



Doctoral Thesis

## Microstructure Engineering via Ion-Irradiation in Metallic Thin Films

**Author(s):**

Huan, Ma

**Publication Date:**

2017-05-31

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-b-000000215> →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

DISS. ETH NO. 24132

**Microstructure Engineering via Ion-Irradiation in Metallic Thin Films**

A thesis submitted to attain the degree of  
DOCTOR OF SCIENCES of ETH ZURICH  
(Dr. sc. ETH Zurich)

presented by

Huan Ma

M.Sc., RWTH Aachen University

born on 09.07.1986

citizen of China

accepted on the recommendation of  
Prof. Dr. Ralph Spolenak, examiner  
Prof. Dr. Walter Steurer, co-examiner  
Prof. Dr. Daniel Kiener, co-examiner

2017

# Summary

Thin film materials are widely applied as functional components in microelectronic systems. The continuous miniaturization of modern devices poses great challenges to the performance and reliability of those components. It is well established that materials properties are strongly correlated to their microstructure. Microstructure engineering and design have been, and will continue to be the main focus of research in the field of materials science. Thanks to the recent advancement in material characterization techniques and computational facilities, the emerging concepts such as microstructure sensitive design and grain-boundary-network design become so powerful that they allow the designer to explore the entire universe of physically realizable microstructures, and effectively pinpoint those best fit the performance objectives and design constraints. This significant progress, however, brings new challenges to the existing material processing routes, which could not be able to achieve the optimal microstructures as predicted. Therefore, there is an urgent need for the development of new materials processing methods to fill the gap.

This thesis explores the potential of three ion-irradiation based techniques: ion beam assisted deposition (IBAD), ion-induced grain boundary engineering (iGBE) and ion-induced selective grain growth (SGG), for microstructure engineering in metallic thin films. Despite the difference in ion sources, ion energies and processing procedures applied in each technique, the underlying mechanism in all the cases is the same. It is all about ion-channeling, more specifically, the orientation dependence of damage efficiency.

IBAD is an *in situ* process, where the film is exposed to ion-irradiation during growth. The effects of IBAD on the microstructure and mechanical properties of Cu thin films were investigated. Ion-induced preferential sputtering of grains that are randomly-oriented with respect to the ion beam led to a strong (1 1 1) fiber texture. The nanocrystalline structure of the films exhibited extraordinary stability against high temperature annealing, which stemmed from the agglomeration of ion-induced defects, mainly vacancies, along grain boundaries. Due to their barrier effect on dislocation motion, ion-induced defects made the films harder than their defect free counterparts.

iGBE is a pseudo-*in situ* process, consisting of a repeated sequence of ion-induced material removal and material deposition which results in the selection and growth of grains

in twinned relationship. The effects of iGBE on the microstructure and electrical performance of initially (1 1 1) fiber textured Au thin films were studied. Repeated cycles of iGBE process led to a progressive development of an in-plane texture, accompanied with an increasing fraction of low-diffusivity grain boundaries, which finally formed a percolating network across the entire microstructure. This resulted in a high activation energy for electromigration, due to the absence of atomic flux divergence nodes along the network, which in turn would increase the interconnects' lifetime by orders of magnitude at standard operation conditions.

SGG is a post-deposition process, where an existing film is exposed to a high energy ion beam along the most open channeling direction. The effects of SGG on the microstructure of W films and the factors controlling the SGG efficiency were investigated. Low irradiation temperature, high quality of initial texture and small initial as well as saturate sizes of randomly-oriented grains were identified to be the key factors ensuring a high SGG rate. Based on this understanding of SGG behavior, a complete transformation from a polycrystalline thin film into a single crystal was successfully demonstrated in a W thin film for the first time.

# Zusammenfassung

Dünnschichtmaterialien werden häufig in der Mikroelektronik eingesetzt. Insbesondere die anhaltende Miniaturisierung moderner Mikroelektronik-elemente erhöht die Herausforderung im Hinblick auf die Zuverlässigkeit und Leistungsfähigkeit solcher Elemente. Materialien weisen eine Korrelation zwischen ihren Eigenschaften und ihrer Gefüge auf. Deshalb ist Gefügedesign ein Schwerpunkt in der Materialwissenschaft. Durch Fortschritte im Bereich der Materialcharakterisierung und die Verfügbarkeit von Hochleistungsrechnern konnten neue Konzepte, wie das Gefügedesign und Korngrenzenetzwerkd-esign entwickelt werden. Diese Konzepte ermöglichen es aus einer Bandbreite physikalisch möglicher Gefüge ein Optimum in der Leistungsfähigkeit einzustellen. Jedoch können die derzeitigen Prozessrouten die daraus vorgegebenen Anforderungen meist nicht ausreichend erfüllen. Deshalb ist es erforderlich neue Prozessrouten zu entwickeln, um die vorhandenen Lücken im Gefügedesign schliessen zu können.

Innerhalb dieser Arbeit werden drei Ionenstrahlmethoden für das Gefüge von metallischen Dünnschichten eingesetzt: Ionenstrahl gestützte Abscheidung, Ionen induziertes Korngrenzendesign und Ionen induziertes Kornwachstum. Obwohl sich diese Methoden hinsichtlich der Ionenquelle, Ionenenergie und Prozessführung unterscheiden sind die grundlegenden Mechanismen identisch. Alle Methoden beruhen auf dem Channelingeffekt beziehungsweise der Gitterorientierungsabhängigkeit des Ioneninduzierten Schadens.

Während der Ionenstrahl gestützte Abscheidung wird die Dünnschicht während des Wachstums *in situ* einem Ionenstrahl ausgesetzt. In dieser Arbeit wird der Effekt von Ionenstrahl gestützte Abscheidung auf das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften von Kupfer Dünnschichten untersucht. Selektives Sputtern von zufällig orientierten Körnern relative zum Ionenstrahl führte zu einer starken (1 1 1) Fasertextur. Die nanokristalline Struktur der Kupfer Dünnschichten weist eine gute Temperaturbeständigkeit auf, was auf die Ansammlung von Ionenstrahl induzierten Defekten wie Lehrstellen entlang Korngrenzen zurückzuführen ist. Darüber hinaus hemmen Ioneninduzierten Defekte die Versetzungsbewegung was zu einem Anstieg der Härte führt.

Während des Ionen induziertes Korngrenzendesign werden in einem quasi-*in situ* Prozess Ionenstrahl induziertes Abtragen und Materialabscheiden zyklisch wiederholt. Dies führt zum

selektiven Wachstum von Körnern die eine Zwillingsbeziehung aufweisen. In dieser Arbeit wird der Einfluss von Ionen induziertes Korngrenzendesign auf das Gefüge und die elektrischen Eigenschaften von (1 1 1) fasertexturierten Au Dünnschichten untersucht. Der zyklische Prozess führt zur Ausbildung einer Textur parallel zum Substrat steigenden Anteil an dichte Korngrenzen. Dies führt zur Ausbildung eines perkolierenden Netzwerks innerhalb der gesamten Gefüge. Die Abwesenheit von Divergenzpunkten im Atomfluss innerhalb des Netzwerkes sollte zur Erhöhung der Aktivierungsenergie für Elektromigration führen. Dies wiederum könnte die Lebenszeit von Mikroelektronikbauteilen um Größenordnungen erhöhen.

Ionen induziertes Kornwachstum ein der Abscheidung angeschlossener Prozessschritt. Dabei wird eine Dünnschicht einem hochenergetischen Ionenstrahl in einer definierten Orientierung ausgesetzt. In dieser Arbeit werden die Einflüsse von Ionen induziertes Kornwachstum auf das Gefüge von Wolfram Dünnschichten und die Einflüsse von Material- und Prozessparametern auf die Effizienz von Ioneninduziertem Korngrenzenwachstum untersucht. Als wichtige Parameter für die Effizienz von Ioneninduziertem Korngrenzenwachstum werden eine geringe Substrattemperatur, eine hohe schärfe der Ausgangstextur und eine anfänglich kleine Korngröße identifiziert. Basierend auf dem in dieser Arbeit generierten Verständnis wird zum ersten Mal eine vollständige Umwandlung einer polykristallinen Wolfram Dünnschicht in einen Einkristall demonstriert.