



## Doctoral Thesis

# Full microstructure control through ion-induced grain growth, texturing and constrained deformation in thin metal films

**Author(s):**

Seita, Matteo

**Publication Date:**

2012

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-7358791> →

**Rights / License:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

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

# Full Microstructure Control Through Ion-Induced Grain Growth, Texturing and Constrained Deformation in Thin Metal Films

A dissertation submitted to the

ETH ZURICH

For the degree of

Dr. sc. ETH Zurich

Presented by

Matteo Seita

DM Ing. Nanotecnologie per le ICT, Politecnico di Torino

Born February 8<sup>th</sup> 1982

Italian Citizen

Accepted on the recommendation of

Prof. Dr. Ralph Spolenak, examiner

Prof. Dr. Walter Steurer, co-examiner

Dr. Max Döbeli, co-examiner

Dr. Siegfried Klaumünzer, co-examiner

# Summary

The focus of this PhD thesis is the study of the manifold effects arising from the ion beam irradiation of thin metal films. The main topics which are discussed here regard *ion induced grain growth and texturing*, the *integration of ion-modified metal films in microelectronic industry* and the *ion induced deformation mechanisms in metal films*.

*Ion induced grain growth and texturing* represents the branch of research aimed to gain full control on the microstructure of vapor deposited thin films in order to optimize their physical and chemical properties for the desired application and to increase their reliability. This research is motivated by the progressive miniaturization of the microelectronic devices which in many cases leads the materials to operate at conditions in which they approach their physical capabilities.

Exemplary is the case of the grain boundaries of a film, which from the electronic, mechanical and chemical point of view represent the “weak points” in the film microstructure acting as scattering centers for the electrons, points at which material failure occurs and sinks for elemental decomposition of alloys, respectively. Nevertheless, the low costs associated with the deposition of polycrystalline thin films force engineers and researchers to find different ways of optimization of the microstructure rather than alternative, more expensive materials. For these reasons *ion induced selective grain growth* represents a valid technology to be employed in order to gain said microstructure control and enhance the reliability of materials, in particular of metals.

Ion induced selective grain growth is a thermal spike activated process which results in the favored growth of one *selected* grain family over the remaining grain fraction. The “selected grains” are in fact in channeling condition with respect to the ion beam and thereby experience much lower ion induced damage. The minimization of the volume free energy between channeling oriented and randomly oriented grains represents the driving force for selective grain growth, which can proceed up to the almost complete transformation of the irradiated films from polycrystalline to a single crystal. In this thesis the main mechanisms behind this phenomenon are explained by a new model, which takes into account and compares the different driving forces governing the film microstructure evolution upon irradiation. Moreover, the abundance of the experimental data shows how ion induced grain growth compares with other differently induced microstructure modifications such as thermal treatments and residual stresses in thin films, resulting into a comprehensive description of the forces at play which determine

the microstructure of thin metal films.

The *integration of ion-modified metal films in microelectronic industry*, however, can only be implemented when the employed technologies such as ion irradiation, film deposition and post processing of the films are compatible with the standard microfabrication technology or, in other words, when they do not require major changes in the already established production line. For this reason, the proposed *method for the production of biaxially textured films and films obtained using such a method* presented in this thesis “translates” the concept of selective grain growth and microstructure transformation to a low energy/low damage regime, which “adapts” ion-modified metal films for microelectronic industry. In this part of the thesis, the production of single crystal-like films through low energy ion beams is achieved by a repeated sequence of *in-situ selective sputtering* and subsequent deposition of a the metal film. This step-like process results in the formation and progressive growth of a number of isolated nanocrystals all having the same out-of-plane and in-plane texture, which eventually coalesce to form a continuous single crystal-like film.

The study of the *ion induced deformation mechanisms in metal films* presented in this thesis is driven by a more fundamental motivation which stems from the intrinsic essence of human beings: *curiosity*. Few previous works already described the phenomenon of *ion bombardment induced texture rotation* in self-ion irradiated gold films, but so far no concrete theory could be formulated that explained the peculiar crystal rotation upon ion bombardment. A significant part of this PhD thesis has been dedicated to the study of this phenomenon by many different techniques, from conventional scanning and transmission electron microscopy, to the more exotic *in-situ* TEM irradiation of gold films performed at the JANNuS facility in Orsay (FR), during which the microstructure evolution and the crystal rotation could be literally “captured on video”. By merging the knowledge gained from the experimental data to the evidence supported by the finite element modeling of the ion/target interaction, we propose a theory which explains the dynamics of ion bombardment induced texture rotation with remarkable precision, to an extent that does not leave many open questions or free interpretations on what are the mechanisms which drive such a deformation phenomenon.

# Riassunto

L'obiettivo di questa tesi di dottorato é lo studio dei molteplici effetti che si sviluppano nei film sottili metallici quando vengono irraggiati con ioni. Gli argomenti principali trattati riguardano *la tessitura e crescita dei grani mediante irraggiamento ionico, l'integrazione di film metallici così modificati nell'industria della microelettronica e lo studio dei meccanismi di deformazione di film metallici sottoposti all'irraggiamento ionico.*

*La tessitura e crescita dei grani mediante irraggiamento ionico* rappresenta la branca di ricerca focalizzata ad acquisire un controllo completo della microstruttura di film depositati tramite condensazione della fase vapore, in modo tale da ottimizzare le proprietà chimi-co-fisiche del materiale ai fini dell'applicazione ultima in cui sarà impiegato, incrementandone l'affidabilità. Questa ricerca é motivata dalla progressiva miniaturizzazione dei dispositivi per la microelettronica che in molti casi porta i materiali a operare in condizioni vicine ai limiti imposti dalla fisica. E' esemplificativo il caso dei bordi di grano di un film, che dal punto di vista elettronico, meccanico e chimico, rappresentano i "punti deboli" della microstruttura del materiale comportandosi rispettivamente da centri di dispersione per gli elettroni, punti di rottura del film o catalizzatori della separazione di fase nelle leghe. Ciononostante, i costi associati alla produzione di film policristallini spingono ingegneri e scienziati verso un'ottimizzazione della microstruttura piuttosto che verso materiali alternativi, che invece inciderebbero ulteriormente sui costi di produzione. Per queste ragioni, *la crescita selettiva di grani tramite irraggiamento ionico* potrebbe permettere di ottenere il necessario controllo sulla microstruttura dei film (in particolare dei metalli), e incrementarne l'affidabilità.

La crescita selettiva di grani tramite irraggiamento ionico é un processo che viene attivato tramite il verificarsi di "thermal spikes" e risulta nella crescita di una "selezionata" famiglia di grani a discapito della frazione restante. I "grani selezionati" sono infatti in condizione di "channeling" rispetto al fascio di ioni e quindi vengono danneggiati in modo più contenuto. Il potenziale chimico che spinge la crescita selettiva di grani é rappresentato dalla minimizzazione dell'energia di volume del sistema, più alta nei grani orientati in modo arbitrario rispetto al fascio di ioni, e può risultare in una trasformazione pressoché completa della microstruttura del film, portandola da policristallina a monocristallina. Nella presente tesi, i meccanismi principali che si nascondono dietro questo fenomeno sono rivelati da un nuovo modello matematico che considera e pesa i diversi potenziali chimici che governano l'evoluzione della microstruttura di film

irraggiati tramite ioni. Inoltre, l'abbondanza di dati sperimentali riportata mette a confronto il fenomeno di crescita di grani mediante irraggiamento ionico con altri metodi come ad esempio i cicli termici o l'effetto portato dagli stress residui nei film sottili, presentando così una trattazione completa delle forze in gioco determinanti per la formazione e modifica della microstruttura dei film metallici.

*L'integrazione nell'industria della microelettronica di film metallici modificati tramite irraggiamento ionico* può però avvenire solo quando la tecnologia utilizzata, e quindi l'irraggiamento, il metodo di deposizione dei film e i processi eventuali che ne susseguono, sono compatibili con i processi standard di microfabbricazione o, in altre parole, quando non vengono richieste modifiche sostanziali nella linea di produzione già esistente. Per questo motivo, la tecnologia proposta "*method for the production of biaxially textured films and films obtained using such a method*" e discussa in questa tesi "riscala" il concetto di crescita di grani selettiva e di trasformazione della microstruttura da policristallina a monocristallina ad un regime energetico più basso, e dunque compatibile con la produzione industriale. Il processo consiste in sequenze ripetute di *sputtering selettivo in-situ*, mediante fascio di ioni a bassa energia, e la conseguente deposizione del film metallico. Questa tecnica sequenziale risulta nella formazione di un numero di nano-cristalli aventi lo stesso orientamento cristallografico e inizialmente isolati fra loro, ma che la progressiva crescita porta poi a incontrarsi e quindi a formare un film continuo.

Lo studio dei *meccanismi di deformazione di film metallici sottoposti all'irraggiamento ionico* presentato in questa tesi è spinto da una motivazione meno applicativa, che deriva dall'essenza intrinseca dell'animo umano: *la curiosità*. Già in passato, alcuni lavori hanno descritto il fenomeno di *rotazione dell'orientazione indotta dall'irraggiamento ionico* in film d'oro irraggiati con oro, ma nessuno ha saputo formulare una teoria che spiegasse il peculiare tipo di deformazione. Una cospicua parte di questa tesi di dottorato è stata dedicata allo studio di questo fenomeno con l'ausilio di diverse tecniche, dalla convenzionale microscopia a scansione e a trasmissione al più esotico irraggiamento ionico *in-situ* ad un microscopio a trasmissione condotto nei laboratori del progetto JANNuS di Orsay (FR), durante il quale è stato possibile seguire e "riprendere dal vivo" la rotazione dei cristalli. Unendo quanto appreso dai numerosi dati sperimentali in nostro possesso ai risultati conseguiti tramite simulazioni a elementi finiti dell'interazione ione/materiale, abbiamo proposto una teoria che spiega la dinamica della rotazione con una precisione così elevata da non lasciare spazio all'interpretazione su quali siano i meccanismi alla base di questo fenomeno di deformazione.