

# 纳米压痕和划痕法测定氧化硅薄膜材料的力学特性

张海霞<sup>1</sup>, 张泰华<sup>2</sup>, 郇勇<sup>2</sup>

(1. 北京大学微电子研究院, 北京 100871

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)

E-mail: zhanghx@ime.pku.edu.cn

**摘要:** 为了研究不同制备工艺对材料力学性能的影响, 选择了热氧化、LPCVD 和 PECVD 三种典型工艺, 在硅片上制备 1 $\mu$ m 氧化硅薄膜。通过纳米压痕和划痕检测可知, 热氧化工艺制备的 SiO<sub>2</sub> 薄膜的硬度和模量最大, LPCVD 制备的样品界面结合强度高于 PECVD。纳米压痕和划痕技术为此提供了丰富的近表面弹塑性变形和断裂等的信息, 是评价微米薄膜力学性能的有效手段。

**关键词:** 纳米压痕; 纳米划痕; 力学特性; 氧化硅; 热氧化; LPCVD; PECVD。

中图分类号: O348.3; TB938.2 文献标识码: A 文章编号: 1671-4776(2003) 07/08-0245-04

## Nanoindentation and nanoscratch measurements on the mechanical properties of SiO<sub>2</sub> film

ZHANG Hai-xia<sup>1</sup>, ZHANG Tai-Hua<sup>2</sup>, HUAN Yong<sup>2</sup>

(1. Institute of Microelectronics, Peking University, Beijing 100871, China;

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

**Abstract:** Studies of the nanoindentation and nanoscratch were performed on the SiO<sub>2</sub> coatings with the thickness of 1.0 $\mu$ m on Si (100) fabricated respectively by LPCVD, PECVD and thermal oxide to evaluate the effect of the fabrication processes on their mechanical properties. The data showed that the hardness and modulus of the SiO<sub>2</sub> coating fabricated by the thermal oxide were highest, and the interfacial adhesive strength between SiO<sub>2</sub> and Si fabricated by LPCVD was higher than PECVD. Nanoindentation and nanoscratch tests can provide more information about the near-surface elastic-plastic deformation and fracture properties.

**Key words:** nanoindentation; nanoscratch; mechanical properties; SiO<sub>2</sub>; thermal oxide; LPCVD; PECVD

## 1 引言

随着 MEMS 研究的发展和深入, 认识和挖掘材料的力学性能等基本材料特性成为提高 MEMS 器件和系统性能、优化设计、扩大选材范围、提高器件寿命和可靠性的关键因素。所以, 研究 MEMS 材料力学特性的基础课题也越来越受到重视。由于

MEMS 材料的尺寸限制和制备工艺的特殊性, 传统的力学性能测试技术和设备不能直接应用到 MEMS 材料的测试中。近年来, 学者们在这方面开展了广泛而深入的研究, 提出了纳米压痕法、单轴拉伸法、薄膜弯曲法、复合膜测试法、微结构法等多种方法<sup>[1,2]</sup>。这些方法千差万别, 各有利弊, 但其中应用最广的是纳米压痕法。纳米硬度计是一种能提供

收稿日期: 2003-05-15

基金项目: 973 项目(G1999033109); 教育部重点项目(0216); 中科院知识创新工程项目(KJ CX2-SW-L2)

高分辨力连续载荷和位移测量的材料表面力学性能测试仪器。它能连续记录加载与卸载期间载荷与位移的变化,操作简单,可完成多种力学性能的测试,如弹性模量、硬度、膜厚、微结构的弯曲变形、粗糙度、临界附着力和摩擦系数等<sup>[3]</sup>。

在 MEMS 材料的研究中,简单地说某种材料的力学性能是没有意义的。即使是同种材料,由于用不同工艺制备其性能差别也很大。在 MEMS 材料中最常用的是硅基材料,以氧化硅为例,常用的制备手段有热氧、湿氧、干氧、溅射、LPCVD、PECVD 等多种。所以, MEMS 材料的研究必须考虑工艺条件

和设备。本文采用 MTS Nano Indenter XP<sup>R</sup> 系统为检测手段,研究热氧化、LPCVD 和 PECVD 三种典型制备工艺对氧化硅薄膜材料力学特性的影响。

## 2 试样的制备与测试

### 2.1 试样制备

试样是由北京大学微电子研究院的超净实验室制备的。硅片:4 英寸,厚度  $525\mu\text{m} \pm 25\mu\text{m}$ ,单面抛光。氧化硅制备工艺:热氧化,硅片 p(100); LPCVD,硅片 n(100); PECVD,硅片 n(100)。有关样品与工艺的对应信息见表 1。

表 1 样品与工艺的对应信息

样品	工艺	设 备	工艺条件	厚 度/nm				
				上	左	中	右	下
2 #	LPCVD	TEMPRESS LPCVD	$T = 720$	1007.7	1014.1	1009.8	1009.9	1008.4
3 #	PECVD	TEMPRESS PECVD	$T = 330$	1028.4	963.4	1013.7	1031.5	974.4
10 #	热氧化	氧化扩散炉	$T = 1000$	998.8	996.9	994.4	994.9	992.3

备注:厚度的确定是在硅片上取上、中、下、左、右 5 个点测试,测试设备是纳米膜厚仪 Nano-Metric 180

### 2.2 力学测试

纳米压痕和划痕测量是在中科院力学研究所非纳米压痕实验,选用 XP 压痕组件,压针为金刚石 Berkovich tip; 载荷量程为 500mN,分辨力 50nN; 行程为 2mm,分辨力 0.01nm。控制参数:应变率  $0.05\text{s}^{-1}$ ,热漂移率  $0.05\text{nm/s}$ ,压痕深度  $2\mu\text{m}$ 。实验过程:压针逼近试样表面;确定表面接触零点;加载;保载 10s,以考虑蠕变影响;卸载至 90%,保载 100s,以考虑热漂移影响;数据处理。

纳米划痕实验,选用 LFM 划痕组件。法向力,由 XP 组件提供;横向划痕阻力由传感器计量,分辨力  $1.5\mu\text{N}$ 。压针为金刚石 Berkovich tip,用棱面在材料表面进行相对刻划。控制参数:法向力,线性增加,最大值为 240mN;横向移动,匀速,  $10\mu\text{m/s}$ 。实验过程:压针逼近试样表面;压针以  $20\mu\text{N}$  的力作用在试样上,样品台沿其  $Y$  方向移动  $700\mu\text{m}$ ,测试样表面的粗糙度。样品台回到原位,压针仍以  $20\mu\text{N}$  的力作用在试样上,样品台移动  $100\mu\text{m}$  后,压针以线性增加方式达到设定的最大载荷,移动  $500\mu\text{m}$ ,然后再以  $20\mu\text{N}$  的力划完最后  $100\mu\text{m}$ 。样品台再次回到原位,压针仍以  $20\mu\text{N}$  的力划过犁沟,扫描出犁沟的残余深度。实验测试温度  $23.0 \pm 0.5$ ,环境介质气氛为空气。对纳米压痕和划痕实验,每种条件重复五次,以验证实验的重复性和可靠性。

## 3 结果和讨论

线性力学国家重点实验室进行的,使用 MTS Nano Indenter XP<sup>9</sup> 系统<sup>[2]</sup>。

### 3.1 纳米压痕

通过加卸载曲线可以研究膜厚等情况。图 1(a)是 4 种样品的加卸载误差曲线,4 种样品数据的分散性小,曲线之间有一定的差异。图 1(b)~(d)为 3 种样品在界面附近区域的加载曲线。仔细分析,发现这 3 种样品在对应膜厚深度处有平台效应,基本与其膜厚相当,见表 1。这是由于压针作用在较软的界面过渡区所致,且厚度约为 10nm。

通过硬度和模量随压入深度的变化规律曲线,可以研究 4 种试样的抗载能力。研究 Si 片因为它 3 种膜材料的基体。从图 1(e)和 1(f)可看出, Si 片的硬度和模量基本不随压痕深度增加而变化,但三种膜样品的硬度和模量随压痕深度增加而增大。一般说来,压痕深度约为  $1/10 \sim 1/7$  膜厚时,基材对膜力学性能测试结果的影响可忽略<sup>[5]</sup>。由此可知,在压痕深度约 140nm 以内时,所测得硬度和模量应为  $\text{SiO}_2$  的。3 种  $\text{SiO}_2$  膜材料在  $95\text{nm} \sim 105\text{nm}$  范围内的硬度和模量见图 1(e)和 1(f),具体数值见表 2。可见,由热氧化  $\text{SiO}_2$  的硬度和模量最大,说明这种工艺生成的  $\text{SiO}_2$  最致密。随着压痕深度的增加,基体也开始变形,这时的测量结果应是膜/基体系的复合硬度和模量。随着压痕深度的不断增加,其值逐渐逼近基体的性能,见图 1(e)和 1(f)。

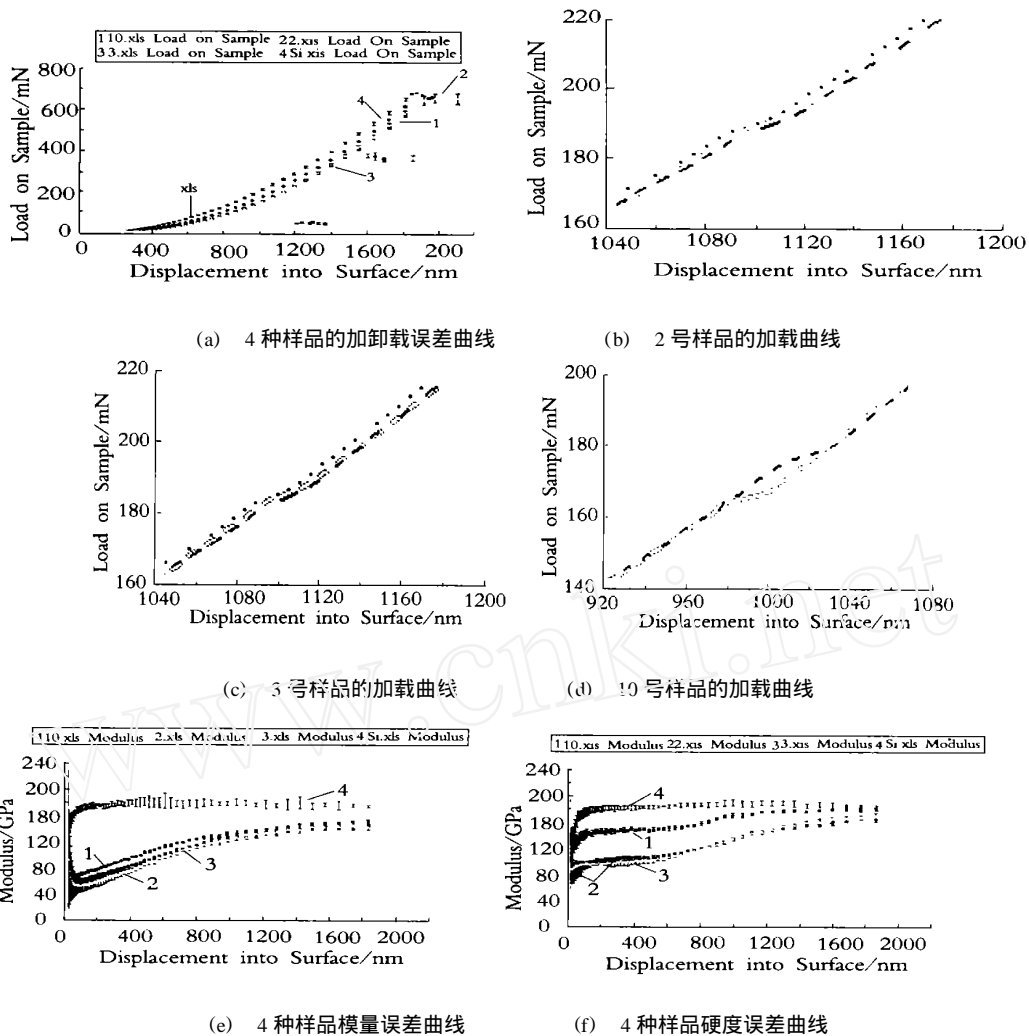


图1 压痕实验说明图

通过界面区硬度和模量的分布,可定性地推测界面的结合强度大小。当膜材料受外力作用时,膜基力学性能尤其弹性模量的差异将会导致界面应变的梯度变化。在界面附近,性质接近会使膜基界面约束变形协调,从而提高结合强度,避免膜的脱落,延长使用寿命。这种变形协调性越好,越不易在界面产生裂纹。界面性能协调性的概念对于膜基设计具有重要的参考意义。由于2号和3号样品基体同为n(100),对比两者的硬度和模量曲线,在界面附近,3号样品的硬度和模量曲线变化较大,说明它的膜基变形相对不协调,结合较差。

表2 三种工艺制备的SiO<sub>2</sub>模量和硬度

测试参数	2# (LPCVD)	3# (PECVD)	10# (热氧化)
模量/ GPa	61.3	59.8	79.1
硬度/ GPa	5.03	6.38	9.53

### 3.2 粗糙度

使用纳米硬度计对样品表面粗糙度进行了测试,扫描正压力为20μN,扫描长度为80μm,采样点256。从图2可看出,粗糙度水平相当,但和10号样

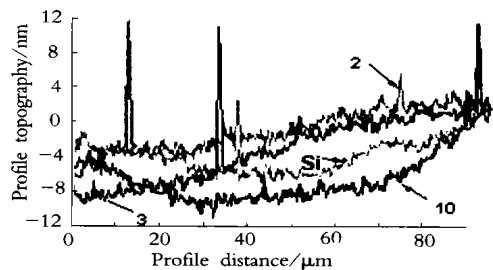


图2 三种SiO<sub>2</sub>和Si片的粗糙度

品不同,2和3号样在局部有尖峰出现,这可能是材料不均匀的表现。

### 3.3 纳米划痕

目前,在划痕实验中横向力出现波动处的载荷被定义为薄膜失效的临界载荷<sup>[6]</sup>,这是由于界面性质差异所致。它是一个综合指标,代表着膜基体系的综合承载能力。主要由膜/基结合强度、薄膜和基材的硬度、膜的结构和厚度等因素决定。图3(a)中,在相同的线性增大到240mN的正压力的作用下,2和3号样膜材料的横向力曲线都出现明显的差异。

3号样在横向力曲线中出现明显波动的位置靠前,说明只要较小的力就可使膜基分离。从光学显微照片来看,曲线出现明显波动的位置对应着膜的脱落,见图3(b)中右边第一条划痕。由此得到3号样品膜基界面结合较弱的结论,这与上边通过样品界面区域的模量和硬度梯度变化为依据的结论一致。

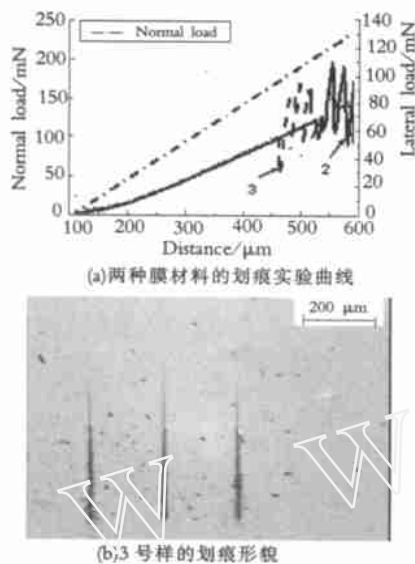


图3 划痕实验说明图

## 4 结 论

(上接第 240 页)

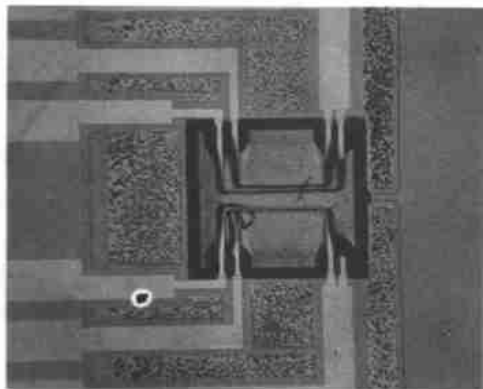


图8 去掉封盖保护的射流陀螺显微镜照片

造工艺中。金-硅键合的键合强度和稳定性都不如硅-硅热键合和硅-玻璃静电键合,但它的键合温度低,不需要外加电场,与 MEMS 器件工艺兼容性好,键合强度能够达到要求,而且不损坏 MEMS 器件结构,为 MEMS 的芯片级封装提供了一个很好的途径。

综上所述,热氧化工艺制备的  $\text{SiO}_2$  薄膜的硬度和模量较大,2号样的膜基结合强度高于3号样。本工作显示,纳米压痕和划痕技术能提供丰富的近表面弹塑性变形和断裂等的信息,是评价微米薄膜力学性能的有效手段。

### 参考文献:

- [1] 张泰华, 杨业敏, 赵亚溥, 等. MEMS 材料力学性能的测试技术[J]. 力学进展, 2002, 32(4): 545-562.
- [2] 陈隆庆, 赵明喙, 张统一. 薄膜的力学测试技术[J]. 机械强度, 2001, 23(4): 413-429.
- [3] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349-364.
- [4] www.mts.com/nano
- [5] MOODY N R, STROJNY A, MEDLIN D L, *et al.* Substrate composition effects on the interfacial fracture of tantalum nitride films [J]. Journal of Materials Research, 1999, 14(6): 2306-2313.
- [6] BHUSHAN B. Handbook of Micro/Nanotribology 2nd, [M]. Boca Raton: CRC Press, 1999.

### 作者简介:

张海霞 (1970-), 女, 河南安阳人, 副教授, 博士, 主要从事 MEMS CAD 研究, 发表论文 20 余篇;

张泰华 (1966-), 男, 江苏盱眙人, 高工, 博士, 主要从事微尺度力学检测和爆炸力学研究, 发表论文 30 余篇。

### 参考文献:

- [1] 黄庆安. 硅微机械加工技术[M]. 北京: 科学出版社, 1995, 12, 212-214.
- [2] SHUKLA R K, MENCINGER N P. A critical review of VLSI die-attachment in high-reliability applications [J]. Solid-State Technology, 1985, 28(7): 67-74.
- [3] HANSEN M, ANDERKO K. Constitution of Binary Alloys [M]. New York: McGraw Hill, 1958.
- [4] WOLFFENBUTTEL R. Low-temperature intermediate Au-Si wafer bonding; eutectic or silicide bond [J]. Sensors and Actuators A, 1997, 62, (1-3): 680-686.
- [5] CHANG P H, TEM of gold-silicon interactions on the backside of silicon wafers [J]. J Appl Phys, 1988, 63, 1473-1477.

### 作者简介:

刘雪松 (1980-), 男, 天津人, 现就读于北京大学信息科学技术学院微电子学系, 从事微电子机械系统方面的研究;

闫桂珍 女, 北京大学教授, 博士生导师, 主要研究方向包括双极超高速集成电路和 CMOS 电路的设计与工艺技术研究, MEMS 惯性传感器, 气体传感器研究等课题, 已发表论文 50 余篇。