

晶片曲率法在多孔硅薄膜残余应力检测中的应用*

邱玉贤¹⁾ 计欣华¹⁾ 胡 明²⁾ 秦玉文¹⁾ 陈金龙¹⁾

1) (天津大学机械工程学院力学系, 天津 300072)

2) (天津大学电信学院电子科学与技术系, 天津 300072)

(2005 年 11 月 23 日收到, 2005 年 12 月 15 日收到修改稿)

通过基底曲率法设计和制作了一种测量薄膜应力的装置,它具有全场性、非接触性、高分辨率、无破坏、数据获取速度快等特点.使用该装置测量了电化学腐蚀法制作的多孔硅薄膜的残余应力,并研究了孔隙率和基底掺杂浓度对残余应力的影响.结果表明随着孔隙率的增加和硼离子掺杂浓度的提高,多孔硅表面的拉伸应力逐渐加大,由此表明多孔硅薄膜的微观结构与残余应力的大小有着密切的联系.

关键词: 薄膜, 残余应力, 孔隙率, 多孔硅

PACC: 6860, 8100, 8120

1. 引 言

随着微电子机械系统 (MEMS) 技术的不断发展, 多孔硅 (Porous silicon, PS) 优良的热学性能和力学性能正逐渐被人们所重视, 目前研究表明多孔硅薄膜/硅基底结构可以作为 MEMS 中的结构层和牺牲层材料. 早在 20 世纪 50 年代, Uhler 和 Turner 等就已提出, 在 HF 溶液中用电化学方法对单晶硅进行阳极处理, 就可以得到多孔硅, 与基体硅相比, 多孔硅具有较大的晶格常数, 晶格错配度一般在 0.034 或更低的范围^[1]. 由于薄膜与基体材料之间的晶格错配, 热学力学等参数失配引起薄膜与基底间的界面上出现的残余应力对其构成的组件的可靠性、稳定性和寿命具有决定性的影响, 高残余应力的存在不可避免的引起翘曲、层裂、龟裂等失效, 大幅度的降低了 MEMS 的可靠性^[2]. 因此, 进行多孔硅薄膜的残余应力大小的测试, 探询残余应力与其微观结构的关系, 对指导制备特定性能的薄膜具有重要的理论意义和应用价值. 目前, 大量关于如何测控薄膜内残余应力的研究工作已经展开^[3-5]. 微结构材料应力特性检测主要包括 X 射线衍射法、悬臂梁法、圆片法和谐振频率法.

本文利用晶片曲率法和光学技术相结合来测量

电化学腐蚀多孔硅薄膜结构的残余应力, 首先利用阴影云纹法与相移技术和数字图像处理技术相结合对多孔硅薄膜/硅基底三维形貌进行测量, 进而得到基底表面的平均曲率, 最后依据 Stoney 公式计算了多孔硅薄膜的残余应力, 并研究了孔隙率和基底掺杂浓度对残余应力的影响.

2. 实验方法

2.1. 薄膜的制备与测试方法

采用直流电化学腐蚀法制作多孔硅薄膜, 分别选用电阻系数为 0.01—0.02 $\Omega \cdot \text{cm}$ 的重掺杂硼离子 P^+ 型 (100) 方向的硅晶片和电阻系数为 1—10 $\Omega \cdot \text{cm}$ 的轻掺杂硼离子 P^- 型 (100) 方向的硅晶片, 将其切成 24 mm × 9 mm 大小的样品. 在进行腐蚀试验前为了使其有良好的欧姆接触, 把单晶片在无水乙醇和丙酮中分别超声清洗. 所用的腐蚀液为浓度 40% 氢氟酸和无水乙醇配成体积比为 1:1 的溶液, 将硅晶片分别放入配置好的腐蚀液中, 进行腐蚀电流密度分别为 80 $\text{mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ 和 40 $\text{mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ 不同电流密度的腐蚀. 腐蚀时间均为 30 min.

本文所制备的多孔硅薄膜/硅基底试样薄膜厚度约为 60 μm , 孔径约为 2—10 nm. Raman 散射研究

* 国家自然科学基金(批准号:10472080)资助的课题.

† E-mail: yuxiandi@tom.com

表明^[6-8]低孔度多孔硅基本上保持原衬底 Si 的单晶结构框架,只是在多孔硅层中形成许多孤立的孔洞,孔洞呈现枝杈状.随着腐蚀时间的增加,当孔隙率达到 80% 时,相邻的孔将连通,而留下一些孤立的晶柱或晶丝.高孔度多孔硅在总体上呈现无规则的珊瑚状.

2.2. 基片曲率法的原理

薄膜内残余应力的存在使膜-基复合体产生一定程度的弯曲变形.根据弹性力学理论,依据腐蚀膜前后基底曲率半径的变化,可求得残余应力的大小,Stoney^[9]给出了两者之间的关系:

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2}{6(1-\nu_s)t_f} \left(1 + \frac{3E_f}{E_s} \times \frac{t_f}{t_s} \right) \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right), \quad (1)$$

式中 σ 为膜内的平均残余应力, $E_s = 162$ GPa 和 $E_f = 156$ GPa 分别为基片和薄膜的杨氏模量, $\nu_f = 0.208$ 为基片的泊松比, t_s 和 t_f 分别为基片和薄膜的厚度, r_0 和 r 分别是基片腐蚀膜前后的曲率半径.当应力值为负时,薄膜受到压应力;当应力值为正时,薄膜受到张应力.当薄膜厚度与基底厚度可比时,Stoney 公式会有一些的误差,为此 Freund^[10]根据弹性力学理论对其进行了修正得到

$$\sigma' = \sigma \times \left[\frac{1 + hm(4 + 6h + 4h^2) + h^4 m^2}{1 + h} \right], \quad (2)$$

式中 $h = t_f/t_s$, $m = E_f/E_s$.

2.3. 阴影云纹法原理

阴影云纹是由一组平行的栅线与其在物体表面的投影的栅线影子叠合(干涉)后形成的一组携带物体表面高度信息的粗条纹,其间通过引进相移方法描述条纹场的光强分布中的位相与物体形面的单值对应关系获得物体的高度分布信息.它是现代先进的光电技术、图像处理与识别技术与计算机技术相结合的产物,该方法具有全场性、非接触性、高分辨率、无破坏、数据获取速度快等特点.

阴影云纹与其他光力学图像可用相似的光强表达式来表征条纹场特征:

$$I(x, y) = I_0(x, y) \times \{1 + b(x, y) \cos[\phi(x, y) + \delta_i]\}, \quad (3)$$

式中 $I_0(x, y)$ 为背景光强, $b(x, y)$ 为交流光强分布, $\phi(x, y)$ 为位相函数, δ_i 为相移量,若取 δ_i 分别为 0 , $\pi/2$, π , $3\pi/2$ 代入上式,可以得到

$$\begin{aligned} I_1(x, y) &= I_0(x, y) \\ &\quad \times \{1 + b(x, y) \cos[\phi(x, y)]\}, \\ I_2(x, y) &= I_0(x, y) \\ &\quad \times \{1 + b(x, y) \cos[\phi(x, y) + \pi/2]\}, \\ I_3(x, y) &= I_0(x, y) \\ &\quad \times \{1 + b(x, y) \cos[\phi(x, y) + \pi]\}, \\ I_4(x, y) &= I_0(x, y) \\ &\quad \times \{1 + b(x, y) \cos[\phi(x, y) + 3\pi/2]\}, \\ \phi(x, y) &= \arctg \frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3}. \end{aligned} \quad (4)$$

用阴影云纹法所获的在 CCD 靶面形成的干涉条纹场的光强分布为

$$I = \frac{A^2}{2} \left[\cos 2\pi f \left(x - \frac{1}{2} w t g \alpha \right) + \cos(2\pi f w t g \alpha) \right], \quad (5)$$

式中第一项显示的是高频光栅背景,第二项即我们所见到的条纹. f 为光栅频率,是栅线距的 a 倒数, w 为各点的高度, α 为光线照射方向与光栅法线方向的夹角.由上式可以得出,当光栅沿 z 轴的平移量为 $p(4t g \alpha)$, $p(2t g \alpha)$, $3(4t g \alpha)$ 时,所对应的相移量分别为 $\pi/2$, π , $3\pi/2$, 四步相移得以实现,并有

$$w = \phi(x, y) / (2\pi f t g \alpha), \quad (6)$$

在得到被测物体模型的曲面三维数据后,采用基于最小二乘法的曲面拟合思路,进行了初始曲面拟合、曲面逼近、及曲面细化的曲面造型工作得到二元二次曲面方程,进而精确的计算模拟了基片全场曲率半径的变化.假设三维表面的局部可以用二次曲面方程 $f(x, y)$ 很好的近似,则其平均曲率 H 为

$$\begin{aligned} f(x, y) &= a_0 x^2 + a_1 y^2 + a_2 xy \\ &\quad + a_3 x + a_4 y + a_5, \\ H &= (1 + f_y^2) f_{xx} + ((1 + f_x^2) f_{yy} - 2f_x f_y f_{xy}) \\ &\quad / (2(f_x^2 + f_y^2 + 1))^{3/2}, \end{aligned} \quad (7)$$

式中 f_x , f_y , f_{xy} , f_{xx} , f_{yy} 分别为二次曲面方程的一阶、二阶微分算子.

2.4. 实验装置建立

基片曲率法测量应力装置见图 1.具体试验过程为将一平行光栅置于物体表面,并用一束与光栅表面法线夹角为 α 的光线照射以在物体表面投射光栅条纹,通过移相装置实现多步相移,用面阵 CCD 采集变形条纹图,利用图像采集卡获得数字图像信息,经过计算机图像处理和运算实现三维轮廓测量和显示等功能.然后计算出物体表面的平均曲率

H 最后将变形前后的曲率半径代入方程 (2) 得到多孔硅薄膜的残余应力。

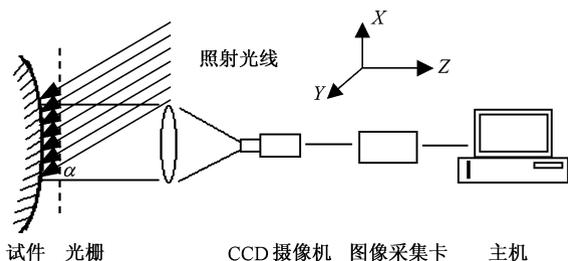


图 1 阴影云纹法测量系统简图

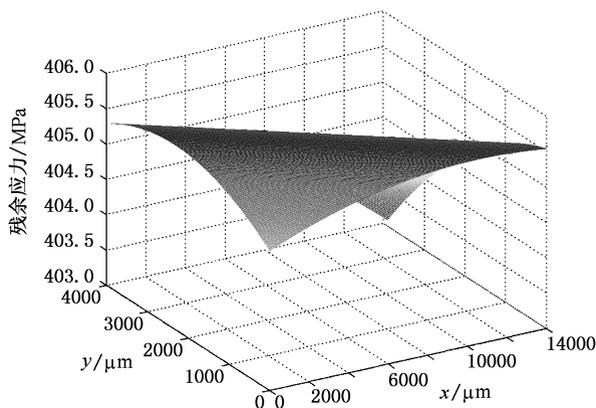


图 2 孔隙率为 70% 的 PS/p⁺ 型 Si 残余应力

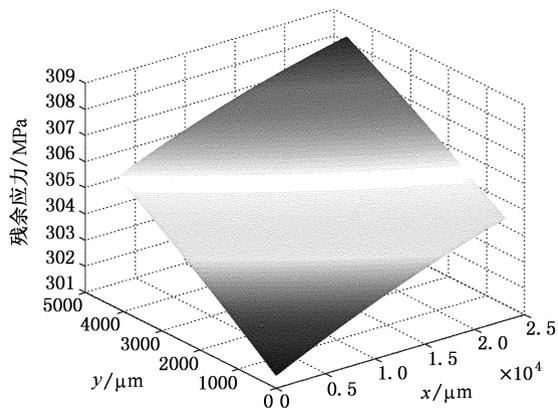


图 3 孔隙率为 50% 的 PS/p⁺ 型 Si 残余应力

3. 结果与讨论

分析如图 2—5 得到如下结论：

1) 对同一样品, 测量计算的是各点曲面平均曲率, 发现它们并不完全相同, 计算的残余应力值也不完全相同, 表明多孔硅薄膜的应力分布是不均匀的。

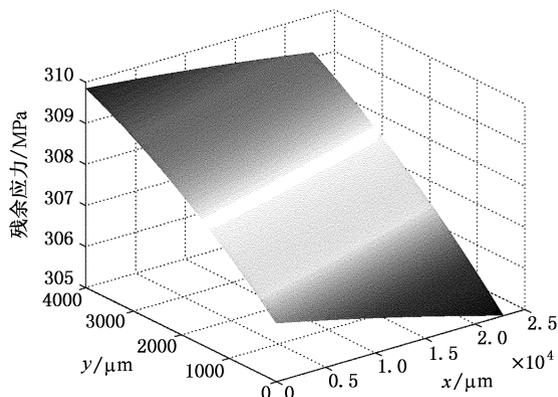


图 4 孔隙率为 45% 的 PS/p⁻ 型 Si 残余应力

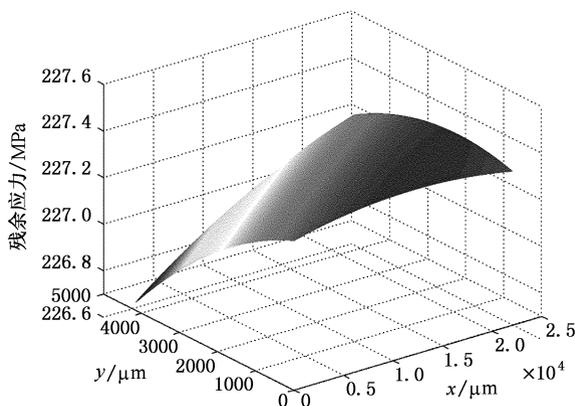


图 5 孔隙率为 35% 的 PS/p⁻ 型 Si 残余应力

2) 多孔硅薄膜都呈现拉应力, 这与文献报道是一致的^[11]。

3) 试验结果表明残余应力的分布与多孔微结构有密切的联系, 随着孔隙率的增加, 其对应的拉伸残余应力也相应增加。

4) 试验表明, 在重掺杂硼的 P 型 Si 基底上形成的 PS 薄膜的应力高于低掺杂硼的 Si 基底上 PS 薄膜的应力, 说明通过对基底进行掺杂, 改变薄膜与基底的表面电子密度差可以控制薄膜中应力的大小。

本文的试验结果与其他方法测定的应力存在一定的差异, 这是因为本文的基底曲率法是通过测量材料整体的宏观位移测定残余应力的, 而诸如 X 射线衍射法和拉曼光谱法则是通过测量材料内部微观结构变形, 得到测试的局部区域的残余应力大小。

残余应力的差异也可能是由于在腐蚀多孔硅薄膜时电流分布不匀, 从而造成多孔硅薄膜在厚度上的差异, 或多孔硅膜中的缺陷均可对测量形成影响。在对多孔硅三维形貌检测以获得其曲率半径的

试验中,图像采集的误差也会导致多孔硅薄膜残余应力的差异.

等特点的测试系统,即用基片曲率法、阴影云纹法和相移技术相结合的方法,完成了对多孔硅薄膜的残余应力的检测.

4. 结 论

通过建立一套具有非接触、高精度和全场观测

- [1] Martin-Palma R J , Martinez-Duart J M 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 2517
- [2] Zhu C C , Zhao H P , Han J Q 2003 *Micro-Nano Electron Technology* **10** 30 (in Chinese) [朱长纯、赵红坡、韩建强等 2003 微纳电子技术 **10** 30]
- [3] Lao J J , Hu X P , Yu X J 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 2259 (in Chinese) [劳技军、胡晓萍、虞晓江 2003 物理学报 **52** 2259]
- [4] Lao J J , Kong M , Zhang H J 2004 *Acta Phys. Sin.* **52** 1961 (in Chinese) [劳技军、孔 明、张慧娟 2004 物理学报 **53** 1961]
- [5] Shao S Y , Fan Z X , Shao J D 2005 *Acta Phys. Sin.* **59** 3312 (in Chinese) [邵淑英、范正修、邵建达 2005 物理学报 **59** 3312]
- [6] Barla K , Herino R , Bomchil G , Pfister J C , Freund A , Cryst J 1984 *Growth* **68** 727
- [7] Young I M I J , Beale J D 1985 *Appl. Phys. Lett.* **46** 1133
- [8] Bellet D G , Dolino , 1996 *Thin Solid Films* **1** 276
- [9] Stoney G G . 1909 *Proc. Roy. Soc. London* **9** 172
- [10] Freund L B , Floro J A , Chason E 1999 *Appl. Phys. Lett.* **74** 1987
- [11] Qu Y , Lei Z K , Kang Y L 2004 *Mechanical Intensity* **26** 389 (in Chinese) [邱 宇、雷振坤、亢一澜等 2004 机械强度 **26** 389]

Residual stress measurement of porous silicon thin film by substrate curvature method^{*}

Di Yu-Xian^{1)†} Ji Xin-Hua¹⁾ Hu Ming²⁾ Qin Yu-Wen¹⁾ Chen Jin-Long¹⁾

1) (Department of Mechanics , School of Mechanical Engineering , Tianjin University , Tianjin 300072 , China)

2) (Department of Electronic Science and Technology , School of Electronic Information Engineering , Tianjin University , Tianjin 300072 , China)

(Received 23 November 2005 ; revised manuscript received 15 December 2005)

Abstract

An optical apparatus based on substrate curvature method was developed for stress measurement of thin films , which offers such advantages as overall field , non-contact , high precision , nondestructive , easy operation and quick response . Using the apparatus , the residual stress in porous silicon (PS) layers prepared by electrochemical etching using a solution of HF/ethanol with composition ratio of 1:1 on heavily or gently doped (100) silicon as a function of the electric current density were obtained . It is found that the residual tensile stress tends to increase with the porosity increasing and the doping concentration of the silicon wafer increasing . The results show that there is a deep connection between the micro-structure PS and the residual stress distribution .

Keywords : film , residual stress , porosity , porous silicon

PACC : 6860 , 8100 , 8120

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 10472080)

[†] E-mail : yuxiandi@tom.com