

微桥结构镍膜的弹性模量和残余应力研究

陈吉安¹,杨春生¹,周 勇¹,丁桂甫¹,王 莉¹,王明军¹,张亚民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:采用 MEMS(Microelectromechanical Systems) 技术研制了宽度在微米尺度的镍(Ni)膜微桥结构试样。采用纳米压痕仪(Nanoindenter) XP 系统的楔形压头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 Ni 膜的弹性模量及残余应力,分别为 190 GPa 和 87 MPa。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。

关键词:Ni 膜微桥;MEME 技术;力学特性

中图分类号:TP212.9 **文献标识码:**A

1 引言

微机电系统(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基于某一衬底或与其它材料构成复合材料,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间热膨胀系数的差异经常导致薄膜中存在应力,这将严重影响器件的性能。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^[1-5]。对于厚度只有几微米的薄膜材料来说,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无误测量 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基片上薄膜的硬度和弹性模量,然而由于不同的基片差异及压头压力较大,使测量结果不能真实地反映材料的性能。基片弯曲法可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的差异,会使测量结果有误差。鼓泡法可用来测量矩形膜片的残余应力和弹性模量,但是应力集中在四个角上,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。微拉伸法存在样品固定

收稿日期:2003-05-12;修订日期:2003-06-09

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

作者简介:陈吉安(1965-),男,博士,副教授,主要从事微光机电系统研究;杨春生(1954-),男,教授,主要从事薄膜材料与传感器的研究;周勇(1964-),男,山东省平度市人,博士,教授,研究方向为薄膜材料与器件、微传感器与 RF-MEMS。

问题,且薄膜很脆、有缺陷,测量结果也有误差。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 及其合作者提出了一种新的方法^[1],即膜片偏转实验法(MDE)。他们采用纳米压痕仪测量了 RF(Radio Frequency)开关膜片的载荷与位移之间的关系,并结合有限元分析,成功获得了薄膜的弹性模量和残余应力。后来他们又发展了该 MDE 方法^[3-5],将其用于薄膜材料的力学特性研究,该方法的最大优点是能够对器件进行原位测量。然而该方法非常复杂,对测量条件要求非常严格,且仪器价格昂贵。最近, Zhang 等^[6]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,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,很难制备微桥结构,其主要原因是金属薄膜很难采用干法刻蚀或湿法刻蚀直接形成膜厚度为几微米的微桥结构,而且在长时间刻蚀硅过程中,金属薄膜很难承受化学溶液的浸湿。本文采用 MEMS 技术成功研制出了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。

2 镍膜微桥的制备和实验方法

镍(Ni)薄膜是一种非常重要的 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^[7-9]。本文中的镍薄膜微桥是在大块硅衬底上以光刻胶作掩模电镀获得的,其主要研制工艺(图 1)如下:(a)将直

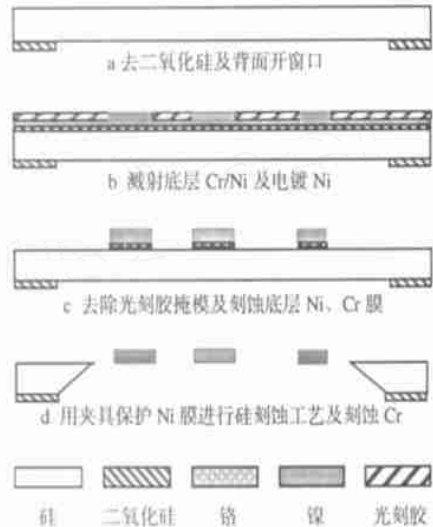


图 1 镍膜微桥的研制工艺流程图

径 75 mm 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;(b)在 A 面,溅射 10 nm 厚的铬(Cr)作为粘接层,然后溅射 50 nm 厚的镍作为电镀底层,涂光刻胶形成光刻胶掩模,电镀 Ni 微桥图型;(c)去除光刻胶掩模,采用物理刻蚀去除底层 Ni 和 Cr,或用稀释的 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;(d)B 面的 Si 基体材料采用氢氧化钾刻蚀液进行各向异性刻蚀,刻蚀条件为:温度 78 ℃,水与氢氧化钾的质量比为 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,这样就形成了镍膜的微桥结构。图 2 为实际研制的镍膜微桥结构图。

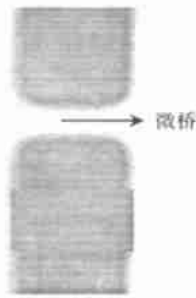


图2 研制的镍膜微桥的结构

由于 MEMS 器件和微结构通常具有不同的尺寸,大到毫米量级,小到微米量级。为此,针对 MEMS 器件的微小结构,我们设计了小尺寸的微桥结构,以便研究在这种尺度下薄膜材料的力学特性。Ni 膜微桥的长度为 128 μm ,宽度 8 μm ~ 28 μm ,微桥间距大于 500 μm 。镍膜微桥测试是在纳米压痕仪 (Nanoindenter) XP 系统上进行的,为在微桥中心施加一线性载荷,我们采用楔型压头。

3 模型建立

利用纳米压痕仪测量微桥的载荷与位移之间的关系曲线,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^[6]:

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

式中, n 为拟合实验数据的数目, $w_i^e(Q_i)$ 是载荷为 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:

$$w = -\frac{Q \tanh(kl/2)}{2N_r k} + \frac{Ql}{4N_r}$$

$$- \frac{M_0}{N_r} \left[\frac{1}{\cosh(kl/2)} - 1 \right] \quad (2)$$

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

其中, $k = \sqrt{N_r/D}$, $D = E_f t^3/12$, 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 $r = N_r/t$ 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。

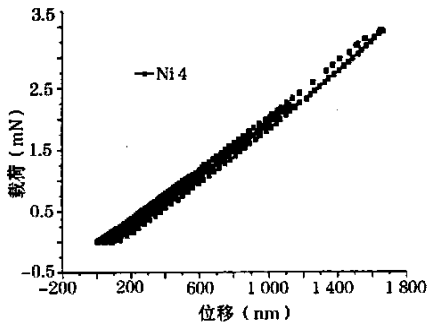
4 测试结果分析

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 3 给出了微桥典型的载荷与位移的关系曲线。由表 1 所示, Ni 膜的平均弹

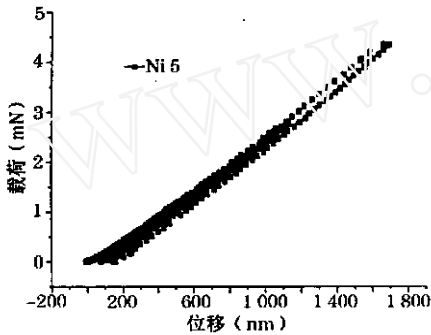
表 1 Ni 膜的弹性模量和残余应力

样品	尺寸			弹性模量 (GPa)	残余应力 (MPa)
	长度 (μm)	宽度 (μm)	厚度 (μm)		
Ni 1	128	8	2.547 6	178.7	87.2
Ni 2	128	13	3.107	165	16.3
Ni 3	128	18	3.388 2	195.2	66.7
Ni 4	128	23	3.446	199	213.3
Ni 5	128	8	2.455	219.7	90.8
Ni 6	128	13	2.869 3	186.5	44
Ni 7	128	28	3.595 2	190	87.8
	平均值			190.5	86.6

性模量约为 190 GPa,远低于大块 Ni 多晶材料的弹性模量 207 GPa^[10]。然而 Sharpe 等^[11-13]和 Christenson 等^[14]均报道了显著低的结果。Hemker 等^[8]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 \pm 24) GPa,也远低于文献[10]报道的大块 Ni 的值,但与其它 LIGA Ni 样品的弹性模量一致^[11-12]。我们的结果与文献[8,11-12]报道的结果接近,但高于 Stephens 等^[7]和 Cho



a



b

图 3 典型的 Ni 微桥载荷与位移之间的关系

Ni4 和 Ni5 号样品的长度均为 128 μm , 宽度分别为 23 μm 和 8 μm 。采用多次加载和卸载方式, 曲线上升部分为加载曲线, 下降部分为卸载曲线, 每条曲线由加载和卸载曲线构成。

等^[9]的结果。这一差别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薄膜的力学特性, 因此我们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 4 所示。

另一方面, 在迭代过程中, 我们可以得到 Ni 膜的残余应力, 其平均值约为 87 MPa。不同微桥残余应力的较大差异可能是由于尺

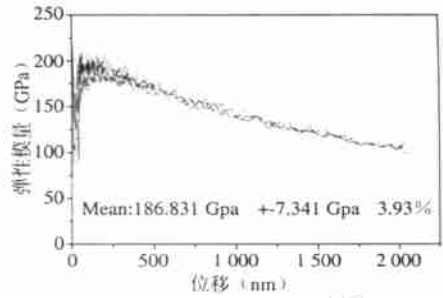


图 4 带有硅基底的 Ni 膜纳米压痕测量

寸效应。较大的残余应力往往使 Ni 薄膜在硅片边缘处剥离开来。弹性模量和残余应力的差异, 也可能是由于在电镀 Ni 膜时电流分布不均匀, 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变化很大。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, 压头压在微桥上的位置是否准确, 对测量结果也有影响。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。

5 结论

本文采用 MEMS (Microelectromechanical Systems) 技术研制了宽度在微米尺度的镍膜微桥结构试样。采用纳米压痕仪 (Nanoindenter) XP 系统的楔形压头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 Ni 膜的弹性模量及残余应力, 分别为 190 GPa 和 87 MPa。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。

参考文献:

- [1] Espinosa H D, Fischer M, Zhu Y. 3 - D computational modeling of RF MEMS switches[A]. Proceedings of

- the 4th International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems[C]. South Carolina(USA) :Applied Computational Research Society Publications. 2001 ,4 :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, Zhu Y. An investigation of plasticity in MEMS materials[A]. Proceedings of IPACK 01[C]. Hawaii(USA) :ASME(USA) ,2001. 1 - 4.
- [4] Espinosa H D, Prorok B C. A novel experimental technique for testing thin films and MEMS materials[A]. Proceedings of the SEM annual Conference on Experimental and Applied Mechanics[C]. Oregon(USA) :Society for Experimental Mechanics ,2001. 446 - 449.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] Stephens L S, Kelly K W, Simhadri S, et al. Mechanical properties evaluation and failure analysis of cantilevered LIGA nickel microposts[J]. J Microelectromechanical Systems , 2001 ,10(3) :347 - 359.
- [8] Hemker K J, Last H. Microsample tensile testing of LIGA nickel for MEMS applications[J]. Mater Sci and Eng , 2001 , A319 - 321 :882 - 886.
- [9] Cho H S, Hemker K J, Lian K, et al. Tensile, creep and fatigue properties of LIGA nickel structures[A]. Proceedings of the 15th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) [C]. New York(USA) :IEEE Robot & Automat Soc , 2002. 439 - 442.
- [10] ASM Handbook/prepared under the direction of the ASM international Handbook committee. Metals Handbook[M]. OH(USA) :ASM International ,1990.
- [11] Sharpe J W N, LaVan D A, Edwards R L. Mechanical properties of LIGA - deposited nickel for MEMS [A]. Transducers '97 - 1997 International Conference on Solid - State Sensors and Actuators[C]. New York (USA) :IEEE Electron Devices Soc. 1997 ,1 - 2 :607 - 610.
- [12] 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]. Dallas(USA) :Dynamic Systems and Control Division Publication. 1997 ,62 :93 - 97.
- [13] Sharpe J W N, McAleavey A. Tensile properties of LIGA nickel[A]. Proc SPIE[C]. Santa Clara(USA) :SPIE,1998 ,3512 :130 - 137.
- [14] 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]. Proc MRS Symp[C]. San Francisco(USA) :Materials Research Society(MRS) . 1998 ,518 :185 - 190.

Investigation of Elastic Modulus and Residual Stress of Nickel Film Microbridges by MEMS Technology

CHEN Ji-an¹, YANG Chun-sheng¹, ZHOU Yong¹, DING Gui-fu¹,
WANG Li¹, WANG Ming-jun¹, ZHANG Ya-min¹, ZHANG Tai-hua²

(1. National Key Laboratory of Micro/ Nano Fabrication Technology, Key Laboratory for Thin Film and Microfabrication Technology of Ministry of Education
Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China;

2. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics , Institute of Mechanics ,
Chinese Academy of Sciences , Beijing 100080 ,China)

Abstract : Microbridge testing method is used to evaluate the elastic modulus and residual stress of metallic films. The micro-scale width nickel film microbridge samples are fabricated by the MEMS technology. A nanoindenter XP system with a wedge tip is used to apply a line load in order to get the load-deflection curves of nickel film bridge. Theoretical analysis of the microbridge load-deflection curve is 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 and residual stress for the electroplated nickel films is around 190 GPa and 87 MPa respectively , while the elastic modulus measured by nanoindenter for the same nickel film based on silicon substrate is (186.8 ± 7.5) GPa.

Key words : nickel film microbridge ; MEMS technology ; mechanical properties

《中国粉体技术》杂志 2004 年征订启事

《中国粉体技术》是经国家科技部、新闻出版署批准出版,由中国颗粒学会、中国粉体工业协会(筹)、济南大学主办的粉体工程领域的专业技术期刊,国内统一刊号:CN 73 - 1316/ TU,国际连续出版物号:ISSN 1008 - 5548。创刊多年来,以理论水平高、技术性强、信息量大,集学术、应用、信息和服务于一体的特点引起国内外粉体技术界的广泛关注,成为海内外人士了解中国粉体技术的窗口和中国粉体技术走向世界的桥梁和纽带。

《中国粉体技术》立足国内粉体工程的研究、开发和生产,内容覆盖整个粉体领域的各个操作单元,包括粉碎、分级、混合、改性、造粒、干燥、烧结、流态化、雾化、气溶胶、输运、贮存、粉尘爆炸以及粉体特性的研究和测试,涉及冶金、化工、建材、石油、煤炭、地质、机电、医药、食品、轻纺、农业、气象、环保、国防等众多行业。

《中国粉体技术》为双月刊,逢双月底出版,大 16 开本,48 页。每期定价 5.00 元,全年定价 30.00 元。全国各地邮局均可订阅,邮发代号:24 - 155,编辑部亦可办理订阅。本刊现存有 1995 - 2002 年的过刊,欢迎选择订购。

热忱欢迎国内外企业以《中国粉体技术》为媒介宣传企业产品,树立企业形象!

中国粉体技术杂志社地址:山东省济南市济微路 106 号济南大学(西)

邮政编码:250022

电话/传真:(0531)7154935

E - mail :xuwei @sdibm. edu. cn

网 址 :http :// zgftjs. periodical. net. cn