

MEMS 材料力学性能的测试技术*

张泰华 杨业敏 赵亚溥 白以龙

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 微电子机械系统 (MEMS) 技术的迅速崛起, 推动了所用材料微尺度力学性能测试技术的发展. 首先按作用方式将实验分成压痕 / 划痕、弯曲、拉伸、扭转四大类, 系统介绍检测 MEMS 材料微尺度力学性能的微型试样、测试方法及其实验结果. 测试材料主要有硅、氧化硅、氮化硅和一些金属. 实验结果主要包括基本的力学性能参数如弹性模量、残余应力、屈服强度、断裂强度和疲劳强度等. 最后, 简要分析了未来的发展需求.

关键词 微电子机械系统, 力学性能, 纳米压痕 / 划痕, 弯曲, 拉伸, 扭转

1 引言

微电子机械系统 (microelectromechanical systems, MEMS) 是集传感、信息处理和执行于一体的集成微系统^[1]. 近 10 余年来, 已经成为重要的高新技术领域和研究工作的热点^[2]. 目前, MEMS 器件的研究和开发热点包括: 传感、致动、射频 (RF)、光学、生化和医学等器件. 这些器件的特征尺寸范围为 1 mm~1 μ m, 估计不久的将来借助分子组装技术制造的器件尺寸可达 1 nm. MEMS 的强大生命力在于小体积、大批量、低成本和高可靠性. 这使得 MEMS 具有广泛的应用前景^[3].

MEMS 所使用的材料多以单晶硅和在其上形成的微米级、亚微米级厚的薄膜为主, 薄膜材料主要有单晶硅、多晶硅、氧化硅、氮化硅和一些金属, 还有聚酰亚胺等高分子材料. 这些材料通过化学气相沉积、溅射、电镀等方法形成薄膜, 再经过光刻、蚀刻、牺牲层腐蚀、体硅腐蚀等形成各种形状, 构成微机械结构. 基本构件主要有细丝、悬臂梁、微桥、薄膜、齿轮和微轴承等, 由这些基本构件组合成的结构不是传统机械的简单几何缩小. 当构件细微到微米 / 纳米尺度后, 材料本身的力学、物理性质及其受环境影响的程度有显著变化, 会出现强烈的尺寸效应、表面效应等. 常规条件下材料的力学性能参数已远不能满足 MEMS 系统结构的设计要求^[4,5]. 目前, 硅类薄膜材料的电学特性、化学特性均得到充分地了解, 而材料力学性能检测的工作始终未能跟上, 这已成为 MEMS 设计及其 CAD 发展中的一个制约因素^[1,6].

目前, MEMS 的制备方法主要是“自上而下 (top-down)”的方法, 尺寸效应和表面效应是 MEMS 中的两大主要科学问题^[1,7]. 由表面效应引起的粘着失效 (adhesion failure) 成为 MEMS 中的主要失效模式之一^[8]. MEMS 中的粘着问题已经得到了国际相关学术界的广泛关注.

收稿日期: 2001-09-17, 修回日期: 2002-05-09

* 国家自然科学基金 (10102021, 10172086), 中国科学院知识创新工程 (KJ9X2-SW-L2, SYLXSO9), 香港科技大学微系统力学研究“种子经费”资助项目

在 MEMS 的设计和服役中, 迫切需要了解下面几个重要的力学特性: 弹性模量, 决定着器件的结构响应特性; 残余应力, 影响器件的成品率和服役性能; 断裂强度, 设计承载构件中最重要的材料特性; 疲劳强度, 决定器件长期服役的可靠性. 近 10 年来, 研究者们纷纷开始研制小型化的精密测量装置和与之相匹配的试样, 用于研究材料的力学性能, 最大的挑战是自制仪器的校准和确定实验系统的可靠性^[9]. MEMS 试样的特征长度一般在 1 mm 以下, 这给实验带来一系列困难. 如, 如何制作、夹持、对中 (保持试样与拉力之间的同轴性) 微小试样, 如何提高载荷和位移测量的分辨率, 如何模拟 MEMS 器件的实际结构和应力状态, 如何完善理论模型等.

目前, 关于 MEMS 材料力学性能实验研究的综述性论文不多^[9~11]. 本文从微小试样的制作与安装和实验系统的设计等方面介绍 MEMS 材料微尺度力学性能检测技术的进展. 测试材料主要是硅、氧化硅、氮化硅和一些金属. 实验结果主要包括基本的力学性能参数如弹性模量、残余应力、屈服强度、断裂强度和疲劳强度等. 具体按作用方式的不同将实验方法分成纳米硬度、弯曲、拉伸、扭转这几大类, 每一大类中又包含数种测试方法. 在这些测试方法中, 有的可设计进行精确实验, 并用于建立相应的常用 MEMS 材料数据库, 有的方法可作为测量微型材料的新方法去发展. 这里, 对于弹性模量而言, 将按试样变形和支撑方式的不同, 分别称压痕模量、弯曲模量和拉伸模量等.

2 纳米硬度实验

近 10 年来, 纳米压痕和划痕硬度技术发展较快. 由于试样安装简单、仪器分辨率高、作用区域小、可直接在器件上测量, 纳米硬度计极有可能成为检测 MEMS 材料力学性能的标准设备.

关于纳米硬度技术的发展和应用见文献^[12]. 下面, 结合第一作者使用 MTS 公司 Nano Indenter XP 的实验结果, 说明它在 MEMS 材料力学性能检测中的应用.

2.1 压痕实验

文献^[12]中的图 8 是一些常用 MEMS 材料的实验结果. 由此可以看出, 连续刚度测量技术能检测出硬度和模量随压痕深度变化的连续规律, 为薄膜力学性质的研究提供了有效手段.

2.2 划痕实验^[13]

在单晶硅 <100> 晶面上利用磁控溅射方法沉积 0.8 μm 厚的多晶铝膜, 对此进行纳米划痕实验. 实验条件: 金刚石的 Berkovich 压头, 棱面向前, 水平移动速率为 10 $\mu\text{m}/\text{s}$. 划痕过程主要分 3 步: 第一步预扫描 (first profile), 用 20 μN 垂直作用力 (Z 方向, 图 1(a)) 沿 Y 方向预扫描试样表面, 可看成试样表面粗糙度的测试, 见图 1(b). 第二步刻扫描 (scratch profile), 用最大为 60 mN 的锯齿波载荷刻划试样表面, 见图 1(a). 在图 1(b)~图 1(d) 中, 划痕 Y 位置在接近 400 μm 处, 曲线有明显的波动. 第三步后扫描 (final profile), 再用 20 μN 垂直作用力沿 Y 方向后扫描试样表面, 可看成试样残余划痕深度的测试, 见图 1(b). 在图 1(b) 的 scratch profile 曲线中, 出现明显波动的位置对应的压痕深度约为 0.8 μm , 恰为膜厚, 可看成一种测膜厚的方法. 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. 明显波动位置处对应于膜与基体的剥离, 与此对应的 Z 方向上的力为 35.64 mN, Y 方向上的力为 14.41 mN, 有人将此定义为膜的临界附着力.

3 弯曲实验

在宏观力学性能测试中, 弯曲法是一种常用的测试方法, 已形成一系列测试标准. 在 MEMS

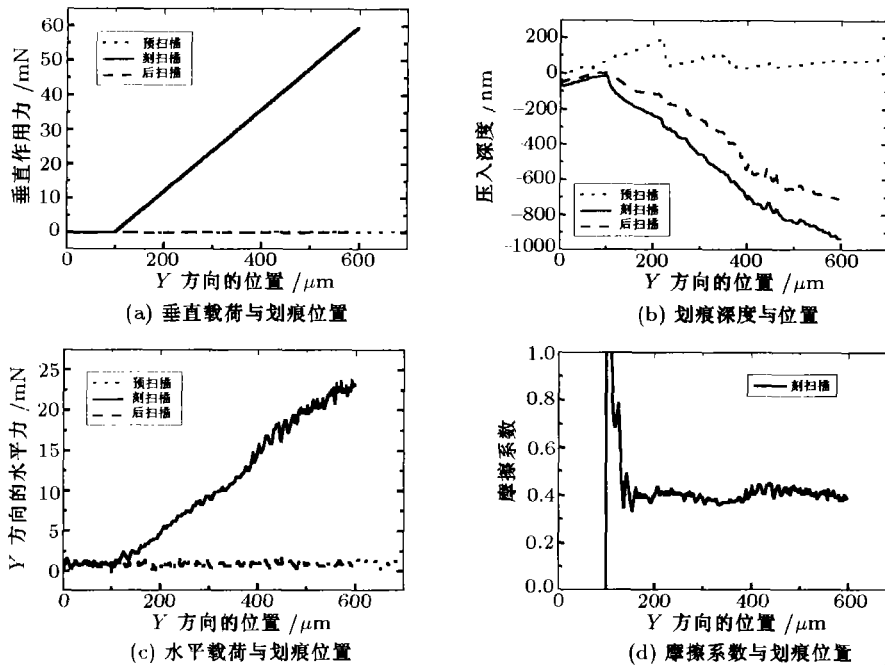


图 1

材料的测试中，弯曲方法也是较早发展起来的常用测试方法。这种方法的优点为^[9,14~16]：(1) 与硬度法比较，排除所有与基体相关的影响，直接得到薄膜的力学性能。(2) 与拉伸法比较，较小的力就能得到较大的横向变形，可以使用光学显微镜测量；载荷作用为推力，避免了试样的夹持问题，对中问题不突出；加载机理简单，易于操作，试样可以做得更小。缺点在于，梁的大变形和边界应力集中可能导致实验数据解释困难。(3) 可实时测量载荷和挠度的变化。(4) 可研究试样的弹塑性特性，即弹性模量和屈服强度。(5) 对采用不同加工工艺得到的各类材料的薄膜均可进行测试。

目前，按作用方式分，大致有接触式(通过压针作用在试样上)、非接触式(如气压差、静电吸引)、集成式(驱动和试样耦合在一个器件内)、谐振式(利用交流电、声等使试样共振)、基体弯曲式(薄膜中的残余应力导致基体弯曲)。试样形式主要有微悬臂梁、微桥、微双层梁、薄膜。这种方法主要通过精确测量作用载荷和结构弯曲位移或离面变形，并建立适当的理论模型和使用有限元进行模拟，从而获得的微构件的力学性能参数，主要有弯曲模量、屈服强度、断裂强度和残余应力等。

3.1 接触法

接触法使用较广，主要将压针直接作用在试样上。所用仪器主要有纳米硬度计及其类似装置、原子力显微镜等^[14~19]。试样的结构主要为微悬臂梁、微桥(microbridge)和双层微悬臂梁。

Weihls 和 Nix^[14] 的工作最有代表性。他们为测量 SiO₂、LTO 和 Au 薄膜的力学性能，使用 Nano Indenter II 测微悬臂梁的弯曲挠度，见图 2。该系统的载荷和位移测量分辨率较高，分

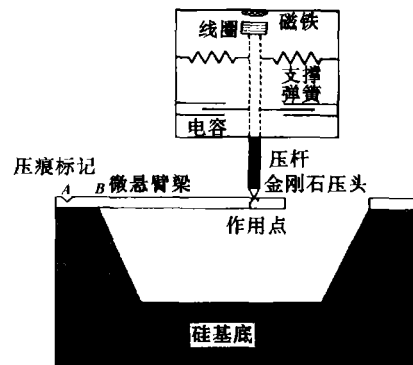


图 2 微悬臂梁弯曲实验

别为 $0.25 \mu\text{N}$ 和 0.2 nm ，可使之成为微力学试验机。试样长、宽、厚的典型尺寸分别为 $30 \mu\text{m}$ ， $20 \mu\text{m}$ ， $1 \mu\text{m}$ 。通过仪器实时测定压头的位移，再减去压头在微悬臂梁上的压入深度以及微悬臂梁沿宽度方向的翘曲 (curvature)，最后根据横截面为长方形的悬臂梁弹性弯曲理论，即式 (1) 可计算弯曲模量

$$w = 4P \frac{c^3}{t^3 b} \frac{1 - \gamma^2}{E} \quad (1)$$

式中 P 为作用力； c, b, t 分别为梁的长、宽、厚； E, γ 分别为模量和泊松比。该式显示，微梁的几何尺寸尤其厚度的测量对实验结果有较大的影响；微梁的弹性挠度随压力线性变化。根据悬臂梁弯曲理论，最大拉应力出现在悬臂梁根部的上表面。当压头的载荷 - 挠度曲线在 P_y 处偏离线性时，在悬臂梁的支点处开始屈服，试样屈服应力为

$$\sigma_y = 6P_y \frac{c}{bt^2} \quad (2)$$

测试结果： SiO_2 和 LTO 的弯曲模量为 64 GPa ， 44 GPa ；Au 的弯曲模量和屈服应力为 57 GPa ， 0.26 GPa 。由于压针端部的半径约为 100 nm ，应该考虑压针的纯压入分量，具体可由压痕法得到。由于微梁的宽度比较大，可用超稳定梁和薄板理论计算沿梁宽度方向产生的翘曲。

近来，丁建宁等^[15]采用上述方法，使用瑞士 CSEM 公司的 Nano Hardness Tester，对用 LPCVD 工艺制作的多晶硅微悬臂梁进行了弯曲实验，弯曲模量为 $(156 \pm 4.54) \text{ GPa}$ 。

纳米硬度计是微悬臂梁弯曲实验中最常用的仪器，所用压针常为三棱锥形 (Berkovich tip)，也有使用其它仪器的。Christophe 等^[16]使用原子力显微镜 (AFM) 研究 SiC 微悬臂梁的弯曲性能。Komai 等^[17]为了研究单晶硅的力学性能，自己研制了实验仪器，进行简单弯曲、三点弯曲和疲劳实验，获得了单晶硅的弯曲模量、断裂强度和 S-N 曲线。仪器的具体技术指标为：电磁方式驱动，单调加载 (线性递增)，循环加载 (频率 $(0.01 \sim 0.1) \text{ Hz}$ ，三角波)；载荷，量程 $0.1 \text{ mN} \sim 5 \text{ N}$ ，分辨率 0.02 mN ；位移，差动传感器，分辨率 $0.1 \mu\text{m}$ ；三点弯曲，跨度 $(1 \sim 10) \text{ mm}$ 可调，支撑 $\phi 0.6 \text{ mm}$ 钻杆。球形金刚石压头，端部半径 $20 \mu\text{m}$ ，锥度 60° 。悬臂梁试样尺寸为 $1000 \mu\text{m} \times 95 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$ 。对悬臂梁弯曲和三点弯曲，在单晶硅断裂前载荷位移曲线一直是线性的，破坏为脆性断裂，没有发现尺寸效应现象。Johansson 等^[18]使用压针推动微梁弯曲，研究单晶硅的断裂性能，实验在扫描电子显微镜的真空腔内进行，避免了试样直接暴露到空气中，并能在位观察断口形貌。

以上是微悬臂梁的弯曲实验。同样，微桥弯曲也是获得弯曲模量和残余应力的常用方法。Burdess 等^[19]用 Nano Indenter II 进行多晶硅和聚酰亚胺微桥的弯曲实验，压头为 Berkovich 压针，分析模型考虑的因素较少。宿彦京^[20]也提出一种通过测微桥的弯曲挠度从而获得薄膜力学性能的方法。

微悬臂梁和微桥的弯曲实验方法简单可行。但是，实验数据的分析很大程度上依赖于理论模型，所以在使用模型之前要认真分析模型的适用条件。另外，如果弯曲变形较大和边界应力集中，实验数据的分析较困难，需要借助解析^[21]和数值^[22]方法来帮助解释这些实验数据。

3.2 非接触法

自从 50 年代鼓膜实验 (membrane-bugle test)^[23]应用于研究薄膜力学性能以来，它几乎成为一种标准方法^[24]。最初的鼓膜实验是用机械的方法将自由膜固定在一个具有圆孔的基体上，通过控制薄膜两侧的气压差使薄膜凹或凸起，测量在外加压力下薄膜中心的挠度，然后将压力 - 挠度曲线转化为应力 - 应变曲线，从而得到薄膜的力学性能，如弯曲模量和断裂强度。利用薄

膜假设可以得到薄膜的径向应力

$$\sigma_m = \frac{Pr_0}{2t} = \frac{Pa^2}{4th} \quad (3)$$

式中 P 为压力, t 为薄膜厚度, a 为圆孔半径, h 为挠度, r_0 为薄膜鼓起的半径. 假定薄膜突起的形状为球冠, 可以得到薄膜的径向应变

$$\varepsilon_m = \alpha \frac{h^2}{a^2} \quad (4)$$

式中 α 为常数, 按照 Beams 的处理, $\alpha = 2/3$.

这种方法的优点, 可避免薄膜单轴拉伸实验中因试样边缘损伤所引起的早期颈缩失稳; 试样的制备和夹持也相对容易. 但对实验结果的解释存在一定困难. 对于受压面为圆形的实验, 薄膜的应力应变关系可由式 (3), (4) 得到. 但式 (4) 是在球冠假设下导出的, 实验中不一定满足此假设 [24,25]. 后来, 有人进一步从实验和理论上对式 (4) 给出修正 [25].

Pan 等 [26] 较早地利用有限元方法对存在残余应力薄膜的鼓膜实验进行了分析, 给出了鼓膜压力和薄膜挠度的关系

$$P = \frac{C_1 t}{a^2} \sigma_0 \delta_0 + \frac{C_2 t}{a^4} \frac{E}{1-\gamma} \delta_0^3 \quad (5)$$

式中 P 为作用压力, σ_0 , δ_0 , t , a 分别是薄膜的残余应力, 中心挠度, 厚度, 受载面的圆形半径或矩形短边的一半. C_1 和 C_2 是和薄膜受载面形状有关的常数. 当受载面为圆形时, $C_1 = 4$, $C_2 = 8(1 - 0.241\gamma)/3$; 当受载面为正方形时, $C_1 = 3.393$, $C_2 = 0.008 + 0.062\gamma$; 当受载面为长方形时, $C_1 = 2$, $C_2 = 4(1 + \gamma)/3$. 利用式 (5) 拟合实验得到的压强 - 挠度曲线就可获得薄膜的弯曲模量和残余应力. 对于长方形和正方形受载面的薄膜, 式 (5) 中的系数 C_2 对泊松比的依赖关系不同, 由此也可测薄膜的泊松比 [27]. 对于正方形和长方形受载鼓膜实验, 薄膜的 4 个角存在应力集中, 因此无法测量断裂强度. 如果假设圆形薄膜为均匀变形, 则可测量断裂强度.

目前, 这种方法已广泛应用于硅材料 [28,29]、绝缘材料 [24,30] 和金属 [23,31] 力学性能的测试中. 该方法的特点之一, 可实时在位地测量薄膜在高温退火过程中弯曲模量和内应力的变化. Maier 等 [28] 用 LPCVD 法制作的多晶硅薄膜在 $600^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$ 氮气环境中退火 2h. 用图 3 所示装置进行实时监控. 试样放在上面盖有玻璃的固定容器中, 并与已校准的压力控制系统相连. 如果内部气压低于环境气压, 试样就会下凹. 试样在激光照射下, 经 CCD 记录后可观察到牛顿干涉环. 实验系统见图 3.

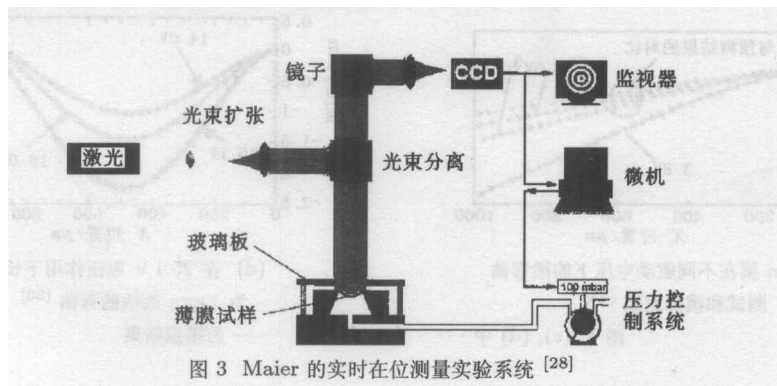
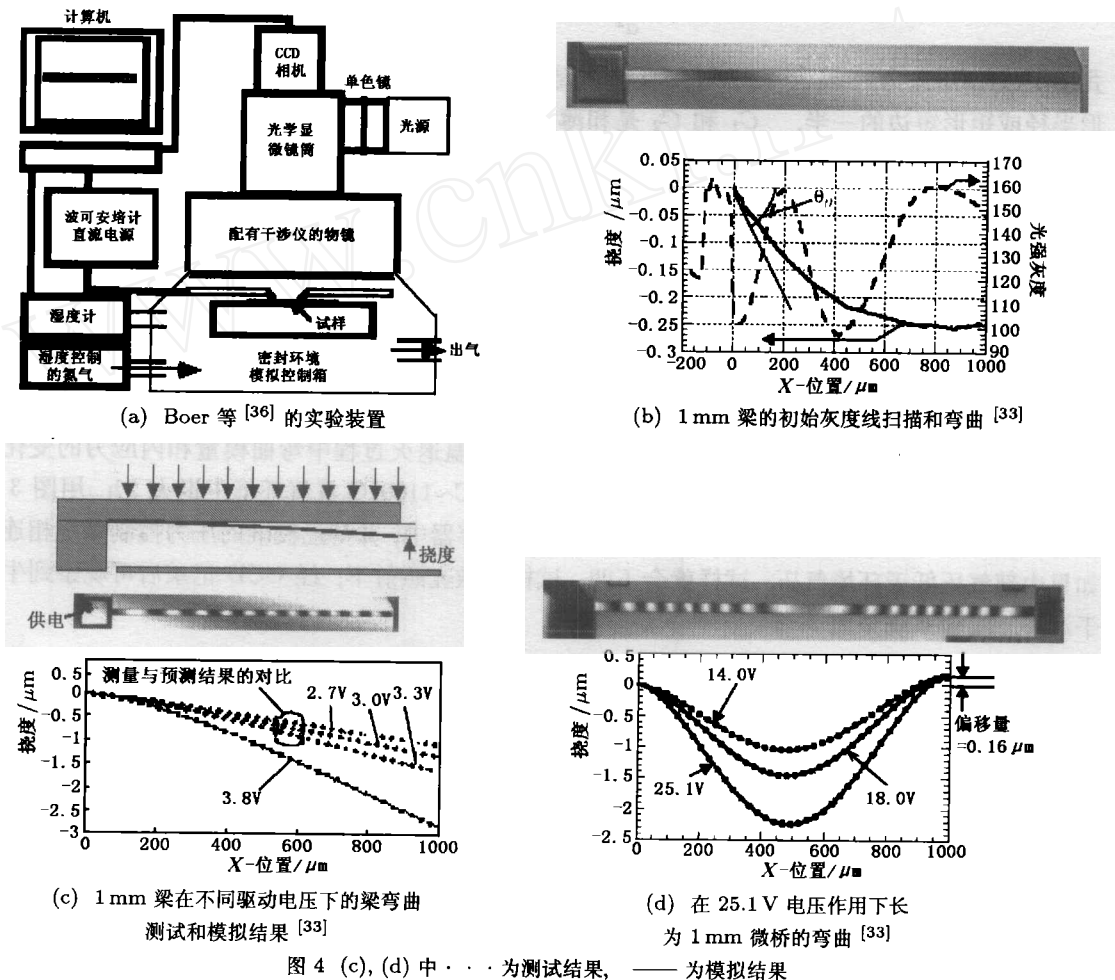


图3 Maier的实时在位测量实验系统 [28]

静电驱动是 MEMS 中的驱动方式之一. 同压针驱动相比, 这种方式能真实模拟器件中各构件的运动情况. Boer 等 [32~40] 的工作最具代表性. 他们根据迈克尔逊 (Michaelson) 干涉原理

研制出一套非接触的在位离面变形光学测量系统^[32]. 该系统主要由光源、干涉组件、光学显微镜、图像采集、计算机分析、环境模拟控制箱、试样驱动组件等组成, 详见图 4(a). 位移分辨率优于 10 nm. 可测量微梁或膜的应变梯度、弯曲模量、残余应力. 实验主要分 4 步进行: (1) 因为这种方法依赖于梁的离面位移, 它与梁厚的立方及其与基体之间间隙的平方成比例, 所以需精确测量梁厚和间隙宽度. 使用一个精度为 20 nm 的轮廓仪测出梁和间隙的厚度分别为 $2.32 \mu\text{m}$ 、 $6.47 \mu\text{m}$. (2) 沿梁厚度方向的应变梯度导致梁的离面弯曲, 在测量弯曲模量之前需要确定它. 这点对加工过程也很重要. 如果使用的是单色绿光, 每个条纹代表梁的离面位移为 $\lambda/2 = 275 \text{ nm}$. 在图 4(b) 中, 测量出梁的初始曲率半径和转角分别为 $1.1 \times 10^6 \mu\text{m}$ 、 $6.2 \times 10^{-4} \text{ rad}$, 这可能是加工过程造成的. (3) 在测量出梁和间隙的厚度、初始应变梯度和转角、加电后驱动梁的挠度曲线后, 就可以确定多晶硅梁的弯曲模量. (4) 测出梁的弯曲曲线, 就可以得到梁的残余应力. 1 mm 梁在不同驱动电压下的弯曲挠度测量和模拟结果, 见图 4(c). 多晶硅梁的弯曲模量和残余应力分别为 $E = (170 \pm 3) \text{ GPa}$ 和 $\sigma_R = (-2.9 \pm 0.1) \text{ MPa}$ ^[33]. 1 mm 长微桥在 25.1 V 电压作用下的弯曲测量结果见图 4(d). 另外, 该实验系统还能用于研究微梁、微桥和薄膜的断裂特性^[34]、静电粘着 (adhesion)^[32,35]、湿度粘着^[36~38]、摩擦^[38,39] 等.



3.3 集成弯曲法

集成弯曲法是一种利用微加工技术将试样和致动器等耦合在同一器件内的新方法. 通过变

化驱动信号, 可进行试样的弯曲、疲劳断裂等实验。

Ballarini 等^[40]使用这种方法测量多晶硅的弯曲断裂强度。利用梳齿驱动原理使试样断裂, 见图 5。实验时, 致动器处于谐振模式。当输入电压增加时, 驱动力也随着增加, 试样变形转换成切口的裂纹扩展, 直至断裂发生。经标定后, 可获得切口的位移和应力, 然后用有限元方法模拟, 估计多晶硅的断裂韧性大致为 $2 \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。这种方法能监视循环载荷作用下的裂纹周围位移场的变化。发现器件在循环载荷作用下结构强度降低。研究者认为循环载荷的应力水平会加速结构的损伤。

微悬臂梁、微桥、双折梁等都是 MEMS 器件中常用的振动结构。器件的谐振频率取决于材料的特性和几何尺寸, 如果材料的密度和几何尺寸已知, 模量就可从谐振频率中计算出来。同样, 已知材料的力学性质, 就可从测量的响应频率中得知结构的几何尺寸。如果结构中有损伤, 如裂纹的产生和扩展, 器件的响应频率也会随之发生变化。因此, 可通过测量器件谐振频率的变化研究器件的损伤程度。Van Arsdell^[41]利用此原理设计了多晶硅谐振微器件, 测量结构在循环加载下的损伤, 见图 6。器件在闭环反馈电路的控制下保持谐振状态。在往返弯曲运动下, 器件的自振频率会随切口刚度的变化而变化, 这种刚度的变化反映着切口的损伤。实验能显示裂纹的慢速扩展。他们建模分析裂纹扩展随频率的变化情况。

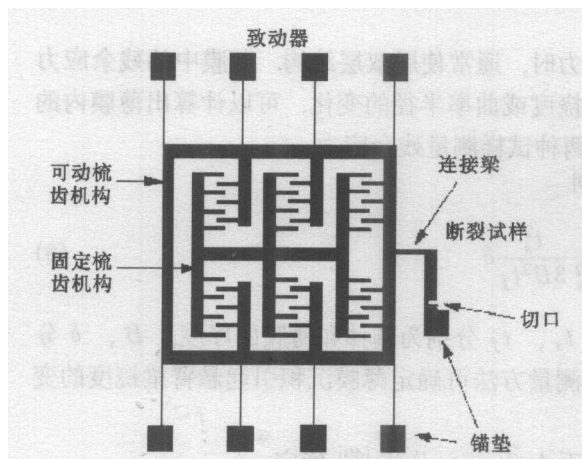


图 5 弯曲断裂试样^[40]

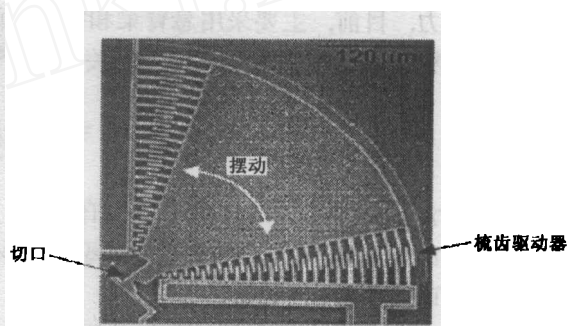


图 6 面内谐振疲劳试样^[41]

上面这两个研究小组分别加循环载荷研究器件的裂纹扩展和疲劳寿命。结果显示, 微裂纹会在潮湿的环境中加速扩展。Ballarini 等^[40]估计, 在环境条件和低压气室内, 多晶硅的临界 J 积分约分别为 $39 \text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 和 $63 \text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

需要注意的是, 微试样的特征尺寸和宏观实验中的裂纹可比。由于微加工技术所限, Ballarini 等^[40]试样的切口是圆的而不是尖的, 断裂能否容易地加在圆切口上值得怀疑。另外, Van Arsdell 等^[41]使用压痕硬度计在试样上制作尖切口, 这可能导致压痕附近材料力学性能的变化。

疲劳特性是器件长期可靠工作中的重要问题, 是器件商品化中的重要特性之一。疲劳特性的研究刚刚开始, 实验方法的建立和数据的解释很大程度上依赖于实验者。通过试样谐振检测结构损伤是一种值得推荐的方法^[9]。

3.4 谐振法

通过检测谐振频率计算微梁的模量, 是一种较早采用的动态测试方法。早在 1979 年 Petersen 等^[42]就利用这种方法测量氧化硅微悬臂梁的模量。后来, Putty 等^[43]和 Hok 等^[44]利用这种方法分别测量多晶硅微桥和多种材料的模量。由于该方法使用简单, 避免了试样的夹持等困

难, 所以被广泛应用. 但其测量的弹性范围有限, 实验误差较大, 只可作为一种粗略的测试方法 [15].

Mazza 等 [45] 使用压电陶瓷或电磁力驱动微梁振动, 使用激光多普勒干涉仪测量试样的振动位移, 实验装置见图 7. 用不同频率的电信号激振, 测相应的振动位移, 最后确定出微梁的谐振频率. 同时, 使用有限元方法进行辅助分析. 试样材料为 Ni 和 Ni50%/Fe50%, 晶粒尺寸 (40~100) nm 和 (4~10) nm, 试样尺寸为长 1000 μm , 宽 30 μm , 厚 (120~200) μm . 模量分别为 205 GPa 和 115 GPa. John 等 [46] 采

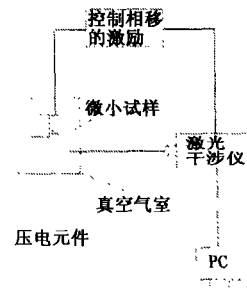


图 7 微梁谐振频率检测装置

用与上述类似的方法进行宽 2 μm 和长 300 μm 的多晶硅悬臂梁振动测试. 所不同的是, 使用迈克尔逊干涉仪测量位移.

另一种方式是, Roy 等 [47] 利用微加工技术把梳齿式驱动装置和试样集成在一起, 利用光学显微镜观察不同频率电信号驱动下的机构位移, 通过谐振频率确定试样的模量.

3.5 基体弯曲法

以上的试样是单层结构. 在测量薄膜残余应力时, 通常使用双层结构. 薄膜中的残余应力会造成基体的弯曲. 通过测量薄膜生长前后基体挠度或曲率半径的变化, 可以计算出薄膜内的平均残余应力. 目前, 主要采用悬臂梁和圆形膜两种试样测量残余应力.

微悬臂梁挠度与薄膜内残余应力的关系为 [48]

$$\sigma_f = \frac{E_s}{1 - \gamma_s^2} \frac{t_s^2}{3B^2 t_f} \delta \quad (6)$$

式中 E_s , γ_s 分别为基体的弹性模量和泊松比, t_s , t_f 分别为基体和薄膜的厚度, B , δ 分别为悬臂梁的长度和挠度. 通过光学的离面变形测量方法可确定薄膜沉积引起悬臂梁挠度的变化, 由上式可得残余应力.

薄膜中的残余应力和圆形基体曲率半径的关系由 Stoney 公式 [49] 确定

$$\sigma_f = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \gamma_s) t_f} \left(\frac{1}{R_f} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (7)$$

式中 R_0 , R_f 分别是薄膜沉积前后圆形基体的曲率半径.

利用上述两种方法可以在位测量薄膜生长过程中残余应力的演化过程. 但是, 这两种方法只能测量薄膜的平均应力和应变, 仅限于热膨胀或基体和薄膜的生长失配. 当残余应力较小时, 这种方法会带来较大误差 [20]. 由于这种双层结构在 MEMS 中大量存在, 不断有人对上述公式做进一步的发展 [50] 或建立新的模型 [51].

4 拉伸实验

拉伸实验是测量材料弹性模量、泊松比、屈服强度和断裂强度最直接的方法, 测试结果比弯曲实验可靠. 目前, 对典型的微尺度拉伸试样, 假定有效标距的长度约为 1 mm, 厚度为几微米, 所需拉力小于 1 N, 弹性变形一般在 (1~5) μm , 断裂变形一般低于 20 μm [9,52]. 虽然拉伸实验的数据容易解释, 但是由于试样尺寸小, 传统的拉伸测试设备在诸多方面不能满足要求, 如

载荷和位移测量分辨率以及试样的制作、对中、夹持、保护等。宏观拉伸实验中原来可忽略的因素，在微拉伸中可能成为影响实验结果的主要因素。这就迫切需要设计出能满足上述要求的微拉伸实验系统。

目前，主要有 3 种发展趋势：(1) 沿用传统单轴拉伸的方法（称传统拉伸方法），主要解决测试分辨率和试样的安装等问题；(2) 利用微加工技术把试样做成特殊结构，然后将其它形式的作用转化成拉力（称转化拉伸方法）；(3) 利用微加工技术把驱动和试样集成在同一芯片上（称集成拉伸方法）。关于传统拉伸方法的研究进展，请详见文献 [53]。为了便于本文的完整，这里做简要介绍。

4.1 传统拉伸方法

传统拉伸实验装置主要由 5 部分组成：驱动器、力传感器、位移传感器、机械框架和夹具。对于微拉伸实验来说，这 5 部分必须和微试样相匹配。

4.1.1 驱动方式

马达驱动是一种简单的驱动方式 [55,56]。如果采用线性马达作驱动 [54]，载荷较为连续，但中途无法停止。如果采用步进马达作驱动，载荷呈台阶状，但中途可以停止。

目前，利用压电原理 [52,57~65] 作驱动的较多。主要用计算机编程控制压电单元释放位移，从而带动夹头运动，但压电单元中有蠕变、滞后和非线性等问题，至今未能很好地解决 [62]。

电磁驱动是一种较为理想的驱动方式。它具有很好的线性、低滞后性、无摩擦、能直接进行精确控制等特点。运动的磁铁或线圈相对于结构具有很小的惯性，在磁力作用下能实现沿轴向自动对中，从而消除沿横向的力，同时也能降低振动。在得到电磁力与电流的线性关系后，就可通过施加变化电流，控制力的大小，从而克服微拉伸装置中微小力的测量困难 [66,67]。丁建宁等人的拉伸装置采用载流线圈驱动磁铁运动的动磁驱动方式。利用磁力驱动拉杆，对试样施加拉伸载荷。驱动力的大小受磁场梯度的控制，而磁场梯度取决于电流的大小，因此可实现精确控制，使得磁场梯度和驱动力与线圈激励电流呈线性关系 [67]。张泰华和杨业敏共同研制的拉伸装置采用磁场驱动载流线圈运动的动圈驱动方式，并能通过控制电流波形，实现单调拉伸、拉拉疲劳和其它复杂加载方式。

4.1.2 载荷测量

对线性或步进马达、压电式激励器等驱动方式，载荷大小需经力传感器测量。目前，已有量程为 0.2N 的商品化力传感器，一般用标准砝码标定传感器的精度 [9]，分辨率约为 1mN。

Mazza 等 [64,65] 的拉伸装置的载荷测量非常巧妙。他们用计算机通过压电控制器去控制压电单元产生拉力，载荷大小用电子分析天平测量。该天平的最大量程为 12N，分辨率为 10 μ N。电子分析天平可以看成是一种电磁力平衡式称重传感器，它是利用电磁力平衡重力原理制成的。当加上或卸除载荷时，称盘位置发生变化，从而带动线圈移动，位移传感器将此位置改变转化为电信号，经 PID(比例 - 积分 - 微分) 调节器、放大器后，以电流形式反馈到线圈中，使电磁力与被称物体的重力相平衡，称盘恢复到接近原来的平衡位置。因此，反馈电流与被称体的重量成正比关系，只要测出该反馈电流，就可知道被称物体重量的大小。

Mazza 等仅仅把电子分析天平作为力传感器使用，而没有赋予它驱动功能。张泰华和杨业敏设计的拉伸装置的驱动和载荷测量是合二为一的。具体原理为：载流线圈在恒定磁场中受到的电磁力为 $F = kIBL$ (I 为电流强度， B 为磁场强度， L 为线圈长度， k 为与磁场和线圈结构相关的常数)。对这种电磁驱动方式，经合理设计后可保证电流和载荷具有很好的线性度。

目前, 我们设计装置的电压和砝码重量拟合曲线的线性度达 0.99951. 这种方法能直接提供高分辨率的载荷. 如 MTS 公司生产的 Nano Indenter XP 的 DCM 配件的载荷分辨率为 1 nN (量程 10 mN, 驱动方式为载流线圈在磁场中受力)^[12,13].

4.1.3 位移测量

双视场标记法 Ogawa^[54] 为了测量位移, 事先在试样表面上沉积两个厚为 50 nm 的氧化铬标记点, 再用高放大倍数光学显微镜观察试样的变形. 由于视场较小, 他设计了双视场的光学显微镜, 通过在两个视场中分别观察各自标记点的运动, 最终测量出两标记点之间的位移. 这种方法可以达到 1 μm 的分辨率或更高一些.

干涉应变计标记法^[57~60] Sharpe 等^[57] 采用干涉应变计 (interferometric strain/displacement gauge, ISDG) 测量位移. 他制作多晶硅试样, 有效标距段部分的宽为 600 μm , 厚为 3.5 μm . 事先在有效标距段内沉积厚为 0.5 μm , 宽为 20 μm 的两条金线, 金线之间的间距为 300 μm . 在激光 (波长 632.8 nm) 照射下, 从带有斜度的两条金线边缘反射的光经干涉后, 可得到较清晰的干涉条纹. 两金线之间的位移测量分辨率可到 1 μm . 如果再沿试样长度方向沉积两条平行金线, 就可测量试样的泊松比. Taechung 等^[60] 也借鉴此方法进行位移测量.

光纤法^[66,67] 丁建宁等采用基于改变反射面和光纤端面之间距离的反射光强调制型传感器, 以动卡头的表面作为反射面. 为提高反射效果, 在反射面上安装一微镜. 在恒温条件下, 其测量分辨率为 50 nm.

平板电容法 电容法能达到很高的位移分辨率, 如 MTS 公司生产的 Nano Indenter XP 中的 DCM 配件能在 2 mm 范围内分辨 1 nm 以下的位移, 测量方式为平板电容^[12,13].

以上这些方法均是平均位移的测量, 而散斑法是全场位移的测量. Read 等^[52,61,62] 采用电子散斑干涉法 (electronic speckle pattern interferometry, ESPI) 测长 1000 μm , 宽 250 μm , 厚 1 μm 的铜膜在拉伸下的面内位移. 使用的激光波长 632.8 nm. 散斑图像经装有 CCD 的光学显微镜和 12 bits 的数据采集系统放大记录下来. 散斑法是一种无接触的全场测量方法. 所需设备简单, 仅需一些简单的光学器具、一台激光器、数字相机和计算机等.

标记法是直接将标记制作在试样的有效标距段内, 测量值直接为试样的位移, 但试样制作复杂. 光纤传感器有较高的分辨率, 但在使用前必须进行标定, 需要通过实验建立传感器输入量和输出量之间的关系, 并确定出使用条件下的误差, 所测位移必须考虑扣除夹头等机构的位移变化. 散斑干涉法, 无需在试样上作任何标记, 并且能达到亚微米的分辨率, 测量结果为试样本身的全场位移.

4.1.4 机械框架

从装置整体结构上看, 对于位移测量, 有 2 种解决方案: (1) 直接测量试样有效标距内的平均或全场位移, 这种方案多采用在位的非接触式光学测量方法, 见文献 [52,54,57~65], 不需要考虑测量系统的刚度或柔度, 但结构相对比较复杂. (2) 沿用传统材料试验机的设计思想, 位移和力传感器耦合在一个框架内, 结构紧凑, 操作方便, 但系统的刚度或柔度需事先标定.

对某些局部结构, 如可移动夹具和力传感器之间应该使用空气轴承式的作动杆, 这样可以减小摩擦. Sharpe 等^[57] 的拉伸实验装置采用此类作动杆.

4.1.5 试样的制作、对中和夹持

试样制作 由于试样的特征尺寸在微米量级, 一般在加工时应注意: (1) 应将试样制作在保护性框架内或基体上, 避免试样在安装时被损坏; (2) 试样被夹具夹持的面积应远大于试样的横截面积, 这样便于夹持, 避免了应力集中, 并能在拉伸时提供足够大的剪切力, 以保证夹具

和试样之间无滑动。

试样对中 一般说来, 试样需在光学显微镜下装配, 靠显微镜视场中的十字标记对中。

试样夹持 夹持一个特征尺寸在微米量级的微小试样可能是微拉伸实验中最具挑战性的任务^[59]。未对中 (misalignments) 等引起的微小偏差将会导致试样大的扭曲变形, 另外夹具也很容易损坏试样。

(1) 胶粘固定 如 Wan Suwito 和 Read^[61] 的试样装配采用此方式。具体做法如下: 在所有的测量部件被校准以后, 带有保护性框架的试样被放置在静夹具平台上, 并利用光学显微镜调整位置, 确保试样对中。先滴少量的胶在静平台上, 由于毛细效应, 试样框架被粘在静夹具平台上。然后, 用同样的方法将试样另一端粘在动夹具平台上。粘好后, 用带有金刚石毛刺的高速涡轮牙科车刀将试样两边的保护性框架切掉, 最后只剩下待测试样连接在动静平台上。

(2) 机械夹持 如 Ogawa 等^[54] 用此方法夹持试样。带有硅保护框架的试样靠螺钉和平板夹在动夹具上, 另一端用带有微米精度定位台的夹具夹上, 最后把试样和硅保护性框相连的 4 个微梁切断, 实验的有效标距段就被释放出来。

(3) 静电夹持 Tsuchiya 等^[55,56] 设计的夹持工具最巧妙。试样是用表面微加工技术制作成的多晶硅悬臂梁, 自由端较大, 便于夹持; 另一端键合在硅片上。整个试样放在高精度定位平台上。首先, 在与试样接触的探针表面处涂上绝缘膜。其次, 用探针与电源的正极相连, 带正电; 试样和硅片与负极相连, 带负电。调节电源电压, 静电力控制在保证拉伸过程中探针和试样之间无滑动。在扫描电镜观察下, 高精度的定位平台和静电夹具配合使用, 以保证试样的对中。接着, 用步进马达带动微探针, 直至拉断。最后, 电路中的电源反接, 探针和硅片分别带负电荷和正电荷, 这样被拉断试样和探针均带负电荷, 彼此相斥分离。在上述的 3 种办法中, 静电夹持方法操作简单, 是一种较为理想的方法。目前, 已被广泛应用。

综上所述, 目前传统拉伸实验方法大致可分成:

- (1) 驱动方式 线性或步进马达、压电激励器、电磁力。
- (2) 载荷测量 力传感器和测量电流。
- (3) 位移测量 平均位移测量 (光学显微镜、干涉应变计法、光纤法、电容法), 全场位移测量 (散斑干涉)。
- (4) 系统结构 是否需要标定系统结构的柔度或刚度。

4.1.6 实验结果

表 1 是典型微拉伸实验的总结, 包括驱动方式、力和位移测量、试样制作和夹持、实验结果等。

表 1 拉伸实验方法和结果

测量方法		试 样			实验结果					
文献	驱动方式	载荷测量	位移测量	夹持方式	材料	工艺	厚度 / μm	晶粒 / μm	弹性模量 /GPa	断裂强度 /GPa
[56, 57]	步进马达	应变计	应变计	静电	n/P	LPCVD	1.8/2.4	0.3/0.3	163/167	2.0~2.7/2.0~2.8
[58]	压电	力传感器	ISDG	胶粘 / 静电	P	LPCVD	3.5	0.1~0.9	170.0±6.7	1.21±0.16
[67, 68]	电磁	测量电流	光纤	胶粘	n	LPCVD	2.4	0.2	164.0±1.2	1.36±0.14
[61]	压电	力传感器	ISDG	机械	硅 (110)	LPCVD	2~5		169.2±3.5	0.6~1.2
[62]	压电	力传感器	散斑干涉	胶粘	硅 (110)	外延	15		166	1.21
[55]	线性马达	力传感器	光学显微镜	机械	Ti/Al	电磁溅射	0.5/1.0			1.06/0.15
[66]	压电	电子天平	光学显微镜		Ni-Fe	LIGA	20	0.03	202	0.78

多晶硅是目前 MEMS 中最重要的材料之一, 常用于表面微加工器件中的结构层。其薄膜材

料是主要通过沉积工艺得到的,而不是从体材料中截取的.因此,工艺条件决定着材料特性.要客观比较不同测试方法和各种工艺得到多晶硅薄膜的实验数据,相当困难^[9].从上述可以看出,实验的方法和试样的准备都会影响实验结果,各实验结果缺乏可比性.为了克服上述困难,常采用同一工艺制作试样而用不同实验方法进行实验,即为 round-robin 实验.

为了比较不同测试方法得到的多晶硅结果,美国 4 个研究小组共同参与了多晶硅的 round-robin 实验^[68],他们分别是 Sharpe(Johns Hopkins University), Brown(the Failure Analysis Association), Johnson (University of California, Berkeley) 和 Knauss(California Institute of Technology).具体结果见表 2.从表 2 可以看出,实验结果有一定的差异.

表 2 多晶硅循环实验结果

	UCB	Caltech	FAA	Hopkins	Hopkins
加载方式	弯曲	拉伸	弯曲	拉伸	拉伸
试样厚度	1.9	1.9	2.0	1.5	3.5
实验数目	90	3	12	19	14
模量	174±20	132	137±5	136±14	142±25
断裂强度	2.8±0.5		2.7±0.2	1.3±0.2	1.3±0.1

目前,微构件的力学性能测试尚未形成统一的实验标准和规范,各种方法得到的微构件力学特性参数有一定的差异,这除了与微构件的制造工艺有关外,可能还与实验误差和微构件固有的一些特性相关.

4.2 转换拉伸法

从上面分析可知,要测量微力和微位移,对加载装置、试样的制作和安装均有较高的要求.目前,将微力和微位移的测量转换或放大,也成为一种发展趋势. Guckel^[69,70]最早提出的环形结构具有代表性,并在此基础上作了大量工作.这种结构通过对图 8 所示耳结 (tie) 施加压或拉力,环中间的梁或膜将受拉或压力,试样具体尺寸为 $2R = 63 \mu\text{m}$, $b_r = 6 \mu\text{m}$, $b_b = 4 \mu\text{m}$,厚 $h = 0.6 \mu\text{m}$.这种结构的缺点为测量灵敏度随环几何尺寸如环半径等非线性变化^[71].

有效的拉伸测试方法,试样应该和加载方向保持一致,这对断裂强度的测量特别重要.否则,会引起试样的附加弯曲,导致试样过早的断裂. Yoshioka 等^[72]尝试着解决这个问题,把试样和辅助结构集成在一起,见图 9.这个结构由一载荷杠杆和两个扭转棒组成.扭转棒的作用是辅助载荷杠杆将外力转化成作用在试样上的拉力.结构设计时考虑如下问题:扭转棒扭转刚度尽量小,以保障拉力测试精度;弯曲刚度尽量大,保障单轴拉伸状态和微力测量精度;扭转棒下的支撑轴设计成为刀口状,阻止扭转棒的垂直偏折.实验时,压针垂直作用在载荷杠杆上,载荷杠杆绕扭转棒轴线旋转,从而水平拉伸试样.这样做,解决了试样的对中和夹持问题,但测量

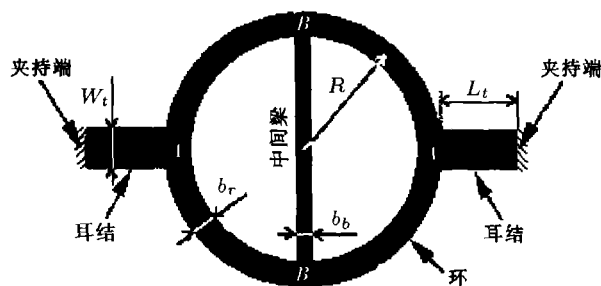


图 8 微铝环的结构示意图^[71]

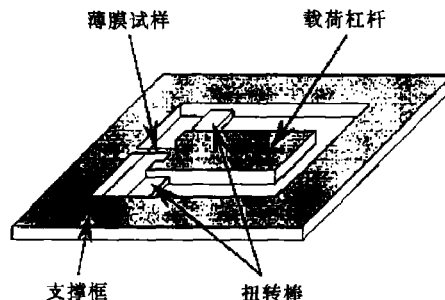


图 9 Yoshioka 等的试样^[72]

数据中也包含了附加结构的影响. 应该把载荷杠杆和扭转棒的影响量化, 并从实验数据中扣除其影响. 具体结果为, SiO_2 和 Si_3N_4 试样做在 15 mm^2 的硅片上, 尺寸为 $105\ \mu\text{m} \times 46\ \mu\text{m} \times 2.3\ \mu\text{m}$ 和 $104\ \mu\text{m} \times 46\ \mu\text{m} \times 0.1\ \mu\text{m}$, 拉伸模量为 $74\ \text{GPa}$ 和 $370\ \text{GPa}$, 断裂应变为 2.5% 和 3.8% .

另外, 还有人将结构设计成把应力转换成试样位移^[73,74], 把应变转换成容易测量的角度^[75,76]的结构.

4.3 集成拉伸法

集成拉伸法是一种利用微加工技术将试样和致动器等集成在同一器件内的新方法. 可通过变化驱动信号, 实现试样的拉伸等实验. Saif 等^[77] 利用微加工技术将拉伸试样、致动器、校准棒等耦合在一个 MEMS 系统内, 见图 10(a), 图 10(b). 这种方法可以避免传统拉伸方法中的诸如试样夹持、对中和损伤等问题. 但是, 试样设计困难, 梳齿驱动难以提供足够的拉力, 载荷和位移的标定复杂.

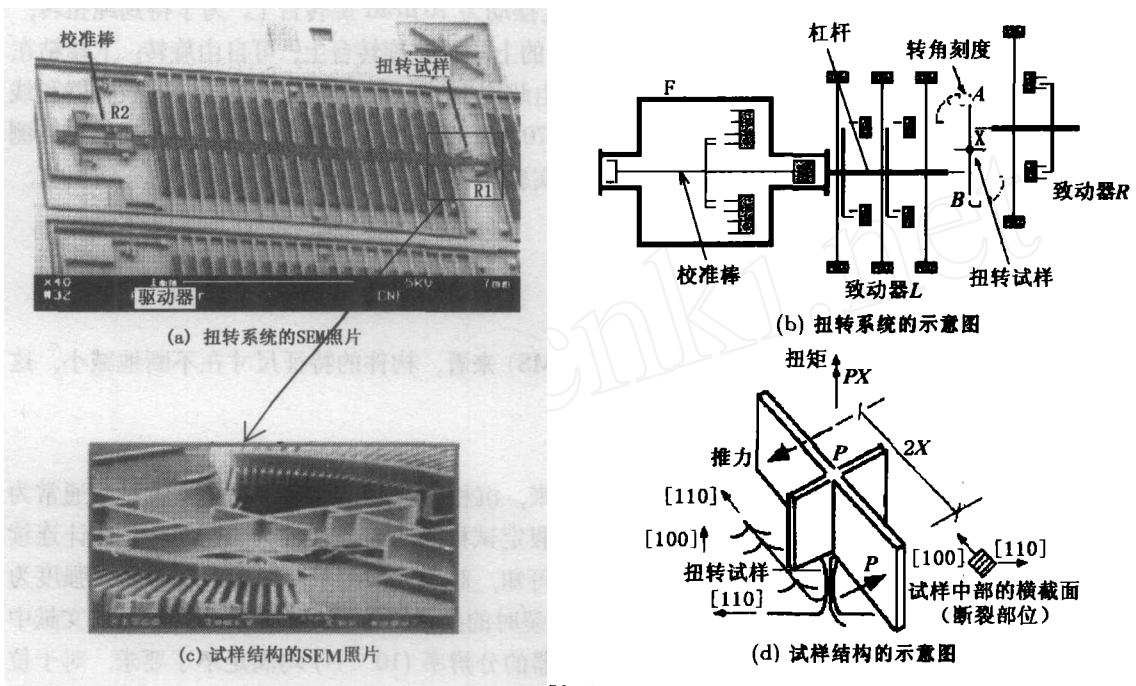


图 10

5 扭转实验

作用于微结构的载荷方式不仅有压痕、弯曲和拉伸, 扭转也是一种重要的方式. 由于面临诸如需要测量扭矩和旋转角、试样的夹持和对中等困难, 这方面的工作一直较少.

Saif^[77] 利用微加工技术将扭转试样、致动器、校准棒等耦合在一个 MEMS 系统内, 见图 10(a) 和图 10(b). 驱动力由两个致动器 (actuator L, R) 提供, 致动器由梳齿组成, 驱动力与所加电压的关系为 $F = \beta V^2$. 实验时, 两致动器的触针对称推动与扭转试样相连的杠杆作扭转运动, 见图 10(c) 和图 10(d). 通过测量扭转杠杆的扭矩和旋转角度, 就可得到试样的扭转力学性能. 试样为单晶硅材料, 横截面为矩形, 尺寸为 $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ 和 $1.5\ \mu\text{m} \times 1.6\ \mu\text{m}$, 最大剪应力分别为 $5.65\ \text{GPa}$, $2.63\ \text{GPa}$, 最大不确定度分别为 38% , 55% . 这种方法成功地解决了试样的夹持和对中等问题, 但是驱动力需要单独标定, 结构和试样的小尺寸影响测试结果.

进行扭转实验时, 需要提供扭转驱动力, 并需测量扭矩和旋转角度. 图 11 是 Schiltges 等^[78] 研制的扭转装置示意图. 试样粘在夹具上, 并与扭矩传感器的轴线保持一致. 测量范围 $\pm 280\ \mu\text{N}\cdot\text{m}$,

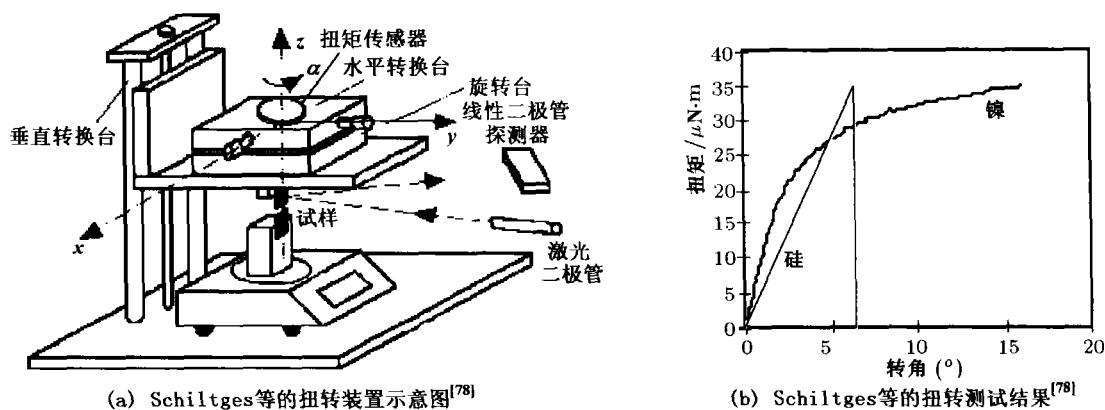


图 11

分辨率 $0.3 \mu\text{N}\cdot\text{m}$. 它固定在分辨率为 0.001° 和最大摆动为 $70 \mu\text{rad}$ 旋转台上. 为了得到纯扭转, 尽量对中试样和降低摆动, 以减小弯曲应力. 试样的上端粘在旋转台上, 可自由旋转; 下端粘在分辨率为 $10 \mu\text{N}$ 的天平上, 胶干后产生的拉应力由此测出. 实际旋转角度由 He-Ne 激光器和线光电二极管探测器组成的系统测量. 线探测器在 70mm 范围内的分辨率为 $50 \mu\text{m}$. 试样和探测器的距离为 100mm , 角度分辨率为 0.03° . 根据实验结果和有限元分析得到试样的剪切模量, 测试结果也不理想.

6 发展需求

从目前的发展趋势尤其纳电子机械系统 (NEMS) 来看, 构件的特征尺寸在不断地减小, 这就对实验系统提出新的要求.

(1) 提高实验装置的载荷和位移测量分辨率

下面以单轴拉伸实验为例进行说明. 一般说来, 沉积的金属薄膜为多晶, 晶粒尺寸通常为 10^1nm ; 单晶体如单晶硅晶格常数为 10^{-1}nm . 假定试样最小特征尺寸为 10^2nm , 估计连续介质力学仍然适用. 由上述相关文献的实验结果可知, 对于力的测量, 金属的拉伸断裂强度为 $(10^{-1} \sim 10^0) \text{GPa}$. 假设试样截面积为 10^5nm^2 , 断裂时的拉力则为 $(10^{-5} \sim 10^{-4}) \text{N}$. 上述文献中的所有以马达或压电式激励器提供载荷的力传感器的分辨率 (10^{-3}N) 均满足不了要求. 对于位移测量, 假定典型试样的有效标距为 1mm , 拉伸断裂变形在 0.01 以下, $1 \mu\text{m}$ 的分辨率略显不足. 在这些装置中^[52,54~63], 由于工作原理的限制, 载荷和位移的分辨率很难突破 10^{-3}N 和 10^{-7}m . 要想适应 MEMS/NEMS 和新材料如碳纳米管的发展需要, 必须根据新原理去设计微拉伸装置. 目前, 使用电磁驱动和电容或光纤测位移的原理设计的拉伸装置有望满足未来的发展需求.

(2) 实现非接触式测量

光学干涉法可以实现非接触式、实时、高分辨率、全场、动静态的位移测量, 避免了试样的损伤, 提高了测试的可靠性. 它正越来越多地被应用于 MEMS 材料的微尺度力学性能测试, 如利用迈克尔逊干涉法^[32~39,46] 和多普勒干涉法^[45] 进行微构件的离面测量, 散斑干涉^[52,61,62] 进行微构件的面内测量.

(3) 进行在位观察

显微观察技术近年来发展很快, 如各种光学显微镜、扫描电子显微镜 (SEM)、透射电子显微镜 (TEM)、原子力显微镜 (AFM), 可获得微米尺度到原子尺度的分辨率. 人们正在探索实现

加载和观察技术结合的方法。例如,在 SEM 真空腔中进行拉伸断裂实验,可以实时在位观察,避免了断口的污染和氧化。然而,困难在于如何将复杂的加载装置和 SEM 有机地结合起来。Tsuchiya 等^[55,56]进行了这方面的探索,设计了静电夹具,用应变片测量拉力和应变,所以加载装置设计紧凑,但测试精度不高。

目前, MEMS 材料力学性能的测试方法多种多样,人们在探索新原理和新方法的同时,期待着测试方法的标准化和测试数据的共享。MEMS 技术的发展为材料微尺度力学的研究提出了许多挑战。这项新技术推动了微尺度力学性能检测水平的提高,检测技术的提高又极大地促进了 MEMS 技术的发展。

参 考 文 献

- 1 Ho C M, Tai Y C. Micro-electro-mechanical systems (MEMS) and fluid flows. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 1998, 30: 579~612 [中译文: 微电子机械系统和流体流动. *力学进展*, 1998, 28(2): 250~272]
- 2 郑哲敏. 《机械强度》微电子机械系统 (MEMS) 专辑序言. *机械强度*, 2001, 23(4): 封 2
- 3 丁衡高. 微系统与微米 / 纳米技术及其发展. 见: 第四届全国微米 / 纳米技术学术会议. 上海, 2000. 1~6
- 4 梅涛, 孔德义, 张培强, 伍小平. MEMS 力学特性与尺度效应. *机械强度*, 2001, 23(4): 373~379
- 5 温诗铸, 丁建宁. 微型机械设计基础研究. *机械工程学报*, 2000, 36(7): 39~42
- 6 孙克豪, 钱劲, 张立宪, 余同希, 赵亚溥. MEMS 器件的计算机辅助设计与模拟. *机械强度*, 2001, 23(4): 488~494
- 7 赵亚溥, 王立森, 孙克豪. Tabor 数、粘着数与微尺度粘着弹性接触理论. *力学进展*, 2000, 30(4): 529~537
- 8 Zhao Y P, Yu T X. Failure modes of MEMS and microscale adhesive contact theory. *Int J Nonl Sci Num Simu*, 2000, 1: 361~371
- 9 Taechung Yi, Chang-Jin Kim. Measurement of mechanical properties for MEMS materials. *Meas Sci Technol*, 1999, 10: 706~716
- 10 傅敏, 王会才, 洪友士. 微米 / 纳米尺度的材料力学性能测试. *力学进展*, 2000, 30(3): 391~399
- 11 陈隆庆, 赵明皓, 张统一. 薄膜的力学测试技术. *机械强度*, 2001, 23(4): 413~429
- 12 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应. *力学进展*, 2002, 32(3): 349~364
- 13 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度计及其在微机电系统中的应用. *现代科学仪器*, 2002, 1: 32~37
- 14 Weihs T P, Hong J C, Bravman, Nix W D. Mechanical deflection of cantilever microbeams: A new technique for testing the mechanical properties of thin films. *Journal of Materials Research*, 1988, 3(5): 931~942
- 15 丁建宁, 孟永纲, 温诗铸. 纳米硬度计研究多晶硅微悬臂梁的弹性模量. *仪器仪表学报*. 2000, 22(2): 186~189
- 16 Christophe S, Alejandro P R, Albert R R, et al. Test microstructures for measurement of SiC thin film mechanical properties. *J Micromech Microeng*, 1999, 9: 190~193
- 17 Komai K, Minoshima K, Inoue S. Fracture and fatigue behavior of single crystal silicon microelements and nanoscopic AFM damage evaluation. *Microsystem Technologies*, 1998, 5: 30~37
- 18 Johansson S, Schweitz J-Å, Tenerz L, et al. Fracture testing of silicon microelements in situ in a scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 1988, 63: 4799~4803
- 19 Burdess J S, Harris A J, Wood D, et al. The structural characteristics of microengineered bridges. *Journal of Mechanics Engineering Solid*, 1999, 214: 351~357
- 20 宿彦京. 薄膜力学行为研究: [博士学位论文]. 北京: 北京科技大学, 2000, 4-5: 7~9
- 21 Jones P T, Johnson G C, Howe R T. Micromechanical structures for fracture testing of brittle thin films. In: Proceeding MEMS, DSC-Volume 59, ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Atlanta, GA, 1996-11-17~22. ASME Press. 1996. 325~330
- 22 Wilson C J, Beck P A. Fracture testing of bulk silicon microcantilever beam subjected to a side load. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1996, 5: 142~150
- 23 Beams J W, et al. Structure and Properties of Thin Films. In: Neugebauer C A, eds. New York: Wiley & Sons, 1959. 183~192
- 24 Small M K, Nix W D. Analysis of the accuracy of the bulge test in determining the mechanical properties of thin films. *Journal of Materials Research*, 1996, 7(6): 1553~1563
- 25 Dudderar T D, Koch R B. Properties of electrodeposits. In: Sard R, eds. Princeton: The electrochemical Society, 1975. 187~213

- 26 Pan J Y, Lin P, Maseeh F, et al. Verification of FEM analysis of load-deflection methods for measuring mechanical properties of thin films. In: IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop, Hilton Head Island, South Carolina, USA 1990-06-04~07. UK: Elsevier. 1990. 70~77
- 27 Vlassak J J, Nix W D. A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films. *Journal of Materials Research*, 1992, 7(12): 3242~3249
- 28 Maier-Schneider D, Maibach J, Obermeier E. Variations in Young's modulus and intrinsic stress of LPCVD-polysilicon due to high-temperature annealing. *J Micromech Microeng*, 1995, 5: 121~124
- 29 Schneider D M, Koprululu A, Ballhausen H D, et al. Elastic properties and microstructure of LPCVD polysilicon films. *J Micromech Microeng*, 1996, 6: 436~446
- 30 Zheng D W, Xu Y H, Tsai Y P, et al. Mechanical property measurement of thin polymeric-low dielectric-constant films using bulge testing method. *Applied Physics Letters*, 2000, 76(15): 2008~2010
- 31 Ei Ji Makino, Takayuki Shibata, Kazuhiro Kato. Dynamic thermo-mechanical properties of evaporated TiNi shape memory thin film. *Sensors and Actuators*, 1999, 78: 163~167
- 32 de Boer M P, Tabbara M R, Dugger M, et al. Measuring and Modeling Electrostatic Adhesion in Micromachines. In: 1997 International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Chicago, IL, USA. 1997-06-16~19. 1997, 1: 229~232
- 33 Jensen B D, de Boer M P, Samuel L. IMAp: interferometry for material property measurement in MEMS. In: Modeling and Simulation of Microsystems, San Juan, Puerto Rico, 1999-04-19~21. 1999. 206~209
- 34 de Boer M P, Jensen B D, Fernando Bitsie. A small area in-situ MEMS test structure to measure fracture strength by electrostatic probing. In: Micromachining and Microfabrication Conference, Materials and Device Characterization in Micromachining, SPIE Vol. 3875, Santa Clara, CA, 1999- 09-20~22. 1999
- 35 de Boer M P, Michalske T A. Accurate method for determining adhesion of cantilever beams. *Journal of Applied Physics*, 1999, 86(2): 817~827
- 36 de Boer M P, Clews P J, Smith B K. Adhesion of polysilicon microbeams in controlled humidity ambients. In: Materials Research Society Proceedings, Symposium on Microelectromechanical Structures for Materials Research, San Francisco, CA, 1998-04-15~16. 1998, 518: 131~136
- 37 Tanner D M, Walraven, Irwin L W, et al. The Effect of humidity on the reliability of a surface micromachined microengine. In: Proc. of IEEE International Reliability Physics Symposium, San San Diego. 1999-04-10~13. 1999. 189~197
- 38 de Boer M P, Knapp J A, Redmond J M. Adhesion, adhesion hysteresis and friction in MEMS under controlled humidity ambients. In: The ASME IMECE conference ,Symposium on Microscale Mechanics of Materials and Structures, Anaheim, CA, 1998-11
- 39 de Boer M P, Redmond J M, Michalske T A. A hinged-pad test structure for sliding friction measurement in micromachining. In:The SPIE Proceedings, Materials and Device Characterization in Micromachining, Santa Clara, CA, 1998-12. 1998. 241~250
- 40 Ballarini R, Mullern R L, Kahn H, et al. The fracture toughness of polysilicon microdevices. In: Materials Research Society Proceedings, Symposium on Microelectromechanical Structures for Materials Research, San Francisco, CA, 1998-04-15~16. 1998, 518: 137~142
- 41 Van Arsdell W, Brown S B. Crack growth in polysilicon MEMS. In: Liwei Lin, eds. Micro-Electro-Mechanical System (MEMS), DSC-Volume 66, 1998 ASME Int. Mechanical Engineering Congress and Exposition, Anaheim, CA, 1998-11-15~20. New York: The American society of mechanical engineers. 1998. 267~272
- 42 Petersen K E, Guarnieri C R. Young's modulus measurements of thin films using micromechanics. *Journal of Applied Physics*, 1979, 50(11): 6761~6766
- 43 Putty M W, Chang S C, Howe R T, et al. One-port active polysilicon resonant microstructures. In: IEEE micro electromechanical systems, Salt Lake City, Utah, 1989-02-20~22. 1989. 60~65
- 44 Hok K, Gustaffson K. Vibration analysis of micromechanical elements. *Sensors and Actuators*, 1985, 8: 235~243
- 45 Mazza E, Abel S, Dual J. Experimental determination of mechanical properties of Ni and Ni-Fe microbars. *Microsystem Technologies*, 1996, 2: 197~202
- 46 John J Y G, Ngo L V, Nelson P R, et al. Elimination of extra spring effect at the step-up anchor of surface-micromachined structure. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1998, 7(1): 114~121

- 47 Roy S, Furukawa S, Mehregany M. Determination of Young's modulus and residual stress of electroless nickel using test structures fabricated in a new surface micromachining process. *Microsystem Technologies*, 1996, 2: 92~96
- 48 Campbell D S, et al. Handbook of Thin Film Technology. New York: McGraw-Hill, 1970. 123
- 49 Stoney G G. *Proceedings of the Royal Society*. 1909, A82: 172~178
- 50 Freund L B, Floro J A, Chason E. Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates or large deformations. *Applied Physics Letters*, 1999, 74(14): 1987~1989
- 51 Fang W, Wickert J A. Comments on measuring thin-film stress using bi-layer micromachined beams. *J Micromech Microeng*, 1995, 5: 276~281
- 52 Read D T. Young's modulus of thin films by speckle interferometry. *Meas Sci Technol*, 1998, 9: 676~685
- 53 张泰华, 杨业敏, 赵亚溥等. 微型材料的拉伸测试方法研究. *机械强度*, 2001, 23(4): 430~436
- 54 Ogawa H, Suzuki S, Kaneko S, et al. Tensile testing of microfabricated thin films. *Microsystem Technologies*, 1997, 3: 117~121
- 55 Tsuchiya T, Tabato O, Sakata J, Taga Y. Specimen size effect on tension strength of surface-micromachined polycrystalline silicon thin films. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1998, 7(1): 106~113
- 56 Tsuchiya T, Inoue A, Sakata J. Tensile testing of insulating thin films; humidity effect on tensile strength of SiO₂ films. *Sensors and Actuators*, 2000, 82: 286~290
- 57 Sharpe W N, Yuan B, Edwards R L. A new technique for measuring the mechanical properties of thin films. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1997, 6(3): 193~198
- 58 Sharpe W N, Turner K T, Edwards R L. Tensile testing of polysilicon. *Experimental Mechanics*, 1999, 39(3): 162~170
- 59 LaVan D A, Sharpe W N. Tensile testing of microsamples. *Experimental Mechanics*, 1999, 39(3): 210~216
- 60 Taechung Y, Kim C J. Microscale material testing: etchant effect on the tensile strength. In: Int. Conf. Solid-State Sensor and Actuators, Sendai, 1999. 518~521
- 61 Wan Suwito, Martin L D, Cunningham S J, Read R T. Elastic moduli, strength, and fracture initiation at sharp notches in etched single crystal silic on microstructures. *Journal of Applied Physics*, 1999, 85: 3519~3543
- 62 Read D T. Piezo-actuated microtensile test apparatus. *J Testing and Evaluation*, 1998, 26: 255~259
- 63 Staffan G, Fredric E, Stefan J, et al. Mechanical characterization of thick polysilicon films: Young's modulus and fracture strength evaluated with microstructures. *J of Micromech Microeng*, 1999, 9: 245~251
- 64 Mazza E, Danuser G, Dual J. Light optical deformation measurements in microbars with nanometer resolution. *Microsystem Technologies*, 1996, 2(2): 83~91
- 65 Mazza E, Abel S, Dual J. Experimental determination of mechanical properties of Ni and Ni-Fe microbars. *Microsystem Technologies*, 1996, 2: 197~202
- 66 丁建宁, 孟永刚, 温诗铸. Magnet-coil force actuator for microtensile test device. *仪器仪表学报*, 2000, 21: 440~447
- 67 丁建宁, 孟永刚, 温诗铸. 微结构和尺寸约束下多晶硅微机械构件拉伸强度的尺寸效应. *科学通报*, 2001, 46(5): 436~440
- 68 Sharpe W J, Brown S, Johnson G, et al. Round-robin tests for modulus and strength of polysilicon. In: Proceeding of Microelectromechanical Structures for Materials Research, Vol. 518, Materials Research Society Spring Meeting, San Francisco, CA, 1998. 57~65
- 69 Guckel H, Randazzo T, Burns D W. A simple technique for the determination of mechanical strain in thin films with application to polysilicon. *Journal of Applied Physics*, 1985, 57: 1671~1675
- 70 Guckel H, Burns D, Rutigliano C, et al. Diagnostic microstructures for the measurement of intrinsic strain in thin films. *J Micromech Microeng*, 1992, 2: 86~95
- 71 Boutry M, Bosseboeuf A, Grandchamp J P, et al. Finite-element method analysis of freestanding microrings for thin-film tensile strain measurements. *J Micromech Microeng*, 1997, 7: 280~284
- 72 Tetsuo Yoshioka, Taeko Ando, Mitsuhiro Shikida, et al. Tensile testing of SiO₂ and Si₃N₄ films carried out on a silicon chip. *Sensors and Actuators*, 2000(82): 291~296
- 73 Mark G A, Mehregany M, Roger T H, et al. Microfabricated structure for the in-situ measurement of residual stress, Young's Modulus, and ultimate strain of thin films. *Applied Physics Letter*, 1987, 51: 241~243
- 74 Goosen J F L, Drienuhuizen B P, French P J, et al. Stress measurement structures for micromachined sensors. In: Tech. Dig. 7th Int. Conf. On Solid State Sensors and Actuators, Transducers, Yokohama, Japan, June 7-10, 1993. 783~786

- 75 Elbrechty L, Storm U, Catanescu R, et al. Comparison of stress measurement techniques in surface micromachining. *J Micromech Microeng*, 1997, 7: 151~154
- 76 Zhang X, Zhang T Y, Zohar Y. Measurement of residual stresses in thin films using micro-rotating-structures. *Thin Solid Films*, 1998, 335: 97~105
- 77 Saif M T A, MacDonald N C. Microinstruments for submicron material studies. *Journal of Materials Research*, 1998, 13: 3353~3356
- 78 Schiltges G, Gsell D, Dual J. Torsional tests on microstructures: two methods to determine shear-moduli. *Microsystem Technologies*, 1998, 5: 22~29

MEASUREMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF MEMS MATERIALS*

Zhang Taihua Yang Yemin Zhao Yapu Bai Yilong

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

Abstract The rapid developments of Microelectromechanical systems (MEMS) promote studies on testing microscale mechanical properties for their materials. Firstly, recent methods for testing microscale mechanical properties are summarized, based on four distinct types of tests, nanoindentation/scratch, beam and film bend, tension, and torsion. The integration of the sample and loading system on the microscopic scale is explained in detail. Si, SiO₂, Si₃N₄, Au, Ti, Ni are used in these tests. Experimental results are introduced, including elastic modulus, residual stress, yield strength, fracture strength, fatigue strength, and so on. Finally, a brief discussion on future developments is given.

Keywords MEMS, mechanical properties, nanoindentation/scratch, bend, tension, torsion

*The project supported by the National Natural Science Foundation of China (10102021, 10172086), Chinese Academy of Sciences (KJCX2-SW-L2, SYLXSO9), and the seed fund on microsystem mechanics from Hong Kong University of Science and Technology.