

纳米硬度计及其在微机电系统中的应用

张泰华 杨业敏

(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)

E-mail: zhangth @nm.imech.ac.cn

摘要 微机电系统(MEMS)技术的迅速崛起,推动了对其所用材料和结构的力学性能研究。本文简要介绍纳米硬度技术的发展、理论模型和 MTS 公司的 Nano Indenter XP 系统的配置、测量原理及功能。并根据我们的一些研究结果,说明它在微机电系统中的应用。

关键词 微机电系统;纳米压痕;纳米划痕

中图分类号 O348.3;TB938.2

Nano-hardness Tester and Its Application in MEMS

Zhang Taihua, Yang Yemin

(State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics (LNM), Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, P. R. China)

Abstract The rapid developments of Microelectromechanical systems (MEMS) make progress in the research on the mechanical properties of its materials and structures used. The paper is specially focused on introducing the developments and theories of nano-hardness techniques, and the modules, measuring principles and functions of Nano Indenter XP system made in MTS. Finally, we discuss its application in MEMS according to our experimental results.

Key words MEMS; nanoindentation; nanotribology

1 前言

微机电系统(MEMS)已广泛应用于国防、医疗、航空航天、汽车等领域。如今,人们已不再满足某些系统功能的实现,而更多地关注 MEMS 结构优化设计及其工作的稳定性和可靠性等问题。这就对 MEMS 所用材料和结构的力学性能检测和破坏机理提出新的要求^[1]。

MEMS 器件的加工常采用表面或体加工技术,所用材料多为 Si, Si₃N₄, SiO₂, Al, Au, Ni 等。在设计 MEMS 结构和进行可靠性分析时,迫切需要知道所用材料微构件的力学性能参数。目前,典型的 MEMS 结构的特征尺寸在微米量级或更小。传统的材料力学性能测试设备在载荷和位移的测量精度、试样的加工和装配等诸多方面不能满足要求。

近十年来,纳米硬度技术发展较快。已有多家生

产商研制出商品化的仪器,如美国的 MTS 公司^[2](1983 年 Nano Instruments 公司成立,1998 年被 MTS 公司收购)和 Hysitron 公司^[3]、瑞士的 CSEM 公司^[4]和英国的 Micro Materials 公司^[5]。目前,纳米硬度计是 MEMS 所用材料和结构的最为理想的力学性能检测手段,已得到广泛应用。本文将以前美国 MTS 公司的产品为例,说明其理论模型、测量原理、系统配置和功能,并以我们的实验结果说明它在 MEMS 所用材料和结构的力学性能研究中的应用。

2 纳米压痕的理论模型

2.1 硬度和模量^[6]

纳米压痕方法主要通过测量加卸载过程中压针作用力和位移从而获得样品的模量和硬度等。

在如图 1(a)所示的加载过程中,样品首先发生弹性变形,接着发生塑性变形,导致加载曲线的非线性;

收稿日期:2001-08-15

基金资助:国家自然科学基金资助项目(批准号:10102021 和 10172086)。

作者简介:张泰华,男,1966 年生,江苏省盱眙县人,博士。中国科学院力学研究所高级工程师,主要研究方向为微型材料的力学性能检测和爆炸力学研究。通讯地址:北京市海淀区中关村路 15 号 LNM

而卸载曲线反映样品的弹性恢复过程。图 1(b) 为一轴对称压针在加卸载过程中任一压痕剖面的示意图。在压头压入样品的过程中,压痕深度为 h , 产生了同压针形状相一致的压痕接触深度 h_c 和接触圆半径 a 。在压针退出过程中,弹性位移恢复,残余深度为 h_f 。

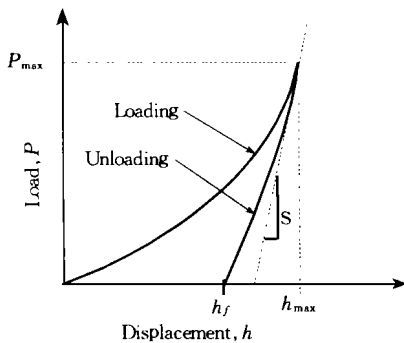


图 1(a) 纳米压痕的典型加卸载曲线

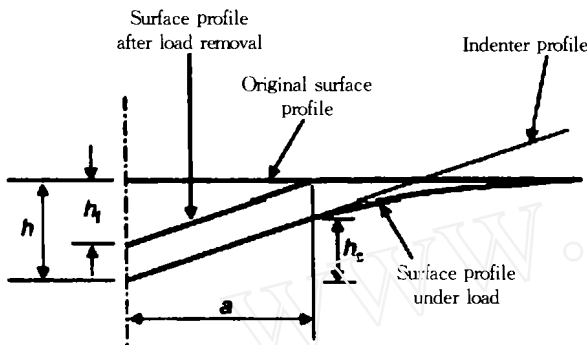


图 1(b) 加卸载过程中压痕剖面的变化

确定卸载曲线端部的斜率即弹性接触刚度 S 。根据 Oliver-Pharr 方法,采用如下函数拟合载荷-位移曲线的卸载部分

$$P = B(h - h_f)^m \quad (1)$$

式中, P 为作用在样品上的载荷, B 和 m 为通过经验测量获得的拟合参数。弹性接触刚度便可以根据方程(1)的微分计算出

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = Bm(h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

拟合整条卸载曲线得到的参量常常导致比较大的误差。因此,确定接触刚度的曲线拟合通常只取卸载曲线顶部的 25% 到 50%。

确定接触面积的投影 A 。首先,必须知道接触深度 h_c 。对于弹性接触,接触深度总是小于总的压痕深度 h 。Oliver 等研究了抛物体形压针的接触深度,用指数函数去拟合卸载曲线,从而得到抛物体形压针的接触深度、总的压痕深度和卸载后的残余深度的关系

$$h_c = h - \frac{P_{\max}}{S} \quad (3)$$

式中, 为与压针形状有关的常数;对于球形或三棱

锥形(Berkovich)压针, $\beta = 0.75$ 。接触面积的投影可根据经验公式 $A = f(h_c)$ 计算出。对于一个理想的三棱锥压针, $A = 24.56 h_c^2$ 。但实际压针的接触面积一般表示为一个级数

$$A = 24.56 h_c^2 + \sum_{i=0}^7 C_i h_c^{2+i} \quad (4)$$

式中, C_i 对不同的压针有不同的值,具体由实验确定。

定义硬度 H 和复合响应模量 E_r

$$H = \frac{P}{A} \quad (5)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{S}}{2\sqrt{A}} \quad (6)$$

(6)式来源于弹性接触理论^[7~9], E_r 可以被用来解释压针和试样的弹性形变, 为与压针形状有关的常数。对不同形状的压针,其数值不同;圆形压针 $\beta = 1.000$;正三棱锥压针 $\beta = 1.034$;正四棱锥压针 $\beta = 1.012$ 。被测样品的弹性模量可从下式中获得

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (7)$$

式中, E , ν 分别为被测样品的弹性模量和泊松比; E_i , ν_i 分别为压针的弹性模量和泊松比。对于金刚石压针, $E_i = 1141 \text{ GPa}$, $\nu_i = 0.07$ 。这里,要计算出 E ,必须先知道 ν 。粗略估计一下,当 $\nu = 0.25 \pm 0.1$,对大多数材料 E 仅会产生 5% 的误差。

总之,通过精确测量作用在样品上的载荷 P 和压痕深度 h ,再根据上述公式就可以计算出接触面积的投影和接触刚度,从而获得样品的硬度和模量。

与显微压痕硬度的区别。(A) 纳米压痕硬度的定义为在压入过程中某一压痕表面积投影上单位面积所承受的瞬时力,它是样品对接触载荷承受能力的度量。而维氏硬度定义为残余压痕表面积上单位面积所承受的平均力,它反映样品抵抗残余变形的能力。对于塑性形变起主要作用的过程,两种定义给出类似的结果;但是对于弹性形变为主的接触过程,两种定义将给出完全不同的结果。因为在纯弹性接触过程,剩余接触面积非常小,显微硬度定义将导致硬度无穷大;(B) 纳米压痕硬度是通过测量出压痕深度后再根据经验公式计算出接触面积,而显微硬度测量方法是根据卸载后的显微照片获得压痕表面积的。

3 系统的配置、测量原理和功能

硬度测量包括压痕方式和划痕方式两部分。Nano Instruments 公司研制过 Nano Indenter 和

Nano Indenter 被 MTS 收购后又推出了第三代产品 Nano Indenter XP。中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室新近引进一套配置较为齐全的 XP 代纳米硬度计系统。该系统的具体配置和测试原理示意图分别见图 2 和 3。

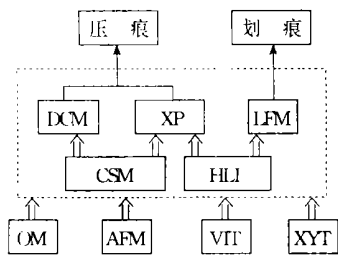


图 2 Nano Indenter XP 系统的配置

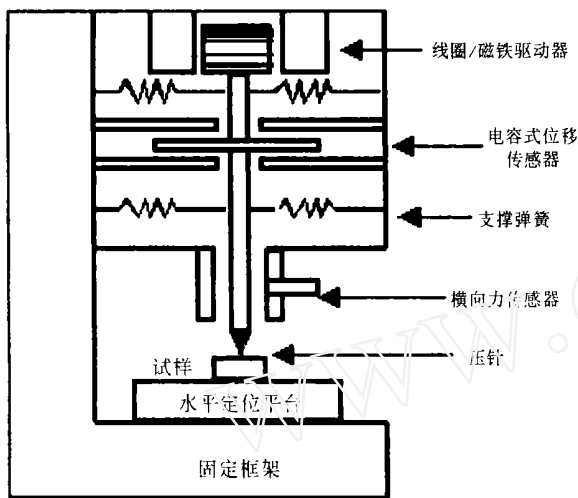


图 3 测试原理示意图

XP 为纳米压痕实验的标准组件。垂直方向 (Z) 的驱动靠刚性杆上的载流线圈在磁场中受力来推动压针运动;力的大小通过改变电流强度来计量。位移测量是通过计量平板电容上电容的变化。结构设计为过阻尼 (overdamped) 的,可动压杆质量大 (十几克)。适用于常见的各种材料,压痕深度一般为 $10^2 \sim 10^3$ nm。载荷和位移的技术指标见表 1。

DCM (Dynamic Contact Module) 为该系统的可选组件。工作原理与 XP 相似,可以看成是一个低载荷的纳米压痕装置。特点:超低噪声,大的工作频率范围 (0.1 Hz ~ 300 Hz),低阻尼系数,低有效刚度,欠阻尼 (underdamped) 结构,可动压杆质量小 (100 mg),易定义谐振特性 (自振频率 180 Hz)。适于研究超薄膜、聚合物的动态特性、软材料如软组织。它能满足聚合物需要的动态范围和超薄膜需要的精度。可用原子力显微镜观察纳米尺度的压痕形貌。压痕深度一般为 $10^0 \sim 10^2$ nm。载荷和位移的技术指标见表 1。

CSM (Continuous Stiffness Measurement) 为该系

统的可选组件。该技术是一种新的接触刚度动态测量方法,为 MTS 公司的专利技术。原理是将相对较高频率 (45 Hz) 的简谐力叠加在准静态的加载信号上,并且简谐力的振幅相对较小^[10]。特点:能够给出模量和硬度随压痕深度的连续变化规律,研究粘弹性材料的特性,控制应变率 (压痕应变率的定义为 $(dh/dt)/h$, h 为压痕深度, t 为时间),校准压针的面积函数。

HLI (High Load Indentation) 是能为 XP 提供 1 kg 载荷的可选组件。主要用于裂纹扩展的研究和显微硬度的模拟。

LFM (Lateral Force Measurement) 为该系统的划痕可选组件。垂直方向,靠 XP 组件提供线性增大 (锯齿波) 的法向力,并计量载荷和位移的大小。同时,匀速移动水平定位平台,提供切向力,该力由两个水平相互垂直 (XY) 的光电传感器计量,使压针沿材料表面进行刻划,通过同时测量法向力和切向力的连续变化,研究材料的摩擦性能、塑性性能和断裂性能。技术指标见表 1。

压针,固定在一个刚性杆底部,在电磁力的驱动下,作用在被测试样上。标准压针 Berkovich tip 为金刚石的正三棱锥 (锥面和轴线夹角 65.3°)。目前,MTS 公司生产的压针针尖的曲率半径已达到 40 nm。残余压痕形状与材料相关。在不同材料上的压痕形貌见图 4。可选压针有 spherical tips, conical tips, cube corner tips, Vickers tip, Knoop tip, wedge tips。

表 1 XP, DCM 和 LFM 的技术指标^[2]

	XP	DCM	LFM
最大载荷	500 mN	10 mN	
载荷分辨率	50 nN	1 nN	1.5 μ N
压头行程	2 mm	2 mm	
位移分辨率	< 0.01 nm	0.0002 nm	

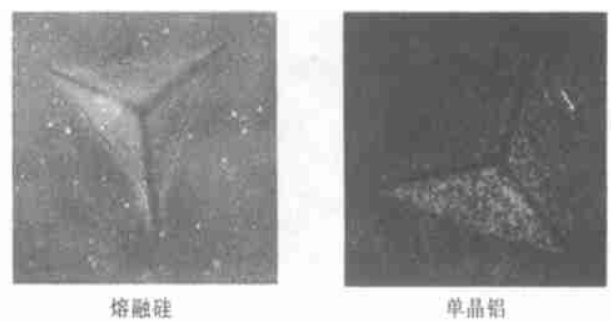


图 4 Berkovich 压针在两种材料上的压痕形貌

观察手段:光学显微镜 (OM),物镜有 10 倍和 40 倍的两个镜头,CCD 的放大倍数约为 40 倍。主要用于实验前的压痕位置的确定和实验后压痕的形貌观

察。原子力显微镜 (AFM), 主要观察纳米尺度的压痕。

水平定位平台 (XYT), 标准配置的定位精度为 $1.5\mu\text{m}/\text{in}$, 高精度定位平台的精度为 $0.5\mu\text{m}/\text{in}$ 。定位靠两个马达分别带动水平相互垂直的螺杆驱动样品台运动。

防振平台 (VIT), 对 0.5Hz 以上频率的振动起减振作用。

环境控制, 仪器外边有保温的箱体。室内温度波动要求低于 $\pm 1^\circ\text{C}$; 湿度要求为 $20\% \sim 80\%$ 。

4 在微机电系统中的应用

4.1 硬度、模量和膜厚的测量

该仪器标准试样为二氧化硅 (Fused silicon), 其优点主要是表面光滑, 抗氧化, 非晶, 各向同性, 无加工硬化, 中等范围的力学特性, 典型的陶瓷行为, 在卸载时有较大的弹性恢复, 无明显时间相关性, 价格较便宜。从图 5 中可以看出, 二氧化硅的硬度和膜量不随压痕深度变化而变化。

使用表面加工技术, 在硅膜上加工微加速度计。直接在微加速度计的质量块上进行压痕实验。从图 5 中可以看出, 硅的硬度和膜量随压痕深度变化而变化。

对沉积在金属上的 DLC 膜进行测试, 结果发现在 $900 \sim 950\text{nm}$ 时加载曲线上有一平台, 而对一般体材料来说, 加卸载曲线多为连续变化的。经分析可知, 这一平台对应于膜厚。这可以作为一种测膜厚的方法。从图 5 (b) 和 (c) 中可以看出, 在测试范围内, 硬度和模量随压痕深度增大而减小, 说明这是一种硬膜软基底的材料。

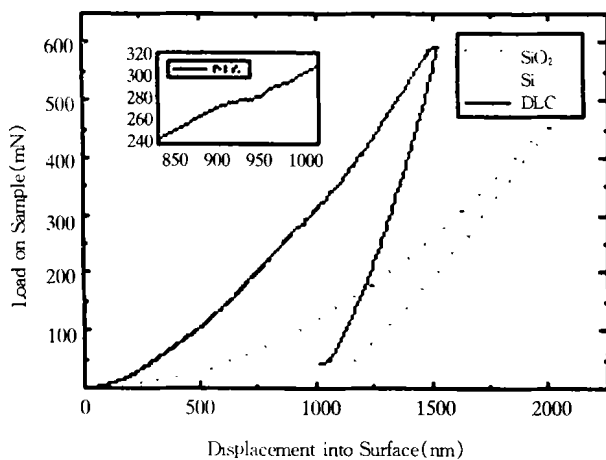


图 5(a) 加卸载曲线

对纳米压痕装置来说, 它可以在加载过程中连续地测量载荷和压痕深度的变化, 不需要测量压痕对角线而直接获得薄膜性能。因此, 可以大大地减小误

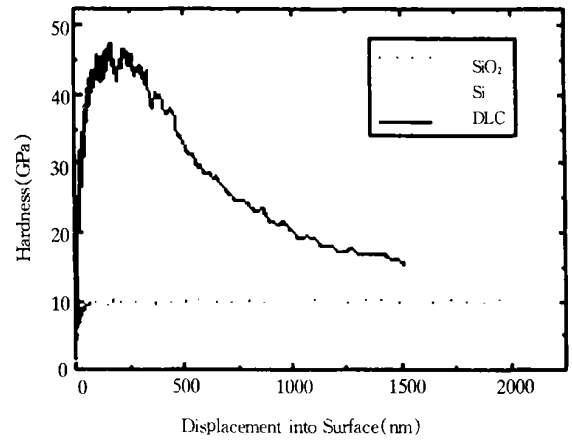


图 5(b) 硬度与压痕深度的关系

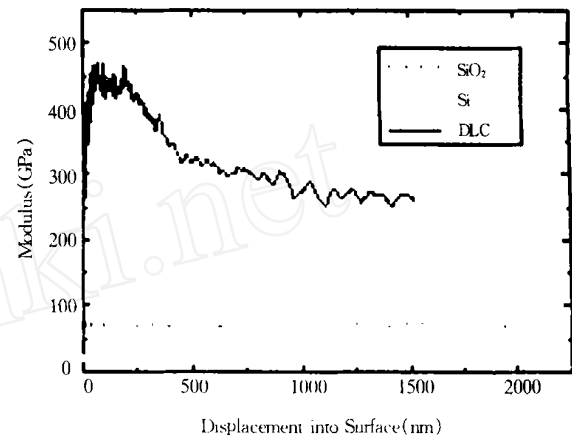


图 5(c) 模量与压痕深度的关系

差, 非常适合于较浅的压痕深度。为了获得膜本身真实的硬度值, 显微硬度和其它纳米压痕生产商的仪器在测量时, 一般要求膜厚大于压痕所产生的塑性变形区及影响区的深度, 如压痕深度要求接近或小于十分之一膜厚。MTS 的压痕装置不受此限制, CSM 专利技术能直接获得薄膜的硬度和模量随深度连续变化规律, 便于研究膜与基体的相互影响。

4.2 应力测量

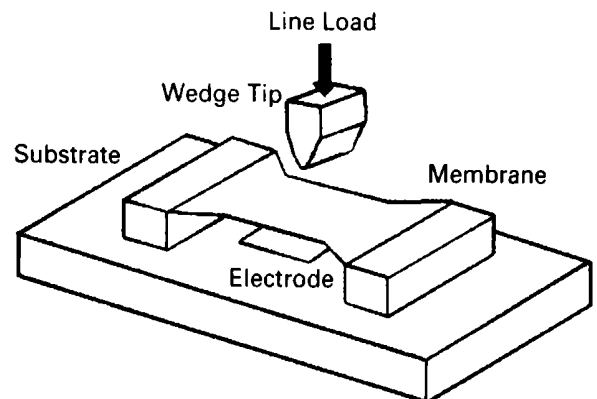


图 6 RF MEMS 开关的薄膜弯曲实验

目前,该系统在压痕方面所能获得的力学参量主要有模量和硬度。如果利用它在载荷和位移测量方面的高分辨率^[2],并配有特殊形状的压头,就可使之成为多功能的微力学试验机。

由于微加工过程的影响,残余应力通常存在于薄膜中。为了分析 RF MEMS 薄膜中的残余应力,MTS 公司使用配有楔形压头(wedge tip)的 Nano Indenter XP 施加线性载荷,推动薄膜向下运动,见图 6。

4.3 表面粗糙度、摩擦系数和附着力测量

在单晶硅 <100> 晶面上利用磁控溅射方法沉积一层膜厚约为 0.8 μm 的多晶铝膜,对此进行了纳米划痕实验。水平移动速率为 10 $\mu\text{m/s}$ 。划痕过程主要分三步进行:第一步(First Profile),用 20 μN 垂直作用力(Z 方向,图 7(a))沿 Y 方向预扫描试样表面,这可

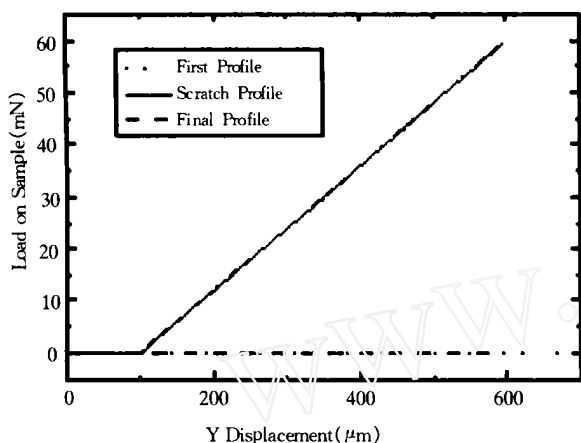


图 7(a) 载荷随划痕方向位置的变化

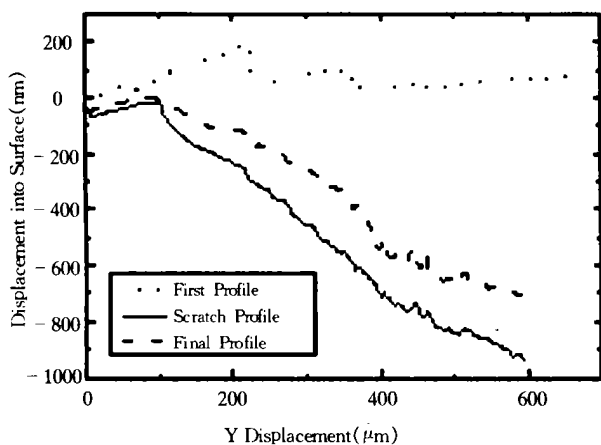


图 7(b) 压痕深度随划痕方向位置的变化

以看成是试样表面粗糙度的测试(图 7(b))。第二步(Scratch Profile),用最大为 60mN 的锯齿波载荷(图 7(a))刻划试样表面,在图 7(b)~(d)中的划痕 Y 位置在接近 400 μm 处曲线有明显的波动。第三步(Final Profile),再用 20 μN 垂直作用力(图 7(a))沿 Y 方向后扫描试样表面,这可以看成是刻划后试样表面

粗糙度的测试(图 7(b))。在图 7(b)中,Scratch Profile 曲线中出现明显波动位置处对应的压痕深度接近 0.8 μm ,这可能由界面所致,也可以看成是一种测膜厚的方法;同时,该处位置对应 Z 方向上的力为 35.64mN, Y 方向上的力为 14.41mN,这即为膜的附着力的测量,可认为是膜与基体出现了剥离,与此对应的 Z 和 Y 方向的载荷为临界载荷。同时,从 Scratch Profile 曲线和 Final Profile 曲线对比中可看出划痕的弹性恢复情况。

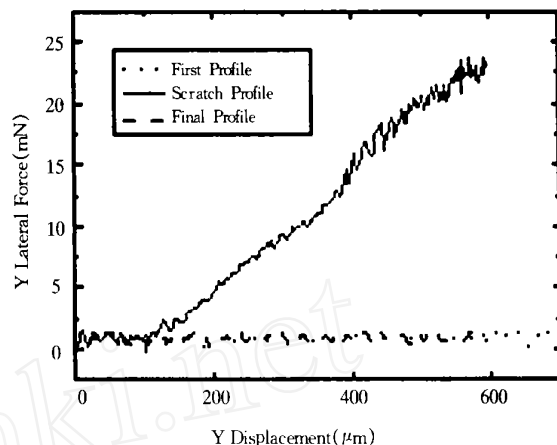


图 7(c) 划痕水平方向载荷随划痕方向位置的变化

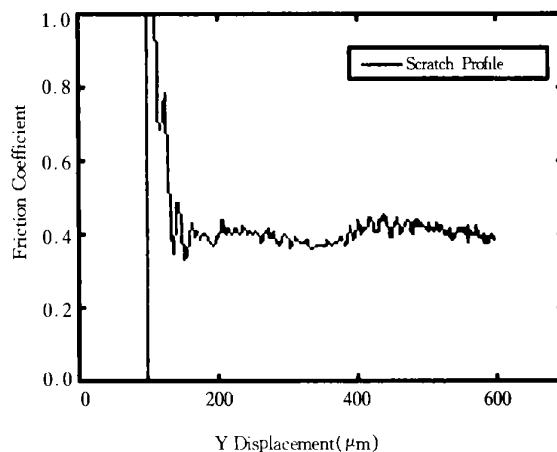


图 7(d) 摩擦系数随划痕方向位置的变化

5 结束语

纳米硬度技术经十多年的发展,已取得了长足的进步,主要表现在:(A)与新技术相结合,如用原子力显微镜观察纳米尺度的三维压痕边缘和凸起形貌;(B)发展新的测量技术,如 DCM 技术的发展,拓宽了测量聚合物粘弹性能的频率范围,增加了测量几个纳米厚薄膜特性的能力;(C)发展分析技术,有限元模拟已成为有力的分析技术。

目前,该技术已广泛应用于薄膜、喷涂、材料表面

改性等领域,并不断向微电子、集成微光机电系统、生物材料、医疗器材等领域延伸。

参考文献

- [1] Brown S B. Unresolved Issues in the Material Properties of MEMS (Invited paper). MEMS Reliability for Critical and Space Applications. SPIE's 1999 Symposium and Education Program on Micromachining and Microfabrication. Sep. 20 - 22, 1999, Santa Clara, California, USA. 5 ~ 9
- [2] www.mts.com/nano
- [3] www.hysitron.com
- [4] www.csem.ch
- [5] www.micromaterials.co.uk
- [6] Oliver W C, Pharr G M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. J. Mater. Res., 1992, 7(6): 1546 ~ 1583
- [7] Love A E H. Boussinesq's Problem for a Rigid Cone. Q. J. Math., 1939, 10: 161 ~ 175
- [8] Sneddon I N. The Relation Between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile. Int. J. Eng. Sci. 1965, 3: 47 ~ 56
- [9] Bolshakov A and Pharr G M. Influences of Pile-up on the Measurement of Mechanical Properties by Load and Depth Sensing Indentation Techniques. J. Mater. Res. 1998, 13: 1049 ~ 1058
- [10] Lucas B N, Oliver W C, Swindeman J E. The Dynamic of Frequency-Specific, Depth Sensing Indentation Testing. In: Moody N R, ed., Materials Research Society Symposium Proceedings Volume 522, Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology, San Francisco, California, US, April 13 ~ 17, 1998. 3 ~ 10

热分析数据处理系统的研究开发

余笑波 张 攀 林木良 林少琨

(中山大学测试中心 广州 510275)

E-mail: puiarc07@zsu.edu.cn

摘 要 介绍一套用于老式热分析仪器升级改造的数据处理系统。该系统适用于各种不同类型的热分析仪器(如 DSC, TG, DTA 等),可在 Windows 9x/2000 下运行,使老式仪器的工作效率得到明显提高,采集的数据和分析结果可转化为文本文件或图形文件,直接应用于常用的数学或文字处理软件中。

关键词 热分析仪;数据处理系统;软件升级

中图分类号 TH831.4

Studying and Developing of a New Thermal Analysis Data System

Yu Xiaobo, Zhang Kun, Lin Muliang, Lin Shaokun

(Instrumental Analysis and Research Center, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, P. R. China)

Abstract In this paper, a new data treating system for upgrading the old model thermal analysis instruments was recommended. This treating system is suitable to upgrading the data collection and data analysis system of any old model thermal analysis instruments, such as DSC, TG and DTA. This treating system can be running under Windows 9x/2000 and therefore the working effectiveness of the instrument was remarkably improved. The collecting data and analysis results can be transferred to the text file or graphics file that can be directly used in diverse mathematical software or word processor in common use.

Key words Thermal analysis instrument; data treating system; upgrading of software

热分析仪是一种用途很广的分析仪器,广泛用于材料、医药、冶金、矿物、生物等领域的研究,以及工矿产品质量监控和商品检验等^[1]。就目前国内热分析用户的情况来看,由于各种原因,在用热分析仪中,相当数量上世纪 80 至 90 年代初进口的国外产品仍在

使用随原仪器配置的单板机或 8 位微处理机作为其数据处理工具,而许多正在使用的早期国产热分析仪,甚至还在使用记录仪。

随着计算机技术的飞速发展,以及电子元件的集成度不断提高,目前国外新型的热分析仪器的整机设

收稿日期:2001-10-29

作者简介:余笑波,男,工程师,毕业于中山大学电子系,长期从事分析仪器维修和应用软件开发研究。

现代科学仪器 2002 1

37