

微桥法研究低应力氮化硅力学特性及误差分析^{*}

MICROBRIDGE METHOD DETERMINING THE MECHANICAL PROPERTIES OF LOW STRESS LPCVD SILICON NITRIDE FILM AND ITS ERROR ANALYSIS

宗登刚^{** 1,2} 王钻开¹ 陆德仁¹ 王聪和²

(1. 中国科学院上海微系统与信息技术研究所 传感技术国家重点实验室, 上海 200050)

(2. 香港理工大学 应用物理系, 香港)

ZONG Denggang^{1,2} WANG Zuankai¹ LU Deren¹ WONG Conghe²

(1. *State Key Laboratory of Transducer Technology, Shanghai Institute of Microsystem and Information Technology, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China*)

(2. *Department of Applied Physics, Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong, China*)

摘要 用微机械悬桥法研究低应力氮化硅薄膜的力学性能。对符合弹性验则的微桥进行测试,在考虑衬底变形的基础上,利用最小二乘法对其载荷-挠度曲线进行拟合,得到低应力 low pressure chemical vapour deposited (LPCVD) 氮化硅的弹性模量为 $314.0 \text{ GPa} \pm 29.2 \text{ GPa}$, 残余应力为 $265.0 \text{ MPa} \pm 34.1 \text{ MPa}$ 。探讨梯形横截面对弯曲强度计算和破坏发生位置的影响,得到低应力氮化硅的弯曲强度为 $6.9 \text{ GPa} \pm 1.1 \text{ GPa}$ 。对微桥法测量误差的分析表明,衬底变形、微桥长度和厚度的测量精度对最终力学特性的拟合结果影响最大。

关键词 微电子机械系统 微桥 低压化学气相淀积 氮化硅 弹性模量 残余应力 弯曲强度

中图分类号 O343

Abstract The mechanical properties of MEMS materials have attracted many efforts during these years. Several methods were developed, yet the measured results varied. The mechanical properties of low stress low pressure chemical vapour deposited (LPCVD) Silicon nitride film was investigated by the microbridge method using a wedge tip under the nanoindenter. An elastic checking criterion was proposed and carried out to screen out unelastic microbridge samples. With the consideration of the substrate deformation and cross-section of the microbridge, theoretical analysis is conducted on the microbridge deflection. From the least square fitting process, the elastic modulus is evaluated to be $314.0 \text{ GPa} \pm 29.2 \text{ GPa}$, while the residual stress and the bending strength are $265.0 \text{ MPa} \pm 34.1 \text{ MPa}$ and $6.9 \text{ GPa} \pm 1.1 \text{ GPa}$, respectively. The error analysis of the microbridge method shows that the substrate deformation, the length and thickness measurement of the micro bridge influence the regressed results greatly.

Key words Micro-electro-mechanical system (MEMS); Microbridge; Low pressure chemical vapour deposited (LPCVD); Silicon Nitride; Elastic modulus; Residual stress; Bending strength

Corresponding author: ZONG Denggang, E-mail: zongdg@usr.sim.ac.cn, Fax: +86-21-62513510

The project supported by the National Major State Basic Research Development Program of China, "Integrated Micro-Optical-Electro-Mechanical Systems" (No. G1999033103), and the Hong Kong Polytechnic University of China (No. 1.11.37.A310).

Manuscript received 20021021, in revised form 20030122.

1 引言

氮化硅作为微机械和微电子领域中最重要材料之一,广泛应用于微电子机械系统 (micro-electro-mechanical system, MEMS)、硅集成电路和光电领域。氮化硅薄膜在器件中通常被用来作为掩蔽层、结构层以

及保护层。特别是作为结构层和保护层时,其力学特性将直接影响器件的设计、模拟以及最终的机械性能。因此,准确地测量氮化硅薄膜的力学性能,具有非常重要的意义。

微机械非金属薄膜材料一般都是脆性材料,并且尺寸很小,因而很难利用常规方法去研究其力学性能。

^{*} 20021021 收到初稿,20030122 收到修改稿。国家重点基础研究发展规划(973)项目“集成微光机电系统”(G1999033103)和香港理工大学智能材料中心(G1997A310)资助项目。Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

^{**} 宗登刚,男,1972年5月生,新疆库尔勒市人,汉族。中国科学院上海微系统与信息技术研究所传感技术国家重点实验室微电子与固体电子学专业博士研究生,研究方向为微电子机械系统。

近年来,人们提出了一些新的测试方法来研究微机械薄膜材料的力学性能,例如微单轴拉伸法^[1]、鼓膜法^[2,3]、共振频率法^[4]及微梁挠曲法^[5],还有微桥法。微桥法是利用装备有楔形压头的纳米压入仪检测微桥中心处位移-载荷曲线的一种方法。与其他方法相比,微桥法综合利用 MEMS 和纳米压入仪的优点,因而具有更好的适用性,①利用 MEMS 技术,工艺简单,容易批量制备标准化样品。②不存在微样品的装配和夹持问题。③可用简单的验则来检验微桥样品是否具有非弹性行为。④采用高精度的纳米压入仪进行测试,测量精度高,操作相对简单,数据重现性好。⑤便于原位(On-chip)检测,可以将测试结构与功能芯片集成在同一块硅片上。

迄今为止,氮化硅薄膜的弹性模量数据相当分散,也很少有弯曲强度方面的数据。为此,用微细加工技术制备低应力 LPCVD (low pressure chemical vapour deposited) 氮化硅微桥,并在纳米压入仪中对其位移-载荷曲线进行检测。同时为了保证弹性模量这一参数是由试样的弹性变形范围内得出的,提出一种简单的弹性验则,并根据该验则剔除实验中那些具有非弹性行为的微桥。根据考虑衬底变形贡献的微桥挠度解析表达式,以最小二乘法对其实验曲线进行拟合,并结合微桥横截面的形状,通过对大量结果的统计分析,得到低应力 LPCVD 氮化硅的弹性模量、残余应力和弯曲强度等力学参数。同时,探讨影响拟合结果的各种因素及其相对误差之间的关系。

2 实验

氮化硅微桥是由体微机械加工工艺制备的。先在电阻为 $3 \Omega \cdot \text{cm} \sim 8 \Omega \cdot \text{cm}$ 的 p 型(100)硅片的上下表面生长一层低应力 LPCVD 氮化硅薄膜,生长温度为 840°C ,生长压力 22.7 Pa ,气体流量比为 $\text{SiCl}_2\text{H}_2 : \text{NH}_3 = 6:1$ 。经双面光刻和等离子体干法刻蚀、KOH 湿法腐蚀后,即得到氮化硅的微桥阵列(见图 1)。微桥的尺寸为:厚度 $0.506 \mu\text{m}$,宽度 $6 \mu\text{m} \sim 24 \mu\text{m}$,长度 $30 \mu\text{m} \sim 120 \mu\text{m}$ 。将氮化硅微桥置于 Nano Indenter II's 纳米压入仪系统中,由计算机控制楔形压头在微桥中心处进行加载。该纳米压入仪的载荷及位移的分辨率都很高,分别为 76 nN 和 1 nm 。楔型压头的宽度为 $30 \mu\text{m}$ 。图 2 为加载示意图。

在加载过程中,需要避免微桥制作过程中引入的微缺陷对结果的影响。本文对每一个进行实验的微桥,首先进行多次的加卸载,由其重合性来判断微桥的变形是否呈现弹性行为。只有符合这一弹性验则的微桥,才被选为研究的对象。为了研究微桥的弯曲强度,对微桥进行持续加载,直至断裂。图 3 是一微桥(长

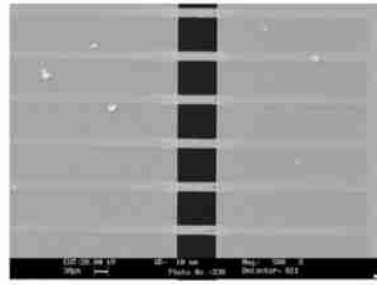
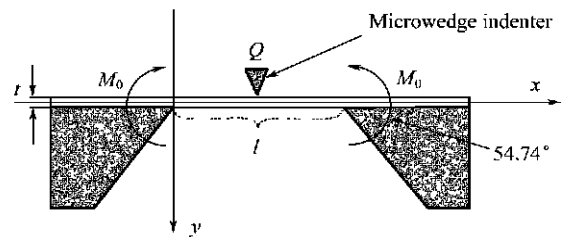


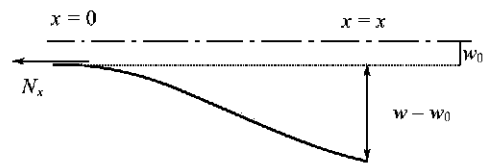
图 1 低应力 LPCVD 氮化硅微桥阵列

Fig. 1 Photograph of the array of the nitride micro-bridge samples



(a) 楔形压头加载

(a) Mechanical analysis of the microbridge under microwedge tip



(b) 左半边微桥挠曲曲线示意图

(b) Deflection of the left half part of the microbridge with substrate deformation in response to load Q

图 2 微桥力学分析示意图

Fig. 2 Schematic diagram for the microbridge

87.28 μm ,宽 6.964 μm)的六次加卸载曲线。在加卸载范围内重演性非常好,表明该微桥较好的弹性行为。

实验中,纳米压入仪的系统刚度、压头定位系统、数模转换系统和加载系统等都进行仔细校准。每个微桥的长度和宽度,首先在纳米压入仪中进行多次测量并取平均后,又在 Nikon MM60/L3UFA 测量显微镜和 JEOL JSM-6700F 扫描电镜中作再次的对比测量。结果

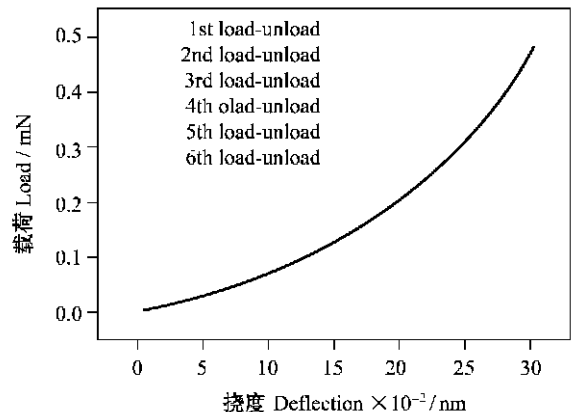


图 3 同一微桥的多次加卸载曲线

Fig. 3 Six loading-unloading cycles of the micro-bridge sample

表明,纳米压入仪所测量的长度和宽度值是可信的。微桥的厚度则是在 JEOL JSM-6700F 场发射电子显微镜中进行多次测量后取平均值得到的。

3 理论分析

对于图 2 所示的微桥,当楔型压头宽度大于微桥的桥宽时,可以将微桥的加载用一维模型描述。假设残余应力只存在于微桥的桥长方向,而在桥的宽度方向完全释放。对于均质等截面微桥的中性层,考虑微桥的左半段,则根据弹性理论^[6],有如下弯矩平衡方程成立

$$-E_f I w''(x) = b_0 M_0 + \frac{Q \cdot b_0}{2} x - N_x b_0 (w - w_0) \quad (1)$$

微桥右半段的弯矩平衡方程可同理写出。其中 I 为惯性矩, w 是 x 处的挠度, b_0 是微桥中性层的宽度, Q 为施加在微桥中心单位宽度的载荷, M_0 为微桥端点处单位宽度的约束弯矩, N_x 是沿桥长方向(即 x 方向)作用于微桥中性层单位宽度的轴向力, w_0 是微桥端点处的位移,也即衬底变形对挠曲的贡献。根据张统一等^[7]提出的衬底变形模型,可以得到有关 w_0 的表达式

$$w_0 = S_{NP} (N_x - N_r) + S_{PP} \frac{Q}{2} - S_{PM} M_0 \quad (2)$$

N_r 是由残余应力引起的单位桥宽残余力, t 是微桥的厚度; S_{NP} 、 S_{PP} 、 S_{PM} 是对应于硅衬底变形的柔度张量的分量,其大小与薄膜的厚度以及衬底的支撑角度有关系。本实验中衬底支撑角为 54.73° ,氮化硅薄膜厚度为 $0.506 \mu\text{m}$,对应的柔度张量可由文献值拟合得到,分别为 $S_{NP} = 5.06 \times 10^{-2} (\mu\text{m})^2/\text{mN}$, $S_{PP} = 0.132 0 (\mu\text{m})^2/\text{mN}$, $S_{PM} = 3.41 \times 10^{-2} \mu\text{m}/\text{mN}$ 。

边界条件为,微桥端点处 $w(0) = w_0$;微桥中心,由对称得 $w(l/2)_左 = w(l/2)_右$ 。联立方程(1)和方程(2),可以求解出考虑衬底变形贡献的微桥挠曲曲线方程

$$w(x) = -\frac{Q \sinh(kl/2)}{N_x k \sinh(kl)} \sinh(kx) + \frac{Q}{2 N_x} x - \frac{M_0}{N_x} \left[\frac{\sinh(kx) + \sinh[k(l-x)]}{\sinh(kl)} - 1 \right] + S_{NP} (N_x - N_r) + S_{PP} \frac{Q}{2} - S_{PM} M_0 \quad (3)$$

其中 $k = \sqrt{N_x b_0 / E_f I}$ 而微桥中心(即载荷施加处 $x/l = 0.5$, l 为桥长)的挠度为

$$w_{th} = \frac{1}{4 N_x} \left[Ql - \frac{2 Q \tanh(kl/2)}{k} - 4 M_0 \left[\operatorname{sech}\left(\frac{kl}{2}\right) - 1 \right] \right] + \left[S_{NP} (N_x - N_r) + S_{PP} \frac{Q}{2} - S_{PM} M_0 \right] \quad (4)$$

其中 M_0 和 N_x 可由方程(5)和(6)进行递归求解得出

$$\left[S_{NN} + \frac{1}{2 E_f t} \right] (N_x - N_r) + S_{NP} \frac{Q}{2} - S_{MN} M_0 = \frac{-1}{16 N_x^2} \left[\frac{4 k l M_0 Q \sinh\left(\frac{kl}{2}\right) + 4 k^2 l M_0^2 - Q^2 l}{\cosh(kl) + 1} + \left[\frac{3 Q^2}{k} - 4 k M_0^2 \right] \tanh\left(\frac{kl}{2}\right) + 8 M_0 Q \left[\operatorname{sech}\left(\frac{kl}{2}\right) - 1 \right] - Q^2 l \right] \quad (5)$$

$$M_0 = \frac{N_x \left[S_{MN} (N_x - N_r) + \frac{1}{2} S_{PM} Q \right]}{S_{MM} N_x + k \tanh\left(\frac{kl}{2}\right)} + \frac{\frac{1}{2} Q \left[\operatorname{sech}\left(\frac{kl}{2}\right) - 1 \right]}{S_{MM} N_x + k \tanh\left(\frac{kl}{2}\right)} \quad (6)$$

方程中的 S_{NN} 、 S_{MN} 、 S_{MM} 也是与硅衬底变形贡献相关的柔度张量分量,对于 $0.506 \mu\text{m}$ 厚的微桥来说,其值为 $S_{NN} = 5.088 \times 10^{-2} (\mu\text{m})^2/\text{mN}$, $S_{MN} = 1.004 \times 10^{-2} \mu\text{m}/\text{mN}$, $S_{MM} = 0.288 8 (\text{m} \cdot \text{N})^{-1}$ 。

这样可以由方程(4)联合方程(5)和(6)计算出任一载荷下微桥中心挠度的理论值 w_{th} 。然后,通过最小二乘法,利用方程(7)对挠度的实验测量值和理论计算值进行拟合,便可得到该氮化硅微桥的弹性模量和残余力。

$$SE_{e, n} = \sum_i [w_{exp, i}(Q_i) - w_{th, i}(Q_i, E_{ik}, N_{rn})]^2 \quad (7)$$

方程(7)中, $w_{exp, i}$ 是由纳米压入仪记录的挠度, $w_{th, i}$ 是由方程(4)计算出的理论挠度值, SE 是相应的挠度实验值与理论值的二乘误差。对任一组弹性模量和残余力,可以得到一个对应的 SE 值。而对应于最小二乘误差 SE_{min} 的那组弹性模量和残余力就是要拟合的目标值。

确定了弹性模量和残余力以后,就可以由式(8)

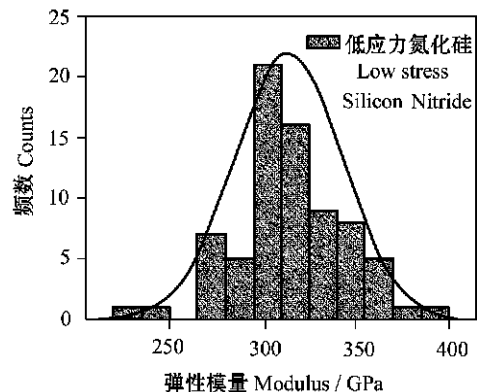


图 4 低应力 LPCVD 氮化硅弹性模量拟合结果统计

Fig. 4 Histogram of the elastic modulus of the low stress LPCVD Silicon Nitride film

得到微桥中的残余应力 σ_r 及其弯曲强度 σ_b

$$\sigma_r = \frac{N_r b_0}{A_c} \quad (8a)$$

$$\sigma_b = \frac{N_{x_b} b_0}{A_c} + E_f [-w''(x)y]_{\max} \quad (8b)$$

式中 A_c 是微桥横截面的面积; N_{x_b} 是由断裂时的载荷引起的中性层内单位宽度的轴向力; $w''(x)$ 是该断裂载荷下挠曲曲线方程的二阶微分, 即该点的曲率; y 是微桥表面相对于中性层的坐标, 根据图 2 中的坐标系, 微桥上表面 y 为负, 下表面 y 为正。

4 结果与讨论

在微桥法的实验和数据处理中, 有以下三个方面的问题, ① 测试中发现有一部分微桥的载荷位移曲线明显地偏离同一尺寸的其他微桥; 进一步实验表明, 这些微桥的加载曲线和卸载曲线不重合。② 当测量正式加载样品的弯曲强度时, 发现只有少部分微桥是从中间断裂的, 这与文献[7]所述(均断于加载处)有偏差; 进一步的 SEM 断面观察发现, 本文低应力 LPCVD 氮化硅的横截面为梯形, 而文献[7]中只给出了矩形横截面的考虑。③ 微桥尺寸和挠度的测量误差到底在多大程度上影响拟合结果的误差? 以下围绕以上三点加以讨论。

4.1 微桥的非弹性行为

实验中发现有不少微桥的加载曲线和卸载曲线不重合, 说明这些微桥在挠曲实验中有非弹性行为发生。为此提出用一个简单的弹性验则剔除那些具有非弹性行为的微桥。就是对微桥进行多次的加卸载, 那些加卸载曲线能够重合的微桥, 在加载范围内认为是弹性的, 即每次加载—卸载后不留任何永久变形。而那些不符合这个弹性验则的微桥, 则可能由于微桥制作过程中造成微桥边缘存在应变敏感点或者微桥材料内部或表面有微缺陷, 导致其加卸载曲线出现不重合。因此在正式实验前, 对微桥都进行多次加卸载, 然后只选择那些加卸载能够重合的微桥(如图 3)作为研究对象, 对其挠度曲线进行拟合。这是因为方程(1)~(6)是由弹性范围内推导出的, 所以排除那些具有非弹性行为的微桥, 对获得准确的拟合结果有积极的意义。共对 75 条符合弹性验则的低应力 LPCVD 氮化硅微桥进行测试, 其弹性模量的拟合结果统计分布如图 4 所示, 平均值为 314.0 GPa, 标准偏差为 29.2 GPa。

4.2 微桥横截面的形状

对横截面为梯形的微桥(图 5), 假设上底宽度为 a , 下底宽度为 b , 且 $a < b$, 厚度为 t , 则中性层的桥宽 b_0 和横截面积 A_c 为

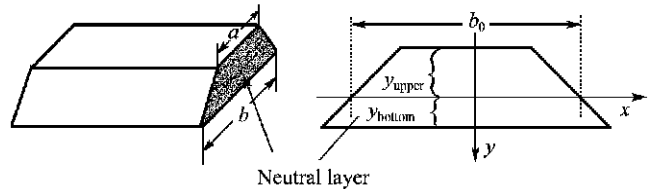


图 5 梯形截面示意图

Fig. 5 Schematic diagram for the trapezoidal cross section

$$b_0 = \frac{a^2 + 4ab + b^2}{3(a+b)} \quad (9a)$$

$$A_c = \frac{a+b}{2} t \quad (9b)$$

将由方程(7)拟合结果中的残余力 N_r 和式(9)中 b_0 、 A_c 的值一起代入式(8), 即可求得梯形横截面微桥中的残余应力 σ_r 。

而微桥在任一载荷下的轴向应力 σ_{axial} 是由两部分组成的, 一部分为由沿桥长方向的 N_x 所产生的, 作用于微桥轴向的拉伸应力 σ_1 ; 另一部分为由于微桥挠曲而产生的弯曲正应力 σ_2 。即

$$\sigma_{axial} = \sigma_1 + \sigma_2 = \frac{N_x b_0}{A_c} + E_f [-w''(x)y] \quad (10)$$

其中 $w''(x)$ 可由方程(3)计算出的挠曲曲线求得。例如尺寸为 $80.00 \mu\text{m} \times 6.964 \mu\text{m} \times 0.506 \mu\text{m}$ 的微桥, 取弹性模量为 300 GPa, 残余力为 0.15 mN/ μm , 则可由方程(3)联合方程(5)、(6)计算出载荷为 1 mN 时该微桥左半段的挠曲曲线(图 6)。其中图 6 右下方的插图为该挠曲曲线的二阶微分 $w''(x)$ 曲线。

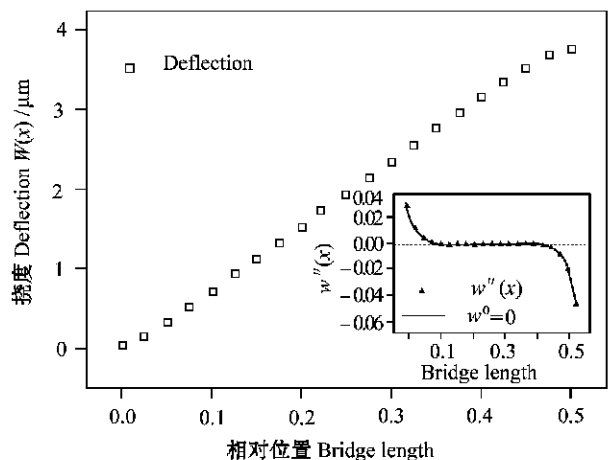


图 6 微桥左半部分挠曲曲线示意图, 右下插图为相应挠曲曲线的二阶微分曲线

Fig. 6 Representative deflection profile of the left half part of the micro bridge ($80.0 \mu\text{m} \times 6.964 \mu\text{m} \times 0.506 \mu\text{m}$) calculated from the analytical process, whereas the inset is the second derivative of the deflection curve

考虑微桥的任一横截面($w''(x) \neq 0$), 则该截面上弯曲正应力 σ_2 的极值将总是出现在微桥的表面, 或为拉应力, 或者为压应力, 且与该处的 $|w''(x)|$ 成正比(图 7)。再对整个微桥而言, $w''(x)$ 的极值位于微桥

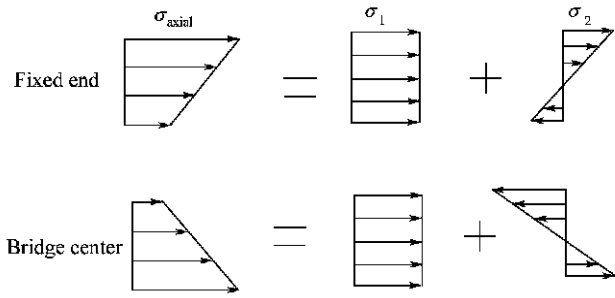


图 7 梯形截面微桥在固定端和中心处的轴向应力分布示意图

Fig.7 Distribution of the axial stress σ_{axial} through film thickness at the center and fixed end of the micro bridge with trapezoidal cross section

的中心和固定端处,且 $|w''(l/2)|$ 稍大于 $|w''(0)|$ 。而梯形截面微桥上下表面的 y 值分别为

$$y_{upper} = -\frac{a+2b}{3(a+b)}t \quad (11a)$$

$$y_{bottom} = \frac{2a+b}{3(a+b)}t \quad (11b)$$

且 $|y_{upper}| > |y_{bottom}|$ 。因此整个微桥弯曲正应力 σ_2 的正极值(拉伸应力)将出现在两处,①微桥中心下表面, $w''(l/2) < 0, y_{bottom} > 0, \sigma_2 > 0$ 。②微桥固定端上表面, $w''(0) > 0, y_{upper} < 0, \sigma_2 > 0$ 。整个微桥 σ_2 的最大值则取决于这两处 $|w''(x)y|$ 的大小。又由式(11)可知, $|y_{upper}|$ 和 $|y_{bottom}|$ 的相对大小取决于 a 和 b , 因此根据不同的横截面尺寸, σ_2 的最大值会出现在微桥中心或端点两处之一;当然也可能在二处同时达到最大值。图 7 为梯形截面微桥在固定端和微桥中心处的轴向应力分布示意图。

微桥在断裂载荷下 σ_2 的最大值与该载荷下 σ_1 值之和,也即断裂载荷下的最大轴向应力,就是式(8)中的弯曲强度。

如果微桥的横截面形状为矩形,则其上下表面相对于中性层是对称的,即 $|y_{upper}| = |y_{bottom}| = t/2$, 由与上类似的分析不难得出,微桥的最大轴向应力将总是出现在微桥中心的下表面,这就是文献[7]中的情形,其断裂全部发生在微桥的中心。

在实验中微桥断裂时,分别各约有 15% 是正好从中间和微桥一端断裂,而有 55% 从桥的两端同时断裂。也就是说,本文研究的微桥不仅在中心处,而且在端点处也容易断裂,这与上面梯形截面微桥的应力分析是吻合的。另外,固定端容易断裂与该处的应力集中也有一定关系。而大部分微桥都在两端断裂,则可能是由于微桥断裂时,压头因惯性作用难以及时停止下坠而碰断的。

4.3 误差分析

4.3.1 衬底变形的贡献

在以往 MEMS 材料力学特性研究中,为了简化模型,往往忽略衬底变形的贡献。例如微桥,可以近似为

简支梁或固支梁,本文的计算表明,虽然衬底的变形量一般来说只占测量挠度的 1% 左右,但是如果忽略的话,将使拟合出的弹性模量产生很大的误差。以图 6 所示微桥为例,分析结果如表 1 所示(下同)。对于简支梁和固支梁近似,其弹性模量的相对误差分别达 -16% 和 -21%。在简支梁和固支梁近似中,由于将衬底的变形也作为由纯弯曲产生挠度的一部分,因而使得微桥显得较“柔”,从而使拟合出的弹性模量低于实际值。这也是以往报道中^[4, 8]弹性模量的数值往往偏低的原因。

表 1 微桥(80.00 $\mu\text{m} \times 6.964 \mu\text{m} \times 0.506 \mu\text{m}$) 误差分析结果

Tab.1 The relative error in the evaluation of elastic modulus and residual stress for the micro-bridge deflection method

		引入误差	拟合结果误差	
		Introduced error	Resultant error/%	
绝对误差	相对误差或贡献	弹性模量	残余应力	
Absolute error	Relative error or Contribution	Elastic modulus	Residual stress	
衬底变形贡献 Contribution of the substrate deformation				
固支梁近似	—	~1%	-21	0.8
Built-in bridge				
简支梁近似	—	~1%	-16.4	15.3
Simply supported bridge				
测量误差 Error of measurement				
挠度 Deflection	—	~±1.5%	~±7	—
		~±5%	~±20	—
长度 Length	±1 μm	±1.25%	±5	0
	±3 μm	±3.75%	±10-11	~±6.6
	±0.33 μm	±5%	~±5	~±6.6
宽度 Width	±1 μm	±14%	~±15-23	~±13
	±0.05 μm	±9%	~±10-17	~±8-12
厚度 Thickness	0.10 μm	±19%	~±17-26	~±22-33

4.3.2 挠度测量误差的影响

挠度测量误差对拟合结果的影响,说明微桥法对测试设备精密度的要求。从表 1 中可以看到,如果挠度有 5% 的测量误差,将使拟合结果产生约 20% 的相对误差;而挠度 1.5% 的相对误差,将对拟合结果产生约 7% 的误差。误差的放大系数相当大。如果说,挠度的测量误差还在容许范围的话,那么弹性模量的误差就足以引起重视了。因此,为了精确地测得挠度,就必须对设备进行反复校准,尽可能地减小挠度测量误差。

4.3.3 几何尺寸测量误差的影响

表 1 就几何尺寸测量对图 6 中微桥的分析结果表明,当该微桥的长度测量误差分别为 ±1 μm 和 ±2 μm , 即相对误差为 ±1.25% 和 ±3.75% 时,拟合结果中弹性模量的相对误差分别约为 ±5% 和 ±10%, 将测量误差放大了几乎 3 倍。而宽度和厚度的测量误差与由其

引起的弹性模量的误差基本上相当,没有象长度测量的误差那样敏感。但是,宽度和厚度相对于长度来说尺寸较小,从而使其测量的相对误差比起绝对误差更为可观。例如,厚度的测量,0.05 μm 的绝对误差就能引起约 9% 的相对误差;同时宽度的测量,0.33 μm 可以引起 5% 的相对误差。由此,使得实验中对几何尺寸的测量要求也很高。

实验中,为了有效地控制误差,需要一方面利用高精密的测试设备来减小测量的系统误差,另一方面要进行多次测量求平均来减少偶然误差。有一点需要指出的是,工艺中的各种非人为因素将造成微桥几何尺寸实际值与设计值之间的偏差,本文工作中为了避免该偏差对拟合结果的影响,每一个微桥样品都分别对其几何尺寸进行多次测量并取平均值,而不是简单地用设计值代替实际尺寸,以期进一步控制误差的来源。

4.4 结果与比较

实验中对 75 条符合弹性验则的微桥进行加载,对拟合结果进行统计分析后得到低应力 LPCVD 氮化硅的弹性模量为 $314.0 \text{ GPa} \pm 29.2 \text{ GPa}$,残余应力为 $265.0 \text{ MPa} \pm 34.1 \text{ MPa}$,弯曲强度为 $6.9 \text{ GPa} \pm 1.1 \text{ GPa}$,其中的误差为标准偏差。弯曲强度的结果低于文献[7]报道的 12 GPa ,但远高于 Cardinale 等^[9]的强度极限 $300 \text{ MPa} \sim 500 \text{ MPa}$ 。弹性模量和 Tabata 等人报道的 290 GPa ^[2]接近,也与 Incerco 等公司^[10]公布的弹性模量 320 GPa 接近。但是,应该看到,至今弹性模量的文献数据仍然相当分散,从 $146 \text{ GPa} \sim 385 \text{ GPa}$ ^[2,7,9-12]都有报道。本工作中,由于考虑了衬底变形的贡献和横截面的形状,并利用高精密的纳米压入仪,采用易于制备的微机械悬桥结构来研究低应力氮化硅的力学特性,实验简单、精密度高、重复性好,是一种比较好的测试方法。

5 结论

用纳米压入仪测量微机械悬桥的载荷—挠度曲线来研究微机械材料的力学性能,具有较高的精密度、重复性和可靠性。本研究中考虑了衬底变形对微桥挠曲的贡献和横截面的形状,并通过简单的弹性验则选取弹性微桥进行测试,大大提高弹性模量等拟合结果的准确性。通过对氮化硅微桥测试结果的统计分析,得到 LPCVD 氮化硅的弹性模量为 $314.0 \text{ GPa} \pm 29.2 \text{ GPa}$,残余应力为 $265.0 \text{ MPa} \pm 34.1 \text{ MPa}$,弯曲强度为 $6.9 \text{ GPa} \pm 1.1 \text{ GPa}$ 。对微桥法的误差分析表明,衬底变形、挠度检测、微桥几何尺寸都对最后结果有影响,其中以衬底变形、微桥长度和厚度测量之误差的影响为

大。分析不同横截面微桥中轴向应力的分布,并解释了弯曲强度实验中相当一部分断裂发生在微桥根部的现象。

致谢

本文得到国家 973 重点基础研究发展规划项目——集成微光机电系统 G1999033103 (G1999033103 Project of the Major State Basic Research Development Program——Integrated Micro-Optical-Electro-Mechanical Systems)和香港理工大学智能材料中心‘Mechanical properties of micro-cantilevers and microelectromechanical piezoelectric acoustic microphones’项目(1.11.37. A310)的支持。

References

- 1 Sharpe Jr W N, Yuan Bin, Edwards R L. Measurements of Young's modulus, Poisson's ratio, and tensile strength of polysilicon. Proc. of the Tenth IEEE Inter. Workshop on Micro-electro-mechanical Systems, Japan, 1997. 424~429.
- 2 Tabata O, Kawahata K, Sugiyama S, et al. Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes. Sensors & Actuators, 1989, 20: 135~141.
- 3 Ziebart V, Paul O, Münch U, et al. Mechanical properties of thin films from the load deflection of long clamped plates. J. of Microelectromechanical Systems, 1998, 7(3): 320~328.
- 4 Buchaillot L, Farnault E, Hoummady M, et al. Silicon nitride thin films Young's modulus determination by an optical non destructive method. Jpn. J. Appl. Phys., 1997, 36: L794~797.
- 5 Burdess J S, Harris A J, Wood D, et al. The structural characteristics of microengineered bridges. J. of Mechanical Engineering Science, 2000, 214 (part C): 351~357.
- 6 Timoshenko S, Woinowsky-Krieger S. Theory of plates and shells. Beijing: Science Press, 1977 (In Chinese) (铁摩辛柯 S, 沃诺斯基 S. 板壳理论. 北京: 科学出版社, 1977).
- 7 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: 2 843~2 857.
- 8 Hoummady M, Farnault E, Kawakatsu H, et al. Applications of dynamic techniques for accurate determination of silicon nitride Young's Moduli. International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Chicago, Transducers '97, 1997. 615~618.
- 9 Cardinale G F, Tustison R W. Fracture strength and biaxial modulus measurement of plasma silicon nitride films. Thin Solid Films, 1992, 207: 126~130.
- 10 Synergy Materials Research Center (Japan). <http://unit.aist.go.jp/synergy/res-t1>; CFI (Ceramics for Industry), <http://www.cfi.de/english/cfi2>; Incerco, <http://www.incerco.com/nitride>; Ferro-Ceramic Grinding Inc., http://www.ferroc ceramic.com/tables/t_14.
- 11 Petersen K E, Guarnieri C R. Young's modulus measurements of thin films using micromechanics. J. Appl. Phys., 1979, 50: 6 761~6 766.
- 12 Tai Y C, Muller R S. Measurement of Young's modulus on microfabricated structures using a surface profiler. MEMS '90, IEEE, 1990. 147~152.