

# 微桥结构 Ni 膜杨氏模量和残余应力研究

周勇 王明军 杨春生 陈吉安 王莉 丁桂甫 张亚民 高孝裕

(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  
微米 / 纳米加工技术国家级重点实验室 上海 200030)

张泰华

(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: yzhou@mail.sjtu.edu.cn

**摘要** 采用 MEMS (Microelectromechanical Systems) 技术研制了镍 (Ni) 膜微桥结构试样, 应用陶瓷压条为承力单元, 与纳米压痕仪 XP 系统的 Berkovich 三棱锥压头相结合, 解决了较宽 Ni 膜微桥加载问题。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 膜微桥的杨氏模量及残余应力, 其值分别为 190.5 GPa 和 146 MPa, 与应用纳米压痕仪直接测得的带有 Si 基底的 Ni 膜杨氏模量  $186.8 \pm 7.34$  GPa 相吻合。

**关键词** Ni 膜微桥; MEMS 技术; 力学性能

中图分类号 TP115.9

## Measurement of Young's Modulus and Residual Stress of Nickel Film Microbridges by MEMS Technology

Zhou Yong, Wang Mingjun, Yang Chunsheng, Chen Ji'an, Wang Li, Ding Guifu, Zhang Yamin, Gao Xiaoyu  
(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)

Zhang Tai Hua

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

**Abstract** The Microbridge testing method is used to measure the Young's modulus and residual stresses of metallic films. Samples of nickel film microbridges are fabricated by the MEMS (Microelectromechanical Systems) technology. Special ceramic shaft structure is designed to solve the problem of getting the load-deflection curves of Ni microbridge by Nanoindenter XP system with normal Berkovich probe. Theoretical analysis of the microbridge load-deflection curve is proposed to evaluate the Young's modulus and residual stress of the films simultaneously. The calculated results based on experimental measurements show that the average Young's modulus and residual stress for the electroplated nickel films are: 190.5 GPa and 146 MPa, respectively, while the Young's modulus measured by nano-hardness method on the same nickel film based on silicon substrate is  $186.8 \pm 7.34$  GPa.

**Key words** Nickel film microbridge; MEMS technology; mechanical properties

## 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 材料通常以薄膜的形式存在, 基于某一衬底或与其它材料构成复合材料。其性能对 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<sup>[1-5]</sup>。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无误地测量 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。

收稿日期: 2003-05-23

基金资助: 国家重点基础研究发展规划 (973) 项目“集成微光机电系统研究”子项目 (G1999033103) 资助。

作者简介: 周勇, 男, 1964 年出生, 山东省平度市人, 博士, 上海交通大学博士生导师。主要研究方向为薄膜材料与器件, 微传感器与 RF-MEMS。

24

Modern Scientific Instruments 2004 4

纳米压痕法通常用于测量位于基片上薄膜的硬度和杨氏模量，然而由于不同的基片差异及压头很大的压力，使测量结果不能真实地反映材料的性能。基片弯曲法可用于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。鼓泡法可用于测量矩形膜片的残余应力和杨氏模量，但是应力集中在四个角上，难以测量屈服强度和破坏强度，而且薄膜表面的缺陷会引起测量误差。微拉伸法存在样品固定问题，且薄膜很脆、有缺陷，测量结果也有误差。为避免上述出现的问题而发展的悬臂梁方法，可测量薄膜的杨氏模量和残余应力，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<sup>[1]</sup>，即膜片偏转实验法(MDE)。采用纳米压痕仪测量 RF(Ridao Frequency) 开关膜片的载荷与位移之间的关系，并结合有限元分析，成功获得了薄膜的杨氏模量和残余应力。后来，他们又发展了该 MDE 方法<sup>[3-5]</sup>，用于薄膜材料的力学特性研究，其最大优点是能够对器件进行原位测量。但方法非常复杂，对测量条件要求非常严格，且仪器价格昂贵。最近，Zhang 等<sup>[6]</sup>报道了一种基于微桥法测量非金属材料杨氏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杨氏模量和残余应力。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，根据测量的载荷与位移之间的关系曲线，获得了镍薄膜的杨氏模量和残余应力，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膜方式电镀的<sup>[7-9]</sup>。本文中的镍薄膜是在大块硅衬底上电镀获得的，然后采用湿法刻蚀形成不同尺寸的镍薄膜微桥，其主要研制工艺(图 1)如下：a)将直径75毫米的(100)单晶硅片双面氧化，其中一面(称作A面)的SiO<sub>2</sub>用BHF酸溶液刻蚀掉，另一面(称作B面)的SiO<sub>2</sub>图形化开刻蚀硅窗口；b)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；c)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<sub>3</sub>溶液刻蚀镍，非常薄的底层Cr用Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2(NH<sub>4</sub>)SO<sub>4</sub>溶液刻蚀掉；d)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℃，水与KOH的重量比为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Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2(NH<sub>4</sub>)SO<sub>4</sub>溶液刻蚀掉，这样就形成了镍膜的微桥结构。镍膜微桥的厚度是采用台阶仪Alpha Step 500进行测量的，其测量精度为埃的数量级。图2为实际研制的镍膜微桥结构。

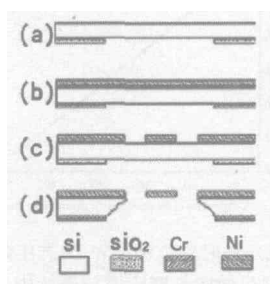


图1 镍膜微桥的研制工艺流程图

镍膜微桥测试是在纳米压痕仪(Nanoindenter XP)上进行的，其压头为Berkovich三棱锥压头。由于没有很宽的楔型压头，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。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2)。

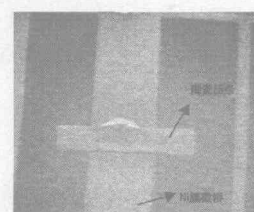


图2 研制的镍膜微桥的结构

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。为此我们设计了较宽尺寸的微桥结构，以便研究在这种尺度下薄膜材料的力学特性。对于这种结构的微桥，由于目前没有这种长的楔型压头，我们在微桥的中心放置一陶瓷压条，以便获得均匀加载，因此压条可能对测试结果带来一定误差。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3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。对于我们的微桥,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,对此我们也采用ANSYS软件进行了分析。图4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4可以看出,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。对于我们的实验,基本上是可以接受的。

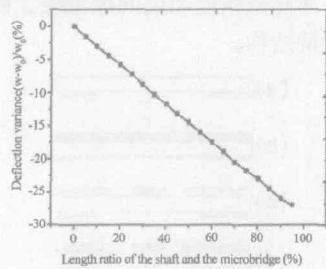


图3 压条宽度与微桥长度比值与微桥中心处位移的关系

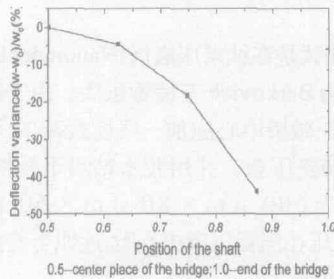


图4 压条偏离微桥中心位置与微桥中心处位移的关系 (0.5代表桥中心处,1.0代表桥的端点)

### 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,薄膜的杨氏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薄膜微桥的杨氏模量和残余应力<sup>[6]</sup>:

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

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;  $w_i^t(Q_i, N_r, E_f)$  ( $t$ 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:

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

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

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  $\delta = N_r/t$ 为薄膜的杨氏模量和残余应力。采用迭代技术可得到薄膜的杨氏模量和残余应力。

### 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-位移实验曲线得到薄膜的杨氏模量和残余应力。

表1 Ni膜的杨氏模量和残余应力

试样	尺寸			杨氏模量 (Gpa)	残余应力 (Mpa)
	长(μm)	宽(μm)	厚(μm)		
Ni1	2038	941	3.7	199	102.8
Ni2	2037	453	3.7	203	107.5
Ni3	1536	439	3.7	199.1	117.1
Ni4	1541	195	3.7	177.1	188.4
Ni5	1045	248	3.7	174.1	213.7
	平均值			190.5	146

图5给出了微桥典型的载荷与位移的关系曲线。由表1所示, Ni膜的平均杨氏模量约为190.5GPa,远低于大块Ni多晶材料的杨氏模量207GPa<sup>[10]</sup>。然而, Sharpe等<sup>[11-13]</sup>和 Christenson等<sup>[14]</sup>均报道了显著低的结果。Hemker等<sup>[8]</sup>报道了狗骨状(dog-bone)LIGA (lithographic graphik abformung) Ni样品拉伸实验的杨氏模量为180 ± 24GPa, 也远低于文献<sup>[10]</sup>报道的大块Ni的值, 但与其它LIGA Ni样品的杨氏模量一致<sup>[11,12]</sup>。我们的结果与文献<sup>[8,11,12]</sup>报道的结果接近, 但高于 Stephens等<sup>[7]</sup>和 Cho等<sup>[9]</sup>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

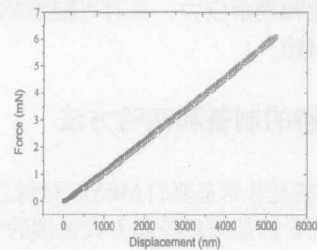


图5 Ni微桥典型的(加载和卸载)载荷与位移的关系曲线

基底的薄膜的力学特性，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 膜杨氏模量为  $186.8 \pm 7.34\text{GPa}$ ，如图 6 所示。

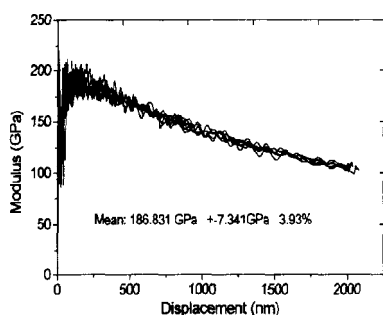


图6 带有硅基底的Ni膜纳米压痕测量

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  $146\text{MPa}$ 。不同微桥残余应力的较大差异可能是由于尺寸效应。较大的残余应力往往使 Ni 薄膜在硅片边缘处剥离开来。杨氏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  $50\text{nm}$ ，将导致杨氏模量和残余应力的很大变化。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 给出的杨氏模量和残余应力的离散性。

## 5 结论

本文采用 MEMS 技术研制了 Ni 膜微桥结构试样。应用陶瓷压条为承力单元，并与纳米压痕仪 XP 系统的 Berkovich 三棱锥压头相结合，解决了较宽的 Ni 膜微桥加载问题。测量了微桥的载荷与位移的关系，并结合微桥力学理论得到了 Ni 膜的杨氏模量及残余应力分别为  $190.5\text{GPa}$  和  $146\text{MPa}$ ，与应用纳米压痕仪直接测得的带有 Si 基底的 Ni 膜杨氏模量  $186.8 \pm 7.34\text{GPa}$  相吻合。

## 参考文献

- [1] Espinosa H D, Fischer M, Zhu Y, and Lee S. 3-D Computational Modeling of RF MEMS Switches, Proceedings of the 4<sup>th</sup> International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems, M. Laudon and B. Romanowicz, editors, 2001a, 402~405
- [2] Yi T and Kim C J. Measurement of Mechanical Properties for MEMS Materials, Meas. Sci. Technol., 1999, 10(8): 706~716
- [3] Espinosa H D, Prorok B C, and Zhu Y. An Investigation of Plasticity in MEMS Materials, Proceedings of IPACK'01, The Pacific Rim/ASME International Electronic Packaging Technical Conference and Exhibition, Kauai, Hawaii, USA. July 8-13, 2001b, 1
- [4] Espinosa H D, and Prorok B C. A Novel Experimental Technique for Testing Thin Films and MEMS Materials, Proceedings of the SEM Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics, Portland, Oregon, June 4-6, 2001, 446~449
- [5] Espinosa H D, Prorok B C, and Fischer M. A Methodology for Determining Mechanical Properties of Freestanding Thin Films and MEMS Mechanicals, 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, 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. Microelectromechanical Systems, 2001, 10(3): 347~359
- [8] Hemker K J and Last H. Microsample Tensile Testing of LIGA Nickel for MEMS Applications, 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, Proceedings of the IEEE Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2002, 439-442
- [10] Metals Handbook (10<sup>th</sup> ed., Vol. 2, ASM Handbook/Prepared Under the direction of the ASM International Handbook Committee, Materials Park, OH, ASM International, 1990)
- [11] Sharpe J W N, LaVan D A, Edwards R L. Mechanical Properties of LIGA-Deposited Nickel for MEMS, Proceedings of Transducers'97, IEEE, Chicago, IL, 1997, 607~610
- [12] Sharpe J W N, LaVan D A, McAleavey A. Mechanical Testing of Thicker MEMS Materials, Proceedings of MRS Symposium on Microelectromechanical Systems (MEMS), ASME DSC, 62/HTD, 1997, 354: 93~97
- [13] Sharpe J W N, McAleavey A. Tensile Properties of LIGA Nickel, Proc. SPIE, 1998, 3512: 130~137
- [14] Christenson T R, Buchheit T E, Schiniale D T *et al.* Mechanical and Metallographic Characterization of LIGA Fabricated Nickel and 80% Ni-20% Fe Permalloy, Proc. MRS Symp., 1998, 518: 185~190