

Diss. ETH No. 17555

# “Mechanical Properties & Microstructure Optimization of Gold Nanowires”

A dissertation submitted to the  
Eidgenössische Technische Hochschule Zürich

for the degree of  
Dr. sc. ETH Zürich

presented by  
Sven Olliges  
Dipl. Phys., Universität Stuttgart  
born September 3<sup>rd</sup>, 1977  
German citizen

accepted on the recommendation of  
Prof. Dr. Ralph Spolenak, examiner  
Prof. Dr. Walter Steurer, co-examiner  
Prof. Dr. Peter J. Uggowitzer, co-examiner

Zurich, 2007

# Resume

The electrical and mechanical properties as well as the reliability of microelectronic devices are strongly influenced by their microstructure. For example, the yield stress can be significantly increased by grain refinement (Hall-Petch relation), and the mean time to failure is a function of the grain size/orientation statistics. The manipulation of the microstructure can be achieved either by directed manipulation of their microstructural parameters or by miniaturization of the external dimensions.

In the first topic of the present thesis, a novel technique is developed to control the grain size as well as the mismatch in orientation of adjacent grains in gold thin films on silicon substrates. For this, the specimens are irradiated with ions in the MeV range under an angle of  $35.24^\circ$  to the sample normal, which corresponds to the angle between the common (111) out-of-plane texture and the (110) main channeling direction of fcc thin films. This results in *i*) well known isotropic ion bombardment assisted grain growth and *ii*) a novel ion bombardment induced selective grain growth phenomena where the subset of grains permitting ion channeling ((110) axes parallel to the ion beam) grow at the expense of the remaining unfavorable oriented grains. While the

out-of-plane texture is unaffected by this selective grain growth process, the in-plane texture changes from random to preferred orientation. This could be explained by gradients in vacancy/interstitial density between adjacent grains due to the ion channeling effect and the minimization of the free volume energy  $F$ . Surprisingly, the development of an in-plane texture is significantly more pronounced for ion bombardment at low temperatures (LN<sub>2</sub>) compared to ion bombardment at high temperatures (400°C). This is due to *i*) the suppression of the common, isotropic grain growth below the threshold temperature for the mobility of vacancies and *ii*) an increased annihilation of defects at higher temperatures which reduces the gradient in defect density resulting in an attenuation of the driving force. The driving force was found to be dependent on the overall defect level and (most probably) the defect generation rate.

The second topic of this thesis investigates the mechanical properties of miniaturized gold interconnects on flexible substrates. The specimens, consisting of a thick compliant substrate, a thin adhesive chromium interlayer and a parallel nanoline array of gold on top, are tensile tested using a synchrotron based X-ray diffraction technique ( $\sin^2(\varphi)$ -technique). The yield stress of the gold nano-interconnects is in the range of 400 MPa which is higher than the yield stress of bulk gold (20 - 40 MPa) but remarkably lower than the yield stress of single freestanding gold nanowires in a bending geometry, which is reported in literature by other experimenters (3.5 - 5.5 GPa). The latter seems to be due to a methodical effect rather than a change in *extrinsic* material properties, since bending experiments require additional dislocations for deforming the nanowires. On the other hand, the results are

in very good agreement with the results of homogeneous gold thin films of identical thickness. Consequently, the yield stress is influenced by the microstructure, which is identical for the thin films and the nanolines, rather than by the ‘external’ dimensions. The cracking behavior of the gold nanolines is influenced by the brittle adhesive layer at the gold/polyimide interface and is tested by an *in situ* experiment in a scanning electron microscope. The fracture toughness of the gold lines is calculated to be  $\sim 0.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  which is remarkably lower than the fracture toughness of bulk gold (40 - 80  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) but consistent with models for the fracture behavior of thin films on compliant substrates.

# Zusammenfassung

Sowohl die elektrischen und mechanischen Eigenschaften als auch die Ausfallsicherheit mikroelektronischer Bauteile werden stark von deren Mikrostruktur beeinflusst. Z.B. kann die Fliessgrenze durch Kornverfeinerung gemäss der Hall-Petch-Beziehung signifikant erhöht werden oder die Lebensdauer einer Leiterbahn durch eine Reihe mikrostruktureller Parameter (wie die mittlere Korngrösse, die Standardabweichung der Korngrössenverteilung und die kristallographischen Orientierung benachbarter Körner) beeinflusst werden. Dabei spielt es keine Rolle, ob die Mikrostruktur durch gezielte Manipulation der mikrostrukturellen Parameter oder durch externe Miniaturisierung verändert wird.

Im ersten Teil der vorliegenden Arbeit wird eine neue Methode vorgestellt, bei der sowohl die Korngrösse als auch die Orientierung benachbarter Körner in Golddünnschichten auf Siliziumsubstrat beeinflusst werden. Dazu werden die Proben mit hochenergetischen Ionen im MeV-Bereich unter einem Winkel von  $35.24^\circ$  zur Oberflächennormalen bestrahlt, wobei der Winkel demjenigen zwischen der für kfz Dünnschichten üblichen (111)-Textur parallel zur Oberflächennormalen und der (110)-Hauptgitterführungsachse entspricht. Dies führt erstens zum üblichen isotropen ioneninduzierten Kornwachstum und zweitens zu selektivem

ioneninduzierten Kornwachstum, bei dem diejenigen Körner mit einer (110)-Achse parallel zum Ionenstrahl auf Kosten der übrigen Körner wachsen. Letzteres ist mit einer Änderung der Textur in der Probenebene verbunden. Triebkraft und Richtung dieses selektiven Prozesses sind durch die anisotrope Defekterzeugung in benachbarten Körnern (Ionengitterführungseffekt) und die Minimierung der freien Volumenenergie  $F$  gegeben. Erstaunlicherweise ist die Ausbildung einer Textur in der Probenebene bei tiefen Temperaturen ( $\text{LN}_2$ ) ausgeprägter als bei hohen Temperaturen ( $400^\circ\text{C}$ ), was durch das Einfrieren des isotropen Kornwachstums unterhalb der dritten charakteristischen Temperatur (Beweglichkeit von Leerstellen) und durch die verstärkte Annihilation der strahleninduzierten Defekte bei höheren Temperaturen und der damit verbundenen Abschwächung der Triebkraft erklärt wird.

Im zweiten Teil der Arbeit werden die mechanischen Eigenschaften von miniaturisierten Goldleiterbahnen (Nanobahnen) auf polymerischen Substraten gemessen. Dazu werden die Proben, deren Aufbau dem von flexiblen Bildschirmen oder Solarzellen ähnlich ist, mit Hilfe einer röntgenologischen Methode ( $\sin^2(\varphi)$ -Methode) untersucht. Die Fließgrenze der Goldbahnen liegt im Bereich von 400 MPa. Dies ist einerseits höher als die Fließgrenze von massivem Gold (20 - 40 MPa), andererseits aber signifikant kleiner als die Fließgrenze von freistehenden Goldnanodrähtchen (3.5 - 5.5 GPa), die von anderen Forschergruppen mittels Biegeexperimenten gemessen wurde. Letzteres scheint jedoch eher methodisch bedingt zu sein, da bei Biegeexperimenten zusätzliche Versetzungen durch den Biegeprozess generiert werden und somit die Fließgrenze (durch einen methodischen Einfluss) erhöht wird. Umgekehrt stimmen die Resultate sehr gut mit denen homogener Golddünnschichten

gleicher Schichtdicke überein, was den Schluss nahe legt, dass nicht die äusseren Dimensionen, sondern die in beiden Probensystemen gleiche Mikrostruktur massgebend für die Fliessgrenze ist. Das Rissverhalten der Goldnanobahnen ist durch das Rissverhalten der dünnen, adhäsiven Chromzwichenschicht an der Gold/Polyimid Grenzfläche gegeben und wurde mit Hilfe eines in-situ-Zugversuchs in einem hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop sowie der oben erwähnten Röntgenmethode bestimmt. Die Bruchzähigkeit der Goldnanobahnen beträgt in etwa  $0.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , was zwar signifikant geringer als die Bruchzähigkeit von  $40 - 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  für massives Gold ist, aber dennoch mit Erkenntnissen über andere dünnschichtige Materialsysteme übereinstimmt.