

**FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING
AND INFORMATION SCIENCE**



**INFORMATION TECHNOLOGY AND
ELECTRICAL ENGINEERING -
DEVICES AND SYSTEMS,
MATERIALS AND TECHNOLOGIES
FOR THE FUTURE**

Startseite / Index:

<http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=12391>

Impressum

- Herausgeber: Der Rektor der Technischen Universität Ilmenau
Univ.-Prof. Dr. rer. nat. habil. Peter Scharff
- Redaktion: Referat Marketing und Studentische
Angelegenheiten
Andrea Schneider
- Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik
Susanne Jakob
Dipl.-Ing. Helge Drumm
- Redaktionsschluss: 07. Juli 2006
- Technische Realisierung (CD-Rom-Ausgabe):
Institut für Medientechnik an der TU Ilmenau
Dipl.-Ing. Christian Weigel
Dipl.-Ing. Marco Albrecht
Dipl.-Ing. Helge Drumm
- Technische Realisierung (Online-Ausgabe):
Universitätsbibliothek Ilmenau
[ilmedia](#)
Postfach 10 05 65
98684 Ilmenau
- Verlag:  Verlag ISLE, Betriebsstätte des ISLE e.V.
Werner-von-Siemens-Str. 16
98693 Ilmenau

© Technische Universität Ilmenau (Thür.) 2006

Diese Publikationen und alle in ihr enthaltenen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Mit Ausnahme der gesetzlich zugelassenen Fälle ist eine Verwertung ohne Einwilligung der Redaktion strafbar.

ISBN (Druckausgabe): 3-938843-15-2
ISBN (CD-Rom-Ausgabe): 3-938843-16-0

Startseite / Index:

<http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=12391>

T. Mache

Legierungsabscheidung für die Mikrosystemtechnik unter definierten hydrodynamischen Bedingungen

7. Electro- Processing Technologies

Einleitung

Im Beitrag werden die Probleme und Lösungsvorschläge zur Fertigung von Mikrobauteilen aus Legierungen des anormalen Legierungssystems Nickel- Eisen dargestellt. Das System zeichnet sich besonders durch die Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung von der Diffusionsschichtdicke aus. Deshalb ist diese bei der Mikrogalvanoformung vor allem stark vom Aspektverhältnis der Strukturen und von den in der Abscheidungszone vorhandenen hydrodynamischen Bedingungen an der Kathodenoberfläche abhängig.

Wird durch definierte Strömung die Diffusionsschichtdicke und gleichzeitig die Stromdichte variiert, so kann die Legierungszusammensetzung der Schichten zwischen 2,5 % bis 65 % Eisen in der Legierung variieren. Methoden zur Bestimmung der Strömungsverhältnisse an der Strukturoberfläche und in der Tiefe der Mikrostrukturen mit unterschiedlichen Aspektverhältnissen werden untersucht. Damit lassen sich Aussagen über eine optimierte Abscheidungstechnologie für konstante Legierungszusammensetzung über der gesamten Strukturhöhe treffen.

Abscheidungszone

Zur Herstellung von galvanischen Überzügen in mikrostrukturiertem PMMA auf Silizium- und Keramikwafern sollte eine Abscheidungszone entwickelt werden. Diese Zellkonstruktion muss mehrere Anforderungen, welche nachfolgend aufgeführt sind, erfüllen.

Für Stromausbeuten kleiner 100 % muss eine Möglichkeit zum effektiven Abtransport der entstehenden Wasserstoffblasen aus den Strukturen konstruktiv unterstützt werden. Durch Düsen war für eine gezielte Anströmung mit verstellbarem Anströmwinkel zum Substrat gesorgt.

Das für die Zelle verwendete Material soll eine Prozessbeobachtung ermöglichen und bei Temperaturen von bis zu 60 °C thermisch und chemisch gegen die Einwirkung der Elektrolyte stabil sein.

Für die Beschichtung von Mikrostrukturen muss die Folge verschiedener Prozessschritte ermöglicht werden.

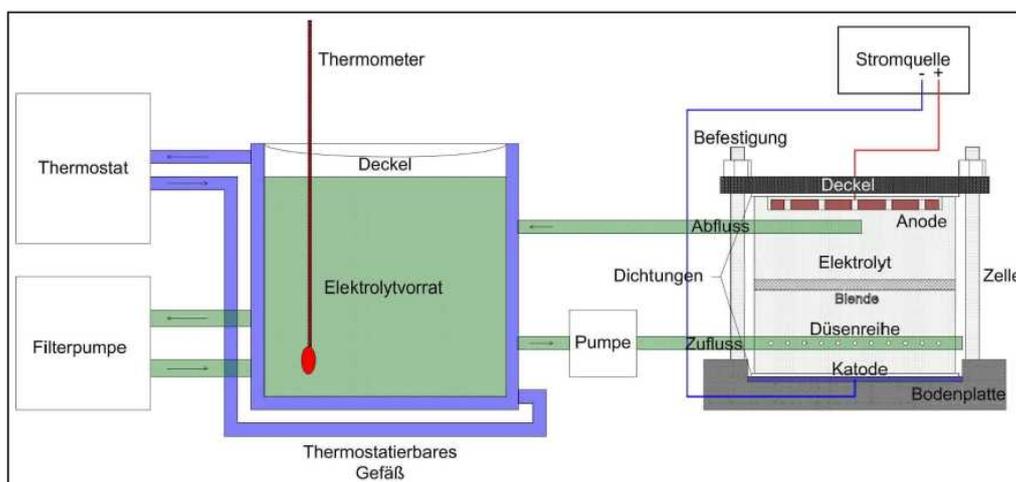


Abbildung 1: Schema des Anlagenaufbaus / 1 /

Um den Abtransport des Wasserstoffs aus den Strukturen zu erleichtern, ist der Wafer waagrecht und parallel zur darüber liegenden Anode angeordnet. Die Bohrun-

gen in der Anode ermöglichen den Abtransport der Wasserstoffblasen durch ihren natürlichen Auftrieb. Das ist besonders wichtig, da der Wasserstoff, wenn er in der Struktur verbleibt, die Metallabscheidung in dieser Struktur blockiert. Für die noch aktiven Flächen steigt dann die Stromdichte so stark an, dass lokal der Grenzstrom erreicht werden kann.

Unterstützend wurden über der Katode zwei Düsenrohre mit jeweils eigener Pumpe und einstellbarem Anströmwinkel angebracht und somit eine Beeinflussung der Strömung direkt über der Struktur ermöglicht. Der Zweck war sowohl die Unterstützung des Abtransportes der Wasserstoffblasen als auch die Beeinflussung der Diffusionsschichtdicke.

Die Zelle entsprach in ihren seitlichen Abmaßen der strukturierten Fläche des Wafers die sowohl den Zellenboden und die Katode bildet Abbildung 2.



**Abbildung 2: Strukturierter Wafer
PMMA Resist (Ø100 mm) / 2 /**

Mit dem Blick auf eine spätere Serienproduktion von Mikrostrukturen wurde ein modularer Aufbau gewählt. Er setzt sich aus zwei Modulen zusammen, wobei Modul A die eigentliche Abscheidungszelle ist und Modul B zur Aufbereitung, also zur Temperierung, Filterung und Überwachung des Elektrolyten dient. Es ist durchaus vorstellbar, dass über die Koppelstellen der Module auch die Entfettung, die Spülstufen und die Dekapierung an die Zelle (Modul A) angeschlossen werden können.

Bestimmung der Strömungszustände an der Strukturoberfläche

Die Nickel- Eisen- Legierungszusammensetzung im verwendeten Elektrolyten hängt von vielen Abscheidparametern, vor allem der Hydrodynamik und damit von der sich daraus ergebenden Diffusionsschichtdicke ab. Da Eisen in geringer Konzentration vorliegt, erfolgt die Abscheidung in Diffusionsgrenzstrom. Der Eisengehalt der Legierung lässt somit Rückschlüsse auf die Hydrodynamik und die Diffusionsschichtdicke zu. Werden die restlichen Parameter konstant gehalten, kann die Legierungszusammensetzung als eine Funktion der Diffusionsschichtdicke angesehen werden.

Daher kann man über die Untersuchung der Legierungszusammensetzung einer abgeschiedenen Nickel- Eisen- Legierung qualitative Aussagen über die vorhandene Hydrodynamik/Diffusionsschichtdicke an der Strukturoberfläche treffen.

Die Abscheidung der Metallfolien erfolgte auf ein abgeklebtes Titanblech (Länge: 6,2 cm; Breite: 3 cm). Die Abbildung 3 zeigt den schematischen Aufbau. Titan hat hier den Vorteil, dass die Legierungszusammensetzung gut gemessen und die Metallfolie gut entfernt werden kann. Es wurden Legierungsmetallfolien aus einem Nickelsulfamatelektrolyten mit verschiedenen Eisengehalten abgeschieden siehe Tabelle 1. Die Stromdichte lag konstant bei $5A/dm^2$ und die Temperatur bei $55^{\circ}C$. Abgeschieden wurde über eine Dauer von 18 Minuten. In den Versuchen wurde der Anströmwinkel der Düsen so variiert, dass eine gleichmäßige definierte Strömung konstante Diffusionsschichtdicke über der Fläche ergab.

Tabelle 1: Nickel Eisen Elektrolyt / 3 /

Menge	Elektrolytbestandteil
2 Mol	Nickel als Nickelsulfamat
0,026 bis 0,232 Mol	Eisen als Eisensulfamat
20g/l	Borsäure
10g/l	Natriumbromid
2g/l	Saccharin
5ml/l	Netzmittel

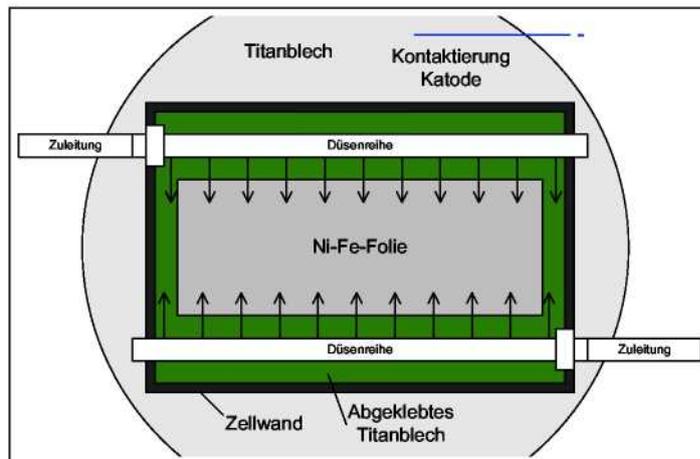


Abbildung 3: Skizze der Folienabscheidung / 1 /

Bei den Einströmwinkeln $22,5^\circ$ bzw. 45° waren die Schichteigenschaften gegenüber der Einströmwinkel von 0° und 90° deutlich besser, die Schicht ist glänzend mit geringen inneren Spannungen. In der Legierungszusammensetzung sind die Bereiche zu erkennen, in denen der Eisengehalt ansteigt Abbildung 4 und Abbildung 5.

Beim Einstrahlwinkel von $22,5^\circ$ Abbildung 5 liegen die Bereiche der Prallströmung am Rand der abgeklebten Katodenfläche, und beim Winkel von 45° Abbildung 4 im Zentrum. Die Verteilung der Legierungszusammensetzung ist aufgrund dieser Bereiche mit hoher Strömungsgeschwindigkeit relativ ungleichmäßig, aber auf einem hohen Niveau. Dies bedeutet, dass über den gesamten Bereich der betrachteten Katodenfläche eine starke Strömung herrscht. Der Einsatz von Blenden bringt eine leichte Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit über der Gesamtfläche der Katode und eine geringfügige Vergleichmäßigung der Legierungszusammensetzung. Eine deutliche Veränderung der Stromdichteverteilung im Bereich der Katode wurde nicht beobachtet. Andere Elektrolytzusammensetzungen zeigten ähnliche Ergebnisse. Allerdings sind bei dem Elektrolyten mit $0,1$ Mol Eisen die Inneren Spannungen etwas höher als bei dem Elektrolyten mit weniger Eisen. Die abgeschiedenen Folien beim Elektrolyten mit $0,2$ Mol Eisen waren unter den gewählten Bedingungen von sehr schlechter Qualität.

Es gab Bereiche bei denen die Schicht sehr spröde und die inneren Spannungen sehr hoch waren. Grundsätzlich kann man sagen, dass nur an Stellen mit sehr starker Strömung brauchbare Schichten erzielt wurden.

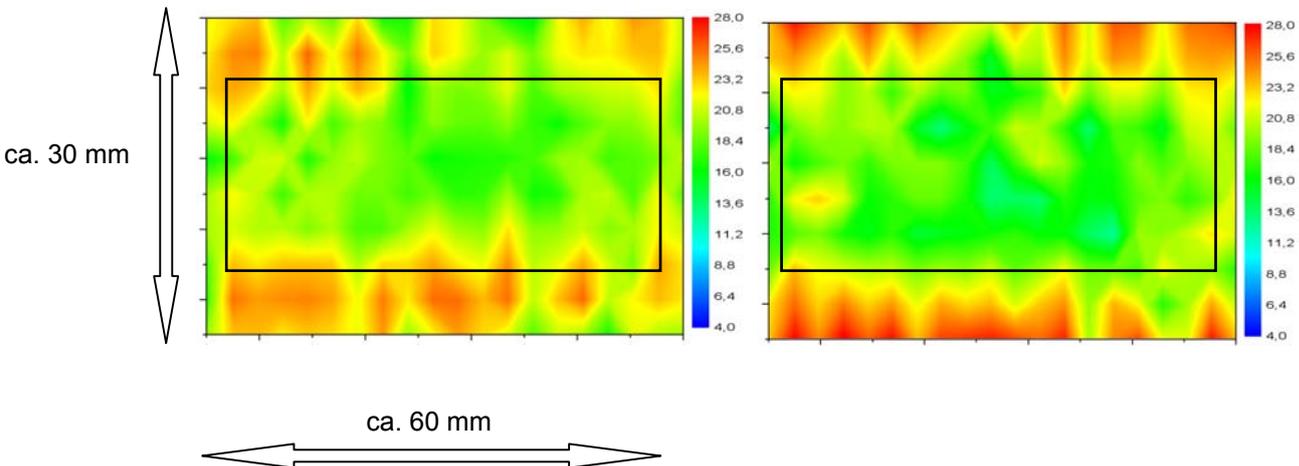


Abbildung 4: Eisenverteilung an einer Ni- Fe-Folienabscheidung, 0,053 Mol NiFe Elektrolyt 5 A/dm² Anströmwinkel 45° / 1 /

Abbildung 5: Eisenverteilung an einer Ni- Fe-Folienabscheidung, 0,053 Mol NiFe Elektrolyt 5 A/dm² (RFA Messungen) Anströmwinkel 22,5° / 1 /

Bestimmung der Strömungszustände in Mikrostrukturen mit unterschiedlichen Aspektverhältnissen

Um die hydrodynamischen Bedingungen bzw. Aussagen über den Einfluss von Konvektion vor und in den Mikrostrukturen aufklären zu können, wurden die Erkenntnisse aus der lateralen Folienabscheidung auf die Mikrostrukturen übertragen.

Es standen zwei Arten von mikrostrukturierten Proben zur Verfügung. Zum einen 600µm hohe LIGA-PMMA- Strukturen des Forschungszentrums Karlsruhe Abbildung 6 und zum anderen eine etwa 160µm hohe SU8 Teststruktur der Firma Micro Resist Technology GmbH Berlin Abbildung 7.

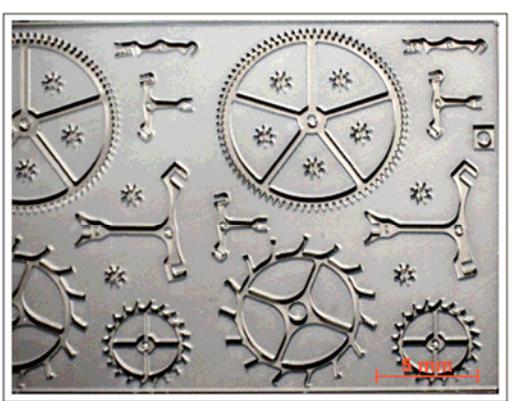


Abbildung 6: LIGA- PMMA- Mikrostruktur 600 µm Strukturhöhe

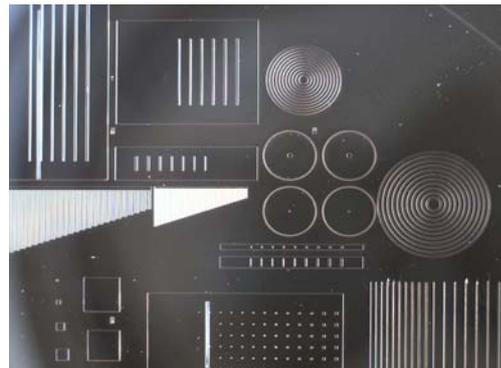


Abbildung 7: LIGA- SU 8 Mikrostruktur 160 µm Strukturhöhe

Diese Strukturen wurden in der zuvor beschriebenen Abscheidzelle mit einer Nickel-Eisen- Legierung gefüllt. Die Abscheidung erfolgte mit einem Ni-Fe- Sulfamatelektrolyten mit 0,053 Mol Eisen, $5A/dm^2$ und $55^{\circ}C$. Der Anströmwinkel der Düsenreihen betrug etwa $22,5^{\circ}$. Die Abscheiddauer entsprach der Strukturhöhe bzw. Schichtdicke. Auf Grund der Feldverteilung ist das Schichtwachstum in der Mitte der Strukturen langsamer (Konkaves- Wachstum), so dass ein Überwachsen der Randstrukturen erfolgte. Danach wurde der Resist entfernt und die Strukturen abgelöst.

Ergebnisse

Im folgenden sollen Flächenscans (EDX) an Proben mit verschiedenen Aspektverhältnissen (SU8) über der Höhe der Struktur zur Bestimmung des Eisengehaltes am REM gemessen werden.

Das Aspektverhältnis berechnet sich nach der Formel:

$$AV = \frac{h}{b} \quad (1)$$

h Strukturhöhe [μm]
b Strukturbreite [μm]

Diese Beziehung erleichtert eine Einordnung bzw. einen Vergleich von verschiedenen Grabengeometrien. An den abgebildeten Flächenscans Abbildung 6 und Abbildung 7 (Teststruktur SU8) mit Aspektverhältnissen von 16 bis 1 ist zu erkennen, dass die Unterschiede in der Legierungszusammensetzung über die verschiedenen Grabenbreiten ($10 \mu\text{m} - 160 \mu\text{m}$) der Mikrostrukturen nur gering sind (max. 3 Masse % Fe). Man kann aber erkennen das der Bereich des Eisengehaltes mit steigender Grabenbreite und fallendem Aspektverhältnis leicht ansteigt. Bei den niedrigeren Grabenbreiten dringt die äußere Strömung des Elektrolyten nicht bis auf den Grund der Struktur.

Die Legierung enthält hier weniger Eisen, wie in ruhenden Elektrolyten an der Scheibenelektrode. Dies lässt den Schluss zu, dass aufgrund der fehlenden Hydrodynamik und der hohen Abscheidgeschwindigkeit der Elektrolyt am Boden des Grabens schnell an Eisen verarmt und somit die Legierungsabscheidung zu Gunsten von Nickel verläuft.

In Mikrostrukturen erreicht die Diffusionsschichtdicke den Wert der Strukturhöhe. Wegen der sehr hohen Nickelkonzentration im Elektrolyten ist nur noch eine Abscheidung des Nickels möglich.

Hingegen zeigt die Mikrostruktur mit $160 \mu\text{m}$ Breite eine deutliche Erhöhung des Eisengehaltes. Hier kann die Wirkung der Hydrodynamik im äußeren Elektrolyten bis in die Tiefe der Mikrostruktur nachgewiesen werden.

Mit steigender Schichthöhe in den Gräben und damit abnehmender Diffusions- schichtdicke nimmt der Eisengehalt der Legierung zu.

Ab etwa 50 bis 90 μm treten im oberen Bereich der Gräben lokale Spitzen des Ei- sengehaltes auf. Dies ist bei der 160 μm breiten Struktur am deutlichsten und könnte auf einen Strömungswirbel zurückzuführen sein. Auch beim Ätzen wird dieser Bereich aufgrund der höheren Eisenkonzentration stärker angegriffen.

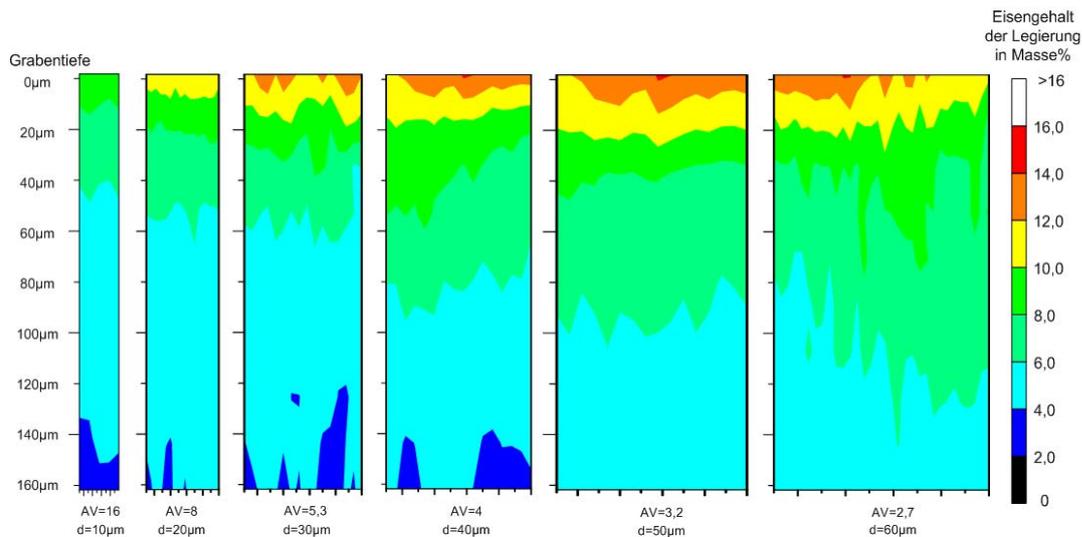


Abbildung 8: Nickel- Eisen- Legierungsverteilung (EDX Messungen) am Querschliff in den Teststruktu- ren mit Aspektverhältnissen von 16 bis 2,7 / 1 /

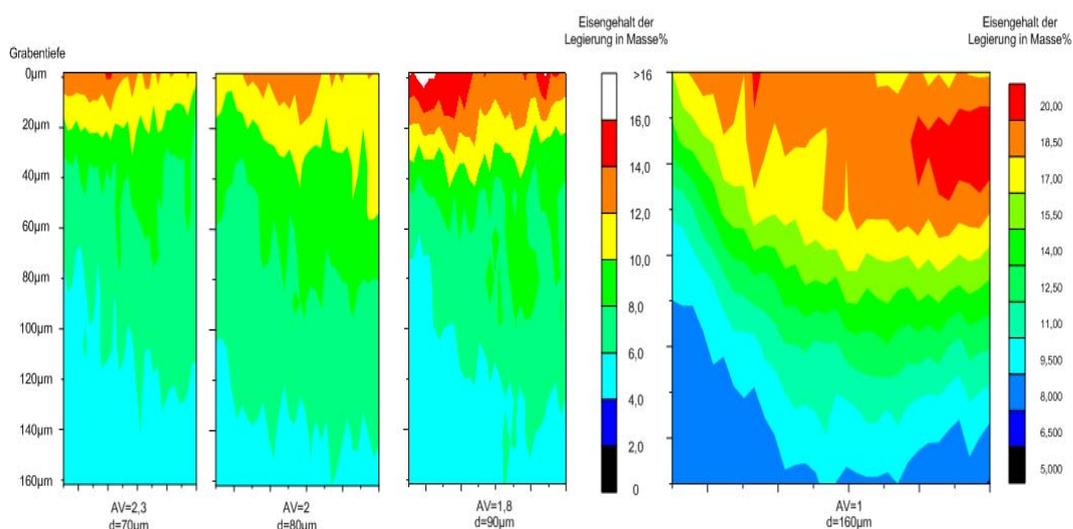


Abbildung 9: Nickel- Eisen- Legierungsverteilung (EDX Messungen) am Querschliff in den Teststruktu- ren mit Aspektverhältnissen von 2,3 bis 1 / 1 /

In Abbildung 10 ist ein Flächenscan über mehrere Gräben verschiedener Breite gezeigt. Man sieht, dass der Abstand der einzelnen Mikrostrukturen nicht sehr

groß ist, dadurch können sich die Diffusionsfelder untereinander beeinflussen. Eine Abnahme des Eisengehaltes der Legierung in der Tiefe der Gräben ist gut zu erkennen. Am oberen linken Rand des Flächenscans ist der Eisengehalt mit Abstand am höchsten. Neben der ausgeprägten Strömung wirkt sich die sinkende Stromdichte durch massive Oberflächenvergrößerung auf den Anstieg des Eisengehaltes aus.

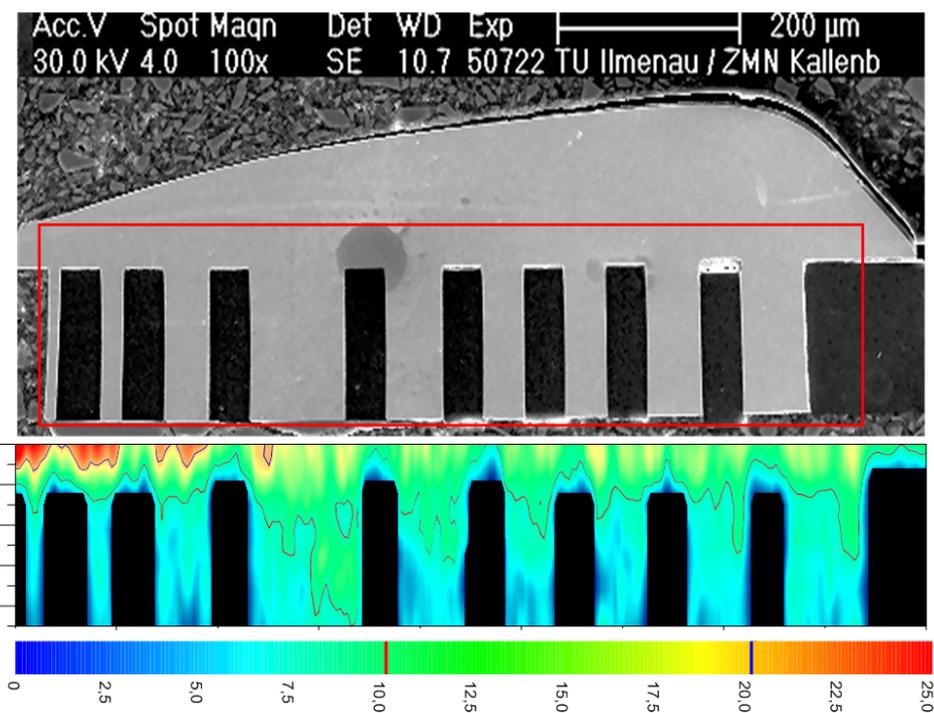


Abbildung 10: Nickel- Eisen- Legierungsverteilung (EDX Messungen) am Querschliff mit verschiedenen Aspektverhältnissen / 1 /

Zusammenfassung

In diesem Beitrag werden die Probleme und Lösungsvorschläge zur Fertigung von Mikrobautteilen aus Legierungen des anormalen Legierungssystems von Nickel Eisen dargelegt. Das System zeichnet sich besonders durch die starke Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung von der Diffusionsschichtdicke aus. Deshalb ist diese bei der Mikroalvanoformung vor allem stark vom Aspektverhältnis der Strukturen

und von den in der Abscheidungszone vorhandenen hydrodynamischen Bedingungen an der Kathodenoberfläche abhängig.

Über die Untersuchungen an einer rotierenden Scheibe konnte in Vorversuchen ein qualitativer Zusammenhang zwischen Eisengehalt der Legierung und der Diffusionsschichtdicke nachgewiesen werden. Dieser Zusammenhang wurde zum einen zur Bestimmung und Optimierung der Strömungsverhältnisse an der Mikrostrukturoberfläche in eine speziellen Abscheidungszone und zum anderen erstmalig zur Darstellung und Nachweis von hydrodynamischen Bedingungen direkt in den Mikrostrukturen genutzt.

An Mikrostrukturen verschiedener Aspektverhältnisse wurde ein Flächenscan mittels REM und EDX über den Querschnitt der Mikrostruktur erstellt. An der Verteilung des Eisengehaltes in der Mikrostruktur konnte man feststellen, dass am Grund der Gräben der Eisengehalt am geringsten und somit die Strömungsgeschwindigkeit am niedrigsten war. Mit größer werdender Schichthöhe bzw. Füllhöhe nimmt der Eisengehalt zu weil mit zunehmender Füllhöhe die Diffusionsschichtdicke abnimmt. Mit sinkendem Aspektverhältnis steigt der Eisengehalt über der Strukturhöhe der Mikrostruktur an. Da die Strukturhöhe bzw. die Diffusionsschichtdicke in der Mikrostruktur über alle Grabenbreiten gleich groß ist, ist der höhere Eisengehalt bei kleinerem Aspektverhältnis nur durch einen stärkeren Einfluss der äußeren Hydrodynamik zu erklären.

Für eine gleichmäßige Legierungszusammensetzung über der Strukturhöhe müssen die Abscheidungsparameter einer speziellen Mikrostruktur der Geometrie angepasst werden.

Literaturverzeichnis

- / 1 / R. Kallenbach:
Untersuchung des Einflusses der Diffusionsschichtdicke bei der anormalen Ni-Fe-
Legierungsabscheidung in LIGA-Strukturen
TU Ilmenau, Diplomarbeit 2005, 300-2005-23/282
- / 2 / T. Petzoldt:
Untersuchung zur Abscheidung von Nickel - Eisen - Legierungen
TU Ilmenau, Diplomarbeit, 2004
- / 3 / T. Mache, C. Jakob:
Zwischenberichte Verbundprojekt LIGA 4 H
TU Ilmenau, 2003 – 2006

Autor:

Title Nachname Vorname	Mache, Th.
Firma, Straße	TU Ilmenau, FG Elektrochemie und Galvanotechnik, Gustav- Kirchhoff- Str. 6, Werkstoffe 1
Postleitzahl, Stadt	985693, Ilmenau
Fax:	+493677693104
e-mail:	thomas.mache@tu-ilmenau.de