

Mechanismen und Größeneffekte von Ermüdungsschädigungen in dünnen Kupferfilmen bei sehr hohen Zyklenzahlen

Dissertation

zur Erlangung des mathematisch-naturwissenschaftlichen Doktorgrades

„Doctor rerum naturalium“

der Georg-August-Universität Göttingen

im Promotionsprogramm

der Georg-August University School of Science (GAUSS)

vorgelegt von

Clemens Trinks

geboren in

Salzgitter Bad

Göttingen, 2013

Betreuungsausschuss

Prof. C. A. Volkert
Institut für Materialphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Prof. K. Samwer
I. Physikalisches Institut - Tieftemperaturphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Mitglieder der Prüfungskommission

Referentin:

Prof C. A. Volkert
Institut für Materialphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Korreferent:

Prof K. Samwer
I. Physikalisches Institut - Tieftemperaturphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Weitere Mitglieder der Prüfungskommission:

Prof H. C. Hofsäss
II. Physikalisches Institut - Kern- und Atomphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Prof M. Seibt
IV. Physikalisches Institut - Halbleiterphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Dr. C. Bahr
Abteilung Dynamik komplexer Fluide
Max-Planck-Institut für Dynamik und Selbstorganisation Göttingen

Prof. Dr. Vasile Mosneaga
I. Physikalisches Institut - Tieftemperaturphysik
Georg-August-Universität Göttingen

Tag der mündlichen Prüfung:

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	ix
Tabellenverzeichnis	xi
1 Einleitung	1
2 Physikalische Grundlagen	5
2.1 Grundlagen der Ermüdung	5
2.1.1 Lebensdauer bei zyklischer Belastung	6
2.2 Ermüdung makroskopischer Proben	8
2.2.1 Einkristalline Proben	8
2.2.2 Polykristalline Proben	10
2.3 Ermüdungsschäden in dünnen Schichten	11
2.3.1 Risse	11
2.3.2 Schädigungen an Zwillingen	15
2.3.3 Extrusionsbildung	16
2.3.4 Lochbildung	17
2.4 Ermüdung dünner Schichten	18
2.4.1 Mechanische Ermüdung im HCF Bereich	18
2.4.2 Thermische Ermüdung	19
2.4.3 Mechanische Ermüdung im VHCF Bereich	21
2.5 Umgebungseinflüsse während der Ermüdung	22
2.6 Lebenserwartung und Ausfallkriterien	23
2.7 Theorie des Biegebalkens	24
2.7.1 Grundlagen der Resonanz eines Biegebalkens	24
2.7.2 Auslenkungsform eines rechteckigen Biegebalkens	25
2.7.3 Dehnung entlang eines rechteckigen Cantilevers	26

3	Experimentelle Methoden	29
3.1	Geräte	29
3.1.1	Magnetron-Sputter-Anlage	29
3.1.2	Rasterkraftmikroskop	31
3.1.3	Rasterelektronenmikroskop	32
3.1.4	Ionenstrahlmikroskopie	33
3.1.5	Rückstreuielektronen-Diffraktometrie	34
3.1.6	Transmissionselektronenmikroskopie	34
3.2	Proben	35
3.2.1	Präparation der Cantilever	35
3.2.2	Herstellung der Kupferschichten	37
3.2.3	Bestimmung der Schichteigenschaften	39
3.3	Ermüdungsmessung	40
3.3.1	Einbau des Cantilevers ins AFM	40
3.3.2	Bestimmung der Auslenkung	41
3.3.3	Programm und Regelkreisläufe	44
3.3.4	Umweltstabilität	46
3.4	Charakterisierung der Schädigung	47
3.4.1	Bestimmung der Oberflächenschädigung	47
3.4.2	Bestimmung der Grenzflächenschädigung	48
3.4.3	Herstellung der TEM-Lamellen	48
4	Experimentelle Ergebnisse	51
4.1	Schichteigenschaften	51
4.1.1	Schichtdicke und Korngröße	52
4.1.2	Textur der Kupferschichten	53
4.2	Schädigungsformationen	54
4.2.1	Risse und Intrusionen	55
4.2.2	Löcher	57
4.2.3	Korn-Extrusionen	58
4.2.4	Korngrenzen-Extrusionen	60
4.2.5	Zwillingsgrenzen-Extrusionen	60
4.2.6	Zwillingschädigung	62
4.2.7	Stabilität des Korngefüges	63

4.3	Schadensentwicklung entlang des Dehnungsprofils des Cantilevers . . .	64
4.3.1	10 nm und 20 nm Kupferschicht	65
4.3.2	40 nm Kupferschicht	66
4.3.3	60 und 70 nm Kupferschicht	67
4.3.4	100 nm Kupferschicht	67
4.3.5	150 nm Kupferschicht	68
4.3.6	200 nm Kupferschicht	68
4.3.7	250 nm bis 360 nm Kupferschichten	70
4.4	Schädigung in Abhängigkeit von der Schichtdicke und Korngröße . . .	71
4.4.1	Abhängigkeit von der Intrusions- und Rissdichte	71
4.4.2	Abhängigkeit von der Korn-Extrusionsdichte	73
4.4.3	Abhängigkeit von der Korngrenzen-Extrusionsdichte	73
4.4.4	Abhängigkeit von der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte . . .	76
4.4.5	Abhängigkeit von der Zwillingschädigungsdichte	76
4.5	Verlauf der Hauptschädigungen	79
4.6	Schädigungsentwicklung mit zunehmender Zyklenzahl	81
4.7	Dehnungsgrenze der Schädigungen	83
4.8	Frequenzverschiebung bei Schädigung	85
4.9	Umgebungseinflüsse	88
5	Diskussion	91
5.1	Schädigungsmechanismen	91
5.1.1	Korn-Extrusionen	92
5.1.2	Zwillingsgrenzen-Extrusionen	93
5.1.3	Zwillingschädigung	94
5.1.4	Intrusionen und Risse	96
5.1.5	Korngrenzen-Extrusionen	101
5.2	Grenzen der Schädigungsmechanismen	102
5.3	Schädigungsentwicklung	103
5.3.1	„accumulated plastic strain“-Modell	103
5.3.2	„immortal plastic strain“-Modell	105
5.3.3	Vergleich der Modelle mit den Ergebnissen	105
5.4	Korrosionseinflüsse	109
5.5	Lebenserwartung	109
5.6	Frequenzverlauf	112

6 Zusammenfassung und Ausblick	115
A Programmcode Ermüdungsmessung	119
Literaturverzeichnis	135

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematisches Bild der Prozesse bei der Ermüdung	6
2.2	Schematisches Wöhlerdiagramm	7
2.3	Übersicht der Schädigungen im Einkristall	9
2.4	TEM-Aufnahme und schematische Darstellung eines PSB	10
2.5	Riss- und Intrusionswachstum nach [Suo01]	12
2.6	Rissausbreitung gegen Spannungsintensitätsfaktor	14
2.7	REM-Aufnahmen von Extrusionen von Wang <i>et al.</i> [Wan07]	19
2.8	Thermische Ermüdungsschädigungen von Mönig [Mön04a]	20
2.9	Ermüdungsschädigung von Eberl <i>et al.</i> [Ebe06b]	21
2.10	Übersicht der Lebenserwartung für Cu und Al	24
2.11	Berechnung der Dehnung und Auslenkung entlang eines Cantilevers .	26
2.12	Schematische Darstellung zur Berechnung der Dehnung	27
3.1	Bilder der Magnetron-Sputteranlage	30
3.2	Cantilevergeometrie vor und nach dem FIB	36
3.3	FEM Simulationen der Dehnung auf dem Cantilever	37
3.4	Abhängigkeit der Korngröße von der Nachheiztemperatur	38
3.5	Methode zur Korngrößenbestimmung	39
3.6	AFM Cantileverhalter und verwendete Cantilever	40
3.7	Bestimmung der Auslenkung von Volt in nm	41
3.8	Aufgenommene Kraftkurve mit dem AFM	42
3.9	Entwicklung der Amplitude und Deflection	43
3.10	Thermisches Frequenzspektrum	45
3.11	Luftfeuchtigkeit und Temperatur während einer Messung	46
3.12	Auswertemethode zur Bestimmung der Anzahl der Oberflächenschäden	47
3.13	Präparationsschritte einer TEM-Lamelle aus der Schichtebene heraus	49
4.1	Abhängigkeit der Korngröße von der Schichtdicke	53

4.2	Abhängigkeit der Zwillingsgrenzendichte von der Schichtdicke	54
4.3	EBSD Karten vor der Ermüdungsmessung	55
4.4	REM-Aufnahme von Rissen und Intrusionen	56
4.5	Mittlere Länge der Intrusionen und Risse	56
4.6	FIB-Querschnittsaufnahme einer 100 nm dünnen Schicht	57
4.7	Querschnitte von einem Loch in einer 100 nm dünnen Kupferschicht .	58
4.8	REM-Aufnahmen von Korn-Extrusionen	59
4.9	REM-Aufnahmen von Korngrenzen-Extrusionen	59
4.10	REM-Aufnahmen von Zwillingsgrenzen-Extrusionen	60
4.11	REM-Aufnahmen der Entwicklung der Zwillingsgrenzen-Extrusionen .	61
4.12	REM-Aufnahmen von Zwillingsschädigungen	62
4.13	EBSD Karte nach der Ermüdungsmessung	63
4.14	Vergleich der Kornstruktur vor und nach der Ermüdungsmessung . .	64
4.15	REM-Aufnahme einer 10 nm und 20 nm dünnen Schicht	65
4.16	Schadensdichte pro Korn für 40 nm Schichtdicke	66
4.17	Schadensdichte pro Korn für 60 nm und 70 nm Schichtdicke	67
4.18	Schadensdichte pro Korn für 100 nm Schichtdicke	68
4.19	Schadensdichte pro Korn für 150 nm Schichtdicke	69
4.20	Schadensdichte pro Korn für 200 nm Schichtdicke	69
4.21	Schadensdichte pro Korn für Schichtdicke ≥ 200 nm	70
4.22	Intrusionsdichte pro μm^2 gegen die Dehnung	72
4.23	Intrusionsdichte pro Korn gegen die Dehnung	72
4.24	Korn-Extrusionsdichte pro μm^2 gegen die Dehnung	74
4.25	Korn-Extrusionsdichte pro Korn gegen die Dehnung	74
4.26	Korngrenzen-Extrusionsdichte pro μm^2 gegen die Dehnung	75
4.27	Korngrenzen-Extrusionsdichte pro Korn gegen die Dehnung	75
4.28	Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte pro μm^2 gegen die Dehnung . . .	77
4.29	Zwillingsgrenzen Extrusionsdichte pro Korn gegen die Dehnung . . .	77
4.30	Zwillingsschädigungsdichte pro μm^2 gegen die Dehnung	78
4.31	Zwillingsschädigungsdichte pro Korn gegen die Dehnung	78
4.32	Verlauf der Hauptschädigungen	79
4.33	REM-Aufnahmen nach unterschiedlichen Schwingungszahlen	81
4.34	Schadensdichte mit ansteigender Zyklenzahl	83
4.35	Schädigungsgrenzen in Abhängigkeit der Dehnung	84

4.36	Verlauf der Frequenzverschiebung für verschiedene Schichtdicken . . .	86
4.37	Frequenzverschiebung für verschiedene Schichtdicken	87
4.38	Frequenzverschiebung für verschiedene Schädigungstypen	88
4.39	Abhängigkeit der Schädigungsdichte von der Luftfeuchtigkeit	89
5.1	Vergleich der Korn-Extrusionen	92
5.2	Schematische Darstellung der wirkenden Kraft an einer Zwillingsgrenze	94
5.3	REM-Querschnittsaufnahme eines Zwillings und schematische Darstellung von dessen Wachstum	95
5.4	Längenvergleich der Risse und Intrusionen	96
5.5	Dehnungsvergleich der Risse und Intrusionen	97
5.6	TEM-Aufnahme einer Intrusion und Versetzungen	98
5.7	Spannungszustände entlang der Korngrenzen	99
5.8	Vergleich der Dichte der Risse und Intrusionen	100
5.9	FIB-Querschnitt einer Korngrenzen-Extrusion und Spannungszustände	101
5.10	Grenze der Schädigungen mit Fit	102
5.11	Modellierung des Schädigungsverlaufs	104
5.12	Fit der Intrusionen in der 100 nm dünnen Schicht	106
5.13	Fit der Zwillingsgrenzen-Extrusionen in der 150 nm dünnen Schicht	107
5.14	Berechnete Schädigungsdichte mit ansteigender Schwingungsanzahl	108
5.15	Vergleich der Lebenserwartung mit der zusammengestellten Literatur	110
5.16	Verlauf des Versagens der Probe in Abhängigkeit der Schichtdicke . .	111

Tabellenverzeichnis

4.1	Übersicht der Daten der gemessenen Proben.	52
5.1	Übersicht der Fitparameter	106

Kapitel 1

Einleitung

Durch die immer weitere Miniaturisierung von Strukturen in z.B der modernen Mikroelektronik in hochintegrierten Schaltungen und in Kompositmaterialpaketen aus dünnen Schichten, welche die mechanischen Eigenschaften verbessern, wird der Forschungszweig der Ermüdung von dünnen und sehr dünnen Proben immer wichtiger. Dies wird schnell klar, wenn die zu untersuchenden Proben viel kleiner werden als die charakteristische Größe der Versetzungsstrukturen, die sich bei der klassischen Ermüdung in makroskopischen Proben bilden. Diese Strukturen können dort aufgrund der Größe nicht mehr auftreten. Daher wurde in den vergangenen 20 Jahren intensiv in diese Richtung geforscht. Neue Formen der Schädigungen wurden gefunden, die eine Abhängigkeit von der Schichtdicke bzw. der Korngröße der untersuchten Schichten zeigen.

Die Erforschung der Ermüdung von Werkstoffen ist ein klassisches Gebiet der Materialwissenschaft und wird seit mehr als 180 Jahren vorangetrieben. Dabei handelt es sich bei der Ermüdung um eine zyklische Beanspruchung des Materials mit einer Amplitude unterhalb der Fließspannung. Diese Wechselbeanspruchung führt zu einer allmählichen Veränderung der Eigenschaften des Materials bis ein komplettes Versagen der Probe eintritt. Die Anfänge der Forschung galten dabei den makroskopischen Proben in Schwingungsbereichen von $5 \cdot 10^4$ Schwingungen (LCF, engl. für „low cycle fatigue“). Durch die Entwicklung neuer Testmethoden wurden Gesamtlastspielzahlen im Bereich von bis zu 10^7 Schwingungen (HCF, engl. für „high cycle fatigue“) erreicht. Um immer kleinere Belastungen zu simulieren, was den realen Bedingungen eines Werkstoffes in der Praxis näher kommt, muss die Schwingungsanzahl noch weiter erhöht werden. Dies führt bei der klassischen Ermüdung in den theoretisch angenommenen Dauerfestigkeitsbereich eines Materials. Bei

Gesamtschwingungsanzahlen von über $1 \cdot 10^8$ Schwingungen (VHCF, engl. für „very high cycle fatigue“) und sehr kleine Dehnungen, bei denen das Material nur sehr kleine elastische Verformungen erfährt, darf die Frage nach der „Unzerstörbarkeit“ eines Materials gestellt werden.

Viele Ermüdungsuntersuchungen wurden mit Kupfer durchgeführt, z.B. [Hom01] [Zha03] [Zha06], da dieses Material, durch seine gute elektrische und thermische Leitfähigkeit, eine große Relevanz in der Industrie aufweist. Zudem dient es als Modellmaterial für weitere kubisch flächenzentrierte Materialien und für viele kupferbasierte Legierungen. Untersuchungen von sehr dünnen Kupferschichten im VHCF-Bereich sind bisher nur wenige durchgeführt worden. In [Wan08] und [Mön04a], welche dünne Kupferschichten im HCF-Bereich ermüdeten, wurde eine Veränderung und ein Wechsel der Schädigungsart und der Anzahl der Schädigungen für Kupferschichten mit Schichtdicken unterhalb von 100 nm festgestellt.

Aufbauend auf diesen Beobachtungen wird in der vorliegenden Arbeit eine neue, auf der Verwendung eines Rasterkraftmikroskops (engl. Atomic Force Microscope, AFM) basierende Methode vorgestellt. Testmethoden auf der Grundlage der Resonanz eines Biegebalkens sind schon in der Literatur bekannt [Wan06] [Sum13] [Bur11], wobei diese nicht zum Erreichen von sehr hohen Schwingungsanzahlen benutzt wurden. Mit der AFM basierten Methode können sehr dünne Kupferproben mit Schichtdicken zwischen 40 nm und 360 nm in einer kurzen Zeit auf Gesamtschwingungszahlen im Bereich von 10^{10} Schwingungen belastet werden. Diese Erhöhung der Schwingungszahl erlaubt eine Reduzierung der angelegten Dehnung, was einer Belastung eines Bauteiles unter realen Bedingungen sehr nahe kommt. Durch die Verwendung eines schwingenden rechteckigen Biegebalkens, auf dem die Kupferschicht aufgebracht wird, erzeugt diese Geometrie ein Dehnungsprofil entlang der Kupferschicht und erlaubt eine simultane Auswertung verschiedener Dehnungswerte an einer einzigen Probe. Zusätzlich wird die direkte Untersuchung des plastisch-elastischen Übergangs der Schädigung möglich. Während der Ermüdungsmessung wird durch Aufzeichnen der Veränderung der Resonanzfrequenz des Cantilevers versucht, das Fortschreiten der Schädigung in der Schicht zu verfolgen. Die entstehenden Schädigungen können mit Hilfe der Elektronenmikroskopie untersucht, deren Anzahl bestimmt und ihre Abhängigkeit von der Dehnung und der Schichtdicke festgestellt werden.

In dieser Arbeit werden in Kapitel 2 ausführlich die Grundlagen der Ermüdung so-

wie der aktuelle Stand der Forschung beleuchtet. Dabei wird gezielt auf die bekannten Ermüdungsschädigungen eingegangen und einzelnen Ermüdungsversuche in sehr dünnen Schichten und mit sehr hohen Schwingungszahlen beleuchtet. Des Weiteren wird die Theorie eines rechteckigen Biegebalkens erläutert und dessen Auslenkungs- und Dehnungsverhalten berechnet.

In Kapitel 3 werden die verwendeten experimentellen Methoden vorgestellt. Dabei wird detailliert auf die Probenherstellung und die Auswertemethoden eingegangen. Die entwickelte Ermüdungsmethode mittels des Rasterkraftmikroskops wird vorgestellt und im Detail erklärt.

Die Ergebnisse werden in Kapitel 4 zusammengefasst dargestellt. Dort werden die gemessenen Schädigungsverläufe in Abhängigkeit von der Dehnung und der Schichtdicke gezeigt sowie verschiedene Aspekte wie Schädigungsgrenze, Umwelteinflüsse und Frequenzverlauf während der Ermüdungsmessung vorgestellt.

Die Diskussion der Ergebnisse findet in Kapitel 5 statt. Dabei wird besonders auf die einzelnen Schädigungen und deren Entstehungsmechanismen eingegangen und diese mit der Literatur verglichen. Es werden zwei Modelle eingeführt, die das Schädigungsverhalten von versetzungsbasierten und diffusionsgesteuerten Schädigungen und deren Entwicklung beschreiben. Auf Grundlage der gewonnenen Ergebnisse kann eine Bestimmung des Schädigungswechsels bei einer Schichtdicke von 100 nm durchgeführt werden.

Zuletzt werden in Kapitel 6 eine Zusammenfassung der Arbeit und ein Ausblick auf weiterführende Forschungen gegeben.

Kapitel 2

Physikalische Grundlagen

In diesem Kapitel werden zuerst die Begrifflichkeit der Ermüdung erklärt und die verschiedenen Abläufe und Formen der Ermüdung erläutert. Dabei wird auch auf die Lebenserwartung und die verschiedenen zu erreichenden Schwingzahlbereiche eingegangen. Ein Überblick über die Ermüdung makroskopischer Proben und deren Versagensmechanismen führt anschließend auf die Ermüdung von dünnen Schichten. Dabei wird besonders detailliert auf den Stand der Forschung im Hinblick auf die bekannten Schädigungsformen und deren Ursprung im Schwingungsbereich von 10^6 und 10^{12} eingegangen und Unterschiede verdeutlicht, da der in dieser Arbeit behandelte Bereich mit 10^{10} Schwingungen dazwischen liegt. Zusätzlich wird ein Einblick in die thermische Ermüdung gegeben, da es auch dort Parallelen im Schädigungsbild gibt.

Die Theorie für einen an einem Ende frei schwingenden rechteckigen Biegebalken wird formuliert und im Einzelnen auf die Berechnung der Auslenkung und des daraus resultierenden Dehnungsprofils eingegangen.

2.1 Grundlagen der Ermüdung

Bei der gezielten Ermüdung eines Werkstoffes wird dieser einer zyklischen Belastung ausgesetzt, bei welcher die Probe im stationärem Fall nicht plastisch verformt würde. Trotz der geringen Amplitude der Wechselbeanspruchung, kommt es mit zunehmender Belastungszeit zu Veränderungen in der Probe (Ermüdungsschäden) und letztendlich zum Versagen des Werkstückes (Ermüdungsbruch).

Es gibt verschiedene Arten der Probenermüdung, welche von rein mechanischer,

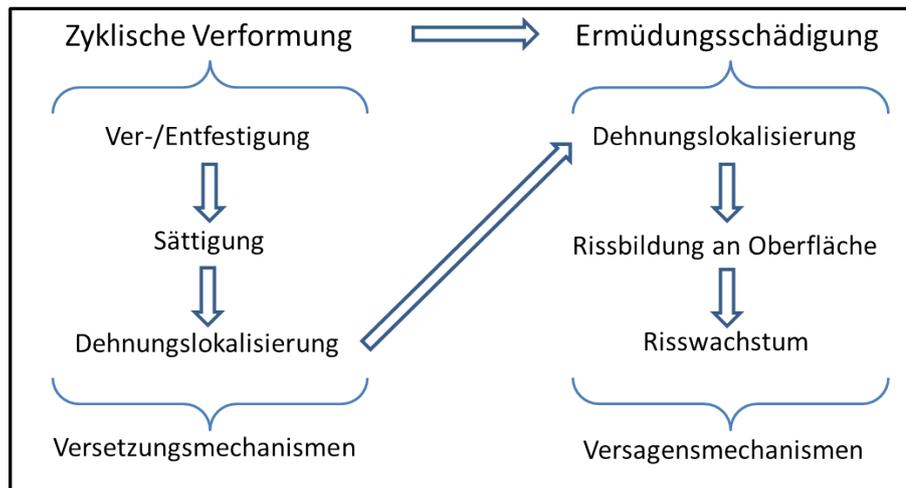


Abbildung 2.1: Schematischer Ablauf der Phasen der Ermüdung nach [Mug84].

thermischer und thermomechanischer Wechselbelastung, über Kontakt- und Reibungsermüdung, bis hin zu korrosiver und strahlungsinduzierter Ermüdung reicht. Die so beanspruchten Proben weisen alle eine begrenzte Lebenserwartung auf. Eine makroskopisch große Probe durchlebt während der zyklischen Belastung verschiedene Phasen, welche in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt sind. Dabei ist diese Aufteilung nur eine grobe Einordnung der Ereignisse, da sowohl die angelegte Dehnung bzw. Spannung und das verwendete zu ermüdende Material entscheidenden Einfluss auf die Ereignisse haben können. Die während der zyklischen Verformung auftretenden Prozesse betreffen immer die gesamte Probe und stellen daher ein globales Ereignis dar. Durch die Wechselbeanspruchung kommt es zur Ver- oder Entfestigung des Materials, woraus eine Sättigung folgen kann. Erst eine entstehende Dehnungslokalisierung führt zu den unter dem Punkt Ermüdungsschädigung aufgeführten Veränderungen an der Probe. Kleine Risse werden durch die entstehenden Dehnungslokalisierungen initiiert, wachsen mit anhaltender zyklischer Belastung weiter und können sich zu größeren dominierenden Rissen zusammenschließen, welche nach einer Phase der stabilen Rissausbreitung ab einer kritischen Größe zum Versagen der Probe führen.

2.1.1 Lebensdauer bei zyklischer Belastung

Die oben erläuterten Phasen der Ermüdung führen früher oder später zum Ermüdungsversagen. Um eine Vorstellung davon zu erlangen, wann ein Werkstoff versagt, werden die Proben mit unterschiedlichen Schwingungsamplituden und Lastspielzah-

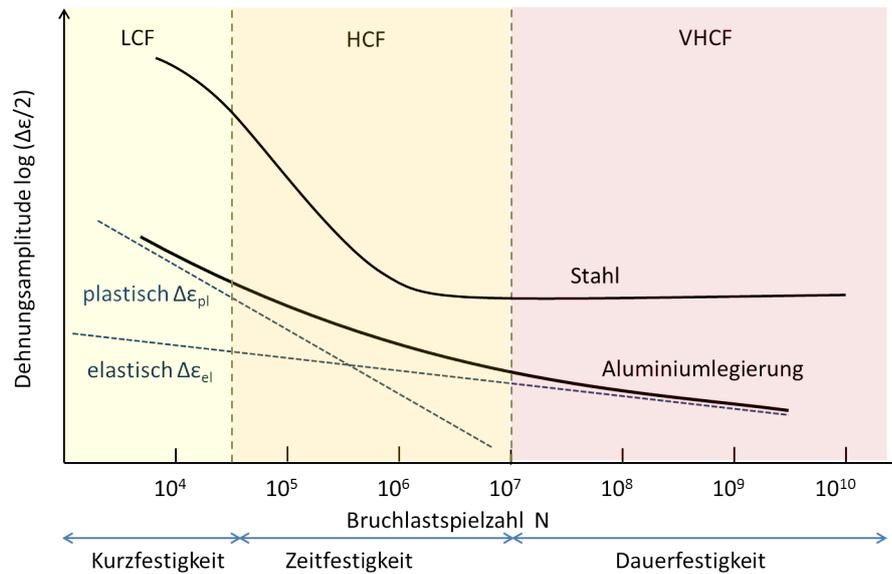


Abbildung 2.2: Exemplarisches Wöhler-Diagramm für Stahl und eine Aluminiumlegierung [Chr09]. Während Stahl eine Dauerfestigkeit bei höheren Schwingungszahlen aufweist, verlangsamt sich der Ermüdungsprozess bei der Aluminiumlegierung nur.

len belastet und die Ergebnisse in einem Wöhler-Diagramm dargestellt. Die dadurch entstehenden Kurven repräsentieren die genaue Lebenserwartung eines Materials in Abhängigkeit von Lastspielzahl und angelegter Dehnung bzw. Spannung. Abbildung 2.2 zeigt schematisch zwei verschiedene Wöhler-Kurven. Die Kurve des Stahls zeigt die klassischen drei Bereiche der Ermüdung. Bei niedrigen Lastspielzahlen (LCF, engl. für „low cycle fatigue“) bis $5 \cdot 10^4$ Schwingungen wird von der Kurzfestigkeit gesprochen. Diese Art der Ermüdung tritt bei großen plastischen Dehnungsamplituden auf. Die Dehnung kann grundlegend in einen plastischen und einen elastischen Anteil gegliedert werden.

$$\frac{\Delta\epsilon}{2} = \frac{\Delta\epsilon_{el}}{2} + \frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} \quad \text{mit} \quad \Delta\epsilon = |\epsilon_{max}| + |\epsilon_{min}| \quad (2.1)$$

Dabei gibt $\Delta\epsilon$ für eine schwingende Belastung den gesamten Dehnungsbereich der Schwingung an und $\frac{\Delta\epsilon}{2}$ die Dehnung für eine Auslenkung.

In der Zeitfestigkeitsphase, welche der Bereich von 10^4 bis 10^7 Schwingungen (HCF, engl. für „high cycle fatigue“) beinhaltet, folgt die Kurve bei doppellogarithmischer Auftragung der von Coffin und Manson [Gil66] formulierten Gleichung

$$\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = konst \cdot (N)^c \quad (2.2)$$

mit c als Werkstoffparameter, welcher die konstante Steigung in der Auftragung bestimmt.

Der anschließende Bereich der Dauerfestigkeit hängt stark von dem verwendeten Material ab. Während bei der Kurve für den Stahl eine eindeutige Widerstandsfähigkeit gegenüber einer gewissen kritischen Dehnung zu sehen ist, sinkt die Kurve für die Aluminiumlegierungen kontinuierlich ab, wodurch kein echtes Plateau erkennbar wird. Der Bereich der Dauerfestigkeit (VHCF, engl. für „very high cycle fatigue“) ist ein aktuelles, interessantes Feld der Forschung, sodass auch für bestimmte Stähle bei sehr hohen Lastspielzahlen ein weiteres Absinken auf niedrigere Plateaus gefunden wurde. Zudem ist im VHCF-Bereich die angelegte Dehnung dominiert vom rein elastischen Anteil. Daher wird für diesen Bereich das Basquin-Gesetz nach [Hwa86] verwendet

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \frac{E\Delta\epsilon_{el}}{2} = konst \cdot (N)^b \quad (2.3)$$

mit b als werkstoffspezifische Konstante und dem Elastizitätsmodul E .

2.2 Ermüdung makroskopischer Proben

2.2.1 Einkristalline Proben

Viele Untersuchungen werden an einkristallinen Proben, bevorzugt an Kupfer als Modellmaterial durchgeführt, da es sich auf verschiedene Legierungen übertragen lässt. Dabei ist das Verständnis von der Änderung der Mikrostruktur im Material das primäre Ziel. Dabei muss grundlegend von zwei verschiedenen Versetzungsgleichcharakteren ausgegangen werden. Diese führen im Extremfall zu *planaren Versetzungsanordnungen*, bei der die Versetzungen nicht in der Lage sind, ihre Gleitebene zu verlassen, und zu *welligen Versetzungsanordnungen*, die räumliche Versetzungsstrukturen hervorbringen [Chr09]. In Abbildung 2.3 ist schematisch gezeigt, welche Versetzungsstrukturen sich bei steigender Lastspielzahl oder plastischer Dehnung $\Delta\epsilon_{pl}$ in Abhängigkeit vom Gleitcharakter der Probe einstellen. Ausgehend von einem wellig gleitenden Material wie Kupfer formt sich eine Versetzungsstruktur aus Stufenversetzungen. Diese Stufenversetzungsdipole sammeln sich auf der primären Gleitebene an und bilden so Bündel oder auch Adern. Diese sind von versetzungsarmen Regionen getrennt, in welchen Schraubenversetzungen mit der zyklischen Belastung hin und her pendeln. Durch die Ansammlung der Versetzungen in Adern, behindern sie die weitere Bewegung von Versetzungen auf dem primären Gleitsystem und führen zur Verfestigung des Materials.

Bei Erhöhung der wirkenden Spannung kommt es zur Bildung von persistenten

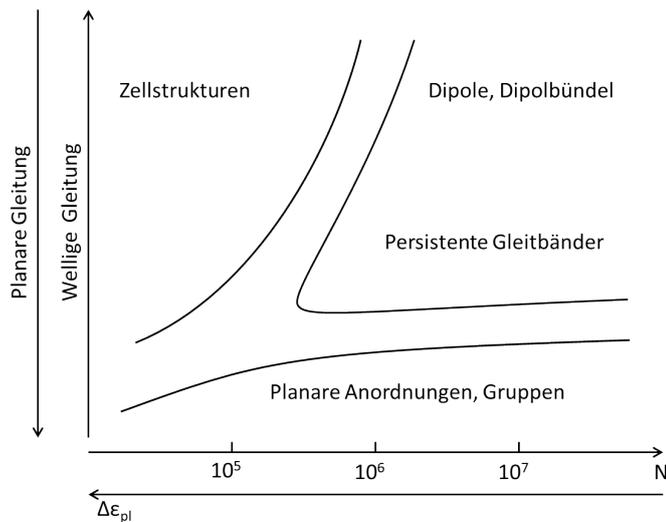


Abbildung 2.3: Schematische Übersicht der Veränderungen der Mikrostruktur in kfz Einkristallen mit der Änderung des dominierenden Gleitverhaltens und der Zyklenzahl bzw. angelegter Dehnung nach [Chr09]. Kupfer weist ein welliges Versetzungsgleiten auf und liegt im oberen Bereich der Abbildung.

Gleitbändern [Tho56] (PSB für „persistent slip band“), wie in Abbildung 2.4(a) am Beispiel von Kupfer gezeigt ist. Hier sind zudem die bei niedrigeren Dehnungen auftretenden Adern als dunkle Bereiche zu sehen, zwischen welchen sich die versetzungsfreien hellen Bereiche befinden. Schematisch ist die Versetzungsstruktur eines PSB und der umgebenden Matrix in Abbildung 2.4 (b) zu sehen. Ein PSB ist aus einer Leiterstruktur aufgebaut, deren Sprossen aus nebeneinander liegenden Stufenversetzungen bestehen mit Versetzungsdichten in Kupfer von ungefähr $6 \cdot 10^{15} m^{-2}$ [Gro75] [Ant76] und dazwischen verlaufenden Kanälen, die Schraubenversetzungsdichten von ca. $5 \cdot 10^{13} m^{-2}$ [Gro75] aufweisen. Durchstößt ein PSB die Oberfläche, bildet es dort Erhebungen (Extrusionen) und Vertiefungen (Intrusionen). Der Namen des persistenten Gleitbandes geht zurück auf N. Thompson, der erkannte, dass trotz Abpolierens der Oberfläche die PSBs an derselben Stelle wieder erschienen [Tho56].

Die PSBs sind sehr bedeutende Strukturen, da in ihnen fast die gesamte plastische Verformung stattfindet. Im Vergleich zu der umgebenden Matrix ist lokal die Scheramplitude in einem PSB 100 mal höher. Die PSBs kompensieren bei weiterer Steigerung der äußeren angelegten Wechselbelastung diese durch Volumenvergrößerung. Wenn nach weiterer Dehnungsmplitudenerhöhung das Volumen des Körpers zu fast 100 % mit PSBs ausgefüllt ist, werden die sekundären Gleitsysteme aktiviert und die bestehenden PSBs werden zueinander verschoben, sodass eine Zell- oder

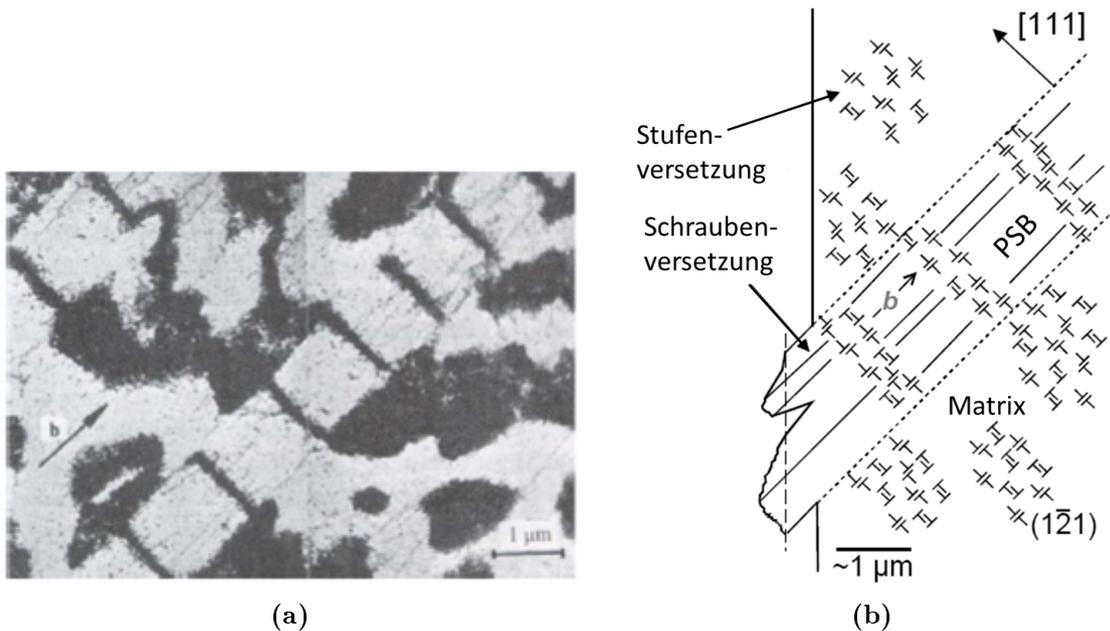


Abbildung 2.4: Darstellung von persistenten Gleitbändern und der Versetzungsanordnung (a) aus TEM-Aufnahmen [Mug79] und (b) schematisch in der Ebene senkrecht zur Gleitebene und parallel zur Gleitrichtung [Ess88].

Labyrinthstruktur entsteht.

Bei planarer Gleitung, wie in Messing (Cu_{31}Zn), wird keine grundsätzliche Veränderung der Versetzungsstruktur mit zunehmender Dehnungsamplitude festgestellt. Es bilden sich lange, parallele, meist mit Stufenversetzungen gefüllte Bänder, welche bei zunehmender plastischer Dehnung zwar höhere Versetzungsdichten aufweisen, aber selbst nach Aktivierung der sekundären Gleitsysteme keine Zellstruktur bilden. Zudem wird bei dieser Sorte von Material eine lange Verfestigungsphase während der Belastung festgestellt, die bis in den Dauerfestigkeitsbereich reichen kann.

Untersuchungen zur Frequenzabhängigkeit von makroskopischen Proben haben für kfz Materialien wie Kupfer gezeigt, dass sich im Bereich von 60 Hz bis zu 20 kHz keine Veränderung der Lebenszeit ergibt, während für krz Metalle eine Verlängerung der Lebenserwartung zu beobachten ist [May94] [Pap00] [May99] [Wel81].

2.2.2 Polykristalline Proben

Wenn die Probe mit welliger Gleitung nicht mehr einkristallin ist, sondern aus vielen Körnern besteht, gilt wegen der verschiedenen Orientierungen der Körner nicht mehr, dass zu Versetzungsbewegung führende innere lokale Spannungen eindeutig

der äußeren angelegten Spannung zugeordnet werden können. Zudem muss zwischen Oberflächenkörnern, welche durch Heraustreten an die Oberfläche bei hoher plastischer Verformung leichter deformiert werden können, und im Material eingebetteten Körnern, welche durch das umliegende Gefüge gehemmt für die Bildung von PSB sind, unterschieden werden. Die Mehrfachgleitung wird schon bei vergleichsweise kleineren Spannungen erreicht und je nach Orientierung der Körner können verschiedene Versetzungsstrukturen wie PSB und Labyrinthstruktur nebeneinander auftreten [Chr09].

Der Effekt der Korngröße in makroskopischen Kupferproben kann in [Luk87] nachgelesen werden. Zudem geben Zhang *et al.* in [Zha08] eine sehr detaillierte Zusammenstellung der Einflüsse von Korngrenzen.

2.3 Ermüdungsschäden in dünnen Schichten

Dünne Schichten deren Schichtdicken und Korngrößen meist kleiner als $1\ \mu\text{m}$ sind weisen andere mechanische Eigenschaften auf als makroskopisch große Proben. In Anbetracht des Sprossenabstandes in PSBs von $1,3\ \mu\text{m}$ [Mug78] [Gro75] ist es ersichtlich, dass diese Art der Änderung der Mikrostruktur bei dünnen Schichten an ihre Grenzen stößt. Ein starker Rückgang der PSBs wurde in Kupfer von Kawazoe *et al.* [Kaw99] bei einer mittleren Korngröße kleiner als $8\ \mu\text{m}$ beobachtet.

Schwaiger *et al.* [Sch99] und Kraft *et al.* [Kra01] untersuchten Silberfilme mit Schichtdicken zwischen $3\ \mu\text{m}$ und $200\ \text{nm}$ auf SiO_2 in einer Biegebalkengeometrie und zeigten, dass sich das Ermüdungsverhalten unterhalb von $1\ \mu\text{m}$ ändert und die Bildung von Extrusionen sehr stark verlangsamt wird mit Absinken der Schichtdicke. Dies Verhalten wurde auch in Studien für Kupferfilme beobachtet [Hom01] [Kra02] [Zha07]. Des Weiteren stellen Zhang *et al.* [Zha03] ein Verschwinden der in makroskopischen Proben bildenden klassische Versetzungsstrukturen ab einer Größe von $3\ \mu\text{m}$ fest. Die in dünnen ermüdeten Schichten auftretenden Schädigungen werden im folgenden detailliert vorgestellt.

2.3.1 Risse

In makroskopisch großen Proben werden Risse meist als Folge des Auftretens von PSBs und deren lokaler, hoher plastischer Dehnung beobachtet. Dabei wird die Entstehung des Risses und dessen Ausbreitung separat betrachtet. Für dünne multikristalline Proben, in denen keine PSBs mehr auftreten, dienen meist die im Materi-

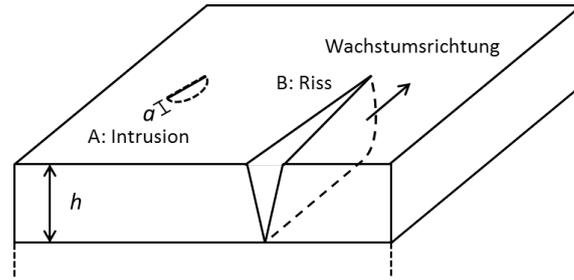


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung von einer A: Intrusion an der Oberfläche und B: einem Riss nach [Suo01].

al vorhandenen Versetzungsbarrieren als Punkte für eine lokale Dehnungserhöhung und führen dort zu Rissnukleation. Dabei stellen Korn- [Neu86] und Zwillingsgrenzen [Boe64] oder Legierungseinschlüsse Barrieren dar, an denen sich Versetzungen anstauen können, da diese aufgrund der unterschiedlichen Orientierungen der Körner nicht ungehindert gleiten können.

Weitere Dehnungsmaxima befinden sich an der Probenoberfläche, da dort aufgrund von Rauigkeiten lokale Spannungsüberhöhungen auftreten können. Auch die einfachere Verformung der Oberflächenkörner aufgrund des fehlenden Gefüges der Oberfläche, kann zu diesem Effekt führen. Experimente haben gezeigt [Neu92], dass die plastische Oberflächendehnung lokal um mehrere Größenordnungen erhöht sein kann.

Eine kleine Oberflächensenke, wie sie in polykristallinen Materialien meist an Korngrenzen zu finden ist, kann Ursprung eines Risses werden. In Abbildung 2.5 ist unter A eine Intrusion an der Oberfläche gezeigt. Diese kann zu einem Riss durch die Schichtdicke weiterwachsen, wenn die Intrusionsswachstumskraft pro Längeneinheit G_I höher ist als der Widerstand der Schicht Γ .

$$G_I = \alpha \frac{(1 - \nu^2) \sigma^2 a}{E} \quad [\text{Suo01}] \quad (2.4)$$

Dabei ist a die Tiefe der Intrusion für $a \ll h$ und α ein Faktor für die Form der Intrusion [Tad00].

In Fall B in der Abbildung 2.5 ist die Intrusion schon durch die Schichtebene gewachsen und bildet einen Riss an der Korngrenze. Damit dieser Riss, welcher durch die gesamte Dicke h der Schicht geht, in der Schichtebene weiter wachsen kann, muss die Risswachstumskraft pro Längeneinheit G_R , welche durch

$$G_R = \beta \frac{(1 - \nu^2) \sigma^2 h}{E} \quad [\text{Suo01}] \quad (2.5)$$

ausgedrückt werden kann, größer sein als der Widerstand der Schicht Γ . Dabei ist E der E Modul und ν die Poissonzahl der Schicht, σ die äußere angelegte Spannung

und β eine dimensionslose Zahl, welche das unterschiedliche mechanische Verhalten von Substrat und Film mit einbezieht und im Fall von Siliziumnitrid und Kupfer einen Wert zwischen 1 und 2 hat [Suo01].

Ein weiterer Parameter für die Rissentstehung ist das gewählte Umgebungsmedium. Für reine Metalle wurde beobachtet, dass in Sauerstoffumgebungen im Gegensatz zu Vakuumbedingungen die Rissbildung bis zu zwei Größenordnungen schneller ablaufen kann [Neu83]. Dies wird durch das Einbringen von Sauerstoff an einer Gleitstufe, die durch zyklische Druck- und Zugspannung auf und abgeleitet, beschreiben. Durch den eingebrachten Sauerstoff ist das Gleiten der Gleitstufe nicht mehr vollständig reversibel und es kommt zur schnelleren Rissbildung.

Das Risswachstum für lange Risse wird klassischerweise durch die Rissausbreitungsrate da/dN beschrieben, welche abhängig von dem Spannungsintensitätsfaktor ΔK ist, der ein Maß für die Intensität des in der Umgebung der Risspitze herrschenden elastischen Spannungsfeldes darstellt. Die Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK für Wechselbeanspruchung kann durch die Gleichung

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} = \Delta\sigma Y \sqrt{\pi \cdot a} \quad [K] = [MPa\sqrt{mm}], \quad (2.6)$$

mit dem maximalen und minimalen Wert K_{max} und K_{min} während einer Schwingung, beschrieben werden. Dabei ist $\Delta\sigma$ der von außen angelegte Spannungsunterschied, a die Länge des Risses und Y ein Geometriefaktor. Diese Gleichung gilt für die bruchmechanische Mode I, bei der der Riss senkrecht und symmetrisch zur Normalspannung verläuft (Griffith Riss). In Abbildung 2.6 ist schematisch die Rissausbreitungsrate da/dN doppellogarithmisch gegen die Breite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK nach [Par61] aufgetragen.

Das Risswachstum kann in drei Bereiche unterteilt werden. Im Bereich 1 ist ein Schwellwert ΔK_{th} zu erkennen, unterhalb diesem das Risswachstum in der Größenordnung der Gitterkonstante liegt, und damit kaum bis gar kein Risswachstum stattfindet. Der Schwellwert hängt von vielen Faktoren ab, wie z.B. von der Korngröße [Rit82], der Streckgrenze [Rit79] und der Umgebung [Rit80] und ist dadurch schwer vorherzusagen.

Der Verlauf im Bereich 2 wird durch die Gleichung von Paris und Erdogan [Par63]

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \quad (2.7)$$

beschrieben, wobei der Exponent m und die Konstante C vom Material abhängige Zahlen sind. Für duktile metallische Legierungen wurden Werte für m zwischen 2 und 4 gefunden [Die86].

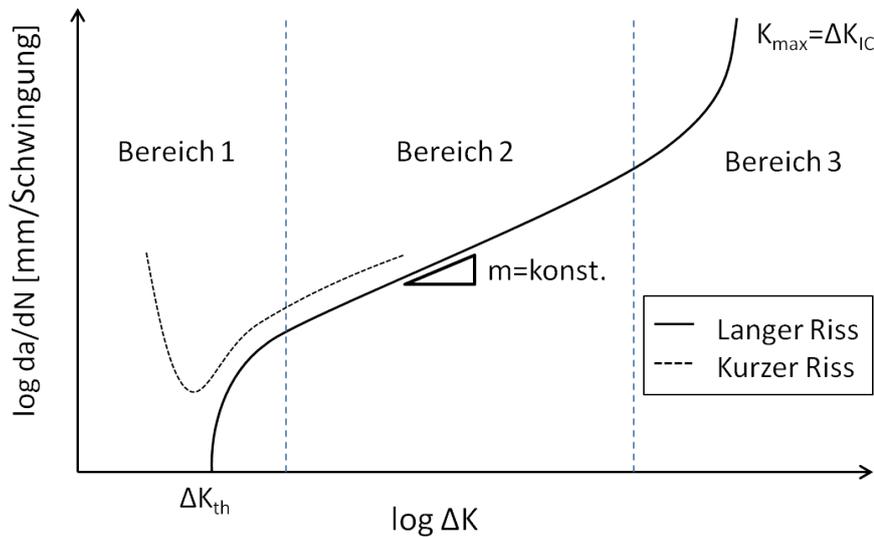


Abbildung 2.6: Schematische doppellogarithmisch Darstellung der Rissausbreitungsrate da/dN gegen die Breite des Spannungintensitätsfaktors ΔK für lange und kurze Risse.

Im Bereich 3 befindet sich ein weiterer Grenzwert. Wenn ΔK die Kritische Größe der Risszähigkeit ΔK_{IC} erreicht, kommt es zur instabilen Rissausbreitung, welche mit hohen Geschwindigkeiten zum Bruch des Materials führen kann.

Zusätzlich ist in Abbildung 2.6 das Verhalten für kurze Risse durch die gestrichelte Linie angedeutet. Grundsätzlich hängt das Verhalten von kurzen Rissen stark von der Mikrostruktur der Probe ab. Während sich der Riss innerhalb eines Kornes sehr schnell ausbreiten kann, wird die Ausbreitung durch das Erreichen von Hindernissen wie Korn-, Zwillings- oder Phasengrenzen abgebremst oder sogar vollständig unterdrückt. Lokale Spannungserhöhungen können zu einem Risswachstum unterhalb des bei langen Rissen beobachteten Schwellwertes ΔK_{th} führen. Ein Zusammenschluss von mehreren kurzen Rissen kann zu einer weiteren Erhöhung der Rissgeschwindigkeit führen und gleicht sich mit zunehmender Länge dem Verhalten der Langen Risse an.

Der Anteil der Rissbildungs- und Wachstumsphase an der Lebensdauer der Probe kann stark variieren. Im VHCF-Bereich mit den sehr geringen angelegten Dehnungen ist die Rissinitialisierungsphase im Vergleich zur Rissausbreitung sehr lang, weshalb lokale Spannungsüberhöhungen elementar wichtig für die Rissentstehung sind.

2.3.2 Schädigungen an Zwillingen

Die Ermüdungsschädigungen an Zwillingen in einem Korn sind sehr vielfältig und reichen von Rissen und Extrusionen [Boe64] an den Grenzflächen bis hin zum Auflösen [Mön04a], Wachsen und Nukleieren von neuen Zwillingen.

Die Zwillingsgrenzflächen stellen kohärente Grenzflächen in einem Korn dar, die wie Korngrenzen als Barriere für Versetzungen dienen können, abhängig von der Art der Belastung und deren relativer Lage zur Belastungsachse [Lu12]. Berechnungen der Spannungen in der Nähe von Zwillingsgrenzen haben gezeigt, dass Zwillinge zu lokalen Spannungskonzentrationen führen, wenn die angelegte Spannung nicht parallel oder senkrecht zum Zwilling anliegt [Per94]. Diese Spannungskonzentration ist maximal wenn die Zugachse in Richtung einer $\langle 111 \rangle$ Richtung liegt. Für Ermüdung bei niedrigen Dehnungen wird die Rolle der Textur immer größer und Zwillinge können durch ihren versetzungsblockierenden Charakter zu einer Verkleinerung der effektiven Korngröße führen.

Aus der Arbeit von Lu *et al.* [Lu12] ist für Kupferschichten mit gleichachsig orientierten Körnern im Bezug auf die Dehnungsrichtung von zufällig verteilten Zwillingen bekannt, dass die Zwillingsgrenzen für kleiner werdende charakteristische Größen Gleitprozesse blockieren. Statt dessen spaltet sich eine Versetzung die auf eine Zwillingsgrenze trifft in zwei Shockley-Partialversetzungen auf welche sich entlang der Zwillingsgrenze in verschiedene Richtungen bewegen. Dies kann zum Wachstum oder Abbau des Zwillings führen.

Die Erzeugung eines neuen Zwillings geschieht anhand der Veränderung der Stapelfolge durch Hinterlassen eines Stapelfehlers einer Shockley-Partialversetzung. Wenn diese Stapelfehler hintereinander auf den nächsten Ebenen hinterlassen werden, entsteht ein Zwilling.

Dies wird in grobkörnigen Schichten durch den Pol-Mechanismus beschrieben, bei dem eine Shockley-Partialversetzung auf eine Schraubenversetzung trifft, die die Partialversetzung wie eine Wendeltreppe in die nächste Ebene transportiert. Die beiden Teile der Partialversetzung müssen im atomaren Abstand aneinander vorbeigleiten, was eine hohe Energie benötigt. Venables [Ven61] führte eine Alternative ein: Ein langer Jog (> 5 nm), welcher auf einer Schraubenversetzung liegt, spaltet sich in eine unbewegliche Frank- und eine bewegliche Shockley-Partialversetzung.

$$\frac{a}{2}[110] \rightarrow \underbrace{\frac{a}{3}[11\bar{1}]}_{Frank} + \underbrace{\frac{a}{6}[112]}_{Shockley} \quad (2.8)$$

Durch die angelegte Spannung baucht sich die Shockley-Partialversetzung um die Schraubenversetzung herum, wobei sich der entstehende Ring nicht schließen kann, da die hierfür benötigten Segmente auf benachbarten Gleitebenen liegen. Erst durch die Vereinigung mit einer Frank-Partialversetzung ist ein Gleiten auf die nächste Ebene möglich. Bei Wiederholung des Prozesses kommt es zur Annihilation eines Segmentes des ersten und zweiten Ringes. Durch Fortführen dieses Prozesses entsteht ein Zwilling, welcher von Shockley-Partialversetzungen umgeben ist. Ab einer gewissen Größe setzt der einfache Pol-Mechanismus ein.

Diese Art der Zwillingsbildung wurde zuerst bei hohen Dehnungsraten und niedrigen Temperaturen beobachtet, da die Spannung für Versetzungsgleiten mit abnehmender Temperatur ansteigt [Bol65] [Mey01]. Zudem steigt die benötigte Spannung, wie in der Hall-Patch-Beziehung beschrieben, für immer dünner werdende Schichten an. Daher kann der Pol-Mechanismus die auftretenden Zwillinge in den gemessenen Kupferschichten nicht erklären.

Neue Studien zeigen das Auftreten von Zwillingsbildung sowohl bei Raumtemperatur, als auch bei niedrigen Dehnungsraten und feinkörnigen Schichten. Huang *et al.* zeigten für Kupfer bei Raumtemperatur das oben beschriebene Pol-Verhalten innerhalb von Gleitbändern mit ihren hohen lokalen Spannungen. Bei Reduzierung der Schichtdicke unterhalb von $1\ \mu\text{m}$ wurde ebenfalls eine Zwillingsbildung festgestellt, welche durch die Emission von Partialversetzungen aus den Korngrenzen entsteht. Eine kritische Korngröße von ca. $100\ \mu\text{m}$ bis $200\ \mu\text{m}$ wurde als Übergang von durch Gleitbänder und Pol-Mechanismus getragener Zwillingsbildung hin zur Partialversetzungsemission aus Korngrenzen festgestellt.

2.3.3 Extrusionsbildung

Es sind eine Vielzahl von verschiedenen Extrusionsarten an der Oberfläche einer Kupferschicht bekannt.

Extrusionen von Körnern gibt es in makroskopischen Proben, induziert durch die PSBs, ebenso wie in dünnen Schichten von einigen hundert Nanometern, wie in Abbildung 2.7 aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] in einer $1\ \mu\text{m}$ dicken Kupferschicht zu sehen ist. Der Querschnitt in Abbildung 2.7(b) lässt deutlich die Gleitebenen in der Schicht erkennen, welche eine direkte Korrelation der Intrusionen und Extrusionen an der Oberfläche mit dem Loch an der Grenzfläche zum Substrat zeigen. Diese Schädigungsform entsteht immer in den Körnern.

Eine weitere Form der Extrusionen bildet sich an Grenzschichten, wie Zwillingsgrenzen und Korngrenzen, wie es in den Abschnitten 2.3.2 und 2.4.1 beschrieben wurde. Die treibende Kraft zur Entstehung von Korngrenzen-Extrusionen ist immer ein Spannungsgradient, der einen thermischen [Wan00] oder mechanischen Ursprung [Ebe05] haben kann oder durch Elektromigration [Nuc02] erzeugt wird.

2.3.4 Lochbildung

Die Lochbildung in Kupfer wurde hinsichtlich der technischen Relevanz in elektrischen Bauteilen schon oft untersucht [McP87] [Oga02]. Das spannungsinduzierte Erscheinen von Löchern wurde für Aluminium in [Oka93] ausführlich behandelt. Es gibt verschiedene Arten von Löchern, die sich in ihrer Form unterscheiden. So gibt es z.B. eine Riss-, Spalt- oder Keil-Form. Löcher bilden sich hauptsächlich an Korngrenzen. Ferner wird zwischen dem Hoch- ($>300\text{ °C}$) und Niedrigtemperaturbereich unterschieden.

Die Änderung der freier Energie ΔG_{Loch} , die durch das Erzeugen eines Loches entsteht, setzt sich aus

$$\Delta\Delta G_{Loch} = \Delta G_{el} + \Delta G_S + \Delta G_{KG} \quad [\text{Oka93}] \quad (2.9)$$

zusammen, wobei G_{el} die elastische Energie ist, welche durch das Verhältnis von Oberfläche und Volumen bestimmt wird, G_S die Oberflächenenergie und G_{KG} die Korngrenzenenergie. Wenn ΔG_{Loch} einen kritischen Wert ΔG_c überschritten hat, ist das Loch wachstumfähig und die Konzentration von Nukleationen kann durch

$$N_C = N_0 e^{\left(-\frac{\Delta G_c}{kT}\right)} \quad [\text{Oka93}] \quad (2.10)$$

dargestellt werden, mit N_0 als Flächendichte für potentielle Nukleationen. Die Nukleationskonzentration N sinkt mit höherem ΔG_{Loch} , was durch hohe Spannungen, kleine Oberflächenenergien und hohe Korngrenzenenergien erreicht werden kann.

Das Wachstum von Löchern in einer columnaren Kornstruktur erfolgt über ein diffusionsgesteuertes Kriechen von Leerstellen entlang der Korngrenzen, was bei niedrigeren Temperaturen einen Gradienten in der Zugspannung benötigt. Dies führt zu einem Massenabtransport von der Korngrenze, deren Verbreiterung die elastische Spannung absenkt.

Für Kupfer wurde für Zugrelaxationsversuche ein Anstieg der Dichte von Löchern bei einer Verringerung der Schichtdicke bzw. Korngröße gefunden [Ino08]. Die gefundenen Löcher entstanden hauptsächlich an Triple-Korngrenzen.

2.4 Ermüdung dünner Schichten

Im Folgenden werden für diese Arbeit sehr wichtige aus der Literatur bekannte Versuche detaillierter erörtert. Dabei wird besonders der Schädigungsübergang für Schichten um die 100 nm im HCF-Bereich mechanisch als auch thermisch ermüdet untersucht. Zusätzlich wird ein Einblick in Ermüdungsarbeiten im VHCF-Schwingungsbereich gewährt.

2.4.1 Mechanische Ermüdung im HCF Bereich

Für Kupfer auf Kapton zeigen Zhang *et al.* [Zha06] [Zha05] in den Arbeiten, dass wohl definierte Versetzungsstrukturen, die in Mauern und Zellen organisiert sind, bis zu einer typischen Korngröße von 3 μm in TEM-Untersuchungen zu finden sind. Zwischen einer Korngröße von 3 μm bis 1 μm lassen sich eher diffuse zellähnliche Strukturen und kleine Gruppen von verworrenen Versetzungen finden. Während die Versetzungsstrukturen durch Gleiten der Versetzungen auf nur einem Gleitsystem entstehen, werden bei den diffusen Strukturen die Versetzungen von den Korngrenzen aus emittiert und bewegen sich auf allen Gleitsystemen. Für Körner mit einer Größe kleiner als 1 μm wurden lediglich einzelne Versetzungen gefunden. Dabei sind die Proben bis zu einer Schwingungsanzahl von ca. $1 \cdot 10^5$ Schwingungen ermüdet worden.

Bei Betrachtung der Oberflächenschädigung konnte festgestellt werden, dass bei Proben mit kolumnar gewachsenen Körnern die Extrusionen von Körnern und die damit verbundene Rissentstehung und Ausbreitung in diesen Extrusionen immer weniger wurden. Statt dessen tritt bevorzugt Rissbildung an Korn- und Zwillingsgrenzen auf, ohne vorheriges Erscheinen von Extrusionen. Diese Risse treten oft in Verbindung mit kleineren extrusionsartigen Punkten auf, was die Vermutung nahe legt, dass es sich dabei um oxidierte Kupferpartikel handelt.

Bei Proben mit feineren Körnern und nicht kolumnarem Wachstum wurden nur in sehr großen Körnern in der 3 μm dicken Kupferprobe Extrusionen gefunden. Bei geringeren Schichtdicken bis 200 nm wurde Korngrenzenwachstum und eine starke Aufrauung der Oberfläche beobachtet, was auf Diffusionsprozesse entlang der Korngrenzen und Oberfläche hindeutet. Untersuchungen von Wang *et al.* [Wan07] mit Kupfer auf Kapton bei Schwingungsanzahlen bis von $2 \cdot 10^6$ zeigten das gleiche Verhalten. Wie in Abbildung 2.7 (a) bei einer Schichtdicke von 1 μm zu sehen ist, werden zuerst Extrusionen in Körnern gebildet, welche sehr scharf korreliert sind mit Intru-

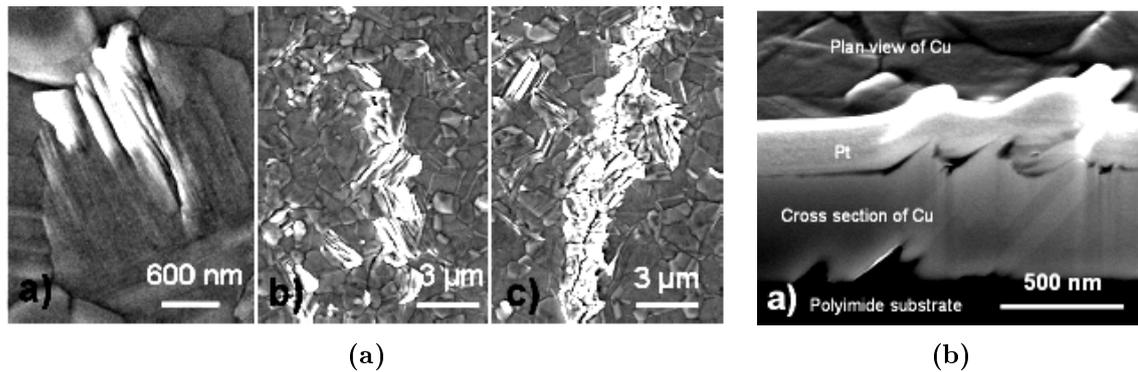


Abbildung 2.7: Serie von REM-Aufnahmen von Extrusionen und Rissen einer 1 µm dicken Kupferschicht mit einer Dehnung von 0,1 %; (a) einzelne Extrusion und Riss im Gebiet von Extrusionen nach $2.7 \cdot 10^5$ und nach $3.24 \cdot 10^5$ Schwingungen; (b) Querschnittsaufnahme unter 52° einer Extrusion in einer 1 µm dicken Kupferschicht [Wan07].

sionen an der Substrat-Schichtgrenze (b). Diese Extrusionen, meist an einer Seite des Kornes beginnend, weiten sich auf benachbarte Körner aus und führen letztendlich zu einem Riss durch das extrudierte Gebiet, welches senkrecht zur Dehnungsachse liegt. Bei einer Schichtdicke von 200 nm beginnen die Mechanismen von Extrusionsbildung und Rissbildung zeitgleich. Bei einer Schichtdicke von 50 nm ist der zuerst einsetzende Prozess der der Rissbildung, was wieder eine Rissbildung ohne vorherige Extrusionsbildung zeigt. Diese Risse werden an schon vorhandenen Schädigungen in der Schicht bevorzugt an Korn- und Zwillingsgrenzen gebildet.

2.4.2 Thermische Ermüdung

Die thermische Ermüdung von Werkstoffen ist ein wichtiges Gebiet gerade in Zeiten, in denen Leiterbahnen zunehmend im Nanometerbereich liegen. In den letzten Jahren wurden vielen Arbeiten zur thermischen Ermüdung von Mikro- und Submikrometer- Proben veröffentlicht [Wei01] [Kel02] [Mön04b] [Kel05] [Kel06].

Mönig benutzt in seiner Arbeit [Mön04a] Leiterbahnen aus Kupfer auf Silizium, welche mittels AC-Strom erwärmt wurden. Diese Erwärmung führt zu einer Längenänderung der beiden Materialien und zu einer daraus resultierenden Dehnung ($\Delta T = 100^\circ\text{C} \rightarrow \Delta \epsilon = 0,14\%$). Dabei wurden in den 200 nm und 300 nm dünnen Schichten verschiedene Schädigungen, welche von der Orientierung der Körner abhängt, beobachtet. Grundsätzlich treten periodische Extrusionen, wie in den makroskopischen Proben beschrieben, auf. Zuerst entstehen diese an Korn- und Zwillingsgrenzen und breiten sich von dort in das Korn aus. Während in $\langle 111 \rangle$ aus

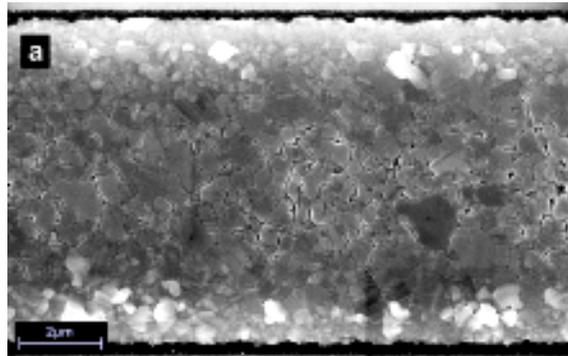


Abbildung 2.8: REM-Aufnahme der Ermüdungsschädigungen einer 100 nm Schicht nach $7.9 \cdot 10^5$ Zyklen mit $\Delta T = 274^\circ\text{C}$ [Mön04a].

der Schichtebene orientierten Körnern die Schädigung von vorhandenen Korn- und Zwillingsgrenzen aufgehalten wird, weitet sich die Schädigung in $\langle 100 \rangle$ Körnern ungehindert durch diese Grenzstrukturen aus, löst Wachstumszwillinge auf und führt zu Kornwachstum auf Kosten von Nachbarkörnern. Dabei entstehen meist Körner mit einer rechteckigen Form, welche stark facettierte Extrusionen aufweisen.

Eine genauere Betrachtung der Schubspannungen in den verschiedenen orientierten Körnern ergab, dass die $\langle 100 \rangle$ Körner zwar eine sehr niedrige Schubspannung erfahren, aber ihre Zwillinge erster Ordnung die höchste Schubspannung. Zudem ist der Übergang von Versetzungen aus einem Zwilling in einem $\langle 100 \rangle$ Korn sehr einfach, wohingegen für einen Zwilling in einem $\langle 111 \rangle$ Korn kompliziertere Versetzungsreaktionen nötig sind.

Für die 100 nm dünnen Schichten wurde eine andere Schädigungsform gefunden. Wie in Abbildung 2.8 zu sehen ist, bildeten sich überwiegend Poren an Korngrenzen in der Mitte der Leiterbahn und Hügel an den Rändern. Im Gegensatz zu den 200 nm und 300 nm dicken Schichten, deren Schädigungen versetzungsgesteuert waren, wurde für die 100 nm dünnen Kupferschicht ein diffusionsbasierender Prozess angedacht.

Eine Untersuchung zum Einfluss einer Deckschicht aus Photolack auf die Kupferschichten von Mönig *et al.* [Mön06] ergab keinen Einfluss auf die Schädigungsbildung. Der Einfluss der Frequenz wurde von Park *et al.* [Par06] [Par07] untersucht. Dabei wurde die Frequenz von 0,2 kHz auf 20 kHz erhöht. Das Ergebnis ist eine Verkürzung der Lebenserwartung der 200 nm dünnen Schichten. Dies wird darauf zurückgeführt, dass durch die Erhöhung der Frequenz auch die Rate der Defekterzeugung in den Korngrenzen erhöht wird.

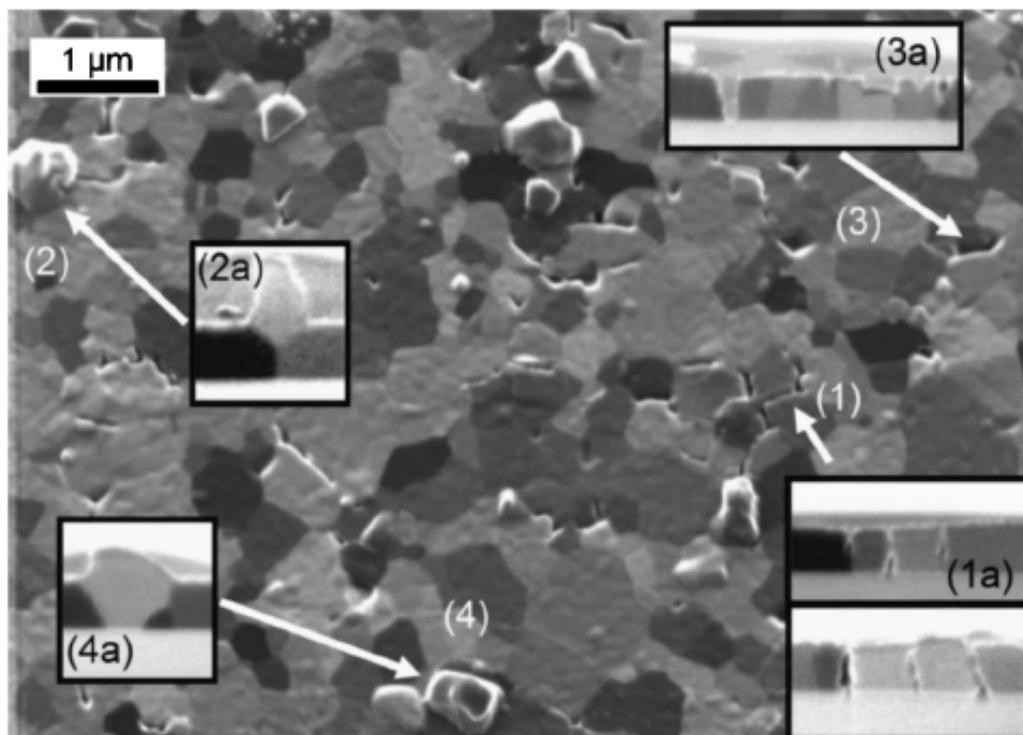


Abbildung 2.9: REM-Übersichtsaufnahme unter einem Winkel von 25° der verschiedenen Schädigungen nach $3.2 \cdot 10^{12}$ Schwingungen mit Querschnittsbildern aufgenommen unter 45° : (1) Furchen an Korngrenzen; (1a) Poren in Korngrenzen; (2) Extrusionen; (2a) Extrusionen an einer Korngrenze; (3) Verschwundene Körner; (4) Kornwachstum aus der Oberfläche heraus; (4a) Kornwachstum führt zum Herausragen von Körnern [Ebe06b].

2.4.3 Mechanische Ermüdung im VHCF Bereich

Die Veränderung des Schädigungsbildes bei höheren Zyklenzahlen und kleineren Dehnungen kann schon an makroskopisch großen Proben beobachtet werden. Stanzl-Tschegg *et al.* [ST07] [ST10] konnte mit Hilfe der Ultraschall-Technik und Frequenzen um 20 kHz Schwingungszahlen von bis zu $1 \cdot 10^{10}$ erreichen und zeigen, dass unterhalb einer gewissen Dehnungsgrenze keine klassischen PSBs in makroskopisch großen Kupferproben mit Korngrößen von $60(10)\mu\text{m}$ mehr entstehen. Statt dessen treten Gleitbänder auf, welche in ihrer Anzahl mit steigender Zyklenzahl bzw. höheren angelegten Spannungen bzw. Dehnungen zunehmen.

Unterhalb einer bestimmten Dehnungsgrenze konnten diese Proben bis zu einer Gesamtschwingungsanzahl von $1 \cdot 10^{10}$ nicht mehr zum Auftreten eines klassischen Ermüdungsbruchs belastet werden, was in Abschnitt 2.6 noch detaillierter behandelt wird.

Um noch höhere Schwingungszahlen von 10^{14} Schwingungen zu erreichen, verwenden

Eberl *et al.* [Ebe06a] [Ebe06b] [Ebe05] Oberflächenwellen-Bauteile (OFW, engl. surface acoustic wave - SAW), welche auf dem Prinzip der Oberflächenwellen basierend ultra-hohe Resonanzfrequenzen von 900 MHz erreichen. Die so ermüdeten 420 nm dicken Aluminiumschichten auf einem LiTaO_3 Substrat weisen Kornwachstum mit Porenbildung und Extrusionen an den Korngrenzen auf. Dies führt zu einem Frequenzabfall, welcher gemessen werden konnte.

In Abbildung 2.9 ist eine REM-Aufnahme als Übersicht der entstanden Schädigungen in der Aluminiumschicht zu sehen. Die Extrusionen und Poren treten immer an Korngrenzen auf. Zudem treten durch Kornwachstum erhobene Körner aus der Oberfläche heraus. Die Schädigungen treten bevorzugt an Stellen erhöhter zyklischer Spannung auf, was auf Grund der Geometrie des OFW-Bauteils der Fall ist und daher eine Lokalisierung der Schädigung an der unteren Kante der Elektroden auftritt.

Eine Erklärung des Mechanismus zur Entstehung der Schäden wurde in [Ebe05] gegeben und beruht darauf, dass die Versetzungen mit den Oberflächenwellen mitschwingen und aufgrund der Orientierung der Gleitebenen, die zur Substratoberfläche verkippt sind, eine schrittweise Nettobewegung in eine Richtung vollführen. Dies führt zu einer Bewegung der Körner zueinander oder von einander weg, was wiederum eine Zug- oder Druckspannung induziert. Diese Spannungen werden durch Kletterprozesse von Versetzungen in den Korngrenzen relaxiert und ein Diffusionsstrom von Atomen und Leerstellen in den Korngrenzen setzt ein, welcher die Extrusionen und Poren erzeugt.

2.5 Umgebungseinflüsse während der Ermüdung

Die Einflüsse des Umgebungsmediums während der Ermüdung wurden schon früh behandelt. Schon 1958 wurden in der Arbeit von Wadsworth *et al.* [Wad58] verschiedene Metalle im Bezug auf das Ermüdungsverhalten und im Speziellen auf die Lebenserwartung in Abhängigkeiten der Umgebung untersucht. Dabei stellte sich für makroskopisch große Kupferproben mit Korngrößen von 500 μm heraus, dass die Oxidation während der Ermüdungsmessung eine wesentliche Rolle spielt. Um diesen Einfluss auf die Ermüdung zu sehen, ist es nötig, während des Wirkens von Spannungen auf die Probe gleichzeitig Sauerstoff und Luftfeuchtigkeit in der Umgebungsluft zu haben. Dabei ist die Hauptursache für die Verkürzung der Lebenserwartung der Sauerstoffanteil in der Luft. Die Luftfeuchtigkeit trägt nur zu einer Verstärkung oder Abschwächung dieses Prozesses bei. Proben, welche mit einer Kupferoxidschicht

versehen waren, zeigten eine gleichbleibende Lebenserwartung. Mit sinkendem Luftdruck konnte ein Anstieg der Lebenserwartung erreicht werden. Im Gegensatz zu den durch PSBs erzeugten Extrusionen zeigten die Intrusionen keine Abhängigkeit von der Umgebungsluft.

Der Einfluss der Umgebung auf Risse wurde für Stähle in [Sur81] und Aluminiumlegierungen in [Sur84] untersucht. Durch das Oxid an den Rissflanken, kann der Riss sich nicht komplett schließen und die Spannungen an der Rissspitze werden reduziert. Dies hat eine verminderte Rissausbreitung zur Folge. Demgegenüber kann beim Kontakt der oxidierten Rissflanken während einer Entladungsphase das alte Oxid aufbrechen, durch Diffusion das darunter liegende Metall weiter oxidieren und damit zu einer Versprödung führen, was das Risswachstum wieder beschleunigt.

Für hohe Temperaturen größer 500 °C wurde in Nickellegierungen spannungsinduzierte Korngrenzenoxidation (*engl: stress accelerated grain boundary oxidation, SAG-BO*) gefunden, wobei die Oxidation entlang der Korngrenzen verläuft.

2.6 Lebenserwartung und Ausfallkriterien

In Abbildung 2.10 ist eine Zusammenstellung der relevanten Lebenserwartungen der in den vorherigen Abschnitten beschriebenen Ermüdungsmessungen dargestellt. Dabei ist eine einheitliche Definition der Lebensdauer der Probe nicht so einfach gegeben.

Das klassische Kriterium für Ermüdungsversagen ist das Auftreten eines makroskopisch großen Risses, welcher das Material durchtrennt und zum Bruch der Probe führt. Bei Reduzierung der Schichtdicke bzw. Korngröße oder der angelegten Spannung oder Dehnung kann ein solches Kriterium für das Versagen einer Probe unzureichend werden, da zusätzlich neue Schädigungsarten beobachtet werden oder diese sogar die klassischen Ermüdungsschädigungen ablösen. Daher ist die Frage der Lebenserwartung eng mit der verwendeten Testmethode und der späteren Nutzung der Probe in der Anwendung verknüpft.

Für die in Abschnitt 2.4.2 beschriebenen thermischen Ermüdungsmessungen wurde das Versagen der Probe errechnet, als aufgrund der Schädigungen der Kupferschicht kein Strom mehr durch die Probe fließen konnte.

Für die Aluminium Schichten aus Abschnitt 2.4.1, welche in der SAW Anordnung verwendet und ebenfalls ermüdet wurden, wurde die entstandene Frequenzverschiebung als Kriterium für die Lebenserwartung der Schicht benutzt, da diese Verschiebung der Frequenz die korrekte Funktionsweise des Bauteils stark beeinträchtigt.

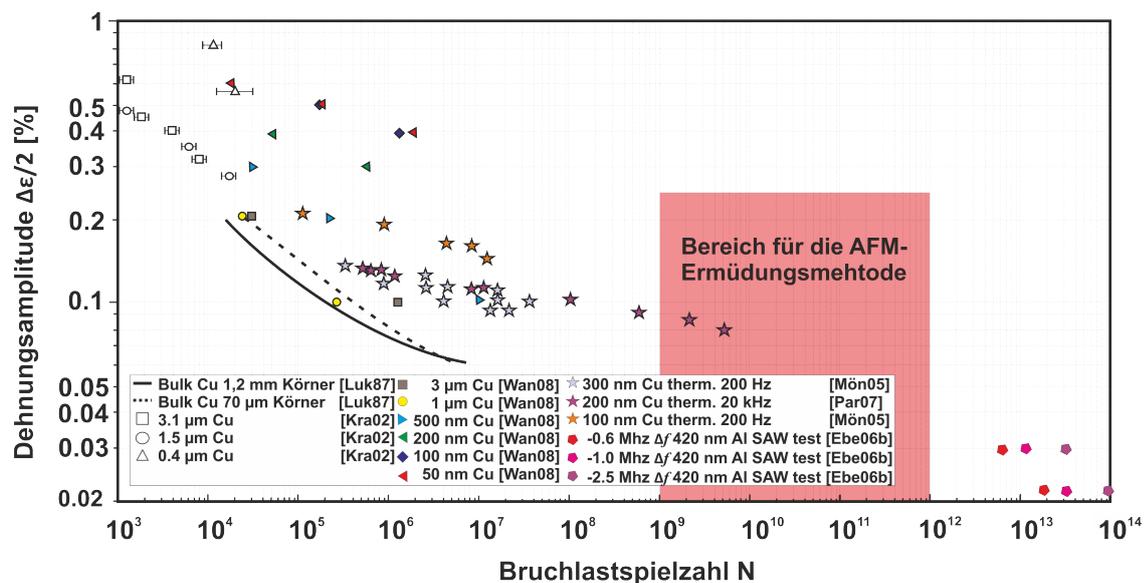


Abbildung 2.10: Übersicht über die Lebenserwartung unterschiedlich ermüdeter Kupfer- und Aluminiumproben. Der markierte Bereich ist mit der AFM-basierten Ermüdungsmethode zugängliche Bereich.

Für die aus Abschnitt 2.4.1 mechanisch ermüdeten dünnen Kupferschichten, bei denen keine makroskopischen Risse mehr auftraten, wird die auftretende Sättigung der dominierenden Schädigungsarten als Kriterium verwendet. Ab dem Punkt der Sättigung der Schädigungsdichte in der Schicht sind die Struktur und damit die mechanischen Eigenschaften vollständig verändert, sodass keine weitere Änderung mehr auftritt.

In Abbildung 2.10 ist zusätzlich zu den Lebenserwartungen der durch die AFM-basierte Ermüdungsmethode, welche in Abschnitt 3.3 vorgestellt wird, erreichbare Dehnungs- und Schwingungsbereich markiert. Die Bestimmung des Ausfallkriteriums für die in dieser Arbeit behandelten Proben wird in Abschnitt 4.7 detailliert gegeben.

2.7 Theorie des Biegebalkens

2.7.1 Grundlagen der Resonanz eines Biegebalkens

Der in dieser Arbeit verwendete Cantilever entspricht einem rechteckigem Biegebalken und kann daher mit der für diesen geltenden Theorie beschrieben werden. Der Cantilever entspricht einem gedämpften harmonischen Oszillator mit erzwungener

Schwingung, für den gilt

$$m\ddot{y} + \gamma\dot{y} + k_0y = F_0 \cos \omega t \quad \text{mit} \quad \omega_0 = 2\pi f_{res} = \sqrt{\frac{k_c}{m^*}}, \quad (2.11)$$

mit der Federkonstante k_0 , der Dämpfungskonstanten γ , der effektiven Masse m^* , der Resonanzfrequenz f_{res} und der Anregungskraft F_0 .

Die Federkonstante kann durch

$$k_c = \frac{Ed^3b}{4l^3} \quad (2.12)$$

beschrieben werden, mit dem Elastizitätsmodul E , der Dicke d , der Breite b und der Länge l des Balkens.

Die effektive Masse lässt sich mit dem Punkt-Masse-Modell [Rab96] für einen rechteckigen Biegebalken annähern zu

$$m^* = \frac{k_c}{\omega_0^2} = \frac{3\rho l d b}{(k_n l)^4} \approx \frac{1}{4}m. \quad (2.13)$$

Dabei gibt ρ die Dichte des Materials an und $(k_n l)$ entspricht für die erste Mode der Schwingung einem Wert von 1,875 (siehe Abschnitt 2.7.2).

Damit kann für einen rechteckigen Cantilever mit einer Spitze der Masse m_{Spitze} am Ende des Balkens die Resonanzfrequenz der ersten Schwingungsmode bestimmt werden zu:

$$\omega_1 = 2\pi f_{res} = \sqrt{\frac{k_c}{\frac{1}{4}m + m_{Spitze}}}. \quad (2.14)$$

2.7.2 Auslenkungsform eines rechteckigen Biegebalkens

Für die Berechnung der Auslenkungsform eines rechteckigen Biegebalkens wurde die in dem Paper von Rabe *et al.* [Rab96] bestimmte Formel

$$f_n(x) = y_0 \left((\cos k_n x - \cosh k_n x) - \frac{\cos k_n l - \cosh k_n l}{\sin k_n l - \sinh k_n l} (\sin k_n x - \sinh k_n x) \right) \quad (2.15)$$

verwendet. Dabei ist y_0 die Schwingungsamplitude, l die Gesamtlänge des Balkens und k_n die Wellenzahl.

Die Werte für die Wellenzahl k_n ergeben sich aus der Lösung der Gleichung

$$\cos k_n l \cdot \cosh k_n l + 1 = 0. \quad (2.16)$$

Die verschiedenen Nullstellen geben die Werte für die verschiedenen Moden der Schwingungen wieder. Für die erste Mode $n = 1$ beträgt der Wert von $k_n l = 1.875$. In Abbildung 2.11 ist der für den in dieser Arbeit verwendeten Cantilever, mit einer Länge von 121 μm und einer Dicke von 2,1 μm , berechnete Auslenkungsverlauf für die erste Mode gezeigt.

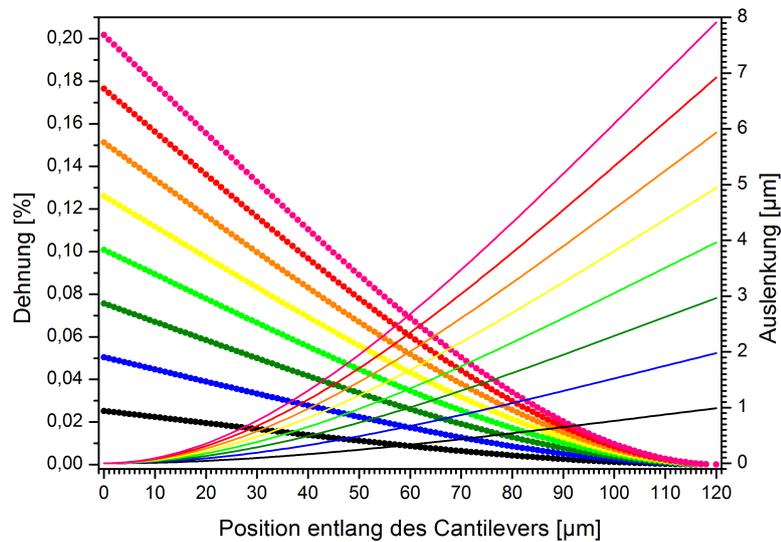


Abbildung 2.11: Berechnung der Dehnung (●) und der Auslenkung (-) für einen rechteckigen Biegebalken.

2.7.3 Dehnung entlang eines rechteckigen Cantilevers

Die Dehnung entlang eines rechteckigen Biegebalkens kann über seine Form und Auslenkung bestimmt werden. Die Dehnung eines Körpers ist im Allgemeinen über

$$\varepsilon = \frac{l' - l}{l} = \frac{\Delta l}{l} \quad (2.17)$$

gegeben, wobei l die Ursprungslänge und l' die Länge nach der Dehnung ist.

Für einen rechteckigen Biegebalken mit einem festen Ende ist die Dehnung abhängig von der Position auf dem Balken in Richtung des freien Endes. Um die Längenänderung l' von einem rechteckigen Biegebalken zu erhalten, werden, wie in Abbildung 2.12 schematisch gezeigt, die Oberfläche und die neutrale Faser des Balkens betrachtet. Für die Länge l der neutralen Faser des Balkens gilt

$$l = r \cdot \varphi \quad (2.18)$$

mit dem Krümmungsradius r und φ in Einheiten des Bogenmaßes.

Die Berechnung des Krümmungsradius r erfolgt über die erste und zweite Ableitung der Funktion $f(x)$ 2.15, welche die Auslenkung des Biegebalkens an dem Punkt $(x_0, f(x_0))$ beschreibt durch die Gleichung:

$$r(x_0) = \frac{1 + f'(x_0)^2}{f''(x_0)} \quad (2.19)$$

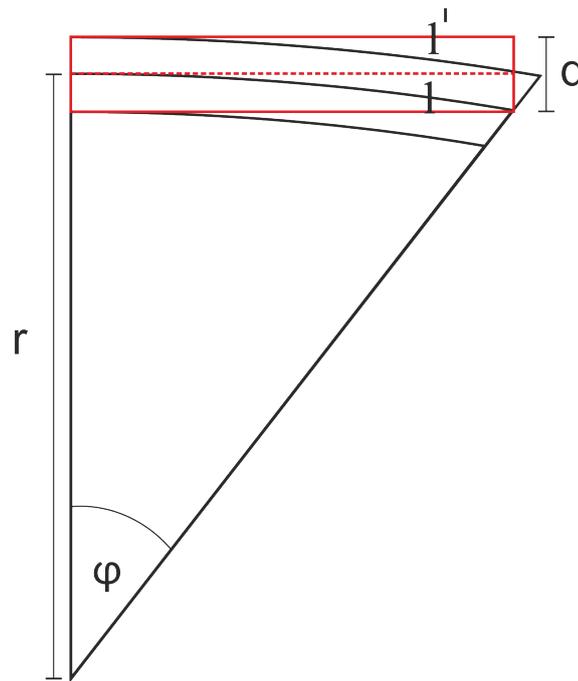


Abbildung 2.12: Schematische Darstellung eines ausgelenkten rechteckigen Biegebalkens mit einem freien Ende zur Berechnung der Dehnung.

Mit Hilfe des Krümmungsradius r kann die Länge der gestreckten Oberfläche des Biegebalkens mit der gesamten Dicke d bestimmt werden zu

$$l' = \left(r + \frac{d}{2}\right) \varphi \stackrel{\text{Gleichung 2.18}}{=} \left(r + \frac{d}{2}\right) \frac{l}{r} = l + \frac{l \cdot d}{2r}. \quad (2.20)$$

In die Gleichung 2.17 eingesetzt ergibt sich für die Dehnung entlang eines Biegebalkens:

$$\varepsilon = \frac{l' - l}{l} = \frac{d}{2r}. \quad (2.21)$$

Abbildung 2.11 zeigt die Dehnungsverläufe (●) für verschiedene Auslenkungen.

Zu beachten ist, dass je nach aufgebracht Kupferschichtdicke sich die neutrale Faser verschiebt. Diese Verschiebung kann durch Integration der einzelnen Schichten bestimmt werden. Dabei muss für einen Cantilever aus drei verschiedenen Schichten der Schichtdicken t_{1-3} und E Modulen E_{1-3} gelten:

$$\int_0^{t_1} E_1 \epsilon_1(z) dz + \int_{t_1}^{t_2} E_2 \epsilon_2(z) dz + \int_{t_2}^{t_3} E_3 \epsilon_3(z) dz = 0. \quad (2.22)$$

Die Integration führt zu dem Ausdruck t_0 für die Lage der neutralen Faser.

$$t_0 = \frac{1}{2} \cdot \frac{E_1 t_1^2 + E_2 t_2^2 + E_3 t_3^2}{E_1 t_1 + E_2 t_2 + E_3 t_3} \quad (2.23)$$

Die prozentuale Abweichung der Dehnung $\Delta\epsilon$ lässt sich somit über die Gleichung

$$\Delta\epsilon = 100 \cdot \frac{t_0 - \frac{d}{2}}{d} \quad (2.24)$$

errechnen, wobei d die Dicke des ursprünglichen Cantilevers ist. Mit den angenommenen E Modul Werten und den anteiligen Schichtdicken von Kupfer (E=130 GPa und 40 nm bis 360 nm Schichtdicke), Siliziumnitrid (E=210 GPa und 2 μm Schichtdicke) und Gold (E=80 GPa und 100 nm Schichtdicke) ist die Verschiebung der Dehnung mit 2,5% bei der 360 nm dicken Kupferschicht maximal und damit vernachlässigbar klein.

Kapitel 3

Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel werden die verwendeten Geräte, die Probenvorbereitung und Herstellung sowie eine Beschreibung des eigentlichen Ermüdungsmessverfahrens im Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscope, AFM) vorgestellt. Dabei wird auf die verwendeten Elektronenmikroskope und deren Spezialisierungen eingegangen. Detailliert wird die Probenpräparation hinsichtlich der Formgebung des Cantilevers mit Hilfe des Ionenstrahlmikroskops und der Beschichtung mit der Magnetron-Sputter-Anlage erläutert. Das verwendete Ermüdungsmessungsprogramm sowie die Bestimmung und Konstanz der Auslenkung des Cantilevers im AFM wird erläutert und ein Einblick in die Auswertungsmethodik gegeben. Zuletzt wird die Präparation von Transmissionselektronenmikroskop-Lamelle aus der Schichtebene der Kupferschicht vorgestellt.

3.1 Geräte

3.1.1 Magnetron-Sputter-Anlage

Magnetron-Sputtern

Das Sputtern, im Deutschen als Kathodenzerstäubung bekannt, ist ein sehr gut verstandenes Verfahren der Schichtherstellung. In einem abgepumpten Vakuumrezipienten wird ein inertes Sputtergas eingelassen, das dort ionisiert und auf das zu zerstäubende Material (engl. Target) beschleunigt wird, welches die Kathode bildet. Atome des Targetmaterials werden über Impuls- und Energieübertrag aus dem Target herausgeschlagen. Die herausgeschlagenen Targetatome kondensieren

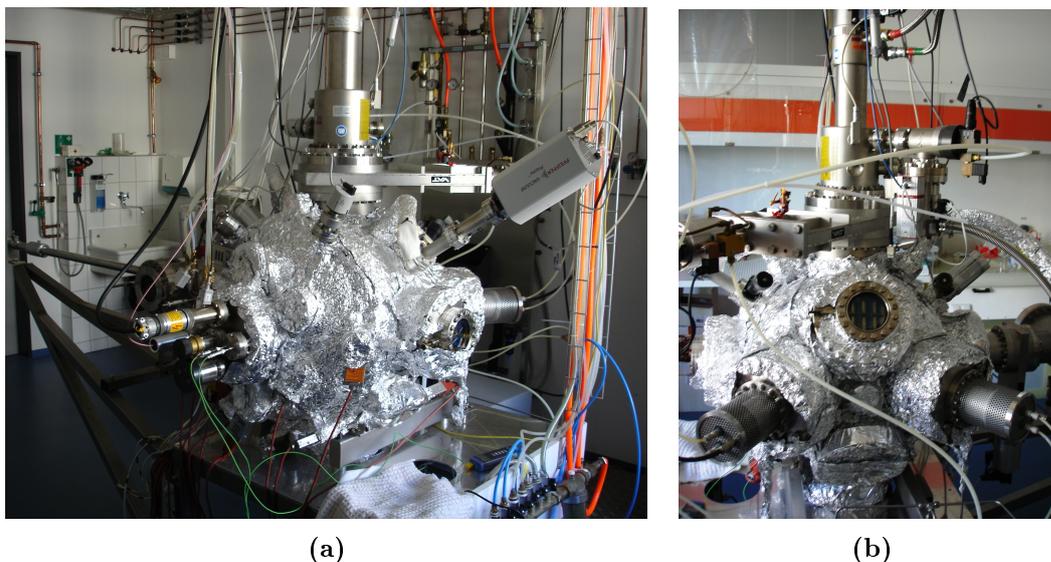


Abbildung 3.1: Bilder der Magnetron-Sputteranlage, (a) Ansicht von vorne mit Massenspektrometer und Transferstange und (b) Ansicht von hinten mit 2 Magnetron-Sputterquellen.

auf dem ihnen gegenüber liegenden Substrat.

Die typischen Strecken, die die Targetatome bis zum Substrat zurücklegen müssen, bewegen sich im Bereich zwischen 5 cm und 30 cm. Damit die Atome keine zusätzlichen Stöße auf dieser Flugstrecke erleiden, muss ein so geringer Sputterdruck herrschen, dass die mittlere freie Weglänge der Targetatome größer ist als die Distanz zwischen Target und Substrat.

Durch Anlegen eines senkrecht zur Targetoberfläche orientierten starken Magnetfeldes, werden die Elektronen auf Kreisbahnen vor dem Target gezwungen und können dort häufiger mit dem Sputtergas zusammenstoßen. Durch die höhere Verweildauer der Elektronen im Plasma und die daraus resultierenden höheren Ionisierungsraten, kann beim Magnetron-Sputter-Verfahren eine höhere Depositionsrate im Vergleich zum herkömmlichen Sputtern erreicht werden oder es kann bei niedrigeren Sputterdrücken gearbeitet werden.

Die verwendete Magnetron-Sputteranlage

Die in dieser Arbeit verwendete Magnetron-Sputteranlage in Abbildung 3.1 ist ein Eigenbau. Die Anlage besteht aus einer Schleuse und dem eigentlichen Rezipienten für das Ultrahochvakuum (kurz: UHV).

Im Rezipienten sind zwei Magnetron-Sputterquellen ONYX-2 der Firma Angstrom

Sciencos verbaut, die in einem Winkel von 45° zueinander auf den Probenhalter ausgerichtet sind. Das verwendete Sputtergas ist 6N Argon, welches vor dem Einlassen in die Kammer durch ein Gasfiltersystem MonoTorr PS3-MT3-R-2 der Firma saes getters geleitet wird. Die Proben können über eine Heizplatte BORAELECTRIC® der Firma tectra vor und nach dem Sputtervorgang bis auf 1100°C geheizt werden. Zur Kontrolle der Schichtdicken sind zwei Schwingquarze Sensor Head der Firma Inficon eingebaut. Das Vakuum wird über eine Kaltkathode und ein Massenspektrometer überwacht. Eine Turbopumpe und eine Cryopumpe, welche eine Temperatur von 8 K erreicht, sorgen für einen Hintergrunddruck von bis zu 1×10^{-10} mbar im Rezipienten.

Die Schleuse erlaubt den Transfer der Proben mit Hilfe einer Magnetstange in den Rezipienten, ohne das UHV in der Hauptkammer zu brechen. Die Schleuse wird über eine separate Turbopumpe evakuiert und kann zum Belüften mit Argon gefüllt werden. Durch diese Maßnahmen kann eine Probe in wenigen Stunden in die Hauptkammer transferiert werden, ohne große Einbußen im UHV zu erleiden. Das Sputtern im UHV und die Benutzung von sehr reinem, gefiltertem Sputtergas erlaubt das Herstellen von sehr reinen, dünnen Schichten. Die dabei verwendeten zwei Zoll Kupferziele (engl. targets) der Firma Mateck GmbH haben eine Reinheit von 99,999 %

Die Schichtherstellung in der hier vorgestellten Magnetron-Sputteranlage wird im Detail in Kapitel 3.2.2 beschrieben.

3.1.2 Rasterkraftmikroskop

Das Rasterkraftmikroskop wurde zur topographischen Abrasterung von Oberflächen entwickelt. Dabei wird eine Blattfeder (engl. Cantilever), die an ihrem freien Ende mit einer Spitze versehen ist, über die Oberfläche gefahren und durch die Höhenunterschiede der Probe verbogen. Die Spitze hat einen Krümmungsradius von wenigen Nanometern, so dass die Ortsauflösung sehr gut ist. Die Verbiegung des Cantilevers wird über die Reflexion eines Lichtstrahles und dessen Umlenkung auf einen Detektor registriert. Der Lichtstrahl wird von einer Superlumineszenzdiode erzeugt und von einer Photodiode detektiert, welche in vier Segmente aufgeteilt ist und somit die Positionsänderung des Lichtstrahles in zwei Dimensionen (Auslenkung und Torsion des Cantilevers) aufzeichnen kann.

Es gibt zwei wichtige Arten der Betriebsmodi eines AFMs. Beim Contact-Mode wird der Cantilever über die Oberfläche gezogen und folgt durch physikalischen Kontakt

zur Oberfläche deren Topographie. Ein elektrischer Regelkreislauf steuert in Abhängigkeit von der Verbiegung des Cantilevers die Höhe zur Probe. Er wirkt damit der Verbiegung entgegen und sorgt für eine konstante Kraft zwischen Oberfläche und Spitze. Dadurch kann eine Höheninformation erhalten werden.

Im Non-Contact-Mode (engl. alternating current (AC) mode) wird der Cantilever nahe seiner Resonanzfrequenz (siehe 2.7.1) durch einen Piezo angeregt und in die Nähe der Oberfläche gebracht. Die Kräfte der Probenoberfläche bewirken eine Veränderung der Resonanzfrequenz des Cantilevers und damit einhergehend auch seiner Schwingungsamplitude und Phase. Bei dem verwendeten AFM der Firma Asylum Research vom Typ MFP-3D wird durch einen Regelkreislauf der Cantilever auf eine konstante Amplitude geregelt. Im Gegensatz zum Contact-Mode hat die Spitze nur kurzzeitigen Kontakt mit der Oberfläche, was sowohl die Probenoberfläche als auch die Spitze schont.

Einer der Vorzüge des verwendeten AFM-Systems ist der frei zugängliche Programmcode, welcher auf der Programmiersprache Igor Pro von Wave Metrics basiert. Dies erlaubt sowohl das Programmieren eigener Programme, als auch direkten Zugriff auf bestehende Programmsequenzen. Eine sehr detaillierte Beschreibung des Programms und der Methode, die am AFM zu Ermüdungsmessungen verwendet wurden, ist ab Abschnitt 3.3.1 zu finden.

3.1.3 Rasterelektronenmikroskop

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) ist mittlerweile eines der Standardabbildungsverfahren im Submikrometerbereich. Die verwendeten REMs sind das Zeiss Leo Supra 35 für die Abbildung der Oberflächenschädigung, ein mit Ionenstrahl kombiniertes REM (siehe 3.1.4) und ein REM mit integriertem Elektronenrückstreudetektor (3.1.5). Das Prinzip der REM-Einheiten der Geräte ist bei allen gleich.

Im REM wird die zu untersuchende Probenoberfläche mittels eines Elektronenstrahls abgerastert um Information über die Morphologie der Proben zu erhalten. Trifft der Primärelektronenstrahl auf die Probe, so werden dort Wechselwirkungsprodukte wie Sekundär- und Rückstreuelektronen erzeugt, die durch spezielle Detektoren aufgenommen und so zur Bilderzeugung genutzt werden können.

Sekundärelektronen entstehen durch inelastische Streuung der Primärelektronen am Atomkern oder an den Elektronen der Atomhülle des Probenmaterials. Die Sekundärelektronen sind niederenergetisch mit Energien <50 eV. Alle Elektronen, die Energien >50 eV besitzen, werden als Rückstreuelektronen bezeichnet. Sie werden

durch elastische Streuung in einem wesentlich tieferen Bereich des Anregungsvolumens erzeugt und tragen daher eine Tiefeninformation mit sich.

Im „Inlens“ oder auch „Through-Lens“-Detektor (TLD) werden die rückgestreuten Elektronen detektiert. Der Detektor ist direkt im Strahlengang oberhalb der Objektivlinse angebracht. Da der Inlens-Detektor die Probe von oben betrachtet, wirken die Bilder häufig flach, weil sie aufgrund der Blickrichtung nur einen relativ geringen topografischen Kontrast enthalten. Zudem erscheinen die Bilder im Ort sehr hochauflösend, aber in der Helligkeit nicht ganz homogen.

Mit Hilfe des „SE 2“ oder auch „Everhart-Thornley“-Detektors (ETD) werden sowohl Sekundär- als auch Rückstreuelektronen detektiert. Infolge seiner geometrischen Anordnung an der Kammerwand betrachtet der Detektor die Probe stets von der Seite. Durch eine angelegte „Saugspannung“, die die Elektronen an sich zieht, weisen die Bilder sehr gute topografische Informationen über die Probenoberfläche auf.

Die Elektronen werden über Feldemission aus einer Haarnadelkathode erzeugt und auf Spannungen von 1 kV bis zu 30 kV beschleunigt. Beim Erstellen eines Bildes kann der Elektronenstrahl über elektromagnetische Linsen fokussiert, die Beschleunigungsspannung angepasst und mögliche Linsenfehler manuell korrigiert werden.

3.1.4 Ionenstrahlmikroskopie

Das in dieser Arbeit verwendete Ionenstrahlmikroskop (engl. Focused Ion Beam, FIB) ist das Nova 600 Nanolab der Firma FEI. Das Gerät wurde zur Probenpräparation verwendet. Das FIB besteht aus einer REM-Einheit (siehe 3.1.3) und einer FIB-Einheit, die anstatt von Elektronen Galliumionen aus einer mit Gallium bedampften Wolframnadel mittels Feldemission erzeugt. Wie beim REM wird der Strahl durch elektromagnetische Linsen auf die Probenoberfläche hin fokussiert. Beim Auftreffen der Ionen auf die Probenoberfläche werden Sekundärelektronen emittiert, welche zur Abbildung dieser Oberfläche genutzt werden können. Durch die viel höhere Masse der Galliumionen kommt es beim Auftreffen der Ionen zum Absputtern der Oberfläche. Mit gezielter Wahl von Stromstärke und Beschleunigungsspannung können definierte Strukturen in die Probe übertragen werden.

Elektronen- und Ionenstrahl sind in einem Winkel von 52° zueinander angeordnet, so dass mit beiden Strahlen an derselben Stelle auf einer Probe gearbeitet werden kann, wenn diese auf der euzentrischen Höhe justiert ist. Eine genaue Beschreibung der Präparation der Cantilever ist im Abschnitt 3.2.1 zu finden. Zudem wurde mit dem FIB auch die Schichtdickenbestimmung der Schichten nach der Schichtherstel-

lung durchgeführt. Dazu wurde zum Schutz der Kupferschicht zuerst eine Schicht Platin mit dem Elektronenstrahl deponiert und darauf eine zweite dickere Schicht Platin mit dem Ionenstrahl. In dem so geschützten Bereich wurde ein Querschnitt angefertigt und so die Schichtdicke bestimmt.

3.1.5 Rückstreuelektronen-Diffraktometrie

Der Rückstreuelektronen-Diffraktometrie-Detektor (engl. Electron backscatter diffraction, kurz EBSD) CHANNEL 5 der Firma Oxford Instruments ist in einem FEI NanoSEM 650 REM installiert. Die Probe wird auf einen Winkel von 70° zum Elektronenstrahl gekippt. Die durch den Primärelektronenstrahl hervorgerufenen, inelastisch gestreuten Elektronen aus den obersten 10 nm bis 30 nm der Oberfläche werden von einem Phosphorschirm detektiert. Wenn die inelastisch rückgestreuten Elektronen die Bragg-Bedingung $n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta_{hkl}$ erfüllen, entsteht konstruktive Interferenz. Dabei steht das n für die Beugungsordnung, λ für die Wellenlänge der rückgestreuten Elektronen, d ist der Netzebenenabstand des Kristalls und θ_{hkl} ist der Öffnungswinkel zwischen der Probennormalen und dem Primärelektronenstrahl. Die Bänder des auf dem Phosphorschirm entstehenden Kikuchi-Bildes resultieren aus den Schnitten der durch die Streuung an Netzebenenscharen $\{hkl\}$ erzeugten zwei Kegeln, wobei die Lage der Mittelachse als gedachte Streuebene gesehen werden kann.

Die Software zum Detektor ist in der Lage, aus den entstandenen Kikuchi-Bildern, nach Eingabe des verwendeten Probenmaterials, über die Winkel und Breite der einzelnen Bänder die Orientierung der Probe punktuell zu errechnen. So können Bereiche der Probenoberfläche mit dem Elektronenstrahl abgerastert und Karten der Orientierung mit Hilfe der drei Eulerwinkel dargestellt werden.

3.1.6 Transmissionselektronenmikroskopie

Beim Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wird die Probe im Gegensatz zu der Rasterelektronenmikroskopie durchstrahlt, was andere Wechselwirkungen und Analyseverfahren ermöglicht.

Die Proben wurden im Philips CM 12 und CM 30 untersucht, die sich durch unterschiedliche maximale Beschleunigungsspannungen von 120 kV und 300 kV unterscheiden. Die Elektronen werden in einer Haarnadelkathode generiert und mittels eines Systems aus Spulen und Blenden auf die gewünschten Einstellungen justiert.

Die Fokussierung erfolgt durch Kondensorlinsen und Aperturblenden und die Bewegung des Strahles auf der Probe erfolgt über Deflektorspulen. Nachdem die Elektronen an der Probe gestreut wurden, werden sie über eine Objektivlinse auf die hintere Brennebene fokussiert.

Um nur den Nullstrahl des Elektronenstrahles zu erhalten, kann die Objektivblende (Kontrastblende), welche alle Kristallinterferenzstrahlen abfängt, eingefahren werden, um so ein Hellfeldbild zu bekommen. Durch Filterung des Primärstrahles und Nutzung der Beugungsreflexe kann hingegen ein Dunkelfeldbild erzeugt werden.

Zusätzlich zum Abbildungsmodus können im TEM auch Beugungsbilder erzeugt werden. Durch Herausfahren der Objektivblende aus dem Strahlengang werden auch die gebeugten Strahlen durchgelassen und hinter der Probe auf die hintere Brennebene der Objektivlinse fokussiert. Durch diese Anordnung erscheint ein Braggsches Beugungsbild, welches Informationen über das Kristallgitter, wie die Gitterkonstante und die Defekte beinhaltet.

Die Anforderungen an die Proben liegen darin, dass sie für die Elektronen noch transparent sein müssen und daher je nach gewähltem Material Dicken kleiner als 100 nm aufweisen müssen. Die Präparationen der TEM-Lamellen sowohl im Querschnitt als auch aus der Schichtebene heraus wird in Abschnitt 3.4.3 genauer erläutert.

3.2 Proben

3.2.1 Präparation der Cantilever

Als Ausgangsgeometrie werden kommerziell erworbene Cantilever OMCL-HA100WS-1 der Firma Olympus benutzt. Der Biegebalken besteht aus einer 2 μm dicken, freistehenden Siliziumnitridschicht mit einer Resonanzfrequenz von ca. 160 kHz. Die Rückseite ist mit einer 100 nm dicken Goldschicht bedampft, welche zur besseren Reflektivität des Lichtstrahls im AFM (siehe 3.1.2) benötigt wird. Die Geometrie ist schematisch in Abbildung 3.2 gezeigt. Der Cantilever besitzt eine Doppelspitze, welche auch aus Siliziumnitrid besteht. Jedoch weist die Geometrie des Herstellers einige Probleme auf. Die Linie, bei der der Balken auf den Chipträger des Cantilevers trifft, liegt nicht mit der Balkengeometrie zusammen 3.2(a) (gestrichelte Linie).

Die von Olympus vorgegebene Geometrie ist jedoch nicht sehr geeignet für die Versuchsanordnung. Aus den mitschwingenden Ecken resultierenden Dehnungsmaxima, welche deutlich in den FEM-Simulationen (Finite-Elemente-Methode) von Dr. Ko-

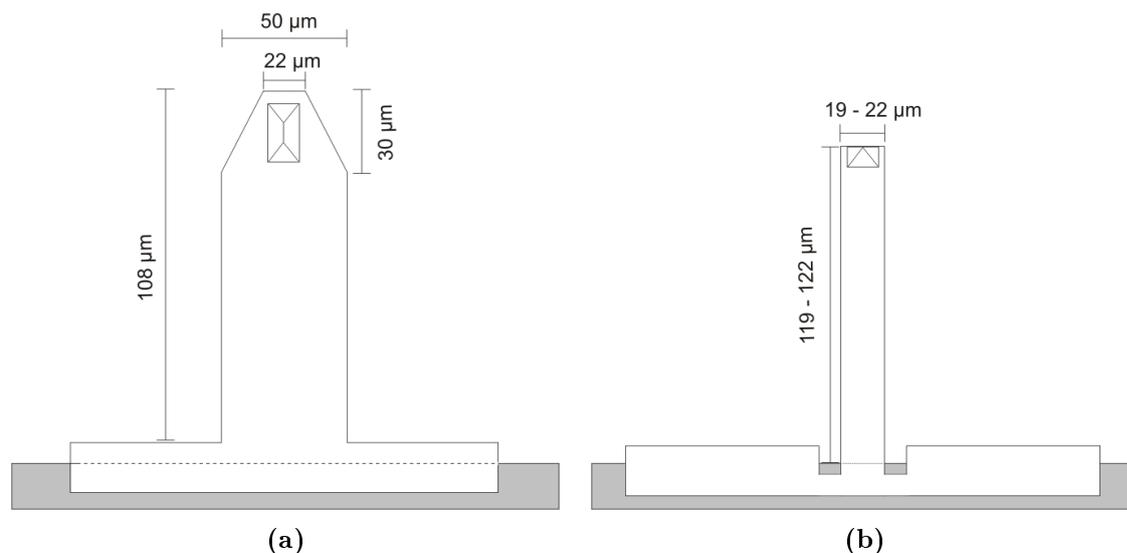


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung eines Cantilevers (a) in der Geometrie vom Hersteller und (b) Geometrie nach dem Schneiden mit dem FIB. Die gestrichelte Linie stellt die Auflagegrenze des Cantilevers auf dem Chipträger dar.

danda R. Mangipudi in Abbildung 3.3 zu erkennen sind, ist ein linearer Verlauf der Dehnung entlang der Länge des Biegebalkens nicht mehr gegeben. Deutlich zeichnen sich die farblichen Bereiche hoher Dehnungen an den mitschwingenden Ecken in (a) aus. Daher muss der Cantilever so geschnitten werden, dass der eigentliche Biegebalken bis zur Verbindung des Chipträgers reicht. Der so erhaltene Dehnungsverlauf entspricht im mittleren Bereich des Cantilevers dem gewollten und in Abschnitt 2.7.3 berechneten Dehnungsverlauf entlang der Länge des Cantilevers.

Eine zweite Schwierigkeit ergibt sich daraus, dass mit der Ursprungsgeometrie nur Dehnungsmaxima von $0,1\%$ an der Wurzel des Cantilevers erreicht werden können. Um größere Auslenkungen zu erreichen wird der Cantilever in der Breite reduziert, was wiederum die Federkonstante herabsetzt und damit die Auslenkfähigkeit erhöht. Auf diese Weise wird die zu erreichende maximale Dehnung verdoppelt. Durch das Abschneiden in der Länge bis zur Mitte der Doppelspitze, wird eine einfache Geometrie erzeugt, in der die Spitze an das Ende des Cantilevers verlagert wird. Eine detaillierte Beschreibung über das Erreichen und Bestimmen von sehr großen Auslenkungen im AFM wird in Abschnitt 3.3.2 gegeben.

Zum Schneiden der Cantilever in die gewünschte Form wird das in Abschnitt 3.1.4 vorgestellte FIB-Verfahren verwendet. Dabei wird mit $30\ \text{kV}$ Beschleunigungsspannung und $20\ \text{nA}$ Strom geschnitten. Die Bearbeitungszeit für einen Cantilever liegt bei etwa einer Stunde. Die so geschnittenen Cantilever haben eine Länge von ungefähr $120\ \mu\text{m}$ und eine Breite von $20\ \mu\text{m}$ bis $25\ \mu\text{m}$. Die Spitze am Ende des Canti-

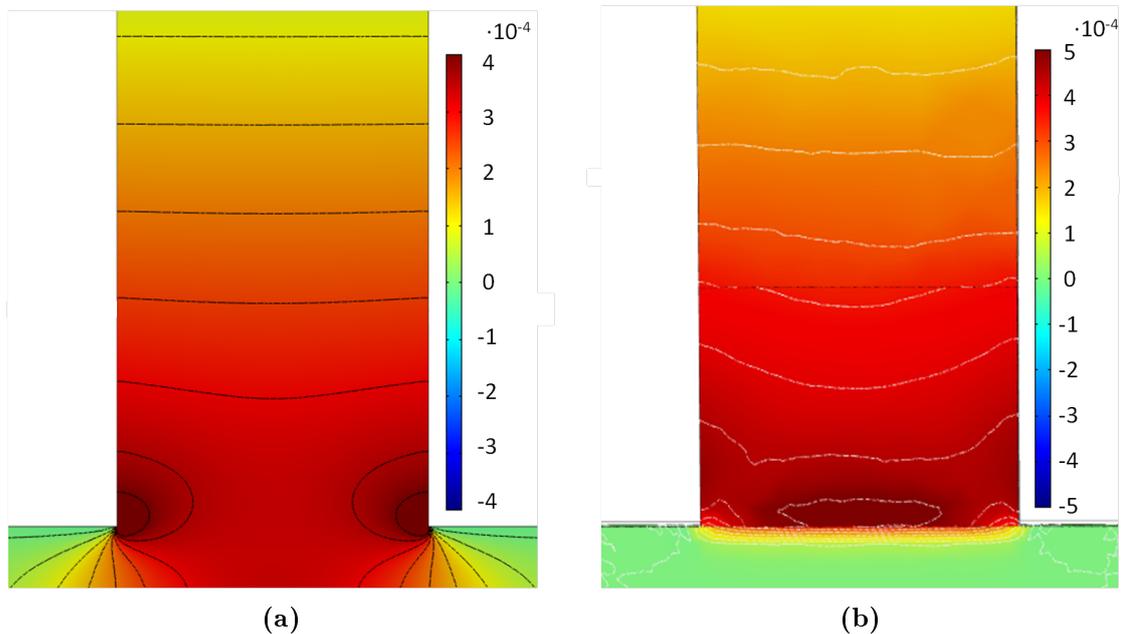


Abbildung 3.3: FEM Simulationen von K. R. Mangipudi (a) des Cantilevers mit Schwingenden Ecken und (b) ohne mitschwingenden Ecken. Farblich markiert ist die resultierende Dehnung.

levers ist $12\ \mu\text{m}$ hoch und der Cantilever besitzt eine Federkonstante von ungefähr $4\ \text{N m}^{-1}$. Im nächsten Schritt wird die Beschichtung des Cantilevers vorgenommen. Durch die erst nach dem Schneiden erfolgende Deposition der Kupferschicht ist gewährleistet, dass diese auf dem Cantilever keine Schädigung durch den Galliumstrahl erfährt.

3.2.2 Herstellung der Kupferschichten

Die im FIB präparierten Cantilever werden auf einem für die Sputteranlage gebauten Halter befestigt und mittels einer Schleuse in die in Abschnitt 3.1.1 beschriebene Magnetron-Sputter-Anlage eingebracht. Die Probe verweilt etwa zwei Stunden in der Schleuse, bis sich ein Druck im guten 10^{-7} mbar Bereich eingestellt hat. Die Probe wird in der Hauptkammer (Druck im guten 10^{-10} mbar Bereich) mit dem Heizer auf 160°C aufgeheizt und für etwa eine Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Das bewirkt, dass die Oberfläche abgast, was zum Einen eine glattere und sauberere Substratoberfläche erzeugt, zum Anderen beim späteren Auslagern der Probe für einen stabilen Vakuumdruck in der Kammer sorgt, solange die Vorheiztemperatur der später angelegten Temperatur gleich oder höher ist.

Nachdem die Probe wieder auf Raumtemperatur abgekühlt ist, wird die Kupfer-

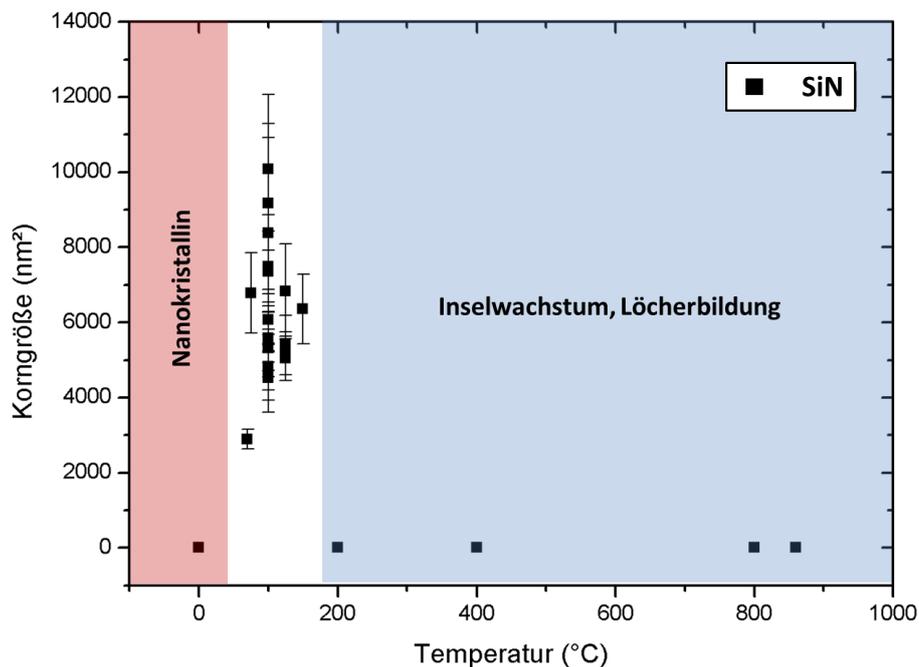


Abbildung 3.4: Korngrößenabhängigkeit von der Nachheiztemperatur [Pfe10]. Für Temperaturen ≤ 100 °C entstehen nanokristalline Schichten und ≥ 200 °C tritt Inselwachstum und Lochbildung auf. Im Temperaturbereich dazwischen ist eine Korngrößenbestimmung möglich.

schicht mittels zweier Magnetron-Sputterquellen hergestellt. Das dabei verwendete 6N Argongas wird zuvor durch ein geheiztes Gettersystem geleitet, bevor es mit 10 sccm vor jeder Kanone eingelassen wird. Mit einer Leistung von 200 W und einem daraus resultierenden Sputterdruck von 9×10^{-4} mbar findet die Beschichtung statt. Die Depositionsrate liegt bei diesen Einstellungen bei ca. 2 nm s^{-1} .

Nach dem Sputterprozess wird die Probe auf 150 °C aufgeheizt und zwei bis drei Stunden lang auf dieser Temperatur gehalten. Diese Temperatur ergibt sich aus Voruntersuchungen im Rahmen der Bachelorarbeit von Björn Pfeiffer zur Herstellung sehr dünner Cu Schichten [Pfe10]. Dabei wurde herausgefunden, dass für sehr dünne Kupferschichten bei einer Ausheiztemperatur oberhalb von 200 °C die Schichten nicht mehr geschlossen sind, wie in Abbildung 3.4 zu sehen ist. Nur für einen sehr kleinen Temperaturbereich zwischen 100 °C und 200 °C ist eine geschlossene Schicht mit Kornwachstum zu erhalten. Für alle anderen Temperaturen ist in Abbildung 3.4 keine Korngrößenbestimmung möglich. Bei Raumtemperatur ergeben sich nanokristalline Schichten, welche innerhalb weniger Tage bei Raumtemperatur Körner ausbilden. Oberhalb von 200 °C zieht sich die Kupferschicht zu Inseln zusammen

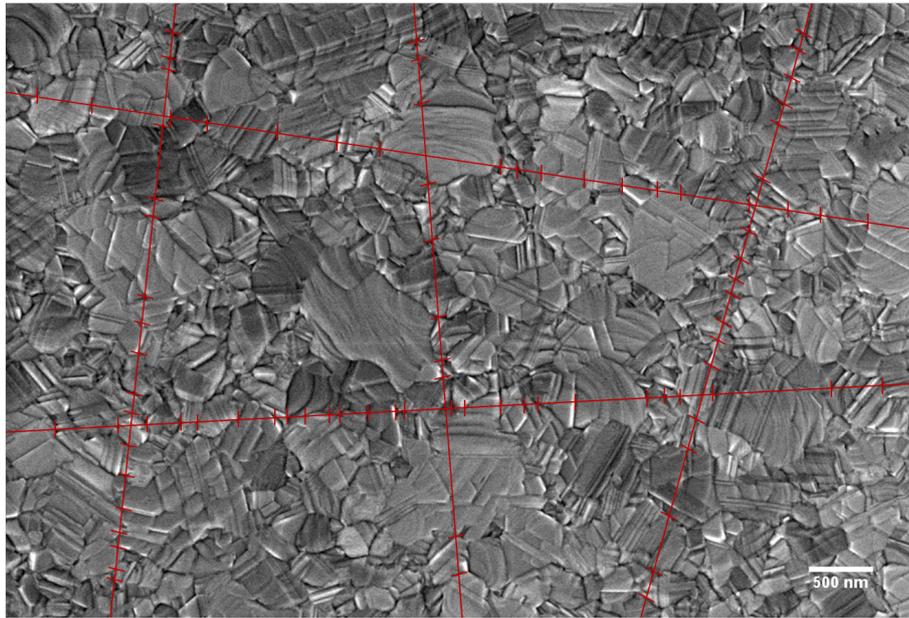


Abbildung 3.5: Lineares Schnittverfahren zur Bestimmung der mittleren Korngröße am Beispiel einer 100 nm dünnen Kupferschicht.

oder bekommt große Löcher, sodass keine geschlossene Schicht mehr existiert. Da die Schichten bei einer Nachheiztemperatur von 150 °C stabil in ihrer Kornstruktur bleiben und bei höheren Temperaturen die Korngröße nur leicht erhöht ist, ist für alle Schichtdicken die gleiche Auslagerungstemperatur gewählt worden.

3.2.3 Bestimmung der Schichteigenschaften

Um ein Verständnis davon zu erhalten, was später mit den in Kapitel 3.2.2 hergestellten Kupferschichten passiert, muss zuerst eine Bestimmung der Schichtparameter in Bezug auf die Eigenschaften wie Schichtdicke, Korngröße und Textur direkt nach dem Wachstum der Schichten durchgeführt werden.

Die Schichtdicke der gesputterten Kupferschichten wurde vor dem Sputterprozess mittels der Depositionsrate errechnet und nach der Schichtherstellung im FIB (siehe Abschnitt 3.1.4) mittels eines Querschnitts durch die Schicht bestimmt.

Die Korngröße der Schichten wird durch das lineare Schnittverfahren bestimmt. Zu diesem Zweck werden von jeder Schicht zwei REM-Aufnahmen mit jeweils fünf Linien unterschiedlicher Länge und Ausrichtung versehen und die geschnittenen Körner gezählt. Aus den gewonnenen Werten wird der Mittelwert mit der Standardabweichung gebildet. In Abbildung 3.5 ist das Beispiel einer REM-Aufnahme von einer 100 nm dünnen Kupferschicht mit den Schnittlinien zu sehen. Für die spätere Aus-

wertung der Schädigungsdichte pro Korn werden die mittlere Korngröße und die Annahme runder Körner verwendet.

Die Bestimmung der Zwillingsdichte wird auf dieselbe Weise durchgeführt, wie die Bestimmung der mittleren Korngröße. Dabei wird die Anzahl der Zwillingsgrenzen entlang der gezogenen Linien gezählt, um so die Dichte der Zwillingsgrenzen pro Korn zu erhalten.

Zur Bestimmung der Orientierung der Körner in den Kupferschichten werden die Schichten mittels EBSD wie in Abschnitt 3.1.5 beschrieben untersucht. Die erstellten Karten sind mit einer Schrittweite von 50 nm gemessen, was bei einem Vergleich mit den mittleren Korngrößen der Kupferschichten, wie in Abschnitt 4.1.1 zu sehen ist, eine Bestimmung für jedes einzelne Korn ermöglicht.

3.3 Ermüdungsmessung

3.3.1 Einbau des Cantilevers ins AFM

Für den Schwingvorgang wird der im vorherigen Abschnitt vorbereitete Cantilever in einen Cantileverhalter (Abbildung 3.6) eingebaut und mit einer Schraube festgezogen. Nach dem Einbau des Halters in den AFM-Kopf, wird der von der Superlu-

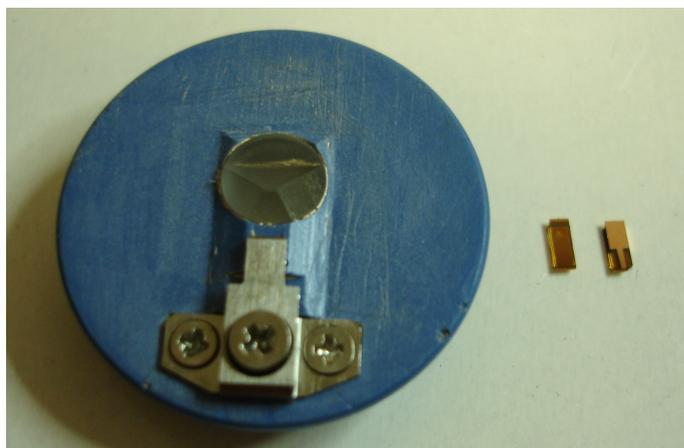


Abbildung 3.6: AFM Cantileverhalterung mit verwendeten Cantilevern OMCL-HA100WS-1 mit und ohne Kupferschicht.

mineszendiode erzeugte Lichtstrahl auf die Rückseite des Cantilevers justiert. Im Gegensatz zur Justage des Lichtstrahles für die Topographiemessung, bei welcher der Lichtstrahl am Ende des Cantilevers platziert wird, um bei kleinen Auslenkungen des Cantilevers einen größtmöglichen Ausschlag des reflektierten Lichtstrahls

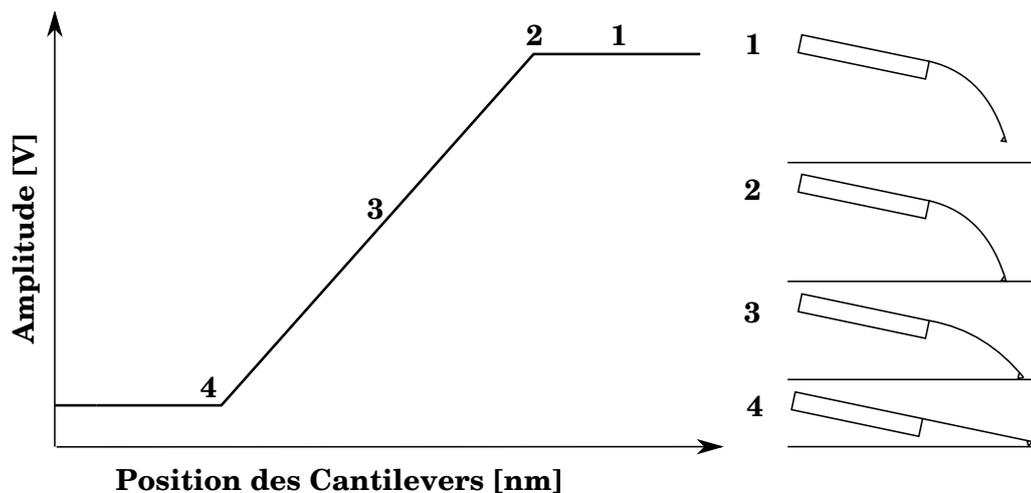


Abbildung 3.7: Schematische Darstellung der Annäherung an die Oberfläche und Bestimmung der Auslenkung in nm.

auf dem Detektor zu bekommen, wird für die Ermüdungsmessung der Lichtstrahl nahe an der Wurzel des Cantilevers justiert. Dadurch dass der Detektor limitiert ist in seinen Ausmaßen, ist es wichtig bei großen Auslenkungen die Übersetzung der Cantileverschwingung zu verkleinern. Durch diese Anordnung ist es möglich den Cantilever zu sehr großen Auslenkungen anzuregen und das reflektierte Signal zu erfassen.

3.3.2 Bestimmung der Auslenkung

Im nächsten Schritt wird der Cantilever auf große Auslenkungen getunt. Dafür wird der in der AFM Software implementierte Tunevorgang benutzt. Dieses Programm steigert die Amplitude auf den gewünschten Wert und regelt dabei die Frequenz auf Resonanzbedingung (siehe Abschnitt 2.7.1). Dabei entspricht die Amplitude einem Wert in Volt. Zur Bestimmung der Auslenkung des Cantilevers in μm muss ein Trick angewendet werden. Mit dem voll ausgelenkten Cantilever wird eine Kraftkurve gefahren. Dabei bewegt der z-Piezo den Cantilever in Richtung Oberfläche bis die Schwingung soweit gedämpft und ein vorher eingestellter Amplitudenwert erreicht ist. Eine genaue Darstellung ist in Abbildung 3.7 zu sehen. Bei Punkt 1 schwingt der Cantilever mit der vorher getunten Auslenkung. Bei Annäherung an eine Oberfläche wird die Spitze des Cantilevers irgendwann das erste mal die Oberfläche berühren. Ab diesem Punkt 2 wird die Amplitude bei weiterem Verfahren in Richtung zur Oberfläche hin immer kleiner, bis bei Punkt 4 die Schwingung soweit gedämpft ist, dass der Cantilever nicht mehr schwingt.

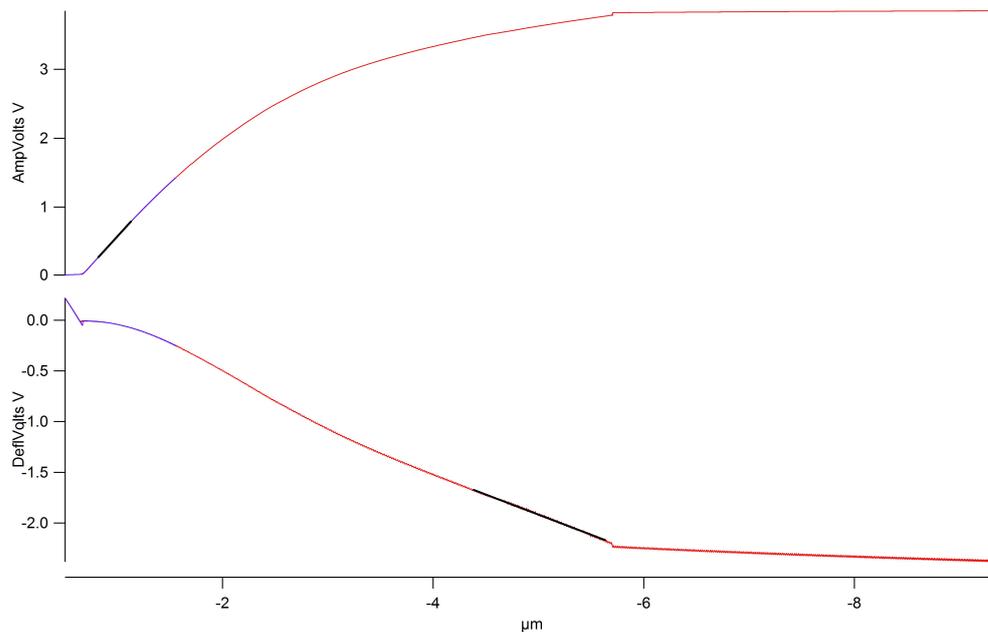


Abbildung 3.8: Aufgenommene Kraftkurve. Oben ist die Amplitude in Volt, unten die Deflection in Volt gegen den z-Piezo in μm aufgetragen.

Dadurch, dass mit dem z-Piezo die Strecke zwischen Punkt 2 und Punkt 4 verfahren wird, wird zu jedem Amplitudenwert in Volt ein entsprechender Wert in Nanometer ermittelt. Durch die Differenz des gewünschten Amplitudenwertes auf der Geraden mit dem Punkt 4 kann jede Auslenkung umgerechnet werden. Dabei handelt es sich immer um die Auslenkung in einer Richtung und von der Wurzel bis zum Ende des Cantilevers. Die Umrechnung in den genauen Auslenkungsverlauf der ersten Mode der Resonanz und die daraus resultierende Dehnung sind in Abschnitt 2.7.3 beschrieben. Zusätzlich kann zur Bestimmung der Amplitude für das thermische Spektrum aus der Steigung der Geraden der Umrechnungsfaktor Amplitude pro Volt bestimmt werden.

In Abbildung 3.8 ist eine aufgenommene Kraftkurve gezeigt. In der oberen Darstellung ist die Amplitude in Volt gegen den verfahrenen Weg des z-Piezo in μm zu sehen. Auffallend ist, dass es zwar wie in Abbildung 3.7 beschrieben einen linearen Bereich gibt, dieser aber gerade für größere Auslenkungen nicht mehr existent ist. Im unteren Teil ist die Deflection in Volt gegen den z-Piezo zu sehen. Die Deflection gibt in erster Linie die Position auf den Detektoren an. Bei dem vorhandenen Detektor handelt es sich um einen vier-Quadranten-Detektor, welcher das Signal aus der Differenz zwischen der durch den Lichtpunkt induzierten Spannung und der Auslenkung des Cantilevers bestimmt. Für die Schwingungsauslenkung wird die Dif-

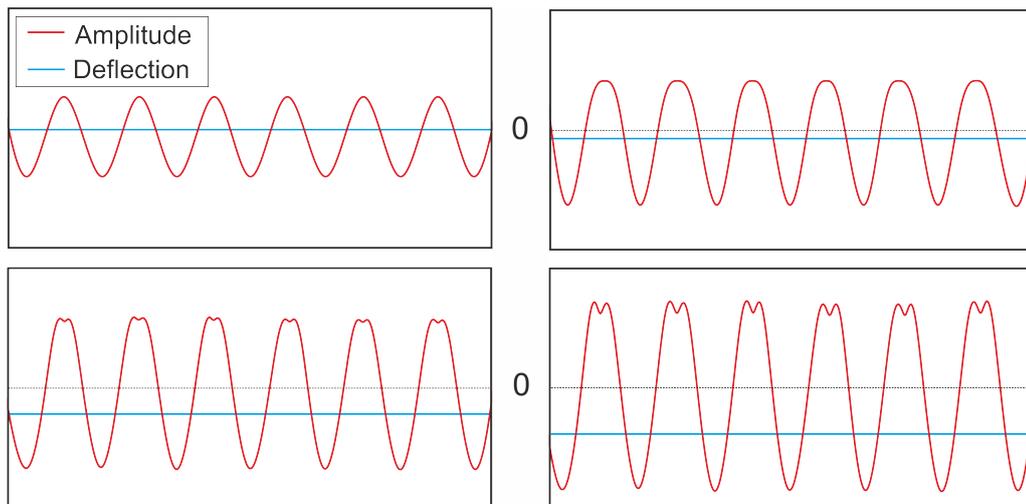


Abbildung 3.9: Schematisch dargestelltes Bild der Amplitude und Deflection mit größer werdender Auslenkung.

ferenzspannung der beiden oberen und unteren Segmente verwendet, während für eine laterale Auslenkung die beiden linken und rechten benutzt würden. Über die Justierung eines Spiegels, kann der Lichtspot in die Mitte des Detektors gebracht werden, um in alle Richtungen den optimalen Bereich der Auslenkung zu erhalten. Die Amplitude spiegelt die maximale Auslenkung des Lichtspots auf dem Detektor wieder, während die Deflection die Differenz des Amplitudensignals auf dem unteren und oberen Bereich des Detektors darstellt und sich daher die Deflection nach dem Justieren und auch bei größeren Auslenkungen nicht mehr verändern sollte. In Abbildung 3.8 ist eine starke Abweichung von der zuvor auf Null justierten Deflection mit größer werdender Amplitude zu sehen. Die Ursache dafür liegt in dem Amplitudensignal.

Durch das Setzen des Lichtspots an die Wurzel des Cantilevers ist über die Hälfte des Lichtstrahls in seiner ovalen Form abgeschnitten, so dass kein symmetrischer Strahl mehr vorliegt. Dies führt bei dem Detektor dazu, dass eine unsymmetrische Sinusschwingung der Amplitude angezeigt wird, welche mit dem Oszilloskop gemessen werden kann. In Abbildung 3.9 ist schematisch die Amplitude mit dem Deflectionssignal für verschieden große Auslenkungen gezeigt. Mit dieser modifizierten Amplitudenschwingung, die in der abweichenden Sinusform nicht der reellen Schwingung entspricht, kann der Verlauf aus Abbildung 3.8 verstanden werden.

Durch den unsymmetrischen Strahl, wird das Amplitudensignal verändert wiedergegeben, was zu einer Verschiebung des Deflectionssignals führt. Zusätzlich erklärt sich der immer flacher werdende Amplitudenverlauf, der in Abbildung 3.8 dargestellt ist,

aus den kleinen Spitzen auf dem positiven Schwingungsberg, welche im Vergleich zur gesamten Größe der eigentlichen Schwingung nur sehr langsam wachsen. Daher kann für kleine Schwingungen im linearen Verlauf des Amplitudensignals mit der Steigung der Kurve für die Bestimmung der Amplitude in μm gerechnet werden. Für größere Amplituden muss für verschiedene Auslenkungen auf der Kurve die Differenz von gewünschtem Ausschlag und ganz gedämpfter Schwingung gewählt werden.

Die Amplitude wird, wie in Abschnitt 3.3.3 beschrieben, durch das Messprogramm während der Messung kontrolliert, auf einem konstanten Wert gehalten. Um die Stabilität der Form der Amplitudenschwingung zu überprüfen, wurden mittels eines angeschlossenen Oszilloskops während der Messung in bestimmten Intervallen Bilder des Amplitudensignals gemacht. Dieses Signal blieb immer über die gesamte Schwingungsdauer in seiner Form gleich.

Trotz dieser Konstanz in der Amplitude, wurden im aufgezeichneten Deflectionsignal während der Messung Veränderungen festgestellt, die Instabilitäten des Strahlengangs des Lichtstrahls zugeschrieben werden können. Diese leichten Veränderungen in der Deflection führen zu abweichenden Kraftkurven vor und nach der Ermüdungsmessung. Die daraus resultierenden Abweichungen in der reellen Amplitude betragen bis zu 500 nm und wurden bei der Bestimmung der Dehnung mit berücksichtigt.

3.3.3 Programm und Regelkreisläufe

Nach der Bestimmung der Auslenkung des Cantilevers, wird ein selbst programmiertes Programm eingesetzt. Dieses sorgt dafür, dass die gewünschte Amplitude in Resonanzbedingung gehalten wird. Der Programmcode ist in Anhang A beigelegt und ist für die Asylum Research AFM Software Version 9.X in Igor Pro 6.12 geschrieben. Im Folgenden werden die wichtigsten Elemente erläutert.

Der Hauptteil des Programms besteht aus zwei Regelkreisläufen, die ständig wiederholt werden. Der erste Kreislauf überprüft die Resonanzbedingung. Dabei wird als Kontrollvariable die Phase und damit die zeitliche Verschiebung von angeregter Schwingung zu detektierter Schwingung, genommen und auf 90° gehalten. Dazu wird bei Bedarf die Frequenz, mit der der Cantilever angeregt wird, verändert. Bei einer Phase unterhalb 90° wird die Frequenz schrittweise erhöht, während sie bei zu großer Phase herabgesetzt wird. So wird die Phase immer in Resonanzbedingung gehalten.

Ein zweiter Regelkreislauf überprüft die Amplitude der Schwingung. Bei Verände-

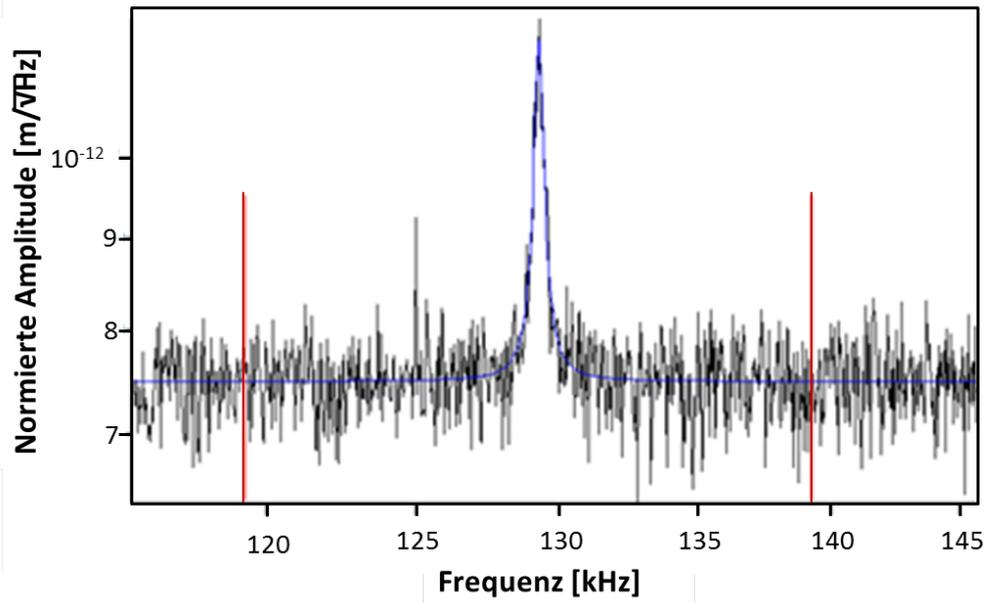


Abbildung 3.10: Thermisches Frequenzspektrum aufgenommen mit dem AFM.

rung der Phase bzw. der Resonanzfrequenz kann es zu Änderungen in der Amplitude kommen. Um dies zu verhindern, wird die resultierende Amplitude als Kontrollwert benutzt und über den Amplitudendrive, die Stärke mit der der Piezo den Cantilever anregt, beeinflusst. Dadurch wird die Amplitude zu jeder Zeit auf einem konstanten Wert gehalten und damit auch das Dehnungsprofil im Cantilever nicht verändert. Über eine Benutzeroberfläche am Computer können alle wichtigen Eingaben wie Amplitude, maximaler Amplitudendrive, Schwingungsdauer usw. vorgenommen werden. Da die getriebene Resonanzfrequenz anfällig ist für die Klemmung des Cantilevers, die Temperatur und den Amplitudendrive wird für die spätere Auswertung (Abschnitt 4.8) die thermische Resonanzfrequenz aufgezeichnet. Hierfür wird die getriebene Schwingung unterbrochen, um ein thermische Spektrum aufzunehmen. Zu diesem Zweck wird der Cantilever nur von der Umgebung angeregt und das Frequenzspektrum bis 1 GHz aufgenommen. In Abbildung 3.10 ist deutlich die Resonanzfrequenz aus dem Untergrund zu erkennen. Zusätzlich kann die AFM Software den Resonanzpeak fitten (blaue Kurve) und so die thermische Resonanzfrequenz bestimmen. Mit Hilfe der aus der Kraftkurve ermittelten Amp/Volt-Werte, kann die Software zudem die Federkonstante des Cantilevers bestimmen.

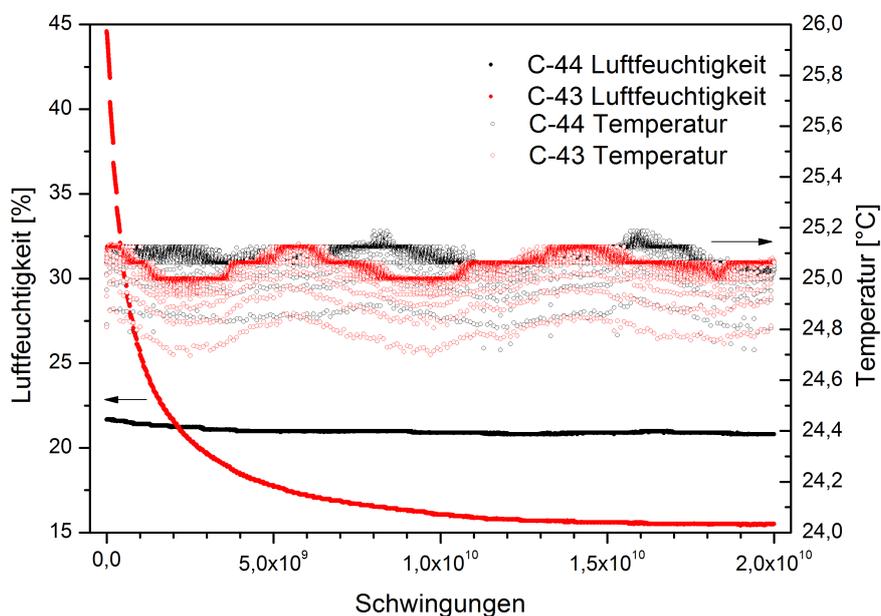


Abbildung 3.11: Luftfeuchtigkeit und Temperatur von zwei 100 nm dünnen Kupferschichten während der Ermüdungsmessung.

3.3.4 Umweltstabilität

Um während der Ermüdungsmessung kontrollierte Bedingungen zu erreichen, ist das AFM zusätzlich von einer Box umgeben, die mit einer Klimaanlage ausgestattet ist. Mit Hilfe der Raumklimaanlage und der in der geschlossenen Box befindlichen Anlage, wird eine sehr gute Temperaturstabilität mit einer Abweichung von $\pm 0,3^\circ\text{C}$ erreicht, wie in Abbildung 3.11 für zwei verschiedene 100 nm dünne Kupferschichten zu sehen ist.

Ein weiterer Umgebungsparameter ist die relative Luftfeuchtigkeit, welche mittels eines Sensors in der Box des AFM aufgezeichnet wurde. In Abbildung 3.11 ist für die zwei verschiedenen 100 nm dünnen Schichten mit Hilfe von Trockenperlen die Luftfeuchtigkeit verringert worden. Da zum Einbau und Justieren der Probe die Box für mindestens 15 Minuten geöffnet werden muss, findet ein Luftaustausch mit der Umgebung statt. Dies führt dazu, dass die Luftfeuchtigkeit durch die Trockenperlen in der geschlossenen Box erst allmählich einen konstanten Wert annimmt. Bei der Probe mit der roten Feuchtigkeitskurve wurde sofort nach dem Schließen der Box mit der Ermüdungsmessung begonnen, während für die schwarze Kurve die Probe über Nacht in der geschlossenen Kammer lag, damit für die gesamte Ermüdungsmessung

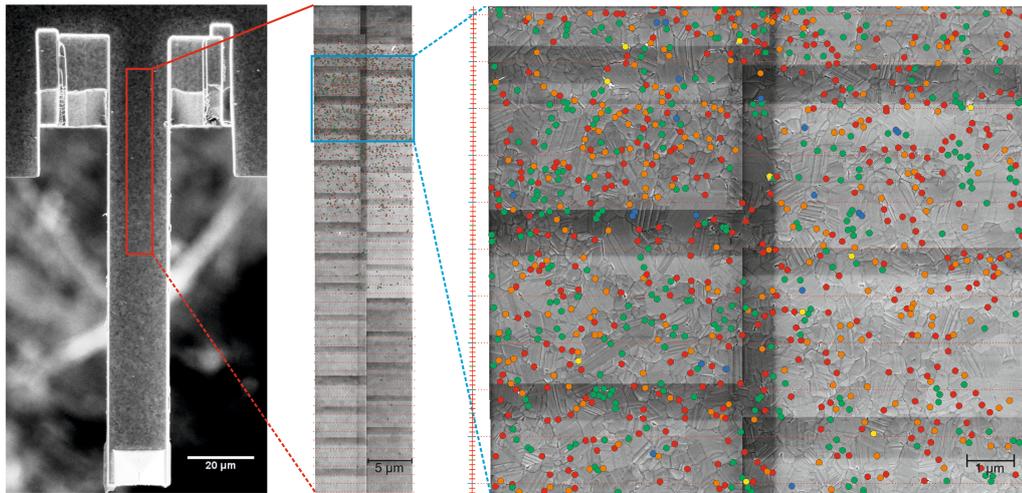


Abbildung 3.12: Auswertungsmethode für die Bestimmung der Oberflächenschädigung. Auf der linken Seite ist der gesamte Cantilever zu sehen und nach rechts hin vergrößerte Ausschnitte mit markierten Schädigungen und 1 μm großen Unterteilungen.

ein konstant niedriger Wert vorherrscht.

3.4 Charakterisierung der Schädigung

3.4.1 Bestimmung der Oberflächenschädigung

Für einen genauen Vergleich von beschädigter Cu-Schicht zur ursprünglichen Cu-Schicht wird der Cantilever nach der Beschichtung und vor dem ersten Ermüdungsschritt im REM eingebaut und ein Raster von Bildern bei 3 keV, sowie einem Arbeitsabstand von 3 mm im interessanten Bereich auf dem Cantilever der Schicht gemacht. Auf dieser Grundlage kann nach den Ermüdungsschritten genau verfolgt werden, welche Schädigungen durch den Ermüdungsvorgang entstanden sind und welche Defekte der Oberfläche schon wachstumsbedingt bei der Herstellung entstanden sind. Der wichtige abzubildende Bereich ist eine aus 2 Reihen bestehende Bildfolge entlang des Dehnungsprofils des Cantilevers wie in Abbildung 3.12 gezeigt. Über die zusammengesetzten Bilder wird zur Auswertung ein Raster mit 1 μm Abschnitten gelegt. Dabei werden die in Abschnitt 4.2 benannten unterschiedlichen Schädigungsarten mit verschiedenen farbigen Punkten markiert und später ausgezählt. Unter zu Hilfenahme der in Abschnitt 2.7.3 beschriebenen Methode zur Berechnung der Dehnung, kann die Position entlang des Cantilevers in die entsprechende Dehnung umgerechnet werden.

Die resultierenden Fehler, die bei dieser Methode anfallen, müssen in zwei verschiedene Bereiche eingeteilt werden. Zum Einen gibt es Bereiche mit hoher Schädigungsdichte, in denen der größtmögliche Fehler darin besteht, nicht alle markierten Schädigungen zu zählen, da in Extremfällen mehr als 400 Schäden pro $1\ \mu\text{m}$ Auswertestreifen zustande kommen. Daher setzt sich im Fall hoher Schädigungsdichte der Fehler aus der Ungenauigkeit der Fläche und der Zählgenauigkeit zusammen.

In Bereichen kleiner Dehnungen besteht der größtmögliche Fehler darin, einzelne Schäden nicht mehr zu erkennen, da sich bei einer kleinen Schädigungsdichte das Fehlen einzelner Schädigungen gravierender auswirkt, als bei hohen Schädigungsdichten. Daher wird für geringe Schädigungsdichten ein statistischer Wert $\frac{1}{\sqrt{n}}$ mit n als Anzahl der Schädigungen verwendet.

Die Länge der Risse und Intrusionen wurde mit Hilfe des Programms *ImageJ* gemessen und durch Mittelung und Standardabweichung eine mittlere Länge ermittelt.

3.4.2 Bestimmung der Grenzflächenschädigung

Um einen Eindruck zu bekommen, welche Schäden sich in der Schicht befinden, wurde mit Hilfe des FIBs zunächst auf die zu untersuchenden Bereiche erst Elektronenstrahlplatin und dann Galliumstrahlplatin deponiert, um diese Bereiche vor Galliumschädigung zu schützen. Danach wurde ein Querschnitt entlang des geschützten Bereichs geschnitten und dieser in 8 nm bis 20 nm dicken Scheiben weiter abgetragen. Auf diese Weise konnte ein dreidimensionaler Eindruck von der Schicht mit ihrer Grenzfläche gewonnen werden, wie es in Abbildung 4.7 in Abschnitt 4.2.2 zu sehen ist.

3.4.3 Herstellung der TEM-Lamellen

Die Herstellung von Lamellen aus einem Querschnitt der Probe mittels FIB ist ein gängiges Verfahren für die Präparation von Proben für das TEM. Die Fertigung von Lamellen, welche aus der Schichtebene kommen, ist je nach Probe eine mehr oder weniger große Herausforderung.

Für Schichtdicken der Kupferschicht unterhalb von 100 nm ist es möglich, aus den $2\ \mu\text{m}$ dicken Cantilevern solche Lamellen für das TEM herzustellen. Die wichtigsten Schritte der von Volker Radisch vorgenommenen Präparation sind in Abbildung 3.13 zu sehen.

Da die Kupferschicht während der gesamten Präparation nicht in Kontakt mit dem

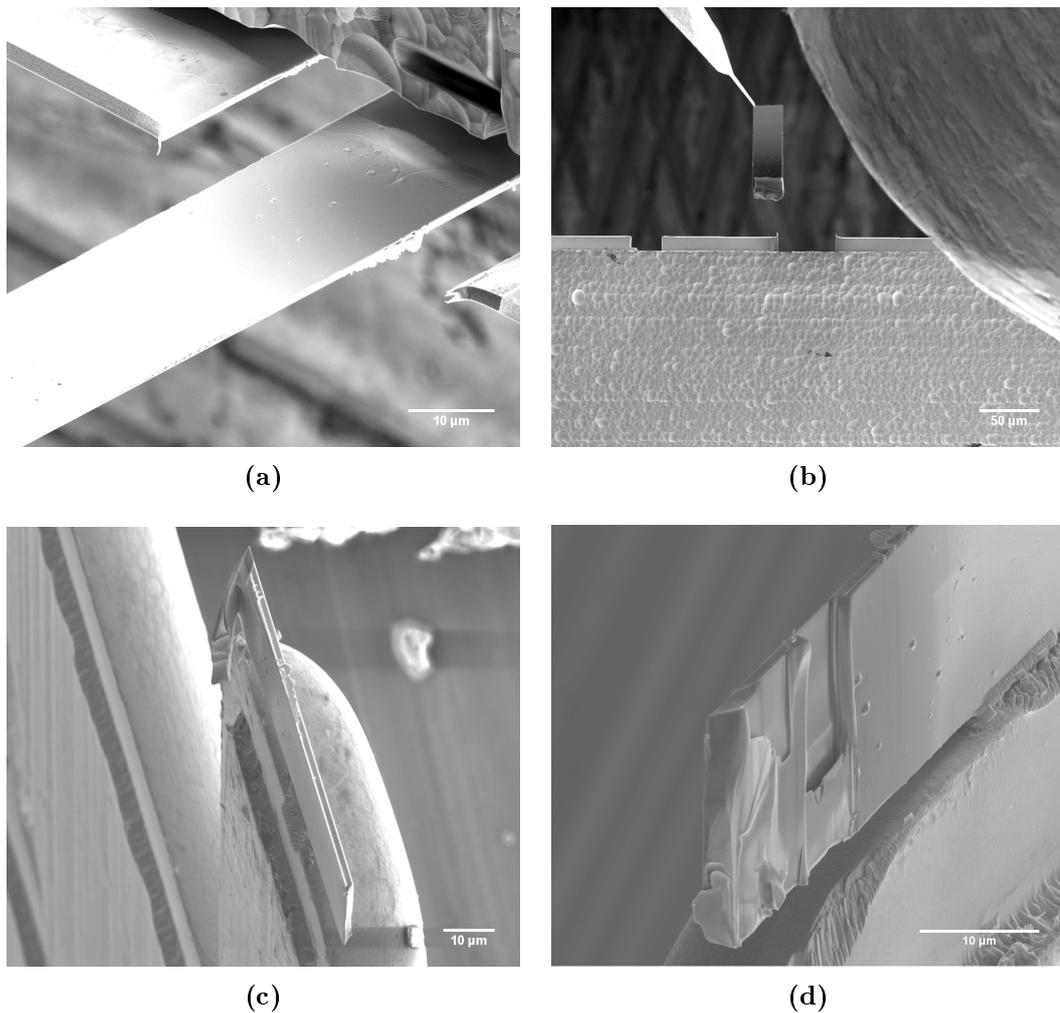


Abbildung 3.13: Präparationsschritte zur Herstellung einer TEM-Lamelle aus der Schichtebene heraus, (a) Schnitt unterhalb des Cantilevers zum Abtrennen des Biegebalkens, (b) Transfer mit Hilfe des Mikromanipulators vom Chipträger weg auf (c) einen Kupfer TEM-Halter, (d) wo die Probe von der SiN Rückseite her zum Durchstrahlen im TEM ausgedünnt wird.

Galliumstrahl kommen soll, um eventuelle Schädigungen durch die Galliumionen auszuschließen, wird der Cantilever samt Chipträger mit der Rückseite auf einem REM-Teller mit Leitsilber befestigt. Der Cantilever muss dabei über der Kante des REM-Tellers positioniert werden, da der Teller sonst die Kupferschicht beschädigen bzw. den gesamten Cantilever abbrechen könnte.

Im ersten Schritt wird der Cantilever auf der Hälfte seiner Länge abgeschnitten, um das Gewicht beim späteren Transfer zu minimieren. Zudem liegt der interessante Bereich der Schädigungen um die Wurzel des Cantilevers herum, weshalb der Bereich um die Spitze vernachlässigt werden kann. Um auch einen Teil des ungeschädigten Bereichs mit in die Lamelle einzubeziehen, wird von der Rückseite her

unterhalb des Cantilevers ein Schnitt gesetzt (a), welcher noch einen Teil des Chipträgers mit herauslöst. Durch ein Platinpflaster befestigt, wird der Cantilever mittels eines Mikromanipulators vom Chipträger gelöst (b) und auf einen Standardhalter aus Kupfer für das TEM transferiert. Dort wird der Cantilever wieder durch Platinpflaster an dem Halter fixiert. Deutlich ist in (c) die Cantileverwurzel zu erkennen, da dort noch ein Teil aus dem Chipträger sichtbar ist, welcher den ungeschädigten Bereich darstellt. Dieser Teil aus dem Chipträger wird abgeschnitten und wie bei der Standard-Lamellenpräparation ein Sichtfenster fürs TEM gedünnt (d). Das Dünnen geschieht jedoch nur von der Seite der SiN Schicht her, um die Kupferschicht nicht zu beschädigen.

Kapitel 4

Experimentelle Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die experimentellen Ergebnisse der Arbeit vorgestellt. Zuerst werden die gesputterten Kupferschichten nach dem Wachstum hinsichtlich ihrer Eigenschaften bezüglich Schichtdicke, Korngröße und Orientierung der Körner charakterisiert. Detaillierte Beschreibungen der bei den ermüdeten Kupferschichten auftretenden Oberflächenschädigungsformationen, sowie eine Analyse der Grenzschicht zwischen Kupferfilm und Substrat, folgen. Des Weiteren werden die gemessenen Schädigungsdichten von den Oberflächenschäden der Schicht in Bezug zur ermittelten Schichtdicke und zu den lokalen Dehnungen gesetzt.

Der Verlauf der dominierenden Schädigungsarten und deren Entwicklung mit der Schwingungsanzahl werden detailliert untersucht und die Lebenserwartung der einzelnen Schichtdicken bestimmt. Die während der Ermüdungsmessung am AFM erhaltenen Frequenzsignale werden ausgewertet und ein Bezug zur Schädigungsdichte hergestellt.

4.1 Schichteigenschaften

Die ermittelten Werte für die Schichtdicke, die mittlere Korngröße und die Textur der Schichten, welche nach den in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Methoden bestimmt wurden, werden im Folgenden dargestellt. Die Stabilität dieser Schichteigenschaften während der Ermüdungsmessung wird in Abschnitt 4.2.7 erläutert.

Nummer	Schichtdicke [nm]	Max. Dehnung [%]	Schwingungsintervalle
C-41	0	0,106	$2 \cdot 10^{10}$
C-10	10	0,204	$2 \cdot 10^{10}$
C-24	20	0,195	$2,6 \cdot 10^{10}$
C-16	40	0,210	$2 \cdot 10^{10}$
C-32	40	0,143	$2 \cdot 10^{10}$
C-31	60	0,214	$2 \cdot 10^{10}$
C-29	70	0,196	$2 \cdot 10^{10}$
C-38	70	0,149	$2 \cdot 10^{10}$
B-10	100	0,085	10 Intervalle auf $2,7 \cdot 10^{11}$
C-09	100	0,209	$2/5/7,2 \cdot 10^{10}$
C-43	100	0,108	$2 \cdot 10^{10}$
C-44	100	0,179	$2 \cdot 10^{10}$
C-19	150	0,220	$1/2/3/5 \cdot 10^{10}$
C-47	150	0,159	$2 \cdot 10^{10}$
C-49	200	0,160	$2 \cdot 10^{10}$
B-24	210	0,113	$1/2/3/5,5/7 \cdot 10^{10}, 1 \cdot 10^{11}$
C-23	250	0,136	$2 \cdot 10^{10}$
C-20	300	0,230	$1 \cdot 10^{10}$
Can-101	360	0,127	$1,6 \cdot 10^{10}$

Tabelle 4.1: Übersicht der Daten der gemessenen Proben.

4.1.1 Schichtdicke und Korngröße

In Tabelle 4.1 sind die für diese Arbeit verwendeten Proben mit ihrer Schichtdicke und den Schwingungsintervallen aufgelistet. Die Proben mit der Bezeichnung $B-xx$ wurden im Rahmen der Bachelorarbeit von Anja Westphal [Wes11] untersucht. Die ermittelten Schichtdicken im Verhältnis zu den Korngrößen sind in Abbildung 4.1 zusammen mit den Werten für die Kupferschichten aus den in Abschnitt 2.4 erläuterten Arbeiten zu sehen. Die durchgezogene Linie (Schichtdicke = Korngröße) trennt die Bereiche von kolumnarem und nicht kolumnarem Kornwachstum. Die Kupferschichten dieser Arbeit liegen alle im kolumnaren Bereich, was auch Querschnittsaufnahmen im REM und TEM bestätigen. Zudem weisen die Schichten ein Verhältnis von Korngröße zu Schichtdicke von 2:1 auf, welches durch die gestrichelte Linie angedeutet ist. Insgesamt fügen sich die gewachsenen Schichten sehr gut zu

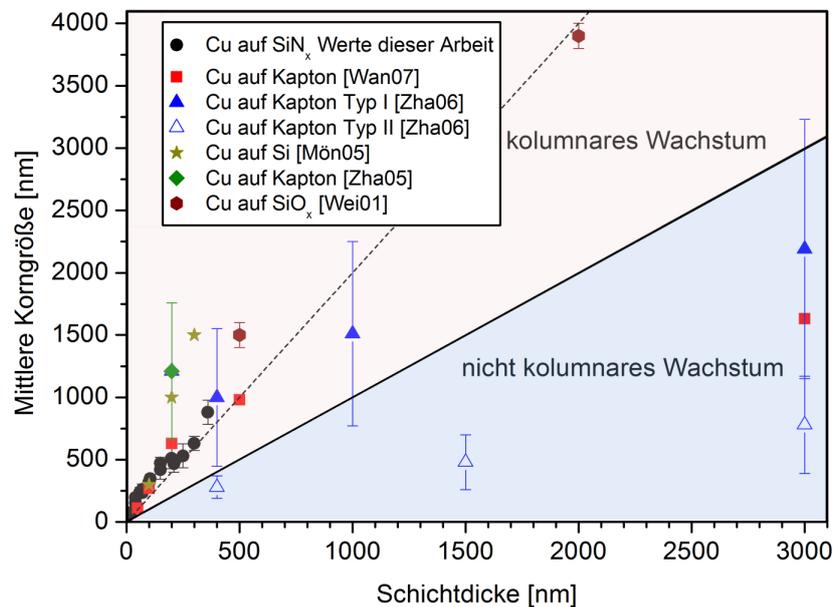


Abbildung 4.1: Mittlere Korngröße für verschiedene Schichtdicken bei gleicher Auslagerungstemperatur. Die durchgezogene Linie markiert Schichtdicke = Korngröße.

den bereits in der Literatur charakterisierten Kupferschichten.

Für die Dichte der Zwillingsgrenzen pro Korn ergibt sich in Abbildung 4.2 ein leichter Anstieg in Abhängigkeit von der Schichtdicke. Eine Verdoppelung der Zwillingsgrendichte von der 40 nm dünnen bis zu der 300 nm dicken Schicht ist zu erkennen. Dabei ist der Fehler relativ groß, da die Zwillinge nicht homogen über alle Körner verteilt sind, sondern konzentriert in einzelnen Körnern auftreten.

4.1.2 Textur der Kupferschichten

In Abbildung 4.3 sind EBSD-Karten, die Kornorientierungen mit den zugehörigen inversen Polfiguren einer (a) 100 nm dicken Kupferschicht und einer (b) 40 nm dünnen Schicht, gezeigt. In den Karten ist die Orientierung der Körner farblich markiert und in Verbindung zu den Polfiguren gesetzt. Zudem sind die Korngrenzen eingezeichnet. Die EBSD-Karten wurden nachträglich mittels der Software „Channel 5“ von Oxford Instruments nachbearbeitet, da es im Bereich der Korngrenzen dazu kommen kann, dass der Elektronenstrahl zwei verschiedenen Körner anregt und damit Kikuchi-Bänder aus beiden Körnern in einem Bild erscheinen und diese nicht getrennt indiziert werden können. Durch die Nachbearbeitung können diese Bereiche

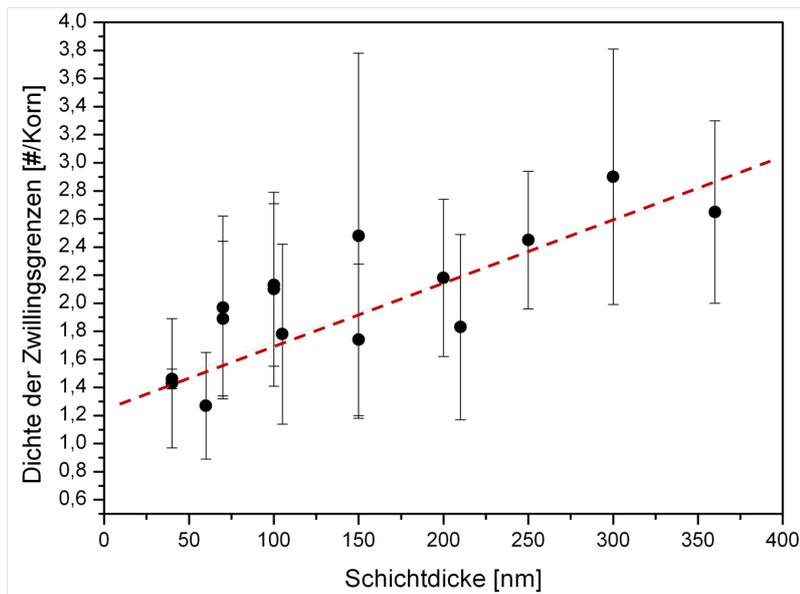


Abbildung 4.2: Dichte der Zwillingsgrenzen pro Korn in Abhängigkeit von der Schichtdicke.

den jeweiligen Körnern zugeordnet werden.

Beide Schichtdicken zeigen dieselbe Verteilung in allen drei Raumrichtungen der Polfiguren. In der Schichtebene ist keine ausgezeichnete Orientierung der Körner zu erkennen. Senkrecht zur Oberfläche sind die $\langle 111 \rangle$ und die $\langle 001 \rangle$ Orientierungen stark bevorzugt. Da die Schichten bei der gleichen Temperatur ausgelagert wurden, ist auch keine Veränderung der Orientierung zu erwarten. Dies stimmt sehr gut mit aus Röntgendiffraktometriemessungen bestimmten Orientierungen anderer Kupferschichten aus der Literatur überein (z.B. [Wan07]).

Aufgrund der EBSD-Scanschrittweite von 50 nm sind nahezu keine Zwillinge in den Karten zu erkennen, da diese bei den gezeigten Schichtdicken schmaler als die gewählte Schrittweite sind.

4.2 Schädigungsformationen

Im folgenden Abschnitt werden die bei der hochzyklischen Ermüdungsmessung aufgetretenen Schädigungsarten, welche von verschiedenen Extrusionsformen sowie Rissen und Intrusionen bis hin zu Schädigungen an Zwillingen reichen, vorgestellt. Dies geschieht anhand von Beispielen und Erläuterungen der REM-Oberflächenaufnahmen. Querschnitte der Kupferschichten erlauben zusätzlich einen Blick in die Schicht und legen die Grenzfläche zum Substrat frei. Anschließend wird die Stabilität des Korngefüges anhand von EBSD-Karten überprüft.

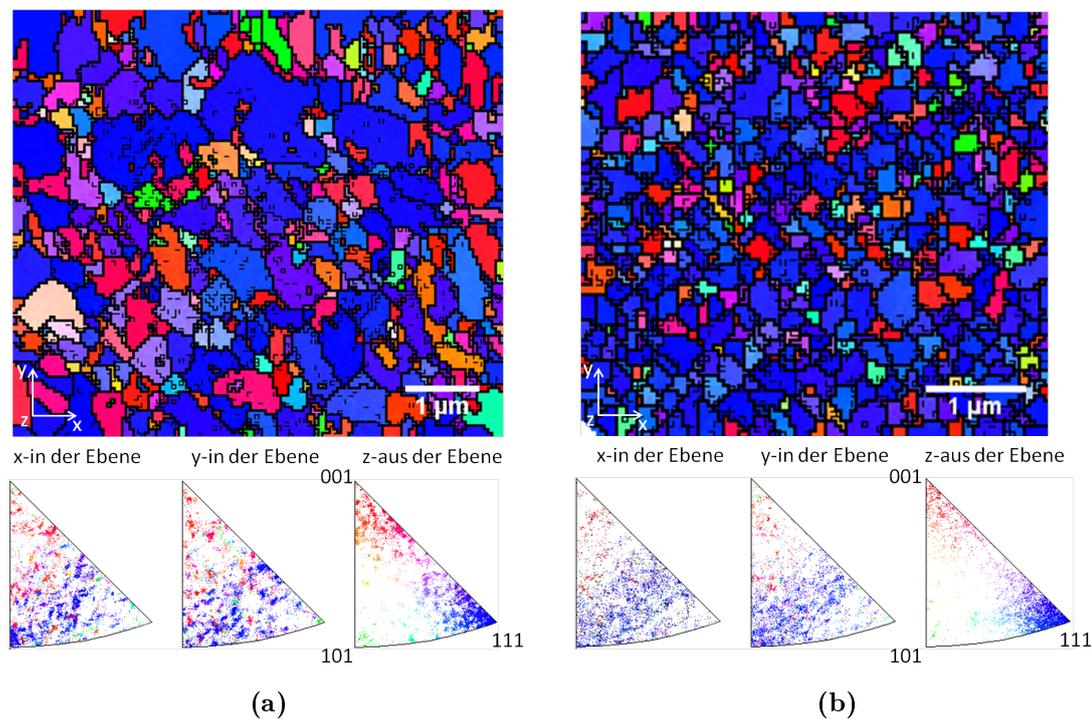


Abbildung 4.3: EBSD-Karten der Kornorientierungen in einer (a) 100 nm und (b) einer 40 nm dünnen Kupferschicht.

4.2.1 Risse und Intrusionen

Risse, die entlang einer Korngrenze die komplette Schicht durchschneiden, und Intrusionen, welche lediglich Oberflächensenken an Korngrenzen darstellen, sind in Abbildung 4.4 gezeigt. Während Risse, exemplarisch in Abbildung (a) in der 150 nm dicken Schicht aufgenommen, bei Schichtdicken ≥ 150 nm auftreten, sind die Intrusionen, hier am Beispiel einer 40 nm dünnen Schicht in Abbildung (b) zu sehen, nur bei Schichtdicken ≤ 100 nm gefunden worden.

Risse treten immer an Korngrenzen auf und können sich auch über mehrere verschiedene Korngrenzen erstrecken. Dabei liegt die typische Länge der Risse, wie in Abbildung 4.5 erkennbar, zwischen 100 nm und 420 nm. Sie kommen unabhängig von der Schichtdicke bzw. Korngröße in allen untersuchten Schichtdicken von 150 nm bis 360 nm vor. Risse treten überwiegend einzeln auf, können aber auch vereinzelt gepaart mit Extrusionen an Korngrenzen und ausgehend von Korn-Extrusionen beobachtet werden. Eine Korrelation zur Dehnungsrichtung des Cantilevers ist nicht vorhanden.

Intrusionen liegen zwar auch an Korngrenzen, haben aber eine typische Länge von unter 130 nm. Daher erscheinen sie im Gegensatz zu den Rissen eher als kleine

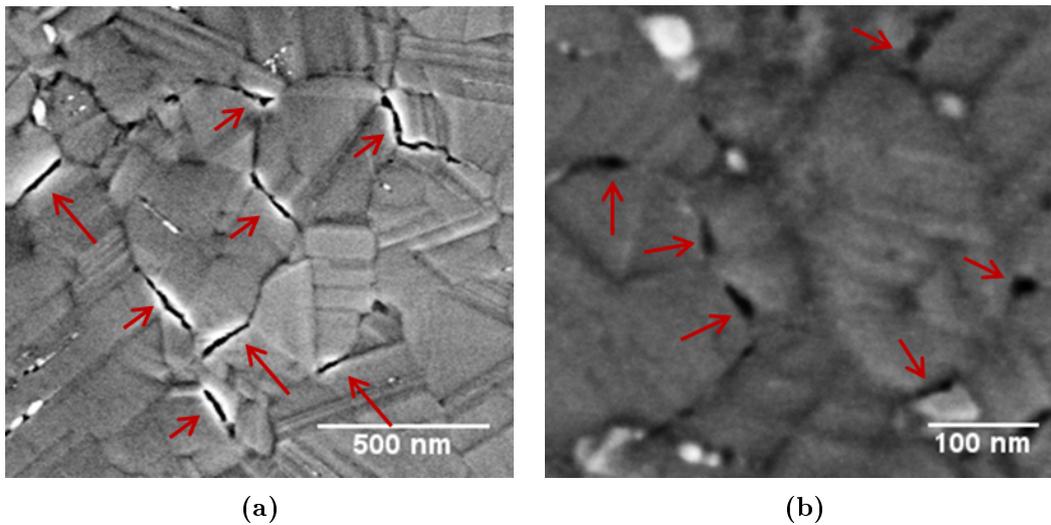


Abbildung 4.4: REM-Aufnahmen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (a) einer 150 nm dicken Kupferschicht mit Rissen entlang einer oder mehrerer Korngrenzen (0,195 % Dehnung) und (b) Intrusionen an Korngrenzen in einer 40 nm dünnen Schicht (0,2 % Dehnung).

schwarze punktförmige Gebilde. Diese treten allein oder zusammen mit Extrusionen an Korngrenzen auf.

Bei der Gegenüberstellung der mittleren Länge von Rissen und Intrusionen in Ab-

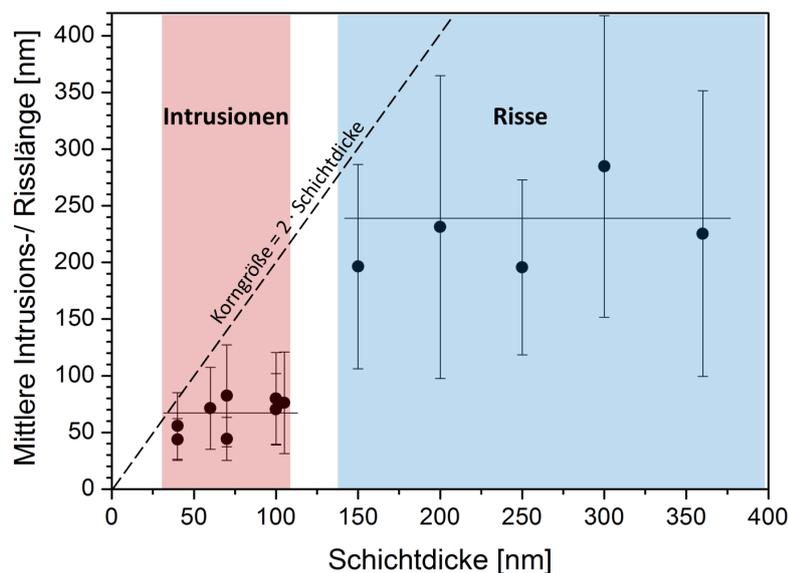


Abbildung 4.5: Mittlere Intrusions- / Risslänge in Abhängigkeit von der Schichtdicke bei Dehnungen bis 0,22 % und $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen. Die gestrichelte schwarze Linie stellt die Abhängigkeit der Korngröße von der Schichtdicke aus Abbildung 4.1 dar. Die gefundenen Risse und Intrusionen sind immer kleiner als die mittlere Korngröße

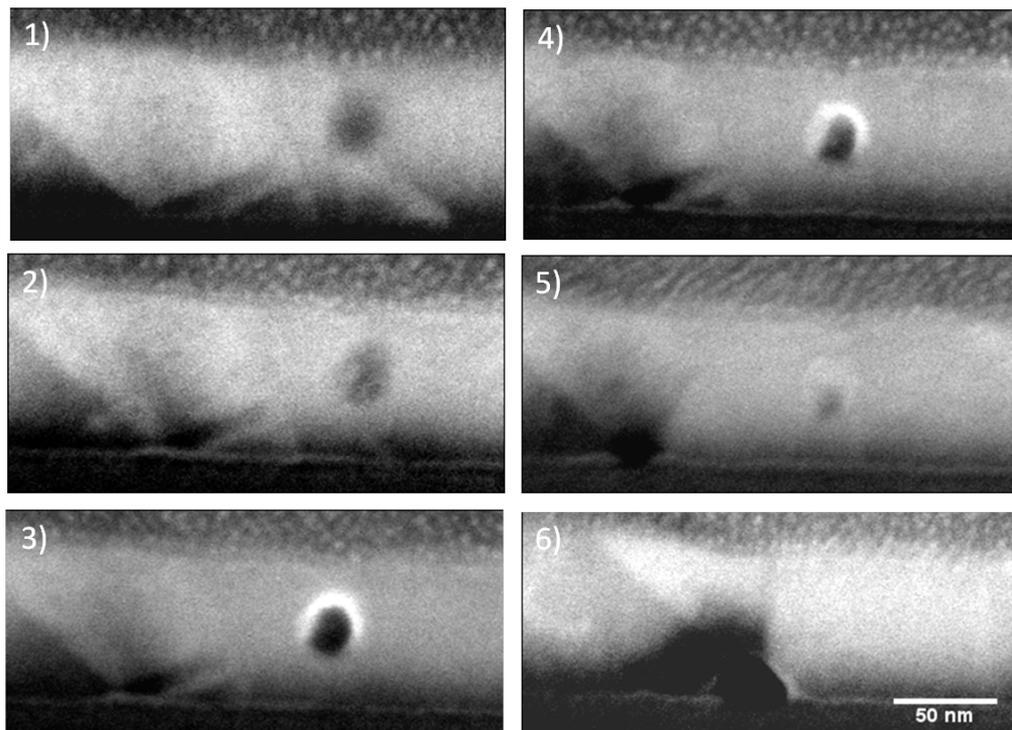


Abbildung 4.7: REM-Querschnittsaufnahmen einer nach $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen ermüdeten 100 nm dünnen Kupferschicht mit einem Loch an einer Zwillingsgrenze in der Kupferschicht (0,2 % Dehnung). Für die Bilderserie wurde die Schicht in Abständen von ca. 8 nm durchgeschnitten.

eine Serie von REM-Querschnittsaufnahmen gezeigt, die für eine Schicht in Abständen von ungefähr 8 nm geschnitten wurde. In 1) ist der Ursprung des Loches an einer Zwillingsgrenze zu sehen. Zudem zeigt die Bilderserie, dass das Loch eine etwa kugelförmige Form aufweist. Eine quantitative Auswertung von Lochform und Häufigkeit kann aufgrund der aufwendigen und destruktiven Auswertungsmethode jedoch nicht gegeben werden.

4.2.3 Korn-Extrusionen

Es konnten drei verschiedene Arten von entstandenen Extrusionen beobachtet werden. Die erste ist eine Erhebung von Teilen oder des gesamten Kornes aus der Schichtebene heraus. In Abbildung 4.8 (a) ist in der 360 nm dicken Kupferschicht zum Einen links die Extrusion einer Ecke eines Kornes deutlich zu erkennen, zum Anderen wurde das große Korn rechts im Bild komplett aufgeraut und aus der Schicht heraus gedrängt. In (b) ist eine Erhebung einer Ecke eines Kornes in einer 100 nm dicken Kupferschicht zu sehen. Diese Extrusionen von Körnern oder Teilen dieser wurden in allen untersuchten Schichtdicken gefunden, wobei diese Schädigungsart

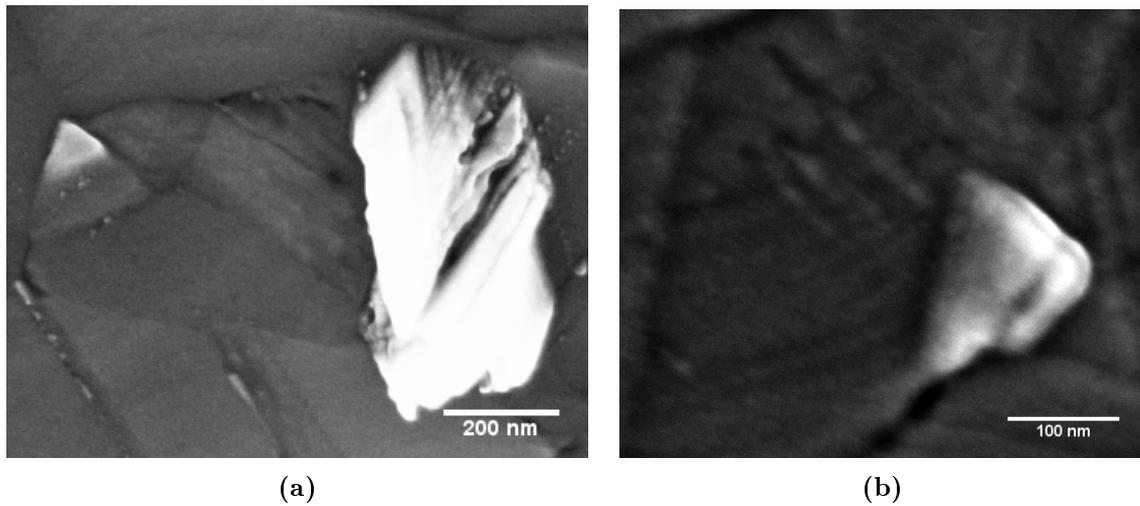


Abbildung 4.8: REM Aufnahmen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von (a) Korn-Extrusionen in der 360 nm dicken Kupferschicht (0,127 % Dehnung), welche ein ganzes Korn (rechts) und den Teil eines Kornes (links) emporheben, und (b) einer Erhebung eines Teils des Kornes in einer 100 nm dicken Kupferschicht (0,183 % Dehnung).

nur bei relativ großen Dehnungen auftritt.

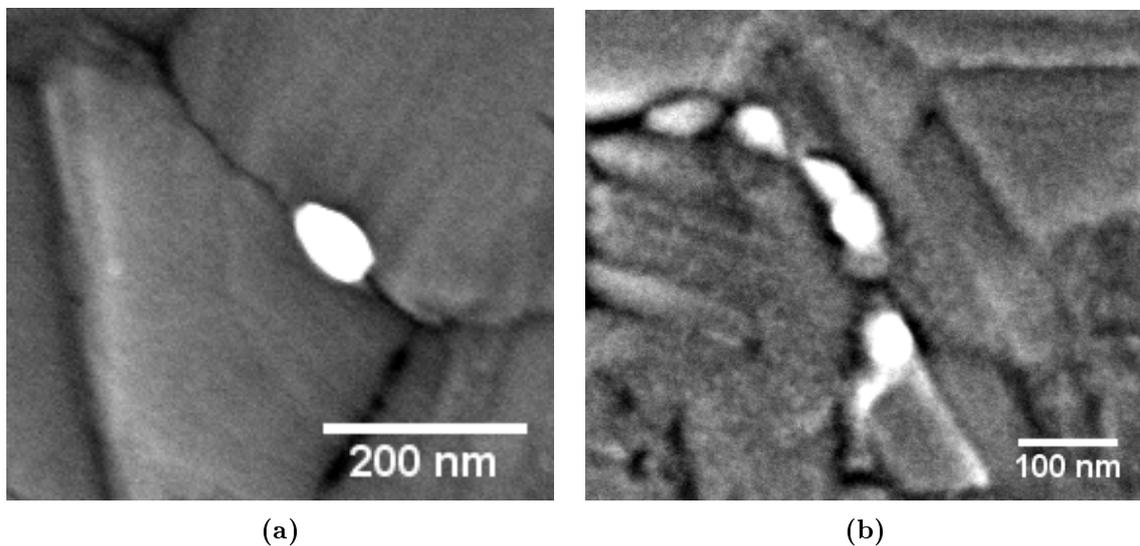


Abbildung 4.9: REM Aufnahmen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von (a) einer Korngrenzen-Extrusion entlang einer Korngrenze in der 360 nm dicken Kupferschicht (0,126 % Dehnung) und (b) von mehreren Korngrenzen-Extrusionen auf einer Korngrenze in einer 100 nm dicken Kupferschicht (0,173 % Dehnung).

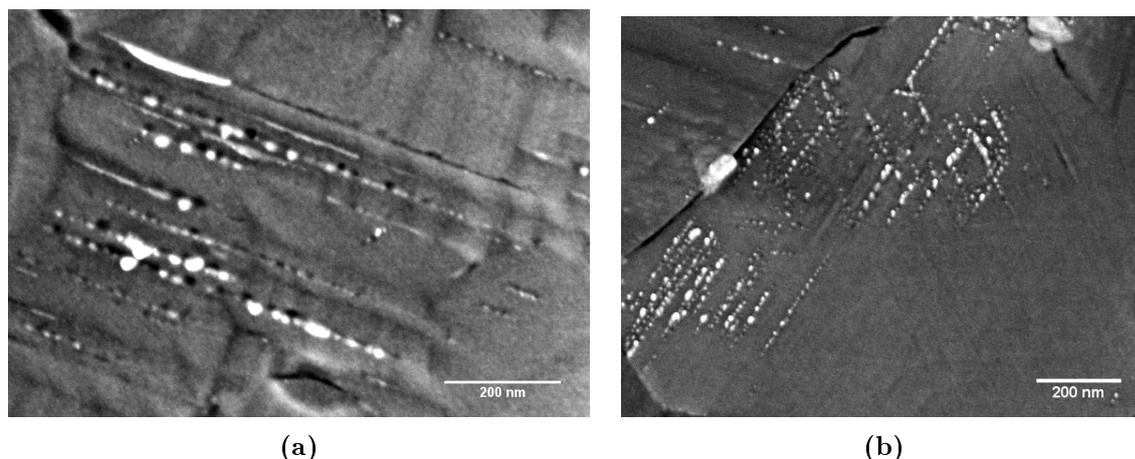


Abbildung 4.10: REM Aufnahmen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von (a) Zwillingsgrenzen-Extrusionen mit verschieden starker Ausprägung entlang von Zwillingsgrenzen mit verschieden starker Ausprägung in einer 250 nm dicken Kupferschicht (0,136 % Dehnung) und (b) von mehreren Zwillingsgrenzen-Extrusionen in Richtung der Gleitebenen mitten in einem Korn einer 360 nm dicken Kupferschicht (0,126 % Dehnung).

4.2.4 Korngrenzen-Extrusionen

Die zweite Art der beobachteten Extrusionen sind solche an Korngrenzen, wie in Abbildung 4.9 gezeigt. Diese meist rundlich bis länglich ovalen Erhebungen liegen immer auf Korngrenzen. Sie können alleinstehend oder in Verbindung mit einem Riss oder einer Intrusion auftreten. Diese Schädigungsform wird ebenfalls bei allen Schichtdicken beobachtet und tritt schon ab mittleren Dehnungen auf. In Abbildung 4.6 ist eine Extrusion im grün markierten Bereich im Querschnitt zu sehen. Diese Extrusion liegt an einer Korngrenze mit einem Loch an der Grenzfläche zum Substrat. Die Formen von Extrusion und Loch sind rundlich und weisen keine direkte Korrelation zueinander bzw. zu einer Gleitebene auf.

4.2.5 Zwillingsgrenzen-Extrusionen

Eine dritte Art von Extrusionen tritt vorzugsweise an Zwillingsgrenzen auf. Diese Extrusionen an Zwillingsgrenzen bestehen aus einer Aneinanderreihung von vielen kleinen Extrusionen, wie in Abbildung 4.10 zu sehen ist. In (a) sind verschieden stark ausgeprägte Extrusionen entlang der Zwillingsgrenzen eines Kornes zu erkennen. Im frühen Stadium des Entstehens dieser Extrusionsform bilden sich erst kleine Extrusionen in regelmäßigen Abständen parallel zur Zwillingsgrenze, welche mit fortschreitender Zyklenzahl immer größer werden und später sogar zu einer durch-

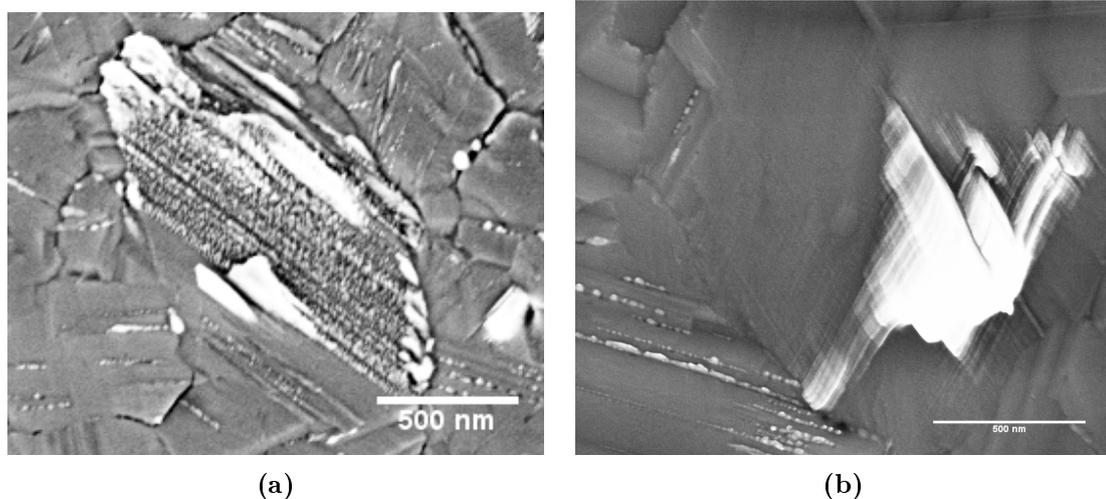


Abbildung 4.11: REM Aufnahmen von (a) Extrusionslinien, die eine Extrusion des Kornes in einer 300 nm dicken Kupferschicht hervorrufen nach $1 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (0,223 % Dehnung) und (b) Extrusion eines Kornes mit Vorzugsrichtungen in einer 360 nm dicken Kupferschicht nach $1,6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (0,127 % Dehnung).

gehenden, linienförmigen Extrusion wachsen, wie oben links in (a) zu erkennen ist. Dieses Verhalten wurde bei allen ermüdeten Schichten beobachtet.

Zusätzlich zu den Extrusionen auf den Zwillingsgrenzen wurden solche Schädigungsformationen auch mitten in Körnern gefunden, wo kein Anzeichen für eine Zwillingsgrenze im REM zu erkennen war. In (b) ist ein Korn der 360 nm dicken geschädigten Kupferschicht gezeigt, welche Extrusionen in einer Linie aneinandergereiht in Richtung der Gleitebenen zeigt.

In Abbildung 4.6 ist im blau markierten Bereich ein Querschnitt einer fast parallel geschnittenen Linie von Extrusionen entlang einer Zwillingsgrenze gezeigt. Die einzelnen Extrusionen der Linie sind viel kleiner als die Extrusion im grünen Bereich. Zudem sind um die einzelnen Extrusionen kleine Senken zu erkennen, welche auch in der Oberflächenaufnahme sichtbar sind. Parallel zur Zwillingsgrenze in der Schicht ist wieder ein Loch an der Grenze zum Substrat zu erkennen.

Die oben beschriebene Verschmierung der aneinandergereihten Extrusionen zu einer länglichen Extrusion mit zunehmender Schwingungszahl wird bei Betrachtung von Abbildung 4.11 (a) noch deutlicher. Bei diesem Korn in einer 300 nm dicken Kupferschicht nach $1 \cdot 10^{10}$ Schwingungen ist der Übergang einzelner Linien von Extrusionen zu durchgängigen Extrusionen und zur Bildung einer Extrusion von Teilen des ganzen Kornes, wie es in Abschnitt 4.2.3 beschrieben wurde, zu erkennen. Auch in Abbildung 4.8 (a) sind die Extrusionen in der oben beschriebenen Form von

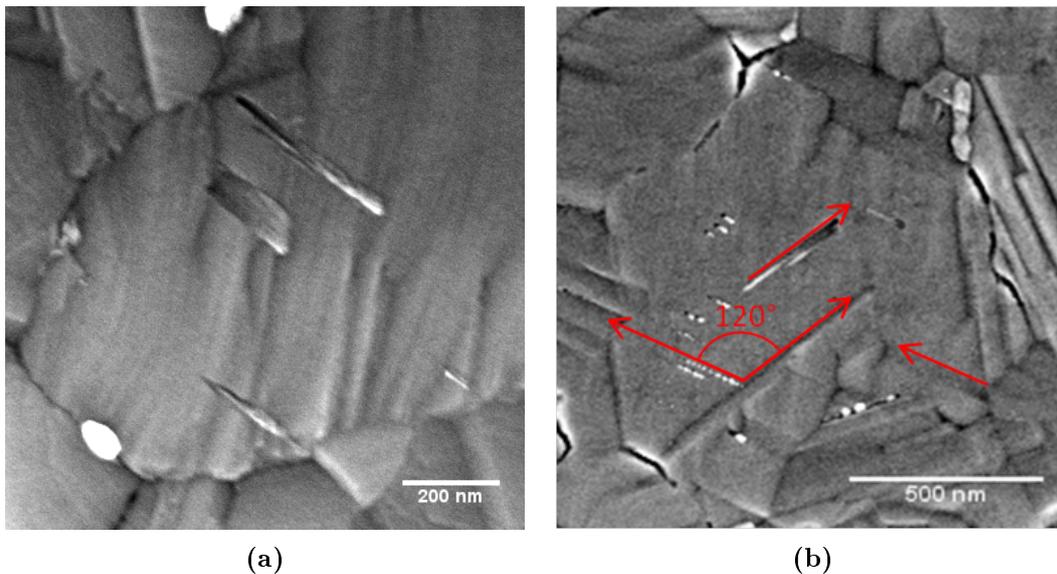


Abbildung 4.12: REM Aufnahmen nach $1,6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von (a) mehreren Zwillingschädigungen unterschiedlicher Breite in einer 360 nm dicken Kupferschicht (0,127 % Dehnung) und nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von (b) Zwillingschädigungen in einer 150 nm dicken Kupferschicht mit Relation zu Zwillingsgrenzen-Extrusionen und Zwillingen im Korn (0,21 % Dehnung) .

hintereinandergereihten Extrusionen und Senken am Rand der Erhebung des Korn-teils deutlich sichtbar. In (b) zeigt die Extrusion eines Teils eines Kornes deutliche Vorzugsrichtungen, welche den Vorzugsrichtungen in Abbildung 4.10 (b) gleichen.

4.2.6 Zwillingschädigung

Eine weitere Schädigungsart ist die Zwillingschädigung, die ausschließlich innerhalb von Körnern gefunden wurde. Wie in den REM-Aufnahmen in Abbildung 4.12 zu sehen ist, gibt es immer eine dunkle Seite, welche unterhalb der Oberfläche liegt, und eine helle Seite die aus der Ebene herausragt. Die Zwillingschädigungen liegen in bestimmten Richtungen, welche in Abbildung (b) markiert sind. Diese liegen parallel oder mit einem Winkel von 60° verkippt zu schon bestehenden Zwillingen und Zwillingsgrenzen-Extrusionen. Dies legt nahe, dass es sich dabei um die Gleitebenen des Kornes handelt. Zudem könnte es sich bei den Zwillingschädigungen um eine Zwillingsbildung im Korn handeln.

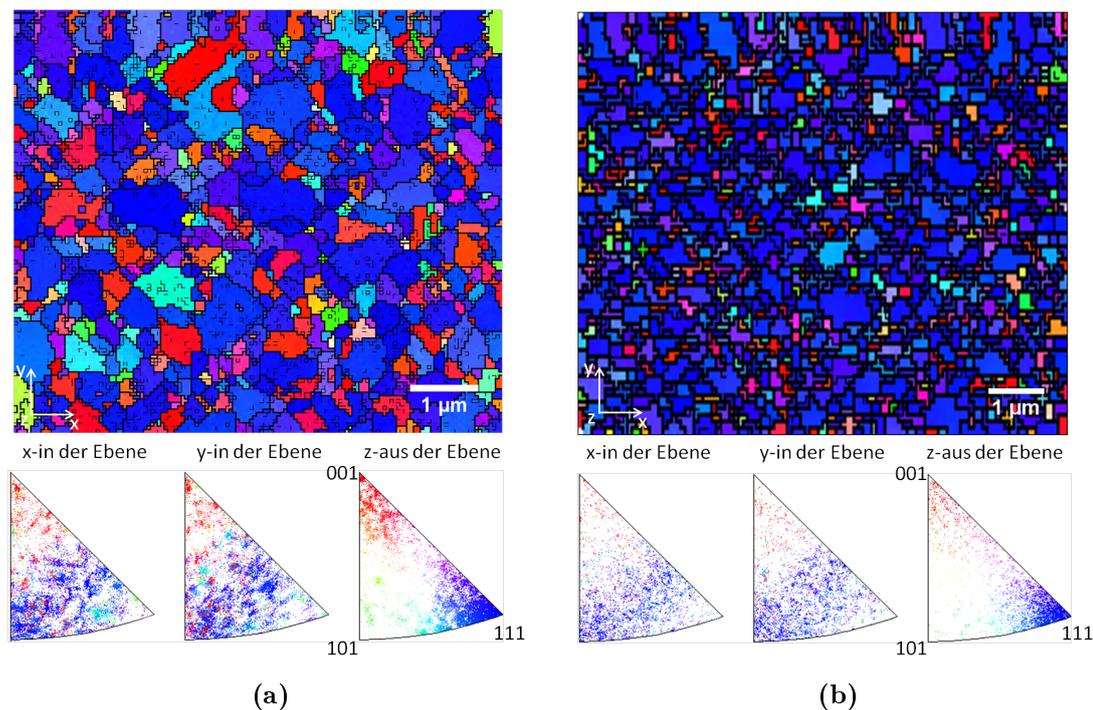


Abbildung 4.13: EBSD-Karten der Orientierung der Körner nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen in einer ermüdeten (a) 100 nm und (b) 40 nm dünnen Kupferschicht.

4.2.7 Stabilität des Korngefüges

Zur Stabilitätsuntersuchung der Kornorientierungen, nachdem die Ermüdungsmessung beendet wurde, werden EBSD-Karten von ermüdeten Kupferschichten aufgenommen. Aufgrund der mit der EBSD-Messung starken Beanspruchung der Kupferschicht durch Kontamination mit Kohlenstoff konnten keine EBSD-Karten desselben Gebietes vor und nach der Ermüdungsmessung durchgeführt werden. Um trotzdem eine Aussage über einen möglichen Orientierungswechsel der Körner machen zu können, wurden jeweils benachbarte Bereiche vor und nach der Ermüdung charakterisiert. Die EBSD-Karten für die unermüdeten 100 nm und 40 nm dünnen Kupferschichten sind in Abbildung 4.3 in Abschnitt 4.1.2 vorgestellt worden. In Abbildung 4.13 sind die EBSD-Karten von diesen Schichten nach einer Schwingungszahl von $2 \cdot 10^{10}$ im geschädigten Bereich gezeigt. Die Verteilung der Orientierungen in den inversen Polfiguren zeigt sowohl in der Schichtebene, als auch senkrecht dazu, keine Unterschiede zu den Orientierungsverteilungen der nicht ermüdeten Schichten in Abbildung 4.3.

Weiterhin bleibt die mittlere Korngröße konstant. Auch bei der Auswertung der Schädigungen, wie in Abschnitt 3.4.1 beschrieben, kann kein Anzeichen von Korn-

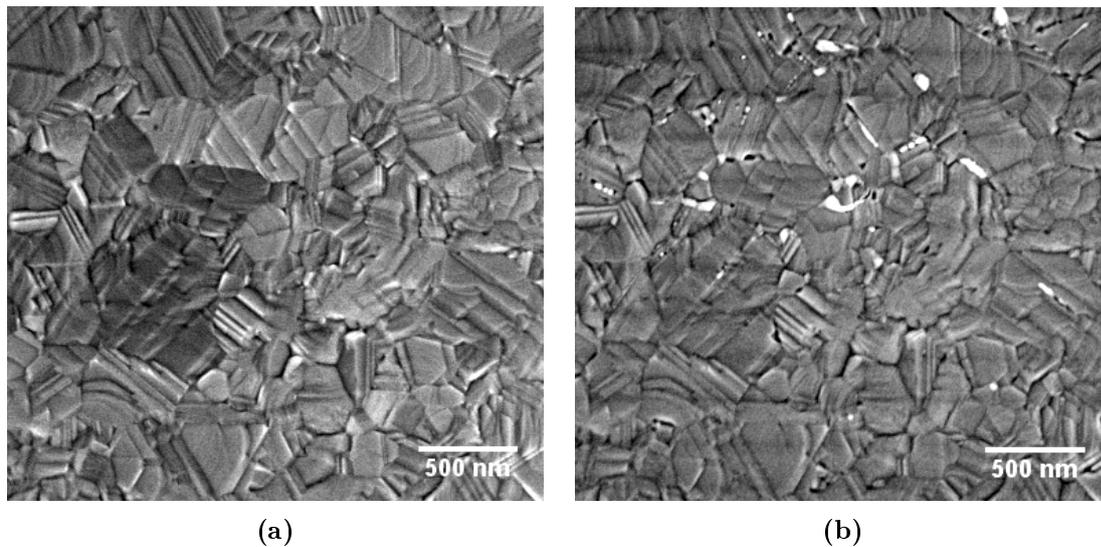


Abbildung 4.14: Vergleich der Kornstruktur einer 100 nm dünnen Kupferschicht (a) vor und (b) nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

wachstum entdeckt werden. Als Beispiel ist in Abbildung 4.14 eine REM-Aufnahme einer 100 nm dünnen Schicht vor der Ermüdung (a) und nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (b) zu sehen. Es ist keine Änderung der vorher durch Auslagern der Schicht (siehe Abschnitt 3.2.2) entstandenen stabilen Kornstruktur zu erkennen.

4.3 Schadensentwicklung entlang des Dehnungsprofils des Cantilevers

Im Folgenden werden die Schadensdichten pro Korn in Abhängigkeit der lokalen Dehnung entlang des ermüdeten Cantilever, nach der Schichtdicke der Kupferschichten geordnet, vorgestellt. Die dabei auftretenden Oberflächenschadigungsarten aus Abschnitt 4.2 werden einzeln aufgetragen. Die für diese Auswertung herangezogenen Schadensdichten werden nach einer Zyklenzahl von $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen ermittelt. Nur für die 360 nm dicke Schicht stammen die Schädigungswerte nach einer Gesamtschwingungszahl von $1,6 \cdot 10^{10}$ Zyklen. Zur besseren Orientierung des Dichteverlaufs sind die einzelnen Punkte verbunden und der Fehler, der durch die Bestimmung und Auswertung zustande kommt (siehe Abschnitt 3.4.1), ist zur besseren Übersichtlichkeit nicht in die Diagramme eingetragen.

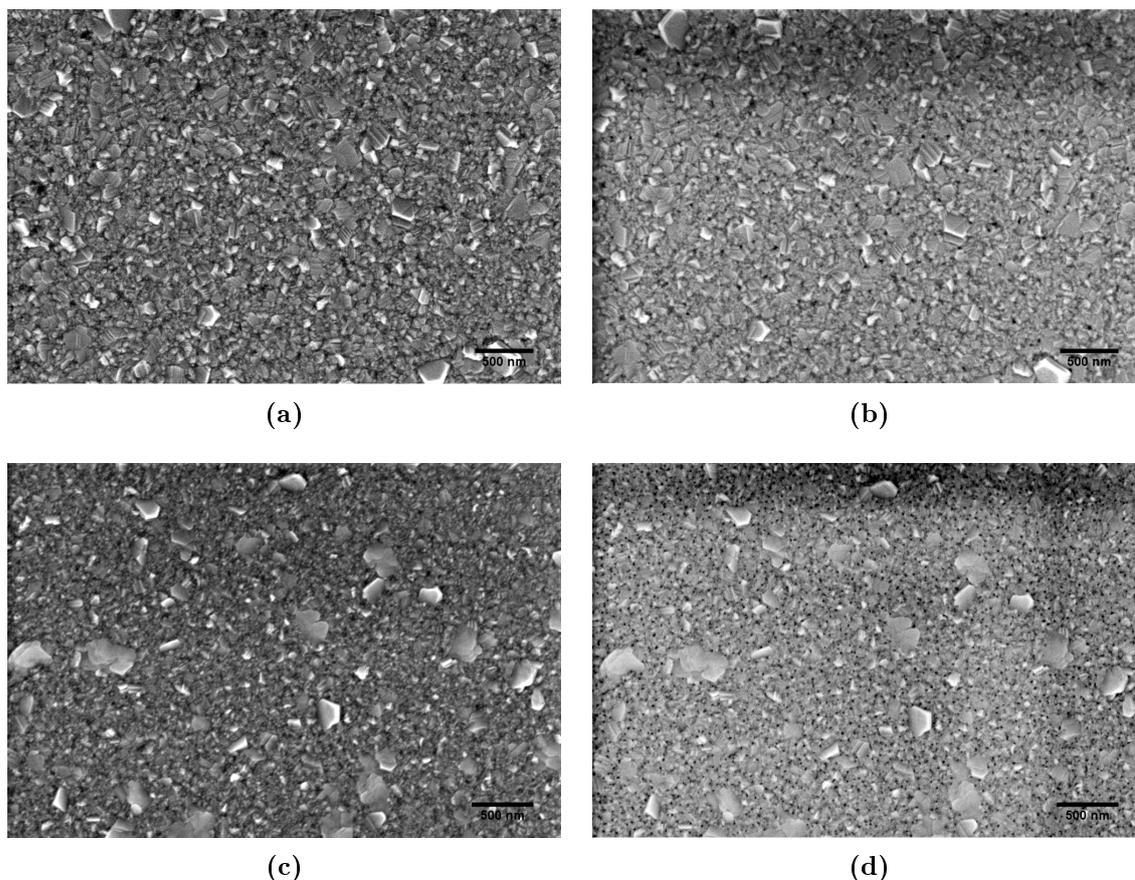


Abbildung 4.15: REM-Aufnahmen einer 20 nm dünnen Schicht (a) nach dem Wachstum und (b) nach $6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen und einer 10 nm dünnen Schicht (c) vor und (d) nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

4.3.1 10 nm und 20 nm Kupferschicht

Die 10 nm und 20 nm dünnen Kupferschichten zeigen keine der in Abschnitt 4.2 erläuterten Schädigungen. In Abbildung 4.15 sind die Proben vor und nach einer Ermüdungsmessung gezeigt.

Für die 20 nm dünne Schicht in (a) sind nach der Ermüdung (b) in der REM-Aufnahme lediglich an den Korngrenzen, bevorzugt an Stellen, an denen mehrere Körner aufeinander treffen, schwarze Stellen zu erkennen. Bei der 10 nm dünnen Schicht in (c) und (d) ist dieser Effekt noch stärker ausgeprägt. Da diese schwarzen Flecken auch auf dem Chipträger des Cantilevers vorhanden sind, welcher keine Dehnung erfahren hat, handelt es sich bei diesen schwarzen Flecken um keine durch die Ermüdungsmessung hervorgerufene Schädigung. Vielmehr scheint Korrosion bei sehr geringen Kupferschichtdicken eine Rolle zu spielen.

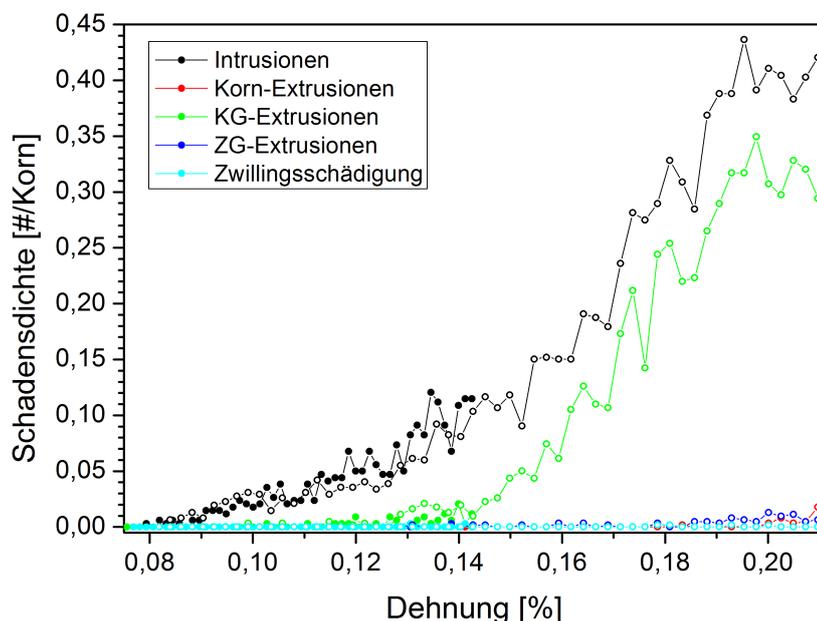


Abbildung 4.16: Schadensdichte zweier 40 nm dünnen Kupferschichten C-16 (○) und C-32 (●) mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen. Die gestrichelten Linien markieren die vermuteten Plateaus.

4.3.2 40 nm Kupferschicht

In Abbildung 4.16 ist die Auftragung der Schadensdichte pro Korn der einzelnen Schadensarten in Abhängigkeit der Dehnung auf dem Cantilever für zwei 40 nm dünne Kupferschichten gezeigt. Die Schichten sind mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen ermüdet. Eine gute Übereinstimmung der beiden Schadensverläufe ist zu erkennen. Die Intrusionen und Korngrenzen-Extrusionen sind die mit Abstand häufigste vorgefundene Schädigungsart. Die anderen Schädigungsarten tauchen erst ab einer Dehnung größer als 0,18 % auf und spielen für kleinere Dehnungen keine Rolle.

Ab einem Dehnungswert von 0,19 % kann vermutet werden, dass die Intrusions- und Korngrenzen-Extrusionsdichte ein Plateau erreicht, welches auf eine vollständige Ermüdung der Kupferschicht ab diesem Dehnungswert hinweist. Allerdings kann aufgrund der wenigen zur Verfügung stehenden Messwerte keine klare Aussage darüber gemacht werden.

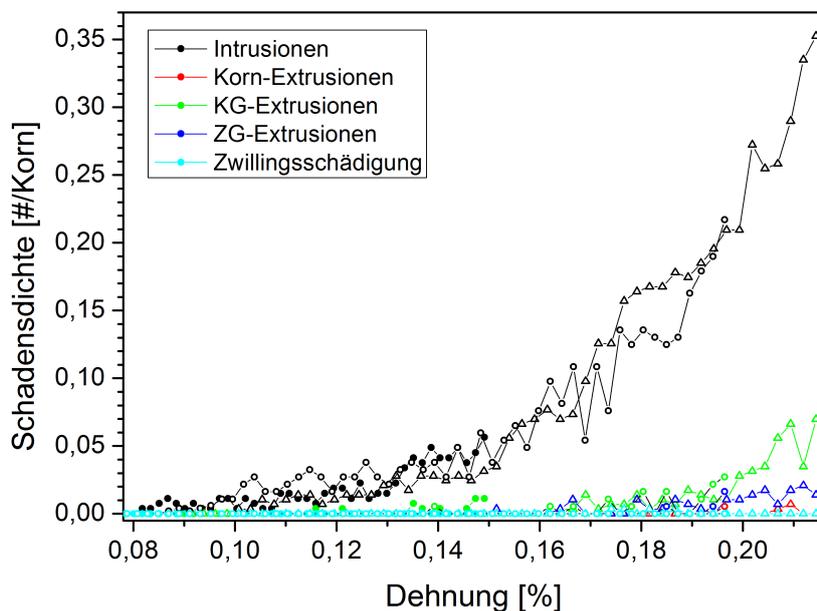


Abbildung 4.17: Schädensdichte zweier 70 nm dünnen Kupferschichten C-29 (○) und C-38 (●) mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen und einer 60 nm dünnen Kupferschicht C-31 (△).

4.3.3 60 und 70 nm Kupferschicht

Eine 60 nm (△) und zwei 70 nm dünne Schichten (○,●) sind in Abbildung 4.17 zu sehen. Da die beiden Schichtdicken sehr nahe beieinander liegen und auch übereinstimmende Schädigungsdichteverläufe aufweisen, wurden sie in einem Diagramm zusammengefasst.

Bei allen drei Schichten stellen die Intrusionen die Hauptschädigungsart dar. Die anderen Schädigungsarten fangen erst ab Dehnungen größer 0,16 % an, eine Rolle zu spielen, wobei die Korngrenzen-Extrusionen den größten Beitrag dazu leisten.

4.3.4 100 nm Kupferschicht

Die zwei 100 nm dicken Schichten in Abbildung 4.18 sind für große (○) und kleine maximale Dehnungen (●) ermüdet. Die Intrusionen stellen wie bei den 40 nm bis 70 nm dünnen Schichten die dominierende Schädigungsart dar.

Die Korngrenzen-Extrusionsdichte und die Dichte für Zwillingsgrenzen-Extrusionen sind annähernd gleich und treten am zweithäufigsten auf. Zudem beginnen diese Schädigungsarten bereits bei vergleichsweise geringeren Dehnungen ab etwa 0,12 %.

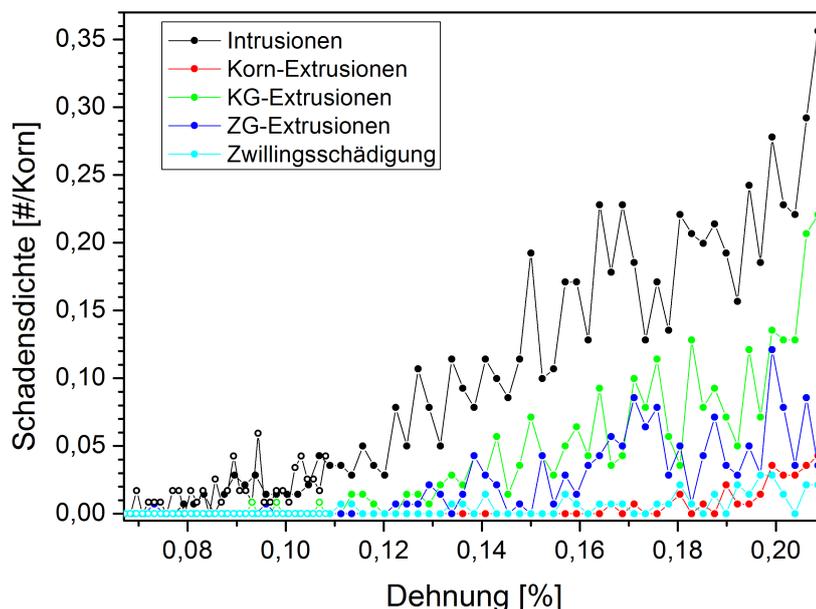


Abbildung 4.18: Schadensdichte zweier 100 nm dicken Kupferschichten mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen C-09 (●) und C-43 (○).

4.3.5 150 nm Kupferschicht

Die in Abbildung 4.19 gezeigten Dichteverläufe der Schädigung pro Korn zweier 150 nm dicken Schichten (○, ●) lassen keinen eindeutig dominierenden Schädigungsmechanismus in Bezug auf die Schädigungsintensität mehr erkennen. Zudem kann bei den 150 nm dicken Kupferschichten nicht mehr von Intrusionen gesprochen werden, da sich anstatt dieser Risse an den Korngrenzen bilden.

Sowohl die Risse als auch Korngrenzen- und Zwillingsgrenzen-Extrusionen weisen eine vergleichbare Dichte auf. Die Rissdichte fällt bei einer ungefähren Dehnung von 0,16 % auf Null ab. Dasselbe kann bei den Korngrenzen-Extrusionen beobachtet werden. Die Zwillingsgrenzen-Extrusionen dominieren als einzige auftretende Schädigungsart den Bereich von Dehnungen unterhalb von 0,16 %.

4.3.6 200 nm Kupferschicht

Der Verlauf der Schadensdichte einer 210 nm dicken Kupferschicht (○) aus der Bachelorarbeit von Anja Westphal [Wes11] ist in Abbildung 4.20 zusammen mit einer 200 nm dicken Schicht (●) dargestellt. Der Verlauf der 210 nm dicken Schicht ist nur

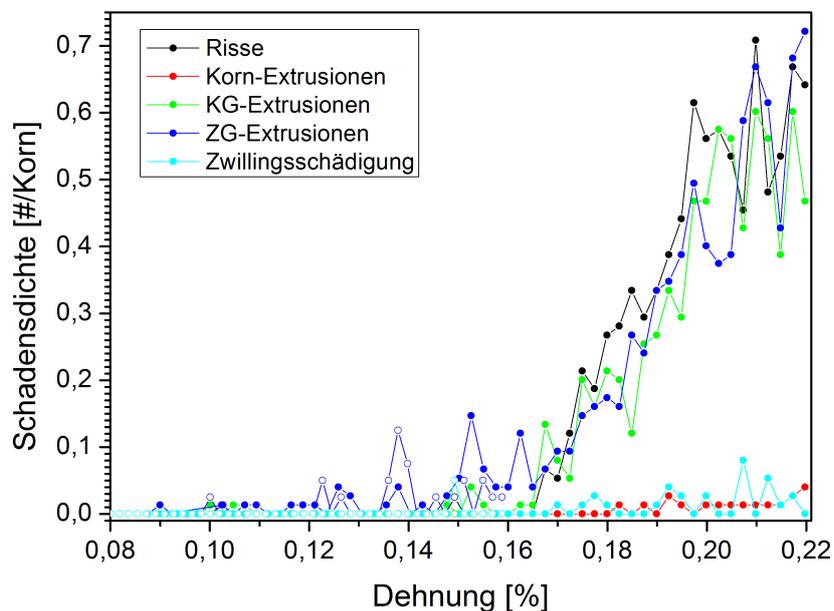


Abbildung 4.19: Schadensdichte zweier 150 nm dicken Kupferschichten C-47 (○) und C-19 (●) mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen.

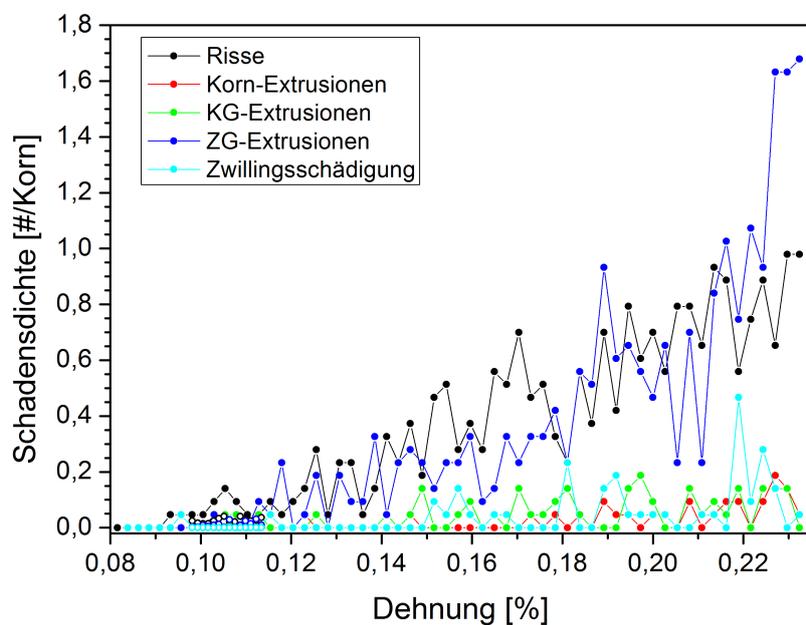


Abbildung 4.20: Schadensdichte einer 200 nm C-49 (●) und einer 210 nm dicken Kupferschicht B-24 (○) [Wes11].

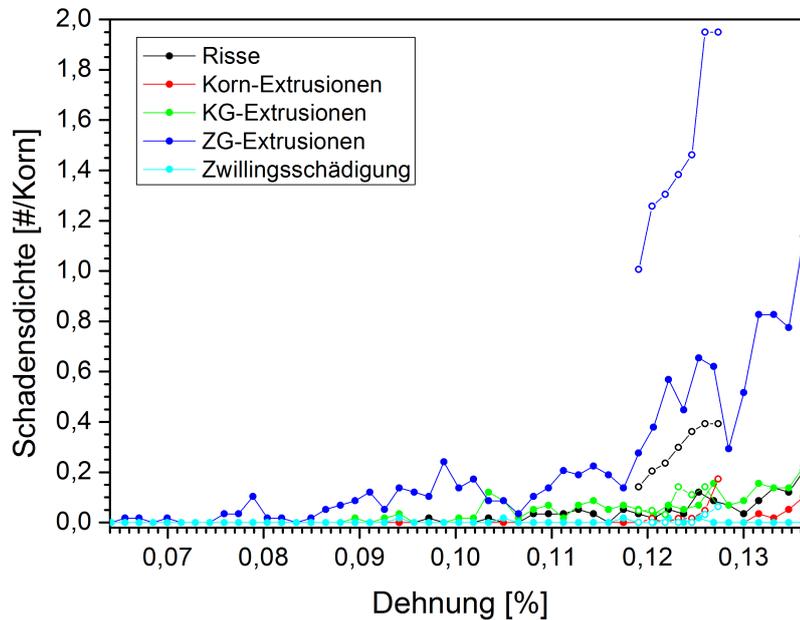


Abbildung 4.21: Schadensdichte einer 250 nm C-23 (●) und einer 360 nm Can-101 (○) dicken Kupferschicht

ein Ausschnitt des Dichteverlaufs und nicht vollständig in Richtung kleinerer Dehnungen ausgeführt. Trotzdem stellt dieser Ausschnitt eine gute Orientierung der Schadensdichten dar.

Sowohl Risse an den Korngrenzen als auch Zwillingsgrenzen-Extrusionen sind im Dehnungsbereich von 0,10 % bis 0,22 % gleich stark vertreten. Nur bei sehr geringen Dehnungen sind die Risse häufiger vertreten, wobei für Dehnungen $>0,22$ % die Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte stark dominiert. Die restlichen Schädigungsarten treten erst oberhalb von 0,14 % Dehnungen in geringer Anzahl auf.

4.3.7 250 nm bis 360 nm Kupferschichten

In Abbildung 4.21 sind die Verläufe einer 250 nm (●) und 360 nm (○) dicken Schicht gezeigt, wobei die 360 nm dicke Schicht nur $1,6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen lang ermüdet wurde. Bei der 250 nm dicken Schicht hebt sich deutlich der Zwillingsgrenzen-Extrusionsverlauf von dem Rissverlauf ab und stellt den dominierenden Schädigungsmechanismus dar. Die Grenze für das Auftreten von Korn-Extrusionen ist stark zu kleineren Dehnungen hin verschoben.

Für die 360 nm dicke Kupferschicht existiert wie schon bei der 210 nm dicken

Schicht nur ein kleiner Ausschnitt des Dichteverlaufs, welcher hin zu kleineren Dehnungen unvollständig ist. An diesem gezeigten Verlaufsabschnitt ist eine deutliche Steigerung der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte und der Rissdichte im Vergleich zu der 250 nm dicken Schicht zu erkennen, trotz kürzerer Schwingungsdauer.

Zusammenfassend stellen die Intrusionen bei Schichtdicken zwischen 40 nm und 100 nm die Schädigung mit der höchsten Dichte pro Korn dar. Ab einer Schichtdicke von 150 nm dominieren immer stärker die Zwillingsgrenzen-Extrusionen. Eine detaillierte Untersuchung der Schadensdichte in Abhängigkeit von der lokalen Dehnung und der Schichtdicke folgt in Abschnitt 4.4.

4.4 Schädigung in Abhängigkeit von der Schichtdicke und Korngröße

Die im vorherigen Abschnitt gezeigten Schädigungsdichten werden genauer auf ihre Abhängigkeit von der Schichtdicke und Korngröße hin untersucht. Die in den Diagrammen eingezeichneten Fehler kommen von zwei verschiedene Faktoren. Zum einen durch die Zusammenfassung der Dehnungsbereiche, die jeweils $\pm 0,03\%$ bis $0,05\%$ um den angegebenen Dehnungswert gemittelt wurden, um die Schwankungen der Auswertung der Schädigungsprofile auszugleichen. Zum anderen durch die Fehler der mittleren Korngröße. Diese so entstandenen Fehler decken die Fehlertoleranz der Auswertung sinnvoll ab.

Für Schichtdicken, bei denen es für eine Dicke Messwerte von verschiedenen Proben gibt, wurden die Schadensdichten versetzt dargestellt, um eine bessere Übersichtlichkeit der Ergebnisse zu erlangen.

4.4.1 Abhängigkeit von der Intrusions- und Rissdichte

In den Abbildungen 4.22 und 4.23 sind die aus dem Dehnungsprofil entlang des Cantilevers resultierenden Dehnungen für die verschiedenen Schichtdicken farblich markiert und gegen die Intrusionsdichte (\bullet) bzw. Rissdichte (\blacktriangle) pro μm^2 und pro Korn aufgetragen. Da für Schichtdicken ≥ 150 nm Risse an den Korngrenzen auftreten, wurde in den Abbildungen 4.22 und 4.23 die Dichte sowohl für Intrusionen, als auch für Risse aufgetragen. Die Auftragung der Dichte pro Korn wurde aus dem Grund gewählt, dass, wie in Abschnitt 4.2 erläutert, alle Schädigungsarten entweder

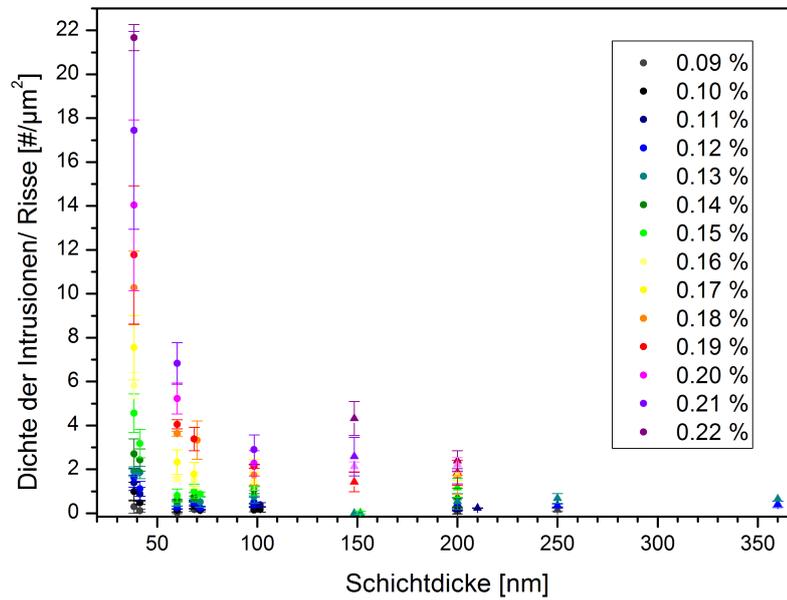


Abbildung 4.22: Übersicht der Dichte pro μm^2 der Intrusionen (●) und Risse (▲) nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

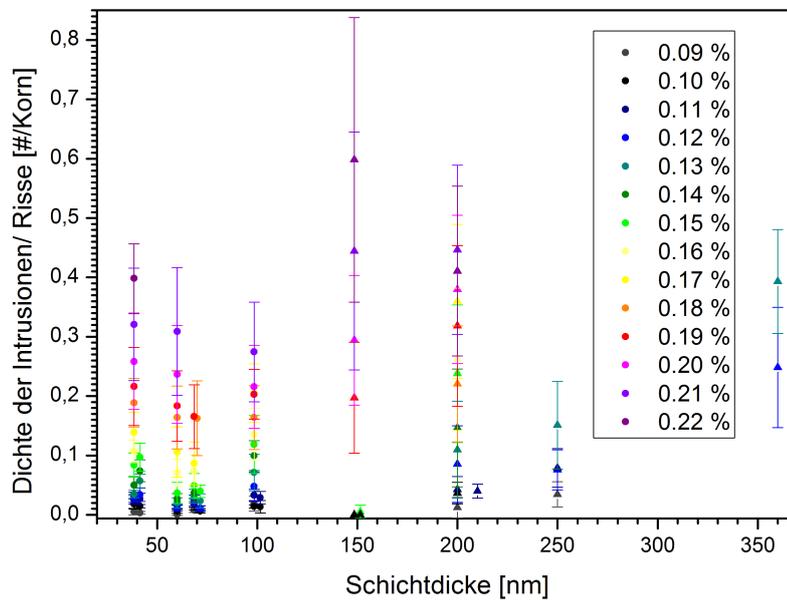


Abbildung 4.23: Übersicht der Dichte pro Korn der Intrusionen (●) und Risse (▲) nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

entlang von Korngrenzen oder in Bezug auf ein Korn gefunden wurden.

In Abbildung 4.22 ist deutlich ein Anstieg der Intrusionsdichte mit sinkender Schichtdicke zu erkennen. Dabei steigt zwischen einer Schichtdicke von 150 nm und 40 nm die Schädigungsdichte bei gleicher Dehnung, bzw. erreicht die Schädigungsdichte pro μm^2 einen um den Faktor zehn höheren Wert. Ab Schichtdicken ≥ 150 nm steigt die Rissdichte an, was zusätzlich darauf hinweist, dass es sich hierbei nicht mehr um Intrusionen handeln kann.

Bei der Intrusionsdichte pro Korn in Abbildung 4.23 ist kein Anstieg mehr zu erkennen. Die Schädigungsdichte nimmt unterhalb einer Schichtdicke von 150 nm einen nahezu konstanten Wert an. Dieser konstante Verlauf steigt mit zunehmender Dehnung in seinem Wert für jene Schichtdicken gleichermaßen an. Auf Grund dieser gleichbleibenden Intrusionsdichte ist zu erkennen, dass es für Intrusionen bei Schichtdicken ≤ 150 nm keine Größenabhängigkeit von der Schichtdicke gibt. Schichtdicken ≥ 150 nm zeigen eine Zunahme der Rissdichte pro Korn mit zunehmender Kupferschichtdicke.

4.4.2 Abhängigkeit von der Korn-Extrusionsdichte

Im Gegensatz zu den Intrusionsdichten zeigt die Korn-Extrusionsdichte eine deutliche Abhängigkeit von der Schichtdicke. Aus Abbildung 4.24 wird ersichtlich, dass zwar die Schädigungsdichte pro μm^2 nahezu konstant bleibt, aber die dazu benötigten Dehnungen mit sinkender Schichtdicke zunehmen. Deutlicher ist die Schichtdickenabhängigkeit in Abbildung 4.23 zu erkennen, da dort die Korngrößenabhängigkeit durch die Auftragung herausgerechnet wurde. Mit kleiner werdenden Schichtdicken sinkt die Schädigungsdichte pro Korn bei gleichzeitigem Anstieg der zur Schädigung benötigten Dehnung.

4.4.3 Abhängigkeit von der Korngrenzen-Extrusionsdichte

Für die Korngrenzen-Extrusionen ist eine nahezu konstante Dichte pro μm^2 für Schichtdicken zwischen 60 nm und 150 nm in Abbildung 4.26 zu sehen. Schichtdicken >150 nm und <60 nm zeigen einen starken Anstieg der Korngrenzen-Extrusionsdichte. Anhand von Abbildung 4.27 ist dagegen keine klare Aussage über eine Schichtdickenabhängigkeit der Dichte pro Korn zu treffen. Für dicke Schichten > 200 nm ist ein starker Anstieg der Dichte zu sehen. Für geringere Schichtdicken

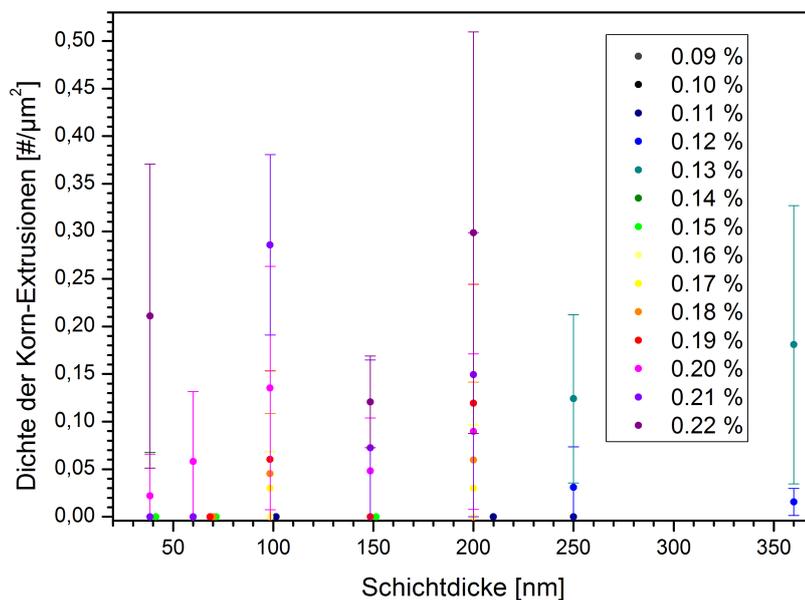


Abbildung 4.24: Übersicht der Dichte pro μm^2 der Korn-Extrusionen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

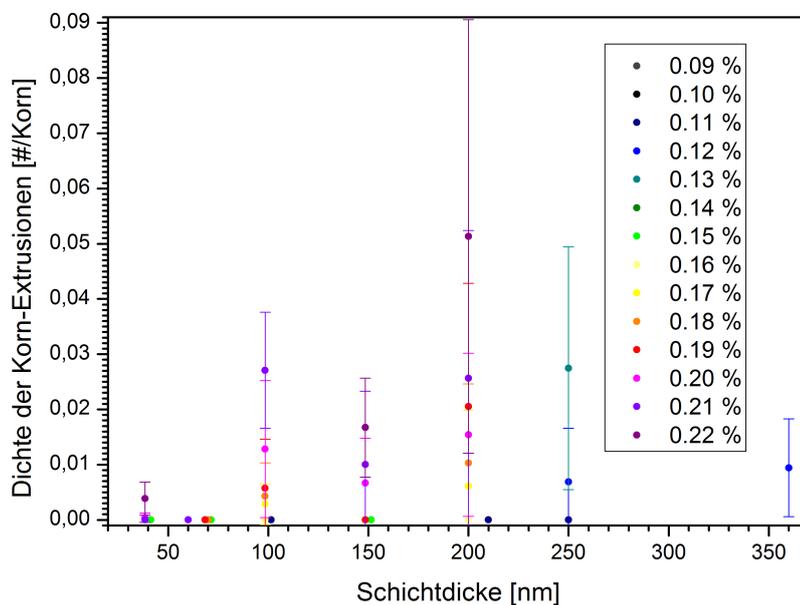


Abbildung 4.25: Übersicht der Dichte pro Korn der Korn-Extrusionen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

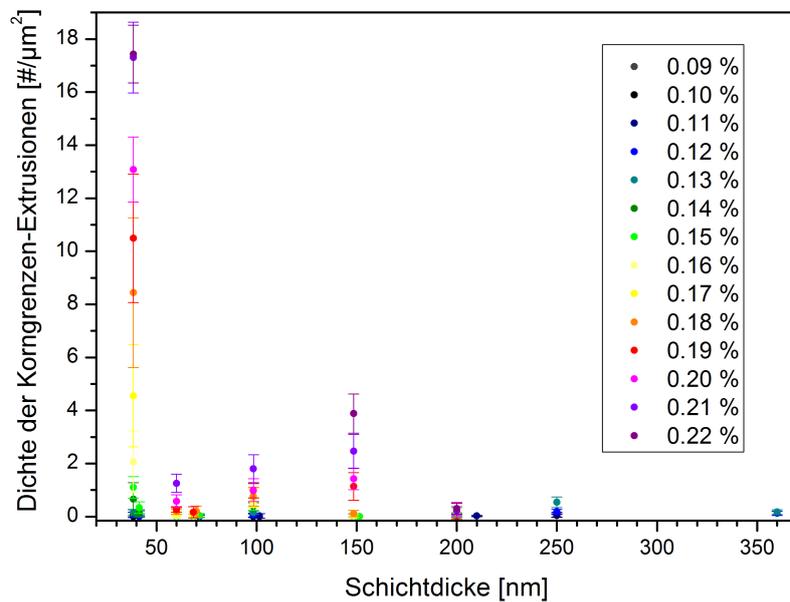


Abbildung 4.26: Übersicht der Dichte der Korngrenzen-Extrusionen pro μm^2 nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

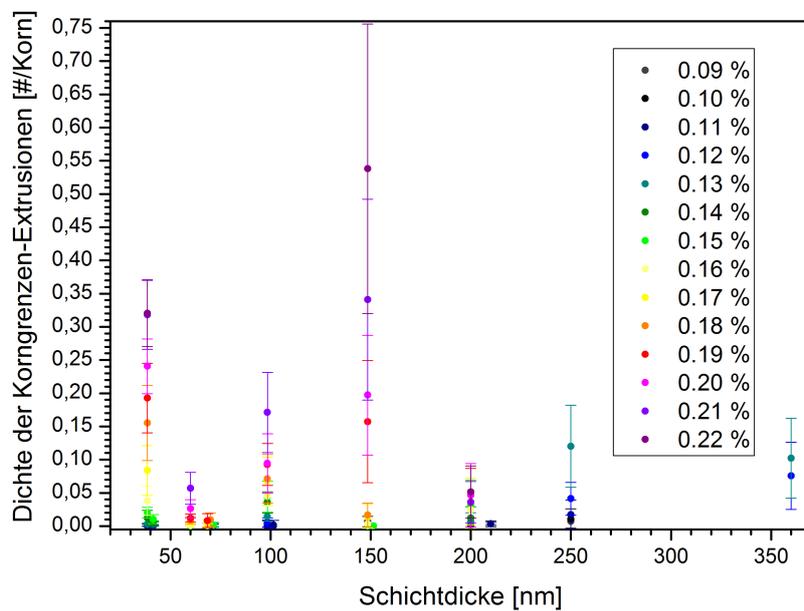


Abbildung 4.27: Übersicht der Dichte der Korngrenzen-Extrusionen pro Korn nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

streuen die Werte, sodass nicht abgeschätzt werden kann, ob die Dichte sinkt oder konstant bleibt. Es scheint daher eine dritte Abhängigkeit dieser Schädigungsart zu geben, welche für Schichten < 200 nm einen Einfluss auf die Schädigungsentwicklung hat.

4.4.4 Abhängigkeit von der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte

Für die Zwillingsgrenzen-Extrusionen in Abbildung 4.28 steigt die Schädigungsdichte pro μm^2 mit wachsender Schichtdicke an. Wird aber Abbildung 4.29 betrachtet, ist dieser Trend erst ab Schichtdicken > 150 nm eindeutig zu erkennen. Für die geringeren Schichtdicken ist der Fall ähnlich gelagert wie bei den Korngrenzen-Extrusionen. Auch hier gibt es wieder ein Minimum der Schädigungsdichte pro Korn, dass zwischen 60 nm und 70 nm liegt. In beiden Fällen scheint es vorwiegend eine Korngrößenabhängigkeit für Schichten < 200 nm zu geben. Ob das Minimum real ist oder durch andere Faktoren beeinflusst wurde, wird in Abschnitt 4.9 untersucht.

4.4.5 Abhängigkeit von der Zwillingschädigungsdichte

Für die Zwillingschädigungsdichte pro μm^2 kann zunächst aus Abbildung 4.30 kein eindeutiger Trend abgelesen werden. Auffallend ist zudem, dass die Dichte der Zwillingschädigungen nicht wie bei den anderen behandelten Schädigungsarten einen eindeutigen Anstieg mit zunehmender Dehnung aufweist. Dies kann ein Auswertungsartefakt sein oder daher kommen, dass diese Schädigungsart erst bei höheren Dehnungen als in dieser Arbeit behandelt eine Dehnungsabhängigkeit aufweist. Eine weitere Möglichkeit ist die Abhängigkeit von vorhanden Defekten, die diese Schädigung limitiert.

In Abbildung 4.31 ist wie bei den Korn-Extrusionen ein eindeutiger Anstieg der Schädigungsdichte pro Korn mit zunehmender Schichtdicke zu erkennen.

Zusammenfassend zeigen die Korn- und Zwillingsgrenzen-Extrusionen sowie Zwillingschädigungen und Risse eine sehr starke Abhängigkeit von der Schichtdicke. Zum Erreichen der selben Dichte an Schäden werden immer höhere Dehnungen für dünner werdende Schichtdicken benötigt. Intrusionen sind unabhängig von der Schichtdicke und Korngrenzen-Extrusionen streuen in der Dichte stark.

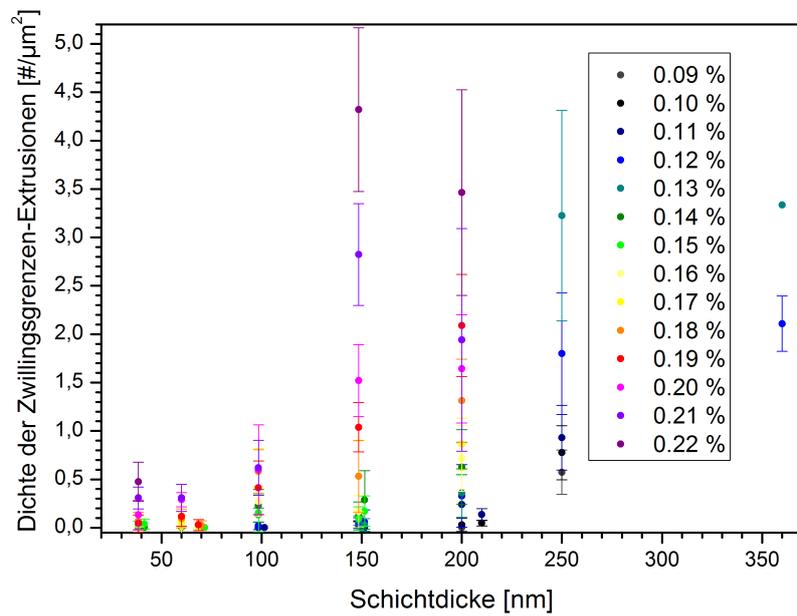


Abbildung 4.28: Übersicht der Dichte der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte pro μm^2 nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

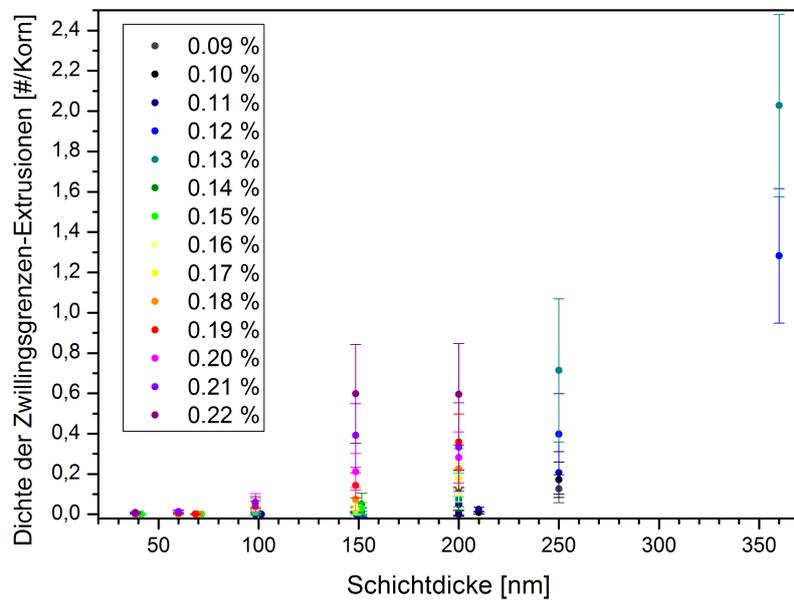


Abbildung 4.29: Übersicht der Dichte der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte pro Korn nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

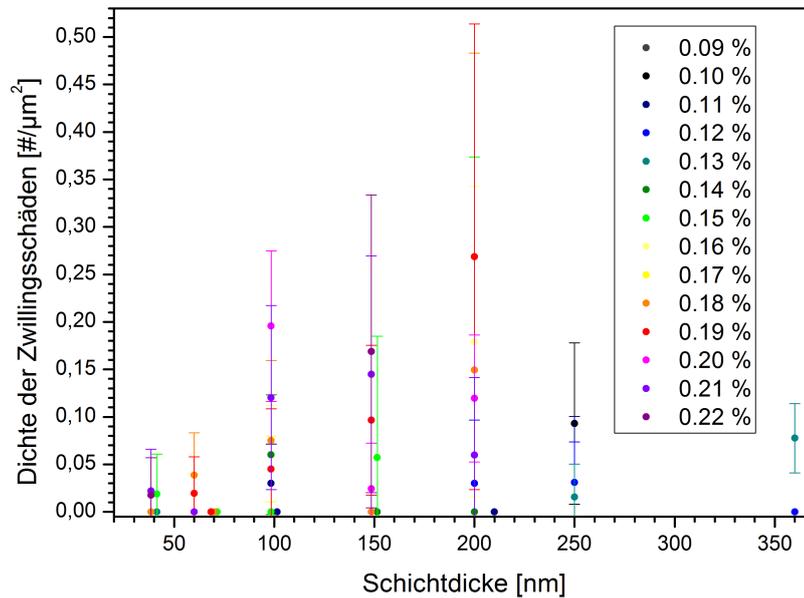


Abbildung 4.30: Übersicht der Dichte der Zwillingsschädigungsdichte pro μm^2 nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

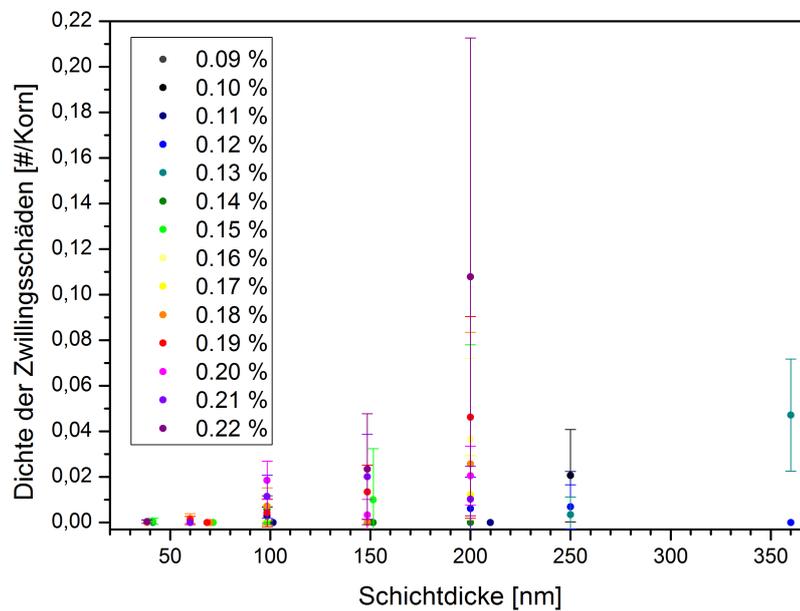


Abbildung 4.31: Übersicht der Dichte der Zwillingsschädigungsdichte pro Korn nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für verschiedene Dehnungen.

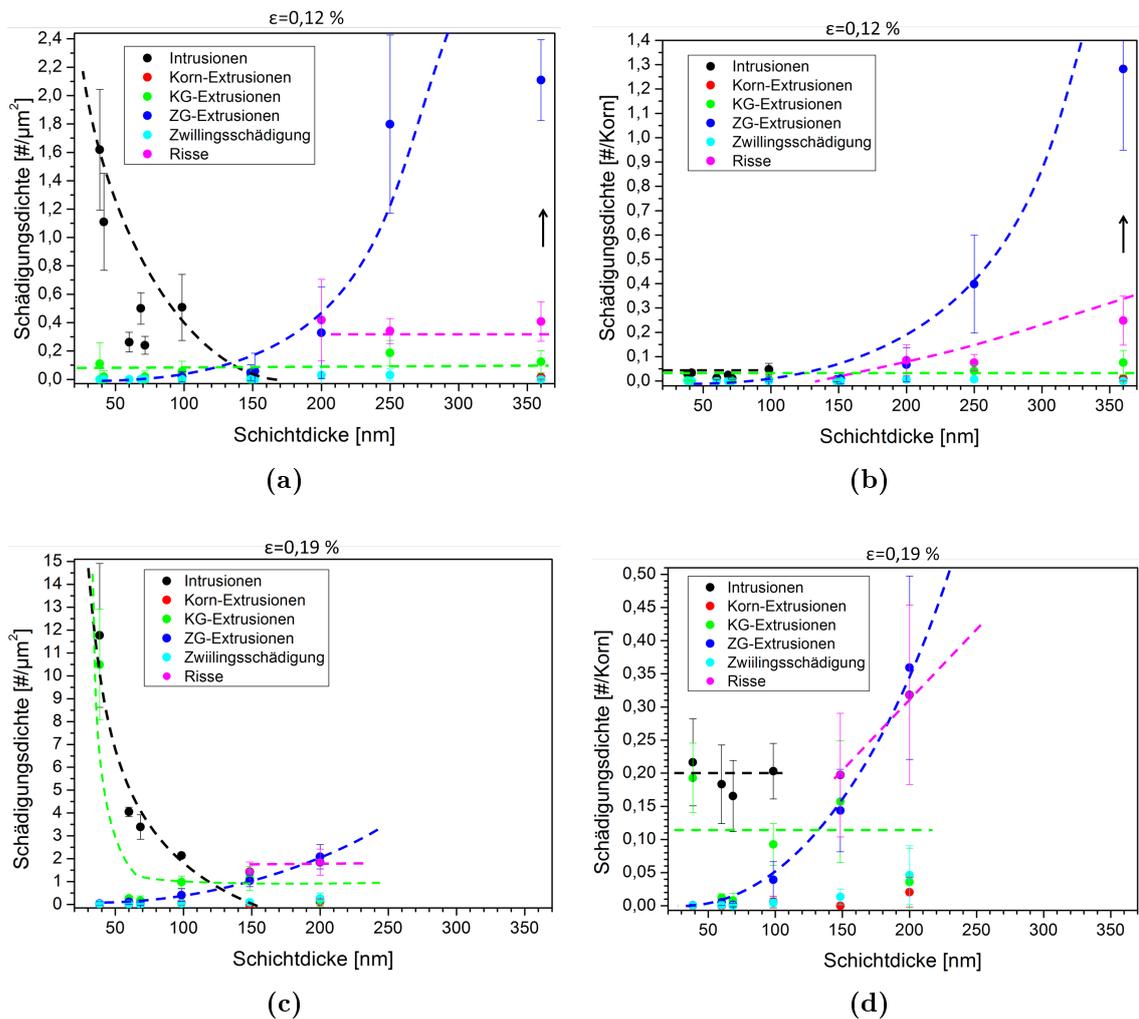


Abbildung 4.32: Verlauf der dominierenden Schädigungstypen nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen für eine Dehnung von $0,12\%$ (a) für die Schädigungsdichten pro μm^2 und (b) für Schädigungsdichten pro Korn, sowie für eine Dehnung von $0,19\%$ (c) für die Schädigungsdichten pro μm^2 und (d) für Schädigungsdichten pro Korn. Der Pfeil markiert die Dichtewerte für Schädigungen nach $1,6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

4.5 Verlauf der Hauptschädigungen

Die Untersuchungen der vorangegangenen Abschnitte lassen verschiedene Verläufe der Hauptschädigungen erkennen. Um den Verlauf der dominierenden Schädigungsarten in Abhängigkeit von der Schichtdicke und Korngröße zu verdeutlichen, ist in Abbildung 4.32 (a) und (c) die Schädigungsdichte pro μm^2 sowie in (b) und (d) die Schädigungsdichte pro Korn gegen die Schichtdicke nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen aufgetragen. Nur die Werte der 360 nm dicken Schicht zeigen diese nach einer Ermüdungszeit von lediglich $1,6 \cdot 10^{10}$ Schwingungen und stellen daher eher eine untere

Grenze der Schadensdichte dar.

In 4.32 (a) ist für eine Dehnung von 0,12 % sehr deutlich ein Wechsel der dominierenden Schädigungsart in Abhängigkeit von der Schichtdicke zu erkennen. Während bei Schichtdicken > 150 nm die Zwillingsgrenzen-Extrusionen die dominierende Schädigungsart darstellen und zu dünnen Schichtdicken hin verschwinden, werden die Intrusionen für Schichtdicken ≤ 100 nm mit abnehmender Schichtdicke immer dominierender. Die Zahl der Risse ist für alle gemessenen Schichtdicken nahezu konstant.

In der Auftragung der Schadensdichte pro Korn in Abbildung 4.32 (b) ist zusätzlich zu dem Wechsel der Hauptschädigungsart noch ein nahezu konstanter Wert der Intrusionsdichte zu erkennen, welche unabhängig von der Schichtdicke ist und mit steigender Dehnung zunimmt, wie beim Vergleich von (b) und (d) zu erkennen ist. Die Rissdichte zeigt einen steigenden Verlauf, welcher aber eine geringere Steigung hat, als der Verlauf der Zwillingsgrenzen-Extrusionen. Die Korngrenzen-Extrusionen zeigen weiterhin einen konstanten Wert.

Diese Verläufe der Schadensdichten wurden bei allen Schichten im gemessenen Dehnungsbereich von 0,09 % bis zu 0,18 % vorgefunden.

Ab einem Dehnungswert von 0,19 %, wie in Abbildung (c) gezeigt, treten zum ersten Mal in der 150 nm dünnen Schicht Risse auf.

Für Dehnungen kleiner als 0,14 % ist die Dichte der Korngrenzen-Extrusionen pro μm^2 konstant, wie in Abbildung (a) zu erkennen ist. Nur bei höheren Dehnungen steigt die Anzahl der Korngrenzen-Extrusionen für die 40 nm dünne Schicht langsam an, wie in Abbildung (c) zu sehen ist. Ob dies ein allgemein gültiger Trend ist, kann allerdings mit nur einem Messpunkt nicht bestätigt werden. Allerdings bleibt die Korngrenzen-Extrusionsdichte pro Korn für kleine Dehnungen konstant, während sie für höhere Dehnungen vergleichsweise stark streut. Dies deutet auf einen konstanten Wert für die Korngrenzen-Extrusionen in Abhängigkeit von der Schichtdicke hin.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass die Schadensdichte pro μm^2 zwischen 100 nm und 150 nm Schichtdicke ein Minimum zeigt. Zudem dominieren Intrusionen das Schädigungsbild für Schichtdicken ≤ 100 nm und Zwillingsgrenzen-Extrusionen für Dicken ≥ 150 nm.

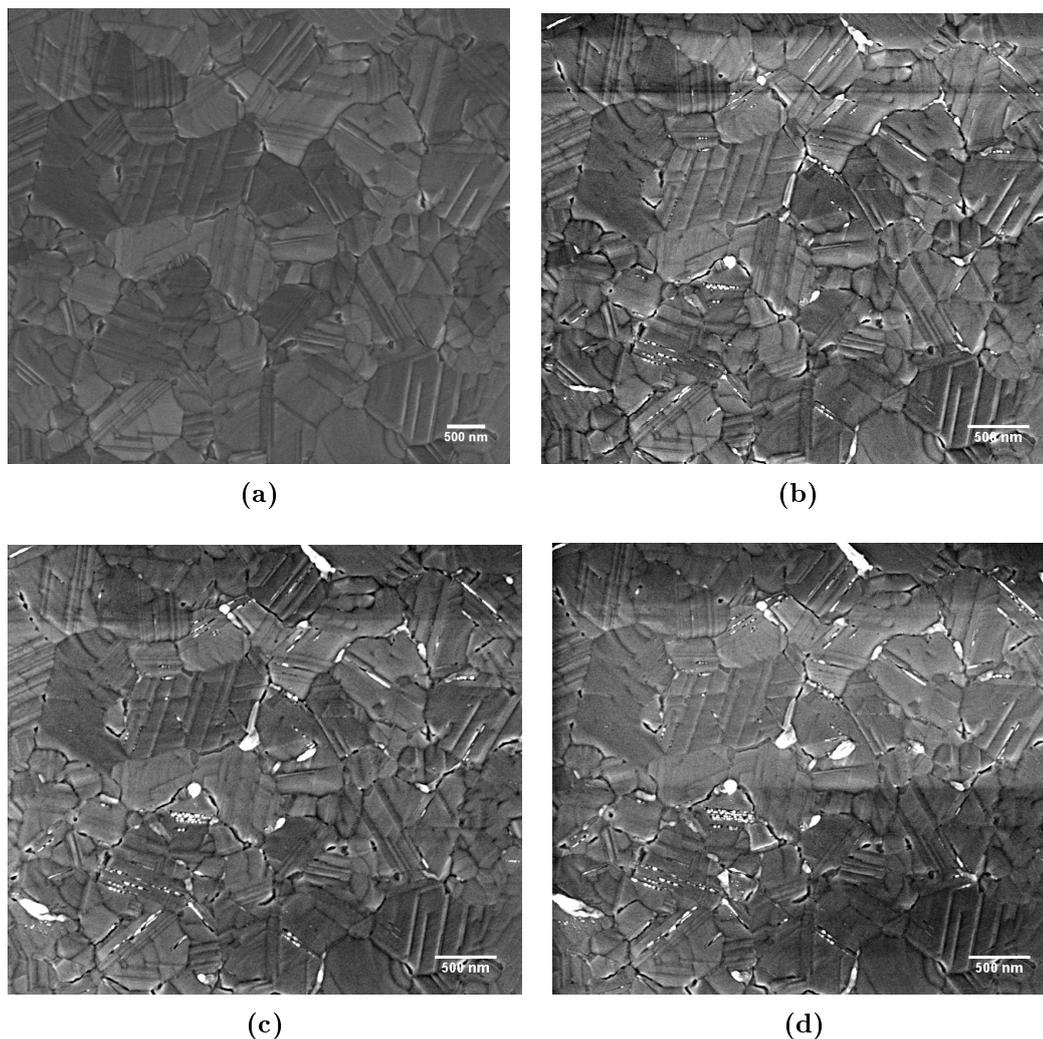


Abbildung 4.33: Schädigungsbild einer 150 nm dicken Kupferschicht (a) vor der Ermüdungsmessung und nach (b) $1 \cdot 10^{10}$, (c) $2 \cdot 10^{10}$ und (d) $3 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

4.6 Schädigungsentwicklung mit zunehmender Zyklenzahl

Um die Schädigungsentwicklung mit steigender Zyklenzahl zu untersuchen, wurde die Schädigung einer 100 nm und einer 150 nm dicken Schicht bei unterschiedlichen Schwingungsintervallen im REM untersucht. Danach wurden diese Proben für weitere Schwingungen ins AFM eingebaut und die Messung fortgesetzt.

In Abbildung 4.33 ist die gleiche Stelle der Probe vor der Ermüdungsmessung (a), nach $1 \cdot 10^{10}$ (b), $2 \cdot 10^{10}$ (c) und $3 \cdot 10^{10}$ (d) Schwingungen für eine Dehnung von ungefähr 0,21 % im REM aufgenommen. Bis zu einer Gesamtschwingungsanzahl von

$3 \cdot 10^{10}$ Zyklen ist in den Abbildungen deutlich zu erkennen, dass die Schädigungen zunehmen. Sowohl die Korngrenzen-Extrusionen, als auch die Korn-Extrusionen, die sich nach $1 \cdot 10^{10}$ Schwingungen gebildet haben, wachsen in ihren Ausmaßen. Zwillingsgrenzen-Extrusionen bilden sich neu und bestehende vergrößern sich. Die Bildung von neuen Intrusionen ist am schwächsten ausgebildet.

Die Probe wurde bis zu einer Gesamtschwingungszahl von $5 \cdot 10^{10}$ Zyklen ermüdet. In den REM-Aufnahmen ist nach $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen keine Veränderung der Schädigung mehr zu sehen. Dies ist auch bei der 100 nm dünnen Schicht, welche bei $2 \cdot 10^{10}$, $5 \cdot 10^{10}$ und $7,2 \cdot 10^{10}$ Gesamtschwingungszahl untersucht wurde, aufgetreten. Zwischen $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen und $7,2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen wurde keine Änderung der Schädigungen mehr beobachtet.

Da dieses Verhalten auf der gesamten Länge des Cantilevers auftritt, kann es kein Sättigungseffekt der Schicht sein. Es scheint vielmehr so zu sein, dass durch die vielen Bildaufnahmen im REM die Schicht irgendwann ein kritisches Maß von Verunreinigungen an der Oberfläche aufgenommen hat, was die Schadensbildung einfriert. Dieser Effekt erklärt auch eine Messreihe mit ähnlichem Ergebnis aus der Bachelorarbeit von Anja Westphal [Wes11], wo eine 100 nm dünne Kupferschicht mit demselben Versuchsaufbau auf eine Gesamtschwingungszahl von $2,7 \cdot 10^{11}$ in 10 Intervallen gebracht wurde. Dabei lag die Maximaldehnung bei ungefähr 0,085 %, was nach den Ergebnissen aus Abschnitt 4.7 noch Schädigung zuließe.

Für die Schwingungsintervalle mit einer Änderung in der Schadensdichte ist in Abbildung 4.34 die Summe der einzelnen Schädigungsarten gegen die Zyklenzahl aufgetragen. Dabei kann die Summe der Schädigungen als Fläche unterhalb der Kurve der Schadensdichte aus Abschnitt 4.3 der jeweiligen Schädigungsart gesehen werden. Für die 100 nm dünne Kupferschicht ist ein starker Anstieg der Intrusionsdichte und ein mäßiger Anstieg der Korngrenzen- und Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte zu sehen. Die verschwindend kleine Zunahme der Korn-Extrusionen bei beiden Schichten lässt sich durch den geringen Anteil dieser Schädigungsart erklären.

Für die 150 nm Schicht gibt es zwei Kreuzungspunkte mit der Rissdichte. Bei $1 \cdot 10^{10}$ Schwingungen sind die Risse noch am zahlreichsten, bis sie bei ungefähr $1,5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen von den Zwillingsgrenzen-Extrusionen und, wenn sich der Trend aus Abbildung 4.33 bestätigt, bei ungefähr $3,5 \cdot 10^{10}$ von den Korngrenzen-Extrusionen übertroffen werden.

Zusätzlich zu der hier gezeigten Schädigungsentwicklung wurde bei einigen Proben schon nach einigen $1 \cdot 10^8$ Schwingungen Schädigung in Form von vereinzelt Schädigungen und einer Aufrauung der Schichtoberfläche beobachtet. Diese Frühschädigung

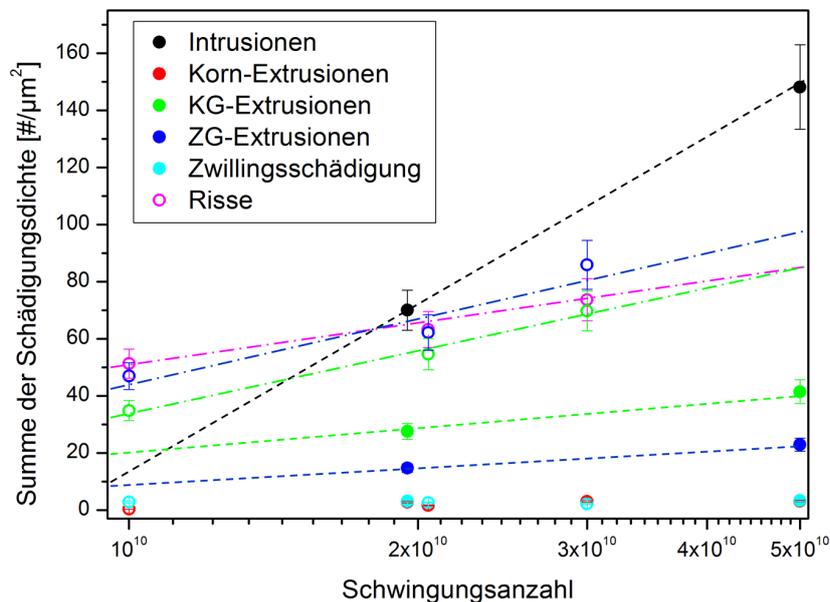


Abbildung 4.34: Summe der Schadensdichte einer 100 nm (●) und einer 150 nm (○) dicken Kupferschicht bei verschiedenen Schwingungszahlen.

wurde im Rahmen dieser Arbeit aber nicht weiter untersucht.

Zusammengefasst ist eine Zunahme einiger Schädigungsarten mit steigender Schwingungsanzahl zu erkennen, wobei aufgrund von Verunreinigungen während der Untersuchungsmethode eine Sättigung auftritt.

4.7 Dehnungsgrenze der Schädigungen

Ab wann ein bestimmtes Material so geschädigt ist, dass es als ermüdet gilt, hängt stark von dem Anwendungsgebiet ab. In diesem Abschnitt wird die Lebenszeit des Materials über zwei verschiedene Wege definiert, wobei in beiden Fällen das Hauptaugenmerk nicht auf die Verwendbarkeit des Materials gerichtet wird, sondern schon auf die ersten Erscheinungen von Schädigung.

Die in Abschnitt 4.3 gezeigten Schädigungsprofile werden dazu verwendet, die minimale Dehnung, bei der noch eine Schädigung auftritt, zu ermitteln, um so die Lebenszeit der Kupferschichten zu bestimmen. Zu diesem Zweck wird für die einzelnen Schädigungsarten die Grenze von geschädigter zu ungeschädigter Schicht auf zwei Wegen definiert. Beim ersten wird die minimale Dehnung an dem

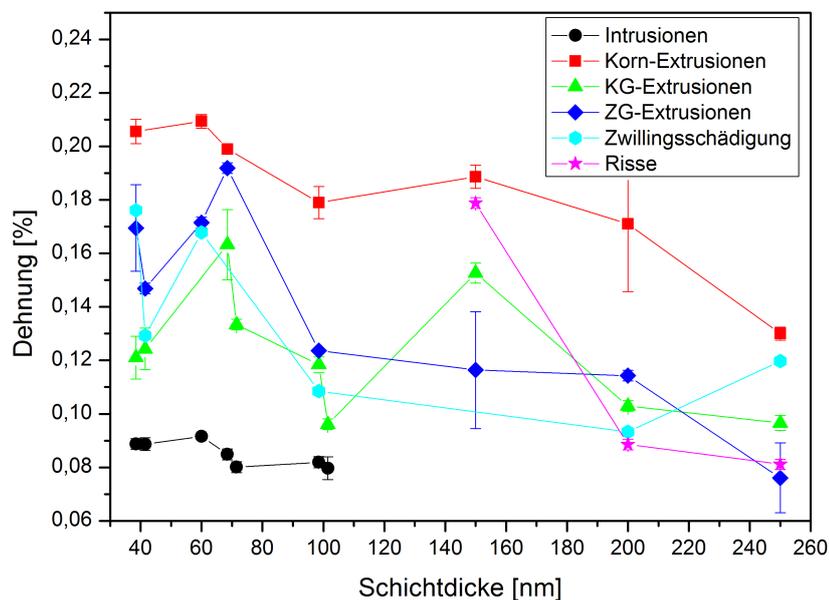


Abbildung 4.35: Übersicht der minimalen Dehnungswerte der Schadensgrenze für verschiedene Schichtdicken nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

Punkt angesetzt, an dem die Schädigungsart zum ersten Mal auf Null absinkt. Dies spiegelt den Charakter der Schädigungsfront wieder, wie sie in Abbildung 4.16 für die Intrusionen schön zu erkennen ist. Der zweite Weg legt die minimale Dehnung an dem Punkt fest, wo die jeweilige Schädigungsart gar nicht mehr auftritt. Diese Überlegung bezieht die Tatsache mit ein, dass sich eine Schädigung auch bei geringeren Dehnungen schon an vorgeschädigten Stellen der Schicht bilden kann. Diese Dehnung ist kleiner oder gleich der auf dem ersten Wege bestimmten Dehnung.

In Abbildung 4.35 sind zur besseren Übersichtlichkeit nur die Mittelwerte der beiden Methoden gezeigt, wobei die Fehlerbalken die Länge der aus den beiden verschiedenen Methoden ermittelten Werte haben. Für die Intrusionen ist nach einer Schwingungsanzahl von $2 \cdot 10^{10}$ Zyklen im Rahmen des Fehlerbereiches ein konstanter Dehnungswert von ca. 0,085 % für Schichtdicken < 150 nm zu erkennen. Für die 150 nm dicken Schichten steigt die Schadensgrenze für Intrusionen auf Werte oberhalb von 0,14 %.

Im Gegensatz dazu ist für die Korn-Extrusionen ein eindeutiger Trend zu größer werdenden Dehnungen mit abnehmender Schichtdicke zu erkennen. Dasselbe gilt auch für die Zwillingsgrenzen-Extrusionen.

Für die Korngrenzen-Extrusionen gilt dieses Verhalten ebenfalls, wobei für die 60 nm und die 70 nm dünnen Schichten ein Anstieg der Dehnung der Schädigungsgrenze zu erkennen ist. Dies lässt zwei Vermutungen aufkommen: Zum Einen könnte die Schichtdicke von 60 nm bis 70 nm ein Schadensminimum für diese Schadensart darstellen, zum Anderen könnte die Entstehung von Korngrenzen-Extrusionen bei diesen Schichten durch äußere Faktoren, wie z.B die Luftfeuchtigkeit, behindert worden sein.

Die Risse zeigen die Tendenz, mit dünner werdenden Schichten zu höheren Dehnungen zu steigen.

Die Auswertung der Zwillingschädigung zeigt, wie schon in den anderen Abschnitten zu sehen war, keine eindeutige Abhängigkeit. In Abbildung 4.35 konnten für diese Schädigungsart nur die minimalen Dehnungen eingetragen werden, was erneut darauf hinweist, das diese Schädigungsart eher bei höheren Dehnungen auftritt oder durch andere Faktoren limitiert wird.

Zusammenfassend ist für alle Schädigungen, außer den Intrusionen, ein Anstieg der minimalen Dehnung zur Erzeugung von Schädigungen bei dünner werdenden Schichtdicken zu erkennen.

4.8 Frequenzverschiebung bei Schädigung

Durch die in Abschnitt 3.3.2 erläuterte Methode zur Bestimmung der thermischen Resonanzfrequenz während der Ermüdungsmessung kann für die verschiedenen Schichtdicken die Frequenzverschiebung aufgetragen werden. Da aufgrund der verschiedenen Schichtdicken und der bei der Präparation der Proben entstandenen verschiedenen Breiten der Cantilever die Resonanzfrequenzen durchaus Unterschiede von mehreren Kilohertz aufweisen können, ist in Abbildung 4.36 die prozentuale Verschiebung von der Ausgangsresonanzfrequenz gegen die Schwingungsanzahl aufgetragen.

Die Cantilever ohne Schicht zeigen im Rahmen des Fehlers keine Verschiebung der Resonanzfrequenz. Auf den ersten Blick ist eine Abhängigkeit der Frequenzverschiebung von der Schichtdicke zu erkennen. Dieser Eindruck wird jedoch dadurch relativiert, dass weder die Gesamtschädigung noch die maximal angelegte Dehnung in diese Auftragung mit einbezogen wurden. In Abbildung 4.37 sind die einzelnen Schädigungsdichten für die jeweiligen Cantilever entlang des Dehnungsprofils zu ei-

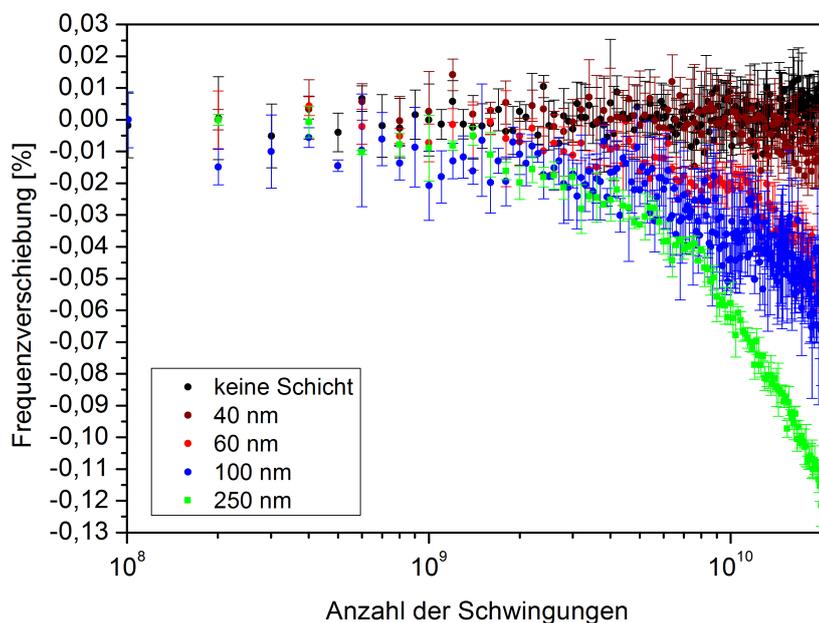


Abbildung 4.36: Verlauf der Resonanzfrequenzverschiebung für unterschiedliche Schichtdicken.

ner Summe der Schädigungen addiert worden. Sie sind in Abhängigkeit von der Frequenzverschiebung aufgetragen. Der Fehler in der Schadensdichte wurde auf 10% geschätzt, während sich in der Frequenzverschiebung der Fehler aus der Methode der Mittlung der thermischen Resonanzfrequenzbestimmung ergibt. Die beiden verbundenen Punkte entstammen derselben 100 nm dünnen Schicht nach $2 \cdot 10^{10}$ und $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (vgl. Abbildung 4.34). Alle anderen Werte stammen von verschiedenen Proben.

Ein deutlicher Trend abnehmender Resonanzfrequenz mit steigender Gesamtschädigung ist zu erkennen. Dabei fällt der jeweilige exakte Verschiebungswert durchaus unterschiedlich aus, wie an der 100 nm dünnen Schicht zu sehen ist. Auch zwischen den unterschiedlichen Schichtdicken ist keine einheitliche Verschiebung erkennbar, was unter anderem dadurch bedingt ist, dass durch die verschieden dicken Kupferschichten der zu erwartende Einfluss auf die mechanische Veränderung des gesamten Cantilevers unterschiedlich stark ausgeprägt ist. Eine genauere Untersuchung der einzelnen Schädigungsarten, wieder als Summe entlang des Dehnungsprofils in Abbildung 4.38 dargestellt, ergibt ein differenzierteres Bild der Frequenzabhängigkeiten.

Für die Intrusionen und die Korngrenzen-Extrusionen ist im Rahmen der Fehler eine stärkere Verschiebung der Resonanzfrequenz mit steigender Summe der Schä-

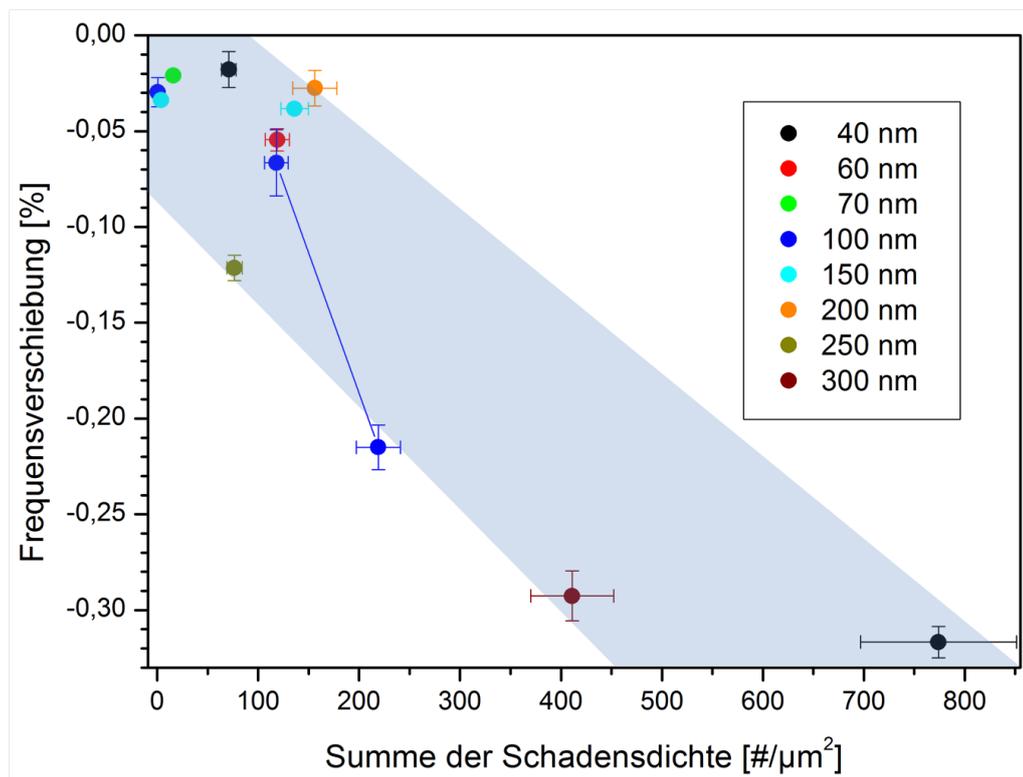


Abbildung 4.37: Resonanzfrequenzverschiebung für unterschiedliche Schichtdicken in Abhängigkeit von der Summe der Gesamtschadensdichten nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen. Die Linie verbindet zwei Messpunkte der selben Probe

digungen zu sehen. Für die Zwillingsgrenzen-Extrusionen gilt das gleiche, wobei die größte Frequenzverschiebung für die 40 nm dünne Schicht keinen Anstieg der Zwillingsgrenzen-Extrusionen mehr aufweist. Da in Abschnitt 4.2 das Auftreten von Löchern an der Grenzfläche zwischen Schicht und Substrat bei allen drei Schädigungstypen festgestellt wurde, führt dies zu dem Schluss, dass immer die Hauptschädigungsart die Frequenzverschiebung dominiert.

Die Punkte für die Zwillingsschädigungen liegen gleich auf mit den Punkten der Korn-Extrusionen. Beide Schädigungsarten haben nur eine sehr geringe Dichte und tragen daher nur zu einem sehr geringen Maße zur Frequenzverschiebung bei.

Für Schichten mit Rissbildung an den Korngrenzen kann keine klare Abhängigkeit zwischen der Frequenz und der Rissanzahl erkannt werden.

Zusammenfassend ist eine Abfallen der Resonanzfrequenz des Cantilevers während der Ermüdungsmessung zu erkennen. Die Höhe der Frequenzverschiebung ist abhängig von der Schädigungsart, deren Dichte und der Schichtdicke der Kupferschicht.

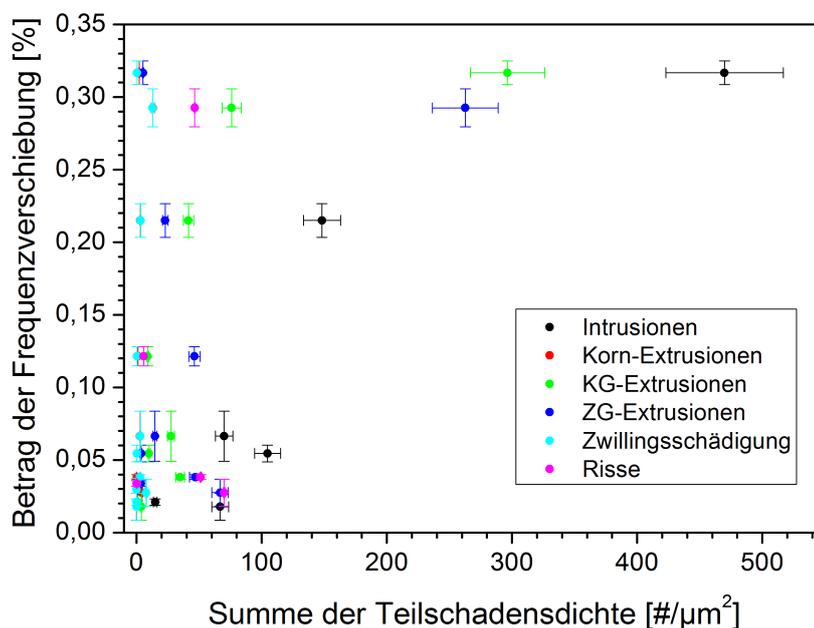


Abbildung 4.38: Resonanzfrequenzverschiebung für unterschiedliche Schichtdicken in Abhängigkeit von der Summe der Teilschadensdichten nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen.

4.9 Umgebungseinflüsse

In Abbildung 4.39 sind die Schädigungsverläufe der Schadensdichte pro Korn der beiden 100 nm dünnen Schichten aus Abbildung 4.18 zu sehen, welche bei einer konstant hohen Luftfeuchtigkeit von $50 \pm 10\%$ (\bullet) und einer anfänglich hohen Luftfeuchtigkeit von 44%, die im Verlauf der Messung auf 16% gesunken ist (vergleiche Abschnitt 3.3.4 sowie Abbildung 3.11), gemessen wurden. Diese beiden Schichten weisen eine gute Übereinstimmung des Schädigungsverlaufes auf.

Zusätzlich ist in Abbildung 4.39 eine 100 nm dünne Schicht (\triangle) eingetragen, welche bei konstant niedriger Luftfeuchtigkeit von 23% ermüdet wurde. Der Vergleich mit den beiden anderen Schichten zeigt, dass die Intrusionsdichte pro Korn im Rahmen des Fehlers der Auswertung oberhalb einer Dehnung von 0,16% übereinstimmt. Für geringere Dehnungen ist die Intrusionsdichte der letzteren Schicht wesentlich kleiner als für die beiden anderen Schichten.

Auffallend ist, dass die Korngrenzen- und Zwillingsgrenzen-Extrusionen bei der Probe unter niedriger Luftfeuchtigkeit kaum vorhanden oder komplett unterdrückt sind. Auch bei der Probe, die bei hoher Luftfeuchtigkeit ermüdet wurde, treten diese beiden Schädigungsformen fast nicht auf, während die Probe, die bei sin-

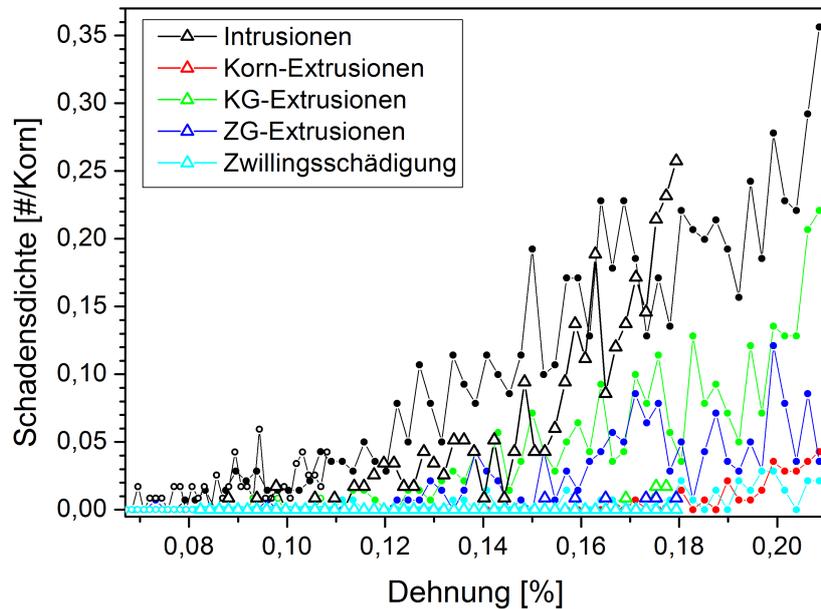


Abbildung 4.39: Vergleich der bei unterschiedlichen Luftfeuchtigkeiten ermüdeten 100 nm dünnen Schichten: C-19 (●) konstant hoher Luftfeuchtigkeit (50 %) ; C-43 (○) absinkender Luftfeuchtigkeitsverlauf (44 %→16 %); C-44 (△) konstant niedriger Luftfeuchtigkeit (23 %).

kender Luftfeuchtigkeit ermüdet wurde, schon bei kleinen Dehnungen die ersten Korngrenzen-Extrusionen aufweist.

Zusammenfassend wurde ein großer Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf bestimmte Schädigungsarten festgestellt.

Kapitel 5

Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse aus den vorhergegangenen Abschnitten diskutiert. Es werden die einzelnen zugrunde liegenden Mechanismen der verschiedenen Schädigungstypen erläutert. Dabei wird ein Modell zur Unterscheidung der unterschiedlichen Rissarten aufgestellt und diskutiert. Weiterhin wird der Einfluss der Umweltbedingung Luftfeuchtigkeit auf die Schädigungsentwicklung und Lebensdauer untersucht. Dem werden eine Diskussion der Schädigungsschwellwerte sowie eine Bewertung der Methode der Frequenzveränderung zur Bestimmung der Schädigung folgen.

Zwei unterschiedliche Modelle für die Schädigungsentwicklung mit ansteigender Schwingungsanzahl werden entwickelt und auf verschiedene gemessene Schädigungsdichten angewendet. Die daraus folgenden Schwellwerte zum Entstehen der Schädigungen werden den experimentell gefundenen und denen aus der Literatur gegenübergestellt und diskutiert.

5.1 Schädigungsmechanismen

In diesem Abschnitt sollen zuerst einmal die Mechanismen zur Entstehung der einzelnen Schädigungsarten besprochen werden. Dabei wird auf die jeweiligen Schädigungstypen eingegangen und anhand der Ergebnisse aus Kapitel 4 sowie der Literatur ein Bild der Entstehung entwickelt.

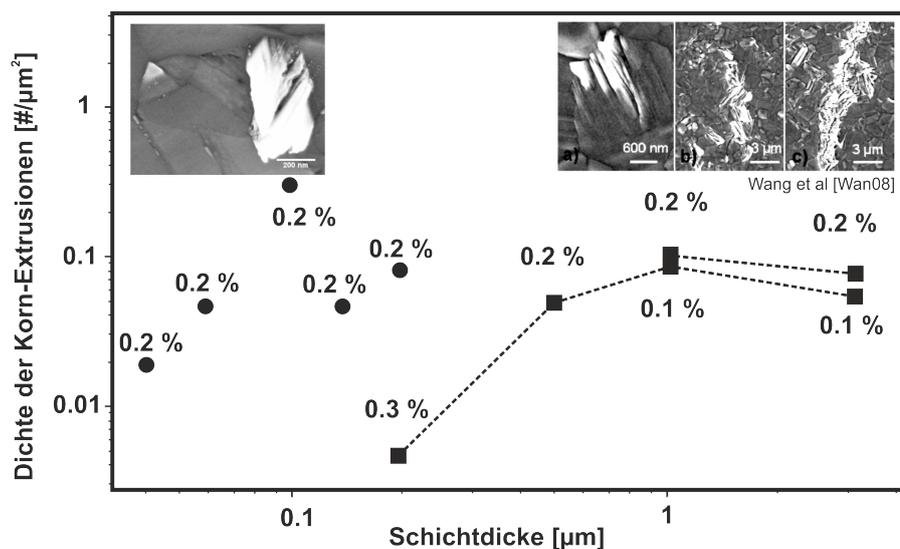


Abbildung 5.1: Vergleich der Korn-Extrusionsdichten dieser Arbeit mit den von Wang *et al.* [Wan08] ermittelten Dichten für die Sättigungswerte nach $2 \cdot 10^5$ bis $2 \cdot 10^6$ Zyklen (■) und für Werte aus dieser Arbeit nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen (●).

5.1.1 Korn-Extrusionen

Die Korn-Extrusionen stellen bei den in dieser Arbeit verwendeten Dehnungen keine dominierende Schädigungsart dar. Sie treten nur bei dicken Schichten ≥ 200 nm oder für dünne Schichten bei hohen Dehnungen $\geq 0,18\%$ auf. In Abbildung 4.25 ist eine eindeutige Abhängigkeit der Dichte der Korn-Extrusionen pro Korn von der Schichtdicke zu erkennen. Um die gleiche Dichte an Schädigungen in den dünneren Schichten zu erhalten, sind höhere Dehnungen nötig. Für die Dichte pro μm^2 aus Abbildung 4.24 ist derselbe Trend zu erkennen, wobei dieser dort nicht so stark ausgeprägt ist wie bei der Dichte pro Korn. Daher ist die Schichtdicke für die Ausbildung dieser Schädigungsart die limitierende Größe, zumal, wie in Abbildung 4.1 zu erkennen ist, die Schichtdicke die kleinste auftretende charakteristische Größe ist.

Der Vergleich mit dem in Kapitel 2.3.3 gezeigten Beispiel von Wang *et al.* [Wan08] legt nahe, dass es sich bei den gefundenen Korn-Extrusionen um denselben versetzungs-basierten Mechanismus handelt. In Abbildung 5.1 sind die in seiner Arbeit gefundenen Sättigungswerte für die Extrusionsdichte pro μm^2 (■) mit den Werten der Korn-Extrusionen aus dieser Arbeit für eine Dehnung von $0,2\%$ (●) zusammen dargestellt. Dabei ist die Gesamtschwingungszahl deutlich unterschiedlich. Während die Werte aus dieser Arbeit alle nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen gemessen

wurden, stammen die Sättigungswerte von Wang aus dem Schwingungsbereich von ca. $2 \cdot 10^5$ bis $2 \cdot 10^6$ Zyklen. Bei einem Vergleich der Schädigungsdichte pro Korn würden die ermittelten Werte für die Korn-Extrusionen viel geringer ausfallen als die Werte der Extrusionen von Wang. Ein Vergleich der 200 nm dicken Schichten ergibt einen um einem Faktor zehn kleineren Wert in der Dichte pro Korn für die in dieser Arbeit gefundenen Korn-Extrusionen.

Durch die Übereinstimmung der REM-Aufnahmen der Schädigungen handelt es sich um dieselbe Schädigungsart mit dem versetzungsbasierten Entstehungsmechanismus, welcher in Abschnitt 2.4.1 erläutert wurde. Bei einer gleichbleibenden angelegten Dehnung von 0,2 % führt eine Erhöhung der Gesamtschwingungsanzahl in dünnen Kupferschichten mit einer Dicke von 40 nm zur gleichen Schädigung, wie sie in 3 μ m dicken Schichten bei kleineren Schwingungsanzahlen auftreten. Zusätzlich bestätigt sich der Trend, dass bei gleichbleibender Schwingungsanzahl die Schädigungsdichte der Korn-Extrusionen mit abnehmender Schichtdicke sinkt.

5.1.2 Zwillingsgrenzen-Extrusionen

Die Dichte der Zwillingsgrenzen-Extrusionen zeigt in Bezug auf die Dehnung und Schwingungsanzahl ein vergleichbares Verhalten wie die Dichte der Korn-Extrusionen. Zhang *et al.* [Zha05] fanden diese Schädigungsart in ihrer Untersuchung bei höheren Dehnungen von 0,5 % und kleineren Schwingungszahlen von $1 \cdot 10^4$ in 200 nm dicken Kupferschichten, was denselben Schluss wie bei den Korn-Extrusionen zulässt, dass die Schädigungen entweder mit hoher Dehnung oder erhöhter Schwingungsanzahl verstärkt hervorgerufen werden können. Zusätzlich ist aus Abbildung 4.29 wieder eine starke Schichtdickenabhängigkeit der Schädigung zu erkennen. Daher scheinen die Zwillingsgrenzen-Extrusionen, wie schon die Korn-Extrusionen, eine versetzungsbasierte Schädigungsart zu sein.

Da dieser Schädigungstyp an Zwillingsgrenzen entsteht, ist diese Schädigung abhängig von der Orientierung und der Lage der Zwillinge, wie in Kapitel 2.3.2 beschrieben. Aus Berechnungen für $\langle 111 \rangle$ aus der Schichtebene orientierte Körnern ist bekannt, dass Versetzungen durch deren Grenzfläche nicht einfach hindurch gleiten können [Mön04a]. Zusätzlich wirkt die extern angelegte Dehnung zu einer Erhöhung der lokalen Spannung, was zu einer resultierenden Schubspannung σ_{Schub} führt, so dass in der Umgebung des Zwillings ein Versetzungsgleiten parallel zur Zwillingsgrenze einsetzt, wie es in Abbildung 5.2 schematisch dargestellt ist.

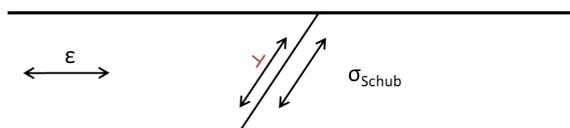


Abbildung 5.2: Resultierende Schubspannungen σ_{Schub} in der Nähe einer kohärenten Zwillingsgrenze bei angelegter externen Dehnung ϵ .

Ab einer gewissen Korngröße bzw. Schichtdicke ist die angelegte äußere Dehnung groß genug, um Gleiten von Versetzungen auch ohne die Existenz von Zwillingsgrenzen zu ermöglichen. Dies führt zum Auffinden von Zwillingsgrenzen-Extrusionen in einigen großen Körnern bei Schichtdicken von 360 nm ohne erkennbare Zwillingsgrenzen.

Die Zwillingsgrenzen-Extrusionen stellen die dominierende Schädigungsart für Schichten ≥ 150 nm dar. Aus den Schädigungsverläufen in Abbildung 4.32 ist in der Auftragung der Dichte sowohl pro Fläche als auch pro Korn ein sehr starker Anstieg der Schädigungsdichte mit zunehmender Schichtdicke bzw. Korngröße zu erkennen. Dieser Anstieg ist größer als der Anstieg der Zwillingsgrenzendichte in den untersuchten Schichten und kann damit nicht einfach durch eine erhöhte Nukleationsstellendichte erklärt werden. Die Dominanz gegenüber den Rissen entlang von Korngrenzen kann damit erklärt werden, dass die Zwillingsgrenzen, wie in Abbildung 5.2 angedeutet, im Gegensatz zu den Korngrenzen im Allgemeinen nicht senkrecht zur Schichtebene und damit zur Belastungsrichtung stehen und sich daher eine lokale Schubspannung der Zwillingsgrenze bildet, die zum Gleiten der Versetzungen in der Nähe der Zwillingsgrenze führt.

5.1.3 Zwillingsschädigung

Bei den aus der Oberfläche der Kupferschichten heraustretenden Zwillingen stellt sich die Frage, ob diese Zwillinge bei der Ermüdung entstanden oder durch das Wachstum von schon existierenden Zwillingen hervorgegangen sind.

Für den klassischen Pole-Mechanismus zur Entstehung neuer Zwillinge aus Kapitel 2.3.2 werden hohe Spannungen benötigt. Durch das Fehlen von Gleitbändern in den ermüdeten Proben, werden die errechneten lokalen Spannungen von 350 MPa [Hua06] zum Einsetzen der Zwillingsbildung nicht erreicht. Da in der Umgebung der gefundenen Zwillinge keine anderen Strukturen auftreten, welche eine lokal stark erhöhte Spannung rechtfertigen könnten, wird das Einsetzen des Pole-

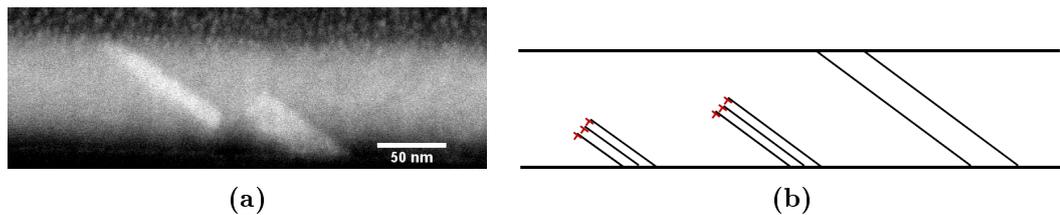


Abbildung 5.3: (a) REM-Aufnahme eines FIB-präparierten Querschnitts einer 100 nm dünnen Kupferschicht mit Zwillingen, die nicht durch die komplette Dicke der Schicht verlaufen und (b) schematische Darstellung des Zwillingswachstums an einem vor der Ermüdung vorhandenen Zwilling, welcher nicht die gesamte Schichtdicke durchschneidet.

Mechanismus ausgeschlossen.

Für die bei dünneren Schichtdicken gefundene Emission von Partialversetzungen aus den Korngrenzen heraus spricht die Beobachtung, dass die gefundenen Zwillinge sich innerhalb der Körner ohne Verbindung zu den Korngrenzen befinden und damit die Zwillingsentstehung nicht von den Korngrenzen her initiiert wurde. Daher ist die Nukleation von neuen Zwillingen in den untersuchten Kupferschichten sehr unwahrscheinlich.

REM-Aufnahmen von FIB-präparierten Querschnitten der verschiedenen Kupferschichten zeigen, dass es Zwillinge gibt, die nicht die gesamte Schicht durchschneiden, sondern mitten im Korn aufhören und somit nicht auf den Oberflächenaufnahmen zu erkennen sind. In Abbildung 5.3(a) ist für eine 100 nm dünne Schicht solch ein Zwilling zu sehen. In Abbildung (b) ist schematisch gezeigt, wie der Zwilling durch Gleiten der Partialversetzungen, welche die inkohärente Zwillingsgrenze bilden, in der Länge wächst.

In den aufgenommenen Querschnittsaufnahmen der 100 nm Schichte wurden nur sehr selten solche potentiellen Zwillinge entdeckt, was das Verhalten der Schädigungsdichte erklären kann. Die Anzahl der Zwillingschädigung zeigte in Abbildung 4.30 keine starke Abhängigkeit von der Dehnung im Vergleich zu anderen versetzungsbasierten Schädigungen. Dies kann damit erklärt werden, dass oberhalb einer bestimmten Schwelldehnung ϵ_{Zw} das Wachstum ermöglicht wird und nur durch die zur Verfügung stehenden Zwillinge limitiert ist.

Die aus Abbildung 4.31 zu erkennende Schichtdickenabhängigkeit kann mit einer Abhängigkeit der Schwelldehnung $\epsilon_{Zw}(d)$ von der Schichtdicke erklärt werden, da es für dickere Schichten leichter ist, Versetzungen zu bewegen [Nix89].

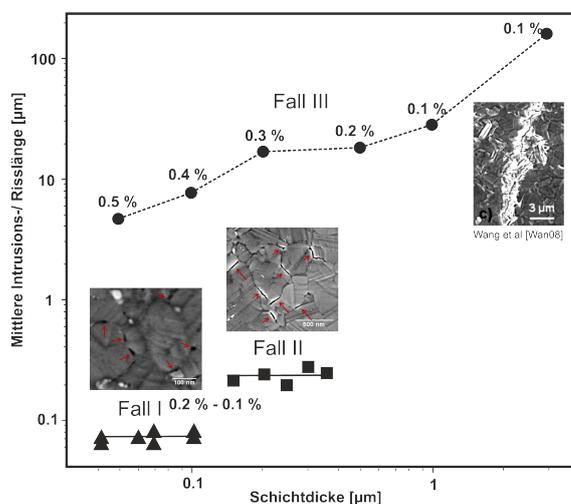


Abbildung 5.4: Vergleich der Risslängen aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] (●) und der Werte für die mittlere Intrusions- (▲)/ Risslänge (■) aus dieser Arbeit.

5.1.4 Intrusionen und Risse

In Abbildung 5.4 ist der Vergleich der ermittelten Riss- (■) und Intrusionslängen (▲) aus dieser Arbeit mit Risslängen aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] (●) dargestellt. Die Längen variieren innerhalb dreier verschiedener Größenordnungen. Dabei unterscheiden sich die langen und kurzen Risse dadurch, dass die kurzen nur entlang einer Korngrenze gewachsen sind (Fall II) und die langen Risse sich über mehrere verschiedenen Korngrenzen erstrecken (Fall III). Die Dehnungen, bei welchen die Schädigungen beobachtet wurden, sind in Abbildung 5.5 für die drei Fälle aufgetragen.

Aus dem in Kapitel 2.3.1 vorgestellten Modell zum Wachstum eines Risses, kann bei konstant angelegter, sehr kleiner äußerer Dehnung die Annahme

$$\sigma = (\epsilon_{total} - \epsilon_{plastisch})E \approx \epsilon_{total} \cdot E \quad (5.1)$$

getroffen werden. Damit ein Riss, welcher durch die gesamte Schichtdicke reicht, sich weiter in der Schichtebene ausbreiten kann, muss nach Gleichung 2.5 [Suo01] der Schwellwert Γ für die Ausbreitung in der Ebene überschritten werden.

$$\epsilon_{total}^2 h \geq \frac{\Gamma}{\beta E (1 - \nu^2)} \quad (5.2)$$

Dabei ist h die Dicke der Schicht, E der Elastizitätsmodul und ν die Poissonzahl ν . Für β gilt typischerweise ein Wert zwischen 1 und 2 [Suo01].

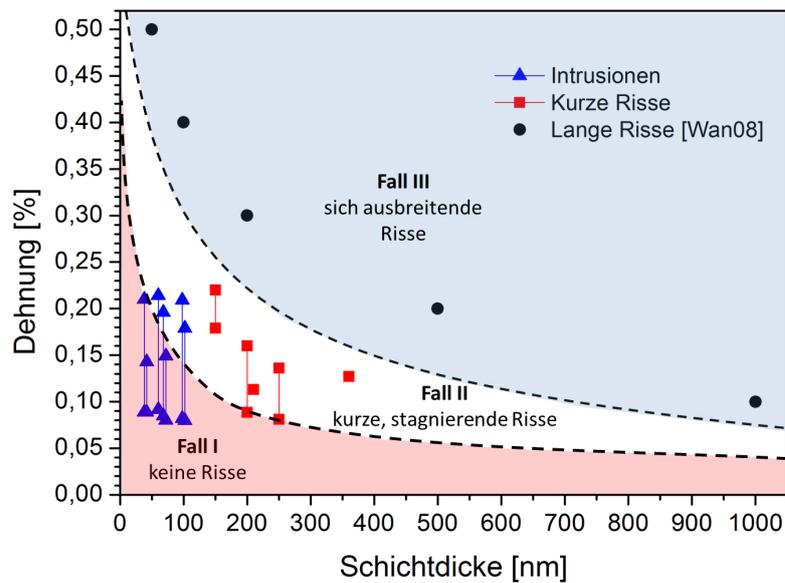


Abbildung 5.5: Vergleich der Dehnungen aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] (●) und der Werte für die mittlere Intrusions- (▲)/ Risslänge (■) aus dieser Arbeit.

Für die unterschiedlichen Risse können zwei unterschiedliche Werte für den Risswiderstand Γ angesetzt werden. Während für das Wachstum eines Risses entlang einer Korngrenze dieser Wert kleiner sein muss, ist er für lange Risse entlang mehrerer Korngrenzen höher. In Abbildung 5.5 sind diese Bereiche mit der für lange und kurze Risse in dünnen Schichten erwarteten Abhängigkeit von $\frac{1}{\sqrt{h}}$ unterteilt und den unterschiedlichen Fällen zugeordnet. Für die in dieser Arbeit gefundenen Risse, wie sie der Fall II zeigt, stellt der Übergang von einer Korngrenze zu einer anderen für die Rissausbreitung ein Hindernis dar, welches aufgrund der geringen angelegten Dehnungen nicht überwunden werden kann. Die von Wang *et al.* [Wan08] gefundenen langen Risse entstehen erst bei etwa doppelt so großen Dehnungen wie die in dieser Arbeit untersuchten, weshalb die Risse den Schwellwert überwinden können und sich über mehrere Korngrenzen hinweg ausbreiten können.

Um die Entstehung der Intrusionen (Fall I) zu untersuchen, wurden TEM-Lamellen aus der Schichtebene einer 70 nm dünnen Kupferschicht präpariert. In Abbildung 5.6(a) ist eine Intrusion dieser 70 nm dünnen Kupferschicht in Aufsicht zu sehen. Hier wurden keine Versetzungen in der Nähe von Intrusionen gefunden. Nur in sehr großen Körnern der 70 nm dünnen Kupferschicht wurden Versetzungen gefunden, wie in 5.6(b) erkennbar ist. Es ist keine Abhängigkeit zwischen der Versetzungsdichte und dem Auffinden von Intrusionen zu beobachten. Das Fehlen der Versetzungen in der Nähe von Intrusionen und die nur in sehr großen Körnern gefundenen hohen Versetzungsdichten legen nahe, dass diese Schädigung nicht versetzungsbasiert, son-

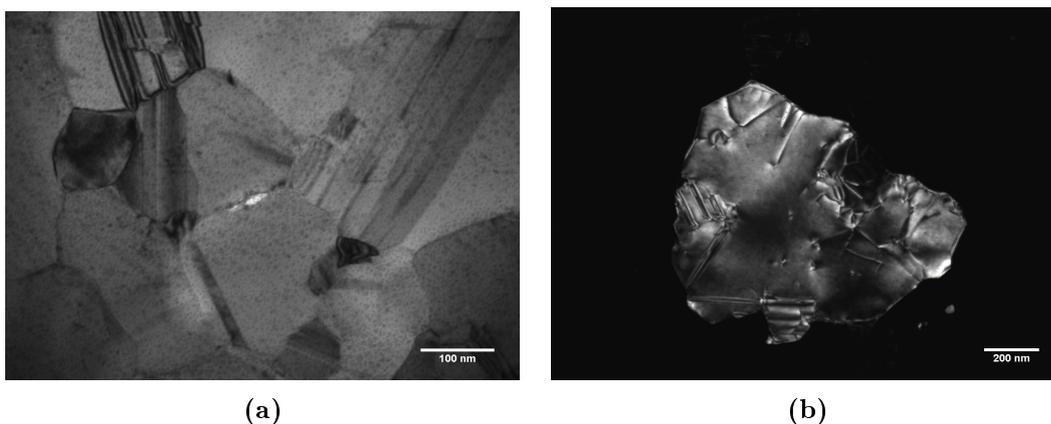


Abbildung 5.6: TEM-Hellfeldaufnahme einer 70 nm dünnen Schicht in Aufsicht (a) mit einer Intrusion entlang einer Korngrenze ohne Versetzungen in der Nähe und (b) einer Dunkelfeld-Aufnahme eines großen Kornes mit hoher Versetzungsdichte.

dern eher diffusionsgesteuert abläuft.

Diffusionsbasiertes Kriechen von Kupfer bei Raumtemperatur wurde von Cai *et al.* [Cai00] beobachtet. Die Aktivierungsenergie wurde dabei auf 0,72 eV bestimmt.

$$\underbrace{E_{GK-Gitter-D}}_{\approx 2 \text{ eV [Dic91]}} > \underbrace{E_{FK-Kriechen}}_{\approx 0,72 \text{ eV [Cai00]}} > \underbrace{E_{FK-Korn-D}}_{\approx 0,69 \text{ eV [Dic91]}} \approx \underbrace{E_{Oberflächen-D}}_{0,69 \text{ eV [Hor87]}} \quad (5.3)$$

Die Abschätzung der Aktivierungsenergien in Gleichung 5.3 zeigt, dass in grobkörnigen (GK) Proben die Diffusion über das Gitter die höchste Aktivierungsenergie benötigt, während in feinkörnigen (FK) Proben das Kriechen und die Diffusion entlang von Korngrenzen und der Oberfläche deutlich geringere Aktivierungsenergien benötigen. Daher scheint der zu Grunde liegende Mechanismus dem des Coble-Kriechens sehr ähnlich zu sein und das Kriechen über die Korngrenzen sowie die Diffusion über die Oberfläche stattzufinden. Dies ist im Einklang mit dem gefundenen Dehnungsbereich aus Abbildung 5.5, in dem die Intrusionen auftreten. Dieser zeigte keine Schichtdickenabhängigkeit, jedoch verschwinden die Intrusionen bei Schichtdicken ≥ 100 nm. Dies kann daran liegen, dass bei dickeren Schichten der Anteil der plastischen Dehnung ansteigt und daher das Einsetzen von versetzungsbasierten Schädigungen ermöglicht wird. Die dann erzeugten Schädigungen führen zu Spannungsrelaxationen, welche die Entstehung von Intrusionen verhindern. Zudem entstehen Intrusionen im Vergleich zu Zwillingsgrenzen-Extrusionen erst bei höheren Schwingungszahlen, was später in Abschnitt 5.3.3 noch genauer diskutiert wird. Diese zeitliche Reihenfolge wird bei genügend großer plastischer Dehnung dazu führen, dass durch die Spannungsrelaxationen der anderen Schädigungen keine Intrusionen

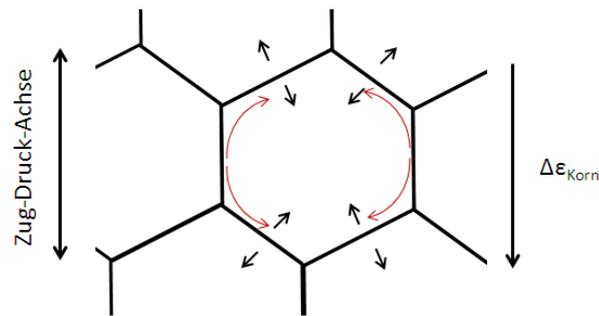


Abbildung 5.7: Schematische Darstellung der Spannungszustände in der Aufsicht. Die schwarzen Pfeile zeigen die resultierende Zugspannung an den Korngrenzen an, während die roten Pfeile den Relaxationsfluss der Atome entlang der Korngrenzen andeuten.

mehr entstehen können.

Im Folgenden werden mögliche auftretende Gradienten, welche zu einem bevorzugtem Fluss von Atomen führen könnten, diskutiert. Dazu werden die durch die Biegung des Balkens generierten Dehnungsunterschiede $\Delta\epsilon_{Dicke}$ zwischen der Oberfläche der Schicht und der Grenzfläche am Substrat für eine Auslenkung von $7\ \mu\text{m}$ und eine Cantileverlänge von $120\ \mu\text{m}$ in Abhängigkeit von der Schichtdicke berechnet. Es ergibt sich ein linearer Zusammenhang der Form $\Delta\epsilon_{Dicke} = 4,23(5) \cdot 10^{-2} \cdot t$ mit der Schichtdicke t . Für Schichten von $40\ \text{nm}$ bis $100\ \text{nm}$ Dicke, welche diejenigen Schichten mit auftretenden Intrusionen sind, ist eine Dehnungsabweichung von 2% bis 5% gegeben. Dabei ist der sich ergebende Unterschied aus der prozentualen Dehnungsabweichung entlang der Länge des Cantilevers bei diesen geringen Dehnungen zu vernachlässigen.

Die Dehnungsänderung innerhalb eines Kornes $\Delta\epsilon_{Korn}$ entlang der Zug-Druck-Achse ist im Vergleich zu dem Gradienten innerhalb der Schicht um einen Faktor 10 kleiner und hat daher keine Bedeutung für die Betrachtung der relevanten Gradienten. Zusätzlich gibt es Spannungsunterschiede, bedingt durch die Geometrie der Körner, in Bezug auf die Zug-Druck-Achse. In Abbildung 5.7 ist schematisch in der Aufsicht der Fluss der Atome (rote Pfeile) hin zu den belasteten Korngrenzen, die nicht parallel zur Zug-Achse liegen, dargestellt. Bei senkrecht zur Zugachse liegenden Korngrenzen ist daher ein Maximum der wirkenden Spannung an den Korngrenzen (schwarze Pfeile) und ein Relaxationsfluss von Atomen hin zu diesen zu erwarten. Dies deckt sich mit den Beobachtungen aus den FIB präparierten Querschnitten der Intrusionen, die sowohl eine Senke der Oberfläche zeigten, wie auch ein Loch am Substrat. Diese symmetrische Anordnung kann nur durch den Fluss von Atomen entlang der Korngrenzen und über die Oberfläche weg von den weniger belasteten, hin zu den stärker beanspruchten Korngrenzen erklärt werden. Die Betrachtung der

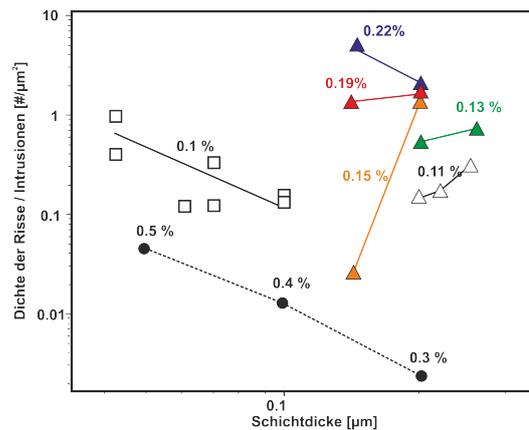


Abbildung 5.8: Vergleich der Dichte der Risse aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] (●) mit der Dichte der Intrusionen (□) und der Risse (△) aus dieser Arbeit, welche für verschiedene Dehnungen farbig markiert sind.

Aktivierungsenergien aus Gleichung 5.3 unterstützt diese Annahme.

Eine klare Aussage über die Lage der einzelnen Intrusionen in Bezug auf die Dehnungsachse zu treffen ist nicht möglich, da die Körner nicht wie in Abbildung 5.7 regelmäßig orientiert sind, sondern beliebig orientierte Korngrenzen zur Zugachse haben. Zudem führt die unterschiedliche Orientierung der Körner zur Bevorzugung einzelner Korngrenzen.

In Abbildung 5.8 ist der Vergleich der hier gemessenen Riss- (△) und Intrusionsdichte (□) pro μm^2 mit den Werten von Wang *et al.* (●) [Wan08] dargestellt. Der Anstieg der Dichte der Intrusionen pro μm^2 mit abnehmender Schichtdicke kann damit erklärt werden, dass für kleine Schichtdicken die Korngröße sinkt, wodurch die Anzahl der Korngrenzen steigt, sodass die Wege für die Diffusionsprozesse immer kürzer werden. Die Intrusionsdichte pro Korn ist konsistent mit diesen Betrachtungen, wie in Abbildung 4.23 zu sehen ist.

Für die Risse bei Wang (●) ist nicht klar, ob der Anstieg der gezeigten Sättigungswerte aus der Erhöhung der Dehnung oder aus der Reduzierung der Schichtdicke resultiert. Die Betrachtung von Gleichung 5.2 lässt aufgrund des quadratischen Beitrags der Dehnung vermuten, dass die Erhöhung der Dehnung für eine steigende Anzahl der Risse verantwortlich ist. Dieser Anstieg mit zunehmender Dehnung spiegelt sich auch in den farbig markierten Rissdichten pro μm^2 der kurzen Risse (△) wieder.

Die geringere Dichte pro μm^2 der langen Risse im Vergleich zu den gemessenen Dichten der Intrusionen und kurzen Risse hängt zum Einem von der Verknüpfung mehrerer kleiner wachsender Risse ab, welche sich zu einem langen Riss zusammenschlie-

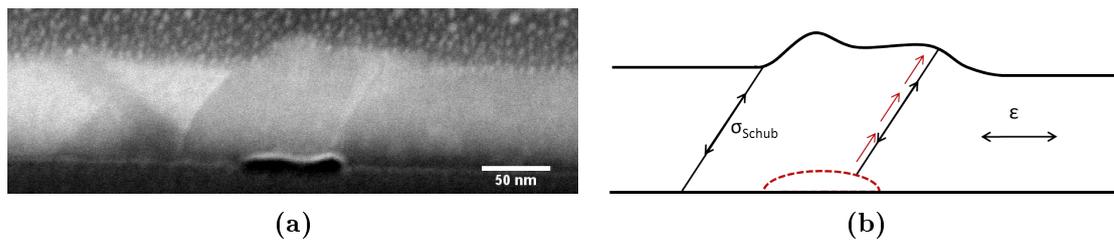


Abbildung 5.9: (a) FIB-präparierter Querschnitt durch eine Korngrenzen-Extrusion in einer 100 nm dünnen Schicht und (b) schematische Darstellung von zwei Korngrenzen-Extrusionen mit der äußeren angelegten Dehnung ϵ .

ßen können, zum Anderen generieren lange Risse einen größeren Spannungsabbau innerhalb der Schicht, welcher die Entstehung weiterer Risse verhindern kann.

5.1.5 Korngrenzen-Extrusionen

Vergleiche mit der Arbeit von Eberl *et al.* [Ebe06a] (siehe Abbildung 2.9) zeigen, dass es sich bei den Korngrenzen-Extrusionen um die gleiche Schädigungsform handelt. Dabei reichten schon sehr kleine Dehnungen von 0,02 % bei sehr große Schwingungszahlen bis $1 \cdot 10^{14}$ zur Entstehung dieser Schädigung. Das Auftreten von Korngrenzen-Extrusionen bei solch kleinen Dehnungen stützt die Vermutung, dass diese Schädigungsart durch Diffusionsprozesse innerhalb der Korngrenzen hervorgerufen wird.

Im Unterschied zu den Intrusionen, bei denen die Korngrenzen senkrecht zu der angelegten Spannung liegen, werden die Korngrenzen-Extrusionen an solchen Korngrenzen gefunden, die nicht senkrecht durch die Schicht laufen, wie sie in den Abbildungen 4.6 und 5.9(a) zu sehen sind. Wie bei den Zwillingsgrenzen-Extrusionen führt solch eine Geometrie zu hohen lokalen Schubspannungen entlang der Korngrenze. Diese Schubspannung induziert einen Massentransport von Atomen hin zur Oberfläche, da die Korngrenze im Gegensatz zu einer Zwillingsgrenze keine kohärente Grenzfläche ist. In Abbildung 5.9(b) ist dies schematisch gezeigt.

Zusammenfassend konnten die gefundenen Schädigungen in zwei verschiedene Mechanismen unterteilt werden. Korn- und Zwillingsgrenzen-Extrusionen, Zwillingschädigungen und Risse konnten versetzungskontrollierten Mechanismen zugeordnet werden. Intrusionen und Korngrenzen-Extrusionen scheinen eine diffusionsgesteuerte Entstehung zu haben.

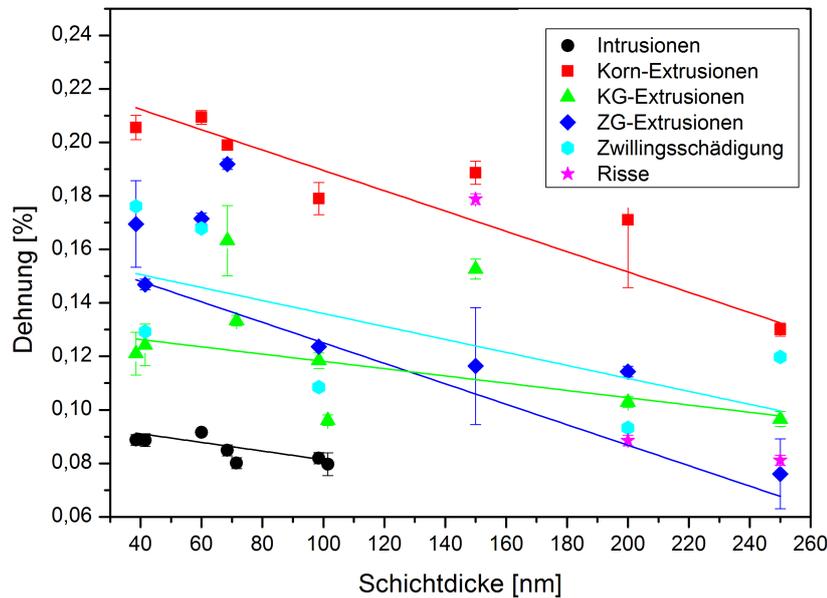


Abbildung 5.10: Schädigungsgrenzen aus Abbildung 4.35 mit linearen Fits. Die zur Erzeugung der Schädigung benötigten Dehnungen sind in Abhängigkeit von der Schichtdicke aufgetragen.

5.2 Grenzen der Schädigungsmechanismen

In Abbildung 4.35 sind Geraden durch die verschiedenen Schädigungswerte gefittet worden. Dabei weisen die Geraden der Korn-Extrusionen und der Zwillingsgrenzen-Extrusionen nahezu dieselbe Steigung auf, was sich damit erklären lässt, dass beide Schädigungen durch die Bewegung von Versetzungen entstehen. Dieser lineare Anstieg für versetzungsbasierte Schädigungen kann mit der Annahme, dass die plastische Dehnung ϵ_{pl} , welche bei den sehr kleinen angelegten Dehnungen als konstant, gering und unabhängig von der Schichtdicke angenommen werden kann, durch die Dehnung ϵ wie folgt ausgedrückt werden:

$$\epsilon = \epsilon_{el} + \epsilon_{pl} = \frac{\sigma_d}{E} + \epsilon_{pl} \quad \text{mit } \epsilon_{pl} \neq f(d). \quad (5.4)$$

Daraus resultiert eine linear ansteigende Gesamtdehnung ϵ mit abnehmender Schichtdicke, wie es in Abbildung 4.35 zu sehen ist.

Dass die Zwillingsgrenzen-Extrusionsgerade unterhalb der Korn-Extrusionsgeraden liegt, zeigt an, dass es einfacher ist, Zwillingsgrenzen-Extrusionen zu erzeugen. Dies steht im Einklang mit der hohen resultierenden Schubspannung an den Zwillingsgrenzen, wie sie in Abschnitt 5.1.2 beschrieben wurde.

Die Steigung der Zwillingschädigungsgeraden ist ein wenig flacher, obwohl diese auch auf der Bewegung von Versetzungen beruht. Dies kann daran liegen, dass eine weitere limitierende Größe das Vorhandensein von Zwillingen ist, welche nicht durch die gesamte Schichtdicke verlaufen, was die große Streuung der Datenpunkte widerspiegelt.

Die Geraden für die Intrusionen und die Korngrenzen-Extrusionen zeigen eine geringe Abhängigkeit von der Schichtdicke. Die Werte für die Korngrenzen-Extrusionen weisen eine große Streuung auf, was seine Ursache in der Beeinflussung dieser Schädigungsart durch die Luftfeuchtigkeit haben könnte. Die Intrusionswerte liegen alle sehr nahe beieinander und weisen nur geringe Abweichungen auf. Die Unabhängigkeit von der Schichtdicke spiegelt den Diffusionscharakter dieser Schädigungsart wieder.

Die Werte für die Risse zeigen keinen linearen Verlauf. Die Werte steigen sehr stark bei der 150 nm dünnen Kupferschicht an. Anscheinend bewirken die auftretenden Zwillingsgrenzen-Extrusionen genügend große Spannungsrelaxationen innerhalb der Schicht, sodass weder Risse noch Intrusionen an den Korngrenzen für kleine Dehnungen gebildet werden können.

5.3 Schädigungsentwicklung

Im Folgenden werden zwei unterschiedliche physikalische Modelle vorgestellt, welche die Schädigungsentwicklung für unterschiedliche Dehnungen und Zyklenzahlen beinhalten, und sie werden zur Überprüfung mit den Schädigungsprofilen der 100 nm und 150 nm dicken Schichten aus Abschnitt 4.3 verglichen.

5.3.1 „accumulated plastic strain“-Modell

Mit der Annahme, dass die angesammelte plastische Dehnung $\Delta\epsilon_{irr}$ eine Funktion der aufgebrauchten plastischen Dehnung pro Zyklus ϵ_{pl} und der Anzahl der vollführten Schwingungen N ist, ergibt sich:

$$\Delta\epsilon_{irr} = \int_0^N \epsilon_{pl}(N) dN. \quad (5.5)$$

Die plastische Dehnung pro Zyklus ϵ_{pl} kann in dem verwendeten Dehnungsbereich als proportional zur angelegten äußeren Dehnung pro Schwingung ϵ genähert werden.

$$\epsilon_{pl}(N) = \bar{\delta}(N')\epsilon \quad (5.6)$$

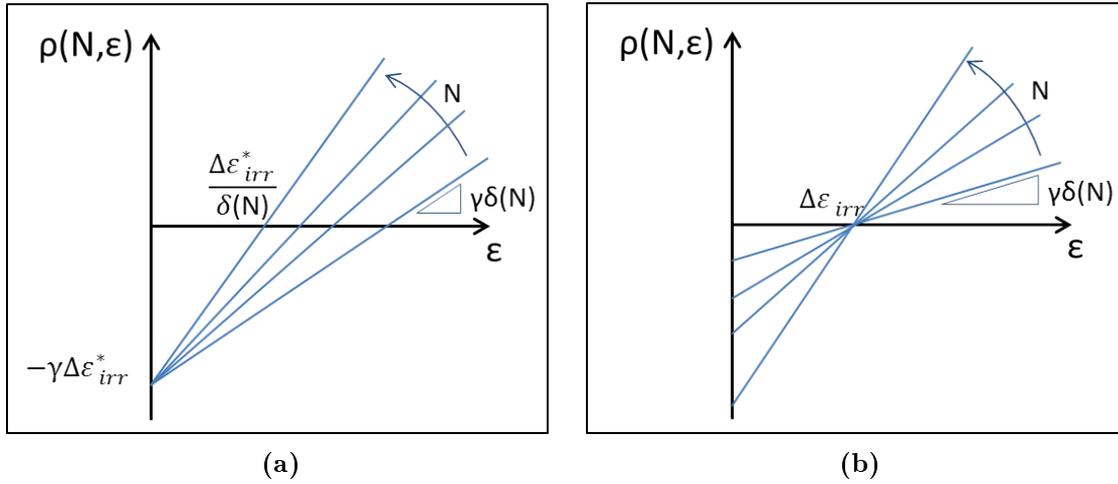


Abbildung 5.11: Schematische Darstellung (a) der Gleichung 5.9 des APS-Modells und (b) Gleichung 5.10 des IPS-Modells für ansteigende Schwingungszahlen.

Die Funktion $\bar{\delta}(N)$ gibt die Abhängigkeit von der Schwingungszahl wieder und beschreibt das Vorhandensein von Verfestigungs- und Entfestigungsprozessen. Damit kann Gleichung 5.5 zu

$$\Delta\epsilon_{irr} \stackrel{\text{Gleichung: 5.6}}{=} \epsilon \int_0^N \bar{\delta}(N') dN' \equiv \epsilon \delta(N). \quad (5.7)$$

umgeschrieben werden. Mit einem Schwellwert $\Delta\epsilon_{irr}^*$ für die Bildung von Schädigungen durch die angesammelte plastische Dehnung folgt für die Funktion der Schädigungsdichte $\rho(\epsilon, N)$:

$$\rho \begin{cases} 0 & \text{für } \epsilon\delta(N) < \Delta\epsilon_{irr}^*, \\ \propto (\Delta\epsilon_{irr} - \Delta\epsilon_{irr}^*) & \text{für } \epsilon\delta(N) > \Delta\epsilon_{irr}^*. \end{cases} \quad (5.8)$$

Dies entspricht einer linearen Gleichung der Form

$$\rho(\epsilon, N) = \gamma(\delta(N)\epsilon - \Delta\epsilon_{irr}^*) \quad (5.9)$$

mit dem Proportionalitätsfaktor γ . In Abbildung 5.11(a) ist schematisch der Schädigungsverlauf für steigende Zyklenzahlen gezeigt. Dadurch, dass der y-Achsenabschnitt keine Funktion von N ist, wandert die Nullstelle der Schädigungsgeraden mit steigender Schwingungszahl zu kleineren Dehnungen. Dies bedeutet, dass für jede noch so kleine angelegte Dehnung für ein N , welches groß genug ist, Schädigungen auftauchen werden. Dies stellt ein einfaches Modell für diffusives Schädigungsverhalten dar.

5.3.2 „immortal plastic strain“-Modell

Im Gegensatz zum „accumulated plastic strain“-Modell (APS) wird beim „immortal plastic strain“-Modell (IPS) angenommen, dass sowohl Steigung als auch y-Achsenabschnitt eine Funktion von der Schwingungszahl N sind. Die angesetzte lineare Gleichung hat die Form

$$\rho(\epsilon, N) = \gamma\delta(N)(\epsilon - \Delta\epsilon_{irr}) \quad (5.10)$$

mit $\Delta\epsilon_{irr}$ als benötigter Dehnung pro Schwingung. Dieser Wert stellt einen festen Schwellwert dar, unterhalb dessen keine irreversiblen Veränderungen im Material erzeugt werden können. Dies ist ein einfaches Modell für versetzungsbasierte Schädigung. Versetzungen gleiten bei kleinen Dehnungen reversibel und erst oberhalb einer Schwelldehnung pro Zyklus $\Delta\epsilon_{irr}$ wird dieses Gleiten zur Ansammlung von Schädigungen führen. Nach diesem einfachen Modell für versetzungsbasierte Schädigungen wäre ein Material unterhalb einer gewissen Dehnung unzerstörbar, egal wie lange es dieser kleinen Belastung unterworfen ist.

In Abbildung 5.11(b) ist die Gleichung 5.10 schematisch gezeigt und dem APS-Modell gegenübergestellt. Die beiden vorgestellten Modelle unterscheiden sich grundlegend von ihrer physikalischen Überlegung her und sollen zur Überprüfung auf die gemessenen Werte angewandt werden.

5.3.3 Vergleich der Modelle mit den Ergebnissen

Im Folgenden sollen die beiden vorgestellten Modelle anhand der gemessenen Schädigungswerte überprüft werden. Dazu werden sowohl die Daten der Intrusionsdichte pro Korn einer 100 nm dünnen Schicht für 2 und $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen, als auch der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte pro Korn einer 150 nm dicken Schicht für 1,2 und $3 \cdot 10^{10}$ Schwingungen mit den Modellen gefittet. Die Wahl der Schädigungen ergibt sich zum Einen aus der Dominanz des Schadenstyps in den gewählten Schichten, zum Anderen aus den unterschiedlichen Mechanismen, die hinter den verschiedenen Schädigungsarten stecken. Aus Abschnitt 5.1 ist bekannt, dass die Bildung der Intrusionen ein diffusiver Prozess ist, der der Zwillingsgrenzen-Extrusionen hingegen auf Versetzungen basiert. Daher können die Modelle auf zwei unterschiedliche Schädigungsmechanismen hin untersucht werden.

In Abbildung 5.12 ist die Intrusionsdichte pro Korn der 100 nm dünnen Schichten nach 2 und $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen mit den beiden Modellen gefittet worden. Die dazugehörigen Parameter sind in Tabelle 5.1 zusammengestellt. Auffallend ist, dass

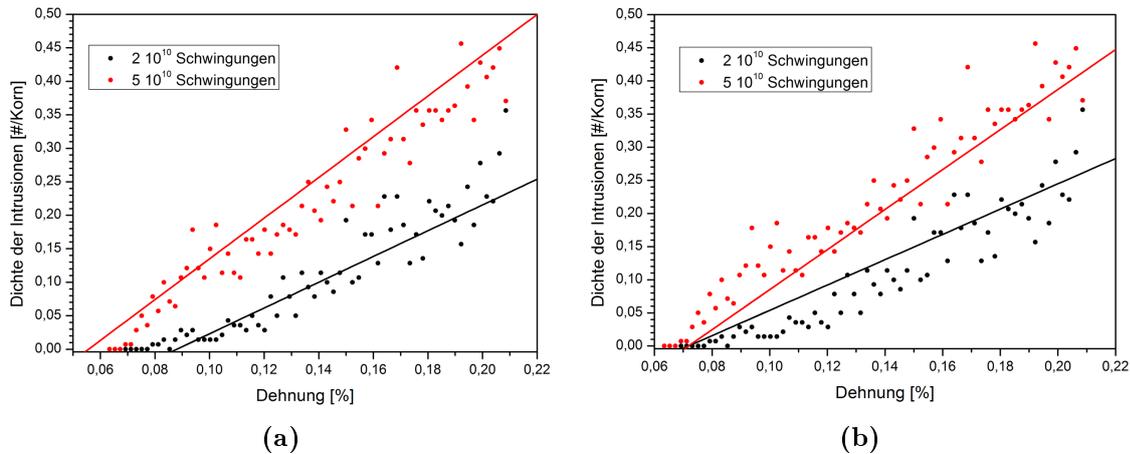


Abbildung 5.12: Fit der Intrusionsdichte pro Korn der 100 nm dünnen Schicht für 2 und $5 \cdot 10^{10}$ Schwingungen mit (a) „accumulated plastic strain“-Modell und (b) „immortal plastic strain“-Modell.

die Funktion $\delta(N)$ für beide Modelle dieselbe Abhängigkeit von N aufweist.

Mit der Tatsache, dass sich bei der Intrusionsdichte die Schädigungsfront ideal linear verhält und es davor keinen ausgedehnten Schädigungsbereich durch lokale Spannungskonzentrationen oder Vorschädigungen wie bei der Zwillingsgrenzen-Extrusionsdichte in Abbildung 5.13 gibt, ist ein deutliches Wandern der Schädigungsfront hin zu kleinen Dehnungen zu erkennen. Daher ist das „accumulated plastic strain“-Modell das die Intrusionsdichte besser beschreibende Modell. Dies wird dadurch unterstützt, dass es sich bei der Intrusionsschädigung um einen diffusionsbasierten Mechanismus handelt und daher kein Schwellwert für irreversible Bewegungen erwartet wird.

In Abbildung 5.13 sind die Modelle auf die Dichte pro Korn der Zwillingsgrenzen-Extrusionen einer 150 nm dicken Schicht für 1, 2 und $3 \cdot 10^{10}$ Schwingungen angewendet. Das „accumulated plastic strain“-Modell ist jedoch aus physikalischer Sicht nicht anwendbar, da die N -Abhängigkeit in der Funktion $\delta(N)$ einen zusätzlichen festen Wert aufweist, welcher für die Funktion $\rho(N, \epsilon)$ für $N \rightarrow 0$ einen positiven

Schichtdicke [nm]	Modell	γ	$\delta(N)$	$\Delta\epsilon_{irr}$	$\Delta\epsilon_{irr}^*$
100	APS	$1,36 \cdot 10^{-3}$	\sqrt{N}	-	124,47
100	IPS	$1,35 \cdot 10^{-3}$	\sqrt{N}	$7,18 \cdot 10^{-4}$	-
150	APS	$5,84 \cdot 10^{-9}$	$N + 1,75 \cdot 10^{11}$	-	$3,32 \cdot 10^8$
150	IPS	$8,36 \cdot 10^{-3}$	\sqrt{N}	$1,62 \cdot 10^{-3}$	-

Tabelle 5.1: Übersicht der Fitparameter.

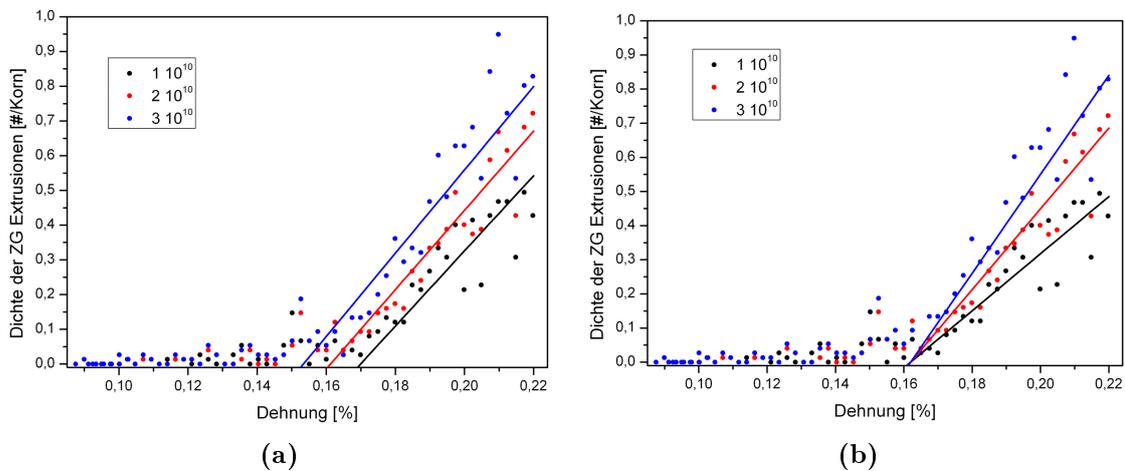


Abbildung 5.13: Fit der Dichte der Zwillingsgrenzen-Extrusionen pro Korn der 150 nm dicken Schicht für $1, 2$ und $3 \cdot 10^{10}$ Schwingungen mit (a) „accumulated plastic strain“-Modell und (b) „immortal plastic strain“-Modell.

Wert liefert. Dies würde bedeuten, dass die Schicht auch ohne Belastung ermüdet. Physikalisch sinnvoller ist hier das „immortal plastic strain“-Modell, welches impliziert, dass für die Dichte pro Korn der Zwillingsgrenzen-Extrusionen der 150 nm dicken Schicht unterhalb einer Dehnung von $\Delta\epsilon_{irr} = 0,162\%$ keine Versetzungen mehr irreversibel bewegt werden können.

Im Gegensatz zur Intrusionsdichte treten hier Schädigungen mit geringer Dichte bereits vor der Schädigungsfront auf. Zum Fitten der Daten wurde der linear steigende Schädigungsverlauf benutzt und die Schäden, welche bei kleineren Dehnungen auftreten ignoriert, da diese durch lokale Spannungskonzentrationen wie z.B. eine günstige Orientierung der Körner in der Probe zustande gekommen sind. Ohne diese Vorschädigungen ist keine Bewegung der Schädigungsfront hin zu kleineren Dehnungen mit steigender Schwingungszahl zu erkennen. Zur exakten Überprüfung dieses Dauerfestigkeitsmodelles benötigt es aber größere Schwingungsdauerunterschiede, um eine klare Aussage über die Schädigungen vor der Front treffen zu können.

Aus den Gleichungen 5.9 und 5.10 für die 100 nm (APS) bzw. 150 nm (IPS) dicken Schichten ist in Abbildung 5.14 die benötigte Dehnung, um eine konstante Schädigungsdichte zu erhalten, in Abhängigkeit von der Schwingungszahl aufgetragen. Die benötigte Dehnung, um Schädigung zu erzeugen unterscheidet sich grundlegend für die beiden betrachteten Schädigungsarten. Für eine Dehnung von 0,2 %, wie sie in dieser Arbeit erreicht wurde, und 0,5 %, wie sie maximal in der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] verwendet wurde, ist eine Schädigungsdichte von 0.05 Schäden pro Korn für Intrusionen erst bei einer Gesamtschwingungszahl von ca. $6 \cdot 10^9$ Zyklen

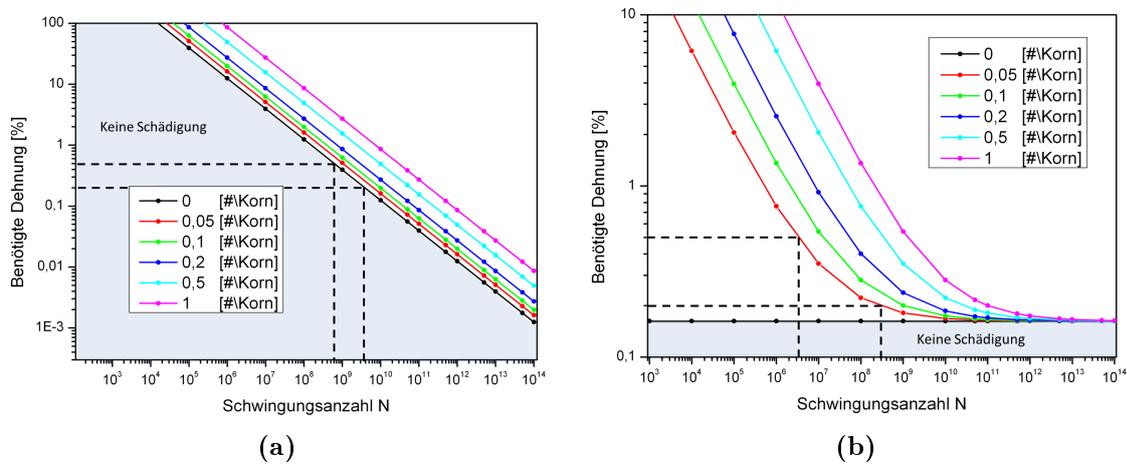


Abbildung 5.14: Benötigte Dehnung zum Erreichen der angegebenen Schädigungsdichte pro Korn in Abhängigkeit von der Schwingungsanzahl (a) für die Intrusionsdichte pro Korn der 100 nm dünnen Schicht nach dem APS-Modell und (b) für die Dichte der Zwillingsgrenzen-Extrusionen der 150 nm dicken Schicht nach dem IPS-Modell.

bzw. $1,5 \cdot 10^8$ Zyklen vorhergesagt. Dies erklärt, weshalb in der Literatur bei den Ermüdungsversuchen im HCF-Bereich eine solche Schädigung nicht aufgetreten ist. Bei den Zwillingsgrenzen-Extrusionen erscheinen Schädigungen schon bei $2 \cdot 10^8$ Schwingungen für eine Dehnung von 0,2 % und für 0,5 % Dehnung bei ca. $3 \cdot 10^7$ Schwingungen und damit für höhere Dehnungen deutlich schneller, als bei den Intrusionen. Dies spiegelt den versetzungsbasierten Schädigungsmechanismus der Zwillingsgrenzen-Extrusionen wider.

Zusammenfassend ist es durch die Entwicklung zweier Modelle und den Vergleich der Schädigungsdichten der Hauptschädigung einer 100 nm (Intrusionen) und 150 nm (Zwillingsgrenzen-Extrusionen) dicken Schicht für unterschiedliche Schwingungsanzahlen gelungen, den jeweiligen Entstehungscharakter der Schädigungen zu bestätigen. Zudem konnten die benötigten Dehnungen zum Erreichen einer bestimmten Schädigungsdichte für die jeweiligen Schädigungsarten berechnet werden. Dabei gibt es für die Zwillingsgrenzen-Extrusionen einen Schwellwert für die Dehnung, unterhalb dieser keine Schädigung mehr auftreten kann. Für die Intrusionen gibt es dies nicht, jedoch entsteht diese Schädigung erst bei höheren Schwingungsanzahlen.

5.4 Korrosionseinflüsse

Die Beobachtungen der Umwelteinflüsse aus Abschnitt 4.9 zeigen, dass sich ein Unterschied der Luftfeuchtigkeit sehr stark auf die Bildung der Schädigung auswirkt. Besonders die versetzungsbasierten Schädigungen und die Korngrenzen-Extrusionen zeigen eine erhebliche Reduzierung in ihrer Anzahl mit einem zusätzlichen Anstieg der benötigten minimalen Dehnung zum Auftreten der Schädigungen.

Dies ist im Einklang mit den Beobachtungen für makroskopische Kupferproben, welche in Abschnitt 2.5 vorgestellt wurden. Gerade die erhöhte benötigte minimale Dehnung bei konstant trockener Umgebungsluft spiegelt sich in einer Erhöhung der Lebenserwartung der Proben wider. Auffallend ist, dass die Variation der Luftfeuchtigkeit einen großen Effekt auf die Schädigungsunterdrückung zeigt, welcher in makroskopischen Kupferproben eher als gering eingeschätzt wurde. Dies liegt wahrscheinlich an den sehr dünnen Schichten, deren Oberflächenanteil um ein Vielfaches größer ist als bei makroskopischen Proben. Dies verstärkt den Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Proben. Die Variation der Sauerstoffkonzentration in der Umgebungsluft zwischen den Messungen konnte nicht gemessen werden, was zusätzlich noch einen entscheidenden Einfluss haben kann.

Der große Einfluss der Luftfeuchtigkeit innerhalb der ersten $2 \cdot 10^9$ Schwingungen aus Abbildung 3.11 führt zu der Vermutung, dass gerade in einem frühen Stadium der Entstehungsphase der Schädigung diese sehr abhängig von der Umgebungsluft ist. Eine erhöhte Luftfeuchtigkeit fördert dabei die Entstehung von versetzungsbasierten Schädigungen und Korngrenzen-Extrusionen. Dies könnte auf eine Oxidation dieser Schädigungen hinweisen.

5.5 Lebenserwartung

Zur besseren Vereinigung der aus Abschnitt 4.7 und Abbildung 4.35 gewonnenen Werte minimaler Dehnungen für die verschiedenen Schädigungsarten ist in Abbildung 5.15 jeweils die niedrigste Dehnung für die verschiedenen Schichtdicken als Ausfallkriterium für die Kupferschicht genommen worden und mit den Literaturdaten aus Abbildung 2.10 ergänzt. Zur Steigerung der Übersichtlichkeit der Ergebnisse wurde in der rechten oberen Ecke der Abbildung ein vergrößerter Ausschnitt des in dieser Arbeit untersuchten relevanten Bereichs abgebildet.

Die benötigte Dehnung zum Ausfall der Schicht steigt mit sinkender Schichtdicke. Dies ist sehr gut an den Schichten von 250 nm bis 150 nm Dicke zu sehen. Für die-

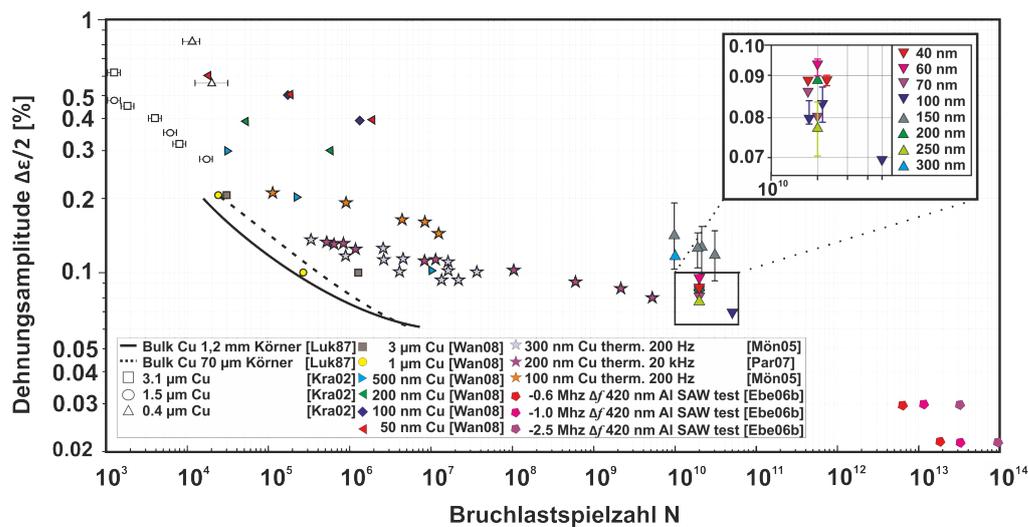


Abbildung 5.15: Zusammenstellung der Lebensdauerdaten aus der Literatur und den gemessenen Werten. Die zum definierten Versagen der Probe benötigte Dehnung ist gegen die Gesamtschwingungsanzahl aufgetragen.

selbe Schwingungsanzahl ist ein Anstieg der benötigten Dehnung von 0,078 % für 250 nm bis 0,11 % für 150 nm Schichtdicke zu erkennen. Da bei diesen Schichtdicken die versetzungs-basierten Schädigungen vorrangig auftreten, ist diese Schichtdicken-abhängigkeit zu erwarten.

Die Schichten mit einer Dicke von ≤ 100 nm brechen diesen Trend. Sie liegen alle im selben Dehnungsbereich wie die 250 nm und 200 nm dicken Schichten. Innerhalb der dünnen Schichten ist keine Schichtdickenabhängigkeit mehr zu erkennen. Dies liegt an der Dominanz der diffusionsbasierten Schädigungen, welche schon in Abbildung 4.32 keine Schichtdickenabhängigkeit mehr aufwiesen.

Im Vergleich zu den mechanisch ermüdeten Schichten aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08], folgen deren Ergebnisse für 200 nm und 100 nm dünne Schichten den hier vorgestellten Ergebnissen. Dabei ist zu beachten, dass das hier verwendete Ausfallkriterium ein sehr strenges ist, da es den Übergang von ungeschädigter Schicht zu ersten Schäden markiert, während für die Literaturwerte die aus Abschnitt 2.6 vorgestellten Kriterien gelten, welche existierende Schädigungen mit beinhalten. Daher stellen die gemessenen Werte eine untere Grenze der minimalen Dehnung dar und sind nur bedingt mit den Sättigungswerten von Wang *et al.* [Wan08] vergleichbar. Um eine gute Vergleichbarkeit der Ergebnisse für die Abhängigkeit der Dehnung von der Schichtdicke und für das Versagen der Proben aus beiden Arbeiten zu erhalten, wurde in Abbildung 5.16(a) eine Zusammenstellung von Werten aus der Arbeit von Wang *et al.* mit (b) den Werten aus der hier vorliegenden Arbeit gegenübergestellt.

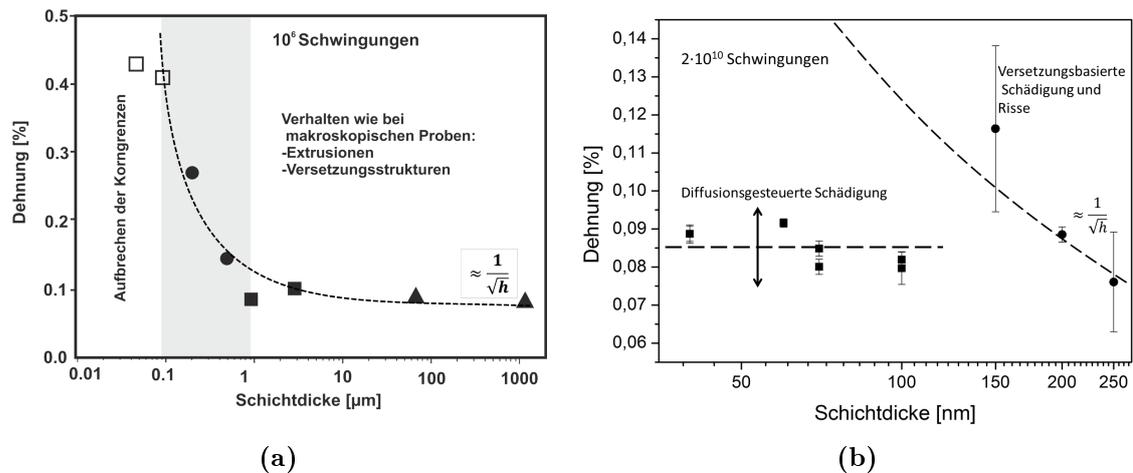


Abbildung 5.16: Darstellung der zum Versagen der Probe notwendigen Dehnung (a) aus der Arbeit von Wang *et al.* [Wan08] nach 10^6 Schwingungen bzw. Werte für grobkörnige makroskopische Proben (▲) aus [Luk87]. Die verschiedenen auftretenden Schädigungen sind Extrusionen (■), Risse mit einzelnen Extrusionen (●) und Risse entlang von Korngrenzen (□). In (b) sind die minimalen Dehnungen zum Auftreten von Schädigung nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen aus dieser Arbeit aufgetragen. Dabei sind die versetzungs-basierten Schädigungen durch (●) und die diffusions-gesteuerten Schädigungen durch (■) markiert. Der Doppelpfeil verdeutlicht die Abhängigkeit der benötigten Dehnung für die Intrusionen von der Schwingungszahl.

Abbildung 5.16(a) gibt einen sehr guten Überblick über einen großen Schichtdickenbereich, welcher von sehr dünnen Schichten (50 nm) bis hin zu makroskopischen Proben (1 mm) reicht. Die Dehnung gibt den Wert zum Erreichen einer Sättigung der Schädigung nach 10^6 Schwingungen wieder. Zum Einen ist dabei ein Wechsel der Schädigungsart von Extrusionen hin zu Rissen zu erkennen, zum Anderen ist allerdings offen, ob sich der Trend zunehmender Stabilität kleinerer Proben ab einer Schichtdicke von 100 nm fortsetzt.

Dieser Bereich ist durch die in Abbildung (b) dargestellten Werte erweitert. Da diese Werte die minimale Dehnung zur Erzeugung der Schädigung darstellen und nach $2 \cdot 10^{10}$ Schwingungen erstellt wurden, ist ein direkter Vergleich nicht möglich. Jedoch ist der Trend derselbe, wobei anzumerken ist, dass Wang *et al.* bei ihren dünnen Schichten deutlich höhere Dehnungen zum Erreichen einer Sättigung anlegen mussten und daher auch dort versetzungs-basierte Schädigungen entstanden sind.

Durch die genauere Betrachtung des kritischen Bereichs von 100 nm dünnen Schichten ist es gelungen, den Übergang von versetzungs-basierter Schädigung, welche eine starke Schichtdickenabhängigkeit besitzt, hin zu diffusions-kontrollierter Schädigung sehr detailliert darzustellen. Das Verhalten der minimalen Dehnung zur Erzeugung

der Intrusionen mit steigender Schwingungsanzahl kann aus Abbildung 4.34 und dem Modell in Abbildung 5.14(a) abgelesen werden. Die minimale Dehnung wird kleiner mit steigender Schwingungsanzahl, was durch den Doppelpfeil in Abbildung 5.16(b) verdeutlicht wird.

Die hier präsentierten Daten lassen aufgrund der bei sehr dünnen Kupferschichten auftretenden Diffusionsschäden keine „Unzerstörbarkeit“ des Materials mehr zu, die bei Schädigungen möglich wäre, welche auf der Bewegung und Nukleation von Versetzungen beruhen.

5.6 Frequenzverlauf

Nach anfänglich konstantem Verlauf der Resonanzfrequenz ist eine Verschiebung der Resonanzfrequenz bei allen Kupferschichten hin zu kleineren Frequenzen beobachtet worden, welcher nach Gleichung 2.11 und angenommener konstanter Masse zu einer Erniedrigung der Federkonstante der Schicht durch die erzeugten Schädigungen führt. Durch den großen Fehler in der Bestimmung der Frequenz in Bezug auf die Verschiebung der Resonanzfrequenz, kann keine klare Abweichungsgrenze für die ersten Schädigungen gezogen werden. Damit liefert der Verlauf der Resonanzfrequenz keine Aussage darüber wann die Schädigung der Schicht anfängt. Die beobachteten Verschiebungen der Frequenzen lagen alle unterhalb eines halben Prozentes und fallen damit sehr klein aus.

Die Verhärtungs- oder Erweichungsprozesse in der Schicht führen aufgrund der Geometrie des Cantilevers und des daraus folgenden Dehnungsprofils nicht zu einem einmaligen Anstieg oder einem Absinken der Frequenz zu Beginn der Messung, da die Zone, in der diese Effekte auftreten, nicht statisch auf dem Cantilever liegt, sondern in Abhängigkeit von der Schwingungsanzahl hin zu kleineren Dehnungen wandert. Zusätzlich würden die Effekte durch die Frequenzverschiebung der Ermüdungsschädigungen überlagert werden.

Die Methode der Resonanzfrequenzaufzeichnung mittels des AFMs während der Ermüdungsmessung eignet sich besser für größere Schädigungsdichten. Oberhalb einer Gesamtschädigungsdichte von 200 Schäden pro μm^2 fällt die Frequenzänderung am deutlichsten aus. Bei Zunahme der Schichtdicke wird zudem das Dickenverhältnis von Kupferschicht zu Cantilever immer größer, sodass eine stärkere Verschiebung der Frequenz zu erwarten ist, wie in Abbildung 4.37 zu erkennen ist. Auch die fortlaufende Frequenzverschiebung innerhalb einer Schichtdicke mit steigender Schwingungsanzahl liefert gute Ergebnisse. Daher kann diese Methode durchaus als

anwendbarer Aufbau verwendet werden, um mit Hilfe der Resonanzverschiebung den Schädigungsfortschritt in dünnen Schichten mit hoher Zyklenzahl qualitativ zu messen.

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde eine neue AFM-basierte Methode vorgestellt, mit der es möglich ist, an sehr dünnen Schichten mit Dicken bis hinunter zu einigen zehn Nanometern Ermüdungsmessungen vorzunehmen. Dabei können sehr hohe Schwingungsanzahlen in einer kurzen Zeit erreicht werden. Die Verwendung von kleinen Dehnungen liefert neue Erkenntnisse über die Initiation von Ermüdungsschädigungen. Dabei wurden zwei verschiedene Hauptmechanismen für die Entstehung der Schäden abgeleitet: Zum Einen entstehen für Dehnungen $>0,1\%$ versetzungsbasierte Schädigungen wie Korn- und Zwillingsgrenzen-Extrusionen, die auch in dickeren Schichten bei größeren Dehnungen und kleineren Schwingungsanzahlen beobachtet wurden [Wan08]. Die Anzahl dieser Schädigungen nimmt mit sinkender Schichtdicke/ Korngröße ab, da es für kleinere Schichtdicken bzw. Korngrößen schwieriger wird, Versetzungen zu bewegen [Nix89]. Zum Anderen wurden Schädigungen entdeckt, welche unabhängig von der Schichtdicke sind. Die Entstehung solcher Intrusionen und Korngrenzen-Extrusionen konnte auf einen diffusionsgesteuerten Mechanismus entlang der Korngrenzen und der Oberfläche zurückgeführt werden.

Die verschiedenen Rissarten aus dieser Arbeit konnten mit denen aus der Literatur in einem Modell zusammengefasst werden, welches in Abhängigkeit von der Schichtdicke und der benötigten Dehnung die unterschiedlichen Risse in drei Bereiche unterteilt. Dabei wird zwischen langen Rissen, welche sich entlang mehrerer Korngrenzen ausbreiten, und kurzen Rissen, die nicht über eine Korngrenze hinweg wachsen können, mit Hilfe unterschiedlicher Schwellwerte unterschieden.

Durch die Entwicklung zweier physikalisch unterschiedlicher Modelle zur Beschreibung des Schädigungsfortschrittes in Abhängigkeit von der Schwingungsanzahl

konnte ein direkter Vergleich der experimentellen Ergebnisse angestellt werden. Dabei wurde für die Zwillingsgrenzen-Extrusionen, welche einen versetzungs-basierten Schädigungsmechanismus aufweisen, eine Übereinstimmung mit dem „immortal plastic strain“-Modell gefunden. Dies sagt eine untere Dehnungsgrenze für die Entstehung dieser Schädigungen von 0,18% vorher. Das bedeutet, dass unterhalb dieser Dehnung, egal mit wie vielen Zyklen die Probe belastet wird, die Bewegung der Versetzungen nicht mehr möglich ist. Für die Intrusionen als diffusionsgesteuerte Schädigungen ergab sich eine gute Übereinstimmung mit dem „accumulated plastic strain“-Modell, welches keine untere Dehnungsgrenze annimmt, wodurch es keine Dauerfestigkeit und damit keine „unzerstörbaren“ Kupferschichten gibt.

Die Untersuchungen zum Einfluss der Luftfeuchtigkeit ergaben eine starke Begünstigung der Schädigungsentwicklung mit höherer Luftfeuchtigkeit für alle extrusionsartigen Schädigungen. Dies stimmt mit den aus der Literatur bekannten Untersuchungen an makroskopischen Kupferproben überein.

Die Ergebnisse dieser Arbeit weisen auf einen Wechsel des dominierenden Schädigungsmechanismus zwischen einer Schichtdicke von 100 nm und 150 nm hin. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Versetzungen, welche beschränkt sind in ihrer Bewegung und Nukleation in immer dünner werdenden Schichten und bei kleinen äußeren angelegten Dehnungen, nicht mehr zur Schädigung beitragen können. Stattdessen lösen Diffusionsprozesse die Versetzungen als Schädigungsmechanismus ab. Das hat weitreichende Auswirkungen auf die Verwendung von dünnen Kupferschichten in der Industrie, da auch bei immer kleiner werdenden Dehnungen mit Zunahme der Schwingungszahl Ermüdungsschädigungen entstehen werden, was eine Unzerstörbarkeit der Kupferschicht ausschließt.

Das aus der Cantilevergeometrie resultierende Dehnungsprofil entlang der Länge des Cantilevers ermöglicht eine simultane Auswertung von verschiedenen Dehnungswerten für eine Schichtdicke an einer einzigen Probe. Dies erlaubt die Analyse der auftretenden Schädigungen in Abhängigkeit von der Dehnung und kann daher als neue Möglichkeit zur Bestimmung der Lebenserwartung genutzt werden. Insbesondere der elastisch-plastische Übergang und die Dehnungswerte für erste Schädigungen können so genau festgelegt werden.

Durch die Aufzeichnung der Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers als Antwort auf die Veränderungen der Kupferschicht während der Ermüdungsmessung, konnte eine deutliche Reduzierung der Frequenz für stark geschädigte Schichten und für Schichtdicken mit einigen hundert Nanometern ausgemacht werden.

Die in dieser Arbeit vorgestellte neue Methode der Ermüdung sehr dünner Kupferschichten eröffnet ein großes Feld von weiteren Forschungsmöglichkeiten. Die Methode eignet sich beispielsweise für andere Materialien, da auf dem amorphen SiN_x des Cantilevers das Schichtwachstum begünstigt ist.

Weitere Präparationen von TEM-Lamellen aus der Schichtebene erlaubten eine detaillierte Untersuchung des elastisch-plastischen Übergangs sowie der dabei auftretenden Schädigungen und den Versetzungsstrukturen und führten zu einer genaueren Beschreibung der Schädigungsentstehung.

Eine Untersuchung der Schädigungsentwicklung mit steigender Schwingungszahl könnte in einem größeren Schwingungsbereich vorgenommen werden. Dabei könnten Schädigungswerte im Schwingungsbereich von $1 \cdot 10^9$ bis zu $1 \cdot 10^{12}$ Zyklen untersucht werden, um weitere Aussagen über die Entwicklung der Schädigungsgrenzen in Abhängigkeit von der Schwingungszahl treffen zu können.

Ein weiteres noch zu untersuchendes Gebiet ist die Frühschädigung durch Aufrauung der zu ermüdenden Kupferschichten. Dazu bietet die AFM-basierte Ermüdungsmethode guten Zugang durch die Möglichkeit, einen Schwingungsbereich von bis zu $1 \cdot 10^8$ Schwingungen innerhalb von dreißig Minuten zu erreichen. Durch das Abrastern der Oberfläche mit dem AFM könnte ein dehnungsabhängiges Auftreten von Aufrauungen der Oberfläche sehr genau untersucht werden.

Dank der Unabhängigkeit der Messapparatur von den Laborbedingungen könnte als weiterer Forschungszweig die Abhängigkeit der Ermüdungsschädigung von verschiedenen Gasatmosphären, wie z.B. einer Wasserstoffumgebung, und deren hemmende oder fördernde Wirkung auf die Schädigungsentwicklung untersucht werden.

Anhang A

Programmcode Ermüdungsmessung

Im Folgenden soll der Programmcode für die Ermüdungsmessung im AFM vorgestellt werden. Der Programmcode ist in Igor Pro 6.22 A geschrieben und für die Softwareversion AV 090909+1409 des MFP 3D Modells optimiert.

Der erste Teil definiert alle Tabellen (waves) und Variablen, die später verwendet werden sollen. Danach wird das eigentliche Messprogramm mit den zwei Regelkreisläufen aufgerufen, welches später genauer beschrieben wird.

```
Function ermudung ()
wave Sek , Freq , Amp , Ampdrive , Phas , Defl , Summe , Schwing , Temp , Late
wave FederTherm , QTherm , FreqTherm , SchwingTherm , ThermischWave
wave AnzahlMittel , ScannerTemp , Ampnm , HeadTemp
wave /T Zeit
variable /G i , k , D , A , Fr , Ph , Ampli , Ampdr , Ampmax , Ampmin , Ampsoll , AmpGrenz , AmpliAlt
variable /G AmpminG , AmpmaxG , Sgesamt , Ampsollalt , Phalt , Ampdralt , B , TempScanner
variable /G Ssoll , z , z1 , Zalt , Zneu , Zakt , Reso , DeltaPh , DeltaAmpli , Later , NmV
variable /G Sek1 , Freq1 , RestZeit , Ampl , Ampdrive1 , Phas1 , Defl1 , Stunden , Minuten
variable /G Ampzeit , M , Fralt , Summel , Schwing1 , Temp1 , Late1 , N , jj , Schwingintervall
variable /G ZMittel , Frequenzanfang , PauseZ , Pause , Schwingpause , ThermischSchalter
variable /G Pauseneu , TempHead , ii , ThermischZaehler , Sekunden , Anzahlpausen , Kip
string /G Status= "Messung"

Reso=145000 // ungefähre Resonanzfrequenz
Ampmin=Ampsoll-0.005 // Toleranz --
Ampmax=Ampsoll+0.005 // Toleranz ++
AmpminG=Ampsoll-0.5 // Toleranz -
AmpmaxG=Ampsoll+0.5 // Toleranz +
Ampsollalt=Ampsoll
Sgesamt=0 // Gesamtschwingungsanzahl
Zalt=0 // Zeit vom letzten Eintrag
Zneu=0 // Zeit vom neuen Eintrag
Fr=0 // Frequenz
Ph=0 // Phase
i=0 // Zeilengeber
k=0 // Abbruchbedingung
D=0 // Anzahl der Messdaten in 30 Sekunden
Freq1=0 // Summe der Frequenzen
Ampl=0 // Summe der Amplitude
Ampdrive1=0 // Summe des Amplitudendrives
Phas1=0 // Summe der Phase
Defl1=0 // Summe der Deflection
Summel=0 // Summe des Summensignals
Temp1=0 // Summe der Temperatur
Zakt=0 // Zähler für 30 Sekundenkriterium
DeltaPh=0
```

```

DeltaAmpli=0
Later=0
Ampzeit=0
TempScanner=0
TempHead=0
M=2.3
N=0
ii=0
jj=0
Kip=0
B=Anzahlpausen+1
ThermischSchalter=0
ThermischZaehler=0
Schwingpause=Schwingintervall
Pause=PauseZ*60000 //Pause in ms (60000=1 Minute)
A=1
Restzeit=Ssoll/td_ReadValue("DDSFrequency0")

Make /O/T/N=(A) Zeit //Tageszeit
Make /N=(A) /O Sek; Sek= nan //Sekunden
Make /N=(A) /O Freq; Freq= nan //Resonanzfrequenz
Make /N=(A) /O Amp; Amp = nan //Amplitude = Ampsoll
Make /N=(A) /O Ampnm; Ampnm = nan //Amplitude = Ampsoll
Make /N=(A) /O Ampdrive; Ampdrive = nan //Ampdrive
Make /N=(A) /O Phas; Phas = nan //Phase = 90°
Make /N=(A) /O Defl; Defl = nan //Deflektion vertikal (InputA)
Make /N=(A) /O Summe; Summe = nan //Summensignal
Make /N=(A) /O Schwing; Schwing = nan //Schwingungsanzahl
Make /N=(A) /O Temp; Temp = nan //Signal InputB: Temperatur
Make /N=(A) /O ScannerTemp; ScannerTemp = nan //Signal InputB: Temperatur
Make /N=(A) /O HeadTemp; HeadTemp = nan //Signal InputB: Temperatur
Make /N=(A) /O Late; Late = nan //Signal InputFast
Make /N=(A) /O AnzahlMittel; AnzahlMittel = nan //Signal InputFast

Make /N=(B) /O SchwingTherm; SchwingTherm = nan //Therm. Schwingungen
Make /N=(B,5) /O FreqTherm; FreqTherm = nan //Therm. Frequenz
Make /N=(B,5) /O QTherm; QTherm = nan //Thermische Güte
Make /N=(B,5) /O FederTherm; FederTherm = nan //Therm. Federkonst.
Make /N=(B,5) /O FreqDif; FreqDif= nan //Differenz Frequenzen

Make /N=(1,16) /O ThermischWave ;ThermischWave = nan

print Secs2Date(DateTime,-1),Secs2Time(DateTime,3) //Ausgabe zu Begin
print "Frequenz:", td_ReadValue("DDSFrequency0"), "Hz"
print "Phase:", td_ReadValue("Phase")
Fr= td_ReadValue("DDSFrequency0")
Ph= td_ReadValue("Phase")
Ampdr= td_ReadValue("DDSAmpplitude0")
print "Start_der_Messung"
z=datetime
z1=datetime

Save/G/M="|r|n" /A=2 /P=Folder /W
Sek, Freq, Amp, Ampnm, Ampdrive, Phas, Defl, Summe, Schwing, Temp, ScannerTemp,
HeadTemp, Late as "VersuchX.txt" //Speichern der Daten

Messung() //Start der Function Messung

end

```

Der Teil des Programms zum Regeln der Resonanzfrequenz und der Amplitude wird nach dem Durchlauf eines Programmzyklusses immer wieder erneut aufgerufen, bis eine vorher eingestellte Schwingungsanzahl erreicht ist.

Die erste Schleife regelt die Resonanzfrequenz, indem das Programm die Phase einliest und auf Abweichungen von 90° mit einer Erhöhung oder Absenkung der Fre-

quenz reagiert. Dabei erkennt das Programm vor der Schleife, wie weit die Phase abweicht und kann die Größe der Frequenzschritte anpassen.

In der zweiten Schleife wird in der Resonanzbedingung die eingestellte Amplitude überprüft und gegebenenfalls mit einer Veränderung des Amplitudendrives, der Stärke, mit der der Piezo den Cantilever anregt, reagiert.

Wenn beide Bedingungen erfüllt sind, werden Werte wie Zeit, Frequenz, Amplitude, Phase, Amplitudendrive, Schwingungsanzahl, Temperatur und mögliche belegbare weitere Werte wie Luftfeuchtigkeit gesammelt, später gemittelt und dann gespeichert.

Nach einem Durchlauf des Regelprogramms ruft es sich selbst wieder auf und die Abfrage beginnt von vorn. In fest definierten Intervallen kann das Regelprogramm verlassen werden, um ein thermisches Spektrum aufzurufen. Darauf wird beim entsprechenden Programmabschnitt näher eingegangen.

```

////////////////////Regelprogramm zum Messen////////////////////

Function Messung()
wave Sek, Freq, Amp, Ampdrive, Phas, Defl, Summe, Schwing, Temp
wave AnzahlMittel, Ampnm, ScannerTemp, HeadTemp, Late
wave /T Zeit
variable /G i, k, D, A, Fr, Ph, Ampli, Ampdr, Ampmax, Ampmin, Ampsoll, AmpminG, AmpmaxG
variable /G Zalt, Zneu, Zakt, Reso, DeltaPh, DeltaAmpli, Ampzeit, M, Fralt, Phalt, Ph1
variable /G Sek1, Freq1, RestZeit, Ampl, Ampdrive1, Phas1, Defl1, Summel, Schwing1
variable /G Pause, Schwingpause, Schwingintervall, Anzahlpausen, DickeCu, ZMittel
variable /G Stunden, Minuten, Sekunden, Later, NmV, GewichtGesamt, EMod, LaengeCan
variable /G ThermischSchalter, ThermischZaehler, Pauseneu, TempScanner, TempHead
variable /G Ampsollalt, Ssoll, Amplialt, z, z1, Late1, N, AmpGrenz, PauseZ, DickeCan
string /G Status= "Messung"

td_WriteValue( "DDSFrequency0", Fr) //Wichtig nach Pausen
td_WriteValue( "DDSAmplitude0", Ampdr)
Anzeige() //Zum Aktualisieren der Anzeige

if (Sgesamt >= Ssoll) //Automatische Abbruchbedingung für Schwingungswert
  k=1
else
endif
if(k==0) // Abbruchbedingung (auch manuell)

////////////////////Auswahl für Regelkreislaufdurchlauf////////////////////
Ph= td_ReadValue( "Phase")

if(Ph <= 89.0)
  M=1
elseif(Ph >= 91.0)
  M=2
elseif(Ph <= 90.9 && Ph >= 89.1)
  M=3
elseif(Ph >= 89.999 && Ph <= 90.001)
  M=4
else
endif

////////////////////Grob Regel ohne Amplitude //////////////////////
if(M==1)
  do
    Fr= Fr+0.5
    td_WriteValue( "DDSFrequency0", Fr)
    Ph= td_ReadValue( "Phase")
    Ampli= td_ReadValue( "Amplitude")
    while(Ph <= 89.0)

```



```

        Ampmin=Ampsoll-0.005
        Ampmax=Ampsoll+0.005
        N=1
    else
        Ampsoll=Ampsollalt
        Ampmin=Ampsoll-0.005
        Ampmax=Ampsoll+0.005
    endif
while (Ampli<=Ampmin)
elseif (Ampli >= Ampmax)
do
    if(N==1)
        Ampsoll=Ampsollalt
        Ampmin=Ampsoll-0.005
        Ampmax=Ampsoll+0.005
        N=0
    else
        Ampdr= Ampdr-0.001
        td_WriteValue("DDSAmplitude0",Ampdr)
        Ampli= td_ReadValue("Amplitude")
    endif
while (Ampli>=Ampmax)
else
endif
while (Ampli<=Ampmin && Ampli>=Ampmax)
while(Ph>=89.995 && Ph <=91)
else
endif
while(Ph<=89.995 && Ph>=90.005)
else
endif
if(Ph>=89.95 && Ph<=90.05 && Ampli>=Ampmin && Ampli<=Ampmax)

//////////Ausgabe der Werte//////////
Zneu=datetime-z
Zakt=datetime-z1
Sek1=Zneu
Freq1=Freq1+Fr
Amp1=Amp1+Ampli
Ampdrive1=Ampdrive1+Ampdr
Phas1=Phas1+Ph
Defl1=Defl1+td_ReadValue("A%input")
Summe1=Summe1+td_ReadValue("DetectorSum")
Sgesamt=Fr*(Zneu-Zalt)+Sgesamt
Temp1=Temp1+td_ReadValue("B%input")
TempScanner=TempScanner+str2num(td_ReadString("Temperature@Scanner"))
TempHead=TempHead+str2num(td_ReadString("Temperature@Head"))
Later=Later+td_ReadValue("Lateral")
D=D+1
Zalt=Zneu
if (Zakt >= ZMittel)
    print "Ausgabe"
    Zeit[i]=Secs2Time(dateTime,3) //Ausgabe der Werte
    Zneu=DateTime-z
    Sek[i]=Zneu
    Freq[i]=Freq1/D
    Amp[i]=Amp1/D
    Ampnm[i]=(Amp1/D)*NmV
    Ampdrive[i]=Ampdrive1/D
    Phas[i]=Phas1/D
    Defl[i]=Defl1/D
    Summe[i]=Summe1/D
    Schwing[i]=Sgesamt
    Temp[i]=((Temp1/D)-1)/2.6*100
    ScannerTemp[i]=(TempScanner/D)
    HeadTemp[i]=(TempHead/D)
    AnzahlMittel[i]=D
    Late[i]=Later/D

```

```

Save/G/M=" \|r \|n" /A=2 /P=Folder
Sek , Freq , Amp, Ampnm, Ampdrive , Phas , Defl , Summe, Schwing , Temp,
ScannerTemp , HeadTemp , Late as "VersuchX.txt" // Speichern der Daten

i=i+1
z1=z1+Zakt
D=0
Freq1=0
Amp1=0
Ampdrive1=0
Phas1=0
Defl1=0
Summe1=0
Temp1=0
Zakt=0
Later=0
TempScanner=0
TempHead=0

////////// PausenSchaltung//////////
if (Schwingpause<=Sgesamt && Schwingintervall >0 && Anzahlpausen >= 0)
  print "pause", Sgesamt
  Status= "Pause"
  Schwingpause=Schwingpause+Schwingintervall
  td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSAplitude0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSAplitude0",0.000000)
  Zalt=Zneu+(Pauseneu/1000)
  Thermisch()
  aru_Callback(9,Pauseneu,"Messung()") //Pause
else
  aru_Callback(9,1,"Messung()")
endif
elseif(Zakt < 30)
  aru_Callback(9,1,"Messung()")
else
endif
else
  aru_Callback(9,1,"Messung()")
endif
else
  td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSAplitude0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000)
  td_WriteValue("DDSAplitude0",0.000000)
////////// Abbruch und Ausgabe//////////
Anzahlpausen=0
Status= "Ende"
print i, "Zeilen"
print Secs2Date(DateTime,-1), Secs2Time(DateTime,3)
print "Ende_nach_", Sgesamt, "Schwingungen"

Thermisch()
endif
end

```

Der Folgende Programmteil ist für die thermischen Messungen verantwortlich. Dabei werden Funktionen der AFM-Software gebraucht. Einstellbar sind die Dauer der thermischen Messung und das Intervall, in dem die Ermüdungsmessung dafür unterbrochen wird. Standardmäßig wurden drei thermische Spektren mit jeweils 2 Minuten Dauer aufgezeichnet im Intervall von 1 bis $2 \cdot 10^8$ Schwingungen. Aus den drei Messungen wird ein Mittelwert mit Standardabweichung für die thermische Frequenz, die Güte und die Federkonstante ausgegeben.

```

//////////////////////////////////// Thermische Messung //////////////////////////////////////

Function Thermisch()
wave FederTherm, QTherm, FreqTherm, SchwingTherm, ThermischWave, Freq, FreqDif
wave ThermalVariablesWave = root:Packages:MFP3D:Main:Variables:ThermalVariablesWave
wave MasterVariablesWave = root:packages:MFP3D:Main:Variables:MasterVariablesWave
variable /G ii, jj, ThermischZaehler, Kip, Pause, Sgesamt, k, i
variable /G LaengeCan, GewichtGesamt, DickeCan, DickeCu, BreiteCan
string /G Status

if(k<2)
if(Kip==0) //Warten fuer 10 Sekunden vor der ersten Messung
Kip=2
aru_Callback(8,2000, "Thermisch()")
elseif(Kip==1) //Abschalten des Thermals und Auslesen der Werte
Kip=2
DoThermalFunc("StopThermal")
Status= "Pause"
td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000) //Setzt Frequenz auf Null
td_WriteValue("DDSAmplitude0",0.000000) //Setzt Driveamplitude auf Null
td_WriteValue("DDSFrequency0",0.000000)
td_WriteValue("DDSAmplitude0",0.000000)
print "Ende"
DoThermalFunc("FitGuess")
DoThermalFunc("TryFit")
QTherm[ii][jj]=ThermalVariablesWave[1][0] //Q Thermisch
FreqTherm[ii][jj]=ThermalVariablesWave[2][0] //Frequenz Thermisch
FederTherm[ii][jj]=MasterVariablesWave[26][0] //Federkonstante Thermisch
if(ThermischZaehler <3)
jj=jj+1
aru_Callback(8,2000, "Thermisch()")
elseif(ThermischZaehler == 3)
SchwingTherm[ii]=Sgesamt
jj=jj+1
//////////////////////////////////// Mittelwerte //////////////////////////////////////
QTherm[ii][jj]=(QTherm[ii][0]+QTherm[ii][1]+QTherm[ii][2])/3
FreqTherm[ii][jj]=(FreqTherm[ii][0]+FreqTherm[ii][1]+FreqTherm[ii][2])/3
FederTherm[ii][jj]=(FederTherm[ii][0]+FederTherm[ii][1]+FederTherm[ii][2])/3
FreqDif[ii][jj]=Freq[i]-FreqTherm[ii][jj]
jj=jj+1
//////////////////////////////////// Standardabweichung //////////////////////////////////////
QTherm[ii][jj]=sqrt(((1/2)*((QTherm[ii][0]-QTherm[ii][3])^2+(QTherm[ii][1]-
QTherm[ii][3])^2+(QTherm[ii][2]-QTherm[ii][3])^2)))

FreqTherm[ii][jj]=sqrt(((1/2)*((FreqTherm[ii][0]-FreqTherm[ii][3])^2+
(FreqTherm[ii][1]-FreqTherm[ii][3])^2+(FreqTherm[ii][2]-FreqTherm[ii][3])^2)))

FederTherm[ii][jj]=sqrt(((1/2)*((FederTherm[ii][0]-FederTherm[ii][3])^2+
(FederTherm[ii][1]-FederTherm[ii][3])^2+(FederTherm[ii][2]-
FederTherm[ii][3])^2)))

ThermischWave[1][0]=SchwingTherm[ii]
ThermischWave[1][1]=FreqTherm[ii][jj-1]
ThermischWave[1][2]=FreqTherm[ii][jj]
ThermischWave[1][3]=QTherm[ii][jj-1]
ThermischWave[1][4]=QTherm[ii][jj]
ThermischWave[1][5]=FederTherm[ii][jj-1]
ThermischWave[1][6]=FederTherm[ii][jj]
ThermischWave[1][15]=FreqDif[ii][jj-1]

Save/G/M="|r|n" /A=2 /P=Folder ThermischWave as "Versuch-Therm-Wave-X.txt"
Thermischzaehler=0
jj=0
ii=ii+1
if(k==1)
Save/G/M="|r|n"/W

```

```

    FederTherm, QTherm, FreqTherm, SchwingTherm, FreqDif as "Versuch-Therm-X.txt"
    else
    endif
    else
    endif
elseif (Kip==2) //Anfangen des Thermals mit Pause als Länge
    Kip=1
    ThermischZaehler=ThermischZaehler+1
    DoThermalFunc("DoThermal")
    Status="Thermal"
    Print "Anfang"
    aru_Callback(8, Pause, "Thermisch()")
    else
    endif
else
endif
print "Ende_Thermisch"
end

```

Um direkt aus der Auslenkung die Dehnung zu erhalten, wurde die in Kapitel 2.7.2 und 2.7.3 eingeführte Formel zur Berechnung der Auslenkung und der Dehnung in den Programmcode implementiert. Zusätzlich besteht die Möglichkeit sich aus einer vorgegebenen Dehnung die Auslenkung ausgeben zu lassen. Daher ist für beide Richtungen ein Programmcode geschrieben worden. Die maximale Dehnung bzw. Auslenkung wird im Benutzerfenster ausgegeben oder der gesamte Verlauf von Dehnung und Auslenkung graphisch dargestellt.

```

//////////Berechnung der Dehnung aus der Auslenkung//////////

```

```

Function DehnungRechnung2()
wave Y0, Y1, Y2, X0, r0, Dehnung
variable /G A3, o, LaengeCan, DickeCan, kn, knL, DehnungMax, LaengeWave
variable /G Amplnm, NmV, AuslenkungMax, Deh, DickeCu

knL=1.875
kn=knL/LaengeCan
LaengeWave=LaengeCan*1000000

Make /N=(LaengeWave) /O Y0; Y0= nan //Auslenkung
Make /N=(LaengeWave) /O Y1; Y1= nan //1. Ableitung
Make /N=(LaengeWave) /O Y2; Y2= nan //2. Ableitung
Make /N=(LaengeWave) /O X0; X0= nan //Position auf Cantilever
Make /N=(LaengeWave) /O r0; r0= nan //Kruemmungsradius
Make /N=(LaengeWave) /O Dehnung; Dehnung= nan //Dehnung

A3=Amplnm/(((cos(knL)-cosh(knL))-((cos(knL)+cosh(knL))/(sin(knL)+sinh(knL)))*
(sin(knL)-sinh(knL))))

X0[1]=0.0000001

Y0[1]=A3*((cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

Y1[1]=A3*kn*((-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))-((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))))

Y2[1]=A3*(kn*kn)*((-cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

r0[1]=((1+(Y1[1]^2))^(3/2))/Y2[1]
Dehnung[1]=(DickeCan+DickeCu)/(2*r0[1])
if (Deh==1)
do
    X0[o]=0.0000001*o

```

```

Y0[o]=A3*((cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))))

Y1[o]=A3*kn*((-sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))))

Y2[o]=A3*(kn*kn)*((-cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(-sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))))

r0[o]=((1+(Y1[o]^2))^(3/2))/Y2[o]
Dehnung[o]=(DickeCan+DickeCu)/(2*r0[o])
o=o+1
while(o<=LaengeWave)
o=0
else
endif
DehnungMax=Dehnung[1]*100
end

//////////Berechnung der Auslenkung aus der Dehnung//////////

Function DehnungRechnung()
wave Y0,Y1,Y2,X0,r0,Dehnung
variable /G A3,o,LaengeCan,DickeCan, kn, knL,DehnungMax,LaengeWave,Amplnm,NmV
variable /G AuslenkungMax,Deh,DickeCu
knL=1.875
kn=knL/LaengeCan
LaengeWave=LaengeCan*1000000

Make /N=(LaengeWave) /O Y0; Y0= nan //Auslenkung
Make /N=(LaengeWave) /O Y1; Y1= nan //1. Ableitung
Make /N=(LaengeWave) /O Y2; Y2= nan //2. Ableitung
Make /N=(LaengeWave) /O X0; X0= nan //Position auf Cantilever
Make /N=(LaengeWave) /O r0; r0= nan //Krümmungsradius
Make /N=(LaengeWave) /O Dehnung; Dehnung= nan //Dehnung

do
Amplnm=Amplnm+1e-08

A3=Amplnm/(((cos(knL)-cosh(knL))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(knL)-sinh(knL)))))

X0[1]=0.0000001

Y0[1]=A3*((cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

Y1[1]=A3*kn*((-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))))

Y2[1]=A3*(kn*kn)*((-cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

r0[1]=((1+(Y1[1]^2))^(3/2))/Y2[1]
Dehnung[1]=(DickeCan+DickeCu)/(2*r0[1])
while(Dehnung[1]*100<DehnungMax)
do
Amplnm=Amplnm-1e-08

A3=Amplnm/(((cos(knL)-cosh(knL))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(knL)-sinh(knL)))))

X0[1]=0.0000001

Y0[1]=A3*((cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

Y1[1]=A3*kn*((-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/

```

```

( sin(knL)+sinh(knL))*(cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))))

Y2[1]=A3*(kn*kn)*((-cos(kn*X0[1])-cosh(kn*X0[1]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(-sin(kn*X0[1])-sinh(kn*X0[1]))))

r0[1]=((1+(Y1[1]^2))^(3/2))/Y2[1]
Dehnung[1]=(DickeCan+DickeCu)/(2*r0[1])
while (Dehnung[1]*100>DehnungMax)
if(Deh==1)
do
X0[o]=0.0000001*o

Y0[o]=A3*((cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))))

Y1[o]=A3*kn*((-sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))))

Y2[o]=A3*(kn*kn)*((-cos(kn*X0[o])-cosh(kn*X0[o]))-(((cos(knL)+cosh(knL))/
(sin(knL)+sinh(knL)))*(-sin(kn*X0[o])-sinh(kn*X0[o]))))

r0[o]=((1+(Y1[o]^2))^(3/2))/Y2[o]
Dehnung[o]=(DickeCan+DickeCu)/(2*r0[o])
o=o+1
while(o<=LaengeWave)
o=0
else
endif
end

```

Das restliche Programm ist unterteilt in einen Aktualisierungsteil, welcher die Anzeigen in der Benutzeroberfläche aktualisiert, sowie ein kleines Teilprogramm zum Errechnen des Gewichtes.

Am Ende stehen die Befehle zur Erzeugung der Benutzeroberfläche und die Definitionen der einzelnen Schaltflächen.

```

//////////Anzeige Aktualisierung//////////

```

```

Function Anzeige()
wave MasterVariablesWave = root:packages:MFP3D:Main:Variables:MasterVariablesWave
variable /G Restzeit, Ssoll, Sgesamt, Stunden, Minuten, Sekunden, Anzahlpausen
variable /G Schwingintervall, PauseZ, Pause, Amplinm, Ampsoll, NmV, Pauseneu

//Restzeitberechnung
Pause=PauseZ*60000
Pauseneu=(3*Pause+12000)
if (Pause==0 || Schwingintervall ==0)
Anzahlpausen=0
else
Anzahlpausen=ceil((Ssoll-Sgesamt)/Schwingintervall)-1
endif
RestZeit=(Ssoll-Sgesamt)/td_ReadValue("DDSFrequency0")+
((Anzahlpausen+1)*(Pauseneu/1000))

Stunden=floor(Restzeit/3600)
Minuten=floor((RestZeit-Stunden*3600)/60)
Sekunden=(RestZeit-((Stunden*3600)+(Minuten*60)))
MasterVariablesWave[63][0]=NmV
DehnungRechnung() //Berechnung der Amplitude für Anzeige
GewichtRechnung()
end

```

```

//////////Berechnung des Gewichtes//////////

```

```

Function GewichtRechnung()
variable /G LaengeCan, DickeCan, BreiteCan, FlaecheCan, VolumenCan, GewichtCan,

```

```

variable /G DichteSiN , DichteCu , VolumenTip , GewichtTip , FlaecheCu , VolumenCu , GewichtCu
variable /G FlaecheRest , VolumenRest , GewichtRest , DickeCu , GewichtGesamt

DichteSiN=3.1
DichteCu=8.92
// Cantilever
FlaecheCan=((LaengeCan*100)-0.0025)*0.0050)+(0.0025*0.0022)+(0.0025*0.0028)
VolumenCan=FlaecheCan*(DickeCan*100)
GewichtCan=VolumenCan*DichteSiN
// Tip
VolumenTip=((1/3)*0.0015*0.0016*0.0012)+((1/2)*0.0015*0.0012*0.0004)
GewichtTip=VolumenTip*2.2
// SchichtCu
FlaecheCu=FlaecheCan
VolumenCu=FlaecheCu*(DickeCu*100)
GewichtCu=VolumenCu*DichteCu
// SchichtGold
VolumenRest=FlaecheCan*0.00001 //GOLD
GewichtRest=VolumenRest*19.32 //GOLD
// Gewicht Gesamt //Gewicht für Rechnung (mit 4*Tip)
GewichtGesamt=GewichtCu+GewichtCan+GewichtRest+GewichtTip
end

//////////Panel Programmierung Aussehen//////////

#pragma rtGlobals=1 // Use modern global access method.
#include " :AsylumResearch:Code3D:Initialization "
#include <ProcedureBrowser>
#include <WindowBrowser>

StartMeUp()
Window ErmudungsPanel() : Panel
variable /G SSoll , AmpSoll , AmpGrenz , ZMittel , Sgesamt , RestZeit , PauseZ , DickeCu
variable /G A3 , LaengeCan , DickeCan , BreiteCan , DehnungMax , NmV , Schwingintervall
string /G Status= "Bereit"
Sgesamt=0
ZMittel=10
AmpGrenz=3
DehnungMax=0.1
PauseZ=2
Schwingintervall=5e07
NmV=6e-07
SSoll=5e09
DickeCan=0.000002
LaengeCan=0.000138
BreiteCan=0.00005
DickeCu=0.0000005
PauseUpdate; Silent 1 // building window ...
NewPanel /W=(171,89,406,758) as "Ermudung"
SetDrawLayer UserBack
SetDrawEnv xcoord= rel , ycoord= rel , fstyle= 1
DrawText 0.247186189661682,0.16768977248802, "Messeinstellungen"
SetDrawEnv fstyle= 1
DrawText 57,318, "Pauseneinstellungen"
SetDrawEnv fstyle= 1
DrawText 166,40, "Status:"
SetDrawEnv fstyle= 1
DrawText 89,444, "Restzeit"
DrawLine 3,294,232,294
DrawLine 4,399,227,399
DrawLine 2,516,227,516
SetDrawEnv fstyle= 1
DrawText 42,538, "Eigenschaften_Cantilever"
DrawLine 8,90,228,90
Button Start , pos={6,6} , size={67,37} , proc=ButtonProc , title="Start"
Button Stop , pos={6,47} , size={67,37} , proc=ButtonProc_1 , title="Stop"
SetVariable AmplitudenSoll , pos={22,120} , size={197,20} , bodyWidth=100 , proc=
SetVarProc , title="Amplituden_Soll"

```

```

Set Variable AmplitudenSoll , fSize=13,format="%.2WIPV"
Set Variable AmplitudenSoll , limits={0,8,0.01} , value= Ampsoll
Set Variable setvar0 , pos={53,142} , size={166,20} , bodyWidth=100 , proc=SetVarProc_1 ,
  title="Drive_Limit"
Set Variable setvar0 , fSize=13,format="%.1WIPV" , limits={0,5,0.1} , value= AmpGrenz
Set Variable Schwingungsanzahl , pos={5,186} , size={214,20} , bodyWidth=100 , proc=
  SetVarProc_2 , title="Schwingungsende"
Set Variable Schwingungsanzahl , fSize=13,format="%.2e"
Set Variable Schwingungsanzahl , limits={100000,1e+12,1e+07} , value= Ssoll
Set Variable Anzahl_der_Messungen , pos={62,164} , size={157,20} , bodyWidth=100 , proc=
  SetVarProc_3 , title="Mittelung"
Set Variable Anzahl_der_Messungen , fSize=13,format="%.0WIPs"
Set Variable Anzahl_der_Messungen , limits={1,30,1} , value= ZMittel
ValDisplay Schwingungen , pos={13,407} , size={205,17} , bodyWidth=114 , title="
  Schwingungen"
ValDisplay Schwingungen , fSize=13,limits={0,0,0} , barmisc={0,1000}
ValDisplay Schwingungen , value= #"Sgesamt"
Button Graph , pos={78,6} , size={67,37} , proc=ButtonProc_2 , title="Graph"
Set Variable Pause1 , pos={67,327} , size={133,20} , bodyWidth=90 , proc=SetVarProc_4 , title="
  Pause"
Set Variable Pause1 , fSize=13,format="%.0WIPMinuten"
Set Variable Pause1 , limits={0,inf,1} , value= PauseZ
Set Variable Schwingpause , pos={14,349} , size={186,20} , bodyWidth=90 , proc=SetVarProc_5 ,
  title="Pausenintervall"
Set Variable Schwingpause , fSize=13,limits={0,inf,1e+07} , value= Schwingintervall
ValDisplay Stunde , pos={42,448} , size={113,17} , bodyWidth=60 , title="Stunden"
ValDisplay Stunde , fSize=13,format="%.0WIPh" , valueColor=(39168,0,0)
ValDisplay Stunde , valueBackColor=(56576,56576,56576)
ValDisplay Stunde , limits={0,0,0} , barmisc={0,1000} , value= #"Stunden"
ValDisplay Stunde , barBackColor=(65535,65535,65535)
ValDisplay Minute , pos={44,468} , size={110,17} , bodyWidth=60 , title="Minuten"
ValDisplay Minute , fSize=13,format="%.0WIPMin" , valueColor=(39168,0,0)
ValDisplay Minute , valueBackColor=(56576,56576,56576)
ValDisplay Minute , limits={0,0,0} , barmisc={0,1000} , value= #"Minuten"
ValDisplay Sekunde , pos={29,488} , size={125,17} , bodyWidth=60 , title="Sekunden"
ValDisplay Sekunde , fSize=13,format="%.0WIPs" , valueColor=(39168,0,0)
ValDisplay Sekunde , valueBackColor=(56576,56576,56576)
ValDisplay Sekunde , limits={0,0,0} , barmisc={0,1000} , value= #"Sekunden"
ValDisplay Anzahlpause , pos={25,372} , size={116,17} , title="Anzahl_Pause" , fSize=13
ValDisplay Anzahlpause , limits={0,0,0} , barmisc={0,1000} , value= #"Anzahlpausen"
TitleBox title0 , pos={161,50} , size={43,24} , fSize=13 , variable= Status
Set Variable NmV , pos={9,212} , size={211,20} , bodyWidth=100 , proc=SetVarProc_6 , title="
  Amp/V_Thermisch"
Set Variable NmV , fSize=13,format="%.1WIPm/V" , limits={1e-08,1,1e-08} , value= NmV
Button REchnung , pos={78,47} , size={67,37} , proc=ButtonProc_3 , title="Dehnung"
Set Variable cantileverLaenge , pos={19,544} , size={185,20} , bodyWidth=80 , proc=
  SetVarProc_7 , title="Länge_Cantilever"
Set Variable cantileverLaenge , fSize=13,format="%.0WIPm"
Set Variable cantileverLaenge , limits={-inf,0.001,1e-06} , value= LaengeCan
Set Variable DickeCantilever , pos={21,566} , size={182,20} , bodyWidth=80 , proc=
  SetVarProc_8 , title="Dicke_Cantilever"
Set Variable DickeCantilever , fSize=13,format="%.2WIPm"
Set Variable DickeCantilever , limits={-inf,0.0001,1e-07} , value= DickeCan
Set Variable BreiteCantilever , pos={21,588} , size={182,20} , bodyWidth=80 , proc=
  SetVarProc_9 , title="Breite_Cantilever"
Set Variable BreiteCantilever , fSize=13,format="%.2WIPm"
Set Variable BreiteCantilever , limits={1e-08,0.0001,1e-06} , value= BreiteCan
Set Variable SchichtDicke , pos={38,610} , size={165,20} , bodyWidth=80 , proc=SetVarProc_10
  , title="Dicke_Schicht"
Set Variable SchichtDicke , fSize=13,format="%.2WIPm"
Set Variable SchichtDicke , limits={0,1e-05,1e-08} , value= DickeCu
ValDisplay Gewichtgesamt , pos={72,633} , size={121,17} , bodyWidth=70 , title="Gewicht"
ValDisplay Gewichtgesamt , fSize=13,format="%.2WIPg" , frame=2
ValDisplay Gewichtgesamt , limits={0,0,0} , barmisc={0,1000} , value= #"GewichtGesamt"
Set Variable setvar1 , pos={35,238} , size={183,20} , bodyWidth=100 , proc=SetVarProc_11
Set Variable setvar1 , fSize=14,format="%.3f%"
Set Variable setvar1 , limits={0.0001,1,0.001} , value= DehnungMax

```

```

SetVariable setvar2 , pos={44,263} , size={174,20} , bodyWidth=100 , proc=SetVarProc_12 ,
    title="Auslenkung"
SetVariable setvar2 , fSize=14 , format="%.2W1Pm"
SetVariable setvar2 , limits={1e-07,1e-05,1e-08} , value= Amplnm
EndMacro
////////////////////////////////////////Buttons////////////////////////////////////////

Function ButtonProc(ba) : ButtonControl //Start
STRUCT WMBUTTONACTION &ba
switch( ba.eventCode )
case 2: // mouse up
    ermudung() // click code here
    break
endswitch
return 0
End

Function ButtonProc_1(ba) : ButtonControl //Ende
STRUCT WMBUTTONACTION &ba
variable /G k, Sgesamt
switch( ba.eventCode )
case 2:
    k=2
    Sgesamt=0
    break
endswitch
return 0
End

Function ButtonProc_2(ba) : ButtonControl //Graph Anzeigen
STRUCT WMBUTTONACTION &ba
variable /G GraphE
switch( ba.eventCode )
case 2: // mouse up
    if (GraphE==0) //Graphen erschienen
        GraphE=1
        Display /W=(701,03,1101,203) /K=1 /N= Frequenz FreqTherm[] [3]
        vs SchwingTherm

        Label left "Frequenz [Hz]"; Label bottom "Zeit [s]"
    elseif (GraphE==1) //Graphen loeschen
        DoWindow /K Frequenz
        GraphE=0
    else
    endif
    break
endswitch
return 0
End

Function ButtonProc_3(ba) : ButtonControl //DehnungsGraph
STRUCT WMBUTTONACTION &ba
variable /G Deh
switch( ba.eventCode )
case 2: // mouse up
    Deh=1
    DehnungRechnung()
    DoWindow /K Auslenkung
    DoWindow /K Dehnung0
    Display /W=(300,03,600,203) /K=1 /N=Auslenkung Y0 vs X0
    Label left "Auslenkung [m]"; Label bottom "Position [m]"
    Display /W=(600,03,900,203) /K=1 /N=Dehnung Dehnung vs X0
    Label left "Dehnung [ ]"; Label bottom "Position [m]"
    Deh=0
    break
endswitch
return 0
End

```

```
//////////Variablen Eingabe//////////
```

```
Function SetVarProc(sva) : SetVariableControl//AmplitudenSoll
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
Anzeige()
```

```
variable /G Ampsoll, Ampsollalt
```

```
switch( sva.eventCode )
```

```
  Ampsoll=Ampsollalt
```

```
  case 1: // mouse up
```

```
  case 2: // Enter key
```

```
  case 3: // Live update
```

```
  Variable dval = sva.dval
```

```
  String sval = sva.sval
```

```
  break
```

```
endswitch
```

```
return 0
```

```
End
```

```
Function SetVarProc_1(svb) : SetVariableControl//Amplitudendrive Limit
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &svb
```

```
switch( svb.eventCode )
```

```
  case 1: // mouse up
```

```
  case 2: // Enter key
```

```
  case 3: // Live update
```

```
  Variable dvbl = svb.dval
```

```
  String svbl = svb.sval
```

```
  break
```

```
endswitch
```

```
return 0
```

```
End
```

```
Function SetVarProc_3(sva) : SetVariableControl//Sekunden der Mittelung
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )
```

```
  case 1: // mouse up
```

```
  case 2: // Enter key
```

```
  case 3: // Live update
```

```
  Variable dval = sva.dval
```

```
  String sval = sva.sval
```

```
  break
```

```
endswitch
```

```
return 0
```

```
End
```

```
Function SetVarProc_2(sva) : SetVariableControl//Schwingungszahl
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
variable /G Restzeit, Ssoll, Sgesamt, Stunden, Minuten, Sekunden
```

```
variable /G Anzahlpausen, Schwingintervall
```

```
Anzeige()
```

```
switch( sva.eventCode )
```

```
  case 1: // mouse up
```

```
  case 2: // Enter key
```

```
  case 3: // Live update
```

```
  Variable dval = sva.dval
```

```
  String sval = sva.sval
```

```
  break
```

```
endswitch
```

```
return 0
```

```
End
```

```
Function SetVarProc_11(sva) : SetVariableControl// Dehnungseingabe Dehmax
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )
```

```
  case 1: // mouse up
```

```
  DehnungRechnung()
```

```
  case 2: // Enter key
```

```
  case 3: // Live update
```

```

    Variable dval = sva.dval
    String sval = sva.sval
    break
endswitch
return 0
End

Function SetVarProc_12(sva) : SetVariableControl// Auslenkung
STRUCT WMSetVariableAction &sva
switch( sva.eventCode )
case 1: // mouse up
DehnungRechnung2()
case 2: // Enter key
case 3: // Live update
Variable dval = sva.dval
String sval = sva.sval
break
endswitch
return 0
End

Function SetVarProc_6(sva) : SetVariableControl//Amp/V Thermisch
STRUCT WMSetVariableAction &sva
Anzeige()
switch( sva.eventCode )
case 1: // mouse up
Anzeige()
case 2: // Enter key
case 3: // Live update
Variable dval = sva.dval
String sval = sva.sval
break
endswitch
return 0
End

////////// Pauseneinstellungen//////////

Function SetVarProc_4(sva) : SetVariableControl//Pausenlaenge
STRUCT WMSetVariableAction &sva
Anzeige()
switch( sva.eventCode )
case 1: // mouse up
case 2: // Enter key
case 3: // Live update
Variable dval = sva.dval
String sval = sva.sval
break
endswitch
return 0
End

Function SetVarProc_5(sva) : SetVariableControl//Pausenintervall
STRUCT WMSetVariableAction &sva
Anzeige()
switch( sva.eventCode )
case 1: // mouse up
case 2: // Enter key
case 3: // Live update
Variable dval = sva.dval
String sval = sva.sval
break
endswitch
return 0
End

//////////Eigenschaften Cantilever//////////

```

```
Function SetVarProc_7(sva) : SetVariableControl//Länge Cantilever
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )  
  case 1: // mouse up  
    Anzeige()  
  case 2: // Enter key  
  case 3: // Live update  
  Variable dval = sva.dval  
  String sval = sva.sval  
  break  
endswitch  
return 0  
End
```

```
Function SetVarProc_8(sva) : SetVariableControl//Dicke Cantilever
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )  
  case 1: // mouse up  
    Anzeige()  
  case 2: // Enter key  
  case 3: // Live update  
  Variable dval = sva.dval  
  String sval = sva.sval  
  break  
endswitch  
return 0  
End
```

```
Function SetVarProc_9(sva) : SetVariableControl//Breite Cantilever
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )  
  case 1: // mouse up  
    Anzeige()  
  case 2: // Enter key  
  case 3: // Live update  
  Variable dval = sva.dval  
  String sval = sva.sval  
  break  
endswitch  
return 0  
End
```

```
Function SetVarProc_10(sva) : SetVariableControl//Dicke Cu Schicht
```

```
STRUCT WMSetVariableAction &sva
```

```
switch( sva.eventCode )  
  case 1: // mouse up  
    Anzeige()  
  case 2: // Enter key  
  case 3: // Live update  
  Variable dval = sva.dval  
  String sval = sva.sval  
  break  
endswitch  
return 0  
End
```

Literaturverzeichnis

- [Ant76] Antonopoulos, J und Winter, A, Weak-beam study of dislocation structures in fatigued copper, *Philosophical Magazine*, **33** (1), 87–95, 1976.
- [Boe64] Boettner, R; McEvily Jr, A und Liu, Y, On the formation of fatigue cracks at twin boundaries, *Philosophical magazine*, **10** (103), 95–106, 1964.
- [Bol65] Bolling, G und Richman, R, Continual mechanical twinning: Part i: Formal description, *Acta Metallurgica*, **13** (7), 709–722, 1965.
- [Bur11] Burger, S; Rupp, B; Ludwig, A; Kraft, O und Eberl, C, Fatigue testing of thin films, *Key Engineering Materials*, **465**, 552–555, 2011.
- [Cai00] Cai, B; Kong, Q; Lu, L und Lu, K, Low temperature creep of nanocrystalline pure copper, *Materials Science and Engineering: A*, **286** (1), 188–192, 2000.
- [Chr09] Christ, H, Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, *Recherche*, **67**, 02, 2009.
- [Dic91] Dickenscheid, W; Birringer, R; Gleiter, H; Kanert, O; Michel, B und Günther, B, Investigation of self-diffusion in nanocrystalline copper by NMR, *Solid state communications*, **79** (8), 683–686, 1991.
- [Die86] Dieter, G und Bacon, D, *Mechanical metallurgy*, Band 3, McGraw-Hill New York, 1986.
- [Ebe05] Eberl, C, *Fatigue of Al thin films at ultra high frequencies*, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, Holzgartenstr. 16, 70174 Stuttgart, 2005.
- [Ebe06a] Eberl, C; Spolenak, R; Arzt, E; Kubat, F; Leidl, A; Ruile, W und Kraft, O, Ultra high-cycle fatigue in pure al thin films and line structures, *Materials Science and Engineering: A*, **421** (1), 68–76, 2006.
- [Ebe06b] Eberl, C; Spolenak, R; Kraft, O; Kubat, F; Ruile, W und Arzt, E, Damage analysis in Al thin films fatigued at ultrahigh frequencies, *Journal of applied physics*, **99** (11), 113501–113501, 2006.

- [Ess88] Essmann, U, Dislocation interactions in persistent slip bands and macroscopic properties of fatigued fcc metals, *Materials science monographs*, **46**, 433–440, 1988.
- [Gil66] Gillis, P, Manson-coffin fatigue, *Acta Metallurgica*, **14** (12), 1673–1676, 1966.
- [Gro75] Grosskreutz, J und Mughrabi, H, Description of the work-hardened structure at low temperature in cyclic deformation, *Constitutive Equations in Plasticity*, 251–326, 1975.
- [Hom01] Hommel, M und Kraft, O, Deformation behavior of thin copper films on deformable substrates, *Acta Materialia*, **49** (19), 3935–3947, 2001.
- [Hor87] Horvath, J; Birringer, R und Gleiter, H, Diffusion in nanocrystalline material, *Solid state communications*, **62** (5), 319–322, 1987.
- [Hua06] Huang, C; Wang, K; Wu, S; Zhang, Z; Li, G und Li, S, Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate, *Acta materialia*, **54** (3), 655–665, 2006.
- [Hwa86] Hwang, W und Han, K, Fatigue of composites—fatigue modulus concept and life prediction, *Journal of Composite Materials*, **20** (2), 154–165, 1986.
- [Ino08] Inoue, J; Fujii, Y und Koseki, T, Void formation in nanocrystalline Cu film during uniaxial relaxation test, *Acta Materialia*, **56** (17), 4921–4931, 2008.
- [Kaw99] Kawazoe, H; Yoshida, M; Basinski, Z und Niewczas, M, Dislocation microstructures in fine-grained Cu polycrystals fatigued at low amplitude, *Scripta materialia*, **42** (5), 1999.
- [Kel02] Keller, R; Mönig, R; Volkert, C; Arzt, E; Schwaiger, R und Kraft, O, Interconnect failure due to cyclic loading, in *AIP Conference Proceedings*, Band 612, 119, 2002.
- [Kel05] Keller, R; Geiss, R; Cheng, Y und Read, D, Microstructure evolution during electric current induced thermomechanical fatigue of interconnects, *Materials, Technology and Reliability for Advanced Interconnects–2005*, **863**, 295–300, 2005.
- [Kel06] Keller, R; Volkert, C; Geiss, R; Slifka, A; Read, D; Barbosa III, N und Mönig, R, Electrical methods for mechanical characterization of interconnect thin films, in *Advanced Metallization Conference 2005(AMC 2005)*, 643–648, 2006.
- [Kra01] Kraft, O; Schwaiger, R und Wellner, P, Fatigue in thin films: lifetime and damage formation, *Materials Science and Engineering: A*, **319-321** (0), 919 – 923, 2001.

- [Kra02] Kraft, O; Wellner, P; Hommel, M; Schwaiger, R und Arzt, E, Fatigue behavior of polycrystalline thin copper films, *Zeitschrift für Metallkunde*, **93** (5), 392–400, 2002.
- [Lu12] Lu, L; You, Z und Lu, K, Work hardening of polycrystalline Cu with nano-scale twins, *Scripta Materialia*, 2012.
- [Luk87] Lukáš, P und Kunz, L, Effect of grain size on the high cycle fatigue behaviour of polycrystalline copper, *Materials Science and Engineering*, **85**, 67–75, 1987.
- [May94] Mayer, H und Laird, C, Influence of cyclic frequency on strain localization and cyclic deformation in fatigue, *Materials Science and Engineering: A*, **187** (1), 23–35, 1994.
- [May99] Mayer, H, Fatigue crack growth and threshold measurements at very high frequencies, *International materials reviews*, **44** (1), 1–34, 1999.
- [McP87] McPherson, J und Dunn, C, A model for stress-induced metal notching and voiding in very large-scale-integrated Al–Si (1%) metallization, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, **5** (5), 1321–1325, 1987.
- [Mey01] Meyers, M; Vöhringer, O und Lubarda, V, The onset of twinning in metals: a constitutive description, *Acta materialia*, **49** (19), 4025–4039, 2001.
- [Mön04a] Mönig, R, *Thermal fatigue of Cu thin films*, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, Holzgartenstr. 16, 70174 Stuttgart, 2004.
- [Mön04b] Mönig, R; Keller, R und Volkert, C, Thermal fatigue testing of thin metal films, *Review of scientific instruments*, **75** (11), 4997–5004, 2004.
- [Mön06] Mönig, R; Park, Y und Volkert, C, Thermal fatigue in copper interconnects, in *AIP Conference Proceedings*, Band 817, 147, 2006.
- [Mug78] Mughrabi, H, The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals, *Materials Science and Engineering*, **33** (2), 207–223, 1978.
- [Mug79] Mughrabi, H; Ackermann, F und Herz, K, Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals, *Fatigue Mechanisms, ASTM STP*, **675**, 69–105, 1979.
- [Mug84] Mughrabi, H, Dislocations in fatigue, *Dislocations and properties of real materials*, 244–262, 1984.
- [Neu83] Neumann, P, *Physical metallurgy*, Elsevier Science, Amsterdam, 1983.
- [Neu86] Neumann, P und Tonnessen, A, Fatigue crack formation in copper, *Small Fatigue Cracks*, 41–47, 1986.

- [Neu92] Neumann, P, The effect of surface related grain boundary stresses on fatigue, *Scripta Metallurgica et Materialia;(United States)*, **26** (10), 1992.
- [Nix89] Nix, W, Mechanical properties of thin films, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **20** (11), 2217–2245, 1989.
- [Nuc02] Nucci, J; Straub, A; Bischoff, E; Arzt, E und Volkert, C, Growth of electromigration-induced hillocks in al interconnects, *Journal of materials research*, **17** (10), 2727–2735, 2002.
- [Oga02] Ogawa, E; McPherson, J; Rosal, J; Dickerson, K; Chiu, T; Tsung, L; Jain, M; Bonifield, T; Ondrusek, J und McKee, W, Stress-induced voiding under vias connected to wide Cu metal leads, in *Reliability Physics Symposium Proceedings, 2002. 40th Annual*, 312–321, IEEE, 2002.
- [Oka93] Okabayashi, H, Stress-induced void formation in metallization for integrated circuits, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **11** (5), 191–241, 1993.
- [Pap00] Papakyriacou, M; Mayer, H; Pypen, C; Plenk Jr, H und Stanzl-Tschegg, S, Effects of surface treatments on high cycle corrosion fatigue of metallic implant materials, *International journal of fatigue*, **22** (10), 873–886, 2000.
- [Par61] Paris, P und Gomez, W, Mp anderson, *A rational analytic theory of fatigue. The Trend in Engineering*, **13** (7), 9, 1961.
- [Par63] Paris, P, A critical analysis of crack propagation laws, *Trans. ASME*, **85**, 528–534, 1963.
- [Par06] Park, Y; Mönig, R und Volkert, C, Thermal fatigue as a possible failure mechanism in copper interconnects, *Thin solid films*, **504** (1), 321–324, 2006.
- [Par07] Park, Y; Mönig, R und Volkert, C, Frequency effect on thermal fatigue damage in Cu interconnects, *Thin solid films*, **515** (6), 3253–3258, 2007.
- [Per94] Peralta, P; Llanes, L; Bassani, J und Laird, C, Deformation from twin-boundary stresses and the role of texture: application to fatigue, *Philosophical Magazine A*, **70** (1), 219–232, 1994.
- [Pfe10] Pfeiffer, B, Optimierung der Nanostruktur von gesputterten, ultradünnen Cu-Filmen, 2010.
- [Rab96] Rabe, U; Janser, K und Arnold, W, Vibrations of free and surface-coupled atomic force microscope cantilevers: Theory and experiment, *Review of Scientific Instruments DOI - 10.1063/1.1147409*, **67** (9), 3281–3293, 1996.
- [Rit79] Ritchie, R, Near-threshold fatigue-crack propagation in steels, *International Materials Reviews*, **24** (1), 205–230, 1979.

- [Rit80] Ritchie, R und Suresh, S, Near-threshold fatigue crack growth in 2/one quarter/Cr-1 Mo pressure vessel steel in air and hydrogen, *R. O. Ritchie, S. Suresh, (MIT, Cambridge, Mass). Journal of Engineering Materials and Technology*, **102** (3), 293–299, 1980.
- [Rit82] Ritchie, R und Suresh, S, Some considerations on fatigue crack closure at near-threshold stress intensities due to fracture surface morphology, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **13** (5), 937–940, 1982.
- [Sch99] Schwaiger, R und Kraft, O, High cycle fatigue of thin silver films investigated by dynamic microbeam deflection, *Scripta Materialia*, **41** (8), 823 – 829, 1999.
- [ST07] Stanzl-Tschegg, S; Mughrabi, H und Schoenbauer, B, Life time and cyclic slip of copper in the VHCF regime, *International journal of fatigue*, **29** (9), 2050–2059, 2007.
- [ST10] Stanzl-Tschegg, S und Schönbauer, B, Mechanisms of strain localization, crack initiation and fracture of polycrystalline copper in the VHCF regime, *International journal of fatigue*, **32** (6), 886–893, 2010.
- [Sum13] Sumigawa, T; Shiohara, R; Matsumoto, K und Kitamura, T, Characteristic features of slip bands in submicron single-crystal gold component produced by fatigue, *Acta Materialia*, **61** (7), 2692 – 2700, 2013.
- [Suo01] Suo, Z, Fracture in thin films, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 3290–3296, 2001.
- [Sur81] Suresh, S; Zamiski, G und Ritchie, D, Oxide-induced crack closure: an explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behavior, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **12** (8), 1435–1443, 1981.
- [Sur84] Suresh, S; Vasudevan, A und Bretz, P, Mechanisms of slow fatigue crack growth in high strength aluminum alloys: role of microstructure and environment, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **15** (2), 369–379, 1984.
- [Tad00] Tada, H; Paris, P; Irwin, G und Tada, H, *The stress analysis of cracks handbook*, Band 130, ASME press New York, 2000.
- [Tho56] Thompson, N; Wadsworth, N und Louat, N, Xi. the origin of fatigue fracture in copper, *Philosophical Magazine*, **1** (2), 113–126, 1956.
- [Ven61] Venables, J, Deformation twinning in face-centred cubic metals, *Philosophical Magazine*, **6** (63), 379–396, 1961.
- [Wad58] Wadsworth, N und Hutchings, J, The effect of atmospheric corrosion on metal fatigue, *Philosophical Magazine*, **3** (34), 1154–1166, 1958.

- [Wan00] Wang, P; Hwang, J; Chuang, A und Huang, F, Oriented wedge-like hillocks on Al-0.5 wt.% Cu/TiN/SiO₂/Si multilayer structure, *Thin solid films*, **358** (1), 292–301, 2000.
- [Wan06] Wang, YC; Misra, A und Hoagland, R, Fatigue properties of nanoscale cu/nb multilayers, *Scripta Materialia*, **54** (9), 1593 – 1598, 2006.
- [Wan07] Wang, D, *Fatigue behavior of thin Cu films : Film thickness and interface effects*, Doktorarbeit, Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, Germany, 2007.
- [Wan08] Wang, D; Volkert, C und Kraft, O, Effect of length scale on fatigue life and damage formation in thin Cu films, *Materials Science and Engineering: A*, **493** (1), 267–273, 2008.
- [Wei01] Weiss, D; Gao, H und Arzt, E, Constrained diffusional creep in uhv-produced copper thin films, *Acta materialia*, **49** (13), 2395–2403, 2001.
- [Wel81] Wells, J; Buck, O; Roth, L und Tien, J, Ultrasonic fatigue, *Champion, Pa*, 25-30 Oct. 1981, 1982, 1981.
- [Wes11] Westphal, A, Charakterisierung der Schädigungsmorphologie von hoch zyklisch ermüdeten dünnen Kupferschichten in Abhängigkeit von der Schichtdicke, 2011.
- [Zha03] Zhang, GP; Schwaiger, R; Volkert, CA und Kraft, O, Effect of film thickness and grain size on fatigue-induced dislocation structures in Cu thin films, *Philosophical Magazine Letters*, **83** (8), 477–483, 2003.
- [Zha05] Zhang, G; Volkert, C; Schwaiger, R; Arzt, E und Kraft, O, Damage behavior of 200-nm thin copper films under cyclic loading, *Journal of Materials research*, **20** (1), 201–207, 2005.
- [Zha06] Zhang, G; Volkert, C; Schwaiger, R; Wellner, P; Arzt, E und Kraft, O, Length-scale-controlled fatigue mechanisms in thin copper films, *Acta Materialia*, **54** (11), 3127 – 3139, 2006.
- [Zha07] Zhang, G; Volkert, C; Schwaiger, R; Mönig, R und Kraft, O, Fatigue and thermal fatigue damage analysis of thin metal films, *Microelectronics Reliability*, **47** (12), 2007 – 2013, 2007.
- [Zha08] Zhang, Z und Wang, Z, Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage, *Progress in Materials Science*, **53** (7), 1025 – 1099, 2008.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich ganz herzlich bei den Leuten bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen und mich während dieser Zeit begleitet haben. Zuerst gilt mein besonderer Dank Frau Prof. Cynthia Volkert, die mir die Gelegenheit gegeben hat, dieses Thema zu bearbeiten und mich in der gesamten Zeit der Doktorarbeit und insbesondere am Ende gut betreut und durch weiterführende Diskussionen unterstützt hat.

Zusätzlich gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. K. Samwer für die Übernahme des Koreferats und der Möglichkeit zur Präsentation meiner Arbeit auch innerhalb seiner Arbeitsgruppe mit anregenden Diskussionen.

Für das Gelingen der Dünnschichtherstellung, ohne die eine solche Arbeit nicht machbar wäre, möchte ich Tobias Schulz für seinen unermüdlichen Einsatz an der Magnetron-Sputter-Anlage danken. Ohne die herzliche und ehrliche Begleitung während der Jahre hätte mir ein wesentlicher Teil gefehlt.

Weiterhin möchte ich allen Mitarbeitern des Institut für Materialphysik und besonders der Arbeitsgruppe von Prof. Volkert für ein gutes und produktives Arbeitsklima danken. Dabei gilt mein Dank besonders Sönke Schmidt und Andreas Kelling für die gute Zusammenarbeit am AFM und die vielen Stunden, die wir gemeinsam an diesem Gerät im Keller verbracht haben. Zusätzlich möchte ich Andreas so wie Burkhard Roos und Inga Knorr für die TEM-Aufnahmen danken, die mit ihrer Hilfe entstanden sind. Kodanda Ram Mangipudi möchte ich für seine unterstützenden FE-Simulationen der Cantileververbiegung danken.

Ferner schulde ich der Feinmechanikwerkstatt, geleitet von Frank Köhler, und der Elektrowerkstatt unter der Führung von Denny Wagner großen Dank, da sie mir bei jedem Problem mit Rat und Tat beiseite standen. Dasselbe gilt auch für Volker Radisch, mit dem ich die schönsten und lustigsten FIB-Stunden erleben durfte, die man an einem FIB nur erleben kann.

Außerdem möchte ich Felix Hebenstreit, Björn Pfeiffer und Anja Westphal für die gute Zusammenarbeit während ihrer von mir betreuten Bachelorarbeiten danken.

Ein weiterer Dank gilt auch meinen über die Jahre wechselnden Büromitbewohnern Birte Riechers, Sebastian Mathes, Matthias Büchsenschütz-Göbeler und Maria Lenius für eine sehr angenehme Büroatmosphäre und vielen lustigen Momenten.

Während meiner Doktorarbeitszeit habe ich immer den Rückhalt meiner Familie genossen. Insbesondere möchte ich mich bei meiner Frau für die liebevolle Unterstützung und bei unserer kleinen Tochter bedanken, die gerade in der Endphase der Arbeit mit ihrem strahlenden Lächeln manche Stunde erhellen konnte. Meinen Eltern möchte ich dafür danken, dass ich immer auf ihre Unterstützung bauen konnte.

Lebenslauf

Meine Person

Name	Clemens Trinks
Geboren	am 23.09.1982 in Salzgitter Bad
Staatsangehörigkeit	deutsch
Familienstand	verheiratet
Kinder	Charlotte (geb. 09.05.2012)

Ausbildung

1989 - 1993	Grundschule Liebenburg
1993 - 1995	Orientierungsstufe Liebenburg
1995 - 2002	Gymnasium Salzgitter Bad
06/2002	Abitur
08/2002 - 09/2003	Zivildienst in der Bildungstagesstätte der Lebenshilfe Salzgitter mit Verlängerung
10/2003 - 09/2005	Grundstudium in Physik an der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina Braunschweig
09/2005	Vordiplom
10/2005 - 09/2007	Hauptstudium in Physik an der Georg-August-Universität Göttingen
10/2007 - 10/2008	Diplomarbeit am IV. physikalischen Institut für Halbleiterphysik, Arbeitsgruppe Prof. Dr. A. Rizzi. Thema der Diplomarbeit: „Experimentelles Arbeiten im Reinraum am Beispiel der Herstellung von GaN/AlN basierten resonanten Tunnelnioden“
06/10/2008	Diplom
01/2009 - 04/2013	Promotion am Institut für Materialphysik in der Arbeitsgruppe von Prof. Cynthia Volkert an der Georg-August-Universität Göttingen zum Thema „Mechanismen und

Größeneffekte von Ermüdungsschädigungen in dünnen Kupferfilmen bei sehr hohen Zyklenzahlen“, wissenschaftliche Mitarbeiter im Sonderforschungsbereich 602 „Komplexe Strukturen in kondensierter Materie“ und im DFG Projekt VO 928/7-1

12/2012 - 03/2013

Elternzeit mit Tochter Charlotte

Göttingen, 13. März 2013

