

Dissertation

ZUR
ERLANGUNG DER DOKTORWÜRDE
DER
FAKULTÄT FÜR MASCHINENBAU
DER
TECHNISCHEN UNIVERSITÄT KARLSRUHE

vorgelegt von

Diplom-Ingenieur Karsten Glien
aus Gera

Tag der mündlichen Prüfung: 16.01.2007

Dichtheit und Lebensdauer Glas-Frit gebondeter mikromechanischer Inertialsensoren

Gutachter:
Prof. Dr. Peter Gumbsch
Prof. Dr. Dietrich Munz

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	v
Kurzfassung	ix
Abstract	xiii
1 Einleitung, Motivation und Zielstellung der Arbeit	1
1.1 Bedeutung des Waferbondens für MEMS	1
1.2 Waferbond-Technologien für MEMS – eine vergleichende Übersicht	4
1.3 Die Technologie des Glas-Frit Bondens	8
1.3.1 Materialeigenschaften und Zusammensetzung des Glases .	8
1.3.2 Beschreibung des Waferbondprozesses und der Verbindungs- bildung	10
1.3.3 Typische Aufbau- und Verbindungstechnik eines mikrome- chanischen Inertialsensors	11
1.4 Zielstellungen und Aufbau dieser Arbeit	14
2 Langzeithermetizität Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren	17
2.1 Grundlagen der Hermetizität von MEMS	18
2.1.1 Anforderung an die Dichtheit eines Drehratensensors . . .	18
2.1.2 Einflussgrößen für den Kavitätsdruck beim Glas-Frit Bonden	19
2.2 Messmethodik zur Bestimmung der Gaspermeabilität von MEMS	23
2.2.1 Bestimmung der Gaspermeabilität durch Masseflussmessun- gen	23
2.2.2 Bestimmung der Gaspermeabilität durch Messung der Druck- änderung	23
2.2.3 Auswahl der Testgase	27

2.3	Herstellung der Proben für die Masseflussmessungen	29
2.4	Entwurf und Charakterisierung eines integrierten Mikro-Pirani . .	31
2.4.1	Aufbau des Sensors	31
2.4.2	Finite Elemente-Modellierung des Mikro-Pirani	32
2.4.3	Experimentelle Charakterisierung der Mikro-Pirani-Sensoren	36
2.4.4	Ergebnisse der Sensorcharakterisierung	38
2.5	Ergebnisse der Dichtheitsuntersuchungen	42
2.5.1	Dichtheitsuntersuchungen unter Heliumatmosphäre	42
2.5.2	Dichtheitsuntersuchungen unter Stickstoffatmosphäre	44
2.6	Diskussion der Ergebnisse aus den Dichtheitsuntersuchungen . . .	47
2.6.1	Diskussion der Ergebnisse der Sensorcharakterisierung	47
2.6.2	Diskussion der Ergebnisse für die Heliumpermeabilität	49
2.6.3	Diskussion der Ergebnisse für die Stickstoffpermeabilität . .	51
3	Bruchmechanische Lebensdaueranalyse Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren	55
3.1	Bruchmechanische Beschreibung von Glas-Frit Bondschichten	56
3.1.1	Grundlegende Konzepte der linear-elastischen Bruchmechanik	56
3.1.2	Analyse des Risspfades unter gemischter Beanspruchung	58
3.1.3	Stabilität des Risspfades in einer spröden Zwischenschicht	60
3.1.4	Bruchmechanik von Grenzflächenrissen	62
3.1.5	Numerische Methoden der Bruchmechanik	64
3.1.6	Unterkritisches Risswachstum	66
3.1.7	Probabilistische Festigkeits- und Lebensdauerbeschreibung	69
3.2	Ermittlung der bruchmechanischen Materialparameter	71
3.2.1	Probenbeschreibung und Definiton der Referenz-Bond- und Umgebungsparameter	71
3.2.2	Messung der Bruchzähigkeit	71
3.2.3	Messung der Risswachstumskurven	74
3.2.4	Bestimmung der Festigkeit und der statischen Lebensdauer	84
3.3	Experimentelle Ergebnisse für die bruchmechanischen Materialparameter	86
3.3.1	Ergebnisse der Bruchzähigkeitsmessungen	86
3.3.2	Ergebnisse der Risswachstumsmessungen	90
3.3.3	Ergebnisse der Lebensdauerversuche	97
3.3.4	Ergebnisse der fraktografischen Analysen	100
3.4	Theoretische Beschreibung des Risspfades in der Glas-Frit Bondschicht	105

3.5	Diskussion der Ergebnisse der bruchmechanischen Experimente . . .	112
3.5.1	Diskussion der Ergebnisse der experimentellen und theoretischen Risspfadanalyse	112
3.5.2	Diskussion der Bruchzähigkeitsexperimente	114
3.5.3	Vergleich der Ergebnisse verschiedener Methoden zur Bestimmung von Risswachstumsparametern	116
3.5.4	Diskussion der Ergebnisse der Risswachstumsmessungen . . .	117
3.5.5	Diskussion des Grenzwertes der Risswachstumskurven	119
3.5.6	Bewertung der Ergebnisse der Risswachstumsmessungen hinsichtlich der Zuverlässigkeitsbetrachtung	126
3.5.7	Diskussion der Ergebnisse der Lebensdauermessungen	126
3.6	Bruchmechanische Bewertung der Bondverbindung eines Inertialsensors	128
4	Zusammenfassung	133
A	Anhang zur Langzeithermetizität Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren	139
A.1	Mischungsregel für die Wärmeleitfähigkeit von Gasen	139
A.2	Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Gasen	142
B	Anhang zur bruchmechanischen Lebensdaueranalyse Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren	143
B.1	Koeffizienten für die Lösungen des Ausknickens eines Grenzflächenrisses	143
B.2	Histogramme der gemessenen Bruchzähigkeiten	146
B.3	Berechnung des Parameters für die Rissspitzenverrundung	148
	Abkürzungsverzeichnis	149
	Literaturverzeichnis	154

Vorwort

Diese Arbeit entstand während meiner dreijährigen Arbeitszeit in der Forschung und Vorausbildung der Robert Bosch GmbH in der Abteilung für Mikrosystemtechnik. Ihr Gelingen habe ich der großartigen Unterstützung all meiner Kollegen zu verdanken. Herr Müller-Fiedler und Herr Trah haben mit ihrem Selbstverständnis für die enorme Wichtigkeit zuverlässigkeitsrelevanter Forschungsthemen und ihrem persönlichen Einsatz die Rahmenbedingungen zur Durchführung der Arbeit geschaffen und mir dadurch die Möglichkeit zu einer interessanten und herausfordernden Promotion gegeben. Jürgen Graf hat mit der Hilfe bei der Einnahme so mancher organisatorischer Hürde, mit vielen fruchtbaren Diskussionen und einer stets angenehmen Arbeitsatmosphäre den Fortschritt der Arbeit nachhaltig unterstützt.

Den Kollegen vom Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik und hier allen voran Jörg Bagdahn gilt mein ganz besonderer Dank. Mit ihrer hohen fachlichen Kompetenz, ihrer unkomplizierten Art der Zusammenarbeit und ihrer ständigen Bereitschaft für inhaltliche Diskussionen haben sie mir die fachlichen Tiefen der Werkstoff- und Bruchmechanik ein ums andere Mal näher gebracht und so ganz wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Bei Prof. Dr. Peter Gumbsch möchte ich mich für die freundliche Übernahme der Betreuung und dem entgegengebrachten Interesse an meiner Arbeit bedanken. Die Möglichkeit der Teilnahme an den Doktorandenseminaren des IWM sowie die regelmäßigen Rücksprachen waren stets fachlich und persönlich bereichernd.

Vielen Dank auch an Prof. Dr. Dietrich Munz, der sich bereit erklärt hat, das Zweitgutachten der Arbeit zu übernehmen.

Tobias Pfingsten hat mich während der gesamten Promotionszeit als Freund durch alle Hochs und Tiefs begleitet, wofür ich ihm sehr dankbar bin. Besonders fruchtbar für die Arbeit war seine Unterstützung bei der statistischen Auswertung der Messdaten.

Mein herzlichster Dank gilt meiner Freundin Susi sowie meinen Eltern für den persönlichen Rückhalt, durch den die Herausforderungen der Arbeit so unbeschwert zu meistern waren. Vor allem möchte ich Susi für die Korrektur der Arbeit danken. Ihre schier unendliche Geduld und ihr enormes Engagement waren bewundernswert.

*Die große Tragödie der Wissenschaft –
die Erledigung einer wunderschönen Hypothese
durch eine hässliche Tatsache.*

Thomas Henry Huxley
engl. Biologe (1825-1895)

Kurzfassung

Im modernen Automobil sorgen immer mehr Sensoren für Sicherheit, Sparsamkeit und Komfort beim Fahren. Etwa 1/3 dieser Sensoren sind mikromechanische Systeme, MEMS, wie z.B. Beschleunigungs- und Drehratensensoren. Ihre filigranen mechanisch beweglichen Siliziumstrukturen werden durch Waferbonden vor Umwelteinflüssen geschützt und in eine definierte Gasatmosphäre eingeschlossen. Eines der wichtigsten und am weitest verbreiteten Waferbondverfahren ist das Glas-Frit Bonden.

In dieser Arbeit werden erstmalig die wesentlichen zuverlässigkeitsrelevanten Materialparameter von Silizium – Glas-Frit gebondeten Systemen bestimmt und an Hand des Beispiels eines Drehratensensors ihre mögliche Anwendung zur Bewertung der Langzeitzuverlässigkeit aufgezeigt. Durch die Einführung der Materialparameter in Verbindung mit den verwendeten Methoden in die Sensorentwicklung kann die zuverlässige Auslegung der Waferbondverbindung zielgerichteter vorgenommen werden. Die Ergebnisse können so zu kürzeren Entwicklungs- und Erprobungszeiten und damit zu Kosteneinsparungen führen.

Die Zuverlässigkeit der Bondverbindung im Hinblick auf die Langzeithermetizität ist durch ihre Gaspermeabilität charakterisiert. Bei bekannter Gaspermeabilität ist es möglich, den Druckanstieg in der Sensorkavität über die Zeit für beliebige Geometrien der Glas-Frit Bondung unter den vorherrschenden Umgebungsrandbedingungen zu berechnen. Zur Ermittlung der Gaspermeabilität der Bondverbindung wurde ein hochempfindlicher thermischer Drucksensor entwickelt, der in ein typisches mikrosystemtechnisches Wafer-Level-Package integriert werden kann. Mit Hilfe dieses Drucksensors ist es möglich, die Gaspermeabilitätskonstanten der Waferbondverbindung für Helium und Stickstoff zu bestimmen. Basierend auf diesen Ergebnissen konnte gezeigt werden, dass bei der aktuellen Auslegung des Bondrahmens innerhalb der zu erreichenden Lebensdauer nicht mit einem kritischen Druckanstieg zu rechnen ist. Vielmehr ist davon auszugehen, dass auch bei einer deutlichen Verringerung der Bondrahmenbreite der Innendruck des Sensors nicht durch Gaspermeation gefährdet wäre.

Neben der Gaspermeabilität haben die bruchmechanischen Eigenschaften der Bondverbindung einen wesentlichen Einfluss auf die Zuverlässigkeit des Sensors. Da die Glas-Frit Schicht ständig thermomechanischen Spannungen ausgesetzt ist, können initiale Defekte in der Bondschicht während des Einsatzes des Sensorele-

menten wachsen und so noch nach Jahren zu einem Leck im Bondrahmen führen. Mit Hilfe der Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik kann der Widerstand eines Materials gegen Rissausbreitung mit Hilfe der Spannungsintensität an der Rissspitze bewertet werden. In dieser Arbeit wurden sowohl die kritische Spannungsintensität – die Bruchzähigkeit – als auch die Wachstumskurven für unterkritisches Risswachstum ermittelt. Die Bruchzähigkeit wurde mit Hilfe des Mikro-Chevron Tests bestimmt. Sie gibt die Grenze für spontanes Versagen an und weist mit $0,61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ einen für Gläser typischen Wert auf.

Für die Bewertung der bruchmechanischen Lebensdauer der Bondverbindung stellen die Risswachstumskurven, also die Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von der Spannungsintensität an der Rissspitze, die wichtigste Materialeigenschaft dar. Ihre Bestimmung erfolgte unter den für den Einsatz im Automobil relevanten Umgebungsbedingungen. Das entscheidende Ergebnis der Risswachstumsmessungen ist, dass die Risswachstumskurven der Glas-Frit Bondschicht einen Grenzwert der Spannungsintensität K_{Ith} aufweisen, unterhalb dem kein unterkritisches Risswachstum mehr stattfindet. Dieser Grenzwert weist unter Standard-Bedingungen mit ca. 85 % der Bruchzähigkeit einen im Vergleich zu anderen Gläsern sehr hohen Wert auf. Da die Risswachstumsgeschwindigkeiten oberhalb dieses Grenzwertes mit Werten $> 10^{-6} \text{ m/s}$ zu einem Versagen der Bondverbindung innerhalb sehr kurzer Zeiten führen würden, kann die Bewertung der bruchmechanischen Langzeitzuverlässigkeit allein auf Grundlage von K_{Ith} vorgenommen werden. Die Bondverbindung ist unter diesem Aspekt zuverlässig, solange während der gesamten Lebensdauer keine Belastung auftritt, unter der dieser Grenzwert überschritten wird.

Zur Ermittlung der Ursache für das Auftreten des hohen Grenzwertes für das unterkritische Risswachstum wurden in dieser Arbeit verschiedene bruchmechanisch basierte Erklärungsversuche vorgenommen und intensiv diskutiert. Zu ihnen gehören die korrosionsbedingte zunehmende Verrundung der Rissspitze während des Risswachstums, der Einfluss von Bleiausscheidungen in der Grenzschicht zum Silizium, Rissverzweigungen und der Einfluss des Risspfades in der Bondschicht. Durch grundlegende Untersuchungen zur Beschreibung des experimentell beobachteten alternierenden Risspfades mit Hilfe bruchmechanischer Ansätze und Finite Elemente-Simulationen konnte der beobachtete Risspfad erklärt und eine These für das Auftreten des hohen Grenzwertes aufgestellt werden. Verifikationsexperimente zeigten jedoch, dass der alternierende Risspfad nicht alleinige Ursache für das Auftreten von K_{Ith} sein kann. In Zukunft muss deshalb auch der Einfluss der anderen aufgeführten Erklärungsansätze experimentell untersucht werden.

Mit Hilfe von Finite Elemente-Simulationen können die in dieser Arbeit ermittelten bruchmechanischen Materialparameter für die Zuverlässigkeitsbewertung von Glas-Frit Bondverbindungen in realen Bauteilen herangezogen werden. An Hand des praxisnahen Beispiels eines druckbelasteten Drehratensensors wurde hierfür eine mögliche Vorgehensweise dargestellt. Der Vergleich der Ergebnisse

mit Referenzexperimenten zeigte, dass trotz notwendiger starker Vereinfachungen in der Simulation das reale Wachstum von initialen Rissen in der Bondschicht sehr gut wiedergegeben werden kann.

Der nächste Schritt hin zum breiteren Einsatz der vorgestellten Ergebnisse und Methoden in einer ganzheitlichen Zuverlässigkeitsbewertung des Sensors muss in einer größeren statistischen Basis der bruchmechanischen Materialparameter an der unteren und oberen Grenze des zu berücksichtigenden Temperaturbereiches von $-40 - 150$ °C liegen. Außerdem sollte eine Erweiterung der Bruchzähigkeits- und Risswachstumsdaten für gemischte Beanspruchungen erfolgen, um den Einfluss der komplexen Spannungszustände im realen Bauteil auf einen potenziellen Riss zuverlässig bewerten zu können.

Abstract

More and more sensors provide safety, economy and comfort features in modern automotive applications. About one third of these sensors are micro electronic mechanical systems, MEMS, such as acceleration sensors and gyroscopes. Their sensitive, mechanically mobile silicon structures are protected from environmental factors by sealing them into a defined gas atmosphere using wafer-bonding technologies. One of the most common and therefore most important wafer-bonding-technologies is the glass-frit bonding process.

This work is the first to present the essential material parameters relevant for the reliability of silicon – glass-frit bonded systems. Their application is exemplified through the evaluation of the long-term reliability of a gyroscope.

By introducing a fracture-mechanical approach in combination with the specific material parameters a reliable design of the sensor can be obtained early in the development phase. Thereby, the results of this work reduce the time required for development and testing which in turn leads to significant cost savings.

The reliability of the bond-frame with regard to the long term hermeticity is characterized by its gas permeability. The pressure increase in the sensor-cavity with time can be calculated from the gas permeability for any geometry of the glass-frit bond frame under the applied environmental conditions. To determine the gas permeability of the bond-frame, a highly sensitive thermal pressure sensor was developed, which can be integrated into a typical wafer level package of a micro system. Using this pressure sensor it was possible to determine the gas permeability constants of the wafer-bond frame for helium and nitrogen. It could be shown that a critical increase in pressure will not be reached within the life time of a Bosch gyroscope for the current design of the bond frame. In contrast, a critical increase of the pressure is unlikely even for significantly reduced bond frame widths.

Besides the gas permeability, also the fracture-mechanical properties of the bond frame have an essential influence on the reliability of the sensor. Since the glass-frit layer is permanently exposed to thermomechanical loading, initial defects in the bond frame may grow with time and therefore lead to a leak in the bond frame after years of operation. Linear-elastic fracture mechanics provides the means to determine the resistance of a material against crack growth by analyzing the stress intensity at the crack tip. In this work both, the critical stress

intensity - the fracture toughness - and the curves for subcritical crack growth of the glass-frit were determined. The fracture toughness was measured using the Micro-Chevron-test. The results indicate the limit for spontaneous failure at a value of $0.61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, a typical value for glass.

The dependence of the crack growth rate on the stress intensity at the crack tip represents the most important material property for the evaluation of the fracture-mechanical life time of a bond frame. The measurement of such crack growth curves was carried out under environmental conditions relevant for automotive applications. The most important result is that the crack growth curves show a limit of stress intensity K_{Ith} below which no crack growth occurs. With approximately 86 % of the fracture toughness under standard conditions this limit has a very high value compared to other glasses. Crack growth rates above this limit are larger than 10^{-6} m/s and would lead to failure of the bond frame within very short times. Therefore, the evaluation of the fracture mechanical long term reliability can be carried out on basis of K_{Ith} only. In this respect the bond frame is reliable as long as no load appears which exceeds this limit during the complete life time.

To determine the cause for such a high limit of the subcritical crack growth K_{Ith} , different explanations based on fracture mechanics are discussed in detail. Among them are corrosive crack tip blunting during growth of the crack, the influence of lead precipitation at the glass-frit – Silicon interface, crack branching and the influence of the crack path in the bond layer. The observed crack path could be explained using fracture-mechanical approaches and finite element simulations. This leads to the hypothesis that the high crack growth limit is a consequence of this alternating crack path. However, further experiments verified, that the alternating crack path alone cannot explain the increased K_{Ith} . Therefore, the alternative explanations mentioned above have to be verified experimentally in the future.

With the aid of finite element simulations, the fracture-mechanical material parameters found in this work can be used to assess the reliability of glass-frit bond frames in real components. A possible proceeding was presented by the practical example of a mold-pressure loaded wafer level package of a gyroscope. The comparison of the results with reference experiments showed that, despite necessary modeling assumptions, the real growth of initial cracks in the bond frame can be predicted very well.

A better statistical basis of the fracture-mechanical material parameters at the lower and upper limit of the considered temperature range of $-40 - 150 \text{ }^\circ\text{C}$ needs to be established as a next step to a wider implementation of the results and methods developed here. In addition, an extension of the fracture toughness and crack growth data should be carried out for mixed loading conditions. This would permit the evaluation of the influence of complex stress states on a potential crack in the component.

1

Einleitung, Motivation und Zielstellung der Arbeit

1.1 Bedeutung des Waferbondens für MEMS

Airbags, elektronisch gestützte Fahrzeugstabilisierung, Überschlagdetektion und Navigationssysteme – sie gehören für uns wie selbstverständlich zum sicheren und komfortablen Automobil. Ermöglicht werden diese Funktionen von einer Vielzahl an Sensoren, die in der Lage sind, Beschleunigungen und Drehraten des Fahrzeuges präzise zu detektieren. Dadurch werden grundlegende Informationen bereitgestellt, die benötigt werden, um bei einem Aufprall den Airbag auszulösen, bei extremer Kurvenfahrt gezielte Bremsingriffe vorzunehmen, bei einem Überschlag Sicherheitssysteme zu aktivieren oder bei gestörtem Satellitensignal die Orientierung nicht zu verlieren. Die Aufnahme der inertialen Messgrößen erfolgt durch mikromechanische Systeme (engl. Micro Electro Mechanical Systems – MEMS), die inzwischen ca. 1/3 der 50 – 120 Sensoren im Fahrzeug ausmachen [72].

Die Prozesse und Technologien zur Herstellung von MEMS werden unter dem Begriff der Mikrosystemtechnik zusammengefasst. Sie beruhen weitgehend auf den Schichtabscheidungs- und Strukturierungsprozessen einkristalliner Siliziumscheiben – den Wafern, wie sie aus der Mikroelektronik bekannt sind. Die Mikrosystemtechnik ermöglicht es jedoch, im Gegensatz zur Mikroelektronik, frei bewegliche mechanische Strukturen mit Abmessungen auf der Mikrometerskala auf den Oberflächen¹ der Wafer zu fertigen und damit hunderte Sensoren auf einem Wafer mit einem Durchmesser von 150 mm herzustellen. Diese Miniaturisierung ist nicht zuletzt der Schlüssel für eine kostengünstige Fertigung in großen Stückzahlen und damit für den durchgängigen Einsatz von MEMS auch in Fahrzeugen der Mittel- und Unterklasse.

¹Es handelt sich dabei um die sogenannte Oberflächenmikromechanik. Im Gegensatz dazu reichen bei der Bulk-Mikromechanik die beweglichen Strukturen durch die gesamte Dicke des Wafers.

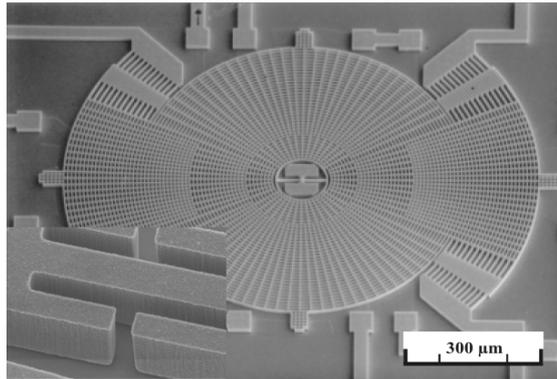


Abbildung 1.1: Oberflächenmikromechanische Struktur eines Bosch-Drehratensensors

Die Funktionsweise der Sensoren beruht darauf, dass die inertialen Messgrößen Beschleunigung und Drehrate über bewegliche kammartige Strukturen, die gleichzeitig als Elektroden fungieren, in eine Kapazitätsänderung und damit eine elektrisch messbare Größen überführt werden. Zur Messung der Drehrate, die über die Corioliskraft bestimmt wird, ist es zusätzlich notwendig, das System über eine Wechselspannung zu Schwingungen anzuregen. Die mikromechanische Struktur eines Bosch-Drehratensensors ist in [Abbildung 1.1](#) dargestellt. Die detaillierte Darstellung des Messprinzips ist z.B. in [\[69\]](#) zu finden.

Für die Sicherstellung der Funktion der Sensoren ist es essentiell, die filigranen mikromechanischen Strukturen vor äußeren Einflüssen zu schützen. So können beispielsweise kleinste Partikel die Siliziumkämme beschädigen bzw. ihre Bewegung stören oder Feuchte die Strukturen verkleben. Gleichzeitig muss in vielen Fällen der Sensorkern hermetisch dicht in eine definierte Gasatmosphäre eingeschlossen werden, um gezielt die Dämpfung des schwingenden Systems einstellen zu können. Die Umsetzung beider Aspekte, Schutz und hermetischer Abschluss, erfolgt noch vor dem Vereinzeln der Sensoren durch das so genannte Waferbonden. Dabei werden speziell strukturierte Kappenwafer, die im Bereich der funktionalen Strukturen des Sensors eine Kavität aufweisen, exakt zum Sensorwafer justiert und mit diesem gefügt. Der entstehende Verbund wird als Wafer-Level-Package bezeichnet.

Aus den Anforderungen wird ersichtlich, dass das Wafer-Level-Package einen entscheidenden Beitrag für die zuverlässige Funktion der Sensoren über die Lebensdauer leisten muss. Diese beträgt im automobilen Bereich bis zu 15 Jahre und muss unter rauen Umgebungsbedingungen wie Temperaturwechseln im Bereich von -40 bis 150 °C und relativer Luftfeuchte bis zu 85 % gewährleistet werden. Da es sich bei vielen Anwendungen um sicherheitsrelevante Funktionen handelt, dürfen die Fehlerraten bezogen auf die Lebensdauer einige ppm (engl. für parts per million - Teile pro Millionen Stück) nicht überschreiten.

Auch nach knapp 20 Jahren Entwicklung gehört die Verkappung der Senso-

ren auf Waferebene noch immer zu den zuverlässigkeitskritischen Technologien [37, 42]. Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag zum besseren Verständnis der zuverlässigkeitsrelevanten Mechanismen einer der wichtigsten Waferbondtechnologien – dem Glas-Frit Bonden – leisten. Über dieses Verständnis wird eine zielgerichtete Auslegung der Sensoren ermöglicht. Entwicklungszeiten können dadurch verkürzt und der Flächenanteil der Fügeverbindung an der Gesamtfläche des Sensors minimiert werden. Da dieser nach Stand der Technik je nach Sensortyp 30 – 70 % beträgt, würde eine Verringerung zu einer größeren Anzahl Sensoren auf dem Wafer und damit zu geringeren Stückkosten führen.

Eine hinsichtlich der Zuverlässigkeit der Glas-Frit Bondverbindung besonders herausfordernde Anwendung stellen oberflächenmikromechanische Bosch-Drehratensensoren dar. Für ihre einwandfreie Funktion darf der Innendruck des Wafer-Level-Packages während seiner Lebensdauer, die mindestens 15 Jahre betragen muss, von etwa 100 Pa auf maximal etwa 200 Pa steigen. Der Drehratensensor dient deshalb in dieser Arbeit als kritischer Maßstab für die Anforderungen an die Langzeitzuverlässigkeit der Bondverbindung.

Die folgenden beiden Abschnitte dienen dazu, dem Leser den notwendigen technologischen Hintergrund über Waferbondverfahren im Allgemeinen und das Glas-Frit Bonden im Speziellen zu geben. In Abschnitt 1.4 erfolgt anschließend die Erläuterung der konkreten Zielstellungen der Arbeit.

1.2 Waferbond-Technologien für MEMS – eine vergleichende Übersicht

Wie im vorangegangenen Abschnitt dargestellt, kommt dem Wafer-Level-Packaging eine Schlüsselrolle im Herstellungsprozess von mikromechanischen Inertialsensoren zu. Bedingt durch die enorme Anwendungsbreite hat sich im Zuge des Fortschritts der MEMS-Technologien auch eine Vielfalt an Waferbondverfahren entwickelt. In Abbildung 1.2 sind die industriell verbreiteten Verfahren schematisch gliedert und nach ihrer Einsatzhäufigkeit² geordnet.

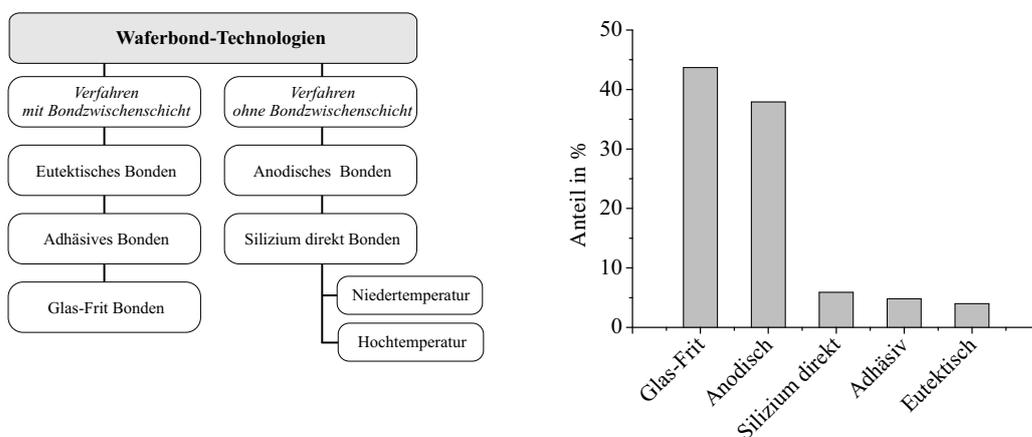


Abbildung 1.2: Schematische Gliederung und Verbreitung der gängigsten Waferbondverfahren [80]

Auf eine ausführliche technische Beschreibung der aufgeführten Verfahren soll an dieser Stelle verzichtet und auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen werden [83, 54, 56, 41]. Um jedoch die in Abbildung 1.2 ersichtliche hohe Relevanz der Glas-Frit Bondtechnologie beim Verkappen von MEMS verstehen zu können, wird an dieser Stelle eine vergleichende Bewertung der verschiedenen Verfahren durchgeführt. Dabei finden insbesondere die Aspekte Beachtung, die die Anforderungen von Inertialsensoren betreffen.

Tabelle 1.1 zeigt eine der Literatur [21, 67, 54, 51] entnommene und um eigene Werte ergänzte Übersicht der wesentlichen Charakteristika der gängigsten Waferbondverfahren. Das primäre Entscheidungskriterium bei der Wahl des Waferbondverfahrens ist die benötigte Bondtemperatur. Sämtliche im Herstellungsprozess des Sensorwafers eingesetzten Materialien sowie die hergestellten funktionalen Elemente sind dieser Temperatur ausgesetzt und dürfen durch die thermische Belastung keine schädigenden Veränderungen erfahren. Auf Grund der für

²Die Einsatzhäufigkeit wurde aus der Verwendung des verkauften Bondequipments der Firma EVG ermittelt.

Tabelle 1.1: Technologische Charakteristika und Eigenschaften der gängigsten Waferbond-Verfahren

Waferbond-Technologie	Eutektisch	Adhäsiv	Glas-Frit	Si direkt (HT)	Si direkt (NT)	Anodisch
Bond-T in °C	200–600	≤ 400	350–450	900–1200	(25)–600	150–500
Langzeit-hermetizität (10 ⁻² mbar)	ja	nein	ja	ja	-	ja
Rauigkeits-toleranz in μm	≈ 1	≈ 1	≈ 1	< 5 · 10 ⁻⁴	< 2 · 10 ⁻³	< 2 · 10 ⁻³
Hauptanwendungsgebiete	Bump Flip-Chip	3D-IC's RFMEMS	MEMS Inertial-sensoren	SOI	SOI	MEMS Druck-sensoren
Bondfestigkeit (qualitativ)	++	+	0	++	-	++
Bondrahmenbreite in μm	> 60	-	(250)–500	> 30% der Waferfläche	> 30% der Waferfläche	> 20

die elektrischen Leiterbahnen eingesetzten Aluminiumlegierungen muss deshalb für die meisten MEMS die Bondtemperatur deutlich unterhalb der eutektischen Temperatur von Aluminium-Siliziumlegierungen von 574 °C liegen. Bis auf das Hochtemperaturverfahren des Silizium Direktbondens können alle hier genannten Technologien dieses Kriterium erfüllen. Obwohl in den letzten Jahren erhebliche Fortschritte in der Entwicklung von Niedertemperaturverfahren für das Silizium Direktbonden zu verzeichnen sind, bringt es ebenso wie das anodische Waferbonden den Nachteil mit sich, dass extrem geringe Rauigkeiten der zu bondenden Oberflächen sichergestellt werden müssen. Dies führt gleichzeitig zu einer hohen Empfindlichkeit des Prozesses gegenüber Verunreinigungen und Partikeln und in der Folge zu gesteigerten Ansprüchen an die Reinraumgüte. Vorteile haben hier die Verfahren, die eine Bondzwischen-schicht verwenden. Da sich die verbindungs-bildende Schicht während des Bondprozesses im flüssigen bzw. niederviskosen Zustand befindet, können Rauigkeiten in der Oberfläche ausgeglichen werden. Es

eröffnet sich zudem die Möglichkeit, prozesstechnisch bedingte Unebenheiten wie z.B. vergrabene Leiterbahnen zu überbunden. Das anodische und das Silizium Direktbonds erfordern in diesem Fall äußerst aufwendige Ersatzlösungen, bei denen die elektrischen Kontakte durch die Kappe oder den Sensorwafer geführt werden müssen. Die Verfahren mit Bondzwischen-schicht bieten also eine deutlich höhere Prozessflexibilität und -stabilität.

Ein weiteres essentielles Auswahlkriterium insbesondere beim Waferbonden für Inertialsensoren ist die Langzeithermetizität der entstehenden Bondverbindung. Unter Berücksichtigung dieser Anforderung muss das Bonden mit Kunststoffadhäsiven auf Grund der hohen Gaspermeabilität von Polymeren als potenzielles Verfahren ausscheiden. Geht man bei den anderen Verfahren von einer störungsfreien Bondverbindung aus, so erlauben sie eine hermetisch dichte Verkapselung. Die Hermetizität über lange Zeiträume, wie sie Sensoranwendungen im Automobilbereich erfordern (vgl. Abschnitt 1.1), ist jedoch äußerst schwierig nachzuweisen und deshalb ein wichtiger Aspekt der Untersuchungen in dieser Arbeit.

Nach den hier aufgeführten Kriterien sind das Glas-Frit Bonden und das Eutektische Bonden die geeignetsten Technologien für die Verkapselung von Inertialsensoren. Für das eutektische Bonden ist wegen seiner geringen Temperatur von 363 °C in erster Linie das Silizium-Gold Eutektikum in Betracht zu ziehen. Zur Vermeidung von Goldkontamination in der Halbleiterfertigung wäre jedoch ein enormer technologischer Aufwand nötig. Industriell durchgesetzt hat sich deshalb vor allem das Glas-Frit Bonden.

Die wesentliche Herausforderung dieses Verfahrens sind die in der Bondschicht vorhandenen thermischen Spannungen, die bedingt durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von Glaslot (siehe Kapitel 1.3) und Silizium während des Bondprozesses entstehen. Es muss gewährleistet werden, dass trotz der thermomechanischen Belastungen ein Maximum an Zuverlässigkeit der Bondverbindung erreicht wird. Gleichzeitig sollte der Bondrahmen eine minimale Fläche auf dem Sensorwafer einnehmen, um die Stückzahl der Sensoren auf einem Wafer zu maximieren und so die Kosten pro Sensor zu senken. Bezüglich der realisierten Bondrahmenbreite bieten andere Waferbondverfahren deutliche Vorteile (vgl. Tabelle 1.1), die das Glas-Frit Bonden trotz dessen weiter Verbreitung im ständigen, vorrangig kostengetriebenen, technologischen Wettbewerb mit den anderen Verfahren stehen lassen. So kann z.B. beim anodischen Bonden der geringe Flächenbedarf des Bondrahmens den erwähnten Mehraufwand bei der Prozessierung der elektrischen Durchführungen durchaus rechtfertigen. Zudem könnten zukünftig völlig neuartige Verpackungskonzepte, die, wie die in [58] vorgestellte Dünnschichtkappe, ohne Waferbondverfahren auskommen, die etablierten Verfahren ablösen.

Der beschriebene Wettbewerb zwischen den Technologien erfordert eine intensive Auseinandersetzung mit den grundlegenden zuverlässigkeitsrelevanten physi-

kalischen und materialwissenschaftlichen Mechanismen der Waferbondverfahren. Nur dadurch ist es möglich, die Grenzen hinsichtlich geringer Kosten bei maximierter Zuverlässigkeit zu ermitteln und umzusetzen. Der Technologie des Glas-Frit Bondens kommt unter diesem Aspekt wegen seiner weiten Verbreitung eine besondere Bedeutung zu. Die Zuverlässigkeit von Glas-Frit Bondverbindungen ist deshalb Gegenstand dieser Arbeit.

1.3 Die Technologie des Glas-Frit Bondens

Untersuchungen zur Zuverlässigkeit von Wafer-Bondverbindungen erfordern die genaue Kenntnis der Zusammensetzung und der physikalischen Eigenschaften des Materialverbundes auf der einen sowie die Bewertung des Belastungsprofils des Bondrahmens auf der anderen Seite. Letzteres wird bei MEMS-Inertialsensoren für automobiler Anwendungen sowohl durch die sich an den Waferbondprozess anschließende Aufbau- und Verbindungstechnik (AVT) als auch durch die Art der Belastung während des Einsatzes (z.B. Temperaturwechsel, Feuchte etc.) bestimmt. In den folgenden Abschnitten wird deshalb neben der Bondtechnologie und den Materialeigenschaften auch auf einen typischen AVT-Prozess für Inertialsensoren detailliert eingegangen.

1.3.1 Materialeigenschaften und Zusammensetzung des Glases

Im Ausgangszustand liegt das Glaslot³ in Form einer siebdruckbaren Paste vor. Die Paste besteht dabei aus drei wesentlichen Grundbestandteilen: Glaspulver, keramischem Füller und organischem Binder. Die chemischen Zusammensetzungen der einzelnen Bestandteile sind Tabelle 1.2 zu entnehmen. Die Daten stammen sowohl aus dem Datenblatt des Zulieferers [26] als auch aus Bosch-internen Untersuchungen.

Tabelle 1.2: Chemische Zusammensetzungen der Pastenbestandteile

	Bestandteile	chem. Verbindung	Massenanteil in % (ohne Binder)
Glaspulver	Blei-Zink-Borosilikatglas,	PbO, PbO ₂ , Pb ₃ O ₄ B ₂ O ₃ , SiO ₂ , ZnO	70-80
	Aluminiumsilikatglas	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	5-10
Füller	Cordierit	Al ₂ Mg ₄ Si ₅ O ₁₈	≈ 10
Binder+ Lösungsmittel	Terpineol, Trimethyl- pentandiol- Monoisobutyrat	–	–

Der Hauptbestandteil des Glaspulvers ist Bleioxid. Dadurch wird eine Glasübergangstemperatur des Glasverbundes von ca. 335 °C erzielt und so eine mit den

³In der vorliegenden Arbeit wurde ausschließlich das bei der Robert Bosch GmbH zum Einsatz kommende Material (FX11-036) der Firma Ferro verwendet.

Prozessen der Mikrosystemtechnik kompatible Bondtemperatur beim Waferbonden ermöglicht (vgl. Kapitel 1.2). Das Bleioxid bildet zusammen mit den anderen Glasbestandteilen die Matrix des Glas-Frit Verbundes (Abbildung 1.3).

Der Füller besteht aus Cordieritkeramikpartikeln mit einer mittleren Größe von $2 - 4 \mu\text{m}$. Er dient dazu, den hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Glasmatrix von ca. $12 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ an den des Siliziums von ca. $2,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ anzupassen und dadurch die thermischen Spannungen im Materialverbund so gering wie möglich zu halten. Der Anteil des hochschmelzenden keramischen Füllers ($T_S = 1465 \text{ }^\circ\text{C}$) am Gesamtverbund ist dabei durch die Bondbarkeit der Paste begrenzt.

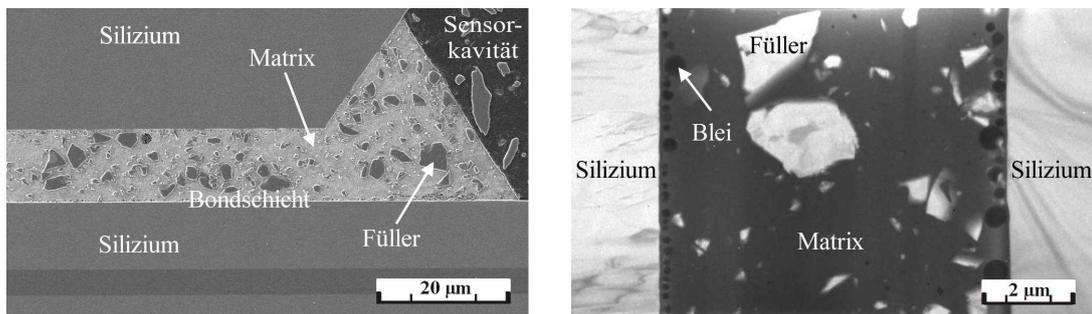


Abbildung 1.3: Elektronenmikroskopische Aufnahmen des Glas-Frit Bondrahmens eines Bosch-Drehratensensors; *links:* Querschliff nach Ionenpolitur, *rechts:* transelektronenmikroskopische Aufnahme einer mittels FIB (Focused Ion Beam) präparierten Lamelle

Der Materialverbund aus Glasmatrix und Keramikfüller wird der Einfachheit halber in dieser Arbeit gleichbedeutend mit dem bei Bosch verwendeten Trivialnamen „Sealglas“ bzw. mit dem Begriff „Glas-Frit“ bezeichnet. Seine effektiven thermomechanischen Eigenschaften sind, soweit bekannt, in Tabelle 1.3⁴ vergleichend zu denen von Silizium dargestellt.

Durch die Beimischung des Cordierits zur Glasmatrix wird der thermische Ausdehnungskoeffizient des Materialverbundes auf ca. $6,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ gesenkt. Dieser Wert liegt jedoch immer noch einen Faktor 2,6 über dem des Siliziums. In der Bondverbindung ist deshalb trotz der Beimischung des Cordierits mit erheblichen thermischen Spannungen zu rechnen.

Für die Analyse von möglichen Bruchmechanismen sind neben den thermischen Spannungen die Unterschiede in den elastischen Eigenschaften sowie der Bruchzähigkeit der beiden sprödbrechenden Materialien entscheidend. Der auffallend niedrige Wert des im 3-Punkt-Biegeversuch bestimmten Elastizitätsmoduls für Sealglas ist darauf zurückzuführen, dass die Messungen an makroskopischen Proben durchgeführt wurden. Bei der Herstellung dieser Proben ist ein Entwei-

⁴Werte ohne Quellenangabe stammen aus Bosch-internen Messungen; den hervorgehobenen Werten wird das größte Vertrauen zugemessen.

Tabelle 1.3: Thermomechanische Eigenschaften von Sealglas und Silizium im Vergleich

Physikalische Größe	Messmethode (für Sealglas)	Sealglas	Silizium
E-Modul in MPa	Waferbowmessung	47-52	130 < 100 >
	Ultraschall	53	169 < 110 >
	Härtemessung	56 [22]	188 < 111 >
	3-Punkt-Biegung	30	
Querkontraktionszahl	geschätzt	0,3	0,262 < 100 >
therm. Ausdehnungskoeffizient in $10^{-6} K^{-1}$	Differenzdilatometrie	6,5	2,5
		5,6 [22]	
		4,3 [26]	
Glasübergangstemperatur in $^{\circ}C$	TMA	316	1417 (Schmelztemperatur)
	Waferbowmessung	335 [diese Arbeit] 315 [26]	
Bruchzähigkeit in $MPa\sqrt{m}$	Mikro-Chevron	0,61 [diese Arbeit]	0,94 {100}[9]
			0,90 {110}[9]
			0,83 {111}[9]

chen des organischen Binders während des Vorverschmelzens (siehe Kapitel 1.3.2) auf Grund der Probendimension deutlich stärker behindert als bei den nur einige $100 \mu m$ dicken Bondschichten in realen Bauteilen. Dadurch ist die Porosität des Werkstoffes deutlich erhöht, was zu den entsprechend niedrigen Werten des Elastizitätsmoduls führt. An diesem Beispiel wird deutlich, dass die Herstellungsparameter, unter denen der Bondprozess stattfindet, einen entscheidenden Einfluss auf die Materialeigenschaften und damit auf die Zuverlässigkeit des Bauteils haben können. Das ist bei der Ermittlung von zuverlässigkeitsrelevanten Materialparametern stets zu beachten, weshalb im Folgenden eine Übersicht über den Glas-Frit Bondprozess gegeben wird.

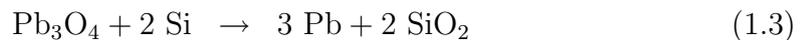
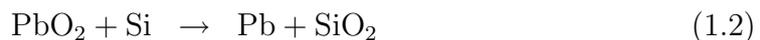
1.3.2 Beschreibung des Waferbondprozesses und der Verbindungsbildung

Das Aufbringen der Glaspaste auf den Kappenwafer erfolgt im Siebdruckverfahren. Dabei wird die Paste durch eine auf dem Sieb aufgebrachte fotolithografisch strukturierte Maske gerakelt. Nach anschließender Trocknung erfolgt in einem

thermischen Zyklus das Verdampfen bzw. Ausbrennen des Lösungsmittels und des organischen Binders. Oberhalb der Glasübergangstemperatur kommt es dabei zu einem Vorverschmelzen des Glaspulvers. Das Ausbrennen des Binders ist von entscheidender Bedeutung, da durch diesen Prozess die Bildung von Gaseinschlüssen im Bondrahmen minimiert wird. Zudem würde speziell bei Drehratensensoren zu starkes Ausgasen der verbleibenden Organik die Einstellung des notwendigen Arbeitsdruckes in der Sensorkaverne erschweren bzw. unmöglich machen.

Nach Vorverschmelzen des Glaslotes (Abbildung 1.4 links) beginnt der eigentliche Waferbondprozess. Der mit dem Glaslot bedruckte Kappenwafer und der Sensorwafer werden zueinander justiert und anschließend unter Vakuum, erhöhter Temperatur und mechanischem Druck gefügt. Für technologische Details zum Gesamtprozess sei an dieser Stelle auf die Literatur verwiesen [41, 2].

Die Bildung der Fügeverbindung zwischen Sealglas und Silizium beim Waferbonden ist nicht abschließend geklärt. Es liegt jedoch die Vermutung nahe, dass während der erhöhten Temperatur des Bondprozesses an der Grenzfläche der Materialien eine Redoxreaktion nach den Gleichungen 1.1 bis 1.3 stattfindet.



Das entstehende Siliziumoxid reichert sich in der Grenzfläche an, kann in der Glasmatrix der Glas-Frit Bondschicht gelöst werden und bildet so die Verbindung der Schichten [2]. Das während der Reaktionen entstehende elementare Blei bildet kugelförmige Bleiagglomerate mit Durchmessern von 0,1 bis 1 μm , die sich ebenfalls entlang der Grenzfläche anreichern (Abbildung 1.3 rechts).

Neben dem Waferbondprozess hat auch die AVT des Sensors einen wichtigen Einfluss auf den Spannungshaushalt und damit auf die Zuverlässigkeit der Glas-Frit Bondverbindung. Im folgenden Abschnitt wird deshalb der in Abbildung 1.4 rechts schematisch dargestellte Ablauf des AVT-Prozesses erläutert.

1.3.3 Typische Aufbau- und Verbindungstechnik eines mikro-mechanischen Inertialsensors

Die Verkappung der Sensorstrukturen auf Waferebene dient in erster Linie der Herstellung einer definierten Atmosphäre in der Sensorkavität und dem Schutz der empfindlichen Sensorstrukturen vor chemischen und mechanischen Einflüssen während der Vereinzelung und über die Lebensdauer. Die sich anschließende AVT des Sensors muss eine Reihe von weiteren Aufgaben erfüllen:

- elektrische Kontaktierung und Verbindung zur elektronischen Auswerteschaltung

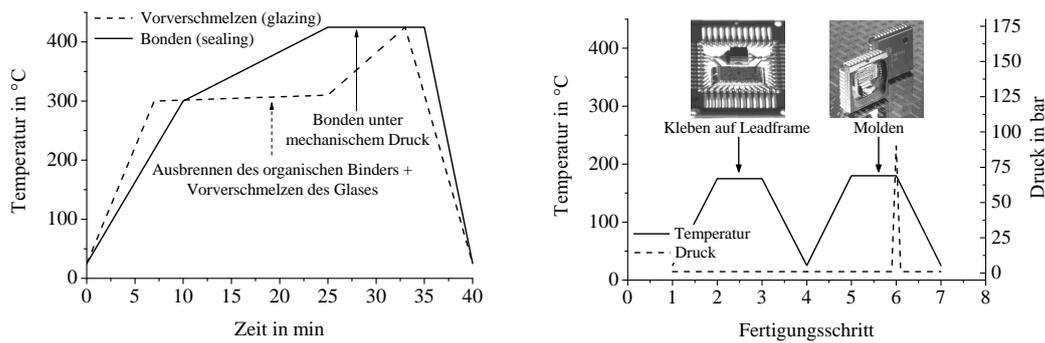


Abbildung 1.4: Schematischer Ablauf des Verpackungsprozesses; *links:* Bondzyklus, *rechts:* nachfolgende AVT

- Bereitstellung einer Schnittstelle zur elektrischen Versorgung und zum Auslesen des durch die Auswerteschaltung verarbeiteten Sensorsignals
- Schutz des Sensorchips vor Umwelteinflüssen
- mechanische Stabilität zum Schutz vor Einbauschäden im Fahrzeug

Bei der Umsetzung der hier aufgeführten Punkte stehen sich zwei oftmals konkurrierende Aspekte der Aufbau- und Verbindungstechnik gegenüber: Zum einen trägt die AVT einen erheblichen Anteil an den Gesamtkosten des Sensors. Deshalb birgt sie durch die Verwendung von kostengünstigen Materialien und vor allem Prozessen stets ein großes Einsparungspotenzial. Zum anderen sollen die bei der AVT immer entstehenden mechanischen und thermomechanischen Belastungen des Sensorelements so gering wie möglich gehalten werden. Spannungsarme AVT-Konzepte sind jedoch oft aufwendig und teuer.

So groß wie die Vielfalt der mikrosystemtechnisch hergestellten Sensoren, deren Einsatzgebiete und der daraus resultierenden Anforderungen ist auch das Spektrum der AVT-Lösungen. Stellvertretend soll hier die Aufbau- und Verbindungstechnik vorgestellt werden, die bei den in dieser Arbeit untersuchten Drehratensensoren zum Einsatz kommt. Das Augenmerk wird dabei vor allem auf die durch den Prozess auftretenden Belastungen in der Waferbondverbindung gerichtet. Schematisch sind die Prozessfolge und insbesondere die auftretenden thermischen und mechanischen Belastungen im rechten Teil von Abbildung 1.4 dargestellt.

Schon beim Vereinzeln der Sensoren mittels Wafersägen ist der verkappte Sensor sowohl den chemischen Belastungen durch das verwendete Kühlmittel (meist demineralisiertes Wasser) als auch den mechanischen Belastungen durch den Sägeprozess selbst ausgesetzt. Nach dem Vereinzeln werden die Sensoren auf ein Kupferblech geklebt und anschließend durch Golddrahtbonden mit diesem elektrisch kontaktiert. Der Klebprozess findet bei ca. 175 °C statt. Beim Abkühlen auf

Raumtemperatur entstehen bedingt durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Kupfer, Silizium und Klebstoff erneut Wärmespannungen. Um diese so gering wie möglich zu halten, werden Kleber verwendet, die nach dem Aushärten einen sehr geringen E-Modul aufweisen und dadurch in der Lage sind, einen Großteil der Belastung durch Verformung abzubauen. Eine weitere Maßnahme zur Spannungsreduktion ist die Verwendung von strukturierten Kupferblechen. Die Strukturierung an der Fügestelle zwischen Sensor und Kupferblech minimiert die mechanische Kontaktfläche und ermöglicht dadurch eine Reduktion der entstehenden thermischen Spannungen.

Im Anschluss an das Kleben des Si-Chips auf das Kupferblech erfolgt das Molden. Dabei werden die Sensoren in einem Spritzgussverfahren mit einem Duroplast bei einer Temperatur von ca. 180 °C und einem Druck von etwa 90 bar umspritzt. Dieser Prozess stellt mit Sicherheit die größte Belastung für Sensor und Waferbondverbindung während der Prozesskette dar. Wirkt der isostatische Druck beim Molden nur während des eigentlichen Spritzgießens auf den Sensor, so werden beim Abkühlen wiederum thermische Spannungen erzeugt, die den Spannungshaushalt des Sensors nachhaltig belasten. Bis jetzt ist nicht geklärt, wie groß die Spannungen sind, die durch das Vernetzen der duroplastischen Moldmasse, das bereits beim Moldvorgang beginnt, hervorgerufen werden. Zudem kennt man die Belastungen, die durch das Schrumpfen der Moldmasse nach dem Molden hervorgerufen werden, nur ungenügend. In neueren Untersuchungen wird versucht, Spannungsmesssensoren herzustellen, mit denen eine orts aufgelöste Spannungsmessung über lokale Dehnungsmessstreifen bzw. piezoresistive Elemente [85] ermöglicht wird. Diese Sensorchips könnten als Messvehikel den kompletten AVT-Prozess durchlaufen und so für die Design- und Prozessoptimierung der AVT wertvolle Informationen liefern.

Das hier beschriebene Konzept eines Moldgehäuses stellt eine sehr preisgünstige AVT-Variante dar, die aber auch die Waferbondverbindung stark thermomechanisch beansprucht. Andere Möglichkeiten, z.B. das Einkleben der Sensoren in vorgefertigte so genannte Premold-Gehäuse, koppeln deutlich weniger Spannungen in den Sensorchip ein, verursachen aber auch erheblich mehr Kosten.

1.4 Zielstellungen und Aufbau dieser Arbeit

Der Ausfall eines Drehratensensors während seines Einsatzes im Fahrzeug auf Grund eines Versagens der Waferbondverbindung kann durch zwei in ihrer Ursache völlig unterschiedliche Mechanismen hervorgerufen werden. Zum einen kann es in Folge einer zu hohen Gaspermeation durch die Bondverbindung zu einem allmählichen Druckanstieg kommen, der den Innendruck des Sensors einen kritischen Wert übersteigen lässt. Zum anderen können initiale Defekte, die in der Bondverbindung vorhanden sind beziehungsweise während der Herstellung der Sensoren erzeugt werden, durch Alterungsmechanismen und aufgrund von herstellungsbedingten Eigenspannungen während der Lebensdauer der Sensoren wachsen, bis sie ein Leck im Bondrahmen darstellen und dann zu einem plötzlichen Druckanstieg führen.

Aus der Literatur sind nur wenige systematische Untersuchungen zur Zuverlässigkeit von Waferbondverbindungen hinsichtlich dieser beiden Versagensmechanismen bekannt. Zwar existiert eine Vielzahl von Veröffentlichungen zur Dichtheitsprüfung von Wafer-Level-Packages, in denen sowohl Methoden zur Dichtheitsprüfung als auch technologische Aspekte zur Steigerung der Hermetizität untersucht werden [31, 16, 77]. Jedoch erfolgt die Bewertung der Hermetizität meist lediglich durch eine ja/nein-Aussage beruhend auf den Ergebnissen einer im Vergleich zur Anforderung konservativen Testprozedur. Dadurch ist eine Übertragung der Ergebnisse auf neue Sensorgenerationen beziehungsweise auf geänderte Umweltrandbedingungen nicht möglich und die gewonnenen Daten können kaum zur Verkürzung der Entwicklungs- und Erprobungszeiten neuer Sensorgenerationen beitragen.

Ähnlich wie bei der Dichtheitsanalyse stellt sich auch die Situation bei der Bewertung der mechanischen Festigkeit von Glas-Frit Bondverbindungen dar. Diese wird meist durch ein Abziehen bzw. Abscheren der Kappen direkt an Bauteilen durchgeführt [41]. Die Bewertung von Alterungsmechanismen erfolgt durch ein Auslagern der Proben unter den für die Anwendung relevanten Umweltrandbedingungen und anschließendem Vergleich der Festigkeiten mit denen nicht gealterter Proben. Da es auf Grund der komplexen Bauteilgeometrien sehr schwierig ist, die in den Experimenten gemessenen Versagenskräfte in geometrieunabhängige Materialkennwerte umzurechnen, ist auch hier die Verwendung der Ergebnisse bei der Entwicklung neuer Sensoren gar nicht bzw. nur qualitativ möglich. Für andere Waferbondverfahren wie z.B. das Silizium direkt Bonden sind Arbeiten [62] bekannt, die die Umsetzung spezieller aus der Bruchmechanik bekannter Probengeometrien mit Hilfe mikrosystemtechnischer Technologien erlauben. Dadurch wird eine geometrieunabhängige Bewertung der mechanischen Eigenschaften und deren Alterungsmechanismen ermöglicht. Die Zielstellung dieser Arbeit besteht darin, erstmals die Materialparameter Glas-Frit gebondeter Systeme zu bestimmen, die eine geometrieunabhängige und damit bauteilübergreifende Zuverlässigkeits- und

Lebensdauerbewertung hinsichtlich der aufgeführten Versagensmechanismen erlauben. Hierfür werden bekannte Messverfahren weiterentwickelt und an die besonderen Gegebenheiten und Anforderungen von Glas-Frit wafergebondeten Systemen angepasst. Die einstellbaren Umgebungsbedingungen während der Messungen müssen dabei den Anforderungen der Automobilindustrie entsprechen.

Mit Hilfe der ermittelten Materialparameter werden dann Lebensdauerbewertungen am Beispiel eines Bosch-Drehratensensors vorgenommen und Methoden vorgeschlagen, die die Anwendung der Materialparameter bei der Auslegung der Waferbondverbindung neuer Sensoren ermöglichen.

Der Aufbau der Arbeit trägt den beiden physikalisch grundsätzlich verschiedenen Versagensmechanismen Rechnung. In Kapitel 2 werden die Untersuchungen zur Langzeithermetizität der Bondverbindung vorgestellt. Sie erfolgen auf der Grundlage bekannter Beschreibungen der Transportmechanismen von Gasen in Festkörpern. Die Herausforderung dieses Teiles der Arbeit besteht in der messtechnischen Erfassung extrem kleiner Leckraten in Mikrosystemen. In Kapitel 3 erfolgt die Darstellung der Untersuchungen zur bruchmechanischen Lebensdauer. Hier werden die Konzepte der linear-elastischen Bruchmechanik in Schichtsystemen zur Bestimmung der bruchmechanischen Materialparameter der Bondverbindung herangezogen und aus ihnen ein detailliertes Verständnis des Bruchverhaltens entwickelt. Abschließend wird ein einfacher Ansatz zur Bewertung der bruchmechanischen Zuverlässigkeit der Glas-Frit Bondverbindung in realen Bauteilen unter komplexen Belastungen vorgestellt.

2

Langzeithermetizität Glas–Frit gebondeter Inertialsensoren

In Abschnitt 1.1 wurde motiviert, warum insbesondere bei mikromechanischen Drehratensensoren die Langzeithermetizität der Waferbondverbindung ein entscheidendes Zuverlässigkeitskriterium darstellt. Es besteht demnach ein großes Interesse am genauen Verständnis der dichtheitsbestimmenden Mechanismen und vor allem an Materialparametern, die eine hinsichtlich der Gaspermeabilität zuverlässige Auslegung der Waferbondverbindung ermöglichen. Ebenso besteht der Wunsch nach Prüfmethoden und Messtechniken, die eine hochgenaue und damit zeiteffiziente Charakterisierung der Hermetizität von Mikro-Gehäusen für MEMS gestatten. Solche Methoden sind auch Voraussetzung für eine gezielte Entwicklung neuartiger, zuverlässiger Verkappungskonzepte.

Nach einer eingehenden Analyse der Dichtheitsanforderungen von Bosch-Drehratensensoren werden in den folgenden Abschnitten zunächst einige grundlegende Betrachtungen zu den dichtheitsbestimmenden physikalischen Vorgängen von Glas-Frit Waferverbindungen vorgenommen. Aus einer Analyse der Relevanz der einzelnen Mechanismen für die Langzeitstabilität des Sensorinnendrucks ergeben sich die zu bestimmenden Material- bzw. Systemparameter. Aufbauend auf diese Analyse werden die entwickelten Messverfahren vorgestellt und die Messergebnisse im Hinblick auf die Sensorzuverlässigkeit diskutiert.

2.1 Grundlagen der Hermetizität von MEMS

2.1.1 Anforderung an die Dichtheit eines Drehratensensors

In Abbildung 2.1 links ist der Frequenzgang eines Bosch-Drehratensensors dargestellt.

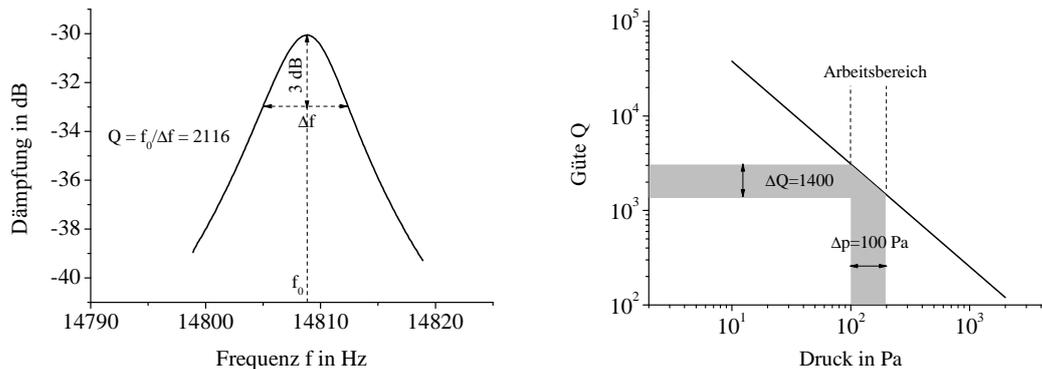


Abbildung 2.1: Typischer Frequenzgang und Güte Q (*links*) und deren Druckabhängigkeit (*rechts*) eines Bosch-Drehratensensors

Für eine möglichst hohe Empfindlichkeit des Sensors sind hohe Güten Q von Vorteil [31]. Allerdings nimmt auch der Einfluss von prozessbedingten Schwankungen in den mechanischen Eigenschaften und der Geometrie der mikromechanischen Struktur auf das Sensorsignal mit zunehmender Güte zu, was dessen Auswertung und Antriebsregelung deutlich erschwert. Deshalb bewegt man sich bei der Auslegung der Sensoren immer in einem Fenster, das bei nicht allzu hoher Güte eine für die Anwendung ausreichende Empfindlichkeit gewährt. Dämpfung und Güte der mit ca. 15 kHz schwingenden mikromechanischen Strukturen sind stark von der Dissipation durch Stoß mit den Gasmolekülen der Umgebungsluft und damit vom Gasdruck abhängig. Die simulierte Druckabhängigkeit der Güte ist beispielhaft im rechten Teil der Abbildung 2.1 dargestellt. Für mittlere Drücke ergibt sich eine reziprok-doppeltlogarithmische Abhängigkeit. Die Gültigkeit dieser Funktion ist zu sehr niedrigen Drücken hin durch die materialintrinsische Dämpfung, also innere Reibungsprozesse an Korngrenzen etc., limitiert. Zu hohen Drücken hin erreicht die Güte einen unteren Grenzwert, da man den Bereich verlässt, in dem die typische Systemdimension oberhalb der mittleren freien Weglänge der Gasteilchen liegt.

Bei einer für die Funktionalität des Sensors zu tolerierenden Güteänderung von etwa 1400 ergibt sich über die geforderte Lebensdauer t_L von 15 Jahren eine maximal zulässige Druckänderung Δp_{max} von etwa 100 Pa. Zur Veranschaulichung

soll dieser Wert hier einmal in eine zulässige Leckrate L_{max} , wie sie in der Vakuumtechnik typischerweise angegeben wird, umgerechnet werden:

$$L_{max} = \frac{\Delta p_{max}}{t_L} \cdot V_S \quad (2.1)$$

Mit einem Kavitätswolumen des Sensors V_S von etwa $2,5 \text{ mm}^3$ ergibt sich die extrem niedrige zulässige Leckrate von $4,5 \cdot 10^{-13} \text{ Pa} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$. Im Vergleich hierzu sei die Leckratenauflösung eines herkömmlichen Heliumlecktests von etwa $1 \cdot 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ genannt. Mit mehr als vier Größenordnungen verdeutlicht dieser Unterschied die enormen Herausforderungen bei der Ermittlung der Langzeithermetizität von Waferbondverbindungen.

2.1.2 Einflussgrößen für den Kavitätsdruck beim Glas–Frit Bonden

Der direkt nach dem Waferbondprozess in der Sensorkavität vorherrschende Druck sowie die Druckentwicklung über die Lebensdauer werden durch folgende Faktoren bestimmt:

- relevant für den Anfangsdruck:
 - Ausgasen von Resten des organischen Binders (vgl. Kapitel 1.3.2)
 - Desorption von den inneren Oberflächen
 - Vakuumniveau und Saugleistung des verwendeten Bondequipments
 - Verhältnis von Bondrahmenlänge zu Kavitätswolumen [41]
 - Menge des Glaslotes, die beim Bonden in die Sensorkavität verquetscht wird (vgl. Abbildung 1.3)
- relevant für den Druck über die Lebensdauer:
 - Entgasung (Ausgasung + Desorption)
 - Gaspermeation durch das Sensorgehäuse

Mit etwa $100 - 200 \text{ Pa}$ weicht der Anfangsdruck in der Sensorkavität stark vom Anlagendruck im Waferbonder von $10^{-1} - 10^{-2} \text{ Pa}$ ab. Die Ursache dafür ist die aus dem Sealglas entweichende Restorganik. Trotz des in Kapitel 1.3.2 beschriebenen Glazing-cycles ist diese noch teilweise im Glas eingeschlossen bzw. gelöst und lässt während des Bondprozesses nach Abschluss der hermetischen Verbindung den Druck im Sensor ansteigen. Um überhaupt akzeptable Drücke zu erreichen, ist es notwendig, eine Kavität in den Kappenwafer zu ätzen, die die entweichenden Gase aufnimmt. Der Anfangsdruck ist also im Wesentlichen von der Auslegung des Bondrahmens und der Kappenkavität, den gewählten Prozessparametern während des Waferbondens sowie dem verwendeten Waferbondequipment bestimmt.

Relevant für die Zuverlässigkeit des Bauteils während seiner Lebensdauer sind in erster Linie die physikalischen Mechanismen, die den Kavitätsdruck über lange Zeit ansteigen lassen. Hierfür kommen die oben aufgeführten Prozesse in Frage. Eine kurze Relevanzanalyse der potenziellen Mechanismen verdeutlicht die Schwerpunktsetzung der in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen:

Entgasungsprozesse Als Entgasung werden im Folgenden die Desorption von Gasen von der Oberfläche eines Festkörpers und das diffusive Ausgasen von im Festkörper gelösten Gasen bezeichnet. Mit Hilfe von Literaturdaten für flächenbezogene Entgasungsraten sauberer Metalloberflächen und der empirischen Richtlinie, dass bei einer Temperaturerhöhung um 100 K die Entgasungsrate nach dem Ausheizen um ca. eine Größenordnung abnimmt [84], kann folgende überschlägige Rechnung durchgeführt werden:

$$L_{Entgas}(t) = \Lambda \cdot \frac{1}{t} \cdot A_S \cdot 10^{-\frac{T_{Bond}}{100K}} \quad (2.2)$$

Gleichung 2.2 zeigt die für anorganische Materialien typische reziproke Zeitabhängigkeit der Entgasungsleckrate. Für $\Lambda = 0,044 \text{ Pa}\cdot\text{l}/\text{m}^2$ [84], eine innere Oberfläche A_S des Sensors von ca. 25 mm^2 und eine Bondtemperatur T_{Bond} beim Glas-Frit Bonden von $425 \text{ }^\circ\text{C}$ ergibt sich, dass bereits etwa 4 h nach dem Bondprozess die Entgasungsleckrate L_{Entgas} auf einen Wert unterhalb der maximal zulässigen Leckrate von $4,5 \cdot 10^{-13} \text{ Pa}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ (vgl. Kapitel 2.1.1) gesunken ist. Der Entgasungsprozess führt demnach allenfalls in den ersten Stunden bis Tagen zu einem kritischen Anstieg des Innendruckes. Ein Druckanstieg innerhalb dieses Zeitraumes würde mit hoher Wahrscheinlichkeit beim Funktionstest detektiert werden. Desorption und Ausgasung stellen also für den konkreten Fall eines Glas-Frit gebondeten Inertialsensors keine die Langzeitzuverlässigkeit beeinträchtigenden Vorgänge dar.

Gaspermeation Als Gaspermeation wird in dieser Arbeit der durch einen Konzentrationsgradienten getriebene diffusive Transport eines Gases durch einen Festkörper bezeichnet. Dieser lässt sich nach [60] im Allgemeinen in die folgenden 5 Schritte unterteilen:

1. Sorption von Gasmolekülen an der mit dem Gas belasteten Festkörperoberfläche
2. Dissoziation und/oder Lösung der Gasmoleküle im oberflächennahen Bereich des Festkörpers
3. Diffusion des Gases durch den Festkörper
4. Austritt des Gases und Assoziation zu Molekülen an der vakuumseitigen Festkörperoberfläche

5. Desorption der Gasmoleküle von der vakuumseitigen Grenzfläche

Die Diffusion stellt unter realen Bedingungen den geschwindigkeitsbestimmenden Schritt im Gesamtprozess der Gaspermeation dar. Die Permeation kann deshalb mit Hilfe der Fickschen Gesetze beschrieben werden. Angewandt auf Diffusionsprobleme beschreibt das erste Ficksche Gesetz den stationären Massefluss J einer diffundierenden Spezies entlang eines zeitlich konstanten Konzentrationsgradienten:

$$J = -D \operatorname{grad}(c) \quad (2.3)$$

Hier bezeichnen D die materialspezifische Diffusionskonstante und c die Konzentration der diffundierenden Spezies in ihrem Wirt.

Das zweite Ficksche Gesetz gibt die zeitliche Entwicklung der Konzentration $\delta c / \delta t$ an:

$$\frac{\delta c}{\delta t} = D \cdot \nabla^2 c \quad (2.4)$$

Im Falle eines Inertialsensors ist durch das quasi unendliche Reservoir der Umgebungsumgebung Atmosphäre und den um drei Größenordnungen geringeren Druck in der Sensorkavität eine zeitliche Konstanz des Konzentrationsgradienten eines diffundierenden Gases in guter Näherung erfüllt, weshalb man sich auf die Lösung des ersten Fickschen Gesetzes (2.3) beschränken kann. Ersetzt man für den Fall der Gaspermeation die Konzentration durch das Produkt aus Partialdruck p und Löslichkeit des Gases im Festkörper S , so erhält man für den Druckgradienten $\delta p(x) / \delta x$

$$J = -D \cdot S \cdot \frac{\delta p(x)}{\delta x} \quad (2.5)$$

und mit der Definition $K_P = D \cdot S$ sowie für den Massefluss des Gases $J = \delta p V / \delta t \cdot A$,

$$K_P = D \cdot S = -\frac{\delta p V}{\delta t \cdot A} \cdot \frac{d}{p_0} \quad (2.6)$$

wobei p_0 den Gasdruck an der gasbelasteten Seite des Festkörpers mit der Dicke d , V das Volumen und A die zur Gaspermeation zur Verfügung stehende Fläche bezeichnet. K_P ist die sogenannte Gaspermeabilitätskonstante. Sie stellt eine materialspezifische Größe dar, die, wie auch die Diffusionskonstante, von der Materialkombination des diffundierenden Gases und des Festkörpers abhängt.

Die Temperaturabhängigkeit der Gaspermeation kann in Analogie zur Diffusion durch eine Arrheniusabhängigkeit mit der Aktivierungsenergie Q_A und der allgemeinen Gaskonstante R beschrieben werden:

$$K_P = K_{P0} \cdot e^{-\frac{Q_A}{RT}} \quad (2.7)$$

Eine getrennte Bestimmung der Diffusionskonstanten und der Löslichkeit ist nur aus der Zeitabhängigkeit des Diffusionsprozesses möglich. Die klassische Vorgehensweise zur Bestimmung von D und S ist dabei das „Verzögerungs-“ (engl. „time lag-“) verfahren. Hierbei wird die Zeitabhängigkeit des Masseflusses an der Vakuumseite einer einseitig mit Gas belasteten Membran bestimmt. Durch Lösung des zweiten Fickschen Gesetzes für die entsprechenden Randbedingungen und Näherung der Lösung für lange Zeiten ist die direkte Ermittlung der Diffusionskonstanten aus der Verzögerungszeit t_{lag} möglich [60]:

$$\int_0^t J(x = d, t') dt' \approx \frac{D \cdot S \cdot p_0}{d} \cdot \left(t - \frac{d^2}{6D} \right) \Rightarrow t_{lag} = \frac{d^2}{6D} \quad (2.8)$$

Im Gegensatz zu den Entgasungsprozessen nimmt eine durch Gaspermeation hervorgerufene Leckrate bei gleich bleibendem Konzentrationsgradienten zeitlich nicht ab. Das bedeutet, dass nach Jahren im Einsatz der kritische Druckwert in der Sensorkavität noch überschritten werden kann, wenn die mittlere Leckrate auf Grund der Gaspermeabilität die kritische Leckrate (vgl. Kapitel 2.1.1) überschreitet. Die genaue Kenntnis der Gaspermeabilität ist deshalb von großer Bedeutung für die zuverlässige Auslegung des Sensorgehäuses.

2.2 Messmethodik zur Bestimmung der Gaspermeabilität von MEMS

Aus der Analyse der Gaspermeation im Abschnitt 2.1.2, insbesondere aus Gleichung 2.6, eröffnen sich zwei prinzipiell unterschiedliche Möglichkeiten zur experimentellen Bestimmung der Gaspermeabilitätskonstanten:

1. Messung des vakuumseitigen Masseflusses ($\delta pV/\delta t$) des permeierenden Gases
2. Messung des vakuumseitigen Druckanstieges ($\delta p/\delta t$) bei konstantem Volumen

Beide Möglichkeiten sollen in den folgenden Abschnitten genauer analysiert werden.

2.2.1 Bestimmung der Gaspermeabilität durch Masseflussmessungen

Wie in Abschnitt 2.1.1 bereits erwähnt, ist die Auflösung herkömmlicher massenspektrometrischer Heliumlecksucher auf 10^{-9} Pa·l·s⁻¹ begrenzt. Auch unter Laborbedingungen kann nur eine Auflösung von 10^{-10} Pa·l·s⁻¹ erreicht werden. Eine genaue Analyse des Testverfahrens und seiner theoretischen und praktischen Begrenzung hinsichtlich der auflösbaren Leckraten ist in [31] zu finden.

Eine empfindlichere alternative Methode ist der Krypton⁸⁵-Test. Da hier das Testgas radioaktiv ist, kann die Masseflussmessung indirekt über den Nachweis der radioaktiven Strahlung erfolgen. Doch auch bei dieser Methode ist die Auflösung auf etwa 10^{-11} Pa·l·s⁻¹ begrenzt. Zudem ist bei dieser Methode die Nachweisempfindlichkeit zwar geringer, auf Grund des im Vergleich zu Helium großen Atomradius ist jedoch auch mit deutlich geringeren Permeationsraten zu rechnen.

Das begrenzte Auflösungsvermögen dieser Methoden macht die Bestimmung der relevanten Gaspermeabilitätskonstanten direkt am Bauteil unmöglich. Vielmehr muss durch eine geometrische Skalierung spezieller Testproben sowie durch eine entsprechende Erhöhung der Druckdifferenz im Versuchsaufbau die Leckrate soweit erhöht werden, dass man in den Messbereich der jeweiligen Methode gelangt.

2.2.2 Bestimmung der Gaspermeabilität durch Messung der Druckänderung

Im Gegensatz zu den Masseflussmessungen ist die Bestimmung der Gaspermeabilität eines Systems durch Messung der vakuumseitigen Druckänderung ein integrales Verfahren. Die zu erreichende Auflösung ist demnach vor allem durch die

Versuchsdauer sowie durch die Genauigkeit der Druckmessung und die Größe des Messvolumens bestimmt. Für den konkreten Fall des in dieser Arbeit zu untersuchenden Gehäuses eines Bosch-Drehratensensors ergibt sich für den Nachweis der Grenzleckrate bei einer Messzeit von 10 Tagen und einer Druckdifferenz von 10^6 Pa eine zu erreichende Druckauflösung von etwa 2 Pa. Ist man also in der Lage, in das Sensorgehäuse einen Drucksensor mit ausreichender Empfindlichkeit zu integrieren, so können die Messungen direkt an dem zu untersuchenden System durchgeführt werden.

Aus der Literatur sind eine Vielzahl von Druckmessprinzipien bekannt, die mittels der Technologien der Mikroelektronik und der Mikrosystemtechnik für die Herstellung miniaturisierter Drucksensoren geeignet sind. Zu ihnen gehören unter anderen:

- Bestimmung der Güteänderung mechanischer Resonatoren
- Optische oder kapazitive Messung der Durchbiegung einer Membran (Differenzdruckverfahren)
- Ionisationsvakuummeter
- Pirani-Sensoren

In [82] ist ein ausführlicher Überblick über miniaturisierte Drucksensoren aller aufgeführten Messprinzipien und die realisierten Druckmessbereiche gegeben. Bei der Auswahl eines für die Integration in ein Glas-Frit gebondetes Sensorgehäuse geeigneten Messverfahrens spielen vor allem die Kriterien des Druckmessbereiches, der technologischen Umsetzbarkeit, des Messaufwandes sowie der potenziellen Druckauflösung eine entscheidende Rolle. Nach eingehender Analyse der Kriterien fiel die Wahl auf das Pirani-Prinzip, das mit Hilfe der Technologien der Mikroelektronik auch von anderen Gruppen bereits umgesetzt wurde [6, 59].

Druckmessung nach Pirani Das Pirani-Prinzip zur Druckmessung von Gasen beruht auf der Bestimmung der Druckabhängigkeit ihrer Wärmeleitfähigkeit. Ein im Gasraum befindliches Heizelement wird auf eine definierte Übertemperatur geheizt und die dafür benötigte, vom Druck des Gases abhängige Heizleistung ausgewertet. Der Gesamtwärmestrom des Sensors Q_{tot} setzt sich dabei aus drei Anteilen zusammen, dem Wärmestrom durch das Gas Q_G , dem Wärmestrom durch den Festkörper vom Heizer zum umgebenden Körper Q_S und der Wärmestrahlung Q_R :

$$Q_{tot}(p) = Q_R + Q_S + Q_G(p) \quad (2.9)$$

Der Wärmestrom durch den Festkörper berechnet sich unter Berücksichtigung der Wärmeleitfähigkeit des Festkörpers λ_s und der Querschnittsfläche der Ankoppelung des Heizers zum umgebenden Körper A_K nach Gleichung 2.10:

$$Q_S = \lambda_S \cdot \Delta T \cdot A_K \quad (2.10)$$

Der Anteil der Wärmestrahlung Q_R lässt sich mit Hilfe der Stefan-Boltzmann Konstante σ_B , der Emissivität e und der Fläche des Heizers A_H durch das Stefan-Boltzmann Gesetz ermitteln (Gleichung 2.11).

$$Q_R = \sigma_B \cdot e \cdot T^4 \cdot A_H \quad (2.11)$$

Der Wärmetransport durch das Gas stellt die eigentliche Messgröße dar. Er ist im Gegensatz zu Q_S und Q_R druckabhängig und wird mit Hilfe der Oberfläche des Heizers A_H und der typischen Dimension des gasgefüllten Raumes d durch Gleichung 2.12 beschrieben:

$$Q_G(p) = \lambda(p) \cdot A_H \cdot \frac{\Delta T}{d} \quad (2.12)$$

Die Wärmeleitfähigkeit der Gase Die Druckabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit eines Gases ist durch zwei konkurrierende Effekte gegeben: Zum einen bedeutet ein höherer Druck eine größere Anzahl von Gasatomen bzw. -molekülen, die für den Wärmetransport zur Verfügung stehen und damit die Wärmeleitfähigkeit des Gases erhöhen. Zum anderen nimmt mit höheren Drücken die Stoßwahrscheinlichkeit der Gasteilchen zu, wodurch der Wärmetransport zur Wärmesenke beeinträchtigt wird. Die Häufigkeit der Stöße wird durch die mittlere freie Weglänge \bar{l} (Gleichung 2.14) bestimmt. Ist ihr Verhältnis zur charakteristischen Länge des Systems, welches durch die Knudsenzahl K_n beschrieben wird, größer als eins (molekulares Regime), dann kann jedes Gasteilchen ungehindert Energie von der Wärmequelle zur Wärmesenke transportieren. Es besteht eine lineare Abhängigkeit zwischen Anzahl der Gasatome (-moleküle), also dem Druck p , und der Wärmeleitfähigkeit des Gases. Ist die mittlere freie Weglänge des Gases viel kleiner als die charakteristische Länge des Systems ($K_n \ll 1$, viskoses Regime), dann wird die Wärmeleitfähigkeit unabhängig vom Druck. Im Übergangsbereich bei Knudsenzahlen zwischen 0,01 und 1 kommt es zu einer Überlagerung der Effekte und damit zu einer nichtlinearen Abhängigkeit von Wärmeleitfähigkeit und Druck.

Wegen der Abhängigkeit von K_n ergibt sich, dass, im Gegensatz zu Flüssigkeiten und Festkörpern, die spezifische Wärmeleitfähigkeit von Gasen keine reine Materialeigenschaft ist, sondern von der Geometrie des Systems abhängt. Für eine einfache Geometrie zweier ebener Platten mit Abstand d_p , die als Wärmequelle und Wärmesenke dienen, ist die Druckabhängigkeit der spezifischen Wärmeleitfähigkeit eines Gases λ gegeben durch [84]:

$$\lambda(p) = \frac{C(T)}{2k_B T} \cdot \bar{l}(p) \cdot p \cdot \frac{d_p}{d_p + 2\bar{l}(p) \left(\frac{2}{a_e - 1} \right)}; \quad (2.13)$$

mit

$$\bar{l}(p) = \frac{k_B T}{\sqrt{2\pi\kappa^2} \cdot p} \quad (2.14)$$

$$[\lambda] = \frac{W \cdot m}{m^2 \cdot K} = \frac{W}{m \cdot K}$$

Hier sind k_B die Boltzmannkonstante und κ der Stoßquerschnitt des Gasteilchens. C beinhaltet eine Reihe gasartspezifischer Konstanten wie die mittlere Geschwindigkeit, den Freiheitsgrad und die Wärmekapazität, die zusammengefasst ein Maß für die Energie der Gasteilchen darstellen. a_e ist der Akkomodationskoeffizient, der die Effektivität des Energieübertrags beim Zusammenstoß mit einer Gefäßwand beschreibt.

Für die Beschreibung der Materialeigenschaft gibt man normalerweise die auf die Fläche A und Dicke d des Materials normierte spezifische Wärmeleitfähigkeit aus Gleichung 2.13 an. Wegen der Abhängigkeit von d_p ist es für den Vergleich der Eigenschaften von Drucksensoren jedoch sinnvoll, neben der spezifischen Wärmeleitfähigkeit den nur auf die Fläche normierten Wärmeleitwert λ_A zu definieren:

$$\lambda_A(p) = \lambda(p) \cdot \frac{1}{d_p} \quad (2.15)$$

$$[\lambda_A] = \frac{W}{m^2 \cdot K}$$

Abbildung 2.2 links zeigt die nach Gleichung 2.15 bestimmten Wärmeleitwerte für Luft für sehr geringe Abstände zwischen Wärmequelle und Wärmesenke, wie sie mit den Technologien der Mikrosystemtechnik realisiert werden können. Man erkennt, dass im Übergangsregime die Druckempfindlichkeit durch den Abstand d_p beeinflusst werden kann.

Im rechten Teil der Abbildung 2.2 ist die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeitskurven von der Gasart am Beispiel von Helium und Luft dargestellt. Einen maßgeblichen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit des Gases hat dessen im Wesentlichen durch die Molekül- bzw. Atomgröße bestimmte Akkomodationswahrscheinlichkeit a_e an der Oberfläche der Wärmequelle bzw. -senke. Für Druckmessungen im Übergangs- und viskosen Regime muss der Einfluss der Gasart berücksichtigt werden. Wegen des Einflusses der Gasart auf die Wärmeleitfähigkeit müssen auch für Gasgemische Änderungen in den thermischen Eigenschaften berücksichtigt werden. Die hierfür notwendigen Mischungsregeln sind in Anhang A.1 dargestellt. Für Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen muss außerdem die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit berücksichtigt werden. Der Einfluss der Temperatur wird in Anhang A.2 diskutiert.

Die Untergrenze des auflösbaren Messbereiches sowie die Empfindlichkeit des Drucksensors werden nach Gleichung 2.9 maßgeblich durch den Offset der parasitären Wärmeströme Q_S und Q_R bestimmt. Während die Wärmestrahlung bei

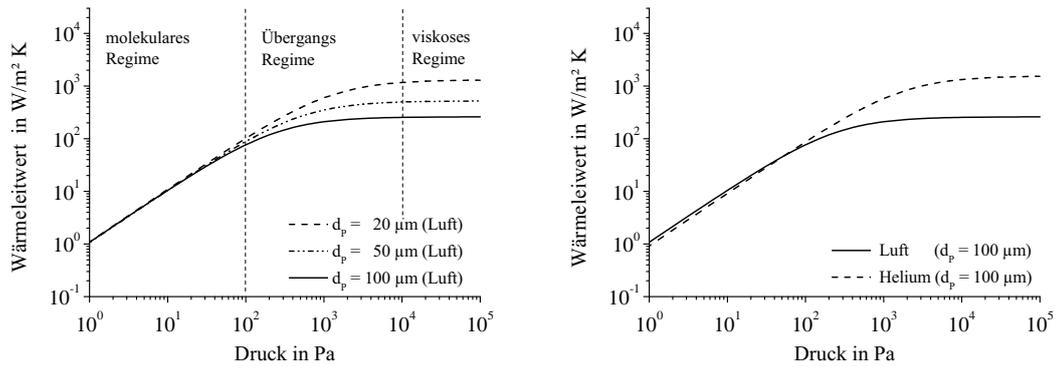


Abbildung 2.2: Druckabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Gasen zwischen zwei ebenen Platten bei Raumtemperatur; *links*: Einfluss des Plattenabstandes, *rechts*: Einfluss der Gasart; auf Grund der Relevanz des Verhältnisses von \bar{l} und d_p ist für Gase die Wärmeleitfähigkeit keine reine Materialeigenschaft, sondern von der Geometrie abhängig

Raumtemperatur vernachlässigbar ist, ist auf Grund der im Vergleich zu Gasen vielfach höheren spezifischen Wärmeleitfähigkeit von Festkörpern der Anteil des Wärmestroms vom Heizer zum umgebenden Körper für Pirani-Sensoren von entscheidender Bedeutung. Ein für die Sensorempfindlichkeit akzeptables Verhältnis Q_S/Q_G ist nur durch eine geeignete thermische Entkopplung des Heizers zu erreichen. Vereinfacht gilt: Je besser die thermische Entkopplung des Heizers vom umgebenden Körper ist, desto größer ist die Empfindlichkeit und desto niedriger die untere Messgrenze des Sensors.

Durch das Zusammenfassen aller geometrie- und gasartspezifischen Größen aus Gleichung 2.13 und der druckunabhängigen Wärmeströme aus Gleichung 2.9 kann die Charakteristik eines thermischen Drucksensors durch Gleichung 2.16 beschrieben werden [84].

$$Q_{tot}(p) = (N_1 \cdot \frac{p}{1 + N_2 \cdot p} + N_3) \cdot \Delta T \quad (2.16)$$

Die Größen N_1 , N_2 und N_3 sind dabei sensorspezifisch und müssen in der Regel wegen unzureichend genauer Kenntnis der für die exakte Beschreibung erforderlichen Parameter durch Anfitzen des Modells an experimentelle Daten ermittelt werden.

2.2.3 Auswahl der Testgase

Bei der Auswahl der Testgase für die Dichtheitsuntersuchungen spielen drei wesentliche Gesichtspunkte eine Rolle:

- Die experimentelle Umsetzbarkeit muss gegeben sein. Das bedeutet, dass die verwendeten Gase nach Möglichkeit kostengünstig, ungiftig und nicht brennbar bzw. explosiv sein sollten.
- Das Testgas sollte hohe Permeationsraten aufweisen, um hohe Messeffekte zu erzielen. Dies ist für die Evaluierung der Messmethoden und den Vergleich unterschiedlicher Bondparameter sinnvoll.
- Das Testgas muss für die Langzeithermetizität der unter Umgebungsbedingungen eingesetzten Inertialsensoren relevant sein.

Auf Grundlage dieser Kriterien wurden als Testgase Helium und Stickstoff ausgewählt.

Im Hinblick auf die Langzeithermetizität von Inertialsensorgehäusen spielt Helium nur eine untergeordnete Rolle, da es mit einem Partialdruck in der Erdatmosphäre von etwa 0,5 Pa keine signifikante Druckerhöhung in der Sensorkaverne bewirken kann. Für die Dichtheitsuntersuchungen ist es trotzdem als Testgas besonders interessant [77]. Zum einen weist es in den meisten Feststoffen auf Grund seiner geringen Größe auch bei Raumtemperatur schon verhältnismäßig hohe Permeationsraten auf, zum anderen besitzt Helium wegen seiner geringen molekularen Masse nach Wasserstoff unter allen Gasen die zweithöchste thermische Leitfähigkeit und kann deshalb durch thermische Drucksensoren mit hoher Empfindlichkeit nachgewiesen werden. Ziel der Dichtheitsuntersuchungen mit Helium ist es, die Eignung des Testverfahrens für die Gaspermeation zu prüfen. Zusätzlich können die ermittelten Gaspermeabilitätskonstanten als Standard für Dichtheitstests in der Entwicklung dienen. Der Vergleich mit Literaturwerten für Gläser, die in der Hochvakuumtechnik standardmäßig eingesetzt werden, kann zudem Rückschlüsse auf die Permeation anderer Gase ermöglichen.

Dem Stickstoff kommt als Hauptbestandteil der Erdatmosphäre (ca. 78 Vol.-%) bei der Betrachtung der Langzeithermetizität von Inertialsensoren die größte Bedeutung zu. Leider existieren in der Literatur kaum Daten für die Gaspermeabilität von Stickstoff in Gläsern. Dies ist hauptsächlich auf dessen extrem geringe und damit schwierig zu bestimmende Gaspermeationskonstante zurückzuführen, die hauptsächlich durch die im Vergleich zu Helium enorme Molekülgröße des Stickstoffs bedingt ist. In [5] wird für Quarzglas eine Stickstoffpermeabilität von $< 1,3 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$ bei $700 \text{ }^\circ\text{C}$ angegeben. Es ist also während der Durchführung der Messungen mit sehr geringen Druckanstiegen bzw. Masseflüssen zu rechnen.

2.3 Herstellung der Proben für die Masseflussmessungen

Zur Herstellung geometrisch skaliertes Proben wurden im Rahmen dieser Arbeit zwei Ansätze verfolgt, zum einen die Herstellung dünner Sealglasmembranen und zum anderen die Herstellung sehr langer Sealglasmäander [80].

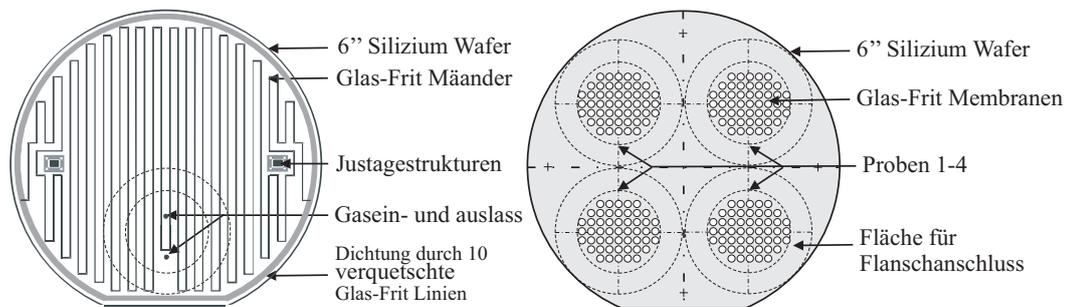


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Probenlayouts für die Bestimmung der Gaspermeabilität von Glas-Frit – Silizium Bondverbindungen mittels Masseflussmessung; *links:* Glas-Frit Mäander, *rechts:* Glas-Frit Membranen

Die technologischen Anforderungen beider Konzepte sind sehr hoch und gehen weit über die Anforderungen des Standardprozesses hinaus.

Bei der Herstellung der Mäanderproben (Abbildung 2.3 links) ist auf Grund der begrenzten Dicke der Glas-Frit Schicht von etwa $15\ \mu\text{m}$ und einer minimalen Breite von ca. $200\ \mu\text{m}$ ein absolut fehlerfreier Mäander mit einer Länge von etwa 12–14 m notwendig¹. Nur so kann ein für den Nachweis der geforderten Grenzleckrate für einen Bosch-Drehratensensor detektierbarer Massefluss erzielt werden. Diese technologische Herausforderung konnte im Rahmen dieser Arbeit mit vertretbarem Aufwand nicht vollständig bewältigt werden. Typischerweise traten über die gesamte Mäanderlänge etwa 2 – 3 Fehler der Art auf, wie er im linken Teil der Abbildung 2.4 zu sehen ist.

Die Herstellung dünner Membranen scheiterte, weil es auf Grund des in Abschnitt 1.3.2 erläuterten Ausgasens des organischen Binders während des Bondprozesses nicht möglich war, einen ausreichend großen Bereich ohne Gasporen herzustellen (Abbildung 2.4 rechts). Diese Probenart ist deshalb für die Ermittlung der Gaspermeabilität von Glas-Frit Waferbondungen ungeeignet.

¹Die Standardlänge eines Sensor-Bondrahmens beträgt lediglich einige Millimeter.

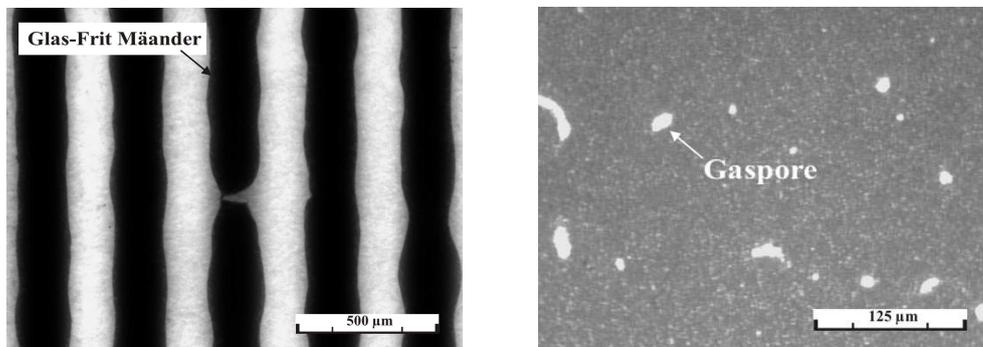


Abbildung 2.4: Infrarot-mikroskopische Aufnahmen von Details der unterschiedlichen Probenkonzepte zur Bestimmung der Gaspermeabilität einer Glas-Frit Bondung durch Masseflussmessungen; *links*: Bondfehler im Glas-Frit Mäander (Durchlicht), *rechts*: Gasporen in der Glas-Frit Schicht eines vollflächig gebondeten Siliziumwafers (Auflicht)

2.4 Entwurf und Charakterisierung eines integrierten Mikro-Pirani

2.4.1 Aufbau des Sensors

Mit Hilfe der Technologien der Mikrosystemtechnik wurde ein miniaturisierter Pirani-Drucksensor entwickelt, wie er schematisch in Abbildung 2.5 dargestellt ist.

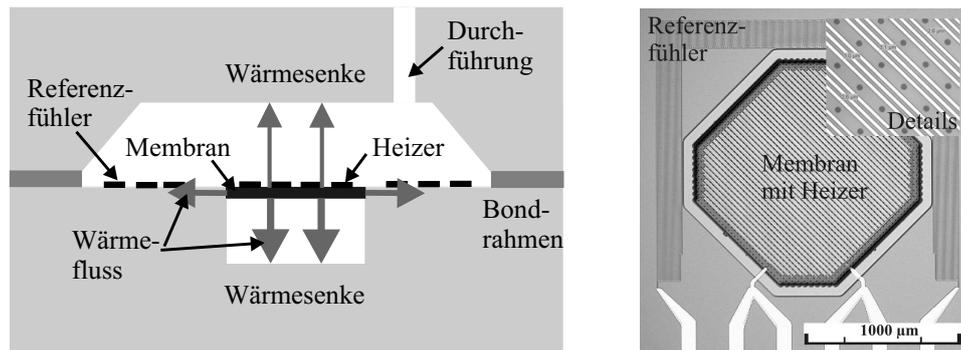


Abbildung 2.5: Mikrosystemtechnisch hergestellter und in ein Glas-Frit gebondetes Inertialsensorgehäuse integrierter Pirani-Drucksensor; *links*: schematische Darstellung (Querschnitt), *rechts*: lichtmikroskopische Aufnahme des unverkappten Sensors (Aufsicht)

Das Sensorelement des hergestellten Drucksensors ist ein durch Kathodenzerstäubung aufgebrachtener Dünnschicht-Heizwiderstand aus einer Aluminiumlegierung. Um den Heizwiderstand bestmöglich thermisch zu isolieren, befindet er sich auf einer ca. $1,7 \mu\text{m}$ dicken freitragenden Membran. Die Membran wird durch isotropes Unterätzen eines fotolithografisch perforierten Schichtstapels von polykristallinem Silizium, Siliziumoxid und Siliziumnitrid freigelegt (Abbildung 2.5 rechts, Details).

Eine nicht zu vernachlässigende Einflussgröße bei der Druckbestimmung mittels eines thermischen Drucksensors ist die Umgebungstemperatur, da nur durch ihre genaue Kenntnis auch die erreichte Übertemperatur bewertet werden kann. Deshalb befindet sich neben der Membran ein weiterer Dünnschichtwiderstand, der eine gute thermische Ankopplung zum Silizium besitzt und als Temperaturfühler dient.

Membran und Referenzwiderstand beanspruchen mit ca. 6 mm^2 nur geringfügig mehr Fläche als der Sensorkern eines aktuellen Bosch-Drehratsensors. Sie können unter Verwendung des Standard Glas-Frit Waferbondprozesses verkappt werden und stellen so ein hervorragendes Vehikel für die Bestimmung der Gaspermeabilität Glas-Frit gebondeter mikrosystemtechnischer Gehäuse dar.

Konzept und Herstellung des Mikro-Pirani beinhalten einige technologische

Freiheitsgrade, durch die es ermöglicht wird, Einfluss auf Empfindlichkeit und Messbereich des Sensors zu nehmen. Hierzu gehören insbesondere der Einfluss der Kavertiefen unter- und oberhalb der Membran sowie die geometrische Anordnung des Heizwiderstandes. Die Tiefe der Kaverne unterhalb der Membran ist prinzipiell nur durch die Dicke des Sensorwafers von ca. $640\ \mu\text{m}$ begrenzt. Die minimale Tiefe wird im Wesentlichen durch den Abstand der Ätzlöcher (der Perforation) der Membran bestimmt. Durch den isotropen Ätzprozess gilt hier in etwa: Die minimale Tiefe der Kaverne entspricht der Hälfte des Ätzlochabstandes plus etwa $5\ \mu\text{m}$ Ätztoleranz. Der Abstand der Ätzlöcher ist aus Gründen der Membranstabilität auf ca. $30\ \mu\text{m}$ begrenzt.

Die Kaverne im Kappenwafer wird mittels Kaliumhydroxid-Ätzen hergestellt. Ihre Tiefe ist deshalb theoretisch im Rahmen der Waferdicke über die Ätzzeit beliebig einstellbar. Da Eingriffe in den Standardherstellungsprozess des Kappenwafers jedoch sehr aufwendig sind, wurde hier auf Variationen verzichtet. Die Anordnung des Heizerwiderstandes auf der Membran ist nahezu beliebig. Einschränkungen sind nur durch die Membranperforation gegeben. Die in Abbildung 2.5 links gezeigte Durchführung ist nur bei einigen Sensoren auf einem Wafer vorgesehen. Sie dient dem Zugang der Umgebungsatmosphäre zum Sensor und wird für die Ermittlung der Kennlinie in einer Vakuumkammer benötigt (vgl. Abschnitt 2.4.3).

Der Einfluss dieser technologischen Freiheitsgrade auf die Sensorcharakteristik kann durch die Gleichungen 2.10 bis 2.12 qualitativ sehr gut abgeschätzt werden. Auf Grund des komplexen Schichtaufbaus der Membran und der komplizierten Geometrie des Heizwiderstandes sind Vorhersagen besonders über die Wärmeableitung von der Membran zum umgebenden Silizium jedoch schwierig. Um dennoch bereits vor der Herstellung der Sensoren quantitative Aussagen über die Empfindlichkeit und den zu erwartenden Messbereich treffen zu können und den im Rahmen der technologischen Freiheitsgrade bestmöglichen Entwurf zu realisieren, wurde in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer Institut für Zuverlässigkeit in der Mikrosystemtechnik IZM ein parametrisiertes Finite Elemente-Modell entwickelt.

2.4.2 Finite Elemente-Modellierung des Mikro-Pirani

Das zweidimensionale FE-Modell des Mikro-Pirani ermöglicht die Ermittlung der Temperaturverteilung im Sensorgehäuse, insbesondere in der Membran, bei gegebener Heizleistung. In einer iterativen Berechnung kann auf diesem Weg genau die Heizleistung bestimmt werden, die zum Erreichen der gewünschten Übertemperatur benötigt wird.

Für die Bestimmung der Druckabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit des Gases wird die analytische Beschreibung aus Gleichung 2.13 herangezogen. Dies ist in guter Näherung möglich, da die für Gleichung 2.13 getroffene geometrische Vereinfachung zweier unendlich ausgedehnter ebener Platten sehr gut mit der Mem-

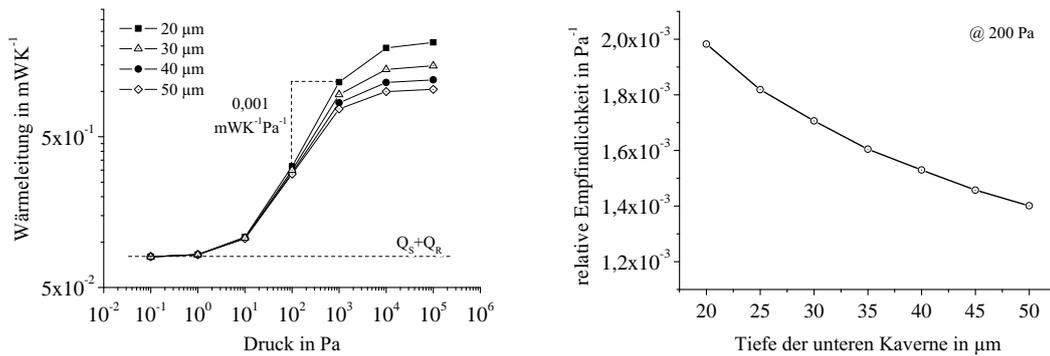


Abbildung 2.6: Einfluss der Tiefe der Kaverne unter der Membran auf die Sensorcharakteristik (*links*) und resultierende Änderung der relativen Empfindlichkeit bei einem Druck von 200 Pa (*rechts*)

brangeometrie des realen Sensors übereinstimmt. Wegen der geringen Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit (vgl. Anhang A.2) wird mit den Daten für Raumtemperatur eine Matrix der Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Gase bei unterschiedlichen Plattenabständen erstellt. Diese Matrix steht dem Modell in Form einer Materialdatenbank zur Verfügung.

An Hand von FE-Simulationen, die mit dem beschriebenen Modell durchgeführt wurden, werden im folgenden drei wichtige Einflussgrößen auf die Sensorcharakteristik eingehend untersucht. Die relative Empfindlichkeit E_{rel} bei 200 Pa wird dabei für den Vergleich der Sensorkennlinien herangezogen:

$$E_{rel} = \frac{d\lambda_{ges}/dp}{\lambda_{ges}(200Pa)} \quad (2.17)$$

worin λ_{ges} die Gesamtwärmeleitung des Sensors bezeichnet.

Einfluss der Kavernentiefen Wie bereits in Abschnitt 2.2.2 diskutiert, kann im Übergangsregime die Empfindlichkeit des Drucksensors durch geringere Kavernentiefen gesteigert werden. Der mittels des entwickelten FE-Modells berechnete Einfluss der Tiefe der Kaverne unter der Membran ist in Abbildung 2.6 dargestellt.

Eine allgemeine Betrachtung der simulierten Sensorkennlinie führt zunächst zu folgenden Erkenntnissen: Wie erwartet erstreckt sich wegen der geringen Abstände zwischen Heizer und Wärmesenke der empfindliche Bereich bis 10^5 Pa. Die Sensorkennlinie erreicht zwischen 10 und 1000 Pa ihre maximale Steigung mit einer absoluten Empfindlichkeit von $0,001 \text{ mWK}^{-1}\text{Pa}^{-1}$. Eine ausreichende Stabilität des Messsignals vorausgesetzt, sollte mit dieser Empfindlichkeit die in Abschnitt 2.2 ermittelte benötigte Druckauflösung von 2 Pa unter Verwendung von Standardmessgeräten erreichbar sein.

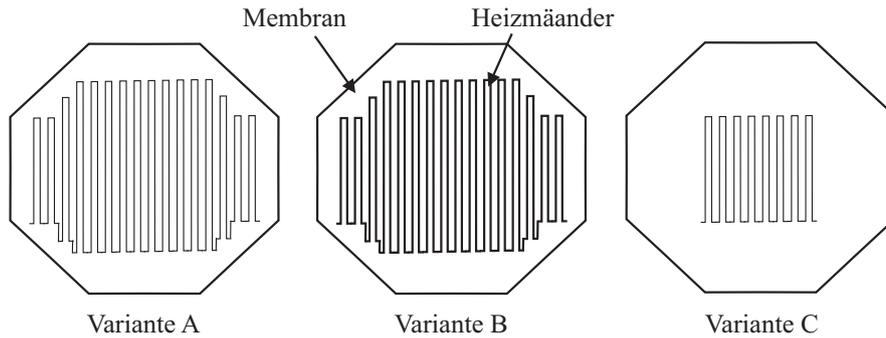


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der mittels Finite Elemente-Simulationen untersuchten Geometrievariationen für die Gestaltung des Heizmäanders.

Nach unten ist der Messbereich durch die parasitären Wärmeströme Q_S und Q_R auf etwa 1 Pa begrenzt. Im Vergleich zu herkömmlichen Pirani-Sensoren, die eine Empfindlichkeitsgrenze von 0,1 Pa aufweisen, ist dieser Wert sehr hoch. Das ist darauf zurückzuführen, dass die thermische Kontaktfläche der Membran zum Silizium im Verhältnis zur wärmeabstrahlenden Oberfläche des Heizers deutlich größer ist als bei kommerziellen Sensoren. Bei diesen wird als Heizer meist ein dünner, beidseitig eingespannter Draht verwendet. Für den in dieser Arbeit relevanten Druckbereich von 100 – 200 Pa wäre der durch die Simulation vorhergesagte Messbereich jedoch ausreichend.

Der Einfluss der Kavernentiefe (Abbildung 2.6 rechts) wurde am Beispiel der Kaverne unter der Membran im Bereich von 20 – 50 μm ermittelt. Man erkennt, dass durch eine entsprechende Reduktion des Abstandes zwischen Kavernenboden und Membran nicht nur der Messbereich nach oben vergrößert, sondern auch die relative Empfindlichkeit des Sensors um etwa 30 % gesteigert werden kann. Dies ist bedingt durch die Abnahme des Wärmewiderstandes und die damit größeren Wärmeströme bei dünnerem Gasspalt. Bei der Herstellung der Sensoren sollte demnach die technologisch minimal mögliche Kavernentiefe eingestellt werden.

Die Ergebnisse lassen sich auf den Einfluss der Kavernentiefe oberhalb der Membran übertragen. Da für die Herstellung der Sensoren jedoch nach dem Standardprozess hergestellte Kappenwafer verwendet werden sollten, wurden hierzu keine weiteren Untersuchungen durchgeführt.

Einfluss der Heizergeometrie Die geometrische Anordnung des Heizermäanders auf der Membran ist nur durch die Auflösung des fotolithografischen Strukturierungsprozesses begrenzt. Für eine Optimierung der Sensorcharakteristik müssen hauptsächlich drei Aspekte betrachtet werden: Die beheizte Fläche der Membran sollte möglichst groß sein, um sie im Verhältnis zur Querschnittsfläche der thermischen Ankopplung an das Silizium zu optimieren. Die Wärmeableitung zum Silizium sollte minimiert werden und letztlich sollte der absolute Wert des Widerstandes groß sein, um eine große Signaländerung zu erhalten. In Abbildung 2.8

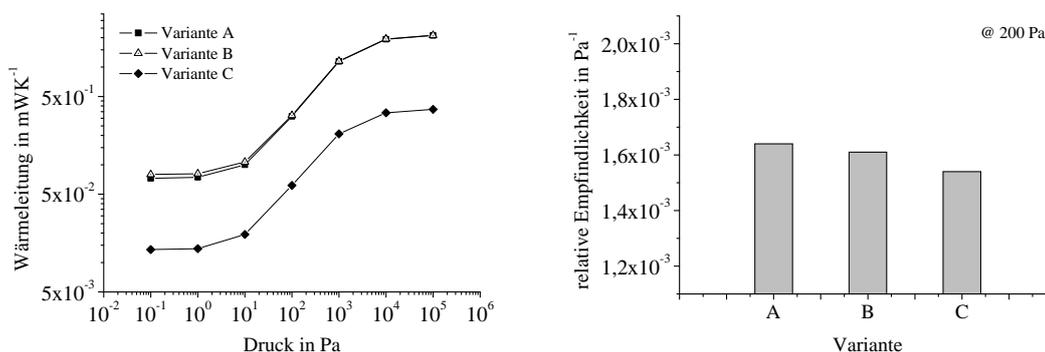


Abbildung 2.8: Einfluss der Heizeranordnung auf die Sensorcharakteristik (*links*) und resultierende Änderung der relativen Empfindlichkeit bei einem Druck von 200 Pa (*rechts*); Heizerbedeckungsgrad der Membran: Variante A: $\approx 0,28$ über Membran verteilt, Variante B: $\approx 0,37$ über Membran verteilt, Variante C: $\approx 0,10$ im Membranzentrum

sind die Druckcharakteristiken und die entsprechenden Empfindlichkeiten von drei Geometrievariationen dargestellt, die in Abbildung 2.7 schematisch gezeigt sind. Variante C zeigt durch die Konzentration der Heizerstruktur in der Mitte der Membran zwar einen deutlich verminderten Wärmestrom zum umgebenden Silizium, durch die geringe beheizte Membranfläche ist die relative Empfindlichkeit jedoch auch deutlich geringer als bei den anderen Varianten. Variante A und B unterscheiden sich lediglich durch die Breite der Leiterbahnen. Trotz der etwas größeren Heizerfläche der Variante B ist die Empfindlichkeit von Variante A geringfügig höher, da hier ein etwas geringerer Wärmefluss zum umgebenden Silizium stattfindet. Zudem wird durch die geringere Leiterbahnbreite ein höherer elektrischer Widerstand und damit eine größere Signaländerung bei Temperaturänderungen erreicht. Diese Variante ist deshalb bei der Prozessierung des Sensors zu bevorzugen.

Einfluss der Übertemperatur Die Übertemperatur $T_{\bar{U}}$ ist während der Druckmessung frei einstellbar. Sie ist nach oben durch das für den Dünnschichtheizer verwendete Material und dessen thermische Stabilität begrenzt. Zudem kann, begünstigt durch hohe Temperaturen, bei sehr geringen Heizerquerschnitten durch große Stromdichten Elektromigration auftreten, die zu Widerstandsdriften und letztlich zum Ausfall des Sensors führt.

An Hand von Abbildung 2.9 ist zu erkennen, dass höhere Übertemperaturen zu höheren relativen Empfindlichkeiten führen. Durch die Verwendung der Standard-Aluminiumlegierung für die Metallisierung ist jedoch besonders für Messungen bei höheren Temperaturen darauf zu achten, dass es nicht zu den erwähnten Wider-

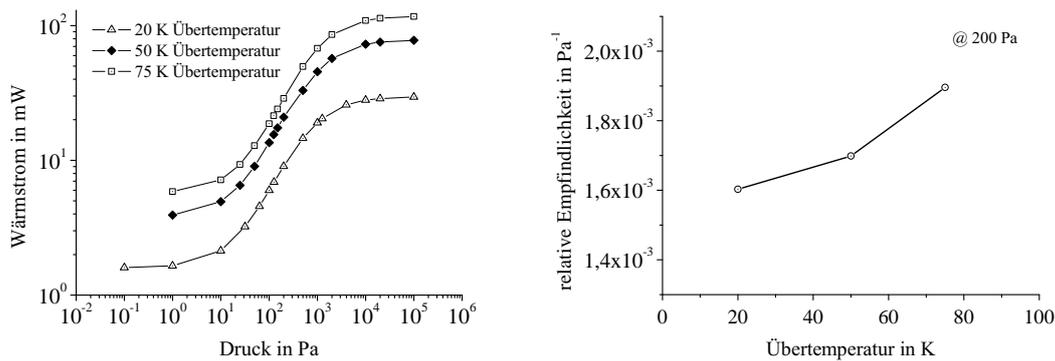


Abbildung 2.9: Einfluss der Übertemperatur auf die Sensorcharakteristik (*links*) und resultierende Änderung der relativen Empfindlichkeit bei einem Druck von 200 Pa (*rechts*)

standsdriften und damit einer Verfälschung des Messsignals kommt.

2.4.3 Experimentelle Charakterisierung der Mikro-Pirani-Sensoren

Die Herstellung des im vorangegangenen Kapitel beschriebenen mikrosystemtechnischen Drucksensors erfolgte unter Berücksichtigung der aus der Simulation gewonnenen Erkenntnisse in der Mikrosystemtechnikfertigung der Robert Bosch GmbH. Im Anschluss an die Prozessierung des Sensorwafers wird dieser mit der in Abschnitt 1.3.2 erläuterten Glas-Frit Waferbond-Technologie verkappt und somit eine den Bosch-Inertialsensoren identische Verpackung auf Wafer-Ebene realisiert.

Um eine bestmögliche thermische Stabilität der Dünnschichtwiderstände zu erreichen, werden die Sensorwafer vor Beginn der Charakterisierung 10 Tage bei einer Temperatur von 220°C getempert. Dies ist insbesondere für metallische Dünnschichten notwendig, die bei niedrigen Temperaturen durch Kathodenzerstäubung abgeschieden werden und nach der Abscheidung meist eine metastabile Kornstruktur aufweisen, die sich bei höheren Temperaturen zu grobkristallinerem Gefüge ändert. Für Aluminiumdünnschichten ist dann meist eine Verringerung des elektrischen Widerstandes sowie eine Erhöhung des Temperaturkoeffizienten zu beobachten.

Für die Auswertung des Sensorsignals eines thermischen Drucksensors ist die exakte Kenntnis der Temperaturen an Referenz- und Heizwiderstand wichtig. Deshalb müssen vor der Charakterisierung die Temperaturabhängigkeiten aller Widerstände ermittelt werden. Da sich auf einem prozessierten $6''$ -Wafer ca. 800 Sensoren befinden, geschieht dies noch vor dem Vereinzeln auf einem vollautomatisierten Waferprober. Hier werden für jeden Sensor die elektrischen Widerstände bei 20 und 50°C bestimmt und daraus der Temperaturkoeffizient ermittelt. Au-

ßerdem erfolgt für jeden Sensor eine Bestimmung der Leistungsaufnahme des Heizwiderstandes auf der Membran bei einer Übertemperatur von 20 K. Dadurch ist es im Anschluss an die Aufnahme der Sensorkennlinien möglich, die Verteilung des Kavernendruckes über den Wafer zu bestimmen.

72 der 800 Drucksensoren weisen die in Abbildung 2.5 gezeigte Durchführung im Kappenwafer auf. Durch diesen Zugang des Sensors zur Umgebungsatmosphäre wird eine Charakterisierung des Sensorsignals bei definiertem Druck ermöglicht.

Die Aufnahme der Sensorkennlinien erfolgte in einer Vakuumkammer. Die Vakuumkammer ist in einen eigens entwickelten Messplatz integriert, der die elektrische Ansteuerung der Sensoren, das Anfahren definierter Drücke in der Kammer sowie die Datenaufzeichnung und Auswertung ermöglicht. Der Referenzdruck in der Kammer wird dabei von zwei hochpräzisen, kapazitiven Drucksensoren der Firma Leybold ermittelt [47]. Die Wahl der Gasart in der Vakuumkammer ist auf Grund fehlender Sicherheitsvorrichtungen auf ungiftige, nicht brennbare bzw. explosive Gase limitiert. Für die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit kamen aus den in Abschnitt 2.2.2 dargestellten Gründen Stickstoff und Helium zum Einsatz. Die elektrische Ansteuerung des Heiz- und Referenzwiderstandes erfolgt über die verbreitete Vier-Punkt-Methode, die es durch getrennte Kontakte für die Einprägung des Mess- bzw. Heizstromes und des Spannungsabgriffs erlaubt, Kontaktwiderstände als Fehlerquellen auszuschließen. Zudem wird jede Widerstandsmessung sowohl bei negativem als auch positivem Spannungsvorzeichen durchgeführt, um an den elektrischen Kontaktstellen auftretende Thermospannungen ermitteln und in der Auswertung berücksichtigen zu können.

2.4.4 Ergebnisse der Sensorcharakterisierung

Die genaue Kenntnis der Sensorkennlinie und ihrer Einflussgrößen ist essentiell für die spätere Bewertung der Dichtheitsuntersuchungen. Deswegen wird in diesem Abschnitt eine Zusammenfassung der wichtigsten Ergebnisse der Sensorcharakterisierung sowie Beispiele für Sensorkennlinien unter Variation relevanter Parameter im Vergleich zu den Simulationsergebnissen gegeben.

Eine typische Messung der Wärmeleitung, ermittelt aus der entsprechend eingebrachten Heizleistung, in Abhängigkeit vom Druck in der Vakuumkammer zeigt Abbildung 2.10. Die gemessene Sensorcharakteristik stimmt gut mit den Simulationsergebnissen für eine Kavernentiefe von $30\ \mu\text{m}$ überein. Dieser Abstand unter der Membran wird auch durch interferometrische Messungen (nicht gezeigt) an geöffneten Kavernen mit $35 \pm 10\ \mu\text{m}$ bestätigt. Die bei der Herstellung angestrebte minimale Kavernentiefe von $20\ \mu\text{m}$ ist demnach prozesstechnisch nicht erreicht worden.

Zusätzlich zu den Simulationsdaten für $30\ \mu\text{m}$ sind auch die für $45\ \mu\text{m}$ dargestellt. Zwar erhält man hier bei höheren Drücken deutliche Abweichungen vom realen Verhalten, allerdings wird die Druckabhängigkeit zwischen 100 und $1000\ \text{Pa}$ deutlich besser wiedergegeben.

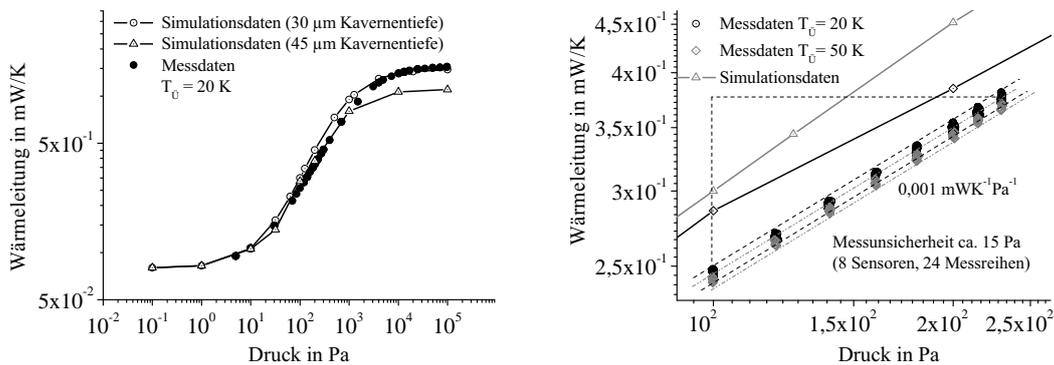


Abbildung 2.10: Exemplarische Messdaten der Druckcharakteristik eines Mikro-Piranis bei einer Übertemperatur von $20\ \text{K}$ und Vergleich mit der Vorhersage aus der Simulation für eine Tiefe der unteren Kavernen von 30 und $45\ \mu\text{m}$ (*links*) und Reproduzierbarkeit der Messungen im Bereich von $100 - 250\ \text{Pa}$ (*rechts*)

Die Übereinstimmung von Simulations- und Messdaten im Druckbereich $< 10\ \text{Pa}$, in dem der Wärmestrom nahezu ausschließlich von der Wärmeleitung der Membran zum Silizium bestimmt wird, ist besonders hervorzuheben, da durch sie die Modellierung des Wärmeübergangs von der Membran zum Silizium bestätigt wird. Hingegen ist im Druckbereich zwischen 10^2 und $10^4\ \text{Pa}$ eine deutliche Abweichung der Ergebnisse von den numerischen Daten für 30 und $45\ \mu\text{m}$ Kavernentiefe zu

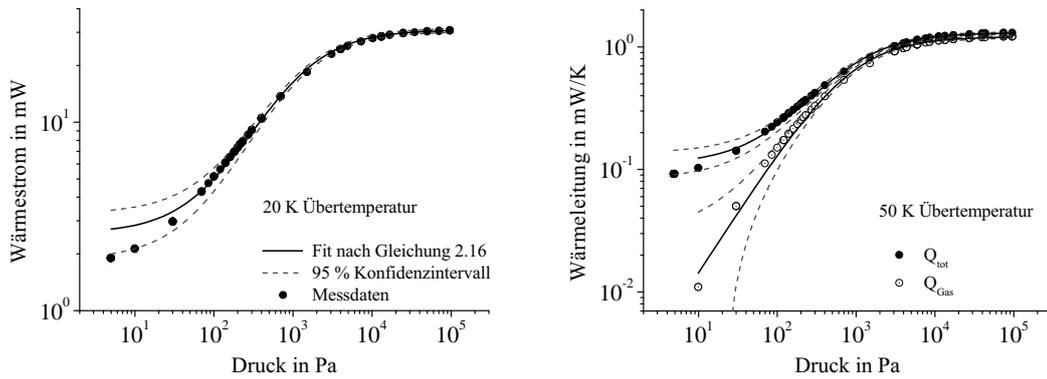


Abbildung 2.11: Fit der Messdaten an Gleichung 2.16 (*links*) und Extraktion des Wärmestromes durch das Gas (*rechts*)

erkennen.

Die Reproduzierbarkeit der Kennlinie im für die Dichtheitsuntersuchungen wesentlichen Druckbereich von 100 bis 200 Pa wird an Hand von insgesamt 17 Messreihen an 8 Sensoren gezeigt (Abbildung 2.10 rechts). Die Unsicherheit der Sensor Kennlinie beläuft sich auf etwa 15 Pa. Bei Betrachtung der Wiederholgenauigkeit des Messsignals eines einzelnen Sensors ergibt sich sogar eine Unsicherheit von <10 Pa, also etwa 5–10 % des Messsignals. Für die ermittelte Empfindlichkeit von $10^{-3} \text{ mW} \cdot \text{K}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ wird unter Berücksichtigung der Auflösung der verwendeten Messgeräte für die Widerstandsmessungen eine maximale Druckauflösung von 1 mPa erreicht [35].

Neben dem Vergleich mit den Simulationsdaten soll an dieser Stelle auch eine Analyse der Messdaten nach dem analytischen Modell aus Gleichung 2.16 erfolgen. Der linke Teil der Abbildung 2.11 zeigt einen entsprechenden Fit, aus dem die Sensorparameter $N_{1,2,3}$ ermittelt wurden (Tabelle 2.1). Durch Abzug des druckunabhängigen Wärmestromes vom Gesamt-Wärmestrom bei sehr niedrigen Drücken kann der Anteil der Wärmeabgabe an das Gas extrahiert werden (Abbildung 2.11 rechts). Dadurch ist es zum einen möglich, die untere Grenze des Druckmessbereiches zu bestimmen. Sie liegt nach Abbildung 2.11 unterhalb des in der Vakuumkammer erreichbaren Druckes von $5 \cdot 10^{-2}$ Pa. Zum anderen kann durch erneutes Fitten an Gleichung 2.16 die Anwendbarkeit des Plattenmodells für die Wärmeleitfähigkeit verdünnter Gase aus Gleichung 2.13 überprüft werden. Trotz guter globaler Übereinstimmung des Modells mit den Messdaten erkennt man, dass das Plattenmodell den Verlauf der Messdaten nicht exakt wiedergeben kann.

Zusätzlich zu Messungen unter Stickstoffatmosphäre wurden auch Sensor Kennlinien für Helium und unterschiedliche Übertemperaturen durchgeführt. Aus Abbildung 2.12 geht hervor, dass die mittels der Modellierung vorhergesagten Ein-

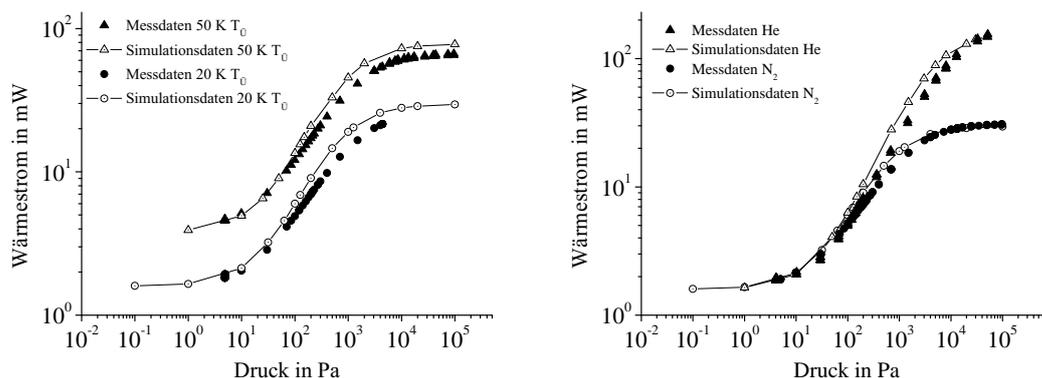


Abbildung 2.12: Vergleich gemessener Sensorkennlinien mit den simulierten Daten für unterschiedliche Übertemperaturen (*links*) und Gase (*rechts*)

flüsse dieser beiden Parameter mit den Messdaten übereinstimmen. Die Simulation sollte demnach auch für die Vorhersagen des Sensorverhaltens unter anderen als den hier gezeigten Gasarten und Übertemperaturen geeignet sein.

Wegen der Forderung nach maximaler Druckempfindlichkeit des Sensors sei das Augenmerk nochmals auf die Heizerübertemperatur gelenkt. Sowohl für 20 als auch für 50 K ist die Empfindlichkeit relativ zur Übertemperatur annähernd gleich. Dadurch ergibt sich für Messungen bei 50 K Übertemperatur am Heizer eine Steigerung der absoluten Empfindlichkeit um etwa 150 %. Messungen bei 75 K Übertemperatur konnten nicht realisiert werden, da es während des Einregels der Übertemperatur zu Ausfällen des Heizwiderstandes kommt.

Die wesentlichen Charakteristika des Sensors bei Raumtemperatur unter Stickstoffatmosphäre sind für die realisierten Übertemperaturen in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Tabelle 2.1: Zusammenfassung der wichtigsten Sensorcharakteristika für Heizerüber-
temperaturen von 20 und 50 K

	Übertemperatur 20 K (7 Sensoren 18 Messreihen)	Übertemperatur 50 K (3 Sensoren 6 Messreihen)
N_1 in $\text{mW} \cdot \text{K}^{-1} \text{Pa}^{-1}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$
N_2 in $1/\text{Pa}$	$9,4 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$
N_3 in mW/K	0,129	0,111
Empfindlichkeit (absolut 100 – 200 Pa) in mW/Pa	$2,04 \cdot 10^{-2}$	$4,87 \cdot 10^{-2}$
nominelle Auflösung in mPa	1,2	0,7
Messbereich in Pa	$<10^{-2} - >10^5$	$<10^{-2} - >10^5$
Messunsicherheit in Pa	<15	<15

2.5 Ergebnisse der Dichtheitsuntersuchungen

Die Dichtheitsuntersuchungen werden an geschlossenen Glas-Frit gebondeten Mikro-Pirani-Sensoren durchgeführt, die eine Waferposition in der Nähe der Sensoren haben, die für die Charakterisierung der Sensorkennlinie verwendet wurden. Die Beaufschlagung der Proben mit einem Gasdruck von bis zu $5 \cdot 10^5$ Pa erfolgt in einer Druckkammer, in der sich eine Heizplatte befindet, die Messungen bis zu Temperaturen von etwa $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ermöglicht. Pro Messpunkt werden nach Einregulierung der angestrebten Heizerübertemperatur 10 Einzelmessungen durchgeführt über die gemittelt wird. Die Einzelmessungen sind in den Ergebnisdiagrammen als ungefüllte und die Mittelwerte als gefüllte Symbole dargestellt. Die Auswertung der Messungen erfolgt nach dem in Abschnitt 2.1.2 vorgestellten Gaspermeationsmodell. Für die in Gleichung 3.5 enthaltene Dicke d und die druckbelastete Querschnittsfläche A werden bei der Auswertung die entsprechenden Werte für die Glas-Frit Bondverbindung eingesetzt. Dieses Vorgehen bei der Auswertung bedarf einer besonderen Diskussion, da während des Versuchs nicht nur die Bondverbindung, sondern der Sensor als Ganzes mit dem Gasdruck belastet ist. In der Ergebnisdiskussion wird auf diesen Punkt näher eingegangen.

Die Druckangaben der geschlossenen Sensoren erfolgen an Hand der für Stickstoff bestimmten Sensorcharakteristik. Dies ist zunächst willkürlich, da die Zusammensetzung der Gasatmosphäre in der Sensorkaverne durch das Ausgasen der Reste des organischen Binders während des Bondprozesses komplex ist (vgl. Abschnitt 1.3.2). Für die Hermetizitätsuntersuchungen, also die Bestimmung der Leckraten, ist jedoch die Höhe des Anfangsdruckes unerheblich, solange er deutlich kleiner als der von außen anliegende Gasdruck ist. Zudem werden die Ergebnisse zeigen, dass die auf Basis der Stickstoffkennlinie erhaltenen Druckwerte sehr gut mit den Werten aus Gütemessungen an Glas-Frit gebondeten Inertialsensoren übereinstimmen. Dies ist auf den geringen Unterschied der Wärmeleitfähigkeiten des Gasgemisches im Inneren des Sensors und von Stickstoff im molekularen Regime zurückzuführen.

2.5.1 Dichtheitsuntersuchungen unter Heliumatmosphäre

Wie Abbildung 2.13 verdeutlicht, verursacht bereits eine Beaufschlagung des Sensors mit etwa $2,4 \cdot 10^5$ Pa Helium innerhalb respektabler Messzeiten von einigen Stunden bis Tagen einen auswertbaren Druckanstieg. Aus diesem Anstieg lässt sich nach Gleichung 3.5 unter Verwendung der Geometriedaten für den Glas-Frit Bondrahmen formal die Gaspermeabilitätskonstante für die Bondverbindung ermitteln. Während die Berechnung des Anfangsdruckes mit Hilfe der Kennlinie für Stickstoff erfolgt, wird die Änderung des Sensorsignals nach der Druckbeaufschlagung mit dem Testgas mit Hilfe der Steigung der Heliumkennlinie ausgewertet.

Ist vor Beginn der Messung die Bondverbindung nicht mit dem Testgas belastet worden, ist also kein Helium im Bondrahmen gelöst, so kann man wie in

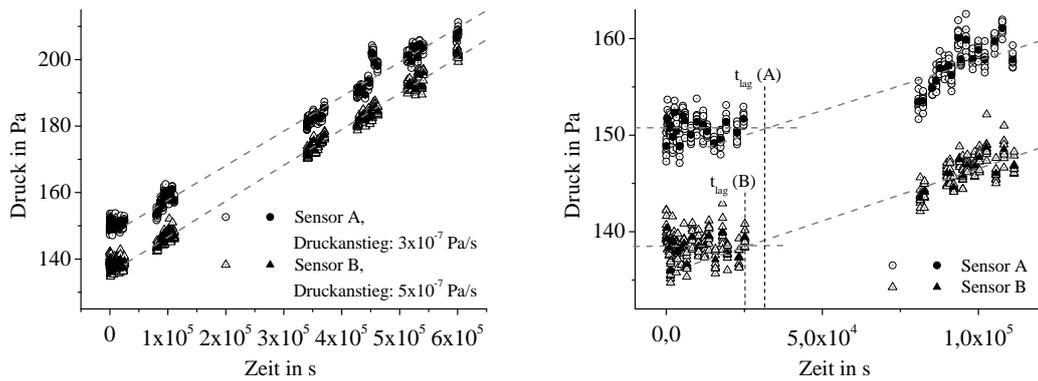


Abbildung 2.13: Gemessener Druckanstieg zweier Glas-Frit gebondeter Drucksensoren bei $2,4 \cdot 10^{-5}$ Pa Heliumdruck und 25°C ; *links*: Übersicht über den gesamten Messzeitraum; *rechts*: Anfangsbereich der Messung und Darstellung der Ermittlung der Diffusionskonstanten durch die „Verzögerungstechnik“

Abschnitt 2.1.2 beschrieben die anfängliche Zeitabhängigkeit der Gaspermeation zur Bestimmung der Diffusionskonstanten nutzen. Diese Vorgehensweise ist an Hand der Messdaten im rechten Teil der Abbildung 2.13 dargestellt. Die Berechnung des Druckanstiegs erfolgt unter Berücksichtigung der Daten etwa einen Tag nach Beginn der Druckbeaufschlagung der Sensoren. Der Anfangsdruck wird durch Mittelung von ca. 50 Messpunkten vor Druckbeaufschlagung bestimmt. Aus dem resultierenden Schnittpunkt der Geraden kann die Verzögerungszeit und damit die Diffusionskonstante ermittelt werden.

Die hier für Raumtemperatur exemplarisch dargestellten Messungen werden im Temperaturbereich von -10 bis 125°C durchgeführt und die jeweiligen Gaspermeabilitätskonstanten bestimmt. Ihre Temperaturabhängigkeit lässt sich nach Gleichung 2.7 durch eine Arrheniusbeziehung auswerten (Abbildung 2.14).

Die Bestimmung der Diffusionskonstanten ist bei einem Sensor nur für die erste Gaspermeationsmessung möglich, da anschließend die zu untersuchende Bondverbindung mit dem Testgas belastet ist und damit die Randbedingungen für die Auswertung nach der Verzögerungstechnik nicht mehr gegeben sind. Für eine Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Diffusionskonstanten müssten für die Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen stets neue, also Heliumunbelastete Sensoren verwendet werden.

Die wesentlichen Ergebnisse für die Heliumpermeation durch die Glas-Frit Bondverbindung sind abschließend in Tabelle 2.2 zusammengefasst und denen von Silikatgläsern gegenübergestellt.

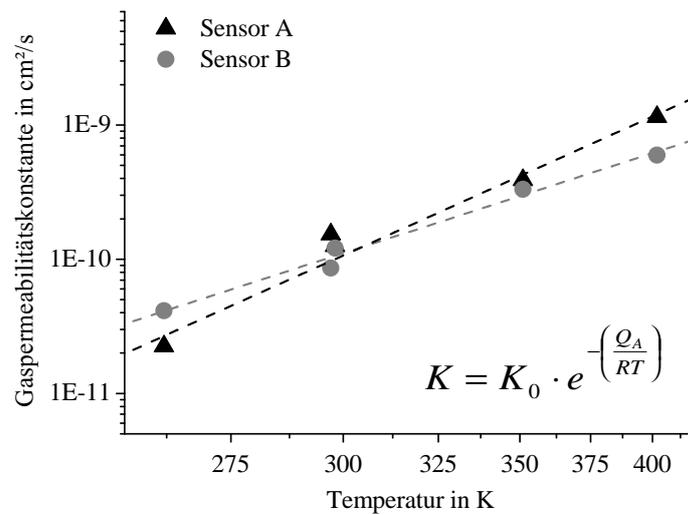


Abbildung 2.14: Arrheniusauftragung der Helium-Gaspermeabilitätskonstanten für die Glas-Frit Bondverbindung im Temperaturbereich von -10 bis 125 °C für zwei Sensoren; die Messdaten erfüllen die zu erwartende Abhängigkeit

2.5.2 Dichtheitsuntersuchungen unter Stickstoffatmosphäre

Um den messbaren Effekt der Stickstoffpermeation zu maximieren, werden die Dichtheitsuntersuchungen unter Stickstoffatmosphäre bei Temperaturen von 127 °C und einem Druck von $5,5 \cdot 10^5$ Pa durchgeführt. Die Messtemperatur ist dabei durch die thermische Stabilität der elektrischen Kontaktierung des Sensors begrenzt. Um eine hohe Empfindlichkeit des Sensorsignals zu erlangen, wird die Heizerübertemperatur auf 50 K gesetzt. Die Ergebnisse der einen Monat andauernden Messungen sind in [Abbildung 2.15](#) dargestellt.

Das Rauschen der Messreihen liegt mit etwa 5 Pa innerhalb der in [Abschnitt 2.4.4](#) ermittelten Messunsicherheit und stellt einen größeren Effekt als die nachzuweisende Druckänderung dar. Durch die große Anzahl der Messpunkte kann an Hand der Messdaten trotzdem ein zeitlicher Trend des Druckes bestimmt und damit eine Analyse des Druckanstiegs vorgenommen werden. Bei formaler Auswertung des Sensorsignals durch lineare Regression ergibt sich ein Druckanstieg von $2,8 \cdot 10^{-7}$ für Sensor C bzw. $5,1 \cdot 10^{-7}$ Pa/s für Sensor D. Unter entsprechender Berücksichtigung der Geometrie der Glas-Frit Bondverbindung und der Versuchsrandbedingungen können analog zu der Auswertung unter Heliumatmosphäre die Gaspermeabilitätskonstanten bestimmt werden, die in [Tabelle 2.3](#) wieder dem deutlich niedrigeren Wert für Silikatglas gegenübergestellt sind.

Auf Grund der hohen Temperaturen, der erhöhten Übertemperatur des Heizers und des langen Messzeitraumes werden zur Kontrolle der Stabilität der Heizerwiderstände deren Werte vor dem Durchführen der eigentlichen Druckmessung

Tabelle 2.2: Zusammenfassung der gemessenen Helium-Gaspermeationseigenschaften des Glas-Frit Verbundes im Vergleich zu denen von Silikatglas

	Sensor A	Sensor B	Silikatglas
K_{P_0} in $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$1,1 \cdot 10^{-7}$	$2,7 \cdot 10^{-6}$ [61]
Q_A in kJ/mol	17,1	23,8	20,1–24,7 [5]
K_P in $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ (25 °C)	$1,1 \cdot 10^{-10}$	$1,0 \cdot 10^{-10}$	$1,9 \cdot 10^{-10} - 7,6 \cdot 10^{-11}$ [5]
D in $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ (25 °C)	$1,1 \cdot 10^{-8}$	$1,4 \cdot 10^{-8}$	
S in mol/mol (25 °C)	0,012	0,009	

bei geringen Stromstärken gemessen und protokolliert. Bezieht man diese auf die zum Zeitpunkt der Messung am Referenzwiderstand bestimmte Temperatur, so kann eine auftretende Widerstandsdrift am Heizwiderstand ermittelt werden. Die resultierenden Werte sind im rechten Teil der Abbildung 2.15 aufgetragen. Eine genauere Analyse der Daten ergibt eine mittlere Widerstandsdrift von etwa $-8,5 \Omega$. Bei einem Temperaturkoeffizienten von $3,84 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ entspricht dies einem Fehler in der Temperaturbestimmung von ca. $-0,6 \text{ K}$. Diese Widerstandsdrift muss bei der Bewertung der Ergebnisse berücksichtigt werden.

Tabelle 2.3: Zusammenfassung der gemessenen Stickstoff-Gaspermeationseigenschaften des Glas-Frit Verbundes im Vergleich zu denen von Silikatglas

	Sensor C	Sensor D	Silikatglas
K_P in $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ (127 °C)	$1,4 \cdot 10^{-13}$ (127 °C)	$2,6 \cdot 10^{-13}$ (127 °C)	$< 0,7 \cdot 10^{-15}$ [5] (700 °C)

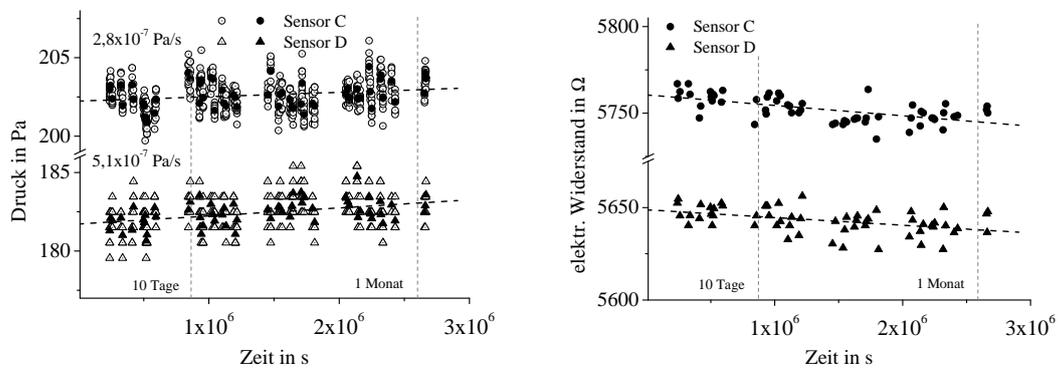


Abbildung 2.15: Messung des Druckanstiegs zweier Glas-Frit gebondeter Drucksensoren unter einer Stickstoffbelastung von $5,5 \cdot 10^5$ Pa bei einer Temperatur von 127°C (*links*) und Änderung des Heizwiderstandes (aufgenommen jeweils direkt vor einer Druckmessung) über die Messdauer (*rechts*)

2.6 Diskussion der Ergebnisse aus den Dichtheitsuntersuchungen

2.6.1 Diskussion der Ergebnisse der Sensorcharakterisierung

Dieser Abschnitt dient der Diskussion der Ergebnisse der Sensorcharakterisierung unter zwei wichtigen Gesichtspunkten. Zum einen soll durch den Vergleich der numerisch und experimentell ermittelten Daten die Eignung der verwendeten Modelle zur Auslegung mikrosystemtechnisch hergestellter thermischer Drucksensoren bewertet werden. Zum anderen werden die Eigenschaften des Sensors hinsichtlich der für die Dichtheitsuntersuchungen gestellten Anforderungen aus Abschnitt 2.2 betrachtet und Vorschläge für weitere Möglichkeiten zur Optimierung der Sensoreigenschaften gegeben.

Vergleich numerischer und experimenteller Ergebnisse der Sensorkennlinie

Der im linken Teil der Abbildung 2.10 gezeigte Vergleich zwischen FE-simulierter und gemessener Sensorkennlinie zeigt zunächst, dass die Simulation das globale Verhalten des Sensors bei Änderung des Gasdruckes sehr gut wiedergibt. Wie im Ergebnisteil schon erwähnt, ist besonders die Übereinstimmung bei sehr niedrigen Druckwerten, also in dem Bereich, in dem der Wärmefluss hauptsächlich über die Membran zum umgebenden Silizium stattfindet, hervorzuheben. Dies zeigt, dass die Beschreibung des komplizierten Schichtaufbaus der perforierten Membran im Modell sehr gut gelungen und die Reduktion des FE-Modells auf zwei Dimensionen gerechtfertigt ist. Zudem lässt sich daraus schlussfolgern, dass der Anteil der Wärmestrahlung, die im Modell nicht berücksichtigt wird, vernachlässigt werden kann. Die Berechnung der Wärmestrahlung nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz mit einer geschätzten Emission von 0,5 ergibt einen Anteil von etwa 10 % am Gesamtwärmefluss im Vakuum bei einer Übertemperatur von 20 K. Bei einer Übertemperatur von 50 K sinkt der Anteil auf etwa 4 %. Diese Werte sind im Vergleich zu den Unsicherheiten der Geometrie- und Materialparameter der Membran gering. Auch für Messtemperaturen von 175 °C liegt bei Übertemperaturen von 50 K der Strahlungsanteil unter 10 % und kann deshalb vernachlässigt werden.

Betrachtet man den linken Teil von Abbildung 2.10, so wird deutlich, dass die Simulation für 30 μm Kavertiefe im Druckbereich zwischen 10 und 10^4 Pa Abweichungen von den Messergebnissen zeigt. Die Simulationsergebnisse für eine Kavertiefe von 45 μm zeigen in diesem Druckbereich zwar eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit den Experimenten, allerdings sind hier oberhalb von 10^4 Pa starke Abweichungen zum realen Verhalten zu erkennen. Diese Diskrepanzen können auf mehrere Ursachen zurückzuführen sein. Bei Drücken oberhalb 10^4 Pa, also im viskosen Bereich (vgl. Abbildung 2.2 links), können neben der Wärmeleitung durch das Gas zusätzliche konvektive Beiträge einen Einfluss auf den Gesamtwärmestrom haben, die bei der Modellierung nicht berücksichtigt

wurden. Nimmt man an, dass die Konvektion bei hohen Drücken Ursache für die starken Abweichungen der simulierten Kennlinie für $45\ \mu\text{m}$ Kavertiefe sind, so spricht die sehr gute Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen unterhalb von $10^3\ \text{Pa}$ für dafür, dass die reale Kavertiefe $45\ \mu\text{m}$ beträgt. Unsicherheiten in der Bestimmung der Kennlinien ergeben sich aber auch durch die Abweichungen der realen Geometrie vom idealisierten Plattenmodell, welches zur Beschreibung der Druckabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit verwendet wurde. Aufzuführen sind hier vor allem die große Rauigkeit des Kavertenbodens sowie die ätztechnisch bedingten schrägen Kavertenwände. Dass diese Vereinfachung nicht vollständig zu vernachlässigen ist, zeigt sich durch die Tatsache, dass auch durch einen Fit nach Gleichung 2.16 mit den freien, die Material- und Geometrieigenschaften enthaltenden Parametern $N_{1,2,3}$ keine exakte Übereinstimmung von Modell und Messdaten erreicht wird. Gründe für die Abweichungen wären demnach nicht in der FE-Modellierung, sondern in der Beschreibung der Druckabhängigkeit des Gases durch das Plattenmodell zu suchen.

Trotz der analysierten Diskrepanzen zwischen Modellierung und Messdaten ist die Beschreibung der Sensorkennlinie insgesamt als sehr gut zu bewerten. Die Vorgehensweise der Modellierung ist dafür geeignet, mikrosystemtechnische thermische Drucksensoren zu entwerfen.

Bewertung der Sensoreigenschaften Die in Tabelle 2.1 zusammengefassten Eigenschaften des entwickelten thermischen Drucksensors zeigen, dass der Sensor die Anforderungen aus Abschnitt 2.2 hinsichtlich des Messbereiches und der Auflösung übertrifft. Auch die Integrierbarkeit in ein Glas-Frit gebundenes Standardgehäuse und damit die direkte Übertragbarkeit der Ergebnisse auf die Verkappung eines Bosch-Drehratsensors ist durch die geringen Abmessungen des Sensors und die Verwendung der Technologien und Materialien der Mikrosystemtechnik gegeben. Einschränkendes Kriterium bei der Auswertung der Messsignale dürfte jedoch die für thermische Drucksensoren typische relativ große Messunsicherheit von $10 - 15\ \text{Pa}$ sein. Sie liegt deutlich über der geforderten Messauflösung und muss über eine breite statistische Basis an Messdaten ausgeglichen werden. Da es sich um automatisierbare Messungen handelt, ist dies ohne erhöhten experimentellen Aufwand möglich. Mit dem in dieser Arbeit entwickelten mikrosystemtechnischen thermischen Drucksensor ist demnach eine Analyse der Langzeithermetizität Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren möglich.

Vorschläge zur Optimierung der Sensoreigenschaften Wie man den Daten für die Empfindlichkeit des Sensorsignals entnehmen kann, führen höhere Über-temperaturen während des Sensorbetriebes zu höheren Empfindlichkeiten. Eine weitere Verbesserung könnte deshalb durch Einsatz von temperatur- und elektromigrationsstabilem Platin als Material für den Dünnschichtheizer erreicht werden. Ebenso könnte eine Erhöhung des relativen Anteils des Wärmeflusses durch den

Gasraum mittels Reduktion der Tiefe der oberen Kaverne zu einer Steigerung der Empfindlichkeit führen. Diese Maßnahmen wären jedoch nur bei gleichzeitiger Verbesserung der Messunsicherheit z.B. durch erhöhte Temperaturstabilität sinnvoll.

2.6.2 Diskussion der Ergebnisse für die Heliumpermeabilität

Auf Basis der Messergebnisse für die Heliumpermeation für Glas-Frit Bondrahmen wird in diesem Abschnitt eine Fehleranalyse des verwendeten Messverfahrens vorgenommen. Die Ergebnisse werden mit Literaturdaten für Heliumpermeationsraten in Silikatgläsern verglichen. An Hand dieses Vergleiches soll diskutiert werden, ob eine Übertragbarkeit von Literaturwerten der Permeabilitätskonstanten in Silikatgläsern für andere Gase auf das Sealglas gegeben ist.

Fehleranalyse des Messverfahrens Der mit Hilfe der für Stickstoffatmosphäre experimentell ermittelten Sensorkennlinie bestimmte Ausgangsdruck innerhalb der Sensorkavität liegt zwischen 140 und 150 Pa. Dies ist im Bereich der Erfahrungswerte, die aus Gütemessungen von Glas-Frit gebondeten Drehratensensoren stammen. Da im Inneren der Sensorkavität ein komplexes Gasgemisch vorzufinden ist, das in der Druckberechnung keine Berücksichtigung fand (vgl. Anhang A.1), stellen die Druckangaben nur Richtwerte dar. Jedoch ist für die Bestimmung der Gaspermeabilitätskonstanten nicht das Druckniveau, sondern die Druckänderung über die Zeit entscheidend. Durch die Berechnung des Druckanstieges mit Hilfe der Empfindlichkeit der Sensorkennlinie für Helium (vgl. Abschnitt 2.5) wird implizit eine lineare Mischungsregel nach Gleichung A.3 angenommen. Der dadurch entstehende Fehler bei der Ermittlung der Gaspermeabilitätskonstanten ist im Anhang A.1 detailliert analysiert. Er beläuft sich auf max. 8 %.

Eine weitere wesentliche Annahme, die bei der Berechnung der Gaspermeabilitätskonstanten getroffen wird, ist die, dass die Gaspermeation ausschließlich durch die Bondverbindung erfolgt. Dies ist allein auf Grundlage der Messung keineswegs sichergestellt, da das gesamte aus Silizium bestehende Sensorgehäuse mit dem äußeren Gasdruck beaufschlagt wird und die druckbelastete Fläche der Glas-Frit Bondverbindung nur einen geringen Anteil an der gesamten Oberfläche darstellt. Aus der Literatur sind nur wenige Daten zur Heliumpermeabilität von Silizium bekannt. So werden in [40] Diffusionskonstanten für Helium in Silizium von etwa $3 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}$ angegeben². In [65] wird die Heliumdiffusion in Galliumarsenid mit $3,7 \cdot 10^{-13} - 4 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$ im Temperaturbereich von 175 – 325 °C angegeben. Diese Werte liegen viele Größenordnungen unterhalb der in Tabelle 2.2 aufgeführten Daten für die Bondverbindung und stützen damit die Vermutung,

²Die Werte wurden für implantiertes Helium deutlich unterhalb der Löslichkeitsgrenze in Silizium angegeben. In der Arbeit ist eine starke Abnahme der Diffusionsgeschwindigkeit mit steigender Heliumkonzentration nachgewiesen.

dass die Gaspermeation maßgeblich durch die Bondschicht erfolgt. Trotzdem sollen in folgendem eine Reihe von weiteren Argumenten aufgeführt werden, warum diese Annahme wahrscheinlich ist.

Wegen ihrer geringeren Strukturichte ist bei Gläsern im Vergleich zu kristallinen Werkstoffen allgemein mit höheren Gaspermeationsraten zu rechnen. Zudem weist das Sealglas eine gewisse Porosität durch Gaseinschlüsse auf, die die Gasdurchlässigkeit sicher erhöhen. So ist es wahrscheinlich, dass die Permeabilitätsrate von einkristallinem Silizium, welches neben der Bondverbindung das gesamte Gehäusematerial ausmacht, gegenüber der des Sealglases sehr klein sein. In der Tat muss sie auf Grund der deutlich größeren druckbelasteten Siliziumfläche mehr als drei Größenordnungen unter der des Bondrahmens liegen, um die Annahme, dass die Bondverbindung den Hauptpermeationspfad darstellt, zu rechtfertigen.

Betrachtet man die ermittelten Temperaturabhängigkeiten für die Gaspermeabilitätskonstanten in Abbildung 2.14, so ist die für einen thermisch aktivierten Diffusionsprozess zu vermutende Arrheniusbeziehung für beide Sensoren sehr gut erfüllt. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass nur ein Permeationspfad maßgeblich für die Gesamtpermeationsrate verantwortlich ist. Anderenfalls wären für unterschiedliche Permeationspfade auch unterschiedliche Aktivierungsenergien Q_A und damit eine Abweichung von der Geraden in der Arrheniusauftragung zu erwarten. Mit der eben besprochenen Annahme, dass die Gaspermeationsraten in Gläsern generell höher als in kristallinen Werkstoffen sind, würde dies darauf hindeuten, dass die Glas-Frit Bondverbindung den Hauptpermeationspfad darstellt [11]. Um diese Betrachtungen experimentell zu bestätigen, müssten Gaspermeationsmessungen an thermischen Drucksensoren durchgeführt werden, die sich entweder in der Geometrie der Bondverbindung (druckbelastete Oberfläche und Dicke sowie Breite des Bondrahmens) oder in der Geometrie der Siliziumkappe unterscheiden. Treffen die oben durchgeführten Überlegungen zu, so würden sich die Heliumpermeationsraten für den geänderten Aufbau vorhersagen lassen.

Die deutliche Abweichung in den Aktivierungsenergien der Sensoren A und B ist vermutlich auf Unsicherheiten in den thermischen Koeffizienten der elektrischen Dünnschichtwiderstände zurückzuführen. Dafür spricht, dass bei Raumtemperatur, bei der die elektrischen Widerstände durch direkte Bestimmung bekannt sind, die Ergebnisse der Permeationsraten der Sensoren sehr gut übereinstimmen. Mit zunehmendem Unterschied der Messtemperatur von der Raumtemperatur werden auch die Abweichungen in den Gaspermeabilitätskonstanten der beiden Sensoren größer, da hier die Temperaturen mit Hilfe der Temperaturkoeffizienten der Widerstände berechnet werden. Unsicherheiten im Koeffizienten wirken sich direkt auf die eingestellte Übertemperatur und damit auf die als Messsignal dienende Heizleistung aus.

Vergleich mit anderen Gläsern Der Vergleich der Gaspermeationsraten bei Raumtemperatur mit denen von Silikatgläsern (vgl. Tabelle 2.2) zeigt, dass die in

dieser Arbeit gemessenen Werte für die Glas-Frit Bondverbindung für Gläser typisch sind. Auch das stützt die oben besprochene Annahme, dass die Bondverbindung den Hauptpermeationspfad des Sensorgehäuses darstellt. Auch die Aktivierungsenergien für die Heliumpermeation liegen im Bereich der Aktivierungsenergien der Silikatgläser. In [71, 73] wird für eine breite Variation von Netzwerkbildnern im Glas gezeigt, dass sowohl die Permeationsraten als auch die zugehörigen Aktivierungsenergien im Wesentlichen von der Strukturichte der Gläser abhängen. Dies legt die Vermutung nahe, dass die Diffusion von Inertgasen atomar bzw. molekular über die Zwischenräume im Glasnetzwerk stattfindet³. Wenn also die strukturellen Eigenschaften der Gläser der wesentliche Parameter für die Gaspermeation sind, dann lässt die Ähnlichkeit in den verglichenen Aktivierungsenergien vermuten, dass bei dem hier untersuchten Glas-Frit Bondrahmen die Permeationsmechanismen mit denen in Silikatgläsern vergleichbar sind. Eine Übertragung der Permeationsdaten von anderen Inertgasen in Silikatglas auf das Sealglas sollte dann näherungsweise möglich sein.

2.6.3 Diskussion der Ergebnisse für die Stickstoffpermeabilität

Die in Abschnitt 2.5.2 dargestellten Messdaten für die Stickstoffpermeabilität werden in folgendem einer kritischen Bewertung unterzogen. Darauf aufbauend wird eine konservative Abschätzung der Langzeithermetizität einer Glas-Frit Bondverbindung durchgeführt und der Einfluss der Permeation von Gasen diskutiert, die in dieser Arbeit nicht untersucht werden konnten.

Fehleranalyse der Messdaten Die im vorangegangenen Abschnitt an Hand der Auswertung der Ergebnisse für die Heliumpermeation diskutierten Annahmen, Unsicherheiten und Vereinfachungen gelten sinngemäß auch für die Stickstoffpermeation und sollen deshalb hier nicht noch einmal diskutiert werden.

Trotz der intensiven Temperung der Sensoren vor den Langzeitmessungen ist im rechten Teil der Abbildung 2.15 eine Widerstandsdrift des Heizwiderstandes zu erkennen. Da die Temperaturen während der Vortemperung mit 220 °C deutlich höher lagen als die Messtemperaturen von 125 °C, ist eine rein thermisch induzierte Veränderung der Widerstände unwahrscheinlich. Eventuell sind die Driften auf einsetzende Elektromigrationseffekte in den Aluminiumleiterbahnen zurückzuführen. Bei den in der Mikroelektronik bzw. Mikrosystemtechnik verwendeten Aluminiumlegierungen für die elektrischen Leiterbahnen setzt Elektromigration typischerweise ab Temperaturen von etwa 175 °C und Stromdichten von $1 \cdot 10^6$ A/cm² ein. Die Messzeiten und damit die Zeit des Stromflusses ist zwar bei den Druckmessungen in dieser Arbeit auf einige Sekunden begrenzt, trotzdem können die etwa 1000 Messungen mit den damit verbundenen Temperaturzyklen

³Dieser Mechanismus entspricht im übertragenen Sinne der Diffusion über Zwischengitterplätze in kristallinen Werkstoffen.

von 125 bis 175 °C und den erreichten Stromdichten von etwa $3 \cdot 10^6$ A/cm² zu Widerstandsdriften führen. Im Allgemeinen wäre durch Elektromigration aber eine Widerstandserhöhung zu erwarten. Aus der Literatur [44, 48] sind aber auch Beispiele für Al-Ti-Schichtsysteme und Sn-Dünnschichtwiderstände bekannt, in denen eine elektromigrationsinduzierte Widerstandsverringering stattfindet. Vorstellbar ist außerdem ein thermomechanisch induziertes Auflösen von Ausscheidungen in der AlSiCu-Legierung der Dünnschichtwiderstände und einer damit verbundenen Widerstandsverringering.

In Abschnitt 2.5.2 ist dargestellt, dass der aus der Widerstandsdrift resultierende Fehler in der Temperaturbestimmung unter Annahme eines stabilen Temperaturkoeffizienten bei -0,6 K liegt. Dies führt zu einer Überbewertung des Druckes in der Sensorkavität. Der gemessene Druckanstieg ist demnach mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht real, sondern durch die nachgewiesenen Widerstandsdriften der Heizmäander als Messfehler zu interpretieren. Diese Interpretation wird durch die aus dem Druckanstieg ermittelten Gaspermeabilitätskonstanten gestützt, die im Gegensatz zu den Werten für Helium weit über den Angaben für Silikatgläser liegen (vgl. Tabelle 2.3). Auf eine quantitative Auswertung des Fehlers wird verzichtet, da eine mögliche Drift des Referenzwiderstandes und des Temperaturkoeffizienten unbekannt und damit eine Ermittlung des Fehlers in der tatsächlich eingestellten Übertemperatur des Heizers nicht möglich ist.

Konservative Abschätzung der Langzeithermetizität Für eine Berechnung der Langzeithermetizität können formal die Gaspermeabilitätskonstanten aus den Dichtheitsuntersuchungen mit Stickstoff herangezogen werden (vgl. Abschnitt 2.5.2). Diese Vorgehensweise ist in jedem Falle konservativ, weil der Druckanstieg, wie oben beschrieben, durch die auftretenden Widerstandsdriften überbewertet wird. Da die Permeationsrate nur für die Messtemperatur von 125 °C bekannt ist, wird die Auswertung unter der zusätzlich konservativen Annahme durchgeführt, dass das Sensorgehäuse über seine gesamte Einsatzdauer einer Temperatur von 125 °C ausgesetzt ist. Die Berechnung des unter dieser Bedingung zu erwartenden Druckanstiegs für einen Bosch-Drehratensensor nach Gleichung 3.5 ergibt unter Berücksichtigung des Mittelwertes der beiden bestimmten Gaspermeabilitätskonstanten (vgl. Tabelle 2.3) für eine Einsatzdauer von 15 Jahren einen Wert von etwa 50 Pa und liegt damit unterhalb der geforderten 100 Pa (siehe Abschnitt 1.1). Selbst unter diesen extrem konservativen Annahmen ist die Stickstoffpermeation für die Langzeitzuverlässigkeit von Glas-Frit gebondeten Drehratensensoren demnach unkritisch. Vielmehr ist davon auszugehen, dass der reale Druckanstieg Größenordnungen unter dem hier angegebenen Wert liegt. Führt man eine vergleichbare Rechnung für aus der Literatur bekannte maximale Stickstoffpermeationsraten für Silikatgläser durch [71]⁴, ergibt sich lediglich ein Druckanstieg von

⁴Die maximale Permeationsrate wurde in der Quelle bei einer Temperatur von 700 °C bestimmt.

etwa 0,2 Pa (vgl. Abbildung 2.16 links).

Im rechten Teil der Abbildung 2.16 ist der Einfluss der Bondrahmenbreite auf die Gaspermeation dargestellt. Selbst unter den genannten sehr konservativen Annahmen könnte nach den in dieser Arbeit bestimmten Gaspermeationsraten für Stickstoff die Rahmenbreite auf etwa 250 μm gesenkt werden.

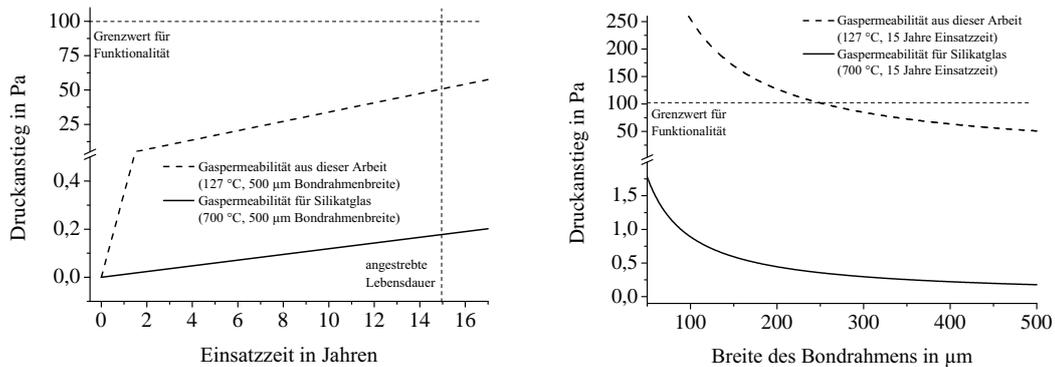


Abbildung 2.16: Vergleichende Darstellung des Druckanstieges in einem typischen Glas-Frit gebondeten Inertialsensorgehäuse, berechnet mit Hilfe der in dieser Arbeit ermittelten Daten für die Gaspermeabilität der Glasschicht und der Daten für Silikatglas; *links*: Druckentwicklung über die Zeit, *rechts*: Abhängigkeit von der Bondrahmenbreite

Neben Stickstoff ist auch Sauerstoff mit einem beträchtlichen Partialdruck von etwa $2,1 \cdot 10^4$ Pa in der Atmosphäre vertreten. Auch für Sauerstoff liegen, ähnlich wie für Stickstoff, in der Literatur kaum Gaspermeationsdaten für Gläser vor. In [60] konnte für Silikatgläser keine Sauerstoffpermeation nachgewiesen werden. In [55] wurde festgestellt, dass Sauerstoff als Molekül durch Silikatglas permeiert und die Permeationsraten auf Grund der Größe des Sauerstoffmoleküls gering sind. Der Nachweis, dass auch die Sauerstoffpermeation unkritisch für die Lebensdauer Glas-Frit gebondeter MEMS-Gehäuse ist, könnte mit dem in dieser Arbeit verwendeten Verfahren durch die Verwendung von Druckluft anstelle des Stickstoffs erbracht werden.

3

Bruchmechanische Lebensdaueranalyse Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren

Das Thema des vorangegangenen Kapitels war die Zuverlässigkeit der Glas-Frit Bondverbindung hinsichtlich ihrer Gaspermeabilität. In den folgenden Abschnitten soll nun das Entstehen eines Lecks durch zeitabhängiges bruchmechanisches Versagen des Bondrahmens betrachtet werden. Das Hauptaugenmerk wird dabei auf das unterkritische Risswachstum in der Glas-Frit Bondschicht während der Lebensdauer gerichtet.

Für die bruchmechanische Zuverlässigkeitsanalyse ist es von entscheidender Bedeutung, die Materialkennwerte für das unterkritische Risswachstum und die Bruchzähigkeit sowie deren Abhängigkeiten von den Umgebungsbedingungen und Prozessparametern zu bestimmen. Nach einer Einführung in die für die Arbeit relevanten theoretischen Grundlagen der Bruchmechanik erfolgt deshalb zunächst eine Beschreibung der entwickelten bzw. umgesetzten Messverfahren. Im Anschluss werden die Messergebnisse dargestellt und ausführlich hinsichtlich ihrer Bedeutung für die Zuverlässigkeit diskutiert. Zum Abschluss der Arbeit wird an einem praxisnahen Beispiel eine mögliche Vorgehensweise für die Bewertung der bruchmechanischen Zuverlässigkeit basierend auf den ermittelten Materialeigenschaften und Finite Elemente-Simulationen dargestellt. Um die geschlossene Darstellung dieses Teils der Arbeit zu ermöglichen, werden Ergebnisse und Diskussion zu diesem Beispiel in einem gesonderten Abschnitt aufgeführt.

3.1 Bruchmechanische Beschreibung von Glas-Frit Bondschichten

3.1.1 Grundlegende Konzepte der linear-elastischen Bruchmechanik

Die zuverlässige Auslegung mechanisch belasteter Systeme erfolgt in den heutigen Ingenieurwissenschaften nach zwei grundsätzlich unterschiedlichen Ansätzen. Der erste und historisch bedeutend ältere Ansatz beruht auf der Erfahrung, dass ein Material versagt, wenn die äußere Belastung einen kritischen Wert überschreitet. Dieser Wert ist charakteristisch für ein Material und wird als dessen Festigkeit bezeichnet. Die Auslegung des Bauteils bzw. Systems erfolgt also derart, dass die während des Einsatzes maximal auftretende Belastung σ_L kleiner als die Festigkeit σ_c des verwendeten Materials ist:

$$\sigma_L < \sigma_c \quad (3.1)$$

Dieser Ansatz ist schematisch im linken Teil der Abbildung 3.1 dargestellt. Er ist normalerweise auch dann noch anwendbar, wenn man berücksichtigt, dass jedes Material intrinsische Defekte aufweist, die in ihrer Größe, Form und Lage statistisch, aber für das Material typisch verteilt sind. Diese Defekte sind die Ursache dafür, dass bei spröde versagenden Materialien die experimentell ermittelte Festigkeit stets um Größenordnungen kleiner ist als der aus der Bindungsenergie der Atome vorhergesagte theoretische Wert. Gleichzeitig sind sie dafür verantwortlich, dass die gemessenen Festigkeiten einer gewissen ebenfalls materialspezifischen Streuung unterliegen. Bei Verwendung des Festigkeitskonzeptes aus Gleichung 3.1 wird dem gewöhnlich durch Festsetzung eines Sicherheitsfaktors, mit dem die Belastung σ_L multipliziert wird, Rechnung getragen.

Das Festigkeitskonzept verliert seine Gültigkeit, wenn z.B. während der Verarbeitung des Materials Defekte entstehen, die in ihrer festigkeitsmindernden Wirkung die materialintrinsischen Defekte übersteigen. Der zweite, etwa seit Anfang des 20. Jh. bestehende Ansatz der linear-elastischen Bruchmechanik beinhaltet deshalb neben den zwei das Verhältnis von Materialfestigkeit und äußerer Last beschreibenden Größen eine dritte Variable, die Defektgröße a (Abbildung 3.1 rechts). Für die Beschreibung der Belastung an der Rissspitze und des entsprechenden Versagens-(Bruch-)kriteriums kommen zwei verschiedene, in ihrer Aussage äquivalente Konzepte zum Einsatz:

Das *erste* Konzept der Energiefreisetzungsrate G besagt, dass ein Riss wächst, wenn die Änderung der potenziellen Energie Π mit der Rissuferfläche $d\Pi/dA$ eines rissbehafteten Systems eine kritische Größe überschreitet. Der Begriff Rate bezieht sich hier nicht auf die Zeit, sondern auf die durch das Risswachstum zu erzeugende Oberfläche A . Für einen ideal spröden Werkstoff ist demnach die kritische Energiefreisetzungsrate G_c gegeben durch die doppelte Oberflächenenergie

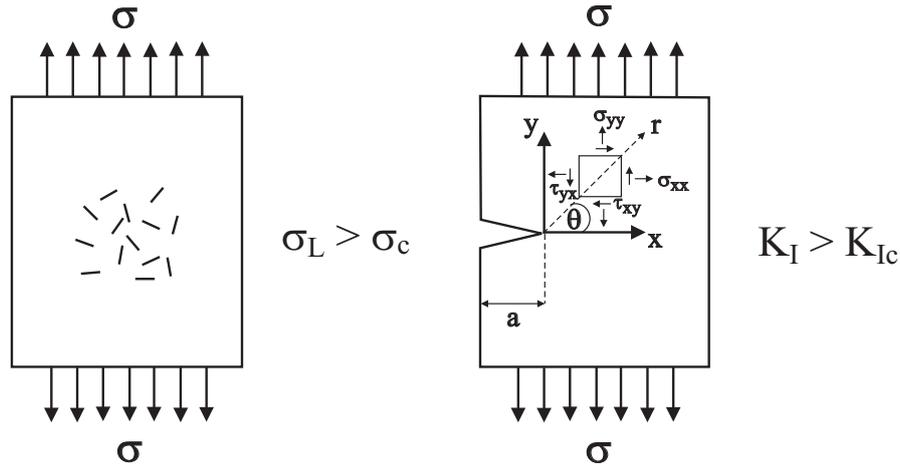


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der verschiedenen Versagenskriterien; *links:* die Festigkeitshypothese, *rechts:* das K-Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik

γ des Materials:

$$G = -\frac{d\Pi}{dA}; \quad G_c = 2\gamma \quad (3.2)$$

Das *zweite* Konzept der K-Faktoren bzw. Spannungsintensitäten bedient sich der Beschreibung des Spannungsfeldes um eine Rissspitze. Die analytischen Lösungen der Spannungen σ_{ij} und Verschiebungen u_i in der Nähe eines Risses mit einem zylindrischen Koordinatensystem in der Rissspitze (siehe Abbildung 3.1 rechts) können in einfacher, allgemeiner Form durch die Gleichungen 3.3 und 3.4 angegeben werden. Da die Spannungen direkt an der Spitze unendlich bzw. die Verschiebungen 0 werden, betrachtet man den Grenzfall für kleine Abstände r von der Rissspitze:

$$\lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij} = K_{I,II,III} \cdot \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}^{I,II,III}(\theta) \quad (3.3)$$

$$\lim_{r \rightarrow 0} u_i = \frac{K_{I,II,III}}{2E} \cdot \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot f_i^{I,II,III}(\theta) \quad (3.4)$$

Hierin bezeichnen die großen römischen Indizes I , II und III die Modi der äußeren Belastung, wobei I für reine Zugbelastung, II für eine Scherung in und III für eine Scherung aus der Ebene heraus stehen. Die Winkelfunktionen $f_{i,j}^{I,II,III}$ können der Literatur entnommen werden [7].

Die Faktoren $K_{I,II,III}$ beinhalten ausschließlich die äußeren Randbedingungen wie z.B. die Geometrie und die Belastung des Systems. Von ihnen hängt die „Intensität“ der $1/\sqrt{r}$ -Singularität an der Rissspitze ab. Die Belastungssituation des Risses ist also durch die K-Faktoren, die auch als Spannungsintensitätsfaktoren bezeichnet werden, vollständig beschrieben. Es ist deshalb naheliegend, wie auch

bei den anderen Konzepten eine materialspezifische kritische Größe für die Spannungsintensität K_c anzugeben, oberhalb derer das Material versagt bzw. der Riss wächst. In der Praxis wird als Bruchzähigkeit eines Materials dabei meist der kritische Modus I Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} angegeben. Die K-Faktoren eines rissbehafteten Systems sind in der Regel durch eine Beziehung der Art

$$K = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y(a) \quad (3.5)$$

gegeben, wobei bei überlagernden Belastungszuständen die K-Faktoren des selben Belastungsmodus nach dem Superpositionsprinzip addiert werden können. In der Praxis ist trotz dieser Möglichkeit, komplizierte Geometrie- und Lastfälle in einfachere Teillösungen aufzuschlüsseln, die analytische Bestimmung der Geometriefunktion Y nur für einfache Beispiele möglich. Deshalb spielen numerische Lösungsverfahren in der Bruchmechanik eine besondere Rolle. Auf sie wird in Abschnitt 3.1.5 eingegangen.

Die Äquivalenz der bruchmechanischen Ansätze der Irwischen Energiefreisetzungsrate und des K-Konzeptes für linear-elastische Probleme ist in der Literatur gezeigt [46] und drückt sich in folgender, die beiden Größen G und K ineinander überführenden Beziehung aus:

$$G = \frac{K_I^2}{E'} + \frac{K_{II}^2}{E'} + K_{III}^2 \cdot \frac{1 + \nu}{E} \quad (3.6)$$

mit $E' = E$ für den ebenen Spannungszustand und $E' = E/(1 - \nu^2)$ für den ebenen Dehnungszustand. E und ν bezeichnen hier den Elastizitäts-Modul und die Querkontraktionszahl des Materials. Gleichung 3.6 zeigt auch, dass sich im Gegensatz zu den K-Faktoren die Energiefreisetzungsraten unterschiedlicher Belastungsmoden additiv überlagern.

Durch die dargestellten Konzepte der Energiefreisetzungsraten und der Spannungsintensitätsfaktoren stehen Werkzeuge zur Verfügung, die eine Beanspruchungs- und Versagensanalyse rissbehafteter Bauteile erlauben.

3.1.2 Analyse des Risspfades unter gemischter Beanspruchung

Im vorangegangenen Abschnitt wurden bruchmechanische Kriterien eingeführt, die zur Entscheidung, *ob* ein Riss wächst, herangezogen werden können. In Folgendem sollen die Kriterien vorgestellt werden, die über die *Richtung* des Risswachstums, also den Risspfad, entscheiden. Die Überlegungen werden der Anschaulichkeit halber im Zweidimensionalen durchgeführt, können aber sinngemäß auch auf drei Raumrichtungen übertragen werden.

Es scheint zunächst intuitiv verständlich, dass ein Riss unter vollständig symmetrischen Bedingungen an der Risspitze seine Linie (Ebene), in der er sich befindet, nicht verlassen wird. Das ist darauf zurückzuführen, dass in solch einem Fall der Modus II der Belastung (Scherkräfte in der Ebene) gleich null ist. Ändern wir

die Randbedingungen, z.B. die äußere Belastung, derart, dass die Risssspitze einer gemischten Beanspruchung unterliegt ($K_{II} \neq 0$), so wird der Riss eine Tendenz haben, die bisherige Rissebene zu verlassen. Eine Analyse, in welche Richtung er dies tut, hängt von der konkreten Belastungssituation ab und kann am einfachsten an einer Konfiguration untersucht werden, wie sie in Abbildung 3.2 links dargestellt ist.

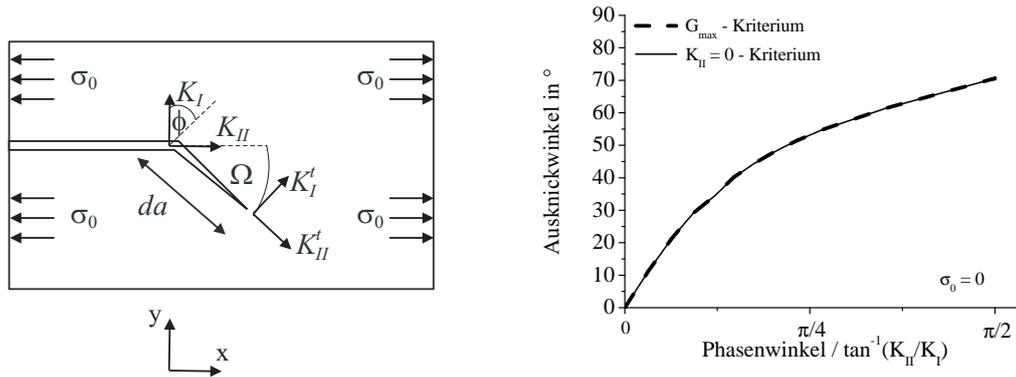


Abbildung 3.2: Prinzipdarstellung der Analyse des Richtungswechsels eines Risses unter gemischter Beanspruchung (*links*) und Vergleich der resultierenden Ergebnisse für zwei Richtungskriterien in Abhängigkeit der Beanspruchungssituation (*rechts*)

Unter der Annahme, dass sich durch das Ausknicken des Risses um eine infinitesimale Länge da das Spannungsfeld um die ursprüngliche Risssspitze nicht ändert, können für eine solche Konfiguration die Spannungen an der neuen Spitze durch eine geeignete Tensortransformation der Spannungen des Hauptrisses ermittelt werden, die sich aus Gleichung 3.3 ergeben. Für die Spannungsintensitätsfaktoren der neuen Risssspitze ergeben sich dann folgende Beziehungen:

$$K_I^t = K_I \cdot f_{\theta\theta}^I(\theta = \Omega) + K_{II} \cdot f_{\theta\theta}^{II}(\theta = \Omega) \quad (3.7)$$

$$K_{II}^t = K_I \cdot f_{r\theta}^I(\theta = \Omega) + K_{II} \cdot f_{r\theta}^{II}(\theta = \Omega) \quad (3.8)$$

Hierin sind $f_{ij}^{I,II}$ durch geeignete Koordinatentransformation direkt aus Gleichung 3.3 bestimmbar. Die Energiefreisetzungsrate des ausgeknickten Risses G^t kann anschließend wieder durch Gleichung 3.6 bestimmt werden.

Wegen ihrer besonderen Bedeutung für die Untersuchungen in dieser Arbeit soll an dieser Stelle noch auf die Berücksichtigung von thermischen Spannungen σ_0 in der Ebene eines Schichtsystems von Materialien eingegangen werden. Diese haben einen erheblichen Einfluss auf die Belastungssituation an der ausgeknickten Risssspitze. Ihre Berücksichtigung erfolgt durch einen zusätzlichen Term in Gleichung 3.7 bzw. 3.8, der die nichtsingulären Anteile der Spannungen in x-Richtung

berücksichtigt:

$$K_I^t = K_I \cdot c_1^I(\theta) + K_{II} \cdot c_1^{II}(\theta) + b_1 \sigma_0 \sqrt{da} \quad (3.9)$$

$$K_{II}^t = K_I \cdot c_2^I(\theta) + K_{II} \cdot c_2^{II}(\theta) + b_2 \sigma_0 \sqrt{da} \quad (3.10)$$

Berechnungsansätze zur Ermittlung der Funktionen $c_{1,2}^{I,II}$ werden in [38] vorgeschlagen. Für den Vergleich der mechanischen und thermomechanischen Belastungsanteile an der Risspitze wird der Parameter η eingeführt.

$$\eta = \frac{\sigma_0 \cdot \sqrt{da}}{|K|} \quad (3.11)$$

Zur Ermittlung des Winkels Ω zwischen neuem und ursprünglichem Risspfad werden in der Literatur verschiedene Kriterien vorgeschlagen. Die beiden am häufigsten verwendeten seien hier kurz aufgeführt: Das Kriterium der lokalen Symmetrie geht davon aus, dass ein Riss immer in die Richtung wachsen wird, in der lokal die Modus II -Komponente des Spannungsintensitätsfaktors gleich null wird. Diese Bedingung wurde bei der Begründung der Stabilität des Risspfades unter reiner Modus I -Belastung bereits vorweggenommen. Das Kriterium der maximalen Energiefreisetzungsrates geht davon aus, dass der Riss eine Richtung einnimmt, in der G maximal wird. Nach [38] impliziert das letztere ebenfalls die Bedingung, dass K_{II} an der Risspitze null wird und beide Kriterien sind äquivalent. Für die Bestimmung des Ausknickwinkels können mit Hilfe der Gleichungen 3.3, 3.6 und 3.8 beide Kriterien für verschiedene Belastungssituationen und Winkel geprüft werden. Die Belastungssituation an der Risspitze ist durch den Phasenwinkel

$$\phi = \tan^{-1} \left(\frac{K_{II}}{K_I} \right) \quad (3.12)$$

charakterisiert. Tatsächlich sind rechnerisch nur minimale, experimentell nicht nachweisbare Unterschiede der beiden Ansätze vorhanden (vgl. Abbildung 3.2 rechts).

Die beschriebene Vorgehensweise ist in akzeptabler Näherung nur für ein Wachstumsintervall da auf dem Risspfad gültig. Schon für den zweiten Schritt wäre eine Berechnung des Spannungsfeldes für eine geknickte Risskonfiguration nötig, für die keine einfachen analytischen Lösungen existieren [38]. Reale Risspfade müssen deshalb in der Praxis mit aufwendigen numerischen Simulationen berechnet werden. Trotzdem ist der vorgestellte Ansatz ein wichtiges Instrument für das Verständnis experimentell ermittelter Risspfade.

3.1.3 Stabilität des Risspfades in einer spröden Zwischenschicht

Wie im vorangegangenen Abschnitt dargestellt, wird sich ein Riss in einem isotropen Festkörper während seines Wachstums einen Risspfad suchen, der die Bedingung $K_{II} = 0$ bzw. $G = G_{max}$ erfüllt. Nach Cotterell und Rice [19] und Chen und

Dillard [14] hängt jedoch die Richtungsstabilität des Risses maßgeblich vom Vorzeichen des nichtsingulären Terms in den Gleichungen 3.9 und 3.10 ab. So können bei reiner Modus I -Belastung durch Spannungen in der Rissebene Abweichungen vom Risspfad begünstigt bzw. unterdrückt werden. Vereinfacht ausgedrückt gilt, dass die Wachstumsrichtung eines gerade verlaufenden Risses von einem Zugspannungsfeld ($\sigma_0 > 0$) parallel zur Risswachstumsrichtung destabilisiert und von einem Druckspannungsfeld ($\sigma_0 < 0$) stabilisiert wird. Dies ist bei Betrachtung von Abbildung 3.2 links anschaulich klar. Ein Riss, der durch eine geringe Störung von seinem ursprünglich geraden Pfad abweicht, erfährt durch ein Zugspannungsfeld eine zusätzliche Öffnung der Risspitze, während ein Druckspannungsfeld schließend auf die Risspitze wirkt.

Fleck und Hutchinson haben in [28] mögliche Risspfade in einer spröden Klebeverbindung zwischen zwei elastischen Substraten untersucht. Die für diese Arbeit relevanten Ergebnisse sollen hier qualitativ zusammengefasst werden.

Betrachtet wird eine symmetrische Probe mit einer Klebeschicht unter äußerer Modus I -Belastung. Für einen Riss, der sich nicht in der Symmetrieebene der Probe befindet, ergeben sich in Abhängigkeit der inhärenten Spannungen in der Klebeschicht die in Abbildung 3.3 dargestellten Möglichkeiten für das weitere Risswachstum.

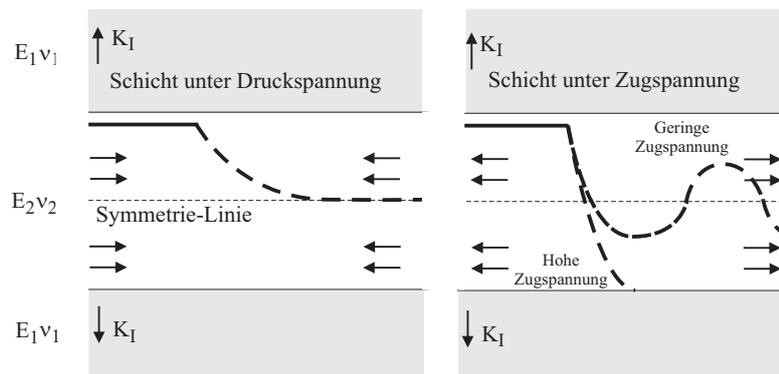


Abbildung 3.3: Einfluss der Schichtspannungen auf mögliche Risspfade eines Risses unter äußerer Modus I -Belastung

Sowohl bei Druck- als auch bei Zugspannungen in der Schicht wird der Riss zunächst auf Grund des Modus II -Anteils der Belastung an der Spitze in Richtung der Symmetrieebene der Probe, also der Ebene mit $K_{II} = 0$, wachsen¹. Steht die Schicht unter Druckspannung, so wird der Pfad entlang dieser Ebene stabilisiert (vgl. Abbildung 3.3 links). Steht die Schicht unter Zugspannung, so gibt es in

¹Die Richtung des Wachstums hängt von den elastischen Eigenschaften der Schichten und damit von den Dundurs-Parametern ab (vgl. 3.13 und 3.14). Bei bestimmten Kombinationen dieser Parameter kann auch ein Wachstum in Richtung der Grenzfläche erfolgen. Auf diese Fälle wird hier nicht näher eingegangen, da sie für die Arbeit nicht relevant sind. Eine vollständige Darstellung ist in [28] zu finden.

Abhängigkeit des Verhältnisses der Belastungen durch die Schichtspannung zur äußeren Belastung zwei mögliche Risspfade. Für kleine Schichtspannungen wird der Pfad in der Symmetrieebene der Probe verlaufen. Die destabilisierende Wirkung der Zugspannungen führt jedoch bei der kleinsten Störung im Material zu einer Abweichung von diesem Pfad. Anschließend wird der Riss durch den erneut auftretenden K_{II} -Anteil wieder zur Probenmitte getrieben. Es kommt zu einem um die Symmetrieebene oszillierenden Risspfad. Sind die Zugspannungen in der Schicht groß, dann reicht deren destabilisierende Wirkung aus, den Riss bis zur gegenüberliegenden Grenzfläche zu treiben.

3.1.4 Bruchmechanik von Grenzflächenrissen

Im Falle eines Risses in der Grenzfläche zweier Materialien ist die Beanspruchung an der Risspitze selbst bei symmetrischer Belastung und Geometrie durch die im Normalfall unterschiedlichen elastischen Eigenschaften der Werkstoffe gemischt. Bei der Berechnung des Spannungsfeldes der Spitze eines Grenzflächenrisses kommen drei nach Dundurs benannte Parameter zum Tragen, die die Verhältnisse bzw. die Fehlanpassung der elastischen Eigenschaften beschreiben [24]. Sie sollen zur besseren Übersicht zu Beginn dieses Abschnitts eingeführt werden:

$$\alpha = \frac{E'_1 - E'_2}{E'_1 + E'_2} \quad (3.13)$$

$$\beta = \frac{1}{2} \cdot \frac{\mu_1(1 - 2\nu_2) - \mu_2(1 - 2\nu_1)}{\mu_1(1 - \nu_2) + \mu_2(1 - \nu_1)} \quad (3.14)$$

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left(\frac{1 - \beta}{1 + \beta} \right) \quad (3.15)$$

E , ν und μ bezeichnen hierin den Elastizitätsmodul, die Querkontraktionszahl und den Schubmodul der beiden aneinander grenzenden Materialien 1 und 2. Die Lösungen des Spannungsfeldes am Grenzflächenriss sind kompliziert und können durch einen auf Rice zurückzuführenden Ansatz mit Hilfe eines komplexen Spannungsintensitätsfaktors

$$K = K_1 + iK_2 \quad (3.16)$$

angegeben werden (Abbildung 3.4) [38].

Für die Darstellung der Lösung und ihrer detaillierten Diskussion sei hier auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen [38, 19, 70]. Eine Übersicht über verschiedene Klassen grenzflächen-bruchmechanischer Probleme und deren Lösungsansätze in Halbleiterverpackungen ist in [53] zu finden. An dieser Stelle sollen nur eine Besonderheit dieser Lösung und deren Konsequenz für die Behandlung von Grenzflächen betrachtet werden. Die Schwierigkeit der allgemeinen Spannungsfeldlösungen

$$\sigma_{yy} + i\sigma_{xy} = \frac{K_1 + iK_2}{\sqrt{2\pi r}} r^{i\epsilon} \quad (3.17)$$

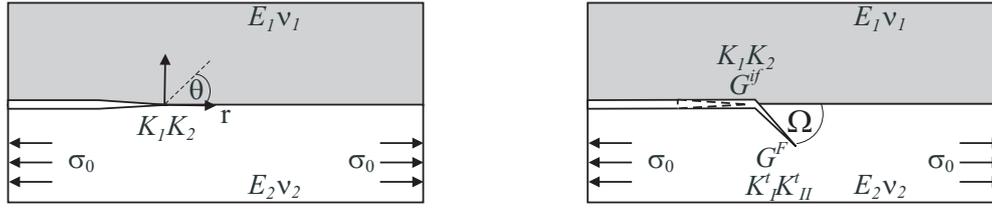


Abbildung 3.4: Schemata für einen durch den komplexen Spannungsintensitätsfaktor charakterisierten Grenzflächenriss (*links*) und Ausknickanalyse in Analogie zum isotropen Festkörper (vgl. Abbildung 3.2 links) (*rechts*)

besteht darin, dass sie *oszillierende* Singularitäten der Art

$$\frac{1}{\sqrt{r}} \cdot r^{i\epsilon} = \frac{1}{\sqrt{r}} \cdot (\cos(\epsilon \ln r) + i \sin(\epsilon \ln r)) \quad (3.18)$$

enthalten. Das bedeutet zum einen eine mögliche (physikalisch nicht sinnvolle) Durchdringung der Rissufer in der Nähe der Rissspitze. Zum anderen ist für den realen und den imaginären Belastungsanteil K_1 und K_2 keine herkömmliche Unterscheidung der Belastungsmoden möglich, wie sie beim Riss im isotropen Festkörper definiert wurden (vgl. Abschnitt 3.1.1). Beide Anteile enthalten nicht trennbare Belastungen des Modus *I* und *II*.

Ein Sonderfall ergibt sich für Materialkombinationen mit $\beta = 0$ ($\nu_1 = \nu_2 = 0,5$). In diesem Fall wird auch die in Gleichung 3.18 vorkommende Spannungsozillationskonstante $\epsilon = 0$ und die oben beschriebenen Schwierigkeiten treten nicht auf. Insbesondere können K_1 und K_2 in derselben Weise wie die Spannungsintensitätsfaktoren im homogenen Material K_I und K_{II} interpretiert werden. Aus diesem Grund wird in der Literatur immer wieder darauf hingewiesen, dass die Klarheit der Interpretation der Ergebnisse für $\beta = 0$ meist die geringen Ungenauigkeiten bei einer Vereinfachung der realen Gegebenheiten auf diesen Fall rechtfertigt [27, 32, 38]. Bei der späteren Analyse der experimentellen Ergebnisse werden wir jedoch sehen, dass diese Vereinfachung nicht immer getroffen werden kann.

Die Analyse des Risspfades beschränkt sich im Fall eines Grenzflächenrisses zunächst auf ein mögliches Ausknicken des Risses aus der Grenzfläche in eines der beiden Materialien. Hierfür ist analog zum Vorgehen im isotropen Material (vgl. Abschnitt 3.1.2) das Verhältnis von „Modus 1“ und „Modus 2“ entscheidend. Da die Oszillation der Spannungen beim Grenzflächenriss das Verhältnis der Anteile, wenn auch nur schwach, variieren lässt, ist es nötig, durch Einführung eines Längenmaßes x das Verhältnis in einem bestimmten Abstand von der Rissspitze zu definieren [38]:

$$\Phi = \tan^{-1} \left(\frac{K_2 x^{i\epsilon}}{K_1 x^{i\epsilon}} \right) \quad (3.19)$$

Die Wahl von x ist prinzipiell beliebig und Phasenwinkel Φ für verschiedene x können leicht ineinander umgerechnet werden [38, 78].

Die Analyse, ob der Riss die Grenzfläche verlässt, erfolgt durch ein energetisches Kriterium. So muss für ein Ausknicken das Verhältnis der kritischen Energiefreisetzungsrate der Grenzfläche G_c^{if} und der Energiefreisetzungsrate des Risses in der Grenzfläche G^{if} kleiner sein als das Verhältnis dieser Größen im Festkörper:

$$\frac{G_c^{if}}{G^{if}} > \frac{G_c^F}{G_{max}^F} \quad (3.20)$$

G_{max}^F bezeichnet dabei die Energiefreisetzungsrate im Festkörper unter dem Ausknickwinkel Ω , der sie maximiert (Kriterium der maximalen Energiefreisetzungsrate, vgl. Abschnitt 3.1.2). Die Vorgehensweise zur Bestimmung von G_{max}^F ist analog zum Vorgehen im isotropen Festkörper. Sie erfolgt über die Bestimmung der Spannungsintensitätsfaktoren an der Spitze des ausgeknickten Risses durch geeignete Transformation der Lösungen des Grenzflächenrisses:

$$K_I^t + iK_{II}^t = c(\Omega, \alpha, \beta) \cdot K a^{i\epsilon} + \bar{d}(\Omega, \alpha, \beta) \cdot \bar{K} a^{i\epsilon} + b(\Omega, \alpha, \beta) \sigma_0 \sqrt{da} \quad (3.21)$$

Hierin bezeichnen b , c und \bar{d} von der elastischen Fehlanpassung der Materialien abhängige komplexwertige Funktionen, deren recht aufwendige numerische Ermittlung in [33] detailliert beschrieben wird. In Anhang B.1 sind die an das Materialsystem Sealglas – Silizium angepassten Funktionen dargestellt. Die Bestimmung von G_{max}^F aus $K_I^t + iK_{II}^t$ kann mit Hilfe von Gleichung 3.6 durchgeführt werden, da die Risspitze sich nach dem Ausknicken nicht mehr in der Grenzfläche befindet. Zur Berechnung von G^{if} muss Gleichung 3.22, die sich für $\beta = 0$ auf Gleichung 3.6 reduziert, herangezogen werden [38].

$$G^{if} = \frac{1 - \beta^2}{E^*} (K_1^2 + K_2^2) \quad (3.22)$$

mit

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{E_1'} + \frac{1}{E_2'} \right) \quad (3.23)$$

Mit Hilfe des Verhältnisses von G^{if}/G_{max}^F sind wir nun in der Lage, für verschiedene Belastungssituationen das Verhältnis der kritischen Energiefreisetzungsraten bzw. Bruchzähigkeiten von Festkörper und Grenzfläche zu bestimmen, unter denen ein Riss die Grenzfläche tendenziell verlassen wird.

3.1.5 Numerische Methoden der Bruchmechanik

In Abschnitt 3.1.1 wurde erläutert, dass auf Grund der komplexen Geometrie- und Belastungsverhältnisse in realen Bauteilen die Ermittlung des Spannungsintensitätsfaktors meist numerisch erfolgen muss. Hierfür stehen verschiedene Methoden zur Verfügung. Die bekanntesten sind die Finite Elemente und die Boundary Element Methode (FEM, BEM). Wegen des breiten in der Fachliteratur vorhandenen Erfahrungsschatzes zum Lösen bruchmechanischer Problemstellungen mittels

FEM kommt in dieser Arbeit mit der kommerziell erhältlichen Software Ansys ein FEM-basiertes Werkzeug zum Einsatz. Dieser Abschnitt soll dazu dienen, das Prinzip der beiden verwendeten Ansätze zur Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren bzw. Energiefreisetzungsraten an einer Risssspitze aus den Lösungen einer FE-Rechnung zu skizzieren.

Um die typische $1/\sqrt{r}$ -Singularität (vgl. Gleichung 3.3) des Spannungsfeldes in der Nähe der Risssspitze mittels FEM abbilden zu können, müssen im FE-Netz an der Risssspitze Elemente mit quadratischer Näherungsfunktion, also mit einem Knoten auf der Elementkante gewählt werden, welcher auf eine Viertel-Punkt-Lage verschoben ist [7] (Abbildung 3.5).

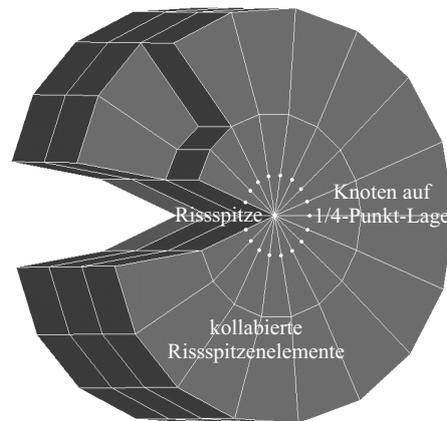


Abbildung 3.5: Darstellung eines typischen FE-Risszylinders, der in den Simulationen der vorliegenden Arbeit verwendet wird. Die Rissspitzenelemente sind kollabierte 20-Knoten-Elemente, deren Mittelknoten auf eine Viertel-Punkt-Lage verschoben sind.

Der erste in dieser Arbeit verwendete Ansatz ist in Ansys implementiert und ist deshalb ohne eigene Auswerterroutinen verwendbar. Er beruht auf der Lösung des Verschiebungsfeldes in der Nähe der Risssspitze (vgl. Gleichung 3.4). Die Verschiebungen der Eck- und Viertelknoten der Rissspitzenelemente werden hierzu auf die Risssspitze extrapoliert [8]. Dieser Ansatz ist jedoch auf Grund der Komplexität der Lösungen für Grenzflächenrisse nur bedingt anwendbar. Deshalb wird in dieser Arbeit zusätzlich der Ansatz des virtuellen Risssschließens verwendet, der in [66, 45] detailliert beschrieben ist. Er geht auf das Irwinsche Rissschließungsintegral zurück. Die Methode beruht auf der Annahme, dass die Energie, die zur Öffnung eines Risses um die Länge da benötigt wird, gleich der Energie ist, die frei wird, wenn der Riss sich um dieselbe Länge schließt. Die zur Berechnung der Energie benötigten Größen Kraft und Verschiebung können direkt aus den FE-Lösungen gewonnen werden. Virtueller bedeutet hier, dass man zusätzlich davon ausgeht, dass sich das Spannungsfeld um die Risssspitze bei einer sehr kleinen Verlängerung des Risses nicht signifikant ändert. Unter dieser Annahme können die notwendigen Größen aus der Lösung einer einzigen Simulation gewonnen werden. Eine

zweite Lösung mit einer veränderten Risslänge ist nicht nötig. Die Kräfte werden an den Knoten vor und die Verschiebungen an den Knoten hinter der Risspitze bestimmt. Diese Vorgehensweise ist universell gültig und deshalb auch für Grenzflächenrisse anwendbar. Die Umrechnung der so ermittelten moden-getrennten Energiefreisetzungsraten in den komplexen Spannungsintensitätsfaktor ist in [17] beschrieben.

3.1.6 Unterkritisches Risswachstum

Bei den Betrachtungen in Abschnitt 3.1.1 erfolgte die Versagensbeurteilung (Versagen eines Bauteils bzw. Wachstum eines Risses) immer an Hand eines kritischen materialspezifischen Belastungsparameters (σ_F, K_{Ic}, G_c). Das bedeutet, dass die Bauteilauslegung basierend auf diesen Kriterien lediglich unter dem Aspekt erfolgt, dass die Belastung während der Lebensdauer einen kritischen Wert nicht übersteigen darf. Für gewöhnlich erfolgt die Bestimmung der kritischen Materialparameter im Labor unter kurzzeitigen Belastungen. Eine Zeitabhängigkeit wird dabei nicht betrachtet. Viele Materialien zeigen jedoch eine Zeitabhängigkeit der Festigkeit, die für die Zuverlässigkeit der Bauteile über die Lebensdauer eine entscheidende Rolle spielt.

Bei Gläsern, Keramiken, Polymeren und einigen Metallen macht man die Beobachtung, dass ein Riss auch bei statischen Belastungen, die deutlich unterhalb der Bruchzähigkeit liegen, mit endlicher Geschwindigkeit wächst. Man spricht deshalb auch von unterkritischem Risswachstum. Für Gläser konnten Wiederhorn [81], Michalske [50] und andere zeigen, dass dieses Phänomen auf ein korrosives Aufspalten der mechanisch hoch belasteten Atombindungen an der Risspitze zurückzuführen ist. Die Korrosionsreaktion führt dabei in Form eines chemischen Potenzials zu einem geringeren Energieaufwand, der für das Aufspalten der Atombindungen erforderlich ist. Das unterkritische Risswachstum ist demnach von der Präsenz eines korrosiven Mediums in der Umgebung abhängig. Unter konstanten Bedingungen ergibt sich eine Abhängigkeit von der Spannungsintensität an der Risspitze:

$$v = \frac{da}{dt} = f(K_I) \quad (3.24)$$

v bezeichnet die Risswachstumsgeschwindigkeit. Sie wird nur in Abhängigkeit des Modus I der Spannungsintensität betrachtet, da bei reiner Modus II - bzw. III -Belastung theoretisch keine Rissöffnung auftritt und das korrosive Medium nicht zur Risspitze gelangen kann [9].

Im linken Teil der Abbildung 3.6 ist eine für Gläser typische Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von der Modus I -Spannungsintensität qualitativ dargestellt. Die Risswachstumskurve lässt sich schematisch in drei sich in ihrer Abhängigkeit der Geschwindigkeit von der Spannungsintensität unterscheidenden Bereiche einteilen.

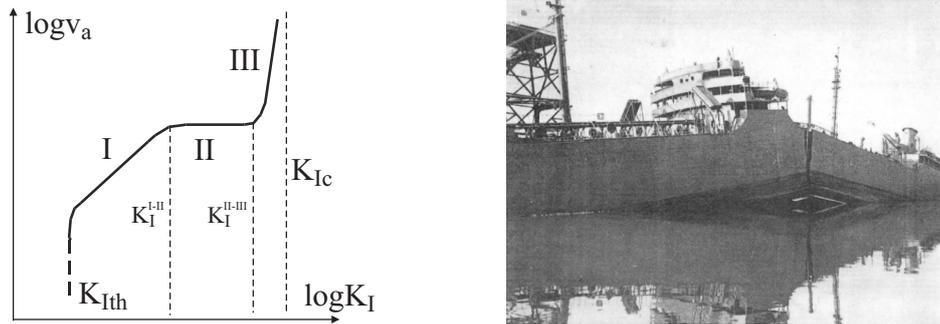


Abbildung 3.6: Qualitative Darstellung einer für Gläser und Keramiken typischen dreiteiligen Kurve für unterkritisches Risswachstum in feuchter Atmosphäre *links* und eines der populärsten Beispiele für bruchmechanisches Versagen durch langsames Risswachstum sind die Liberty-Frachter aus dem zweiten Weltkrieg *rechts*. Ursächlich für die katastrophalen Schäden an 970 Schiffen waren hier wahrscheinlich Risse in mangelhaften Schweißnähten. Erschwerend kam der duktil-spröd-Übergang des verwendeten Stahls in kaltem Wasser hinzu.

Durch eine Analyse der Reaktionsraten des Korrosionsprozesses an der Risspitze und der Transportgeschwindigkeiten des korrosiven Mediums zur Risspitze ergeben sich nach Wiederhorn et al. [81] folgende Interpretationen für die Bereiche I und II². Im Bereich I der Risswachstumskurve ist die Wachstumsgeschwindigkeit gering. Sie wird durch die Rate der Korrosionsreaktion limitiert. Diese hängt wiederum von der Temperatur, der Konzentration des korrosiven Mediums und der mechanischen Belastung an der Risspitze ab. In [81] wird ein für thermisch aktivierte Prozesse typisches, empirisches Modell zur Berechnung des Bereiches I vorgeschlagen:

$$v_I = C_I \cdot \left(\frac{p}{p_0}\right)^q \cdot \exp\left(\frac{K_I b - Q_I}{RT}\right) \quad (3.25)$$

Neben dem Partialdruck p des korrosiven Mediums in der Atmosphäre und dem Atmosphärendruck unter Normalbedingungen p_0 beinhaltet das Modell vier Parameter. Q_I stellt die für eine Arrheniusbeziehung typische Aktivierungsenergie dar, q ist die chemische Ordnung der Korrosionsreaktion und C_I eine Konstante. Der Parameter b setzt sich wie folgt zusammen:

$$b = \frac{2V_a}{3\sqrt{\pi}\rho} \quad (3.26)$$

Er beinhaltet das Aktivierungsvolumen V_a und den Radius der Risspitze ρ .

Das dargestellte Modell für die Risswachstumskurve im Bereich I deckt sich im Wesentlichen mit dem von Lawn in [46] unterbreiteten Modellierungsvorschlag.

²Die Betrachtungen von Wiederhorn et al. erfolgten auf Basis der Reaktion von Wasser an SiO_2 -Bindungen und werden hier verallgemeinert.

Im Bereich II der Risswachstumskurve ist die Reaktionsrate der Korrosionsreaktion so hoch, dass der Transport des korrosiven Mediums zur Risspitze limitierend für die Wachstumsgeschwindigkeit des Risses wird. Eine Erhöhung der mechanischen Belastung an der Risspitze kann dann durch den Mangel des korrosiven Mediums nicht mehr zu gesteigerten Reaktionsgeschwindigkeiten führen und es resultiert das in Abbildung 3.6 links gezeigte Plateau. Die Risswachstumsgeschwindigkeit ist demnach im Bereich II nur noch von der Temperatur und der Konzentration des korrosiven Mediums abhängig:

$$v_{II} = C_{II} \cdot \frac{p}{p_0} \cdot \exp\left(\frac{-Q_{II}}{RT}\right) \quad (3.27)$$

Die Kopplung der Modelle für die Geschwindigkeiten der Bereiche I und II zu einem Gesamtmodell kann nach [46] durch Bildung des harmonischen Mittels erfolgen:

$$v_{ges} = \frac{v_I v_{II}}{v_I + v_{II}} \quad (3.28)$$

Die Abhängigkeit der Risswachstumskurven von der Umgebungsfeuchte ist im linken Teil der Abbildung 3.7 am bekanntesten Beispiel des Silikatglases dargestellt. Die Daten bestätigen die in Gleichung 3.25 und 3.27 dargestellten Zusammenhänge.

In der Ingenieurspraxis wird für die Beschreibung der Risswachstumskurve in den Bereichen I und II der Einfachheit halber häufig auch ein Potenzgesetz der Art

$$v = \frac{da}{dt} = \begin{cases} 0 & \text{für } K_I < K_{Ith} \\ A_I \cdot K_I^{n_I} & \text{für } K_{Ith} < K_I < K_I^{I-II} \\ A_{II} \cdot K_{II}^{n_{II}} & \text{für } K_I^{I-II} < K_I < K_I^{II-III} \end{cases} \quad (3.29)$$

verwendet, das das Verhalten der experimentellen Ergebnisse sehr gut wiedergibt. Hier bezeichnen A_i und n_i die Risswachstumsparameter im Bereich i der Risswachstumskurve.

Das Auftreten einer Grenzbelastung K_{Ith} , wie sie in Abbildung 3.6 links dargestellt ist, stellt für die Lebensdauerberechnung einen entscheidenden Einflussfaktor dar, da durch sie bei geeigneter Auslegung Alterung bezüglich des unterkritischen Risswachstums vermieden werden kann. Ihr experimenteller Nachweis ist jedoch für gewöhnlich äußerst schwierig, da die zu messenden Risswachstumsgeschwindigkeiten im entsprechenden Bereich extrem gering sind und unterhalb der Auflösung der verwendeten Messverfahren liegen.

Die Mechanismen, die für den dritten Bereich der Risswachstumskurven verantwortlich sind, sind in der Literatur umstritten und nicht endgültig geklärt. Auf Grund der in diesem Bereich auftretenden sehr hohen Risswachstumsgeschwindigkeiten spielt er für die Betrachtung von Lebensdauern nur eine untergeordnete

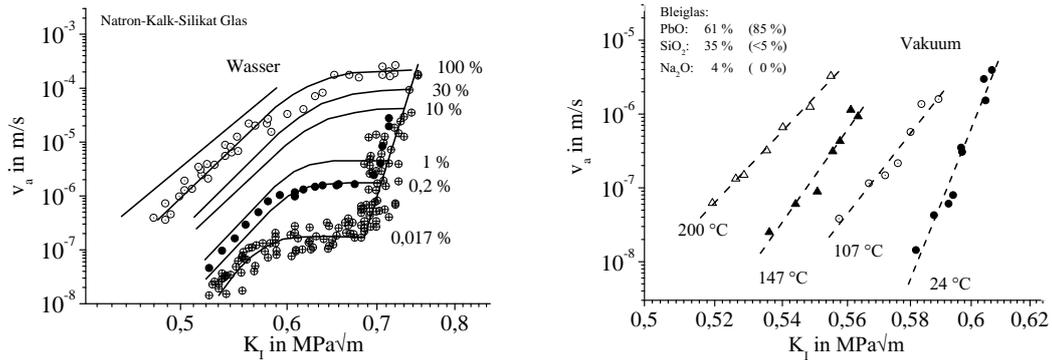


Abbildung 3.7: Risswachstumskurven für Natron-Kalk-Silikatglas in Abhängigkeit der Umgebungsfeuchte nach [81] *links* und Risswachstumskurven für Bleiglas im Vakuum bei unterschiedlichen Temperaturen nach [39] *rechts*. Die Zusammensetzungsangaben in Klammern stellen die Vergleichswerte des in dieser Arbeit untersuchten Glases dar.

Rolle. Der rechte Teil der Abbildung 3.7 zeigt die Temperaturabhängigkeit dieses Bereiches am Beispiel eines Bleiglases, das in der Zusammensetzung dem in dieser Arbeit untersuchten Sealglass ähnlich ist.

Ist die Zeitabhängigkeit des Materialverhaltens, im Falle der Gläser also die Spannungsrissskorrosion, bekannt, kann durch Integration von Gleichung 3.24 von der anfänglichen Risslänge a_i bis zu der Risslänge a_c , bei der das Bauteil versagt, bei zeitlich konstanter Belastung die Lebensdauer t_L berechnet werden. Mit Gleichung 3.5 ergibt sich:

$$t_L = \int_{a_i}^{a_c} \frac{1}{v(\sigma \cdot Y(a))} da \quad (3.30)$$

3.1.7 Probabilistische Festigkeits- und Lebensdauerbeschreibung

Wie zu Beginn des Abschnittes 3.1.1 dargestellt, unterliegen die experimentell bestimmten Festigkeitswerte eines spröden Materials teils erheblichen Streuungen. Die Ursache hierfür sind die natürlich im Material vorkommenden Defekte, die sich in Zahl, Größe, Geometrie und Orientierung von Probe zu Probe unterscheiden können. Mit dem Entstehen der bruchmechanischen Betrachtungsweise von Werkstoffen und dem damit verbundenen Verständnis für die Schwächung eines Materials durch Spannungsüberhöhungen an Defekten entwickelten sich zunehmend meist empirische materialwissenschaftliche Ansätze, die die Streuung der Festigkeiten durch statistische Verteilungen von Defekten im Material zu beschreiben versuchen. Die Weibull-Theorie [12] beruht auf der Annahme, dass der in

Bezug auf seine spannungsüberhöhende Wirkung kritischste Defekt, ähnlich dem schwächsten Glied einer Kette, zum Versagen des Materials führt. Die Wahrscheinlichkeit P , dass ein Probekörper unter einer bestimmten Last $\sigma_L \geq \sigma_c$ versagt, ist dann gegeben durch die Weibull-Verteilung der Einzelfestigkeiten σ_c :

$$P(\sigma_c) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_c}{\sigma_\theta}\right)^m} \quad (3.31)$$

mit dem Weibull-Modul m , der ein Maß für die Streuung der Defekte und damit die Streuung der Materialfestigkeiten darstellt. Der Parameter σ_θ wird als die charakteristische Bruchspannung bezeichnet. Er gibt die Belastung an, die bei 63 % der Proben einer Versuchsreihe zum Bruch führt. Anders formuliert, würde eine mit σ_θ belastete Probe mit einer Wahrscheinlichkeit von 63 % versagen.

Durch die beiden Parameter m und σ_θ ist die Festigkeitsverteilung eines Materials vollständig charakterisiert³. Um die Weibull-Parameter eines Materials mit entsprechender statistischer Sicherheit zu bestimmen, ist eine Mindestanzahl an Messungen durchzuführen, die vom Weibull-Modul abhängt. Für Materialien mit kleinem Weibull-Modul, also hoher Festigkeitsstreuung, sind entsprechend mehr Testergebnisse nötig als für Materialien mit großem Weibull-Modul und geringer Defektstreuung. Es ist allgemein üblich, die Ergebnisse der Experimente in einem Weibull-Diagramm darzustellen, das die Analyse der Parameter σ_θ und m als Achsenabschnitt und Steigung einer Geraden erlaubt:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-P} \right) = m \cdot \ln \sigma_c - m \cdot \ln \sigma_\theta \quad (3.32)$$

In der Praxis werden die Parameter selbstverständlich nicht mehr grafisch, sondern durch numerische Lösungsverfahren ermittelt. Das Maximum-Likelihood-Verfahren stellt hier eine wesentliche Verbesserung gegenüber der standardmäßig eingesetzten Least-Square-Methode dar [79]. Das Prinzip dieses Verfahrens ist es, durch Maximierung einer so genannten Likelihoodfunktion L , die die Wahrscheinlichkeit des Auftretens der streuenden Messdaten Υ bei bekanntem Parametersatz θ darstellt, die plausibelsten Parameter zu ermitteln.

$$L(\theta) = p(\Upsilon|f, \theta) \quad (3.33)$$

Details zur Methode können der Literatur entnommen werden [64].

Der hier vorgestellte, auf W. Weibull zurückgehende probabilistische Ansatz lässt sich in analoger Weise bei einem auftretenden Materialermüdungsmechanismus wie z.B. dem unterkritischen Risswachstum auch auf die Verteilung von Lebensdauern unter vorgegebener Last anwenden. Hiefür sind in Gleichung 3.31 lediglich die Spannungen σ_c und σ_θ durch die entsprechende Zeit bis zum Versagen der Einzelprobe t_L und die charakteristische Lebensdauer t_θ zu ersetzen.

³Die Festigkeitsverteilung kann bei kleinen Probenvolumina bzw. -oberflächen auch von deren Größe abhängen. Man spricht dann vom „Größeneffekt“ der Festigkeiten, der durch ein effektives Volumen bzw. Oberfläche charakterisiert ist.

3.2 Ermittlung der bruchmechanischen Materialparameter

3.2.1 Probenbeschreibung und Definition der Referenz-Bond- und Umgebungsparameter

Sämtliche in dieser Arbeit durchgeführten Messungen zur Bestimmung von bruchmechanischen Materialparametern erfolgten an Proben aus dem Materialverbund Silizium – Sealglas – Silizium. Die Herstellung der Proben erfolgte, wenn nicht anders gekennzeichnet, durch Bonden von 380 μm dicken Silizium-Wafern mit dem Standard-Glas-Frit Bondprozess für Bosch-Drehratensensoren, der in Abschnitt 1.3.2 dargestellt ist. Um größtmögliche Prozessnähe zu erreichen, wird bei der Herstellung das Glaslot in Linien von 195 (Typ A) bzw. 290 μm Breite (Typ B) aufgebracht. Vereinzelt kamen auch Proben mit vollflächigem Glas-Frit-Druck zum Einsatz. Dies ist bei der Darstellung der entsprechenden Ergebnissen vermerkt. Je nach Verquetschung der Glas-Frit Linien beim Bondprozess beträgt ihre endgültige Breite etwa 120 – 200 % des Ausgangswertes. In Korrelation zur Verquetschung und damit zur endgültigen Linienbreite steht demnach auch die Schichtdicke der Bondschicht. Sie schwankt zwischen 5,5 und 9 μm für Typ A und B bzw. 10 – 14 μm für vollflächig bedruckte Proben. Die exakte Geometrie der Proben für die verschiedenen Messgrößen ist bei der Erläuterung des jeweiligen Messverfahrens beschrieben.

Als Standard-Bond- und Messbedingungen werden in diesem Kapitel die folgenden Parameter bezeichnet:

- Bondtemperatur: 430 °C
- Cordieritgehalt der Glas-Frit Paste: 10 Gew.-%
- relative Luftfeuchte während der Messung: 20 – 50 % (Laborbedingungen)
- Temperatur während der Messung: ca. 25 °C (Laborbedingungen)

Die Testmuster repräsentieren sehr gut die Verhältnisse im realen Bauteil mit den entsprechenden charakteristischen thermischen Spannungen und Bondgrenzschichten. Aus diesem Grund sind aber auch alle ermittelten Materialparameter als effektive Parameter des Materialverbundes Silizium – Sealglas – Silizium zu verstehen. Eine Übertragung der Eigenschaften auf ein anderes Glas-Frit gebondetes Materialsystem ist nur bedingt möglich.

3.2.2 Messung der Bruchzähigkeit

Bei der Wahl der Messmethode zur Bestimmung der Bruchzähigkeit der Sealglas-Bondverbindungen fiel die Entscheidung auf den Mikro-Chevron (MC)-Test. Die

se dem Chevron-Test angelehnte Vorgehensweise wurde bereits in [9] für direktgebundene Silizium-Proben sehr erfolgreich umgesetzt. Dort und in [52] kann auch eine detaillierte Beschreibung der Methodik gefunden werden. Im folgenden wird deswegen nur ein Überblick über das Versuchsprinzip gegeben.

Beim Chevron-Test wird eine Probe mit einem so genannten Chevron-Kerb hergestellt, wie er in Abbildung 3.8 dargestellt ist. Bei der Herstellung von Sealglasgebundenen Chevron-Proben erfolgt die Einbringung des Chevron-Kerbs indirekt über die Strukturierung der Glas-Frit Paste beim Siebdruck (vgl. Abschnitt 1.3.2).

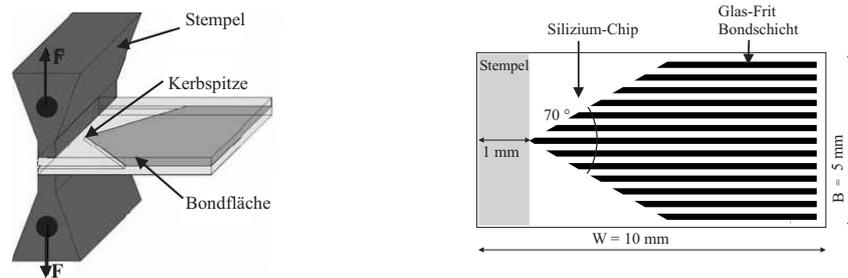


Abbildung 3.8: Darstellung der Versuchsanordnung für den Mikro-Chevron-Test (*links*) und verwendete Probengeometrie (*rechts*). Der Chevron-Kerb wird durch entsprechende Strukturierung der Glaspaste beim Siebdruck erzeugt (schwarze Linien).

Wird die Probe wie in Abbildung 3.8 links gezeigt belastet, erfolgt auf Grund der hohen Spannungskonzentration an der Kerbspitze die Initiierung eines scharfen Anrisses. Das Wachstum des Risses im Bereich des Chevron-Kerbs wird bei fortgesetzter Zugbelastung der Prüfmaschine durch zwei in ihrer Wirkung gegenläufige Vorgänge bestimmt. Zum einen nimmt die Breite der Rissfront mit wachsender Risslänge zu. Das führt zu einem stetig steigenden Belastungsaufwand, um die Spannungsintensität an der Risspitze über die Bruchzähigkeit des Materials zu erhöhen und einen Rissfortschritt zu erzwingen. Zum anderen wächst bei Rissfortschritt die Länge des Hebelarmes der Krafteinleitung, wodurch die Belastung an der Risspitze steigt (vgl. Gleichung 3.5). Das Zusammenwirken dieser Effekte führt zu einem Minimum der Geometriefunktion für die Chevron-Probe bei einer definierten, nur von der Probengeometrie abhängigen Risslänge. Die Geometriefunktion Y für die Probengeometrie aus Abbildung 3.8 rechts ist im rechten Teil der Abbildung 3.9 dargestellt.

Im abfallenden Teil der Geometriefunktion erfolgt stabiles Risswachstum. Das bedeutet, dass ein Rissfortschritt ausschließlich durch Steigerung der äußeren Last erreicht werden kann. Das entspricht dem Bereich I-II der Kraft-Weg-Kurve im linken Teil von Abbildung 3.9. Im ansteigenden Teil der Geometriefunktion wächst der Riss instabil bis zum vollständigen Versagen der Probe. Dadurch fällt die Kraft im Kraft-Weg-Diagramm ab (Bereich II-III). Das Kraftmaximum entspricht dem

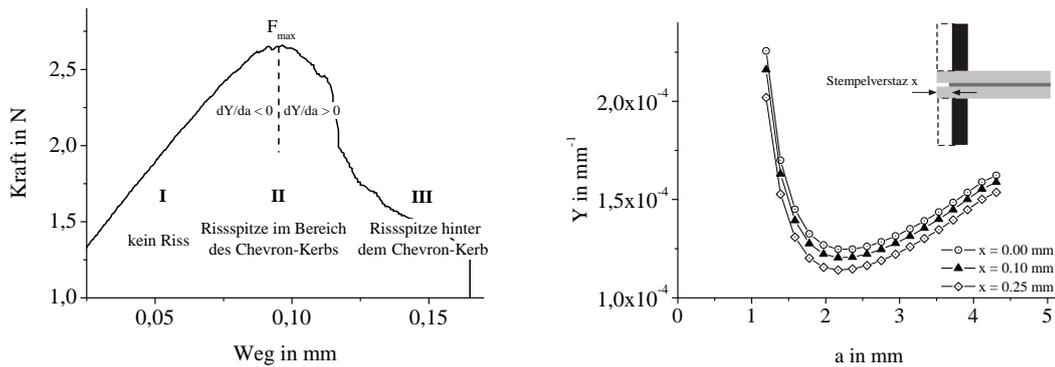


Abbildung 3.9: Typische Kraft-Weg-Kurve der in dieser Arbeit verwendeten Chevron-Proben (*links*) und deren mittels FEM berechnete Geometriefunktion für verschiedene Klebpositionen der Probenstempel (*rechts*). Der Kraft-Weg-Kurve sind die entsprechenden Positionen des Risses und der Geometriefunktion zugeordnet.

Übergang von stabilem zu instabilem Risswachstum und kennzeichnet demzufolge das Minimum von Y . Die Bruchzähigkeit der Probe berechnet sich dann nach [52] zu

$$K_{Ic} = \frac{F_{max} \cdot \sqrt{W}}{B} \cdot Y_{min} \quad (3.34)$$

worin B die Breite und W die Länge der Probe darstellt. Der enorme Vorteil des Chevron-Tests zur Bestimmung der Bruchzähigkeit besteht also neben der Selbstinitiierung des Anrisses am Chevron-Kerb darin, dass keine Risslängenbestimmung notwendig ist.

Eine Übertragung der Geometriefunktionen von Standard-Chevron-Proben auf die Proben dieser Arbeit ist auf Grund der abweichenden Probengeometrien und der dünnen Glasschicht nicht möglich. Deshalb wird die Funktion mittels eines dreidimensionalen FE-Modells mit Hilfe der in Abschnitt 3.1.5 dargestellten Methodik bestimmt. Dabei werden folgende Vereinfachungen eingeführt:

- isotrope, linear-elastische Materialparameter (E-Modul des Siliziums in Rissausbreitungsrichtung [9])
- Modellierung des Sealglases als homogene Materialschicht. Der Einfluss des Cordieritfüllers spiegelt sich in der Verwendung effektiver thermomechanischer Eigenschaften wider (vgl. Tabelle 1.3).
- Rissverlauf in der Mitte der Sealglasschicht
- vollflächige Glas-Frit Bondung

- Bestimmung der Spannungsintensitätsfaktoren in der Mitte der Probe

Wie sich bei der Auswertung der experimentellen Ergebnisse zeigen wird, stellt die getroffene Annahme des Risspfades in der Mitte der Bondschicht eine starke Vereinfachung gegenüber dem realen Rissverlauf dar. Die berechneten Modus I -Spannungsintensitäten in der Chevron-Probe geben deshalb nicht die tatsächliche *lokale* Spannungsintensität an der Risspitze wieder, sondern sind eher als Effektivwert zu verstehen, der die *globale* Belastungssituation unter Berücksichtigung der dünnen Glasschicht beschreibt. Die gleiche Interpretation muss für die ermittelten Bruchzähigkeiten gelten.

Der Vereinfachung, dass bei der Ermittlung der Geometriefunktion die Bondschicht im Gegensatz zur realen Probengeometrie (vgl. Abbildung 3.8 rechts) als vollflächig angenommen wird, muss bei der Auswertung Rechnung getragen werden [23].

$$K_{Ic} = \frac{F_{max} \cdot \sqrt{W}}{B} \cdot Y_{min} \cdot \frac{1}{\sqrt{l_B}} \quad (3.35)$$

Hierin bezeichnet l_B den Anteil der Bondbreite, die sich aus dem Verhältnis der Summe der Breite der Glas-Frit Bondlinien zur Gesamtbreite der Probe ergibt. Dieser Wert wird für jede Probe lichtmikroskopisch an Hand der Bruchflächen bestimmt.

In eine Fehlerbewertung des Mikro-Chevron-Tests geht neben dem Fehler bei der Bestimmung von l_B und dem Fehler der Kraftmessung auch die Unsicherheit der Position der von Hand aufgeklebten Probenstempel ein. Die Auswirkungen des Stemperversatzes auf die Geometriefunktion sind im rechten Teil der Abbildung 3.9 dargestellt. Der maximale Gesamtfehler des Messergebnisses ergibt sich zu 19 %.

3.2.3 Messung der Risswachstumskurven

Für die Ermittlung von Risswachstumskurven sind aus der Literatur eine Vielzahl von experimentellen Methoden bekannt, die sich in zwei prinzipiell unterschiedliche Ansätze einteilen lassen.

Bei den *direkten* Methoden werden in spezielle Testproben definierte *makroskopische* Anrisse eingebracht, deren Wachstum unter vorgegebener Last dann meist optisch beobachtet wird. Zu diesen Verfahren gehören unter vielen anderen die Double Cantilever Beam (DCB), die Double Torsion (DT) und die Compact Tension (CT) -Methode. Der Vorteil dieser Verfahren besteht darin, dass mittels einer einzigen Probe die gesamte Risswachstumskurve aufgenommen werden kann. Stehen das experimentelle Verfahren und die nötigen Testmuster zur Verfügung, so ist der Messaufwand verhältnismäßig gering. Der Nachteil dieser Methoden besteht neben der Notwendigkeit spezieller Proben und Testverfahren darin, dass die künstlich eingebrachten makroskopischen Risse unter Umständen ein anderes

Wachstumsverhalten zeigen als die natürlich im Werkstoff enthaltenen mikroskopischen Defekte.

Bei den *indirekten* Methoden macht man sich die Tatsache zu Nutze, dass die Festigkeit eines Materials, welches unterkritischem Risswachstum unterworfen ist, zeitabhängig ist. Dies führt einerseits dazu, dass ein mit einer statischen Last beaufschlagtes Material eine endliche Lebensdauer hat, andererseits hat in dynamischen Versuchen die Belastungsgeschwindigkeit einen Einfluss auf die zu messende Festigkeit. Aus den Ergebnissen von statischen bzw. dynamischen Belastungsexperimenten können *indirekt* Risswachstumsparameter ermittelt werden. Entsprechende Versuchsmethoden haben den Vorteil, dass die Risswachstumsparameter direkt am Bauteil mit seinen natürlichen Defekten unter Verwendung von Standard-Testeinrichtungen gemessen werden können. Der Nachteil ist, dass zum einen je nach Streuung der Materialfestigkeit eine Vielzahl von Messungen notwendig ist, um statistisch signifikante Ergebnisse zu erzielen. Zum anderen kann speziell bei Lebensdauermessungen der erforderliche Zeitaufwand für die Experimente beachtlich sein.

Für die Untersuchung des unterkritischen Risswachstums wurden sowohl Messverfahren aus der Gruppe der *direkten* als auch aus der Gruppe der *indirekten* Methoden an die speziellen Anforderungen des Materialsystems einer Sealglas-Bondverbindung angepasst und weiterentwickelt. Die experimentellen Vorgehensweisen und Auswerteverfahren werden in diesem Abschnitt vorgestellt.

NIR-optische Messungen an Glas-Frit gebondeten DCB-Proben Bei dem im folgenden vorgestellten Konzept zur Risswachstumsmessung an DCB-Proben handelt es sich nach obiger Definition um eine direkte Methode. Der Aufbau für die Messungen ist in Abbildung 3.10 dargestellt.

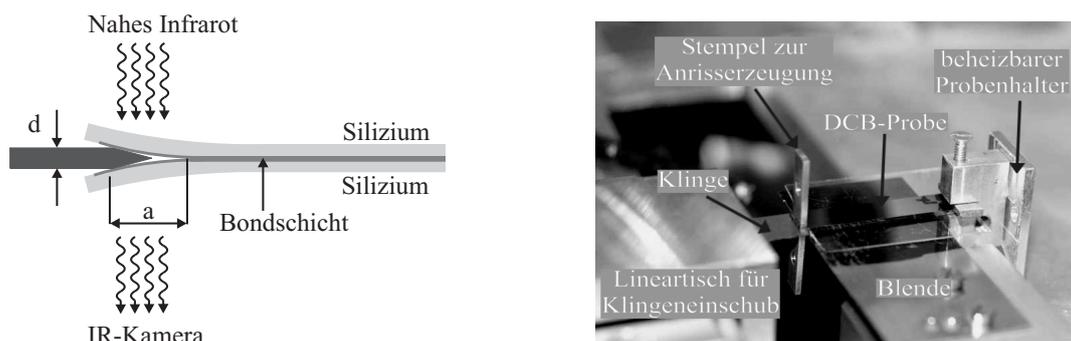


Abbildung 3.10: Schema der Risswachstumsmessungen mit Rissdetektion durch Durchstrahlung einer DCB-Probe im NIR (*links*) und Fotografie des Mikroskopmessplatzes mit einer Probe (*rechts*)

Die verwendeten DCB-Proben gleichen in Geometrie und Herstellung den zur Bruchzähigkeitsbestimmung verwendeten Chevron-Proben. Unterschiede beste-

hen lediglich im Fehlen des Chevron-Kerbs sowie in der Länge W (vgl. Abbildung 3.11 links).

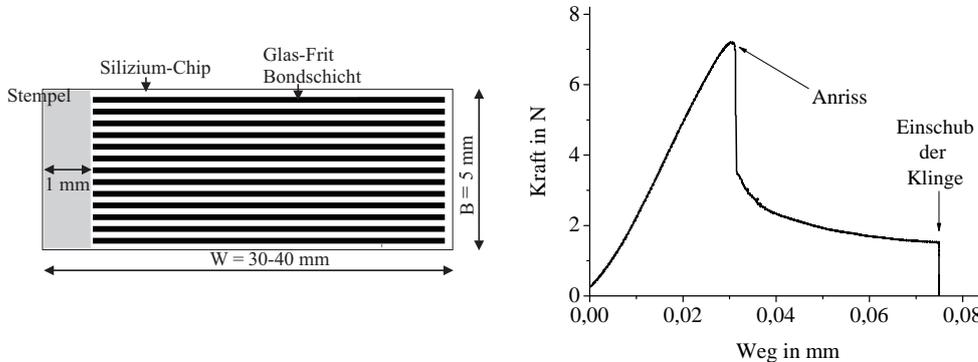


Abbildung 3.11: Schematische Darstellung der verwendeten DCB-Proben für die Risswachstumsmessungen (*links*) und typisches Kraft-Weg-Diagramm bei der Erzeugung eines Anrisses (*rechts*)

Zur Erläuterung des Messablaufes sollen die Punkte Anriss-erzeugung, Rissdetektion, Versuchsaufbau und Auswertung der Ergebnisse im Einzelnen betrachtet werden.

Anriss-erzeugung Die Anriss-erzeugung erfolgt in einer mechanischen Prüfmaschine. Dazu werden auf beiden Seiten der Probe Stempel aufgeklebt und die Probe unter Zug belastet, bis ein Anriss entsteht. Durch den Anriss ändert sich abrupt die Steifigkeit der Probe, was im Kraft-Weg-Diagramm durch einen Kraftabfall zu erkennen ist (vgl. Abbildung 3.11 rechts). Nach der Anriss-entstehung wird die Zugprüfung so lange wegkontrolliert weitergefahren, bis der Abstand der Rissufer am Krafteinleitungspunkt $75 \mu\text{m}$ beträgt. Anschließend wird per Hand eine Klinge mit einer Dicke von $100 \mu\text{m}$ eingeschoben und die Probe der Prüfapparatur entnommen. Durch diese Vorgehensweise ist die definierte Erzeugung eines Anrisses in den Proben gewährleistet.

Rissdetektion Bei der Durchführung der Messungen wird zur direkten Beobachtung des Risswachstums die Tatsache ausgenutzt, dass Silizium im Wellenlängenbereich von etwa $700 - 1400 \text{ nm}$ eine geringe Absorption aufweist. In Vorversuchen wurde sichergestellt, dass auch die dünne Sealglas-Bondschiicht ausreichend transparent ist, um eine Rissdetektion im nahen infraroten (NIR) Wellenlängenbereich durchzuführen. Durch die Entstehung zweier neuer Grenzflächen bei der Erzeugung eines Risses in der Bondschiicht treten zusätzlich Reflexionsverluste auf, weshalb im Durchlicht ein Intensitätsunterschied zwischen der Fläche vor und hinter der Rissfront sichtbar wird. In [9] wird ausführlich dargestellt,

dass auf Grund der im Vergleich zur Wellenlänge des Lichtes im NIR geringen Abstände der Rissufer in der Nähe der Risspitze diese im NIR-Durchlicht nicht detektiert wird. Die Risslänge wird also bei diesem Verfahren unterbewertet. Der gerade noch detektierbare Rissuferabstand sollte etwa ein Viertel der Wellenlänge λ des Lichtes betragen. Das entspricht im NIR-Licht ($\lambda = 700 - 1400$ nm) Rissuferabständen von $175 - 350$ nm. Berechnet man für eine typische im Versuch auftretende Risslänge von 8 mm die Biegelinie der Silizium-DCB-Probe, so würde sich demnach ein Fehler von etwa $400 \mu\text{m}$ in der Risslängenbestimmung ergeben.

Im Experiment wurde die Verifikation der im NIR-Durchlicht gemessenen Risslängen von 11 Proben an Hand ihrer Bruchoberflächen durchgeführt. Durch die Änderung des Risspfades beim gewaltsamen Auseinanderbrechen der Probe nach der Messung des unterkritischen Risswachstums im NIR (vgl. Abschnitt 3.3.4) ist unter dem Lichtmikroskop eine genaue Bestimmung der Risslänge am Ende der Risswachstumsmessung möglich. Es ergab sich eine mittlere Abweichung von $-154 \mu\text{m}$ (minimal $-276 \mu\text{m}$, maximal $-49 \mu\text{m}$). Dieser Wert liegt deutlich unter dem zu erwartenden Fehler. Zudem konnte keine ebenfalls zu erwartende Korrelation des Fehlers mit der Risslänge festgestellt werden. Auf eine Korrektur der im NIR-Durchlicht gemessenen Risslängen über die Biegelinie der DCB-Probe wurde deshalb verzichtet. Die nachgewiesenen Diskrepanzen zwischen den Risslängen im Bruchbild und denen der NIR-Messungen werden in der Fehlerangabe für die bestimmten Spannungsintensitätsfaktoren berücksichtigt.

Versuchsaufbauten Für die Versuchsdurchführung wurden zwei Messplätze für unterschiedliche Versuchsaspekte entwickelt.

Der Mikroskopmessplatz ist dafür konzipiert, mit sehr hoher Ortsauflösung Risswachstumsmessungen mit vergleichsweise geringem experimentellen Aufwand durchzuführen. Dies ist besonders für Parameterstudien sowie die Untersuchung von statistischen Einflüssen interessant. Außerdem bietet die hohe Ortsauflösung die Möglichkeit, geringe Risswachstumsgeschwindigkeiten nachzuweisen. In den Messplatz können bis zu sechs DCB-Proben gleichzeitig eingebaut werden. Die Positionierung unter dem Objektiv wird mittels eines hochpräzisen X-Y-Tisches durchgeführt. Die Initiierung des Risswachstums erfolgt durch den definierten Einschub der Klinge mit Hilfe eines elektrisch angesteuerten μm -Tisches. Optional können die Proben mit Hilfe einer externen Heizung an der Probenhalterung bis auf eine Temperatur von ca. 150°C erwärmt werden. Der Messablauf erfolgt weitestgehend automatisiert. Der Nachteil des Aufbaus besteht darin, dass die Umgebungsatmosphäre nicht gezielt eingestellt werden kann und damit im Rahmen der Laborklimatisierung ($30 - 50$ % rel. Feuchte) schwankt. Deshalb wurde ein zweiter Versuchsaufbau entwickelt, der die Messung des unterkritischen Risswachstums in einer Klimakammer ermöglicht.

Der Messstand in der Klimakammer ermöglicht die Messung der Risswachstumskurven unter definierten Feuchte- und Temperaturbedingungen. Da sich die

optische Messtechnik außerhalb der Kammer befinden muss, wird die Messung mit einem speziellen Objektiv durchgeführt, das hohe Vergrößerungen auch bei großen Objektabständen erlaubt. Die DCB-Proben befinden sich in senkrechter Position in der Kammer, so dass die Initiierung des Risswachstums über ein fallendes Gewicht realisiert werden kann.

Auswertung Das direkte Resultat einer Messung ist eine Abfolge von Bildern, die durch die Änderung der Lichtintensität beim Durchstrahlen der Probe das Fortschreiten der Rissfront über die Zeit wiedergibt. Die Umsetzung der Bildinformation in die Abhängigkeit der Risslänge über Zeit erfolgt automatisiert über einen speziell programmierten Bildauswertungsalgorithmus. Der Ort der Rissfront wird dabei durch Differenzbildung der Spaltenmittelwerte der Helligkeiten eines Bildes vor der Messung und des Bildes zum aktuellen Messzeitpunkt detektiert⁴. Die Vorgehensweise ist in Abbildung 3.12 dargestellt.

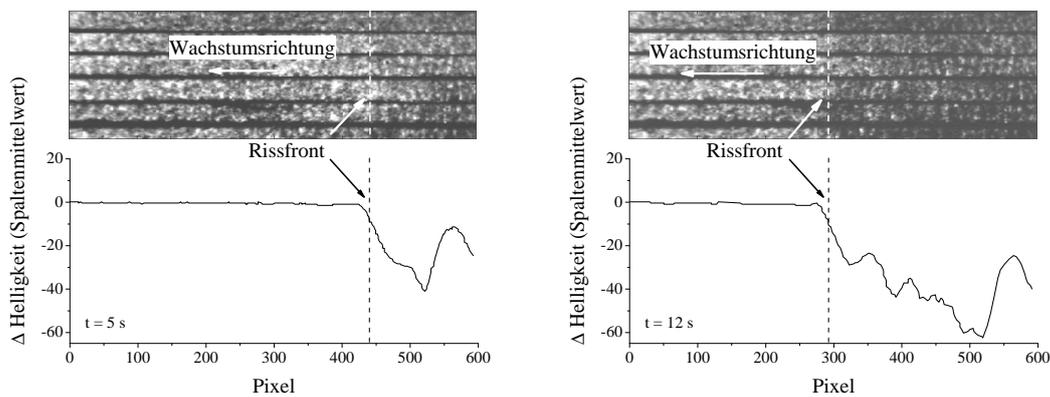


Abbildung 3.12: Darstellung der Vorgehensweise bei der automatischen Bildauswertung zur Detektion der Rissfront durch Differenzbildung der Helligkeiten. Ergebnisse nach 5 s (*links*) und nach 12 s (*rechts*)

Aus dem Ergebnis der Bildauswertung, also den Abhängigkeiten der Risslänge von der Zeit, kann durch Bildung des Differenzenquotienten die Risswachstumsgeschwindigkeit berechnet werden. Die benötigte Abhängigkeit der Spannungsintensität an der Risspitze von der Risslänge muss für die verwendeten DCB-Proben analog zur Vorgehensweise bei den Chevron-Proben mit Hilfe der FEM bestimmt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 3.13 vergleichend für Simulationen mit und ohne Berücksichtigung der Glas-Frit Bondschicht dargestellt. Wegen des im Vergleich zu Silizium geringen Elastizitätsmoduls der Bondschicht liegt die Kurve

⁴In der Praxis wird bei der Differenzbildung ein gleitender Durchschnitt über die Helligkeiten mehrerer Einzelaufnahmen gebildet, um das Messrauschen zu mindern.

mit Bondschicht bei deutlich niedrigeren Spannungsintensitäten. Die Werte, die sich aus den Berechnungen ohne Berücksichtigung der Glasschicht ergeben, werden in der Literatur häufig als „far field“-Belastungen K_I^∞ bezeichnet. Durch die Verwendung einer Klinge mit definierter Dicke ist die Randbedingung während der Risswachstumsmessungen eine konstante Verschiebung der Rissufer an der Position der Klinge. Dadurch ergibt sich eine abfallende Spannungsintensität mit steigender Risslänge. Man durchläuft die Risswachstumskurve aus Abbildung 3.6 links also von hohen zu niedrigen Risswachstumsgeschwindigkeiten. Dies ist insbesondere für die Messung des Bereiches I der Risswachstumskurve und die Bestimmung sehr geringer Wachstumsgeschwindigkeiten von Vorteil.

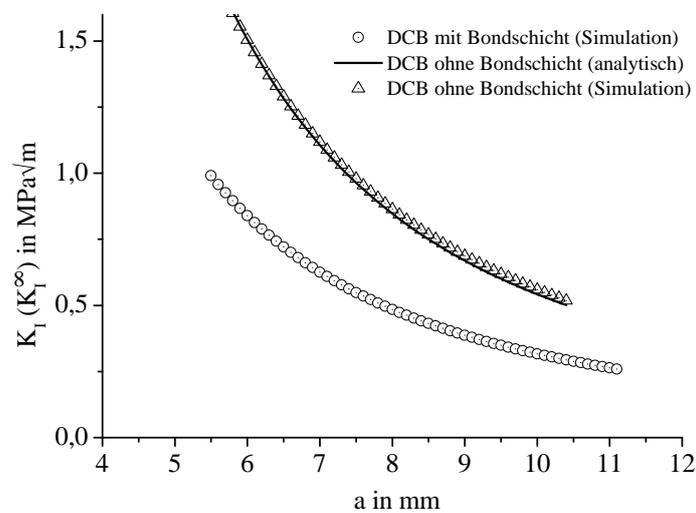


Abbildung 3.13: Mittels FEM simulierte Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors der DCB-Proben von der im NIR ermittelten Risslänge

Messung der Steifigkeitsänderung an Glas-Frit gebondeten DCB-Proben

Auch bei diesem Messverfahren handelt es sich um eine direkte Methode zur Risswachstumsmessung. Die verwendeten Proben und die Vorgehensweise zur Anrisserzeugung sind denen der NIR-Messungen identisch. Der Unterschied liegt in der Detektion des Risswachstums. Diese erfolgt nicht optisch, sondern über die Abnahme der Steifigkeit der Probe mit zunehmender Risslänge. Zum besseren Verständnis werden wieder der Versuchsablauf und die Auswertung der Messdaten näher erläutert.

Versuchsablauf Sofort nach erfolgtem Anriss (vgl. Abbildung 3.11 rechts) wird die Probe entlastet und verbleibt in der Prüfmaschine. Anschließend wird mit

hoher Geschwindigkeit eine definierte Kraft angefahren, die oberhalb des Lastniveaus vor dem Entlasten der Probe liegt. Bei Erreichen der erwünschten Kraft wird die Verfahrenseinheit der Prüfmaschine abrupt gestoppt und dadurch, ähnlich wie durch die Verwendung einer Klinge, eine konstante Verschiebung am Kraftereinleitungspunkt vorgegeben. Im weiteren Verlauf des Versuches ist ein Kraftabfall über die Zeit zu beobachten, der als Messsignal dient. Bei der Umsetzung dieses Messverfahrens sind eine hochpräzise Kraft- und Wegmessung entscheidend. Durch die Verwendung von empfindlichen Kraftmessdosen wird eine Korrektur der durch die Prüfmaschinensteifigkeit verfälschten Wegdaten unumgänglich. Die Kalibrierung der Wegmessung durch die Zugprüfmaschine erfolgte optisch durch die Beobachtung des Rissuferabstandes am Kraftereinleitungspunkt der DCB-Proben. In Abbildung 3.14 links ist eine typische Messkurve an einer DCB-Probe im Vergleich zum Kraft-Zeit-Verlauf bei der Messung an zwei direkt verklebten Probenstempeln dargestellt. Die Grafik zeigt, dass die Stabilität des Kraftsignals der Referenzkurve von verklebten Probenstempeln für nicht zu lange Zeiträume gewährleistet ist. Für Langzeitmessungen müsste vor allem eine ausreichende Temperaturstabilität sichergestellt werden, da thermische Ausdehnungen bzw. Schrumpfungen der Prüfmaschine das Messergebnis verfälschen.

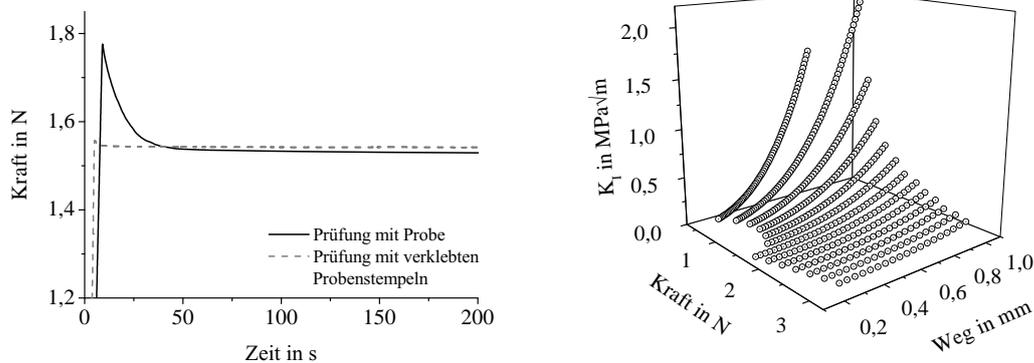


Abbildung 3.14: Typische Messkurve bei der Durchführung des Versuchs zur Steifigkeitsänderung im Vergleich zur Steifigkeit und Stabilität des Kraftsignals der Prüfmaschine (*links*) und FEM-simulierte Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von Kraft und Verschiebung bei der Messung der Steifigkeitsänderung (*rechts*)

Auswertung Die Auswertung der Messdaten erfolgt wie schon beim Mikro-Chevron-Test und den NIR-optischen Messungen durch numerische Simulation der Probe für die entsprechenden Kräfte und Verschiebungen. Da diese Randbedingungen bei der Versuchsdurchführung zur Messung der Steifigkeitsänderung

vor Versuchsbeginn nicht genau bekannt sind und sich von Versuch zu Versuch ändern können, müsste für jede Messung eine eigene Simulationsrechnung durchgeführt werden. Um dies zu vermeiden, wurden Lösungen für einen realistischen Parameterraum mit einem relativ engen Raster berechnet (vgl. Abbildung 3.14 rechts). Um eine geschlossene Lösung zu erhalten und damit die Auswertung für beliebige Verschiebungen am Krafteinleitungspunkt durchführen zu können, wurde an die simulierten Daten ein nichtparametrisches Modell gefittet. Damit ist es möglich, aus den gemessenen Daten Risswachstumskurven zu ermitteln.

Für den Auswertefehler gelten auf Grund des vergleichbaren Aufbaus dieselben Gesichtspunkte wie beim Mikro-Chevron-Test. Hinzu kommt die Unsicherheit durch die Wegmessung. Der relative Fehler bei der Bestimmung des Spannungsintensitätsfaktors liegt damit bei ca. 20 %.

Tabelle 3.1 stellt vergleichend die wichtigsten Eigenschaften der in dieser Arbeit umgesetzten Methoden zur direkten Bestimmung von Risswachstumskurven gegenüber.

Tabelle 3.1: Vergleich der wesentlichen Charakteristika der direkten Messmethoden zur Bestimmung von Risswachstumskurven Sealglas-gebondeter Silizium-Proben

	NIR – Mikroskop	NIR – Klimakammer	Steifigkeitsänderung
mögliche Probenotypen	DCB	DCB	DCB, MC
Auflösung Risslängenmessung in μm	1,5	6	4
zeitliche Auflösung in s^{-1}	25	25	50
rel. Fehler von K_I in %	+3 / -6	+3 / -6	± 20
rel. Feuchtebereich in %	–	8 – 90	–
Temperaturbereich in $^{\circ}\text{C}$	25 – 150	-30 – 150	25
exp. Aufwand (qual.)	gering	hoch	hoch
Eignung für Langzeitprüfung (qual.)	++	++	-

Der Vergleich der Messverfahren in Tabelle 3.1 zeigt, dass die NIR-optischen Messungen unter Standard-Bedingungen bei vergleichbarer Messauflösung mit deutlich geringerem experimentellen Aufwand als die Messung der Steifigkeitsänderung verbunden sind. Durch den Aufbau in der Klimakammer sind zudem Messun-

gen unter definierter Temperatur und Umgebungsfeuchte möglich. Die Risswachstumsmessungen in dieser Arbeit wurden deshalb mit diesem Verfahren durchgeführt. Einzelne Risswachstumsmessungen mit dem Verfahren der Messung der Steifigkeitsänderung dienen der Verifikation der Ergebnisse.

Dynamische und statische Belastungsexperimente Dynamische Belastungsexperimente gehören zu den *indirekten* Methoden der Risswachstumsexperimente. In dieser Arbeit wurden sie in Form der in Abschnitt 3.2.4 vorgestellten Festigkeitsuntersuchungen an realen Drehratensensoren durchgeführt. Die Belastungsgeschwindigkeiten können in der Praxis von etwa 10^{-3} bis 10^3 N/s variiert werden. Die untere Grenze ist dabei durch die tolerierbare Messdauer pro Probe von etwa einem Tag und die obere Grenze durch die zeitliche Messauflösung der Kraftmessung bestimmt. Die Auswertung der Messdaten ist ausführlich in [52] beschrieben. Sie erfolgt unter der Annahme einer konstanten Geometriefunktion für einen Oberflächendefekt und des Bereiches I für die Risswachstumskurven (vgl. Gleichung 3.29). Löst man für diese Annahmen das Integral aus Gleichung 3.30, so erhält man für die von der Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma}$ abhängigen Einzelfestigkeitsigkeiten σ_f :

$$\sigma_f(\dot{\sigma})^{n+1} = B_f \cdot \sigma_c^{n-2} \cdot \dot{\sigma}(n+1) \left[1 - \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_c} \right)^{n-2} \right] \quad (3.36)$$

Hierin beinhaltet B_f die bruchmechanischen Parameter des Materials.

$$B_f = \frac{2 \cdot K_{Ic}^{2-n}}{A_{df} Y^2 (n-2)} \quad (3.37)$$

Bei doppeltlogarithmischer Darstellung von Gleichung 3.36 ergibt sich der in Abbildung 3.15 dargestellte Funktionsverlauf. Aus der Steigung des linearen Bereiches kann der Risswachstumsexponent n und aus dem Achsenabschnitt D_{df} der Parameter B_f ermittelt werden:

$$\log \sigma_f(\dot{\sigma}) = \frac{1}{n+1} \log \dot{\sigma} + \log D_{df} \quad (3.38)$$

$$B_f = \frac{D_{df}^{n+1}}{n+1} \sigma_c^{2-n} \quad (3.39)$$

Für hohe Belastungsgeschwindigkeiten erreicht die Festigkeit einen Grenzwert σ_c , der auch als Inertfestigkeit bezeichnet wird. Wird die Belastungsgeschwindigkeit unter den Wert $\dot{\sigma}_t$ gesenkt, liegt die Dauer des Versuches auf einer Zeitskala, auf der durch unterkritisches Risswachstum der natürlichen Defekte im Material eine Festigkeitsminderung zu beobachten ist. Zur Auswertung der Daten nach

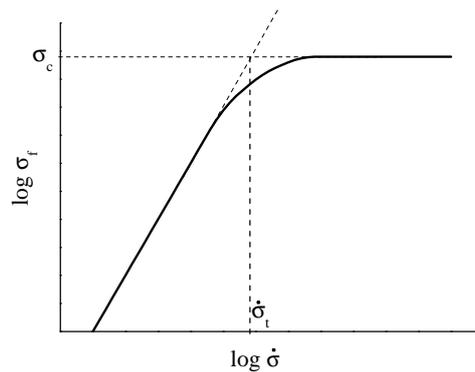


Abbildung 3.15: Schematische Darstellung typischer Ergebnisse dynamischer Belastungsexperimente

Modell 3.36 ist eine Fit-Prozedur wünschenswert, die berücksichtigt, dass die gemessenen Festigkeiten Weibull-verteilt sind. Zudem soll sie sowohl die Risswachstumsparameter n und A_{df} , die Weibullparameter m und σ_c als auch deren Vertrauensintervall liefern. Hierfür wurde in dieser Arbeit erstmals ein statistischer Ansatz gewählt, der in [64] ausführlich beschrieben ist und an dieser Stelle nur umrissen werden soll. Grundlage des Verfahrens ist die Regel von Bayes. Sie erlaubt es, mit Hilfe einer A-priori-Verteilung $p_0(\theta)$ der Parameter, gegeben durch deren physikalisch sinnvolle Grenzen und der Likelihoodfunktion aus Gleichung 3.33, die Auftretenswahrscheinlichkeit eines Parametersatzes θ für die vorliegenden Messdaten Υ zu berechnen:

$$p(\theta|\Upsilon) = \frac{p(\Upsilon|\theta)p_0(\theta)}{\int p(\Upsilon|\theta)d\theta} \quad (3.40)$$

Diese Vorgehensweise stellt eine deutliche Verbesserung gegenüber den in einschlägigen Normen [1] empfohlenen Methoden dar, da sie die Bestimmung der Konfidenzintervalle aller Parameter ermöglicht. Zusätzlich wird die vereinfachende Annahme der Normalverteilung der Messdaten, wie sie implizit der Least Square-Methode zu Grunde liegt, unnötig. Dies führt bei einem Vergleich der Methoden zu signifikant unterschiedlichen Ergebnissen [64].

Bei der Erstellung des Modells in Gleichung 3.36 geht direkt die Funktion für die Risswachstumskurve des Materials ein. Diese muss also für die Ermittlung der Risswachstumsparameter bekannt sein. Der Einfachheit halber wird meist nur ein Intervall aus Gleichung 3.29 der typischerweise dreiteiligen Risswachstumskurve von Gläsern (vgl. Abschnitt 3.2.3) zur Auswertung herangezogen. Nach [74, 57] wird durch diese vereinfachende Annahme eine Art Mittelung über die drei Bereiche der Risswachstumskurve vorgenommen. Da das Risswachstum in dynamischen Belastungsexperimenten jedoch maßgeblich von den Bereichen II und III beein-

flusst wird, muss bei der Berechnung der Lebensdauer aus den so ermittelten Risswachstumsparametern mit Fehlern gerechnet werden.

In [52] wird zur Bestimmung der Risswachstumsparameter die Auswertung von Lebensdauerexperimenten nach einer modifizierten Methode vorgeschlagen. Dabei wird die gleiche Anzahl von Proben einer schnellen Festigkeitsprüfung zur Bestimmung der Inertfestigkeitsverteilung und einem Lebensdauertest unterzogen. Durch Zuordnung der im Experiment ermittelten Ergebnisse abnehmender Lebensdauer zu den Ergebnissen abnehmender Festigkeit kann die Risswachstumskurve ohne eine Annahme über deren Form ermittelt werden. Außerdem sind die Versuchszeiträume im Gegensatz zu den dynamischen Belastungsexperimenten deutlich länger. Das ermittelte Risswachstumsverhalten wird demnach deutlich mehr von dem für Lebensdauerberechnungen relevanten Risswachstum bei langsamen Geschwindigkeiten beeinflusst. Dies stellt gleichzeitig auch den wesentlichen Nachteil der Bestimmung von Risswachstumsparametern aus Lebensdauerexperimenten dar, da der zeitliche Versuchsaufwand enorm ist.

3.2.4 Bestimmung der Festigkeit und der statischen Lebensdauer

Die Bestimmung der Festigkeit durch den Kappenabzugstest ist ein weit verbreitetes Verfahren bei der Charakterisierung von Waferbondverbindungen. Dabei werden verkappte Bauelemente zwischen zwei Stempel geklebt und in einer Prüfmaschine unter Zug bis zum Versagen belastet (vgl. Abbildung 3.16 links). Die während des Versuches maximal auftretende Kraft stellt das Versuchsergebnis dar. Diese Methode ist sehr einfach umsetzbar und kann direkt am Bauteil durchgeführt werden. Sie wird deshalb häufig in der Entwicklung von Waferbondprozessen und zur Prozesskontrolle eingesetzt. Ihr Nachteil besteht darin, dass durch die Geometrie des Bondrahmens im Zugversuch kein uniaxialer Belastungszustand erreicht wird. Die Ergebnisse der Tests sind deshalb nur bei übereinstimmender Geometrie der Proben vergleichbar. Eine Berechnung der Bondfestigkeit und damit die Ermittlung eines geometrieunabhängigen Materialkennwertes ist einzig über den Umweg einer FE-Analyse des Versuches möglich. Eine Beschreibung der Vorgehensweise und beispielhafte Untersuchungen sind in [30] zu finden.

In der vorliegenden Arbeit wird der Kappenabzugstest zur Bestimmung der Inertfestigkeit und der statischen Lebensdaueruntersuchung sowie zur indirekten Ermittlung von Risswachstumsparametern verwendet (siehe Abschnitt 3.2.3). Die Versuche werden an den im rechten Teil der Abbildung 3.16 dargestellten Testmustern bzw. an realen Drehratensensoren durchgeführt.

Um den Einfluss der Versuchsbedingungen auf die Messergebnisse zu minimieren, werden gegenüber der herkömmlichen Vorgehensweise folgende zusätzliche Maßnahmen getroffen:

- Verwendung von Kreuzgelenken in der Einspannvorrichtung der Prüfmaschi-

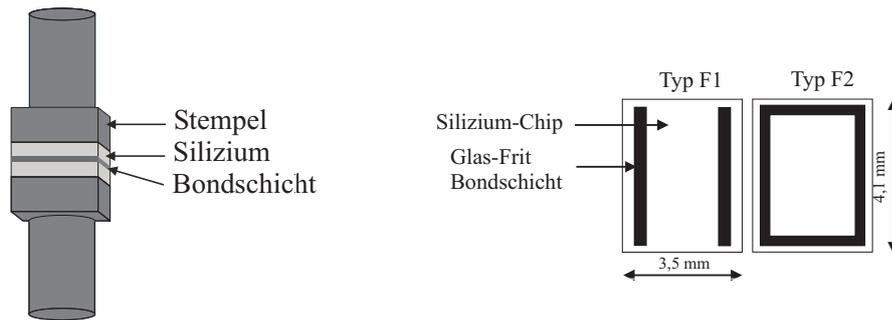


Abbildung 3.16: Schematische Darstellung der Versuchsanordnung beim Kappenabzugstest (*links*) und der verwendeten Probengeometrien (*rechts*)

ne zur Minimierung von Scherkräften durch Klebeversatz etc.

- Verwendung von Probenstempeln, die der Probengeometrie angepasst sind
- Verwendung kaltaushärtender Kleber zur Vermeidung von thermisch induzierten Spannungen in der Probe

Während die Zugversuche mittels einer Standard-Zugprüfmaschine durchgeführt werden, werden für die Lebensdaueruntersuchungen bis zu zehn Proben in einem speziell entwickelten Lebensdauerermessstand mit einem Gewicht belastet. Bei Versagen einer Probe schließt das Gewicht einen elektrischen Kontakt, wodurch der Versagenszeitpunkt protokolliert werden kann.

3.3 Experimentelle Ergebnisse für die bruchmechanischen Materialparameter

3.3.1 Ergebnisse der Bruchzähigkeitsmessungen

Ziel der Untersuchungen an Glas-Frit gebondeten Silizium-Proben ist es zunächst, eine breite statistische Basis für die Bruchzähigkeit des Materialverbundes zu erhalten. Hierzu stehen auf einem Wafer 52 Mikro-Chevron Proben zu gleichen Teilen von Typ A und Typ B zur Verfügung. Die unterschiedlichen Druckbreiten des Glaslotes der beiden Probenotypen sollen Aufschluss darüber liefern, ob beim Übergang zu geringeren Bondrahmenbreiten (vgl. Abschnitt 1.1) mit veränderten Materialeigenschaften zu rechnen ist.

Ein weiterer Bondparameter, der untersucht werden soll, ist die verwendete Bondtemperatur. Ihr Einfluss ist zum einen deswegen interessant, weil sie während des Bondprozesses über dem Wafer einer gewissen Schwankung unterliegt und so zur Streuung der Materialeigenschaften beitragen kann. Zum anderen ist die Bondtemperatur ein leicht zugänglicher Prozessparameter, der folglich auch ohne tiefgreifende Prozesseingriffe eine Optimierung erlaubt.

Während die Einflüsse der Druckbreite des Glaslotes und der Bondtemperatur auf das Bruchverhalten des Materialverbundes besonders für eine Optimierung des Waferbondprozesses interessant sind, sollen Untersuchungen zum Einfluss des Cordieritgehaltes dem besseren Verständnis des Bruchmechanismus dienen. Hierfür wurde Glaspaste mit dem Standard-Cordieritgehalt von 10 Gew. – % 1:1 mit Glaspaste ohne Füller gemischt und damit der Cordieritgehalt im Glaslot auf etwa 5 Gew. – % gesenkt.

Im realen Bauteil wirkt auf Grund der komplexen Geometrie und der vielfältigen Spannungen durch die AVT (vgl. Abschnitt 1.3.3) auf einen potenziellen Riss normalerweise keine reine Modus *I*-Belastung. Deshalb wurden auch asymmetrische MC-Proben hergestellt und getestet. Die Asymmetrie der Proben besteht dabei in der unterschiedlichen Dicke des oberen und des unteren Siliziumarmes. Dadurch liegt im Mikro-Chevron-Test eine gemischte Beanspruchung mit $\phi = 18^\circ$ im Bereich des Minimums der Geometriefunktion vor. Für die Herstellung dieser Proben wird der zu bedruckende 380 μm dicke Wafer durch einen mit einer Dicke von 650 μm ersetzt.

Die Mittelwerte der Bruchzähigkeiten \overline{K}_{Ic} sämtlicher Messreihen sind in Tabelle 3.2 inklusive der mittleren Fehler und Variationskoeffizienten zusammengefasst. Die vollständigen Datensätze können in Form von Histogrammen Anhang B.2 entnommen werden.

Die Wafer #1 und #2 wurden unter Standard-Bedingungen gebondet. Die Ergebnisse des Wafers #1 dienen, wenn nicht anders erwähnt, als Referenz für den Vergleich mit den Ergebnissen der Parametervariationen. Außer bei der Analyse des Einflusses der unterschiedlichen Druckbreiten des Glaslotes werden immer alle

Tabelle 3.2: Übersicht über die Ergebnisse der Bruchzähigkeitsmessungen an Mikro-Chevron-Proben

Einflussparameter	Bruchzähigkeit \overline{K}_{Ic} in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (\overline{G}_c in J/m^2)	mittlerer Fehler in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	Variations- koeffizient in %	Anzahl gemessener Proben
Referenz:				
Standard Wafer #1 Bond-T 430 °C	0,614 (5,28)	0,017	12,4	46
Standard Wafer #2	0,604	0,017	10,9	50
Bond-T 410 °C	0,620	0,018	14,1	43
Bond-T 445 °C	0,587	0,016	12,3	47
Cordieritgehalt 5 Gew.-%	0,498	0,013	10,9	52
Typ A (195 μm)	0,636	0,018	12,1	45
Typ B (290 μm)	0,598	0,017	10,6	51
Phasenwinkel 18° (a = 2,19 mm)	0,669 (8,15)	0,019	11,7	36

Proben eines Wafers zur Berechnung der Mittelwerte herangezogen. Im Folgenden wird auf die einzelnen Ergebnisse näher eingegangen.

Standard-Bedingungen und Streuung von Wafer zu Wafer Die gemessene Bruchzähigkeit der Proben, die mit den Standard-Parametern hergestellt wurden, weist mit $\approx 0,61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ einen für Gläser typischen Wert auf. Der Vergleich mit den Bleiglas-Risswachstumskurven bei Raumtemperatur im Vakuum in Abbildung 3.7 rechts zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Bruchzähigkeitswerten dieser Arbeit. Dieser Vergleich ist sinnvoll, da Risswachstum im Vakuum nur im Bereich III der Risswachstumskurven und damit bei Spannungsintensitäten nahe K_{Ic} stattfindet. Die Variationskoeffizienten der Messwerte liegen innerhalb des in Abschnitt 3.3.1 ermittelten Fehlerintervalls. Der wesentliche Anteil der Streuung der Messwerte ist damit auf Unsicherheiten bei der Versuchsdurchführung und -auswertung zurückzuführen.

Da die mittleren Werte der Bruchzähigkeiten von Wafer #1 und #2 keinen signifikanten Unterschied aufweisen, können die Daten eines Wafers als charakteristisch für den jeweiligen Parametersatz angenommen werden.

Einfluss der Linienbreite Um den Einfluss der Linienbreite auf die Bruchzähigkeit zu untersuchen, wurden die Proben der mittels Standard-Parametern gebondeten Wafer #1 und #2 nach ihrer Siebdruck-Linienbreite getrennt ausgewertet. Das Ergebnis zeigt, dass die Proben mit schmaler Druckbreite (Typ A) eine signifikant höhere Bruchzähigkeit aufweisen als die Proben mit breiter Druckbreite (Typ B). Diese Tatsache bestätigt sich auch bei getrennter Auswertung für schmale und breite Sealglaslinien aller anderen in Tabelle 3.2 aufgeführten Probentypen (nicht gezeigt). Die Bruchzähigkeiten der Proben des Typs A liegen stets etwa 5 – 10 % über denen der Proben des Typs B. Gleichzeitig ist zu beobachten, dass die Verquetschung der schmalen Linien immer um 2 – 3 % geringer ist als die der breiten Linien.

Einfluss der Bondtemperatur Die Ergebnisse für den Einfluss der Bondtemperatur sind im linken Teil der Abbildung 3.17 dargestellt. Trotz ihres geringen Einflusses im untersuchten Temperaturbereich ist ein Trend zu geringeren Bruchzähigkeiten für höhere Bondtemperaturen zu erkennen. Gleichzeitig nimmt aber auch der Variationskoeffizient mit steigender Bondtemperatur ab.

Der rechte Teil der Abbildung 3.17 zeigt die Verquetschung der Siebdrucklinien beim Bonden. Bedingt durch die geringere Viskosität des Glaslotes bei höheren Temperaturen werden bei gleichem Bonddruck höhere Verquetschungen erreicht. Auch hier ist zu bemerken, dass die Streuung der Verquetschung und damit die Variation in den Linienbreiten nach dem Bonden für höhere Temperaturen geringer ist.

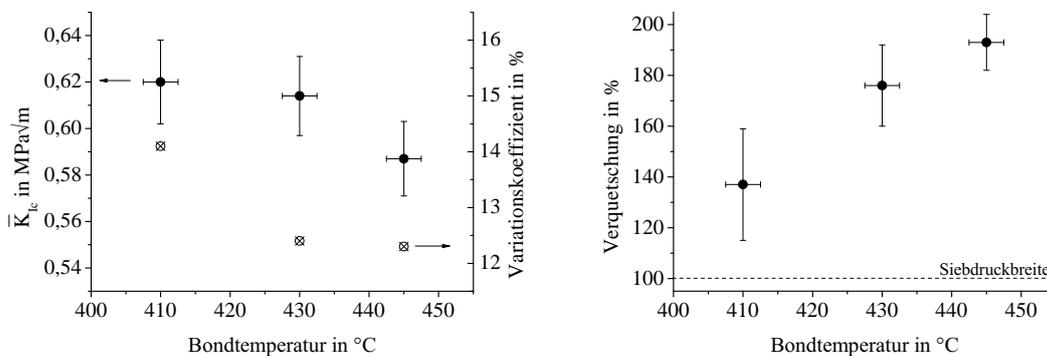


Abbildung 3.17: Einfluss der Bondtemperatur auf die mittlere Bruchzähigkeit der Mikro-Chevron-Proben (*links*) und die Verquetschung der Sealglaslinien beim Bonden (*rechts*)

Einfluss des Cordieritgehaltes Tabelle 3.2 kann man entnehmen, dass durch die Reduzierung des Cordieritgehaltes im Glaslot von 10 auf 5 Gew. – % die

Bruchzähigkeit der Bondschicht um fast 20 % sinkt. Wegen des Risikos eines Waferbruchs in der Waferbondanlage bedingt durch die erhöhten thermischen Spannungen in der Bondverbindung konnte der Cordieritgehalt nicht weiter abgesenkt werden.

Bruchzähigkeit unter gemischter Beanspruchung Die Ergebnisse der Messungen an asymmetrischen MC-Proben sind in Abbildung 3.18 links denen der symmetrischen Proben gegenübergestellt. Durch das Dickenverhältnis von 0,585 der für die Herstellung der Proben verwendeten Siliziumwafer ergibt sich im Minimum der Geometriefunktion der MC-Proben eine gemischte Beanspruchung mit einem Phasenwinkel von $\phi = 18^\circ$. Man erkennt, dass der Modus *I*-Anteil der Bruchzähigkeit über dem der symmetrischen Proben liegt. Dieses Verhalten wird von den aus der Literatur bekannten Versagenskriterien für gemischte Beanspruchung nicht wiedergegeben, ist aber auch bei den experimentellen Daten anderer Materialien zu beobachten (vgl. Abbildung 3.18 rechts).

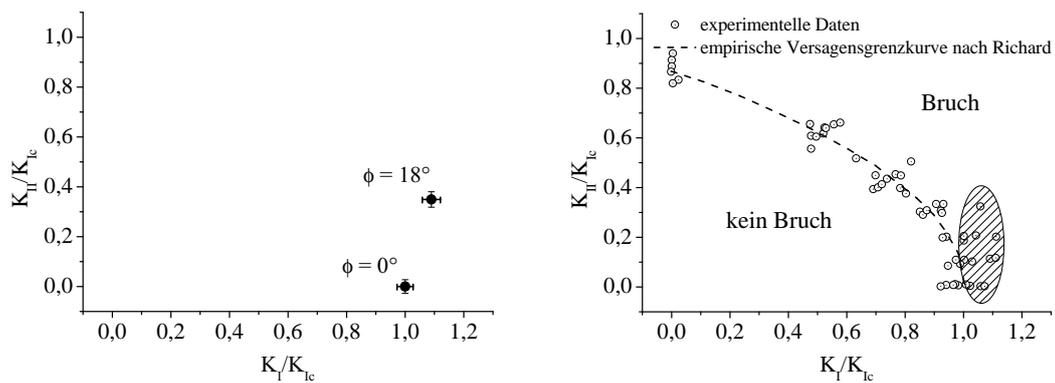


Abbildung 3.18: Kritische Werte der Spannungsintensitäten für reine Modus *I* und gemischte Beanspruchung mit $\phi = 18^\circ$ für Glas-Frit gebondete Proben (*links*) und typische experimentelle Daten und empirische Versagensgrenzkurve nach [68] (*rechts*); der schraffierte Bereich hebt die Daten hervor, die bei kleinen Phasenwinkeln deutlich von der theoretischen Versagensgrenzkurve abweichen.

3.3.2 Ergebnisse der Risswachstumsmessungen

Ergebnisse der NIR-optischen Risswachstumsmessungen an DCB-Proben

Bei der Ermittlung der Parameter für das unterkritische Risswachstum stehen zwei Aspekte im Vordergrund. Zum einen soll wie schon für die Bruchzähigkeit eine breite statistische Datenbasis für Standard-Bond- und Umgebungsbedingungen geschaffen werden. Wie in Abschnitt 3.2.3 ausführlich erläutert wurde, handelt es sich beim Vorgang des unterkritischen Risswachstums um einen korrosionsunterstützten Bruchmechanismus. Deshalb ist es zum anderen essenziell, die Risswachstumskurven auch in Abhängigkeit von der Temperatur und der Umgebungsfeuchte zu untersuchen.

Messung unter Standard-Bedingungen Für die statistische Auswertung unter Standard-Bedingungen ist es von Vorteil, die Risswachstumskurven schnell und effizient an ein möglichst einfaches Modell anfitzen zu können. Hierfür wird deshalb das Modell aus Gleichung 3.29 verwendet.

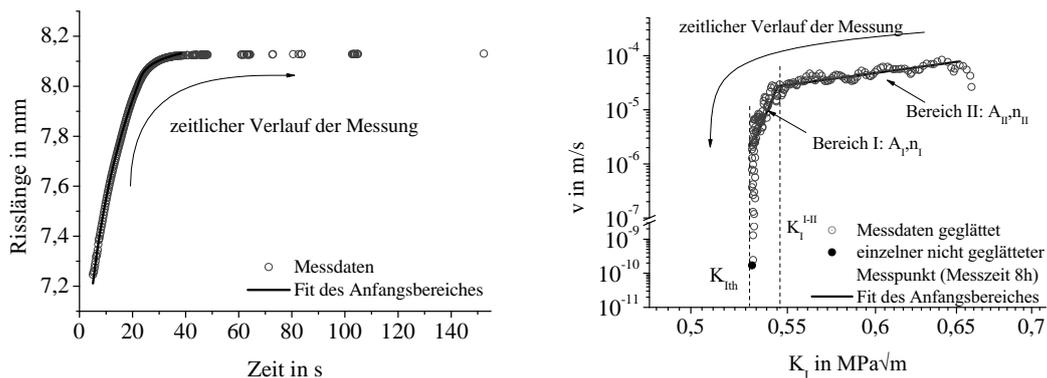


Abbildung 3.19: Typische Messkurven einer NIR-Messung an einer DCB-Probe unter Laborbedingungen und Fit-Kurven für die experimentellen Daten; *links*: Rohdaten, *rechts*: entsprechende Risswachstumskurve. Der Fit der Messdaten erfolgte nur unter Berücksichtigung der Daten für die ersten 30 s der Messung. Auf Grund des in 3.2.3 im Detail erläuterten systematischen Fehlers bei der Risslängendetektion im NIR zeigen die Messergebnisse einen nur scheinbar höheren Wert für K_{Ic} als nach den Ergebnissen der Bruchzähigkeitsmessungen zu erwarten ist.

Bei der Bildung des Differenzenquotienten aus der gemessenen Abhängigkeit der Risslänge von der Zeit ergeben sich bedingt durch das Messrauschen häufig negative, physikalisch nicht sinnvolle Geschwindigkeitswerte für das Risswachstum. Dem kann durch geeignetes Glätten bzw. entsprechend große Integrationsintervalle begegnet werden. Um trotzdem den Informationsgehalt der gesamten

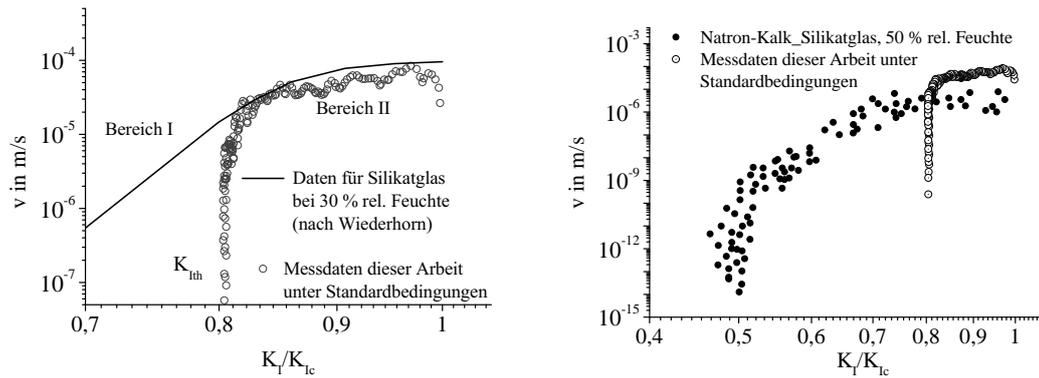


Abbildung 3.20: Vergleich der auf K_{Ic} normierten Risswachstumskurven von Silikatglas nach Wiederhorn (vgl. Abbildung 3.7 links) (*links*) und nach Kocer [43] (*rechts*) mit den Ergebnissen für die in dieser Arbeit untersuchte Glas-Frit Bondverbindung

gemessenen Datenbasis in die Bestimmung der Risswachstumsparameter eingehen zu lassen, erfolgt der Fit des Modells an die experimentellen Daten nicht wie allgemein üblich an den Daten der $v - K$ -Kurve, sondern durch numerisches Lösen der entsprechenden Differentialgleichung für die Abhängigkeit der Risslänge von der Zeit, also an den Rohdaten der Messung.

Abbildung 3.19⁵ zeigt die Rohdaten und die zugehörige Risswachstumskurve für eine typische Messung sowie die entsprechenden Fit-Kurven nach Modell 3.29. An Hand dieses Beispiels sollen die wesentlichen Eigenschaften der Risswachstumskurve beschrieben werden.

Zu Beginn der Messung zeigt sich der bereits in Abbildung 3.6 links dargestellte typische Verlauf der Risswachstumskurve. Man erkennt zunächst einen nahezu plateauartigen Bereich mit sehr flacher Steigung in der doppeltlogarithmischen Auftragung. Dieser Bereich ist dem Bereich II der Risswachstumskurve zuzuordnen. Das Niveau der Risswachstumsgeschwindigkeit von $5 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-4}$ m/s ist bei einer geschätzten Umgebungsfeuchte von 20 – 30 % mit dem für Silikatgläser vergleichbar (vgl. Abbildung 3.20).

Auffällig ist eine periodische Schwankung der Risswachstumsgeschwindigkeit um den Plateauwert. Im Anschluss an den Bereich II zeigt sich der zu erwartende Übergang zum Bereich I, der sich durch eine wesentlich stärkere Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von K_I auszeichnet. Im Gegensatz zum Silikatglas (vgl. Abbildung 3.20) und vielen anderen Gläsern erstreckt sich dieser Teil jedoch nur über ein sehr schmales K_I -Intervall von etwa $0,1 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Anschließend kommt das Risswachstum vollständig zum Erliegen. Die Wachstumsgeschwindigkeit

⁵Die Geschwindigkeiten unterhalb $5 \cdot 10^{-8}$ m/s ergeben sich rechnerisch bei der gleitenden Mittelwertbildung des Messsignals. Die Bildung des gleitenden Mittelwertes wird verwendet, da bei der automatischen Messung die Integrationsintervalle sehr kurz sind.

keit fällt innerhalb kürzester Zeit auf einen Wert, der mit dem Messaufbau experimentell nicht mehr nachgewiesen werden kann. Im Zeitraum von etwa 2 min bis 8 h nach der Messung konnte kein Risswachstum mehr nachgewiesen werden. Der schwarz gefüllte Messpunkt im rechten Teil der Abbildung 3.19 kennzeichnet den Geschwindigkeitswert, unter dem die Risswachstumsgeschwindigkeit gelegen haben muss. Für bruchmechanische Lebensdauerbetrachtungen ist das Auftreten eines Grenzwertes K_{Ith} für das unterkritische Risswachstum, wie es an Hand der Messdaten in den Abbildungen 3.19 und 3.20 zu sehen ist, von großer Bedeutung. Deshalb kommt diesem Charakteristikum in den weiteren Untersuchungen und der Diskussion der Ergebnisse besondere Beachtung zu.

In Tabelle 3.3 sind die Mittelwerte und Variationskoeffizienten der Risswachstumsparameter nach Gleichung 3.29 zusammengefasst.

Tabelle 3.3: Zusammenfassung der Risswachstumsparameter von DCB-Proben, die mit dem Standard- Glas-Frit Bondprozess gebondet wurden (15 Messungen an 4 Proben)

Risswachstums- Parameter	Mittelwert	Variations- koeffizient in %
n_{II}	6,0	7
$\log A_{II}$	-3,0	3
n_I	75	45
$\log A_I$	15	63
K_{Ith} in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	0,527	2,9
K_{Ith}/K_{Ic} in %	85,8	
K_I^{I-II} in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	0,544	2,9

Auf Grund der sehr geringen Ausprägung des Bereichs I der Risswachstumskurve sind die Unsicherheiten beim Fitten des Modells in diesem Teil sehr hoch, was sich in den großen Variationskoeffizienten der entsprechenden Parameter widerspiegelt.

Einfluss von Temperatur und Feuchte Die Untersuchungen zum Einfluss der Umgebungsbedingungen auf das unterkritische Risswachstum wurden in einem Temperatur- und Feuchtebereich von -30 bis 130 °C und 8 bis 85 % durchgeführt. Für die Bewertung der Ergebnisse sind einige Randbedingungen zu berücksichtigen, die zu Beginn dieses Abschnitts erläutert werden sollen.

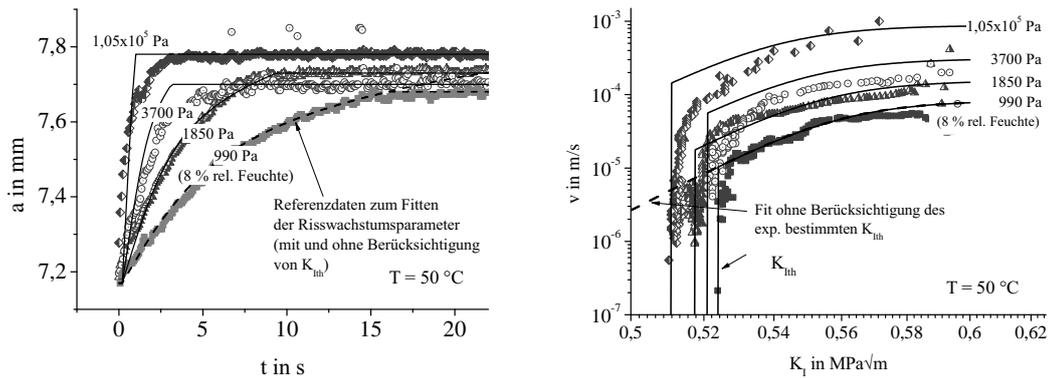


Abbildung 3.21: Abhängigkeit des unterkritischen Risswachstums vom Wasserdampfpartialdruck bei 50 °C . Die durchgezogenen Kurven wurden mit demselben Satz von Risswachstumsparametern berechnet.

Die Versuche bei unterschiedlicher Feuchte und Temperatur unterhalb der Raumtemperatur wurden mit Hilfe des Klimakammer-Messplatzes durchgeführt. Für diese Messungen mussten vollflächig gebundene DCB-Proben verwendet werden, die nicht die Linienstruktur der Probentypen A und B aufweisen, da das Ausblenden der transparenten Bereiche zwischen den Glaslinien mittels einer mit Mikrometerngenauigkeit positionierbaren Blende im Klimaschrank experimentell nur mit sehr großem Aufwand möglich gewesen wäre. In Referenzexperimenten wurden deshalb die Messergebnisse von vollflächigen Proben mit denen von Proben mit Linienstruktur unter Umgebungsbedingungen verglichen. Wiesen die vollflächig gebundenen Proben keine großen Gasporen auf, so konnte kein signifikanter Einfluss der Probenart auf das Ergebnis der Messungen festgestellt werden. Die Messungen zur Untersuchung des Temperatureinflusses wurden am Mikroskopmessplatz durchgeführt. Hier sind die Luftfeuchtebedingungen während der Messung insbesondere an der beheizten Probe nicht exakt bekannt. Die Messungen bei niedrigen Temperaturen finden zwar in der Klimakammer statt, doch auch hier ist unterhalb von 5 °C keine Feuchteregelung möglich. Deshalb geht der Wasserdampfpartialdruck bei der Modellierung dieser Ergebnisse in physikalisch sinnvollen Grenzen als freier Parameter ein.

Um die Abhängigkeit des unterkritischen Risswachstums von Feuchte und Temperatur auch parametrisch erfassen zu können, wird im Gegensatz zu den Untersuchungen unter Standard-Bedingungen das Modell aus den Gleichungen 3.25 bis 3.28 herangezogen. Die Beobachtung des abrupten Abstoppens des Risswachstums wird von diesem Modell nicht erfasst. Dem wird dadurch Rechnung getragen, dass für die experimentell bestimmte längste Risslänge und damit dem K -Wert, bei dem kein Risswachstum mehr nachgewiesen werden kann (K_{Ith}), die Geschwindigkeit $v = 0$ zugeordnet wird.

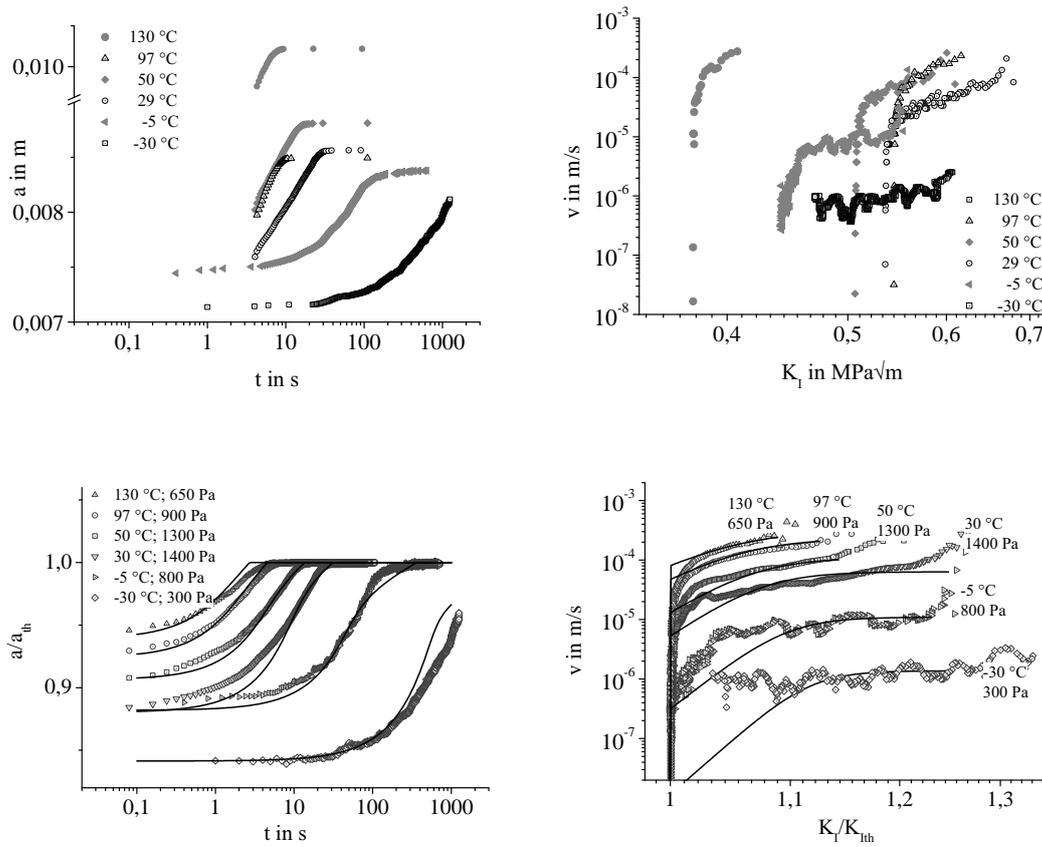


Abbildung 3.22: Modellerte und experimentell ermittelte Abhängigkeit des unterkritischen Risswachstums von der Temperatur; *oben*: nicht normierte Risswachstumskurven, *unten*: Die Ergebnisse sind zur besseren Veranschaulichung auf die Grenzwerte der Risslänge a_{th} und des Spannungsintensitätsfaktors K_{Ith} normiert. Die Druckangaben stellen den besten Fit des Wasserdampfpartialdrucks an die experimentellen Daten dar.

Der Fit nach dem Modell 3.28 wird an den Messdaten für 8 % Luftfeuchte durchgeführt. Diese Messdaten dienen dann als Referenz für die weiteren Experimente. Alle weiteren berechneten Kurven (durchgezogene Linien) in den Abbildungen 3.21 und 3.22 beruhen auf diesem Satz von Parametern (vgl. Tabelle 3.4) und stellen demnach keine Fits an die Messdaten, sondern Vorhersagen für die entsprechenden Randbedingungen der Messung dar.

In Abbildung 3.21 ist der Einfluss der Umgebungsfeuchte auf das Risswachstum bei einer Temperatur von 50 °C gezeigt. Man erkennt, dass der Bereich II der Risswachstumskurven die nach dem Modell zu erwartende Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit vom Feuchtegehalt der Umgebungsatmosphäre aufweist. Mit zunehmendem Wasserdampfpartialdruck steigt das Geschwindigkeitsniveau des Risswachstums. Bei Annäherung an die Grenzlänge a_{th} bzw. K_{Ith} , also

Tabelle 3.4: Parametersatz zur Modellierung der Temperatur- und Feuchteabhängigkeit der Risswachstumskurven (ermittelt durch Fit von Gleichung 3.28 an Messdaten für 8 % Feuchte und 50 °C) und Vergleich mit ausgewählten Literaturdaten

Parameter	Q_I in kJ/mol	Q_{II} in kJ/mol	C_I in m/s	C_{II} in m/s	b in $m^{\frac{5}{2}}$	q
Glas-Frit	126	23,7	$3,4 \cdot 10^4$	57	0,16	1,5
Blei-Silikat- Glas (61%) [75]	348				0,510	
Natron-Kalk- Silikatglas[75]	605				0,216	0,5 –1
Phosphatglas [20]	216	26	$2,96 \cdot 10^6$	8,21	0,496	1,19

im Übergang zwischen Bereich I und II, zeigen sich jedoch deutliche Abweichungen zwischen experimentellen und modellierten Ergebnissen. Eine systematische Abhängigkeit für K_{Ith} von der Luftfeuchte ist im Rahmen der Genauigkeit der Messdaten nicht nachzuweisen.

Bei der Betrachtung der Temperaturabhängigkeit des Risswachstums ergibt sich die Problematik, dass der Einfluss der Temperatur auf die thermischen Spannungen in der Bondschicht der Proben und auf die Korrosionsreaktionen an der Rissspitze immer gekoppelt auftritt und nicht getrennt untersucht werden kann. Die experimentellen Daten bei unterschiedlichen Temperaturen weisen eine im Vergleich zur Streuung der Messdaten bei Raumtemperatur weite Variation von K_{Ith} auf. Dies zeigt sich in der Darstellung der Messdaten im oberen Teil der Abbildung 3.22. An Hand dieser Ergebnisse läßt sich zunächst kein einheitlicher Trend des Einflusses der Temperatur auf das Risswachstumsverhalten erkennen. Besonders auffällig ist der Versatz der Risswachstumskurve bei 130 °C zu geringen Spannungsintensitäten. Dieser konnte jedoch bei der Analyse der Bruchflächen der Probe auf eine schlechte Bondung durch große Gasporen zurückgeführt werden.

Da im Modell aus den Gleichungen 3.25 bis 3.28 kein K_{Ith} und demzufolge auch nicht dessen Temperaturabhängigkeit berücksichtigt wird, werden deshalb für das Fitten dieses Modells an die Messdaten die experimentellen Risslängen auf die der Referenzmessung normiert⁶. Die entsprechenden Auftragungen sind zur besseren Veranschaulichung im unteren Teil der Abbildung 3.22 dargestellt.

Im Plateaubereich der Risswachstumskurve (Bereich II) zeigen die Daten, wie das Modell erwarten lässt, eine deutliche Erhöhung der Risswachstumsgeschwin-

⁶Dadurch können zwar keine Aussagen über den Einfluss der Temperatur auf die Lage der Risswachstumskurven auf der K-Achse getroffen werden, es wird aber zumindest eine Untersuchung des Einflusses auf die Risswachstumsgeschwindigkeit ermöglicht.

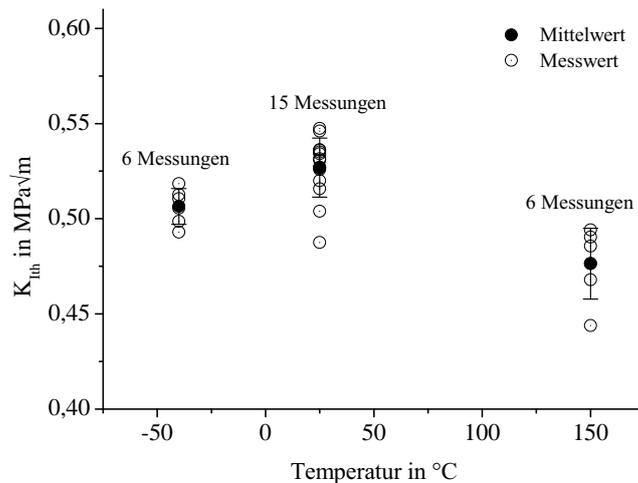


Abbildung 3.23: Einfluss der Temperatur auf den Grenzwert der Spannungsintensität für das unterkritische Risswachstum K_{III}

digkeit mit der Temperatur. Wie schon bei den Ergebnissen zur Abhängigkeit von der Luftfeuchte sind jedoch im Übergang zwischen Bereich I und II deutliche Abweichungen zwischen Modell und Experiment offensichtlich.

Ein wesentliches Ergebnis der Untersuchungen ist, dass über den gesamten untersuchten Temperatur- und Feuchtebereich das Auftreten eines unteren Grenzwertes der Spannungsintensität für das Risswachstum nachgewiesen werden konnte. Während der Wasserdampfpartialdruck der Atmosphäre innerhalb des untersuchten Bereiches keinen signifikanten Einfluss auf K_{III} hat, ist der Einfluss der Temperatur auf K_{III} nicht zu vernachlässigen. Um diesen Einfluss statistisch zu untersuchen, wurden bei einer Vielzahl von DCB-Proben Risswachstumsversuche bei drei verschiedenen Temperaturen durchgeführt und der Einfachheit halber nur die Werte für K_{III} anstatt der gesamten Risswachstumskurve ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3.23 dargestellt. Die Daten zeigen, dass sowohl für höhere als auch für niedrigere Temperaturen der Wert von K_{III} sinkt. Für Zuverlässigkeitsbetrachtungen ist vor allem das Minimum im relevanten Temperaturbereich zu beachten, das mit $0,48 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $150 \text{ }^\circ\text{C}$ liegt.

Ergebnisse der dynamischen Belastungsexperimente

Die dynamischen Belastungsexperimente wurden mit der in Abschnitt 3.2.4 beschriebenen Versuchsanordnung an realen Drehratensensoren durchgeführt. Die Messdaten sind in Abbildung 3.24 dargestellt. Ihre Auswertung erfolgte mit der in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Vorgehensweise. Die Kurven in Abbildung 3.24 zeigen den entsprechenden Fit nach Gleichung 3.38 und dessen 95 %-Vertrauensinter-

vall. Die Zusammenfassung der Parameter, die mit Hilfe dieser Fits ermittelt wurden, ist in Tabelle 3.5 gegeben. Auf Grund des kleinen Weibull-Moduls von $m = 2,6$ ist die Streuung der Messdaten erheblich. Dies spiegelt sich in den breiten Vertrauensintervallen der Modellparameter wider.

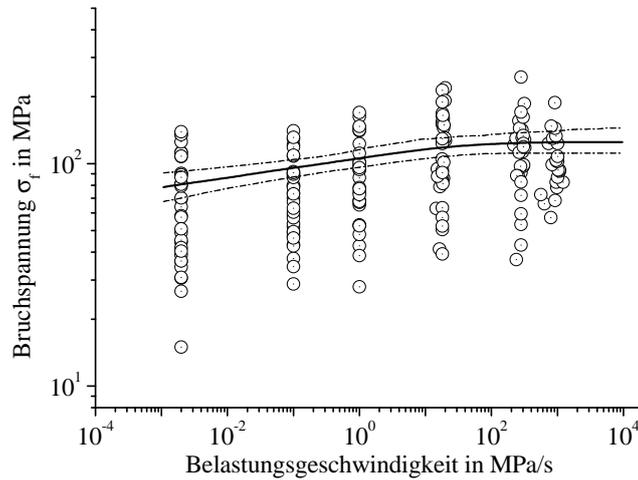


Abbildung 3.24: Darstellung der Ergebnisse der dynamischen Belastungsexperimente und des Fits nach Gleichung 3.38 zusammen mit dem 95 %-Vertrauensintervall

3.3.3 Ergebnisse der Lebensdauerversuche

Bei der Durchführung der Lebensdauerversuche wurden die in Abbildung 3.16 rechts dargestellten Proben vom Typ F1 verwendet. Für die Durchführung der Tests ist es notwendig, ein geeignetes Lastniveau zu bestimmen. Deshalb wurde in schnellen Zugversuchen die Verteilung der Inertfestigkeiten ermittelt. Das zugehörige Weibull-Diagramm ist in Abbildung 3.25 links zu sehen. Die Abweichung der Messwerte von der Weibull-Geraden bei niedrigen Belastungen ist dadurch zu erklären, dass bereits beim Vereinzeln der Proben durch das Sägen des Wafers bei einzelnen Chips die Bondverbindung versagt. Diese Proben fließen nicht in die Auswertung ein. Es kommt also beim Sägen zu einem so genannten Proof-Test, bei dem die schwächsten Proben durch mechanische Belastung selektiert werden.

Auf Basis der Inertfestigkeitsverteilung wird für die statischen Lebensdauerversuche ein Lastniveau von 42 N ausgewählt. Das entspricht einer Wahrscheinlichkeit für sofortiges Versagen von etwa 33 %. Durch die Wahl dieses Lastniveaus war angesichts der Streuung der Inertfestigkeiten und der Ergebnisse der dynamischen Belastungsexperimente davon auszugehen, dass innerhalb akzeptabler Versuchszeiten ein Versagen einzelner Proben auftritt und damit eine auswertbare

Tabelle 3.5: Zusammenfassung der aus den dynamischen Belastungsexperimenten ermittelten Parameter [64] (194 Messdaten)

Risswachstums- Parameter	Wert	95 % - Vertrauensintervall
$\log D_{df}$	2,02	[1,98;2,06]
n	22,6	[12,8;37,9]
$\log A_{df}$	-0,036	
σ_c in MPa	124,9	[111,4;137,9]
m	2,59	[2,26;2,97]
Y	1,3	

Datenbasis ermittelt werden kann. Mit der in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Vorgehensweise zur Auswertung von Lebensdauerversuchen nach [52] ist es trotz des einheitlichen Lastniveaus zudem möglich, jeder Probe eine individuelle Belastung F_{Last}/F_c zuzuweisen. Die daraus resultierende Auswertung der Ergebnisse nach den Gleichungen 3.36 - 3.39 ist im rechten Teil der Abbildung 3.25 zu sehen. Für die Geometriefunktion wurde der Wert für einen halbelliptischen Oberflächenriss mit $Y = 1,3$ angenommen. Entsprechend der Ergebnisse zur Ermittlung der Inertfestigkeit versagt ca. 1/3 der Proben sofort. Für diese Proben ist im Diagramm eine Versagensdauer von 10 s angegeben, die dem zeitlichen Messintervall während des Versuches entspricht. Während der Versuchsdauer von etwa einem Monat versagten weitere fünf Proben, deren Lastniveau bei mindestens 98 % ihres Festigkeitswertes lag.

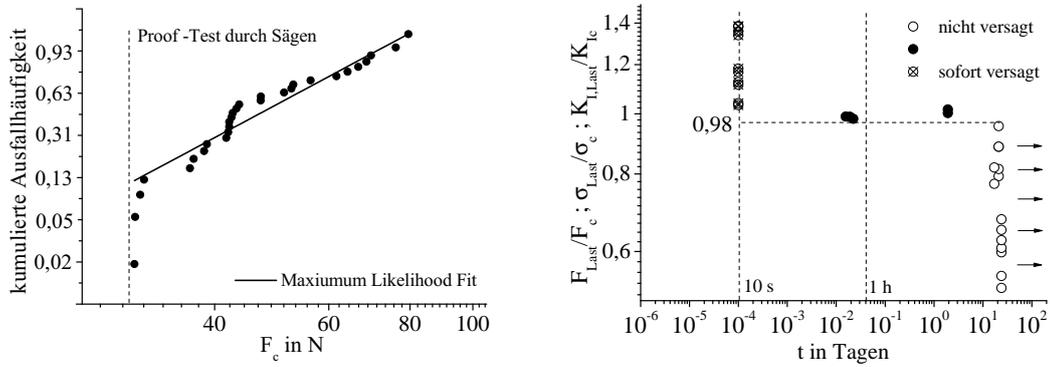


Abbildung 3.25: Weibull-Diagramm der Inertfestigkeiten (*links*) und Ergebnisse der statischen Lebensdauerversuche (*rechts*) an Glas-Frit gebundenen Silizium-Proben

3.3.4 Ergebnisse der fraktografischen Analysen

Im Anschluss an die bruchmechanischen Messungen wurden die Bruchflächen aller Proben lichtmikroskopisch charakterisiert. Bei einzelnen Proben kamen zusätzlich Verfahren zur Abbildung der Topografie wie die Weißlichtinterferometrie und Laser-Scanning-Mikroskopie sowie die Rasterelektronenmikroskopie zum Einsatz. Charakteristische Ergebnisse dieser Analysen sind im folgenden Abschnitt dargestellt und erläutert. Dabei wird das Hauptaugenmerk auf den Risspfad gelegt.

Phänomenologische Beschreibung des Risspfades In Abbildung 3.26 sind typische Übersichtsaufnahmen von Bruchflächen einer MC- und einer DCB-Probe dargestellt. Die wesentlichen Charakteristika sind bei beiden Proben vergleichbar.

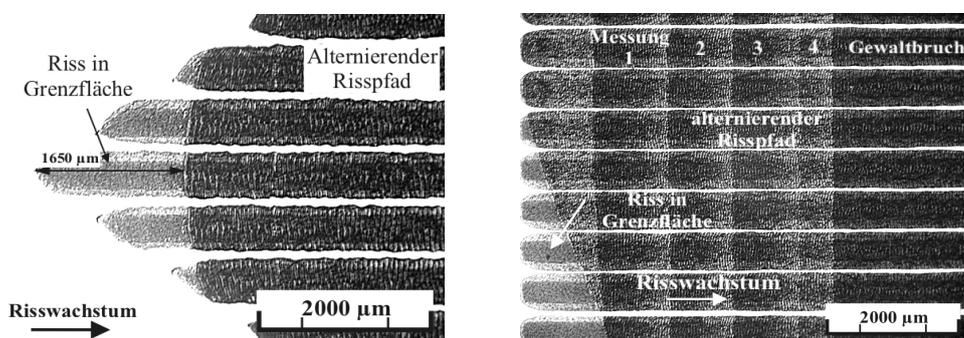


Abbildung 3.26: Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen der Bruchflächen einer MC-Probe (*links*) und einer DCB-Probe (*rechts*), die unter reiner Modus *I*-Belastung getestet wurden (symmetrische Proben). In beiden Messverfahren ist der zwischen den Grenzflächen alternierende Risspfad charakteristisch.

Der Anriss der Proben erfolgt zunächst in der Nähe der Grenzfläche zwischen Bondschicht und Silizium. Bei den meisten Proben ist dabei die gebondete und nicht die mit dem Glaslot bedruckte Seite betroffen. Anschließend wechselt der Pfad von der Grenzfläche zu einem periodisch zwischen den beiden Grenzflächen alternierenden Riss. Dieses Verhalten wird in Abbildung 3.27 an Hand einer REM- und einer topografischen Aufnahme eines Ausschnittes der Bruchfläche sowie der lichtmikroskopischen Aufnahme eines Querschliffes verdeutlicht.

Die typische Periode, mit der der Riss die Grenzfläche wechselt, beträgt etwa $30 \pm 10 \mu\text{m}$. Betrachtet man den Verlauf des Risspfades etwas genauer, so weist der alternierende Riss einige weitere typische Charakteristika auf, die in Abbildung 3.28 durch eine REM-Aufnahme einer einzelnen Periode (*links*) und eine schematische Darstellung des Rissverlaufes (*rechts*) illustriert werden.

Das Austreten des Risses aus der Grenzfläche erfolgt unter einem sehr flachen Winkel. Dieser steigt in der Folge jedoch stetig an, bis der Riss nahezu senkrecht auf die gegenüberliegende Grenzfläche trifft, um dort wiederum abrupt zum Grenzflächenriss zu werden. Der Risspfad kann demnach in zwei wesentliche Abschnitte

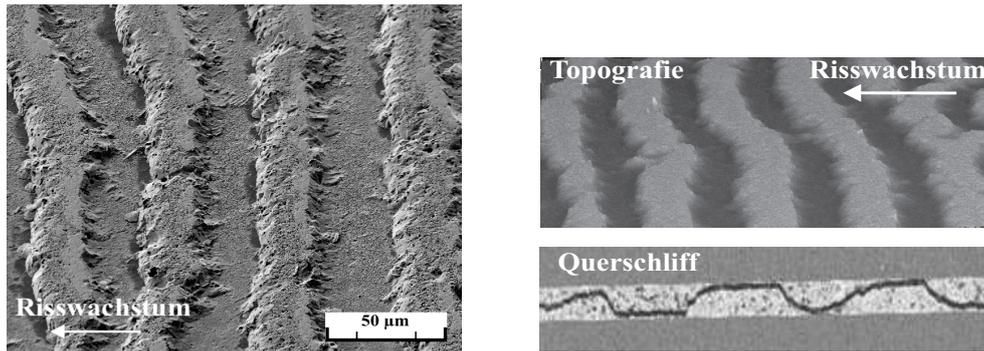


Abbildung 3.27: Detaillierte Darstellung des alternierenden Risspfades an Hand einer REM-Aufnahme der Bruchfläche (*links*), einer topografischen Aufnahme der Bruchfläche und einem Querschliff (*rechts*)

unterteilt werden:

- den Verlauf in der Grenzfläche bzw. einem grenzflächennahen Bereich (l_c)
- den Verlauf durch die Glas-Frit Bondschicht zur gegenüberliegenden Grenzfläche (l_w)

Alle Angaben für die im Lichtmikroskop bestimmte Periode des Risspfades beziehen sich auf die Gesamtlänge l_g der beiden Teilbereiche.

$$l_g = l_c + l_w \quad (3.41)$$

Nach dem Einlaufen in die gegenüberliegende Grenzfläche ist bei genauer Betrachtung von Abbildung 3.28 links zu erkennen, dass der Riss zunächst für einige μm direkt in der Grenzfläche zum Silizium verläuft, dann aber in eine grenzflächennahe Schicht übergeht, deren Oberfläche in Abbildung 3.29 links vergrößert

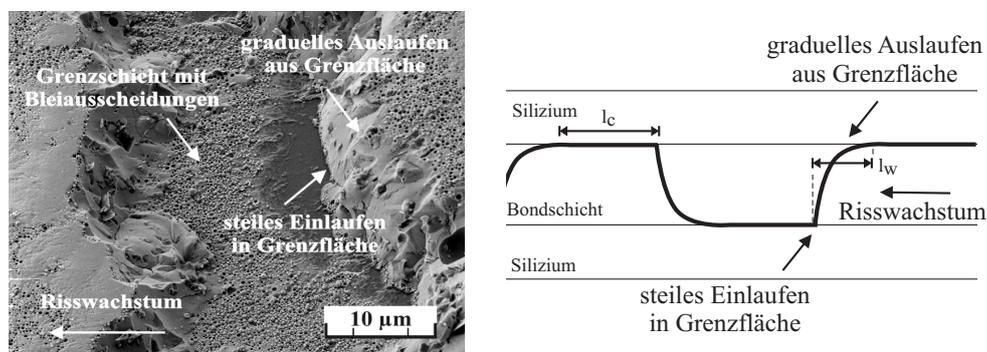


Abbildung 3.28: Verlauf des Risspfades im Detail; *links*: rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer einzelnen Periode, *rechts*: schematische Darstellung im Querschnitt

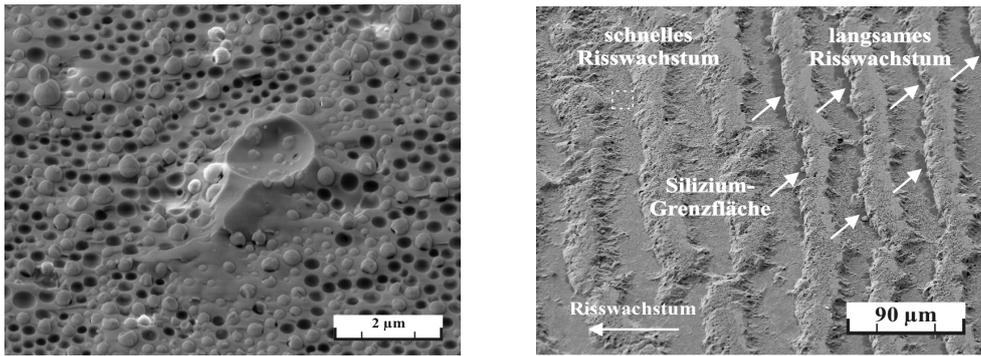


Abbildung 3.29: Darstellung der Bruchfläche des durch Bleiausscheidungen geprägten grenzflächennahen Bereichs des Risspfades (*links*) und Vergleich des alternierenden Risspfades bei schnellem (erzwungenem) und langsamem (unterkritischem) Risswachstum (*rechts*); das gestrichelte Kästchen kennzeichnet den Ausschnitt der linken Abbildung.

dargestellt ist. Diese Schicht ist durch die schon in den TEM-Aufnahmen in Abbildung 1.3 dargestellten Bleiausscheidungen geprägt. Die Kugelform der Bleiausscheidungen bzw. die kugelförmigen Mulden in der Bruchfläche lassen auf eine schlechte mechanische Anbindung des elementaren Bleis an die Glasmatrix schließen. Zudem deutet sie darauf hin, dass keine signifikante mechanische Deformation des duktilen Bleis stattgefunden hat.

Einfluss der Wachstumsgeschwindigkeit auf den Risspfad Im rechten Teil der Abbildung 3.29 ist ein Ausschnitt der Bruchfläche einer DCB-Probe zu sehen. Die rechte Hälfte des Bildes entspricht einem Bereich, in dem der Riss unterkritisch, also langsam, gewachsen ist und schließlich zum Stillstand kam. In der linken Hälfte ist eine deutliche Veränderung im Bruchbild zu erkennen. Diese ist darauf zurückzuführen, dass nach der ersten Messung des unterkritischen Risswachstums durch schnellen Einschub der Klinge in die Probe ein weiteres Risswachstum initiiert wurde. Der Unterschied in den Bruchbildern besteht darin, dass beim schnellen Risswachstum, also im Bereich höherer Spannungsintensitäten, der Riss unter einem deutlich flacheren Winkel direkt in die Bleiausscheidungen enthaltende grenzflächennahe Schicht einläuft und nicht die Siliziumgrenzfläche erreicht. Hierauf sind auch die Helligkeitsunterschiede in der lichtmikroskopischen Abbildung im rechten Teil der Abbildung 3.26 während der durchgeführten Messungen 1 – 4 zurückzuführen. Die Bereiche des langsamen Risswachstums, in denen der Riss kurzzeitig in der Siliziumgrenzfläche verläuft, erscheinen durch die hohe Reflektivität des Siliziums im Auflicht heller.

Risspfad unter gemischter Beanspruchung Für die asymmetrischen MC-Proben ergibt sich auf Grund der gemischten Beanspruchung ein anderer Risspfad. Während des gesamten Wachstums verläuft der Riss in einer grenzflächennahen Schicht. Ab-

Abbildung 3.30 zeigt Detailaufnahmen beider Seiten der Bruchflächen.

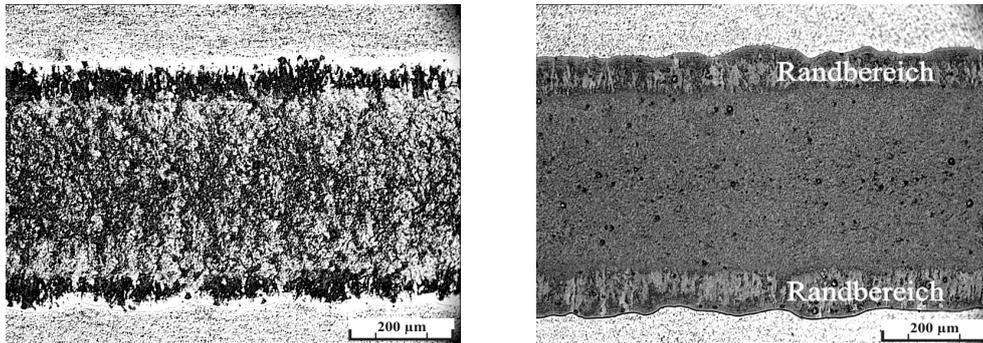


Abbildung 3.30: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen einer asymmetrischen MC-Probe. Der Riss verläuft vollständig in der Nähe der Grenzfläche; *links*: Bruchfläche der dünnen Seite der Probe, *rechts*: Bruchfläche der dicken Seite der Probe. Auffällig ist ein verändertes Bruchverhalten an den Rändern der Sealglaslinien.

Einfluss der Schichtdicke auf den Risspfad An Hand der MC-Proben, die bei 410 °C gebondet wurden und eine breite Variation der Bondverquetschung aufweisen (vgl. Abbildung 3.17 rechts), konnte gezeigt werden, dass eine direkte Abhängigkeit der Periode von der Schichtdicke der Glasschicht besteht. Diese ist in Abbildung 3.31 dargestellt. Mit einer Zunahme der Schichtdicke von 5,5 auf 8 µm ist demnach eine Verlängerung der Periode um nahezu 15 µm verbunden.

Der zuvor beschriebene Einfluss der Wachstumsgeschwindigkeit auf die Periodenlänge des Risspfades spiegelt sich in Abbildung 3.31 nicht wider. Das ist darauf zurückzuführen, dass die experimentelle Bestimmung der Periodenlänge durch Mittelung über die Längen von 40 einzelnen Perioden erfolgt und dadurch auch eine Mittelung über die Bereiche unterschiedlicher Wachstumsgeschwindigkeiten vorgenommen wird. Da sich der Bereich geringer Wachstumsgeschwindigkeiten nur über wenige Perioden am Ende der Messung erstreckt, wäre die Auswertung hier stark fehlerbehaftet und wurde aus diesem Grunde nicht durchgeführt.

Einfluss der Temperatur auf den Risspfad Neben dem Einfluss der Schichtdicke auf das alternierende Verhalten des Risses wurde festgestellt, dass in Risswachstumsmessungen bei erhöhter Temperatur gehäuft Proben auftraten, bei denen kein Alternieren des Risspfades festzustellen war. Dieses Verhalten wurde auch in [22] beobachtet. Auf Grund der geringen Anzahl an Messungen konnte hierfür jedoch keine systematische Auswertung der Abhängigkeit der Periode von der Messtemperatur vorgenommen werden.

Einfluss des Cordieritgehaltes auf den Risspfad Bei Proben mit reduziertem Cordieritgehalt wurde eine im Vergleich zu den Standard-Proben deutlich kürzere

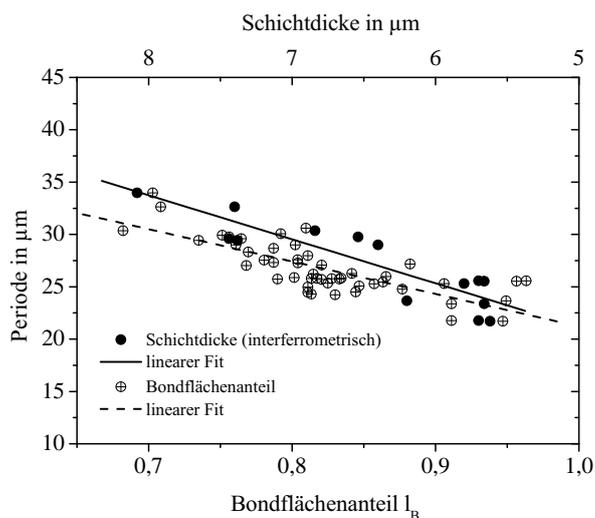


Abbildung 3.31: Abhängigkeit der Periode, mit der der Riss die Grenzfläche wechselt, von der Schichtdicke der Bondverbindung. Die Korrelation von Schichtdicke und Bondverquetschung (charakterisiert durch den Bondflächenanteil l_B , vgl. Abschnitt 3.3.1) wurde an Hand einzelner Messungen am Weißlichtinterferrometer bestätigt (ausgefüllte Punkte).

Periode des alternierenden Risspfades ermittelt.

Die mittleren Periodenlängen l_g des Risses sind in Tabelle 3.6 für die wichtigsten Parametervariationen der Proben zusammengefasst.

Tabelle 3.6: Abhängigkeit der Periode l_g des alternierenden Risspfades von den Probenparametern

Proben-Parameter	Standard	Bond-T 410 °C	Bond-T 445 °C	Cordieritgehalt 5 Gew.-%	asymmetrische Proben
l_g in μm	29,8	35,5	30,3	22,5	0
Variationskoeff. in %	8	10	11	7	0

3.4 Theoretische Beschreibung des Risspfades in der Glas-Frit Bondschicht

Das Verständnis des im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen Risspfades kann essentiell für ein tieferes Verständnis der in Abschnitt 3.3 bestimmten bruchmechanischen Materialparameter sein. Um die Ergebnisse für die Bruchzähigkeiten und die Risswachstumsparameter im Zusammenhang mit den Resultaten für den Risspfad diskutieren zu können, wird im Folgenden, aufbauend auf die in den Abschnitten 3.1.2 bis 3.1.4 durchgeführten theoretischen Betrachtungen, eine detaillierte bruchmechanische Analyse des beobachteten Risspfades vorgenommen. Die Vorgehensweise orientiert sich dabei an der von Akisanya und Fleck [4, 3], die das Phänomen des alternierenden Risspfades an Epoxy-geklebten Systemen [15] bruchmechanisch untersucht haben.

Damit der alternierende Risspfad, wie er in vereinfachter schematischer Form im linken Teil der Abbildung 3.32 dargestellt ist, auftreten kann, müssen eine Reihe von Kriterien erfüllt sein. Es ist zweckmäßig, diese wie schon bei der phänomenologischen Beschreibung des Risspfades in Abschnitt 3.3.4 in zwei den unterschiedlichen Teilen des Pfades entsprechende Gruppen aufzuteilen.

Kriterien für das Ausknicken des Risses aus der Grenzfläche in die Bondschicht

- Energiekriterium nach Gleichung 3.20:

$$\mathbf{A} \quad \frac{G_c^{if}}{G_c^{if}} > \frac{G_c^F}{G_{max}^F}$$

Dieses Kriterium muss erfüllt sein, damit ein Risswachstum im Sealglas energetisch dem Wachstum in der Grenzschicht zwischen Sealglas und Silizium bevorzugt ist (vgl. Abschnitt 3.1.4).

- Verhältnis der Bruchzähigkeiten von Glas-Frit Bondschicht und Substrat:

$$\mathbf{B} \quad K_{Ic}^{BS} < K_{Ic}^{Si}$$

Durch dieses Kriterium wird sichergestellt, dass ein Ausknicken des Risses in das Silizium unwahrscheinlich ist.

- Richtung des Risswachstums nach dem Ausknicken (bei sehr kleinem Ausknickwinkel) (Vorzeichen von K_{II}):

$$\mathbf{C} \quad K_{II} > 0$$

Nur bei entsprechendem Vorzeichen von K_{II} des ausgeknickten Risses wird der Riss nicht augenblicklich zurück in die Grenzfläche getrieben [33].

Wie im rechten Teil der Abbildung 3.2 gezeigt, unterscheidet sich dieses Kriterium im Allgemeinen nicht vom Kriterium A. Es wird jedoch hier das Vorzeichen von K_{II} bei einem Ausknickwinkel von $0,1^\circ$ und nicht bei dem Ausknickwinkel, unter dem sich die maximale Energiefreisetzungsrates G_{max}^F ergibt, betrachtet. Die Motivation hierfür folgt aus den fraktografischen Analysen, die ein Auslaufen des Risses aus der Grenzfläche unter sehr kleinem Winkel ergaben (Abbildung 3.28).

Kriterium für das Wachstum des Risses zur gegenüberliegenden Grenzfläche

- Vorzeichen der Schichtspannungen in der Glas-Frit Bondschicht:

D $\sigma_0 > 0$ (Zugspannungen)

Nur wenn die Bondschicht in der Schichtebene unter hoher Zugspannung steht, wird der Riss nach dem Ausknicken die gegenüberliegende Grenzfläche erreichen und nicht in der Bondschicht weiterwachsen (vgl. Abschnitt 3.1.3). Der Betrag der Spannung ist dabei ein Maß dafür, wie stark die Krümmung des Risspfades nach dem Ausknicken aus der Grenzfläche ist. Davon hängt wiederum die Länge l_w ab, die der Riss benötigt, um die gegenüberliegende Grenzfläche zu erreichen.

Letztlich muss für den alternierenden Risspfad eines der aufgeführten Kriterien A - D periodisch auftreten.

Kriterien B und D Die Prüfung der Kriterien B und D kann allein durch die Betrachtung bekannter Materialeigenschaften durchgeführt werden. So ist Kriterium B erfüllt, da nach Tabelle 1.3 die Bruchzähigkeit von Silizium geringfügig höher ist als die der Glas-Frit Bondschicht. Da der thermische Ausdehnungskoeffizient des Sealglases mit $6,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ um ein Vielfaches höher ist als der des Siliziums, ergeben sich beim Abkühlprozess nach dem Bonden thermische Zugspannungen in der Größenordnung von 80 MPa in der Bondschicht. Dadurch ist auch Kriterium D erfüllt. Die Materialeigenschaften können über die Probe als konstant angenommen werden. Deshalb kann von diesen beiden Kriterien nicht die periodische Oszillation des Risspfades ausgehen.

Kriterien A und C Die Prüfung der Kriterien A und C erfolgt mit Hilfe eines zweidimensionalen FE-Modells des idealisierten Risspfades aus Abbildung 3.32. In diesem Modell ist die Länge l des Risses nach dem Einlaufen in die Grenzfläche parametrisiert. Als Belastungssituation wird zunächst eine thermische Rechnung

durchgeführt, die das Abkühlen der Probe nach dem Bondprozess nachbildet. Im Anschluss daran wird in Analogie zu den Risswachstumsmessungen in dieser Arbeit eine konstante Verschiebung an den äußeren Enden der Rissufer aufgebracht. Mit Hilfe der in Abschnitt 3.1.5 dargestellten Methodik erhält man als Ergebnis der Simulationen die moden-getrennten Energiefreisetzungsraten und durch Umrechnung den komplexen Spannungsintensitätsfaktor des Grenzflächenrisses entlang der Länge l . Für die in dieser Arbeit relevanten Phasenwinkel der Belastung und die Spannungoszillationskonstante ϵ von etwa -0,05 für das untersuchte Materialsystem liegen die Nullstellen der oszillierenden Spannungsanteile nach Gleichung 3.17 mehrere Größenordnungen außerhalb der untersuchten Längenskalen.

Bei der FE-Berechnung der thermischen Spannungen in der Bondschicht wird nicht der effektive thermische Ausdehnungskoeffizient des Materialverbundes Bleiglas - Cordierit von $6,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, sondern der des Bleiglasses mit $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ verwendet. Das ist sinnvoll, da durch den direkten Kontakt des Bleiglasses und des Siliziums die lokal an der Grenzfläche auftretenden thermischen Spannungen maßgeblich von der Differenz deren thermischer Ausdehnungskoeffizienten bestimmt werden. Die resultierenden thermischen Spannungen liegen bei etwa 150 MPa.

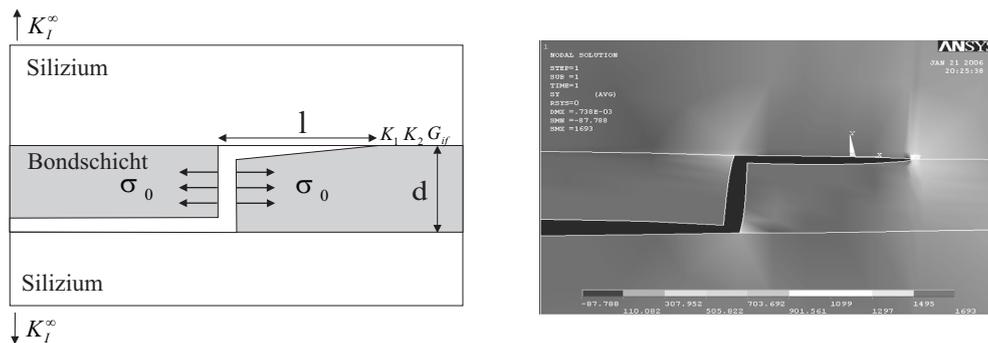


Abbildung 3.32: Schematische Darstellung des numerisch analysierten, vereinfachten Risspfades (*links*) und Beispiel für eine Lösung des FEM-Spannungsfeldes (*rechts*)

Für die Betrachtungen zum Energiekriterium A muss zunächst folgende Vereinfachung vorgenommen werden. Die Beurteilung dieses Kriteriums setzt die genaue Kenntnis der Bruchzähigkeit der Grenzfläche und der Bruchzähigkeit der Bondschicht voraus. Da auf Grund des komplexen Risspfades die beiden Größen im Experiment nicht getrennt voneinander bestimmbar sind, wird im Folgenden angenommen, dass sie etwa gleich groß sind. Diese Annahme ist gerechtfertigt, da nach den Gleichungen 1.1 bis 1.3 die Verbindung in der Grenzschicht durch die Bildung von SiO_2 erfolgt und damit glasähnliche Eigenschaften haben sollte. Mit Hilfe dieser Annahme lässt sich das Kriterium A auf $G_{max}^F > G^{if}$ reduzieren.

In Abbildung 3.33 ist der Verlauf des Verhältnisses G_{max}^F/G^{if} über die Grenzflächenlänge l des Risses aufgetragen. Man erkennt, dass für alle untersuchten Belastungssituationen das Kriterium A für alle Längen l erfüllt ist.

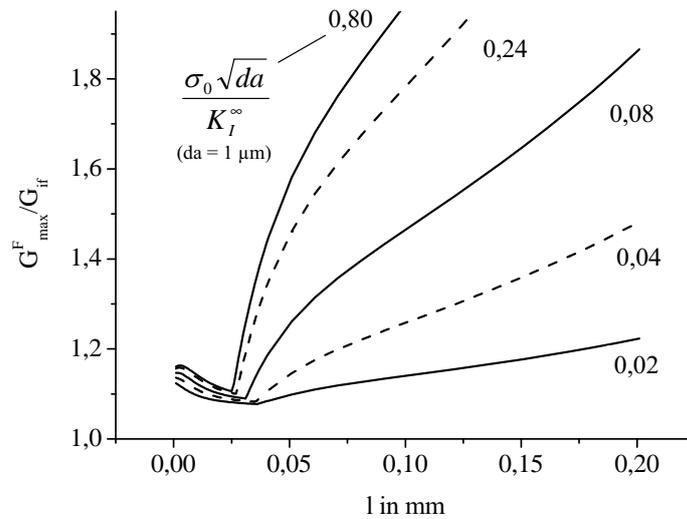


Abbildung 3.33: Entwicklung des Verhältnisses der Energiefreisetzungsraten in der Bondschicht zu denen in der Grenzfläche für eine Ausknicklänge von $1 \mu\text{m}$ und verschiedene Belastungsverhältnisse. Die gestrichelten Kurven kennzeichnen das Belastungsintervall, das während einer Risswachstumsmessung an einer DCB-Probe durchlaufen wird.

Die Schlussfolgerung daraus ist einerseits, dass der Riss zu jedem Zeitpunkt bestrebt ist, die Grenzfläche zu verlassen, das beobachtete Ausknicken des Risses aus der Grenzfläche also erklärt werden kann. Andererseits kann durch das Energiekriterium nicht der experimentell beobachtete periodische Verlauf des Risses in der Grenzfläche über eine bestimmte Länge l vorhergesagt werden. Das Energiekriterium stellt demnach eine notwendige, jedoch keine hinreichende Bedingung für den alternierenden Risspfad dar.

Zur Überprüfung des Kriteriums C können mit Hilfe von Gleichung 3.21 aus dem komplexen Spannungsintensitätsfaktor des Grenzflächenrisses die Spannungsintensitätsfaktoren des ausgeknickten Risses für beliebige Belastungsverhältnisse bzw. Phasenwinkel Φ berechnet werden. Dadurch wird die Bestimmung des K_{II}^t -Vorzeichens des ausgeknickten Risses ermöglicht. Ist das Vorzeichen negativ, so wird der Riss die Tendenz haben, in die Grenzfläche zurückzulaufen. Ist es positiv, so wird ein Wachstum in die Bondschicht hinein begünstigt. Es ist also möglich, einen kritischen Phasenwinkel Φ_c anzugeben, bei dem $K_{II}^t = 0$ ist. Im linken Teil der Abbildung 3.34 sind die Abhängigkeiten von K_{II}^t vom Ausknickwinkel Ω für verschiedene Phasenwinkel aufgetragen.

Man erkennt, dass K_{II}^t neben dem Phasenwinkel und dem Ausknickwinkel auch wesentlich von der Ausknicklänge da abhängt, die im Beispiel mit $0,1 - 1 \mu\text{m}$ angenommen wurde. Dies entspricht in etwa der Größe der Bleiausscheidungen in

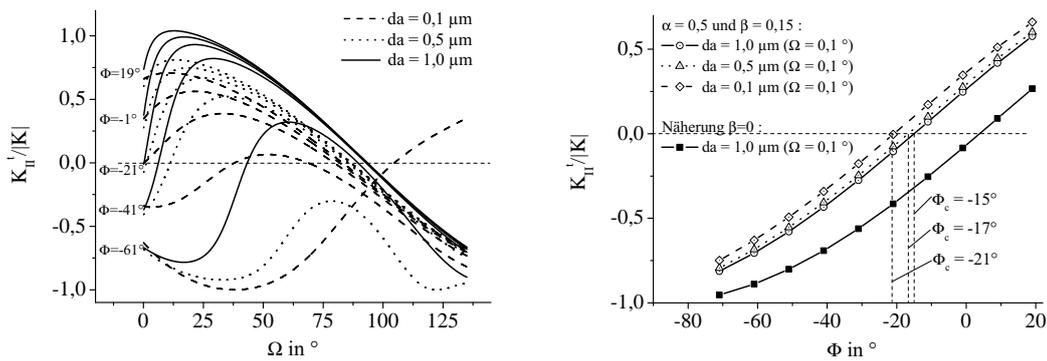


Abbildung 3.34: Abhängigkeiten von K_{II}^t vom Phasenwinkel, Ausknickwinkel und der Ausknicklänge (*links*) und Darstellung der kritischen Phasenwinkel für $\Omega = 0, 1^\circ$ (*rechts*)

der Grenzschicht (vgl. Abbildung 3.29 links) und kann daher als natürlich in den Proben vorkommende Defektlänge angesehen werden. Wie die fraktografischen Untersuchungen gezeigt haben, verlässt der Riss die Grenzfläche unter einem sehr kleinen Winkel (vgl. Abbildung 3.28). Deshalb beschränken sich die folgenden Betrachtungen auf einen Ausknickwinkel von $0,1^\circ$. Im rechten Teil der Abbildung 3.34 ist der kritische Phasenwinkel Φ_c für $\Omega = 0^\circ$ dargestellt. Er beläuft sich je nach Ausknicklänge auf -15 bis -21° . Gleichzeitig ist im Diagramm die Abhängigkeit von K_{II}^t von Φ für die Näherung $\beta = 0$ eingezeichnet (vgl. Abschnitt 3.1.4). Es zeigt sich, dass diese Näherung bei der Berechnung von Φ_c zu deutlichen Abweichungen von den exakten Rechnungen führt. Sie kann demnach für die Ausknickanalyse eines Grenzflächenrisses nicht angewendet werden.

Nachdem der kritische Phasenwinkel des Grenzflächenrisses für das Materialsystem Glas-Frit Bondschicht – Silizium bekannt ist, kann mit Hilfe des FE-Modells die Entwicklung von Φ entlang der Länge des Wachstums in der Grenzfläche l untersucht werden. In Abbildung 3.35 sind die Resultate der FE-Rechnungen dargestellt. Die gestrichelten Kurven grenzen den Bereich der Belastungsverhältnisse η (Gleichung 3.11) ein, der bei einer typischen Risswachstumsmessung in dieser Arbeit durchlaufen wird. Mit größer werdendem l nimmt der Phasenwinkel an der Rissspitze zunächst deutlich zu und erreicht im weiteren Verlauf einen Grenzwert. Die Änderung von Φ ist dabei umso größer, je größer der Anteil der thermischen Spannungen an der Gesamtbelastung ist. Das wesentliche Ergebnis ist jedoch, dass der kritische Ausknickwinkel Φ_c und damit die Bedingung $K_{II} > 0$ erst nach einer bestimmten Länge l_c überschritten wird. Da die Risskonfiguration, wie sie mit dem FE-Modell untersucht wurde, nach jedem Einlaufen des Risses in die Grenzfläche lokal erneut dieselbe ist, ist dadurch die Oszillation des Risspfades erklärbar.

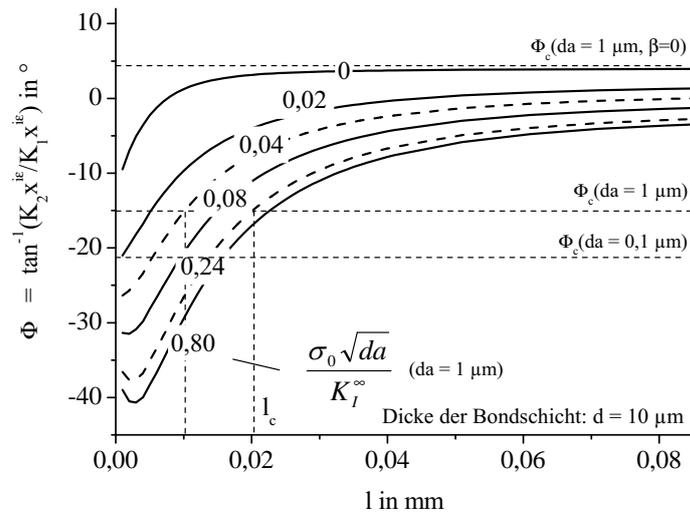


Abbildung 3.35: FEM-modellierte Entwicklung des Phasenwinkels des Grenzflächenrisses entlang der Länge des Wachstums in der Grenzfläche l . Der kritische Phasenwinkel ϕ_c wird erst nach einer Länge l_c nach dem Wachstum in der Grenzfläche überschritten.

Einfluss von Proben- und Messparametern auf den Risspfad Im Rahmen der Simulationen wurde der Einfluss der Temperatur und der Schichtdicke der Bondschicht auf l_c untersucht. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 3.36](#) dargestellt. Die gestrichelten Kurven geben erneut den von den bruchmechanischen Experimenten abgedeckten Parameterbereich an.

Die Diagramme, dass mit abnehmender Schichtdicke der kritische Phasenwinkel Φ_c schon nach kürzeren Längen l_c überschritten wird, die Periode des alternierenden Risspfades also kürzer werden sollte.

Durch eine Temperaturerhöhung ergeben sich geringere thermische Spannungen in der Schicht und an der Grenzfläche. Dies führt ebenfalls zu kürzeren l_c . Gleichzeitig ist hier jedoch zu berücksichtigen, dass sich dadurch auch die Modus I-Komponente der Belastung des ausgeknickten Risses verringert, wodurch Kriterium D und damit die Länge l_w beeinflusst wird.

Für Raumtemperatur und typische Werte der Belastungsverhältnisse und Bondschichtdicken ergibt sich aus den in den [Abbildungen 3.35](#) und [3.36](#) dargestellten Ergebnissen eine zu erwartende Grenzflächenlänge von etwa 5 – 20 μm .

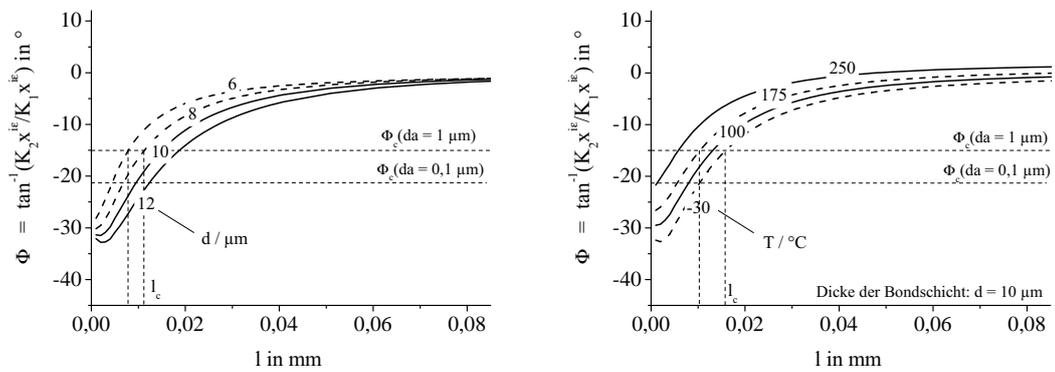


Abbildung 3.36: Einfluss von Schichtdicke d der Bondschicht (*links*) und Temperatur (*rechts*) auf die Änderung des Phasenwinkels mit der Länge l

3.5 Diskussion der Ergebnisse der bruchmechanischen Experimente

Die folgenden Abschnitte dienen der Diskussion der experimentellen und theoretischen Ergebnisse der bruchmechanischen Untersuchungen. Wegen des engen Zusammenhangs der fraktografischen Untersuchungen mit den ermittelten bruchmechanischen Parametern erfolgt zunächst die vergleichende Diskussion der theoretischen Risspfadanalyse und der experimentellen Ergebnisse der Fraktografie. Darauf basierend werden anschließend die Ergebnisse der Bruchzähigkeits-, Risswachstums- und Lebensdauerexperimente analysiert und hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf die Lebensdauerbeschreibung von MEMS-Inertialsensoren bewertet.

3.5.1 Diskussion der Ergebnisse der experimentellen und theoretischen Risspfadanalyse

Mit Hilfe der in Abschnitt 3.4 durchgeführten theoretischen Betrachtungen konnte der Risspfad, wie er in Abbildung 3.28 in Form eines REM-Bildes und einer schematischen Zeichnung dargestellt ist, zunächst qualitativ erklärt werden. Zusätzlich wurde für den Verlauf des Risses eine quantitative Abschätzung für die Länge des Wachstums in der Grenzfläche l_c vorgenommen. Sie kann mit $5 - 20 \mu\text{m}$ angegeben werden. Abbildung 3.37 zeigt den Vergleich von theoretisch vorhergesagter und experimentell bestimmter Ausknicklänge des Risses. Mit $9 \mu\text{m}$ liegt die tatsächliche Ausknicklänge im vorhergesagten Bereich.

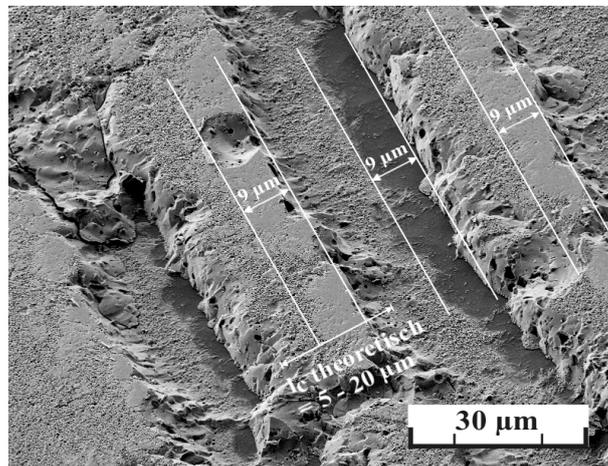


Abbildung 3.37: REM-Aufnahme der Bruchfläche einer DCB-Probe nach einer Risswachstumsmessung. Die weißen Linien kennzeichnen die Bereiche, in denen der Riss in der Grenzfläche gewachsen ist (l_c).

Die große Unsicherheit bei der Berechnung von l_c ist auf die unzureichende

Kenntnis der Ausknicklänge da , der Schichtdicke d der Bondschicht und des Belastungsverhältnisses η zurückzuführen.

Die Länge des Bereiches l_w , in dem der Riss die Grenzfläche wechselt, wurde in dieser Arbeit nicht quantitativ untersucht. Hierfür wären sehr aufwendige Rissfortschrittssimulationen notwendig, bei denen die Wachstumsrichtung des Risses nach jedem Wachstumsinkrement neu berechnet und das FE-Netz entsprechend angepasst werden müsste. Solche Rechnungen wurden z.B. in [15] für Epoxy-geklebte Aluminiumverbindungen durchgeführt. Der experimentell beobachtete Risspfad in der Klebeschicht konnte dort gut wiedergegeben werden.

Wegen der relativ hohen Unsicherheit bei der Bestimmung von l_c und der fehlenden quantitativen Berechnungsmöglichkeit von l_w wird beim Vergleich der vorhergesagten und experimentell beobachteten Einflüsse der Messparameter auf den Risspfad nur eine Bewertung der jeweiligen Tendenzen vorgenommen.

Die hier betrachteten Mess- und Probenparameter lassen sich hinsichtlich ihres Einflusses auf den Risspfad in zwei Gruppen einteilen:

- Parameter, die das Belastungsverhältnis η und damit sowohl l_c (vgl. Abbildung 3.35) als auch, bedingt durch den sich ändernden Spannungshaushalt in der Bondschicht, l_w beeinflussen. Dazu gehören Risswachstumsgeschwindigkeit, Messtemperatur und Cordieritgehalt.
- Parameter, die einzig Einfluss auf die Änderung des Phasenwinkels des Grenzflächenrisses und damit auf l_c haben. Dazu gehören Schichtdicke der Bondverbindung und Moden-Verhältnis der äußeren Belastung.

Einfluss des Belastungsverhältnisses Die in Abschnitt 3.3.4 dargestellten Ergebnisse zum Einfluss von Risswachstumsgeschwindigkeit und Cordieritgehalt auf den Risspfad stützen die in Abschnitt 3.4 durchgeführten theoretischen Überlegungen. Durch geringere Risswachstumsgeschwindigkeit beziehungsweise höheren Cordieritgehalt verringert sich das Verhältnis von thermischer Belastung, die den Riss senkrecht zur Bondschicht vorantreibt, zur mechanischen Belastung, die den Riss parallel zur Bondschicht wachsen lässt. Dadurch sind die beobachteten Änderungen der Periodenlänge und des steilen Einlaufens in die Grenzfläche anschaulich verständlich. Der auf dieselbe Ursache zurückzuführende Einfluss der Messtemperaturen konnte wahrscheinlich auf Grund des zu kleinen untersuchten Temperaturbereiches nicht systematisch nachgewiesen werden.

Einfluss des Phasenwinkels Der Phasenwinkel an der Risspitze wird zum einen durch die äußere Belastung und zum anderen durch die Variation der Schichtdicke der Bondschicht beeinflusst. Wie zu erwarten wächst der Riss unter gemischter äußerer Beanspruchung in der Grenzfläche der Proben. Auch die in Abschnitt 3.4 vorhergesagte Verringerung der Periode l_g des Risses mit abnehmender Schichtdicke wird von den experimentellen Ergebnissen qualitativ gut bestätigt. Quan-

titativ lassen die Simulationen jedoch mit $\Delta l_c \approx 3 \mu\text{m}$ eine erheblich geringere Änderung erwarten als durch die fraktografischen Untersuchungen nachgewiesen werden konnte (vgl. Abbildung 3.36 links). Die Frage, ob dies auf eine zusätzliche geometrisch bedingte Änderung von l_w zurückzuführen ist, kann ohne die bereits erwähnten Rissfortschrittssimulationen nicht beantwortet werden.

Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den Resultaten der theoretischen Untersuchungen zeigt, dass die in den fraktografischen Untersuchungen ermittelten Risspfade und deren Abhängigkeit von Mess- und Probenparametern mit Hilfe der bruchmechanischen Ansätze in Abschnitt 3.4 erklärt werden können. Dadurch wird in den folgenden Abschnitten eine detaillierte Diskussion der Messergebnisse für die bruchmechanischen Materialparameter Glas-Frit gebondeter Silizium-Proben ermöglicht. Zudem erlaubt dieses Verständnis eine gezieltere Bewertung der Auswirkungen vereinfachender Annahmen bei der Modellierung von Rissen in komplexen Bauteilen (vgl. Abschnitt 3.6).

3.5.2 Diskussion der Bruchzähigkeitsexperimente

In dieser Arbeit konnte der in [9] für direkt gebondetes Silizium entwickelte MC-Test erfolgreich zur Bestimmung der Bruchzähigkeit Glas-Frit gebondeter Silizium-Proben eingesetzt werden. Damit steht der wichtigste Materialparameter zur bruchmechanischen Versagensbewertung von Glas-Frit gebondeten mikromechanischen Systemen zur Verfügung.

Mit $0,61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ weist die ermittelte Bruchzähigkeit einen für Gläser typischen Wert auf. Der Vergleich mit den Messergebnissen aus [9] zeigt, dass sowohl die mittlere Bruchzähigkeit als auch die Streuung der Messwerte der Glas-Frit gebondeten Silizium-Proben mit denen bei $600 - 800 \text{ }^\circ\text{C}$ direkt gebondeter Silizium-Proben vergleichbar sind.

Einfluss der Bondtemperatur Der Einfluss der Bondtemperatur auf die Bruchzähigkeit im Bereich von $410 - 445 \text{ }^\circ\text{C}$ ist mit einer Änderung von etwa 5 % als gering zu bewerten (vgl. Tabelle 3.2). Daraus lässt sich schlussfolgern, dass die Prozessstabilität hinsichtlich dieses Parameters beim Glas-Frit Bonden sehr gut ist. Typische Temperaturabweichungen von $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ über den Wafer sind nicht als kritisch zu bewerten.

Die geringfügig niedrigeren Bruchzähigkeiten bei höheren Bondtemperaturen sind möglicherweise auf verstärkte Bleiausscheidungen an den Grenzflächen zurückzuführen. Diese besitzen, wie man in Abbildung 3.29 links gut erkennen kann, eine schlechte mechanische Anbindung an die Glasmatrix und könnten so zu verringerten Grenzflächenzähigkeiten beitragen.

Einfluss des Cordieritgehaltes Die Ursache für die im Vergleich zu den Standardproben erheblich niedrigere Bruchzähigkeit der Proben mit geringem Cordierit-

gehalt konnte in dieser Arbeit nicht abschließend geklärt werden. Auffällig sind signifikant kürzere Perioden des alternierenden Risspfades im Gegensatz zu den Standard-Proben. Es kann jedoch ausgeschlossen werden, dass dies die Ursache für die geringere Bruchzähigkeit ist, da sonst auch eine systematische Abhängigkeit der Bruchzähigkeit von der Bondschichtdicke auftreten müsste, welche nicht nachgewiesen werden konnte. Im Gegensatz zu den Ergebnissen dieser Arbeit konnte in [14] an geklebten Aluminiumproben keine signifikante Abhängigkeit der Bruchzähigkeit von den thermischen Spannungen in der Klebeschicht gefunden werden. Dies lässt vermuten, dass nicht die erhöhten thermischen Spannungen, sondern die verringerte Anzahl an Cordieritpartikeln die niedrigen Bruchzähigkeiten bewirken. Das wäre möglicherweise dadurch zu erklären, dass mit geringerer Anzahl an Cordieritpartikeln die Wahrscheinlichkeit für eine Rissverzweigung, wie sie in [25] an Querschliffen Glas-Frit gebondeter Proben gezeigt ist, sinkt. Zudem wurde an Querschliffen beobachtet, dass der Riss die Cordieritpartikel umläuft. Dadurch muss im Vergleich zum geraden Riss mehr Oberflächenenergie aufgebracht werden. Mit steigendem Füllergehalt wäre dann mit einem höheren Energiebedarf pro Risslänge und damit, wie beobachtet, mit einer höheren Bruchzähigkeit zu rechnen.

Die Ergebnisse machen deutlich, dass ein höherer Cordieritgehalt nicht nur die thermischen Spannungen reduziert, sondern auch einen positiven Einfluss auf die Bruchzähigkeit hat. Für weiterführende Arbeiten wäre es deshalb sinnvoll zu untersuchen, ob durch eine Steigerung des Fülleranteils im Materialverbund die Materialeigenschaften optimiert werden können.

Einfluss der Linienbreite Eine mögliche Ursache für die erhöhte Bruchzähigkeit bei geringerer Druckbreite des Glaslotes könnte ein besseres Ausgasungsverhalten der Organik durch das günstigere Verhältnis von Volumen zu Oberfläche der Bondrahmen sein. Weiterhin ist in den Abbildungen 3.26 und 3.30 in den Randbereichen der Bondlinien ein verändertes Bruchverhalten zu erkennen, was vermutlich auf mechanische Randeffekte zurückzuführen ist. Diese wirken sich bei schmalen Bondlinien stärker auf die bestimmte Bruchzähigkeit aus.

Beim Übergang zu schmaleren Bondrahmen bei der Verkappung von MEMS ist nach diesen Ergebnissen nicht mit einer negativen Veränderung der Materialeigenschaften der Bondverbindung zu rechnen.

Bruchzähigkeit unter gemischter Beanspruchung Trotz der gravierenden Änderung des Risspfades unter gemischter Beanspruchung (vgl. Abbildung 3.30) ändert sich der Modus I -Anteil der Spannungsintensität im Vergleich zur reinen Modus I -Belastung nur um etwa 9 % (vgl. Tabelle 3.2). Auch beim alternierenden Risspfad ist demnach die Bruchzähigkeit der Bondverbindung hauptsächlich von der Bruchzähigkeit der Grenzfläche bzw. des grenzflächennahen Bereiches begrenzt. Die leichte Erhöhung des kritischen K_I -Anteils wird in der Literatur meist

auf Reibungseffekte der Rissufer durch die Scherbelastung zurückgeführt und tritt auch bei anderen Materialien auf [68].

Da unter gemischter Beanspruchung nur Messungen für ein Modenverhältnis durchgeführt werden konnten, ist es nicht möglich, aus der Fülle der aus der Literatur [68, 12] bekannten Versagenskriterien das für Glas-Frit Bondverbindungen geeignete Kriterium zu finden. Hierfür müssten weitere Messungen an MC-Proben unterschiedlicher Asymmetrien bzw. unterschiedlicher Winkel des Chevron-Kerbs durchgeführt werden.

Der Vergleich der kritischen Energiefreisetzungsraten zeigt, dass beim Rissverlauf in der Grenzfläche die Zähigkeit um fast 20 % über der des alternierenden Risses liegt (vgl. Tabelle 3.2). Das deutet darauf hin, dass die Grenzflächenzähigkeit der Bondverbindung höher ist als die des Sealglases. Die bruchmechanische Bewertung der Glas-Frit Bondverbindung mittels des im MC-Test bestimmten K_{Ic} -Wertes an symmetrischen Proben, bei denen stets der alternierende Risspfad auftritt, ist demnach im Vergleich zum Grenzflächenriss konservativ.

3.5.3 Vergleich der Ergebnisse verschiedener Methoden zur Bestimmung von Risswachstumsparametern

In Abschnitt 3.2 wurden die drei in dieser Arbeit verwendeten bzw. entwickelten Messverfahren zur Bestimmung der Risswachstumsparameter vorgestellt. Für eine einheitliche Diskussion der Ergebnisse ist es sinnvoll, zunächst die Ergebnisse der unterschiedlichen Methoden zu vergleichen und hinsichtlich ihrer Aussagefähigkeit zu bewerten. In Abbildung 3.38 sind typische Messkurven einander gegenübergestellt. Als Vergleichsbasis dient jeweils eine Messung mittels der direkten NIR-Methode, da mit dieser die meisten experimentellen Daten ermittelt wurden.

Die experimentellen Ergebnisse der beiden direkten Methoden ergeben qualitativ und quantitativ sehr ähnliche Risswachstumskurven. Die bestimmten K_I -Werte weichen um ca. 6 % voneinander ab. Diese Abweichung liegt innerhalb der Messgenauigkeit der Verfahren (vgl. Tabelle 3.1). Besonders hervorzuheben ist, dass unabhängig von der Messmethode ein Grenzwert K_{Ith} des Risswachstums nach nur schwach ausgeprägtem Bereich I gefunden wird.

Bei der Messung der Steifigkeitsänderung ist es experimentell schwieriger, den Bereich hoher Risswachstumsgeschwindigkeiten zu erfassen, was sich in einem deutlich kleineren K -Intervall widerspiegelt, in dem Messdaten aufgenommen werden konnten.

Für den Vergleich direkter und indirekter Methoden im rechten Teil der Abbildung 3.38 wurden mit den Gleichungen 3.36 bis 3.39 die Parameter A_{df} und n unter Berücksichtigung der Bruchzähigkeit errechnet und die entsprechende exponentielle Risswachstumskurve bestimmt. Auf Grund der vereinfachten Annahme für das Risswachstumsgesetz zur Bestimmung der Parameter aus den dynamischen

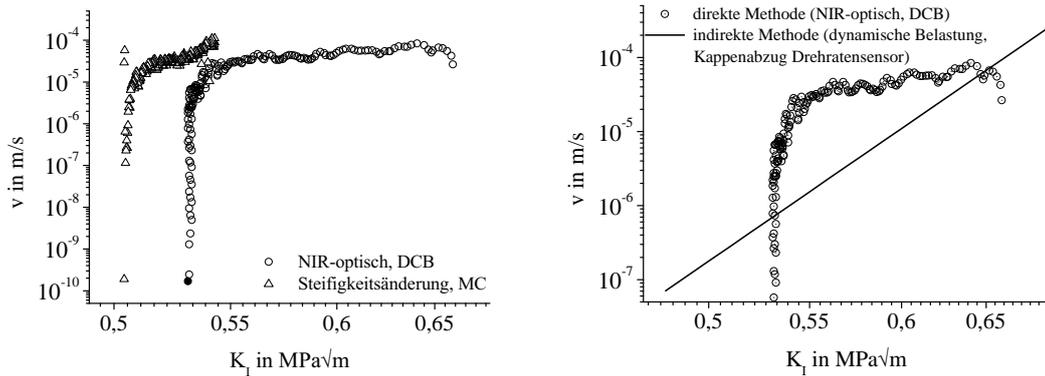


Abbildung 3.38: Vergleich der Ergebnisse für das unterkritische Risswachstum gleichartiger Proben bei gleichartigen Belastungen, die durch unterschiedliche Messverfahren ermittelt wurden; *links:* Vergleich zweier direkter Methoden (NIR-Messung und Steifigkeitsänderung), *rechts:* Vergleich direkter und indirekter Methoden (NIR-Messung und dynamische Kappenabzugstests)

Kappenabzugstests wird die komplexe Abhängigkeit des Risswachstums von der Spannungsintensität nur stark vereinfacht wiedergegeben. Insbesondere kann das Auftreten eines Grenzwertes für das Risswachstum nicht ermittelt werden, da er nicht im verwendeten Modell enthalten ist. Die indirekte Methode ergibt eine Art Mittelung des Risswachstumsverhaltens, wie sie in [74] beschrieben wird. Die Auswirkung auf die Ermittlung der Lebensdauer wird in Abschnitt 3.5.7 diskutiert. Im Rahmen der genannten Einschränkungen und Vereinfachungen bei der Auswertung der indirekten Risswachstumsmessungen werden jedoch die Erwartungen aus den Ergebnissen der direkten Messmethoden bestätigt.

Prinzipiell ist es möglich, bei der Auswertung von dynamischen Belastungsexperimenten auch komplexere, das reale Verhalten exakter beschreibende Risswachstumsgesetze anzunehmen. Es ist jedoch in Anbetracht der ohnehin sehr großen Unsicherheiten der beiden ermittelten Parameter (vgl. Tabelle 3.5) fraglich, ob eine Steigerung der Parameterzahl des Modells zweckmäßig ist. Im Fall Glas-Frit gebondeter Silizium-Proben ist deshalb die Bestimmung der Risswachstumsparameter mittels indirekter Methoden nur eingeschränkt geeignet.

3.5.4 Diskussion der Ergebnisse der Risswachstumsmessungen

Bereich II der Risswachstumskurven Das unterkritische Risswachstum im Bereich II der Risswachstumsdiagramme wird durch den Ansatz aus Gleichung 3.27 sehr gut wiedergegeben. Sowohl der Einfluss unterschiedlicher Wasserdampfpartialdrücke als auch die Abhängigkeit von der Temperatur können vom verwendeten Modell vorhergesagt werden. Der dem Modell zugrundeliegende Mechanismus der

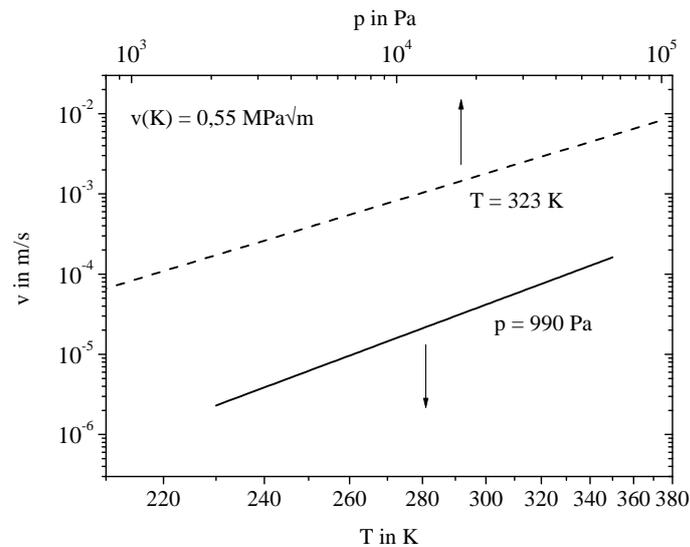


Abbildung 3.39: Einfluss der Temperatur und des Wasserdampfpartialdruckes auf die Risswachstumsgeschwindigkeit im Bereich II der Risswachstumskurve. Die Kurven zeigen die Abhängigkeiten, wie sie sich aus den experimentell ermittelten Risswachstumsparametern (vgl. Tabelle 3.4) ergeben.

Spannungsrissskorrosion muss also auch in Glas-Frit – Silizium gebondeten MEMS als Langzeitschädigungsmechanismus in betrachtet werden.

In Abbildung 3.39 sind die Risswachstumsgeschwindigkeiten im Bereich II im für Drehratensensoren in automobilen Anwendungen relevanten Parameterraum dargestellt. Zu bemerken ist, dass sich die Risswachstumsgeschwindigkeit im Plateaubereich je nach Umgebungsbedingungen um mehrere Größenordnungen ändern kann. Die niedrigsten Geschwindigkeiten bei einer Temperatur von -30 °C und einem Wasserdampfpartialdruck von 300 Pa sind mit etwa 10^{-6} m/s jedoch immer noch so groß, dass sie für die Betrachtungen der Langzeitzuverlässigkeit keine Rolle spielen. Beim Wachstum eines anfänglich infinitesimal kleinen Risses mit dieser Geschwindigkeit durch einen $500 \mu\text{m}$ breiten Bondrahmen würde es unter Annahme einer konstanten Risswachstumsgeschwindigkeit lediglich einige Minuten dauern, bis ein Leck auftritt und der Sensor versagt.

Bereich I der Risswachstumskurven Im Gegensatz zur Plateauregion des Risswachstums sind beim Übergang zum Bereich I deutliche Abweichungen von modelliertem und realem Verhalten der Wachstumsgeschwindigkeiten offensichtlich (vgl. Abbildungen 3.21 und 3.22). Der entscheidende Unterschied zwischen Modell und Messdaten besteht darin, dass bei allen gemessenen Proben ein Grenzwert K_{Ith} gefunden wurde, unterhalb dem kein unterkritisches Risswachstum mehr

auftritt. Dem konnte bei der Ermittlung der Modellparameter (vgl. Tabelle 3.4) nur dadurch Rechnung getragen werden, dass die Risswachstumsgeschwindigkeit bei Erreichen der *experimentell* ermittelten Grenzriszlänge a_{th} gleich null gesetzt wurde. Gerade das Auftreten eines großen K_{Ith} von ca. 86 % der Bruchzähigkeit (vgl. Tabelle 3.4) stellt jedoch für Zuverlässigkeitsbetrachtungen eine entscheidende Größe dar. Deshalb ist ein tieferes Verständnis der Ursachen für das Auftreten des Grenzwertes von großer Bedeutung. Hierfür werden im folgenden Abschnitt einige Ansätze diskutiert.

3.5.5 Diskussion des Grenzwertes der Risswachstumskurven

Einfluss des Risspfades Auf Grund des zwischen den Grenzflächen alternierenden Risspfades ist beim Durchlaufen einer Periode lokal an der Risssspitze auch mit komplizierten Änderungen der Energiefreisetzungsrate zu rechnen. Besonders bei un stetigen Änderungen der Wachstumsrichtung und dem Übergang vom Material- zum Grenzflächenriss können abrupte Änderungen der Energiefreisetzungsrate auftreten. Deshalb wurde mit Hilfe des FE-Modells zur Untersuchung des Risspfades (vgl. Abbildung 3.32) die Energiefreisetzungsrate entlang der Ausknicklänge l untersucht. Im linken Teil der Abbildung 3.40 ist das entsprechende Ergebnis dargestellt.

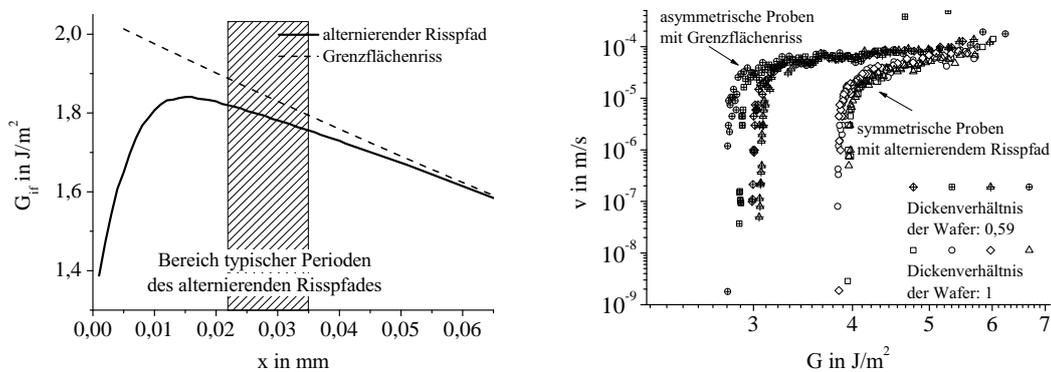


Abbildung 3.40: Numerisch ermittelte Abhängigkeit der Energiefreisetzungsrate des alternierenden Risses entlang der Ausknicklänge l (*links*); Vergleich der Risswachstumsmessungen an einer symmetrischen (alternierender Risspfad) und asymmetrischen (Grenzflächenriss) DCB-Probe (*rechts*)

Die Abbildung zeigt, dass bedingt durch den geometrischen Einfluss des abrupten Wechsels in der Wachstumsrichtung der Riss zunächst einen Abschnitt mit einer Energiefreisetzungsrate durchlaufen muss, die etwa 30 – 50 % unter der des reinen Grenzflächenrisses liegt (A). Im weiteren Verlauf steigt sie an und erreicht bei einer Länge l , die im Bereich der Schichtdicke der Bondschicht liegt, ein

Maximum (B). Mit weiter wachsendem Riss sinkt die Energiefreisetzungsrate, wie es auf Grund der abfallenden Geometriefunktion der DCB-Probe bei konstanter Verschiebung (vgl. Abschnitt 3.2.3) zu erwarten ist, und nähert sich dem Wert des Grenzflächenrisses (C). Die Folge dieser Abhängigkeit ist, dass der Riss bei jedem Einlaufen in die Grenzfläche ein lokales Minimum der Energiefreisetzungsrate und dementsprechend geringe Wachstumsgeschwindigkeiten erfährt. Das könnte dazu führen, dass bei einer kritischen Risslänge a_{th} die Energiefreisetzungsrate im Bereich A zu gering sind, um ein Wachstum des Risses aus diesem Bereich zu ermöglichen. Der alternierende Riss kommt abrupt beim Auftreffen auf die Grenzfläche zum Stillstand und die Risswachstumskurve würde den experimentell beobachteten Grenzwert des unterkritischen Risswachstums aufweisen. Ein Grenzwert K_{Ith} sollte demnach nicht existieren, wenn kein alternierender Risspfad auftritt.

Um diese Vermutung experimentell zu überprüfen, wurden Risswachstumsmessungen an asymmetrischen DCB-Proben durchgeführt. Wie bei den Untersuchungen zur Fraktografie gezeigt wurde (vgl. Abschnitt 3.3.4), wächst bei diesen Proben der Riss ausschließlich in der Grenzfläche der Bondverbindung. Typische Ergebnisse solcher Messungen sind im rechten Teil der Abbildung 3.40 den Daten der Messungen an einer symmetrischen Probe gegenübergestellt. Man erkennt zum einen, dass trotz des Rissverlaufes in der Grenzfläche ein Grenzwert für das unterkritische Risswachstum gefunden wird. Zum anderen liegt dieser Grenzwert jedoch mit etwa 3 J/m^2 ($0,46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) bei deutlich niedrigeren Werten als beim alternierenden Riss (vgl. Tabelle 3.3). Der alternierende Risspfad ist demnach *nicht* wie in der Hypothese beschrieben alleinige Ursache für das Auftreten von K_{Ith} . Trotzdem hat er einen maßgeblichen Einfluss auf den Wert von K_{Ith} . Für die Zuverlässigkeitsanalyse ist es nach diesen Ergebnissen von Bedeutung, ob es sich um einen Grenzflächenriss oder einen alternierenden Riss handelt. Zuverlässigkeitsbewertungen unter Berücksichtigung von K_{Ith} aus Experimenten unter reiner Modus *I*-Belastung führen im Gegensatz zur Vorhersage des kritischen Versagens mittels K_{Ic} (vgl. Abschnitt 3.5.2) nicht zu konservativen Ergebnissen.

Abstumpfen der Rissspitze Allen in dieser Arbeit durchgeführten Betrachtungen lag die Annahme eines idealen Sprödbruches und damit einer atomar scharfen Rissspitze zu Grunde. Für einen schnell wachsenden Riss in einem spröden Material wie dem Sealglas ist diese Annahme auch gerechtfertigt, da durch das Aufbrechen der Atombindungen an der Rissspitze für jedes Wachstumsinkrement im Idealfall erneut eine atomar scharfe Spitze entsteht. Prinzipiell herrscht aber an der korrosionsbelasteten Rissspitze eines wachsenden Risses immer eine Überlagerung zweier Effekte. Zum einen kommt es zu einer Verrundung der Spitze. Diese kann durch die spannungsunterstützte chemische Reaktion [46] oder auch einen Massetransport von gelöstem Glas zur Rissspitze erfolgen [75]. Zum anderen wird die Rissspitze durch das Wachstum des Risses schärfer. Die Balance beider Vorgänge und damit der Rissspitzenradius ist offensichtlich durch das Verhältnis

der Raten beider Prozesse gegeben. In [75] wird dieser Effekt als dynamisches Abstumpfen bezeichnet und durch folgende Gleichung beschrieben:

$$\rho = \rho_0 + \rho_b(T, p, K) \quad (3.42)$$

Hierin bezeichnet ρ_0 den Radius der atomar scharfen Riss Spitze. ρ_b stellt den Anteil des Riss Spitzenradius dar, der sich durch die beschriebene Verrundung der Riss Spitze ergibt. Dieser Anteil ist sowohl von den Umgebungsbedingungen und der Spannungsintensität an der Riss Spitze und damit von der Wachstumsgeschwindigkeit als auch von den Materialparametern abhängig. Ist die Verrundungsrate an der Spitze größer als die Wachstumsrate, kommt es zu einem Abstumpfen der Riss Spitze und so auf Grund der verminderten Spannungskonzentration zu geringeren Spannungsintensitätsfaktoren. Den experimentellen Ergebnissen zu Folge wäre es demnach denkbar, dass im Bereich I des unterkritischen Risswachstums, der durch eine starke Verringerung der Wachstumsrate gekennzeichnet ist, die Reaktionsrate an der Riss Spitze ausreicht, um eine signifikante Verrundung der Riss Spitze zu bewirken. Dies wiederum könnte den beobachteten abrupten Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeiten erklären⁷. In [18] wird ein Modell vorgeschlagen, das auf einer Erweiterung des Reaktionsratenmodells zum unterkritischen Risswachstum (vgl. Gleichung 3.25, 3.27) um die Abhängigkeit der Geometrie der Riss Spitze beruht. Dieses Modell beinhaltet einen Parameter m_{ab} , an Hand dessen die Neigung eines Materials zum Abstumpfen der Riss Spitze unter korrosiver Atmosphäre ermittelt werden kann. Die Abschätzung dieses Parameters (vgl. Anhang B.3) für Sealglas ergibt, dass Risse in der Glas-frit Bondschicht zum Abstumpfen neigen. Experimentell war der Nachweis der Abrundung der Riss Spitze auf Grund der starken Rauigkeit der Bruchflächen in dieser Arbeit nicht möglich.

Um den Einfluss der Riss Spitzenverrundung quantitativ zu untersuchen, wurde das Risswachstumsmodell aus den Gleichungen 3.25 bis 3.28 um eine rein empirische Abhängigkeit des Parameters b von der Spannungsintensität erweitert. Unter der Annahme eines konstanten Aktivierungsvolumens V_a ist eine Änderung dieses Parameters direkt mit der Änderung des Riss Spitzenradius ρ verbunden [20]. Die Abhängigkeit $b(K_I)$ gibt demnach die zunehmende Verrundung der Riss Spitze mit geringerer Wachstumsrate im Bereich I wieder. Die gewählte Abhängigkeit basiert nicht auf physikalischen Überlegungen und dient an dieser Stelle lediglich der Veranschaulichung des Einflusses eines veränderlichen Riss Spitzenradius auf die Risswachstumskurve:

$$b(K_I) = b_0 \cdot (K_I - K_{Ith})^z \quad (3.43)$$

⁷Das Modell der Riss Spitzenverrundung (engl. crack tip blunting) ist in der Literatur keineswegs unumstritten, da es zum einen das fundamentale Griffith-Konzept der Oberflächenenergie als entscheidende Größe für das Bruchverhalten in Frage stellt. Zum anderen ist dieses Phänomen experimentell äußerst schwierig nachzuweisen. Eine Reihe von Argumenten gegen das Modell der Riss Spitzenverrundung sind in [46] zu finden.

Die Parameter b_0 und z stellen dabei freie Lage- und Formparameter dar, die dazu dienen, die Fitfunktion nach Gleichung 3.28 an die experimentellen Daten anzupassen.

In Abbildung 3.41 sind die modellierten Abhängigkeiten für konstanten und veränderlichen Rissspitzenradius, wie sie sich mit den Parametern aus Tabelle 3.4 und nach Gleichung 3.43 ergeben, im Vergleich zu experimentellen Daten aufgetragen.

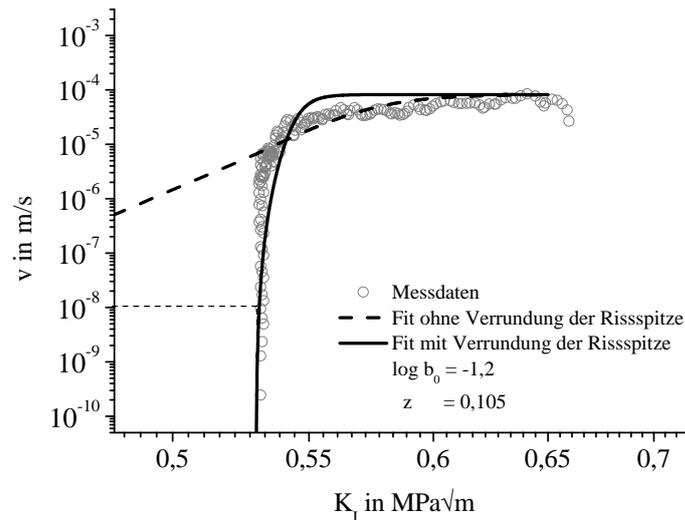


Abbildung 3.41: Vergleich der experimentellen Risswachstumsergebnisse mit den modellierten Daten mit und ohne Berücksichtigung einer möglichen Rissspitzenabstumpfung

Der Vergleich zeigt, dass durch ein Abstumpfen der Rissspitze das Auftreten eines Grenzwertes für das unterkritische Risswachstum erklärt werden kann.

Ausgehend von einem typischen Rissspitzenradius von 1,5 nm, wie er experimentell in Silikatglas nachgewiesen wurde [10], ergibt sich aus Gleichung 3.26 ein Aktivierungsvolumen V_a von $5,2 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$. Unter Annahme eines konstanten Aktivierungsvolumens kann dann die Änderung des Parameters b und damit des Rissspitzenradius nach Gleichung 3.43 bestimmt werden. Dabei wird davon ausgegangen, dass bei einer Risswachstumsgeschwindigkeit von 10^{-8} m/s eine Steigung der Risswachstumskurve erreicht ist, die die Annahme von K_{Ith} rechtfertigt (vgl. Abbildung 3.41). Es zeigt sich, dass eine Abstumpfung von $\rho = 1,5$ auf 2,5 nm erfolgen muss, um die experimentellen Risswachstumskurven auf die Verrundung der Rissspitze zurückzuführen.

Einige weitere Indizien für die Hypothese der Rissspitzenverrundung sollen hier zusätzlich aufgeführt werden.

- Auch in [20] wurde für Phosphatglas das Verrunden der Rissspitze während

der Risswachstumsmessung gefunden. Dort konnten ebenfalls vom Risswachstumsmodell abweichende Ergebnisse durch einen allerdings nur um etwa 11 % vergrößerten Rissspitzenradius erklärt werden. Signifikant tritt der Effekt jedoch nur für hohe Temperaturen und Feuchtigkeiten auf.

- Aus [41] ist bekannt, dass durch eine Auslagerung von Glas-Frit gebondeten Bauteilen bei 85 °C und 85 % relativer Feuchte eine Steigerung der Festigkeit im Kappenabzugstest erreicht wird. Dies ist möglicherweise auf eine Abstumpfung der natürlichen Oberflächendefekte im Bondrahmen durch den korrosiven Einfluss der Umgebungsfeuchte zurückzuführen. Dieser Effekt wird auch in der Fachliteratur für Silikatgläser wiederholt beschrieben [36].
- Die vergleichende Gegenüberstellung der Risswachstumsparameter für verschiedene Gläser in Tabelle 3.4 zeigt, dass die Aktivierungsenergie Q_I für Sealglas sehr gering ist. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass die Korrosionsrate bei gleichem Energieeintrag im Sealglas höher ist als die in anderen Gläsern. Dies wiederum hätte ein vergleichsweise schnelles Abstumpfen der Rissspitze zur Folge.

Es kann demnach geschlussfolgert werden, dass bei Glas-Frit gebondeten Silizium-Proben im untersuchten Parameterraum für Temperatur und Feuchte eine korrosiv bedingte Verrundung der Rissspitze auftritt. Dieser Effekt hat mit Sicherheit einen Einfluss auf die gemessenen Risswachstumskurven. Die abgeschätzte Änderung des Rissspitzenradius von 1,5 auf 2,5 nm, die notwendig wäre, um die experimentellen Ergebnisse allein auf Grund der Rissspitzenverrundung zu erklären, erscheint jedoch fragwürdig.

Es ist allerdings vorstellbar, dass ein Zusammenwirken der Einflüsse des Risspfades und der Rissspitzenverrundung zum beobachteten Verhalten führt. Um dies experimentell nachzuweisen, wären Risswachstumsmessungen an asymmetrischen DCB-Proben im Vakuum beziehungsweise bei sehr niedrigen Wasserdampfpartialdrücken nötig. Diese konnten auf Grund des begrenzten Feuchteregelungsbereiches der verwendeten Klimakammer in dieser Arbeit nicht durchgeführt werden.

Einfluss der Bleiausscheidungen In Abschnitt 3.3.4 wurde an Hand der Abbildungen 3.27 bis 3.29 gezeigt, dass der alternierende Riss während seines Wachstums in der Grenzfläche zum großen Teil nicht in der Grenzfläche selbst, sondern in einem grenzflächennahen Bereich verläuft. Dieser grenzflächennahe Bereich ist durch kugelförmige Bleiausscheidungen mit einer schlechten mechanischen Anbindung an die umgebende Glasmatrix gekennzeichnet (vgl. Abschnitt 3.3.4). Trifft

der wachsende Riss auf eine beziehungsweise auf eine Kette solcher Bleikugeln, so kann dies lokal zu einer grundlegenden Änderung der Belastungsverhältnisse an der Risspitze führen. In Abbildung 3.42 ist diese Situation zur Veranschaulichung schematisch dargestellt.

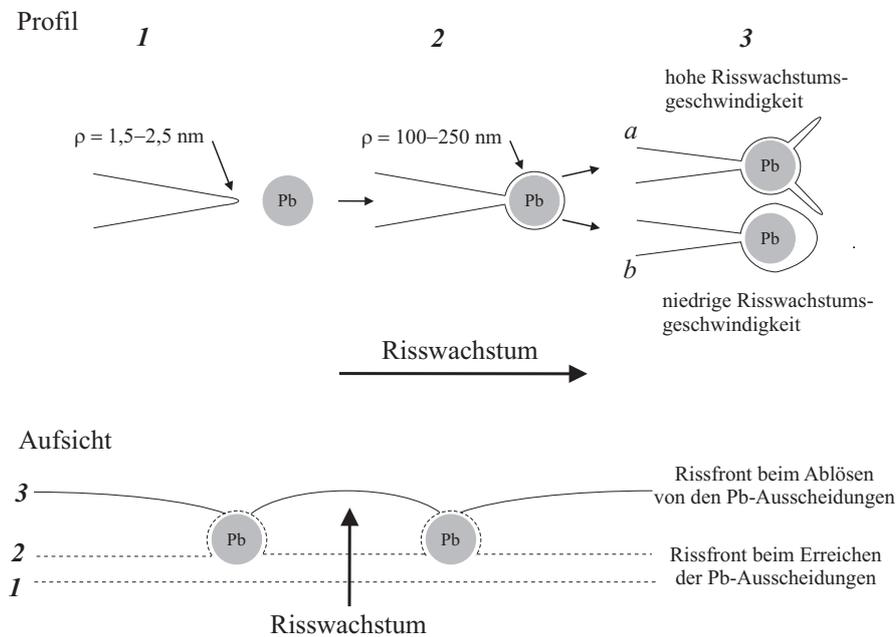


Abbildung 3.42: Schematische Darstellung möglicher Verhältnisse beim Risswachstum in der bleihaltigen Grenzschicht

Vor dem Auftreffen auf eine Bleiausscheidung weist die Risspitze bei unterkritischem Risswachstum den Radius auf, der sich durch die Wechselwirkung von mechanischer Spannung und chemischer Reaktion bei der Spannungsrissskorrosion ergibt (Abbildung 3.42 (1)). Trifft die Rissfront auf eine Bleiausscheidung, so wird durch die schlechte mechanische Ankopplung des Bleis im Extremfall die Spannung ausschließlich von der Glasmatrix getragen. Die Situation ist dann lokal im Prinzip durch das Einmünden des Risses in einen Hohlraum gekennzeichnet (Abbildung 3.42 (2)). Die Spannungskonzentration wird in diesem Fall wegen des etwa eine Größenordnung größeren Radius der Bleiausscheidung deutlich reduziert⁸ und die Risswachstumsgeschwindigkeit verringert sich sprunghaft.

Der weitere Verlauf des Risswachstums hängt vom Verhältnis der Einflüsse der mechanischen Spannungen am Kerbgrund und der Korrosionsreaktion auf das Risswachstum ab. An dieser Stelle soll hierzu eine rein qualitative Betrachtung durchgeführt werden. Bei hoher mechanischer Belastung kommt es bedingt durch die inhomogene Spannungsverteilung im Loch zu lokal sehr unterschiedlichen Riss-

⁸Für eine erste Abschätzung kann hier der Fall des elliptischen Loches in einer flachen unendlichen Platte herangezogen werden. Bei einer Vergrößerung des Kerbradius von 10 auf 250 nm ergibt sich eine Reduktion der Spannungskonzentration auf 1/5.

wachstumsgeschwindigkeiten. Dadurch ist die Ausbildung neuer Risspitzen mit geringerem Radius und demzufolge höheren Spannungskonzentrationen denkbar (Abbildung 3.42 (3a)). Die Risswachstumsgeschwindigkeit könnte in der Folge wieder steigen. Bei geringer mechanischer Belastung erfolgt die Korrosionsreaktion an der inneren Oberfläche des Loches gleichmäßig (Abbildung 3.42 (3b)). Eine lokale Erhöhung der Spannungskonzentration ist nur in sehr geringem Maße zu erwarten. Am Ort der Bleiausscheidungen ist die Risspitze dann deutlich stärker abgestumpft als an der übrigen Rissfront. Die Bleiausscheidungen können demnach neben den anderen beschriebenen Effekten Ursache für den experimentell ermittelten hohen Grenzwert für das unterkritische Risswachstum sein.

Der hier beschriebene Einfluss der Bleiausscheidungen ist in seiner Wirkung vergleichbar mit dem Abstumpfen der Risspitze. In der Realität wirken beide Mechanismen gleichzeitig und sind deshalb untrennbar aneinander gekoppelt. Um den Einfluss der Bleiausscheidungen auf den Grenzwert des unterkritischen Risswachstums genauer zu untersuchen, müssten Proben hergestellt werden, die keine Bleikugeln in der Grenzfläche enthalten. Dies ist nach Untersuchungen des IWM der Fall, wenn Wafer mit einer Oxidschicht gebondet werden [13]. Untersuchungen an solchen Proben könnten darüber Aufschluss geben, ob über eine gezielte Einstellung der Bleiausscheidungen in der Grenzschicht z.B. durch die Bondtemperatur (vgl. Abschnitt 1.3.1) K_{Ith} positiv beeinflusst werden kann.

Rissverzweigung Eine weitere mögliche Ursache für das Auftreten von K_{Ith} ist die Verzweigung der Risspitze. Dabei entstehen neben dem Hauptriss kleine Nebenrisse, die dazu führen, dass die mechanische Belastung an der Spitze des Hauptrisses sinkt. Solche Rissverzweigungen wurden in [63] an langzeitbelasteten Glas-Frit gebondeten Proben beobachtet, aber in dieser Arbeit nicht weiter untersucht.

Zusammenfassende Betrachtung zum Grenzwert des Risswachstums Auf Grund der Vielzahl der diskutierten Erklärungsansätze für den ungewöhnlich hohen Grenzwert K_{Ith} des Risswachstums soll an dieser Stelle noch einmal zusammenfassend ein wahrscheinliches Szenario für die Vorgänge beim unterkritischen Risswachstum aufgezeigt werden.

Der alternierende Riss durchläuft während des Wachstums periodisch Bereiche höherer und geringerer Energiefreisetzungsraten und wächst demzufolge mit periodisch variierender Geschwindigkeit. Während die Wachstumsgeschwindigkeit beim Durchlaufen der Sealglas-Bondsicht hoch ist, verringert sie sich abrupt beim Auftreffen auf die Grenzfläche und steigt erst allmählich wieder an. Im Bereich II der Risswachstumskurve ist die minimale Wachstumsgeschwindigkeit innerhalb einer Periode so groß, dass keine signifikante Verrundung der Risspitze auftritt beziehungsweise es an den Hohlräumen der Bleiausscheidungen erneut zur Ausbildung einer scharfen Risspitze kommt. Im Bereich I der Risswachstumskur-

ve verringert sich die durchschnittliche Risswachstumsgeschwindigkeit sehr stark ($n_I = 75$ vgl. Tabelle 3.3). Besonders gering sind dann die Wachstumsgeschwindigkeiten kurz nach Erreichen der Grenzfläche. Dadurch wird zum einen die korrosiv bedingte Verrundung der Rissspitze begünstigt, zum anderen bleibt lokal der große Rissspitzenradius an den Hohlräumen der Bleiausscheidungen erhalten. In der Folge sinkt die Spannungskonzentration an der Rissfront erheblich und der Riss kommt zum Stillstand.

3.5.6 Bewertung der Ergebnisse der Risswachstumsmessungen hinsichtlich der Zuverlässigkeitsbetrachtung

Das Auftreten eines Grenzwertes der Spannungsintensität für das unterkritische Risswachstum ist für die Analyse der Langzeitzuverlässigkeit von entscheidender und weit größerer Bedeutung als die Bruchzähigkeit eines Materials [49]. Für die Glas-Frit Bondverbindung kommt hinzu, dass dieser Grenzwert in der Regel schon bei etwa 80 – 85 % von K_{Ic} auftritt. Nur bei niedrigen Temperaturen wurde bei einer Messung ein Verhältnis von K_{Ith}/K_{Ic} von etwa 0,7 beobachtet. Da die Risswachstumsgeschwindigkeiten oberhalb des Grenzwertes sich je nach Temperatur und Feuchte auf etwa 10^{-6} bis $5 \cdot 10^{-6}$ m/s belaufen und damit innerhalb einer Langzeitanalyse im Bereich von 15 Jahren zu quasi-spontanem Versagen führen, kann die Auslegung rissbehafteter Glas-Frit gebondeter Siliziumbauteile allein auf Grundlage von K_{Ith} durchgeführt werden. Eine Berechnung der Lebensdauer unter Berücksichtigung des zeitabhängigen Materialverhaltens ist nicht notwendig. Zu beachten ist jedoch, dass diese Aussage nur innerhalb des in dieser Arbeit untersuchten Parameterraumes für Feuchte und Temperatur gültig ist. Für sehr geringe Wasserdampfpartialdrücke, wie sie z.B. in der Sensorkavität eines Drehratensensors vorhanden sind, wäre ein 'Verschwinden' von K_{Ith} denkbar. Gleichzeitig ist dann jedoch auch mit sehr geringen Wachstumsgeschwindigkeiten durch Spannungsrissskorrosion zu rechnen.

3.5.7 Diskussion der Ergebnisse der Lebensdauerermessungen

Mit Hilfe der Ergebnisse der direkten und der indirekten Risswachstumsmessungen können formal Lebensdauern in Abhängigkeit einer äußeren Belastung berechnet werden. Die entsprechenden Lebensdauern, die sich rechnerisch aus Gleichung 3.30 ergeben, sind in Abbildung 3.43 den experimentellen Ergebnissen aus Abschnitt 3.3.3 gegenübergestellt.

Trotz der für Lebensdaueruntersuchungen relativ kurzen Versuchszeiträume von etwa einem Monat spiegeln die experimentellen Daten das mittels der direkten Risswachstumsmessungen gefundene Grenzwertverhalten des unterkritischen Risswachstums wider. Dieses Grenzwertverhalten wurde am Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik durch über ein Jahr dauernde Lebensdauerermessungen an

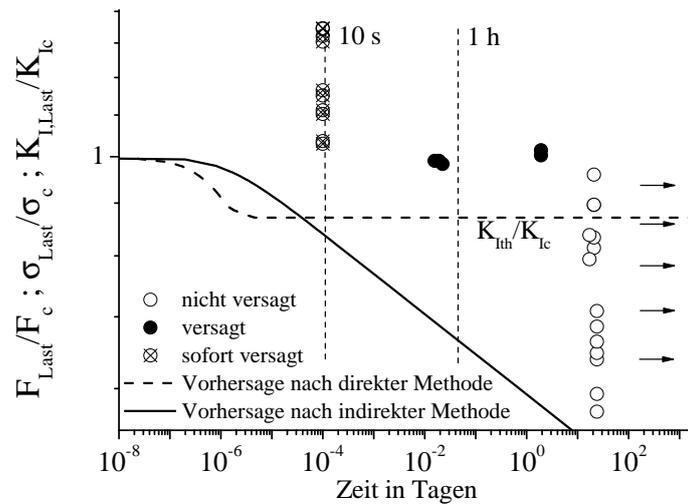


Abbildung 3.43: Vergleich der experimentellen Lebensdauerdaten mit den Vorhersagen aus den Parametern indirekter und direkter Risswachstumsmessungen

Glas-frit gebondeten MC-Proben bestätigt [63]. Wie bereits bei der vergleichenden Diskussion der Risswachstumsergebnisse in Abschnitt 3.5.3 vermutet, ist dadurch die Lebensdauerkurve, die aus den Risswachstumsparametern der indirekten Messungen ermittelt wird, extrem konservativ und der Fehler der Abschätzung nimmt mit der Zeit exponentiell zu.

Deutlich genauer sind die Vorhersagen, die unter Berücksichtigung der Ergebnisse der direkten Risswachstumsmessungen erfolgen. Hier zeigt sich, dass der anfängliche Abfall der Lebensdauerkurve, der durch das schnelle Risswachstum im Bereich II hervorgerufen wird, für Lebensdauerbetrachtungen keine Rolle spielt. Entscheidend ist einzig das Lastniveau des Grenzwertes für das unterkritische Risswachstum. Der Grenzwert der experimentellen Lebensdauerdaten scheint jedoch noch über dem zu liegen, der mit Hilfe der direkten Risswachstumsmessungen gefunden wurde. Das ist möglicherweise darauf zurückzuführen, dass die Proben für die Lebensdauerermessungen keine atomar scharfen Anrisse aufweisen. Vielmehr ist davon auszugehen, dass bedingt durch den Sägeprozess zur Vereinzelung der Proben, der mit Hilfe von Wasser als Kühlmittel durchgeführt wird, eine Abstumpfung der natürlich im Bondrahmen vorhandenen Oberflächendefekte hervorgerufen wird. Die Belastungsverhältnisse an den natürlichen Defekten wären dann nicht exakt mit denen der künstlich erzeugten Anrisse für die Risswachstumsmessungen vergleichbar. Dies führt jedoch in jedem Falle zu konservativen Ergebnissen.

3.6 Bruchmechanische Bewertung der Bondverbindung eines Inertialsensors

Zum Abschluss der Arbeit soll an einem Beispiel gezeigt werden, wie die im vorangegangenen Kapitel dargestellten bruchmechanischen Ergebnisse mit Hilfe von FEM-Simulationen zur zuverlässigen Auslegung eines Glas-Frit verkappten, mikrosystemtechnisch hergestellten Sensors beitragen können.

Um einen hypothetischen, aber dennoch praxisnahen Schädigungsfall hervorzu-rufen, wurden in einer experimentellen Nachbildung des Moldprozesses reale Dreh-ratensensoren in einer Öldruckkammer mit Drücken bis zu 160 bar beaufschlagt. Das entspricht einer Steigerung des geschätzten realen Molddrucks von fast 80 % (vgl. Abschnitt 1.3.3). Anschließend erfolgten zunächst die zerstörungsfreie Cha-rakterisierung der Bondverbindung mit Hilfe akustischer Mikroskopie sowie die fraktografische Analyse der Bruchflächen nach einem Kappenabzugstest. Exem-plarische Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Abbildung 3.44 dargestellt.

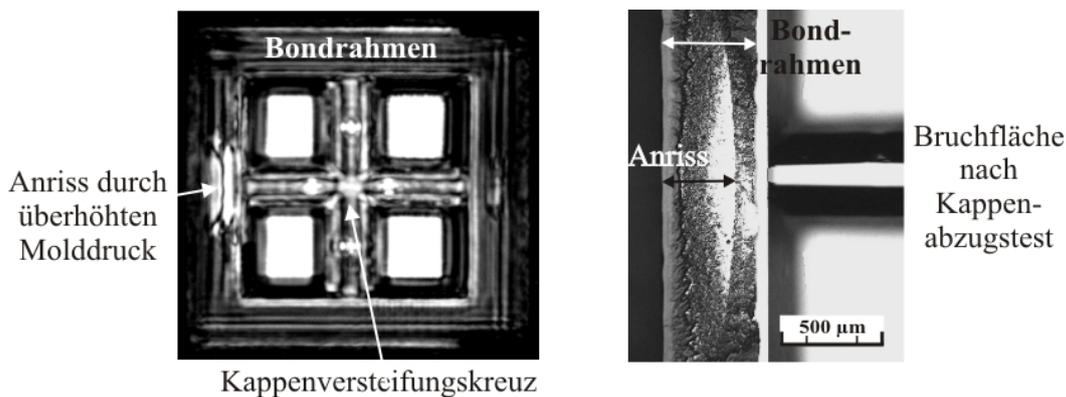


Abbildung 3.44: Akustische Aufnahme eines mit 160 bar Öldruck belasteten Drehraten-sensors (*links*) und lichtmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche nach anschließendem Kappenabzugstest (*rechts*)

Die akustische Aufnahme zeigt einen halb-elliptischen Anriss an der Außenseite des Bondrahmens. Dieser entsteht unter isostatischem Druck durch die Hebelwirkung der Siliziumkappe auf die Bondverbindung, die durch das Kappenkreuz auf den mittleren Teil des Bondrahmens konzentriert wird. Die Form des Anrisses ist auch im Bruchbild nach dem Kappenabzugstest noch gut zu erkennen.

Basierend auf diesen Ergebnissen wurde in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM ein parametrisiertes FE-Modell eines Drehratensensorgehäuses entwickelt (vgl. Abbildung 3.45), welches die experimentell ermittelten typischen Rissgeometrien enthält.

Bei der Modellierung wird, angefangen vom Bondprozess bis zum Umspritzen des Sensorchips mit der Moldmasse, der gesamte AVT Prozess (vgl. Abbildung 1.4

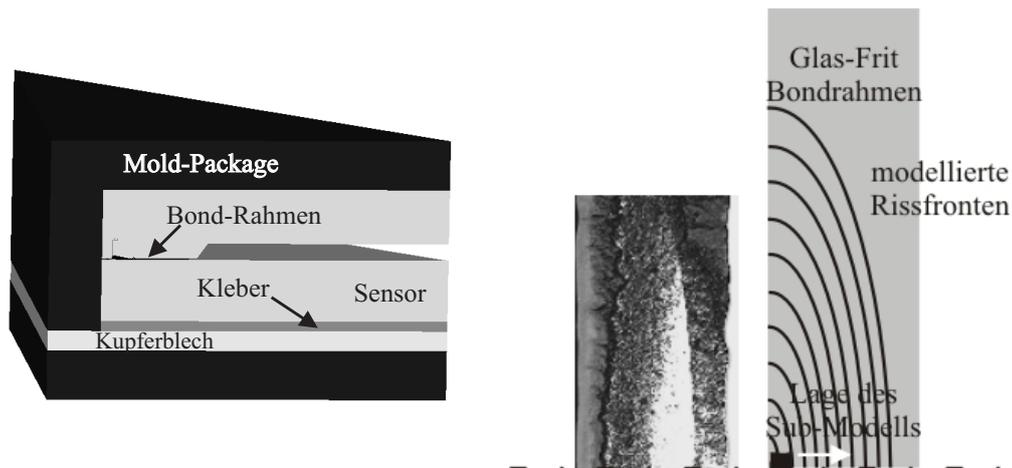


Abbildung 3.45: Darstellung des FE-Gesamtmodells eines Drehratensensors (*links*) und Aufsicht auf den Ausschnitt des Glas-Frit Bondrahmens, der die modellierten Rissfronten enthält (*rechts*)

rechts) während der Sensorfertigung und die daraus resultierenden Spannungsverhältnisse berücksichtigt. Zudem ist es möglich, die Tiefe, mit der der Riss in den Bondrahmen eindringt, zu variieren (vgl. Abbildung 3.45 rechts). Dadurch kann für den wachsenden Riss der Verlauf der Spannungsintensität an der Rissspitze unter den relevanten äußeren Belastungssituationen berechnet werden. Um die dafür ausreichende Netzfeinheit an der Rissspitze zu gewährleisten und gleichzeitig akzeptable Rechenzeiten zu verwirklichen, wurde die Submodelltechnik verwendet [8]. Dabei werden die aus der FE-Berechnung resultierenden Verschiebungen des grob-ernetzten Gesamtmodells am Ort der Grenzen des fein-ernetzten Submodells als Randbedingungen für dessen FE-Berechnung aufgebracht. Das Submodell enthält die in Abschnitt 3.1.5 vorgestellten Risspitzenelemente und kann prinzipiell an jedem beliebigen Ort der Rissfront zur Auswertung herangezogen werden. Da für die Zuverlässigkeit eines Drehratensensors entscheidend ist, wann der Riss die Breite des Bondrahmens durchwachsen hat und die hermetisch dichte Bondverbindung damit ein Leck erhält, wird das Submodell in der Symmetrieebene des Risses platziert.

Bei der Modellierung werden folgende vereinfachende Annahmen getroffen:

- Es wird nur 1/8 Modell erstellt und damit eine quadratische Form des Sensors impliziert.
- Alle Rechnungen erfolgen mit linear-elastischen Materialparametern.
- Der Riss verläuft in der Mitte der Glas-Frit Bondung.

Für den Fall der Modellierung eines Anrisses durch den Moldprozess ist es zum einen von Interesse, die Belastungen während des Moldprozesses zu analysieren,

um das Anrissrisiko und die Größe des entstehenden Defektes zu bestimmen. Zum anderen sind bei entstandenem Anriss die Belastungen, die während des Einsatzes im Fahrzeug auf den Riss wirken, also im Wesentlichen Temperaturbelastungen von $-40 - 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (vgl. Abschnitt 1.1), von Bedeutung. In Abbildung 3.46 sind die Lösungen der Modus I -Spannungsintensitäten an der Rissspitze für diese Lastfälle dargestellt.

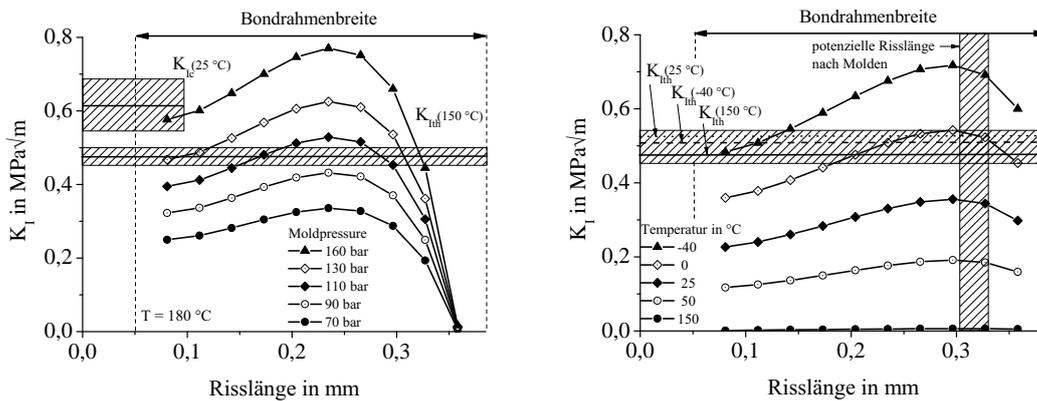


Abbildung 3.46: Entwicklung der Modus I -Spannungsintensität mit der Risslänge für verschiedene Molddrücke (*links*) und Temperaturen (*rechts*) im Vergleich mit den in dieser Arbeit ermittelten Werten für die Bruchzähigkeit K_{Ic} und den Grenzwert für das unterkritische Risswachstum K_{Ith} . Die schraffierten Bereiche geben die einfache Standardabweichung der experimentellen Werte an.

Auf Grund der komplexen Spannungszustände im Sensor treten an der Rissspitze gemischte Beanspruchungen auf. Da jedoch die Mehrachsigenkriterien der Bondverbindung für spontanes und zeitabhängiges Versagen noch nicht bekannt sind (vgl. Abschnitt 3.3.1), wird hier vereinfachend angenommen, dass einzig der Modus I -Anteil der Spannungsintensität versagensrelevant ist. In einem weiteren Schritt kann auf Basis des berechneten Beanspruchungsverhältnisses an der Rissspitze eine Abschätzung getroffen werden, ob es sich beim auftretenden Risspfad um einen Grenzflächenriss oder einen alternierenden Risspfad handelt. Mit dieser Abschätzung wäre es dann möglich, den entsprechenden Wert für K_{Ith} zu verwenden. In laufenden Arbeiten werden die erstellten Modelle dahingehend erweitert, dass der Riss auch als Grenzflächenriss in der Simulation behandelt werden kann. Dann wäre mit Hilfe der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Methodik auch eine Vorhersage möglich, ob und an welcher Position der Riss aus der Grenzfläche ausknicken wird. Dadurch würde eine gezielte Annahme des entsprechenden Wertes für K_{Ith} ermöglicht.

Der Vergleich der berechneten Spannungsintensitäten für sehr kurze Anrisse mit K_{Ic} kann als Maß für die Wahrscheinlichkeit eines Anrisses herangezogen werden.

Der Grenzwert für das unterkritische Risswachstum gibt an, bis zu welcher Position (Länge) der Riss nach seiner Entstehung wachsen wird. Dem linken Teil der Abbildung 3.46 kann man demnach entnehmen, dass bei Molddrücken zwischen 130 und 160 bar mit Anrissen im Bondrahmen zu rechnen ist. Diese Werte liegen weit über den in der Fertigung tatsächlich auftretenden Drücken. Ein Anriss im Bondrahmen durch das Molden ist deshalb sehr unwahrscheinlich. Kommt es dennoch zu einem Anriss, würde dieser bis zu etwa 80 – 85 % der Bondrahmenbreite wachsen und dann beim Unterschreiten von K_{Ith} zum Stillstand kommen. Diese Ergebnisse decken sich mit den experimentellen Befunden der Molddruckversuche (vgl. Abbildung 3.44).

Ein weiteres Wachstum eines solchen Risses während des Einsatzes des Sensors im Fahrzeug ist vor allem für niedrige Temperaturen zu erwarten (vgl. Abbildung 3.46). Ab etwa 0 °C steigt die Spannungsintensität an der Risspitze über K_{Ith} und der Riss würde durch die gesamte Breite des Bondrahmens wachsen. In diesem Falle wäre durch die entstehende Leckage mit einem Ausfall des Sensors zu rechnen. Im Rahmen des Erprobungsprogrammes der Sensoren könnten demnach Sensoren mit Mold-Anriss durch eine Tieftemperaturbelastung und anschließendem elektrischen Funktionstest gefunden werden. Um die Langzeitzuverlässigkeit zu gewährleisten, ist es dennoch essenziell, eine Anrissbildung während des Moldprozesses zu vermeiden.

Mit der beschriebenen Methodik lassen sich auch Designoptimierungen zur Senkung der Anrisswahrscheinlichkeit während des Moldprozesses quantitativ bewerten. An einem Beispiel soll dies hier dargestellt werden. Während der ätztechnischen Strukturierung der Kappenwafer wäre es möglich, Entlastungskerbenn im Layout vorzuhalten, die die Hebelwirkung der Kappe während des Moldprozesses verringern. Mittels des FE-Modells wurden verschiedene Möglichkeiten für den Ort und die Geometrie einer solchen Entlastungskerbe hinsichtlich ihres mechanischen Einflusses auf die Waferbondverbindung untersucht.

Abbildung 3.47 zeigt, dass durch eine geeignete Auslegung der Entlastungskerbe in der Kappe das Niveau des Spannungsintensitätsfaktors über den gesamten Rissverlauf gesenkt werden kann. Dadurch verringert sich die Wahrscheinlichkeit für einen Anriss während des Moldprozesses und gleichzeitig die Gefahr der Leckbildung durch Wachstum eines entstandenen Anriss. Insgesamt gesehen wird das Sensorlayout robuster gegen Schwankungen des Druckes während des Moldprozesses.

Unter Berücksichtigung der Unsicherheiten für die Ergebnisse, die sich durch streuende Beanspruchungen und Materialeigenschaften sowie Vereinfachungen bei der Modellierung ergeben, erlaubt es das Modell, mit Hilfe der in dieser Arbeit bestimmten bruchmechanischen Parameter quantitative Aussagen darüber zu treffen, ob bzw. mit welcher Geschwindigkeit und unter welchen Bedingungen ein entstandener Anriss durch die gesamte Breite des Bondrahmens wachsen kann. Dies eröffnet bei der Auslegung der Sensoren zum einen die Möglichkeit, kritische

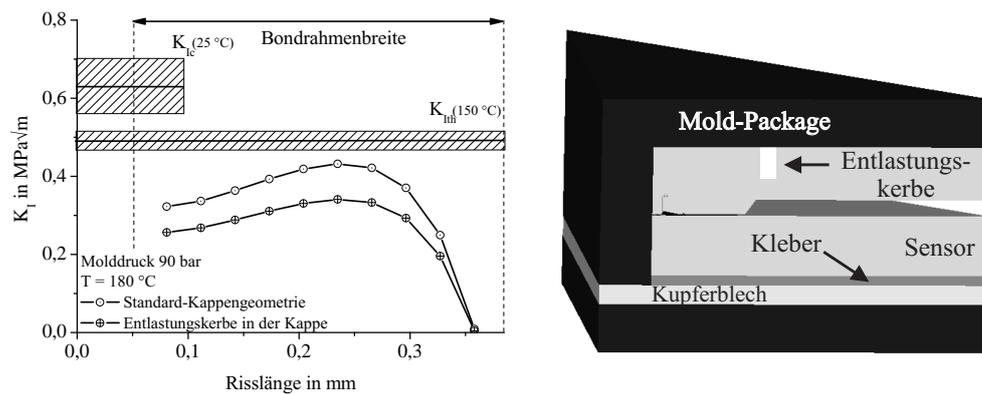


Abbildung 3.47: Einfluss einer Entlastungskerbe in der Kappe auf das Niveau des Spannungsintensitätsfaktors des Risses im Bondrahmen (*links*) und schematische Darstellung der Entlastungskerbe im Modell (*rechts*)

Riss – Lastfall Konfigurationen zu ermitteln, zum anderen kann schon während der Auslegungsphase das Design des Sensors auf dessen bruchmechanische Zuverlässigkeit hinsichtlich potenzieller Anrisse bewertet werden [29].

4

Zusammenfassung

Das Glas-Frit Bonden ist eine der wichtigsten Waferbondtechnologien für MEMS-Applikationen. Besonders häufig kommt es bei der Verkappung von Drehraten- und Beschleunigungssensoren und damit sicherheitsrelevanten Systemen im Automobil zum Einsatz. Der Ausfall eines Drehratensensors, der kritischsten Applikation bezüglich der Dichtheit der Waferbondverbindung, kann durch zwei in ihrer Ursache völlig unterschiedliche Mechanismen hervorgerufen werden. Zum einen kann es in Folge einer zu hohen Gaspermeabilität der Bondverbindung zu einem allmählichen Druckanstieg kommen, der den Innendruck des Sensors einen kritischen Wert übersteigen lässt. Zum anderen können initiale Defekte, die in der Bondverbindung vorhanden sind beziehungsweise während der Herstellung der Sensoren erzeugt werden, durch Alterungsmechanismen und auf Grund von herstellungsbedingten Eigenspannungen während der Lebensdauer der Sensoren wachsen, bis sie ein Leck im Bondrahmen darstellen und dann zu einem plötzlichen Druckanstieg führen. Diese beiden möglichen Ausfallmechanismen waren Motivation für die wissenschaftlichen Untersuchungen der vorliegenden Arbeit.

Dichtheit der Bondverbindung Bei der Untersuchung der Gaspermeation durch die Bondverbindung besteht die besondere Herausforderung darin, dass auch sehr geringe Permeationsraten nachgewiesen werden müssen, da selbst eine Leckrate von nur $4,5 \cdot 10^{-13} \text{ Pa} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ zu einem funktionskritischen Druckanstieg während der Lebensdauer eines Drehratensensors führen kann. Ziel war es, die Gaspermeabilitätskonstante der Bondverbindung und damit die wesentliche Materialkonstante für die gasdichte Auslegung der Bondverbindung zu ermitteln. Es wurden zwei verschiedene Ansätze verfolgt.

Die Messung des Masseflusses an der Vakuumseite Gasdruck belasteter Proben ist auf Grund der vergleichsweise hohen Nachweisgrenze von $1 \cdot 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ von Helium-Massenspektrometern nur möglich, wenn die druckbelastete Fläche der verwendeten Proben um viele Größenordnungen größer ist als die der realen Sensorbondverbindung. Trotz intensiver Bemühungen gelang die Herstellung solcher Proben nicht, da sie weit höhere technologische Anforderungen an den

Herstellungsprozess stellt als der Waferbondprozess der Sensoren.

Der zweite Ansatz bestand darin, den Anstieg des Innendrucks in einem Glas-Frit gebondeten MEMS-Gehäuse mittels eines integrierten Drucksensors bei äußerer Beaufschlagung mit Gasdruck zu messen. Hierfür wurde eigens ein thermischer Drucksensor entwickelt, der mit den Technologien der Mikrosystemtechnik hergestellt werden kann. Das Messprinzip des Sensors beruht auf der Änderung der thermischen Leitfähigkeit von Gasen mit dem Druck. Der entwickelte Sensor weist eine Empfindlichkeit von $4,87 \cdot 10^{-2}$ mW/Pa auf und kann in ein Standard-MEMS-Gehäuse integriert werden.

Mit Hilfe dieses Drucksensors wurden die Gaspermeabilitätskonstanten der Glas-Frit Bondverbindung für die Permeation von Helium und Stickstoff bestimmt. Helium hat wegen seines geringen Partialdruckes in der Atmosphäre zwar keine Relevanz für die Langzeitstabilität des Innendrucks des Sensors, es ist jedoch als Testgas wegen seiner geringen Atomgröße besonders geeignet. Die ermittelten Permeabilitätskonstanten für Helium betragen im Temperaturbereich von $-10 - 125$ °C zwischen $2 \cdot 10^{-11}$ und $1 \cdot 10^{-9}$ cm²/s bei einer Aktivierungsenergie von 17 - 24 kJ/mol. Diese Daten liegen im Bereich derer von Silikatgläsern, wie sie auch in der Vakuumtechnik zum Einsatz kommen. Dem Stickstoff kommt als Hauptbestandteil der Erdatmosphäre bei der Betrachtung der Langzeithermetizität von Inertialsensoren die größte Bedeutung zu. Auf Grund seiner Molekülgröße weist er jedoch in Gläsern meist nicht nachzuweisende Gaspermeabilitäten auf. Die Messungen in dieser Arbeit ergaben bei 127 °C eine Gaspermeabilitätskonstante für Stickstoff zwischen $1,4 \cdot 10^{-13}$ und $2,6 \cdot 10^{-13}$ cm²/s. Wegen der hohen Messtemperaturen und des langen Versuchszeitraumes von etwa einem Monat ist es jedoch wahrscheinlich, dass ein Teil des ermittelten Druckanstieges auf eine Widerstandsdrift des Heizmäanders zurückzuführen ist, und die ermittelten Gaspermeabilitätskonstanten zu hoch sind. Eine Abschätzung des Druckanstieges in Glas-Frit gebondeten Inertialsensoren basierend auf den ermittelten Werten führt folglich zu konservativen Ergebnissen. Die Rechnung zeigt, dass selbst bei einer Reduktion der Bondrahmenbreite von etwa 400 - 500 auf 250 µm kein kritischer Druckanstieg innerhalb von 15 Jahren zu erwarten ist.

Bruchmechanische Lebensdauer der Bondverbindung Neben der Gaspermeabilität haben die bruchmechanischen Eigenschaften der Bondverbindung einen wesentlichen Einfluss auf die Zuverlässigkeit des Sensors. Mit Hilfe der Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik kann der Widerstand eines Materials gegen Rissausbreitung mit Hilfe der Spannungsintensität an der Rissspitze bewertet werden. In dieser Arbeit wurden sowohl die kritische Spannungsintensität – die Bruchzähigkeit – als auch die Wachstumskurven für unterkritisches Risswachstum experimentell ermittelt und eine Methode aufgezeigt, die die zuverlässige Auslegung der Glas-Frit Bondverbindung von MEMS-Sensoren mit Hilfe dieser Materialparameter ermöglicht.

Für die Messung der Bruchzähigkeit wurde der Mikro-Chevron Test verwendet. Die Bruchzähigkeit der Proben, die mit Standard-Bondparametern gebondet wurden, ergab einen für Gläser typischen Wert von $0,61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mit einem Variationskoeffizienten von 12,4 % und einer hohen Reproduzierbarkeit von Wafer zu Wafer. Die Untersuchung des wichtigsten Prozessparameters beim Glas-Frit Bonden, der Temperatur, zeigte nur einen geringen Einfluss auf die Bruchzähigkeit. Neben der Temperatur wurde auch der Einfluss des Cordieritgehaltes im Glaslot auf die Bruchzähigkeit untersucht. Eine Halbierung dessen Masseanteils in der Bondverbindung von 10 auf 5 % ergab eine Verringerung der Bruchzähigkeit auf $0,50 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Diese deutliche Abnahme ist auf die erhöhten thermischen Spannungen in der Schicht zurückzuführen. In zukünftigen Untersuchungen müsste gezeigt werden, ob eine Erhöhung des Cordieritanteils zu erhöhter Bruchzähigkeit der Bondverbindung führt.

Zur Bestimmung der Risswachstumskurven kamen sowohl indirekte als auch direkte Messverfahren zum Einsatz. Ein Vergleich der Ergebnisse zeigte, dass das indirekte Messverfahren wegen der hohen Streuung der Festigkeiten und der bei der Auswertung zu treffenden impliziten Annahmen über das Risswachstumsverhalten den tatsächlichen Verlauf der Risswachstumskurven nur unzureichend wiedergeben kann. Als direktes Verfahren erwies sich die Beobachtung des Risswachstums im nahen Infrarotdurchlicht an DCB-Proben bei konstanter Verschiebung als besonders geeignet.

Die Ergebnisse zum unterkritischen Risswachstum haben gezeigt, dass Glas-Frit Bondverbindungen, wie auch die meisten anderen Gläser, dem Alterungsmechanismus der Spannungrisskorrosion unterliegen. So weist auch die Glas-Frit Bondverbindung die typischen Bereiche des transport (Bereich I)- und konzentrationslimitierten (Bereich II) Risswachstums auf. Mit Hilfe des Reaktionsraten-Modells von Wiederhorn konnte die Temperatur- und Feuchteabhängigkeit des Risswachstums in den Bereichen I und II beschrieben werden. Dabei ergaben sich Aktivierungsenergien von 126,0 und 23,7 kJ/mol für die Bereiche I und II. Eine Besonderheit weisen die Risswachstumskurven durch das Auftreten eines im Verhältnis zur Bruchzähigkeit ungewöhnlich hohen Grenzwertes für das Risswachstum auf. Dieser liegt unter Standard-Bedingungen bei etwa 85 % der Bruchzähigkeit. Der Grenzwert ist jedoch stark abhängig von der Temperatur und kann im für Drehratensensoren relevanten Temperaturbereich von $-40 - 150 \text{ }^\circ\text{C}$ auf etwa 70 % der Bruchzähigkeit absinken. Für die Zuverlässigkeitsbewertung der Bondverbindung ist dieser Grenzwert von zentraler Bedeutung. Da die Risswachstumsgeschwindigkeit oberhalb dieses Grenzwertes bei minimal $> 10^{-6} \text{ m/s}$ liegt und so zu einem Versagen der Bondverbindung innerhalb sehr kurzer Zeiten führen würde, kann die Bewertung der bruchmechanischen Langzeitzuverlässigkeit allein auf Grundlage des Grenzwertes vorgenommen werden. Die Bondverbindung ist unter diesem Aspekt zuverlässig, solange während der gesamten Lebensdauer keine Belastung auftritt, bei der dieser Grenzwert überschritten wird.

Zur Ermittlung der Ursache für das Auftreten des hohen Grenzwertes für das unterkritische Risswachstum wurden verschiedene bruchmechanisch basierte Erklärungsversuche vorgenommen und intensiv diskutiert. Das Hauptaugenmerk lag dabei zunächst auf der Erklärung des charakteristischen alternierenden Risspfades. Mit Hilfe der Grenzflächenbruchmechanik und Finite Element-Simulationen konnte der beobachtete Risspfad erklärt und eine These für das Auftreten des hohen Grenzwertes aufgestellt werden. Verifikationsexperimente, bei denen durch die äußere Belastung ein Grenzflächenversagen erzwungen wurde, zeigten jedoch, dass der alternierende Risspfad nicht alleinige Ursache für das Auftreten dieses Grenzwertes sein kann. Aus diesem Grund wurden weitere Erklärungsansätze, die auf dem korrosiv bedingten Abstumpfen der Risspitze und dem Einfluss der Bleiauscheidungen in der Grenzfläche beruhen, vorgenommen und darauf basierend ein mögliches Szenario der Verhältnisse während des Risswachstums entwickelt. Es ist wahrscheinlich, dass begünstigt durch das lokale energetische Minimum des alternierenden Risses eine korrosive Verrundung der Risspitze stattfindet. Zusätzlich haben die Bleiauscheidungen, die mit ihrer schlechten mechanischen Anbindung an die Matrix wie Poren wirken, lokal eine Verringerung der Spannungskonzentration an der Rissfront zur Folge. Diese beiden Effekte führen letztendlich zum Abstoppen des Risses und damit zum ungewöhnlich hohen Grenzwert des Risswachstums.

An Hand des praxisnahen Beispiels eines druckbelasteten Drehratensensors wurde eine mögliche Vorgehensweise dargestellt, mit der die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse und Materialparameter mit Hilfe von Finite Element-Simulationen zur Bewertung der bruchmechanischen Zuverlässigkeit einer Glas-Frit Bondverbindung herangezogen werden können. Der Vergleich der Ergebnisse mit Referenzexperimenten zeigte, dass trotz notwendiger starker Vereinfachungen in der Simulation das reale Wachstum von initialen Rissen in der Bondschicht sehr gut wiedergegeben werden kann.

Ausblick Für den zukünftigen Einsatz der vorgeschlagenen Methodik in der Entwicklung neuer Wafer-Level Verpackungen mittels des Glas-Frit Bondverfahrens müsste der experimentelle Nachweis der Hypothesen für das Auftreten des ungewöhnlich hohen Grenzwertes des unterkritischen Risswachstums gelingen und eine statistisch abgesicherte Datenbasis für dessen Abhängigkeit von der Temperatur geschaffen werden. Bei geringer werdender Bondrahmenbreite wird es zudem für die Zuverlässigkeitsbewertung der Bondverbindung immer entscheidender, die Wahrscheinlichkeit für einen Anriss bewerten zu können. Auf Grund der je nach Prozess stark variierenden Geometrie der Kerbe zwischen Silizium und Glas-Frit Bondrahmen ist dies mit Hilfe der Kerbruchmechanik wahrscheinlich nur unzureichend umsetzbar. Eine mögliche Alternative könnte die Bewertung der Spannungsintensität hypothetischer sehr kurzer Anrisse in der Kerbe sein. Auf Grund der gemischten Beanspruchung an der Risspitze wäre dann die experimentel-

le Ermittlung der vollständigen Versagensgrenzkurve für die Spannungsintensität
nötig.

Anhang A

Anhang zur Langzeithermetizität Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren

A.1 Mischungsregel für die Wärmeleitfähigkeit von Gasen

Bei idealen Gemischen von Gasen mit dem Molenbruchanteil x_i an der Gesamtgasmenge und der Wärmeleitfähigkeit λ_i gilt für die Wärmeleitfähigkeit des Gemisches $\lambda_{Gemisch}$ Gleichung A.1:

$$\lambda_{Gemisch} = \sum_i \frac{\chi_i \lambda_i}{\sum_j \chi_j \Xi_{ij}} \quad (\text{A.1})$$

Die hier enthaltene Funktion χ , die die Abweichung von der linearen Mischungsregel beschreibt und sowohl von den Molmassen M als auch von den Viskositätskoeffizienten η der im Gemisch enthaltenen Gase abhängt, ist in Gleichung A.2 dargestellt:

$$\Xi_{ij} = \frac{1}{2\sqrt{2}} \left(1 + \frac{M_i}{M_j}\right)^{-1/2} \cdot \left[1 + \left(\frac{\eta_{Vi}}{\eta_{Vj}}\right)^{1/2} \cdot \left(\frac{M_i}{M_j}\right)^{1/4}\right]^2 \quad (\text{A.2})$$

Für eine exakte Analyse des Gasdruckes über die thermische Leitfähigkeit muss also die genaue Zusammensetzung des Gases bekannt sein. Will man zusätzlich die Abweichungen vom realen Gasverhalten berücksichtigen, so ist auf komplexere Modelle zurückzugreifen, wie sie in [76] beschrieben sind. Nachteil dieser Modelle ist, dass sie gasartspezifische Kenngrößen beinhalten, die nur selten ausreichend bekannt sind. Deshalb werden die folgenden Betrachtungen an Hand des Modells für ideale Gase durchgeführt.

In Abbildung A.1 sind beispielhaft die Wärmeleitfähigkeiten verschiedener binärer und ternärer Gasgemische dargestellt. Die Auswahl der konkreten Beispiele ist in den in dieser Arbeit relevanten Gasarten begründet (vgl. Tabelle A.1). Verglichen sind die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeiten von Gasgemischen nach Gleichung A.2 (durchgezogene Kurven) mit denen einer linearen Mischungsregel nach Gleichung A.3 (gestrichelte Kurven).

$$\lambda_{\text{Gemisch}} = \sum_i \chi_i \cdot \lambda_i \quad (\text{A.3})$$

Der Unterschied in den Funktionen ist für die gewählten Beispiele gering. Er beträgt $< 1 \%$ für die Stickstoff- und $< 6 \%$ für die Helium-Gasgemische, was wiederum einen Fehler in der Druckangabe von maximal 8 Pa nach sich ziehen würde. Würde nun die Messung des Druckanstieges im ungünstigsten Fall von 0 – 50 % Heliumanteil an der Gesamtgasmenge durchgeführt werden, so wäre bei einem Druckanstieg von 100 – 200 Pa der aus dieser Vereinfachung resultierende Fehler bei der Bestimmung der Gaspermeabilitätskonstanten etwa 8 %. Diese Analyse der Fehler wurde an Hand von Daten für die Wärmeleitfähigkeiten der Gase bei Atmosphärendruck durchgeführt. Für kleine Drücke ist der Unterschied der Wärmeleitfähigkeiten der einzelnen Gase und damit auch der Fehler durch die Anwendung der linearen Mischungsregel geringer. Die Abschätzung ist also konservativ.

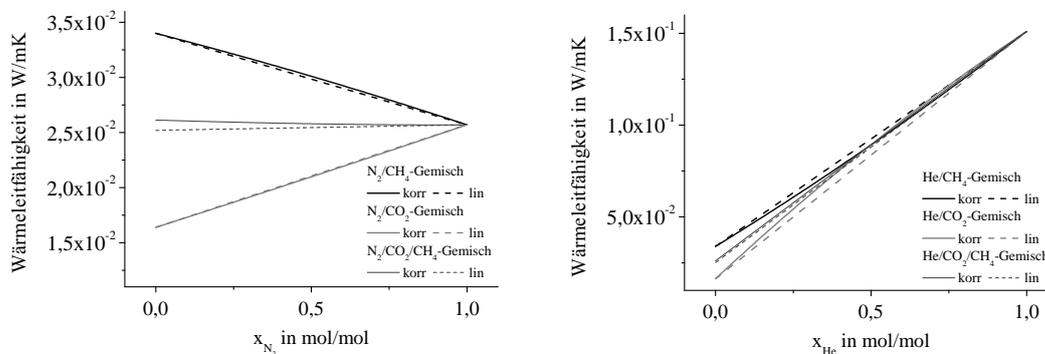


Abbildung A.1: Vergleich der Wärmeleitfähigkeiten von binären und ternären Gasgemischen nach linearer und korrigierter Mischungsregel mit N₂ (*links*) und He (*rechts*); bei den ternären Gasgemischen ist der Anteil von CO₂ und CH₄ stets 1:1

Tabelle A.1: Hauptbestandteile der Gasatmosphäre in der Sensorkavität. Die Angaben sind Mittelwerte aus Einzelmessungen an vier Sensoren aus Restgasanalysen der Firma SAES.

Gasart	Anteil in %
CO	34
CH ₄	23
CO ₂	17
N ₂	9
H ₂	8
C ₂ H ₆	5
C ₃ H ₈	4
Andere	<1

A.2 Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Gasen

Die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit verdünnter Gase ist äußerst komplex. Sie beruht im Wesentlichen auf der Temperaturabhängigkeit der kinetischen Energie und damit der mittleren Geschwindigkeit der Gasteilchen, der mittleren freien Weglänge, der spezifischen Wärmekapazität c_V sowie der Akkomodationswahrscheinlichkeit a_e . Eine quantitative Abschätzung ist auf Grund fehlender Daten für die Temperaturabhängigkeiten insbesondere für a_e und c_V kaum möglich. Berücksichtigt man die bekannten Temperaturabhängigkeiten und nimmt die Wärmekapazität und die Akkomodationswahrscheinlichkeit als konstant an, so ergibt sich der in Abbildung A.2 gezeigte Einfluss.

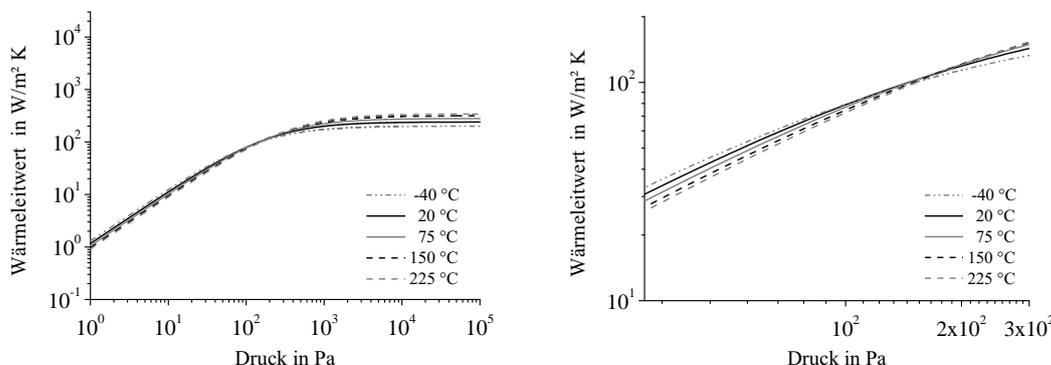


Abbildung A.2: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von N₂ über den Druck zwischen zwei ebenen Platten (a_E und c_V konstant)

Im Vergleich zu den in Abbildung 2.2 gezeigten Abhängigkeiten von Plattenabstand und Gasart ist der Einfluss der Temperatur in gewissen Grenzen vor allem für niedrige Drücke vernachlässigbar. Der Fehler durch die vorgenommenen Vereinfachungen ist allerdings nur schwer abzuschätzen. Es ist jedoch bekannt, dass die Wärmekapazität mehratomiger Gasmoleküle über weite Temperaturbereiche konstant ist und nur durch Aktivierung zusätzlicher Freiheitsgrade erhöht wird. Die Akkomodationswahrscheinlichkeit sinkt typischerweise leicht mit der Temperatur [84].

Anhang B

Anhang zur bruchmechanischen Lebensdaueranalyse Glas-Frit gebondeter Inertialsensoren

B.1 Koeffizienten für die Lösungen des Ausknickens eines Grenzflächenrisses

Die komplexwertigen Funktionen b , c und d in Gleichung 3.21, die zur Ausknickanalyse eines Grenzflächenrisses benötigt werden, können durch eine numerische Prozedur ermittelt werden, wie sie in [33] beschrieben ist. In [34] sind c und d für eine breite Variation der Dundur-Parameter α und β tabelliert. Um diese Funktionen für die in dieser Arbeit benötigten Parameter $\alpha = 0,5$ und $\beta = 0,15$ zu bestimmen, erfolgte eine Interpolation der tabellierten Daten (Abbildung B.1).

Die ermittelten Funktionen wurden durch Polynome dritten Grades angenähert. Die Indizes r und i stehen für den Real- und Imaginärteil respektive.

$$c_r = 0,8073 + 0,0057 \cdot \Omega - 0,00026 \cdot \Omega^2 + 1,25 \cdot 10^{-6} \cdot \Omega^3 \quad (\text{B.1})$$

$$c_i = 0,2352 - 0,0249 \cdot \Omega + 0,00018 \cdot \Omega^2 - 2,05 \cdot 10^{-7} \cdot \Omega^3 \quad (\text{B.2})$$

$$d_r = -0,0075 - 0,0027 \cdot \Omega + 0,0001 \cdot \Omega^2 - 4,93 \cdot 10^{-7} \cdot \Omega^3 \quad (\text{B.3})$$

$$d_i = 0,0257 - 0,0087 \cdot \Omega + 0,00004 \cdot \Omega^2 + 5,86 \cdot 10^{-8} \cdot \Omega^3 \quad (\text{B.4})$$

Die Funktion b wird durch die Näherungsfunktionen B.5 und B.6 angegeben, wie sie in [32] vorgeschlagen und bewertet werden. Sie ist in Abbildung B.2 dargestellt.

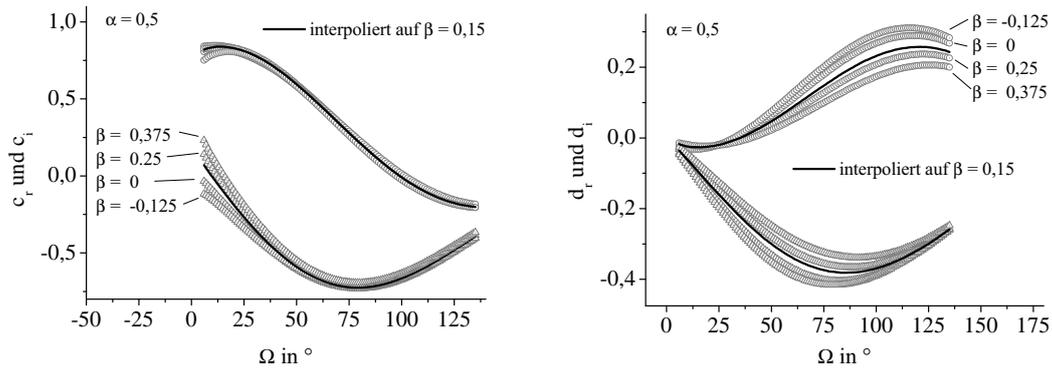


Abbildung B.1: Lösungskoeffizienten zur Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren eines aus einer Grenzfläche ausgeknickten Risses aus dem komplexen Spannungsintensitätsfaktor der Risspitze in der Grenzfläche. Die Koeffizienten sind in Abhängigkeit des Ausknickwinkels und des zweiten Dundur-Parameters β dargestellt. Die durchgezogenen Linien zeigen die aus [34] auf $\beta = 0,15$ interpolierten Daten.

$$b_r = 2 \cdot \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sin^2 \Omega \quad (\text{B.5})$$

$$b_i = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sin 2\Omega \quad (\text{B.6})$$

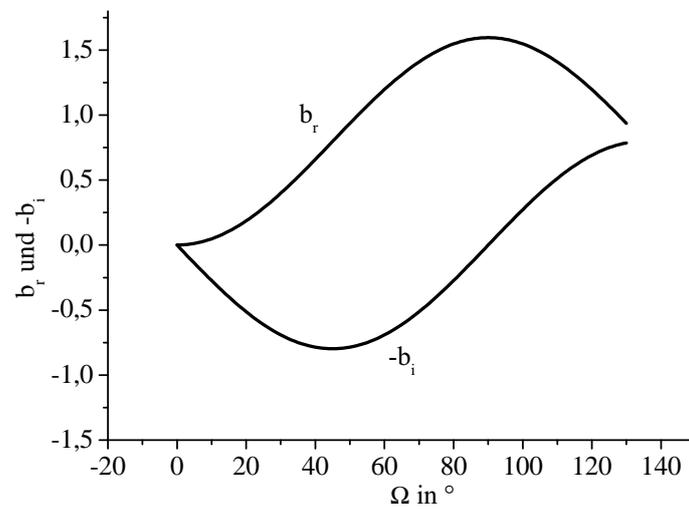


Abbildung B.2: Näherungsfunktionen für die Lösungskoeffizienten zur Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren eines aus einer Grenzfläche ausgeknickten Risses aus dem komplexen Spannungsintensitätsfaktor der Risspitze in der Grenzfläche bei thermischen Spannungen in der Ebene nach [32]

B.2 Histogramme der gemessenen Bruchzähigkeiten

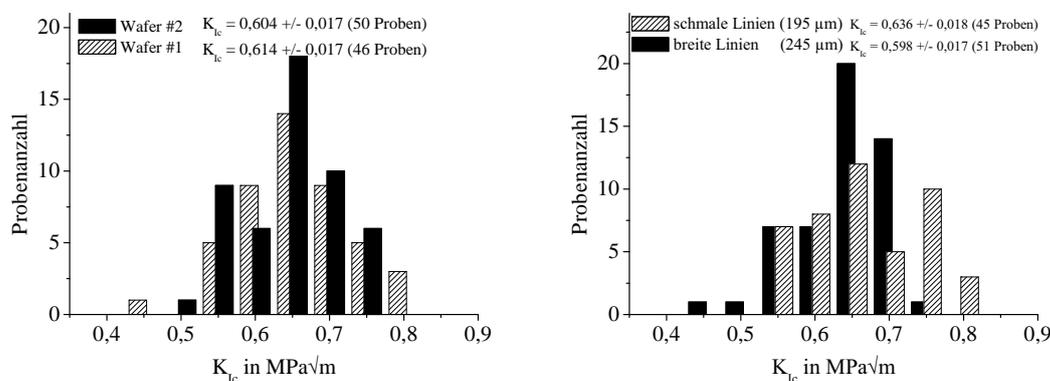


Abbildung B.3: Histogramme der Bruchzähigkeiten; *links*: Vergleich der Reproduzierbarkeit bei verschiedenen Wafern, *rechts*: Vergleich der Proben mit unterschiedlichen Druckbreiten für das Sealglas (Proben der Wafer #1 und #2)

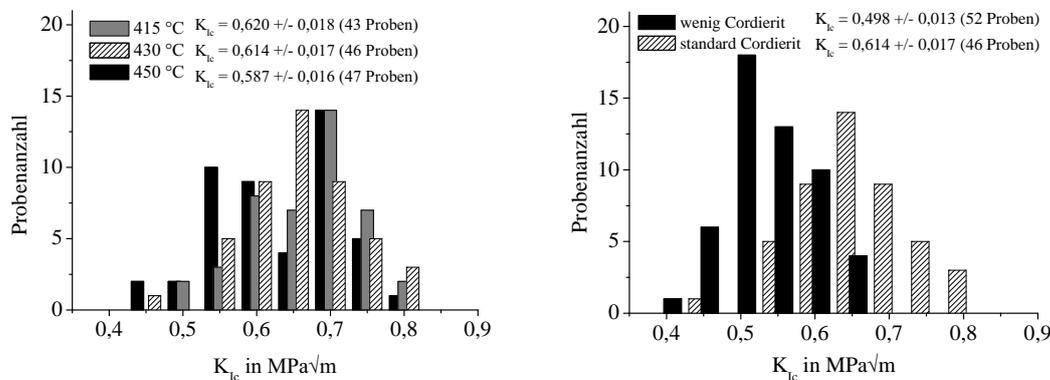


Abbildung B.4: Histogramme der Bruchzähigkeiten; *links*: Einfluss der Bondtemperatur, *rechts*: Einfluss des Cordierit-Gehaltes im Sealglas

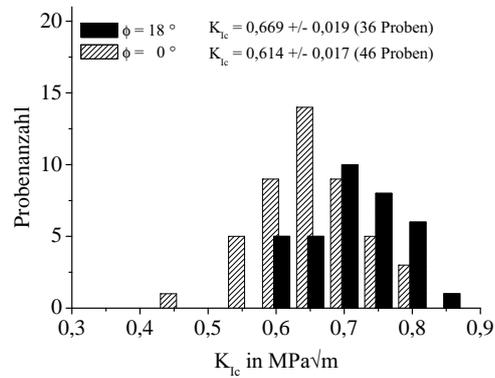


Abbildung B.5: Histogramme der Bruchzähigkeiten: Vergleich der Werte für reine Modus I und gemischte Beanspruchung für $\phi = 18^\circ$

B.3 Berechnung des Parameters für die Rissspitzenverrundung

Die Änderung der Rissspitzengeometrie während des Risswachstums hat einen gravierenden Einfluss auf das Risswachstumsverhalten während des unterkritischen Risswachstums. Dieser Einfluss wird in [18] durch eine Erweiterung des Reaktionsratenmodells für das unterkritische Risswachstum untersucht. Der wesentliche Parameter dieses erweiterten Modells, auf das hier im Detail nicht eingegangen werden soll, ist durch Gleichung B.7 gegeben:

$$m_{ab} \approx \sqrt{\frac{2}{3} \cdot \frac{a \cdot E'}{\gamma} \cdot \frac{V_a}{V_m}} \quad (\text{B.7})$$

Für $m_{ab} = 45$ reduziert sich das erweiterte Modell auf das in Abschnitt 3.2.3 beschriebene Modell für das unterkritische Risswachstum. Für $m_{ab} > 45$ wird unter moderaten äußeren Belastungen eine Verrundung und für $m_{ab} < 45$ eine Einschnürung der Rissspitze. Für Details der Modellierung sei hier auf [18] verwiesen.

Die Berechnung des Parameters m_{ab} für Sealglas erfolgt unter folgenden, zum Teil vereinfachenden Annahmen:

- **Aktivierungsvolumen V_a :** Das Aktivierungsvolumen ergibt sich unter der Annahme eines Rissspitzenradius von 1,5 nm mit Hilfe von Gleichung 3.26 zu $5,2 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$.
- **molares Volumen V_m :** Wegen fehlender Daten für das molare Volumen des Sealglases wird hier das molare Volumen von Bleioxid mit $2,3 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{mol}$ angenommen.
- **E-Modul E :** 50 GPa
- **Oberflächenenergie γ :** $3,43 \text{ J/m}^2$
- **Risslänge a :** In [18] werden nur natürlich vorkommende elliptische Oberflächenrisse betrachtet. Die Risslänge a dient in diesem Zusammenhang als Parameter für die geometrische Form des Risses. Deshalb wird bei der Berechnung von m_{ab} für Sealglas auch die vorgeschlagene Risslänge von $6 \text{ }\mu\text{m}$ und nicht etwa die bei den Risswachstumsexperimenten auftretende makroskopische Länge von einigen Millimetern verwendet.

Unter diesen Annahmen ergibt sich ein Parameter m_{ab} von 57 und damit nach [18] eine Tendenz zur Verrundung der Rissspitze.

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

AVT	Aufbau- und Verbindungstechnik
BEM	Boundary Element Methode
CT	Compact Tension
DCB	Double Cantilever Beam
DT	Double Torsion
E-Modul	Elastizitätsmodul
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	Focused Ion Beam
Gew.	Gewicht
HT	Hochtemperatur
IZM	Fraunhofer-Institut für Zuverlässigkeit in der Mikrosystemtechnik
IWM	Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik
MC	Mikro Chevron
MEMS	Micro Electronical Mechanical Systems
NIR	nahes Infrarot
NT	Niedertemperatur
ppm	parts per million
RFMEMS	Radio Frequency MEMS
SOI	Silicon On Insulator
TMA	Thermo-mechanische Analyse
Vol.	Volumen
3D-IC's	dreidimensionale, integrierte Schaltkreise

Wichtigste Formelzeichen

a	Defektgröße, Risslänge
a_c	kritische Risslänge, bei der ein Bauteil unter gegebener Beanspruchung versagt
a_e	Akkommodationskoeffizient
a_i	Risslänge zu Beginn der Belastungsgeschichte
a_{th}	Grenzrisslänge
A	Fläche
$A_{I,II}$	Risswachstumsparameter der Bereiche I und II
A_{df}	Risswachstumsparameter der dynamischen Belastungsexperimente
A_H	Heizerfläche
A_S	innere Oberfläche eines Wafer-Level Inertialgehäuses
A_K	Querschnittsfläche der Ankopplung des Heizers zum umgebenden Körper
B	Probenbreite
c	Konzentration
c_V	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen
C	gasartspezifische Konstante
$C_{I,II}$	Risswachstumsparameter der Bereiche I und II
d	geometrische Länge
da	Ausknicklänge
d_p	Abstand Wärmesenke zu Wärmequelle im Plattenmodell
D	Diffusionskonstante
D_{df}	Achsenabschnitt im doppeltlogarithmischen Diagramm der dynamischen Belastungsexperimente
e	Emissivität
E	Elastizitätsmodul
E_{rel}	relative Empfindlichkeit des Drucksensors
f	Frequenz
f_0	Resonanzfrequenz
F_{max}	Kraftmaximum
G	Energiefreisetzungsrate
G_c	kritische Energiefreisetzungsrate
G_c^F	kritische Energiefreisetzungsrate eines Risses im Festkörper
G_{max}^F	maximale Energiefreisetzungsrate im Festkörper
$G_c^{i,f}$	kritische Energiefreisetzungsrate der Grenzfläche
$G^{i,f}$	Energiefreisetzungsrate eines Risses in der Grenzfläche
G_{max}	maximale Energiefreisetzungsrate beim Ausknicken eines Grenzflächenrisses
G^t	transformierte Energiefreisetzungsrate eines ausgeknickten Risses

J	Massefluss
k_B	Boltzmann-Konstante
K_P	Gaspermeabilitätskonstante
K	Spannungsintensitätsfaktor
K_{Ic}	Bruchzähigkeit
K_n	Knudsenzahl
$K_{I,II,III}$	Spannungsintensitätsfaktoren unter Modus $I - III$ -Belastung
$K_{I,II,III}^t$	transformierte Spannungsintensitätsfaktoren eines ausgeknickten Risses
K_{Ith}	Spannungsintensität, unterhalb derer kein unterkritisches Risswachstum auftritt
K_I^∞	Spannungsintensitätsfaktor unter Vernachlässigung der Glas-Frit Bondschicht
$K_{1,2}$	Real- und Imaginärteil des komplexen Spannungsintensitätsfaktors eines Grenzflächenrisses
l	Rissfortschritt in der Grenzfläche für den alternierenden Risspfad
l_g	Periode des Risses für alternierenden Risspfad
\bar{l}	mittlere freie Weglänge eines Gasteilchens
l_B	Anteil der Bondbreite an der Gesamtbreite der Probe
L_{max}	maximal zulässige Leckrate eines Bosch Drehratensensors über Lebensdauer
L_{Entgas}	Entgasungsleckrate eines Festkörpers
m	Weibull-Modul
M	Molmasse
$N_{1,2,3}$	Parameter zur Beschreibung der Sensorcharakteristik
n	Risswachstumsexponent
p	Gaspartialdruck
p_0	Atmosphärendruck unter Normalbedingungen
Δp_{max}	maximal zulässiger Druckanstieg eines Bosch Drehratensensors über Lebensdauer
P	Versagenswahrscheinlichkeit
q	chemische Reaktionsordnung
Q	Güte
Q_A	Aktivierungsenergie
Q_G	Wärmestrom durch das Gas
Q_R	Wärmestrahlung
Q_S	Wärmestrom durch den Festkörper
Q_{tot}	Gesamtwärmestrom
$Q_{I,II}$	Aktivierungsenergie im jeweiligen Bereich des Risswachstums
r	Abstand von der Risspitze
R	allgemeine Gaskonstante
S	Löslichkeit

t	Zeit
t_L	Lebensdauer
t_{lag}	Verzögerungszeit bis zum Erreichen der Löslichkeitsgrenze bei Gaspermeationsmessungen
t_θ	charakteristische Lebensdauer
T	Temperatur
ΔT	Temperaturdifferenz
T_{Bond}	Bondtemperatur beim Waferbonden
T_S	Schmelztemperatur
$T_{\ddot{U}}$	Übertemperatur
u_i	Verschiebungen
v	Risswachstumsgeschwindigkeit
V	Volumen
V_a	Aktivierungsvolumen
V_m	molares Volumen
V_s	Kavitätsvolumen eines Inertialsensors
W	Probenlänge
x	Längenmaß
Y	Geometriefunktion
Y_{min}	Minimum der Geometriefunktion
α	1. Dundur Parameter
β	2. Dundur Parameter
γ	Oberflächenenergie
ϵ	Spannungsszillationskonstante
η	Vergleichsparameter für mechanische und thermische Belastungen eines Risses
η_V	Viskosität eines Gases
λ	Wärmeleitfähigkeit eines Gases
λ_A	Wärmeleitwert eines Gases
λ_S	Wärmeleitfähigkeit eines Festkörpers
λ_{ges}	Gesamtwärmeleitung des Drucksensors
μ	Schubmodul
ν	Querkontraktionszahl
Ω	Winkel zwischen ursprünglichem und neuem Risspfad
ϕ	Phasenwinkel der gemischten Beanspruchung für $\beta = 0$
Φ	Phasenwinkel der gemischten Beanspruchung für $\beta \neq 0$
Φ_c	Phasenwinkel, bei dem eine Änderung des Vorzeichens für K_{II} eintritt
Ω	Ausknickwinkel
Π	potenzielle Energie
ρ	Radius der Rissspitze
κ	Stoßquerschnitt eines Gasteilchens

σ	mechanische Spannung
$\dot{\sigma}$	Belastungsgeschwindigkeit
σ_B	Stefan-Boltzmann-Konstante
σ_c	Inertfestigkeit einer einzelnen Probe
σ_L	maximal auftretende Belastung im Bauteil
σ_f	zeitabhängige Festigkeit
σ_θ	charakteristische Festigkeit (2. Parameter der Weibullverteilung)
$\dot{\sigma}_t$	Belastungsgeschwindigkeit am Übergang zwischen Inert- und zeitabhängiger Festigkeit
σ_0	Schichtspannung

Literaturverzeichnis

- [1] Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. *ASTM international standard ASTM E647*.
- [2] Laserlöten von Silizium / Glas mittels Glaslot zur Kapselung von Mikrosensoren auf Waferebene. *Abschlussbericht AiF-Vorhaben Nr. 12644 B* (2002).
- [3] AKISANYA, A. R., AND FLECK, N. A. Analysis of a wavy crack in sandwich specimens. *International Journal of Fracture* 55 (1992), 29–45.
- [4] AKISANYA, A. R., AND FLECK, N. A. Brittle fracture of adhesive joints. *International Journal of Fracture* 58 (1992), 93–114.
- [5] ALTEMOSE, V. Helium diffusion through glass. *Journal of Applied Physics* 32, 7 (1961), 1309–1316.
- [6] ALVESTEFFER, W. J., JACOBS, D. C., AND BAKER, D. Miniaturized thin film thermal vacuum sensor. *Journal of Vacuum Science and Technologie A* 13, 6 (1995).
- [7] ANDERSON, T. L. Fracture mechanics - fundamentals and applications. *CRC Press Inc.* (1994).
- [8] ANSYS. *Theory Reference Release 9.0 Documentation*.
- [9] BAGDAHN, J. Festigkeit und Lebensdauer direkt gebondeter Siliziumwafer unter mechanischer Belastung. *Fortschritt-Berichte VDI* 9, 334 (2001).
- [10] BANDO, Y., ITO, S., AND TOMOZAWA, M. Direct observation of crack tip geometry of sio2 glass by high-resolution electron microscopy. *Journal of the American Ceramic Society* 67, 3 (1984), 36–37.
- [11] BOROCH, R., GLIEN, K., MÜLLER-FIEDLER, R., AND GRAF, J. Reliability aspects of inertial sensors for automotive applications. In *Micro System Technologies München Proceedings of the Conference* (2005).
- [12] BRÜCKNER-VOITH, A., HEGER, A., HEIERMANN, K., HÜLSMEIER, P., MAHLER, A., MANN, A., AND ZIEGLER, C. STAU (4), user's manual.

- [13] BÖTTGE, B. Mechanische und mikrostrukturelle eigenschaften von silizium-lotglas-silizium und silizium-lotglas-stahl verbindungen. Master's thesis, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik IWMH, 2006.
- [14] CHEN, B., AND DILLARD, D. A. The effect of the T-stress on crack path selection in adhesively bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 21 (2001), 357–368.
- [15] CHEN, B., AND DILLARD, D. A. Numerical analysis of directionally unstable crack propagation in adhesively bonded joints. *International Journal of Solids and Structures* 38 (2001), 6907–6924.
- [16] CHOA, S. Reliability of vacuum packaged MEMS gyroscopes. *Microelectronics Reliability* 45 (2005), 361–369.
- [17] CHOW, W. T., AND ATLURI, S. N. Finite element calculation of stress intensity factors for interfacial crack using virtual crack closure integral. *Computational Mechanics* 16 (1995), 417–425.
- [18] CHUANG, T., AND FULLER, E. R. Extended charles-hillig theory for stress corrosion cracking of glass. *Journal of the American Ceramic Society* 75, 3 (1992), 540–545.
- [19] COTTEREL, B., AND RICE, J. Slightly curved or kinked cracks. *International Journal of Fracture* 16, 2 (1980), 155–169.
- [20] CRICHTON, S. N., TOMOZAWA, M., HAYDEN, J. S., SURATWALA, T. I., AND CAMPBELL, J. H. Subcritical crack growth in a phosphate laser glass. *Journal of the American Ceramic Society* 82, 11 (1999), 3097–3104.
- [21] DRAGOI, V., FARRENS, S., AND LINDNER, P. Tried and tested bonding for MEMS. <http://www.eurosemi.eu.com/front-end/mems-november/bonding.pdf> (2005).
- [22] DRESBACH, C. Festigkeit und Zuverlässigkeit von Silizium-Glaslotverbindungen. *Diplomarbeit* (2004).
- [23] DRESBACH, C., KROMBOLZ, A., EBERT, M., AND BAGDAHN, J. Mechanical properties of glass frit bonded micro packages. *Sonderausgabe MST* (2005).
- [24] DUNDURS, J. Edge - bonded dissimilar orthogonal elastic wedges. *Journal of Applied Mechanics* 36 (1969), 650–652.
- [25] EBERT, M., DRESBACH, C., BAGDAHN, J., WIEMER, M., GLIEN, K., GRAF, J., AND MÜLLER-FIEDLER, R. Mechanical failure behavior of glass frit bonded structures. In *DTIP Conference Proceedings* (2005).

-
- [26] FERRO ELECTRONIC MATERIALS DIVISION. *Material Safety Data Sheet for FX 11-036*. Santa Barbara CA 93117.
- [27] FETT, T., AND RIZZI, G. Stress intensity factors and constant stress terms for interface cracks. *Forschungszentrum Karlsruhe Wissenschaftliche Berichte FZKA 6983* (2004).
- [28] FLECK, N. A., HUTCHINSON, J. W., AND SUO, Z. Crack path selection in a brittle adhesive layer. *International Journal of Solids and Structures* 27, 13 (1991), 1683–1703.
- [29] GLIEN, K., GRAF, J., MÜLLER-FIEDLER, R., EBERT, M., AND BAGDAHN, J. Subcritical crack growth in glass frit bonded micro packages - experimental approaches and lifetime prediction. In *2nd International Workshop on Wafer Bonding for MEMS Technologies Halle/Germany* (2006).
- [30] GLIEN, K., GRAF, J., MÜLLER-FIEDLER, R., HÖFER, H., EBERT, M., AND BAGDAHN, J. Strength and reliability properties of glass frit bonded micro packages. In *Design, Test, Integration and Packaging of MEMS / MOEMS* (Montreux, 2004).
- [31] GOSWAMI, A., AND HAN, B. On ultra-fine leak detection of hermitic wafer level packages. In *Electronic Components and Technology Conference Proceedings* (2006), pp. 559–564.
- [32] HE, M., BRATLETT, A., AND EVANS, A. G. Kinking of a crack out of an interface: Role of in-plane stress. *Journal of the American Ceramic Society* 74, 4 (1991), 767–771.
- [33] HE, M. Y., AND HUTCHINSON, J. W. Kinking of a crack out of an interface. *Harvard University Report MECH 113* (1988).
- [34] HE, M. Y., AND HUTCHINSON, J. W. Kinking of a crack out of an interface: tabulated solution coefficients. *Harvard University Report MECH 113A* (1989).
- [35] HEPPEL, K. Entwicklung eines thermischen Drucksensors zur Bestimmung des Innendruckes von mikromechanischen Packages und der Anwendung zur Ermittlung von Lecks bei Packages unter äußerer Belastung. *Diplomarbeit* (2004).
- [36] HIRAO, K., AND TOMOZAWA, M. Kinetics of crack tip blunting of glasses. *Journal of the American Ceramic Society* 70, 1 (1987), 43–48.
- [37] HSU, T. H. Reliability in MEMS packaging. In *44th International Reliability Physics Symposium, San Jose, CA*, (2006).

- [38] HUTCHINSON, J. W., AND SUO, Z. Mixed mode cracking in layered materials. *Advances in Applied Mechanics* 29 (1992), 63–191.
- [39] IHARA, C., AND SHIGEYAMA, Y. Static fatigue crack propagation behavior of glass in a vacuum. *Engineering Fracture Mechanics* 46, 5 (1993), 825–833.
- [40] JUNG, P. Diffusion of implanted helium in Si and SiO₂. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 91 (1994), 362–365.
- [41] KNECHTEL, R. *Halbleiterwaferbondverbindungen mittels strukturierter Glaszwischen-schichten zur Verkapselung oberflächenmikromechanischer Sensoren auf Waferebene*. Verlag Dr. Hut München, 2005. Dissertation.
- [42] KNECHTEL, R. Wafer bonding in industrial MEMS processing. *Süss report* 1 (2006).
- [43] KOCER, C., AND COLLINS, R. E. Measurement of very slow crack growth in glass. *Journal of the American Ceramic Society* 84 (2001), 2585–93.
- [44] KOUNO, T., HOSAKA, M., NIWA, H., AND YAMADA, M. Anomalous behavior of resistance in Al alloy interconnections stacked with Ti layers during electromigration tests. *Journal of Vacuum Science and Technology B* 15, 5 (1997).
- [45] KRUEGER, R. The virtual crack closure technique: history approach and applications. *NASA/CR-2002-211628 ICAS Report* 10 (2002).
- [46] LAWN, B. Fracture of brittle solids. *Cambridge University Press* (1993).
- [47] LEYBOLD VACUUM. *Produkt-Information CERAVAC-Transmitter CTR 90*. <http://www.leybold.com/index.php?id=613>, 2006.
- [48] LLOYD, J. R. Electromigration induced resistance decrease in Sn conductors. *Journal of Applied Physics* 94, 10 (2003).
- [49] MARX, R., JUNGWIRTH, F., AND WALTER, P. Threshold intensity factors as lower boundaries for crack propagation in ceramics. <http://www.biomedical-engineering-online.com/content/3/1/41> (2004).
- [50] MICHALSKE, T. A., AND BUNKER, B. C. A chemical kinetics model for glass fracture. *Journal of the American Ceramic Society* 76, 10 (1993), 2613–2618.
- [51] MIKI, N. Wafer bonding techniques for MEMS. *Sensor Letters* 3, 4 (2005), 263–273.
- [52] MUNZ, D., AND FETT, T. *Ceramics - mechanical properties, failure behaviour, materials selection*. Springer Verlag, 2001.

-
- [53] NIED, H. F. Mechanics of interface fracture with applications in electronic packaging. *IEEE Publics* (2003).
- [54] NIKLAUS, F., STEMME, G., LU, J. Q., AND GUTMANN, R. J. Adhesive wafer bonding. *Journal of Applied Physics* 99, 3 (2006), 031101–1 – 031101–28.
- [55] NORTON, J. F. Gas permeation through the vacuum envelope. In *Transactions of the 8th Vacuum Symposium* (1961), pp. 8–16.
- [56] OBERMEIER, E. Anodic wafer bonding. In *Proceedings of third international symposium semiconductor wafer bonding: Science, technology and applications* (Reno, NV, USA, 1995), vol. 95, pp. 212–220.
- [57] OLAGNON, C., CHEVALIER, J., SUDREAU, F., AND FANTOZZI, G. A new approach for slow crack growth measurement. *Journal of the European Ceramic Society* 14 (1994), 327–335.
- [58] PARK, W.-T., CANDLER, R. N., KRONMUELLER, S., LUTZ, M., PARTIDGE, A., YAMA, G., AND KENNY, T. W. Wafer-scale film encapsulation of micromachined accelerometers. In *12th international conference on Transducers, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems* (2003), vol. 2, pp. 1903–1906.
- [59] PAUL, O., HÄBERLI, A., MALCOVATI, P., AND BALTES, H. Novel integrated thermal pressure gauge and read out circuit by CMOS IC technology. *IEEE IEDM* (1994), 131–134.
- [60] PERKINS, W. Permeation and outgassing of vacuum materials. *Journal of Vacuum Science and Technology USA* 10, 4 (1973), 543–556.
- [61] PERKINS, W. G., AND BEGEAL, D. R. Diffusion and permeation of H, Ne, Ar, Kr, and D₂ through silicon oxide thin films. *The Journal of Chemical Physics* 54, 4 (1970), 1683–1694.
- [62] PETZOLD, M., BAGDAHN, J., AND KATZER, D. Quality and mechanical reliability assessment of wafer-bonded micromechanical components. *Microelectronics Reliability* 39 (1999), 1103–1108.
- [63] PETZOLD, M., DRESBACH, C., EBERT, M., BAGDAHN, J., WIEMER, M., GLIEN, K., GRAF, J., MÜLLER-FIEDLER, R., AND HÖFER, H. Fracture mechanical life-time investigation of glass frit-bonded MEMS sensors. In *iTherm proceedings of the conference article in press* (2006).
- [64] PFINGSTEN, T., AND GLIEN, K. Statistical analysis of slow crack growth experiments. *Journal of the European Ceramic Society Article in Press* (2005).

- [65] RADU, I. Layer transfer of semiconductors and complex oxides by helium and/or hydrogen implantation and wafer bonding. *Dissertation Martin Luther Universität Halle-Wittenberg* (2003).
- [66] RAJU, I. Calculation of strain-energy release rates with higher order and singular finite elements. *Engineering Fracture Mechanics* 28, 3 (1987), 251–274.
- [67] REINERT, W. Vacuum wafer bonding technology. In *International Microelectronics and Packaging Society -IMAPS-, Nordic Chapter* (Helsingor, 2004).
- [68] RICHARD, H. A., FULLAND, M., AND SANDER, M. Theoretical crack path prediction. *Journal of Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 28 (2005), 3–12.
- [69] SASSE, P. W. Entwurf eines Rotationssensors in dreischichtiger, CMOS-kompatibler Silizium-Oberflächen-Mikromechanik. *Dissertation, Universität Paderborn* (2002).
- [70] SCHERZER, M. Theoretische Grundlagen zur Festigkeitsbewertung von Grenzflächenrissen. In *38. Tagung des DVM-Arbeitskreises Bruchvorgänge, Aachen - Proceedings* (2006).
- [71] SCHILTZ, A., AND PANIEZ, P. J. In-situ determination of photoresist glass transition temperature by wafer curvature measurement techniques. *Microelectronic Engineering Netherlands* 27, 1-4 (1995), 413–416.
- [72] SCHRÖDER, T. Sagenhaft sensibel. *Bild der Wissenschaft* 4 (2006), 106–111.
- [73] SHELBY, J. E., AND MCVAY, G. L. Helium diffusion in Na₂O-K₂O-SiO₂ glasses. *Journal of the American Ceramic Society - Discussion and Notes* Mar. - Apr. Pp. 147 (1975).
- [74] SUDREAU, F., OLAGNON, C., AND FANTOZZI, G. Lifetime prediction of ceramics importance of the test method. *Ceramics International* 20, 1 (1994), 125–135.
- [75] SURATWALA, T., STEELE, R., WILKE, G., CAMPBELL, J., AND TAKEUCHI, K. Effects of OH content, water vapor pressure, and temperature on sub-critical crack growth in phosphate glass. *Journal of Non-Crystalline Solids* 263 and 264 (2000), 213–227.
- [76] VESOVIC, V. Prediction of the thermal conductivity of gas mixtures at low pressures. *International Journal of Thermophysics* 22, 3 (2001), 801–828.

-
- [77] WAELTI, M., SCHNEEBERGER, N., PAUL, O., AND BALTES, H. Package quality testing using integrated pressure sensors. In *International Symposium On Microelectronics* (Zürich, 1998).
- [78] WANG, J. S., AND SUO, Z. Experimental observation of interfacial toughness curves using brazil nut sandwiches. *Acta metallica materialica* 38, 7 (1990), 1279–1290.
- [79] WHITEMAN, C. S. Accelerated life test calculations using the method of maximum likelihood: an improvement over least squares. *Microelectronics Reliability* (2003).
- [80] WICHT, H., AND NOWAK, O. Market for wafer bonding equipment. In *Workshop on wafer bonding for MEMS technologies* (Halle, 2004).
- [81] WIEDERHORN, S. M., FREIMANN, S. W., JR., E. R. F., AND SIMMONS, C. J. Effects of water and other dielectrics on crack growth. *Journal of Materials Science* 17 (1982), 3460–3478.
- [82] WILFERT, S., AND EDELMANN, C. Miniaturized vacuum gauges. *Journal of Vacuum Science and Technology A* 22, 2 (2004), 309–315.
- [83] WOLFENBUTTEL, R. F. Low-temperature silicon wafer-to-wafer bonding using gold at eutectic temperature. *Sensors and Actuators A*, 43 (1994), 223–229.
- [84] WUTZ, M., ADAM, H., AND WALCHER, W. *Handbuch Vakuumtechnik - Theorie und Praxis*. Vieweg Verlag, 1997.
- [85] ZOU, Y., SUHLIN, J. C., AND JAEGER, R. C. Three-dimensional die surface stress measurements in delaminated and non-delaminated plastic packages. In *Electronic Components and Technology Conference* (1998).

Lebenslauf



Persönliche Daten

Name	Karsten Glien
Anschrift	Hohenstaufenstr. 18 70178 Stuttgart
E-mail Adresse	karsten.glien@de.bosch.com
Geburtsdatum, -ort	13.08.1977, in Gera
Familienstand	ledig

Schulbildung

Sept. 1984 – Aug. 1992	Polytechnische Oberschule Hermsdorf
Sept. 1992 – Juni 1996	Abitur am Holzland-Gymnasium Hermsdorf

Zivildienst

Sept. 1996 – Okt. 1997	Zivildienst als Hilfspfleger im Rudolf-Elle-Krankenhaus in Eisenberg
------------------------	---

Universitäre Ausbildung

Nov. 1997 – Apr. 2003	Studium der Werkstoffwissenschaften an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
Apr. 2003	Hauptdiplom an der FAU Erlangen-Nürnberg
	Hauptfach: Werkstoffe der Elektrotechnik (Prof. Dr. A. Winnacker, Prof. Dr. G. Müller)
	Nebenfach I: Metallische Werkstoffe (Prof. Dr. R. Singer)
	Nebenfach II: Informatik

Berufserfahrung

Mär. 2001 – Aug. 2001	Industriepraktikum bei Schunk Graphite Technology Milwaukee, WI USA
Jun. 2003 – Mai 2006	Industriepromotion in der Forschung und Vorausentwicklung der Robert Bosch GmbH, Abteilung für Mikrosystemtechnik CR/ARY
seit Jun. 2006	Entwicklungsingenieur bei der Robert Bosch GmbH, Abteilung für Werkstoffforschung CR/ARM