

微桥法镍膜的弹性模量和残余应力测量

王明军¹, 周 勇¹, 陈吉安¹, 杨春生¹, 张亚民¹, 高孝裕¹, 周志敏¹, 张泰华²

(1. 上海交通大学微纳米科学技术研究院 薄膜与微细技术教育部重点实验室, 上海 200030; 2. 中国科学院力学研究所 非线性力学国家重点实验室, 北京 100080)

摘要: 利用 MEMS 技术制作了不同尺寸的镍 (Ni) 膜微桥结构样品。采用纳米压痕仪 XP 系统测量了微桥载荷与位移的关系, 并结合微桥力学理论模型得到了两种不同尺寸的 Ni 膜的弹性模量和残余应力。结果表明, 两种不同尺寸的 Ni 膜的弹性模量结果一致, 为 190 GPa 左右, 但是残余应力变化较大。与采用纳米压痕仪直接测得的带有硅 (Si) 基底的 Ni 膜弹性模量 186.8 ± 7.5 GPa 相比较, 两者符合较好。

关键词: 材料测量与分析技术; 镍膜微桥; MEMS 技术; 弹性模量; 残余应力

中图分类号: TM206 文献标识码: A 文章编号: 1001-2028 (2004) 12-0013-04

Measurements of Elastic Modulus and Residual Stress of Nickel Film by Microbridge Testing Methods

WANG Ming-jun¹, ZHOU Yong¹, CHEN Ji-an¹, YANG Chun-sheng¹, ZHANG Ya-min¹, GAO Xiao-yu¹, Zhou Zhi-min¹, ZHANG Tai-hua²

(1. Key Laboratory for Thin Film and Microfabrication Technology of Ministry of Education, Research Institute of Micro/Nanometer Science & Technology, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China; 2. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics (LNM), Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

Abstract: Different size samples of nickel film microbridges were managed to be fabricated by the MEMS technique. A Nanoindenter XP system was used in order to get the load-deflection curves of Nickel film bridge. Theoretical analysis of the microbridge load-deflection curve was proposed to evaluate the elastic modulus and residual stress of the films simultaneously. The calculated results based on the experimental measurements show that the average elastic modulus of nickel films is around 190 GPa, which is coincident with the results measured by nano-hardness method on the same nickel film based on silicon substrate. However, the difference in residual stress is larger because the residual stress can be easily affected by the fabrication conditions and size of the samples.

Key words: measuring and analysis for materials; nickel film microbridge; MEMS; elastic modulus; residual stress

微机电系统 (Microelectromechanical Systems, MEMS) 是近年来发展起来的用于研制微系统、微器件和微结构的一种新兴技术。MEMS 材料经常以薄膜的形式存在, 它的性能对 MEMS 器件和微结构具有极其重要的影响。薄膜的制备工艺以及材料的热膨胀系数之间的差异经常导致薄膜中存在应力, 这将严重影响器件的成品率和服役性能。因此, MEMS 材料力学特性的表征、掌握和控制是近年来 MEMS 研究领域

非常活跃的一个研究方向^[1~3]。对于厚度只有几微米的薄膜材料, 由于尺寸效应、加工方法和特殊的微结构等原因, 薄膜材料的力学特性将不同于大块材料。然而目前还没有建立一种标准测试方法能准确测量 MEMS 材料的力学特性。早期测量薄膜材料力学特性的方法有纳米压痕法、基片弯曲法、鼓泡法、微拉伸法及共振频率法等。

纳米压痕法通常用于测量位于基片上薄膜的硬度

收稿日期: 2004-06-22 修回日期: 2004-08-25

基金项目: 国家重点基础研究发展规划 (973) 项目 (G1999033103)

作者简介: 王明军 (1977-), 男, 山东临沂人, 硕士, 主要研究方向为薄膜材料的制备技术, MEMS 金属材料的力学性能研究。E-mail: mjwang@sjtu.edu.cn; 周勇 (1964-), 男, 山东平度人, 博士, 博士生导师, 主要研究方向为薄膜材料与器件, 微传感器与 RF-MEMS。E-mail: yzhou@mail.sjtu.edu.cn。

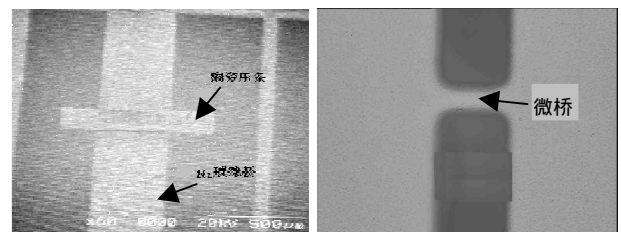
和弹性模量,然而测量结果受基底影响较大,不能真实的反映材料的性能。基片弯曲法用来测量薄膜的平均应力/应变,但是薄膜与基片的晶格失配和热膨胀系数之间的差异,会使测量结果有误差。鼓泡法用来测量膜片的残余应力和弹性模量,但是难以测量屈服强度和破坏强度,而薄膜表面的缺陷会引起测量误差。微拉伸法存在样品安装固定问题,宏观拉伸实验中可忽略的问题在微拉伸中可成为影响实验结果的主要因素。为避免上述问题发展了悬臂梁方法,该方法可测量薄膜的弹性模量和残余应力,其误差相对较低。但是,悬臂梁法对薄膜的尺寸测量要求非常严格,而且存在压头与悬臂梁之间的滑动问题。为准确测量薄膜材料的力学特性,Espinosa等提出了膜片偏转实验法(MDE)^[1]并将其用于薄膜材料的力学特性研究^[3]。但该方法非常复杂,对测量条件要求非常严格,且仪器价格昂贵。最近,Zhang等^[4]报道了一种基于微桥法测量非金属薄膜弹性模量及残余应力的新方法,该方法的主要特点是采用MEMS技术制备不同尺寸的微桥结构样品,避免了样品固定问题和消除了衬底的影响,采用纳米压痕仪测量载荷-位移曲线,并结合理论模型可以方便地获得材料的基本力学特性如弹性模量和残余应力。但是他们的工作主要集中在非金属材料如氮化硅和氧化物。对于金属薄膜材料,很难制备厚度只有几个微米厚的微桥结构,其主要原因是金属薄膜很难采用表面易产生损伤的干法刻蚀直接形成膜厚度为几微米的微桥结构,而湿法刻蚀由于在长时间刻蚀硅过程中金属薄膜很难承受化学溶液的浸泡而易与基体剥离。笔者采用MEMS技术成功研制出了不同尺寸的金属镍薄膜的微桥结构,并根据测量的载荷与位移之间的关系曲线,获得了镍薄膜的弹性模量和残余应力,并对可能影响测量结果的因素进行了讨论。

1 镍膜微桥的制备和测试方法

由于MEMS器件和微结构通常具有不同的尺寸,大可到毫米量级,小可到微米量级。为此,针对不同尺寸的MEMS器件的微结构,设计了两种不同尺寸的微桥结构,以便研究Ni膜在不同尺度下薄膜材料的力学特性。大尺寸Ni膜微桥的长度在1000~2000 μm ,宽度200~1000 μm ;小尺寸Ni膜微桥的长度为128 μm ,宽度在8~28 μm 之间,不同微桥之间的间距大于500 μm 。

镍(Ni)薄膜是非常重要的MEMS材料之一,许多镍薄膜的微结构大都是采用掩模形式电镀的^[5,6]。下面给出大尺寸Ni膜微桥的详细研制过程:(1)将直径75mm的(100)单晶硅片双面氧化,其中一面(称作

A面)的 SiO_2 用BHF酸溶液刻蚀掉,另一面(称作B面)的 SiO_2 图形化开刻蚀硅窗口;(2)在A面,溅射10nm厚度的铬(Cr)作为粘接层,然后溅射50nm厚的镍作为电镀底层;(3)在A面电镀镍薄膜,直到所需要的厚度,然后涂光刻胶对镍膜图形化,用稀释的 FeCl_3 溶液刻蚀镍,非常薄的底层Cr用 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)\text{SO}_4$ 溶液刻蚀掉;(4)B面的Si基体材料采用氢氧化钾(KOH)刻蚀液进行各向异性刻蚀,刻蚀条件为温度78 $^\circ\text{C}$,水与KOH的质量比为100:44。为了防止Ni膜长时间浸润在KOH溶液中,采用夹具将镍膜进行保护,另一面进行硅刻蚀,一直到将硅刻蚀掉为止,最后将Cr层用 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)\text{SO}_4$ 溶液刻蚀掉,这样就形成了Ni膜的微桥结构。小尺寸Ni膜微桥的研制工艺与大尺寸Ni膜微桥的工艺类似,主要区别在于小尺寸微桥是通过光刻胶掩模电镀形成的。图1为实际研制的大尺寸和小尺寸Ni膜微桥结构图。



(a) 大尺寸微桥 (b) 小尺寸微桥

图1 研制的镍膜微桥的结构

Fig.1 Fabricated Ni film microbridge

镍膜微桥测试是在纳米压痕仪(Nanoindenter XP)上进行的,对于大尺寸微桥,其压头为Berkovich三棱锥压头。由于没有很宽长度的楔型压头,为在微桥中心施加一线性载荷,采用精密机械手段制备了陶瓷压条,并用胶水粘附于微桥中心,陶瓷压条的尺寸为600 μm ×80 μm ×50 μm ,陶瓷压条的重力约为 10^{-3} mN,对微桥产生的预应变可忽略不计。当Berkovich压头压在陶瓷压条中心时,近似于给微桥施加一均匀载荷(见图1)。对于小尺寸微桥,可以直接使用楔型压头,以实现在微桥中心施加一线性载荷。采用有限元(FEM)对压条的影响作了分析,采用的软件为ANSYS 6.0(University High)。图2示出了压条宽度和微桥长度比值与微桥中心点偏转位移的关系。可以看出,当比值小于10%时,微桥中心点偏转位移的变化在3%之内。对于笔者的微桥,压条宽度为80 μm ,微桥的长度大于1000 μm ,因此,压条宽度的影响应小于3%。另一方面,压条是采用精密机械方法放置于微桥中心点,压条也可能偏离微桥中心处,对此也采用ANSYS软件进行了分析。图3给出了压条偏离微桥中心处对微桥中心处位移的影响关系。由图3可以

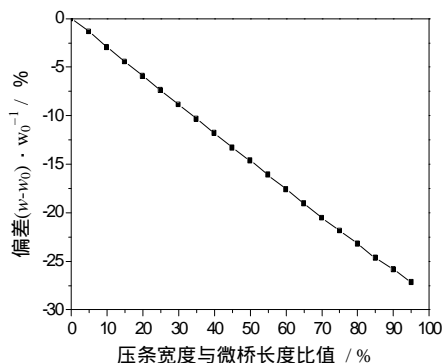


图 2 压条宽度与微桥长度比值与微桥中心处位移的关系 (w_0 为无压条时的位移, w 为有压条时的位移)

Fig.2 The dependence of microbridge deflection on length ratio of the shaft and the microbridge

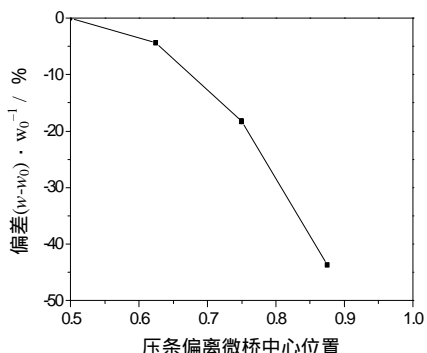


图 3 压条偏离微桥中心位置与微桥中心处位移的关系 (0.5 代表桥中心处, 1.0 代表桥的端点)

Fig.3 The dependence of microbridge deflection on the positions of the shaft

看出, 压条偏离微桥中心处为 12.5%, 微桥中心处位移变化在 3% 以内。对于笔者的实验, 基本上是可以接受的。

2 模型建立

当对微桥中心静态加载时, 根据微桥理论分析, 在小位移的情况下, 微桥中央的位移 w 与外加载荷 Q (微桥单位宽度上的载荷) 呈线性关系。选取纳米压痕仪测量的微桥的载荷与位移之间的关系曲线中微桥位移量小于金属薄膜厚度一半的实验点, 薄膜的弹性模量和残余应力可通过数学模型拟合实验曲线来获得。

根据弹性力学理论, 可以方便地获得微桥中心处的位移理论解 $w_i^t(Q_i, N_r, E_f)$, 将该理论解与实验测得的载荷-变形关系 $w_i^e(Q_i)$ (t 指理论, e 代表实验), 根据公式(1)进行拟合, 即可得到 Ni 薄膜微桥的弹性模量和残余应力^[4]:

$$S = \sum_{i=1}^n \left[w_i^e(Q_i) - w_i^t(Q_i, N_r, E_f) \right]^2 \quad (1)$$

式中: n 为拟合实验数据的数目; $w_i^e(Q_i)$ 为载荷为 Q_i 时实验测得的微桥中心点的位移; $w_i^t(Q_i, N_r, E_f)$ (r 指残余, f 代表薄膜) 表示载荷为 Q_i 时理论求得的微桥中心点的位移:

$$w = -\frac{Q \tanh(kl/2)}{2N_r k} + \frac{Ql}{4N_r} - \frac{M_0}{N_r} \left[\frac{1}{\cosh(kl/2)} - 1 \right] \quad (2)$$

$$M_0 = \frac{Q \left[\frac{1}{\cosh(kl/2)} - 1 \right]}{2k \tanh(kl/2)} \quad (3)$$

式中: $k = \sqrt{N_r/D}$, $D = E_f t^3/12$, Q 为微桥单位宽度上的载荷; l 和 t 分别为微桥的长度和厚度; E_f 和 $s_r = N_r/t$ 为薄膜的弹性模量和残余应力; N_r 为单位宽度上的残余应力。采用迭代技术可得到薄膜的弹性模量和残余应力。

3 测试结果分析

表 1 列出了 Ni 微桥的具体尺寸及根据载荷-位移实验曲线得到的薄膜的弹性模量和残余应力。图 4 给出了微桥典型的载荷与位移的关系曲线。由表 1 所示,

表 1 Ni 膜的弹性模量和残余应力

Tab.1 Young's modulus and residual stress of Ni film

样品	尺寸			弹性模量/GPa	残余应力/Mpa
	长度/ μm	宽度/ μm	厚度/ μm		
小尺寸微桥	Ni 1	128	8	2.547 6	178.7
	Ni 2	128	13	3.10 7	165
	Ni 3	128	18	3.388 2	195.2
	Ni 4	128	23	3.446	199
	Ni 5	128	8	2.455	219.7
	Ni 6	128	13	2.869 3	186.5
	Ni 7	128	28	3.595 2	190
平均值				190.5	69.5
大尺寸微桥	Ni B1	104 5	445	3.7	193.8
	Ni B9	103 8	352	3.7	211.1
	Ni B2	104 5	248	3.7	174.1
	Ni A11	154 1	940	3.7	194.3
	Ni A12	154 1	195	3.7	177.1
平均值				190.1	174.7

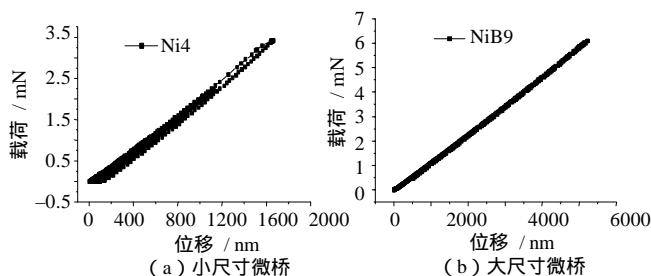


图 4 典型的 Ni 微桥载荷与位移之间的关系

Fig.4 Measured load(unload)-deflection curves of the Ni film microbridges

两种不同尺寸的 Ni 膜微桥的平均弹性模量均为 190 GPa, 极为接近。这一方面说明了微桥法所得数据的可靠性, 同时也证明了弹性模量是一个对尺寸不敏感物理量。微桥法所得数据低于大块 Ni 多晶材料的弹性模量 207 GPa^[7]。但 Sharpe 等^[8,9]和 Christenson 等^[10]均报道了显著低的结果。Hemker 等^[5]报道了狗骨状 (dog-bone)LIGA (lithographie graphik abformung) Ni 样品拉伸实验的弹性模量为 180 ± 24 GPa, 也低于文

献[7]报道的大块 Ni 的值,但与其它 LIGA Ni 样品的弹性模量一致^[8,9]。结果与文献[5,8,9]报道的结果接近,但高于和 Cho 等^[6]的结果。不同文献中的数据差异是由于样品制备工艺和测试条件的不同造成的。一般地讲,纳米压痕仪可用来测量带有基底的薄膜的力学特性,因此,采用纳米压痕仪在带有 Si 基底的 Ni 膜上作了压入实验,测得的 Ni 膜弹性模量为 186.8 ± 7.5 GPa,如图 5 所示,与微桥法所得数据接近。

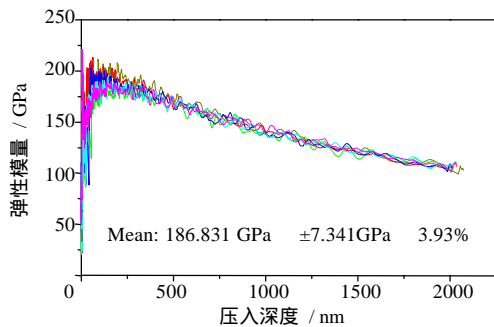


图 5 带有硅基底的 Ni 膜纳米压痕测量
Fig.5 Nanoindentation measurement for nickel film based on silicon substrate

另一方面,在迭代过程中,可以得到 Ni 膜的残余应力。其中小尺寸 Ni 桥的平均残余应力约为 69.57 MPa;大尺寸 Ni 桥的残余应力平均约为 175 MPa。两种不同尺寸的微桥残余应力的较大差异是由于残余应力是一个尺寸敏感量。小尺寸的微桥其残余应力普遍比大微桥的小是由于小微桥边缘的面积相对于微桥面积的比值较大微桥的大得多,造成微桥横向的残余应力大部分得以释放所致。

弹性模量和残余应力的差异,也可能是由于在电镀 Ni 膜时电流分布不匀,从而造成 Ni 膜在厚度上的细微差异,或 Ni 膜中的缺陷均可对测量形成影响。计算表明,薄膜厚度变化 50 nm,将导致弹性模量和残余应力的明显变化。因此,对于微桥结构,薄膜厚度的测量精度是非常关键的。另外,在测量过程中,压

(上接第 12 页)

显微结构分析,确定了薄膜的烧结温度在 650 到 720 之间。BZT 薄膜电性能测试显示,700 烧结的薄膜具有比 650 烧结的薄膜更加优越的电性能。

参考文献:

- [1] Pontes F M, Longo E, Leite E R, *et al.* Study of the dielectric and ferroelectric properties of chemically processed $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$ thin films [J]. *Thin Solid Films*, 2001, 386: 91-98.
- [2] Wu T B, Wu C M, Chen M L. Highly insulative barium zirconate-titanate thin films prepared by rf magnetron sputtering for dynamic random access memory applications [J]. *Appl Phys Lett*, 1996, 69(18): 2659-2661.
- [3] Yi Guanghua, Wu Zheng, Sayer M. Preparation of $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ thin films by sol-gel processing: electric, optical, and electro-optic properties [J]. *J Appl Phys Lett*, 1989, 65(4): 2717-2719.

头压在微桥上的位置是否准确,对测量结果也可能有影响。综合各种因素,可以解释表 1 给出的弹性模量和残余应力的离散性。

4 结论

采用 MEMS 技术研制了宽度在毫米和微米两种不同尺度的镍膜微桥结构样品。采用纳米压痕仪 XP 系统测量了微桥载荷与位移的关系,并结合力学理论模型得到了两种不同尺度 Ni 膜的弹性模量及残余应力,与采用纳米压痕仪直接测得的带有硅 (Si) 基底的 Ni 膜弹性模量 186.8 ± 7.5 GPa 相符合。实验结果表明微桥法所测的实验结果是可靠的,同时也证明弹性模量是一个尺寸不敏感量,而残余应力却是尺寸敏感量。

参考文献:

- [1] Espinosa H D, Fischer M, Zhu Y. 3-D computational modeling of RF MEMS switches [A]. *Technical Proceedings of the 4th International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems* [C]. 2001. 402-405.
- [2] Yi T, Kim C J. Measurement of mechanical properties for MEMS materials [J]. *Meas Sci Technol*, 1999, 10(8): 706-716.
- [3] Espinosa H D, Prorok B C, Fischer M. A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS mechanicals [J]. *J Mech Phys Solids*, 2003, 51: 47-67.
- [4] Zhang T Y, Su Y J, Qian C F, *et al.* Microbridge testing of silicon nitride thin films deposited on silicon wafers [J]. *Acta Mater*, 2000, 48: 2843-2857.
- [5] Hemker K J, Last H. Microsample tensile testing of LIGA nickel for MEMS applications [J]. *Mater Sci Eng*, 2001, A319-321: 882-886.
- [6] Cho H S, Hemker K J, Lian K, *et al.* Tensile, creep and fatigue properties of LIGA nickel structures [A]. *Proceedings of the IEEE Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)* [C]. 2002. 439-442.
- [7] *Metals Handbook*, 10th ed, vol. 2 [M]. ASM International, 1990.
- [8] Sharpe J W N, LaVan D A, Edwards R L. Mechanical properties of LIGA-deposited nickel for MEMS [A]. *Proceedings of Transducers'97 IEEE* [C]. 1997. 607-610.
- [9] Sharpe J W N, LaVan D A, McAleavey A. Mechanical testing of thicker MEMS materials [A]. *Proceedings of MRS Symposium on Microelectro-Mechanical Systems (MEMS)* [C]. 354: 93-97.
- [10] Christenson T R, Buchheit T E, Schinale D T, *et al.* Mechanical and metallographic characterization of liga fabricated nickel and 80%Ni-20% Fe permalloy [A]. *Proceeding of MRS Symp* [C]. 1998. 518: 185-190.

(编辑: 尚木)

- [4] Won Seok Choi, Bum Sik Jang, Dong-Gun Lim, *et al.* Characterization of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3$ thin films deposited by RF-magnetron sputtering [J]. *J Crystal Growth*, 2002, 237-239: 438-442.
- [5] Dixit A, Majumder S B, Savvinov A, *et al.* Investigations on the sol-gel derived barium zirconium titanate thin films [J]. *Mater Lett*, 2002, 56: 933-940.
- [6] Won Seok Choi, Bum Sik Jang, Yonghan Roh, *et al.* The effect of deposition temperature on the electrical and physical properties of the $\text{Ba}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ thin films [J]. *J Non-Crystalline Solids*, 2002, 303: 190-193.
- [7] Ravez J, Simon A. Lead-free ferroelectric relaxor ceramics derived from BaTiO_3 [J]. *Eur J Phys-Appl Phys*, 2000, 11: 9.
- [8] 李标荣. 无机电介质 [M]. 武汉: 华中理工大学出版社, 1995. 94-100.
- [9] Zhai Ji-wei, Yao Xi, Zhang Liang-ying, *et al.* Orientation control and dielectric properties of sol-gel deposited $\text{Ba}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ thin films [J]. *J Crystal Growth*, 2004, 262: 341-347.

(编辑: 尚木)