

微桥结构铜膜杨氏模量和残余应力研究

周勇 杨春生 陈吉安 丁桂甫 王莉 王明军 张亚民

(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微米/纳米加工技术国家级重点实验室 北京 100080)

E-mail: yzhou@mail.sjtu.edu.cn

摘要 采用 MEMS(Microelectromechanical Systems) 技术研制了铜(Cu)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 Cu 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 Cu 膜微桥的杨氏模量及残余应力,其值分别为 115.2 GPa 和 19.3 MPa,与应用纳米压痕仪直接测得的带有 Si 基底的 Cu 膜杨氏模量 110 ± 1.67 GPa 相吻合。

关键词 Cu 膜微桥; MEMS 技术; 力学性能

中图分类号 TP115.9

Investigation of Young's Modulus and Residual Stress of Copper Film Microbridges by MEMS Technology

Zhou Yong, Yang Chunsheng, Chen Ji'an, Ding Guifu, Wang Li, Wang Mingjun, Zhang Yamin
(Key Laboratory for Thin Film and Microfabrication

Technology of Ministry of Education Research Institute of Micro/Nanometer Science and Technology Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China)

Zhang Taihua

(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 stress of metallic films. Samples of copper film microbridge are managed to be fabricated by the MEMS(Microelectromechanical Systems) technology. Special ceramic shaft structure is designed to solve the problem of getting the load-deflection curve of Cu film 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 copper films are: 115.2 GPa and 19.3 MPa, respectively, while the Young's modulus measured by nano-hardness method on the same copper film based on silicon substrate is 110 ± 1.67 GPa.

Key words Copper film microbridge; MEMS technology; mechanical properties

1 引言

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存在,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^[1~5]。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测量

收稿日期:2003-03-31

基金资助:受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。

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之间的差异,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。为避免上述问题发展了悬臂梁方法,该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,Es-pinosa 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 (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^[3~5],用于薄膜材料的力学特性研究。该方法的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铜(Cu)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 Cu 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 铜膜微桥的制备和实验方法

铜薄膜是非常重要的 MEMS 材料之一,许多 Cu 薄膜的制备大都是采用溅射方法或掩膜方法电镀^[7~10]。本文中的 Cu 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 Cu 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 SiO₂ 用 BHF 酸溶液刻蚀掉,另一面(称作 B 面)的 SiO₂ 图型化开刻蚀硅窗口;(b)在 A 面,溅射 10nm 厚度的铬(Cr)作为粘接层,然后溅射 80nm 厚的 Cu 作为电镀底层;(c)在 A 面电镀 Cu 薄膜,直到所需要的厚度,然后涂光刻胶对 Cu 膜图型化,用稀释的 FeCl₃ 溶液刻蚀

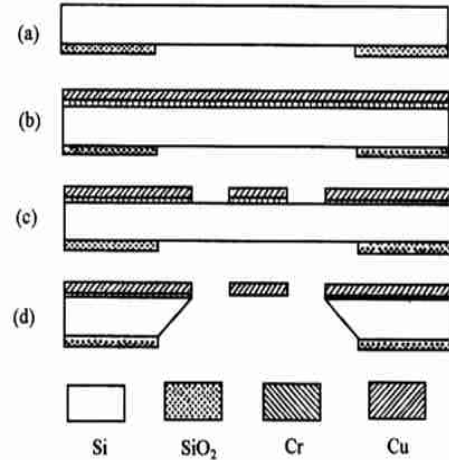


图1 Cu薄膜桥的研制工艺流程图

Cu,非常薄的底层 Cr 用 $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)SO_4$ 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 100:40。为了防止 Cu 膜长时间浸润在 KOH 溶液中,采用夹具将 Cu 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 $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)SO_4$ 溶液刻蚀掉,这样就形成了 Cu 膜的微桥结构。铜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 Cu 膜微桥结构图。

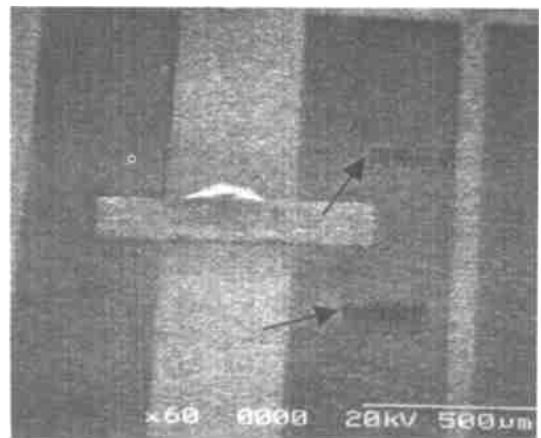


图2 研制的Cu膜微桥结构

Cu 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。由于没有很宽长度的楔型压头,为在微桥中心施加一均匀载荷,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 $600\mu\text{m} \times 80\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ 。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)。

由于 MEMS 器件和微结构通常具有不同的尺寸, 大可到毫米量级, 小可到微米量级。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, 由于在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

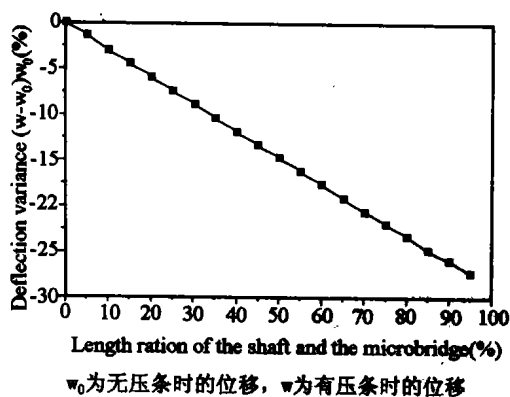


图3 压条宽度和微桥长度比值与微桥中心处位移的关系

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 $80\mu\text{m}$, 微桥的长度大于 $1000\mu\text{m}$, 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

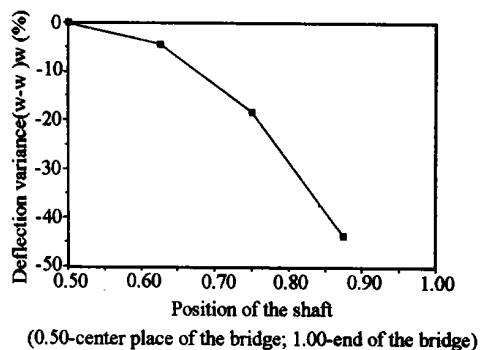


图4 压条偏离微桥中心位置与微桥中心处位移的关系(0.5代表桥中心处, 1.0代表桥的端点。)

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。

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, 即可得到薄膜微桥的杨氏模量和残余应力^[6]:

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

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, $w_i^t(Q_i, N_r, E_f)$ (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 Cu 膜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。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, Cu 膜的平均杨氏模量约为 115。

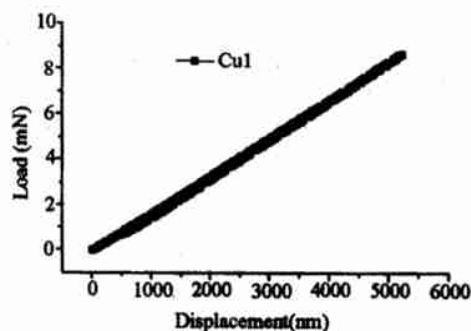


图5 Cu微桥典型的(加载和卸载)载荷与位移的关系曲线

2 GPa, 远低于大块 Cu 多晶材料的杨氏模量 130 GPa^[11]。然而, 与 Jamting 等^[7]报道的采用双轴弯曲法测得的 Cu 膜的杨氏模量 (116 ± 8) 相近。Farhat 等^[8]报道了采用纳米压痕技术测得了溅射法制备的 Cu 膜的杨氏模量为 102.46 ± 2.5 GPa, 也远低于文献^[11]报道的大块 Cu 的值, 但与 Huang 等采用拉伸法测得的电子束沉积的 Cu 自由膜样品的杨氏模量 102 ± 7 GPa 一致^[9]。Read 报道了采用电子束沉积和溅射法制备的 Cu 膜的杨氏模量分别为 99 GPa 和 109 GPa^[12]。

近来 Fang 等采用纳米压痕技术研究了不同衬底 (Si, SiO₂ 和 LiNbO₃) 上采用离子束溅射的 Cu 膜的力学特性^[10], 他们发现在 LiNbO₃ 衬底上制备的 Cu 膜的杨氏模量为最大 (135 GPa), 而在 Si 衬底上为最小 (100 GPa), 这与 Gouldstone 等^[13]和 Sanders 等^[14]采用纳米压痕技术测得的结果 132 GPa 接近。我们认为杨氏模量的差别是由于样品制备工艺和测试条件的不同造成的。

因此, 我们也采用纳米压痕仪在带有 Si 基底的 Cu 膜上作了多次压入实验, 测得的 Cu 膜杨氏模量为 110 ± 1.67 GPa, 如图 6 所示。

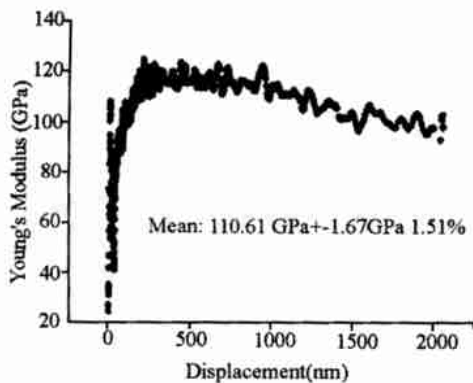


图6 带有硅基底的Cu膜纳米压痕测量

表1 Cu膜的杨氏模量和残余应力

样品	长度 (um)	宽度 (um)	厚度 (um)	杨氏模量 (GPa)	残余应力 (MPa)
Cu 1	1530	960	9.4	119.5	32.74
Cu 2	1513	466	9.4	116.2	28.8
Cu 3	1525	468	9.4	121.3	14.1
Cu 4	1519	464	9.4	108.3	19
Cu 5	1010	363	9.4	110	7.1
Cu 6	1017	453	9.4	118.2	15.2
Cu 7	1017	260	9.4	113	26.6
Cu 8	2015	957	9.4	115	11.0
平均值				115.2	19.3

另一方面, 在迭代过程中, 我们可以得到 Cu 膜的残余应力, 其平均值约为 19.3 MPa。较小的残余应力没有使 Cu 薄膜从硅片边缘处剥离开来。不同微桥残余应力的差异可能是由于尺寸效应。杨氏模量和残余应力的差异, 也可能是由于在电镀 Cu 膜时电流分布不匀, 从而造成 Cu 膜在厚度上的细微差异, 或 Cu 膜中的缺陷均可对测量形成影响。计算表明, 薄膜厚度变化

10nm, 将导致杨氏模量和残余应力的明显变化。因此, 对于微桥结构, 薄膜厚度的精确测量是非常关键的。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 Cu 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 Cu 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 Cu 膜的杨氏模量及残余应力分别为 115.2 GPa 和 19.3 MPa, 与应用纳米压痕仪直接测得的带有 Si 基底的 Cu 膜杨氏模量 110 ± 1.67 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 4th International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems, 2001a, M. Laudon and B. Romanowicz, editors, 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, July 8 - 13, 2001b, 1, Kauai, Hawaii, USA.
- [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, June 4 - 6, Portland, Oregon, 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 Materials, 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] Jamting A K, Bell J M, Swain M V, Schwarzer N. Investigation of the Elastic Modulus of Thin Films Using Simple Biaxial Bending Techniques, Thin Solid Films, 1997, 308 ~ 309:304 ~ 309
- [8] Farhat Z N, Ding Y, Northwood D O, Alpas A T. Nanoindentation and Friction Studies on Ti-based Nanolaminated Films, Surface and Coating Technology, 1997, 89:24
- [9] Huang H B, Spaepen F. Tensile Testing of Free Standing Cu, Ag and Al Thin Films and Ag/Cu Multilayers, Acta Materialia, 2000, 48: 3261 ~ 3269
- [10] Fang T H, Chang W J. Nanomechanical Properties of Copper Thin Films on Different Substrates Using the Nanoindentation Technique, Microelectronic Engineering, 2002, 65:231 ~ 238
- [11] Smithells C J. Smithells Metals Reference Book, Butterworths, London, 1983:152
- [12] Read D T. Young's Modulus of Thin Films by Speckle Interferometry, Meas. Sci. Technol., 1998, 9: 676 ~ 685
- [13] Gouldstone A, Koa H J, Zeng K Y. Discrete and Continuous Deformation During Nanoindentation of Thin Films, Acta Mater., 2000, 48:2277 ~ 2295
- [14] Sanders P G, Eastman J A. Elastic and Tensile Behavior of Nanocrystalline Copper and Palladium, Acta Mater., 1997, 45:4019 ~ 4025