigma_3) \sin^2 \psi + S_1 (\sigma_1 + \sigma_2) + (S_1 + \frac{1}{2} S_2) \sigma_3 \quad [16]$$

Diese Gleichung zeigt die Beziehung der Dehnungen schräg zur Wirkungsebene der im Material wirkenden Hauptspannungen σ_1 und σ_2 mit den Hauptspannungen und der von ihnen bestimmten Spannungskomponente σ_ϕ . Aufgrund der geringen Eindringtiefe der Röntgenstrahlen werden bei Gitterdehnungsmessungen nur sehr dünne Oberflächenbereichen erfaßt, in denen einachsige oder ebene Spannungszustände herrschen, wobei sich die Gleichungen vereinfachen. Die Abhängigkeit der Dehnungen von $\sin^2 \psi$ ist bei jeder beliebigen Schnittebene $\phi=\text{konstant}$ linear und der Anstieg der Dehnungsverteilung wird wie folgend beschrieben:

$$m_\phi = \frac{\delta \varepsilon_{\phi, \psi}}{\delta \sin^2 \psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) = \frac{1}{2} S_2 \sigma_\phi \quad [17]$$

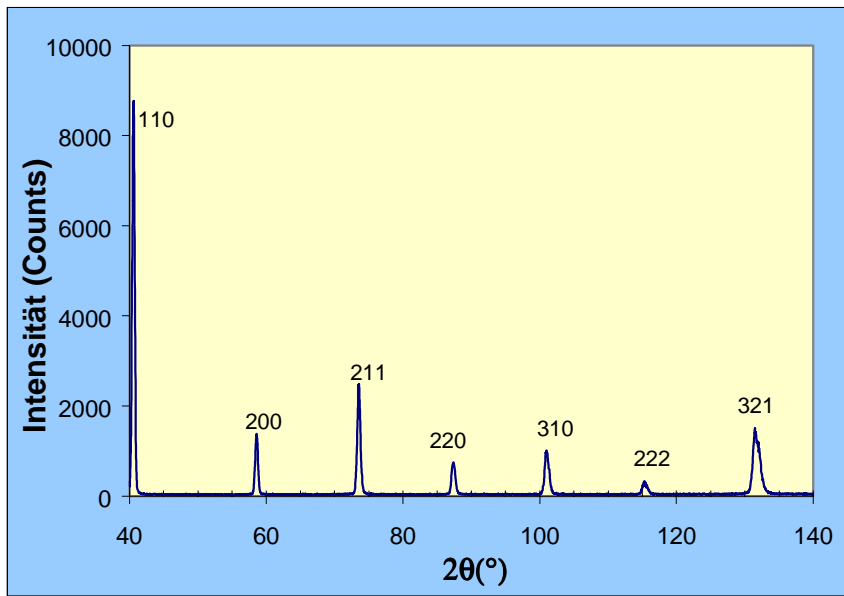


Abbildung 30: Röntgenbeugungsspektrum von der Probe W80Cu

Abbildung 30 zeigt die Interferenzlinien von der Probe W80Cu. Es wurde die Interferenzlinie von der Ebene (321) gewählt und über diesem 2θ die ψ -Stressmessung mit unterschiedlichen ψ -Winkeln gemessen, um die verschieden orientierte Kristallite zu erfassen. Die einzelne Interferenzlinien sind in Abbildung 31 dargestellt. Aus der Steigung der $d\text{-sin}^2\psi$ -Kurve lassen sich die Eigenspannungen berechnen (Abbildung 32). Die Eigenspannungen in Funktion vom Randabstand sind in Abbildung 33 aufgetragen. Es zeigt sich, daß die Oberfläche unter leichten Druckspannungen steht.

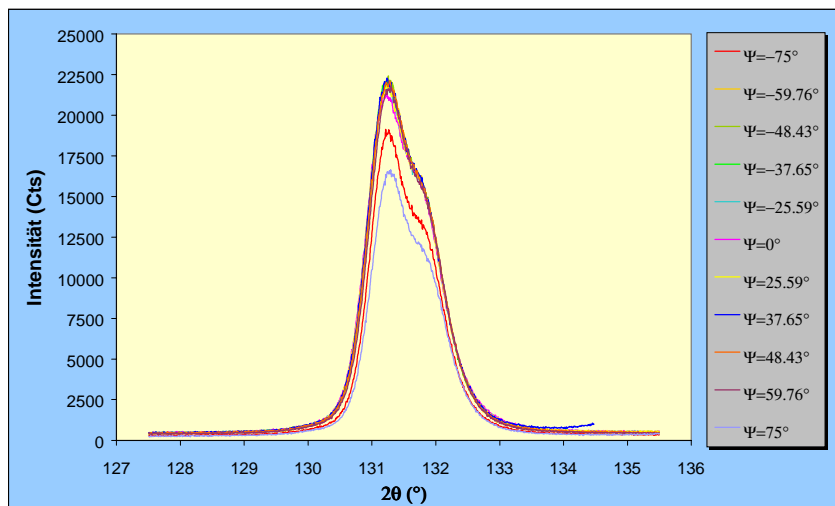


Abbildung 31: Interferenzlinien von der Ebene (321) bei verschiedenen ψ -Werten von der Probe W80Cu

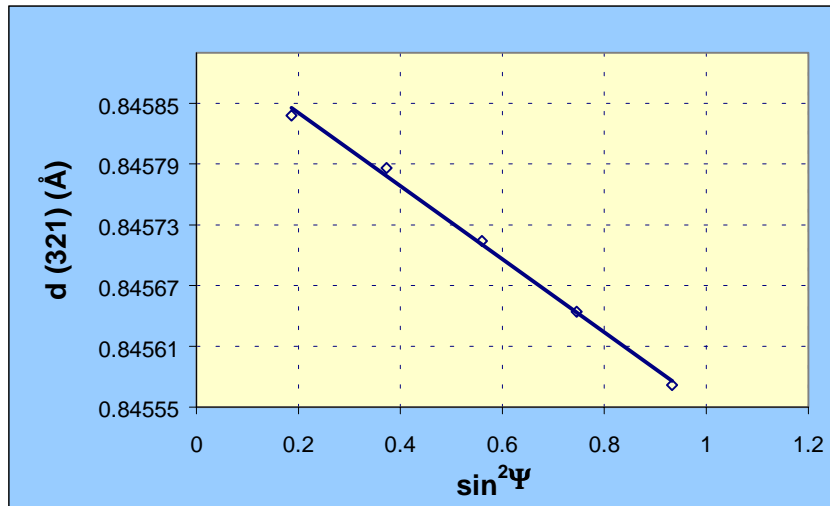


Abbildung 32: Netzebenenabstände in Abhängigkeit von $\sin^2 \Psi$ der Probe W80Cu

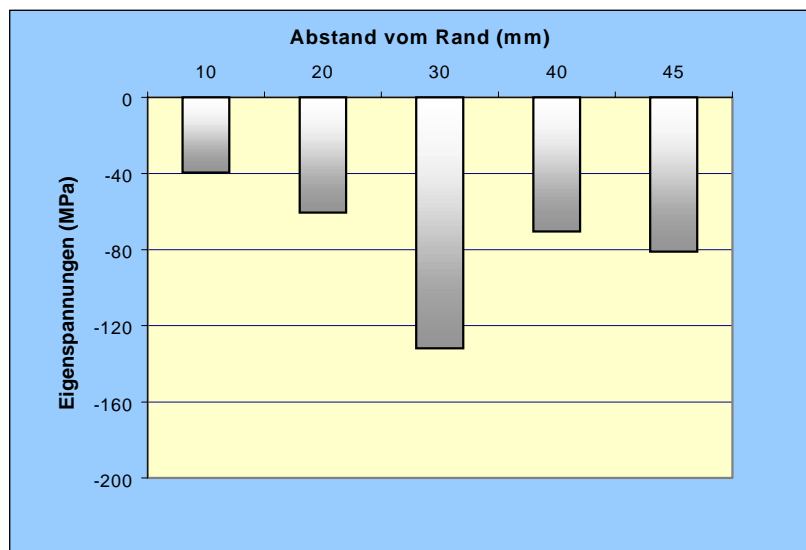


Abbildung 33: Röntgenographisch ermittelte Eigenspannungen von der Probe W80C

4 Zusammenfassung und Ausblick

Während der Projektzeit wurde ausgehend von den Vorstellungen und Erfordernissen der Projektpartner, insbesondere der Industrie, eine Werkstoffdatenbank für die Mikrosystemtechnik konzeptionell geplant, diskutiert und entwickelt. Die Datenbank reflektiert den momentanen Stand der Technik bezüglich der verwendeten Werkstoffklassen. Ein Hauptaugenmerk bei der Definition der Datenbank wurde auf die umfassende Beschreibung der Gewinnung der Werkstoffdaten gelegt. Nur durch diese Kenntnis kann gewährleistet werden, daß die in einer Simulation verwendeten Daten ein qualitativ hochwertiges Ergebnis liefern und der angestrebte Rationalisierungseffekt durch Simulation auch erreicht werden kann.

Eine zukünftige Erweiterung und Pflege der Datenbasis ist notwendig und wünschenswert, um die Weiterentwicklung der Mikrosystemtechnik zu berücksichtigen. Vorstellbar wäre ebenfalls der Ausbau der Datenbank zu einem umfassenden Informationssystem, welches nicht nur Werkstoffkennwerte enthält sondern die Möglichkeiten der Informationstechnologie berücksichtigt. Hierbei soll insbesondere die Verknüpfung von Werkstoffen und deren Produzenten bzw. Herstellungsprozessen Erwähnung finden.

5 Publikationen

Im Projektzeitraum wurden folgende mit dem Projekt in Verbindung stehende Publikationen und Präsentationen erarbeitet, die nachfolgend aufgeführt sind:

Vorträge und Veröffentlichungen

B. Koçdemir, M. Mahlich, H.-J. Fecht

Materialcharakterisierung von Mikrosystemkomponenten

Öffentl. Statusseminar „SIMIKO“, München, 29. September 1999

B. Koçdemir, H.-J. Fecht

Microstructure characterisation and mechanical properties of Mo-Cu composite for electronic packaging applications

MicroMat 2000, 3rd International Conference

Berlin, 17. bis 19. April 2000, veröffentlicht in Proceedings

B. Koçdemir, M. Mahlich, J. W. Mrosk, M. Werner, H.-J. Fecht

Materials properties with respect to microsystem technologies

MicroMat 2000, 3rd International Conference

Berlin, 17. bis 19. April 2000, veröffentlicht in Proceedings

B. Koçdemir, M. Mahlich, H.-J. Fecht

Materialcharakterisierung und -eigenschaften in der Mikrosystemtechnik an Projektbeispielen

Öffentl. Abschlußseminar „SIMIKO“, München, 29. September 2000

Postervorträge

B. Koçdemir, M. Mahlich, H.-J. Fecht

Materials data base for the simulation of microsystem components

Materialica /Werkstoffwoche 99

München, 27.-29. September 99

B. Koçdemir, M. Mahlich, H.-J. Fecht

Werkstoffdatenbank für die Simulation von Mikrosystemen

AllgäuTech 2000, Kaufbeuren

B. Koçdemir, M. Mahlich, H.-J. Fecht

Materials data base for the simulation of microsystem components

VDE World Microtechnologies Congress

EXPO 2000, 25-27 September 2000, Hannover